



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE  
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA AGROALIMENTAR  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM SISTEMAS AGROINDUSTRIAIS

DENISE DANTAS DE OLIVEIRA ALENCAR

**MICROENCAPSULAÇÃO DE ÓLEO ESSENCIAL DE CAPIM-LIMÃO (*Cymbopogon  
citratu*s (DC.) Stapf) POR *SPRAY DRYING***

POMBAL-PB

2020

DENISE DANTAS DE OLIVEIRA ALENCAR

**MICROENCAPSULAÇÃO DE ÓLEO ESSENCIAL DE CAPIM-LIMÃO (*Cymbopogon citratus* (DC.) Stapf) POR *SPRAY DRYING***

Trabalho de Dissertação apresentado ao Programa de Pós-Graduação em Sistemas Agroindustriais do Centro de Ciências e Tecnologia Agroalimentar da Universidade Federal de Campina Grande, como requisito necessário para a obtenção de título de Mestre em Sistemas Agroindustriais.

**Orientadores:**

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Mônica Tejo Cavalcanti  
Prof. Dr. Hugo Miguel Lisboa Oliveira

POMBAL-PB

2020

A368m Alencar, Denise Dantas de Oliveira.  
Microencapsulação de óleo essencial de capim-limão (*Cymbopogon citratus* (DC.) Stapf) por *spray drying* / Denise Dantas de Oliveira Alencar.  
- Pombal, 2021.  
41 f. : il. Color

Dissertação (Mestrado em Sistemas Agroindustriais) - Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia Agroalimentar, 2020.  
"Orientação: Profa. Dra. Mônica Tejo Cavalcanti, Prof. Dr. Hugo Miguel Lisboa Oliveira".  
Referências.

1. Óleo Essencial. 2. Capim-limão. 3. *Cymbopogon citratus*. 4. Encapsulação. 5. Atividades Biológicas. 6. Secagem por Atomização. 7. Otimização de Processos. I. Cavalcanti, Mônica Tejo. II. Oliveira, Hugo Miguel Lisboa. III. Título.

CDU 665.52(043)

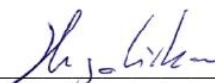
**MICROENCAPSULAÇÃO DE ÓLEO ESSENCIAL DE CAPIM-LIMÃO (*Cymbopogon citratus* (DC.) Stapf) POR *SPRAY DRYING***

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Sistemas Agroindustriais do Centro de Ciências e Tecnologia Agroalimentar da Universidade Federal de Campina Grande, Campus Pombal – PB, em cumprimento às exigências para a obtenção de título de Mestre (M.Sc.) em Sistemas Agroindustriais.

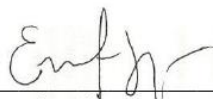
**COMISSÃO EXAMINADORA**



Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Mônica Tejo Cavalcanti – UATA/CCTA/UFCG  
1<sup>a</sup> Orientadora



Prof. Dr. Hugo Miguel Lisboa Oliveira – UAEAl/CTRN/UFCG  
2<sup>o</sup> Orientador



Prof. Dr. Evandro Leite de Souza – DNUT/CCS/UFPB  
Examinador Externo



Prof. Dr.<sup>a</sup> Mônica Correia Gonçalves – UATA/CCTA/UFCG  
Examinadora Interna

Pombal - PB, 04 de setembro de 2020

*Dedico este trabalho  
aos meus pais, Denilson e Gertudre,  
a quem devo tudo o que sou.*

## AGRADECIMENTOS

A Deus, pela sua infinita misericórdia em minha vida, por me conceder saúde, força, perseverança e determinação, guiando-me durante toda essa caminhada.

Aos meus pais, irmãos, amigos e demais familiares pelo apoio incondicional, amizade, carinho, pela paciência demonstrada nos bons e maus momentos e ainda pela ajuda na superação dos obstáculos ao longo de toda minha trajetória.

À Prof<sup>a</sup>. Dr.<sup>a</sup> Mônica Tejo, minha orientadora, pela orientação, suporte, por todo o aprendizado, dinamismo, e pelo exemplo de competência e dedicação. Reconheço, com gratidão, a confiança que depositaste em mim para a concretização desse trabalho.

Ao Prof<sup>o</sup>. Dr. Hugo Lisboa, meu co-orientador, por todos os ensinamentos, pelo apoio, incentivo, paciência, preocupação, disponibilidade e pela orientação prestada no decorrer do mestrado. Sou grata por ter aprendido com você através da convivência que é possível viver o meio acadêmico sem perder a sensibilidade humana. Que o seu profissionalismo, respeito pelo próximo e sua humildade sejam seu principal legado na vida de todos que cruzam seu caminho.

Ao Prof<sup>o</sup>. Dr. Evandro Leite, sempre muito solícito e gentil, por ter disponibilizado o Laboratório de Microbiologia de Alimentos/UFPB para realização das análises de atividade antimicrobiana, por todo suporte, pelas valiosas considerações feitas na qualificação e por ter aceitado o convite para compor a banca de defesa.

À Prof<sup>a</sup>. Dr.<sup>a</sup> Mônica Correia pelas contribuições mencionadas na banca de qualificação e por ter aceitado tão prontamente a participar da banca de defesa.

A todos que fazem parte do Laboratório de Tecnologia de Grãos e Cereais/UFCG pela colaboração. Em especial, à Climene Medeiros, técnica do laboratório, que mesmo tão atarefada, se prontificou a me auxiliar em muitos momentos.

Agradeço de coração o auxílio dado por Erika Tayse, que me recebeu muito bem no LMBA/UFPB, me acompanhado em algumas análises, repassando seus ensinamentos, além das sugestões feitas para melhoria da dissertação.

Enfim, a todos que de alguma forma contribuíram para a realização desse trabalho, muito obrigada!

## RESUMO

O óleo essencial de *Cymbopogon citratus* (DC.) Stapf (OECC) por apresentar propriedades antimicrobianas e antioxidantes, é uma matéria prima promissora para o desenvolvimento de fármacos e aditivos alimentares. No entanto, sua alta volatilidade e susceptibilidade a degradações oxidativas, são as principais desvantagens que limitam o seu uso. A microencapsulação por secagem por atomização é uma técnica que promove proteção das propriedades biológicas, funcionais e químicas dos materiais encapsulados. Assim, o objetivo deste estudo foi encapsular o OECC por meio da secagem por atomização, avaliar o efeito das condições de secagem (temperatura de entrada: 130 a 160°C, concentração de OECC: 5 a 15%, e concentração de maltodextrina: 10 a 20%) em relação à umidade, rendimento, atividade de água, cor, morfologia, tamanho das partículas, eficiência da encapsulação, conteúdo fenólico, atividade antioxidante, atividade antimicrobiana e análise térmica das microesferas de OECC, bem como realizar a otimização do processo. Ao avaliar o impacto das condições de secagem sobre o material encapsulado, foi observado que os parâmetros analisados foram afetados significativamente ( $p < 0,05$ ) pela temperatura de entrada (o aumento da temperatura influenciou significativamente na redução da atividade antioxidante), concentração de OECC (a elevação da concentração do OECC influenciou significativamente para o aumento dos valores de umidade, atividade de água e conteúdo fenólico total), e concentração de maltodextrina (maiores concentrações de maltodextrina elevaram a eficiência de encapsulação do processo). A observação dos aspectos ultra estruturais das microesferas revelou morfologia externa esférica, sem rachaduras e poros aparentes. O OECC puro e o OECC microencapsulado apresentaram atividade antimicrobiana frente as cepas de *E. coli* e *S. aureus*. Com a otimização do processo de secagem por atomização foi determinado como condições ideais do processo de microencapsulação do OECC os seguintes valores: temperatura de entrada do processo de 148°C, concentração de maltodextrina de 15% e concentração de óleo de 10%. Sob essas condições, será obtido um processo com 41,63% de eficiência de encapsulação, 3189,189ug/g de conteúdo de fenólicos totais e 40,37mg/100g de atividade antioxidante, tais condições podem ser aplicadas como um guia útil para a produção industrial em larga escala de microesferas de OECC com potencial antimicrobiano e antioxidante.

Palavras-chave: *Cymbopogon citratus*, óleo essencial, secagem por atomização, otimização do processo.

## ABSTRACT

The essential oil of *Cymbopogon citratus* (DC.) Stapf (OECC) for presenting antimicrobial and antioxidant properties, is a promising raw material for the development of drugs and food additives. However, its high volatility and susceptibility to oxidative degradation are the main disadvantages that limit its use. Spray drying microencapsulation is a technique that promotes protection of the biological, functional and chemical properties of encapsulated materials. Thus, the objective of this study was to encapsulate the OECC by spray drying, to evaluate the effect of drying conditions (inlet temperature: 130 to 160 ° C, OECC concentration: 5 to 15%, and maltodextrin concentration: 10 to 20%) in relation to humidity, yield, water activity, color, morphology, particle size, encapsulation efficiency, phenolic content, antioxidant activity, antimicrobial activity and thermal analysis of the OECC microspheres, as well as optimize the process . When evaluating the impact of drying conditions on the encapsulated material, it was observed that the analyzed parameters were significantly affected ( $p < 0.05$ ) by the inlet temperature (the increase in temperature significantly influenced the reduction of antioxidant activity), OECC concentration (the elevation of the OECC concentration significantly influenced the increase in the values of humidity, water activity and total phenolic content), and the concentration of maltodextrin (higher concentrations of maltodextrin increased the process encapsulation efficiency). The observation of the ultrastructural aspects of the microspheres revealed spherical external morphology, without cracks and apparent pores. The pure OECC and the microencapsulated OECC showed antimicrobial activity against *E. coli* and *S. aureus* strains. With the optimization of the spray drying process, the following values were determined as ideal conditions for the OECC microencapsulation process: inlet temperature of the 148°C process, 15% maltodextrin concentration and 10% oil concentration. Under these conditions, a process with 41.63% encapsulation efficiency, 3189.189ug/g of total phenolic content and 40.37mg/100g of antioxidant activity will be obtained, such conditions can be applied as a useful guide for production large-scale industrialization of OECC microspheres with antimicrobial and antioxidant potential.

Keywords: *Cymbopogon citratus*, essential oil, spray drying, optimization of the process.



## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1:</b> Cultivo da espécie <i>Cymbopogon citratus</i> .....	17
<b>Figura 2:</b> Estruturas químicas dos isômeros geranial e neral.....	18
<b>Figura 3:</b> Micropartículas com diferentes tipos de estrutura .....	21
<b>Figura 4:</b> Esquema de operação de um <i>spray drying</i> .....	22

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

$a_a$  – Atividade de água

ANOVA – Análise de variância

BHI – Brain heart infusion broth

BHT – butil-hidroxi-tolueno

CIM – Concentração inibitória mínima

CM – Concentração de maltodextrina

COECC – Concentração de óleo essencial de *Cymbopogon citratus*

$D_{n50}$  – Diâmetro médio da partícula

DSC – Calorimetria exploratória diferencial

E.E – Eficiência da encapsulação

MEs – microencapsulados

MEV – Microscopia eletrônica de varredura

OECC – Óleos essencial de *Cymbopogon citratus*

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>13</b>
<b>2 OBJETIVOS .....</b>	<b>15</b>
2.1 OBJETIVO GERAL.....	15
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	15
<b>3 REFERENCIAL TEÓRICO .....</b>	<b>16</b>
3.1 ÓLEOS ESSENCIAIS.....	16
3.2 ÓLEO ESSENCIAL DE <i>Cymbopogon citratus</i> .....	17
3.3 ENCAPSULAÇÃO .....	19
3.4 SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO .....	22
<b>4 MATERIAL E MÉTODOS .....</b>	<b>24</b>
4.1 MATERIAL.....	25
4.2 MÉTODOS.....	25
<b>4.2.1 Preparação da emulsão .....</b>	<b>24</b>
<b>4.2.2 Processo de secagem .....</b>	<b>25</b>
<b>4.2.3 Delineamento experimental .....</b>	<b>25</b>
<b>4.2.4 Caracterização dos microencapsulados.....</b>	<b>26</b>
4.2.4.1 Rendimento da microencapsulação .....	26
4.2.4.2 Eficiência de microencapsulação.....	27
4.2.4.3 Umidade .....	27
4.2.4.4 Atividade de água .....	28
4.2.4.5 Cor .....	28
4.2.4.6 Calorimetria exploratória diferencial (DSC) .....	28
4.2.4.7 Morfologia e distribuição das partículas dos microencapsulados .....	28
4.2.4.8 Identificação dos constituintes do OECC.....	29
4.2.4.9 Determinação do conteúdo fenólico total e atividade antioxidante das microesferas .....	29

4.2.4.10 Avaliação da atividade antibacteriana das microesferas .....	29
4.2.4.11 Otimização do processo de microencapsulação do OECC .....	30
4.3 ANÁLISE DOS DADOS EXPERIMENTAIS .....	<b>31</b>
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>32</b>
<b>5 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>38</b>

## 1 INTRODUÇÃO

O aumento da busca do consumidor por produtos naturais como alternativa ao uso dos sintéticos é evidente. Assim, pelo seu potencial antimicrobiano e antioxidante, o uso de derivados de produtos vegetais, em particular, alguns óleos essenciais, têm crescido. Estes são substitutos atraentes aos produtos químicos e drogas sintéticas em uso ou mesmo aqueles sob restrição por órgãos reguladores (KFOURY, 2018).

Os óleos essenciais são produtos do metabolismo secundário das plantas, constituídos por misturas complexas de compostos voláteis, que apresentam baixa toxicidade, degradam-se rapidamente na água e no solo, possuindo também propriedades aromáticas, antibacterianas, antifúngicas e antioxidantes (TONGNUANCHAN; BENJAKUL, 2014; SHARMEEN et al. 2020). Com isso, seu uso foi intensificado nos últimos anos, principalmente na indústria alimentícia, farmacêutica e cosmética, podendo ser ressaltado sua aplicação na fabricação de agentes antimicrobianos, medicamentos e aditivos alimentares (NHAN et al., 2020).

Dentre os diversos tipos de óleos essenciais existentes, o óleo essencial de capim-limão (*Cymbopogon citratus* (DC.) Stapf) (OECC), destaca-se quanto a sua atividade antimicrobiana, pois possui uma ampla capacidade de inibição contra microrganismos patogênicos e deteriorantes (BOUKHATEM et al., 2014; REYES-JURADO et al., 2019), apresentando também notável atividade antioxidante (STOICA et al., 2019), antiinflamatória e potencial terapêutico (OLADEJI et al., 2019).

Apesar de representar um grande potencial de aplicação em diversos setores da indústria, o desenvolvimento de produtos contendo OECC tem sido um desafio. A alta volatilidade, pouca solubilidade em sistemas aquosos e sensibilidade a agentes externos, como luz, umidade, temperatura e oxigênio, são fatores limitantes para o uso do OECC pelas indústrias de cosméticos, alimentos e fármacos (EKPENYONG, AKPAN, 2015; ŠUMIGA et al., 2019). Uma alternativa viável para minimizar esses problemas seria a microencapsulação do OECC (DROSOU et al., 2017). A microencapsulação é uma técnica que possibilita a formação de uma camada protetora que envolve o material por meio de uma matriz encapsulante, podendo ser formada por um ou mais compostos, geralmente chamados de agentes encapsulantes, tais como goma arábica, gelatina, amido, proteína de soja, proteína de soro de leite, quitosana e maltodextrina, que podem ser usados em conjunto ou de forma isolada (ENCISO-SÁENZ et al., 2018).

Dentre os métodos de microencapsulação existentes o processo de secagem por atomização (*spray drying*) é um dos mais empregados. Trata-se de uma técnica que transforma soluções ou emulsões em produtos na forma de pó, envolvendo o material em uma cápsula que permite o isolamento e proteção dos compostos, o que garante estabilidade e promove a manutenção dos princípios ativos durante o armazenamento, evitando alterações indesejáveis (SUN et al., 2019). Vantagens como produção em diferentes escalas de forma contínua, baixos custos de produção, boa retenção de voláteis, estabilidade do encapsulado e uso de uma diversidade de matrizes encapsulantes que permitem mascarar sabores e aromas indesejáveis, são características que tem aumentado o interesse de aplicação do processo de microencapsulação de óleos essenciais (VEIGA et al., 2019).

Diante do exposto, a microencapsulação através do processo de secagem por atomização é uma alternativa que pode contribuir para potencializar o uso do OECC, tendo em vista o potencial da referida técnica, o presente trabalho foi desenvolvido com o intuito de microencapsular o OECC a fim de assegurar a estabilidade dos compostos voláteis presentes no OECC, perante os efeitos adversos de fatores externos, reduzindo as perdas por volatilização e degradação dos compostos bioativos durante o armazenamento, bem como melhorar a solubilidade do material encapsulado em sistemas aquosos.

## **2 OBJETIVOS**

### **2.1 OBJETIVO GERAL**

Microencapsular o OECC por atomização, utilizando o método de secagem por atomização, bem como avaliar os efeitos das condições de secagem sobre as propriedades físicas, químicas e biológicas do material obtido.

### **2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Determinar a eficiência do processo de microencapsulação;
- Verificar a influência da temperatura do ar de secagem, concentração de óleo essencial e concentração de agente carreador sobre o rendimento, umidade, atividade de água, cor, morfologia, tamanho das partículas, eficiência da encapsulação, conteúdo fenólico e atividade antioxidante;
- Avaliar a atividade antimicrobiana do material microencapsulado;
- Otimizar o processo de secagem por atomização do OECC, determinando a melhor condição de secagem com base na eficiência da encapsulação, conteúdo de fenólicos totais e atividade antioxidante.

### 3 REFERENCIAL TEÓRICO

#### 3.1 ÓLEOS ESSENCIAIS

Os óleos essenciais (OES) são líquidos hidrofóbicos, considerados como fitoquímicos, produzidos naturalmente como metabólitos secundários por espécies vegetais como mecanismos de defesa contra agentes externos (BAPTISTA-SILVA *et al.*, 2020). Estas substâncias estão entre os metabólitos secundários de importância fisiológica isoláveis dos tecidos vegetais, biossintetizados em diferentes componentes das plantas, como flores, brotos, folhas, frutas, galhos, casca, sementes e raízes (ASBAHANI, 2015), podendo ser armazenadas em células secretoras de tricomas glandulares, cavidades e células epidérmicas (DHIFI *et al.*, 2016). A extração dos OEs pode ser feita por meio de diversas técnicas, tendo como principais metodologias de extração os processos de hidrodestilação, destilação a vapor, extração por solvente e prensagem a frio (técnica específica para extração de cascas de frutas cítricas) (TONGNUANCHAN; BENJAKUL, 2014).

A composição química varia de acordo com diversos fatores como o método de extração, época de colheita, parte da planta usada na extração, região geográfica, diferenças genéticas, estágio de maturação e condições experimentais (DHIFI *et al.*, 2016). Quimicamente, são constituídos por dois ou três componentes majoritários, formados por uma mistura de componentes relacionados, sendo os principais constituintes os compostos de terpeno (monoterpenos -  $C_{10}H_{16}$ , sesquiterpenos -  $C_{15}H_{24}$ , e isopreno) e seus derivados, que incluem compostos cíclicos e acíclicos de diferentes classes, como álcoois, ésteres, fenóis, cetonas, lactonas, aldeídos e óxidos. Outros componentes substanciais são os fenilpropanóides derivados do esqueleto de carbono da fenilalanina (KFOURY, 2018).

Os constituintes, além de possuírem propriedades aromáticas, apresentam também várias propriedades biológicas, como atividade anti-inflamatória, antimicrobiana, antifúngica, antioxidante, antidiabética e antienvelhecimento (AJAYI *et al.*, 2016). Por apresentarem propriedades aromáticas e biológicas, existe um crescente interesse em sua aplicação, no qual o aumento da busca do consumidor por produtos naturais como alternativas para produtos químicos, aditivos e drogas sintéticas, fortalecem o seu emprego como bioconservante em matrizes alimentares, fármacos e cosméticos, tornando-os uma alternativa para substituição dos produtos químicos e sintéticos (BURT, 2004; DONSI E FERRARI, 2016).



### 3.2 ÓLEO ESSENCIAL DE *Cymbopogon citratus*

*Cymbopogon citratus* (D.C) Stapf, pertencente à família Poaceae que inclui aproximadamente 668 gêneros e 9.500 espécies distribuídas pelo mundo, é uma erva tropical com folhas finas e longas, as folhas têm cerca de 1,3–2,5 cm de largura e aproximadamente 1m de comprimento, possui coloração verde e aroma cítrico quando moídas, este aroma é atribuído ao citral presente em sua composição química (TAJIDIN et al., 2012). É populamente conhecida como erva-cidreira, erva-limão, capim santo e capim-limão, sendo amplamente cultivada em regiões tropicais e subtropicais da Ásia, América do Sul e África (WIFEK et al., 2016). A representação da estrutura física da planta do gênero *Cymbopogon* da espécie *C. citratus* é mostrada na Figura 1.



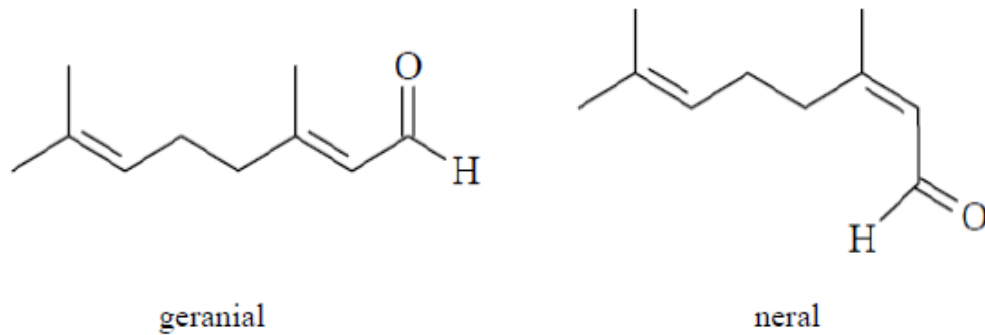
**Figura 1.** Cultivo da espécie *Cymbopogon citratus*.

Fonte: Prochnow (2018).

O óleo essencial obtido das folhas de *C. citratus* contém uma grande variedade de compostos que lhe conferem propriedades antibacterianas, antifúngicas e analgésicas, tendo como componente majoritário mais comumente relatado o citral, com porcentagens que oscilam entre 65 e 73%, conforme reportado por Rocha et al. (2011) e até 75,3% de acordo com Gautamand & Agrawal (2017).

O citral é uma combinação de formas isoméricas: geranial ( $\alpha$ -citral) e neral ( $\beta$ -citral). Outros compostos também são encontrados no OECC, podendo ser citado o limoneno, acetato de geranila (acetato de 3,7-dimetil-2,6-octadieno-1-ol), geraniol (algumas espécies mais altas

neste composto do que citral), beta-mirceno ( MYR, 7-metil-3-metileno-1,6 octadieno), limonenepiperitona, citronelal, citrat-2, alfa-terpineol e pineno (SAHAL, 2019). As estruturas químicas das formas isoméricas que compõem o citral estão representadas na Figura 2.



**Figura 2.** Estruturas químicas dos isômeros geranial e neral.

Fonte: Oladeji et al. (2019).

O OECC tem sido alvo de interesse por possuir um amplo espectro de atividade antimicrobiana e antioxidante, sendo considerado um inibidor eficaz de microrganismos contaminantes. Estudos realizados mostraram que algumas bactérias são sensíveis ao efeito antibacteriano do OECC. Dentre os organismos estudados foi observado efeito inibitório frente cepas de *Bacillus cereus*, *Bacillus subtilis*, *Escherichia coli*, *Klebsiella pneumoniae*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Staphylococcus aureus*, *Salmonella choleraesuis*, *Listeria monocytogenes* e *Pseudomonas fluorescens* (NAIK et al., 2010; SINGH et al., 2011; FALCAO et al., 2012; SOARES et al., 2013). De modo geral, o OECC mostra-se mais efetivo na inibição de bactérias Gram-positivas, podendo ser justificado a maior resistência apresentada por bactérias Gram-negativas pela presença de lipopolissacarídeos hidrofílicos na membrana externa, o que pode criar uma barreira impermeável, dificultando a ação do OECC (EKPENYONG; AKPAN, 2017).

Devido à variedade de grupos de compostos químicos presentes em óleos essenciais é muito provável que a sua atividade antibacteriana não seja atribuível a um modo de ação específico, existindo vários alvos na célula, causando alterações da membrana citoplasmática, no fluxo de elétrons, no transporte ativo e coagulação do conteúdo da célula (VAZIRIAN et al., 2012). A ação antimicrobiana do OECC está relacionada com a estrutura química dos seus componentes, a quantidade em que estão presentes e as interações entre eles, tendo como alvo a membrana celular bacteriana e o metabolismo citoplasmático. O efeito antibacteriano causado pelos compostos químicos pode resultar em aumento da fluidez e permeabilidade da membrana

celular, destruição de proteínas da membrana, inibição das atividades da ATPase e inibição da respiração celular, provocando alterações na sua estrutura e funções (EKPENYONG & AKPAN, 2017).

A atividade antioxidante trata-se da capacidade de inibir a propagação das reações dos radicais livres, retardando ou prevenindo as reações oxidativas. O OECC apresenta capacidade antioxidante semelhante à do antioxidante sintético butil-hidroxi-tolueno (BHT) que atua no combate da oxidação lipídica através do sequestro de radicais livres (EKPENYONG & AKPAN, 2017). Sua atividade antioxidante é atribuída às ações sinérgicas de compostos monoterpenóides como  $\alpha$ -citral,  $\beta$ -citral, mirceno (RUBERTO & BARRATA, 2000) e eugenol (RATHBAI E KANIMOZHI, 2013), devido à sua alta reatividade com radicais peróxil que provoca a inibição dos radicais livres, reduzindo a velocidade do processo de oxidação (AMORATI, 2013).

Com base nos estudos realizados é notável o potencial de aplicação do OECC em diversos segmentos da indústria. Entretanto, existem fatores que limitam o seu uso em matrizes alimentares, cosméticas e farmacêuticas, podendo ser citado a baixa solubilidade aquosa, instabilidade e susceptibilidade quanto a perda por volatilização e deterioração oxidativa quando expostos a oxigênio, umidade, luz e calor, que comprometem a sua atividade biológica, o que pode limitar o seu uso e aplicação (NHAN *et al.*, 2020). No entanto, estas desvantagens podem ser superadas pelo processo de encapsulação, pois trata-se de um processo que permite prolongar a estabilidade dos OEs durante a manipulação, processamento e armazenamento (FROIIO, 2019).

### 3.3 ENCAPSULAÇÃO

O encapsulamento pode ser definido como um processo que permite o aprisionamento de uma substância (agente ativo) dentro de outra substância (material de parede), a fim de proteger o agente ativo de condições ambientais adversas, como umidade, luz, oxigênio e interações com outros componentes. Caracteriza-se como uma tecnologia que possibilita o recobrimento de materiais sólidos, líquidos ou gasosos em pequenas cápsulas, viabilizando a liberação do seu conteúdo em taxas controladas por períodos prolongados sob condições específicas. (PEREIRA *et al.*, 2018).

Os materiais encapsulados são envolvidos, cobertos e protegidos por uma barreira física, proporcionando a sua preservação e estabilidade, como compostos bioativos (antioxidantes, minerais, vitaminas, fitoesteróis, luteína, ácidos graxos e licopeno) ou células vivas (probióticos) durante o processamento e armazenamento, retardando processos de degradação (por exemplo, oxidação ou hidrólise) (RAY, 2016).

A eficiência do processo de encapsulação depende de alguns fatores, podendo-se destacar o tipo de agente encapsulante empregado e as condições do processo (temperatura, pressão, umidade, entre outros). Os materiais comumente utilizados como agentes encapsulantes são os polissacarídeos, sendo a maltodextrina, amplamente empregada em matrizes alimentares e fármacos, seja na forma isolada ou em combinação com outros materiais encapsulantes. Fatores como baixa densidade, baixa viscosidade em altas concentrações, menor higroscopicidade quando comparada a outros polissacarídeos, boa estabilidade oxidativa e baixo custo tem sido propriedades que tornado o uso da maltodextrina frequente em diferentes setores industriais (NEDOVIC, 2011). Outro material encapsulante que pode ser empregado no processo de encapsulamento é a gelatina, que é uma proteína considerada como bom agente encapsulante devido à sua biocompatibilidade, não toxicidade e atividade superficial com variação positiva ou negativa dependendo do pH, podendo ser aplicado em conjunto com encapsulantes tradicionais, como a maltodextrina, para melhor eficiência do processo de encapsulação (CASTRO-MUÑOZ et al., 2015).

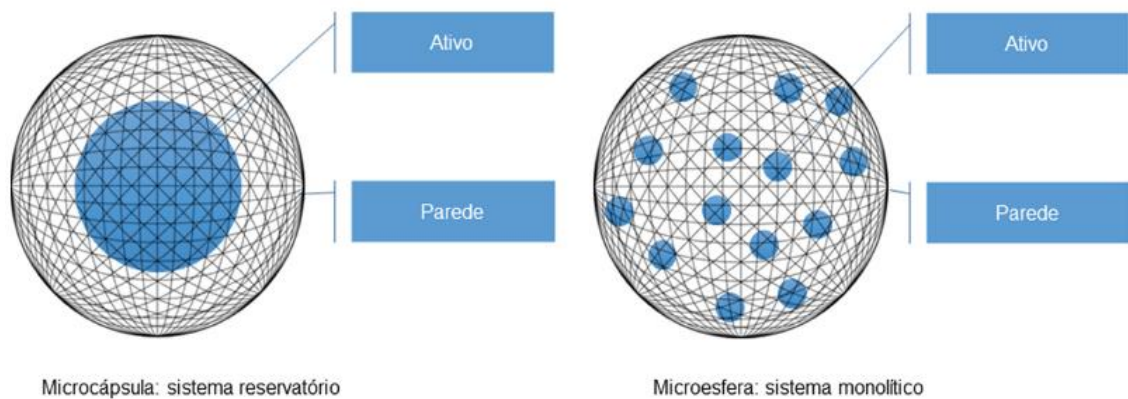
As técnicas de encapsulamento de óleos essenciais podem ser aplicadas com a finalidade de mascarar sabores ou odores indesejáveis, estabilizar ingredientes alimentares ou aumentar sua biodisponibilidade e modificar características físicas do material, possibilitando a separação de componentes da mistura que, de outra forma, reagiriam entre si, facilitando o manuseio, e proteção contra degradações oxidativas (FROIIO, 2019).

Existem diversas técnicas de encapsulação, sendo divididas em processos químicos e mecânicos. São classificados como processos químicos, os processos de encapsulação por coacervação, polimerização interfacial em interfaces líquido-líquido, polimerização in situ, evaporação de solvente, extrusão com bocal submerso. Por sua vez, são classificados como processos mecânicos de encapsulação a atomização, liofilização, leito fluidizado, polimerização interfacial em interfaces sólido-gás ou líquido-gás, extrusão com centrifugação, extrusão ou gotejamento em banho de dessolvatação, separação por suspensão rotacional (*spinning disk*), entre outros (RAY, 2016). A encapsulação de óleos essenciais pode ser realizada por processos variados, sendo as técnicas de microencapsulação por secagem por

atomização, liofilização, coacervação, gelatinização iônica e nanoprecipitação as mais estudadas para a criação de partículas ou cápsulas dessas substâncias (MAES et al., 2019).

As partículas produzidas durante o encapsulamento podem ser classificadas de acordo com o tamanho, onde são utilizadas três categorias: macro ( $> 5000 \mu\text{m}$ ), micro ( $0,2\text{--}5000 \mu\text{m}$ ) e nanopartículas ( $<0,2 \mu\text{m}$ ). Dentre essas categorias, o processo de microencapsulação, que produz partículas em escala micrométrica ( $0,2\text{--}5000 \mu\text{m}$ ), tem sido um dos mais utilizados (BOUGUÉON et al., 2018).

Em termos de estrutura física, os compostos microencapsulados podem ser classificados em dois tipos: microcápsulas ou microesferas. A representação estrutural das partículas microencapsuladas no sistema reservatório (microcápsula) e monolítico (microesfera) está apresentada abaixo (Figura 3).



**Figura 3.** Micropartículas com diferentes tipos de estruturas.

Fonte: Pereira et al., 2018.

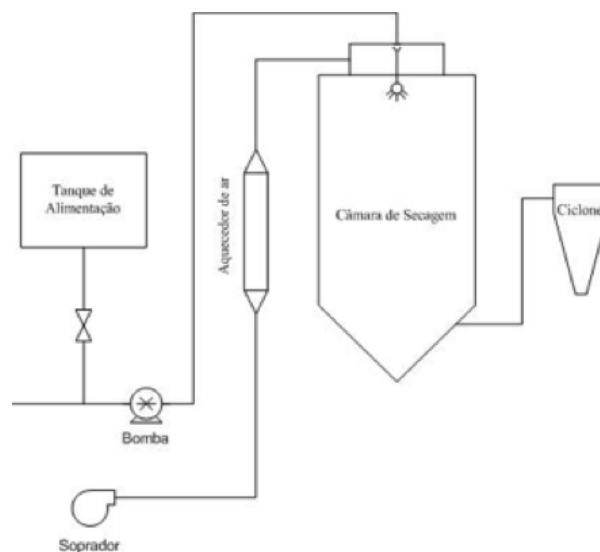
No sistema reservatório (microcápsula), o núcleo é nitidamente concentrado na região central, circundado por um filme definido e contínuo do material de parede, e são tipicamente produzidas por coacervação complexa, secagem em leito fluidizado, co-extrusão e inclusão molecular. No sistema monolítico (microesfera), o material ativo encontra-se uniformemente disperso no encapsulante, formando sistemas de dissolução, dispersão ou sistemas porosos, produzidas principalmente por atomização (RAY et al., 2016).

### 3.4 SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO

A secagem por atomização (*spray drying*) é a técnica de encapsulamento mais antiga, muito empregada na indústria de alimentos e fármacos. É uma operação econômica, flexível, contínua e controlada automaticamente, sendo aplicável à materiais sensíveis e resistentes ao calor (KESHANI et al., 2015). Esse método consiste em transformar uma solução, suspensão ou emulsão de um estado líquido para o estado sólido. Durante a secagem, uma camada de revestimento protetora será formada por intermédio do agente encapsulante que irá envolver o material ativo. A água contida na solução/emulsão é evaporada, o que confere uma baixa umidade dos pós, reduzindo a atividade de água, proporcionando estabilidade física e química dos produtos que, conseqüentemente, proporciona estabilidade microbiológica (VEIGA, 2019).

O encapsulamento por atomização envolve uma série de etapas, como: 1) a mistura ou emulsão que constitui a solução de alimentação é bombeada para a câmara de secagem; 2) o fluido é disperso como gotículas, produzindo uma grande área superficial; 3) as gotículas dispersas entram em contato com uma corrente de ar aquecido havendo transferência de calor; 4) evaporação da água presente na solução com formação da partícula sólida; 5) as partículas de pó formadas são arrastadas pelo ar de secagem para o ciclone, podendo ser recolhidas para o armazenamento (DROSOU et al., 2017).

A Figura 4 ilustra um esquema operacional do processo de secagem por atomização, com as diferentes partes que compõem o equipamento.



**Figura 4.** Esquema de operação de um *spray drying*.  
Fonte: Autoria própria.

No método de microencapsulação por atomização, determinar as condições de secagem ideais e o controle de algumas variáveis do processo são critérios importantes atingir de forma satisfatória a qualidade do processo. Fatores como os parâmetros de operação e equipamento devem ser considerados e controlados visando à obtenção de um bom rendimento, teor de umidade adequado, estabilidade química, minimização de partículas aderidas na câmara de secagem (*sticking*) e obtenção de características específicas desejáveis, garantindo a qualidade do produto final (OLIVEIRA & PETROVICK, 2010).

A eficiência do processo depende de diversos parâmetros, a saber: propriedades do líquido atomizado (concentração, temperatura e vazão mássica); atomizador (tipo e mecanismo de funcionamento); condições de secagem (vazão de atomização, umidade do ar de entrada e temperatura do ar de entrada) e concentração do material encapsulante. O processo de secagem por atomização encontra alguns desafios para produção de pós com propriedades desejáveis. No caso específico dos óleos essenciais, os estudos voltados para a microencapsulação por meio desta técnica concentram-se na busca pelas melhores condições de secagem e agentes encapsulantes para melhorar a eficiência do encapsulamento, retenção de voláteis e prolongar a vida útil do produto (VEIGA, 2019).

O emprego de altas temperaturas de trabalho é preferível, pois facilita o processo de secagem, diminuindo a tensão superficial e viscosidade, contribuindo para a formação de gotículas (BOTREL, 2015). Apesar do uso de altas temperaturas de entrada ( $> 120^{\circ}\text{C}$ ), o processo de microencapsulação ocorre em apenas alguns segundos, no qual a rápida evaporação do solvente presente nas gotículas pulverizadas mantém a temperatura central interna abaixo de  $100^{\circ}\text{C}$ . Portanto, embora a temperatura de entrada seja alta, os sólidos em cada partícula não serão aquecidos acima da temperatura de saída (GERANPOUR et al., 2020)

A secagem por atomização é um processo que apresenta vantagens para o encapsulamento de ingredientes bioativos. Trata-se de um método simples e de fácil operação que possui baixo custo operacional, permite o controle de características específicas como tamanho e morfologia das partículas, possibilita o processamento de substâncias sensíveis ao calor com baixo risco de degradação, viabiliza o projeto de partículas com propriedades de liberação controlada, alta eficiência de encapsulamento e vida útil estendida para os pós obtidos (ASSADPOUR; JAFARI, 2019). Portanto, o uso da técnica de microencapsulação por atomização por produzir microcápsulas que melhoram a estabilização de óleos essenciais e permitir o controle da liberação dos ingredientes ativos, é uma técnica que pode viabilizar a aplicação dessas substâncias em matrizes alimentares e fármacos (BAN et al., 2019)

## 4 MATERIAL E MÉTODOS

O trabalho foi realizado no Laboratório de Agroindústria/Departamento de Engenharia de Alimentos/Centro de Tecnologia e Recursos Naturais da Universidade Federal de Campina Grande, *Campus* de Campina Grande-PB, Laboratório de Tecnologia de Grãos e Cereais/Departamento de Engenharia de Alimentos/Centro de Ciências e Tecnologia Agroalimentar da Universidade Federal de Campina Grande, campus de Pombal-PB e no Laboratório de Microbiologia de Alimentos/Departamento de Nutrição/Centro de Ciências da Saúde da Universidade Federal da Paraíba, Campus I (João Pessoa – PB).

### 4.1 MATERIAL

Como material de núcleo foi utilizado o óleo essencial de *C. citratus* (OECC) extraído das folhas da espécie vegetal por meio de destilação a vapor. O OECC foi obtido da empresa Quinarí Ind. Com. Ltda. (Ponta Grossa, Paraná, Brasil). Maltodextrina DE20 (Tate & Lyle, Indianópolis, Paraná, Brasil) e gelatina (Bretzke, Jaraguá do Sul, Santa Catarina, Brasil) foram utilizados como materiais encapsulantes, enquanto Tween 80 (Sigma Aldrich, Saint Louis, MA, USA) foi utilizado como agente emulsificante. A identificação dos constituintes do OECC realizada por cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas, de acordo com procedimentos analíticos previamente descritos (de Sousa Guedes et al., 2016), identificou geranial (21,85%) como componente majoritário, seguido por neral (17,33%), acetato de geranil (4,91%) e linalol (2,08%).

### 4.2 MÉTODOS

#### 4.2.1 Preparação da emulsão

Para o preparo da emulsão foi tomado como base a metodologia descrita por Martins et al. (2021), com algumas modificações. Inicialmente, os materiais de parede foram pesados, sendo utilizadas maltodextrina e gelatina (rate 9:1, w/w) para compor a matriz encapsulante. A mistura foi dissolvida em água destilada a 25 °C e mantida sob agitação até completa dissolução, seguindo-se pela adição de Tween 80 como agente tensoativo em uma quantidade correspondente a 5% da massa dos encapsulantes. O OECC foi adicionado de forma direta na mistura, seguido por agitação em Vortex durante 5 min. As concentrações de maltodextrina e



OECC variaram de acordo com o planejamento experimental utilizado, mas a proporção de maltodextrina:gelatina foi fixada em 9:1.

#### 4.2.2 Processo de secagem

A secagem foi realizada em um *spray dryer* (Labmaq, modelo SD-10, Ribeirão Preto, SP, Brasil), com bico atomizador de 1,5 mm de diâmetro. A alimentação do secador foi realizada através de uma bomba peristáltica, com velocidade de rotação ajustada em função da velocidade máxima.

#### 4.2.3 Delineamento experimental

Um delineamento fatorial fracionado  $3^{3-1}$  foi utilizado totalizando nove ensaios. O delineamento experimental foi realizado para otimização do processo e avaliação dos efeitos das variáveis independentes, dentro dos seguintes intervalos: temperatura de entrada (130 - 160 °C), concentração de OECC (5 - 15%) e concentração de maltodextrina (10 - 20%). Os níveis e valores das variáveis independentes utilizadas no planejamento experimental e a matriz gerada estão apresentados nas Tabelas 1 e 2, respectivamente.

**Tabela 1** – Níveis das variáveis independentes utilizadas no planejamento experimental

Variáveis	-1	0	1
Concentração de maltodextrina (%)	10	15	20
Concentração de OECC (%)	5	10	15
Temperatura do gás de secagem (°C)	130	145	160

**Tabela 2-** Matriz do planejamento experimental

Ensaio	Temperatura do Gás de Secagem (°C)	Concentração de Maltodextrina (%)	Concentração de OECC (%)
E.1	130 (-1)	10 (-1)	5 (-1)
E.2	130 (-1)	15 (0)	15 (1)
E.3	145 (0)	10 (-1)	15 (1)
E.4	145 (0)	15 (0)	10 (0)
E.5	145 (0)	20 (1)	5 (-1)
E.6	160 (1)	10 (-1)	10 (0)
E.7	160 (1)	15(0)	5 (-1)
E.8	160 (1)	20 (1)	10 (0)
E.9	160 (1)	20 (1)	15 (1)

#### 4.2.4 Caracterização dos microencapsulados

##### 4.2.4.1 Rendimento da microencapsulação

O rendimento da microencapsulação foi baseado nas massas dos encapsulantes, OECC e tensoativo utilizados no preparo das emulsões e na massa final após secagem, sendo calculado com a equação (Sun-Waterhouse, 2015):

$$RM = \frac{M_{\text{final}}}{M_{\text{inicial}}} \times 100$$

Onde,

RM = Rendimento da microencapsulação;

$M_{\text{final}}$ : Massa do produto microencapsulado após secagem;

$M_{\text{inicial}}$ : Massa seca de encapsulantes, óleo essencial e tensoativo.

#### 4.2.4.2 Eficiência de microencapsulação

A eficiência de microencapsulação, a qual indica a capacidade de retenção do óleo essencial pela matriz encapsulante, foi determinada com base no teor do OECC inserido e no teor retido após o processo. O percentual de OECC retido nas microcápsulas foi determinado de acordo com metodologia previamente descrita (Benavides et al., 2016). A eficiência de encapsulação foi calculada com a equação:

$$EM = \frac{OE_{\text{real}}}{OE_{\text{teórica}}} \times 100$$

Onde,

EM = Eficiência da microencapsulação;

OE<sub>real</sub> = Teor de óleo essencial retido;

OE<sub>teórica</sub> = Teor de óleo essencial inserido.

#### 4.2.4.3 Umidade

Foram pesados cerca de 3 g de amostra em cadinho de alumínio previamente pesado, tarado e resfriado em dessecador, para evitar a absorção de umidade e, conseqüentemente, a indução a erros nos resultados. As amostras permaneceram em estufa por 24 h a 105 °C, sendo posteriormente colocadas em dessecador e, por fim, pesadas em balança analítica. Os cálculos de umidade foram obtidos com a equação (AOAC, 2006):

$$U (\%) = \frac{(M_c - M_i) - M_f}{(M_c - M_i)} \times 100$$

Onde,

M<sub>c</sub> = massa do cadinho sem amostra (g);

M<sub>i</sub> = massa do cadinho com amostra, inicial (g);

M<sub>f</sub> = massa do cadinho com amostra, final (g).

#### 4.2.4.4 Atividade de água

A atividade de água foi determinada em analisador de atividade de água (Aqua Lab, Modelo 4TE, Meter Group, Inc, EUA) sob temperatura constante (25 °C) (GOLOWCZYC et al., 2011).

#### 4.2.4.5 Cor

Os parâmetros de cor instrumental foram determinados utilizando colorímetro MiniScan XE Plus (Hunter Associates Laboratory Inc., Reston, VA, USA) na função adequada para pó (Color Plot D65/10°), seguindo os procedimentos indicados pelo fabricante para determinação dos valores de L\* (luminosidade), a\* (coordenada vermelho/verde, onde +a indica vermelho e -a indica verde) e b\* (coordenada amarelo/azul, onde +b indica amarelo e -b indica azul).

#### 4.2.4.6 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

As amostras foram caracterizadas por varredura diferencial de calorimetria de acordo com a metodologia descrita por Cortés-Camargo et al. (2017), com modificações. Foi utilizado o equipamento LINSEIS DSC-PT10, adicionando aproximadamente 5mg de amostra em cadinhos de alumínio, posteriormente fechados. A varredura foi feita entre a temperatura de 25 e 300 °C com taxa de aquecimento de 5 °C/min.

#### 4.2.4.7 Morfologia e distribuição das partículas dos microencapsulados

A morfologia das partículas foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) com equipamento Tescan Vegan 3 (Tescan Orsay, Kohoutovice, Czech Republic) operado a 5kV, com alto vácuo e aumentos variando de 50x a 2000x. Não foi usado nenhum revestimento dos encapsulados para análise. Para determinação da distribuição do tamanho médio das partículas, as imagens das microesferas de OECC obtidas por MEV foram analisadas utilizando software imageJ (National Institute of Health, Bethesda, MD, USA). O parâmetro Dn50, o qual representa o tamanho médio das microesferas, e indica que 50% do tamanho das partículas possuem tamanho menor que o valor apresentado, foi calculado segundo metodologia previamente descrita (Wang et al., 2016).

#### 4.2.4.8 Identificação dos constituintes do OECC

Os constituintes do OECC foram identificados com uso de cromatógrafo gasoso acoplado a espectrômetro de massas (CGMS-QP2010 Ultra Shimadzu, Kyoto, Japão), utilizando as seguintes condições analíticas: coluna capilar RTX-5MS (proporções de 30 m x 0,25 mm x 0,25 µm); temperatura do programa: 60 a 240 °C (3 °C/min); temperatura do injetor: 250 °C; temperatura do detector: 220 °C; gás de transporte: hélio ajustado com taxa de fluxo de 0,99 mL/min; impacto de elétrons: 70 eV; e faixa de massa (m/z): 40 a 500. A quantificação dos constituintes das amostras avaliadas foi obtida após a normalização das áreas de cada constituinte detectado, sendo expressos como porcentagem da área (%) (DE SOUSA GUEDES et al., 2016).

#### 4.2.4.9 Determinação do conteúdo fenólico total e atividade antioxidante das microesferas

O conteúdo de compostos fenólicos totais foi determinado pelo método de Folin-Ciocalteu (Waterhouse, 2006), utilizando espectrofotômetro UV-visível (Modelo SP-220, Biospectro, Curitiba, Paraná, Brasil) com absorvância medida a 765 nm. Foi traçada uma curva padrão elaborada com solução de ácido gálico (0,1 g/L), sendo os resultados expressos em equivalentes de ácido gálico (µg de ácido gálico/ 100 g de extrato).

A atividade antioxidante foi avaliada com base na medida de atividade sequestrante do radical livre DPPH (2,2-difenil-1-picri-hidrazil) (Fernandes et al., 2016). A curva de calibração foi realizada com soluções de DPPH a 75 µM, Trolox a 500 µM e água destilada, com concentrações finais de 17,5, 35, 70, 105, 140 e 175 mg/ mL. O extrato foi preparado com aproximadamente 2 g para o microencapsulado e 0,2 g para o OECC diluídos em 10 mL de metanol, sendo o controle preparado com solução de 3150 µL de DPPH, 200 µL de água destilada e 150 µL do extrato. A redução do radical DPPH foi medida com leitura da absorvância a 515 nm, no tempo zero e após 30 minutos de reação, fazendo uso da equação  $y = 2,8821x + 7,732$ . Os resultados foram expressos em equivalente Trolox mg/100g.

#### 4.2.4.10 Avaliação da atividade antibacteriana das microesferas

A atividade antimicrobiana das microesferas do OECC, bem como do OECC puro, foi avaliada por meio da determinação da concentração inibitória mínima (CIM) sobre *E. coli* (ATCC 11775) e *S. aureus* (ATCC 13565) utilizando microdiluição em caldo (CLSI, 2008). Aliquotas de 100 µL das soluções estoque de OECC e das microesferas do OECC (15 µg/mL),

preparadas de acordo com procedimento previamente descrito (Tomazelli Junior et al., 2018), foram distribuídas e homogeneizadas nos poços (primeira linha) de uma microplaca de 96 poços contendo 100 µL de caldo Brain Heart Infusion Broth (BHI, Himedia, Mumbai, Índia). Subsequentemente, alíquotas de 100 µL contidas nos poços da primeira linha foram transferidas para os poços seguintes (segunda linha) por meio de diluições geométricas de razão dois. Em seguida, alíquotas de 100 µL da suspensão do inóculo testado foram adicionadas a cada poço (contagens finais de células viáveis de aproximadamente  $2 \times 10^8$  UFC/mL), de modo a obter oito concentrações finais diferentes para o OECC e microencapsulados, a citar: 7,5; 3,75; 1,875; 0,937; 0,468; 0,234; 0,117; e 0,058 µg/mL. Em cada microplaca foi utilizado um controle positivo (BHI inoculado) e um controle de esterilidade (BHI não inoculado) para cada cepa testada. A microplaca foi incubada a 30 °C durante 24 h. A resazurina, um indicador de oxidação-redução, foi utilizada para a realização da leitura dos resultados, no qual 40 µL de solução de resazurina (100 µg/mL) foram adicionados aos poços. A presença da cor azul e cor rosa foram consideradas indicativas de ausência e presença de crescimento microbiano, respectivamente. A CIM foi considerada como a menor concentração de OECC e dos microencapsulados capaz de inibir o crescimento visível da cepa bacteriana testada ao final do período de incubação.

#### 4.2.4.11 Otimização do processo de microencapsulação do OECC

Para realizar a combinação entre os níveis dos parâmetros operacionais (temperatura de entrada, concentração de maltodextrina e concentração de OECC) e encontrar as melhores condições para produzir as respostas mais desejáveis para os parâmetros eficiência de encapsulação, atividade antioxidante e conteúdo de fenólicos totais, foi utilizada a função de desejabilidade global. Esta função permite a normalização dos valores obtidos a partir dos valores individuais de desejabilidade ( $d_i$ ) e possibilita a obtenção do valor global de desejabilidade (D) para cada experimento, calculando a média geométrica dos valores. Os valores de desejabilidade são apresentados em escala de 0 a 1, onde valores próximos a 1 são considerados desejáveis (Aguiar et al., 2020).

### 4.3 ANÁLISE DOS DADOS EXPERIMENTAIS

Os resultados de todas as análises de caracterizações foram modelados com base nos valores das variáveis independentes de acordo com o delineamento experimental. Foi utilizada uma equação polinomial de segundo grau, onde os resultados experimentais de cada variável dependente foram ajustados por regressão não-linear. Os modelos obtidos foram avaliados com uso de ANOVA a 5% de probabilidade ( $p < 0,05$ ). Todos os cálculos foram realizados usando-se o software STATISTICA 12.0 (Tibco Software Inc., Palo Alto, CA, USA). Todos os ensaios foram realizados em triplicata em três ocasiões distintas (repetições).

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

A.O.A.C. Official Methods of Analysis. 18th ed. **Association of Official Analytical Chemists, Gaithersburg, Maryland, 2006.**

AGUIAR, M. C. S. et al. Evaluation of the microencapsulation of orange essential oil in biopolymers by using a spray-drying process. **Scientific reports**, v. 10, n. 1, p. 1-11, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1038/s41598-020-68823-4>

AJAYI, E. O.; SADIMENKO, A. P.; AFOLAYAN, A. J. GC–MS evaluation of *Cymbopogon citratus* (DC) Stapf oil obtained using modified hydrodistillation and microwave extraction methods. **Food chemistry**, v. 209, p. 262-266, 2016. Disponível em: <https://doi:10.1016/j.foodchem.2016.04.071>

AMORATI, R.; FOTI, M. C.; VALGIMIGLI, L. Antioxidant Activity of Essential Oils. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 61, p. 10835–10847, 2013. Disponível em: <https://doi:10.1021/jf403496k>

EL ASBAHANI, A. et al. Essential oils: from extraction to encapsulation. **International journal of pharmaceuticals**, v. 483, n. 1-2, p. 220-243, 2015. Disponível em: <https://doi:10.1016/j.ijpharm.2014.12.069>

ASSADPOUR, E.; JAFARI, S. M. Advances in Spray-Drying Encapsulation of Food Bioactive Ingredients: From Microcapsules to Nanocapsules. **Annual Review of Food Science and Technology**, v.10, p. 8.1-8.29, 2019. Disponível em: <https://doi:10.1146/annurev-food-032818-121641>

BAN, Z. et al. Ginger essential oil-based microencapsulation as an efficient delivery system for the improvement of Jujube (*Ziziphus jujuba* Mill.) fruit quality. **Food chemistry**, v. 306, p. 125628, 2020. Disponível em: <https://doi:10.1016/j.foodchem.2019.125628>

BAPTISTA-SILVA, Sara et al. The progress of essential oils as potential therapeutic agents: A review. **Journal of Essential Oil Research**, v. 32, n. 4, p. 279-295, 2020. Disponível em: <https://doi:10.1080/10412905.2020.1746698>

BENAVIDES, Sergio et al. Development of alginate microspheres containing thyme essential oil using ionic gelation. **Food chemistry**, v. 204, p. 77-83, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.02.104>

BOTREL, D. A.; FERNANDES, R. V. de B.; BORGES, S. V. Microencapsulation of Essential Oils Using Spray Drying Technology. **Microencapsulation and Microspheres for Food Applications**, p.235–251, 2015. Disponível em: <https://doi:10.1016/b978-0-12-800350-3.00013-3>

BOUGUÉON, G. *et al.* Micro- and nano-formulations for bioprinting and additive manufacturing. **Drug Discovery Today**, v. 24, p.163–178, 2018. Disponível em: <https://doi:10.1016/j.drudis.2018.10.013>



BOUKHATEM, M. N. et al. The food preservative potential of essential oils: is lemongrass the answer? **Journal Für Verbraucherschutz Und Lebensmittelsicherheit**, v.9, p.13–21, 2013. Disponível em: <https://doi:10.1007/s00003-013-0852-x>

CASTRO-MUÑOZ, R.; BARRAGÁN-HUERTA, B. E.; YÁÑEZ-FERNÁNDEZ, J. Use of gelatin-maltodextrin composite as an encapsulation support for clarified juice from purple cactus pear (*Opuntia stricta*). **LWT - Food Science and Technology**, v.62, p.242–248, 2015. Disponível em: <https://doi:10.1016/j.lwt.2014.09.042>

CORTÉS-CAMARGO, S. et al. Microencapsulation by spray drying of lemon essential oil: Evaluation of mixtures of mesquite gum–nopal mucilage as new wall materials. **Journal of Microencapsulation**, v.34, p.395–407, 2017. Disponível em: <https://doi:10.1080/02652048.2017.1338772>

De SOUSA GUEDES, J.P.S. et al. The efficacy of *Mentha arvensis* L. and *M. piperita* L. essential oils in reducing pathogenic bacteria and maintaining quality characteristics in cashew, guava, mango, and pineapple juices. **International Journal Food Microbiology**. v.238, p.183-192, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ijfoodmicro.2016.09.005>

DHIFI, W. et al. Essential Oils' Chemical Characterization and Investigation of Some Biological Activities: A Critical Review. **Medecines**, v.3, p.1-16, 2016. Disponível em: <https://doi:10.3390/medicines3040025>

DONSÌ, F.; & FERRARI, G. Essential oil nanoemulsions as antimicrobial agents. **Food.Journal of biotechnology**, v. 233, p. 106-120, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jbiotec.2016.07.005>

DROSOU, C. G.; KROKIDA, M. K.; BILIADERIS, C. G. Encapsulation of bioactive compounds through electrospinning/electrospraying and spray drying: A comparative assessment of food-related applications. **Drying Technology**, p.139-162, 2017. Disponível em: <https://doi:10.1080/07373937.2016.1162797>.

DUARTE, M. C. T. et al. Effects of essential oils from medicinal plants used in Brazil against epec and etec *Escherichia coli*. **Revista Brasileira de Plantas Medicinai**s, v.8, p.139-143, 2007.

EKPENYONG, C. E.; AKPAN, E. E. Use of *Cymbopogon citratus* essential oil in food preservation: Recent advances and future perspectives. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, p.2541-2559, 2017. Disponível em: <https://doi:10.1080/10408398.2015.1016140>

EKPENYONG, C. E., AKPAN, E. E. Use of *Cymbopogon citratus* essential oil in food preservation: Recent advances and future perspectives. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 57, p. 2541–2559, 2015. Disponível em: <https://doi:10.1080/10408398.2015.1016140>

ENCISO-SÁENZ, S. et al. Lemongrass (*Cymbopogon citratus* (Dc) Stapf) essential oil encapsulation by freeze-drying. **Revista Mexicana de Ingeniería Química**, v. 17, n. 2, p. 407-420, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.24275/10.24275/uam/izt/dcbi/revmexingquim/2018v17n2/Enciso>

FALCAO, Manuel A. et al. Determination of antibacterial activity of vacuum distillation fractions of lemongrass essential oil. **Phytochemistry reviews**, v. 11, n. 4, p. 405-412, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11101-012-9255-3>

FERNANDES, R. deP P. et al. Evaluation of antioxidant capacity of 13 plant extracts by three different methods: cluster analyses applied for selection of the natural extracts with higher antioxidant capacity to replace synthetic antioxidant in lamb burgers. **Journal of food science and technology**, v. 53, n. 1, p. 451-460, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s13197-015-1994-x>

FROIIO, F. et al. Edible polymers for essential oils encapsulation: Application in food preservation. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 58, n. 46, p. 20932-20945, 2019. Disponível em: <https://doi:10.1021/acs.iecr.9b02418>

GERANPOUR, M.; ASSADPOUR, E.; JAFARI, S. M. Recent advances in the spray drying encapsulation of essential fatty acids and functional oils. **Trends in Food Science & Technology**, v. 102, p. 71-90, 2020. Disponível em: <https://doi:10.1016/j.tifs.2020.05.028>

GOLOWCZYC, Marina A. et al. Survival of spray-dried Lactobacillus kefir is affected by different protectants and storage conditions. **Biotechnology letters**, v. 33, n. 4, p. 681-686, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10529-010-0491-6>

KESHANI, S. et al. Spray drying: An overview on wall deposition, process and modeling. **Journal of Food Engineering**, v. 146, p. 152-162, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2014.09.004>

KFOURY, M. et al. Encapsulation in cyclodextrins to widen the applications of essential oils. **Environmental Chemistry Letters**, v.17, n. 1, p.129-143, 2018. Disponível em: <https://doi:10.1007/s10311-018-0783-y>

KIM, S. Y. et al. Antimicrobial Activity of Plant Extracts Against Salmonella Typhimurium, Escherichia coli O157:H7, and Listeria monocytogenes on Fresh Lettuce. **Journal of Food Science**, v. 76, n. 1, p. M41-M46, 2010. Disponível em: <https://doi:10.1111/j.1750-3841.2010.01926.x>.

MAES, C.; BOUQUILLON, S.; FAUCONNIER. M. L. Encapsulation of Essential Oils for the Development of Biosourced Pesticides with Controlled Release: A Review. **Molecules**, v.24, n. 14, p. 2539, 2019. Disponível em: <https://doi:10.3390/molecules24142539>

NAIK, M. I.; FOMDA, B. A.; JAYKUMAR, E.; BHAT, J. A. Antibacterial activity of lemongrass (*Cymbopogon citratus*) oil against some selected pathogenic bacteria. **Asian Pacific Journal of Tropical Medicine**. v.7, p.535–538, 2010. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S1995-7645\(10\)60129-0](https://doi.org/10.1016/S1995-7645(10)60129-0)

NEDOVIC, V. et al. An overview of encapsulation technologies for food applications. **Procedia Food Science**, v. 1, p. 1806-1815, 2011. Disponível em: <https://doi:10.1016/j.profoo.2011.09.265>

OLADEJI, Oluwole Solomon et al. Phytochemistry and pharmacological activities of *Cymbopogon citratus*: A review. **Scientific African**, v. 6, p. e00137, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.sciaf.2019.e00137>

OLIVEIRA, O. W.; PETROVICK, P. R. Secagem por aspersão (spray drying) de extratos vegetais: bases e aplicações. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 20, n.4, p. 641-650, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0102-695X2010000400026>

PEREIRA, K. C. et al. Microencapsulação e liberação controlada por difusão de ingredientes alimentícios produzidos através da secagem por atomização: revisão. **Brazilian Journal of Food Technology**, v.21, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/1981-6723.08317>

PROCHNOW, Daiane. **Caracterização morfo-anatômica e metabólica de espécies do gênero *Cymbopogon*: uma contribuição para o melhoramento das espécies**. Tese (Doutorado em Agronomia) – Programa de Pós-Graduação em Agronomia, Faculdade de Agronomia Eliseu Maciel, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, 2018. Disponível em: <http://guaiaca.ufpel.edu.br/handle/prefix/4195>

RATHABAI, V.; KANIMOZHI, D. Phytochemical screening in-vitro antioxidant and antimicrobial activity of ethanolic extract of *Cymbopogon citratus* L.[J]. **Int J Res Pharm Biomed Sci**, v. 4, n. 3, p. 760-766, 2013.

RAY, S., RAYCHAUDHURI, U., & CHAKRABORTY, R. An overview of encapsulation of active compounds used in food products by drying technology. **Food Bioscience**, v.13, p.76–83, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2015.12.009>

REYES-JURADO, F. et al. Essential oils in vapor phase as alternative antimicrobials: A review. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 60, n. 10, p. 1641-1650, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/10408398.2019.1586641>

RUBERTO, G.; BARRATA, M. T. Antioxidant activity of selected essential oils components in two lipid model systems. **Food Chem**. v.69, p.167–174, 2000.

SAHAL, Gulcan et al. Antifungal and biofilm inhibitory effect of *Cymbopogon citratus* (lemongrass) essential oil on biofilm forming by *Candida tropicalis* isolates; an in vitro study. **Journal of ethnopharmacology**, v. 246, p. 112188, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jep.2019.112188>

SHAMAEI, S. et al. Microencapsulation of walnut oil by spray drying: Effects of wall material and drying conditions on physicochemical properties of microcapsules. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v.39, p.101–112, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2016.11.011>

SHARMEEN, J. B. et al. Chemistry, bioactivities, mode of action and industrial applications of essential oils. **Trends in Food Science & Technology**, v. 101, p. 89-105, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2020.04.025>

SINGH, B. J. et al. Antimicrobial activity of lemongrass (*Cymbopogon citratus*) oil against microbes of environmental, clinical and food origin. **International Research of Pharmacy and Pharmacology**, v.1, n.9, p.228–236, 2011.

SOARES, M. O. et al. Evaluation of antioxidante and antimicrobial properties of the Angolan *Cymbopogon citratus* essential oil with a view to its utilization as food bioperservative.

**Journal of Agricultural Science**, v.5, n.7, p.36–45, 2013. Disponível em:  
<https://dx.doi.org/10.5539/jas.v5n7p36>

ŠUMIGA, Boštjan et al. Antimicrobial paper coatings containing microencapsulated *cymbopogon citratus* oil. **Coatings**, v. 9, n. 8, p. 470, 2019. Disponível em:  
<https://doi:10.3390/coatings9080470>

SUN, X.; CAMERON, R. G.; BAI, J. Effect of spray-drying temperature on physicochemical, antioxidant and antimicrobial properties of pectin/sodium alginate microencapsulated carvacrol. **Food Hydrocolloids**, v. 100, p. 105420, 2019. Disponível em:  
<https://doi:10.1016/j.foodhyd.2019.105420>

SUN-WATERHOUSE, D.; WATERHOUSE, G.N. Spray-drying of green or gold kiwifruit juice–milk mixtures; novel formulations and processes to retain natural fruit colour and antioxidants, **Food Bioprocess Technology**, v.8, p.191-207, 2015. Disponível em:  
<https://doi.org/10.1007/s11947-014-1397-4>

TAJIDIN, N. E. et al. Chemical composition and citral content in lemongrass (*Cymbopogon citratus*) essential oil at three maturity stages. **African Journal of Biotechnology**, v. 11, n. 11, p. 2685-2693, 2012. Disponível em: <http://www.academicjournals.org/AJB/P...>

THUONG NHAN, Nguyen Phu et al. Microencapsulation of lemongrass (*Cymbopogon citratus*) essential oil via spray drying: Effects of feed emulsion parameters. **Processes**, v. 8, n. 1, p. 40, 2020. Disponível em: <https://doi:10.3390/pr8010040>

TONGNUANCHAN, P.; BENJAKUL, S. Essential Oils: Extraction, Bioactivities, and Their Uses for Food Preservation. **Journal of Food Science**, v.79, n.7, p.R1231–R1249, 2014. Disponível em: <https://doi:10.1111/1750-3841.12492>

VAZIRIAN, M. et al. Antimicrobial activity of lemongrass (*Cymbopogon citratus* (DC) Stapf.) essential oil against food-borne pathogens added to cream-filled cakes and pastries. **Journal of Essential Oil Research**, v. 24, n. 6, p. 579-582, 2012. Disponível em:  
<https://doi.org/10.1080/10412905.2012.729920>

VEIGA, R. D. S. D. et al. Essential oils microencapsulated obtained by spray drying: a review. **Journal of Essential Oil Research**, v. 31, n. 6, p. 457-473, 2019. Disponível em:  
<https://doi:10.1080/10412905.2019.1612788>

VICENTE, J.; PINTO, J.; MENEZES, J.; GASPAR, F. Fundamental analysis of particle formation in spray drying. **Powder technology**, v.247, p.1-7, 2013. Disponível em:  
<https://doi.org/10.1016/j.powtec.2013.06.038>

WANG, B.; DUKE, S. R.; WANG, Y. Microencapsulation of lipid materials by spray drying and properties of products. **Journal of Food Process Engineering**, v. 40, n. 3, p. e12477, 2016. Disponível em: <https://doi:10.1111/jfpe.12477>

WATERHOUSE, A. Folin-ciocalteau micro methel for total phenol in wine. **America Journal of Enology and Viticulture**, p.3-5, 2006.

WIFEK, M.et al. Lemongrass: a review on its botany, properties, applications and active components. **Int. J. Chem. Biochem. Sci**, v. 9, p. 79-84, 2016.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos neste trabalho foram utilizados para elaboração de artigo científico a ser submetido na revista Food Chemistry, fator de impacto: 6.306, intitulado por: “Microencapsulation of *Cymbopogon citratus* D.C. Stapf essential oil by spray drying using maltodextrin and gelatin: characterization, antioxidant and antibacterial potential and process optimization”.

### **Microencapsulation of *Cymbopogon citratus* D.C. Stapf essential oil by spray drying using maltodextrin and gelatin: characterization, antioxidant and antibacterial potential and process optimization**

**Runnig title:** Microcapsules of *C. citratus* essential oil

Declarations of interest: None

Denise Dantas de Oliveira Alencar<sup>a</sup>,

Evandro Leite de Souza<sup>b</sup>,

Erika Thayse da Cruz Almeida<sup>b</sup>,

André Leandro Silva<sup>c</sup>,

Hugo Miguel Lisboa Oliveira<sup>d</sup>,

Mônica Tejo Cavalcanti<sup>a</sup>

*a Graduation Program in Agroindustrial Systems, Center for Agro-Food Science and Technology, Federal University of Campina Grande, Pombal, Paraíba, Brazil*

*b Laboratory of Food Microbiology, Department of Nutrition, Center for Health Sciences, Federal University of Paraíba, João Pessoa, Paraíba, Brazil*

*c Center for Health and Rural Technology, Federal University of Campina Grande, Patos, Paraíba, Brazil*

*d Academic Unit of Food Engineering, Center for Technology and Natural Resources, Federal University of Campina Grande, Campina Grande, Paraíba, Brazil*

**Abstract**

The objective of the study was to encapsulate the essential oil of *Cymbopogon citratus* (OECC) using the spray drying technique and to determine the best processing conditions to carry out process optimization. The effects of drying conditions were investigated: inlet temperature (130 to 160 ° C), OECC concentration (5 to 15%) and maltodextrin concentration (10 to 20%), on the parameters of humidity, yield, water activity, color, morphology, particle size, encapsulation efficiency, phenolic content, antioxidant activity and antimicrobial activity of OECC microspheres. In general, microspheres showed better chemical stability when produced at lower inlet temperatures. The morphology of the microspheres showed a spherical external structure, with no cracks and apparent pores. The encapsulated OECC showed antimicrobial activity against *Staphylococcus aureus* and *Escherichia coli* bacteria. The ideal conditions of the OECC microencapsulation process planned to provide maximum encapsulation efficiency, antioxidant activity and a higher content of total phenolics simultaneously were: process inlet temperature of 148°C, 15% maltodextrin concentration and oil concentration of 10%. Under these conditions, a process with 41.63% encapsulation efficiency, 3189.189ug / g of total phenolic content and 40.37mg / 100g of antioxidant activity will be obtained. Under these conditions, the OECC can be microencapsulated by atomization without a high rate of degradation of its active components during the process and, consequently, antioxidant and antimicrobial properties in the microspheres are maintained.

**Keywords:** encapsulation, lemongrass, characterization, biological activities, optimization.