



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA AGROALIMENTAR
UNIDADE ACADÊMICA DE TECNOLOGIA DE ALIMENTOS
CURSO DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS

RAYSSA DO ESPÍRITO SANTO SILVA

**EFEITOS DO PROCESSAMENTO E DO ARMAZENAMENTO NA QUALIDADE
DE MICROPARTÍCULAS FONTE DE EPA E DHA**

POMBAL – PB

2023

RAYSSA DO ESPÍRITO SANTO SILVA

**EFEITOS DO PROCESSAMENTO E DO ARMAZENAMENTO NA QUALIDADE
DE MICROPARTÍCULAS FONTE DE EPA E DHA**

Monografia apresentada à Coordenação do Curso de Engenharia de Alimentos da Universidade Federal de Campina Grande, como um dos requisitos para a obtenção do grau de bacharel em Engenharia de Alimentos.

Orientador: Prof. Dr. Sthelio Braga da Fonseca

POMBAL – PB

2023

S586e Silva, Rayssa do Espírito Santo.

Efeitos do processamento e do armazenamento na qualidade de micropartículas fonte de EPA e DHA / Rayssa do Espírito Santo Silva. – Pombal, 2023.

37 f. : il. color.

Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia de Alimentos) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia Agroalimentar, 2023.

“Orientação: Prof. Dr. Sthelio Braga da Fonseca.”

Referências.

1. Microencapsulação - Óleo de peixe. 2. Ômega 3. 3. Oxidação. I. Fonseca, Sthelio Braga da. II. Título.

CDU 664.8.038:665.213 (043)

EFEITOS DO PROCESSAMENTO E DO ARMAZENAMENTO NA QUALIDADE DE MICROPARTÍCULAS FONTE DE EPA E DHA

Monografia apresentada à Coordenação do Curso de Engenharia de Alimentos da Universidade Federal de Campina Grande, como um dos requisitos para a obtenção do grau de bacharel em Engenharia de Alimentos.

Rayssa do E. Santo Silva

Rayssa do Espírito Santo Silva

Trabalho de conclusão de curso aprovado em 18 / 07 / 2023

BANCA EXAMINADORA


Prof. Dr. Sthelio Braga da Fonseca
ORIENTADOR
(UFCG)


Prof. Dr. Bruno Raniere Lins de Albuquerque Meireles
(UFCG)

Edilayane da Nóbrega Santos
Ma. Edilayane da Nóbrega Santos
(UFLA)

Pombal-PB
2023

*Dedico este trabalho aos meus pais,
que sempre estavam presentes
quando precisei e foram meus
maiores incentivadores.*

Agradecimentos

A Deus por ser meu refúgio e meu amparo nas noites angustiantes e minha alegria nos dias de glória.

A mim por ser forte e corajosa e nunca desistir.

À minha família por todo carinho, incentivo e compreensão, mesmo distantes se fizeram presentes em diversos momentos.

À minha mãe por todo apoio, cuidado e amor.

Ao meu pai por ser minha maior inspiração, por nunca medir esforços para ver o meu desempenho.

Aos amigos que fizeram minha trajetória mais agradável, transformaram um lugar desconhecido em um lugar que sentirei saudades, me fizeram momentos muitos felizes capazes de não me fazer desistir.

À minha amiga Lauanna Stefhanny que passou muitas noites em claro comigo, seja no laboratório ou nos estudos, obrigada pelos ensinamentos, incentivos e parceria.

Aos amigos que se tornaram minha família, Damião Alisson, Maria Alynne, Otanildo Amaral, Pedro Igo, Neylton Marinho, obrigada pela paciência, por serem inspiração, pelas risadas e por estarem presentes quando precisei.

A Marcos Denilson por todo amor, cuidado, tanta disposição para me ajudar e ser um grande incentivador.

Ao meu professor orientador, Sthelio Braga, por ter visto potencial em mim, obrigada por contribuir para pessoa que sou hoje e pela orientação e execução deste trabalho.

Aos professores que sempre estavam disponíveis para me auxiliar, Adriano Sant'Ana, Bruno Meireles, Isadora Rebouças e Maíra Felinto. Além dos técnicos de laboratórios, Emanuel Tarcísio, Jeanne Freire, Luiz Fernando, Maria Climene, Verlânia Fabíola, Welida Cristina e Wilian Vito.

Enfim, obrigada a todos que contribuíram de alguma forma para realização deste trabalho de conclusão de curso.

Lista de figuras

Figura 1 – Microencapsulção adaptada.....	19
Figura 2 - Máximo rendimento observado a partir do ponto extremo da equação (c).....	23
Figura 3 - Micropartículas observadas após um período de 15 dias.....	29
Figura 4 - Micropartículas observadas após um período de 30 dias.....	29
Figura 5 - Desdobramento Tempo X Armazenamento para pH.....	29

Lista de tabelas

Tabela 1 - Diferentes níveis de atomização de acordo com a abertura do bico atomizador.....	19
Tabela 2 - Rendimento da microencapsulação e liofilização.....	23
Tabela 3 - Composição proximal das micropartículas fonte de EPA e DHA.....	24
Tabela 4 - Atividade de água das micropartículas fonte de EPA e DHA.....	26
Tabela 5 - Valores médios dos parâmetros de luminosidade (L^*); intensidade de vermelho (a^*); intensidade de amarelo (b^*); valor de saturação (C^*) e ângulo de tonalidade (H^*) das micropartículas.....	27
Tabela 6 - Efeito dos desdobramentos dos parâmetros L^* , a^* e H^*	28
Tabela 7 - Perfil de ácidos graxos das micropartículas armazenadas em temperatura ambiente e sob refrigeração ao longo do tempo.....	30-31
Tabela 8: Efeito dos desdobramentos dos somatórios dos ácidos graxos saturados, insaturados, monoinsaturados e poliinsaturados das micropartículas.....	32

SUMÁRIO

RESUMO.....	11
ABSTRACT	12
1. INTRODUÇÃO	13
1.1. Objetivos Gerais.....	15
1.2. Objetivos Específicos	15
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	15
3. MATERIAL E MÉTODOS	18
3.1. Matéria-prima	18
3.1.1. Obtenção do Óleo de Peixe	18
3.1.2. Microencapsulação do Óleo de Peixe	18
3.1.3. Eficiência da Microencapsulação	19
3.1.4. Rendimento da microencapsulação	19
3.1.5. Liofilização	20
3.1.6. Rendimento da liofilização	20
3.1.7. Armazenamento das Micropartículas	20
3.2. Determinação das Análises Físico-químicas.....	20
3.2.1. Determinação da Composição Proximal	20
3.2.2. Atividade de água.....	21
3.2.3. Cor	21
3.3. Determinação do potencial Hidrogeniônico (pH).....	21
3.4. Determinação do Perfil de Ácidos Graxos.....	21
3.5. Análise dos dados.....	22
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	22
4.1. Rendimento da microencapsulação e sua eficiência	22
4.2. Análises físico-químicas.....	24
4.2.1. Composição proximal.....	24

4.2.2.	Atividade de água.....	25
4.2.3.	Cor	26
4.3.	Análise do potencial hidrogeniônico (pH).....	29
4.4.	Perfil de ácidos graxos	30
5.	CONCLUSÃO	32
6.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	33

RESUMO

Os ácidos graxos polinsaturados (AGPI) são essenciais para o organismo humano pela participação em mecanismos vitais. Os óleos de alguns peixes são considerados fonte de AGPI, em especial o EPA e o DHA. Entretanto, são susceptíveis a oxidação e a comercialização é realizada apenas na forma livre e encapsulada. A microencapsulação pode fornecer cápsulas extremamente pequenas ($\leq 100\mu\text{m}$), facilitando o consumo, além do enriquecimento de alimentos. O tamanho da micropartícula é afetado pela abertura do bico atomizador. No armazenamento, as micropartículas podem sofrer alterações negativas, pela umidade, temperatura e tempo. Desta forma, foi realizada a microencapsulação do óleo de peixe sob diferentes níveis de atomização (0,793mm; 1,025mm e 1,490mm) e avaliada sua estabilidade em temperatura ambiente e refrigeração. Escolheu-se o melhor nível de atomização em relação ao rendimento, sendo as micropartículas armazenadas em temperatura ambiente e refrigeração. Foi avaliado, estabilidade oxidativa, pH, atividade de água, composição proximal e perfil de ácidos graxos. O bico atomizador com 1,025mm de diâmetro proporcionou melhor rendimento de micropartículas (6,36%). O teor de lipídios das micropartículas não sofreu alteração com o armazenamento (75,82%). Houve absorção de água da micropartícula armazenada em temperatura ambiente ($3,14 \pm 0,15\%$) em relação a refrigerada ($0,92 \pm 0,37\%$). A atividade de água foi maior nas micropartículas armazenadas sob temperatura ambiente ($0,40 \pm 0,06$) em relação a refrigerada ($0,23 \pm 0,07$). Recomenda-se a microencapsulação utilizando 1,12mm de abertura do bico atomizador para maior rendimento. O armazenamento sob refrigeração preservou as características iniciais das micropartículas em relação a temperatura ambiente. Storage under refrigeration preserved the initial characteristics of the microparticles in relation to room temperature.

Palavras chave: microencapsulação, ômega 3, oxidação.

ABSTRACT

Polyunsaturated fatty acids (PUFA) are essential for the human body because they participate in vital mechanisms. Oils from some fish are considered a source of PUFA, especially EPA and DHA. However, they are susceptible to oxidation and are marketed only in free and encapsulated form. Microencapsulation can provide extremely small capsules ($\leq 100\mu\text{m}$), facilitating consumption as well as food enrichment. The size of the microparticle is affected by the opening of the atomizing nozzle. In storage, microparticles can undergo negative changes, due to humidity, temperature and time. Thus, the microencapsulation of fish oil was performed under different levels of atomization (0.793mm; 1.025mm and 1.490mm) and its stability at room temperature and refrigeration was evaluated. The best atomization level was chosen in relation to yield, and the microparticles were stored at room temperature and refrigeration. Oxidative stability, pH, water activity, proximate composition and fatty acid profile were evaluated. The atomizing nozzle with 1.025 mm diameter provided better yield of microparticles (6.36%). The lipid content of the microparticles did not change with storage (75.82%). There was water absorption of the microparticle stored at room temperature ($3.14 \pm 0.15\%$) compared to refrigerated ($0.92 \pm 0.37\%$). The water activity was higher in microparticles stored under room temperature (0.40 ± 0.06) and refrigerated ($0.92 \pm 0.37\%$). Water activity was higher in microparticles stored at room temperature (0.40 ± 0.06) compared to refrigerated (0.23 ± 0.07). Microencapsulation is recommended using a 1.12mm atomizing nozzle opening for greater performance.

Keywords: microencapsulation, omega 3, oxidation.

1. INTRODUÇÃO

Os ômega 3 são ácidos graxos polinsaturados encontrados em diversos produtos de origem animal (microalgas, peixes e crustáceos marinhos) e vegetal (sementes de linhaça e chia). Eles são caracterizados pela presença de duplas ligações (insaturações) em sua cadeia e classificados pela posição da primeira dupla ligação (n-3) em relação à extremidade metil de sua cadeia carbônica (SHAHIDI; AMBIGAIPALAN, 2018). Os ômega 3 são considerados ácidos graxos essenciais, pois não podem ser sintetizados pelo organismo humano, devendo ser ingeridos via alimentação (DOMENICHIELLO et al., 2015).

Os pescados são considerados um alimento de elevado valor nutricional para a alimentação humana. Dentre os nutrientes presentes em diversos tipos de pescado, destacam-se os ácidos graxos polinsaturados da família ômega 3, como o ácido eicosapentaenóico (EPA) e o docosahexaenóico (DHA) (WANG et al., 2021). Tais ácidos graxos são encontrados em diversos peixes marinhos, como: cavala, arenque e salmão. Eles também podem ser obtidos através do fígado de peixes como: bacalhau e alabote (UNDA et al., 2019). Outra fonte rica em tais compostos são os óleos de peixes marinhos, os quais são comercializados em cápsulas.

Diversos benefícios são associados ao consumo de EPA e DHA (CHI et al., 2022), tais como: controle da aterosclerose (MASON; LIBBY; BHATT, 2020), efeitos analgésicos (UNDA et al., 2019), ação anti-inflamatória (STAÑDO et al., 2020), manutenção do bom funcionamento dos nervos, cérebro e olhos (SWANSON et al., 2012), entre outros.

Apesar dos grandes benefícios que o EPA e DHA podem trazer aos consumidores, a presença de duplas ligações em suas cadeias os tornam mais susceptíveis aos processos oxidativos. Logo, os óleos de peixe ricos em EPA e DHA os tornam muito menos estáveis em relação a outros óleos comestíveis (TENGGU-ROZAINA; BIRCH, 2013). Dentre os processos de oxidação lipídica, pode-se citar a autooxidação como o processo mais comum de oxidação lipídica, no qual os ácidos graxos são atacados por moléculas de oxigênio gerando assim compostos primários, secundários e terciários do processo oxidativo (Binsi et al., 2017; Faruk e Ozyurt, 2019).

A encapsulação é uma técnica comumente usada na indústria de alimentos a qual protege o material encapsulado através de sua matriz de encapsulamento. Em função disso, ela aumenta a estabilidade oxidativa de óleos encapsulados em relação a sua forma a granel, além de facilitar o manuseio do óleo (WANG et al., 2021). Atualmente, a maior parte dos produtos comercializados como fonte de EPA e DHA são à base de óleo de peixe

encapsulado, sendo necessário a elaboração de novos produtos que facilitem o consumo e o enriquecimento nutricional de alimentos.

A microencapsulação é uma tecnologia de encapsulamento mais avançada, cujo objetivo é produzir partículas com tamanhos de 2 a 100 nanômetros (RAO; NAIDU, 2016), permitindo a encapsulação de materiais sólidos, líquidos e gasosos em partículas minúsculas com a finalidade de proteger o material encapsulado. Um dos fatores que determinam o tamanho da partícula produzida é abertura do bico atomizador, o qual impacta na capacidade de retenção e efetividade de proteção do núcleo contra agentes oxidativos.

A escolha do material de parede das micropartículas é fundamental pois afeta diretamente a eficiência da microencapsulação, uma vez que está atrelado à proteção do agente ativo, e alguns fatores devem ser avaliados como viscosidade, estabilidade, propriedades mecânicas, transição vítrea, habilidade de formar filmes, além de avaliar as propriedades físicas e químicas do agente ativo: solubilidade, difusão, permeabilidade, pH, entre outros. (SAMANTHA et al., 2015; REBELLO, 2009). O elevado teor de água que a microencapsulação fornece, causa instabilidade nas micropartículas, e pode ocorrer a fusão das partículas no meio aquoso após um longo período de estocagem, existem métodos de microencapsulação que realizam secagem que pode diminuir ou até eliminar essas instabilidades, como a secagem por liofilização (Desai e Park, 2005).

A qualidade das micropartículas pode ser influenciada pelas técnicas de armazenamento, sendo a umidade, a temperatura e o tempo de armazenamento, os principais responsáveis pela maioria das alterações. Durante o armazenamento, o produto analisado sofre alterações físicas, químicas e bioquímicas que alteram as suas propriedades tecnológicas, que conseqüentemente poderão afetar sua qualidade. Sendo assim, é essencial o uso de técnicas que venham minimizar ou eliminar a existência desses fatores que alteram as características das micropartículas

Como o óleo de peixe é a principal fonte de EPA e DHA, é de interesse da indústria alimentícia o desenvolvimento de produtos que facilitem o enriquecimento nutricional de alimentos assim como o consumo de tais ácidos graxos (CHATTERJEE e JUDEH, 2016). Desta forma, a microencapsulação de óleo de peixe poderá gerar um produto como fonte de EPA e DHA e ainda protegê-lo contra agentes oxidativos e prolongar sua vida de prateleira, garantindo um produto de qualidade.

1.1. Objetivo Geral

Elaborar um produto à base de micropartículas de óleo de peixe como fonte de EPA e DHA, obtidas pela técnica de extrusão/gelificação iônica externa, sob diferentes níveis de atomização e determinar a melhor forma de armazenamento (temperatura ambiente ou refrigerada).

1.2. Objetivos Específicos

- Desenvolver um produto que facilite a conservação e o consumo de EPA e DHA através da microencapsulação de óleo de peixe;
- Determinar o melhor nível de atomização para produção das micropartículas;
- Avaliar a técnica de microencapsulação escolhida (Extrusão/Gelificação iônica externa) através da determinação do rendimento de microencapsulação;
- Investigar a capacidade de retenção de óleo na matriz de pectina cítrica através da determinação de eficiência de microencapsulação;
- Elaborar micropartículas enriquecidas com óleo de peixe/EPA e DHA;
- Maximizar a concentração de óleo de peixe/EPA e DHA nas micropartículas;
- Avaliar a composição proximal das micropartículas assim como sua estabilidade oxidativa ao longo do armazenamento;
- Determinar o perfil de ácidos graxos das micropartículas geradas;
- Avaliar o efeito do tempo sob a qualidade da micropartícula armazenada em temperatura ambiente e sob refrigeração.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Os ácidos graxos vêm despertando diversos estudos mundialmente, particularmente em relação à composição desses ácidos graxos, por apresentarem benefícios à saúde humana (SHAHIDI; AMBIGAIPALAN, 2018). Aqueles ácidos graxos compostos por duas ou três duplas ligações entre átomos de carbono são denominados de ácidos graxos polinsaturados (PUFA's, sigla para Polyunsaturated Fatty Acids). Quando os ácidos graxos possuírem mais de três duplas ligações em sua cadeia carbônica serão denominados por ácidos graxos altamente insaturados (HUFA's, sigla para Highly Unsaturated Fatty Acids Unsaturated Fatty Acids). Os HUFA's também poderão ser chamados por ácidos graxos de cadeia longa ou LCFA (sigla para Long-chain Fatty Acids) (Lehninger et al. 2014).

Os ácidos graxos EPA e DHA são os principais representantes dos HUFA's. Eles podem ser obtidos pela alimentação ou via conversão do ácido linolênico para EPA e DHA. Apesar dos humanos poderem alongar e dessaturar ácido linolênico para EPA e DHA, essa taxa de conversão não é suficiente para atender suas necessidades diárias (BURNS-WHITMORE et al., 2019; PATEL et al., 2021), o que eleva a importância do seu consumo via alimentação. Dentre seus benefícios para o consumidor, pode-se destacar o efeito redutor sobre os teores de triglicerídeos e colesterol sanguíneo, reduzindo assim os riscos de doenças cardiovasculares como arteriosclerose, infarto do miocárdio, trombose cerebral, entre outras (FAHIM TAMZEEDUL KARIM et al., 2017).

Em função do grande número de insaturações na cadeia, os ácidos graxos polinsaturados, em especial o EPA e DHA, tornam-se susceptíveis a processos oxidativos, os quais reduzem sua qualidade, chegando a gerar compostos indesejáveis ao alimento (BINSI et al., 2017; YEŞILSU; ÖZYURT, 2019). Deste modo, torna-se cada vez mais importante buscar alternativas que permitam o consumo e enriquecimento de produtos com EPA e DHA, garantindo sua estabilidade ao longo do armazenamento e consumo.

A tecnologia de microencapsulação é definida como o empacotamento de materiais sólidos, líquidos ou gasosos em cápsulas extremamente pequenas com a finalidade de proteger o material encapsulado (FAHIM TAMZEEDUL KARIM et al., 2017). Essa técnica tem sido amplamente utilizada para proteger materiais encapsulados das condições adversas de processamento e armazenamento de alimentos. Ela consiste na embalagem de substâncias ativas utilizando um revestimento de polímero fino, que atua como uma película protetora aplicada ao material a ser encapsulado (ANAL; SINGH, 2007).

Na ciência dos alimentos, a microencapsulação tem sido vista como um método promissor para superar as limitações relacionadas com a instabilidade das diversas substâncias incorporadas nos alimentos, tais como micronutrientes (NESTERENKO et al., 2014; WANG et al., 2011), a exemplo dos HUFA's. Como consequência desse processo tem-se a preservação do material encapsulado e aumento de sua biodisponibilidade após a ingestão.

A microencapsulação é uma tecnologia para proteger sólidos, líquidos ou materiais gasosos em forma de miniatura, onde formam cápsulas seladas para liberar

o material desejado e protegê-lo de condições ambientais adversas (EZHILARASI et al., 2013). E pode ser realizada por diversos métodos físicos, entre eles: spray drying, spray cooling, pul- verização em banho térmico, leite fluidizado, extrusão centrífuga com múltiplos orifícios, além dos métodos químicos e físico-químicos (OZKAN et al., 2019). Os principais polímeros utilizados como material de parede são: gelatina, maltodextrina, amido, quitosana, gomas entre outros.

Segundo Wang et al (2021), o DHA é comumente microencapsulado para o enriquecimento de fórmulas infantis. Łozińska, Głowacz-Różyńska, Artichowicz, Lu e Jungnickel (2020), relatam que a microencapsulação é uma técnica frequentemente utilizada para melhorar a estabilidade e prolongar a vida útil do óleo de peixe. Outros trabalhos são relatados na literatura onde foi possível microencapsular o óleo de peixe como fonte de EPA e DHA (YILDIZ et al., 2018; VAUCHER et al., 2019; ŁOZIŃSKA et al., 2020). Apesar das diversas informações sobre a microencapsulação de óleo de peixe, ainda se faz necessário a realização de estudos que visem determinar a melhor abertura do bico dosador no processo de microencapsulação, o qual tem impacto direto no tamanho da partícula produzida e conseqüentemente nas propriedades físico-químicas e estruturais.

A secagem por liofilização se resume em desidratar o sistema a partir de amostras congeladas, para preservar amostras que são termo sensíveis. Esse método ocorre através de três operações principais: congelamento, sublimação, e por fim, a dessecção de armazenamento (EZHILARASI et al., 2013). Portanto, é uma técnica eficaz para encapsular compostos bioativos uma vez que não provoca grandes alterações na sua composição, justamente por utilizar amostras congeladas (MACHADO, W. et al., 2021).

No processo de liofilização, o rendimento do produto diminui de maneira significativa, sendo maior para produtos com grandes quantidades de água livre (Moraes et al., 2012), assim é necessário a produção em grande escala para obter uma quantidade de produto final adequada, por isso é essencial a determinação de um nível de atomização que apresente um bom rendimento, sem que o tamanho da partícula obtida venha interferir na estabilidade e qualidade nutricional.

O tamanho da partícula impacta diretamente na capacidade de retenção da pectina sobre o óleo de peixe e sua efetiva proteção do núcleo, afetando sua estabilidade devido a redução dos processos oxidativos. Tais informações são

necessárias para criação de um produto a base de óleo de peixe microencapsulado como fonte de EPA e DHA para o mercado consumidor, o qual ainda carece de produtos dessa natureza.

A estabilidade do produto é a extensão de tempo que se mantém, dentro dos limites estabelecidos, através do período de armazenamento e suas condições até o uso, as mesmas características obtidas no momento de sua fabricação (THOMPSON, 2006). Os fatores que podem alterar a estabilidade podem ser divididos em duas classes: intrínsecos e extrínsecos, sendo os intrínsecos relacionados à qualidade da matéria-prima e sua embalagem, já os extrínsecos envolvem a temperatura, luz, ar atmosférico e umidade (Gil et al., 2005). Além disso, o produto possui estabilidade física que se expressa pela integridade da formulação, seja no amolecimento de cápsulas gelatinosas, esfarelamento e/ou formação de *caking* (sedimento compacto e endurecido) (NUNES et al. 1999).

Após a elaboração das micropartículas, deve-se considerar fatores que podem vir alterar suas características e sua estabilidade ao longo do tempo e conseqüentemente afetar sua qualidade, por isso é necessário a determinação destes, para controle ou eliminação dos mesmos. Dentre os principais fatores que alteram a estabilidade de um produto estão a temperatura, luz, exposição ao ar atmosférico, umidade, tipo de recipiente em que está armazenado e pH do produto (HACKMANN, 1989; OLIVEIRA e SCARPA, 1999; NUNES et al. 1999).

3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1. Matéria-prima

3.1.1. Obtenção do Óleo de Peixe

O óleo de peixe foi adquirido numa farmácia do município de Pombal-PB, lote 48391 com validade de 1 ano e 8 meses após o início do experimento, o mesmo era armazenado em temperatura ambiente no estabelecimento.

3.1.2. Microencapsulação do Óleo de Peixe

As micropartículas foram produzidas pela técnica de extrusão/gelificação iônica externa adaptada, (Figura 1), através da homogeneização de uma solução de pectina (2%, m/v) com o óleo de peixe marinho como fonte de EPA e DHA. A mistura formada foi aspergida, sob diferentes níveis de atomização, (Tabela 1), em uma solução de cloreto

de cálcio sob agitação constante através de um bico atomizador conforme descrito por Krasaekoopt, Bhandari e Deeth (2003). Posteriormente, as micropartículas foram liofilizadas e armazenadas até o momento das análises.

Figura 1: Microencapsulação adaptada



Fonte: Autor, 2023.

Tabela 1: Diferentes níveis de atomização de acordo com a abertura do bico atomizador.

Volta de abertura	Nível de atomização (mm)
¼	0,793
½	1,025
1	1,490

3.1.3. Eficiência da Microencapsulação

A eficiência da microencapsulação foi calculada com base na equação 1, descrita por Bae e Lee (2008):

$$Eficiência\ da\ encapsulação = \frac{\% \text{ Lipídeo encapsulado}}{\% \text{ Lipídeo na emulsão pectina}} \times 100 \quad (Eq. 1)$$

3.1.4. Rendimento da microencapsulação

O rendimento de microencapsulação foi calculado com base nas massas da solução de pectina cítrica e do óleo antes (Massa da mistura das fases ou somatório das massas individuais) e após extrusão/gelificação iônica (Massa das partículas úmidas), calculado por meio da equação 2, seguinte:

$$RM = \frac{MF}{MI} \times 100 \quad (Eq. 2)$$

Onde: RM = Rendimento da microencapsulação; MF: Massa final do produto microencapsulado após extrusão/reticulação; MI = Massa inicial da solução de pectina e óleo.

3.1.5. Liofilização

As microcápsulas foram submetidas ao congelamento por 24 horas em freezer horizontal a -25°C, em seguida foram levadas para secagem em liofilizador modelo alpha 1-4 LD Plus, marca Christ® sob temperatura -60°C e 0,011 mbar, por 24 horas.

3.1.6. Rendimento da liofilização

O rendimento da liofilização foi calculado com base na massa final das micropartículas liofilizadas e após extrusão/gelificação iônica (Massa das partículas úmidas), calculado por meio da equação 3, seguinte:

$$RL = \frac{MF}{MI} \times 100 \quad (\text{Eq. 3})$$

Onde: RL = Rendimento da liofilização; MF: Massa final do produto liofilizado após microencapsulação; MI = Massa inicial das micropartículas.

3.1.7. Armazenamento das Micropartículas

O processo de microencapsulação que apresentou o melhor rendimento foi utilizado para avaliar o efeito do armazenamento sob as micropartículas, as quais foram armazenadas durante 30 dias em temperatura ambiente do laboratório de carnes, ovos e pescados da UFCG- campus Pombal (26,07°C ± 1,47; e umidade relativa do ar de 49,89% ± 1,26) e sob refrigeração (2,99°C ± 0,62; e umidade relativa do ar de 47,56% ± 2,22).

3.2. Determinação das Análises Físico-químicas

3.2.1. Determinação da Composição Proximal

As análises bromatológicas foram efetuadas em triplicata e de acordo com *Association of Official Analytical Chemistry* (AOAC), 2000. As microcápsulas foram analisadas para a

matéria seca (105°C durante 24 h), matéria mineral (mufla a 550°C durante 6 h), proteína (método de Kjeldahl). A extração e determinação dos lipídios totais foram realizadas através da metodologia de Folch, Lees e Stanley (1957).

3.2.2. Atividade de água

A atividade de água foi realizada de acordo com o método 978.18, descrito pela AOAC (2012), utilizando um aparelho AQUALAB CX-2 (DecagonDevices, Washington, USA).

3.2.3. Cor

A análise de coloração foi feita através de um colorímetro Konica Minolta CR10 que quanto aos parâmetros CIELab (L^* , a^* , b^* , C, ângulo Hue), na qual as amostras foram analisadas em doze repetições e todas as medições do medidor de brilho foram feitas sob as condições de iluminante padrão D65 e observador a 10°, conforme determina a Comissão Internacional de Iluminação, a qual definiu três espaços de cor para a comunicação e expressão das cores: CIE XYZ, CIE L^*C^*h e CIE $L^*a^*b^*$. O espaço de cor $L^*a^*b^*$ (ou CIELAB) é amplamente utilizado para avaliar as cores, pois correlaciona os valores de cor com a percepção visual.

3.3. Determinação do potencial Hidrogeniônico (pH)

Para a determinação do pH, as amostras foram analisadas a cada 15 dias, em um período de 30 dias de armazenamento, seguindo a metodologia da Embrapa (2009). As amostras foram pesadas e adicionadas de água destilada na proporção de 1:10, em seguida foram homogeneizadas e foram realizadas as leituras das amostras, em triplicata.

3.4. Determinação do Perfil de Ácidos Graxos

Inicialmente foram preparados os ésteres metílicos dos ácidos graxos, usando-se o procedimento de MAIA e RODRIGUEZ-AMAYA (1993) em que 300 mg de lipídeos da amostra foram saponificados, para depois agregar 5 mL do reagente esterificante (metanol, cloreto de amônio, ácido sulfúrico, 30:1:1,5 V/M/V) e uma solução saturada de NaCl, agitando-se por 30 segundos e acrescentando-se a seguir 5 mL de hexano. Para análise de perfil dos ácidos graxos foi utilizado um cromatógrafo a gás equipado

com colunas capilares Agilent HP-88 (100m x 0,25mm ID, 0,2µm film), com injetor manual e detector por ionização de chamas. A injeção foi realizada no modo Split na razão de 30:1, a 260°C. O detector foi configurado para operar a 280° C. A temperatura inicial da coluna foi de 120° C durante 3 minutos, elevando-se na rampa a uma taxa de 8° C/min, até atingir 200° C, mantendo-se por 3 minutos, e em seguida aumentando 1,5°C/min até o obter 240°C , mantendo nesse valor por 5 minutos. Foi utilizado o gás Hidrogênio como gás de arraste a uma vazão de 1,0 mL/min. O Ar comprimido e o hidrogênio foram fornecidos ao detector em uma vazão de 350 e 35 mL/min.

3.5. Análise dos dados

O experimento foi conduzido em Delineamento Inteiramente Casualizado composto por diferentes níveis de atomização (tratamentos) com três repetições. Para determinação do melhor nível de atomização foi gerado um modelo polinomial de grau 2 o qual foi derivado para determinação dos pontos de máxima eficiência. Os dados de composição proximal e atividade de água foram submetidos aos testes de Cochran e Shapiro-Wilk para avaliação da homogeneidade e normalidade. Sendo esses pressupostos satisfeitos, aplicou-se a Análise de Variância e, quando necessário, o teste de Tukey a 5% de probabilidade.

Os dados de cor e perfil de ácidos graxos foram submetidos aos testes de homogeneidade e normalidade supracitados e analisados em esquema fatorial considerando as formas de armazenamento (Ambiente e Refrigerado) e o tempo. As análises foram realizadas no programa SisEAPRO versão 3.5. Os dados de pH foram submetidos a Análise de Regressão para determinação e validação dos modelos, os quais foram posteriormente comparados entre si pela estatística W.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Rendimento da microencapsulação e sua eficiência

O rendimento da microencapsulação foi afetado pela abertura do bico atomizador, onde o maior rendimento foi obtido com abertura de 1,025mm (Tabela 2). Além disso, com base nos dados supracitados, foi possível estimar que a melhor abertura do bico dosador para o máximo rendimento da microencapsulação é de 1,12 mm (Figura 2). Como não foi possível fazer uma mensuração tão precisa de abertura do bico atomizador

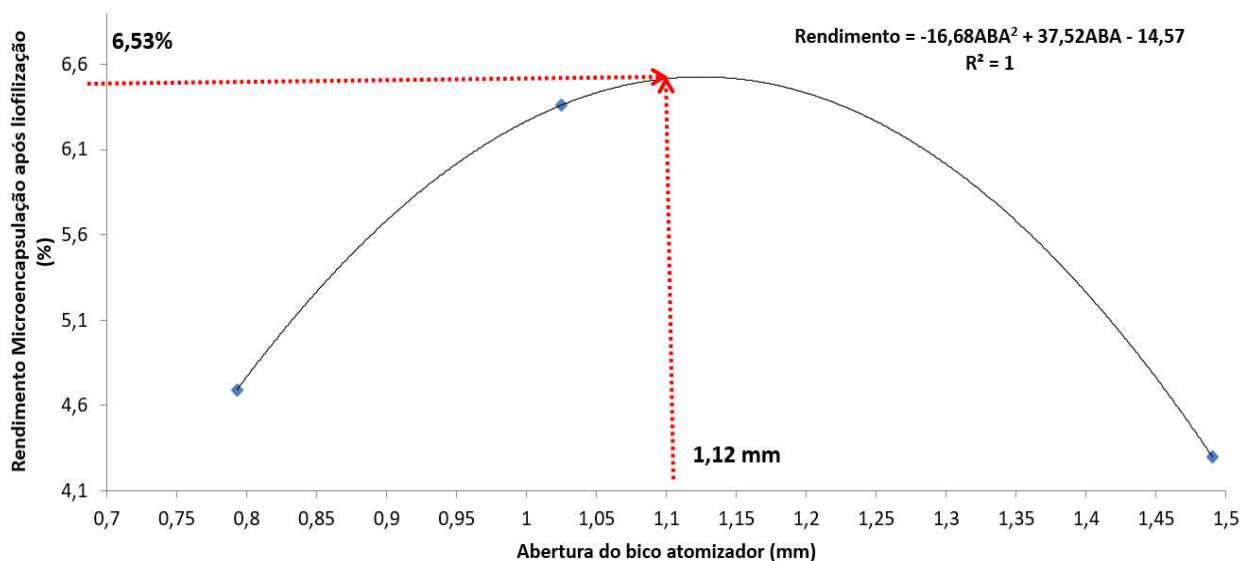
utilizado, optou-se por utilizar a abertura de 1,025mm (1/2 volta de abertura).

Tabela 2: Rendimento da microencapsulação e liofilização.

	Aberturas do bico atomizador (mm)		
	0,793*	1,025**	1,490***
Solução Bruta	137,5	137,5	137,5
Micropartícula	47,1	55	52,8
Rendimento (%)	34,3	40,0	38,4
Liofilizado	2,21	3,5	2,27
Rendimento (%)	4,69	6,36	4,3

*- 1/4 volta de abertura do bico atomizador; **- 1/2 volta de abertura do bico atomizador; ***- 1 volta de abertura do bico atomizador.

Figura 2: Máximo rendimento observado a partir do ponto extremo da equação (c).



Sabendo que a liofilização gera um baixo rendimento em alguns produtos (TAVARES et al., 2011; Braga e Rocha, 2013), e por ser um processo de alto custo operacional (Borges, 2015), deve-se optar pelo maior rendimento possível, que diminui gastos de matéria-prima no processamento, no entanto, obtendo as mesmas qualidades desejadas.

De acordo com a figura 2, o tratamento com máximo rendimento seria o tratamento com 1,12mm (0,61 volta de abertura) porém por não obter uma precisão deste, foi escolhido o de 1,025mm (1/2 volta de abertura) que apresentou rendimento de 6,36%,

próximo ao máximo rendimento que seria de 6,5%. A partir disso, foi calculado a eficiência da microencapsulação do nível de atomização 1,025mm que apresentou 59,5% de eficiência.

Vale ressaltar que existem diversos parâmetros que influenciam na eficiência da microencapsulação, desde a temperatura de entrada e saída de ar do sistema, o fluxo de ar ou fluido de arraste, a distribuição da temperatura e da umidade, o tempo de permanência, que juntamente com o material encapsulante e as características do material ativo serão responsáveis pela eficiência do processo (GRACIELE LORENZONI NUNES et al., 2015). Sendo assim, por utilizar uma microencapsulação adaptada e de pequeno porte, é esperado que a eficiência seja menor do que utilizando métodos avançados, no entanto foi possível obter uma eficiência próxima ao intervalo encontrado por Aranha (2015).

Com isso, as micropartículas foram divididas em diferentes formas de armazenamento, a saber: temperatura ambiente ($26,07^{\circ}\text{C} \pm 1,47$; e umidade relativa do ar de $49,89\% \pm 1,26$) e sob refrigeração ($2,99^{\circ}\text{C} \pm 0,62$; e umidade relativa do ar de $47,56\% \pm 2,22$).

4.2. Análises físico-químicas

4.2.1. Composição proximal

Os valores de lipídios não apresentaram diferença significativa entre as formas de armazenamento (Tabela 3), mostrando que independente da forma de armazenamento não ocorre diferença no teor de lipídios das micropartículas, pois ambos foram enriquecidos na mesma quantidade. Os lipídios variaram de 74,85 a 76,79%, mostrando que após a liofilização a quantidade de óleo foi maior que a quantidade de pectina pois o objetivo da adição de pectina é proteger o óleo da oxidação e este ser o composto majoritário das micropartículas.

Tabela 3: Composição proximal das micropartículas fonte de EPA e DHA.

Tratamentos	Lipídios	Umidade	Cinzas	Carboidratos
Refrigeração	$74,85 \pm 8,4$ a	$0,92 \pm 0,37$ a	$3,81 \pm 0,27$ a	$21,03 \pm 1,14$ b
Ambiente	$76,79 \pm 3,03$ a	$3,14 \pm 0,15$ b	$3,69 \pm 0,23$ a	$16,38 \pm 0,93$ a
CV (%)	1,77	13,98	5,64	6,40

Em relação ao teor de umidade, o armazenado em temperatura ambiente gerou um maior teor de umidade em relação ao armazenado sob refrigeração. Por serem produtos que foram liofilizados, era esperado que os teores de umidade fossem baixos e próximos, porém o armazenamento em temperatura ambiente propiciou uma absorção de umidade ao longo do tempo, tendo em vista que a análise de umidade foi realizada 18 dias após o armazenamento. O aumento do teor de umidade pode ter ocorrido devido a alta temperatura em que o tratamento armazenado em temperatura ambiente estava, sabendo que a sorção de água ocorre em função do diferencial de pressão de vapor de água e/ou da temperatura desses (Multon, 1980). As trocas de calor e água entre as micropartículas e o ambiente são contínuas até atingir o teor de umidade de equilíbrio, em determinadas condições de temperatura, e neste caso o tratamento armazenado em temperatura ambiente estava em uma temperatura aproximadamente dez vezes maior do que o tratamento sob refrigeração, formando uma condição atrativa para absorção de umidade.

O teor de cinzas das micropartículas não apresentaram diferença significativa, obtiveram valores de 3,69 a 3,81%, ou seja, a quantidade de minerais é igual para ambas formas de armazenamento, já que a pectina adicionada foi proporcional, e a mesma ser uma fibra alimentar contribuindo majoritariamente para este composto. O conteúdo de cinzas das micropartículas foi maior do que o encontrado por Fernandes et al. (2014) 2,05 a 2,7%; Silva (2018) 2,25 a 2,28% e Oliveira (2013) 1,6% que avaliaram o teor de cinzas de pectina de diferentes naturezas. O teor de cinzas neste estudo pode ter sido maior porque não avaliou apenas a pectina individualmente, mas também o óleo de peixe em conjunto, que pode ter cooperado no teor de cinzas.

O teor de carboidratos das micropartículas armazenadas sob refrigeração foi maior do que as que foram armazenadas em temperatura ambiente. A pectina, um carboidrato estrutural, foi adicionada de forma proporcional para ambos tratamentos, mas devido a absorção de umidade no armazenamento em temperatura ambiente isso caracterizou na dissolução da pectina, ocasionando na diminuição dos carboidratos deste tratamento.

4.2.2. Atividade de água

O armazenamento sob refrigeração obteve uma atividade de água menor que o armazenamento em temperatura ambiente (Tabela 4), em função do aumento da

umidade, tendo em vista que as micropartículas obtinham uma baixa atividade de água inicial já que sofreram o processo de secagem. Porém, esta análise foi feita 18 dias após a liofilização indicando a absorção de água pelas micropartículas armazenadas em temperatura ambiente.

Tabela 4: Atividade de água das micropartículas fonte de EPA e DHA.

Tratamentos	Aa
Refrigeração	0,23 ± 0,07 a
Ambiente	0,40 ± 0,06 b
CV (%)	8,91

Tófano et al. (2008) estudou o efeito da umidade sobre a microestrutura da inulina em pó. Observaram por imagens macroscópicas e microscópicas, o precipitado de inulina em pó armazenado em ambientes com diferentes atividades de água, e concluíram que ambientes com Aa superior a 0,3085 alteram a microestrutura do material de forma irreversível.

Com isso, as micropartículas armazenadas em temperatura ambiente não possuem as características desejáveis, já que ao aumentar sua atividade de água, isso ocasionou numa dissolução da pectina rompendo as micropartículas que protegiam o óleo de peixe e este uma vez exposto, fica susceptível à oxidação e perde seus benefícios.

4.2.3. Cor

Foi detectada interação entre a forma de armazenamento e o tempo para os parâmetros L*, a* e b* (Tabela 5). Em relação a L*, percebe-se que não houve diferença na luminosidade quando o armazenamento da micropartícula ocorreu em temperatura ambiente. Por outro lado, houve um ganho de luminosidade quando o armazenamento ocorreu sob refrigeração (Tabela 6). Ao comparar a forma de armazenamento dentro dos tempos, pode-se perceber que a partícula refrigerada era mais escura aos 15 dias, figura 3. Já no trigésimo dia a luminosidade foi igual para ambas formas de armazenamento. Segundo Huang e Sathivel (2010), o óleo de peixe apresenta cores brilhantes, o que justifica a luminosidade ser maior para estas micropartículas, já que o óleo de peixe estava exposto. Aquelas armazenadas sob refrigeração tiveram um aumento desse parâmetro do tempo 15 (39,9±4,3) para o

tempo 30 (46,8±0,7), que pode ter sido influenciado pelo início da dissolução da pectina e consequente exposição do óleo de peixe resultando em maior luminosidade, figura 4.

Tabela 5: Valores médios dos parâmetros de luminosidade (L*); intensidade de vermelho (a*); intensidade de amarelo (b*); valor de saturação (C*) e ângulo hue (H*) das micropartículas.

Parâmetro	Armazenamento			Tempo (dias)			Efeitos		
	Amb.	Refr.	CV (%)	15	30	CV (%)	Armaz.	Tempo	Interação
L*	45,8±1,8 a ¹	43,3±4,7 a	7,9	43,33±4,3 a ¹	45,8±0,7 b	7,9	² ns	ns	* ³
a*	5,51±1,7 b	3,68±0,5 a	27,3	3,71±0,5 a	5,48±1,7 b	26,8	*	*	*
b*	31,9±5,0 b	22,45±2,2 a	14,2	24,38±4,4 a	29,97±6,9 b	20,9	*	*	ns
C*	32,35±5,2 b	22,73±2,3 a	14,7	24,6±4,4 a	30,48±6,9 b	21,1	*	*	ns
H*	81,02±2,3 a	80,65±0,5 a	2,1	79,78±1,5 a	81,88±0,9 b	1,5	ns	*	*

¹-Letras diferentes diferem os tratamentos pelo teste de Tukey a 5%; ²- NS: Não Significativo; ³ - * Significante a 5% pela ANOVA.

O parâmetro a* aumentou a intensidade de vermelho entre 15 e 30 dias de armazenamento em temperatura ambiente. Já o armazenamento sob refrigeração preservou este parâmetro da partícula ao longo do tempo. Ao comparar as formas de armazenamento dentro dos tempos, pode-se perceber que aos 30 dias de armazenamento a partícula acondicionada em temperatura ambiente estava mais próxima do vermelho do que aquela acondicionada sob refrigeração, figura 4. Tais resultados podem estar relacionados à exposição do óleo ocorrida nos 15 dias de armazenamento para as micropartículas que estavam armazenadas em temperatura ambiente, figura 3, proporcionou ao óleo o contato direto com agentes oxidantes como luz, calor e oxigênio, acelerando sua oxidação com processos de foto-oxidação, termo-oxidação e auto-oxidação, causando o escurecimento da cor amarela para cor vermelha.

O ângulo hue (H*) que indica a tonalidade, diminuiu nas micropartículas armazenadas em temperatura ambiente do tempo 15 (83,0±1,4) para o tempo 30 dias de armazenamento (79,1±0,6), neste tempo as micropartículas armazenadas sob refrigeração obtinham tonalidade maior (80,5±0,3) do que as micropartículas armazenadas em temperatura ambiente. O ângulo Hue mais próximo a 90°, indica coloração amarela e mais próximo a 0° coloração vermelha, resultados que

corroboram com os valores de b^* e a^* que mostraram que as micropartículas armazenadas em temperatura ambiente obtiveram um escurecimento da cor amarela no tempo 30 dias se aproximando da coloração vermelha.

O valor de (b^*) foi maior para as micropartículas em temperatura ambiente porque obtiveram uma alta oxidação comprovada pela degradação dos ácidos graxos, tabela 8, tendo em vista que a análise de cor foi realizada com 15 dias de armazenamento, conseqüentemente este tratamento obteve dissolução do agente encapsulante, a pectina, e ocorreu uma exposição do óleo de peixe, observada na figura 3, o mesmo possui coloração amarelada característica que provém de pigmentos naturais e compostos resultantes da degradação de corantes naturais (Sabar et al., 2015). A cromaticidade (c^*) e o parâmetro (b^*) apresentaram valores próximos devido a predominância da cor amarela, confirmando o valor de saturação para o amarelo. Huang e Sathivel (2010) avaliou óleo de peixe e encontrou valores de cor de L^* , a^* , b^* , C^* e h^* de 38,5; 4,2; 31,5; 31,8; e 82,4; respectivamente, diferenciando-se deste trabalho apenas em alguns parâmetros, pois está sendo avaliado a micropartícula e não o óleo de peixe em si, que estava protegido pelo material encapsulante, e este possui uma coloração clara remetente ao branco. O tratamento sob refrigeração não obteve intensidade da cor amarela já que o material encapsulante protegia o óleo de peixe e sua coloração interferiu na análise.

Tabela 6: Efeito dos desdobramentos dos parâmetros L^* , a^* e H^* .

Armaz.	L^*		a^*		H^*	
	Tempo		Tempo		Tempo	
	15	30	15	30	15	30
Amb	46,7±1,9 ax ¹	44,8±1,3 ax	4,1±0,1 ax	7,0±0,7 bx	83,0±1,4 Ax	79,1±0,6 bx
Refri	39,9±4,3 ay	46,8±0,7 bx	3,4±0,5 ax	4,0±0,4 ay	80,8±0,6 Ay	80,5±0,3 ax

1- Letras diferentes diferem os tratamentos pelo teste de Tukey a 5%; a e b difere os tratamentos nas linhas (tempo), x e y difere os tratamentos nas colunas (forma de armazenamento).

Figura 3: Micropartículas observadas após um período de 15 dias.

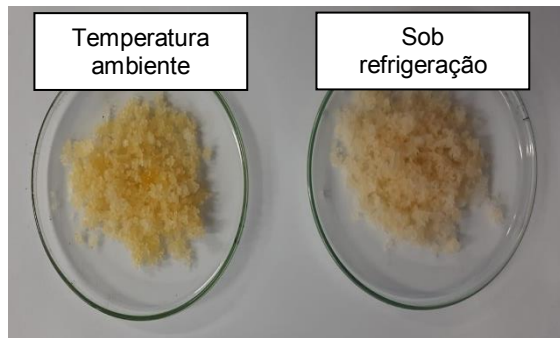
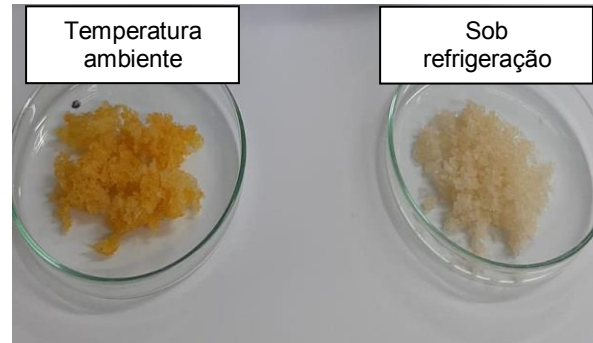


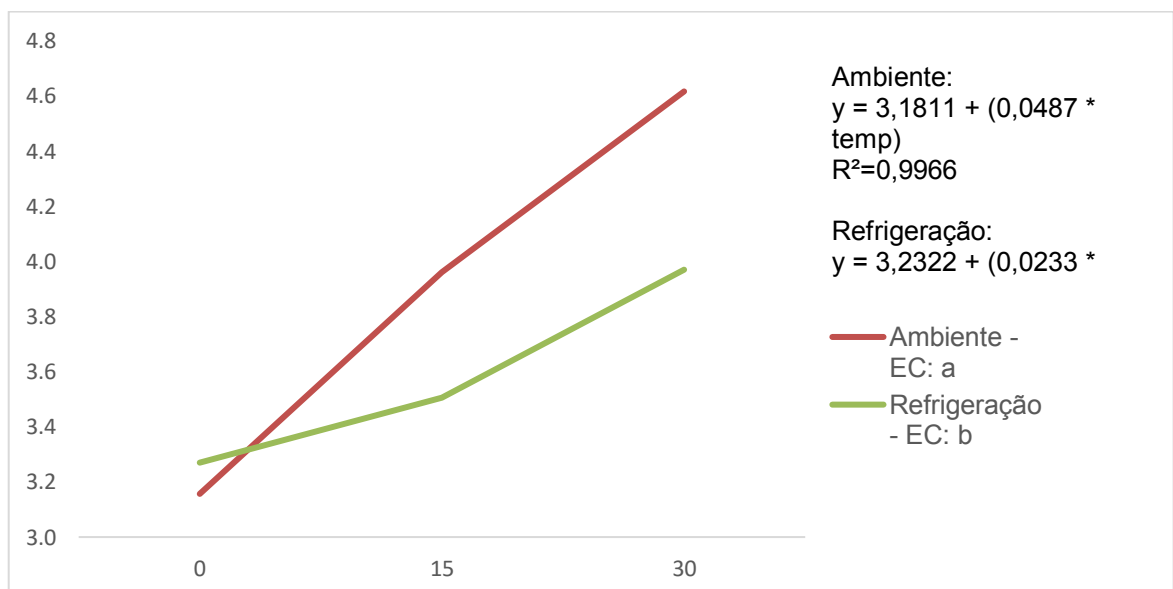
Figura 4: Micropartículas observadas após um período de 30 dias.



4.3. Análise do potencial hidrogeniônico (pH)

Na figura 5 estão os resultados obtidos na análise de pH em diferentes formas de armazenamento ao longo do tempo.

Figura 5: Desdobramento Tempo X Armazenamento para pH.



No processo de microencapsulação, as soluções foram submetidas a pH=4,0, por isso pH inicial das micropartículas é baixo, porém conforme o passar do tempo ocorreu aumento do pH, sendo ainda maior para o tratamento armazenado em temperatura ambiente. O valor de pH pode ser alterado por diversas condições, como absorção de gases pelas micropartículas, oxidação da matéria orgânica, interferindo na concentração de íons-hidrogênio e aumentando sua alcalinidade (VON SPERLING, 2005).

Por absorver umidade, o tratamento armazenado no ambiente provocou a decomposição hidrolítica, sendo assim aumentou seu pH de forma mais acelerada do que no tratamento sob refrigeração que tinha uma quantidade de água menor. Além disso, a qualidade físico-química do óleo foi alterada de forma negativa devido a temperatura que estava submetido, pois as reações hidrolíticas são catalisadas pela ação do calor e umidade (GREGORIO e ANDRADE, 2014).

Além disso, outro fator interfere no valor de pH, a temperatura, que altera o equilíbrio de dissociação da água, aumentando a energia das partículas e facilitando a ruptura da ligação de oxigênio com oxigênio (RIBEIRO, 2010). Neste caso, o aumento da temperatura resultou no aumento da atividade dos íons-hidroxila e deslocou o equilíbrio químico das micropartículas, tornando-as mais básicas.

4.4. Perfil de ácidos graxos

Foi observado que o tratamento sob refrigeração apresentou maior concentração de ácidos graxos insaturados em relação ao tratamento armazenado em temperatura ambiente (Tabela 7). A análise para determinação de ácidos graxos foi realizada após 7 dias de armazenamento, e de acordo com os resultados é possível que já estava ocorrendo oxidação nas micropartículas no ambiente, o suficiente para que ocorresse degradação oxidativa dos ácidos graxos insaturados. Com isso, ao longo do tempo a oxidação aumentou e conseqüentemente aumentou de forma significativa a presença de ácidos graxos saturados no tempo 30 dias.

Tabela 7: Perfil de ácidos graxos das micropartículas armazenadas em temperatura ambiente e sob refrigeração ao longo do tempo.

Ácidos Graxos	Tratamento		Tempo (dias)		Efeitos		
	Amb.	Refr.	0	30	Ar ₁	T	Int
Saturados							
C14:0	9,85±2,8 b ²	7,84±0,6 a	7,89±0,6 a	9,81±2,8 b	* ³	*	*
C15:0	0,71±0,2 b	0,55±0,01 a	0,56±0,02 a	0,71±0,2 b	*	*	*
C16:0	22,29±5,0 b	17,98±0,6 a	18,02±0,6 a	22,23±5,2 b	*	*	*
C17:0	0,5±0,1 a	0,43±0,01 a	0,41±0,05 a	0,52±0,1 b	*	*	*
C18:0	3,71±0,6 b	3,07±0,3 a	3,19±0,2 a	3,59±0,8 b	*	*	*
C20:0	0,27±0,03 b	0,21±0,01 a	0,23±0,02 a	0,25±0,05 a	*	*	ns ⁴
C21:0	2,08±0,9 a	2,88±0,2 b	2,92±0,3 b	2,04±0,8 a	*	*	*

C23:0	0,43±0,2 a	0,62±0,01 b	0,62±0,0 a	0,43±0,2 b	*	*	*
Monoinsaturados							
C16:1	11,58±2,7 b	9,51±0,5 a	9,5±0,5 a	11,59±2,7 b	*	*	*
C17:1	1,13±0,1 a	1,11±0,05 a	1,11±0,1 a	1,13±0,02 a	ns	Ns	ns
C18:1n9t	1,39±0,3 a	1,65±0,2 a	1,69±0,2 a	1,36±0,2 a	ns	*	ns
C18:1n9c	11,68±2,0 b	10,07±0,8 a	10,19±0,7 a	11,57±2,2 a	*	Ns	*
C20:1n9	1,02±0,1 b	0,86±0,05 a	0,89±0,04 a	0,98±0,2 a	*	Ns	*
C24:1n9	0,35±0,05 b	0,29±0,03 a	0,31±0,04 a	0,33±0,05 a	*	Ns	ns
Poliinsaturados							
C18:2n6t	2,29±0,7 a	3,03±0,3 b	3,02±0,4 b	2,3±0,6 a	*	*	ns
C18:2n6c	1,24±0,1 a	1,22±0,1 a	1,24±0,1 a	1,22±0,1 a	ns	Ns	*
C18:3n6	0,21±0,02 a	0,22±0,02 b	0,22±0,01 a	0,21±0,02 a	*	Ns	*
C18:3n3	0,7±0,1 a	0,82±0,4 b	0,81±0,03 b	0,71±0,4 a	*	*	*
C20:3n3	0,76±0,04 b	0,66±0,01 a	0,69±0,03 a	0,73±0,01 a	*	Ns	ns
C20:4n6	0,86±0,3 a	1,04±0,04 b	1,05±0,05 b	0,84±0,3 a	*	*	*
C20:5n3	12,52±7,0 a	19,13±0,8 b	19,13±1,1 b	12,52±7,1 a	*	*	*
C22:6n3	8,66±4,5 a	6,57±4,2 a	10,97±0,5 b	4,26±4,4 a	ns	*	ns
∑ SATURADOS	31,53	32,78	32,86	47,39	*	*	*
∑ INSATURADOS	56,68	59,46	59,65	45,11	*	*	*
∑ MONOINSATURADOS	21,96	23,27	22,36	31,41	ns	*	*
∑ POLIINSATURADOS	34,73	36,19	36,99	13,71	*	*	*

¹- Efeitos de forma de armazenamento (Ar), tempo (T) e interação (Int); ²-Letras diferentes diferem os tratamentos pelo teste de Tukey a 5%; ³ - * Significante a 5% pela ANOVA; ⁴ - NS: Não Significativo.

A velocidade de oxidação depende do grau de insaturação da molécula do ácido graxo, sendo assim quanto maior for a porcentagem de insaturação das micropartículas, mais susceptível à oxidação (Araújo, 2015). No entanto, o armazenamento sob refrigeração mesmo com uma quantidade maior de insaturações proporcionou uma menor perda, devido às condições de armazenamento que preservaram sua oxidação, garantindo sua qualidade nutricional por mais tempo.

Em relação a presença de ácido eicosapentanoico (C20:5n3, EPA) e de ácido docosa-hexanoico (C22:6n3, DHA), a porcentagem de EPA foi maior para o tratamento sob refrigeração e no tempo 0, porém o armazenamento em temperatura ambiente e o tempo 30 obtiveram valores relevantes de EPA, capazes de proporcionar os benefícios advindos desse ácido. O ácido DHA não apresentou diferença estatística entre os tratamentos, mas sim ao longo do tempo, onde sofreu uma perda considerável no tempo

30.

Também foi observada a presença do ácido linoléico (C18:2n6, AL) e do ácido alfa-linolênico (C18:3n3, AAL), que são ácidos graxos essenciais para o consumo humano, estando nas micropartículas em ambos tratamentos e nos diferentes tempos.

Tabela 8: Efeito dos desdobramentos dos somatórios dos ácidos graxos saturados, insaturados, monoinsaturados e poliinsaturados das micropartículas.

Arma z.	Saturado		Insaturado		Monoinsaturado		Poliinsaturados	
	Tempo		Tempo		Tempo		Tempo	
	0	30	0	30	0	30	0	30
Amb.	33,3±0,4 ax ¹	47,0±0,9 bx	59,5±1,4 ax	45,0±0,9 bx	23,2±0,4 ax	31,4±0,9 bx	36,3±1,6 ax	13,6±1,6 bx
Ref.	33,7±0,5 ax	32,6±0,3 ay	60,3±1,4 ax	56,0±5,7 ay	23,9±0,9 ax	22,3±0,5 by	36,4±0,5 ax	33,7±6,1 ay

1- Letras diferentes diferem os tratamentos pelo teste de Tukey a 5%; a e b difere os tratamentos nas linhas (tempo), x e y difere os tratamentos nas colunas (forma de armazenamento).

Na tabela 8, pode-se observar que o teor de ácidos graxos dominante no tempo 7 de armazenamento, independente da forma de armazenamento, é o ácido graxo insaturado indicando um excelente perfil de ácidos graxos das micropartículas já que os ácidos graxos insaturados são capazes de reduzir o colesterol ruim (LDL) do organismo humano (Kris-Etherton; YU, 1997). Porém, com 30 dias de armazenamento, é possível identificar a perda desses ácidos graxos no tratamento armazenado em temperatura ambiente, principalmente os ácidos graxos polinsaturados já que possuem um grau de insaturação maior, ocasionando o aumento de ácidos graxos monoinsaturados e ácidos graxos saturados.

Sendo assim, esses fatos comprovam a oxidação do tratamento armazenado em temperatura ambiente e perda do seu potencial nutricional ao longo dos 30 dias. No entanto, o tratamento mantido sob refrigeração com 30 dias de armazenamento não sofreu nenhuma perda dos seus ácidos graxos polinsaturados, mantendo sua qualidade e características nutricionais ao longo do tempo.

5. CONCLUSÃO

Recomenda-se a microencapsulação utilizando 1,12mm de abertura do bico atomizador para um maior rendimento. O armazenamento sob refrigeração (2,99°C ± 0,62; e umidade relativa do ar de 47,56% ± 2,22) preserva as características iniciais da micropartícula em relação a temperatura ambiente (26,07°C ± 1,47; e umidade relativa do ar de 49,89% ± 1,26).

É importante a realização de trabalhos futuros avaliando outros parâmetros, como tipo de

embalagem de comercialização, material de parede das micropartículas, bem como prolongar o período de estudo.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANAL, A. K.; SINGH, H. Recent advances in microencapsulation of probiotics for industrial applications and targeted delivery. **Trends in Food Science & Technology**, v. 18, n. 5, p. 240–251, maio 2007.

AOAC. Association of Official Analytical Chemists. Official Methods of Analysis, 18^a ed. 3^a rev. 194p. Washington, 2000.

AOAC Association of Official Analytical Chemists. Official methods of analysis of AOAC International (19th ed.). Washington, D.C.: AOAC International, 2012.

Araújo, J.M.A. Oxidação de lipídios. Viçosa: Editora Universitária, 1994.

Araújo, J. M. A. Química de alimentos: teoria e prática (6th ed.). Viçosa: Editora UFV, 2015.

BAE, E. K.; LEE, S. J. Microencapsulation of avocado oil by spray drying using whey protein and maltodextrin. **Journal of Microencapsulation**, v. 25, n. 8, p. 549–560, 20 out. 2008.

BINSI, P. K. et al. Structural and oxidative stabilization of spray dried fish oil microencapsulates with gum arabic and sage polyphenols: Characterization and release kinetics. **Food Chemistry**, v. 219, p. 158–168, mar. 2017.

Braga, M. B., e Rocha, S. C. S.. Drying of milk-blackberry pulp mixture in spouted bed. *Canadian Journal of*, 2013.

BORGES, K. C. et al. Physicochemical Characterization and Bioactive Value of Tropical Berry Pomaces after Spouted Bed Drying. **Journal of Food Quality**, v. 39, n. 3, p. 192–200, 3 nov. 2015.

BURNS-WHITMORE, B. et al. Alpha-Linolenic and Linoleic Fatty Acids in the Vegan Diet: Do They Require Dietary Reference Intake/Adequate Intake Special Consideration? **Nutrients**, v. 11, n. 10, p. 2365, 4 out. 2019.

CHATTERJEE, S.; JUDEH, Z. M. A. Microencapsulation of fish oil. **Lipid Technology**, v. 28, n. 1, p. 13–15, jan. 2016.

CHI, G. et al. Production of polyunsaturated fatty acids by *Schizochytrium* (*Aurantiochytrium*) spp. **Biotechnology Advances**, v. 55, p. 107897, mar. 2022.

DESAI, K.G.H.; PARK, H.J. Recent developments in microencapsulation of food ingredients. *Drying Technology*, v. 23, n. 7, p. 1361–1394, 2005.

DOMENICHELLO, Anthony F.; KITSON, Alex P.; BAZINET, Richard P.. Is docosahexaenoic acid synthesis from α -linolenic acid suficiente to supply the adult brain? *Progress In Lipid*

Research, v. 59, p. 54-66, jul. 2015.

EMBRAPA, 2009. Métodos para análises de pescado.

EZHILARASI, P. N. et al. Freeze drying technique for microencapsulation of Garcinia fruit extract and its effect on bread quality. **Journal of Food Engineering**, v. 117, n. 4, p. 513–520, ago. 2013.

Fernandes et. al. Otimização do processo de extração e caracterização química de pectina de cenoura. *Magistra*, Cruz das Almas – BA, V. 26, n. 2, p. 115-123, Abr./Jun. 2014.

FOLCH, J.; LEES, M.; STANLEY, G. H. S. A SIMPLE METHOD FOR THE ISOLATION AND PURIFICATION OF TOTAL LIPIDES FROM ANIMAL TISSUES. **Journal of Biological Chemistry**, v. 226, n. 1, p. 497–509, maio 1957.

Gregório BM, Andrade ECB. Influência do aquecimento sobre as propriedades físico-químicas de óleos comestíveis. **Higiene Alimentar**, v. 18, n. 124, p. 78-84, set. 2004.

HACKMANN, E. R. M. Teste de estabilidade na indústria farmacêutica. São Paulo: USP, 1989.

HUANG, J.; SATHIVEL, S. Purifying salmon oil using adsorption, neutralization, and a combined neutralization and adsorption process. **Journal of Food Engineering**, v. 96, n. 1, p. 51–58, jan. 2010.

FAHIM TAMZEEDUL KARIM et al. Microencapsulation of fish oil using supercritical antisolvent process. v. 25, n. 3, p. 654–666, 1 jul. 2017.

KRASAEOOPT, W.; BHANDARI, B.; DEETH, H. Evaluation of encapsulation techniques of probiotics for yoghurt. **International Dairy Journal**, v. 13, n. 1, p. 3–13, jan. 2003.

KRIS-ETHERTON, P. M.; YU, S. Individual fatty acid effects on plasma lipids and lipoproteins: human studies. **The American Journal of Clinical Nutrition**, v. 65, n. 5, p. 1628S1644S, 1 maio 1997.

LEHNINGER, A.L., NELSON, D.L., COX, M.M. Princípios de bioquímica. São Paulo: Savier, 1294., 2014.

ŁOZIŃSKA, N. et al. Microencapsulation of fish oil – determination of optimal wall material and encapsulation methodology. v. 268, p. 109730–109730, 1 mar. 2020.

MACHADO, W. et al. Incorporation of phenolic compounds in food products: a review. **Brazilian Journal of Development**, 10 mai. 2021.

MASON, R. P.; LIBBY, P.; BHATT, D. L. Emerging Mechanisms of Cardiovascular Protection for the Omega-3 Fatty Acid Eicosapentaenoic Acid. **Arteriosclerosis, Thrombosis, and Vascular Biology**, v. 40, n. 5, p. 1135–1147, maio 2020.

Moraes et al. Estudo comparativo da desidratação de frutas para fins de infusão, por método

tradicional e liofilização. *Revista Semiárido De Visu*, v.2, n.2, p.254-264, 2012.

MULTON, J.L. Water vapor and heat transfers in grains silos and their consequences on storage. In: SHEJBAL, J. *Controlled atmosphere storage of grains*. Amsterdam, Elseiver, p.399-408, 1980.

NESTERENKO, A. et al. Comparative study of encapsulation of vitamins with native and modified soy protein. **Food Hydrocolloids**, v. 38, p. 172–179, jul. 2014.

NUNES, J. M. et al. Aquisição de medicamentos no setor público: o binômio qualidade: custo. *Caderno Saúde Pública*. v. 15, n. 4, 1999.

GRACIELE LORENZONI NUNES et al. Microencapsulação de culturas probióticas: princípios do método de spray drying. 15 dez. 2015.

OLIVEIRA, A. G.; SCARPA, M. V. Alteração e conservação de medicamentos. *Infarma*, Brasília, v. 9, n. 115, p. 11-17, 1999.

Oliveira, A. N. Pectinas de casca de manga (*Mangífera índica* L.) cv. Ubá: Otimização da extração, caracterização físico-química e avaliação das propriedades espessantes e gelificantes. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Alimentos), Universidade Federal de Viçosa-UFV, 174p. 2013.

OZKAN, G. et al. A review of microencapsulation methods for food antioxidants: Principles, advantages, drawbacks and applications. **Food Chemistry**, v. 272, p. 494–506, jan. 2019.

PATEL, A. et al. Bioprospecting of thraustochytrids for omega-3 fatty acids: a sustainable approach to reduce dependency on animal sources. **Trends In Food Science & Technology**, v. 115, p. 433-444, set. 2021.

RAO, P. J.; NAIDU, M. M. Nanoencapsulation of Bioactive Compounds for Nutraceutical Food. **Sustainable Agriculture Reviews**, p. 129–156, 2016.

REBELLO, F. F. P. Microencapsulação de ingredientes alimentícios. *Revista Agrogeoambiental*, v. 1, n. 3, p. 134-144, 2009.

RIBEIRO, J. Química analítica I / Josimar Ribeiro. - Vitória, ES : Universidade Federal do Espírito Santo, Núcleo de Educação Aberta e a Distância, 83.p, 2010.

Sabar, J. et al. 'Karakterisasi Minyak Ikan dari Pemurnian Limbah Ikan Tuna dengan Zeolit Secara Kromatografi Kolom', *Jurnal MIPA Online* 4(2), p. 161–164, 2015.

SAMANTHA, S. C. et al. Drying by spray drying in the food industry: Micro-encapsulation, process parameters and main carriers used. **African Journal of Food Science**, v. 9, n. 9, p. 462–470, 30 set. 2015.

SHAHIDI, F.; AMBIGAIPALAN, P. Omega-3 Polyunsaturated Fatty Acids and Their Health Benefits. **Annual Review of Food Science and Technology**, v. 9, n. 1, p. 345–381, 25 mar. 2018.

- SILVA, Juliana Resende Gonçalves. Estudo físico-químico da farinha e pectina do mesocarpo do maracujá e reologia de sistemas-modelo. Dissertação (Mestrado em Produção Vegetal) – Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Centro de Ciências e Tecnologias Agropecuárias. Campos dos Goytacazes, RJ, 2018.
- STÁNDO, M. et al. Omega-3 Polyunsaturated Fatty Acids EPA and DHA as an Adjunct to Non-Surgical Treatment of Periodontitis: A Randomized Clinical Trial. **Nutrients**, v. 12, n. 9, p. 2614, 27 ago. 2020.
- SWANSON, D. et al. Omega-3 Fatty Acids EPA and DHA: health benefits throughout life. **Advances In Nutrition**, v. 3, n. 1, p. 1-7, 1 jan. 2012.
- TAVARES, S. A. et al. CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DA MUCILAGEM DE INHAME LIOFILIZADA. *Ciência e Agrotecnologia*, v. 35, ed. 5, p. 973 - 979, set/out 2011.
- TENGKU-ROZAINA, T. M.; BIRCH, E. J. Physicochemical characterisation and oxidative stability of refined hoki oil, unrefined hoki oil and unrefined tuna oil. **International Journal of Food Science & Technology**, v.48, n.11, p. 2331-2339, jul. 2013.
- THOMPSON, J.E. A Prática farmacêutica na manipulação de medicamentos. 1. ed. Porto Alegre. UNITED STATES PHARMACOPOEIA (USP 29/NF 24). 2006.
- TÓFANO, J. et al. Efeito da umidade sobre a microestrutura da inulina em pó. v. 28, n. 1, p. 122–131, 1 mar. 2008.
- UNDA, S. R. et al. Beneficial effects of fish oil enriched in omega-3 fatty acids on the development and maintenance of neuropathic pain. v. 72, n. 3, p. 437–447, 26 dez. 2019.
- VAUCHER, A. C. DOS S. et al. Microencapsulation of fish oil by casein-pectin complexes and gum arabic microparticles: oxidative stabilisation. **Journal of Microencapsulation**, v. 36, n. 5, p. 459–473, 4 jul. 2019.
- VON SPERLING, M. Introdução à qualidade das águas e ao tratamento de esgotos. 3.ed. Belo Horizonte: UFMG/ Departamento de Engenharia Sanitária,. v.1, 452p. 2005.
- WANG, H. et al. Microencapsulation of vitamin C by interfacial/emulsion reaction: Characterization of release properties of microcapsules. **Journal of Controlled Release**, v. 152, p. e78–e79, nov. 2011.
- WANG, J. et al. Stability and stabilization of omega-3 oils: A review. **Trends in Food Science & Technology**, v. 118, p. 17–35, dez. 2021.
- YEŞİLSU, A. F.; ÖZYURT, G. Oxidative stability of microencapsulated fish oil with rosemary, thyme and laurel extracts: A kinetic assessment. **Journal of Food Engineering**, v. 240, p. 171–182, jan. 2019.
- YILDIZ, G. et al. Microencapsulation of docosahexaenoic acid (DHA) with four wall materials including pea protein-modified starch complex. v. 114, p. 935–941, 1 jul. 2018.

