



**UNIVERSIDADE TECNÓLOGICA FEDERAL DO PARANÁ
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM TECNOLOGIA DE ALIMENTOS**

ANDRÉ RICARDO LOPES KUTASSY

**MICROENCAPSULAÇÃO DE FITOSTEROL ASSOCIADOS A ÓLEOS NUTRICIONAIS
POR SPRAY DRYING PARA APLICAÇÃO EM PRODUTOS FUNCIONAIS**

**LONDRINA
2022**

ANDRÉ RICARDO LOPES KUTASSY

**MICROENCAPSULAÇÃO DE FITOSTEROL ASSOCIADOS A ÓLEOS NUTRICIONAIS
POR SPRAY DRYING PARA APLICAÇÃO EM PRODUTOS FUNCIONAIS**

**MICROENCAPSULATION OF PHYTOSTEROL ASSOCIATED WITH NUTRITIONAL
OILS BY SPRAY DRYING FOR APPLICATION IN FUNCTIONAL PRODUCTS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Tecnologia de Alimentos.

Área de Concentração: Tecnologia de Alimentos

Linha de Pesquisa: Tecnologia de Produtos de Origem Vegetal

Orientadora: Prof(a). Dr(a). Lyssa Setsuko Sakanaka

Co-orientadora: Prof(a). Dr(a). Marianne Ayumi Shirai

LONDRINA
2022



[4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/)

Esta licença permite que outros remixem, adaptem e criem a partir do trabalho para fins não comerciais, desde que atribuam o devido crédito e que licenciem as novas criações sob termos idênticos.

Conteúdos elaborados por terceiros, citados e referenciados nesta obra não são cobertos pela licença.



Ministério da Educação
Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Campus Londrina



ANDRE RICARDO LOPES KUTASSY

MICROENCAPSULAÇÃO DE FITOSTEROL POR SPRAY DRYING PARA APLICAÇÃO EM PRODUTOS FUNCIONAIS

Trabalho de pesquisa de mestrado apresentado como requisito para obtenção do título de Mestre Em Tecnologia De Alimentos da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR). Área de concentração: Tecnologia De Alimentos.

Data de aprovação: 04 de Março de 2022

Prof.a Lyssa Setsuko Sakanaka, Doutorado - Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Prof.a Izabela Dutra Alvim, Doutorado - Instituto de Tecnologia de Alimentos

Prof.a Patricia Salomao Garcia, - Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Documento gerado pelo Sistema Acadêmico da UTFPR a partir dos dados da Ata de Defesa em 04/03/2022.

Dedico este trabalho a minha família em especial a meu pai pelas lições deixadas e por ter me confiado a oportunidade de ter cuidado dele nos seus últimos dias.

AGRADECIMENTOS

À coordenação do PPGTAL - Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos da UTFPR e ao corpo docente.

Às minhas orientadoras professoras Dra. Lyssa Setsuko Sakanaka e Dra. Marianne Ayumi Shirai que me ajudaram incondicionalmente, pelas sugestões e pelo apoio dentro das formalidades do curso e além, no que tange os desafios do dia a dia da vida pessoal, pela compreensão das minhas limitações de conhecimento o qual me deram subsídios para a para a conclusão deste trabalho.

Aos colegas Dra. Talita Kato e Dr. Rodolfo Campos Zanin e Giovana Moia Embersite pelo apoio nas práticas de laboratório e suporte ao longo deste trabalho. À Dra. Izabela Dutra Alvim pela análise de distribuição de partículas, ao Prof. Dr. Fábio Yamashita e Me. Samuel Camilo da Silva pelo apoio nas análises de isotermas utilizada nestes experimentos. Ao amigo Dr. Hugo Zeni Neto pelo direcionamento e apoio nas análises estatísticas.

Ao Laboratório Multiusuário do campus Londrina - LabMult-LD e ao Centro Multiusuário de Caracterização de Materiais – CMCM da UTFPR-CT, pelas análises realizadas.

À BASF pela doação dos fitoesteróis. À UTFPR pelo apoio financeiro.

Aos Companheiros de Serviço da Cia Cacique, pelo indispensável apoio moral, material e profissional, em especial aos colegas Edson Yajima, Ulisses Silvio Victorino, Cleber Moura, Andressa Clara Nicolau Pissinati, Murilo Silva, Ruy Biondi, Alison Ignacio, Bruno Delafrente, Fausto de Siqueira Luciano.

Agradeço a minha esposa Camila Miranda Maciozek Kutassy pela compreensão nos momentos de ausência, pela ajuda incondicional e por ser minha companheira sempre e aos meus filhos Leonardo e Rafael meus companheiros

A minha grande Família, em especial meu Pai Alexander e minha mãe Irene pela minha existência, carinho, amor e dedicação na formação do que sou hoje meus irmãos Dennis e Alan pelo companheirismo, as conversas, aprendizados e ao qual dão um significado único que a palavra Irmão tem para mim.

A todos cujos nomes não foram citados, mas que contribuíram para que este trabalho fosse realizado.

“Try and leave this world a little better than you found it, and when your turn comes to die, you can die happy in feeling that at any rate, you have not wasted your time but have done your best.” (Robert Baden-Powell)

KUTASSY, André Ricardo Lopes. **MICROENCAPSULAÇÃO DE FITOSTEROL ASSOCIADOS A ÓLEOS NUTRICIONAIS POR SPRAY DRYING PARA APLICAÇÃO EM PRODUTOS FUNCIONAIS**. 2022. 56 f. Dissertação (Mestrado Profissional em Tecnologia de Alimentos) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Londrina, 2022.

RESUMO

Os consumidores têm buscado outras funcionalidades nos alimentos que consomem que vão além de simplesmente nutrir sendo os alimentos funcionais uma opção viável nesse sentido. Os fitosteróis encontrados em plantas podem ser uma opção de substância de interesse para aplicação em alimentos, pois possuem estrutura química similar ao do colesterol, e, portanto, contribuem para a diminuição do seu nível no sangue por meio de competição de sua absorção no intestino. Entretanto, os fitosteróis têm característica apolar e, portanto, de difícil homogeneização em alimentos e bebidas de base aquosa. Uma das técnicas utilizadas para melhorar a incorporação de compostos lipídicos em alimentos hidrofílicos é a microencapsulação empregando-se biopolímeros que atuam na interface facilitando sua dispersão e estabilização em sistemas aquosos. E neste aspecto, os óleos nutricionais como o óleo de café e o óleo de coco podem ser utilizados para contribuir no atributo sensorial desses produtos. Assim, o objetivo deste trabalho foi o de microencapsular um éster de fitoesterol extraído da soja por spray drying e caracterizar físico-quimicamente as partículas. Como material de parede foram empregados o isolado proteico de soro de leite (IPS) e a maltodextrina (D20) (1:1) associando diferentes concentrações de óleo de café e óleo de coco. Também foram empregados dois emulsificantes, um a base de ésteres de ácido diacetil tartárico de mono e diglicerídeos (DATEM) e o outro, o Dodecil sulfato de sódio (SDS) na concentração de 2,5 g/100g. As diferentes formulações foram avaliadas quanto à estabilidade das emulsões, e as partículas foram caracterizadas quanto ao diâmetro médio da partícula, morfologia, atividade de água, umidade, quantidade de óleo total, óleo superficial e eficiência de microencapsulação (EM) e densidade aparente, assim como foram estudadas propriedades de higroscopicidade, solubilidade, e sorção de água (isoterma). A utilização dos emulsificantes se mostrou eficaz para garantir a estabilidade das emulsões. A eficiência de microencapsulação ficou entre 47,44 e 54,25%, com a maior retenção nas amostras contendo maiores concentrações de fitoesterol na formulação. A baixa higroscopicidade e a baixa atividade de água apresentada pelas partículas indicam que o produto tem boa estabilidade e baixo risco de deterioração microbiana. Os resultados do tempo para solubilização à quente (98°C) e a alta concentração de óleo na superfície das partículas sugerem a presença de uma camada de óleo superficial que influi diretamente na solubilidade das micropartículas. As amostras SC17F, DC17F, D22F e S22F seriam as opções de escolha de ingrediente para ser incorporado em produtos alimentícios funcionais.

Palavras-chave: Óleo de café. Óleo de côco. Isolado protéico de soro. Maltodextrina. Emulsificantes.

KUTASSY, André Ricardo Lopes. **MICROENCAPSULATION OF PHYTOSTEROL ASSOCIATED WITH NUTRITIONAL OILS BY SPRAY DRYING FOR APPLICATION IN FUNCTIONAL PRODUCTS**. 2022. 56p. Dissertation (Professional Master's Degree in Food Technology) - Federal Technology University of Paraná, Londrina, 2022.

ABSTRACT

Consumers have been looking for other features in the foods they consume that go beyond simply nourishing, with functional foods being a viable option in this sense. Phytosterols found in plants may be an option, as they have a chemical structure similar to that of cholesterol, and therefore contribute to lowering its level in the blood by competing for its absorption in the intestine. However, phytosterols are nonpolar and therefore difficult to homogenize in water-based foods and beverages. One of the techniques used to improve the incorporation of lipid compounds in hydrophilic foods is using biopolymers that act at the interface facilitating their dispersion and solubilization. Also, nutritional oils such as coffee oil and coconut oil can be used to contribute to the sensory attribute of these products. Therefore, the objective of this work was to microencapsulate a phytosterol ester extracted from soybeans by spray drying and to physicochemically characterize the particles. As wall material, whey protein isolate (IPS) and maltodextrin (D20) (1:1) were used, associating different concentrations of coffee oil and coconut oil. Two emulsifiers were also used, one based on diacetyl tartaric acid esters of mono and diglycerides (DATEM) and the other, sodium dodecyl sulfate (SDS) at a concentration of 2.5% (m/m). The different formulations were evaluated for emulsion stability, and the particles were characterized for mean particle diameter, morphology, water activity, moisture, amount of total oil, surface oil and microencapsulation efficiency (EM) and bulk density, as well as hygroscopicity, solubility, and water sorption (isotherm) properties were studied. The use of emulsifiers has proven to be effective to ensure the stability of emulsions. The microencapsulation efficiency was between 47.44 and 54.25%, with the highest retention in samples containing higher concentrations of phytosterol in the formulation. The low hygroscopicity and low water activity of the particles indicate that the product has good stability and low risk of microbial deterioration. The results of the hot solubilization time (98°C) and the high concentration of oil on the surface of the particles suggest the presence of a superficial oil layer that directly influences the solubility of the microparticles. Samples SC17F, DC17F, D22F and S22F would be the ingredient choice options to be incorporated into functional food products.

Keywords: Coffee oil. Coconut oil. Whey protein isolate. Maltodextrin. Emulsifiers.

LISTAS DE FIGURAS

Figura 1 –	Estrutura molecular do colesterol e dos principais fitosteróis.....	13
Figura 2 –	Princípio de operação do <i>Spray Dryer</i> na microencapsulação.....	21
Figura 3 –	Derivados ácidos dos monoglicerídeos.....	25
Figura 4 –	Etapas para a formação das micropartículas.....	26
Figura 5 –	Fotografia das emulsões formadas após 24 horas em temperatura ambiente.....	33
Figura 6 –	Micrografias eletrônicas de varredura de micropartículas secas por pulverização	42
Figura 7 –	Gráfico de isoterma das partículas obtidas por <i>spray drying</i>	44

LISTAS DE TABELAS

Tabela 1 – As fontes de alimento dos fitoesterol e seu conteúdo	13
Tabela 2 – Valores de BHL para diferentes propósitos.....	16
Tabela 3 – Composição química de grãos crus de café das espécies Arábica e Conilon.....	17
Tabela 4 – Composição lipídica do café verde.	19
Tabela 5 – Composição de ácido graxo do óleo de coco com relação a análise do fornecedor.....	24
Tabela 6 – Formulação dos produtos.	27
Tabela 7 – Rendimento de processo das amostras obtidas por <i>spray drying</i>	33
Tabela 8 – Óleo Total, Óleo Superficial e Eficiência da microencapsulação e quantidade de particulado por porção de 0,8g de Fitoesterol	35
Tabela 9 – Comparação da distribuição de tamanho de partícula	37
Tabela 10 – Resultados de atividade de água (<i>aw</i>), umidade e densidade aparente das micropartículas obtidas por <i>spray drying</i>	38
Tabela 11 - Resultados de solubilidade e higroscopicidade das amostras obtidas por <i>spray drying</i>	40
Tabela 12 – Parâmetros de ajuste dos modelos Gab	44

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

IPS	Isolado Proteico de Soro de Leite
DATEM	<i>Diacetyl Tartaric Acid Esters of Mono and Diglycerides</i>
MD20	Maltodextrina 20
SDS	Dodecil sulfato de sódio
COS6F	IPS (39,37g), MD20(13,12g), SDS(5,01g), Óleo de Café (5,29g), Óleo de Coco(10,59g), Vegapure FF(6,69g)
COD6F	IPS (39,37g), MD20(13,12g), DATEM (5,02g), Óleo de Café (5,29g), Óleo de Coco(10,59g), Vegapure FF(6,69g)
DC17F	IPS (39,37g), MD20(13,12g), DATEM (5,02g), Óleo de Café (5,29g), Vegapure FF (17,25g)
SC17F	IPS (39,37g), MD20(13,12g), SDS (5,02g), Óleo de Café (5,29g), Vegapure FF (17,24g)
D22F	IPS (39,37g), MD20(13,12g), DATEM (5,02g), Vegapure FF (22,5g)
S22F	IPS (39,37g), MD20(13,12g), SDS (5,02g), Vegapure FF (22,5g)

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	10
2 OBJETIVOS	12
2.1 OBJETIVO GERAL	12
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	12
3 REFERENCIAL TEÓRICO	13
3.1. FITOESTEROL	13
3.2. COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO CAFÉ	16
3.3. COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO ÓLEO DE COCO	18
3.4. DESENVOLVIMENTO DE PRODUTO.....	19
3.5. MICROENCAPSULAÇÃO POR SPRAY DRYING	21
3.5.1. Agentes microencapsulantes	22
3.5.1.1. Proteína do soro de leite	22
3.5.1.2. Maltodextrinas	23
3.5.2. Agentes Emulsificantes	23
3.6. ALIMENTO FUNCIONAL	25
4 MATERIAL E MÉTODOS	26
4.1. MATERIAL	26
4.2. MÉTODOS	26
4.2.1 Elaboração das emulsões	27
4.2.2 Avaliação de estabilidade das emulsões.....	27
4.2.3 Microencapsulação do fitoesterol por spray drying	28
4.3 CARACTERIZAÇÃO DAS MICROPARTÍCULAS.....	28
4.3.1 Atividade de água.....	28
4.3.2 Umidade.....	28
4.3.3 Quantidade de óleo total, óleo superficial e eficiência de microencapsulação .	28
4.3.4 Retenção de óleo	29
4.3.5 Distribuição do tamanho de partículas	29
4.3.6 Densidade aparente	30
4.3.7 Higroscopicidade.....	30
4.3.8 Molhabilidade	30
4.3.9 Morfologia	30
4.3.10 Isotherma de sorção.....	31

4.3.11	Análise estatística	31
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	32
5.1	ESTABILIDADE DAS EMULSÕES	32
5.2	RENDIMENTO DO PROCESSO, EFICIÊNCIA DE MICROENCAPSULAÇÃO E RETENÇÃO DE FITOSTEROL.....	33
5.3	CARACTERIZAÇÃO DE PARTÍCULAS	36
5.3.1	Distribuição do tamanho de partículas	36
5.3.2	Atividade de água(a_w)	37
5.3.3	Umidade	38
5.3.4	Densidade aparente	38
5.3.5	Higroscopicidade	39
5.3.6	Molhabilidade	40
5.3.7	Morfologia das micropartículas.....	41
5.3.8	Isoterma	43
6	CONCLUSÃO	45
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	46
	REFERÊNCIAS	47
	APÊNDICE 1 – Gráfico da distribuição do tamanho de partícula	52

1 INTRODUÇÃO

O consumidor tem buscado outras funcionalidades nos alimentos que consomem que vão além do simplesmente nutrir, levando a busca por algo que possa ajudar a lidar com as demandas mentais da rotina do dia a dia assim como as doenças crônicas (Di BATTISTA et al., 2015) como por exemplo a dislipidemia, a hipertensão, infarto do miocárdio entre outras, de acordo com dados da Organização Mundial da Saúde (OMS) de junho de 2018. Desde a Grécia antiga no tempo de Hipócrates, o pai da medicina, já se tinha consciência de que o alimento possui benefícios terapêuticos. O termo alimento funcional se refere a “alimentos ou ingredientes que se caracterizam por oferecer vários benefícios à saúde, além de sua nutrição básica” (DUTTA, 2004). Os alimentos funcionais podem conter naturalmente ingredientes funcionais ou ser enriquecidos com estes e o desenvolvimento desses alimentos tornou-se o foco de inovação nas indústrias alimentícias.

Os fitosteróis encontrados em plantas são uma opção interessante de ingrediente funcional, visto que possuem estrutura química similar ao do colesterol e podem diminuir os níveis de colesterol no sangue por meio de competição de sua absorção no intestino. Porém, esses compostos são apolares e de difícil incorporação em alimentos e bebidas de base aquosa assim como na absorção no trato intestinal (DI BATTISTA et al., 2015). Pesquisas anteriores focaram para melhorar sua solubilidade e a absorção deste composto químico como, por exemplo, empregando a moagem para aumentar a superfície de contato (THAKKAR et al., 1975), a esterificação do fitosterol (STEWART et al., 2000) e a formação do fitosterol com um complexo proteico (CORLISS et al., 2000).

Nesse sentido, a técnica de microencapsulação pode acomodar essas substâncias em um revestimento numa escala microscópica melhorando sua solubilidade e protegendo-os de fatores externos como umidade, luz, oxigênio e calor, ou seja, aumentando a sua estabilidade (SILVA et al., 2014) e mascarando sabores indesejáveis quando incorporados em formulações de alimentos e bebidas (DIAS et al., 2017). Os óleos nutricionais podem ser utilizados como um meio para solubilizar os ésteres de fitosterol, tendo-se como destaque o óleo de coco, devido às suas propriedades antibacterianas, antivirais e melhora na imunidade (QUISPE et al., 2020). Por sua vez, o óleo de café, além de características sensoriais bastante apreciadas, tem uma função natural como surfactante; segundo Deotale et al. (2019), devido à presença de compostos polares e não polares (ácido clorogênico - cabeça hidrofílica, hidrocarboneto – cauda hidrofóbica), o óleo de café permite a formação de uma estrutura de micela estável, sendo um ingrediente de interesse para estudos.

Assim sendo, o objetivo deste trabalho foi o de microencapsular fitoesterol associado com óleo de café e óleo de coco e avaliar as propriedades das micropartículas obtidas.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Microencapsular óleos nutricionais por *spray drying*.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

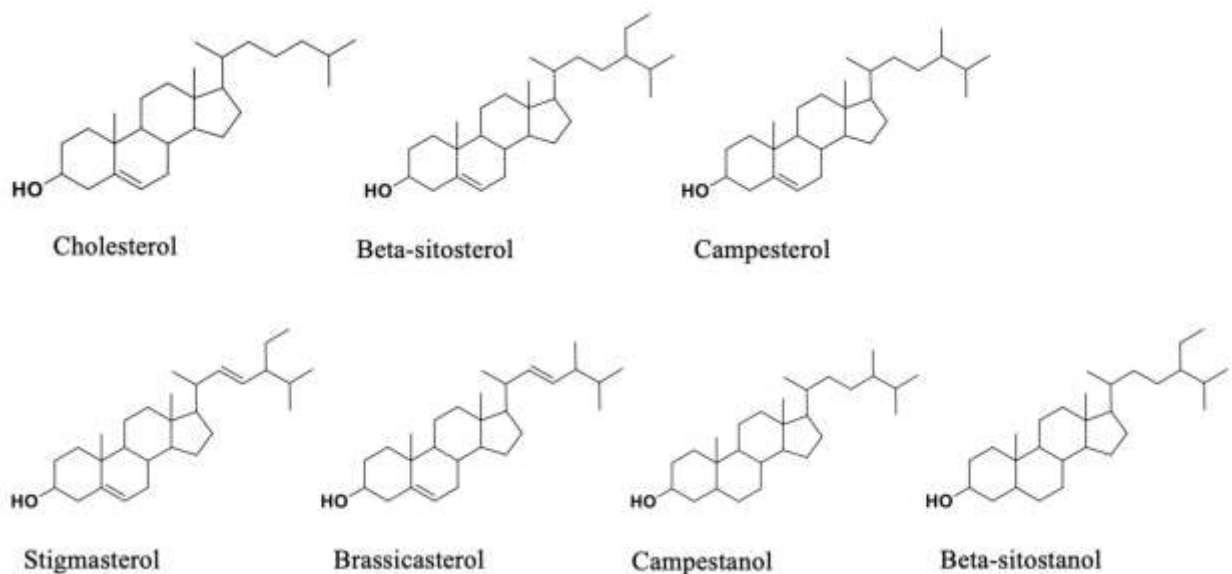
- Testar diferentes concentrações de maltodextrina e isolado proteico de soro de leite combinados com emulsificante - ésteres de ácido diacetil tartárico de mono e diglicerídeos (DATEM) ou Dodecil sulfato de sódio (SDS) na microencapsulação de óleos nutricionais por *spray drying*;
- Avaliar a estabilidade das emulsões elaboradas;
- Analisar o rendimento do processo de atomização;
- Caracterizar as micropartículas quanto à atividade de água, umidade, eficiência de encapsulação, teor de óleo total, teor de óleo superficial, retenção de óleo, distribuição e diâmetro médio de partículas, densidade aparente, higroscopicidade, solubilidade, morfologia e propriedades de sorção de água.
- Definir a melhor formulação em termos de eficiência de microencapsulação e solubilidade a quente.

3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1. FITOESTEROL

Os fitosteróis são constituintes das células vegetais e contribuem para estabilidade da membrana celular das plantas. Suas fontes podem ser de óleos vegetais, nozes, legumes, frutas e vegetais (TABELA 1). As moléculas de fitoesterol, mais especificamente β -sitosterol, campesterol e estigmasterol, são muito semelhantes à molécula de colesterol, diferindo apenas pelos fitosteróis conterem 28 ou 29 carbonos ao contrário de 27 carbonos no colesterol, além de um radical metila ou etila adicional na cadeia carbônica (FIGURA 1). O fitoesterol pode ser diferenciado em esteróis e estanois sendo que o primeiro possui a presença de insaturações. Os estanois são representados pelos sitoestanol e campestanol e os esteróis pelas estruturas estigmasterol, campesterol e β -sitosterol (FIGURA 1).

FIGURA 1 - Estrutura molecular do colesterol e dos principais fitosteróis



FONTE: Tolve et al.(2020)

Segundo autores, em um ensaio realizado comparando-se a efetividade do uso de estanois e esteróis; a ingestão diária total dos dois componentes foram divididas em 2 ou 3 porções ao longo do dia, e em outro estudo 2,5 g de estanol vegetais foram administrados durante o almoço e produziram os mesmos efeitos, o de redução de colesterol de baixa densidade (LDL) com 2,5 g de estanol vegetais divididos entre as 3 refeições (PLAT et al., 2000). Estudos clínicos apontam que a ingestão de fitosteróis (2

g/dia) está associada a uma redução de 10% nos níveis de colesterol LDL (FERNANDES; CABRAL, 2007).

TABELA 1 - As fontes de fitoesterols e seu conteúdo

Fontes de fitosterol em alimentos	Teor de Fitoesterol (mg/kg de peso fresco)
	Óleos
Milho	7150–9520
Azeitona	1140–1150
Palmeira	490–610
Amendoim	1670–2290
Farelo de arroz	10,550
Soja	2210–3280
Girassol	2030–3280
	Verduras
Brócolis	367–390
Cenoura	153–160
Couve-flor	310–400
Cebola	84–93
Batata	38–73
Tomate	47–148
	Frutas
Maçã	130–183
Banana	116–161
Uvas	40–200
Laranja	228–240
	Nozes
Amêndoa	1380–1430
Amendoins	600–1608
	Cereal
Cevada	720–801
Trigo-sarraceno	963–1980
Milho	662–1205
Aveia	350–491
Centeio	707–1134
Trigo	447–830

FONTE: Tolve et al.(2020)

De acordo com Breda (2014), a dose diária de consumo de fitosteróis deve ser limitada a 8,6 g/dia, uma vez que informações clínicas relatadas em humanos sobre níveis superiores de consumo não foram suficientemente conclusivas.

A Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) indica o uso dos fitosteróis no auxílio para reduzir a absorção de colesterol, porém associado a uma dieta equilibrada e a hábitos de vida saudáveis. A porção do produto pronto para consumo deve fornecer, no mínimo, 0,8 g de fitosteróis na sua forma livre. De acordo com o mesmo órgão o consumo diário recomendado desses produtos são de 1 a 3 porções, sendo a ingestão de 1 g a 3 g de fitosteróis livres por dia (ANVISA, 2018).

O Food and Drug Administration (FDA) recomenda a ingestão do fitoesterol duas vezes ao dia junto às refeições. A dose mínima diária preconizada corresponde a 1,3 g de esteróis esterificados e a 3,4 g de estanois esterificados. A dieta ocidental típica oferece cerca de 300 mg/dia de fitosteróis, sendo necessária a utilização de alimentos enriquecidos para alcançar a ingestão recomendada. O consumo de produtos enriquecidos com estes compostos bioativos é incentivado pelas indústrias farmacêuticas e alimentícias (BREDA, 2014).

Para melhor eficácia na diminuição da absorção do colesterol, o fitoesterol deve estar disponível com uma alta área de superfície exposta e devem estar presentes no intestino simultaneamente com o colesterol (KATAN et al., 2003).

Com relação à formulação de produtos alimentícios, esteróis e estanois livres (não esterificados) podem ter o mesmo efeito nas lipoproteínas plasmáticas que na forma de ésteres, porém a composição da matriz alimentícia e o tipo de emulsificante podem impactar na sua absorção (CUSACK; FERNANDEZ; VOLEK, 2013). Estudos apontaram que estanois livres emulsificados com lecitina chegou a reduzir a absorção de colesterol em 37% (KATAN et al., 2003). Por outro lado, também foi relatado que a dissolução de fitoesterol em diacilglicerol teve melhor efeito de redução do colesterol sérico do que dissolução em triacilglicerol (MEGURO et al., 2001).

Considerando a utilização do consumo de fitoesterol em conjunto com outros fármacos que diminuem o nível de colesterol no sangue, pode ser mais efetivo adicionar o fitoesterol na dieta ao invés de aumentar a dose do remédio, porém essa é uma decisão que deve ser conversada com o médico que está aplicando o tratamento (KATAN et al., 2003).

3.2. COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO CAFÉ

O café pode variar em sua composição química de acordo com a variedade de sua espécie, localização geográfica, manejo da cultura e o seu armazenamento pós-colheita. Todos esses fatores aliados ao processamento, como temperatura de torra, influenciam em suas características sensoriais no momento de seu consumo (KRÓL et al., 2020).

Em sua composição existem diversos compostos voláteis e não voláteis como ácidos, aldeídos, cetonas, proteínas, aminoácidos, açúcares, ácidos graxos, compostos fenólicos, trigonelina e cafeína (TRUGO; COSTA, 2005). Na TABELA 2 apresenta-se a composição dos cafés Arábica e Conilon.

TABELA 2- Composição química de grãos crus de café das espécies Arábica e Conilon

COMPONENTES	Café Arábica	Café Conilon
Cafeína	1,2	2,2
Trigonelina	1,0	0,7
Cinzas	4,2	4,4
Ácidos:		
Clorogênicos	6,5	10,0
Alifáticos	1,0	1,0
Quínicos	0,4	0,4
Açúcares:		
Sacarose	8,0	4,0
Redutores	0,1	0,4
Polissacarídeos	44,0	48,0
Lignina	3,0	3,0
Pectina	2,0	2,0
Proteína	11,0	11,0
Aminoácidos livres	0,5	0,8
Lipídios	16,0	10,0

FONTE: Adaptado de Trugo; Costa (2005).
Nota: Valores expressos em g.100g⁻¹, em base seca.

A fração lipídica pode conter em média 15% e 10% em base seca nas espécies *Coffea Arabica* e *Coffea canéfora* (variedade Robusta), respectivamente. Ela pode ser encontrada em duas regiões do grão de café, em maior parte no endosperma e em menor quantidade na cera presente no tegumento do grão. O óleo de café contém 75% de triacilgliceróis e 25% de insaponificáveis, 19% são diterpenos e 5% são de esteróis livres e esterificados e outros em menor quantidade (TABELA 3) (SPEER et al., 2006).

TABELA 3 - Composição lipídica do café verde

Compostos	Quantidade (% Matéria Seca)
Triglicerídeos	75,2
Ésteres de álcoois diterpênicos e ácidos graxos	18,5
Álcoois diterpênicos	0,4
Ésteres de esteróis e ácidos graxos	3,2
Esteróis	2,2
Tocoferóis	0,04 - 0,06
Fosfatídeos	0,1 - 0,5
Derivados de triptamina	0,6 - 1,0

FONTE: Adaptado de SPEER et al., (2006)

O processo de torra do café verde induz mudanças significativas nos grãos de café, porém dados de literatura indicam que a torra não afeta o nível de oxidação da fração lipídica do café. Isso se deve aos produtos da reação de *Maillard* presente no óleo do café torrado que possuem propriedades antioxidantes consideráveis através de diferentes mecanismos, por exemplo, sequestro de oxigênio ou quelação metálica. Por isso, o óleo de café pode ser considerado um ingrediente interessante para diversas aplicações em formulações de alimento, como por exemplo um flavorizante para sorvetes, bebidas prontas e café solúvel (CALLIGARIS et al., 2009).

Entre os compostos bioativos presentes no café tem-se os compostos fenólicos como os ácidos clorogênicos, encontrados em quantidades que variam de 5,0-7,5% e 7,0-10,5% em base de matéria seca no grão verde de café Arábica e no café Conilon, respectivamente (VERNAM; SUTHERLAND, 1997).

As características químicas e físico-químicas do café verde mudam consideravelmente durante o processo de torra. No processo de torra do café, 50% da formação da pigmentação se deve aos ácidos clorogênicos (AC) e outros produtos resultantes da degradação do AC com proteínas, ácido quínico livre e compostos fenólicos de baixo peso molecular (VERNAM; SUTHERLAND, 1997).

Uma das principais mudanças que impactam nas características da bebida como sabor, cor e textura está associada com a reação de *Maillard* que ocorre na fase da pirólise. Na fase seguinte do processo de torrefação, com temperaturas entre 170° e 190 °C, os açúcares sofrem o processo de caramelização, e nessa transformação o CO₂, a água e os principais compostos voláteis gerados, como furanos, são liberados. (VERNAM; SUTHERLAND, 1997).

De fato, o tratamento térmico a temperatura próxima de 200°C contribui para a

formação de compostos voláteis com diversos grupos funcionais. A maioria dos componentes do aroma do café são lipossolúveis e podem ser extraídos juntos no óleo contido no grão do café (CALLIGARIS et al., 2009; CZERNY; GROSCH, 2000).

A cafeína é um alcalóide e sua estrutura molecular pertence ao grupo de xantinas trimetiladas. Ela é utilizada como estimulante do sistema nervoso central sendo um dos psicoativos mais consumido no mundo, impactando no mecanismo fisiológico da resistência física, do humor, sono e dor. As fontes alimentares mais comuns de cafeína são café, chá, chocolate e bebidas derivadas da cola (TAVARES; SAKATA, 2012).

A quantidade de cafeína presente em uma xícara de café varia entre 47 e 134 mg, e ela confere o amargor do café. Além das fontes alimentares, são utilizadas em diversos remédios na indústria farmacêutica (SAWYNOK, 2011; TAVARES; SAKATA, 2012).

A trigonelina é um outro alcalóide importante para a formação do sabor e aroma do café, ocorrendo essa transformação por meio de sua degradação no processo de torra. A sua degradação é diretamente proporcional a temperatura utilizada na torra. Temperaturas de 180 °C a 230 °C podem acabar com 60% a 85% da trigonelina, respectivamente (TRUGO; COSTA, 2005).

3.3. COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO ÓLEO DE COCO

O óleo de coco da espécie *Cocos nucifera* possui propriedades antibacterianas, antiviral, auxiliam a imunidade entre outros. Composto majoritariamente por ácido láurico (49%) e o ácido mirístico (20%) e ácidos graxos de cadeia menores (TABELA 4). O ácido láurico em particular melhora o sistema imunológico acionando a secreção de interleucina-2 que induz a maturação de linfócitos B e maturação de células T e ação anti-inflamatória inibindo a produção local de prostaglandina e interleucina-6, uma glicoproteína com ação pro-inflamatória presente em quadros reumáticos, artrites e inflamações musculares (QUISPE et al., 2020; WALLACE et al., 2001). Neste projeto o óleo de coco tem uma função sensorial.

TABELA 4 - Composição de ácido graxo do óleo de coco

Ácido Graxo	Quantidade (%)
Ácido caprílico (C-8:0)	4,7
Ácido cáprico (C-10:0)	5,2
Ácido láurico (C-12:0)	40,4
Ácido mirístico (C-14:0)	20,1
Ácido palmítico (C-16:0)	13,6
Ácido esteárico (C-18:0)	3,3
Ácido oleico (C18:1)	13,2
Ácido linoleico (C18:2)	5,5
Ácido capróico (C6:0)	0,4

FONTE: Quispe et al. (2020)

3.4. DESENVOLVIMENTO DE PRODUTO

Segundo a pesquisa apresentada pela Brasil Food Trends (2020), a procura por produtos relacionados a saúde e bem-estar estão relacionados a fatores como envelhecimento da população e a descoberta científica que vinculam determinadas dietas às doenças. A procura por alimentos funcionais tem se destacado em diferentes nichos de mercado como por exemplo produtos que focam no desempenho físico e mental, para a saúde do sistema cardiovascular e gastrointestinal entre outros. A tendência é que o consumo de alimentos funcionais deverá manter a linha de crescimento.

Para as indústrias de alimentos esta tendência é uma oportunidade de lançar produtos funcionais com diferentes apelos para atender esta demanda do consumidor. Os fitosteróis geram um interesse em particular tendo eficácia aprovada pela ANVISA e FDA para pessoas com hipercolesterolemia, ao promover a redução dos níveis de colesterol no corpo humano (FARIA; ANJO, 2014).

Existem alguns produtos alimentícios desenvolvidos e disponíveis no mercado contendo fitosteróis, como por exemplo o “Kardea Nutrition bar” comercializado nos Estados Unidos, e o “Minute Maid® Premium Heart Wise Juice” um suco de laranja enriquecido com esterol vegetal distribuído no Canadá. Ambos contêm 1g de fitoesterol em sua composição e estes produtos são à base de esteróis de planta vêm com um apelo de melhorar saúde do ponto de vista cardiovascular. No Brasil um produto com apelo similar encontrado atualmente deste gênero é a “Becel active pro”.

Em um mercado cada vez mais competitivo espera-se, por parte do setor produtivo, a busca por um posicionamento na procura por diferenciação dos demais concorrentes. Essa busca resulta em melhores serviços, produtos inovadores, maior qualidade e preços mais baixos. A inovação representa uma forma bastante eficiente para se obter vantagem competitiva no mercado, uma vez que os consumidores atuais esperam sempre alguma novidade. Manfio e Lacerda (2015) afirmam que o lançamento de novos produtos no mercado interfere diretamente no sucesso e crescimento de uma organização, sendo que as empresas que não investirem em inovação ou falharem no desenvolvimento ou lançamento de novos produtos, possivelmente, não conseguirão se manter no mercado.

Os consumidores, a cada dia, vêm aumentando suas expectativas quanto a novidades em produtos alimentícios e diminuindo a fidelidade nas diferentes marcas, tornando assim, o mercado de alimentos mais competitivo e encurtando o ciclo de vida dos produtos lançados. Por essa razão, as indústrias buscam inovação ou o desenvolvimento de novos produtos para surpreender o consumidor e a concorrência (WILLE et al., 2004).

Entretanto, para se obter o sucesso desejado no desenvolvimento de um produto, é necessário que a administração da empresa, equipe de pesquisa e desenvolvimento (P&D), marketing, compras, produção, controle de qualidade, vendas, fornecedores e consumidores estejam em harmonia (WILLE et al., 2004).

Sendo assim, podem ser considerados novos produtos, aqueles produtos que sofreram alguma modificação, trazendo algum atributo diferente, ou também aqueles que são considerados novos para a maioria das pessoas em um determinado mercado consumidor (WILLE, 2004). Com a ajuda da tecnologia, as inovações em alimentos crescem a cada ano, aproximadamente 10%. A produção de alimentos é um dos pilares das inovações, devido a sua abrangência e essencialidade, redes direta e indiretamente relacionadas, tais como: agrícola, serviços, insumos, aditivos, biotecnologia, fertilizantes, agrotóxicos, bens de capital e embalagens (GOUVEIA, 2006).

Segundo levantamento da Associação Brasileira das Indústrias da Alimentação - ABIA, o setor de alimentação faturou no ano 2016 R\$ 614,3 bilhões e quando comparado com 2015, houve um crescimento nominal de 9,3%. Só o setor das indústrias de bebidas faturou o equivalente a R\$ 117 bilhões (ABIA, 2018).

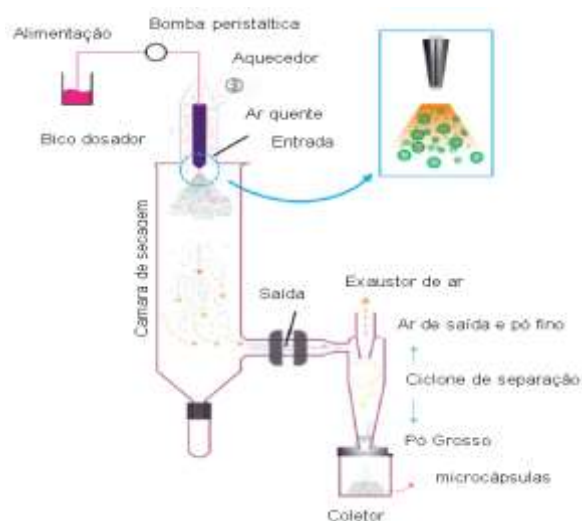
Além das inovações, busca-se aplicar ingredientes mais saudáveis ou ingredientes para uma população específica, como pessoas celíacas, intolerantes a lactose e até mesmo alérgicas a algum tipo de proteína ou substância no alimento (BEHRENS; SILVA, 2004).

Para avaliar a atitude do consumidor em relação ao produto é necessário a utilização de técnicas de pesquisa qualitativa e quantitativa afim de segmentar o mercado para identificar os principais consumidores potenciais do produto, descobrir fatores de motivação dos consumidores para a seleção de marcas ou produtos específicos no momento da compra e explorar as críticas dos consumidores sobre o produto (BEHRENS; SILVA, 2004).

3.5. MICROENCAPSULAÇÃO POR *SPRAY DRYING*

A microencapsulação é um processo que consiste em acomodar uma determinada substância líquida, sólida ou gasosa em uma barreira de grau alimentício numa escala microscópica (FIGURA 2). As seis principais razões para a aplicação de microencapsulação na indústria de alimentos são: (1) reduzir ou evitar a perda do recheio para fora do ambiente, (2) facilitar o manuseio; (3) liberação controlada do recheio; (4) mascarar o gosto e odor do material no núcleo; (5) separar componentes em um mistura que de outra forma reagiria uns com os outros ou quando o material do núcleo é destinado a usar em quantidades menores; e (6) diminuir o contato do recheio com o ambiente para evitar que fatores como calor, umidade, oxigênio, luz, meios alcalinos ou ácidos possam causar reações indesejadas. (FRASCARELI, 2014; SHAHIDI; HAN, 1993; SILVA et al., 2014)

FIGURA 2 - Princípio de operação do *Spray Dryer* na microencapsulação



FONTE: Di Battista; Ramírez-Rigo; Piña (2018)

A secagem por *spray drying* é amplamente utilizado na indústria de alimentos por ser simples e de boa reprodutibilidade. Além disso, trata-se de uma das técnicas mais

empregadas na microencapsulação de óleos e aromas, por exemplo óleo essencial de hortelã (BAE; LEE, 2008), óleo de girassol (AHN et al., 2008), óleo resina de canela (VAIDYA; BHOSALE; SINGHAL, 2006) e de cardamomo (KRISHNAN; KSHIRSAGAR; SINGHAL, 2005).

Para produzir partículas por *spray drying*, antes é necessário a definição da composição da solução a ser emulsionada: concentração de sólidos e a relação de material de recheio e de parede. Geralmente, a proporção de material de recheio e de parede é de 1:4 no pó encapsulado (JAFARI et al., 2008), então segue para a formação da emulsão. A concentração de sólidos totais, quantidade de material de recheio, viscosidade, estabilidade, tamanho da gotícula e método de emulsificação são fundamentais e contribuem para uma microencapsulação eficiente. Isso junto com os parâmetros de secagem como as temperaturas do ar de entrada e saída, viscosidade da emulsão, taxa de fluxo de ar comprimido, umidade e condições de atomização podem aumentar a eficiência de encapsulação (SILVA et al., 2014).

3.5.1. Agentes microencapsulantes

A escolha do material de parede é importante, pois está associada a estabilidade dos compostos encapsulados. Deve-se levar em conta as propriedades físicas do núcleo, como a porosidade e solubilidade do núcleo, e as da parede como viscosidade, propriedades mecânicas, transição vítrea e capacidade de formação de filme. É importante que o material de parede não reaja com o núcleo. Uma parede ideal, deve ter uma boa formação de filme, baixa higroscopicidade (evitando aglomerações das partículas), baixa viscosidade a altas concentrações de sólidos, sabor e odor suaves, fácil reconstituição e baixo custo. Na prática, muitas vezes fica inviável atender todos esses requisitos, e as misturas de materiais de parede tornam-se boas alternativas (AZEREDO, 2011).

3.5.1.1. Proteína do soro de leite

A proteína do soro do leite possui excelentes propriedades funcionais como por exemplo, emulsificante, ação antioxidante protegendo o recheio da oxidação. Além disso, pode ser aplicada para encapsulação de diversos tipos compostos, voláteis e não voláteis. No mercado são encontradas proteínas do soro do leite isoladas que possuem acima de 90% de pureza. Quanto as suas propriedades físico-químicas sua utilização deve ser considerada com relação a sua solubilidade, pois o material é insolúvel quando o pH atinge

o seu ponto isoelétrico. Outro ponto, é a faixa de temperatura durante o processo, altas temperaturas tendem a desnaturar a proteína alterando suas propriedades funcionais (FRASCARELI, 2010; BAE; LEE, 2008).

3.5.1.2. Maltodextrinas

A maltodextrina é um polissacarídeo originado da hidrólise do amido que pode ser utilizado como aditivo em alimentos e deve ter dextrose equivalente (DE) menor que 20, caso contrário são designados como xarope de amido. Devido a suas características de boa solubilidade, baixa viscosidade (mesmo em altas concentrações), baixa higroscopicidade, ausência de sabor, boa estabilidade e proteção a oxidação podem ser utilizados como agente encapsulante. A baixa capacidade como emulsificante e pouca retenção de óleo (GHARSALLAOUI et al., 2007), pode ser superada em seu uso conjunto com outros ingredientes como a proteína do soro de leite, que possui ótima capacidade emulsificante (BAE; LEE, 2008) ou aditivos alimentares como agentes emulsificantes.

3.5.2. Agentes Emulsificantes

Uma emulsão é um sistema disperso que contém pelo menos dois líquidos imiscíveis e um terceiro componente que garante a estabilidade do sistema, conhecido como emulsificante. Um emulsificante adsorve na interface óleo-água, onde diminui a tensão na superfície e reveste as gotículas dispersas, protegendo-as da coalescência (KRSTONOŠIĆ et al., 2012). A emulsificação é um dos passos mais importantes para o encapsulamento de agentes lipossolúveis ativos por spray dryer. O tamanho da gota de emulsão tem um efeito importante sobre a eficiência de aprisionamento e estabilidade do agente ativo nas cápsulas, e também é dependente sobre o método de emulsificação usado (CHAPARRO-MERCADO et al., 2012).

Para escolher o melhor agente emulsificante para a aplicação desejada (água em óleo (A/O) ou óleo em água (O/A)), deve-se observar seu balanço hidrofílico-lipofílico (BHL) (TABELA 5), que descreve a afinidade tensoativa do surfactante tanto para fases em água quanto para o óleo. Valores menores que 9 indicam uma afinidade com a fase oleosa, ou seja, utilizado na estabilização de emulsões A/O. Um surfactante com valor maior que 11 tem uma afinidade com a fase aquosa estabilizando emulsões O/A (ZANIN et al., 2002).

TABELA 5 - Valores de BHL para diferentes propósitos

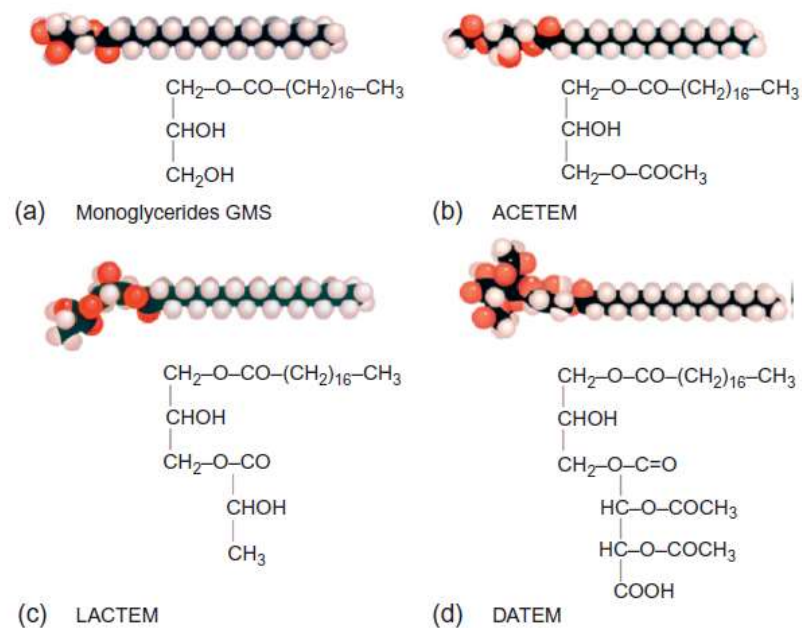
Agentes Emulsificantes	Valores BHL
Sulfato de lauryl de sódio	40,0
Lactilto de estearoyl de sódio	22,0
Oleato de potássio	20,0
Monoester de sacarose	20,0
Oleato de sódio	18,0
Polisorbato 80	15,0
Polisorbato 60	15,0
Monolaurate de sacarose	15,0
Polisorbato 65	14,9
Monoolenato decaglicerol	14,0
Monoglicerídeo etoxilato	13,0
Dioleato de decaglycerol	12,0
Polysorbate 65	11,0
Dioleato de hexaglicerol	9,0
Sorbitan monolaurate	8,6
DATEM	8,0
Soy lecithin	8,0
Hexaolenato de decaglicerol	7,0
Monófato de triglicerol	7,0
Monopalmitato de sorbitano	6,7
Monolauarato de glicerol	5,2
Lactil de estearoylde cálcio	5,1
Monostearate de sorbitano	4,7
Monolaurato de propilenoglicol	4,5
Monoolenato de sorbitano	4,3
Monostearate de glicerol	3,8
Monóleato de glicerol	3,4
Sorbitan tristearate	2,1
Trioleato de sorbitano	1,8
ACETEM	1,5
Ácido oleico	1,0

Fonte: Chen(2015)

Os agentes emulsificantes são ésteres parciais de ácidos graxos de origem animal ou vegetal e álcoois polivalentes, sendo o mais conhecido o glicerol. Eles podem ser comercializados em diferentes proporções entre monoglicerídeos, diglicerídeos e

triglicerídeos, porém a porção funcional é somente a primeira. Eles ainda podem ser modulados com ácidos orgânicos como ácido acético, láctico, cítrico, tartárico (DATEM) (FIGURA 3). A principal característica do emulsificante é de reduzir a tensão superficial entre duas fases. Um aspecto em comum de todos os emulsificantes é serem anfifílicos, ou seja, possuir uma porção apolar e polar em uma mesma molécula prevenindo assim a coalescência de uma fase em outra (ZANIN et al., 2002).

FIGURA 3 - Derivados ácidos dos monoglicerídeos



Fonte: Chen (2015)

3.6. ALIMENTO FUNCIONAL

O termo alimento funcional foi usado pela primeira vez no Japão em 1980, com referência para alimentos enriquecidos com constituintes especiais e efeitos fisiológicos vantajosos (ZHANG et al., 2019). Outras definições referem-se a alimentos funcionais como os convencionais ou derivados que podem ser enriquecidos melhorando seu perfil nutricional e melhorando as funções fisiológicas e a saúde (VENKATAKRISHNAN; CHIU; WANG, 2019). De acordo com a ANVISA, alimento funcional é “o alimento ou ingrediente que alegar propriedades funcionais ou de saúde pode, além de funções nutricionais básicas, quando se tratar de nutriente, produzir efeitos metabólicos e ou fisiológicos e ou efeitos benéficos à saúde, devendo ser seguro para consumo sem supervisão médica” (ANVISA, 1999).

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1. MATERIAL

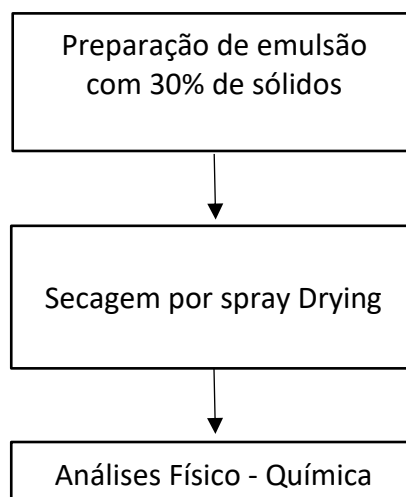
Óleo de coco da marca Copacol foi adquirido no supermercado local. O Óleo de café arábica torrado foi doado pela Companhia Cacique de Café Solúvel (Londrina, Paraná, Brasil) e fitoesterol “Vegapure FF” (contendo 61% de estero total, entre eles - sitoesterol (45,9%), Campesterol (25,1%) e Stigmasterol (19,7%)) foi doado pela empresa BASF (São Paulo, São Paulo, Brasil).

O isolado de proteína de soro de leite (IPS) (Growth, Tijuca, Brasil) e Maltodextrina FARMAL® MD 20 (Ingredion, São Paulo, Brasil) foram utilizados como materiais de parede e Lauril éter sulfato de sódio (Dodecil sulfato de sódio) (Alphatec, Rio de Janeiro, Brasil) e o Ésteres de Ácido diacetil Tartárico de Mono e Diglicerídeos (DATEM) (Corbion, Araucária, Brasil) foram empregados como surfactantes.

4.2. MÉTODOS

Na FIGURA 4 estão apresentadas a sequência de etapas realizadas para a obtenção das partículas.

FIGURA 4 - Etapas para a formação das micropartículas



FONTE: O autor (2022)

4.2.1 Elaboração das emulsões

As formulações estudadas estão apresentadas na TABELA 6. Para a formação de cada emulsão foi realizada a dissolução de IPS e maltodextrina em água destilada aquecida a 50°C por 30 minutos sob agitação magnética, antes da adição do surfactante (DATEM ou SDS). Em um outro becker foram adicionados o óleo de café e óleo de coco aquecidos a 50°C sob agitação e, então, adicionou-se o fitoesterol (Vegapure FF) na forma de gordura, e manteve-se sob agitação por 30 minutos antes da adição à solução de IPS e maltodextrina. A solução foi homogeneizada utilizando o homogeneizador de tipo rotor-estator (ULTRA TURRAX IKA – Modelo T18 digital) operando a 14000 rpm, durante 9 minutos. Foram avaliadas a concentração de óleo de café, óleo de coco e fitoesterol mantendo-se a concentração fixa em 31% de sólidos solúveis.

TABELA 6 - Formulação dos produtos

Ensaio	IPS (g)	MD20 (g)	SDS (g)	DATEM (g)	Óleo de café (g)	Óleo de Coco (g)	Vegapure FF (g)
COS6F	39,38	13,13	5,01	-	5,29	10,6	6,69
COD6F	39,37	13,12	-	5,02	5,29	10,59	6,69
DC17F	39,37	13,13	-	5,02	5,29	-	17,25
SC17F	39,37	13,12	5,02	-	5,29	-	17,24
D22F	39,37	13,12	-	5,02	-	-	22,5
S22F	39,37	13,12	5,02	-	-	-	22,5

FONTE: O autor (2022)

*Formulação considerando base seca.

4.2.2 Avaliação de estabilidade das emulsões

Para avaliação da estabilidade (*creaming stability*), uma porção de cada emulsão foi transferida para uma proveta com volume de 10 mL em triplicata, selada e estocada em temperatura ambiente por 24h. O volume da fase separada foi quantificado em intervalos de 15 minutos até a primeira hora após o preparo, e em seguida, a cada 30 minutos até o tempo de 4 horas e depois após de 24h em repouso.

4.2.3 Microencapsulação do fitoesterol por spray drying

Para a obtenção das micropartículas, as emulsões, preparadas conforme descrito no item 4.21 e TABELA 6, foram pulverizadas em *spray dryer* laboratorial (Labmaq, modelo MSDI 1.0, Ribeirão Preto, Brasil) aplicando as seguintes configurações: vazão de alimentação 0,5 L h⁻¹, temperatura do ar de entrada a 125 °C e temperatura de saída entre 90 e 100°C, vazão de ar de secagem 1,95 m³ min⁻¹ e uma vazão de ar comprimido de 35 L min⁻¹, foi utilizado um bico atomizador do tipo duplo fluido com 0,7 mm de diâmetro. As amostras do pó foram coletadas em frascos de vidros e armazenadas em temperatura ambiente até a realização das análises.

O rendimento (R, %) foi calculado conforme Equação (1):

$$R\% = \frac{\text{Massa do produto seco}}{\text{Massa dos sólidos alimentado no extrato}} \times 100 \quad \text{[Eq.1]}$$

4.3 CARACTERIZAÇÃO DAS MICROPARTÍCULAS

4.3.1 Atividade de água

A atividade de água das micropartículas foi determinada por leitura direta em higrômetro digital Aqualab 4 TEV (Decagon, Pullman, EUA) a 25 °C.

4.3.2 Umidade

A análise de umidade foi realizada de acordo com a ISO 20938:1998 –pelo método de Karl Fischer.

4.3.3 Quantidade de óleo total, óleo superficial e eficiência de microencapsulação

Para medir a quantidade de óleo total foi pesado 0,5 g de amostra em um tubo Falcon em balança analítica, solubilizado em 4 mL de água a 50 °C e agitado por 10 minutos em vortex, então foi adicionado 20 mL de solução de hexano:isopropanol (3:1, v/v), agitado por 5 min em vortex e centrifugado a 10.000 rpm e 10 °C, coletando-se o sobrenadante e evaporando o solvente em evaporador rotativo a 60 °C. Em seguida, o material foi seco em estufa a 105 °C até peso constante (BRADLEY et al., 1992).

A quantidade de óleo superficial foi determinada utilizando o método descrito por Bae e Lee (2008). Quinze mililitros de hexano PA foram adicionados a 2 g de micropartículas e agitados por dois minutos em temperatura ambiente. Em seguida, a mistura do solvente foi filtrada em papel *Whatman* número 1. O pó coletado no filtro foi lavado três vezes com 20 mL de hexano PA. A solução foi submetida ao rotoevaporador a 60 °C para evaporação do solvente até peso constante. A quantidade de óleo não microencapsulado foi determinada pela diferença de massa antes e depois da extração com hexano, e a eficiência de microencapsulação foi calculada a partir da Equação (2).

$$\text{Eficiência de Microencapsulação} = \left(\frac{\text{Óleo total} - \text{Óleo Superfície}}{\text{Óleo Total}} \right) \times 100 \text{ [Eq.2]}$$

Sendo Óleo Total , a quantidade de óleo total e Óleo Superfície , a quantidade de óleo não encapsulado presente na superfície das micropartículas.

4.3.4 Retenção de óleo

A retenção de óleo (%) foi calculada de acordo com a Equação (3).

$$\text{Retenção de Óleo} = \left(\frac{\text{Óleo total}}{\text{Óleo inicial}} \right) \times 100 \text{ [Eq.3]}$$

Sendo Óleo Total , a quantidade de óleo total obtido analiticamente nas micropartículas (considerando a umidade do pó), Óleo Inicial , a quantidade inicial de óleo adicionada à emulsão antes da secagem.

4.3.5 Distribuição do tamanho de partículas

A distribuição do tamanho das partículas foi determinada em equipamento analisador de tamanho de partículas Horiba LV-950V2 (Horiba, California, USA) a 25 °C). Para essa análise, uma pequena quantidade do produto em pó foi dispersa em álcool etílico (99,5%) e submetida a 5 leituras de distribuição de tamanho de partículas. Os resultados de diâmetro médio foram expressos em termos de volume médio (D_{43}) e calculou-se o índice span ou polidispersidade aplicando-se a Equação (4).

$$\text{Span} = \frac{D_{90}-D_{10}}{D_{50}} \quad \text{[Eq.4]}$$

Em que:

D_{10} = diâmetros de 10 % da distribuição acumulada.

D_{50} = diâmetros de 50 % da distribuição acumulada.

D_{90} = diâmetros de 90 % da distribuição acumulada.

4.3.6 Densidade aparente

A determinação da densidade aparente das partículas foi realizada medindo-se o volume ocupado por 2 g da amostra em pó em uma proveta graduada de 50 mL (GOULA; ADAMOPOULOS, 2004).

4.3.7 Higroscopicidade

A determinação da higroscopicidade foi realizada de acordo com a metodologia descrita por Cai e Corke (2000) com algumas modificações. Pesou-se 1 g de amostra em cadinho tarado e esta foi disposta em um dessecador contendo uma solução saturada de NaCl (umidade relativa de 75,29%). Após sete dias, as amostras foram pesadas e a higroscopicidade foi expressa como a quantidade de umidade absorvida por 100 g de amostra ($\text{g } 100\text{g}^{-1}$).

4.3.8 Molhabilidade

A molhabilidade dos pós produzidos foi determinada por metodologia interna descrito por Fuchs et al. (2006) com adaptações. Um grama do pó foi polvilhado sobre a superfície de 100 mL de água destilada a 98°C sem agitação. O tempo necessário para as partículas do pó sedimentarem ou submergirem, e desaparecerem da superfície da água, foi medido e usado para uma comparação relativa entre as amostras.

4.3.9 Morfologia

A morfologia das amostras foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura (EVO MA 15, Carl Zeiss, Curitiba, Brasil), com potência de aceleração de 10 kV e magnitude de observação de 5000x e 3000x. Previamente à análise, as amostras foram

recobertas com ouro em um sputter coater (*Q150R ES rotary-pumped sputter coater; Quorum Technologies Ltd, Lewes, Inglaterra*).

4.3.10 Isoterma de sorção

Para a obtenção das isotermas de sorção de água foi utilizado o equipamento AquaSorp (*Decagon Devices Inc., EUA*). Os dados experimentais de sorção de umidade em função da atividade de água das amostras foram ajustados pelo modelo matemático de Guggenheim Anderson-de Boer (GAB) e os parâmetros do modelo foram calculados pelo software SorpTrac Decagon.

4.3.11 Análise estatística

Todas as análises foram feitas em triplicatas e os resultados avaliados por análise de variância com nível de 5% de significância ($p < 0,05$), utilizando o software Minitab® 19.2020.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para o desenvolvimento do produto foram realizados testes para avaliar a eficiência da microencapsulação utilizando o “Vegapure FF”. Foram avaliados desde a estabilidade de emulsão até a eficiência de microencapsulação e quantidade de fitoesterol encapsulado (de maneira teórica) após secagem pelo spray dryer.

5.1 ESTABILIDADE DAS EMULSÕES

A estabilidade das emulsões foi avaliada durante o processo de atomização. Pela análise visual, observou-se que apenas o ensaio SC17F apresentou separação da fase óleo/água, também chamado de *creaming* entre o intervalo de 30 a 60 minutos em temperatura ambiente. Este produto contém a mesma proporção de sólidos solúveis que o ensaio DC17F, diferindo-se apenas no emulsificante utilizado (no primeiro foi utilizado SDS e no segundo, o DATEM).

Esse comportamento pode estar relacionado com o valor do BHL dos surfactantes utilizados. O valor do BHL do DATEM é de 9 e é comumente utilizado em emulsões óleo em água, por outro lado, o SDS tem um BHL igual a 40, ou seja, apresenta caráter bem hidrofílico, o que o torna imiscível em óleo. Um surfactante de baixo BHL (<8, por exemplo) é mais propenso a ser solúvel em fases oleosas ou mais lipofílico, enquanto um surfactante de alto BHL (> 8) é mais propenso a ser miscível em solventes hidrofílicos como álcool ou água. O BHL determina sua solubilidade e, sendo solúvel em uma fase particular do solvente, sempre terá seu efeito na tensão superficial desse solvente, isto é, ao ser dissolvido, reduz as tensões interfaciais entre dois líquidos imiscíveis. Por exemplo, para a interface de água e óleo, se um surfactante é solúvel em óleo (surfactante de BHL <8, por exemplo), este irá diminuir a tensão interfacial entre o óleo e a água, mas pode potencialmente atuar na interface água / óleo. E se um surfactante é miscível na fase aquosa (surfactante de BHL > 10, por exemplo), este reduz a tensão interfacial entre a interface óleo e água, mas pode formar potencialmente o tipo de emulsão óleo-em-água (ZANIN et al., 2002). De acordo com Tan; Chan; Heng (2005) a estabilidade da emulsão pode influenciar a eficiência de encapsulação e as propriedades do produto seco por atomização; e observa-se que, para as emulsões deste estudo, em relação ao tempo do processo de *spray drying* (30 a 60 min), não foi observado a presença de separação de fases nas emulsões com exceção ao ensaio SC17F (FIGURA 5).

FIGURA 5 - Fotografia das emulsões formadas após 24 horas em temperatura ambiente



FONTE: O autor (2022)

LEGENDA: (a) amostra SC17F apresentando *creaming* (b) amostra DC17F apresenta emulsão estável.

5.2 RENDIMENTO DO PROCESSO, EFICIÊNCIA DE MICROENCAPSULAÇÃO E RETENÇÃO DE FITOESTEROL

O rendimento do processo e eficiência de microencapsulação são aspectos chaves para a microencapsulação. Os parâmetros que devem ser considerados para este rendimento são: temperatura do ar de entrada na câmara, fluxo de alimentação da emulsão e fluxo do ar comprimido (TOLVE et al., 2018b). No caso deste trabalho a temperatura de secagem utilizada foi fixada em 125°C e os rendimentos (TABELA 7) variaram de 21,67 a 38,99% e não foi observado diferença significativa ($p > 0,05$) entre os tratamentos.

TABELA 7 – Rendimento de processo das amostras obtidas por *spray drying*

Ensaio	Rendimento (%) *
COS6F	33,32 ± 7,27 ^a
COD6F	25,03 ± 7,80 ^a
DC17F	29,31 ± 11,29 ^a
SC17F	37,96 ± 3,78 ^a
D22F	21,67 ± 3,42 ^a
S22F	38,99 ± 2,77 ^a

FONTE: O autor (2022)

Legenda: COS6F (13,2%, óleo de coco 6,6% óleo de café e 8,3% de fitosterol e 6,2% SDS), COD6F (13,2% óleo de coco, 6,6% óleo de café, 8,3% de fitosterol e 6,2% DATEM), DC17F (6,6% óleo de café, 21,5 % de fitosterol e 6,2% DATEM), SC17F (6,6% óleo de café, 21,5 % de fitosterol e 6,2% SDS), D22F (28,1% de fitosterol e 6,2% DATEM) e S22F (28,1% de fitosterol e 6,2% SDS).

*: Resultados expressos em (média ± desvio padrão) para n=3. Médias com letras diferentes na mesma coluna indicam diferenças significativas ($p < 0,05$) pelo teste de Tukey.

Tolve et al. (2018b), em estudo de preparação e caracterização de fitosterol para formulação de alimento funcional, encontraram valores de rendimento entre 38,6 e 67,57,8%, valores estes próximos ao presente trabalho, e associaram esses rendimentos às condições do ar de entrada; no caso trabalharam com temperaturas de entrada entre 125 e 185°C. Quanto maior a temperatura, maior é a eficiência dos processos de transferência de calor e massa, reduzindo a umidade e pegajosidade do pó, o que resultou em uma adesão reduzida na superfície interna da câmara de secagem. Di Battista et al. (2015) relacionaram o maior rendimento de processo à utilização de surfactantes devido à diminuição do tamanho das partículas em relação ao aumento da concentração deste, obtendo um rendimento de 65% com Tween 20 (T20) e próximo a 40%, quando utilizaram SDS. Neste estudo foram observadas que o emulsificante SDS pode não ser muito estável devido à formação de *creaming* em menos de uma hora da formação da emulsão, o que poderia comprometer a qualidade do material atomizado dependendo das condições de processo. Além disso, Dickinson e Ritzoulis (2000) concluíram, em um estudo também utilizando o emulsificante SDS, que uma concentração em excesso poderia promover uma desestabilização da emulsão por floculação de depleção, denominada de *creaming*, ao que atribuíram à presença de micelas de SDS não adsorvidas. Os resultados de rendimento neste estudo são de bancada e não representam um rendimento em escala industrial, são utilizados para avaliar se a formulação pode impactar significativamente um processo.

Não houve diferença significativa entre as amostras no que diz respeito ao óleo total e a EE (TABELA 8). Em relação ao óleo superficial, pode-se dizer que todas as amostras apresentaram valores similares, sendo que não houve diferença significativa entre as amostras COS6F, COD6F, DC17F, D22F. Com os valores demonstrados na TABELA 8, é possível verificar qual seria a quantidade de ingestão de micropartículas para atingir a recomendação diária da ANVISA (1999), que corresponde a um mínimo de 0,8 g por dia. As amostras COS6F e COD6F contêm a menor concentração de fitosterol na formulação, sendo necessários 18,84 e 21,04g de produto para atender a dose mínima recomendada. A quantidade de micropartículas para obtenção de 0,8 g de fitoesterol foi calculado com base na composição inicial vezes a eficiência de encapsulação (EE). Os ensaios DC17F, SC17F, D22F e S22F possuem diferentes concentrações de fitosterol, no entanto, não houve diferença significativa entre elas. Estas amostras apresentaram a quantidade de óleo superficial alta o que pode influenciar nas propriedades, como solubilidade e rancidez, pois como os fitosteróis são compostos lipídicos sujeitos a reações de oxidação, podem originar produtos de oxidação de fitosteróis (POPs) dependendo das condições de

armazenamento (TOLVE et al., 2018a, 2018b), Uma das principais preocupações de saúde relacionadas a um efeito nocivo do POP levantada na literatura é a especulação de que o POP, assim como o colesterol, pode ser mais aterogênico do que o colesterol devido à semelhança de sua estrutura molecular. Com relação à quantidade de fitoesterol inserido na micropartícula, esperava-se que, com o aumento da sua concentração, esta poderia impactar a diminuição na eficiência de encapsulação. Porém, o aumento de sua concentração pode resultar em uma quantidade maior aderida à parte externa da micropartícula, e, conseqüentemente, comprometer a quantidade efetivamente encapsulada. Esse comportamento pode ser explicado pelo fato de que o fitosterol é um composto altamente apolar, o que, em uma concentração maior pode ter contribuído para a desestabilização do equilíbrio da emulsão. Nas formulações em que o óleo de café foi suprimido da formulação e, conseqüentemente, aumentou-se a concentração de fitoesterol na formulação, não houve alteração na eficiência de encapsulação.

Na TABELA 8 estão apresentados os resultados das quantidades de óleo total, óleo superficial e eficiência de encapsulação.

TABELA 8 - Óleo Total, Óleo Superficial e Eficiência da microencapsulação e quantidade de particulado por porção de 0,8g de Fitoesterol

Ensaio	Óleo superficial (g)	Óleo total (g)	Eficiência Encapsulação (%)	Quantidade de particulado para 0,8 g de fitosterol(g)
COS6F	0,23 ±0,04 ^{*,ab}	0,48±0,06 ^a	52,57±10,09 ^a	18,84±4,08 ^a
COD6F	0,25±0,03 ^a	0,48±0,06 ^a	47,44±10,40 ^a	21,04±4,82 ^a
DC17F	0,21±0,03 ^{ab}	0,45±0,07 ^a	52,46±6,27 ^a	7,184±0,09 ^b
SC17F	0,19±0,04 ^b	0,43±0,01 ^a	54,25±6,24 ^a	6,936±0,08 ^b
D22F	0,23±0,03 ^{ab}	0,47±0,05 ^a	49,83±7,31 ^a	5,63±0,08 ^b
S22F	0,19 ±0,04 ^b	0,38±0,06 ^a	49,58±7,71 ^a	6,044±1,01 ^b

FONTE: O autor (2022)

Legenda: COS6F (13,2%, óleo de coco 6,6% óleo de café e 8,3% de fitosterol e 6,2% SDS), COD6F (13,2% óleo de coco, 6,6% óleo de café, 8,3% de fitosterol e 6,2% DATEM), DC17F (6,6% óleo de café, 21,5 % de fitosterol e 6,2% DATEM), SC17F (6,6% óleo de café, 21,5 % de fitosterol e 6,2% SDS), D22F (28,1% de fitosterol e 6,2% DATEM) e S22F (28,1% de fitosterol e 6,2% SDS).

*: Resultados expressos em (média ± desvio padrão) para n=3. Médias com letras diferentes na mesma coluna indicam diferenças significativas ($p < 0,05$) pelo teste de Tukey.

Foi observado que diferentes formulações entre óleo de coco e café em comparação com as amostras que não utilizaram esses ingredientes não apresentaram diferenças na eficiência de microencapsulação.

O emprego do óleo de café nas formulações COD6F e COS6F era esperado uma melhora na eficiência de encapsulação com relação aos ensaios em que não foram incluídos o ingrediente. Segundo Deotale et al.(2019), o óleo de café tem uma função natural como surfactante, devido à presença de compostos polares e não polares (ácido clorogênico - cabeça hidrofílica, hidrocarboneto – cauda hidrofóbica). Esta configuração de cadeias permite a formação de uma estrutura de micela estável . O valor BHL do óleo de café foi encontrado na faixa de 10-11. Porém, a concentração do óleo indicado pelo autor é de 0,03%, sendo que no presente trabalho foi utilizado concentração maior.

5.3 CARACTERIZAÇÃO DE PARTÍCULAS

5.3.1 Distribuição do tamanho de partículas

Todos os tratamentos apresentaram uma distribuição de tamanho normal e unimodal (APÊNDICE 1), o que mostra uma produção homogênea de partículas pelo processo de microencapsulação empregado. Todas as amostras possuem partículas entre 12,77 μm e 18,35 μm (TABELA 9). Nas amostras com a mesma concentração de fitosterol e que diferem apenas do emulsificante utilizado é possível dizer que houve diferenças significativas em todas com exceção dos ensaios D22F (14,30 μm) e S22F (14,61 μm), em que se observou que não houve diferença significativa. Para os outros ensaios, o emulsificante DATEM demonstrou formar partículas maiores do que aquelas que utilizaram o emulsificante SDS.

Os valores de Span indicam a distribuição do tamanho de partícula na amostra sendo que quanto menor o seu valor mais estreito é a distribuição da amostra (TEERANACHAIDEKUL et al., 2007). Neste estudo houve grande variação do tamanho de partícula sendo que a amostra que teve menor Span foi o D22F, e este também teve o menor valor médio D (4,3).

De acordo com Di Battista et al. (2015), para a incorporação do fitoesterol na fase micelar no intestino as partículas devem se apresentar menores que 25 μm , sendo que as amostras DC17F, D22Fe COS6F e SC17F apresentam essa condição, considerando a margem do desvio padrão. Além disso, partículas menores que 50 μm reduzem a percepção de granulidade na boca que é requerido ao considerar a aplicação em bebidas.

TABELA 9 – Comparação da distribuição de tamanho de partícula

Ensaio	D10	D50	D90	D (4.3) (μm)	SPAN
COD6F	3,85 \pm 0,02 ^b	14,54 \pm 0,74 ^b	31,09 \pm 2,03 ^a	1,87 \pm 1,09 ^{a,b}	16,98 \pm 0,05 ^a
COS6F	3,53 \pm 0,05 ^b	12,30 \pm 0,53 ^{b,c}	26,40 \pm 1,83 ^c	1,86 \pm 0,85 ^{c,d}	14,31 \pm 0,08 ^a
D22F	5,55 \pm 1,86 ^a	17,69 \pm 4,28 ^a	30,77 \pm 5,70 ^{a,b}	1,46 \pm 4,11 ^a	18,35 \pm 0,14 ^b
DC17F	3,65 \pm 0,04 ^b	11,46 \pm 0,35 ^c	22,80 \pm 0,45 ^d	1,67 \pm 0,29 ^d	12,78 \pm 0,04 ^{a,b}
S22F	3,70 \pm 1,33 ^b	13,14 \pm 2,83 ^{b,c}	26,67 \pm 0,54 ^c	1,85 \pm 1,61 ^{c,d}	14,62 \pm 0,52 ^a
SC17F	3,64 \pm 0,18 ^b	14,82 \pm 0,95 ^b	27,55 \pm 2,76 ^{b,c}	1,61 \pm 1,38 ^{b,c}	15,98 \pm 0,10 ^{a,b}

FONTE: O autor (2022)

Legenda: COS6F (13,2%, óleo de coco 6,6% óleo de café e 8,3% de fitosterol e 6,2% SDS), COD6F (13,2% óleo de coco, 6,6% óleo de café, 8,3% de fitosterol e 6,2% DATEM), DC17F (6,6% óleo de café, 21,5 % de fitosterol e 6,2% DATEM), SC17F (6,6% óleo de café, 21,5 % de fitosterol e 6,2% SDS), D22F (28,1% de fitosterol e 6,2% DATEM) e S22F (28,1% de fitosterol e 6,2% SDS)

*: Médias seguidas por letras diferentes na mesma coluna diferem significativamente entre si ($p < 0,05$) pelo teste de tukey.

5.3.2 Atividade de água (a_w)

A micropartículas apresentaram valores de atividade de água entre 0,058 e 0,085 (TABELA 10). Nesse nível o risco de proliferação de microrganismos é muito baixo, sendo que o valor de referência para se ter um alimento estável do ponto de vista microbiológico é 0,6. Esses resultados são menores do que aqueles apresentado por Chen et al. (2013), que reportaram valores entre 0,15 a 0,24, ao utilizarem como material encapsulante a proteína de soro de leite e caseinato para encapsular uma mistura de ômega 3 e fitoesterol. Por outro lado, Tolve et al. (2018) obtiveram valores de atividade de água variando entre 0,29 a 0,39 e relatam três variáveis que podem influenciar nos valores de a_w : (1) a concentração de fitoesterol, sendo esta inversamente relacionada à a_w (2) a baixa concentração de sólidos totais da formulação e (3) a temperatura do ar de entrada na câmara de secagem. Em outro estudo, Tolve et al. (2019) atribuíram a menor atividade de água ao aumento da temperatura de 125 °C para 155°C no ar de entrada da câmara de secagem. No presente estudo, empregou-se a temperatura de entrada de ar de 125°C, e, mesmo sendo bem menor do que as utilizadas por outros autores, foi definida levando-se em consideração a menor perda de rendimento de processo.

TABELA 10 - Resultados de atividade de água (a_w), umidade e densidade aparente das micropartículas obtidas por *spray drying*

Ensaio	A_w	Umidade (%)	Densidade Aparente (g/cm ³)
COS6F	0,06±0,03 ^a	4,46±0,51 ^a	0,335 ± 0,002 ^a
COD6F	0,08±0,01 ^a	3,97±0,30 ^a	0,339± 0,003 ^a
DC17F	0,08±0,02 ^a	4,50±1,31 ^a	0,291± 0,001 ^b
SC17F	0,08±0,02 ^a	3,96±1,42 ^a	0,292± 0,002 ^b
D22F	0,09±0,02 ^a	4,90±1,32 ^a	0,292± 0,004 ^b
S22F	0,06±0,02 ^a	3,50±0,39 ^a	0,291± 0,002 ^b

FONTE: O autor (2022)

Legenda: COS6F (13,2%, óleo de coco 6,6% óleo de café e 8,3% de fitosterol e 6,2% SDS), COD6F (13,2% óleo de coco, 6,6% óleo de café, 8,3% de fitosterol e 6,2% DATEM), DC17F (6,6% óleo de café, 21,5 % de fitosterol e 6,2% DATEM), SC17F (6,6% óleo de café, 21,5 % de fitosterol e 6,2% SDS), D22F (28,1% de fitosterol e 6,2% DATEM) e S22F (28,1% de fitosterol e 6,2% SDS). *Médias na coluna com letras diferentes são significativamente diferentes ($p < 0,05$) pelo teste de Tukey.

5.3.3 Umidade

A média da umidade das micropartículas ficou entre 3,5 e 4,9% (TABELA 10), sendo que não houve diferenças significativas entre os ensaios e, considerando a baixa atividade de água (entre 0,058 e 0,085) dos produtos, pode-se concluir que as micropartículas de fitoesteróis são considerados produtos estáveis do ponto de vista microbiológico. Os resultados encontrados são semelhantes ao trabalho de Tolve et al. (2018), em que os valores de umidade variaram entre 2,6 e 5 %. Os autores notaram que quanto maior a temperatura de entrada de ar na câmara, menor a umidade do material final. Di Battista (2015) e Tolve et al. (2019) em seus trabalhos de microencapsulação de fitosterol, também obtiveram resultados entre 3 e 5 g/100g de umidade, em concordância com os valores apresentados neste estudo.

5.3.4 Densidade aparente

A densidade aparente das amostras variou entre 0,29 e 0,34 g cm⁻³ (TABELA 10). Estes resultados são semelhantes aos encontrados por Frascareli (2010), que relatou valores entre 0,25 e 0,26 g/cm³ para a microencapsulação do óleo de café utilizando os mesmos materiais de parede, maltodextrina e IPS. Em outro estudo relacionado à microencapsulação de óleo de coco com proteína de soja e maltodextrina DE 18, os resultados variaram de 0,45 a 0,55 g cm⁻³, também observou-se um aumento na

aglomeração e o colapso estrutural das partículas, o que diminui o volume, e, conseqüentemente, a densidade das micropartículas (QUISPE et al., 2020). Bae; Lee (2008), por sua vez, em estudo de encapsulação de óleo de abacate com maltodextrina (DE 5) e IPS, reportaram valores de densidade aparente que variaram entre 0,25 e 0,28g cm⁻³.

5.3.5 Higroscopicidade

A higroscopicidade é um aspecto ligado à estabilidade do produto do ponto de vista físico, químico e microbiológico. Os valores de higroscopicidade dos ensaios (TABELA 11) foram baixos comparados aos resultados de QUISPE et al. (2020), os quais ficaram entre 15,21 e 16,54 g/100g, ao utilizar maltodextrina e isolado proteico de soja como material de parede. Frascareli et al. (2010) obtiveram valores de higroscopicidade das micropartículas de óleo de café com maltodextrina e IPS entre 13,83 e 17,69 g/100 g e Tonon et al. (2009), entre 12,48 até 15,42 g/100g, ao trabalharem com secagem de açaí em pó. Por outro lado, Garcia (2014) ao microencapsular óleo de manjerição utilizando como material de parede a maltodextrina, isolado proteico de soja e concentrado proteico de soro, obtiveram valores de higroscopicidade que variaram de 9,13 a 10,46 g/100 g, valores similares ao deste trabalho. De acordo com Frascareli (2010), a aplicação de menores temperaturas resultou em menores valores de higroscopicidade, o que pode ser justificado pelo fato de o pó produzido nessas condições apresentar maiores umidades e, conseqüentemente, menor gradiente de concentração de água existente entre o produto e o ambiente.

Neste ensaio não houve o uso de diferentes concentrações de maltodextrina, porém segundo Tonon et al. (2009) a maltodextrina é um material de baixa higroscopicidade e eficiente como agente carreador no sentido de reduzir a higroscopicidade dos produtos desidratados, o que pode se configurar como um dos fatores que pode ter reduzido a higroscopicidade do pó.

TABELA 11 – Resultados de solubilidade e higroscopicidade das amostras obtidas por *spray drying*

Ensaio	Molhabilidade a	Higroscopicidade
	98°C (min/g)	(g/100g)
COS6F	2,51±0,07 ^{*, b}	9,38±0,60 ^{*, a}
COD6F	2,70±0,30 ^b	9,07±0,86 ^a
DC17F	2,41±0,01 ^b	9,71±0,84 ^a
SC17F	3,10±0,08 ^a	8,96±0,69 ^a
D22F	2,42±0,06 ^b	10,43±0,19 ^a
S22F	2,46±0,03 ^b	9,85±0,32 ^a

FONTE: O autor (2022)

Legenda: COS6F (13,2%, óleo de coco 6,6% óleo de café e 8,3% de fitosterol e 6,2% SDS), COD6F (13,2% óleo de coco, 6,6% óleo de café, 8,3% de fitosterol e 6,2% DATEM), DC17F (6,6% óleo de café, 21,5 % de fitosterol e 6,2% DATEM), SC17F (6,6% óleo de café, 21,5 % de fitosterol e 6,2% SDS), D22F (28,1% de fitosterol e 6,2% DATEM) e S22F (28,1% de fitosterol e 6,2% SDS).

5.3.6 Molhabilidade

O produto se demonstrou insolúvel em água quando foi dissolvido 1 g em água a temperatura ambiente. Levando-se em consideração que, para o consumo deste tipo de produto, o consumidor deverá adicionar água quente, semelhante ao processo de solubilização do café atomizado, o teste foi adaptado para dissolução em água a 98°C. Nesta condição, os resultados variaram entre 2,4 e 3,1 min/g (TABELA10). Esses resultados diferiram do trabalho apresentado por Chen et al. (2013), em que citaram que as propriedades de reconstituição podem ser afetadas devido à desnaturação por calor e agregação da proteína do soro de leite. Hogan et al. (2001) sugeriram que as propriedades de solubilidade das micropartículas podem ser afetadas pela presença de gordura na superfície, o que pode estar relacionado à eficiência da microencapsulação. A presença de maior concentração de lipídeos superficial pode causar propriedades de reconstituição mais deficientes e menor eficiência de microencapsulação. Esta última consideração pode explicar o tempo de dispersão dos produtos, visto que a eficiência de microencapsulação dos ensaios ficou entre 47,44 e 54,25%, ou seja, a concentração de óleo superficial das amostras ficou entre 43 e 56%.

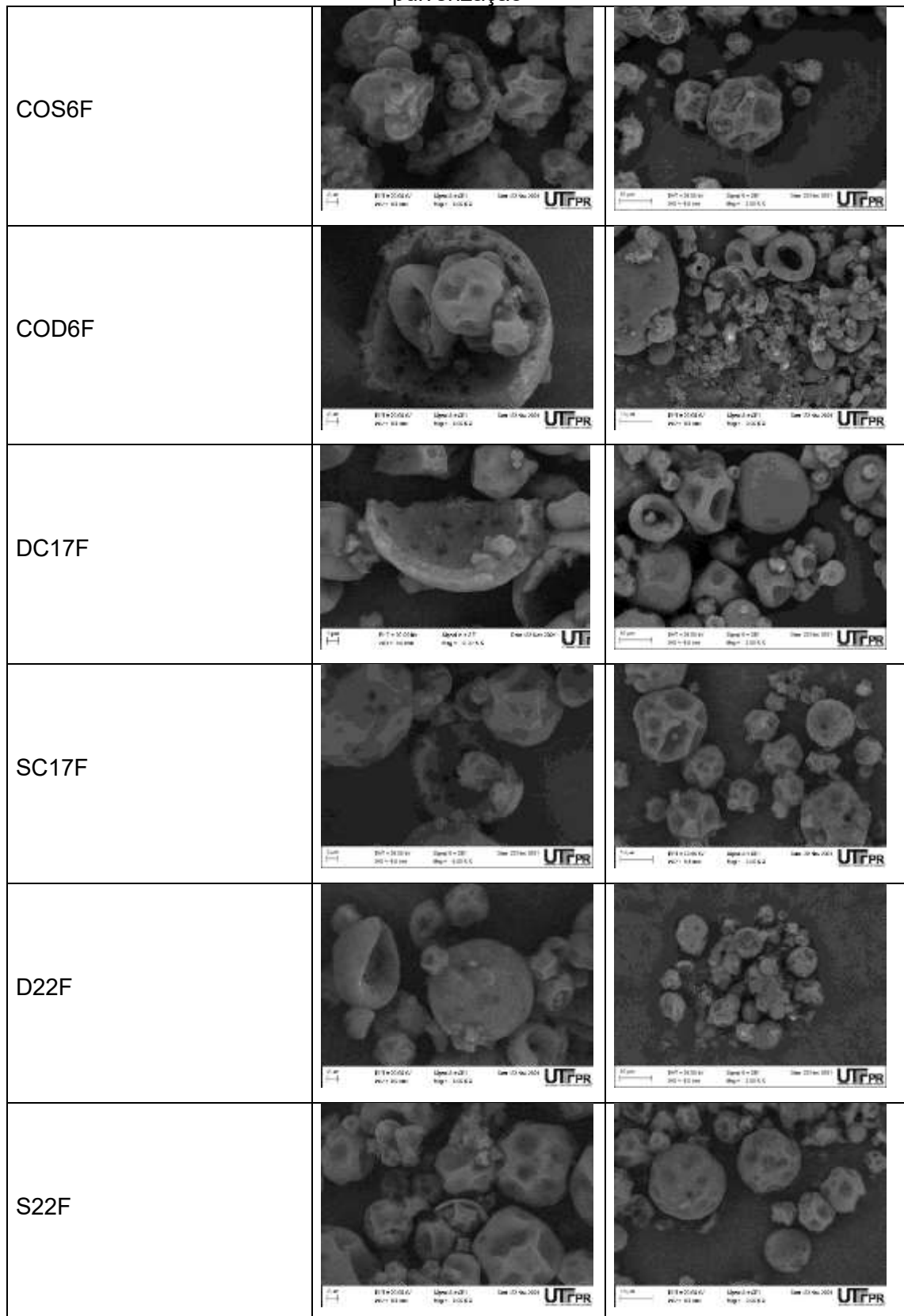
5.3.7 Morfologia das micropartículas

Na FIGURA 6 apresentam-se as morfologias das micropartículas obtidas com um aumento de 5000 e 3000 vezes. As micropartículas apresentaram formato irregular com predominância circular, depressões irregulares e concavidades, apesar de algumas se apresentarem quebradas. O corte transversal das micropartículas permitiu verificar a disposição das gotas de emulsão na parede das partículas, as quais se mostraram bem dispersas e relativamente grandes, mas indicando uma boa homogeneização.

Essa morfologia também foi observada em micropartículas que utilizaram somente goma arábica como parede e recheio de óleo resina de páprica (SANTOS; FÁVARO-TRINDADE; GROSSO, 2005), e óleo resina de cardamomo (KRISHAN; BHOSALE; SINGHAL, 2005). Frascareli (2010) observou que óleo de café encapsulado com maltodextrina e proteína isolada de soro de leite na proporção de (1:3) apresentaram alta rugosidade na superfície, semelhantes às obtidas neste estudo. Segundo Thies (2001), as rugosidades que aparecem na superfície das micropartículas são formadas devido à contração das partículas durante a secagem e o resfriamento.

Tonon et al. (2009) observaram que as depressões observadas em micropartículas produzidas por spray drying pode ser atribuído a temperatura de saída da micropartícula que é uma característica normal no processo de spray drying. As partículas resultantes da secagem a 138 °C apresentaram uma superfície altamente rugosa. Para as misturas secas à temperatura de 170 °C, o resultado foi semelhante, porém algumas partículas apresentaram superfície lisa ou com menos rugosidades. Já no caso da secagem a 202°C, uma grande parte das micropartículas apresentou uma superfície lisa. Isso indica que o aumento da temperatura favorece a obtenção de micropartículas com superfície lisa, o que pode melhorar as características de escoamento do material (TONON; BRABET; HUBINGER, 2009).

FIGURA 6 - Micrografias eletrônicas de varredura de micropartículas secas por pulverização



FORNE: O autor (2022)

Legenda: COS6F (13,2%, óleo de coco 6,6% óleo de café e 8,3% de fitosterol e 6,2% SDS), COD6F (13,2% óleo de coco, 6,6% óleo de café, 8,3% de fitosterol e 6,2% DATEM), DC17F (6,6% óleo de café, 21,5 % de fitosterol e 6,2% DATEM), SC17F (6,6% óleo de café, 21,5 % de fitosterol e 6,2% SDS), D22F (28,1% de fitosterol e 6,2% DATEM) e S22F (28,1% de fitosterol e 6,2% SDS).

*(A) COS6F; (B) DCO6F; (C) DC17F; (D) SC17F; (E) D22F; (F) S22F (em aumentos de 5000x e 3000x).

5.3.8 Isoterma

Os resultados da isoterma estão apresentados na TABELA 12, os valores de coeficientes de determinação (R^2) é uma indicação da qualidade do ajuste dos dados de teor de umidade experimentais aos modelos matemáticos. Neste estudo, o modelo de GAB se ajustou satisfatoriamente aos dados experimentais, com valores de R^2 superiores a 0,94. Esses valores estão de acordo com os apresentados por Frascareli, (2010) em que os resultados ficaram entre 0,993 e 0,997 para as microencapsulações de café utilizando o mesmo material de parede, malto dextrina e IPS, utilizado neste estudo.

O teor de umidade da monocamada (mo) indica a quantidade de água fortemente adsorvida pelo alimento e está relacionada com a higroscopicidade e hidrofiliidade e ajuda a definir a estabilidade físico-química dos alimentos (Shrestha et al., 2007). Neste trabalho os resultados tiveram uma variação entre 1,616 a 3,796g água/g de sólidos valores muito superior aos que foram apresentados por Frascareli (2010), com variação de 0,051 a 0,058 g de água/g de massa seca. ADAMIEC (2009) obteve valores entre 0,0348 e 0,0518g de água/g de massa seca, o que pode apontar a instabilidade com relação a vida de prateleira devido à alta hidrofiliidade.

Pode-se observar no gráfico da FIGURA 7 que à medida que há aumento da A_w para todos os tratamentos houve aumento na umidade do produto, isto é, no início há uma adsorção superficial e, posteriormente, um aumento linear, sendo que o maior valor de umidade foi encontrado nos tratamentos COS6F, DCO6F, DC17F e SC17F; isso se deve devido a maior higroscopicidade e, conseqüentemente, afinidade com as moléculas de água dessas partículas.

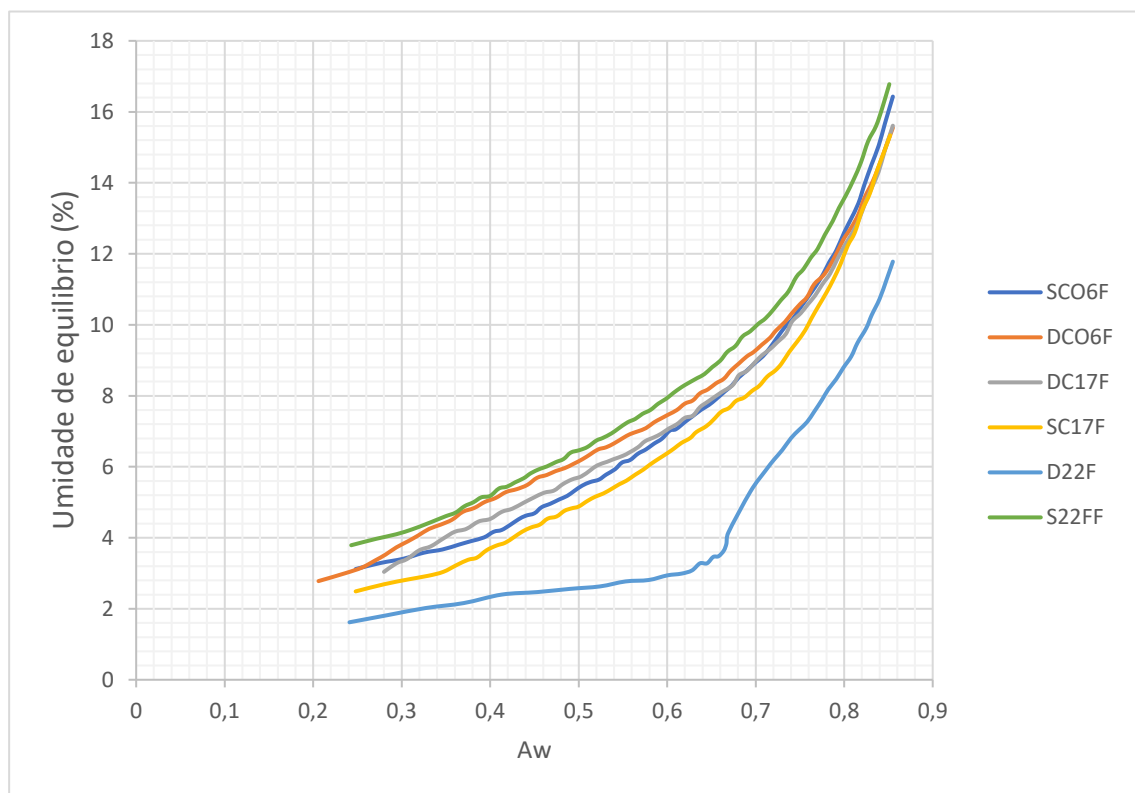
Para o tratamento D22F pode-se observar que o ponto crítico de adsorção se encontra entre A_w 0,6 e 0,7 onde houve pouca adsorção de água e após 0,7 de A_w houve aumento considerável na umidade (FIGURA 7), podendo-se dizer que neste ponto é onde o produto está exposto a maiores modificações na sua estrutura e características. Para os demais tratamentos o aumento de umidade e A_w foram constantes. Relacionando o nível de umidade a atividade de água é possível dizer que a amostra S22F seria o produto mais estável do ponto de vista microbiano, pois numa umidade de 4% a sua atividade de água seria de 0,271, sendo que as outras amostras em um nível de umidade de 4% teriam os respectivos resultados, SCO6F (0,379), DCO6F (0,312), DC17F (0,347), SC17F (0,427), D22F (0,667).

TABELA 12 - Parâmetros de ajuste dos modelos GAB

Parâmetros	COS6F	COD6F	DC17F	SC17F	D22F	S22F
C1	7,232	10,909	8,101	4,541	3,428	12,187
k	0,941	0,8981	0,918	0,936	1,024	0,911
mo	3,268	3,654	3,419	3,245	1,616	3,796
R²	0,999	0,997	0,997	0,998	0,967	0,999

FONTE: O autor (2022)

Legenda: COS6F (13,2%, óleo de coco 6,6%óleo de café e 8,3% de fitosterol e 6,2% SDS), COD6F (13,2% óleo de coco, 6,6%óleo de café, 8,3% de fitosterol e 6,2% DATEM), DC17F (6,6% óleo de café, 21,5 % de fitosterol e 6,2% DATEM), SC17F (6,6% óleo de café, 21,5 % de fitosterol e 6,2% SDS), D22F (28,1% de fitosterol e 6,2% DATEM) e S22F (28,1% de fitosterol e 6,2% SDS).

FIGURA 7 – Gráfico de isoterma das partículas obtidas por *spray drying*

FONTE: O autor (2022)

Legenda: COS6F (13,2%, óleo de coco 6,6%óleo de café e 8,3% de fitosterol e 6,2% SDS), COD6F (13,2% óleo de coco, 6,6%óleo de café, 8,3% de fitosterol e 6,2% DATEM), DC17F (6,6% óleo de café, 21,5 % de fitosterol e 6,2% DATEM), SC17F (6,6% óleo de café, 21,5 % de fitosterol e 6,2% SDS), D22F (28,1% de fitosterol e 6,2% DATEM) e S22F (28,1% de fitosterol e 6,2% SDS).

6 CONCLUSÃO

É possível afirmar que microencapsular o fitosterol pela técnica de *spray drying* utilizando a combinação de maltodextrina e proteína isolada do soro de leite e os surfactantes (DATEM e o SDS) foi alcançado satisfatoriamente, contudo o SDS pode apresentar uma certa instabilidade quando misturado a uma concentração de óleo de café, A utilização do óleo do café como emulsificante não melhorou o rendimento significativamente nas amostras estudadas. As micropartículas se mostraram em tamanho ideal para promover uma boa absorção do fitoesterol pelo intestino. A formulação S22F se mostrou mais indicado como ingrediente para ser incorporado em um produto alimentício utilizado para bebidas considerando como fator definitivo os resultados da isoterma. Não é possível dizer com precisão o quanto de fitoesterol foi microencapsulado pois as amostras COS6F, COD6F, DC17F, SC17F têm, além do fitoesterol, outros óleos que foram introduzidos na formulação com exceção das amostras D22F e S22F.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Como sugestão para trabalhos futuros, seria importante as seguintes avaliações:

- Com foco na melhoria do rendimento – avaliar diferentes concentrações de emulsificantes e diferentes temperaturas de secagem e análise de viscosidade da emulsão;
- Validar as concentrações de fitosterol por análise cromatográfica as micropartículas para calcular a quantidade real de fitoesterol presente;
- Estudo de estabilidade oxidativa para poder avaliar ao longo do tempo os produtos de oxidação de fitosteróis.

REFERÊNCIAS

- ABICS. **relatório-café-soluvel-do-brasil-jan2020**. Disponível em: <<https://agenciap1.files.wordpress.com/2020/01/relatc3b3rio-do-cafc3a9-solc3bavel-do-brasil-jan2020.pdf>>. Acesso em: 31 jan. 2021.
- ADAMIEC, J. Moisture Sorption Characteristics of Peppermint Oil Microencapsulated by Spray Drying. **Drying Technology**, v. 27, n. 12, p. 1363–1369, 2009.
- ANVISA. **Resolução nº 18, de 30 de abril de 1999**. Disponível em: <http://portal.anvisa.gov.br/documents/33916/388845/RESOLUCAO_18_1999.pdf/d2c5f6d0-f87f-4bb6-a65f-8e63d3dedc61>. Acesso em: 5 ago. 2020.
- AZEREDO, Alberto M. C. Coffee roasting: color and aroma-active sulfur compounds. 2011. 171f. Tese (Doutorado em ciência), Universidade da Florida, Gainesville, 2011
- 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, 2008.
- BRASIL - MINISTÉRIO DA SAÚDE. Agência Nacional de Vigilância Sanitária, Justificativa dos limites mínimos e máximos de nutrientes, substâncias bioativas e enzimas da proposta regulatória do suplemento alimentar. Disponível em: <http://portal.anvisa.gov.br/documents/3845226/0/Justificativa_Limites_Suplementos.pdf/e265ccd0-8361-4d8e-a33f-ce8b2ca69424> acesso em 10 de outubro de 2020.
- BREDA, M. C. **Fitoesteróis e os benefícios na prevenção de doenças: uma revisão**. 2010, 49 f. Dissertação (graduação em Farmácia) – Universidade Federal do rio grande do Sul. Porto Alegre 2010. Disponível em: <https://www.lume.ufrgs.br/bitstream/handle/10183/70084/000777696.pdf?sequence#:~:text=O%20consumo%20de%20produtos%20enriquecidos,vezes%20s%C3%A3o%20negligenciados%20ao%20consumidor>. Acesso em: 17 jan. 2010.
- CALLIGARIS, S. et al. Insights into the physicochemical properties of coffee oil. **European Journal of Lipid Science and Technology**, v. 111, n. 12, p. 1270–1277, 2009.
- CARMO, L. B. DO et al. **Extrato de café verde microencapsulado com diferentes agentes e métodos de secagem e sua aplicação em bebida láctea: efeitos sobre características físico-químicas, estabilidade e aspectos sensoriais**. Universidade Federal do Espírito Santo. 2019, 103f. Dissertação (pós-graduação em ciência e tecnologia de alimentos) - Universidade Federal do Espírito Santo. Alegre. 27 fev. 2019.
- CHAPARRO-MERCADO, M. C. et al. Diseño de una estructura intersticial para una emulsión de aceite de semilla de uva por diseño o de experimentos y superficie de respuesta. **Revista Mexicana de Ingeniera Qumica**, v. 11, n. 1, p. 11–21, 2012.
- CHEN, L. Emulsifiers as food texture modifiers. **Modifying Food Texture**,. Elsevier Ltd., 2015. v. 1, cap 2, p. 27-49, 2015.
- CHEN, Q. et al. Co-encapsulation of fish oil with phytosterol esters and limonene by milk proteins. **Journal of Food Engineering**, v. 117, n. 4, p. 505–512, 2013.

CONAB. Companhia Nacional de Abastecimento. **Acompanhamento da safra brasileira**, v. 5 - Safra 2020, n. 6 - Quarto levantamento, Brasília, p. 1-45, dezembro 2020. ISSN 2318-7913.

CORLISS, Glenn et al. **Phytosterol protein complex**. Depositante: Monsanto Co., US nºUS006113972A. Depósito: 3 de dezembro de 1998. Concessão: 5 de setembro de 2000.

CUSACK, L. K.; FERNANDEZ, M. L.; VOLEK, J. S. The food matrix and sterol characteristics affect the plasma cholesterol lowering of phytosterol/phytostanol. **Advances in Nutrition**, v. 4, n. 6, p. 633–643, 2013.

CZERNY, M.; GROSCH, W. Potent odorants of raw Arabica coffee. Their changes during roasting. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 48, n. 3, p. 868–872, 2000.

DA BEZERRA, K. S.; ANTONIOSI FILHO, N. R. Characterization and quantification by gas chromatography of free steroids in unsaponifiable matter of vegetable oils. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 25, n. 2, p. 238–245, fev. 2014.

DEOTALE, S. M. et al. Coffee oil as a natural surfactant. **Food Chemistry**, v. 295, n. May, p. 180–188, 2019.

DI BATTISTA, C. A. et al. The use of arabic gum, maltodextrin and surfactants in the microencapsulation of phytosterols by spray drying. **Powder Technology**, v. 286, p. 193–201, dez. 2015.

DI BATTISTA, C. A.; RAMÍREZ-RIGO, M. V.; PIÑA, J. Microencapsulation of Phytosterols by Spray Drying. **Studies in Natural Products Chemistry**, v. 56, n. 11, p. 437 -468, 2018.

DICKINSON, E.; RITZOULIS, C. Creaming and rheology of oil-in-water emulsions containing sodium dodecyl sulfate and sodium caseinate. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 224, n. 1, p. 148–154, 2000.

DI BATTISTA, C. A. et al. The use of arabic gum, maltodextrin and surfactants in the microencapsulation of phytosterols by spray drying. **Powder Technology**, v. 286, p. 193–201, dez. 2015.

DIAS, D. R. et al. Encapsulation as a tool for bioprocessing of functional foods. **Current Opinion in Food Science**, v. 13, p. 31–37, fev. 2017.

DUTTA, P. C. **Phytosterols as Functional Food Components and Nutraceu t icals edited by**. [s.l: s.n.].

FERNANDES, P.; CABRAL, J. M. S. Phytosterols: Applications and recovery methods. **Bioresource Technology**, v. 98, n. 12, p. 2335–2350, 2007.

FRASCARELI, E. C. Microencapsulação de óleo de café através de secagem por atomização: avaliação das propriedades da emulsão e do tipo de material de parede sobre as características do pó. Universidade Federal do Espírito Santo. 2010, 153f .

(Dissertação mestrado em engenharia de alimento) - Universidade Estadual de Campinas. Campinas. 2019

FUCHS, M. et al. Encapsulation of oil in powder using spray drying and fluidised bed agglomeration. **Journal of Food Engineering**, v. 75, n. 1, p. 27–35, 2006.

GHARSALLAOUI, A. et al. Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. **Food Research International**, v. 40, n. 9, p. 1107–1121, 2007.

GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. Spray drying of tomato pulp: Effect of feed concentration. **Drying Technology**, v. 22, n. 10, p. 2309–2330, 2004.

HOGAN, S. A. et al. Microencapsulating properties of sodium caseinate. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 49, n. 4, p. 1934–1938, 2001.

KATAN, M. B. et al. Efficacy and Safety of Plant Stanols and Sterols in the Management of Blood Cholesterol Levels. **Mayo Clinic Proceedings**, v. 78, n. 8, p. 965–978, ago. 2003.

KRSTONOŠIĆ, V. et al. Influence of the sodium dodecyl sulphate (SDS) concentration on the disperse and rheological characteristics of oil-in-water emulsions stabilized by octenyl succinic anhydride modified starch-SDS mixtures. **Journal of the Serbian Chemical Society**, v. 77, n. 1, p. 83–94, 2012.

KRÓL, K. et al. The content of polyphenols in coffee beans as roasting, origin and storage effect. **European Food Research and Technology**, v. 246, n. 1, p. 33–39, 2020.

LAGO, R. C. A.; ANTONIASSI, R. Composição de esteróis em óleos de café por cromatografia gasosa de alta resolução. **II Simpósio de Pesquisa dos Cafés do Brasil**, p. 744–748, 2014.

LI, Y. M.; PENG, J.; LI, L. Z. Coffee consumption associated with reduced risk of oral cancer: A meta-analysis. **Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology and Oral Radiology**, v. 121, n. 4, p. 381- 389.e1, 2016.

MARTINS, S. L. C. et al. Efeitos terapêuticos dos fitosteróis e fitostanóis na colesterolemia. **Archivos Latinoamericanos de Nutrición**, v. 1, n. 3, p. 1–8, 2014.

MEGURO, S. et al. Solubilization of phytosterols in diacylglycerol versus triacylglycerol improves the serum cholesterol-lowering effect. **European Journal of Clinical Nutrition**, v. 55, n. 7, p. 513–517, 2001.

PLAT, J. et al. Effects on serum lipids, lipoproteins and fat-soluble antioxidant concentrations of consumption frequency of margarines and shortenings enriched with plant stanol esters. **European Journal of Clinical Nutrition**, v. 54, n. 9, p. 671–677, 2000.

QUISPE, N. B. P. et al. Microencapsulation of virgin coconut oil by spray drying. **Brazilian Journal of Development**, v. 6, n. 1, p. 1510–1529, 2020.

SARAIVA, D. et al. Evaluation of Phytosterols in Milk and Yogurts Used as Functional Foods in Portugal. **Food Analytical Methods**, v. 4, n. 1, p. 28–34, 2011.

SAWYNOK, J. **Methylxanthines and pain Handbook of Experimental Pharmacology** Springer, Berlin, Heidelberg, 2011. Disponível em: <https://link.springer.com/chapter/10.1007/978-3-642-13443-2_11>. Acesso em: 1 fev. 2021

SILVA, P. T. DA et al. Microencapsulation: concepts, mechanisms, methods and some applications in food technology. **Ciência Rural**, v. 44, n. 7, p. 1304–1311, jul. 2014.

SHRESTHA, A. K. et al. Water sorption and glass transition properties of spray dried lactose hydrolysed skim milk powder. **LWT - Food Science and Technology**, v. 40, n. 9, p. 1593–1600, 2007.

SILVA, P. T. DA et al. Microencapsulation: concepts, mechanisms, methods and some applications in food technology. **Ciência Rural**, v. 44, n. 7, p. 1304–1311, jul. 2014.

SPEER, Karl; SPEERS, Isabelle K. The lipid fraction of the coffee bean, Braz, **J. Plant Physiol.**, 18 (1), p.201-216, 2006.

STEWART ET AL. **PHYTOSTEROL COMPOSITIONS AND USE THEREOF IN FOODS, BEVERAGES, PHARMACEUTICALS, NUTRACEUTICALS AND THE LIKE** United States, 2000. Disponível em: <<https://patentimages.storage.googleapis.com/64/d3/3c/0089373689dc67/US6087353.pdf>>

SUGAWARA, E.; NIKAIDO, H. Properties of AdeABC and AdeIJK efflux systems of *Acinetobacter baumannii* compared with those of the AcrAB-TolC system of *Escherichia coli*. **Antimicrobial Agents and Chemotherapy**, v. 58, n. 12, p. 7250–7257, 22 set. 2014.

SUGIYAMA, K. et al. Coffee consumption and mortality due to all causes, cardiovascular disease, and cancer in Japanese women. **Journal of Nutrition**, v. 140, n. 5, p. 1007–1013, 2010.

TAVARES, C.; KIMIKO SAKATA, R. Caffeine in the Treatment of Pain *Revista Brasileira de Anestesiologia*. [s.l: s.n.].

TAN, L. H.; CHAN, L. W.; HENG, P. W. S. Effect of oil loading on microspheres produced by spray drying. **Journal of Microencapsulation**, v. 22, n. 3, p. 253–259, 2005.

TEERANACHAIDEEKUL, V. et al. Cetyl palmitate-based NLC for topical delivery of Coenzyme Q10 - Development, physicochemical characterization and in vitro release studies. **European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics**, v. 67, n. 1, p. 141–148, 2007.

TOLVE, R. et al. Development and Characterization of Phytosterol-Enriched Oil Microcapsules for Foodstuff Application. **Food and Bioprocess Technology**, v. 11, n. 1, p. 152–163, 2014.

TRUGO, L. C.; COSTA, M. M. Determinação de compostos bioativos em amostras comerciais de café torrado. **Química Nova**, v. 28, n. 4, p. 637–641, 2005.

TOLVE, R. et al. Fortification of dark chocolate with microencapsulated phytosterols: Chemical and sensory evaluation. **Food and Function**, v. 9, n. 2, p. 1265–1273, 2018a.

TOLVE, R. et al. Development and Characterization of Phytosterol-Enriched Oil Microcapsules for Foodstuff Application. **Food and Bioprocess Technology**, v. 11, n. 1, p. 152–163, 30 jan. 2018b.

TOLVE, R. et al. Preparation and characterization of microencapsulated phytosterols for the formulation of functional foods: Scale up from laboratory to semi-technical production. **Food Research International**, v. 116, p. 1274–1281, fev. 2019.

TOLVE, R. et al. Microencapsulation as a tool for the formulation of functional foods: The phytosterols' case study. **Foods**, v. 9, n. 4, p. 1–19, 2020.

TONON, R. V.; BRABET, C.; HUBINGER, M. D. Influência da temperatura do ar de secagem e da concentração de agente carreador sobre as propriedades físico-químicas do suco de açaí em pó. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 29, n. 2, p. 444–450, 2009.

VARNAM, A. H.; SUTHERLAND J. P. Café. In: _____ Bebidas: tecnologia, química y microbiología. v.2, Zaragoza: Editorial Acribia S. A, 1997, cap.5, p.197- 263.

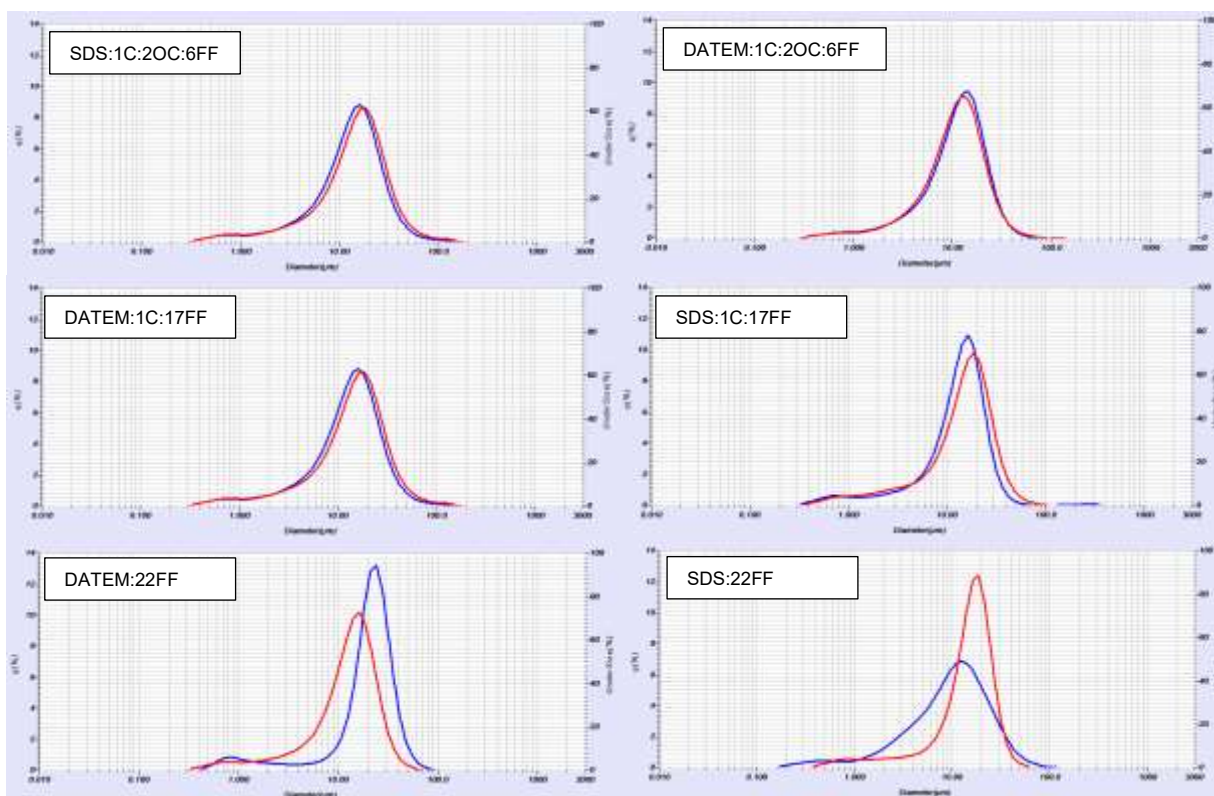
VENKATAKRISHNAN, K.; CHIU, H. F.; WANG, C. K. Popular functional foods and herbs for the management of type-2-diabetes mellitus: A comprehensive review with special reference to clinical trials and its proposed mechanism. **Journal of Functional Foods**, v. 57, n. February, p. 425–438, 2019.

XU, J. G.; HU, Q. P.; LIU, Y. Antioxidant and DNA-protective activities of chlorogenic acid isomers. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 60, n. 46, p. 11625–11630, 2012.

ZANIN, S. M. W. et al. DETERMINAÇÃO DO EQUILÍBRIO HIDRÓFILO-LIPÓFILO (EHL) DE ÓLEOS DE ORIGEM VEGETAL. **Visão Acadêmica**, v. 3, n. 1, p. 3–7, 30 jun. 2002.

ZHANG, Z. M. et al. Functional food development: Insights from TRP channels. **Journal of Functional Foods**, v. 56, n. March, p. 384–394, 2019.

APÊNDICE 1 – Gráfico da distribuição do tamanho de partícula



Legenda: COS6F (13,2%, óleo de coco 6,6% óleo de café e 8,3% de fitosterol e 6,2% SDS), COD6F (13,2% óleo de coco, 6,6% óleo de café, 8,3% de fitosterol e 6,2% DATEM), DC17F (6,6% óleo de café, 21,5 % de fitosterol e 6,2% DATEM), SC17F (6,6% óleo de café, 21,5 % de fitosterol e 6,2% SDS), D22F (28,1% de fitosterol e 6,2% DATEM) e S22F (28,1% de fitosterol e 6,2% SDS).