

Secagem por pulverização de inulina extraída de raiz de chicória e análise da qualidade do pó seco

Palavras-Chave: Asteraceae, spray dryer, oligossacarídeos

Autores/as:

Luma Fernanda Frajácomo [FEAGRI-UNICAMP]

Dr^a. Aveline de Paula Kuyat Bonetti (coorientadora) [FEAGRI-UNICAMP]

Prof. Dr. Rafael Augustus de Oliveira (orientador) [FEAGRI-UNICAMP]

INTRODUÇÃO

As frutanas do tipo inulina (inulina e oligofrutose) encontram-se entre os prebióticos existentes. Estes são constituintes funcionais naturalmente presentes ou adicionados em muitos alimentos habitualmente consumidos. A sua natureza química e a combinação entre os seus efeitos fisiológicos e nutricionais afetam as funções gastrointestinais. Por este motivo, procura-se, há várias décadas, extrair (ou isolar) estes constituintes das suas fontes naturais, de forma a torná-los mais disponíveis ao consumo humano, incorporando-os em diversos alimentos. Kumar e Li (2016), por exemplo, usaram inulina comercial para o encapsulamento e liberação controlada de fármaco anticancerígeno. A inulina tem potencial considerável para aplicação no encapsulamento de compostos ativos, tais como medicamentos, vitaminas, agentes antimicrobianos e aromatizantes em produtos farmacêuticos, nutracêuticos, de cuidados pessoais e cosméticos (KOKUBUN et al., 2018). Ademais, artigos científicos comprovam a crescente utilização deste composto para que alimentos se tornem mais nutritivos e contribuam de forma ainda mais positiva para a saúde humana, como é o caso do uso da inulina em cereais matinais. Ressalta-se também que a inulina vem sendo usada como ingrediente para substituir farinhas de amidos em alimentos como massas, pães e molhos, devido às suas propriedades (FERREIRA et al. 2021). Estudos têm demonstrado que a inulina ingerida não é transformada em monossacarídeos pelos sucos digestivos, não influenciando no valor da glicemia e da insulina no sangue, que permanecem constantes. Sendo assim, é de extrema importância o estudo de metodologias que analisem o material obtido a partir de raiz de chicória com a finalidade de incorporação em alimentos. Devido a isso, o presente trabalho teve como objetivo estudar a secagem por pulverização da inulina extraída por líquido pressurizado e verificar a qualidade dos pós produzidos.

METODOLOGIA

2.1 Obtenção do precipitado de inulina

As raízes de chicória foram cultivadas por 9 meses no Campo Experimental da Faculdade de Engenharia Agrícola. As raízes foram secas e trituradas em moinho de facas. Os extratos foram obtidos através de um sistema de líquido pressurizado (PLE) proporção 1:10 (raiz: água) com extração em ciclos estáticos e dinâmico a cada 10 minutos, sob pressão de 100 bar. A temperatura de vazão da extração utilizando o solvente água foi de 85 °C e 3 mL/min. Os extratos de chicória extraídos foram resfriados, separados em precipitado e sobrenadante (TONELI et al., 2007). Os precipitados foram purificados e secos em estufa de circulação de ar forçado a temperatura de 50 °C até peso constante. Em trabalhos anteriores foram determinados a pureza (P) e o grau de polimerização (GP) das amostras. Os resultados de pureza e grau de polimerização das amostras foram: P=100%, GP=28.

2.2 Preparo da solução de inulina para a secagem em *Spray drying*

Foram preparadas soluções com concentração de 5% de sólidos de inulina que foram mantidas a 25 °C. Na secagem em *spray drying*, foi estudado o efeito de dois fatores independentes (*Temperatura e vazão de alimentação da bomba*) na secagem de inulina de raiz de chicória utilizando um planejamento fatorial 2² com 3 repetições do ponto central e 4 pontos axiais. O aspirador do secador foi programado em 80%, com um fluxo de ar comprimido mantido entre 500-600 L/h (Tabela 1).

2.3 Rendimento dos pós obtidos na secagem

O rendimento do processo de secagem foi determinado pela razão entre a massa de sólido do pó obtido na secagem pela massa sólidos da solução inulina alimentada, Equação (1).
$$Y = \frac{m_p}{M} \times 100\%$$

onde m_p (g) é a massa de sólidos totais de pó de inulina obtida a partir de 150 mL de solução de inulina purificada, M (g) é a massa de sólidos totais da solução inicial.

Tratamentos	Temperatura (°C)	Vazão de alimentação (%)
1	130 (-1)	5,0 (-1)
2	130 (-1)	10,0 (1)
3	180(1)	5,0 (-1)
4	180 (1)	10,0 (1)
5	120 (-1,41)	7,5 (0)
6	190 (1,41)	7,5 (0)
7	155 (0)	4,0 (-1,41)
8	155 (0)	11,0 (1,41)
9	155 (0)	7,5 (0)
10	155 (0)	7,5 (0)
11	155 (0)	7,5 (0)

Tabela 1- Delineamento utilizado na secagem de inulina.

2.4 Determinação das curvas de escoamento

As curvas de escoamento foram determinadas sob duas diferentes temperaturas: 15 e 25 °C. Com a finalidade de se verificar o efeito da concentração de sólidos solúveis sobre o comportamento reológico, determinaram-se as curvas de escoamento do precipitado de inulina diluído em água destilada às concentrações de 5, 10, 15 e 30 °Brix. Para essas amostras, não houve necessidade de se realizar pré-cisalhamento para eliminação dos efeitos tixotrópicos, devido à diluição que elas sofreram. As curvas de escoamento foram determinadas em um reômetro (Brookfield, modelo LVDV III), utilizando-se o escoamento entre cilindros concêntricos rotacionais, com velocidades de rotação variáveis de 1 a 70 rpm (taxa crescente) e de 70 a 0 rpm (taxa decrescente). Foi adotado o modelo de spindle SC4-25 para as amostras com 5 a 10 °Brix e spindle SC-34 para as amostras com 15 e 30 °Brix, correspondendo a taxas de deformação crescente 0 a 10 s⁻¹ e taxa de deformação decrescente de 10 a 0 s⁻¹ (descida). Por fim, realizou-se uma nova subida de 0 a 44 s⁻¹ (subida), para garantir a eliminação dos efeitos tixotrópicos. A escolha do modelo de spindle e das velocidades de rotação adequadas foi efetuada em testes preliminares.

2.5 Caracterização físico-química das amostras secas em *spray drying*

2.5.1 Umidade dos pós obtidos

A umidade dos pós foi determinada em estufa a vácuo a 70 °C, até atingir peso constante (HORWITZ, 2006).

2.5.2. Análise colorimétrica

A determinação instrumental de cor das amostras foi realizada através de um colorímetro (Color Quest XE 2819, EUA). O sistema de leitura adotado foi o CIELab (HUNTER, 1975), representado pelos seguintes parâmetros: coordenada L* (luminosidade), coordenada de cromaticidade a* (-a verde, +a vermelho) e a coordenada de cromaticidade b* (-b azul, +b amarelo), além do Chroma (C*) e ângulo Hue (H°). Para os cálculos usou-se as seguintes equações: $C = \sqrt{a^2 + b^2}$; $H^\circ = \arctg(b^*/a^*)$

2.5.3 Atividade de água (Aw)

A atividade de água foi medida (marca AcquaLab, modelo 4 TEV, USA), por meio da adição de uma pequena quantidade de amostra no aparelho que apresenta o resultado de forma direta.

2.5.4 Higroscopicidade

A higroscopicidade do pó foi realizada em dessecador com uma solução de sal cloreto de sódio (NaCl) com atividade de água de (0,76) por 90 minutos. A higroscopicidade foi calculada por diferença de massa (GOULA et al., 2008).

2.5.5 Solubilidade

A solubilidade foi analisada por meio da metodologia descrita por Cano-Chauca et al. (2005). Uma quantidade conhecida do pó foi adicionada em água e após a homogeneização em agitador passou por processo de centrifugação e o sobrenadante foi submetido à secagem em estufa. A solubilidade foi obtida por diferença de massa entre a amostra inicial e final.

2.5.6 Molhabilidade

O teste de molhabilidade foi baseado na metodologia proposta por Vissotto et al. (2006). O método se baseia na queda de 1,0 g de amostra sobre 100 mL de água destilada a 25 °C, sem agitação e a medição do tempo (em segundos) necessário para que todas as partículas se molhem, determinado visualmente.

2.5.7 Determinação dos teores de açúcares presentes no pó

A análise foi feita por HPLC (High Performance Liquid Chromatography) que utilizou uma fase móvel a alta pressão para arrastar os constituintes da amostra através das passagens das partículas da fase estacionária, localizada no interior da coluna cromatográfica, onde foram separados, demonstrando os tipos de substâncias presentes no produto em pó (CHAPLIN, 1986 e JANUÁRIO, 1999).

2.5.8 Temperatura de transição vítrea (Tg)

A temperatura de transição vítrea consiste em uma transição de fase de segunda ordem de um estado sólido-vítrea para um estado semilíquido gomoso (ROOS, 1995a). Foi obtida por meio de um Calorímetro Diferencial de Varredura (DSC1, Mettler Toledo, Schwerzenbach, Suíça). A temperatura de transição vítrea (Tg) foi calculada como o ponto de inflexão da linha de base, causada pela descontinuidade do calor específico da amostra. A Tg foi medida no ponto ótimo do experimento (T6).

2.5.9 Análise morfológica das partículas

A caracterização morfológica das partículas obtidas por pulverização do T6, foi realizada recorrendo à microscopia eletrônica de varredura (MEV). Esta técnica permitiu observar e, também, caracterizar a superfície das partículas, por meio de imagens obtidas pela variação da reflexão de um feixe de elétrons na superfície das amostras previamente cobertas com uma fina camada de ouro.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

O comportamento reológico da inulina na temperatura de 10 °C apresentou uma maior viscosidade quando comparado a temperatura de 25 °C para as diferentes concentrações de sólidos solúveis (Figuras 1 e 2). Quanto maior a concentração de precipitado, maior a dificuldade de escoamento da amostra. Por este motivo, adotou-se a menor concentração de sólidos solúveis (5 °Brix).

A aplicação da maior temperatura do ar de secagem de entrada a 180 e 190 °C proporcionou uma recuperação de pó significativamente maior do que em temperaturas menores que 155 °C. Os valores de umidade e atividade água são suficientes para indicar que os pós de inulina são microbiologicamente seguros, pois alimentos com umidade inferior a 10% e atividade de água próximas a 0,3 são estáveis microbiologicamente e bioquimicamente (PUI et al., 2020). Os valores de higroscopicidade foram menores que 0,49 g/100 g (água/pó seco de inulina) nos tratamentos com temperatura abaixo de 120 °C, independentemente da vazão volumétrica de alimentação da bomba. O melhor resultado de solubilidade das amostras secas por *spray drying* foi de 40 % na temperatura a 190 °C, independentemente da vazão de alimentação da solução. O índice de absorção de água foi de 4,5, valor semelhante foi encontrado no trabalho feito por Rashid et al. (2018). Em temperaturas acima de 155 °C e vazões volumétricas de alimentação superiores a 10 %, as amostras levaram maior tempo para atingirem a total reidratação, enquanto que em temperaturas abaixo de 120 °C e vazões volumétricas de alimentação maiores que 10 %, a molhabilidade foi alcançada em um menor tempo (Tabela 2).

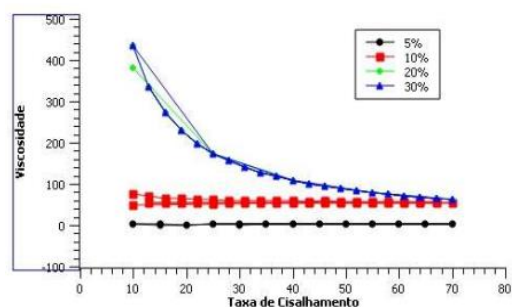


Figura 1- Curva de escoamento do precipitado de inulina em função da temperatura de 15 °C.

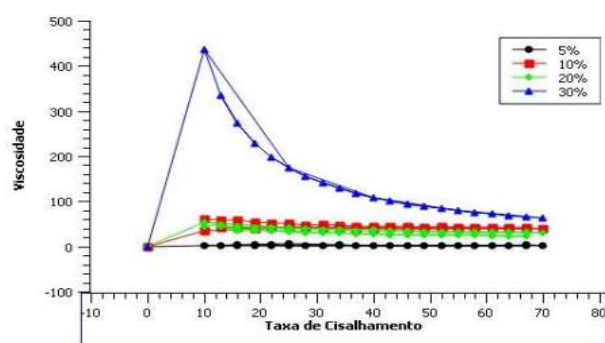


Figura 2 - Curva de escoamento do precipitado de inulina em função da temperatura de 25 °C.

Tratamentos	Rendimento (%)	Umidade (%)	Higroscopicidade g/100g	Aw (decimal)	Solubilidade (%)	Índice de Absorção (g/100g)	Molhabilidade (min)
1	59,73	2,32	0,55	0,1675	21	3,06	13,8
2	40,03	4,20	0,49	0,1489	19	3,48	2,3
3	73,08	1,83	0,52	0,1743	31	2,14	15,8
4	77,77	1,52	0,63	0,1433	26	2,70	21,1
5	71,16	2,31	0,44	0,1384	28	3,76	4,3
6	83,75	1,30	0,62	0,1387	40	2,11	22,5
7	66,48	2,14	0,63	0,1729	25	2,40	14,1
8	63,09	2,17	0,47	0,1506	23	3,17	15,1
9	76,05	1,66	0,53	0,1373	21	3,00	14,7
10	79,36	1,39	0,5	0,1374	23	2,62	14,2
11	63,07	1,54	0,57	0,128	20	2,49	14,5

Tabela 2- Valores de rendimento e caracterização físico-química para as amostras extraídas por PLE e secas por *spray drying*.

A cor dos pós de inulina obtidos do precipitado extraído por PLE apresentou coloração bege, como pode ser visto na paleta de cores extraída do aplicativo Análise de cor (RESERCH LAB TOOLS) através dos dados CIELab, obtidos pela análise dos pós em calorímetro

laboratorial, (Tabela 3). Através do cromatograma, foi constatada a presença somente da inulina (Figura 3). A temperatura de transição vítrea (T_g) da inulina obtida no presente estudo foi

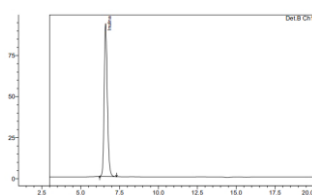


Figura 3- Cromatograma de amostra de pó de inulina.

relativamente alta, 120 °C (Figura 4). O estudo da T_g da inulina contribui com informações de como deve ser as condições de armazenamento do produto

Tratamentos	L*	a*	b*	C*	h°	Cor
1	78,25	0,82	13,30	13,32	86,47	
2	77,50	0,71	12,78	12,80	86,82	
3	71,51	1,18	14,25	14,29	85,27	
4	74,04	0,96	12,93	12,96	85,75	
5	75,66	0,98	13,01	13,04	85,69	
6	73,30	0,94	12,92	12,95	85,84	
7	71,32	0,89	12,39	12,42	85,89	
8	79,72	1,05	14,35	14,38	85,82	
9	79,18	0,79	13,64	13,66	86,69	
10	78,38	0,82	13,30	13,32	86,47	
11	78,25	0,82	13,30	13,32	86,47	

Tabela 3- Valores dos parâmetros L*, a*, b*, Croma (C*) e ângulo hue (h°) de cada tratamento para amostras extraídas por PLE e secas por *spray Drying*.

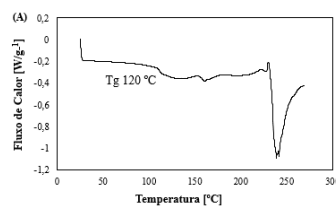


Figura 4- Curvas de DSC de amostra de inulina em pó obtida por *spray Drying* ($T=190$ °C e $v=7\%$).

CONCLUSÕES

A influência do processo de secagem pode ser observada principalmente sob os parâmetros de rendimento e solubilidade dos pós para a temperatura de 190 °C e vazão de alimentação de 7 %. Estas características são importantes para obtenção de uma inulina em pó mais estável e com melhor capacidade de reidratação e incorporação aos produtos.

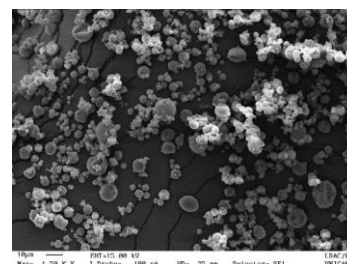


Figura 5- Imagem obtidas por MEV da amostra de inulina pulverizada a 190 °C e vazão de 7%

BIBLIOGRAFIA

- BORDÓN, M. G.; PAREDES, A. J.; CAMACHO, N. M.; PENCI, M. C.; GONZÁLEZ, A.; PALMA, S. D.; MARTINEZ, M. L. Formulation, spray-drying and physicochemical characterization of functional powders loaded with chia seed oil and prepared by complex coacervation. **Powder Technology**, 391, 2021.
- CANO-CHAUCA, M. et al. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, Oxford, v. 6, n. 4, p. 420-428, 2005.
- CHAPLIN, M. F. **Carbohydrate analysis: a practical approach**, I.R.L. Press United, P.15, 1986.
- FERREIRA, S. M.; CAPRILES, V. D.; CONTI-SILVA, A. C. Inulin as an ingredient for improvement of glycemic response and sensory acceptance of breakfast cereals. **Food Hydrocolloids**, v. 114, p. 106582, 2021.
- GOULA, A. M. et al. Water sorption isotherms and glass transition temperature of spray dried tomato pulp. **Journal of Food Engineering**, p. 723-737, 2008
- HORWITZ, W. (Ed.). **Official Methods of Analysis of AOAC International**. 18th ed. Maryland: AOAC Press, 2006.
- JANUÁRIO, M. I. N.; **A Chicória: Valorização industrial**, Dissertação submetida à Universidade Técnica de Lisboa para obtenção do grau de Doutor no Ramo de Engenharia Alimentar; Instituto Superior de Agronomia - UTL, Lisboa, 1999.
- KOKUBUN, S.; RATCLI, I., WILLIAMS, P. A. The interfacial, emulsification and encapsulation properties of hydrophobically modified inulin. **Carbohydrate Polymers**, v. 194, p. 18-23, 2018.
- KUMAR, P.; LI, D. Capital investment, innovative capacity, and stock returns, **Journal of Finance**, v. 71 (5), p. 2059-2094, 2016.
- PUI, L. P.; KARIM, R.; YUSOF, Y. A.; WONG, C. W. et al. Optimization of spray-drying parameters for the production of 'Cempedak' (*Artocarpus integer*) fruit powder. **Journal of Food Measurement and Characterization**, v. 14, n. 6, p. 3238-3249, 2020.
- ROOS, Y.H. **Phase transitions in foods**. 1st ed. San Diego: Academic Press, Inc., 360p, 1995.
- TONELI, J. L.; MÜRR, F. E. X.; MARTINELLI, P.; DAL FABBRO, I. M. & PARK, K. J. Optimization of a physical concentration process for inulin. **Journal of Food Engineering**, 80(3), 832–838, 2007.
- VISSOTTO, F. Z., JORGE, L. C., MAKITA, G. T., RODRIGUES, M. I., & MENEGALLI, F. C. Influence of the process parameters and sugar granulometry on cocoa beverage powder steam agglomeration. **Journal of Food Engineering**, 97 (3), 283-291, 2006.
- RASHID, S.; RAKHA, A.; BUTT, M. S.; ASGHAR, M. Physicochemical and techno-functional characterization of inulin extracted from chicory roots and Jerusalem artichoke tubers and exploring their ability to replace the fat in cakes. **Progress in Nutrition**, 2018.