



# Influência da granulometria de grânulos de amido sobre a densidade aparente de extratos atomizados

Daiuto, E.R.<sup>1</sup>; Cereda, M.P.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Departamento de Gestão e Tecnologia Agroindustrial, Faculdade de Ciências Agrônômicas, Universidade Estadual Paulista, UNESP, Botucatu, SP, Brasil

Recebido 19/05/06 / Aceito 12/09/06

## RESUMO

**Amidos e seus derivados são utilizados como carregadores em processos de secagem de produtos por atomização onde a densidade aparente é característica importante e deve ser controlada nos produtos desidratados de uso farmacêutico. No Brasil os amidos comerciais são originários de milho e mandioca, mas existem outros com potencial para extração. Os amidos de biri e taro foram selecionados por representarem extremos de tamanho de grânulos e assim verificar o efeito do tamanho sobre a densidade aparente de produtos desidratados por atomização. Foram usados para comparação os amidos comerciais de mandioca e milho, por serem de uso comum em produtos atomizados e apresentarem tamanhos intermediários de grânulos. A atomização foi feita em *Spray Dryer Lab Plant SD 04*, operando sob pressão de 6 lb/in<sup>2</sup>, fluxo 7,6 mL/mim, e bico 1 cm. A temperatura de entrada foi fixada em 200°C mas este modelo de equipamento não permite regular a temperatura de saída. Os produtos atomizados tiveram extrato de boldo como base, usando os quatro amidos como suporte. O produto seco foi avaliado quanto à umidade, atividade de água, tamanho das partículas e densidade aparente. Os resultados mostraram que o tamanho das partículas, e por decorrência do tamanho dos grânulos de amido, têm influência sobre a densidade aparente do produto final, que foi maior (694, 27 g/mL) para o amido de biri e menor (456,13 g/mL) para amido de taro. Os amidos de milho e mandioca proporcionaram valores muito próximos e intermediários, de 521, 51 e 581, 48 g/mL, que representam também o padrão de variação de tamanho dos grânulos.**

**Palavras-chave:** atomização; densidade aparente; granulometria; amidos.

## INTRODUÇÃO

A atomização pode ser usada para obtenção de pós para elaboração de comprimidos e cápsulas em produtos de uso farmacêutico. Amidos e seus derivados são usados como suportes, reduzindo custos e facilitando o processo (Daiuto & Cereda, 2003). No Brasil, são usados como suporte os amidos de milho ou mandioca, por serem

comerciais.

Segundo Gava (1978), atomização em *spray dryer* está baseada em quatro fases, a atomização do líquido, contato do líquido com o ar quente, evaporação da água e separação do produto em pó do ar de secagem. Estas quatro fases da atomização interferem nas características do produto final em pó. A maneira de atomizar e as propriedades do líquido influenciam o tamanho da partícula, sua densidade aparente, aparência e umidade. Já o tipo de contato líquido-ar quente e a evaporação, influenciam a densidade do pó, aparência, umidade, retenção de aroma e sabor. A técnica de separação do pó do ar seco influencia a granulometria do produto.

Amidos ou féculas nativos que são usados como suporte em atomização apresentam grânulos de amido de cor branca, sabor neutro, são corados de azul com lugol, apresentam pH entre 5,5 e 6,0, acidez neutralizada por 1,0 a 1,5 mL de NaOH/100g e dextrose equivalente < 2 (Daiuto & Cereda, 2003).

Um dos problemas encontrados na secagem como base para elaboração de comprimidos ou cápsulas, é a obtenção de um produto de densidade aparente adequada, que escoe bem. Se o produto atomizado for muito leve, é difícil o enchimento das matrizes de máquinas de compressão e seu acondicionamento em cápsulas nas quantidades desejadas.

Existem algumas variáveis que podem ser modificadas no aparelho *spray dryer* para obter produtos com diferentes densidades, entre as quais, a temperatura do ar de entrada e saída, velocidade e concentração da mistura a ser seca. Brennan et al. (1971) comentam que muito da literatura publicada na área de suportes ou coadjuvantes para atomização é apenas geral. São limitados os dados correlacionando a eficiência dos aditivos nas propriedades físicas e organolépticas do produto.

Não foram encontradas na literatura, referências sobre a influência do tamanho dos grânulos de amido na qualidade do produto seco em *spray dryer*.

As características físicas dos grânulos de amido, entre as quais a forma e o tamanho, variam de acordo com a fonte botânica. Grânulos de milho apresentam forma poliédrica e diâmetros na faixa de 3,0 a 23,0µm (Sahai & Jackson, 1996). Os grânulos de amido de mandioca são também bastante citados na literatura, com formato truncado, oval e tamanho na faixa de 4,0 a 35,0µm (Cereda, 2001).

\*Autor correspondente: Érica Regina Daiuto - Departamento de Gestão e Tecnologia Agroindustrial - Faculdade de Ciências Agrônômicas - Universidade Estadual Paulista, UNESP - Fazenda Experimental Lageado - Rua José Barbosa de Barros, 1780 - CEP: 18610-307 - Botucatu - SP, Brasil - Telefone: (14) 38117165 / Fax: (14)38153438

Os grânulos de taro (*Colocasia esculenta*) são de formato redondo e oval, com diâmetro de 1,6 a 6,0 µm, segundo Deang & Rosário (1993) citado por Cereda (2001). Os grânulos de amido de biri (*Canna indica*) são muito maiores, de 25 a 45 µm (Hurtado, 1997). O amido de biri é comercial na China e poderia ser introduzido rapidamente no Brasil usando a mesma estrutura das fecularias que processam mandioca (Vilpoux, 2003).

Informações de literatura mostram que taro e biri apresentam grânulos de amido de tamanho extremos, enquanto que os de milho e mandioca são intermediários. Com amostras de amidos de biri, taro, mandioca e milho, o objetivo foi verificar a influência de tamanho de grânulos no produto à base de extrato de boldo, atomizado em laboratório, com ênfase na densidade dos produtos secos, como subsídio à melhor compreensão dos fatores que afetam as características dos produtos atomizados.

## MATERIAL E MÉTODOS

### Material

#### Amidos

Foram utilizados amido de taro e biri extraídos como descrito por Leonel et al. (2002). Amidos de milho e mandioca comerciais fornecidos pela Cargill Agrícola S. Aspectos desses amidos visualizados por microscopia eletrônica são encontrados na Figura 2.

#### Extrato

Para obter produtos com características mais próximas à realidade do uso farmacêutico, foi utilizado extrato aquoso de boldo, com teor de massa seca ajustado entre 15 a 17%, de acordo com procedimento realizado pela empresa Centroflora - Anidro do Brasil.

#### Produtos:

Os produtos atomizados foram recolhidos imediatamente após o processamento, embalados em sacos plásticos com barreira para umidade e lacrados, sendo posteriormente caracterizados, de acordo com procedimento realizado pela empresa Centroflora - Anidro do Brasil.

### Métodos

#### Equipamento

A secagem foi realizada em um *spray dryer* de laboratório, Lab Plant/ Spray Dryer SD 04.

#### Condições de operação

Pressão 6 lb/in<sup>2</sup>, fluxo 7,6 mL/mim, bico 1 cm. A temperatura de entrada foi fixada em 200°C e a de saída variou em função da operação de atomização conforme consta da Tabela 1. Para comparação dos resultados, estas

condições foram fixadas para os quatro experimentos com os amidos usados como suportes. As condições de operação foram determinadas após ensaios no equipamento.

### Microscopia

A análise de imagem das partículas dos produtos secos foi feita em microscópio ótico AXIOSKOPII-Zeiss com sistema de análise de imagem com o *software* KS 300. Foram preparadas lâminas a seco para caracterização visual do material e com glicerina para contagem.

A granulometria dos produtos foi feita segundo Schoch & Maywald (1956) com as seguintes adaptações: a dispersão de pequenas quantidades produto foi feita em uma lâmina de vidro, usando glicerina P.A. O uso de glicerina dificulta a dissolução dos componentes solúveis dos produtos atomizados e a absorção de água pelos grânulos de amido que poderiam inchar e apresentar diâmetros maiores que os reais. A dispersão nas lâminas foi recoberta com uma lamínula. Em cada lâmina foram feitas 20 contagens em um total de cinco lâminas na objetiva de 10X com ocular de 10X, perfazendo 100 contagens (Daiuto & Cereda, 2003).

### Umidade

Foi determinada segundo normas do Instituto Adolfo Lutz (1985), e consiste na determinação da porcentagem de água, resultado da diferença de massa da mesma no produto antes e depois de secagem em estufa a 105°C.

### Atividade de água

Medida em equipamento analisador de atividade de água, modelo PawKit, série P01071, DECAGON. A atividade de água (*Aw*) é a medida da disponibilidade de água ativa em um produto, sendo  $Aw = \% \text{ umidade relativa} / 100$ .

### Densidade aparente

Uma quantidade de amostra, ao redor de 20 gramas do produto em pó foi pesada e colocada em uma proveta graduada de 100 mL. A amostra foi delicadamente compactada por 10 batidas em manta de borracha de uma altura de 15 cm (Farmacopéia Brasileira, 1977). Com dados de volume e massa foi calculada a densidade aparente.

## RESULTADOS

A Tabela 1 apresenta dados de umidade e atividade de água nas amostras de produtos atomizados de extrato de boldo com suportes de amidos nativos.

A umidade do produto final variou bastante entre os produtos atomizados, assim como a atividade de água. Essa diferença pode estar ligada às características dos amidos utilizados como suporte, uma vez que as amostras foram todas acondicionadas da mesma forma.

A Tabela 2 mostra que não houve correlação entre a temperatura de saída e atividade de água ou umidade, mas que existe correlação positiva (0,66), embora fraca com a densidade aparente.

Os valores de umidade e densidade aparente

Tabela 1. Temperatura de saída do atomizador e caracterização dos produtos atomizados de extrato de folha de boldo com suportes de amidos de biri, taro, mandioca e milho.

Produto atomizado com suporte de	Temp. saída °C	AW	Umidade %	Densidade g/mL
Biri	133	0,17	11,72	694,27
Taro	132	0,14	4,68	456,13
Milho	131	0,09	9,70	521,51
Mandioca	133	0,06	7,89	581,48

mostram uma forte correlação positiva de 0,849, de forma que à medida que aumenta a umidade, aumenta também a densidade aparente, mostrando que este foi um dos fatores que influenciaram essa característica. A densidade apresentou também correlação positiva com a granulometria das partículas (diâmetro maior, menor e área), que por sua vez se correlacionou com umidade. Será importante em pesquisa futura explorar melhor essas correlações e verificar se a escolha do amido poderá influir na umidade final do produto.

A Figura 1 detalha o aspecto dos produtos desidratados elaborados com os mesmos amidos apresentados na Figura 2. O produto com amido de taro apresenta-se mais aglomerado se comparado com o produto a partir de biri. As setas apontam essas características. No caso dos amidos de mandioca e milho a situação foi intermediária.

A variação de tamanho das partículas após a atomização, incluindo em sua estrutura os grânulos de amido suportes, encontram-se na Tabela 3.

Tabela 3. Tamanho das partículas atomizadas com suportes de amidos de biri, taro, mandioca e milho.

Produtos atomizados Com suporte de	Diâmetro (µm)		Área (µm <sup>2</sup> )
	menor	maior	
Biri	41,45	56,36	1818,80
Taro	9,59	12,88	98,93
Milho	12,12	15,21	135,36
Mandioca	11,87	14,36	130,31

## DISCUSSÃO

Segundo Gava (1978), a atividade de água menor que 0,90 dificulta o crescimento bacteriano. A maioria dos mofo e leveduras é inibida entre os valores de 0,80 e 0,88, respectivamente. Algumas leveduras osmófilas conseguem sobreviver e se multiplicar mesmo em valor de Aw de 0,62, enquanto bactérias halófilas o conseguem mesmo quando a atividade de água é 0,75. Os alimentos de umidade

Tabela 2. Correlação entre temperatura de saída, umidade, atividade de água (Aw), densidade e granulometria das amostras de produtos atomizados com suportes de biri, taro, mandioca e milho.

	Diâmetro (µm)						
	Temperatura (°C)	Umidade %	A w	Densidade (g/mL)	Menor	Maior	Área
Temperatura (°C)	1,000	-*	-*	-*	-*	-*	-*
Umidade %	0,165	1,000	-*	-*	-*	-*	-*
A w	0,176	0,193	1,000	-*	-*	-*	-*
Densidade (g/mL)	0,657	0,849	0,305	1,000	-*	-*	-*
Menor (µm)	0,515	0,767	0,696	0,892	1,000	-*	-*
Maior (µm)	0,508	0,750	0,720	0,877	0,999	1,000	-*
Área (µm)	0,520	0,732	0,732	0,870	0,998	1,000	1,000

intermediária (entre 15 a 40%) e alta concentração de solúveis na água, são considerados microbiologicamente estáveis devido a sua atividade aquosa relativamente baixa, entre 0,55 e 0,80. Ainda segundo este autor, os valores de  $A_w$  obtidos nos produtos secos (Tabela 1) podem ser considerados seguros quanto ao crescimento de microrganismos.

A atividade de água é importante uma vez que pode proporcionar a contaminação microbiana ou decomposição enzimática. Além da atividade de água a umidade de produtos atomizados é fator importante para preparo de cápsulas e comprimidos. De acordo com informação pessoal obtida da empresa Centroflora Anidro do Brasil, as empresas em geral adotam valores muito baixos, máximos de 6%. Brennan et al. (1971), ao estudar fatores que afetam a desidratação de suco concentrado de laranja por atomização em escala de laboratório, obtiveram valores de umidade entre 2,0 e 2,65 %. Nos quatro experimentos que constam da Tabela 1, os valores de umidade foram mais altos que o limite adotado pelas empresas, com exceção da amostra que usou amido de taro como suporte.

Apesar deste limite ser adotado tradicionalmente pelas empresas e clientes no setor de medicamentos, sabe-se que a umidade não é o fator mais importante para preservação do produto. Com atividade de água adequada é possível contar com produto estável do ponto de vista do crescimento microbiano e alterações bioquímicas, mesmo com umidades maiores. Entretanto é imprescindível que o produto atomizado mantenha as características de fluidez compatíveis com as necessidades do mercado. A mudança de paradigma para comercialização de produto estabilizado em umidades maiores poderia representar economia de custo e processo em função de produtos comercializados com umidades muito baixas. Esses produtos apresentam problemas de ganho de umidade no armazenamento e manuseio. Para contornar esses problemas há necessidade de embalagens e cuidados especiais.

O fato de produtos atomizados, sob condições semelhantes, terem apresentado valores de atividade de água semelhantes e dentro de uma faixa considerada segura para garantir a estabilidade do produto final, aponta para a possibilidade de comercializar produto com maior teor de

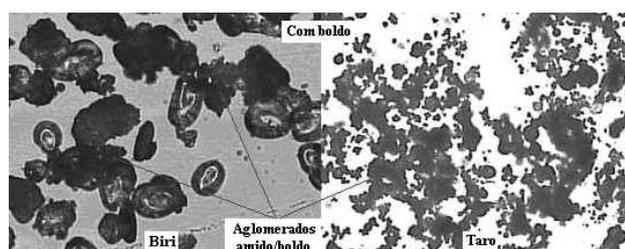


Figura 1. Estrutura microscópica dos produtos atomizados (aumento 100x) com lâmina a seco.

Legenda: setas apontam grânulos de biri recobertos por extrato de boldo e de taro com partículas mais aglomeradas.

umidade final do que a que vem sendo usada. A título de exemplo, a fécula de batata é comercializada na Europa com 18 a 20% de umidade enquanto a Legislação brasileira (Brasil, 1978), exige dos amidos comercializados teores entre 12 a 14%. Esses limites são técnicos e não influenciam na qualidade dos produtos.

Em relação ao resultado apresentado na Figura 1, sobre o aspecto dos produtos de secos elaborados com os mesmos amidos, pode-se sugerir que por seu maior diâmetro, a boldina provavelmente se depositou na superfície dos grânulos de biri, recobrando ou ficando aderente aos mesmos. No caso dos amidos de mandioca e milho a situação foi intermediária. Apesar da observação visual de aglomeração das partículas, o recobrimento em todos os casos foi superficial, o que foi confirmado na observação dos diâmetros e áreas das partículas em lâminas de glicerina como consta da Tabela 3 comparando-se com os diâmetros e áreas de amidos sem atomização (literatura).

A Figura 2 elucida o aspecto dos grânulos dos amidos usados como suporte dos produtos atomizados à base de extrato de boldo. É possível verificar a diferença de tamanho entre os grânulos, com grânulos muito pequenos do amido de taro, em comparação aos grânulos grandes do amido de biri. Amidos de milho e mandioca apresentam grânulos de tamanho equivalente.

Conforme relatado na literatura, o biri apresenta o maior tamanho de grânulo (na faixa de 25 a 45  $\mu\text{m}$ , (Hurtado, 1997), taro o menor (1,6 a 6,0  $\mu\text{m}$ , Deang & Rosário, citado por Cereda, 2001) e milho e mandioca valores intermediários. Milho com valores na faixa de 3,0 a 23,0  $\mu\text{m}$  e fécula de mandioca com tamanho na faixa de 4,0 a 35,0  $\mu\text{m}$  (Franco et al., 2001). Esperava-se, portanto, que essa proporção se mantivesse, caso houvesse influência dos grânulos de amido na granulometria do produto atomizado.

O resultado da granulometria do produto (Tabela 3) seguiu o mesmo padrão dos amidos usados como suporte.

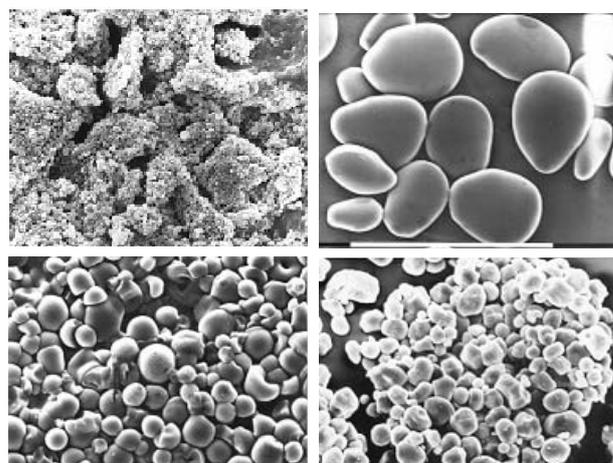


Figura 2. Aspecto de grânulos de amidos nativos de taro, biri, mandioca, e milho sob microscopia eletrônica (aumento 1350 x ). Fonte: Cereda (2001)

As figuras sugerem que houve apenas recobrimento e neste caso não seria esperado aumento muito evidente do tamanho da partícula em relação ao do grânulo de amido. Para confirmar esses resultados, a pesquisa deverá ser realizada medindo a granulometria do amido antes e depois da atomização.

A Tabela 1 mostra que o maior fator de variação foi a densidade aparente. A faixa de densidade aparente desejada para o extrato seco de boldo em indústrias é de 600 a 800g/l, para bom escoamento do produto e enchimento de cápsulas ou produção de comprimidos. Para suco de laranja concentrado desidratado por atomização em escala de laboratório, Brennan et al. (1971) encontraram valores que variaram pouco com modificações na temperatura de entrada de ar.

A Tabela 2 mostra que além da umidade, a granulometria afeta a densidade compactada dos produtos atomizados. Apesar do pequeno número de amostras, o diâmetro maior, menor e área das partículas apresentam correlação positiva com densidade. Como o diâmetro do grânulo é um dos fatores que mais influencia a granulometria dos produtos (Figura 1 e 2), pode-se considerar que a granulometria dos amidos influenciou a densidade dos produtos.

O amido de taro, que apresenta o menor tamanho de grânulo, produziu também a menor densidade aparente de partículas (456,13 g/mL). Com o produto cujo suporte utilizado foi amido de biri, o oposto foi observado, originando produto com maior tamanho de partícula (Tabela 1) e também maior densidade 694,27 g/mL. Os produtos obtidos com suporte milho e mandioca tiveram tamanho e valores de densidade intermediários.

Ressalta-se que os valores de densidade aparente, exceto para o produto obtido com amido de biri, apresentaram valores inferiores à faixa recomendada de densidade (600-800 g/mL) para uso industrial. Este fato provavelmente deve-se às condições de *spray dryer* de laboratório. Em escala industrial os resultados deverão ser reproduzidos na mesma ordem de grandeza, ou seja, produtos amido de biri com maior densidade, taro menor e mandioca e milho com valores intermediários.

As condições em que os ensaios foram realizados permitem algumas conclusões: a densidade aparente dos produtos atomizados variou e esta variação apresentou correlação positiva com o tamanho das partículas atomizadas; o tamanho das partículas atomizadas foi influenciado pelo tamanho dos grânulos de amido usados como suporte; sugere-se que uma das possibilidades para aumentar a densidade de extratos seria o uso de amidos com maior tamanho de grânulos; a densidade apresentou correlação positiva com a umidade dos produtos, apesar das condições de atomização serem as mesmas, o que leva a supor que amidos de diâmetros maiores possam originar produtos também com maior umidade; a atividade de água não apresentou correlação com a umidade ou com outros parâmetros dos produtos atomizados obtidos.

## AGRADECIMENTOS

A Profa. Adilma Regina Pippa Scamparini, Departamento de Ciências de Alimentos, Faculdade, por permitir utilização do *spray drier*.

Ao CERAT/UNESP – Botucatu, por permitir a realização das análises microscópicas.

A Cargill Agrícola S.A – Departamento Técnico – Açúcar e adoçantes, por ceder amostras de amido de milho e mandioca.

A Centoflora Anidro do Brasil, pela análise de densidade e fornecimento do extrato de boldo.

## ABSTRACT

*The influence of starch granules granulometry on apparent density of spray-dried product*

**Starches and modified starch derivations are used as carriers in the spray drying processing where apparent density is an important characteristic and should be controlled in dehydrated products for pharmaceutical use. In Brazil, the commercial starches are made from corn and cassava, but there are others with potential for extraction. The canna and taro starches were selected because they represent the extremes of granule size and thus allow the effect of this size on the apparent density of spray dried products to be tested. For comparison, commercial cassava and corn starches which are used in spray-drying and have granules of intermediate size, were also tested. The spray-drying process was carried out with a LabPlant SD 04 Spray Dryer, operating at a pressure of 6 lb/in<sup>2</sup>, air of 7,6 mL/minute, and 1 cm atomizing nozzle. The air inlet temperature was set at 200°C this model does not allow regulating outlet temperature. The spray-dryer products had *boldo* leaf extract as base, using the four starches as carrier. The dry product was evaluated for humidity, water activity (Aw), granulometry and apparent density. The results showed that the size of the particles, which was a consequence of the size of the starch granules, influenced the apparent density of the spray dried products, which as higher (694, 27 g/mL) for the canna starch and lower (456, 13 g/mL) for taro starch. Corn and cassava starches showed very close and intermediate values, 521,51 and 58,48 g/mL, which also represent the standard range of starch granule size.**

*Keywords:* spray-dryer; apparent density; granulometry; starches.

## REFERÊNCIAS

Brasil. Resolução nº 12/78 da Comissão Nacional de Normas e Padrões para Alimentos. Aprova as normas

técnicas especiais do Estado de São Paulo, revistas pela CNNPA, relativas a alimentos e bebidas. Diário Oficial, Brasília, 24 de julho de 1978. Seção 1, pt.I.

Brennam JG, Herrera J, Jowitt R. A study of some of the factors affecting the spray drying of concentrated orange juice, on laboratory scale. *J Food Technol* 1971;6:295-307.

Cereda MP. (Coord.). *Culturas de tuberosas amiláceas latino americanas*: propriedades gerais do amido. Campinas: Fundação Cargill; 2001. 221p.

Daiuto ER, Cereda MP. Amido como suporte na desidratação por atomização e em microencapsulamento. In: Cereda MP, Vilpoux OF. (Coord). *Tecnologia, usos e potencialidades de tuberosas amiláceas sul americanas*. São Paulo: Fundação Cargill; 2003. p.449-75.

*Farmacopéia brasileira*. 3.ed. São Paulo: Andrei; 1977.

Franco CMLF, Daiuto RR, Demiate IM, Carvalho LJB, Leonel M, Cereda MP, Vilpoux OF, Sarmento SBS. *Propriedades gerais do amido*. Campinas: Fundação Cargill; 2001. 221p.

Gava AJ. *Princípios de tecnologia de alimentos*. São Paulo: Nobel; 1978. 284p.

Hurtado BJJ. *Valorización de las Amiláceas "No-Cereales" Cultivadas en los Países Andinos*: Estudio de las Propiedades Fisicoquímicas y Funcionales de sus Almidones y de la Resistencia a Diferentes Tratamientos Estresantes. [Trabajo de Grado] Bogotá: Facultad de Ingeniería de Alimentos, Universidad de Bogotá; 1997.

Instituto Adolfo Lutz. *Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz*: métodos químicos e físicos para análises de alimentos. 3.ed. São Paulo, 1985. 126p.

Leonel M, Sarmento SBS, Cereda MP, Guerreiro LMR. Extração e caracterização do amido de biri (*Canna edulis*). *Braz J Food Technol* 2002;5:27-32.

Sahai D, Jackson DS. Structural and chemical properties of native corn starch granules. *Starch/Starke*, 1996;48 (7/8):249-55.

Schoch TJ, Maywald EC. Microscopic examination of modified starches. *Anal Chem* 1956;28(3):382-7.

Vilpoux OF. Produção de fécula a partir do biri (*Canna edulis*) na China. In: Cereda MP, Vilpoux OF. (Coord). *Tecnologia, usos e potencialidades de tuberosas amiláceas sul americanas*. São Paulo: Fundação Cargill; 2003. p.191-9