

**UNIVERSIDADE REGIONAL INTEGRADA DO ALTO URUGUAI E DAS MISSÕES
URI ERECHIM
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS
PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE ALIMENTOS**

ROBERTO VERLINDO

**ENCAPSULAMENTO DE NITRITO DE SÓDIO POR *SPRAY DRYING*
COM DIFERENTES MATERIAIS DE PAREDE E APLICAÇÃO EM
MORTADELA ARMAZENADA A 25 °C**

**ERECHIM, RS – BRASIL
2021**

ROBERTO VERLINDO

**ENCAPSULAMENTO DE NITRITO DE SÓDIO POR *SPRAY DRYING*
COM DIFERENTES MATERIAIS DE PAREDE E APLICAÇÃO EM
MORTADELA ARMAZENADA A 25 °C**

**Tese de Doutorado submetida ao Programa de
Pós-Graduação em Engenharia de Alimentos
da Universidade Regional Integrada do Alto
Uruguai e das Missões – URI - Campus de
Erechim.**

**Orientadores: Dr. Alexander Junges
Dr. Rogério Luis Cansian**

**ERECHIM, RS – BRASIL
2021**

ROBERTO VERLINDO

**ENCAPSULAMENTO DE NITRITO DE SÓDIO POR *SPRAY DRYING*
COM DIFERENTES MATERIAIS DE PAREDE E APLICAÇÃO EM
MORTADELA ARMAZENADA A 25 °C**

**Tese de Doutorado submetida ao Programa de
Pós-Graduação em Engenharia de Alimentos
da Universidade Regional Integrada do Alto
Uruguai e das Missões – URI - Campus de
Erechim.**

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Alexander Junges
URI Erechim

Prof. Dr. Rogério Luis Cansian
URI Erechim

Dr. Rodrigo Schwert
Aurora Alimentos

Dr^a. Adriane Pegoraro
Aurora Alimentos

Prof^a. Dr^a. Geciane Toniazco Backes
URI Erechim

Prof^a. Dr^a. Ilizandra Aparecida Fernandes
URI Erechim

DEDICATÓRIA

Dedico a minha esposa Vanessa, aos meus pais Sérgio e Marilize e ao meu irmão Ricardo.
Pelo amor, carinho, incentivo e compreensão pela ausência em alguns momentos!

AGRADECIMENTOS

A Deus, pelo dom da vida, pela graça de poder compartilhar da companhia de pessoas tão especiais, por possibilitar mais esse avanço na minha formação pessoal e profissional.

A AURORA ALIMENTOS, pelo apoio, cooperação e incentivo a minha atualização profissional.

Aos professores Cansian e Alexander, por quem tenho grande admiração e respeito.

Aos membros da banca pela compreensão e colaboração através das correções, sugestões e comentários tão pertinentes.

Ao amigo Rodrigo Schwert, pela ajuda e incentivo de sempre.

A doutoranda Patrícia Fonseca Duarte, que muito contribuiu na execução dos trabalhos, pela grande ajuda na realização da parte experimental.

A todas as pessoas que colaboraram de alguma forma, na realização deste projeto.

RESUMO

VERLINDO, Roberto. **Encapsulamento de nitrito de sódio por *spray drying* com diferentes materiais de parede e aplicação em mortadela armazenada a 25 °C (f. 62)**. Tese (Engenharia de Alimentos) – Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões – URI Erechim, 2020.

Em função da dificuldade de manter a estabilidade do nitrito de sódio em mortadela, um sal largamente aplicado como aditivo em produtos cárneos para promover a conservação, impedindo alterações microbianas e enzimáticas, o uso de técnicas de microencapsulação por atomização é uma potencial alternativa para a solução do problema, visto que grandes quantidades de nitrito de sódio são reduzidas durante o *shelf life* do produto, reagindo com outros compostos presentes no meio, sofrendo modificações, podendo fazer com que o alimento fique suscetível ao ataque de patógenos com essa demasiada reação de redução. Neste sentido, o objetivo deste trabalho foi avaliar diferentes materiais de parede para a microencapsulação do nitrito de sódio em *spray dryer*. Com base nas formulações testadas para o microencapsulamento do nitrito de sódio, somente foram observadas formações de micropartículas nas emulsões contendo 10% de goma arábica (GA) e a formulação contendo 5% de GA + 5% de maltodextrina (MD). A partir dos resultados obtidos por meio das análises de difração de raio-X, os materiais de parede testados apresentam uma estrutura amorfa que pode ter sido modificada após a incorporação de nitrito de sódio a esses materiais. Em relação a umidade, densidade aparente e atividade de água, as formulações apresentaram resultados relativamente baixos, o que garante a estabilidade dos produtos, dificultando o aparecimento de microrganismos. Por fim a aplicação dos materiais microencapsulados em mortadela, conferiram ao produto maior estabilidade na reação de redução do nitrito de sódio. Em relação a coloração vermelha do produto contendo 5% de GA + 5% de MD, apresentou diferença significativa ($p < 0,05$) em relação as demais amostras estando com concordância com o residual de nitrito e nitrato de sódio observados até o final do *shelf life* da mortadela.

Palavras Chave: Shelf life; Produto cárneo; Estabilidade; *Spray dryer*; Materiais de parede.

ABSTRACT

VERLINDO, Roberto. **Sodium nitrite encapsulation by spray drying with different wall materials and application in mortadella stored at 25 °C (f. 62)**. Thesis (Food Engineering) – Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões – URI Erechim, 2020.

Due to the difficulty of maintaining the stability of sodium nitrite in mortadella, a salt widely applied as an additive in meat products to promote conservation, preventing microbial and enzymatic alterations, the use of spray microencapsulation techniques is a potential alternative for the solution of the problem, since large amounts of sodium nitrite are reduced during the shelf life of the product, reacting with other compounds present in the environment, undergoing modifications, which can make the food susceptible to attack by pathogens with this excessive reduction reaction. In this sense, the objective of this work was to evaluate different wall materials for the microencapsulation of sodium nitrite in a spray dryer. Based on the formulations tested for the microencapsulation of sodium nitrite, microparticle formations were only observed in the emulsions containing 10% gum arabic (GA) and the formulation containing 5% GA + 5% maltodextrin (MD). From the results obtained through the X-ray diffraction analysis, the tested wall materials present an amorphous structure that may have been modified after the incorporation of sodium nitrite to these materials. Regarding moisture, bulk density and water activity, the formulations showed relatively low results, which guarantees the stability of the products, hindering the appearance of microorganisms. Finally, the application of microencapsulated materials in mortadella gave the product greater stability in the sodium nitrite reduction reaction. Regarding the red color of the product containing 5% GA + 5% MD, there was a significant difference ($p < 0.05$) in relation to the other samples, being in agreement with the residual nitrite and sodium nitrate observed until the end of the shelf life of bologna.

Keywords: Shelf life; Meat product; Stability; Spray dryer; Wall materials.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - (A) microesfera – o agente ativo está distribuído em uma matriz polimérica; (B) microcápsula – o agente ativo está envolvido pelo agente encapsulante (polímero).	20
Figura 2 - Fluxograma do processo <i>spray drying</i> (baseado em Scher, 1999).	23
Figura 3 - Etapas de desenvolvimento do microencapsulamento de NaNO ₂ por <i>spray drying</i> e aplicação em mortadela.....	25
Figura 4 - Spray dryer utilizado no encapsulamento do nitrito de sódio.	28
Figura 5 - Fluxograma de produção de mortadelas.....	31
Figura 6 - Difratoograma dos materiais de parede utilizados no encapsulamento de nitrito de sódio por <i>spray drying</i>	37
Figura 7 - Morfologia dos materiais de parede e do nitrito de sódio: (a) goma arábica + maltodextrina (ampliação de 20 vezes), (b) goma arábica (ampliação de 20 vezes), (c) colágeno (ampliação 200 vezes) e (d) nitrito de sódio (ampliação de 200 vezes).	38
Figura 8 - Comportamento de viscosidade da solução de colágeno 3,75% + nitrito de sódio (a), goma arábica 20% + nitrito de sódio (b) e goma arábica 10% + nitrito de sódio e goma arábica 5% + maltodextrina 5% + nitrito de sódio (c).....	40
Figura 9 - Difratoograma das micropartículas obtidas com diferentes materiais de parede no encapsulamento de nitrito de sódio por <i>spray drying</i>	42
Figura 10 - Morfologia dos encapsulados com diferentes materiais de parede: (a) e (b) 5% goma arábica + 5% maltodextrina + nitrito de sódio (ampliação de 20 e 200 vezes), (c) e (d) 10% goma arábica + nitrito de sódio (ampliação de 20 e 200 vezes).	45
Figura 11 - Resultados de atividade de água da mortadela controle, mortadela com 10% de goma + nitrito de sódio e mortadela com 5% de goma + 5% de maltodextrina + nitrito de sódio.	46

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Variáveis de processo utilizadas na microencapsulação de nitrito de sódio por spray drying com diferentes materiais de parede.....	28
Tabela 2 - Percentual de adição de NaNO_2 livre e encapsulado na formulação da mortadela.	31
Tabela 3 – Teores de atividade de água e umidade dos materiais de paredes utilizados no processo de encapsulamento por <i>spray drying</i>	36
Tabela 4 - Resultados de atividade de água, umidade, densidade aparente e solubilidade em água do microencapsulado de 10% goma arábica + nitrito de sódio e 5% goma arábica + 5% maltodextrina + nitrito de sódio.	43
Tabela 5 - Avaliação da homogeneidade de distribuição do nitrito de sódio nos encapsulados obtidos por spray drying.	43
Tabela 6 - Representação matemática do residual de nitrito e nitrato de sódio (ppm) das amostras mortadela controle, mortadela com 10% de goma arábica + nitrito de sódio e mortadela com 5% de goma + 5% de maltodextrina + nitrito de sódio.	49
Tabela 7 - Parâmetro de cor L^* , a^* e b^* das amostras mortadela controle, mortadela com 10% de goma + nitrito de sódio e mortadela com 5% de goma + 5% de maltodextrina + nitrito de sódio.	50
Tabela 8 - Resultados das análises de amido, gordura, proteína e umidade das amostras de mortadela controle, mortadela com 10% de goma + nitrito de sódio e mortadela com 5% de goma + 5% de maltodextrina + nitrito de sódio.....	51
Tabela 9 – Resultados das análises de Contagem Sulfito Redutor a 46 °C, Coliformes a 45 °C, Staphylococcus Coagulase Positiva, Listeria monocytogenes e Salmonella sp. das amostras de mortadela controle, mortadela com 10% de goma + nitrito de sódio, mortadela com 5% e padrões microbiológicos estabelecidos pelo MAPA.....	53

SUMÁRIO

1 – INTRODUÇÃO	12
2 – OBJETIVOS	14
2.1 – Objetivo geral	14
2.2 – Objetivos específicos	14
3 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
3.1 – Industrialização de Carnes	15
3.2 – Mortadela.....	15
3.3 – Nitrito de Sódio	17
3.4 – Microencapsulação.....	19
3.5 – Materiais encapsulantes	21
3.6 – Métodos de microencapsulação	22
3.7 – <i>Spray drying</i>	23
4 – MATERIAIS E MÉTODOS.....	25
4.1 – Reagentes	25
4.2 – Preparo das soluções	25
4.2.1 – Solução de sulfanilamida a 0,5%.....	25
4.2.2 – Solução de cloreto de alfa-naftiletilenodiamina a 0,5%.....	26
4.2.3 – Solução padrão de nitrito de sódio.....	26
4.3 – Preparo da curva padrão de nitrito de sódio	26
4.4 – Preparo das soluções com diferentes materiais de parede para encapsulamento no <i>spray drying</i>	27
4.5 – Determinação da viscosidade das soluções	27
4.6 – Encapsulamento por <i>spray drying</i>	27
4.7 – Caracterização do encapsulado	28
4.7.1 – Quantificação do nitrito de sódio no encapsulado.....	28
4.7.2 – Difração de raio-X.....	29
4.7.3 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	29
4.7.4 – Determinação da umidade.....	29
4.7.5 – Determinação da atividade de água	30
4.7.6 – Densidade aparente	30
4.7.7 – Solubilidade em água	30
4.7.8 – Avaliação da homogeneidade de distribuição do nitrito de sódio no encapsulado	30
4.7.9 – Rendimento do encapsulado	31
4.8 – Aplicação do encapsulado em mortadela	31
4.8.1 – Preparo das amostras	31

4.9 – Avaliação da estabilidade das amostras de mortadela	32
4.9.1 – Determinação do residual de nitrito e nitrato de sódio	32
4.9.2 – Determinação objetiva de cor	33
4.9.3 – Determinação de pH.....	33
4.9.4 – Determinação de atividade de água	33
4.9.5 – Determinação de umidade.....	33
4.9.6 – Determinação de proteína	33
4.9.7 – Determinação de gordura	34
4.10 – Análises microbiológicas.....	34
4.11 – Análise Estatística	35
5 – RESULTADOS E DISCUSSÃO	36
5.1 – Caracterização dos materiais de parede	36
5.1.1 – Atividade de água e umidade	36
5.1.2 – Difração de raio-x	37
5.1.3 – Imagens MEV	38
5.2 – Determinação da viscosidade das soluções	39
5.3 – Avaliação do comportamento das soluções com diferentes materiais de parede durante a secagem no <i>spray drying</i>	41
5.4 – Caracterização do encapsulado com diferentes materiais de parede.....	41
5.4.1 – Difração de Raio-X	41
5.4.2 – Atividade de água, umidade, densidade aparente e solubilidade em água do encapsulado	42
5.4.3 – Avaliação da homogeneidade de distribuição do nitrito de sódio no encapsulado	43
5.4.4 – Rendimento do encapsulado	44
5.4.5 – Imagens MEV	44
5.5 – Aplicação do encapsulado na produção de mortadela.....	46
5.5.1 – Atividade de água e pH.....	46
5.5.2 – Determinação do residual de nitrito e nitrato de sódio	48
5.5.3 – Determinação objetiva de cor	50
5.5.4 – Análises físico-químicas exigidas em RTIQ	51
5.5.5 – Análises microbiológicas.....	52
6 – CONCLUSÃO	55
7 – SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS.....	56
8 – REFERÊNCIAS	57

1 – INTRODUÇÃO

A origem do processamento de carnes é remota e, provavelmente, surgiu a partir do momento que a humanidade aprendeu a trabalhar com o sal como agente de preservação. Os embutidos, particularmente, estão entre as formas mais antigas de processamento de carnes, preservados por um conjunto de métodos, dentre os quais, a secagem, salga, defumação, condimentação e, às vezes, o cozimento.

Alguns povos da Ásia Menor moíam carnes parcialmente desidratadas e faziam embutidos com adição de condimentos. Mais tarde, de forma independente, esta descoberta foi feita pelos chineses e, então, vários tipos de embutidos foram produzidos 2000 anos antes da Era Cristã (BORGSTRON, 1976). No Brasil, as primeiras formulações de embutidos chegaram com imigrantes europeus. Hoje, existe uma infinidade de tipos, feitos com diferentes carnes, temperos, formatos e formas de processamento.

A mortadela é o produto cárneo industrializado, obtido de uma emulsão das carnes de animais de açougue, acrescido ou não de toucinho, adicionado de ingredientes, embutido em envoltório natural ou artificial, em diferentes formas, e submetido ao tratamento térmico adequado (BRASIL, 1999).

O uso de nitrito na cura de carne proporcionou inúmeros benefícios para produtos cárneos curados desde a descoberta inicial nitrito como agente de cura de carne (HALDANE, 1901; HOAGLAND, 1983). Maior segurança alimentar, melhor sabor e estabilidade lipídica e maior prazo de validade de produtos de carne curada estão entre as vantagens típicas produtos de carne curada (SINDELAR & MILKOSKI, 2011). O uso de nitrito em produção de carne de aves curada criou um grupo de produtos cujos sabores, cores e texturas específicos não podem ser reproduzido usando qualquer outro ingrediente (PEGG e SHAHIDI, 2000).

Ao longo do *shelf life* dos produtos cárneos a concentração de nitrito de sódio diminui rapidamente, podendo afetar a qualidade e a segurança microbiológica do produto. Uma alternativa, é a microencapsulação do nitrito de sódio para fazer a liberação controlada no produto e garantir maior estabilidade em sua reação de conversão. Até o presente momento, não foram encontrados na literatura trabalhos com microencapsulação de nitrito de sódio e sua aplicação em produtos cárneos, avaliando a sua reação de conversão durante o *shelf-life*, sendo inédito esse acompanhamento.

Microencapsulação é o processo de envolver uma substância dentro de uma outra substância de pequena escala, produzindo cápsulas de um micron a várias centenas de microns de tamanho. A eficiência de encapsulação de micropartículas ou microesferas ou microcápsulas depende de diferentes fatores como concentração do polímero, solubilidade do polímero no solvente, taxa de remoção do solvente, solubilidade do solvente orgânico na água, etc. A microencapsulação pode ser alcançada por uma miríade de técnicas. As substâncias podem ser microencapsuladas com a intenção de que o núcleo do material deve ser confinado dentro de uma cápsula por um período de tempo específico. Alternativamente, o núcleo dos materiais podem ser encapsulados de modo que o material do núcleo seja liberado gradualmente através das paredes da cápsula, conhecida como libertação controlada ou difusão, ou quando condições desencadeiam as paredes da cápsula para romper, derreter ou dissolver.

O Departamento de Inspeção de Produtos de Origem Animal (DIPOA), através do Ofício-Circular 005/2015 (CGI/DIPOA/SDA), estabelece o controle de atividade de água de no máximo 0,955 para as mortadelas “estáveis à temperatura ambiente” (BRASIL, 2015), para tal controle as empresas necessitaram reformular grande parte de seus produtos, fazendo uso de diferentes aditivos e/ou coadjuvantes de tecnologia para retenção da água livre presente na mortadela e garantir o atendimento ao parâmetro de atividade de água.

Neste contexto, o objetivo deste trabalho foi submeter o nitrito de sódio (NaNO_2) a micromicroencapsulação utilizando a técnica de *spray dryer* com diferentes polímeros de cobertura, realizar a caracterização e aplicar o microencapsulado em mortadela, acompanhando os impactos durante o *shelf life* frente a estabilidade físico-química e microbiológica, durante 60 dias de armazenamento a temperatura de 25 °C.

2 – OBJETIVOS

2.1 – Objetivo geral

Esse trabalho tem por objetivo reduzir a velocidade de reação de conversão do nitrito de sódio em mortadelas, utilizando a técnica de *spray dryer* para encapsulação com diferentes materiais de cobertura, permitindo que ao final do *shelf life* do produto, o residual de nitrito e nitrato de sódio não seja consumido quase que em sua totalidade.

2.2 – Objetivos específicos

- Caracterizar os materiais de parede utilizados como polímero de cobertura.
- Microencapsular o nitrito de sódio (NaNO_2) com diferentes polímeros de cobertura, utilizando a técnica de *spray dryer*.
- Caracterizar as micropartículas de NaNO_2 em diferentes polímeros de cobertura.
- Aplicar o microencapsulado em mortadela, acompanhando os impactos durante o *shelf life* frente a estabilidade físico-química e microbiológica durante 60 dias de armazenamento a temperatura de 25 °C.

3 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 – Industrialização de Carnes

A industrialização consiste na transformação das carnes em produtos cárneos. Realiza integralmente um ciclo que tem o seu início na produção de carnes com qualidade (TERRA, 1998).

A industrialização da carne entre os seus objetivos maiores visa aumentar a sua vida útil, desenvolver diferentes sabores e utilizar partes do animal de difícil comercialização quando no estado fresco. A carne devida, ao seu elevado valor nutricional e à sua grande quantidade de água disponível, torna-se um alvo fácil tanto dos microrganismos deterioradores como dos microrganismos capazes de ocasionar danos à saúde do consumidor. Os empregos dos aditivos, do calor e do frio, bem como o uso de boas práticas de fabricação possibilitam a obtenção de produtos cárneos saudáveis e seguros (TERRA, 1998).

Produtos cárneos emulsionados como as salsichas, salsichões e mortadelas são populares e consumidos em refeições rápidas. Representam um relevante segmento das carnes processadas fazendo parte do consumo dos brasileiros, com considerável importância na economia nacional (BETANHO et al., 1994). A classe das mortadelas, por sua excelente relação custo/benefício, representa expressiva parcela do total do volume comercializado de produtos embutidos cárneos emulsionados (YUNES, 2010).

Para Evangelista (2001) o produto industrializado apresenta vantagens como: maior aproveitamento das matérias primas, facilidade de armazenamento e consumo, melhorias nas qualidades organolépticas e aumento na vida de prateleira.

3.2 – Mortadela

A mortadela por tratar-se de um embutido emulsionado que apresenta mundialmente alta aceitação pelos consumidores quando comparado aos demais produtos cárneos processados. Esta se popularizou no Brasil, por tratar-se de um produto elaborado a partir de carnes de várias espécies de animais e por possuir uma legislação que permite vasta classificação (GUERRA, 2010).

No passado, a fabricação de embutidos emulsionados era considerada mais uma arte do que uma ciência. No entanto, com o crescimento da industrialização de

carnes e sua relevância econômica, tornou-se necessário um maior entendimento dos princípios envolvidos na elaboração destes produtos, visto que novas tecnologias e equipamentos promoveram novas e eficazes maneiras de expor as proteínas, para, após, emulsificá-las com a gordura (YUNES, 2010).

Na fabricação de mortadelas, carnes e demais ingredientes são intensamente triturados, obtendo-se uma massa homogênea que tem sido convencionalmente denominada emulsão (BETANHO et al., 1994).

No processamento deste produto, são utilizados equipamentos específicos como o cutter ou emulgador, responsáveis pela cominuição e mistura das carnes, gordura, água sal e demais ingredientes, conferindo uniformidade ao produto em relação ao tamanho das partículas e a distribuição dos ingredientes (OLIVO & SHIMOKOMAKI, 2002).

A mortadela, um produto cárneo industrializado, obtido de uma emulsão das carnes de animais de açougue, acrescido ou não de toucinho, adicionado de ingredientes, embutido em envoltório natural ou artificial, em diferentes formas, e submetido ao tratamento térmico adequado (BRASIL, 1999).

Existem diferentes classificações para a mortadela, de acordo com a composição da matéria-prima e das técnicas de processamento (BRASIL, 1999):

- Mortadela - Carnes de diferentes espécies de animais de açougue, carnes mecanicamente separadas, até o limite máximo de 60%; miúdos comestíveis de diferentes espécies de animais de açougue (estômago, coração, língua, fígado, rins, miolos), pele e tendões no limite de 10% (máx) e gorduras.
- Mortadela Tipo Bologna - Carnes bovina e/ou suína e/ou ovina e carnes mecanicamente separadas até o limite máximo de 20%, miúdos comestíveis de bovino e/ou suíno e/ou ovino (estômago, coração, língua, fígado, rins, miolos), pele e tendões no limite de 10% (máx) e gorduras.
- Mortadela Italiana - Porções musculares de carnes de diferentes espécies de animais de açougue e toucinho, não sendo permitida a adição de amido.
- Mortadela Bologna - Porções musculares de carnes bovina e/ou suína e toucinho, embutida na forma arredondada, não sendo permitida a adição de amido.

- Mortadela de Carne de Ave - Carne de ave, carne mecanicamente separada, no máximo de 40%, até 5% de miúdos comestíveis de aves (fígado, moela e coração) e gordura.

O regulamento técnico de identidade e qualidade (RTIQ) estabelece os padrões físico-químicos da mortadela popular são: carboidratos totais no máximo de 10%; amido máximo de 5,0%; umidade máxima de 65%; gordura máxima de 30%; proteína no mínimo de 12%; teor de cálcio em base seca no máximo de 0,9%. O somatório entre carboidratos e amido não deverá ultrapassar 10% (BRASIL, 2000), e os padrões microbiológicos devem seguir os parâmetros do regulamento técnico sobre padrões microbiológicos, que define critérios e padrões de micro-organismos (BRASIL, 2001).

Como ingredientes opcionais, as mortadelas podem apresentar água, gordura animal e/ou vegetal, proteína vegetal e/ou animal, aditivos intencionais, agentes de liga, açúcares, aromas, especiarias, condimentos e proteínas não cárnicas de no máximo 4,0% e, nas mortadelas bologna e italiana, é permitido somente às proteínas lácteas (BRASIL, 2000). A adição de aditivos alimentares e seus limites nas mortadelas são estabelecidos através da Instrução Normativa 51/2006 (BRASIL, 2006).

3.3 – Nitrito de Sódio

Após o processamento tecnológico e durante comercialização, mortadelas são basicamente preservada pela ação de curar sais e atividade de água (a_w). Os sais de cura podem ser usados em mortadelas a uma concentração de no máximo 150 ppm (nitrito INS 250) e 300 ppm (nitrito INS 251) (BRASIL, 1999), mas o uso deste aditivo acima dos limites representa um fator de riscos toxicológicos para a saúde humana. Sais de cura tem por função a redução da rancidez, inibir alguns microrganismos patogênicos e deteriorantes e contribuir para o desenvolvimento de sabor e cor em carnes curadas (HONIKEL, 2008).

É bem conhecido que *Clostridium botulinum* é o principal microrganismo afetado por nitrito e ação de nitrito em alimentos curados (TOMPKIN, 1983), e propriedades antimicrobianas do nitrito também foram testadas contra vários outros microrganismos, incluindo *S. aureus* (BANG et al., 2008). Embora os benefícios de estabilidade de cor e sabor derivados de usar nitrito sejam claros, de maior

significância são suas propriedades inibitórias contra *Clostridium botulinum* e outras espécies de *Clostridium* (i.e., *C. butyricum*, *C. tyrobutyricum*, *C. sporogenes* e *C. perfringens*) (JAY, 2000).

O nitrito desempenha um papel importante na segurança botulinal de produtos cárneos curados. Quando utilizado em níveis adequados, retarda o crescimento de *Clostridium botulinum* e retarda a produção da sua neurotoxina mortal. Embora a incidência de esporos do botulismo em carne seja muito baixa, fatores tais como, a grande quantidade de carnes curadas consumida, o potencial de mau armazenamento destes produtos e a natureza da doença, exigem a utilização de nitrito ou outro composto igualmente eficaz para segurança extra. Níveis residuais de nitrito e nitrosaminas em carnes curadas vêm diminuindo nos últimos anos por meio de controles e pesquisas realizados pela indústria da carne e instituições relacionadas.

O uso de nitrito na cura de carne proporcionou inúmeros benefícios para produtos cárneos curados desde a descoberta inicial nitrito como agente de cura de carne (HALDANE, 1901; HOAGLAND, 1983). Maior segurança alimentar, melhor sabor e estabilidade lipídica e maior prazo de validade de produtos de carne curada estão entre as vantagens típicas produtos de carne curada (SINDELAR et al., 2011). O uso de nitrito em produção de carne e aves curadas criou um grupo de produtos cujos sabores, cores e texturas específicos não podem ser reproduzidos usando qualquer outro ingrediente (PEGG & SHAHIDI, 2000).

A quantidade de nitrito inicialmente adicionada é a principal responsável pela segurança dos produtos cárneos durante a estocagem. O grau de inibição é maior com níveis iniciais mais elevados de nitrito (CHRISTIANSEN et al., 1973). A queda do nível de nitrito em produtos cárneos tem início logo após sua adição ao produto e é contínua, dependendo de fatores tais como: composição do produto, pH, processamento e temperatura de estocagem. O nitrito residual também exerce efeito na inibição do *C. botulinum* (PIERSON & SMOOT, 1982).

O nitrito em carnes processadas pode inibir o crescimento de patógenos de origem alimentar e bactérias deteriorantes de alimentos por meio de vários mecanismos, incluindo a absorção de oxigênio e interrupção da fosforilação oxidativa, formação de ácido nitroso e NOs e interrupção de enzimas críticas no metabolismo bacteriano, como a aldolase (LEE et al., 2018).

HAUSCHILD et al. (1982) inocularam 10^4 esporos de *C. botulinum* tipos A e B em pasta de fígado embutida em filmes de poliéster, formulada com 0,50, 100 e 150

mg de nitrito de sódio/kg e armazenaram o produto a 27°C. Verificaram que as amostras ficaram tóxicas ao fim de uma semana, quando os níveis de nitrito eram de 0,50 e 100 mg/kg; as amostras contendo 150 mg de nitrito/kg somente ficaram tóxicas ao final de duas semanas de armazenamento àquela temperatura.

HUSTAD et al. (1973) estudaram o efeito do nitrito e do nitrato de sódio na formação de toxina botulínica, em salsichas inoculadas com 620 esporos de *C. botulinum* tipos A e B por grama, incubadas a 27 °C durante 56 dias. Seis diferentes concentrações de nitrito de sódio (0,50, 100, 150, 200 e 300 mg/kg) e quatro níveis de nitrato de sódio (0,50, 150 e 450 mg/kg) foram utilizados na formulação das salsichas. Quando não foi adicionado nitrito, amostras tóxicas foram detectadas após 14 dias a 27 °C. No nível mais baixo de nitrito (50 mg/kg) e sem adição de nitrato, foi encontrada uma amostra tóxica após 56 dias de incubação; níveis mais elevados de nitrito adicionados com ou sem nitrato, inibiram completamente a produção de toxina durante o período de 56 dias de incubação a 27 °C. Estes autores relataram que, após a adição do nitrito à carne, a concentração inicial deste sal diminuiu em média 16%, ocorrendo, ainda, uma redução adicional de aproximadamente 51% durante o processamento, restando, ao final do processamento, em média, 33% da quantidade inicialmente adicionada. Ainda que o nível de nitrito residual tenha diminuído para 3 mg/kg durante a estocagem, não foi detectada, durante aquele período, toxina botulínica em amostras inicialmente formuladas com 100 mg de nitrito/kg. O nitrato de sódio adicionado isoladamente até concentração de 450 mg/kg mostrou-se pouco eficiente na prevenção da toxigênese.

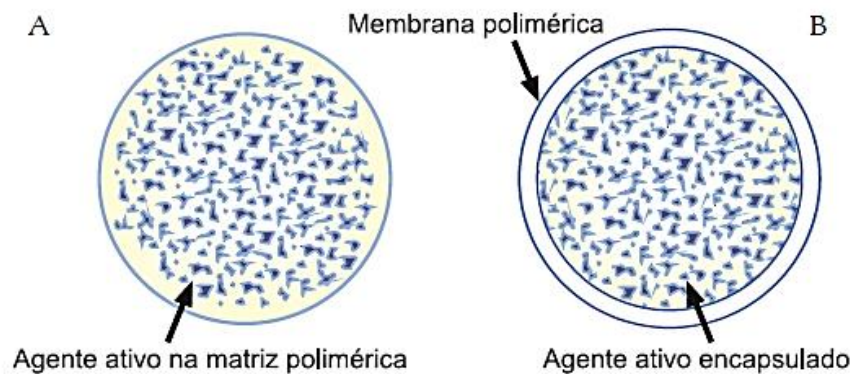
3.4 – Microencapsulação

A tecnologia de microencapsulação possibilita a proteção de componentes como pigmentos, aromas, acidulantes, microrganismos, dentre outros. Define-se como uma tecnologia de aprisionamento de materiais sólidos, líquidos ou gasosos, selados em capsulas que liberam seu conteúdo em quantidades controladas em condições específicas (DZIEZAK, 1998). Estas minúsculas embalagens, denominadas “microcápsulas” têm tamanho e forma variados que dependem do material encapsulado, dos agentes naturais encapsulantes e da tecnologia empregada.

Dentre as metodologias mais utilizadas na formação de microcápsulas estão: *spray drying*, *spray cooling*, *spray chilling*, microencapsulação por extrusão, secagem por leito fluidizado, coacervação e microencapsulação em fluido supercrítico.

As micropartículas são subdivididas em microesferas e microcápsulas, segundo a sua estrutura. São denominadas microesferas as partículas compactas constituídas por uma rede polimérica na qual a substância ativa se encontra distribuída no seu estado sólido ou molecular. Já as microcápsulas são as partículas constituídas por um núcleo interno contendo o agente ativo recoberto por uma camada de polímero de espessura variável (BATYCKY et al., 1997; LINHARD, 1988). A Figura 1 representa a estrutura de uma microesfera e de uma microcápsula.

Figura 1 - (A) microesfera – o agente ativo está distribuído em uma matriz polimérica; (B) microcápsula – o agente ativo está envolvido pelo agente encapsulante (polímero).



Fonte: Suave et al. (2006)

O conceito de microcápsula surgiu da idealização do modelo celular. Neste, a membrana que envolve e protege o citoplasma e os demais componentes exerce ao mesmo tempo outras funções, como controlar a entrada e a saída de material na célula. De modo semelhante, a microcápsula consiste em uma camada de um agente encapsulante, geralmente um material polimérico que atua como um filme protetor, isolando a substância ativa (gotículas líquidas, partículas sólidas ou material gasoso) e evitando o efeito de sua exposição inadequada. Essa membrana se desfaz sob estímulo específico, liberando a substância no local ou momento ideais (SUAVE, 2006).

De acordo com o seu tamanho, as cápsulas são classificadas como nanopartículas ou micropartículas, variando de 0,01 a 0,2 μm e de 1 a 100 μm

(MARTIN, 1993). Acima de 100 μm elas são denominadas de macropartículas (SANTOS et al., 2000).

A microencapsulação tem inúmeras aplicações, e uma delas está no setor alimentício: na encapsulação de óleos essenciais para prevenir a oxidação e a perda de substâncias voláteis e controlar a liberação do aroma. A aplicação dessa tecnologia estende-se à incorporação de corantes, temperos, acidulantes, vitaminas e minerais. A técnica de microencapsulação protege esses ingredientes contra perdas nutricionais e preserva cor e sabores (inibindo a reação com outros materiais), além de aumentar a vida de prateleira e incorporar aos alimentos mecanismos de controle de liberação de certos componentes (RÉ, 2000).

Outras indústrias que desenvolvem formulações com micropartículas são as de cosméticos, pigmentos, adesivos, agentes de cura e encapsulação de células vivas, incluindo enzimas e microrganismos (SANTOS et al., 2000).

A microencapsulação pode ser uma maneira eficiente de introduzir tais componentes nesses produtos. A microencapsulação é definida como um processo para aprisionar uma substância (agente ativo) dentro de outra substância (material da parede) (FARIDI et al., 2015). O principal objetivo do encapsulamento é proteger o material do núcleo de condições ambientais adversas, tais como efeitos indesejáveis de luz, umidade e oxigênio, contribuindo assim para um aumento na vida útil do produto e promovendo uma liberação controlada do encapsulado (POURASHOURI et al., 2014).

3.5 – Materiais encapsulantes

O material encapsulante é selecionado em função das propriedades físicas e químicas do agente ativo, da aplicação pretendida e do método utilizado para formar as micropartículas. Segundo Santos et al. (2000), o encapsulante ideal deve apresentar baixa viscosidade em concentrações elevadas e ser de fácil manipulação durante o processo; possuir baixa higroscopicidade, para facilitar a manipulação e evitar aglomeração; não ser reativo com o material a ser encapsulado; ter habilidade de selar e segurar o material ativo dentro da estrutura da cápsula; liberar completamente o solvente ou outros materiais utilizados durante o processo de encapsulação; proporcionar máxima proteção ao material ativo contra condições adversas, tais como luz, pH, oxigênio e ingredientes reativos; ser solúvel em solventes

comumente usados; possuir as propriedades desejadas de liberação do material ativo; não apresentar sabor desagradável no caso de consumo oral; e ser econômico.

Os materiais mais utilizados como encapsulantes incluem:

- Carboidratos: amido, dextrinas, açúcar, xarope de milho, celuloses;
- Gomas: goma arábica, alginato de sódio, carragena;
- Lipídeos: cera, parafina, triestearina, ácido esteárico, monoglicerídeos e diglicerídeos, óleos e gorduras hidrogenadas;
- Poliésteres naturais: poli (hidroxialcanoatos), tais como poli (3-hidroxi butirato) P (3HB), poli (3-hidroxi valerato) P (3HV) e seus copolímeros;
- Polímeros sintéticos: poli (D, L-ácido láctico) (PDLA), poliacrilatos, copolímeros de polietileno-co-propileno, poli (ϵ -caprolactona) (PCL);
- Proteínas: glúten, caseína, gelatina, albumina;
- Quitosana: fonte alternativa extraída da casca de crustáceos.

3.6 – Métodos de microencapsulação

A quantidade de métodos de microencapsulação patenteados ascende a várias centenas, e é previsível que esse número continue crescendo à medida que forem surgindo novos materiais encapsulantes e novos princípios ativos que requeiram processamentos específicos para a sua microencapsulação (VILA JATO, 1999; FRAKOLAKI et al., 2021).

A escolha do método mais adequado depende do tipo do material ativo, da aplicação e do mecanismo de liberação desejado para a sua ação. A diferença básica entre os métodos existentes está no tipo de envolvimento ou aprisionamento do material ativo pelo agente encapsulante, visto que a combinação entre o material e o agente ativo pode ser de natureza física, química ou físico-química.

Métodos físicos: *spray drying*, *spray cooling*, pulverização em banho térmico, leite fluidizado, extrusão centrífuga com múltiplos orifícios, cocristalização e liofilização.

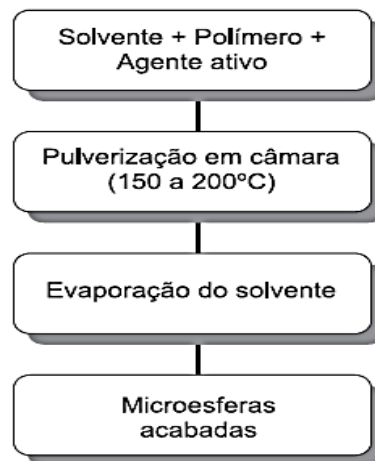
Métodos químicos: inclusão molecular e polimerização interfacial.

Métodos físico-químicos: coacervação ou separação de fases, emulsificação seguida de evaporação do solvente, pulverização em agente formador de reticulação e envolvimento lipossômico (SANTOS et al., 2000).

3.7 – *Spray drying*

Com a utilização da técnica de *spray dryer*, o material ativo a ser encapsulado é misturado a uma solução do composto que constitui o material encapsulante, formando uma emulsão. Ao ser atomizado dentro do secador, ocorre a evaporação do líquido da solução do agente encapsulante com a formação da membrana ao redor das gotas do material ativo (VILA JATO, 1999). A Figura 2 ilustra esquematicamente o processo de microencapsulação por *spray drying*.

Figura 2 - Fluxograma do processo *spray drying* (baseado em SCHER, 1999).



Segundo Santos et al. (2000), esse processo apresenta algumas vantagens sobre os outros métodos: as propriedades e a qualidade do produto são mais eficientemente controladas, podem ser usados produtos sensíveis ao calor, há possibilidade de grandes produções em operação contínua com equipamento simples, produção de partículas relativamente uniformes e esféricas, boa eficiência e baixo custo do processo.

O *spray drying* é um processo único em que as partículas são formadas ao mesmo tempo em que são secas (BARBOSA et al, 2005). É muito adequado para a produção contínua de sólidos secos em pó, forma granular ou aglomerada a partir de estoques de soluções, emulsões e suspensões bombeáveis. O produto final de secagem por pulverização deve cumprir com qualidade precisa padrões relativos à distribuição do tamanho de partículas, conteúdo de umidade residual, densidade aparente e formato de partícula.

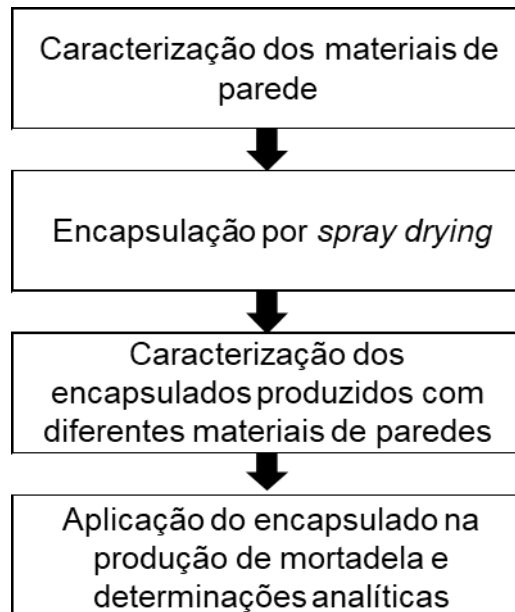
No processo de *spray dryer*, os pós secos granulados são produzidos a partir de uma solução de emulsão, atomizando o produto úmido em alta velocidade e direcionando o spray de gotículas para um fluxo de ar quente, por exemplo 150-200 °C. As gotículas atomizadas têm um área de superfície sob a forma de milhões de micrómetros gotas (10 a 200 μm), o que resulta em um tempo de secagem muito curto quando exposto ao ar quente em uma câmara de secagem (MORGAN, HERMAN, WHITE, & VESEY, 2006; SANTIVARANGKNA et al., 2007).

O conceito de *spray drying* foi patenteado primeiro por Samuel Percy em 1872, e sua aplicação industrial na produção de leite e detergente começou na década de 1920.

4 – MATERIAIS E MÉTODOS

Neste item são apresentados os materiais e métodos utilizados, seguindo as etapas descritas na Figura 3.

Figura 3 - Etapas de desenvolvimento do microencapsulamento de NaNO_2 por *spray drying* e aplicação em mortadela.



Fonte: Autor próprio.

4.1 – Reagentes

Para o preparo da curva, encapsulamento e quantificação do nitrito de sódio foram utilizados os seguintes reagentes: sulfanilamida (Dinâmica Química Contemporânea Ltda), cloreto de alfa-naftiletilenodiamina (Sigma – Aldrich), ácido clorídrico P.A (Dinâmica Química Contemporânea Ltda) e nitrito de sódio (Bremil).

Para o processo de encapsulamento foram utilizados os seguintes materiais de parede: goma arábica (GA) (Dinâmica Química Contemporânea Ltda), maltodextrina DE10 (MD) (Ingredion Brasil Ing. Ind. Ltda) e colágeno (CL) (Gelnex).

4.2 – Preparo das soluções

4.2.1 – Solução de sulfanilamida a 0,5%

Pesou-se 1,25 g de sulfanilamida e dissolveu-se em 250 mL de solução de ácido clorídrico (1:1). O armazenamento foi feito em frasco de vidro âmbar sob refrigeração.

4.2.2 – Solução de cloreto de alfa-naftiletilenodiamina a 0,5%

Pesou-se 0,5 g de cloreto de alfa-naftiletilenodiamina em um béquer e dissolveu-se com água deionizada com auxílio de um bastão de vidro, após transferiu-se para um balão volumétrico de 100 mL e completou-se o volume. O armazenamento foi feito em frasco de vidro âmbar sob refrigeração.

4.2.3 – Solução padrão de nitrito de sódio

Pesou-se 0,5 g de nitrito de sódio previamente seco por aproximadamente 24 horas em dessecador e dissolveu-se com água deionizada com auxílio de um bastão de vidro, após transferiu-se para balão volumétrico de 500 mL e completou-se o volume. Retirou-se uma alíquota de 1 mL desta solução e colocou-se em balão volumétrico de 100 mL completando o volume com água deionizada.

4.3 – Preparo da curva padrão de nitrito de sódio

Para o preparo das soluções utilizadas na curva padrão utilizou-se a metodologia da Instrução Normativa nº 20 (BRASIL, 1999) com algumas modificações. Foram adicionados 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5 e 4,0 mL da solução padrão de nitrito de sódio em balões volumétricos de 50 mL. Em seguida, foram adicionados 5 mL de solução de sulfanilamida a 0,5% e 3 mL de solução de cloreto de alfa-naftiletilenodiamina a 0,5% agitando após cada adição. Completou-se o volume com água deionizada e homogeneizou-se, após deixou-se em repouso por 30 min e realizou-se a leitura de absorbância em 540 nm utilizando uma cubeta de quartzo de 3 mL em um espectrofotômetro UV-Visível (Pró-Análise® UV-1600). Antes de iniciar as leituras das soluções o equipamento foi zerado com o branco dos reagentes. A curva padrão foi construída a partir de 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7 e 0,8 µg/mL de NaNO₂ na solução final de medida.

4.4 – Preparo das soluções com diferentes materiais de parede para encapsulamento no *spray drying*

A obtenção das soluções foi realizada através da metodologia citada por Cho et al. (2015) com algumas modificações, utilizando 50% de nitrito de sódio (p/v) em todas as formulações e variando os percentuais e os materiais de parede (p/v): 3,75% de colágeno, 10% de goma arábica, 20% de goma arábica e 5% de goma arábica + 5% de maltodextrina. Primeiramente solubilizou-se o material de parede em 60 mL de água destilada a 60 °C respectivamente, mantendo sob agitação até total solubilização dos materiais de parede. Após dissolveu-se o nitrito de sódio em 140 mL de água e adicionou-se na solução contendo os materiais de parede na temperatura de 30 °C. Para que ocorra uma melhor mistura, a solução foi homogeneizada em Agitador IKA RW 20 digital (Multitec) a 800 rpm por 30 minutos.

4.5 – Determinação da viscosidade das soluções

A viscosidade foi determinada com o auxílio de um viscosímetro digital Brookfield LV DVII, acoplado com spindle SC4-28 para soluções de 10% de GA e 5% GA + 5% MD e com spindle SC4-18 para soluções de 20% de GA e 3,75% de colágeno. A leitura foi realizada durante um período de 5 segundos com velocidade de 120 rpm e 150 rpm respectivamente, a temperatura de 25 °C, utilizando um volume de amostra de 15 mL. Os resultados foram registrados em centipoise (cP).

4.6 – Encapsulamento por *spray drying*

As soluções foram submetidas a secagem por atomização em *spray dryer* (Lab Plant SD-05), com bico injetor de 0,5 mm de diâmetro (Figura 4). A alimentação foi realizada através de uma bomba peristáltica, durante o processo de secagem a solução ficou sob agitação. Na Tabela 1 estão descritas as variáveis de processo utilizadas na microencapsulação de nitrito de sódio com diferentes matérias de parede.

Tabela 1 - Variáveis de processo utilizadas na microencapsulação de nitrito de sódio por *spray drying* com diferentes materiais de parede.

Material de parede	T _e (°C)	T _s (°C)	P (bar)	Vazão de ar (m ³ /h)	Vazão da solução (mL/h)
3,75% de CL	130	80 - 82	1,0	44	508
10% de GA	130	70 - 71		42	402
20% de GA	140	72 - 74		38	350
5% de GA + 5% de MD	130	72 - 74		48	577

Legenda: T_e= temperatura de entrada do ar, T_s= Temperatura de saída do ar da câmara de secagem, P= pressão de entrada do ar, CL – colágeno, GA – goma arábica, MD – maltodextrina.

Figura 4 - *Spray dryer* utilizado no encapsulamento do nitrito de sódio.



4.7 – Caracterização do encapsulado

4.7.1 – Quantificação do nitrito de sódio no encapsulado

Para a quantificação do nitrito de sódio, pesou-se 0,2 g de nitrito de sódio em um béquer dissolveu-se com água deionizada e transferiu-se para um balão volumétrico de 1000 mL completando o volume. Posteriormente, uma alíquota de 10 mL foi transferida para um balão de 250 mL completando o volume com água deionizada. Após retirou-se uma alíquota de 2 mL e transferiu-se para um balão de 50 mL e adicionou-se 5 mL de solução de sulfanilamida 0,5% agitou-se por rotação e deixou reagindo por 5 minutos, depois adicionou-se 3 mL de solução de cloreto de alfa-naftiletlenodiamina a 0,5% agitou-se por rotação e completou-se o volume com água deionizada e homogeneizou-se deixando em repouso por 15 minutos. Realizou-se a leitura de absorvância em 540 nm utilizando uma cubeta de quartzo de 3 mL em

um espectrofotômetro UV-Visível (Pró-Análise® UV-1600) e aplicado na Equação 1. Antes de iniciar as leituras das amostras o equipamento foi zerado com o branco dos reagentes.

$$\% \text{ de nitrito de sódio} = \frac{C \times 62,5}{P}$$

Equação 1

Onde:

C: Valor de x obtido na curva de nitrito de sódio;

62,5: Fator de correção das diluições;

P: Peso da amostra (g).

4.7.2 – Difração de raio-X

Foram obtido os difratogramas dos materiais de parede, nitrito de sódio puro, nitrito de sódio após o *spray drying* e dos encapsulados obtidos, através de um difratômetro de raio-X, da marca Rigaku, Miniflex II, com tubo emissor de Cu-1,54, para observação dos picos indicativos de cristalinidade.

4.7.3 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As análises de MEV dos materiais de parede, nitrito de sódio e do microencapsulado foram realizadas utilizando um microscópio marca Zeiss, modelo EVO LS25. Para o recobrimento da superfície das amostras com ouro foi utilizado um metalizador Quorum, SC 7620. As micrografias foram obtidas na tensão de 10 KV.

4.7.4 – Determinação da umidade

O teor de umidade foi determinado através de balança de infravermelho ID 200 (MARCONI), onde 3 g de amostra foi mantida a 105 °C até atingir peso constante. O teor de água é dado em %, sendo resultado da diferença de massa da amostra entre o seu t_0 (tempo inicial) e o t_f (tempo final).

4.7.5 – Determinação da atividade de água

A atividade de água foi medida, utilizando o equipamento Novasina AG (CH-8853, Lachen Swetzerland), após prévia estabilização das amostras a 25 °C.

4.7.6 – Densidade aparente

A determinação da densidade aparente foi realizada de acordo com o método descrito por FERNANDES et al., 2016, com algumas modificações. Foi colocada 5 g de amostra em uma proveta graduada de 50 mL e compactadas através de compressão manual por 2 minutos. A densidade aparente foi calculada dividindo-se peso da amostra pelo volume obtido na proveta, o resultado foi expresso em g/mL.

4.7.7 – Solubilidade em água

A solubilidade foi determinada utilizando o método descrito por Cano-Chauca et al. (2005), com algumas modificações. Foi Canoadicionado 1 g de amostra à 25 mL de água destilada e deixada sob agitação em agitador digital 800 rpm por 5 min. Após este período a amostra foi centrifugada a 3000 rpm por 5 min e uma alíquota de 20 ml do sobrenadante foi retirada e deixada em estufa a 105 °C até atingir peso constante.

A solubilidade (%) foi calculada considerando o peso do sobrenadante seco e o peso inicial da amostra.

$$S(\%) = \frac{m_s}{m_i} \times 100$$

Equação 2

Onde: S é a solubilidade em percentual (%), m_s é o peso do sobrenadante seco (g) e m_i é o peso inicial da amostra (1 g).

4.7.8 – Avaliação da homogeneidade de distribuição do nitrito de sódio no encapsulado

Foram analisadas seis amostras aleatórias do encapsulado, pela determinação do teor de nitrito de sódio, conforme descrito no item 4.7.1, para verificar se o nitrito estava distribuído de forma homogênea ou se ficou concentrado em alguns pontos.

4.7.9 – Rendimento do encapsulado

O rendimento foi calculado levando em consideração o peso dos sólidos utilizados na solução (nitrito de sódio e materiais de parede) e a quantidade de pó retida no frasco coletor do *spray dryer*.

4.8 – Aplicação do encapsulado em mortadela

A aplicação em mortadela, contendo nitrito de sódio encapsulados com os materiais de parede previamente selecionados e livre foi realizada durante a etapa de adição dos ingredientes e aditivos, apresentado no Fluxograma 5 e seguindo o descrito na Tabela 2.

Tabela 2 - Percentual de adição de NaNO_2 livre e encapsulado na formulação da mortadela.

Amostras	Nitrito de Sódio (ppm)
Controle	150
10% de GA	150 x Fc
5% de GA + 5% de MD	150 x Fc

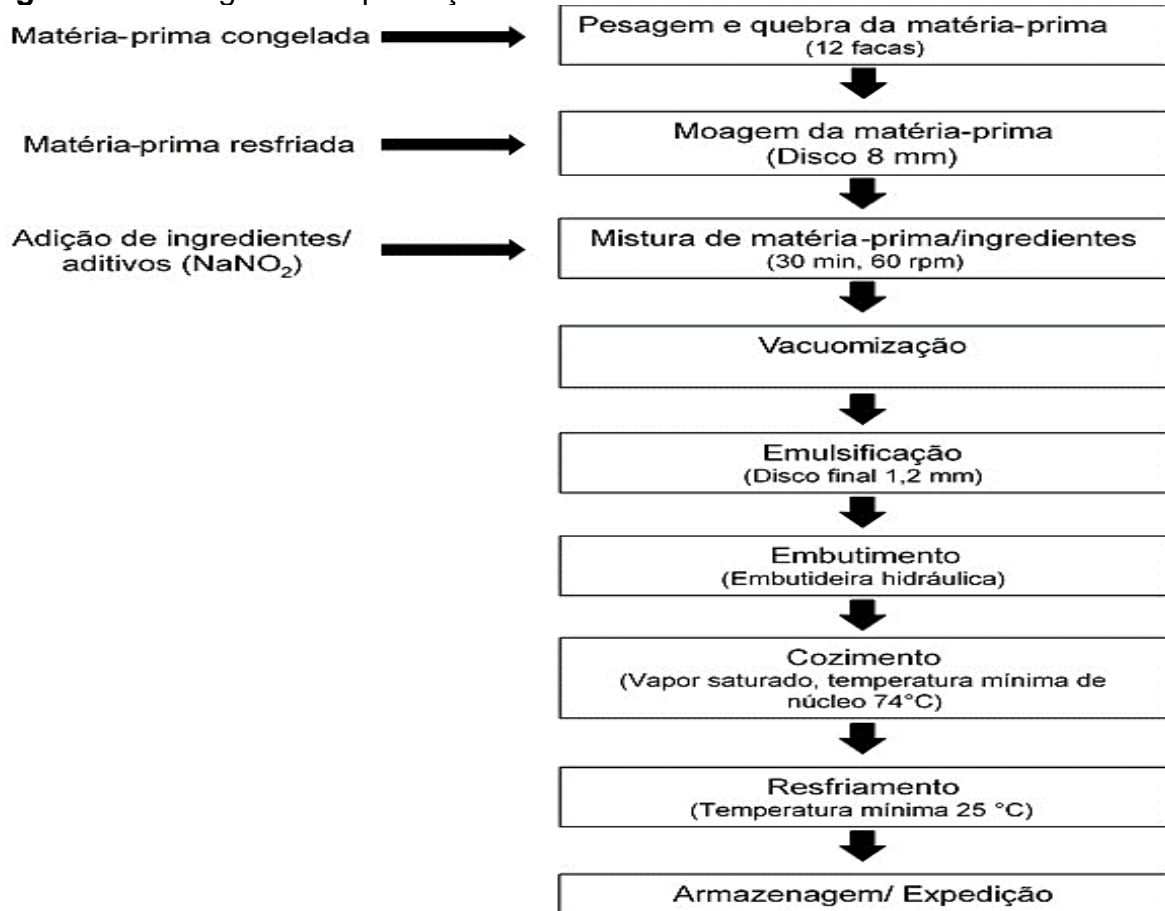
Fc: fator de correção do % de nitrito de sódio presente na micropartícula (80%)

4.8.1 – Preparo das amostras

A mortadela foi elaborada seguindo formulação padrão de um frigorífico de suíno localizado na região Sul do Brasil e que possui Serviço de Inspeção Federal permanente, comparando as amostras de nitrito de sódio (NaNO_2) encapsulado com o nitrito de sódio na forma livre, conforme o fluxograma apresentado na Figura 5.

Os produtos foram embutidos em tripas plásticas multicamadas, com barreira ao vapor de água ($\text{TPO}_2 < 30 \text{ cm}^3/\text{m}^2.\text{dia}$).

Figura 5 - Fluxograma de produção de mortadelas.



Fonte: Autor próprio.

4.9 – Avaliação da estabilidade das amostras de mortadela

As determinações físico-químicas (residual de nitrito e nitrato de sódio, cor objetiva, pH e atividade de água) foram avaliadas no dia que o produto foi elaborado e a cada 10 dias de armazenamento a temperatura de 25 °C, durante um período de 60 dias. As determinações de umidade, proteína, lipídios totais e amido, foram realizadas somente no primeiro dia de produção, para verificar o atendimento ao padrão de identidade e qualidade do produto (RTIQ).

4.9.1 – Determinação do residual de nitrito e nitrato de sódio

Foi determinado o residual de NaNO_2 e NaNO_3 , utilizando o método descrito nas ISO 2918 (nitritos) e ISO 3091 (nitratos), o teor de nitritos e nitratos na amostra, expressando os resultados obtidos em “g de $\text{NaNO}_2/100$ g” com três casas decimais.

4.9.2 – Determinação objetiva de cor

A cor objetiva foi determinada em colorímetro CR-400 Minolta Chromameter (Minolta Cia Ltda), no espaço CIE $L^*a^*b^*$, onde L^* = luminosidade, a^* = intensidade da cor vermelha e b^* = intensidade de cor amarela (STEWART; ZIPSER & WATTS, 1965). As determinações foram realizadas diretamente na superfície dos produtos com remoção de líquido superficial com absorção em papel toalha.

4.9.3 – Determinação de pH

Foi utilizado um potenciômetro de pH DIGIMED DM-20 calibrado com solução a pH 3,0 e 7,0. O eletrodo de pH foi inserido na mortadela cozida previamente moída e diluída em 100 mL (BRASIL, 2005).

4.9.4 – Determinação de atividade de água

A atividade de água (a_w) foi determinada pelo procedimento do Aqualad models Series 3 and 3TE, efetuando-se a calibração do aparelho com água deionizada e solução de NaCl com 0,819 de a_w até sua estabilização, e em seguida feita a leitura da a_w/T °C da amostra.

4.9.5 – Determinação de umidade

A umidade foi determinada pela secagem em estufa a 103 ± 2 °C. Particularmente, para fins de cálculo em carne e produtos cárneos, as normas ISO 1442 (1997) orientam a pesagem de uma amostra de 5 a 8 gramas, em cadinho contendo areia lavada em uma solução de ácido clorídrico densidade 1,19 (1+1), com granulometria de 1,4 mm.

4.9.6 – Determinação de proteína

Para a determinação de proteína (LANARA, 1981), foi pesada 1 g de amostra homogeneizada e transferida para balão de kjeldahl. Juntado 10 g de mistura catalítica, 20 mL de ácido sulfúrico concentrado e algumas pérolas de vidro. Aquecido

no digestor, a princípio lentamente e depois fortemente até vapores brancos. Quando o líquido estava límpido, foi deixado por mais 30 minutos. Após, foi esfriado e adicionado 250 mL de água destilada.

4.9.7 – Determinação de gordura

A gordura foi analisada de acordo com a Norma 963.15 descrita pela AOAC (2005), pelo método de soxhlet, que consiste na extração de gordura a quente por solvente específico com posterior evaporação do solvente residual e pesagem da amostra.

4.10 – Análises microbiológicas

As análises microbiológicas foram avaliadas a cada período de 10 dias de armazenamento a temperatura de 25 °C durante 60 dias.

- Coliformes termotolerantes foram analisados de acordo com método 991.14 da AOAC (1991), utilizando a placa Petrifilm para a contagem de coliformes que é um sistema pronto de meio de cultura que contém nutriente do vermelho violeta bile (VRB), um agente geleificante solúvel em água fria e um indicador tetrazólio que facilita a enumeração de colônia.
- Os *Clostridium* sulfito redutores foram determinados pelo método descrito na Instrução Normativa n. 62, do MAPA (BRASIL, 2003a), na qual a contagem baseia-se na incubação da amostra ou na diluição da mesma em meio de cultura seletivo. Após incubação em anaerobiose, os *Clostridium* formam colônias negras, devido à redução de sulfito em sulfeto, que reage com citrato de amônio e ferro III, formando um precipitado negro.
- *Staphylococcus* coagulase positivo foi determinado através do método descrito na Instrução Normativa n. 62, do MAPA (BRASIL, 2003a), utilizando a placa Petrifilm Staph Express, que é um sistema de meio de cultura pronto para uso, que contém um agente geleificante solúvel em água fria. O meio cromogênico modificado de Baird Parker na placa é seletivo e diferencial para *Staphylococcus aureus*. O disco Petrifilm

Staph Express contém azul de O-toluidina, facilitando a visualização da reação de desoxirribonuclease (Dnase).

- Para a avaliação de *Salmonella sp.* foi utilizada a metodologia descrita na Instrução Normativa n. 62, do MAPA (BRASIL, 2003a), através do enriquecimento seletivo, capaz de favorecer a recuperação das células estressadas e promover a multiplicação celular para níveis detectáveis pelas metodologias. A seleção e o isolamento de colônias foram realizados em meio sólido contendo substâncias impiedentes de crescimento para a maioria dos microrganismos interferentes.
- A Detecção de *Listeria monocytogenes* foi realizado através da metodologia AOAC OMA 2004.02. 21st ed, 2019, expresso em 25 g.

4.11 – Análise Estatística

Os resultados das determinações físico-químicas e microbiológicas foram tratados estatisticamente pela análise de variância (ANOVA) e comparação das médias pelo teste de Tukey e o teste t-Student com 5 % de significância ($p < 0,05$), utilizando o *software* STATISTICA versão 8.0 (Statsoft Inc, USA).

5 – RESULTADOS E DISCUSSÃO

Este item apresenta os resultados e discussões das etapas de caracterização dos materiais de parede, determinação da viscosidade das soluções, caracterização do encapsulado com diferentes materiais de parede, aplicação do encapsulado na produção de mortadela e avaliações físico-químicas e microbiológicas durante o armazenamento do produto a temperatura de 25 °C por 60 dias.

5.1 – Caracterização dos materiais de parede

5.1.1 – Atividade de água e umidade

Na Tabela 3 estão descritos os resultados de atividade de água e umidade dos materiais de parede utilizados neste trabalho. Os valores de atividade de água e umidade da goma arábica, da maltodextrina e do colágeno são relativamente baixos, evitando assim, o crescimento microbiano, reações enzimáticas e garantindo a conservação dos materiais.

Tabela 3 – Teores de atividade de água e umidade dos materiais de paredes utilizados no processo de encapsulamento por *spray drying*.

Material de Parede	Atividade de água (aw)	Umidade (%)
Goma arábica	0,497 ^b ± 0,01	9,5 ^a ± 0,21
Maltodextrina	0,307 ^c ± 0,01	4,5 ^c ± 0,36
Colágeno	0,527 ^a ± 0,01	7,1 ^b ± 0,58

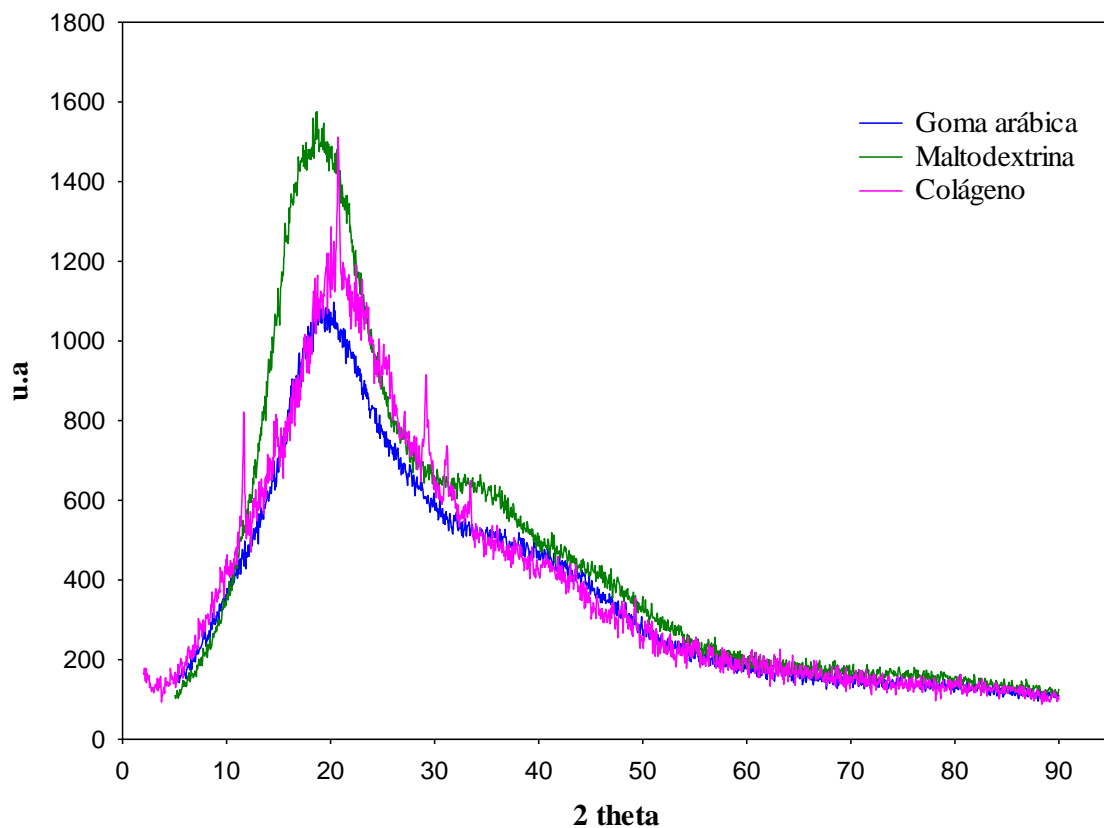
*Médias ± desvio padrão seguidas de letras iguais na mesma coluna não diferem entre si ($p < 0,05$) pelo teste Tukey.

Pode-se observar na Tabela 3 que o colágeno apresentou resultados de aw maiores que goma arábica e maltodextrina, diferenciando-se significativamente ($p < 0,05$). Em relação a umidade (%) o maior resultado apresentado foi no material de parede goma arábica, a qual apresentou diferença significativa ($p < 0,05$) das demais amostras avaliadas. A maltodextrina apresentou tanto aw como umidade inferiores aos demais materiais de parede, sendo esse um ponto positivo no quesito de apresentar maior estabilidade de armazenamento.

5.1.2 – Difração de raio-x

Na Figura 6 estão representados os difratogramas da goma arábica, maltodextrina e colágeno. Os três materiais de parede apresentaram estrutura amorfa, sem nenhuma região cristalina definida. Resultado semelhante foi obtido por Ramakrishnan et al. (2018), que avaliaram os espectros de difração de raios X de diferentes materiais de parede, encontrando domínio amorfo para goma arábica e maltodextrina. Segundo Maulidna et al. (2020), os materiais amorfos apresentam um pico mais amplo, enquanto um material cristalino fornece picos acentuados.

Figura 6 - Difratograma dos materiais de parede utilizados no encapsulamento de nitrato de sódio por *spray drying*.



Estes materiais apresentam propriedades diferentes em comparação aos sólidos cristalinos, como maior solubilidade e taxa de dissolução, o que justifica a sua aplicação em formulações na indústria (PRADO & ROCHA, 2015).

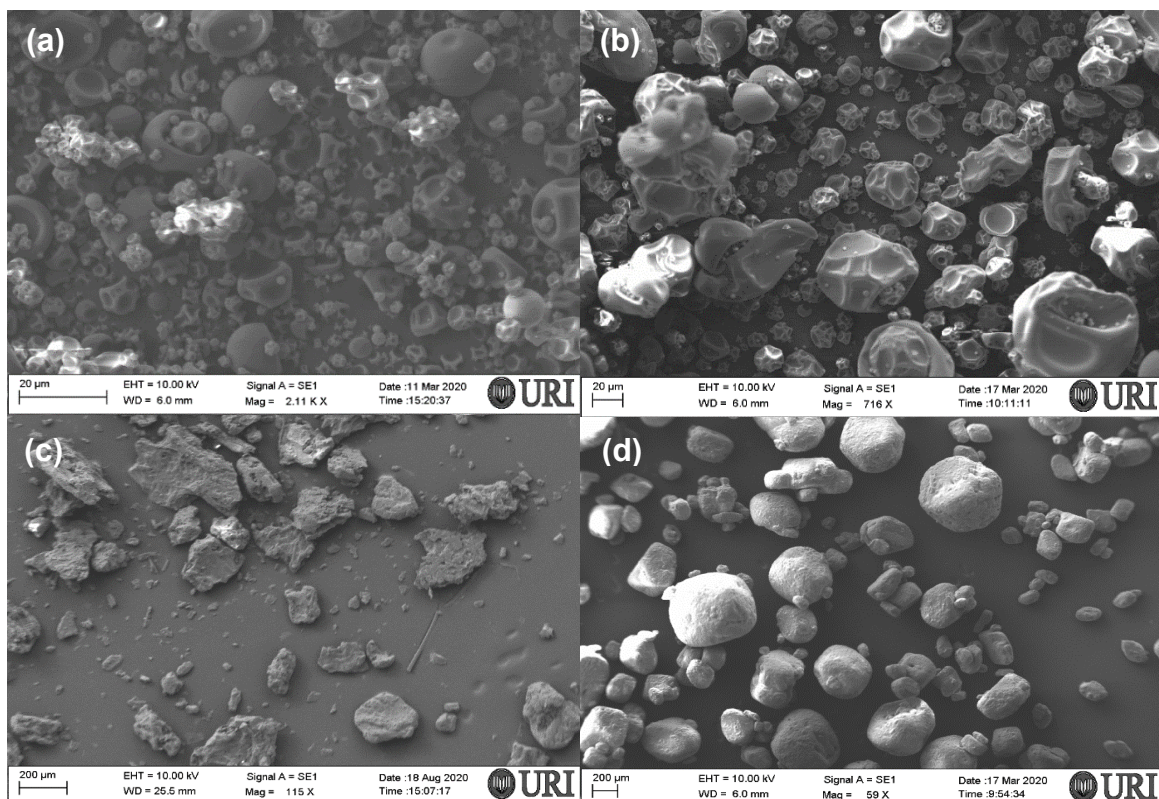
Resultados similares foram obtidos por Duarte (2019), que em seus estudos avaliou a maltodextrina, a goma arábica e o concentrado proteico de soro em pó (60%)

por difração de raio-X. Os difratogramas dos diferentes materiais de parede avaliados pela autora apresentaram picos não definidos característicos de estruturas amorfas, assim como os demonstrados no presente estudo. Já Ramakrisnan et al. (2018), em seus estudos sobre os efeitos de diferentes materiais de parede na eficiência de secagem por atomização, concluiu após análises por difração de raio-X que levando em consideração os dados estruturais macroscópicos, para que o desempenho de um material de parede seja satisfatório tanto para compostos lipossolúveis quanto para compostos hidrossolúveis, é necessário que haja uma região mais amorfa na estrutura do material de parede, condizendo com os resultados obtidos em nossa avaliação.

5.1.3 – Imagens MEV

A morfologia dos materiais foi analisada empregando-se a técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Na Figura 7 constam as imagens dos materiais de parede e do nitrito de sódio.

Figura 7 - Morfologia dos materiais de parede e do nitrito de sódio: (a) goma arábica + maltodextrina (ampliação de 2,11 KX), (b) goma arábica (ampliação de 716 X), (c) colágeno (ampliação 115 X) e (d) nitrito de sódio (ampliação de 59 X).



Na imagem da goma arábica + maltodextrina (a), pode-se observar que algumas partículas apresentaram formato esférico, mas a grande maioria não apresentou formato definido com grande variação no tamanho das partículas. Já na imagem (b), da goma arábica a predominância foi de partículas esféricas com a superfície irregular. O colágeno (c) apresentou diferentes formatos com grande variação no tamanho das partículas. No caso da imagem do nitrito de sódio (d), as partículas apresentaram grande variação de tamanho e formato, mas apresentaram a superfície lisa.

5.2 – Determinação da viscosidade das soluções

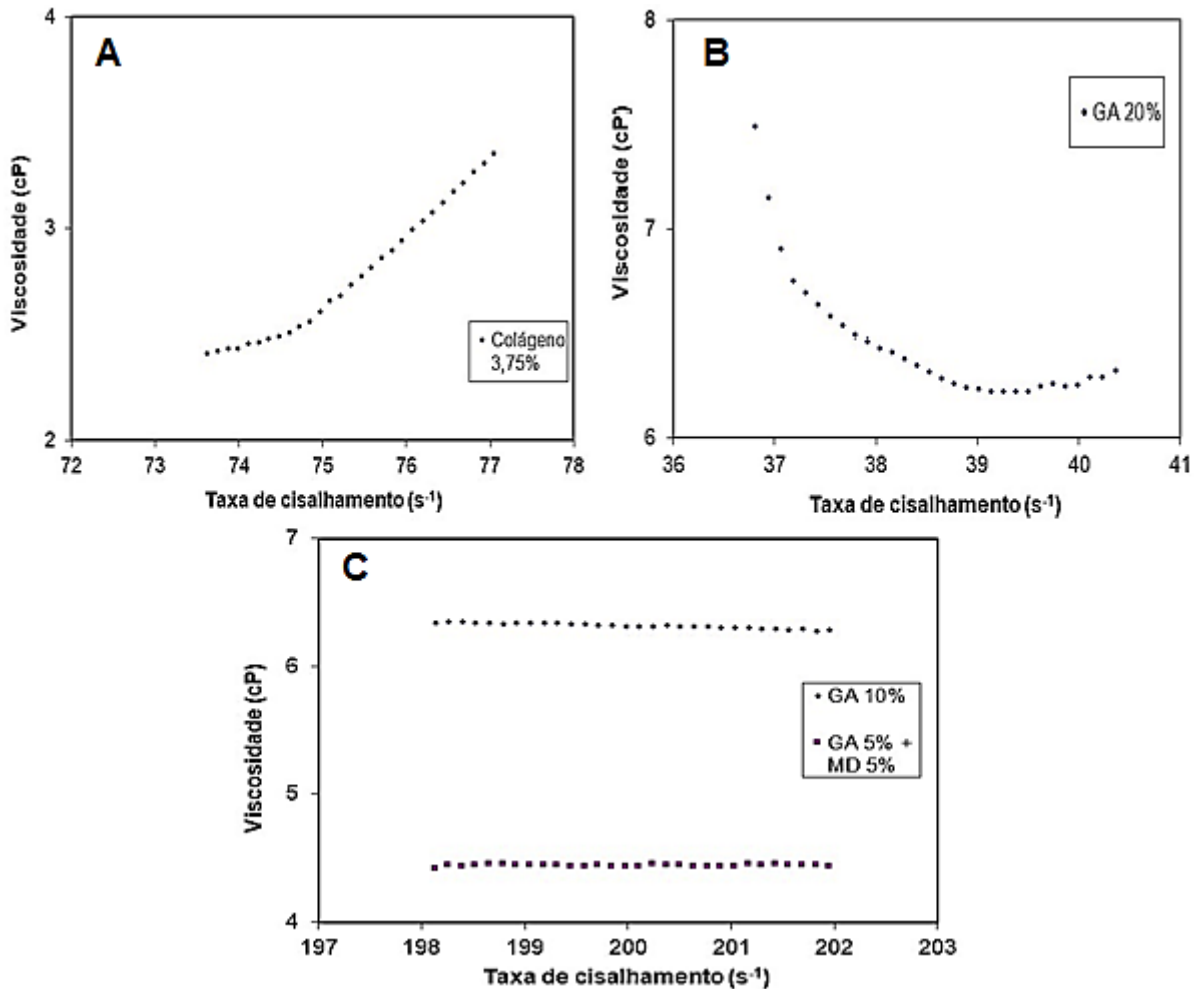
O comportamento da viscosidade em função da taxa de cisalhamento das soluções está representado na Figura 8. Na Figura 8a observou-se que a viscosidade da solução de colágeno 3,75% + nitrito de sódio foi aumentando, com o aumento da taxa de cisalhamento. Já na solução de 20% de goma arábica + nitrito de sódio (Figura 8b) a viscosidade diminuiu com o aumento da taxa de cisalhamento. Estas regiões de afinamento por cisalhamento ocorrem porque as estruturas podem se ordenar na direção do fluxo, diminuindo a viscosidade à medida que perdem sua estrutura (PAXIMADA et al., 2016).

Nas soluções 10% goma arábica + nitrito de sódio e 5% goma arábica + 5% maltodextrina + nitrito de sódio (Figura 8c), a viscosidade se manteve constante com o aumento da taxa cisalhamento. Estas soluções apresentaram uma tendência de comportamento Newtoniano, pois a viscosidade praticamente independe da taxa de cisalhamento (PAXIMADA et al., 2016).

A maior viscosidade observada pela solução contendo 10% goma arábica + nitrito de sódio está relacionada com a sua propriedade espessante ocasionando uma maior retenção de água, o que pode contribuir para o aumento da viscosidade. Já a solução contendo 5% goma arábica + 5% maltodextrina + nitrito de sódio apresentou uma menor viscosidade, devido a inclusão da maltodextrina que possui cadeias hidrolisadas que podem diminuir a viscosidade da solução (FERNANDES et al., 2016).

Algumas das principais características de um bom material de parede são baixa viscosidade em altas concentrações, resistência, estabilidade, além de proporcionar uma boa eficiência de encapsulamento (GERANPOUR; ASSADPOUR; JAFARI, 2020).

Figura 8 - Comportamento de viscosidade da solução de colágeno 3,75% + nitrito de sódio (a), goma arábica 20% + nitrito de sódio (b) e goma arábica 10% + nitrito de sódio e goma arábica 5% + maltodextrina 5% + nitrito de sódio (c).



Observa-se um comportamento de viscosidade semelhante em ambas as amostras. A emulsão que apresentou a maior viscosidade foi a composta por nitrito de sódio + 10% de goma arábica em sua formulação. Tonon et al. (2012) em seus estudos sobre as emulsões com óleo de linhaça, concentrado proteico de soro e amido modificado, observou que as formulações contendo goma arábica são mais viscosas em função da sua estrutura molecular ramificada, com longas cadeias, responsáveis por sua característica espessante em alimentos e sua alta viscosidade.

5.3 – Avaliação do comportamento das soluções com diferentes materiais de parede durante a secagem no *spray drying*

Uma das etapas críticas do método de encapsulamento por *spray drying* é a escolha do material da parede, uma vez que irá influenciar as propriedades da solução antes da secagem, retenção do composto de interesse durante o processo e prazo de validade do pó encapsulado após a secagem (JAFARI et al., 2008).

A formulação utilizando 3,75% de colágeno durante a passagem da solução no equipamento foi possível visualizar na mangueira pequenas partículas, o que ocasionou a obstrução na entrada da agulha motivo pelo qual não foi possível realizar a secagem desta solução no *spray drying*. Já a solução contendo 20% de goma arábica durante o processo de aspersão não houve formação de partículas no *spray drying* na temperatura de 130 °C, ressaltando que durante o processo a temperatura de secagem foi alterada para 140 °C, mas verificou-se que o comportamento permaneceu inalterado.

A solução contendo 10% de goma arábica e a solução de 5% de goma arábica + 5% de maltodextrina formaram partículas durante a secagem no *spray drying*, sendo estas duas formulações escolhidas para testes posteriores.

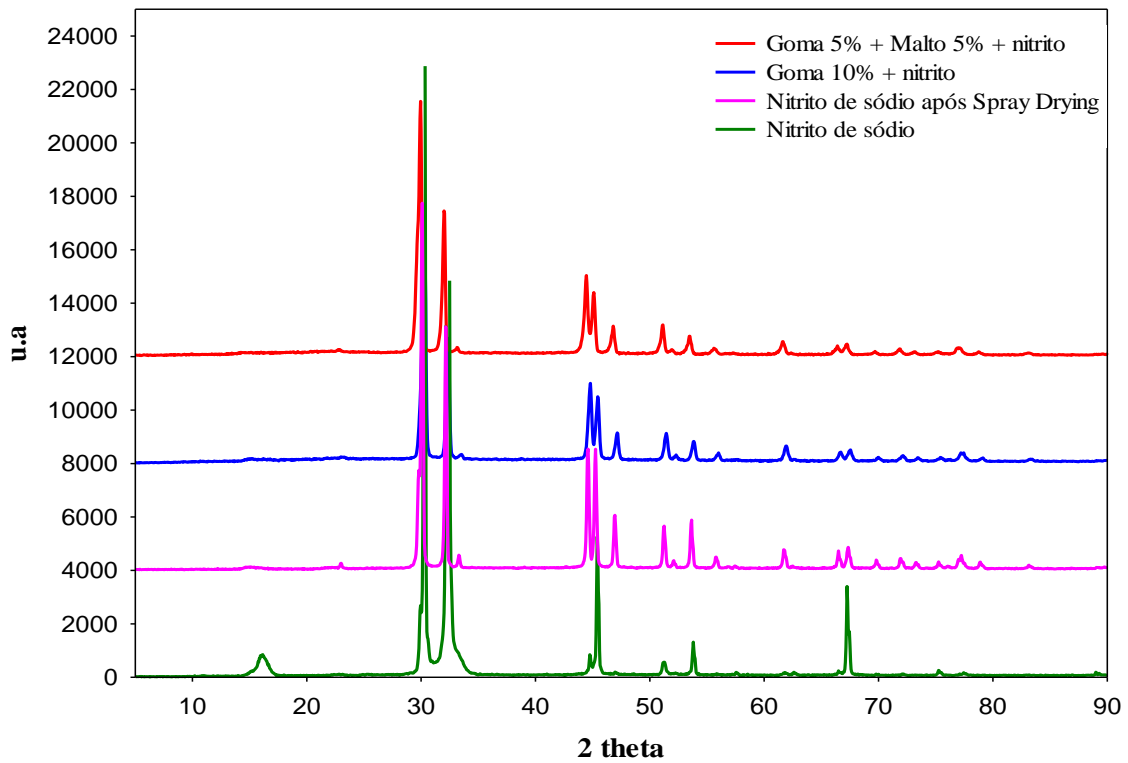
5.4 – Caracterização do encapsulado com diferentes materiais de parede

5.4.1 – Difração de Raio-X

Na Figura 9 estão representados os difratogramas do nitrito de sódio, nitrito de sódio após *spray drying*, encapsulado 10% goma arábica + nitrito de sódio e encapsulado 5% goma arábica + 5% maltodextrina + nitrito de sódio.

A partir dos resultados obtidos da análise de difração de raios-X, observou-se que os encapsulados apresentaram estrutura cristalina, mantendo o comportamento do nitrito de sódio. Ao comparar as soluções contendo nitrito de sódio sem passagem por secagem em *spray dryer* e a solução contendo nitrito de sódio submetida ao processo de secagem por *spray drying*, pode-se observar que a amostra com passagem pelo processo de secagem apresentou comportamento semelhante aos materiais encapsulados com 5% GA + 5% MD e 10% GA, indicando que a temperatura de secagem pode ocasionar pequenas alterações na estrutura.

Figura 9 - Difratoograma das micropartículas obtidas com diferentes materiais de parede no encapsulamento de nitrito de sódio por *spray drying*.



Os encapsulados tiveram comportamento de estrutura cristalina, com picos bem destacados, diferentemente do apresentado no item 5.1.2. onde materiais de parede que apresentaram picos com característica de estrutura amorfa.

5.4.2 – Atividade de água, umidade, densidade aparente e solubilidade em água do encapsulado

Os resultados de atividade de água, umidade, densidade aparente e solubilidade em água dos encapsulados estão descritos na Tabela 4. As amostras apresentaram resultados de atividade de água e umidade muito próximos, indicando que a diferença dos materiais de parede utilizados não influenciou nestes parâmetros, já que a temperatura de secagem no *spray drying* utilizada foi a mesma para as duas amostras.

Tabela 4 - Resultados de atividade de água, umidade, densidade aparente e solubilidade em água do microencapsulado de 10% goma arábica + nitrito de sódio e 5% goma arábica + 5% maltodextrina + nitrito de sódio.

Produto	Atividade de água (aw)	Umidade (%)	Densidade aparente (g/mL)	Solubilidade em água (%)
10% GA	0,558 ^b ± 0,01	3,2 ^a ± 0,06	0,44 ^b ± 0,02	83,29 ^a ± 0,47
5% GA + 5% MD	0,581 ^a ± 0,01	3,2 ^a ± 0,17	0,54 ^a ± 0,03	83,55 ^a ± 0,55

Médias ± desvio padrão seguidas de letras iguais na mesma coluna não diferem entre si estatisticamente ($p < 0,05$) pelo teste t-Student. Legenda: GA – goma arábica, MD – maltodextrina.

O teor de umidade tem influência direta na vida útil dos pós, baixos teores de umidade podem impedir alterações físico-químicas durante o armazenamento. Os valores indicados para alimentos em pó estão entre 1 e 5% de teor de umidade (HERNÁNDEZ-NAVA et al., 2020). As amostras dos encapsulados apresentaram resultado de 3,2% de umidade, estando dentro do índice aceitável para aplicação em alimentos.

O encapsulado de 5% goma arábica + 5% maltodextrina + nitrito de sódio apresentou a maior densidade 0,54 g/mL. A densidade aparente é um parâmetro importante, a ser avaliado na obtenção de pós. Uma maior densidade é desejável, pois reduz os custos de material de embalagem, transporte e armazenamento (BÖGER; GEORGETTI; KUROZAWA, 2018).

5.4.3 – Avaliação da homogeneidade de distribuição do nitrito de sódio no encapsulado

A Tabela 5 apresenta a média dos resultados da concentração de nitrito, avaliada nas seis amostras coletadas aleatoriamente dos encapsulados.

Tabela 5 - Avaliação da homogeneidade de distribuição do nitrito de sódio nos encapsulados obtidos por *spray drying*.

Amostra	Nitrito de Sódio (%)
10% de GA	80,10 ^a ± 1,61
5% de GA + 5% de MD	78,83 ^a ± 2,50

Médias ± desvio padrão seguidas de letras iguais na mesma coluna não diferem entre si estatisticamente ($p < 0,05$) pelo teste t-Student. Legenda: GA – goma arábica, MD – maltodextrina.

Os resultados obtidos demonstram que o nitrito de sódio está distribuído de forma homogênea no encapsulado, sendo esta característica desejável por facilitar a aplicação nos produtos.

A partir da Tabela 5 pode-se observar que a emulsão formada por 10% de goma arábica + nitrito de Sódio apresentou melhor homogeneidade de distribuição contendo 80,10% de nitrito presente no encapsulado, porém não apresentaram diferença significativa ($p < 0,05$). Segundo Ramakrisnan et al. (2018), o peso molecular dos materiais de parede influencia diretamente nas propriedades funcionais de cada material sendo que, um material de parede com maior peso molecular, como é o caso da goma arábica, resulta em uma emulsão mais estável com maior viscosidade, o que facilita o processo de secagem por atomização. Já materiais de parede com pesos moleculares menores produzem emulsões com uma viscosidade mais baixa que pode prejudicar a formação de partículas durante a secagem. Dessa forma, espera-se uma maior eficiência de encapsulamento utilizando materiais de parede com um peso molecular mais alto.

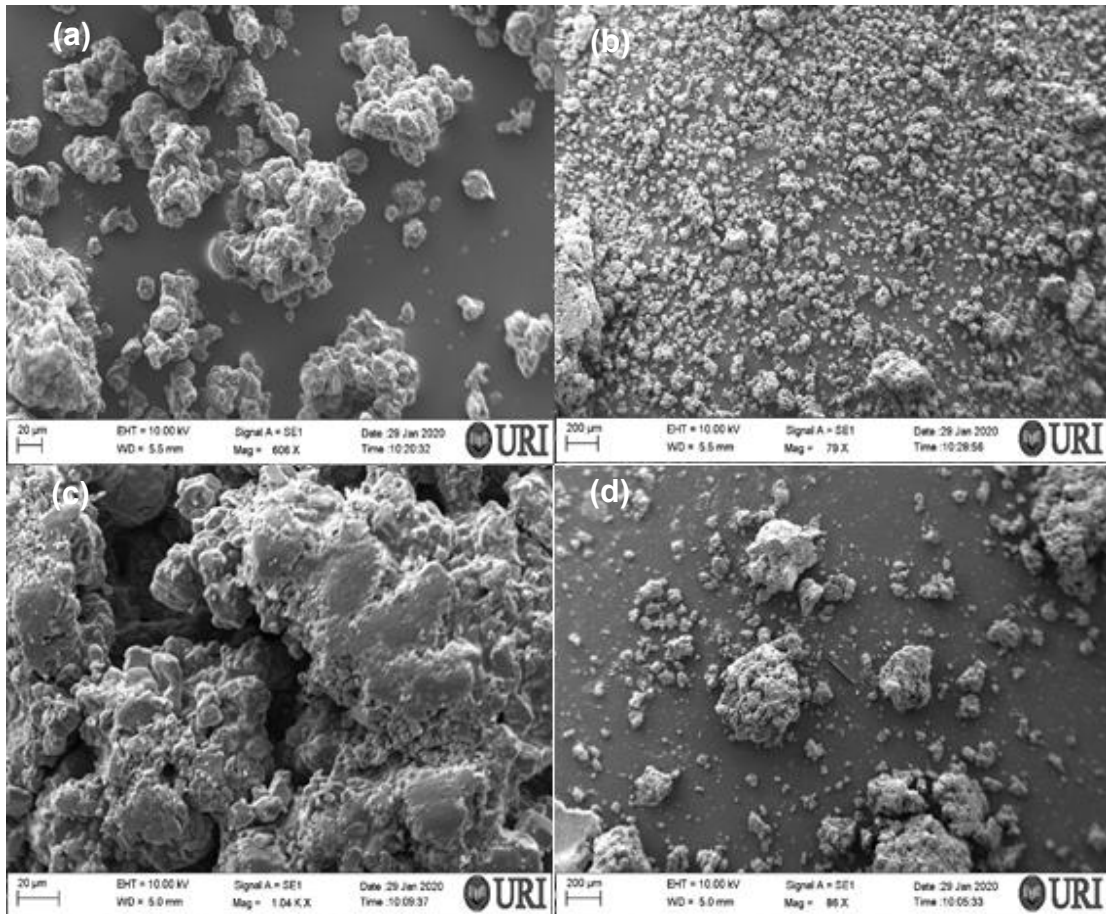
5.4.4 – Rendimento do encapsulado

Considerando a massa dos sólidos utilizados na preparação das soluções (nitrito de sódio e materiais de parede), o encapsulado de 10% goma arábica + nitrito de sódio apresentou rendimento de 46% (p/p) e o encapsulado 5% goma arábica + 5% maltodextrina + nitrito de sódio apresentou rendimento de 42% (p/p).

5.4.5 – Imagens MEV

Na Figura 10 estão representadas as imagens dos encapsulados de 5% goma arábica + 5% maltodextrina + nitrito de sódio e 10% goma arábica + nitrito de sódio.

Figura 10 - Morfologia dos encapsulados com diferentes materiais de parede: (a) e (b) 5% goma arábica + 5% maltodextrina + nitrito de sódio (ampliação de 606 X e 79 X), (c) e (d) 10% goma arábica + nitrito de sódio (ampliação de 1,04 KX e 86 X).



Nas imagens (a) e (b), pode-se observar que o encapsulado de 5% goma arábica + 5% maltodextrina + nitrito de sódio formou aglomerados, não sendo possível definir a forma e o tamanho das partículas, porém a literatura nos traz que até 1000 micra é considerado micropartícula. Comportamento semelhante, foi observado no encapsulado 10% goma arábica + nitrito de sódio, apresentou formação de aglomerados mais compactados.

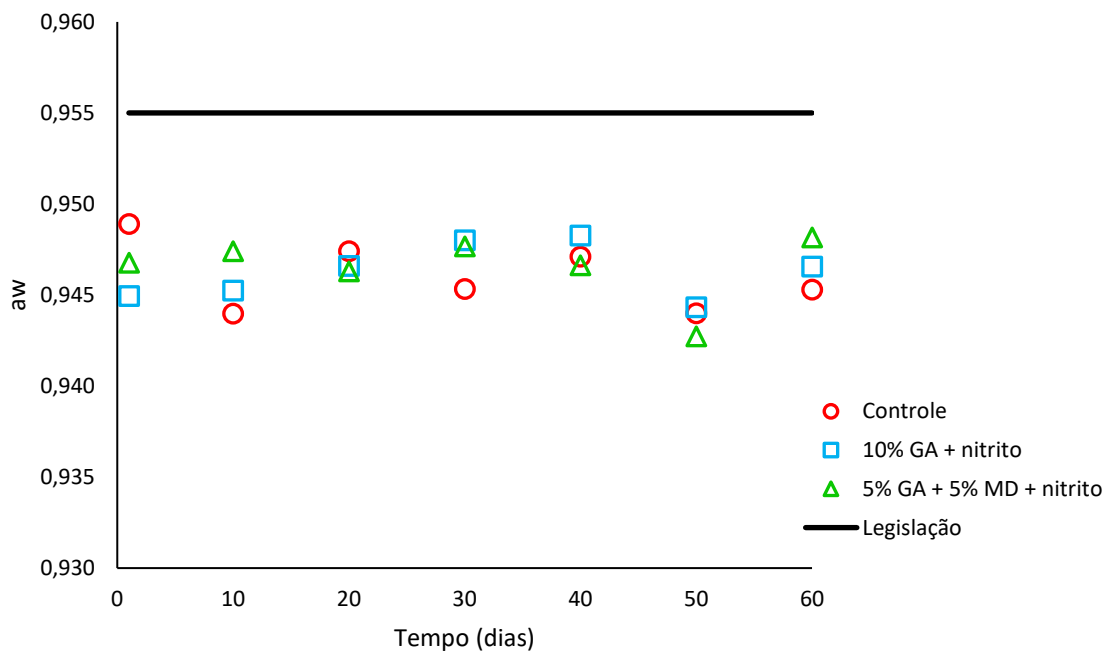
Não foi possível identificar nas imagens a presença do nitrito de sódio nos encapsulados, porém, fundamentado nos resultados do difratograma apresentado na Figura 9, foi possível identificar a presença dos sais nas amostras de encapsulados. Comportamento semelhante foi relatado por Cho et al. (2015), no encapsulamento do cloreto de sódio com maltodextrina na temperatura de entrada de 130 °C, não sendo possível a visualização dos cristais de cloreto de sódio no encapsulado.

5.5 – Aplicação do encapsulado na produção de mortadela

5.5.1 – Atividade de água e pH

Nas Figuras 11 e 12 estão representados os resultados de atividade de água e pH, respectivamente da mortadela controle, mortadela com 10% de goma + nitrito de sódio e mortadela 5% de goma + 5% de maltodextrina + nitrito de sódio. Estes parâmetros são importantes, pois a maioria das bactérias responsáveis pela deterioração ou contaminação de produtos cárneos se desenvolvem em função da alta atividade de água entre 0,98 e 0,99 e pH entre 5,5 e 5,7 destes alimentos (TRINDADE et al, 2010).

Figura 11 - Resultados de atividade de água da mortadela controle, mortadela com 10% de goma + nitrito de sódio e mortadela com 5% de goma + 5% de maltodextrina + nitrito de sódio.



O Departamento de Inspeção de Produtos de Origem Animal (DIPOA), através do Ofício-Circular 005/2015 (CGI/DIPOA/SDA), estabelece o controle de atividade de água de no máximo 0,955 para as mortadelas “estáveis à temperatura ambiente” (BRASIL, 2015).

Os dados de aw dos produtos com nitrito de sódio encapsulado e com nitrito de sódio livre apresentaram resultados abaixo de 0,955, conforme determinado pelo

Ofício-Circular 005/2015 (CGI/DIPOA/SDA), tendo uma variação de a_w de 0,949 para a amostra controle e 0,942 para o encapsulado com 10% goma arábica (Figura 11).

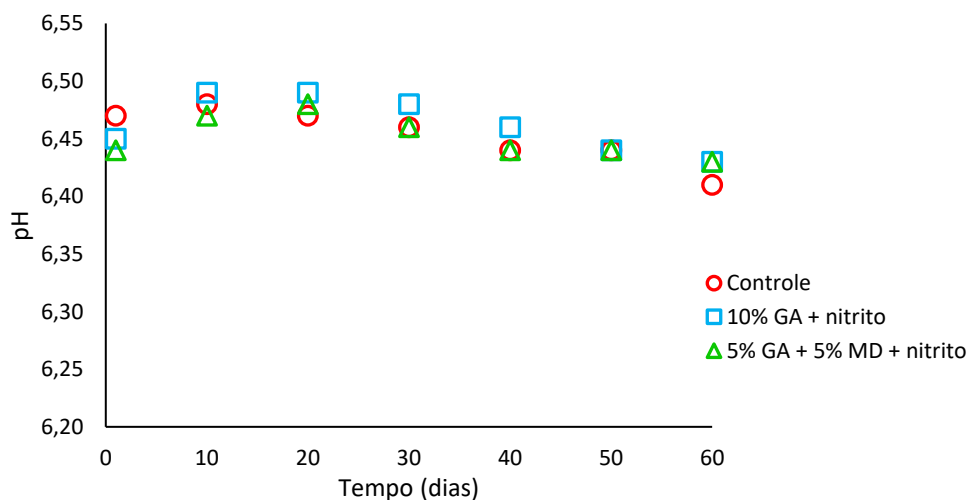
Ao comparar os resultados obtidos por Fiorda e Siqueira (2009), ao elaborar mortadela com carne mecanicamente separada de ave e suíno encontraram valores de a_w de 0,957. Orsolin et al. (2015), que ao acompanhar a a_w durante o armazenamento da mortadela de carne suína obteve valores de 0,969 a 0,975. Ressalta-se que valores de atividade de água citados na literatura encontram-se superiores aos encontrados no presente estudo (Figura 11).

A fim de avaliar a estabilidade microbiológica dos produtos na indústria da carne, a a_w é amplamente utilizada como uma ferramenta para controle de qualidade, através do uso de instrumentos de baixo custo e tempo limitado de análise (SANTOS-GARC et al., 2010).

As medições de atividade de água e pH em produtos cárneos podem colaborar para prever a estabilidade e controlar o crescimento de microrganismos deterioradores e causadores de intoxicação e infecção alimentar (JAY, 2005).

As amostras apresentaram comportamento semelhante em relação ao pH, conforme Figura 12, sendo que o maior pH (6,49) atingido pelo T1 entre o 10° e 20° dia e o menor valor de pH foi no final do *shelf life* (6,41) pela amostra controle.

Figura 12 - Resultados de pH da mortadela controle, mortadela com 10% de goma + nitrito de sódio e mortadela com 5% de goma + 5% de maltodextrina + nitrito de sódio.

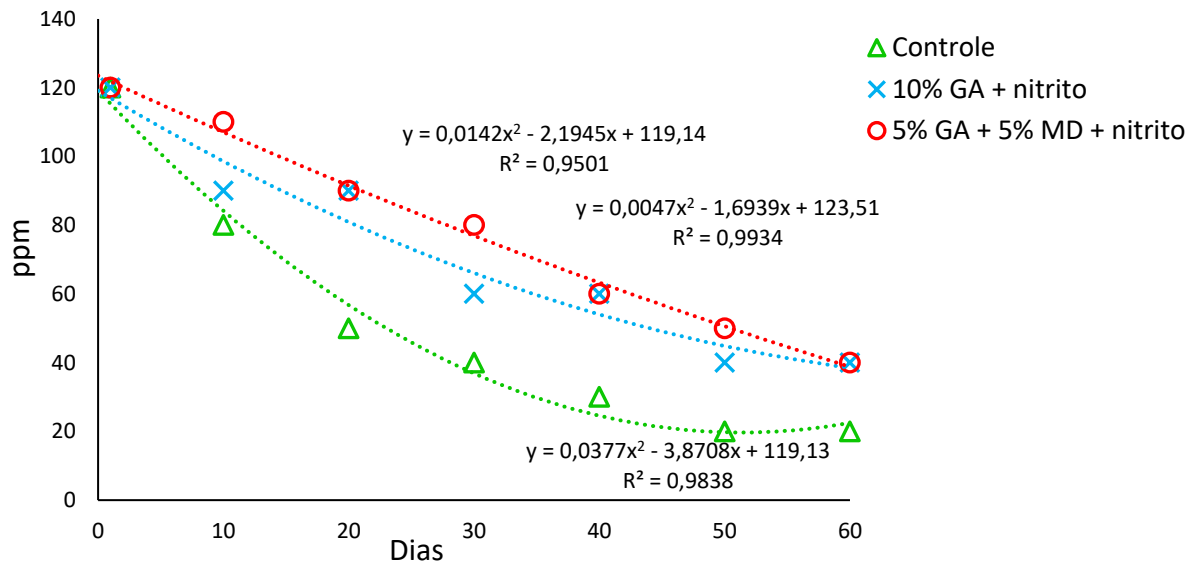


Os valores encontrados na Figura 12 para cada tratamento ao longo do armazenamento podem ser considerados e dentro dos níveis aceitáveis para uma boa conservação de alimentos processados.

5.5.2 – Determinação do residual de nitrito e nitrato de sódio

Na Figura 13 estão representados os resultados de concentração de nitrito/nitrato de sódio na mortadela controle, mortadela com 10% de goma + nitrito de sódio e mortadela com 5% de goma arábica + 5% de maltodextrina + nitrito de sódio.

Figura 13 - Concentração de nitrito/nitrato de sódio na mortadela controle, mortadela com 10% de goma + nitrito de sódio e mortadela com 5% de goma arábica + 5% de maltodextrina + nitrito de sódio.



Altas concentrações de nitrito de sódio tem a capacidade de inibir o crescimento de alguns microrganismos aeróbios, como *Lactobacillus plantarum* e *Staphylococcus carnosus*. Em uma concentração superior a 50 ppm o crescimento é interrompido e após um período de oito dias de maturação as bactérias começam a morrer (ANGULO et al, 2017).

Na Figura 13, é possível observar que os encapsulados apresentam maior estabilidade em relação a amostra controle. O somatório de NO_2 e NO_3 ao final do *shelf life* apresentam 20 ppm acima do controle. O Nitrito ou o nitrato estabilizam a cor vermelha da carne, contribuem para o sabor da carne curada, retardam a rancidez e previnem a germinação de esporos de *Clostridium* (JAY, 2005).

Conforme apresentado na Figura 13, obteve-se equações polinomiais que representam matematicamente a redução da concentração de nitrito e nitrato de sódio na mortadela no decorrer dos 60 dias de *shelf life*, as quais estão descritas na Tabela 6, bem como os valores obtidos matematicamente.

Tabela 6 - Representação matemática do residual de nitrito e nitrato de sódio (ppm) das amostras mortadela controle, mortadela com 10% de goma arábica + nitrito de sódio e mortadela com 5% de goma + 5% de maltodextrina + nitrito de sódio.

Equação	1	10	20	30	40	50	60
Controle: $y = 0,0377x^2 - 3,8708x + 119,13$	119,13 ^b (±0,10)	84,19 ^c (±0,08)	56,79 ^c (±0,05)	36,94 ^c (±0,09)	24,62 ^c (±0,12)	19,84 ^c (±0,15)	22,60 ^b (±0,14)
10% de GA + NaNO ₂ : $y = 0,0142x^2 - 2,1945x + 119,14$	119,14 ^b (±0,15)	98,62 ^b (±0,11)	80,93 ^b (±0,14)	66,09 ^b (±0,05)	54,08 ^b (±0,12)	44,92 ^b (±0,12)	38,59 ^a (±0,13)
5% de GA + 5% de MD + NaNO ₂ : $y = 0,0047x^2 - 1,6939x + 123,51$	123,51 ^a (±0,12)	107,04 ^a (±0,13)	91,51 ^a (±0,08)	76,92 ^a (±0,15)	63,27 ^a (±0,10)	50,57 ^a (±0,14)	38,80 ^a (±0,10)

Médias ± desvio padrão seguidas de letras iguais na mesma coluna não diferem entre si estatisticamente ($p < 0,05$) pelo teste de Tukey. Legenda: GA – goma arábica, MD – maltodextrina.

Observa-se na Tabela 6 a amostra controle entre o 20° e 30° dia de *shelf life* já apresenta valores inferiores a 50 ppm. As amostras de mortadela mortadela com 10% de goma arábica + nitrito de sódio e mortadela com 5% de goma + 5% de maltodextrina + nitrito de sódio, no 30° dia de *shelf life*, apresentam respectivamente 44% e 52%, residual de nitrito e nitrato de sódio a mais quando comparadas ao controle.

A amostra de mortadela com 5% de goma + 5% de maltodextrina + nitrito de sódio apresenta residual acima de 50 ppm (50,57).

Como forma preventiva a presença e/ou multiplicação das células vegetativas, assim como germinação de esporos que sobrevivem ao tratamento térmico, as empresas trabalham com agentes inibidores, como nitrito e nitrato (LANDGRAF & FRANCO, 2005).

O nitrito inibe o crescimento de *C. botulinum*, impedindo o crescimento de células vegetativas de esporos e também inibe a divisão celular de qualquer célula vegetativa presente (PIERSON et al., 1983). Muitos mecanismos estão envolvidos na inibição de *C. botulinum* pelo nitrito. Tompkin et al. (1978) sugeriu que o óxido nítrico, formado via ácido nitroso a partir do nitrito, reage com as proteínas ferro-enxofre das bactérias. Proteínas ferro-enxofre (por exemplo, ferredoxina) são importantes no metabolismo energético tanto das bactérias aeróbias quanto anaeróbicas e, portanto, são alvos prováveis para a ação bacteriostática nitrito, óxido nítrico e compostos relacionados (CAMMACK et al., 1999; PATTERSON e LOAHARANU, 2000).

Considerando isso, uma explicação simplista para a inibição de clostrídios, subsequente ao crescimento pode ocorrer quando o nitrito residual esgota-se para níveis não inibitórios, permitindo a dissociação do óxido de nitrogênio do ferro, e/ou, reparar através da formação de uma nova ferredoxina não reagida pela célula vegetativa. Uma terceira possibilidade é a germinação de esporos dormentes após o declínio do nitrito residual a níveis não inibitórios (PATTERSON e LOAHARANU, 2000).

5.5.3 – Determinação objetiva de cor

Na Tabela 7 estão apresentados os dados dos parâmetros de cor L*, a* e b* das amostras mortadela controle, mortadela com 10% de goma + nitrito de sódio e mortadela com 5% de goma + 5% de maltodextrina + nitrito de sódio.

Tabela 7 - Parâmetro de cor L*, a* e b* das amostras mortadela controle, mortadela com 10% de goma + nitrito de sódio e mortadela com 5% de goma + 5% de maltodextrina + nitrito de sódio.

Parâmetro	Amostra	1	10	20	30	40	50	60
L*	Controle	59,08 ^a (±0,74)	58,09 ^a (±0,06)	57,04 ^a (±1,00)	57,62 ^a (±0,06)	58,40 ^a (±0,81)	57,78 ^a (±0,09)	53,64 ^b (±0,23)
	10% GA + nitrito	58,32 ^a (±1,11)	57,95 ^a (±0,77)	57,63 ^a (±0,50)	57,04 ^a (±0,39)	58,13 ^a (±0,14)	57,53 ^b (±0,42)	54,71 ^a (±0,51)
	5% GA + 5% MD + nitrito	57,90 ^a (±0,40)	58,07 ^a (±0,45)	57,02 ^a (±0,13)	56,77 ^a (±0,69)	56,79 ^a (±1,58)	56,76 ^b (±0,45)	53,67 ^{ab} (±0,47)
a*	Controle	18,37 ^a (±0,23)	18,98 ^a (±0,07)	18,42 ^b (±0,10)	18,62 ^b (±0,07)	18,26 ^c (±0,06)	17,98 ^b (±0,06)	19,22 ^b (±0,06)
	10% GA + nitrito	18,69 ^a (±0,31)	18,55 ^a (±0,27)	19,02 ^a (±0,20)	18,97 ^a (±0,10)	18,75 ^b (±0,10)	18,24 ^b (±0,10)	19,16 ^b (±0,21)
	5% GA + 5% MD + nitrito	18,89 ^a (±0,04)	18,82 ^a (±0,26)	19,08 ^a (±0,01)	18,97 ^a (±0,10)	18,97 ^a (±0,08)	18,79 ^a (±0,08)	20,01 ^a (±0,08)
b*	Controle	15,56 ^{ab} (±0,04)	16,88 ^a (±0,16)	16,10 ^a (±0,11)	15,68 ^a (±0,04)	15,68 ^a (±0,07)	15,88 ^{ab} (±0,10)	18,43 ^b (±0,11)
	10% GA + nitrito	15,51 ^b (±0,03)	15,58 ^c (±0,21)	15,77 ^a (±0,11)	15,46 ^b (±0,08)	16,03 ^a (±0,25)	15,72 ^b (±0,15)	18,53 ^b (±0,14)
	5% GA + 5% MD + nitrito	15,65 ^a (±0,05)	16,04 ^b (±0,10)	16,13 ^a (±0,45)	15,79 ^{ab} (±0,12)	16,09 ^a (±0,15)	16,12 ^a (±0,07)	18,94 ^a (±0,14)

Médias ± desvio padrão seguidas de letras iguais na mesma coluna não diferem entre si estatisticamente ($p < 0,05$) pelo teste de Tukey. Legenda: GA – goma arábica, MD – maltodextrina.

Barretto (2007) descreve o significado dos parâmetros de cor onde: L* representa a luminosidade da amostra, e quanto maior o seu valor, mais clara será a amostra; a* expressa à intensidade da cor vermelha da amostra, ou seja, quanto maior o valor de a*, mais vermelha é a amostra; b* expressa à intensidade da cor amarela da amostra, e para carnes e produtos derivados se relaciona com a coloração marrom.

Pode-se observar na Tabela 7, que a amostra 5% GA + 5% MD + nitrito apresentou diferença significativa ($p < 0,05$) para o parâmetro a* a partir do 20º dia de acompanhamento de *shelf life*, indicando que a coloração vermelha nesse produto está relativamente mais intensa, quando comparada com a amostra controle, permanecendo como maior intensidade de cor vermelha até o final do *shelf life* (60 dias) estando em correlação com o verificado no residual de nitrito de sódio apresentado na Tabela 7.

Nitritos e nitratos são bem conhecidos como conservantes de carne e produtos de carne contribuem para a segurança microbiológica, a cor típica de cura vermelha, desenvolvimento de sabores e extensão da vida útil de produtos à base de carne (HONIKEL, 2014).

5.5.4 – Análises físico-químicas exigidas em RTIQ

Na Tabela 8 estão apresentados os resultados das análises de amido, gordura, proteína e umidade das amostras de mortadela controle, mortadela com 10% de goma + nitrito de sódio e mortadela com 5% de goma + 5% de maltodextrina + nitrito de sódio.

Tabela 8 - Resultados das análises de amido, gordura, proteína e umidade das amostras de mortadela controle, mortadela com 10% de goma + nitrito de sódio e mortadela com 5% de goma + 5% de maltodextrina + nitrito de sódio.

Amostra	Amido (%)	Gordura (%)	Proteína (%)	Umidade (%)
Controle	3,26 ^a (±0,12)	16,10 ^a (±0,07)	13,81 ^a (±0,09)	57,3 ^a (±0,10)
10% GA	3,27 ^a (±0,08)	15,90 ^a (±0,11)	13,72 ^a (±0,13)	57,5 ^a (±0,04)
5% GA + 5% MD	3,16 ^a (±0,10)	15,90 ^a (±0,06)	13,84 ^a (±0,15)	57,5 ^a (±0,14)

Médias ± desvio padrão seguidas de letras iguais na mesma coluna não diferem entre si estatisticamente ($p < 0,05$) pelo teste de Tukey. Legenda: GA – goma arábica, MD – maltodextrina.

Os resultados de amido, gordura, proteína e umidade apresentados na Tabela 8 mostram que todos os itens avaliados atendem ao determinado no regulamento técnico de identidade e qualidade (RTIQ) o qual estabelece os padrões físico-químicos da mortadela popular, sendo: amido máximo de 5,0%; gordura máxima de 30%; proteína no mínimo de 12%; umidade máxima de 65% (BRASIL, 2000).

5.5.5 – Análises microbiológicas

Na Tabela 9 estão descritos os resultados das análises de Contagem Sulfito Redutor a 46°C, Coliformes a 45°C, *Staphylococcus* Coagulase Positiva, *Listeria monocytogenes* e *Salmonella* sp., realizadas nas amostras de mortadela controle, mortadela com 10% de goma + nitrito de sódio e mortadela com 5% de goma + 5% de maltodextrina + nitrito de sódio. As análises foram realizadas após um dia de produção e a cada 10 dias durante um período de 60 dias. As amostras não apresentaram contagem para as bactérias analisadas, atendendo os padrões microbiológicos estabelecidos para esta categoria de produto pela RDC 12 da ANVISA (BRASIL, 2001).

Tabela 9 – Resultados das análises de Contagem Sulfito Redutor a 46 °C, Coliformes a 45 °C, *Staphylococcus* Coagulase Positiva, *Listeria monocytogenes* e *Salmonella* sp. das amostras de mortadela controle, mortadela com 10% de goma + nitrito de sódio, mortadela com 5% e padrões microbiológicos estabelecidos pelo MAPA.

Tempo (dias)	Amostra	Clostridio Sulfito Redutor a 46°C	Coliformes a 45°C/g	<i>Staphylococcus</i> Coagulase Positiva/g	<i>Listeria monocytogenes</i> /25g	<i>Salmonella</i> sp/25g
	Legislação (MAPA)	5×10^2	10^3	3×10^3	Ausência	Ausência
1	Controle	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^{2a} \pm 0,01$	Ausência	Ausência
	10% GA + nitrito	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^{2a} \pm 0,01$	Ausência	Ausência
	5% GA + 5% MD + nitrito	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^{2a} \pm 0,01$	Ausência	Ausência
10	Controle	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^{2a} \pm 0,01$	Ausência	Ausência
	10% GA + nitrito	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^{2a} \pm 0,01$	Ausência	Ausência
	5% GA + 5% MD + nitrito	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^{2a} \pm 0,01$	Ausência	Ausência
20	Controle	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^{2a} \pm 0,01$	Ausência	Ausência
	10% GA + nitrito	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^{2a} \pm 0,01$	Ausência	Ausência
	5% GA + 5% MD + nitrito	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^{2a} \pm 0,01$	Ausência	Ausência
30	Controle	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^{2a} \pm 0,01$	Ausência	Ausência
	10% GA + nitrito	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^{2a} \pm 0,01$	Ausência	Ausência
	5% GA + 5% MD + nitrito	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^{2a} \pm 0,01$	Ausência	Ausência
40	Controle	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^{2a} \pm 0,01$	Ausência	Ausência
	10% GA + nitrito	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^{2a} \pm 0,01$	Ausência	Ausência
	5% GA + 5% MD + nitrito	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^{2a} \pm 0,01$	Ausência	Ausência
50	Controle	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^{2a} \pm 0,01$	Ausência	Ausência
	10% GA + nitrito	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^{2a} \pm 0,01$	Ausência	Ausência
	5% GA + 5% MD + nitrito	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^{2a} \pm 0,01$	Ausência	Ausência
60	Controle	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^{2a} \pm 0,01$	Ausência	Ausência
	10% GA + nitrito	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^{2a} \pm 0,01$	Ausência	Ausência
	5% GA + 5% MD + nitrito	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^a \pm 0,01$	$<1 \times 10^{2a} \pm 0,01$	Ausência	Ausência

Médias \pm desvio padrão seguidas de letras iguais na mesma coluna não diferem entre si estatisticamente ($p < 0,05$) pelo teste de Tukey. Legenda: GA – goma arábica, MD – maltodextrina.

Os dados das análises microbiológicas apresentadas na Tabela 9 não apresentaram diferença significativa ($p < 0,05$) e as análises de *Listeria monocytogenes* e *Salmonella* sp, apresentaram ausência em todos os pontos analisados.

Todas as formulações apresentaram contagem baixa dos microrganismos determinados, o que contribui para assegurar a estabilidade microbiológica durante o período de estocagem. Verifica-se também que os resultados dos produtos avaliados neste trabalho estão em conformidade com o determinado para o padrão microbiológico para mortadelas estabelecidos por BRASIL (2001) e BRASIL (2009). Os resultados dos valores de pH durante os 60 dias de estocagem, apresentados na Figura 12, também mostram essa estabilidade.

6 – CONCLUSÃO

Fundamentado neste estudo foi possível concluir que nas formulações testadas para a microencapsulação do nitrito de sódio, somente foram observadas formações de micropartículas nas emulsões contendo 10% de goma arábica e a formulação contendo 5% de goma arábica + 5% de maltodextrina. A emulsão formada por 10% de goma arábica + nitrito de sódio apresentou melhor homogeneidade de distribuição no encapsulado, fato que se explica pela maior viscosidade da emulsão, que facilita o processo de secagem em *spray dryer*. A partir dos resultados obtidos por meio das análises de difração de raio-X, os materiais de parede testados apresentam uma estrutura amorfa que pode ter sido modificada após a incorporação de nitrito de sódio a esses materiais. Em relação a umidade, densidade aparente e atividade de água, as formulações apresentaram resultados relativamente baixos, o que garante a estabilidade dos produtos, dificultando o aparecimento de microrganismos.

A aplicação de nitrito de sódio microencapsulado em mortadela conferiu maior estabilidade em sua redução, sendo que a amostra com material de parede 5% de GA + 5% de MD apresentou-se mais eficaz em relação ao residual de nitrito e nitrato de sódio, permanecendo até o 50º dia com residual acima de 50 ppm, sendo que a amostra controle atingiu esse patamar com 30 dias de *shelf life*, conferindo assim mais uma barreira frente a estabilidade do produto.

A coloração vermelha da mortadela com aplicação de material encapsulado com 5% de GA + 5% de MD apresentou diferença significativa em relação as demais amostras avaliadas, estando de acordo com os resultados de residual de nitrito e nitrato de sódio até o final do *shelf life* do produto.

Diante disso, a aplicação de NaNO₂ encapsulado em mortadela popular apresenta-se como um grande avanço na estabilidade microbiológica, sendo de fundamental importância para a aplicação industrial, vindo a apresentar-se com mais uma opção de barreira no estudo das interações entre os vários fatores intrínsecos e extrínsecos que afetam a capacidade de sobrevivência e de multiplicação dos microorganismos nos alimentos.

7 – SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

Como citado anteriormente, devido ao ineditíssimo desse trabalho, deixamos algumas recomendações de trabalhos futuros.

- Aplicação de nitrito de sódio encapsulado por *spray drying* com diferentes materiais de parede em linguiças frescas;
- Encapsulamento de condimentos por *spray drying* com diferentes materiais de parede e aplicação em mortadela defumada;
- Encapsulamento de condimentos por *spray drying* com diferentes materiais de parede e aplicação em empanados;

8 – REFERÊNCIAS

ANGULO, L. V.; ARCE, N. R.; QUESADA, Y. A. Variación del contenido de nitrito de sodio residual en diferentes lotes de salchichas, de una misma formulación de una empresa productora costarricense. *Revista Pensamiento Actual*, v. 17, n. 28, p. 88–98, 2017.

Association of Official Analytical Chemists (AOAC). *Official Methods of Analysis of AOAC International*. 15^a ed., 1991.

Association of Official Analytical Chemists (AOAC). *Official Methods of Analysis of AOAC International*. 18^a ed., 2005.

BANG, W.; HANSON, D. J.; DRAKE, M. A. Effect of Salt and Sodium Nitrite on Growth and Enterotoxin Production of *Staphylococcus aureus* during the Production of Air-Dried Fresh Pork Sausage. *Journal of Food Protection*, Vol. 71, No. 1, 2008, Pages 191–195.

BARBOSA-C_ANOVAS, G. V., ORTEGA-RIVAS, E., JULIANO, P., & YAN, H. *Food powders: Physical properties, processing, and functionality*. New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2005.

BARRETTO, A. C. S. Efeito da adição de fibras como substituto de gordura em mortadelas. 2007. 163 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos), Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2007.

BATYCKY, R. P.; HANES, J.; LANGER, R. E.; EDWARDS, D. A. A theoretical model of erosion and macromolecular drug release from biodegrading microspheres. *Journal of Pharmaceutical Science* 86:1.464-1.477, 1997.

BETANHO, C.; SHIMOKAMAKI, M.; OLIVO R. Estabilidade das emulsões carneas. *Ver. Nac. carne*, São Paulo, v.18, n.210, p.85-90,1994.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria Nacional de Defesa Agropecuária. Laboratório Nacional de Referência Animal (LANARA). *Métodos Analíticos Oficiais para Controle de Produtos de Origem Animal e seus Ingredientes*. II- Métodos físicos e químicos. Brasília (DF): LANARA; 1981.

BRASIL. Instrução Normativa nº 20, de 21 de julho de 1999. Aprova o Manual de métodos analíticos oficiais físico-químicos para controle de carnes, produtos cárneos e seus ingredientes, sal e salmoura. *Diário Oficial da União*, Brasília, DF, 9 set. 1999.

BRASIL. Ministério da Agricultura. Secretaria da defesa Agropecuária. Instrução Normativa nº.4, de 31 de Março de 2000. Regulamento Técnico de identidade e qualidade de Mortadela. Publicado no *Diário Oficial da União* de 05/04/2000.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução – RDC Nº 12, de 02 de Janeiro de 2001. Regulamento Técnico sobre Padrões Microbiológicos para Alimentos. Publicado no *Diário Oficial da União* de 10/01/2001.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Coordenação de Laboratório Animal / Departamento de Defesa Animal / Secretaria de Defesa Agropecuária. Instrução Normativa Nº 62, de 26 de agosto de 2003. Oficializa os Métodos Analíticos Oficiais para Análises Microbiológicas para Controle de Produtos de Origem Animal e Água.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária - ANVISA. Instituto Adolfo Lutz. Métodos Físico-químicos para análise de alimentos. Brasília, 2005.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e do Abastecimento. Instrução Normativa nº 51 de 29 de dezembro de 2006. Institui Regulamento Técnico de Atribuição de Aditivos, e seus Limites das Categorias de Alimentos que especifica. Brasília, DF, 2006.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e do Abastecimento. Instrução Normativa nº 09 de 08 de abril de 2009. Procedimentos de controle da *Listeria monocytogenes* em produtos de origem animal prontos para consumo. Brasília, DF, 2009.

BRASIL. Ofícios Circulares 005/2015 e 006/2015 (CGI/DIPOA/SDA). Informações sobre registro de produto mortadela conservada em temperatura ambiente, Brasília, DF, 2015.

BÖGER, B. R.; GEORGETTI, S. R.; KUROZAWA, L. E. Microencapsulation of grape seed oil by *spray drying*. Food Science and Technology, v. 38, p. 263-270, 2018.

BORGSTRON, G. Principles of Food Science. V. !. Food T&Nutrition Press, Inc. Westport Connecticut. USA. 1976, 397 p.

CAMMACK, R., JOANNOU, C. L., CUI, X. Y., TORRES MARTINEZ, C., MARAJ, S. R., HUGHES, M. N., 1999. Nitrite and nitrosyl compounds in food preservation. Biochim. Biophys. Acta-Bioenerg. 1411, 475 – 488.

CANO-CHAUCA, M.; STRINGHETA, P. C.; RAMOS, A. M.; CAL-VIDAL, J. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. Innovative Food Science & Emerging Technologies. December 2005, Pages 420-428.

CHO, H. Y.; KIM, B.; CHUN, J. Y.; CHOI, M. J. Effect of *spray-drying* process on physical properties of sodium chloride/maltodextrin complexes. Powder Technology, v. 277. P 141-146. 2015.

CHRISTIANSEN, L. N.; JOHNSTON, R. W.; KAUTTER, D. A.; HOWARD, J. W.; AUNAN, W. I. Effect of nitrite and nitrate on toxin production by *Clostridium botulinum* and on nitrosamine formation in perishable canned comminuted cured meat. Applied Microbiology, v.25, p. 357-362, 1973.

DUARTE, P. F. Encapsulamento do óleo essencial de citronela (*Cymbopogon winterianus*) por *spray drying* utilizando diferentes materiais de parede. 2019. 88 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) - Programa de Pós-Graduação

em Engenharia de Alimentos, Departamento de Ciências Agrárias da Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões, Erechim, 2019.

DZIEZAK, J. D., 1998. Microencapsulation and encapsulated ingredients. *Food Technol.* 136-140, 142, 143, 146-148, 151.

EVANGELISTA, José. Tecnologia de Alimentos. São Paulo. Atheneu, 2ª Edição, 2001.

FARIDI, A.; JAFARI, S.M.; ASSADPOOR, E.; MOHAMMADI, A. Nano-encapsulation of saffron extract through double-layered multiple emulsions of pectin and whey protein concentrate, *J. Food Eng.* 165, 2015.

FERNANDES, R. V. B.; BORGES, S. V.; SILVA, E. K.; SILVA, Y. F.; SOUZA, H. J. B.; CARMO, E. L.; OLIVEIRA, C. R.; YOSHIDA, M. I.; BOTREL, D. A. Study of ultrasound-assisted emulsions on microencapsulation of ginger essential oil by *spray drying*. *Industrial Crops and Products*, v. 94, p. 413-423, 2016.

FIORDA, F. A.; DE SIQUEIRA, M. I. D. Avaliação do pH e atividade de água em produtos cárneos, *Estudos*, v. 36, n. 5, p. 817-826, 2009.

FRAKOLAKI, G., GIANNOU, V., KEKOS, D., TZIA, C. A review of the microencapsulation techniques for the incorporation of probiotic bacteria in functional foods, *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, v. 61, n.9, p.1515-1536, 2021.

FRANCO, B. D. G. M.; LANDGRAF, M.; Microbiologia dos alimentos. São Paulo – SP, Editora Atheneu, 2005.

GERANPOUR, M.; ASSADPOUR, E.; JAFARI, S. M. Recent advances in the *spray drying* encapsulation of essential fatty acids and functional oils. *Trends in Food Science & Technology*, v.102, p. 71-90, 2020.

GUERRA, I. C. C. D. Efeito do teor de gordura na elaboração de mortadela utilizando carne de caprinos e de ovinos de descarte. 2010. 87 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) - Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2010.

HALDANE, J. 1901. The red colour of salted meat. *J. Hyg.* 1:115–122.

HERNÁNDEZ-NAVA, R.; LÓPEZ-MALO, A.; PALOU, E.; RAMÍREZ-CORONA, N.; JIMÉNEZ-MUNGUÍA, M. T. Encapsulation of oregano essential oil (*Origanum vulgare*) by complex coacervation between gelatina and chia mucilage and its properties after *spray drying*, *Food Hydrocolloids*, 2020.

HAUSCHILD, A. H. W.; HILSHEIMER, R.; JARVIS, G.; RAYMOND, D. P. Contribution of Nitrite to the Control of *Clostridium botulinum* in Liver Sausage. *Journal of Food Protection*: April 1982, Vol. 45, No. 6, pp. 500-506, 1982.

HOAGLAND, R. The action of saltpeter upon the color of meat, p. 301–314. In 25th annual report of the bureau of animal industry. U.S.Government Printing Office, Washington, DC, 1983.

HONIKEL, K. O. Chemical analysis for specific components curing agents. Encyclopedia of meat Sciences. 2nd ed. Oxford: Academic Press, 2014.

HUSTAD, G. O.; CERVENY, J. G.; TRENK, H.; DEIBEL, R. H.; KAUTTER, D. A.; FAZIO, T.; JOHNSTON, R. W.; KOLARI, O. E. Effect of sodium nitrite and sodium nitrate on botulinal toxin production and nitrosamine formation in wieners. Applied Microbiology, Washington, v.26, p. 22-26, 1973.

ISO 1442. Meat and meat products - Determination of moisture content (Reference method), 1997.

JAFARI, S. M., ASSADPOOR, E., HE, Y., BHANDARI, B. Encapsulation efficiency of food flavors and oils during *spray-drying*. Drying Technology, v. 26, p. 816-835, 2008.

JAY, J. M. Nitrites and nitrates, p. 258–264. In Modern food microbiology, 6th ed. Aspen Publishers, Gaithersburg, MD, 2000.

JAY, J.M. Microbiologia de Alimentos. 6.ed.Artmed, 711p, 2005.

LEE, S., LEE, H., KIM, S., LEE, J., HA, J., CHOI, Y., OH, H., CHOI, K.H., YOON, Y. Microbiological safety of processed meat products formulated with low nitrite concentration - A review. Asian-Australas J Anim Sci., v. 31, n.8: p.1073-1077, 2018.

LINHARD, R. Biodegradable polymers for controlled release of drugs. In: Rosoff M. Controlled release of drugs: Polymers and aggregate systems. VCH Publisher Inc., p. 53-85, 1988.

MAULIDNA; WIRJOSENTONO, B.; TAMRIN; MARPAUNG, L. Microencapsulation of ginger-based essential oil (*Zingiber cassumunar roxb*) with chitosan and oil palm trunk waste fiber prepared by *spray-drying* method. Case Studies in Thermal Engineering, v. 18, p. 1-6, 2020.

MARTIN, A. N. Physical pharmacy: Physical chemical principles in the pharmaceutical sciences. Ed. Lea & Febiger, USA, 1993.

MORGAN, C. A.; HERMAN, N.; WHITE, P. A.; VESEY, G. Preservation of microorganisms by drying; a review. Journal of Microbiological Methods, 66, 183 e 193, 2006.

OLIVO, R.; SHIMOKOMAKI, M. Carnes: no caminho da pesquisa. Cocal do Sul, 2^a Edição. Editora: IMPRINT, 2002. 155p.

ORSOLIN, et al. Redução do tempo no processo de cozimento de mortadela e avaliação da qualidade final do produto. Cienc. anim. bras., Goiânia, v.16, n.4, p. 589-597 out./dez. 2015.

PATTERSON, M.F., LOAHARANU, P., 2000. Irradiation. In: Lund, B.M., Baird-Parker, T.C., Gould, G.W. (Eds.), The Microbiological Safety and Quality of Food. Aspers Publishers, Maryland, pp. 65–99.

PAXIMADA, P.; KOUTINAS, A. A.; SCHOLTEN, E., MANDALA, I. G. Effect of bacterial cellulose addition on physical properties of WPI emulsions. Comparison with common thickeners. *Food Hydrocolloids*, v. 54, p. 245-254, 2016.

PIERSON, M. D.; SMOOT, L. A. Nitrite, nitrite alternatives, and the control of *Clostridium botulinum* in cured meats. *CRC Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, Boca Raton, Florida, USA, v. 17, p. 141-187, 1982.

PIERSON, M.D., SMOOT, L.A., ROBACH, M.C., 1983. Nitrite, nitrite alternatives, and the control of *Clostridium botulinum* in cured meats. *C. R. Crit. Rev. Food Sci. Nutr.* 17, 141–187.

POURASHOURI, P.; SHABANPOUR, B.; RAZAVI, S.H.; JAFARI, S.M.; SHABANI, A.; AUBOURG, S.P. Impact of wall materials on physicochemical properties of microencapsulated fish oil by *spray drying*, *Food Bioprocess Technol.* 7 (8) (2014) 2354–2365.

PRADO, L. D; ROCHA, H. V. A. Estado Sólido na Indústria Farmacêutica: Uma Breve Revisão. *Revista Virtual de Química*, v. 7, n. 6, p. 2080-2112, 2015.

PEGG, R. B.; & SHAHIDI, F. History of the curing process, p. 7–22. In *Nitrite curing of meat: the N-nitrosamine problem and nitrite alternatives*, 1st ed. Food & Nutrition Press, Trumbull, CT, 2000.

RAMAKRISHNAN, Y.; ADZAHAN, N. M.; YUSOF, Y. A.; MUHAMMAD, K. Effect of wall materials on the *spray drying* efficiency, powder properties and stability of bioactive compounds in tamarillo juice microencapsulation. *Powder Technology*, v. 328, p. 406-414, 2018.

RÉ, M. I. Microencapsulação: Em busca de produtos inteligentes. *Ciência Hoje* 27 (162): 24-29, 2000.

SANTOS, A. B.; FERREIRA, V. P.; GROSSO, C. R. F. Microcápsulas: Uma alternativa viável. *Microencapsulação de produtos sensíveis à oxidação óleo-resina de páprica*. *Biotecnologia, Ciência e Desenvolvimento* 3(16):26-30, 2000.

SANTOS-GARCÉS, E.; GOU, P.; GARCIA-GIL; N., ARNAU, J.; FULLADOSA, E. Nondestructive analysis of aw, salt and water in dry-cured hams during drying process by means of computed tomography. *J. Food Eng.*, v. 101, p. 187 e 192, 2010.

SANTIVARANGKNA, C.; KULOZIK, U.; & FOERST, P. Alternative drying processes for the industrial preservation of lactic acid starter cultures. *Biotechnology Progress*, 23, 302 e 315, 2007.

SCHER, B. H. *Controlled release delivery systems for pesticides*. Ed. Marcel Dekker, New York, 1999.

SINDELAR, J. J.; & MILKOWSKI, A. L. Sodium nitrite in processed meat and poultry meats: a review of curing and examining the risk/benefit of its use. White paper series, no. 3. American Meat Science Association, Champaign, IL, 2011.

STEWART, M. R.; ZIPSER, M. W.; WATTS, B. M. The use of reflectance spectrophotometry for the assay of raw meat pigments. *Journal of Food Science*, Chicago, v. 30, n. 3, p. 464-469, 1965.

SUAVE, J.; DALL'AGNOL, E. C.; PEZZIN, A. P. T.; SILVA, D. A.K.; MEIER, M. M.; SOLDI, V. Microencapsulação: inovação em diferentes áreas. *Health and Environment Journal*, v. 7, n. 2, p. 12-20, 2006.

TERRA, N. N. Apontamentos da tecnologia de carnes. São Leopoldo – RS, Editora Unisinos, 1998. 216 p.

TOMPKIN, R.B., CHRISTIANSEN, L.N., SHAPARIS, A.B., 1978. The effect of iron on botulinal inhibition in perishable canned cured meat. *Int. J. Food Sci. Technol.* 13, 521–527.

TOMPKIN, R. B. Nitrite. In: BRANEN, A. L.; DAVIDSON, P. M. *Antimicrobials in Foods*. Marcel Dekker, Inc., New York, cap. 8, p. 205, 1983.

TONON, R. V.; PEDRO, R. B; GROSSO, C. R. F.; HUBINGER, M. D. Microencapsulation of flaxseed oil by *spray drying*: Effect of oil load and type of wall material. *Drying Technology*, v. 30, p. 1491–1501, 2012.

TRINDADE, M. A.; THOMAZINE, M.; OLIVEIRA, J. M.; BALIEIRO, J. C. C.; FAVARO-TRINDADE, C. S. Estabilidade oxidativa, microbiológica e sensorial de mortadela contendo óleo de soja, armazenada a 0°C durante 60 dias. *Brazilian Journal of Food Technology*, v. 13, n. 3, p. 165-173, 2010.

VILA JATO, J. L. *Tecnologia farmacéutica: Aspectos fundamentais de los sistemas farmacêuticos y operaciones básicas*. v. 1. Ed. Síntesis Editorial, Madrid, Espanha, 1999.

YUNES, J.F.F. Avaliação dos efeitos da adição de óleos vegetais como substitutos de gordura animal em mortadela. 2010. 103f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia dos Alimentos) - Universidade Federal de Santa Maria – Faculdade de Tecnologia de Alimentos, Santa Maria, 2010.