



## **SECAGEM DE EXTRATO DE *Camellia sinensis* EM LEITO DE JORRO: DESEMPENHO DO PROCESSO E QUALIDADE DO PRODUTO**

YAN G. AREM<sup>1\*</sup>, MARIA S. MORAES, WANDERLEY P. OLIVEIRA

Universidade de São Paulo, Laboratório de Processos Farmacêuticos  
Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto

\*e-mail: yan.arem@usp.br

**RESUMO** - Extratos de *Camellia sinensis* (chá verde) possuem potente atividade antioxidante, associada à alta concentração catequinas. Entretanto, para ser usado como ativo farmacêutico, deve estar em uma forma padronizada; que pode ser obtida com a produção de um extrato seco. Extratos secos apresentam vantagens frente aos extratos líquidos, como maior estabilidade físico-química, microbiológica e maior facilidade de manuseio e transporte. Muitas tecnologias são usadas para secar extratos, como a secagem por atomização (*spray-drying*) e a liofilização. Esses processos possuem um alto custo de implantação e operacional, o que é uma motivação para se estudar outras tecnologias. Portanto, o objetivo desse trabalho foi produzir extratos secos padronizados de *C. sinensis* por secagem em leito de jorro. As variáveis estudadas foram o tipo de partícula inerte, a concentração do adjuvante de secagem (SiO<sub>2</sub> coloidal) e a temperatura de secagem. Uma análise de regressão foi aplicada nos resultados experimentais, sendo possível a construção de gráficos de superfície de resposta que revelaram os efeitos das diferentes variáveis investigadas. Os resultados mostram que a partícula inerte de Teflon associada a temperatura de secagem de 110 °C gerou um produto com ótima qualidade, em termos de umidade, atividade de água e retenção dos compostos ativos.

### **INTRODUÇÃO**

O Chá, família Theaceae, é a segunda bebida mais consumida no mundo, somente sendo ultrapassado pela água (GARDNER et al., 2007). Dependendo da fase de crescimento das folhas e de diferenças de processamento, os chás são classificados como chás preto (fermentado), verde (não fermentado), oolong (semi fermentado), branco e amarelo (PEREIRA et al., 2014). O chá verde é obtido de brotos e folhas jovens de *C. sinensis* (L.) Kuntze, levemente cozidos no vapor e secos, com o objetivo de desativar as enzimas oxidantes (TFOUNI et al., 2018; SAJILATA et al., 2008). Ele é uma rica fonte de compostos polifenólicos, com destaque para as catequinas. As quatro principais catequinas do chá verde são

a (-)-epicatequina (EC); o (-)-galato de epicatequina (ECG); e a (-)-epigallocatequina (EGC); e a (-)-epigallocatequina 3-galato (EGCG) (LAMARÃO; FIALHO, 2009). As catequinas estão associadas à forte atividade antioxidante do chá-verde, e tem recebido grande atenção da comunidade científica. Os antioxidantes possuem potencial de sequestrar radicais livres do organismo, podendo promover proteção ao organismo contra doenças cardiovasculares, diabetes, câncer, síndrome metabólica, declínio da imunidade e outras doenças degenerativas (THIELECKE; BOSCHMANN, 2009; PERVIN et al., 2018). Entretanto, para serem usados de forma segura, os produtos derivados de plantas necessitam estar em formas padronizadas, estáveis e seguras, com teor conhecido de substâncias bioativas.

A padronização de um extrato vegetal se inicia com a extração das substâncias de interesse da matriz vegetal. Várias técnicas de extração são usadas na obtenção de extratos vegetais, como a infusão, maceração, percolação, maceração dinâmica e a extração por Soxhlet. Recentemente a extração assistida por ultrassom tem se mostrado uma técnica eficiente de extração, que permite se obter extratos com elevado teor de catequinas, apresentando qualidade igual ou superior aos métodos convencionais (MORAIS et al., 2019).

Extratos de plantas são geralmente comercializados na forma líquida, pastosa ou seca. Extratos secos apresentam vantagens frente às formas líquidas tradicionais, como por exemplo maior estabilidade físico-química e microbiológica, diminuição de seu volume e peso, que influi nos custos de transporte e de armazenagem do produto, justificando assim o desenvolvimento desses produtos (SOUZA; OLIVEIRA, 2021). Muitas tecnologias são usadas para secar extratos, como a secagem por atomização (*spray dryer*) e a liofilização (GOULA; ADAMOPOULOS, 2005; LOKSUWAN, 2007). A esses processos são atribuídos alto custo de implantação (*spray dryer*) e operacional (liofilização), razões que justificam a busca por processos mais econômicos e de fácil implementação. O processo leito de jorro possui custo de operação consideravelmente baixo, podendo ser uma possível alternativa para a secagem de extratos vegetais (PATEL et al., 1986). Na secagem por leito de jorro, diferentes condições de processamento podem ser utilizadas, como por ex. temperatura de secagem, tipo e massa de material inerte, adição de adjuvante de secagem, entre outras (Souza and Oliveira, 2021). A determinação da condição ótima de processamento exige um estudo detalhado da influência de variáveis de processo sobre o desempenho do secador e qualidade do produto. O uso de técnicas de planejamento experimental associado à análise multiresposta, permite a identificação das variáveis que apresentam influência significativa sobre o processo e qualidade do produto, e a determinação da condição ótima de processamento.

Portanto, o objetivo desse estudo é obter um extrato seco padronizado de *Camellia sinensis* por secagem em leito de jorro. Técnicas de planejamento experimental e análise multi-

resposta foram utilizadas para se investigar a influência de variáveis de processamento sobre o desempenho do equipamento e qualidade do produto.

## MATERIAIS E MÉTODOS

### Material

As folhas de *C. sinensis* utilizadas neste trabalho são procedentes da China, sendo adquiridas já secas no mercado local (Ribeirão Preto, Brasil). Demais reagentes utilizados foram o adjuvante de secagem SiO<sub>2</sub> coloidal - Aerosil 200 (Degussa Brasil Ltda) e Etanol (Synth).

### Partículas inerte

Como material inerte foram utilizadas partículas esféricas de vidro -  $dp = 2,8$  mm;  $\rho = 2490$  kg/m<sup>3</sup>,  $\phi = 1,0$  - e partículas côncavo-cilíndricas de Teflon<sup>®</sup> -  $dp = 5,45$  mm;  $\rho = 2160$  kg/m<sup>3</sup>,  $\phi = 0,96$  (SOUZA; OLIVEIRA, 2002).

### Moagem

Inicialmente as folhas secas de *C. sinensis* foram submetidas a moagem em um moinho de facas (MA-680, Marconi, Piracicaba, SP, Brasil), até passar por uma tamiz de 800  $\mu$ m. A granulometria do material moído foi determinada pela técnica da tamisação, utilizando um conjunto de peneiras padronizadas e um agitador de peneiras (Bertel). A classificação granulométrica do material foi realizada segundo a Farmacopéia Brasileira 5<sup>ª</sup>ed (2010), classificando-se o material vegetal moído como pó grosso.

### Processo Extrativo

Foi realizado um processo de extração assistido por ultrassom, de acordo com as condições previamente determinadas por Moraes et al. (2019). O processo consiste na imersão por 1 hora da matéria prima vegetal em solução hidroalcoólica (etanol 70%) na proporção de 1:10 (m/m), no vaso do sistema Ultrassom (Eco-sonics mod. QL95 - 40kHz/300 W). A temperatura de extração foi mantida em 40 °C e a potência do ultrassom ajustada a 80%. A seguir, o extrato foi filtrado a vácuo, sendo o filtrado concentrado três vezes de forma a aumentar a concentração de sólidos solúveis, que

atingiu  $9,42 \pm 0,12\%$  m/m; determinada em uma balança de umidade Sartorius MA34.

**Quantificação dos compostos ativos:** O teor de compostos bioativos presentes na solução extrativa e no extrato seco do *C. sinensis*, cafeína (CAF), galato de epicatequina (ECG) e galato de epigallocatequina (EGCG), foi realizada por CLAE. A quantificação foi realizada em um cromatógrafo líquido Shimadzu Prominence LC-20A (Shimadzu - Japão), equipado com bombas binárias de alta pressão mod. LC-10 AD, amostrador automático mod. SIL-10ADVP, e detector espectrofotométrico Photodiode Array mod. SPD-M10A, controlado pelo software LC solution. Utilizou-se uma coluna de fase reversa C-18 Shimadzu (250 x 4,6 mm d.i., 5 $\mu$ m), termostaticada à temperatura de 30 °C, usando a pré-coluna C-18. Como fase móvel se usou um gradiente de água acidificada a 1 % (v/v) com ácido acético glacial (A) e metanol (B) à vazão de 1,0 mL/min.

O preparo das amostras foi realizado a partir de uma massa conhecida de solução extrativa e de extrato seco (base seca), que foram colocadas em balão volumétrico de 5 ml, sendo o volume completado com água MilliQ, mantidas sob agitação por 30 min e centrifugados por 5 minutos a 3500 rpm. O sobrenadante foi filtrado em filtro Milipore (4  $\mu$ m), sendo utilizado o filtrado para a análise. O volume de injeção da amostra foi de 20  $\mu$ L e a detecção ocorreu a 280 nm. A descrição detalhada e a validação do método de quantificação está presente em Moraes et al. (2019).

A solução extrativa concentrada apresentou uma concentração de cafeína (CAF) de  $138,51 \pm 3,08$  mg/g, de  $255,94 \pm 13,74$  mg/g de galato de epigallocatequina (EGCG), e de  $63,74 \pm 4,61$  mg/g de galato de epicatequina (ECG), com base no teor de sólidos solúveis nos extratos.

Nos extratos secos a mesma metodologia de quantificação foi empregada, sendo os resultados em teor expressos em teor de ativos nos extratos seco e eficiência de retenção, respectivamente  $R_{T,CAF}$ ,  $R_{T,EGCG}$ , e  $R_{T,ECG}$ .

### Leito de Jorro

Nesse trabalho se utilizou um leito de jorro cônico-cilíndrico, que consiste de uma coluna cilíndrica (85 mm de diâmetro e 300

mm de altura) acoplada a uma base cônica de 40°. O gás de secagem é alimentado por um orifício de entrada com diâmetro de 15 mm, localizado na parte inferior da base cônica. Na parte superior do equipamento há um ciclone LAPPLE para a coleta do produto seco. Todas as peças são de aço inoxidável.

**Caracterização fluidodinâmica do leito de jorro:** a primeira etapa necessária para a realização de uma operação de secagem em leito de jorro é a caracterização fluidodinâmica do sistema, que permite determinar a velocidade de mínimo jorro ( $U_{mj}$ ); queda de pressão máxima ( $\Delta P_m$ ); queda de pressão de jorro de jorro estável ( $\Delta P_s$ ). Esses parâmetros são determinados a partir da construção da curva característica do leito de jorro, obtida por meio de medidas de queda de pressão no secador em função da velocidade do ar alimentado (SOUZA; OLIVEIRA, 2021). Essa caracterização foi realizada para massas de material inerte (Teflon® ou vidro) de 150 e 300 gramas.

**Secagem dos extratos:** O processo de secagem se inicia com a introdução de 300 gramas de partículas inertes no leito ( $M_i$ ). Então se dá início à alimentação do ar de secagem a uma vazão definida a partir dos resultados fluidodinâmicos (0,40 m<sup>3</sup>/min e 0,30 m<sup>3</sup>/min respectivamente para Teflon® e vidro). O sistema de aquecimento é acionado, sendo fixada a temperatura de secagem (80, 110 ou 140 °C). Medidas de temperatura são realizadas em intervalos regulares para determinar o instante que se alcança a estabilização térmica. A partir daí o sistema é alimentado com extrato em vazão controlada (240 g/h), juntamente com o ar de atomização à vazão de 17 L/min à pressão de 2 kgf/cm<sup>2</sup>. As temperaturas na entrada ( $T_{gi}$ ) e na saída ( $T_{go}$ ) do secador foram monitoradas em intervalos regulares de tempo (5 minutos) para identificar quando o processo atingiu estado estacionário (~10 minutos); e se iniciou a coleta de amostras do produto seco. As amostras coletadas foram empregadas para a determinação de propriedades físicas e químicas do extrato seco.

A adição de adjuvantes de secagem na composição alimentada é uma prática comum durante a secagem de extratos vegetais e polpas de frutas, de forma a melhorar a eficiência da secagem e as características farmacotécnicas do produto gerado (Souza; Oliveira, 2021).

Nesse estudo se avaliou a influência da adição do dióxido de silício coloidal - Aerosil 200, nas proporções de 0, 2 e 4 % m/m (base úmida), previamente ao processo de secagem.

**Desempenho da secagem:** o desempenho da secagem foi avaliado através da determinação do rendimento de produto (REC) e do acúmulo de material na superfície das partículas inertes ( $A_c$ ), através das equações 1 e 2, obtidas por balanço de massa no sistema.

$$REC = \frac{M_c \cdot (1 - X_p / 100)}{W_s \cdot C_s \cdot \theta_p} \quad (1)$$

$$A_c = \frac{M_f \cdot (1 - X_p / 100) - M_i}{W_s \cdot C_s \cdot \theta_p} \cdot 100 \quad (2)$$

Nas equações 1 e 2,  $M_i$  é a massa de material inerte inserida no leito de jorro no início e ao final do processo,  $M_c$  a massa de produto coletada,  $X_p$  a umidade do produto seco (bu, % m/m),  $W_s$  a vazão mássica de material alimentado,  $C_s$  a concentração de sólidos na composição alimentada e  $\theta_p$  o tempo total da secagem.

### Caracterização físico-química do extrato seco

Os extratos secos produzidos foram caracterizados pela determinação da atividade de água ( $A_w$ ), umidade do produto ( $X_p$ ) e quantificação dos compostos bioativos.

**Atividade de água e umidade:** A umidade do produto ( $X_p$ ) foi determinada em uma balança de umidade Sartorius, mod. MA 35 – (Goettingen, Alemanha). A atividade de água ( $a_w$ ) foi determinada no medidor de atividade de água Aqua Lab 4TEV (Decagon Devices – Pullman, USA). Foi utilizado cerca de 1 grama do extrato para cada análise, sendo as determinações realizadas em triplicata.

### Planejamento experimental

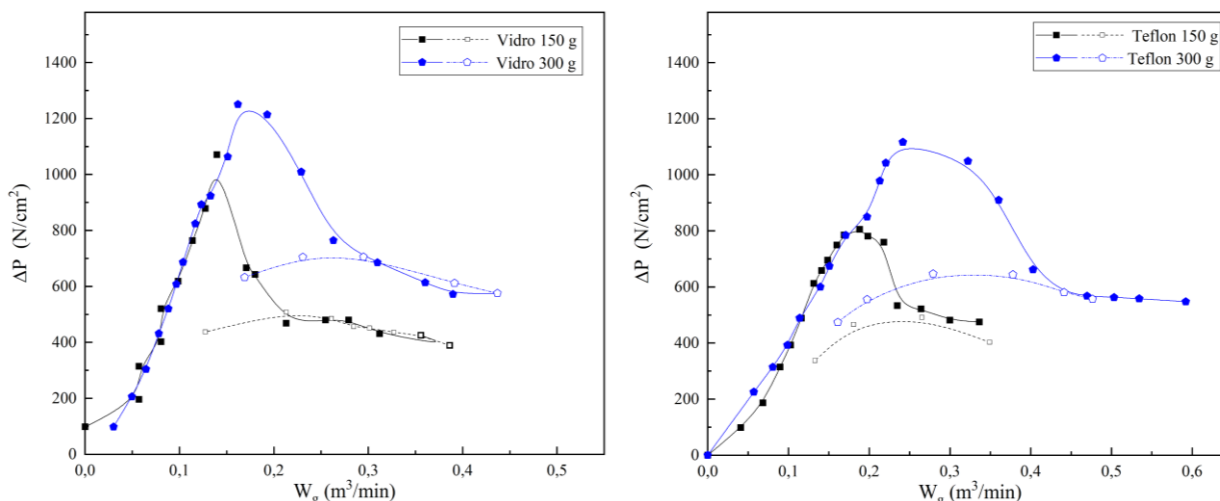
Para se investigar a influência das variáveis tipo de partículas inertes (vidro e Teflon<sup>®</sup>), temperatura de entrada do gás de secagem ( $T_g$  – 80 a 140 °C) e concentração de SiO<sub>2</sub> coloidal adicionado à composição de secagem (ADJ – 0 a 4 % m/m), sobre as propriedades do produto seco e desempenho da secagem, foi

utilizado um delineamento experimental 2x2<sup>2</sup> (MONTGOMERY, 2017), com pontos centrais nas variáveis  $T_g$  e ADJ (110 °C e 2 % m/m, respectivamente). As respostas de interesse foram a umidade do produto ( $X_p$ ), a atividade de água ( $A_w$ ), a concentração de compostos bioativos no produto seco (CAF, ECG e EGCG), o rendimento da secagem (REC) e acúmulo de massa na superfície das partículas inertes após a secagem ( $A_c$ ). Os valores das variáveis quantitativas  $T_g$  e ADJ foram codificadas para -1, 0 e +1, respectivamente para os valores inferiores, ponto central e superiores. Para incluir a variável categórica “tipo de partícula” no planejamento experimental, foi atribuído o código -1 para as partículas de Teflon<sup>®</sup>, enquanto o código +1 se refere às esferas de vidro. A significância estatística dos efeitos lineares, quadráticos e de interação das variáveis investigadas nas respostas de interesse foi avaliada por ANOVA e análise de regressão, usando o software Statistica<sup>®</sup> 14.0 (StatSoft, TIBCO Inc.). As interações entre as variáveis de ordem superior foram utilizadas como estimativas dos erros experimentais. Gráficos de superfície de resposta foram construídos para se analisar a influências das variáveis investigadas.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

### Caracterização fluidodinâmica do secador de leito de jorro

A **Figura 1** apresenta um gráfico construído com os valores experimentais de queda de pressão em função da vazão de ar introduzida no leito de jorro para partículas inertes de Teflon<sup>®</sup> e vidro (FAN et al., 2010). A partir desses gráficos foi possível determinar a vazão de jorro mínimo ( $W_{g,ms}$ ), queda máxima de pressão de jorro ( $\Delta P_m$ ), e queda de pressão de jorro estável ( $\Delta P_s$ ) para os dois materiais inertes utilizados neste estudo. Os resultados obtidos mostram que os valores de  $\Delta P_m$  foram um pouco mais elevados para as partículas de vidro, para as duas alturas estudadas, o que pode estar associado com sua maior densidade. Por outro lado, menores valores de  $W_{g,ms}$  foram observados para as partículas de vidro, o que pode ter relação com seu menor diâmetro e forma esférica, que pode facilitar sua movimentação no leito.



**Figura 1.** Queda de pressão em função da vazão de ar introduzida no leito de jorro obtidos para partículas inertes de vidro e Teflon respectivamente.

### Análise Físico Química do extrato seco

O leito de jorro se mostrou um processo eficiente para a produção de extratos secos de *C. sinensis*. O produto obtido exibiu baixos valores de  $X_p$ , que variaram na faixa de  $0,57 \pm 0,01$  a  $2,71 \pm 9,94$  % m/m, sendo o valor médio igual a  $1,19 \pm 0,57$  % m/m. Valores adequados de atividade de água também foram obtidos, entre  $0,273 \pm 0,014$  e  $0,613 \pm 0,002$ ; com valor médio de  $0,402 \pm 0,099$ .  $A_w$  é uma medida do estado de energia da água presente em produto seco. É geralmente utilizada como um critério de segurança e qualidade. Valores de  $A_w$  inferiores ao valor correspondente ao teor de umidade de uma monocamada de água, geralmente em torno de 0,4-0,5 são desejáveis e associados com um produto estável. Apenas três extratos secos, obtidos à menor temperatura de secagem, apresentaram  $A_w$  superior a 0,5.

A quantificação dos teores (e retenção) dos compostos bioativos monitorados indicam extratos secos de ótima qualidade. Os teores de EGCG, de CAF e ECG nas faixas de  $172,69 \pm 1,64$  mg/g a  $271,83 \pm 3,99$  mg/g;  $70,84 \pm 1,55$  mg/g a  $143,50 \pm 2,37$  mg/g; e  $41,58 \pm 0,37$  mg/g a  $65,19 \pm 2,53$  mg/g, respectivamente. Obviamente, extratos contendo maior concentração de adjuvante, tendem a apresentar menor teor, devido a efeito de diluição. Os valores médios de  $R_{T,EGCG}$ ,  $R_{T,CAF}$  e  $R_{T,ECG}$  foram elevados, respectivamente de 100 %, 97,1 % e de 77,4 %, evidenciando um produto com pequena alteração de sua composição original.

### Desempenho do processo

O desempenho do processo de secagem foi avaliado pelo rendimento de produto (REC) e acúmulo de massa nas partículas inertes após a secagem ( $A_c$ ). Valores de REC entre 18,2 % m/m a 68,8 % m/m; e de  $A_c$  entre 2,4 % m/m a 18,8 % m/m foram obtidos, e mostraram dependência das condições de operação do secador e da composição alimentada.

### Análise estatística dos resultados

Uma representação mais rigorosa dos resultados deste trabalho foi obtida através da análise de regressão das respostas experimentais, disponíveis na **Tabela 1**, que fornece valiosas informações a respeito da influência das variáveis estudadas sobre o processo de produção, permitindo a identificação de variáveis que causam influência significativa do ponto de vista estatístico nas propriedades do produto e no desempenho da secagem. Por exemplo, pode-se verificar que algumas condições de processamento causam uma redução no teor de compostos bioativos, a  $T_g = 140$  °C e  $ADJ = 4$  % m/m, e partículas de vidro como material inerte. Também se pode observar que os coeficientes ajustados a PT indicam que o uso do Teflon como material inerte (-1), produz um efeito positivo sobre o processo, reduzindo as respostas  $X_p$  ( $\alpha \leq 0,10$ ),  $A_w$  ( $\alpha \leq 0,05$ ),  $A_c$  ( $\alpha \leq 0,05$ ), e aumentando REC ( $p < 0,05$ ). Os modelos apresentados na **Tabela 1** permitem construir superfícies de resposta, mostrando o efeito das variáveis estudadas sobre as respostas de interesse (**Figuras 2 a 7**).

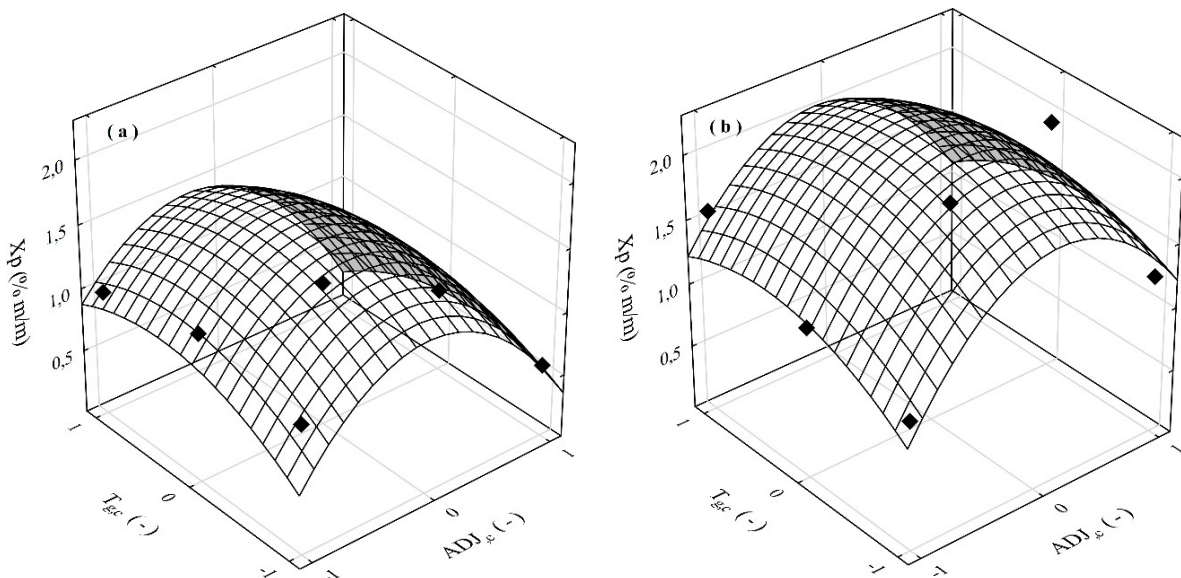
**Tabela 1.** Análise realizada para todas as respostas investigadas.

Coef.	Propriedades Físicas		Teor Compostos Bioativos			Retenção de Compostos Bioativos			Desempenho do Secador	
	Xp (-)	Aw (-)	EGCG (mg/g)	CAF (mg/g)	ECG (mg/g)	R <sub>EGCG</sub> (% m/m)	R <sub>CAF</sub> (% m/m)	R <sub>ECG</sub> (% m/m)	REC (% m/m)	Ac (% m/m)
<i>Média</i>	1,93*	0,347*	216,47*	112,65*	51,86*	102,6*	77,4*	97,1*	47*	22**
PT <sub>L</sub>	0,30***	0,028**	-1,43	0,85	-0,28	-0,6	-0,4	0,9	-8,8**	9,2**
Tg <sub>L</sub>	0,03	-0,099*	-2	-10,85*	-0,46	-1,3	-0,7	-9,0*	7,9***	-9,9***
Tg <sub>Q</sub>	-0,24	-0,009	-9,73***	-14,17**	-2,03	-4,4***	-3,1	-11,5**	-20**	21,7**
ADJ <sub>L</sub>	-0,08	-0,018***	-40,58*	-18,38**	-9,21*	-0,5	-13,7*	1,0	2,9	-0,8
ADJ <sub>Q</sub>	-0,68	0,093**	15,46**	8,67	2,79	3,8	4,2	4,2	12,9	-14,9
PT <sub>L</sub> ×Tg <sub>L</sub>	0	-0,001	-0,05	2,42	-0,17	0,1	-0,3	2,5	-4,2	1,5
PT <sub>L</sub> ×ADJ <sub>L</sub>	0,12	0,009	-0,12	1,69	-0,1	-0,1	-0,2	1,7	-6,4***	7,3***
Tg <sub>L</sub> ×ADJ <sub>L</sub>	-0,09	0,025***	-3,87	2,28	-1	-2	-1,5	0,3	-9,5**	9,9***
r <sup>2</sup>	0,72	0,96	0,99	0,96	0,98	0,68	0,98	0,86	0,89	0,88
Adj.R <sup>2</sup>	0,28	0,9	0,97	0,89	0,96	0,18	0,96	0,63	0,72	0,68

Significância estatística: \*  $\alpha \leq 0,01$ ; \*\*  $\alpha \leq 0,05$ ; \*\*\*  $\alpha \leq 0,10$

**Umidade residual (X<sub>p</sub>):** A **Figura 2** apresenta gráficos da umidade residual (X<sub>p</sub>) dos extratos em função da temperatura de secagem (Tg), e da adição de adjuvante (ADJ) para os dois materiais inertes (a: teflon e b: vidro). É possível se observar que a secagem com o uso de partículas de vidro gera um extrato com maior umidade residual que a secagem utilizando partículas de Teflon ( $\alpha \leq 0,05$ ). Isso pode ter ocorrido devido aos menores valores de Wg<sub>ms</sub> que foram utilizados para as partículas de vidro, que tem relação com seu

menor diâmetro (2,8 mm ante os 5,45 mm das partículas de teflon) e forma esférica o que pode facilitar sua movimentação no leito (em relação a forma côncavo-cilíndricas das partículas de teflon). Com menor vazão de ar as operações de secagens com partículas de vidro tendem a perder menor quantidade de água do que com partículas de teflon, resultando em uma maior umidade residual, uma vez que a razão Wg/Wgms foi mantida em 1,4 para ambos materiais inertes.



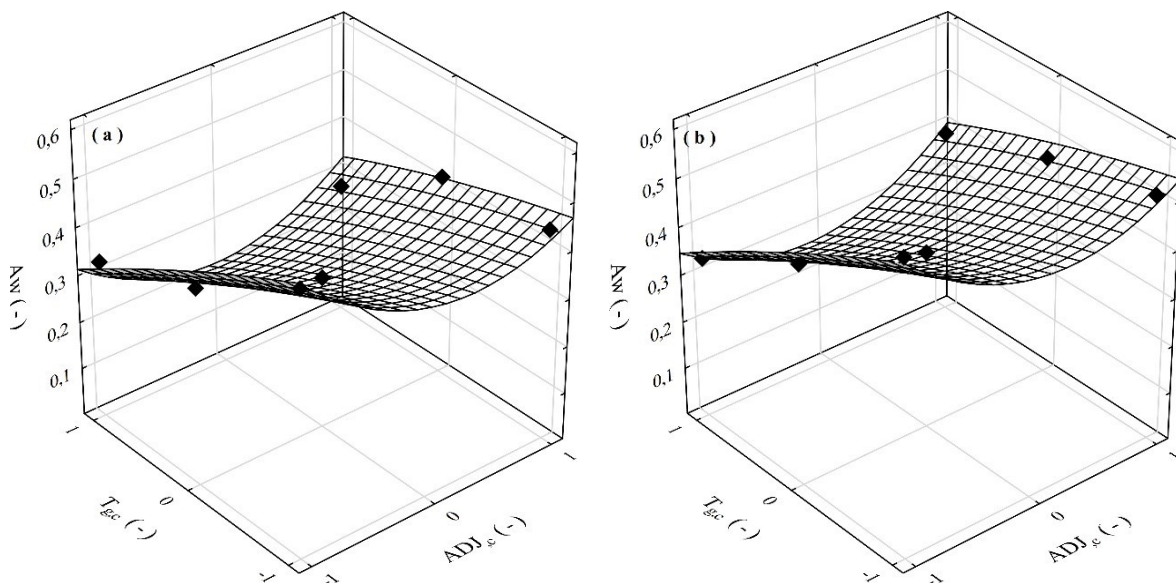
**Figura 2.** Superfície de resposta obtida para X<sub>p</sub> em função de Tg e ADJ para **a:** Teflon. **b:** Vidro (variáveis codificadas).

**Atividade de água ( $A_w$ ):** A **Figura 3** apresenta gráficos da atividade de água ( $A_w$ ) em função da temperatura de secagem ( $T_g$ ), e da adição de adjuvante (ADJ) para as duas partículas estudadas (a: teflon e b: vidro). Valores de atividade de água abaixo de 0,5 ajudam a inibir a proliferação de microrganismos nos produtos. A maioria dos resultados obtidos para os dois gráficos está abaixo desse parâmetro, com algumas exceções. Entretanto, de forma similar aos resultados da figura 2, as secagens que utilizaram as partículas de vidro apresentam maiores valores de atividade de água, o que novamente pode estar ligado ao menor valor de  $W_{g,ms}$  utilizado pelas partículas de vidro, que remove uma quantidade menor de água do extrato. Por isso algumas das secagens realizadas utilizando-se partículas de vidro atividade de água excedeu o valor 0,5 de o que pode resultar em menor estabilidade microbiológica.

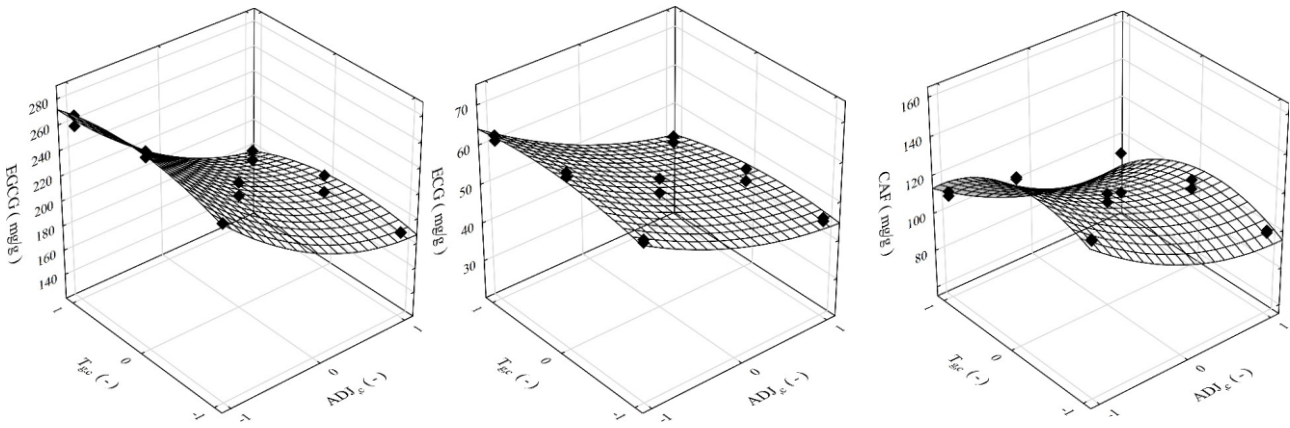
**Quantificação dos teores dos compostos bioativos (EGCG, CAF e ECG (mg/g)):** A **Figura 4** apresenta gráficos da quantificação dos compostos bioativos, em função da temperatura de secagem ( $T_g$ ), e do adjuvante de secagem (ADJ) presente nos extratos. Em todos os casos a adição de adjuvante diminui proporcionalmente a quantidade dos compostos bioativos, a um  $\alpha \leq 0,01$  para EGCG e ECG, e de

0,05 para CAF. Essa relação deve-se ao fato que quando se adiciona adjuvante no composto aumenta-se o teor de sólidos da amostra, o que causa um efeito de diluição dos compostos ativos. Também existe a possibilidade de que ocorra uma retenção irregular dos ativos na superfície dos materiais inertes ou parede do secador, reduzindo assim os teores de compostos de interesse no produto da secagem. Esse problema pode ser compensado pela influência benéfica dos adjuvantes no processo de secagem, que reduz a adesão do produto no interior do secador, promovendo um maior rendimento do processo.

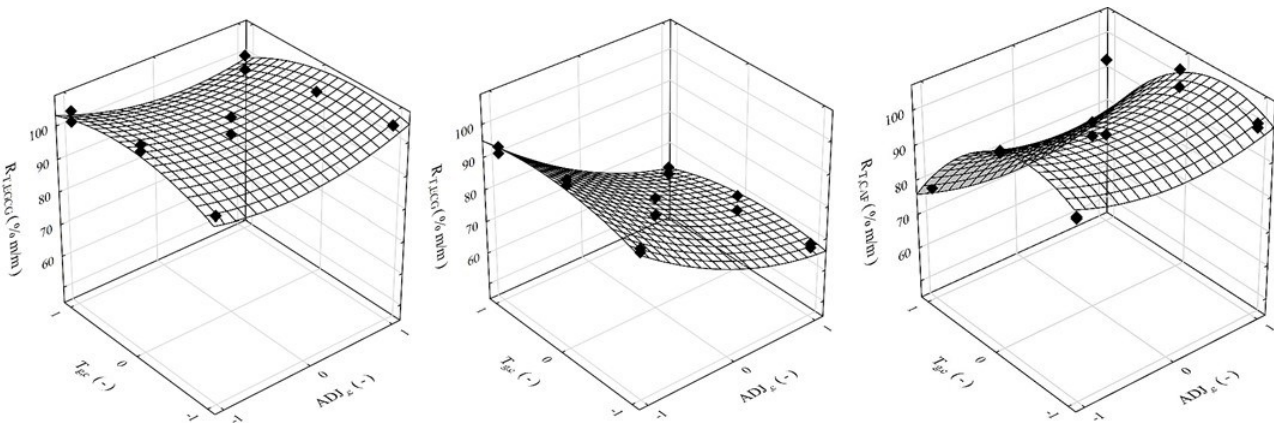
**Retenção dos compostos bioativos (RT, ECGC, RT, CAF, RT, ECG - %m/m):** A **Figura 5** apresenta gráficos de rendimento de extração (em relação ao extrato concentrado) para cada composto bioativo (EGCG, CAF e ECG), em função da temperatura de secagem ( $T_g$ ), e da adição de adjuvante de secagem (ADJ). Nota-se que a influência das variáveis para o ECGC é muito menos branda do que para os outros compostos. O ECG sofre pouca influência da temperatura; sendo a influência da quantidade de adjuvante adicionada inversamente proporcional. Possivelmente isso ocorre devido a alguma forma de complexação entre o ECG e o adjuvante utilizado (dióxido de silício coloidal, Aerosil 200<sup>®</sup>).



**Figura 3.** Superfície de resposta:  $A_w$  em função de  $T_g$  e ADJ para **a:** Teflon. **b:** Vidro (variáveis codificadas).



**Figura 4.** Superfície de resposta: ECGC, ECG, CAF em função de Tg e ADJ (variáveis codificadas).



**Figura 5.** Superfície de resposta: RT, ECGC, RT, CAF, RT, ECG em função de Tg e ADJ (variáveis codificadas)

A retenção de CAF no produto sofre forte influência da temperatura de secagem (efeitos linear e quadrático), enquanto que a influência da quantidade de adjuvante não apresentou influência significativa.

**Rendimento de secagem ( $R_{EC}$ ):** A **Figura 6** apresenta gráficos da eficiência do processo de secagem ( $R_{EC}$ ) em função da temperatura de secagem (Tg), e da adição de adjuvante (ADJ), para as duas partículas estudadas (a: teflon e b: vidro). Os valores de  $R_{EC}$  determinados para as partículas de teflon foram superiores aos determinados para as partículas de vidro. Esse comportamento pode ser explicado ao se observar que a aderência do extrato nas partículas de vidro é maior, o que acaba reduzindo a eficiência de produção de pó ( $R_{EC}$ ), e aumentando o acúmulo de massa (Ac) no interior do secador. Para ambas as partículas a temperatura de secagem intermediária apresentou maiores valores de  $R_{EC}$ , que pode ser explicado, pois em baixas temperaturas a remoção da água do produto pode não ser suficiente, o

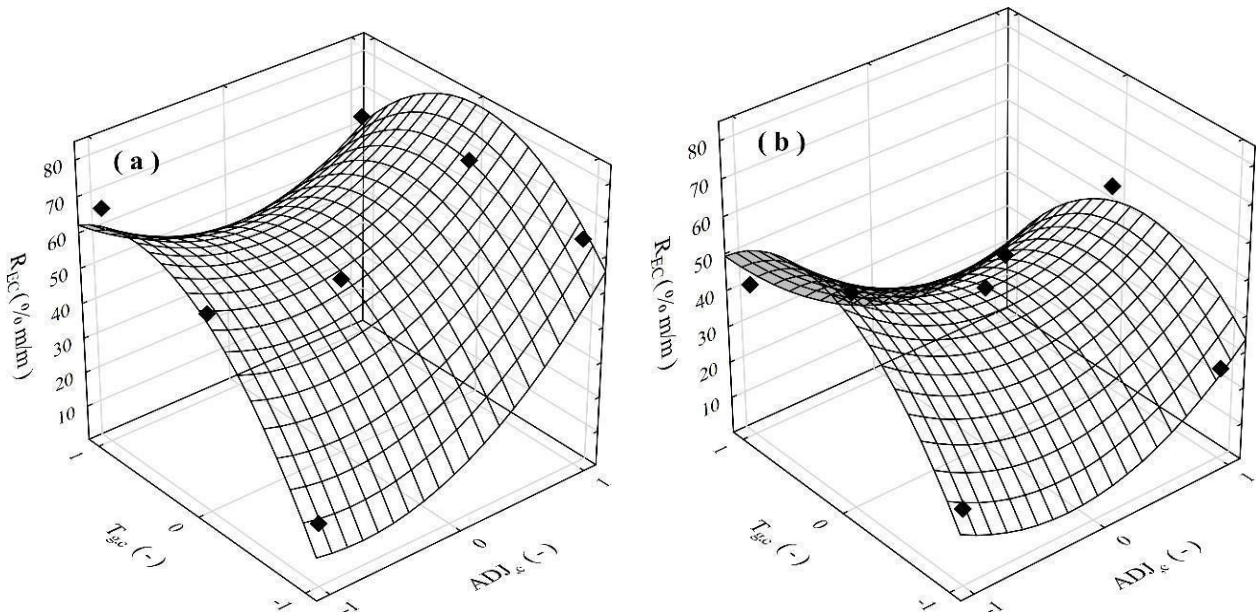
que faz uma parcela do produto aderir ao material inerte durante a secagem. À temperatura elevada, a perda por elutriação pode ser maior, além de também causar uma maior deposição de extrato sobre as partículas inertes devido à secagem excessiva. Nota-se que os resultados da adição de adjuvantes forneceram melhores resultados para as partículas de teflon em relação às de vidro, promovendo um aumento proporcional de  $R_{EC}$  e conseqüente redução do acúmulo do extrato sobre as partículas inertes e parede do secador.

**Acúmulo na secagem (Ac):** A **Figura 7** apresenta gráficos do acúmulo (Ac) em função da temperatura de secagem (Tg) e da adição de adjuvante (ADJ), para as duas partículas estudadas (a: teflon e b: vidro). Como mostrado na **Figura 7** o acúmulo do extrato nas partículas de vidro foi maior em relação ao acumulado nas partículas de Teflon ( $\alpha \leq 0,05$ ). Isso tem relação com as diferentes propriedades físico-químicas de ambos materiais, como por exemplo

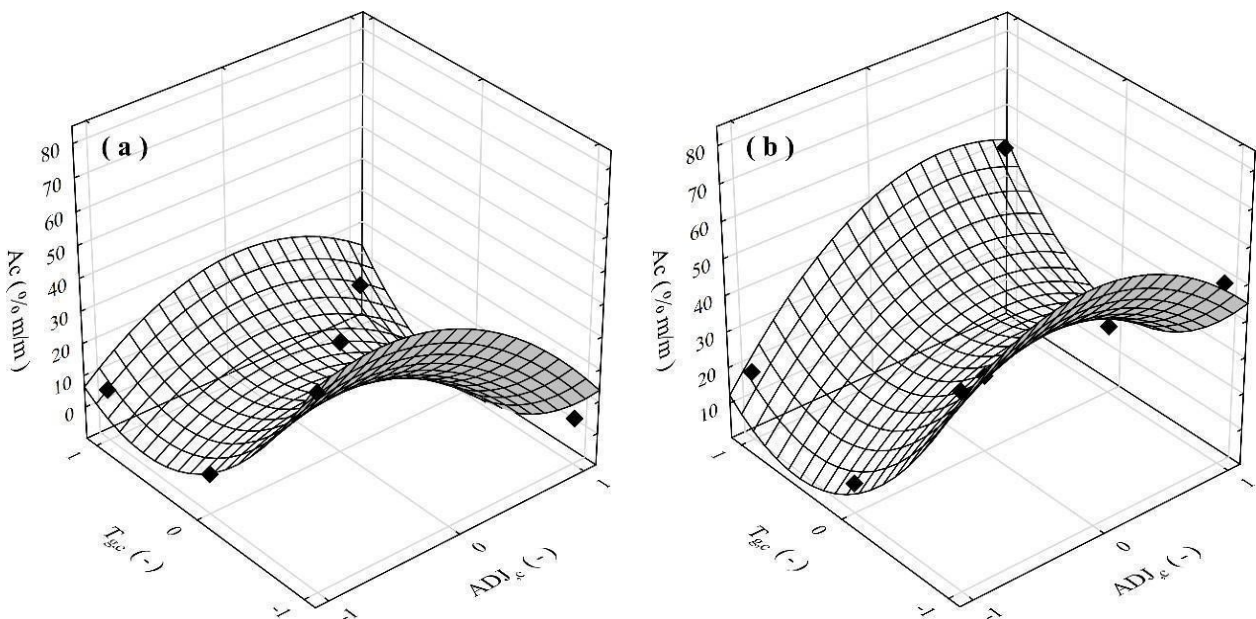


energia superficial, ângulo de contato da composição sobre a superfície de inertes, que influenciam na deposição e aderência do extrato na superfície dos sólidos. Tanto para as partículas de vidro quanto para as partículas de teflon a temperatura intermediária de secagem ( $110^{\circ}\text{C}$ ) apresentou menor acúmulo. Em relação à adi-

ção de adjuvante, as partículas de Teflon apresentaram menores valores de acúmulos nas extremidades do planejamento (ausência ou maior concentração de adjuvante). Para as partículas de vidro, a adição acúmulo tende a ser maior com o aumento das concentrações de adjuvante de secagem.



**Figura 6.** Superfície de resposta: REC em função de Tg e ADJ para **a:** Teflon. **b:** Vidro (variáveis codificadas).



**Figura 7.** Superfície de resposta: Ac em função de Tg e ADJ para **a:** Teflon. **b:** Vidro (variáveis codificadas).

## CONCLUSÕES

Os resultados deste trabalho comprovam que a secagem com a secagem de extrato de chá verde em leito de jorro é uma tecnologia viável. O planejamento experimental  $2 \times 2^2$  permitiu determinar quais as condições de secagens que influem positivamente no processo, permitindo se encontrar condições teóricas para uma secagem otimizada.

A melhor temperatura encontrada para o processo foi a intermediária, correspondente a 110°C. Nessa condição se observou menor Ac, e maior REC. Essa condição de processamento permitiu remover de forma eficiente a água do extrato, gerando um produto com baixa umidade residual e atividade de água.

O Teflon se mostrou o melhor material inerte, pois produz um efeito positivo sobre o processo, promovendo maiores valores de REC ( $\alpha \leq 0,05$ ), e reduzindo Xp ( $\alpha \leq 0,10$ ), Aw ( $\alpha \leq 0,05$ ) e Ac ( $\alpha \leq 0,05$ ); além da preservação adequada dos compostos bioativos presentes.

A adição de adjuvante de secagem diminui o acúmulo e aumenta o rendimento para as partículas de teflon, porém promove uma redução na concentração dos compostos bioativos de interesse, principalmente do ECG.

## REFERÊNCIAS

- FAN, L., GRACE, J., & EPSTEIN, N. (2010), CFD simulation of a liquid-fluidized bed of binary particles.
- GARDNER, E.J.; RUXTON, C.H.S.; LEEDS, A. R. (2007), Black tea—helpful or harmful? A review of the evidence. *Eur. J. Clin. Nut.*, v. 61, n. 1, p. 3-18.
- GOULA, A. M., & ADAMOPOULOS, K. G. (2005), Spray drying of tomato pulp in dehumidified air: II. The effect on powder properties. *J. Food Eng.*, 66(1), 35-42.
- LAMARÃO, R.C., & FIALHO, E. (2009), Aspectos funcionais das catequinas do chá verde no metabolismo celular e sua relação com a redução da gordura corporal. *Revista de Nutrição* 22.2:257-269.
- LOKSUWAN, J. (2007), Characteristics of microencapsulated  $\beta$ -carotene formed by spray drying with modified tapioca starch, native tapioca starch and maltodextrin. *Food Hydrocoll.*, 21(5-6), 928-935.
- MONTGOMERY, D. C. (2017), Design and analysis of experiments. John Wiley & sons.
- MORAIS, M. S., MARTINEZ, M. L. L., & OLIVEIRA, W. P. (2019), Otimização da extração assistida por ultrassom e secagem por spray drying de antioxidantes de *Camellia sinensis*. Anais do Simpósio Comemorativo 40 Anos da Área De Sistemas Particulados - DEQ/UFSCar.
- PATEL, K., BRIDGWATER, J., BAKER, C. G. J., & SCHNEIDER, T. (1986), Spouting behavior of wet solids. *Drying'86*, 183-189.
- PEREIRA, V.P., KNOR, F. J., VELLOSA, J.C. R., & BELTRAME, F.L. (2014), Determination of phenolic compounds and antioxidant activity of green, black and white teas of *Camellia sinensis* (L.) Kuntze, Theaceae. *Revista Brasileira de Plantas Medicinai*s, 16, 490-498.
- PERVIN, M., UNNO, K., OHISHI, T., TANABE, H., MIYOSHI, N., & NAKAMURA, Y. (2018), Beneficial effects of green tea catechins on neurodegenerative diseases. *Mol.*, 23(6), 1297.
- SAJILATA, M.G., BAJAJ, P.R., & SINGHAL, R.S. (2008), Tea polyphenols as nutraceuticals. *Comp. reviews in food sci. food safety*, 7(3), 229-254.
- SOUZA, C.R.F., & OLIVEIRA, W.P. (2002). Comparative study of the evaporation capacity of the conventional and jet spouted bed dryers for liquid materials. In *Proc. 13th Int. Drying Symp.*, B, 808-816.
- SOUZA, C.R.F., & OLIVEIRA, W.P. (2022), Drying of Phytochemical Compositions by Spouted Bed: An Update 1. In Oliveira, W.P. *Phytotechnology* (Ch. 6, pp. 141-171). CRC Press.
- TFOUNI, S.A.V., CAMARA, M.M., KAMIKATA, K., GOMES, F.M.L., & FURLANI, R.P.Z. (2018), Caffeine in teas: levels, transference to infusion and estimated intake. *Food Sci. Technol.*, 38, 661-666.
- THIELECKE, F. & BOSCHMANN, M. (2009), The potential role of green tea catechins in the prevention of the metabolic syndrome—a review. *Phytochemistry*, 70(1), 11-24.