UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

HUMBERTO DIAS DE ALMEIDA FILHO

OBTENÇÃO DE DEFENSIVO AGRÍCOLA DE EXTRATO VEGETAL *Azadirachta indica a. juss. (meliacae)*, VIA SPRAY DRYER

JOÃO PESSOA/PB
2019

HUMBERTO DIAS DE ALMEIDA FILHO

OBTENÇÃO DE DEFENSIVO AGRÍCOLA DE EXTRATO VEGETAL *Azadirachta indica a. juss. (meliacae),* VIA SPRAY DRYER

Trabalho apresentado ao curso de graduação de Engenharia de Materiais da Universidade Federal da Paraíba em cumprimento as exigências para conclusão de curso.

Orientador: Prof. Dr. Heber Sivini Ferreira

JOÃO PESSOA/PB
2019

Catalogação na publicação
Seção de Catalogação e Classificação

F481o Filho, Humberto Dias de Almeida.
OBTENÇÃO DE DEFENSIVO AGRÍCOLA DE EXTRATO VEGETAL Azadirachta indica a. juss. (meliacae), VIA SPRAY DRYER / Humberto Dias de Almeida Filho. - João Pessoa, 2019.
86 f. : il.

Orientação: Heber Ferreira.
Monografia (Graduação) - UFPB/CT.

1. Defensivo agrícola. 2. Nim. 3. Spray dryer. 4. Pó processado. 5. Caracterização física- química. I. Ferreira, Heber. II. Título.

UFPB/BC

HUMBERTO DIAS DE ALMEIDA FILHO

OBTENÇÃO DE DEFENSIVO AGRÍCOLA DE EXTRATO VEGETAL *Azadirachta indica a. juss. (meliacae)*, VIA SPRAY DRYER

Trabalho apresentado ao curso de graduação em Engenharia dos Materiais da Universidade Federal da Paraíba em cumprimento as exigências para conclusão de curso.

Aprovada em: 10/05/19

Banca Examinadora

Prof. Dr. Heber Sivini Ferreira
Departamento de Engenharia de Materiais- UFPB
(Orientador)

Prof. Dra. Sheila ABC Rêgo
SIAPE: 2034785
UFPB/CT/DEMAT

Prof.ª Dra. Sheila Alves Bezerra da Costa Rêgo
Departamento de Engenharia de Materiais- UFPB
(Examinador interno)

Profª. Dra. Veruscka Araújo Silva
Departamento de Engenharia Química - UFPB
(Examinador externo)

AGRADECIMENTOS

Ao meu pai Humberto Dias, à minha mãe Mariza Teixeira, aos meus irmãos Igor, Izabella e Alexia, assim como ao meu sobrinho Davi pelos ensinamentos ministrados, o amor incondicional e por nunca duvidarem do meu potencial. Gratidão!

Ao meu orientador Heber Sivini Ferreira pela orientação, paciência, amizade e ensinamento durante o desenvolvimento do trabalho. Além de todo suporte prestado.

A Profª Sheila Alves, pelos ensinamentos e por ser um espelho para mim quanto a paixão que tem pela docência.

Em especial a minha avó Afrodite, razão da minha vida, amiga e companheira e ao meu tio Sérgio, sem você nada disso seria possível.

A minha namorada Hanna, por toda troca de amor e companheirismo e por nunca soltar a minha mão.

A aluna Poliana Soares por toda ajuda e disponibilidade para ensinar.

A minha parceira de Laboratório Wênnya pela amizade e ajuda nos experimentos.

A minha amiga Camila Tavares, por todas as maratonas de estudos e real amizade.

Aos amigos de sempre, meus tios (a), primos (a), que sempre estarão presentes na minha vida.

A todos aqueles que contribuíram para a realização deste trabalho.

RESUMO

A árvore de *Nim, Azadirachta indica a. juss. (meliacae)*, é uma espécie de planta bastante investigada por suas propriedades efetivas no combate aos insetos. Basicamente, todas as partes da planta possuem compostos amargos que reservam impactos alimentares e podem interferir diretamente nos processos hormonais dos insetos. Todas as amostras apresentadas neste estudo foram secas via spray dryer. O objetivo do presente trabalho foi o desenvolvimento da tecnologia de secagem do extrato vegetal proveniente das sementes da árvore de Nim pelo método *spray dryer*. A tecnologia de controle do processo, através da avaliação de parâmetros físico-químicos do pó obtido pelo processo e comparado com o extrato *in natura*. O extrato vegetal de Nim foi submetido aos processos de secagem por spray dryer nas temperaturas: 140,150 e 160 °C, com concentrações do agente carreador: 1,5; 2,0 e 2,5 g/l e vazão do soprador de: 2,5; 2,9 e 3,4 $m^3.min^{-1}$. De acordo com as análises dos resultados para cada caracterização físico-química realizada neste estudo, bem como o emprego das diferentes condições de secagem aplicadas, pode se observar que os valores médios obtidos para a atividade de água das amostras encontram-se na faixa segura quanto sua estabilidade em relação ao desenvolvimento de microrganismos (Aw abaixo de 0,60) e que de forma geral não houve diferença significativa ($p \geq 0,05$) para as diferentes condições de processamento, com algumas exceções. Verificou-se também que para todas as demais caracterizações aplicadas neste trabalho, tais como: teor de umidade, molhabilidade, densidade bulk, densidade tapped, densidade de partículas, porosidade, solubilidade e granulometria obtiveram amostras com valores semelhantes e em alguns casos até melhores que os da literatura.

Palavras chaves: Defensivo agrícola. Nim. *Spray dryer*. Pó processado. Caracterização física- química.

ABSTRACT

The neem tree, Azadirachta indica a. juss. (meliacae) is a species of plant well investigated for its effective properties in the fight against insects. Basically, all parts of the plant have bitter compounds that reserve food impacts and can directly interfere with the hormonal processes of insects. All the samples presented in this study were dried by spray dryer. The objective of the present work was the development of the drying technology of the vegetal extract from the seeds of the Neem tree by the spray dryer method. The process control technology, through the evaluation of physical-chemical parameters of the powder obtained by the process and compared with the in natura extract. The Neem plant extract was submitted to the drying processes by spray dryer at temperatures: 140,150 and 160 °C, with carrier agent concentrations: 15; 20 and 25 g / l and blower flow rate of: 2.5; 2.9 and 3.4 m3.min-1. According to the analysis of the results for each physical-chemical characterization carried out in this study, as well as the use of the different drying conditions applied, it can be observed that the average values obtained for the water activity of the samples are in the safe range its stability in relation to the development of microorganisms (Aw below 0.60) and that in general there was no significant difference ($p \geq 0.05$) for the different processing conditions, with some exceptions. It was also verified that for all the other characterizations applied in this work, such as: moisture content, wettability, bulk density, tapped density, particle density, porosity, solubility and grain size obtained samples with similar values and in some cases even better than those of literature.

Keywords: Agriculture Defensive. Neem. Spray dryer. Processed powder. Physical-chemical characterization.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Árvore do Nim. 11
Figura 2 – Área plantada e produção de cereais,leguminosas e oleogenosas. 15
Figura 3 – Registro de produtos biológicos junto ao mapa.....23
Figura 4 – Etapas desenvolvidas no trabalho.....46
Figura 5 - Spray dryer (esquerda), agitador (direita). 47
Figura 6 – Spray dryer. 49
Figura 7 - Resultados para análise granulométrica das amostras.....68

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Diferentes parâmetros utilizados na secagem das amostras.....48
Tabela 2 - Valores médios para atividade de água das amostras. 55
Tabela 3 - Umidade relativa das amostras após- secagem. 57
Tabela 4 - Molhabilidade das amostras 58
Tabela 5 - Valores para densidade bulk 60
Tabela 6 - Valores para densidade tapped 62
Tabela 7 - Valores para densidade de partículas.....63
Tabela 8 - Valores para solubilidade das amostras 64
Tabela 9 - Valores para porosidade das amostras. 66
Tabela 10 - Diâmetro de partículas dos pós 70

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO 11
1.1 OBJETIVOS 13
1.1.1 Objetivo geral 13
1.1.2 Objetivos específicos 13
2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA 15
2.1 DEFENSIVOS AGRÍCOLAS 15
2.1.1 A agricultura brasileira 15
2.1.2 Histórico dos defensivos agrícolas 16
2.1.3 Principais tipos de defensivos 17
2.1.4 A importância e utilização dos defensivos agrícolas 18
2.1.5 Desvantagens do uso de defensivos químicos 19
2.2 DEFENSIVOS BIOLÓGICOS 20
2.2.1 Conceitos 20
2.2.2 Histórico dos defensivos biológicos 21
2.2.3 Defensivos Agrícolas no Brasil 22
2.2.3 Menor custo de pesquisa e desenvolvimento 23
2.2.4 Panorama atual e perspectivas 24
2.3 MÉTODOS DE SECAGEM 25
2.3.1 Secador de leito de jorro 25
2.3.2 Liofilização 26
2.3.3 Evaporação Rotativa 26
2.4 SPRAY DRYER 27
2.4.1 Características Físicas de Pós Secos 29
2.5 NIM 30
2.6 MICROENCAPSULAÇÃO 31
2.7 AGENTES CARREADORES 33
2.8 PARÂMETROS FÍSICO-QUÍMICOS 35
2.8.1 Atividade de água 36
2.8.2 Teor de Umidade 37
2.8.3 Molhabilidade 38
2.8.4 Densidades 40
2.8.5 Solubilidade 42
2.8.6 Porosidade 43

2.8.7 Granulometria 43
3. MATERIAIS E MÉTODOS 46
3.1 MATERIAIS 46
3.2 MÉTODOS 46
3.2.1 Preparação do extrato vegetal de Nim 46
3.2.2 Secagem via *Spray Dryer* 48
3.2.3 Caracterização Físico-química 500
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO 555
4.1 RESULTADOS DAS ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS 555
4.1.1 Atividade de água 555
4.1.2 Teor de umidade 566
4.1.3 Molhabilidade 588
4.1.4 Densidade bulk (g/cm^3) 600
4.1.5 Densidade tapped (g/cm^3) 622
4.1.6 Densidade de partículas 633
4.1.7 Solubilidade 644
4.1.8 Porosidade 655
4.2 GRANULOMETRIA 677
4.3 CONSIDAERAÇÕES FINAIS 733
5. CONCLUSÃO 755
REFERÊNCIAS 766

1. INTRODUÇÃO

Os sistemas atuais de produção agrícola demandam cada vez mais o aumento da sua produtividade em áreas de plantio cada vez menores. Neste contexto, vinculado a necessidade do aumento na produção, fitossanitários sintéticos, fertilizantes, inseticidas, fungicidas e herbicidas têm sido cada vez mais procurados no mercado.

A busca de pesticidas ambientalmente seguros, tem aberto margem para muitas pesquisas acerca do uso de plantas para a proteção de cultivos no campo ou no armazenamento desses produtos agrários. Especialmente em regiões tropicais, a aplicação de material botânico para proteger uma cultura contra insetos é tradicional e centenária (BOEKE et al., 2004).

A árvore de *Nim, Azadirachta indica a. juss. (meliacae)*, ilustrada na **Figura 1** , é uma espécie de planta bastante investigada por suas propriedades efetivas no combate aos insetos. Basicamente, todas as partes da planta possuem compostos amargos que podem interferir diretamente nos processos hormonais dos insetos (VAN DER NAT et al., 1991; NZANZA et al., 2012). Em sua utilização, diferentes maneiras de aplicação são empregadas, desde partes brutas da planta, a extratos da mesma. O produto (partes brutas da planta, extratos ou pó de Nim) são misturados diretamente em sementes como milho, arroz, feijão e outros tipos de grãos no intuito de proteger estas sementes contra insetos.

Figura 1- Árvore do Nim

Fonte- VIANA et al., 2016.

Já foram estudados separadamente folhas, galhos, sementes e frutos em mais de 300 compostos de ação pesticida comprovada, sendo a maioria pertencente

à classe dos tetranortriterpenóides (limonóides). No entanto, são as sementes responsáveis pela maior concentração destas substâncias (SOUZA MARTINEZ, 2002), sua ação pesticida pode ser atribuída ao seu alto teor de axadiractina, pois 90% desse composto, considerado o mais potente dos limonóides (tetranortriterpenóides) com atividade tóxica a artrópodes, está presente em suas sementes (NISBET et al.,2000).

Os produtos à base de Nim comumente usados são extrato das folhas, extrato da casca da árvore, óleo da semente e pó da semente. Os resultados dos testes de armazenamento indicam principalmente que o pó das folhas, o óleo de sementes e todos os tipos de extratos realmente têm um efeito negativo sobre os insetos que se alimentam de grãos (RACHID et al.,2005).

O processo de secagem por atomização vem exercendo um papel fundamental na secagem de produtos, por viabilizar o processamento de extratos aquosos sem degradação térmica das moléculas orgânicas. Sendo assim, extratos vegetais com aplicação como herbicidas, inseticidas ou fungicidas podem ser produzidos por esta técnica. Esta tecnologia de secagem é considerada moderna e adequada a processamento de extratos em grandes volumes.

Se tratando dos princípios ativos extraídos de produtos de origem vegetal, o processo de secagem mostra-se de fundamental importância para um produto final competitivo e de qualidade. A produção de extratos secos é uma alternativa tecnologicamente viável por proporcionar produção em larga escala de produtos mais concentrados, com maior estabilidade química, física e microbiológica e com uma maior facilidade de padronização dos compostos ativos (SILVA et al., 2012).

Pesquisas de diversos autores apontam as características físico-químicas e biológicas, do pó de Nim obtido via spray dryer. Riyajan e Sakdapipanich (2009), fizeram um estudo sobre o extrato de Nim encapsulado contendo Azadiractina-A em poli (acetato de vinila) hidrolisado para controlar sua estabilidade de liberação e fotodegradação. Já Sithisarn et al. (2006), compararam a atividade sequestradora de radicais livres de extratos de folhas de Nim preparados por diferentes métodos de extração. Da costa et al. (2014), estudaram diferentes formulações de produtos à base de óleo de Nim para controle de Zabrotes subdasciatus. Giongo et al. (2016), avaliou nanoformulações à base de Nim como alternativa ao controle da lagarta-do-cartucho. Sittipummongkol e Pechyen (2018), verificaram a produção, caracterização e

liberação controlada de microcápsulas poliméricas biodegradáveis incorporando óleo da semente de Nim.

A crescente preocupação com questões ambientais levou ao desenvolvimento da pesquisa no controle de pragas na agricultura, como uma alternativa ao uso de agrotóxicos sintéticos, de forma a minimizar os impactos ao meio ambiente e à saúde humana. Produtos naturais provenientes de plantas, como *Azadirachta indica* (Nim), constituem uma alternativa viável à agricultura por suas propriedades no combate aos insetos. O extrato do Nim é bastante promissor para implantação em programas de controle alternativo de pragas.

Neste interim, o presente projeto tem por objetivo, desenvolver e ampliar uma tecnologia de secagem do extrato vegetal da semente de Nim em escala laboratorial, buscando um processamento efetivo na secagem do material, de modo a preservar suas características físico-químicas e assim, obter propriedades significativas, podendo posterirormente ser aplicada em escala industrial.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo geral

Esse trabalho tem como objetivo geral o desenvolvimento do processo de secagem do extrato vegetal proveniente das sementes da árvore de Nim pelo método *spray dryer*.

1.1.2 Objetivos específicos

Os objetivos específicos do referido projeto foram:

1) Secagem do extrato via Spray dryer, utilizando diferentes condições de secagem (concentração do agente carreador, fluxo de ar e temperatura de entrada);
2) Determinação dos parâmetros físico-químicos do pó do extrato da semente de Nim em relação as densidades, porosidade, solubilidade, umidade, molhabilidade, atividade de água e granulometria;
3) Comparação entre as propriedades das amostras secas em diferentes

condições de processamento (concentração do agente carreador, fluxo de ar e temperatura de entrada).

4) A tecnologia de controle do processo, através da avaliação de parâmetros físico-químicos do pó obtido pelo processo e comparado com o extrato *in natura*.

2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

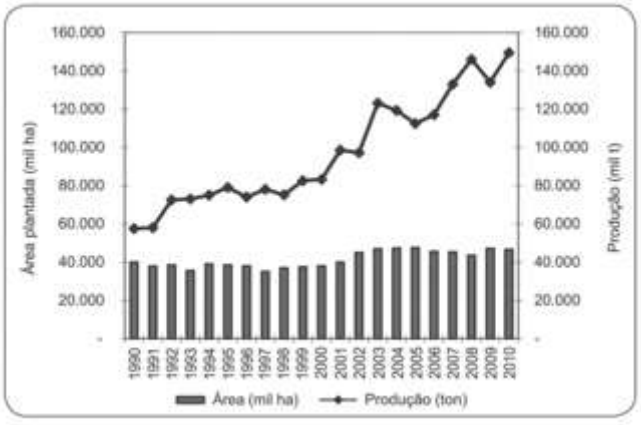
2.1 DEFENSIVOS AGRÍCOLAS

2.1.1 A agricultura brasileira

De acordo com a FAO (Food and Agriculture Organization), em 2009 o Brasil obteve a maior produção mundial em produtos como a cana-de-açúcar, o café e laranja. Além de liderar o ranking mundial para tais produtos o Brasil ainda figurou esse ano como o segundo maior produtor de soja e o terceiro na produção de milho. O Brasil é o terceiro maior produtor agrícola do mundo, superado apenas pelos Estados Unidos e pela União Europeia (SILVA e COSTA, 2012).

Em 2010, a produtividade brasileira na colheita de grãos totalizou 3.173 kg/ha, significando uma evolução de 305% em cinquenta anos. Entre 1990 e 2010, a produção conjunta das lavouras de cereais, leguminosas e oleaginosas aumentou a uma taxa de 4,9% a.a., enquanto a produtividade, em t/ha, cresceu a uma taxa de 4,1% a.a. no mesmo período (IBGE, 2011), como indicado no **Figura 2**.

Figura 2- Área plantada de cereais, leguminosas e oleoginosas



Fonte: (IBGE, 2011)

Os produtos agrícolas brasileiros perderam espaço no mercado internacional. Isso é o que revela a OMC em seu informe sobre a política comercial brasileira, que faz uma análise detalhada da situação do País. Com a quarta maior superfície agrícola do mundo, o Brasil continua sendo o terceiro maior exportador do planeta, superado apenas pelos EUA e Europa. Mas, ainda assim, a fatia no mercado internacional encolheu. Na avaliação anterior feita pela OMC, em 2012, o Brasil

correspondia a 7,3% do fornecimento mundial. No atual exame, a constatação é de que essa taxa caiu para 5,1%. A OMC destaca que o Brasil manteve a liderança mundial na venda de açúcar, suco de laranja e café. Entretanto, uma das constatações aponta para o fato de que o crescimento médio anual da produtividade no campo foi desacelerado, passando de 4,08% entre 2000 e 2009 para 3,99% entre 2000 e 2015 (REVISTA GLOBO RURAL, 2017).

A estimativa do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento é que o Brasil alcance a liderança mundial na safra de 2020/2021. Tal expansão deverá ser ocasionada, sobretudo, pela modernização do campo, pela melhoria nas condições da propriedade familiar e pelo aumento do volume de exportações. Os produtos que mais devem ter sua produção aumentada são a soja, o etanol, o algodão, o milho e o café (PENA, 2018).

2.1.2 Histórico dos defensivos agrícolas

Desde os primeiros dias, as culturas agrícolas foram assoladas por pragas há registros da utilização de produtos químicos como o arsênico para o controle de pestes em escrituras gregas de cerca de três mil anos atrás, bem como esculturas em túmulos egípcios datadas de 2.300 a.C. mostrando gafanhotos comendo grãos (NATIONAL RESEARCH COUNCIL, 2000).

Após colocar os cereais nas tendas de armazenamento alguns povos do deserto jogavam por cima dos cereais pó de pietro ou eram pendurados feixes dessas flores na entrada destas tendas. Esse procedimento tinha a finalidade de repelir moscas e mosquitos. Já outros compostos orgânicos vegetais, como a nicotina derivada do tabaco e a retenona extraída das raízes do timbó (*Derris sp*), há muito já eram conhecidas por suas propriedades inseticidas (ALVES FILHO, 2002).

Já no início do século XIX, eram utilizados compostos inorgânicos à base de metais, como cobre, enxofre e mercúrio, para combater doenças parasitárias e fungos em hortaliças na Europa. Além destes, outros compostos à base de arsênico, selênio e chumbo, que caracterizaram a primeira geração de pesticidas químicos e que não são mais utilizados em função de sua elevada toxicidade, foram empregados até o início do século XX para combater pestes em plantas (ALVES FILHO, 2002).

A maioria dos defensivos a base de metais tóxicos não são mais utilizados, tendo em vista sua alta toxicidade para os seres humanos e animais, além de sua

elevada persistência no ambiente. Esses produtos podem contaminar os solos por mais de cem anos, além de se acumular ao ponto de inibir o crescimento das plantas. Traços de alguns destes compostos tóxicos ainda são encontrados em verduras, folhas de fumo e outros vegetais cultivados em solos que há décadas receberam doses pesadas deste tipo de agrotóxico (ALVES FILHO, 2002).

Na década de 1960, produtos que requeriam a aplicação de menores quantidades por área cultivada e menor toxicidade para os seres humanos e para o meio ambiente começaram a surgir, caracterizando a terceira geração de defensivos agrícolas. A quarta geração de defensivos inclui produtos desenvolvidos com base na atuação no sistema endócrino dos insetos, interferindo em seu processo de crescimento, por exemplo. Como são mais específicos e proporcionam uma melhor degradação ambiental, causam riscos menores à saúde humana (ALVES FILHO, 2002).

2.1.3 Principais tipos de defensivos

De maneira geral, segundo Silva e Costa, (2012) podemos classificar os defensivos agrícolas como descrito a seguir:

I. Herbicidas – produtos destinados a eliminar ou impedir o crescimento de ervas daninhas. Podem ser classificados de acordo com: sua atividade (de contato ou sistêmicos), uso (aplicados no solo, pré-emergentes ou pós-emergentes) e modo de ação sobre o mecanismo bioquímico da planta. Podem ser também segmentados em: herbicidas não seletivos (que destroem todas as plantas) e seletivos (aqueles que atacam unicamente a praga, preservando a lavoura).

II. Inseticidas – são produtos à base de substâncias químicas ou agentes biológicos destinados a eliminar insetos. Há três grandes famílias de compostos químicos: os organossintéticos, os inorgânicos e os botânicos ou bioinseticidas.

III. Fungicidas – são agentes físicos, químicos ou biológicos destinados a combater os fungos. Também podem eliminar plantas parasíticas e outros organismos semelhantes.

IV. Acaricidas – produtos químicos destinados a controlar ou eliminar ácaros, especialmente em frutas cítricas, como a laranja.

V. Agentes biológicos de controle – organismos vivos que atuam por meio de uma ação biológica como a de parasitismo ou de competição com a praga.

VI. Defensivos à base de semioquímicos – armadilhas semelhantes aos feromônios naturais, que emanam pequenas doses de gases capazes de atrair e capturar insetos. São específicos para cada espécie de praga e agem em concentrações reduzidas e de baixo impacto ambiental.

VII. Produtos domissanitários – destinam-se às regiões urbanas, com suas principais categorias de produtos divididas em: inseticidas domésticos, moluscicidas, rodenticidas e repelentes de insetos.

2.1.4 A importância e utilização dos defensivos agrícolas

Na busca por uma melhor produtividade, qualidade do produtor final e manejo de doenças da lavoura os produtores devem se ater a todo os cuidados que envolvem uma plantação como nutrientes necessários para o desenvolvimento completo da colheita, irrigação adequada e etc. Além disso o combate de organismos biológicos nocivos na plantação se torna bastante regular.

Segundo a National Reserach Council (2000), pestes ou pragas são organismos biológicos considerados nocivos ao interferir na atividade humana, competindo por alimentos, disseminando doenças ou prejudicando colheitas, alimentos e ecossistemas urbanos. São classificadas como :

I. Ervas daninhas – plantas que competem por água, sol e nutrientes com os cultivos.

II. Insetos – invertebrados capazes de proliferar em diversos climas.

III. Organismos patogênicos – categoria que inclui fungos, vírus, bactérias e helmintos.

IV. Vertebrados – animais que podem provocar perdas em culturas, como 237 as causadas por roedores.

Diversos mecanismos são utilizados para o controle destes organismos biológicos como a rotação de culturas (com o planejamento de cultivos e colheitas distintas), utilização de predadores naturais (parasitas e micróbios), adoção de variedades de plantas com resistência genética ou tolerância a pestes, emprego de produtos químicos (como os defensivos agrícolas).

As perdas em razão das pestes na agricultura, na ausência de mecanismos para seu controle, são variáveis em função das flutuações de condições agroclimáticas, ecológicas, socioeconômicas e estocásticas. A maioria dos estudos científicos situa essas perdas entre 30% e 40% da cultura plantada, com seus maiores valores ocorrendo nos países em desenvolvimento (YUDELMAN et al.,1998).

Defensivos agrícolas são substâncias ou misturas de substâncias químicas utilizadas para prevenir, destruir, repelir ou inibir a ocorrência ou efeito de organismos vivos capazes de prejudicar as lavouras agrícolas (NATIONAL RESEARCH COUNCIL, 2000).

2.1.5 Desvantagens do uso de defensivos químicos

Já sabemos que defensivos químicos causam malefícios tanto ao ambiente em que é aplicado quanto ao agente que faz o manuseio e aplicação do produto. Miller e Spoolman (1990), apresentaram a seguir uma série de argumentos desfavoráveis ao seu uso:

I. Desenvolvimento de resistência genética: a maioria dos organismos considerados pragas pode desenvolver resistência genética a qualquer substância tóxica, através do processo de seleção natural – pelo menos 20 espécies de insetos são imunes a todos os inseticidas;

II. Morte de inimigos naturais e a conversão de pragas secundárias em pragas primárias: a maioria dos agrotóxicos atua como substância tóxica de largo espectro de ação, matando não apenas os organismos considerados alvo, mas também um grande número de predadores naturais parasitas que estariam mantendo em níveis razoáveis as populações consideradas pragas;

III. Círculo vicioso de agrotóxicos: na medida em que a resistência genética se desenvolve surgem recomendações de aplicações mais frequentes, e de doses mais altas, ou ainda são sugeridas as trocas por novos produtos, a fim de se manter o controle sobre as espécies resistentes;

IV. Mobilidade dos agrotóxicos no ambiente: não mais do que 10% dos agrotóxicos aplicados às culturas atingem o organismo alvo;

V. Amplificação biológica dos agrotóxicos: concentrações de inseticidas organoclorados, lipossolúveis e de lenta degradação podem ser amplificadas biologicamente em milhares e milhões de vezes na cadeia alimentar;

VI. Ameaças à vida terrestre: como exemplo, cita-se que, a cada ano cerca de 20% das colônias de abelhas nos EUA são mortas por ação de agrotóxicos e outra parcela de 15% é danificada;

VII. Ameaças de curto prazo à saúde humana pelo uso e fabricação de agrotóxicos: estima-se que 323.000 dentre os 7 milhões de agricultores americanos sejam, a cada ano, acometidos por graves doenças decorrentes da exposição a agrotóxicos;

VIII. Ameaças de longo prazo à saúde humana: risco de câncer.

A falta de orientação adequada acaba deixando os agricultores menores numa situação de maior exposição ao risco. O efeito crônico do uso de agrotóxicos ocorre principalmente por que existem três principais vias de absorção destes (dérmica, digestiva e respiratória), o que aumenta a área biológica de exposição a estes agentes químicos. Adicionalmente, alguns pesticidas permanecem armazenados nos tecidos de organismos vegetais e animais, incluindo o homem, como é o caso dos agrotóxicos que usam organoclorados. Tais pesticidas são lipossolúveis e tem grande estabilidade, o que os torna geralmente resistentes a degradação biótica ou abiótica (JOBIM et al., 2007).

Uma conscientização global da necessidade de redução do uso dos defensivos químicos vem ocorrendo, diminuindo os danos à saúde humana e ao ambiente. Paralelamente, tecnologias alternativas para o controle de pragas vêm se desenvolvendo e o uso de defensivos biológicos aumentando (GALINDO et al., 2013).

2.2 DEFENSIVOS BIOLÓGICOS

2.2.1 Conceitos

Também chamados de biopesticida, os defensivos biológicos segundo Thakore (2006) que o define como organismos vivos (plantas, animais microscópicos,

e microrganismos como bactérias, vírus e fungos) ou produtos naturais derivados destes organismos, que são usados no controle das pestes.

Os biopesticidas geralmente são aplicados como formulados de base líquida, grânulos dispersáveis em água, pó-molhável ou pastilha. Pode-se encontrar o mesmo produto formulado das quatro maneiras, e o que vai ditar a escolha são os requisitos da cultura (THAKORE, 2006).

A formulação nos biopesticidas tem três objetivos principais: conferir estabilidade ao produto durante estocagem e aplicação, facilitar aplicação do produto e proteger o microrganismo e os cristais das condições adversas do ambiente (ANGELO et al., 2010).

Uma larga vantagem na utilização deste tipo de defensivo agrícola em comparação com os defensivos químicos por exemplo está na redução de danos causados ao meio ambiente e a potencial diminuição dos riscos à saúde humana (THAKORE, 2006).

Defensivos biológicos são em geral aplicados para o controle ao invés da erradicação das pestes e, por isso estão sendo cada vez mais exibidos em anuais científicos e na imprensa, como alternativas aos defensivos químicos e como componente chave do Manejo Integrado de Pragas (MIP) (LENG, 2014).

2.2.2 Histórico dos defensivos biológicos

Com o desenvolvimento da indústria química, iniciado com a Segunda Revolução Industrial, ao fim do século XIX, e acentuado durante e após a Segunda Guerra Mundial, a indústria de defensivos agrícolas experimentou um intenso crescimento. Nesse período, foram descobertos, grande parte por empresas americanas e europeias, especialmente da Alemanha e Suíça, novos compostos que produziram expressivos impactos na agricultura e na saúde pública mundial, caracterizando a segunda geração de defensivos agrícolas (SILVA e COSTA, 2012).

O primeiro caso de sucesso do controle biológico clássico foi obtido com a introdução, na Califórnia, de *Rodolia cardinalis* (mulsant), trazida da Austrália em 1888 para controlar o “pulgão” branco, *Icerya purchasi maskell*, e que em dois anos já havia exercido total controle da praga (PARRA, 2002).

Somente no século 20, em meados da década de 40 que o primeiro defensivo biológico foi comercializado nos Estados Unidos, quando o produto

bacteriano baseado no *Bacillus popillae* foi introduzido para controle do besouro japonês. Na década de 50, o primeiro produto com base no *Bacillus thuringiensis* foi comercializado na América do Norte para o controle de lagartas em plantações e florestas (HALL; MENN, 1999).

Após elevação dos custos de defensivos agrícolas devido à alta dos preços do petróleo, nos anos 70, reacende-se a possibilidade de difusão de tecnologias de base biológica, alternativas aos químicos no controle fitossanitário agrícola. Além disso, a ausência de indicações de decréscimos de danos por insetos na cultura agrícola, a despeito do acréscimo de dez vezes no uso de inseticidas químicos entre a década de 40 e 70, levou as instituições públicas norte-americanas e europeias a intensificar os esforços de pesquisa em tecnologias de controle de pragas que conciliassem os princípios ecológicos do meio ambiente utilizando métodos biológicos, tratos culturais e variedades adequadas junto ao controle químico (FUTINO; FILHO, 1991).

A partir daí, houve grande avanço na área de controle biológico, totalizando, entre 1890 e 1975, 176 casos de programas de controle biológico com sucesso parcial ou total (PARRA, 2002), aumentando a participação dos defensivos biológicos no mercado nas últimas décadas. Entretanto os inseticidas químicos continuam dominando o mercado desde a década de 60 e permanecem assim por apresentarem um grande número de vantagens, como custo da produção, maior abrangência de espécies atingidas e facilidade de aplicação (BISHOP, 1994).

2.2.3 Defensivos Agrícolas no Brasil

A constante busca por soluções contra as ameaças fitossanitárias estimula as empresas a investirem cada vez mais no controle biológico. Desde 2000, foram identificados pelo menos 41 insetos, ácaros, fungos, vírus e fitoplasmas prejudiciais à produção agrícola – uma média de três novas pragas por ano, conforme dados da Agropec Consultoria. Mesmo com o recente crescimento, o mercado de biológicos ainda representa menos de 2% do volume dos produtos fitossanitários aplicados no País. Essa situação mudará sobremaneira nos próximos anos (JUNIOR, 2015).

No seu emprego em cultivos extensos, há de se tomar alguns cuidados prévios no Brasil. Além da sua enorme extensão territorial, a logística oferecida carece de bons modais de transporte. Por sua vez, como a prática da grande monocultura é

comum no País, cabe uma análise tecnológica profunda antes da aplicação dos defensivos biológicos. Classificados de acordo com os graus de toxicidade e periculosidade ambiental, eles apresentam mecanismos de ação próprios e podem ser oriundos de extratos vegetais, micro-organismos (fungos, bactérias, vírus) ou macrorganismos (insetos) (AGROANALYSIS, 2016).

Figura 3- Registros de produtos junto ao mapa

Fonte: (AGROANALYSIS, 2016).

2.2.3 Menor custo de pesquisa e desenvolvimento

No horizonte de dez anos, no desenvolvimento e no lançamento, são gastos US$ 250 milhões para uma nova molécula química e US$ 120 milhões para um produto geneticamente modificado. Para um biodefensivo, o valor despendido varia de US$ 2 milhões a US$ 10 milhões, em tempo menor (JUNIOR, 2015).

Ainda segundo Junior (2015), este custo mais baixo é de fato uma vantagem, mas será transitório, pois terá uma modificação significativa a médio e longo prazos, com o crescimento e a profissionalização desse mercado. Com baixa toxicidade, menor periculosidade e pouca exposição para o aplicador, os defensivos biológicos são indicados em complemento ao uso de defensivos agrícolas químicos: são uma ferramenta importante para o manejo fitossanitário na agricultura.

No Brasil, 63 empresas detêm registro de agentes que atuam no controle de pragas, sejam macrorganismos (insetos e ácaros) ou microrganismos (vírus, fungos e bactérias), além de produtos para combater doenças. Ao todo, representam 1,7% das formuladoras de biológicos no mundo, segundo dados levantados pela ABCBio. Os Estados Unidos possuem 50,4% da fatia mundial desse mercado e 41% das patentes dos produtos (AGROANALYSIS, 2016).

Nos últimos anos, o Brasil ocupou o posto de maior mercado de pesticidas do mundo, e, na mesma tendência, observamos o mercado de controle biológico também crescendo, mas a níveis superiores em relação aos defensivos químicos, em média 16% ao ano.

2.2.4 Panorama atual e perspectivas

Entre 2011 e 2014, o mercado mundial de produtos biológicos destinados à agricultura teve crescimento médio de 15,3% ao ano, segundo levantamento feito pela CPL Business Consultants. No Brasil, a expectativa é manter essa curva ascendente com espaço para um incremento ainda maior, de até 20% ao ano, como observado nas vendas de biofungicidas em 2015. Mas, se por um lado, há demanda por essa tecnologia no campo, por outro, faltam produtos para atender o mercado em larga escala. (AGROANALYSIS, 2016)

A indústria agrobiológica movimenta anualmente em torno de US$ 2,3 bilhões em vendas em todo o mundo. As soluções microbianas, na área da indústria agrobiológica, derivam de vários microrganismos naturais: as bactérias, os vírus e os fungos, que protegem as colheitas contra pragas e doenças e aumentam a produtividade agrícola. Hoje, o uso de vírus, bactérias e parasitoides representa uma fatia ainda pequena, de 1% a 2%, do mercado brasileiro, dominado em larga escala pelos agroquímicos. Na Europa, eles já representam entre 14% e 16% e, nos Estados Unidos, 6% (AGROANALYSIS, 2016).

O Governo demonstra estar convencido e interessado em fomentar esse tipo de produto. As pesquisas de mercado apontam que, até 2020, os biológicos representarão 10% dos produtos registrados e 15% do faturamento do mercado no Brasil. Além de terem ciclos de desenvolvimento mais rápidos do que outras inovações agrícolas e uma aplicação geográfica e agrícola mais ampla, as soluções biológicas são sustentáveis e rentáveis, já que a intenção é aumentar a colheita com um investimento menor.

2.3 MÉTODOS DE SECAGEM

Se tratando de princípios ativos extraídos dos produtos de origem vegetal, o processo de secagem mostra-se de fundamental importância para um produto final competitivo e de qualidade. A produção de extratos secos é uma alternativa tecnologicamente viável por proporcionar produção em larga escala de produtos mais concentrados, com maior estabilidade química, física e microbiológica e com uma maior facilidade de padronização dos compostos ativos (SILVA et al., 2012). Dada a importância do processo de secagem, apresentaremos a seguir, as principais técnicas de secagem e suas características principais.

2.3.1 Secador de leito de jorro

O leito de jorro é formado pela penetração de um jato de fluido através de um leito de partículas sólidas, com tamanhos superiores às utilizadas no leito fluidizado. No leito de jorro convencional, estas partículas estão contidas em uma coluna cilíndrica de base tronco-cônica, em cuja extremidade inferior fica localizado o orifício de entrada do fluido no leito. Este fluido é usualmente um gás, sendo que na prática utiliza-se com mais frequência o ar (CHRIST, 2006).

O equipamento é constituído basicamente por uma coluna cilíndrica acoplada à uma base cônica, onde ar é inserido na parte inferior vertical do secador, através de uma única entrada reduzida em relação ao diâmetro do leito (MATHUR; EPSTEIN, 1974).

O início da circulação dos sólidos, que caracteriza o leito de jorro, acontece quando a vazão de ar torna-se suficiente para arrastar pneumaticamente as partículas para cima do nível do leito através de uma região de menor porosidade. Nas condições de jorro, as partículas atingem o topo do leito com velocidade necessária para desenvolver uma fonte. Nesta região, as partículas são desaceleradas até atingir a velocidade terminal e, passado este ponto, as partículas mudam de direção, retornando à superfície do ânulo. A fonte é caracterizada pela aglomeração e colisão de sólidos e as trajetórias descendentes das partículas aproximam-se a uma curva parabólica (CHRIST, 2006).

O uso desta técnica está limitado pela dificuldade em processar sólidos que tendem a aglomerar-se. Além disso, em leitos de jorros com partículas inertes usados para secar suspensões, há um aumento gradual da retenção do produto no leito, que por sua vez reduz o desempenho da secagem (REYES et al., 1998).

2.3.2 Liofilização

A liofilização é um processo que consiste de três etapas. A primeira etapa é o congelamento do produto, de modo que a água presente no material seja convertida em gelo. Na segunda etapa, o gelo formado durante o congelamento é removido do material pela conversão direta do estado sólido para vapor num processo denominado sublimação. No terceiro passo, a água que ainda permanece ligada fortemente aos solutos, denominada água adsorvida, é convertida em vapor e removida do produto, num processo chamado dessorção (JALES, 1999). Para isto faz-se necessário que a zona da temperatura de sublimação seja abaixo do ponto triplo (num gráfico de pressão versus temperatura, é o ponto onde há a coexistência das três fases - sólida, líquida e vapor) (SILVA, 2012).

O congelamento é a principal etapa, deste processo, pois dela depende o desempenho global da liofilização devido à forma dos poros; a distribuição do tamanho dos poros; da conexão entre as redes de poros da camada seca formada pela sublimação da água ou da substância aquosa congelada durante a secagem primária; a dependência do processo de liofilização com os cristais de gelo formados durante o estágio de congelamento, tendo influência, também, na consistência do produto final, cor e retenção de aroma (BOSS, 2004).

Este método de desidratação tem como objetivo preservar a qualidade do produto. Neste processo, a rápida transição das fases minimiza várias reações de degradação que ocorrem durante a secagem como a reação de Maillard, desnaturação de proteínas e reações enzimáticas (BOSS, 2004).

2.3.3 Evaporação Rotativa

O evaporador rotativo é um equipamento em que se consegue concentrar o extrato por evaporação de solvente, onde a solução a concentrar é continuamente agitada por rotação imposta pelo motor e os vapores de solvente libertados são condensados, passando em seguida o condensado a balão no qual o solvente poderá

ser recuperado. Geralmente, são utilizados pequenos volumes de extratos, a temperaturas entre 30 e 40ºC (SILVA, 2012).

Atualmente, tambores rotativos integram o grupo dos equipamentos mais utilizados mundialmente pelas indústrias. Têm sido empregados com sucesso por inúmeras décadas em diversas operações industriais, tais como secagem, calcinação, mistura, granulação, resfriamento e aquecimento (DING et al., 2001; SONG et al., 2003). Nas operações de secagem, conhecido como secador rotativo, possui vasta aplicação nas indústrias farmacêuticas, de fertilizantes, de cimento e açúcar (KELLY, 1995).

2.4 SPRAY DRYER

A secagem por atomização envolve a atomização e secagem (formação de partículas) de soluções aquosas ou orgânicas para produzir material sólido em uma única unidade de operação usando ar quente ou gás inerte. A aparência, propriedade de fluxo, compressibilidade, volume, densidade, dispersibilidade, solubilidade, valor nutricional e estabilidade de armazenamento da pulverização dos pós secos dependem da natureza do material e dos parâmetros da secagem por pulverização. Esta tecnologia é amplamente utilizada em vários setores industriais, incluindo alimentos, produtos farmacêuticos, biotecnologia e indústrias químicas. Muitos materiais biológicos e termicamente sensíveis, tais como leite, sucos e polpas de frutas, extratos de ervas, enzimas, óleos essenciais, aroma compostos e várias drogas farmacêuticas foram secas por este processo (FILKOVA et al., 2006).

No processamento de frutas e vegetais, a secagem por pulverização é geralmente adequada para a produção de pós a partir do sumo de frutas e vegetais ou concentrados (JAYASUNDERA et al., 2010).

A aplicação generalizada da tecnologia de secagem por pulverização ocorre devido as vantagens inerentes. Algumas das vantagens desta tecnologia estão listadas abaixo:

i) A secagem é instantânea e produz partículas mais ou menos uniformes e esféricas de nano escala para tamanhos de escala de mícron com algum maior controle sobre o tamanho e morfologia;

ii) Pode ser facilmente ampliado. As taxas de alimentação podem variar de alguns quilos por hora para mais de 100 toneladas por hora;

iii) O processo real de secagem por pulverização é muito rápido, com a maior parte evaporação ocorrendo em menos de alguns segundos. Portanto, a térmica degradação, desnaturação e perda dos nutrientes são mínimos. Faz a secagem de materiais sensíveis ao calor é possível com a máxima retenção dos constituintes ativos;

iv) A operação é contínua e adaptável ao controle automático total;

v) Vários projetos dos secadores de pulverização estão disponíveis para atender vários produtos especificações;

vi) Soluções, lamas, pastas, géis, suspensões e até derretimentos podem ser pulverizados seco;

vii) O controle sobre o tamanho das partículas, densidade aparente e grau de cristalinidade é alcançável em maior medida;

viii) É razoavelmente econômico, por exemplo, é 4 a 7 vezes mais econômico em comparação com a liofilização (CHAVEZ e LEDEBOER, 2007).

O início do processo se dá, quando com auxílio de uma bomba peristáltica o extrato é bombeado até o atomizador. Uma vez no processo de atomização, o líquido se dispõe no formato de gotículas com grande área superficial. Ainda durante o processo de atomização, se inicia o processo de secagem, quando a gota do material entra em contato com o gás de secagem, que geralmente é o ar atmosférico a uma elevada temperatura. A grande área superficial das gotículas formadas permite uma maior transferência de calor entre as partículas e o ar de secagem o que promove a evaporação do solvente em questão de segundos na câmara de secagem. Já no compartimento denominado ciclone o extrato seco é então separado do gás circundante, por meio da força centrífuga criada pelo ajuste do ar a rápidos movimentos rotacionais. Em seguida o extrato seco deixa o ciclone e se deposita no frasco coletor enquanto que o ar de secagem é, em geral, filtrado e lançado na atmosfera por um sistema exaustor. De uma maneira simplificada, o processo de secagem de extratos vegetais, assim como de outros produtos, por *spray dryer* consiste da etapa de atomização do líquido, desidratação ou evaporação do solvente e coleta do pó. (AMERI; MAA, 2006; BOHR et al., 2014; CAL; SOLLOHUB, 2010).

Ao trabalhar com secagem de extratos vegetais via spray dryer, algumas características devem ser levadas em consideração. Esses extratos são geralmente

ricos em açucares e resinas, o que favorece o processo de adesão nas partículas secas. Entende- se por adesão a tendência de alguns materiais se aglomerar e/ou aderir pelo contato superficial, sendo muitas vezes associado a degradação térmica, baixo rendimento do produto e problemas na operação dos secadores (REGINA, 2003).

Além da perda da qualidade do produto, adesividade do material durante a secagem é geralmente responsável pela aglomeração das partículas inertes no interior do secador e, também, pelo acúmulo de material no interior do sistema de secagem. Esses fatores, muitas vezes podem alterar a fluidodinâmica dos secadores, especialmente aqueles com regimes fluidodinâmicos ativos (KUDRA,2002).

Na preparação de extratos secos, a adição de agentes carreadores à solução extrativa melhora a eficiência da secagem. Sua presença revela-se indispensável na maior parte dos produtos desenvolvidos.

2.4.1 Características Físicas de Pós Secos

As características físicas dos pós secos por pulverização, tais como a forma das partículas e tamanho, densidade a granel e natureza cristalina / amorfa têm impacto importante sobre qualidade do produto. Essas características físicas regulam a facilidade ou dificuldade de manuseio, transporte e reconstituição do pó. Um bom grau de o controle sobre estas características do pó pode ser alcançado ajustando o formulação das condições de alimentação e operação do secador por pulverização (HAQUE et al.,2015).

Cada uma das etapas assim como as condições sob as quais elas são conduzidas, influencia as características dos produtos secos obtidos por *spray dryer*. Dentre as variáveis do processo que exercem influência e podem ser controladas a fim de se obter pós com características físico-químicas desejáveis podemos citar o tipo e diâmetro do bico aspersor, velocidade ou vazão de alimentação do extrato, vazão do ar de secagem, vazão do ar comprimido e a temperatura de entrada do ar de secagem (CAL; SOLLOHUB, 2010).

As propriedades do extrato seco obtido por *spray dryer* relacionam-se também com as características do material de entrada (extrato fluido) como viscosidade, tensão superficial, teor de sólidos, uso e escolha do adjuvante de secagem (OLIVEIRA; PETROVICK, 2010; ROSA; TSUKADA; FREITAS, (200-).

2.5 NIM *(Azadirachta a. juss. melicae)*

O Nim, de nome científico Azadirachta indica a. juss. (meliacae), é conhecido há séculos, principalmente na Índia, por sua ação medicinal e, nas últimas décadas seu estudo tem se difundindo devido às substâncias inseticidas presentes nas folhas e frutos. Dentre os mais de 40 terpenóides já identificados na planta que possuem ação contra insetos, a azadiractina é o mais eficiente. (IAPAR, 2008).

Os compostos bioativos de Nim são utilizados na forma de pós, extratos aquosos, óleos e pasta e formulações ricas em azadiractina. Produtos à base de Nim têm sido aplicados em culturas, por meio de polvilhamento do pó de sementes e folhas, para controle de pragas como lagartas e mediante pulverização de extratos aquosos ou de soluções de óleo emulsionável para controle de insetos e outras pragas foliares (MOSSINI; KEMMELMEIER, 2005).

Os efeitos de produtos à base de Nim são bem conhecidos no controle de insetos, porém, podem também agir negativamente sobre outros organismos como nematóides, moluscos, crustáceos, vírus de plantas e fungos. O óleo de Nim afeta o crescimento e a esporulação de *M. anisopliae, B. bassiana* e *Paecilomyces farinosus*, porém não afeta a viabilidade dos conídios destes fungos. (MOSSINI; KEMMELMEIER, 2005).

Todas as partes desta árvore tropical contêm compostos amargos (VAN DER NAT et al, 1991; CHAWLA et al, 1995) que freqüentemente têm um efeito antinutritivo e podem interferir nos processos hormonais em insetos (SCHMUTTERER, 1990; ASCHER, 1993). Extratos ou partes brutas desta planta são freqüentemente misturadas com sementes como milho, grãos, arroz e feijão no armazenamento para proteger essas sementes contra insetos.

Além do controle de insetos, produtos à base de Nim podem também influenciar outros organismos como os nematóides (uma das pragas mais devastadoras na agricultura), caramujos (especialmente *Biomphalaria glabrata*, auxiliando no controle da esquistossomose), crustáceos (que prejudicam culturas de arroz por utilizarem as mesmas fontes de nitrogênio), viroses de plantas e fungos. Por outro lado, a planta contém compostos que podem produzir um acréscimo na produção de certas espécies benéficas à agricultura. Bons exemplos disso são aumentos em cerca de 25% na produção de minhocas (*Eisenia foetida*) utilizadas no

melhoramento de solos e de compostos que parecem ser benignos para aranhas, borboletas, abelhas que polinizam plantações e árvores, joaninhas que consomem pulgões, e vespas que atuam como parasitas em várias pestes agrícolas (PLANTA, 2005).

Segundo Mamprim et al. (2011), produtos à base de Nim têm sido aplicados em culturas, por meio de polvilhamento do pó de sementes e folhas, para controle de pragas como a lagarta e mediante pulverização de extratos aquosos ou de soluções de óleo emulsionável para controle de insetos e outras pragas foliares. A incorporação de folhas, frescas ou secas, no solo tem reduzido a população de nematóides, sendo que a ação do produto aumenta à medida que vai se decompondo. Cultivos de tomate, berinjela, repolho e couve-flor conduzidos em plantio intercalado com Nim têm demonstrado redução nas infestações por nematoides.

Três formulações básicas têm sido preconizadas para uso no manejo de pragas: extrato aquoso, óleo da semente e pó da semente, sendo as soluções aquosas empregadas na pulverização de culturas no campo e as formulações em óleo ou pó na preservação de grãos estocados. Estudos comparando a eficácia de produtos à base de Nim em relação ao praguicida hexacloro benzeno (BHC) demonstraram superioridade significativa na redução da oviposição, eclosão e do desenvolvimento larvar em *Caryedon serratus olivier* (MOSSINI, 2006).

O presente trabalho teve por finalidade, a secagem do extrato aquoso de Nim, que é utilizado como defensivo agrícola para a obtenção de um produto final na forma de pó. Testes físico-químicos foram aplicados ao produto final, tais testes tinham o intuito de que verificar se o mesmo obteve os parâmetros necessários para comercialização do produto como: tempo de prateleira, estocagem, volume ocupado, transporte, entre outros.

2.6 MICROENCAPSULAÇÃO

A microencapsulação é um processo de empacotamento de materiais sólidos, líquidos ou gasosos em cápsulas, na faixa micrométrica, as quais podem liberar o conteúdo de forma controlada sob condições específicas. É descrita como uma técnica em que um composto ativo é encapsulado por um polímero a fim de melhorar a sua estabilidade e também para facilitar sua manipulação. Trata-se de uma tecnologia que tem sido empregada com êxito na indústria de cosméticos,

farmacêutica, alimentícia e química. Várias técnicas podem ser empregadas na elaboração de microcápsulas, tais como: spray dryer, spray cooling, coacervação, extrusão, extrusão centrífuga, recobrimento em leito fluidizado, lipossomas e complexação por inclusão. A transformação de um material em microcápsulas tem solucionado limitações no emprego de ingredientes alimentícios, visto que pode suprimir ou atenuar flavors indesejáveis, reduzir a volatilidade e a reatividade e aumentar a estabilidade destes em condições ambientais adversas, como na presença de luz, oxigênio e pH extremos (GHARSALLAOUI et al., 2007; FAVARO-TRINDADE, PINHO e ROCHA, 2008).

Tal tecnologia tem sido vastamente utilizada em diversas indústrias, como na agrícola, alimentar, de produtos domésticos, médica, gráfica e cosmética. Na indústria farmacêutica, as aplicações são muito variadas: mascaramento de sabores ou odores, conversão de líquidos em sólidos, proteção em relação aos agentes atmosféricos (umidade, luz, calor e/ou oxidação), redução ou eliminação da irritação gástrica ou efeitos secundários provocados por alguns fármacos, redução da volatilidade, administração de fármacos incompatíveis, melhoramento das características de escoamento de pós, facilitação do manuseio de substâncias tóxicas, auxílio à dispersão de substâncias insolúveis em água em meios aquosos e produção de formas farmacêuticas de liberação controlada, sustentada e vetorizada (KAS, ONER, 2000).

Há uma tendência mundial que aponta para a necessidade de que os alimentos não sejam mais somente vistos como uma fonte de nutrientes com apelo sensorial, mas também como fonte de bem-estar e de saúde para os indivíduos. Esta mudança de perspectiva requer mudanças de paradigma no desenvolvimento de novos produtos, observando-se a necessidade do controle da bioacessibilidade de determinados componentes dos alimentos. Esta abordagem se tornou ainda mais relevante a partir das correlações entre genética, alimentação e saúde. A microencapsulação tem sido uma técnica efetiva para se alcançar tais objetivos, onde o componente ativo fica protegido em uma microcápsula e pode ser liberado sob condições controladas. No caso particular da microencapsulação de extratos vegetais pelo processo de spray dryer, o elevado teor de açúcares das matrizes pode levar à obtenção de produtos com elevada viscosidade e higroscopicidade, diminuindo o rendimento do processo (BHANDARI, DATTA e HOWES, 1997).

A solução mais comum para reduzir esta dificuldade é a adição de formulações com agentes carreadores ou incapsulantes antes de atomização para facilitar o processo de secagem, o transporte e o armazenamento do pó obtido (TONON et al., 2008).

2.7 AGENTES CARREADORES

A microencapsulação por spray dryer passa pelo processo onde pequenas gotas do material ou mesmo partículas são recobertas com um filme protetor de espessura fina (material de parede ou agente encapsulante). Agentes encapsulantes que possuem elevada massa molar são úteis para aumentar a temperatura de transição vítrea dos produtos, visando evitar possíveis problemas que poderiam vir a ser causados pela viscosidade, como a retenção do material nas paredes da câmara de secagem (TONON et al., 2010). Dentre os materiais recobertos pelos agentes carreadores estão também as moléculas de carboidratos, ocorrendo assim a inibição ou redução da ação indesejável dessas substâncias durante o processo de secagem (SHEU e ROSENBERG, 1998).

Para a escolha de um bom agente encapsulante, ou seja, aquele que corresponde ás funções de recobrimento como desejadas deve obter boas propriedades emulsificantes, formar facilmente a película envolvente; ter baixa viscosidade em altas concentrações de sólidos; apresentar baixa higroscopicidade; ser de fácil reconstituição do componente microencapsulado, ser econômico, de sabor leve e de fácil obtenção. Na maioria das vezes, um mesmo encapsulante não engloba todas essas propriedades, usando-se então combinações desses para a obtenção dos resultados desejados (NOGUEIRA, 2003).

Uma escolha adequada de um agente carreador para secagem por spray dryer é muito importante para a eficiência do processo de microencapsulação. Os agentes mais utilizados são goma arábica, amidos hidrolisados (maltodextrinas), amidos modificados entre outros. Alguns fatores como custo, disponibilidade e qualidade podem restringir o uso da goma arábica para fins de microencapsulação, porém é um agente com melhor estabilidade e eficiência de recobrimento. Uma área de pesquisa de interesse crescente é o desenvolvimento de polímeros de baixo custo

ou de misturas de polímeros, que possam encapsular materiais com igual ou maior eficiência que a goma arábica (KANAKDANDE, BHOSALE e SINGHAL, 2007).

É possível observar que quando o objetivo do processo é ter maior preservação de compostos específicos, além de uma elevada eficiência de secagem, recomenda-se avaliar outros agentes e selecionar aquele que responde melhor às especificações do produto.

Para o presente trabalho, o agente carreador adotado no processo de secagem foi a sílica pirogênica hidrofílica. A escolha foi devido as características que tal encapsulate confere ao produto final, tais como, o baixo custo, encapsulamento de compostos voláteis, redução de entupimentos e adesão do produto na parede do equipamento, redução da formação de caroços e a cristalização, ao mesmo tempo, facilidade da fluidez e estabilidade de armazenamento, além de ser transparente, não modificando assim o produto final (SOUZA; OLIVEIRA. 2006), (LOCH-NECKEL et al., 2018).

Dióxido de silício coloidal

O dióxido de silício (SiO_2) coloidal é um material que apresenta em sua estrutura um tamanho de partícula pequeno e uma grande área de superfície específica. Tais características são amplamente utilizadas para atingir melhores valores em propriedades de fluxo de pós em vários processos como compressão e enchimento de cápsulas (ROWE; SHESKEY; QUINN, 2009). A aplicação dessa substância vem sido amplamente empregada por apresentar várias características que melhoram a qualidade do produto final, tais como: inércia química, inocuidade, estabilidade térmica, e segurança, propriedades necessárias de um legítimo excipiente farmacêutico (SOUZA; OLIVEIRA, 2006).

É considerado um dos mais importantes carreadores (adjuvantes), esta posição se dá devido à presença de grupos silanóis superficiais; tais grupos podem ser capazes de formar ligações de hidrogênio com moléculas do fármaco, o que causa uma dissolução mais rápida do mesmo melhorando a molhabilidade das partículas do produto final. Vários graus de partículas de sílica com diferentes propriedades, tais como tamanho de partícula, grau de hidrofilia e hidrofobicidade, e estrutura de poros, estão disponíveis para ambos os tipos. O Aerosil ® 200 é uma forma hidrofílica não porosa de sílica. (WATANABE et al., 2002).

Investigando os efeitos de diferentes métodos de secagem e com emprego de diversos agentes carreadores de secagem Cortés-Rojas et al. (2012), verificou o desempenho e propriedades físico-químicas de extratos de *Bidens pilosa. Os agentes carreadores utilizados em sua pesquisa foram* dióxido de silício coloidal (Aerosil®), β-ciclodextrina, maltodextrina e celulose microcristalina. A composição de secagem contendo Aerosil mostrou melhores propriedades de fluxo em comparação com as outras composições.

Podemos observar na literatura uma gama de pesquisas que utilizam o dióxido de silício como agente carreador na secagem de extratos vegetais. Em trabalho intitulado "Preparação e avaliação de dispersões sólidas de glicéridos glibenclamida-poliglicolisada com dióxido de silício pela técnica de spray drying", Chauhan et al. (2005) utilizou o dióxido de sílica em sua secagem. Bem como Fernandes (2013), em sua tese sobre "Padronização e avaliação biológica de extratos secos de *Psidium guajava L.* obtidos por spray drying", faz uso do mesmo.

Embora este tipo de adjuvante de secagem tenha sido sugerido para produzir extratos secos de planta através do *spray dryer*, a seleção das condições de operação do secador e a concentração de adjuvante para a produção de pós não pode ser transferida diretamente de outros sistemas de planta/adjuvante (GALLO et al., 2011).

O carreador dióxido de silício coloidal, Aerosil ® 200 (Degussa Brasil Ltda) (é amplamente usado em produtos farmacêuticos tópicos e orais devido a sua ausência de toxicidade. Entretanto, é necessário cuidado ao manipulá-lo. Por ser um pó fino, sua inalação pode causar irritação no trato respiratório (ROWE; SHESKEY; OWEN, 2006).

2.8 PARÂMETROS FÍSICO-QUÍMICOS

Para a caracterização e controle de qualidade do material seco foram utilizados os seguintes parâmetros: determinação da atividade de água, teor de umidade, molhabilidade, densidades (bulk, tapped e de partículas), solubilidade, porosidade e analise da granulometria dos pós.

Os pós produzidos por spray dryer reúnem padrões elevados de qualidade com respeito à granulometria do produto, umidade final, homogeneidade, densidade e forma, sendo que estas características podem ser alteradas por modificações nos

parâmetros do processo. O pó obtido por esta tecnologia é particularmente apreciado devido à alta fluidez, sendo que esta propriedade pode ser atribuída à forma esférica das partículas obtidas (REMILI et al., 1994).

As características físicas de pós secos por pulverização, tais como forma e tamanho de partículas, densidade bulk e natureza cristalina / amorfa, têm um impacto importante na qualidade do produto. Essas características físicas regulam a facilidade ou dificuldade de manuseio, transporte e reconstituição do pó. Um bom grau de controle sobre estas características do pó podem ser adquiridos sob ajuste de sua formulação, da alimentação e das condições de funcionamento do secador por pulverização (HAQUE et al., 2015).

2.8.1 Atividade de água

A quantidade de água livre que não se encontra comprometida com as moléculas constituintes do produto, está disponível para as reações físicas, químicas e biológicas (WELTI e VERGARA, 1997), tornando-se o principal responsável pela deterioração do mesmo. A água ligada interage diretamente com as moléculas constituintes não podendo ser removida ou utilizada para qualquer tipo de reação. No caso de um substrato que apresente baixa atividade de água, há interrupção do metabolismo dos microrganismos presentes, inibindo o seu desenvolvimento ou reprodução.

A água presente nos produtos pode apresentar-se na forma de molécula livre ou ligada ao substrato. A atividade de água (Aw) é uma medida qualitativa que possibilita avaliar a disponibilidade de água livre que é suscetível a diversas reações, ao passo que o teor de umidade é uma medida meramente quantitativa, medindo o percentual em peso, de toda água presente no alimento, tanto livre quanto ligada (SCOTT, 1957).

Os valores obtidos com os testes para atividade de água dos produtos, indicam seguramente o conteúdo de água livre do mesmo, sendo esta então, a única porção de água utilizada por microrganismos. Geralmente bactérias são mais exigentes quanto a disponibilidade de água livre, seguidas por bolores e leveduras, de maneira que, dentre os últimos citados existem algumas espécies que se destacam pela elevada tolerância à baixos valores para tal propriedade. A possibilidade de proliferação microbiana se dá de maneira muito mais difícil naqueles

produtos que apresentam Aw abaixo de 0,60, embora isso não signifique a destruição dos microrganismos (HOFFMANN, 2001).

A obtenção dos valores para atividade de água de um produto atomizado é uma importante propriedade a ser observada, tendo em vista que esta pode afetar de maneira significativa no tempo de prateleira do pó produzido. Em seu estudo analisando as propriedades físico-químicas de preparações farmacêuticas e como são afetadas pelo método de secagem e agentes carreadores, Cortés-Rojas et al., (2012) obteve valores entre 0,1928 ± 0,0157 e 0,3187 ±0,0050. Sampaio (2012), em seu intitulado "Desenvolvimento e caracterização tecnológica de micropartículas de *Arrabidaes chica* (h & B) Verl. Obtidas por spray dryer", obteve valores de 0,1904± 0,016.

2.8.2 Teor de Umidade

O conteúdo de umidade é a proporção em massa entre a quantidade de água presente no material e a quantidade de sólido, podendo ser baseado na massa contendo ou não água. Teor de umidade é um dos mais importantes e mais avaliados índices em produtos orgânicos. É de grande importância econômica por refletir o teor de sólidos de um produto e sua perecibilidade. Umidade fora das recomendações técnicas resulta em grandes perdas na estabilidade química, na deterioração microbiológica e na qualidade geral (ROSSI, 2013).

Em um sistema de secagem por pulverização, o teor em água na alimentação tem efeito na umidade final do pó produzido. A adição de agente carreador antes de passar pelo processo de secagem por aspersão aumenta o teor de sólidos totais e reduz a quantidade de água para evaporação, assim, diminui o conteúdo de umidade do pó produzido. Isto significa que pós com conteúdo de umidade menores podem ser obtidos com o aumento das porcentagens de encapsulantes adicionadas. No entanto, se essas percentagens forem muito elevadas, o pó produzido terá uma qualidade inferior, pois os nutrientes seriam diluídos (QUEK et al., 2007).

Os valores de umidade relativa têm interferência direta nos valores para atividade de água final do alimento. Se o alimento armazenado possuir baixa Aw em ambiente com alta umidade relativa, a atividade de água do alimento aumentará, podendo sofrer deterioração por microrganismos (HOFFMANN, 2001).

Segundo Souza (2003), em sua dissertação a respeito do “Estudo comparativo da produção de extrato seco de *Bauhinia forficata* Link pelos processos de spray dryer e leito de jorro”, o limite máximo preconizados em relação a umidade para matérias primas vegetais é de 8 a 14%.

Analogamente ao alimento, a umidade presente nas amostras secas do extrato vegetal, interferem diretamente nos valores de Aw das mesmas. Sendo assim, baixos valores para umidade relativa são desejáveis para uma melhor qualidade do produto final.

Gallo et al. (2011) em seu trabalho “Influência das condições de operação de secagem por pulverização em propriedades físicas de extrato em pó de *Rhamnus purshiana* (*cáscara sagrada*)”, apresenta valores para umidade do produto seco entre 2,41 ± 0,08 e 4,72 ± 0,28 %.

O uso de temperaturas mais altas implica em uma maior diferença de temperaturas entre o produto atomizado e o ar de secagem, acarretando uma maior transferência de calor e, consequentemente, uma maior evaporação de água do produto, resultando em umidades mais baixas (TONON, 2009).

Analisando a influência das condições do processo nas caracteristicas fisico-quimicas do cumaru (*Amburana cearensis*) secas via pulverização, Araruna et al. (2013), em seus experimentos encontraram valores entre 3,72 e 5,85%. Já Venil et al. (2016), em seu estudo sobre o pigmento denominado flexirrubina à uma temperatura de entrada de 140°C obteve o valor de 5,3% equanto para uma temperatura de entrada de 160°C esse valor diminuiu para 3,5%.

2.8.3 Molhabilidade

A molhabilidade é definida como a tendência de um fluido em espalhar-se ou aderir sobre uma superfície sólida na presença de um outro fluido imiscível. Sendo assim, a molhabilidade reflete a afinidade relativa entre a superfície e as duas fases fluidas imiscíveis (SANTOS, 2003).

O teste de molhabilidade é utilizado pela indústria Beddow (1980). É um ensaio simples que fornece um parâmetro de tempo necessário para que o produto em pó seja absorvido pelo líquido.

Num sentido mais amplo, a interação que ocorre entre um sólido e dois ou mais fluidos é chamada de molhabilidade. O efeito desta propriedade pode ser

observado no espalhamento espontâneo de uma gota sobre uma superfície, na penetração de um líquido num meio poroso ou no deslocamento imiscível de um fluido por outro. É o resultado das interações intermoleculares existentes entre ambos os fluidos (por exemplo, líquido e seu próprio vapor) e o substrato sólido, e deste modo, pode ajudar a caracterizar superfícies e determinar informações sobre a interação fluido-sólido (WOLF, 2006).

A molhabilidade do produto é de suma importância no processamento de alimentos e uma propriedade determinante na qualidade de produtos instantâneos. Quando falamos sobre a instantaneidade de produtos, sabemos que quanto menor o tempo cronometrado para que o mesmo se dissolva melhor será a qualidade do produto neste quesito.

Como o pó do extrato de Nim em uso deverá ser dissolvido novamente em água antes de sua aplicação, devemos obter um produto que apresente um alto valor para dissolução em água. Analogamente aos produtos alimentícios, busca-se uma instantaneidade do biodefensivo em pó quando em contato com a água.

O gengibre (*Zingiber officinale*) é uma planta pertencente à família *Zingiberaceae*, com atividades antioxidante e antimicrobiana, sendo considerada importante para o tratamento de diversas doenças e distúrbios. De Barros Fernandes et al. (2016), em seu trabalho sobre a microencapsulação de óleo essencial de gengibre obteve para a molhabilidade do produto seco os valores entre 245 e 288 segundos.

Caliskan e Dirim (2016), estudando o óleo essencial do sumac, variando a quantidade de maltodextrina como agente carreador, alcançou valores próximos a 50 segundos para a molhabilidade com a adição de 30% em peso do agente carreador.

Eski et al. (2017), obtiveram o valor de 21 segundos como resultado para a molhabilidade do produto em seu estudo a respeito de um novo biopesticida de *Bacillus thuringiensis var. tenebrionis* (Xd3) contra o besouro da folha do amieiro (*Coleoptera: Chrysomelidae*).

2.8.4 Densidades

Densidade Bulk:

A definição da densidade bulk ou volumétrica é dada pela relação entre a massa de partículas necessária para preencher um recipiente de volume conhecido (POZITANO, 2011). De maneira geral, as partículas de um produto não se encontram em contato direto umas com as outras, estas encontram-se separadas por um pequeno filme de ar. A determinação da densidade Bulk é expressa pela razão entre a massa de partículas e o volume do leito. Desta maneira é possível pressupor o volume ocupado por massa de um produto especifico (CAMPOS, 2012; LIMA, 2013).

De acordo com Westergaard (2004), a aglomeração do material afeta de maneira positiva as propriedades de dissolução dos pós, no entanto, uma desvantagem apresentada é a produção de um pó com baixos valores de densidade (densidade bulk), o que acarreta em maiores custos logísticos e de embalagem.

Alguns pesquisadores que ultilizaram a secagem via spray dryer e obtiveram valores de densidade bulk em sua pesquisa foram Venil et al. (2016), em seu trabalho a respeito da microencapsulação da flexirubina, obtendo um produto com densidade 0,31 e 0,35 g/cm^3 para secagem à 140 e 160°C respectivamente. Já Pilarska et al. (2011) em seus estudos sobre a influência da secagem por atomização nas propriedades físico-químicas do oxido de magnésio obtiveram em uma de suas amostragens 0,112 g/cm^3 para tal densidade.

Densidade Tapped:

A densidade tapped é obtida agitando mecanicamente uma proveta graduada ou recipiente contendo a amostra em pó. Depois de observar o volume ou massa inicial do pó, o cilindro ou vaso de medição é mecanicamente agitado e leituras de volume ou massa são tomados até que pouca variação do volume ou massa é observada (CHAUHAN et al., 2005).

Desta maneira a densidade tapped nos mostra a capacidade do produto se compactar de forma forçada, essa medida é obtida pela relação da massa

previamente conhecida e o volume compactado da amostra. O processo de impactos consecutivos deve ser o mais uniforme quanto possível, através de batidas até que seu volume se mantenha constante (LIMA, 2013).

A densidade é um fator importante relacionado à embalagem, transporte e comercialização de pós; assim, esse valor pode ser útil em termos de peso e quantidade de material que encaixe em um recipiente (FINNEY; BUFFO; REINECCIUS, 2002). O produto seco de alta densidade pode ser armazenado em recipientes menores em comparação com um produto de baixa densidade (QUISPE-CONDORI; SALDAÑA; TEMELLI, 2011).

Estudando sobre sistemas carregados com *Camellia sinensis*, Secolin et al. (2017) obteve valores de 0,22 e 0,26 g/cm^3 para densidade bulk, com temperatura de entrada a 150°C e para a densidade tapped os valores mensurados foram 0,25 e 0,29 g/cm^3 . Enquanto Narayanan et al. (2018), dissertou em seu artigo sobre as propriedades físicas de antocionina micro encapsulada encontrou 0,294 g/cm^3 para densidade bulk e 0,368 g/cm^3 para tapped.

Densidade de Partículas:

Esta análise pode ser influenciada pela temperatura do ar de secagem, tamanho das partículas produzidas, as condições de pulverização e a alimentação da emulsão (natureza dos conteúdos encapsulados e sólidos). A densidade de partículas também pode diminuir devido à formação de vapor na gota de secagem causando a expansão da partícula cujas dimensões se tornem fixado mesmo com a continuidade do processo de secagem (FINNEY; BUFFO; REINECCIUS, 2002).

Uma das maneiras de se determinar é a partir do método do picnômetro. Uma quantidade da amostra é adicionada em um picnômetro vazio e preenchida com um volume de tolueno. Sabendo o volume adicionado de tolueno, pode-se calcular a densidade de partículas a partir da seguinte relação adotada por (KROKIDA; MAROULIS, 2001).

As folhas de chicória são aplicadas comumente como estimulantes da secreção gástrica e como redutores da taxa de glicose do sangue. Leite (2001), obteve em sua amostragem valores entre 1,048 e 1,171 g/m^3 para valores da densidade aparente do produto seco.

Rocha Alves et al. (2008), alcançou valores para densidade de partícula na faixa de 2,5 g/m^3 em seu estudo a respeito do crescimeto inicial de Nim (*Azadirachta indica a. juss.)* em solos a zona da Mata de Pernambuco. Já Medeiros et al. (2013), em seu estudo sobre o uso de biofertilizantes e águas salinas em plantas de *Licopersicon pimpinellifolium L*., obteve 2,66 g/m^3 de resultado para tal propriedade.

2.8.5 Solubilidade

Define-se por solubilidade a dissolução das partículas pelo líquido, desde que estas sejam solúveis. É um parâmetro utilizado para verificar a capacidade do pó para manter-se em mistura homogênea com a água, ou seja, a estabilidade da mistura, que frequentemente não constitui uma solução, mas sim uma emulsão e/ou suspensão, cujo aumento da estabilidade é comumente referido como “solubilização” (VISSOTO et al., 2006).

Um método de avaliação da solubilidade foi proposto por Cano-Chauca et al. (2005) com algumas mudanças. Adiciona-se 2,0 g de pós em um béquer e, em seguida, este sofre agitação em 200 ml de água destilada durante 5 minutos. A solução é então centrifugada a 2600 rpm durante 5 min. Uma alíquota de 50 ml do sobrenadante é transferida para um béquer pré-pesado e, posteriormente seco numa estufa a uma temperatura de 105 ° C durante 24 h. Após esta etapa, o peso da solução é determinado, pela massa final em relação à massa inicial de pó.

MIrhosseini et al. (2013), estudando diferentes métodos de secagem para proteína natural carboidrato Goma de semente de fruta durian (biopolimero), obteve valores na ordem de 55% de solubilidade para produtos secos via spray dryer à temperatura ambiente e na ordem de 75 % para uma temperatura de 80°C.

Cortés-Rojas et al. (2015), em estudo sobre a otimização de condições de secagem por pulverização para produção do extrato seco de *Bidens pilosa L.,* encontrou valores proximos a 75% para a solubilidade do protudo final.

Venil et al. (2016), obteve resultados entre 90,04 e 95,29 % de solubilidade em seu trabalho a respeito da microencapsulação do pigmento tipo flexirubina. Já Sablania e Bosco (2018), em estudo sobre produção do extrato seco de *Bidens pilosa L* obteve valores próximos a 26%.

2.8.6 Porosidade

Outra propriedade de fundamental importância em alimentos que utiliza operações de processamento é a porosidade. Esta propriedade desempenha um papel importante na reconstituição de produtos secos que controlam a velocidade de reidratação (KROKIDA; ZOGZAS; MAROULIS, 1997).

Sendo assim, uma maior porosidade do produto final leva a uma maior facilidade e rapidez de dissolução do mesmo para aplicação. Santhalakshmy et al. (2015) estudaram o efeito que a temperatura de entrada tem sobre as propriedades físico-químicas do pó de jamun seco por spray dryer, os autores relataram que os valores encontrados para a porosidade das amostras variaram entre 90,77 e 92,60% e tais amostras não mostram diferença significativa ($p \leq 0,05$).

Em um estudo comparativo de medicamentos secos por pulverização extratos aquosos de plantas, analisando desempenho de secagem e qualidade do produto Gallo et al. (2015), atingiu valores entre 30 e 57 % para porosidade em suas amostras.

Outros autores como Islam et al. (2017), estudaram os efeitos da micro moagem úmida em secagem a vácuo sobre propriedades físico-químicas e antioxidantes da *Citrus unshiu*, e obtiveram valores de porosidade com variação de 86,30 a 86,69%, mostrando ainda que esses valores foram significativos para ($p \leq 0,05$).

2.8.7 Granulometria

A análise granulométrica por difração de laser utiliza o método de dispersão de partículas associado com um processo de medida óptica através de difração de laser. Neste método, é combinada a relação proporcional entre a difração do laser e a distribuição de tamanhos de partículas (FERREIRA, 2005).

Segundo Duarte (2016), é um método volumétrico e os cálculos para determinação do tamanho de partículas são baseados no modelo matemático de Mie. O modelo de Mie considera que as partículas são esféricas e que não são opacas, desta forma leva em conta a difração e difusão da luz na partícula e no meio.

É uma técnica de fácil operação, apresenta rapidez de análise e ampla faixa de tamanhos, constituindo-se em uma técnica popular para caracterizar distribuições de tamanho de partículas, dispersas tanto em meio líquido quanto em forma de pó seco. Segundo Capelli (2017) o programa do granulômetro determina a quantidade correta da concentração pela medição da quantidade de luz do laser que foi perdida ao passar pela amostra. Isso é conhecido como “obscuração” e é dado em porcentagem.

Segundo Fernandes (2013), o tamanho de partícula é um importante parâmetro a ser analisado, pois está diretamente relacionado à solubilidade e fluidez do produto, propriedades importantes para aplicações industriais. Em seu estudo sobre extratos secos de *Psidium guajava* L. obtidos por *spray dryer* o autor alcançou uma serie de valores diferentes para cada tipo de agente carreador utilizado na secagem. Utilizando celulose microcristalina: Aerosil® como adjuvante o autor obteve partículas que apresentaram de 15 a 40 μm, já usando maltodextrina:goma arábica (Encapsia):Aerosil® a distribuição se deu mais uniformemente com tamanhos de partículas de 12 a 13 μm, partículas produzidas com misturas de Dry Flo:Aerosil® apresentaram uma distribuição uniforme com tamanhos de partículas inferiores a 15 μm e por fim, utilizando β-ciclodextrina apresentou também uma ampla distribuição de tamanho, entretanto, aproximadamente 80% das partículas apresentaram tamanhos inferiores a 20 μm.

Gallo et al. (2011), no estudo das propriedades físicas de extrato em pó de *Rhamnus purshiana* (*cáscara sagrada*) seco por pulverização todas as amostras apresentaram distribuições unimodais de tamanho de partícula, sendo os valores médios do diâmetro de partícula entre 7,94 ± 0,08 e 14,43 ± 0,85 μm. A vazão do ar de atomização foi a variável que mais afetou essa resposta. O maior tamanho médio de partícula foi obtido para o menor fluxo de ar de atomização devido às maiores gotas pulverizadas.

Ozdikicierler et al. (2014), em artigo publicado intitulado “Os efeitos dos parâmetros do processo de secagem por pulverização nos índices característicos do processo e nas propriedades reológicas em pó do extrato em pó da planta microencapsulada (*Gypsophila*)”, obteve valores entre 29,5 e 31,5 μm para valores médios dos tamanhos das particulas do extrato seco.

Mel et al. (2011), na caraterização do extrato vegetal de *Sp momodica* utilizando a secagem por pulverização alcançou valores entre 9 e 13 μm, sendo que

o menor valor foi obtido utilizando uma temperatura de entrada de 120°C, temperatura de saida de 70°C e sopro de ar com pressão de 3,5 bar. Já o maior valor foi obtido com uma temperatura de entrada na ordem de 180°C, temperatura de saída de 80°C e pressão do sopro de ar de 3,5 bar.

O trabalho apresentado decorreu-se com a secagem do extrato vegetal originado da semente da árvore de Nim, sendo assim efetuadas as caracterizações físico-químicas das amostras obtidas. A matéria prima empregue no processo de secagem por intermédio do spray dryer foi disponibilizada pela Phytotec, empresa situada em Recife- PE.

O método spray dryer foi escolhido como método de secagem, por ser um processo eficaz para secagem de grandes quantidades de líquido sem que haja degradação térmica do material e uma excelente qualidade do produto final, além disso, é um processo bastante utilizado no setor industrial. Para o emprego do uso de tal técnica foi necessário a adição de um agente carreador, o encapsulante adotado foi a sílica pirogênica hidrofílica que nos confere um baixo custo, encapsulamento de compostos voláteis, redução de entupimentos e adesão do produto na parede do equipamento, redução da formação de caroços e a cristalização, ao mesmo tempo, facilita a fluidez e estabilidade de armazenamento, além de ser transparente, não modificando o produto final.

As caracterizações físico-químicas das amostras secas em diferentes patamares foram realizadas com finalidade de compara-las entre si e ao mesmo tempo verificar as perdas e manutenção das características de maneira significativa. A realização do estudo das características físico-químicas do produto final, é de suma importância na determinação de quais variáveis do processo tem influência nas propriedades finais do produto.

Os estudos aplicados na presente pesquisa são extremamente necessários e substanciais para um melhor manuseio, comercialização e uso do produto adquirido. Espera-se que o presente estudo possa posteriormente ser aplicado e da continuidade a novos trabalhos literários; como sugestões: aplicação diferentes patamares de secagem, estudo de outros parâmetros físico-químicos, estudo da produtividade.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

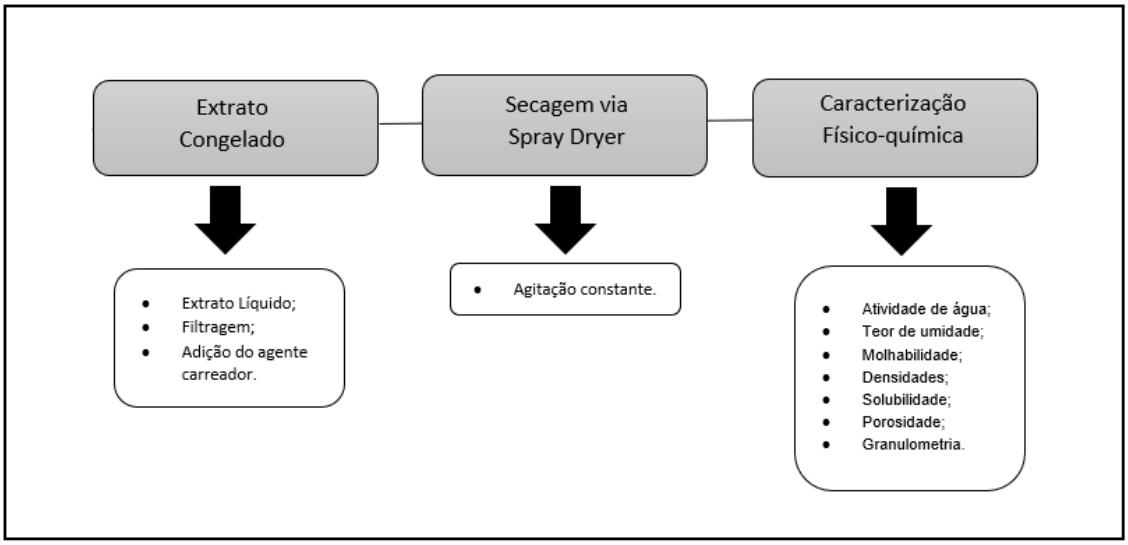
3.1 MATERIAIS

Foi utilizado um defensivo agrícola natural baseado num extrato vegetal aquoso, obtido da árvore Nim, de nome científico *Azadirachta indica a. juss. (meliacae)*, além da utilização do agente carreador: sílica pirogênica hidrofílica, ambos materiais foram fornecidos pela empresa Phytotec, sediada em Recife-PE.

3.2 MÉTODOS

A metodologia utilizada no presente trabalho constituiu nas etapas descritas a seguir e apresentadas no esquema da **Figura 4**.

Figura 4- Etapas desenvolvidas no trabalho.



Fonte- Próprio autor, 2019

3.2.1 Preparação do extrato vegetal de Nim

Devido a necessidade da preservação das propriedades do extrato vegetal utilizado no presente trabalho, o mesmo foi recebido congelado pela empresa Phytotec.

Iniciando a etapa de preparação do extrato vegetal de Nim para sua secagem, este foi mantido a temperatura ambiente por um intervalo de tempo de aproximadamente 24h. Esse intervalo de tempo é necessário para que toda a parcela

sólida do extrato passe para o seu estado liquido e permaneça a temperatura ambiente.

Após a conclusão das etapas anteriores, utilizando o auxílio de uma peneira e uma manta de algodão, deu-se início a filtragem do material. Tal processo é de extrema importância para que a secagem ocorra de forma contínua, pois através deste é possível retirar qualquer parcela sólida contaminante presente. Devido o bico de alimentação do equipamento apresentar um diâmetro pequeno, qualquer material sólido presente na dispersão poderia ocasionar o entupimento do mesmo, gerando atrasos no processo.

Por fim, adicionou-se o agente carreador nas proporções desejadas (1,5; 2,0 ou 2,5 g/L) e posicionou-se o material a ser seco em um agitador, esta etapa foi necessária para que não sofra precipitação das dispersões durante o processo de secagem e que o produto final se encontre de maneira mais uniforme. O agitador utilizado no processo está ilustrado na **Figura 5**:

Figura 5 - Spray dryer (esquerda), agitador (direita)

Fonte - Próprio autor, 2019.

3.2.2 Secagem via *Spray Dryer*

Todas as secagens deste trabalho foram realizadas com auxílio do equipamento Spray Dryer LM SD 5.0 Labmaq do Brasil, conforme **Figura 6,** tais amostras foram submetidas a diferentes taxas de temperatura de entrada, vazão do soprador, além da parcela de agente carreador que foi previamente adicionado. Os diferentes patamares de secagem aplicados no experimento estão apresentados na **Tabela 1**, abaixo:

Tabela 1- Diferentes parâmetros utilizados na secagem das amostras.

Condição	Temperatura de Entrada (ºC)	Agente Carreador (g/l)	Vazão do soprador (m^3/h)
A	140	1,5	2,5
B	140	2,5	2,5
C	140	1,5	3,4
D	140	2,5	3,4
E	150	2,0	2,9
F	160	1,5	2,5
G	160	2,5	2,5
H	160	1,5	3,4
I	160	2,5	3,4

Fonte- Próprio autor, 2019.

O sistema de atomização no Spray Dryer LM SD 5.0 é um bico fluído, sendo a alimentação do equipamento à câmara de secagem realizada por sua parte inferior. A alimentação é feita através de uma bomba peristáltica com a vazão controlada a 5L/h.

Ar de secagem e material líquido pulverizado tem o mesmo sentido de corrente dentro do equipamento.

Figura 6- Spray dryer

Fonte – Próprio autor, 2019.

O processo de secagem deste trabalho foi realizado no Laboratório de Cerâmica do Departamento de Engenharia de Materiais. Já a caracterização físico-química foi executada no Laboratório de Termodinâmica, localizado no Departamento de Engenharia Química. Ambos os laboratórios então sediados na Universidade Federal da Paraíba- UFPB.

3.2.3 Caracterização Físico-química

Atividade de Água (Aw)

O equipamento utilizado foi o medidor de atividade de água Novasina LabMaster AW, com precisão de +/- 0,003. Foram realizadas medidas do produto em pó obtido para as diferentes condições de secagem. A atividade de água dos pós obtidos após a secagem foi realizada em uma temperatura de 30ºC.

Teor de umidade

A determinação da umidade das amostras, foi realizada adotando-se o procedimento sugerido por Zenebon et al. (2008). Dando início ao experimento, pesou-se 1 g de cada uma das amostras em cápsula de alumínio devidamente tarada. Seguindo o processo, as amostras foram armazenadas em uma estufa com a temperatura regulada a 105°C, a estufa utilizada foi da marca Solab, modelo SL 102/480. As amostras foram mantidas em estufa durante o intervalo de 24 horas, sendo posteriormente resfriadas com auxílio de um dessecador até que a temperatura ambiente fosse atingida.

A equação utilizada para cálculo e determinação da umidade contida nas amostras é apresentada na **Equação 1**:

$$\%Água = \frac{M_i - M_f}{M_i} x100 \quad \textbf{(1)}$$

Onde,

M_i – massa inicial;

M_f – massa final.

Molhabilidade

Os valores obtidos para a molhabilidade das amostras foram determinados a partir de uma adaptação do método utilizado por Lannes e Medeiros (2003), tal

método consiste na adição de 1,0 g da amostras deixando-a cair livremente sobre 200 ml de água destilada previamente colocada em um béquer, o material e cuidadosamente adicionado a uma altura de aproximadamente 4 cm da superfície do liquido. O experimento foi realizado em triplicata sem auxílio de agitação e com solvente mantido a aproximadamente 25°C. Desta maneira, mede-se o tempo necessário para que toda a amostra adicionada ao béquer leva para se hidratar e depositar livremente no fundo do recipiente.

Densidades

Para cálculo e determinação das densidades, o presente trabalho utilizou-se das metodologias aplicada pelos autores por Jinapong, Suphantharika e Jamnong (2008); Fernandes, Borges e Botrel (2013).

a) Densidade aparente de bulk

Para a determinação da densidade bulk, o procedimento inicial adotado foi posicionar uma proveta graduada a 100 mL, previamente limpa e seca em uma balança analítica, tarando-a devidamente. Após os primeiros procedimentos, posicionou-se um funil na proveta adicionando a amostra que se deseja analisar, deixando cair livremente sob o liquido contido na proveta. Quando a quantidade de pó da amostra adicionado chegou a 20g, verificou-se o volume aparente obtido e determinou-se a densidade a partir da **Equação 2**, abaixo:

$$\rho = \frac{m}{V_a} \qquad \textbf{(2)}$$

Onde,
ρ – Densidade aparente de bulk;
m – Massa da amostra;
Va – Volume aparente.

b) *Densidade aparente tapped*

Respeitando o método da proveta graduada, as amostras foram adicionadas a proveta e submetidas a uma sequência de batidas continuas com intuído do pó contido no interior. O volume final aparente foi inserido no cálculo da densidade de compactação de acordo com a **Equação 3**.

$$\rho' = \frac{m}{V_a} \quad \textbf{(3)}$$

Onde,

ρ’ – Densidade aparente tapped;

m – Massa da amostra;

Va – Volume aparente.

c) *Densidade de partículas*

O método aplicado para a determinação da densidade de partícula das amostrar foi o denominado método do picnômetro, onde, a princípio o picnômetro vazio foi devidamente pesado, posteriormente foram adicionadas aproximadamente 1 g das diferentes amostras analisadas pesando novamente em seguida. Após os processos anteriores, o picnômetro é preenchido com um volume de tolueno e novamente pesado. Na última etapa, o picnômetro é preenchido e pesado adicionando-se apenas o tolueno. Com todos os pesos aferidos, utilizou-se a **Equação 4** para determinação da densidade de partículas.

$$\rho'' = \frac{P_2 - P_1}{(P_4 - P_1) - (P_3 - P_2)} \quad \textbf{(4)}$$

Onde:

ρ” – densidade de partículas;

P1 – peso do picnômetro;

P2 – peso do picnômetro + amostra;

P3 – Peso do picnômetro + amostra + tolueno;

P4 – peso do picnômetro + tolueno.

Solubilidade

Os resultados para solubilidade das amostras em pó foram obtidos utilizando o método Cano-Chauca et al. (2005), com algumas modificações. Para tal caracterização, foi adicionado em um béquer 200 mL de água destilada e 2,0 g do pó, em seguida, com auxílio de um agitador magnético (modelo 713D) de bancada a mistura foi agitada por 5 minutos a uma velocidade de 1000 rpm. Após o processo descrito, a mistura foi levada para a centrifuga (modelo SC-070) por 5 minutos a uma rotação de 2600 rpm. Uma fração de 50 mL do sobrenadante foi coletada e transferida para um béquer de 100 mL previamente pesado em balança analítica, posteriormente a amostra foi levada a estufa por 24 h a uma temperatura de 105 °C.

A conclusão do experimento se deu com a aferição do peso da amostra recolhida da estufa em relação à massa inicial dos pós, essa relação nos fornece a solubilidade do material, assim expressa pela **Equação 5**.

.

$$Solubilidade\ (\%) = \frac{M_f}{M_i} x100 \qquad \textbf{(5)}$$

Onde:

M_f – massa da amostra após estufa;

M_i – massa inicial do pó.

Porosidade

As porosidades *(ε)* das amostras de pó foram determinadas usando a relação entre a densidade aparente tapped (ρ_{tapped}) e a densidade de partículas ($\rho_{partícula}$) dos pós, calculada conforme a **Equação 6**, expressa por porcentagem, de acordo com literatura de Jinapong et al. (2008).

$$\varepsilon = \frac{\rho_{partícula} - \rho_{tapped}}{\rho_{partícula}}\ x\ 100 \qquad \textbf{(6)}$$

Granulometria

A técnica empregada para analise granulométrica do material foi a difração de laser aplicando o método de dispersão de partículas associado com um processo de medida óptica, onde efetuou-se a relação entre a distribuição do tamanho das partículas com a difração do laser. Para tal análise, o equipamento CILAS 1090LD foi empregado para que os pós fossem dispersos através de vibração mecânica, sobre um jato de ar comprimido com 2500 mb de pressão, operado em modo seco, com uma dispersão ultrassônica de 30 w em um período de duração de 15 s. A coleta dos dados foi feita através do software do próprio equipamento.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 RESULTADOS DAS ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS

4.1.1 Atividade de água (Aw)

Os valores relativos às atividades de água de cada condição foram analisados e estão apresentados na **Tabela 2**.

Tabela 2. Valores médios para atividade de água das amostras.

Amostra	Atividade de água	Sig
A (140°C; 1,5 g/l e 2,5 m ^{3}/h)	0,6746 ± 0,0083	a,b
B (140°C; 2,5 g/l e 2,5 m ^{3}/h)	0,7243 ± 0,0049	a
C (140°C; 1,5 g/l e 3,4 m ^{3}/h)	0,6160 ± 0,0217	b,c
D (140°C; 2,5 g/l e 3,4 m ^{3}/h)	0,5920 ± 0,0036	c,d
E (150°C; 2,0 g/l e 2,9 m ^{3}/h)	0,4490 ± 0,0020	e
F (160°C; 1,5 g/l e 2,5 m ^{3}/h)	0,4523 ± 0,0068	e
G (160°C; 2,5 g/l e 2,5 m ^{3}/h)	0,5393 ± 0,0130	d
H (160°C; 1,5 g/l e 3,4 m ^{3}/h)	0,3266 ± 0,0591	f
I (160°C; 2,5 g/l e 3,4 m ^{3}/h)	0,3173 ± 0,0255	f

Fonte. Próprio autor, 2019.

*letras iguais para Sig indicam que não há estatisticamente diferença significativa ($p \leq 0,05$)

Analisando os resultados, ficou claro que as condições D, E, F, G, H e I encontram-se dentro da faixa estabelecida para pós secos e estáveis do ponto de vista microbiológico, uma vez que seus resultados para Aw apresentaram valores inferiores a 0,6. Desta maneira podemos observar que tais condições sejam viáveis para aplicação industrial do ponto de vista de tal propriedade. Entretanto, não se pode deixar de mencionar que as medias atingidas pelas amostras H e I, atingiram valores bastante superiores do ponto de vista da qualidade do produto final, uma vez que tais amostras obtiveram valores mais baixos que os demais.

Analisando os dados obtidos para atividade de água das amostras e comparando-as com os resultados provenientes no teste tukey, observou-se que mantendo os valores empregados para os patamares referente a temperatura de entrada, vazão do soprador e variando a quantidade de agente carreador empregado nas amostras, não houve diferença significativa estatisticamente ($p \leq 0,05$) entre as amostras.

Tal observação fica mais clara analisando a **Tabela 2**, onde as amostras A em comparação com a amostra B, assim como C e D e H e I, que possuem entre si mesmos valores para temperatura de entrada e vazão do soprador, estatisticamente não se diferem para os valores de atividade de água obtidos. As únicas amostras que diferiram entre si significativamente ($p \leq 0,05$) mantendo os patamares citados iguais foram as amostras F e G.

De maneira semelhante, fazendo a análise variando apenas a temperatura de entrada ou a vazão do soprador, analisando o teste tukey as amostras obtiveram valores com diferença significativa ($p \leq 0,05$) em todas as comparações.

Desta maneira, podemos inferir que a diferença entre as quantidades de agente carreador empregados nas amostras não influenciam nos resultados para tal propriedade.

A atividade de água de um produto atomizado é uma importante propriedade a ser observada, tendo em vista que esta pode afetar de maneira direta no tempo de prateleira do pó produzido. Em seu estudo analisando o gênero *Aspergillus* que ataca o milho, Beline (2012) observa que os valores mínimos de atividade de água para manutenção da praga foram 0,73. Ozdikicierler et al. (2014), em seu estudo sobre os efeitos dos parâmetros do processo de secagem por spray dryer do extrato vegetal da *Gypsophila*, em sua amostra analisada a uma temperatura de entrada de 160°C e temperatura de saída a 50°C encontrou o valor de 0,453.

Narayanan et al. (2018) obtiveram valores entre 0,586 e 0,629 em seu trabalho intitulado “Propriedades físicas da antocianina microencapsulada obtido por secagem por atomização do extrato de Amaranto Vermelho com maltodextrina”.

4.1.2 Teor de umidade

Os valores para umidade das amostras processadas neste trabalho, estão apresentados na **Tabela 3** em seguida.

Tabela 3. Umidade relativa das amostras após- secagem

Amostra	Teor de umidade (%)	Sig
A (140°C; 1,5 g/l e 2,5 m ^{3}/h)	16,9466 ± 2,2050	a
B (140°C; 2,5 g/l e 2,5 m ^{3}/h)	16,6900 ± 0,2605	a
C (140°C; 1,5 g/l e 3,4 m ^{3}/h)	9,733 ± 0,7752	a,b
D (140°C; 2,5 g/l e 3,4 m ^{3}/h)	17,2466 ± 5,8434	a
E (150°C; 2,0 g/l e 2,9 m ^{3}/h)	13,9200 ± 1,1107	a,b
F (160°C; 1,5 g/l e 2,5 m ^{3}/h)	15,000 ± 3,8924	a
G (160°C; 2,5 g/l e 2,5 m ^{3}/h)	10,2300 ± 3,1200	a,b
H (160°C; 1,5 g/l e 3,4 m ^{3}/h)	10,1933± 0,3758	a,b
I (160°C; 2,5 g/l e 3,4 m ^{3}/h)	6,6566 ± 0,6748	b

Fonte. Próprio autor, 2019.

*letras iguais para Sig indicam que não há estatisticamente diferença significativa ($p \leq 0,05$)

Em um comparativo entre os valores obtidos para teor de umidade presente nas amostras e os resultados provenientes do teste tukey, observou-se que mantendo os valores empregados para os patamares referente a temperatura de entrada e a vazão do soprador e variando a quantidade de agente carreador empregado nas amostras, não houve diferença significativa estatisticamente ($p \leq 0,05$) entre as amostras. Tal tendência se permanece ao manter os outros patamares constantes e variando apenas a vazão do soprador. Já alterando-se a temperatura de entrada e mantendo a porcentagem de agente carreador constante, bem como a vazão do soprador, apenas as D e I apresentam uma diferença estatística significativa.

Tal observação fica mais clara analisando a **Tabela 3**, onde as amostras A em comparação com a amostra B, assim como C e D e H e I, que possuem entre si mesmos valores para temperatura de entrada e vazão do soprador, estatisticamente não se diferem para os valores de teor de umidade obtidos. As únicas amostras que diferiram entre si significativamente ($p \leq 0,05$) mantendo os mesmos patamares citados foram as amostras F e G.

Já variando apenas a vazão do soprador, todas as amostras analisadas não obtiveram valores com diferença significativa ($p \leq 0,05$). Neste caso as amostras a serem comparadas entre si são: A e C, amostra B e D, bem como as amostras F e H e por último G e I.

De maneira semelhante, fazendo a análise variando apenas a temperatura de entrada e analisando o teste tukey, com exceção das amostras D e I que obtiveram

valores com diferença significativa (p≤0,05), as demais amostras não apresentaram diferença estatística.

Desta maneira, podemos inferir que a diferença entre as quantidades de agente carreador e vazão do soprador empregados nas amostras não influenciam nos resultados para tal propriedade.

Dissertando em seu trabalho sobre a influência das condições de operação de secagem por pulverização em propriedades físicas de extrato em pó de *Rhamnus purshiana* (Cáscara sagrada), Gallo et al. (2011) apresenta valores para umidade do produto seco entre 2.41±0.08 e 4.72±0.28 %. Analisando a influência do processo de secagem e condição de armazenamento de extrato seco de *Bauhinia forficata* e *Passiflora alata* sobre seu perfil de dissolução, Souza et al. (2015), em seus experimentos encontraram valores entre 3,4 e 4,5% para o tempo incial igual a zero, transcorrido 90 dias os valores apresentados para as amostras secas via spray dryer passaram para entre 11,8 e 12,2.

Já Venil et al. (2016), em seu estudo sobre o pigmento denominado flexirrubina à uma temperatura de entrada de 140°C obteve o valor de 5,3% enquanto para uma temperatura de entrada de 160°C esse valor diminuiu para 3,5%. Eski (2017), estudando um novo biopesticida de um *Bacillus thuringiensis var. tenebrionis (Xd3)* contra o besouro da folha do amieiro (*Coleoptera: Chrysomelidae*), obteve o resultado de 8,3 ± 0,49 % para sua amostra.

4.1.3 Molhabilidade

Os valores para o teste de molhabilidade estão apresentados na **Tabela 4**, abaixo.

Tabela 4. Molhabilidade das amostras.

Amostra	Molhabilidade (s)	Sig
A (140°C; 1,5 g/l e 2,5 m ^{3}/h)	77,6666 ± 6,6583	a,c
B (140°C; 2,5 g/l e 2,5 m ^{3}/h)	72 ± 8,8881	a
C (140°C; 1,5 g/l e 3,4 m ^{3}/h)	202 ± 95,5981	b
D (140°C; 2,5 g/l e 3,4 m ^{3}/h)	87 ±7,9372	a,c
E (150°C; 2,0 g/l e 2,9 m ^{3}/h)	177 ± 26,5141	b,c
F (160°C; 1,5 g/l e 2,5 m ^{3}/h)	161,3330 ±38,9914	a,b,c
G (160°C; 2,5 g/l e 2,5 m ^{3}/h)	60 ± 3,6055	a
H (160°C; 1,5 g/l e 3,4 m ^{3}/h)	154± 12,1243	a,b,c
I (160°C; 2,5 g/l e 3,4 m ^{3}/h)	72 ± 3,0	a

Fonte. Próprio autor, 2019.

*letras iguais para Sig indicam que não há estatisticamente diferença significativa (p≤0,05)

Em um comparativo entre os valores obtidos para a molhabilidade das amostras e os resultados provenientes do teste tukey, observou-se que mantendo os valores empregados para os patamares referente a temperatura de entrada e a vazão do soprador e variando a quantidade de agente carreador empregado nas amostras, não houve diferença significativa estatisticamente (p≤0,05) entre as amostras, a não ser entre as amostras C e D. Tal tendência se mantém ao manter os outros patamares constantes e variando apenas a vazão do soprador, onde as únicas amostras que mostraram diferença estatística foram as amostras A e C . Já variando a temperatura de entrada e mantendo a porcentagem de agente carreador constante, bem como a vazão do soprador, todas as amostras analisadas não apresentam uma diferença estatística significativa.

Tal observação fica mais clara analisando a **Tabela 4**, onde as amostras A em comparação com a amostra B, assim como F e G e H e I que possuem entre si mesmos valores para temperatura de entrada e vazão do soprador, estatisticamente não se diferem para os valores de molhabilidade obtidos, obtendo assim para Sig letras iguais como resultado. As únicas amostras que diferiram entre si significativamente (p≤0,05) mantendo os patamares citados iguais foram as amostras C e D.

A mesma tendência é seguida variando apenas a vazão do soprador, neste caso as amostras a serem comparadas entre si são: A e C, amostra B e D, bem como as amostras F e H e por último G e I. Apenas as amostras A e C obtêm tal diferença estatística (p≤0,05).

De maneira geral, fazendo a análise variando apenas a temperatura de entrada e analisando o teste Tukey, todas as amostras não apresentaram diferença estatística.

Em seu estudo intitulado “Microencapsulação por atomização da mistura de extratos fenólicos”, Rocha et al. (2019),diz que a molhabilidade é uma característica desejável para o desenvolvimento de produtos em pó. Quanto maior a molhabilidade do produto, mais rápido ele se dissolve e pode ser consumido. Neste mesmo trabalho o autor obteve para o extrato seco utilizando a maltedextrina como agente carreador o valor de 74,5 segundos para a molhabilidade do mesmo.

Já o autor Rodrigues (2011), em seu trabalho: “Secagem por atomização e caracterização química de extratos de folhas de café”, obteve o valor para tal propriedade de 375 segundos em uma de suas amostras. O gengibre (*Zingiber officinale*) é uma planta pertencente à família *Zingiberaceae*, com atividades antioxidante e antimicrobiana, sendo considerada importante para o tratamento de diversas doenças e distúrbios. De Barros Fernandes et al. (2016), em seu trabalho sobre a microencapsulação de óleo essencial de gengibre obteve para a molhabilidade do produto seco os valores entre 245 e 288 segundos.

4.1.4 Densidade bulk (g/cm^3)

A **Tabela 5** define os valores para tal densidade encontrados para cada processo de secagem por Spray Dryer.

Tabela 5. Valores para densidade bulk.

Amostra	Densidade Bulk (g/cm^3)	Sig
A (140°C; 1,5 g/l e 2,5 m^3/h)	0,2727 ± 0,0157	a
B (140°C; 2,5 g/l e 2,5 m^3/h)	0,2589 ±0,0087	a,c,e
C (140°C; 1,5 g/l e 3,4 m^3/h)	0,2470 ± 0,0030	a,c,e
D (140°C; 2,5 g/l e 3,4 m^3/h)	0,1945 ±0,0019	b,f
E (150°C; 2,0 g/l e 2,9 m^3/h)	0,2333 ± 0,0115	c,d,e
F (160°C; 1,5 g/l e 2,5 m^3/h)	0,2400 ±0	c,e
G (160°C; 2,5 g/l e 2,5 m^3/h)	0,2083 ± 0,0052	d,f
H (160°C; 1,5 g/l e 3,4 m^3/h)	0,2490± 0,0166	e
I (160°C; 2,5 g/l e 3,4 m^3/h)	0,2049 ± 0,0022	f

Fonte. Próprio autor, 2019.

*letras iguais para Sig indicam que não há estatisticamente diferença significativa ($p \leq 0,05$)

Em um comparativo entre os valores obtidos para densidade bulk das amostras e os resultados provenientes do teste tukey, observou-se que mantendo os valores empregados para os patamares referente a temperatura de entrada e a vazão do soprador e variando a quantidade de agente carreador empregado nas amostras, houve diferença significativa estatisticamente ($p \leq 0,05$) entre as amostras, a exceto entre as amostras A e B. Tal tendência permanece ao manter os outros patamares constantes e variando apenas a vazão do soprador, onde as únicas amostras que mostraram diferença estatística foram as amostras B e D . Já variando a temperatura de entrada e mantendo a porcentagem de agente carreador constante, bem como a vazão do soprador, as amostras C e H e as amostras D e I não apresentam uma

diferença estatística significativa, em contrapartida as amostras A e F e B e G apresentaram tal diferença.

Tal observação fica mais clara analisando a **Tabela 5**, onde as amostras A em comparação com a amostra B, que possuem entre si mesmos valores para temperatura de entrada e vazão do soprador, estatisticamente não se diferem para os valores de densidade Bulk obtidos, obtendo assim para Sig letras iguais como resultado. Já o restante das amostras comparadas entre si diferem significativamente ($p \leq 0,05$).

Na comparação das amostras variando apenas a vazão do soprador, somente as amostras B e D resultaram em valores com diferença significativa estatisticamente. As amostras A e C, F e H, bem como as amostras G e I não apresentaram diferença significativa ($p \leq 0,05$).

De maneira semelhante, fazendo a análise variando apenas a temperatura de entrada e analisando o teste Tukey, as amostras C e H, bem como as amostras D e I não apresentaram diferença estatística. Em contrapartida, as amostras A e F e também as amostras B e G apresentaram tal diferença.

Cynthia e Bosco (2015), em estudo sobre as propriedades físicas e químicas do *Tamarindus indica L.* em pó, encontraram valores entre 0,33 e 0,40 g/cm^3 para a densidade bulk das amostras secas. Já Secolin et al. (2017) em seu estudo intitulado Spray drying de sistemas à base de lipídios carregados com polifenóis da Camellia sinensis, encontraram valores entre 0,22 a 0,37 g/cm^3 para tal propriedade.

Estudando propriedades físicas da antocianina microencapsulada obtida por secagem por atomização do extrato de Amaranto Vermelho com maltodextrina, Narayanan (2018) obtiveram valores para densidade Bulk da ordem de 0,294±0,04 a 0, 553±0,03 g/cm^3 .

4.1.5 Densidade tapped (g/cm³)

Os valores relativos a tal propriedades estão apresentados na **Tabela 6**.

Tabela 6. Valores para densidade tapped.

Amostra	Densidade Tapped (g/cm³)	Sig
A (140°C; 1,5 g/l e 2,5 m³/h)	0,3987 ± 0,0167	a
B (140°C; 2,5 g/l e 2,5 m³/h)	0,3959 ±0,0097	a,f
C (140°C; 1,5 g/l e 3,4 m³/h)	0,3511 ± 0,0062	d,f
D (140°C; 2,5 g/l e 3,4 m³/h)	0,3038 ±0,0092	c,e,g
E (150°C; 2,0 g/l e 2,9 m³/h)	0,3249 ± 0,0086	d,e
F (160°C; 1,5 g/l e 2,5 m³/h)	0,3260 ±0,0083	d,e
G (160°C; 2,5 g/l e 2,5 m³/h)	0,2997 ± 0,0116	e,g
H (160°C; 1,5 g/l e 3,4 m³/h)	0,3670± 0,0192	a,f
I (160°C; 2,5 g/l e 3,4 m³/h)	0,2802± 0,0042	g

Fonte. Próprio autor, 2019.

*letras iguais para Sig indicam que não há estatisticamente diferença significativa ($p \leq 0,05$)

Comparando os resultados obtidos para a densidade tapped das amostras e os resultados provenientes do teste tukey, observou-se que mantendo os valores empregados para temperatura de entrada e vazão do soprador e variando a quantidade de agente carreador adicionado as amostras, não houve diferença significativa estatisticamente ($p \leq 0,05$) entre as amostras A e B, bem como, nas amostras F e G. Já as amostras C e D e também H e I obtiveram valores que divergiram significativamente.

Ao manter os outros patamares constantes e variando apenas a vazão do soprador para todas as comparações houve diferença significativa nos valores encontrados. Já variando a temperatura de entrada e mantendo a porcentagem de agente carreador constante, bem como a vazão do soprador, as amostras A e F, bem como, as amostras B e G não obtiveram valores significativos estatisticamente. De modo oposto, as amostras C e H e também as amostras D e I não apresentam uma diferença estatística significativa.

Tal observação fica mais clara analisando a **Tabela 6**, onde as amostras A em comparação com a amostra B, assim como F e G que possuem entre si mesmos valores para temperatura de entrada e vazão do soprador, estatisticamente não se diferem para os valores de densidade tapped obtidos, obtendo assim para Sig letras iguais como resultado. As amostras que diferiram entre si significativamente ($p \leq 0,05$) mantendo os patamares citados iguais foram as amostras C e D, bem como, H e I.

Observando em seguida os valores de densidade tapped variando apenas a vazão do soprador, as únicas amostras que obtiverem resultados estatisticamente significativos foram as amostras G e I.

De maneira semelhante, fazendo a análise variando apenas a temperatura de entrada e analisando o teste tukey, as amostras C e H, bem como, as amostras D e I não apresentaram diferença estatística.

Cynthia e Bosco (2015), em estudo sobre as propriedades físicas e químicas do *Tamarindus indica L.* em pó, encontraram valores entre 0,43 e 0,49 g/cm^3 para a densidade tapped das amostras secas.

Já em 2018, em trabalho sobre propriedades físicas da antocianina microencapsulada obtida por secagem por atomização do extrato de Amaranto Vermelho com maltodextrina, Narayanan et al., obtiveram valores para densidade tapped entre 0,368±0,04 a 0,680±0,03 g/cm^3 .

4.1.6 Densidade de partículas

Os valores obtidos estão ilustrados na **Tabela 7**, abaixo.

Tabela 7 Valores para densidade de partículas.

Amostra	Densidade de Partículas (g/cm^3)	Sig
A (140°C; 1,5 g/l e 2,5 m^3/h)	1,6403 ± 0,1597	a
B (140°C; 2,5 g/l e 2,5 m^3/h)	1,8494 ±0,6907	a
C (140°C; 1,5 g/l e 3,4 m^3/h)	1,9285 ± 0,1017	a
D (140°C; 2,5 g/l e 3,4 m^3/h)	2,4808 ±1,1445	a
E (150°C; 2,0 g/l e 2,9 m^3/h)	1,4362 ± 0,2048	a
F (160°C; 1,5 g/l e 2,5 m^3/h)	1,8521 ±0,2589	a
G (160°C; 2,5 g/l e 2,5 m^3/h)	1,6880 ± 0,3089	a
H (160°C; 1,5 g/l e 3,4 m^3/h)	1,8055± 0,1562	a
I (160°C; 2,5 g/l e 3,4 m^3/h)	2,4622± 1,4862	a

Fonte. Próprio autor, 2019.

*letras iguais para Sig indicam que não há estatisticamente diferença significativa (p≤0,05)

Em um comparativo entre os valores obtidos para densidade de partículas das amostras e os resultados provenientes do teste tukey, observou-se que mantendo os valores empregados para os patamares referente a temperatura de entrada e a vazão do soprador e variando a quantidade de agente carreador empregado nas amostras, não houve diferença significativa estatisticamente (p≤0,05) entre as amostras. Tal tendência permanece ao manter os outros patamares constantes e variando apenas a vazão do soprador bem como para o comparativo

variando a temperatura de entrada e mantendo a porcentagem de agente carreador e vazão do soprador constante.

Tal observação fica mais clara analisando a **Tabela 7**, onde pode-se observar que todos os resultados de Sig para as amostras tiveram como resultado a mesma letra “a”, isso significa que todas as amostras, variando quaisquer que forem os patamares empregados nas amostras deste trabalho, não haverá diferença significativa (p≤0,05) para os resultados obtidos para densidade de partículas.

Desta maneira, podemos inferir que a diferença entre as quantidades de agente carreador, vazão do soprador e temperatura de entrada empregados nas amostras não influenciam nos resultados para tal propriedade.

Aplicadas comumente como estimulantes da secreção gástrica e como redutores da taxa de glicose do sangue são bastante utilizadas as folhas de chicória. Leite (2001), obteve em sua amostragem valores entre 1,048 e 1,171 g/cm^3 para valores da densidade aparente do produto seco.

Rocha Alves et al. (2008), alcançou valores para densidade de partícula na faixa de 2,5 g/cm^3 em seu estudo a respeito do crescimento inicial de Nim (*Azadirachta indica a. juss.)* em solos da zona da Mata de Pernambuco. Já Medeiros et al. (2013), em seu estudo sobre o uso de biofertilizantes e águas salinas em plantas de *Licopersicon pimpinellifolium L*., obteve 2,66 g/cm^3 como resultado para tal propriedade.

4.1.7 Solubilidade

Os dados para solubilidade das amostras do extrato de Nim em pó estão apresentados na **Tabela 8**.

Tabela 8. Valores para solubilidade das amostras.

Amostra	Solubilidade (%)	Sig
A (140°C; 1,5 g/l e 2,5 m^3/h)	95,44±1,0675	a,b
B (140°C; 2,5 g/l e 2,5 m^3/h)	94,84±1,5140	a,b
C (140°C; 1,5 g/l e 3,4 m^3/h)	94,68 ±1,3740	a,b
D (140°C; 2,5 g/l e 3,4 m^3/h)	94,89±1,0103	a,b
E (150°C; 2,0 g/l e 2,9 m^3/h)	94,27±0,7823	a,b
F (160°C; 1,5 g/l e 2,5 m^3/h)	96,23±4,4428	a,b
G (160°C; 2,5 g/l e 2,5 m^3/h)	96,32±1,0537	a,b
H (160°C; 1,5 g/l e 3,4 m^3/h)	93,53±0,3937	A
I (160°C; 2,5 g/l e 3,4 m^3/h)	99,05±0,1044	B

Fonte. Próprio autor, 2019.

*letras iguais para Sig indicam que não há estatisticamente diferença significativa (p≤0,05)

Em um comparativo entre os valores obtidos para solubilidade das amostras e os resultados provenientes do teste tukey, observou-se que mantendo os valores empregados para os patamares referente a temperatura de entrada e a vazão do soprador e variando a quantidade de agente carreador empregado nas amostras, não houve diferença significativa estatisticamente (p≤0,05) entre as amostras, exceto entre as amostras H e I. Já mantendo outros patamares constantes e variando apenas a vazão do soprador bem como para o comparativo variando a temperatura de entrada e mantendo a porcentagem de agente carreador e vazão do soprador constante, todas as amostras não obtiveram diferença significativa(p≤0,05) na comparação de seus valores.

Tal observação fica mais clara analisando a **Tabela 8**, onde pode-se observar que todos os resultados de Sig para as amostras tiveram como resultado as letras “a,b”, ou uma das duas letras somente. No caso deste estudo, para todas as amostras, variando quaisquer que forem os patamares empregados, não haverá diferença significativa (p≤0,05) para os resultados obtidos para solubilidade.

Desta maneira, podemos inferir que a diferença entre as quantidades de agente carreador, vazão do soprador e temperatura de entrada empregados nas amostras influenciam nos resultados para tal propriedade. Sendo que a única amostra a se comportar de maneira distinta é a amostra I.

Cortés-Rojas et al. (2015), em estudo sobre a otimização de condições de secagem por pulverização para produção do extrato seco de *Bidens pilosa L.,* encontrou valores proximos a 75% para a solubilidade do produto final. Venil et al. (2016), obteve resultados entre 90,04 e 95,29 % de solubilidade em seu trabalho a respeito da microencapsulação do pigmento tipo flexirubina. Já Sablania e Bosco (2018), em estudo sobre produção do extrato seco de *Bidens pilosa L.* obteve valores próximos a 26%.

4.1.8 Porosidade

Na **Tabela 9,** encontram-se os resultados das análises de porosidade para o pó do extrato de Nim processado nas diferentes condições de secagem via spray dryer.

Tabela 9. Valores para porosidade das amostras.

Amostra	Porosidade (%)	Sig
A (140°C; 1,5 g/l e 2,5 m ^{3}/h)	75,47 ± 3,2410	a
B (140°C; 2,5 g/l e 2,5 m ^{3}/h)	76,59±8,2853	a
C (140°C; 1,5 g/l e 3,4 m ^{3}/h)	81,75 ±1,1412	a
D (140°C; 2,5 g/l e 3,4 m ^{3}/h)	85,22 ±8,3352	a
E (150°C; 2,0 g/l e 2,9 m ^{3}/h)	77,13 ±2,5689	a
F (160°C; 1,5 g/l e 2,5 m ^{3}/h)	82,11 ±3,0414	a
G (160°C; 2,5 g/l e 2,5 m ^{3}/h)	81,77 ± 3,8074	a
H (160°C; 1,5 g/l e 3,4 m ^{3}/h)	79,52± 2,6359	a
I (160°C; 2,5 g/l e 3,4 m ^{3}/h)	86,14±6,1482	a

Fonte. Próprio autor, 2019.

*letras iguais para Sig indicam que não há estatisticamente diferença significativa (p≤0,05)

Em um comparativo entre os valores obtidos para porosidade das amostras e os resultados provenientes do teste tukey, observou-se que mantendo os valores empregados para os patamares referente a temperatura de entrada e a vazão do soprador e variando a quantidade de agente carreador empregado nas amostras, não houve diferença significativa estatisticamente (p≤0,05) entre as amostras. Tal tendência permanece ao manter os outros patamares constantes e variando apenas a vazão do soprador bem como para o comparativo variando a temperatura de entrada e mantendo a porcentagem de agente carreador e vazão do soprador constante.

Tal observação fica mais clara analisando a **Tabela 9**, onde pode-se verificar que todos os resultados de Sig para as amostras tiveram como resultado a mesma letra “a”, isso significa que todas as amostras, variando quaisquer que forem os patamares empregados nas amostras deste trabalho, não haverá diferença significativa (p≤0,05) para os resultados obtidos para densidade de partículas.

Desta maneira, podemos inferir que a diferença entre as quantidades de agente carreador, vazão do soprador e temperatura de entrada empregados nas amostras não influenciam nos resultados para tal propriedade.

Os valores encontrados para porosidade, encontram se abaixo dos valores mencionados no estudo de Santhalakshmy et al. (2015) que investigaram o efeito que a temperatura de entrada tem sobre as propriedades físico-químicas do pó de jamun seco por spray dryer, que apresentaram valores referente a porosidade entre 90,77 e 92,60%. Já os resultados encontrados por Gallo et al. (2015), em um estudo comparativo de medicamentos secos por pulverização de extratos aquosos de

plantas, analisando desempenho de secagem e qualidade do produto, encontraram valores na ordem de 30 a 57%.

Outros autores como Islam et al. (2017), estudaram os efeitos da micro moagem úmida em secagem a vácuo sobre propriedades físico-químicas e antioxidantes da Citrus unshiu, e obtiveram valores de porosidade com variação de 86,30 a 86,69%, mostrando ainda que esses valores foram significativos para ($p \leq 0,05$). Tais valores se mostraram bastante semelhantes aos obtidos no presente trabalho.

Sendo assim, uma maior porosidade do produto final leva a uma maior facilidade e rapidez de dissolução do mesmo para aplicação. Santhalakshmy et al. (2015) estudaram o efeito que a temperatura de entrada tem sobre as propriedades físico-químicas do pó de jamun seco por spray dryer, os autores relataram que os valores encontrados para a porosidade das amostras variaram entre 90,77 e 92,60% e tais amostras não mostram diferença significativa ($p \leq 0,05$).

Em um estudo comparativo de medicamentos secos por pulverização extratos aquosos de plantas, analisando desempenho de secagem e qualidade do produto Gallo et al. (2015), atingiu valores entre 30 e 57 % para porosidade em suas amostras.

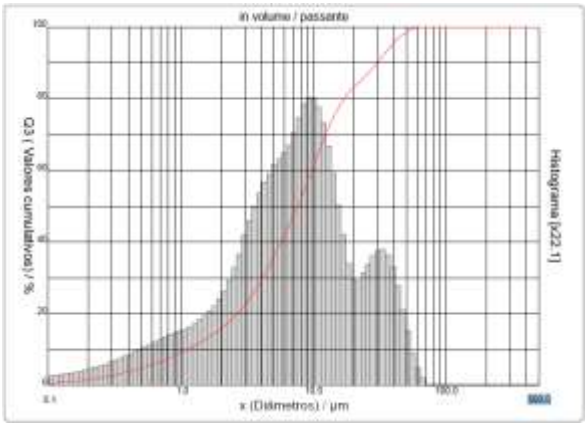
Outros autores como Islam et al. (2017), estudaram os efeitos da micro moagem úmida em secagem a vácuo sobre propriedades físico-químicas e antioxidantes da Citrus unshiu, e obtiveram valores de porosidade com variação de 86,30 a 86,69%, mostrando ainda que esses valores foram significativos para ($p \leq 0,05$). Estes resultados apresentaram bastante semelhança com os obtidos no presente trabalho.

4.2 GRANULOMETRIA

Determinou-se a distribuição granulométrica do extrato após o processamento via spray dryer para avaliar o comportamento das partículas em relação ao processamento adotado. Podemos observar a distribuição do tamanho das partículas através dos gráficos representados pela **Figura 7** a seguir, correspondentes a cada condição.

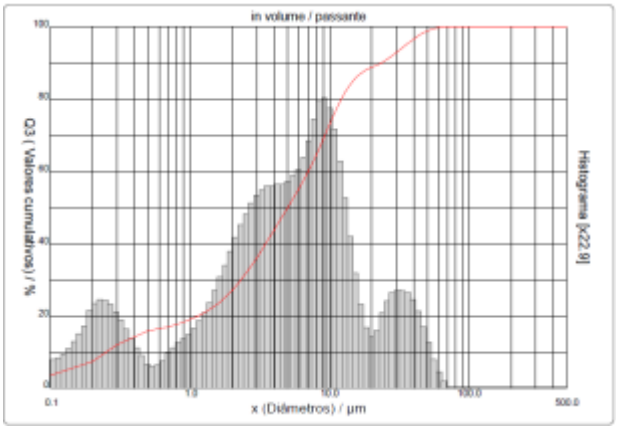
Figura 7. Resultados para análise granulométrica das amostras

a) Amostra A



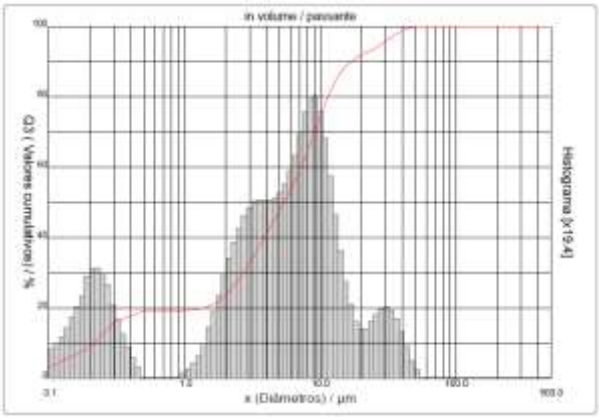
Diâmetro médio: 30,15 µm

b) Amostra B



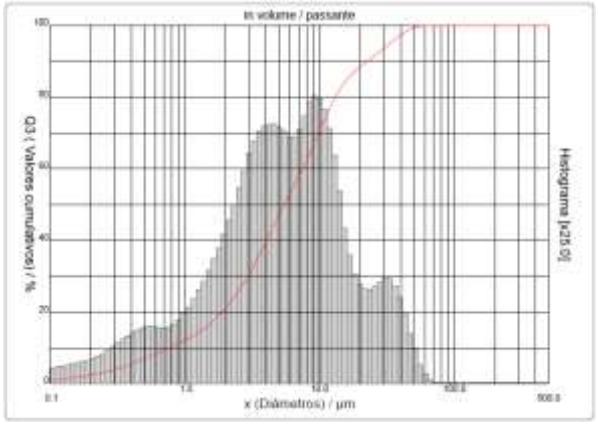
Diâmetro médio: 8,70 µm

c) Amostra C



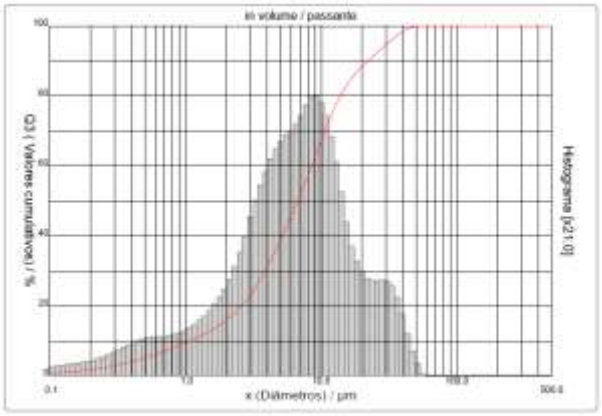
Diâmetro médio: 7,76 µm

d) Amostra D



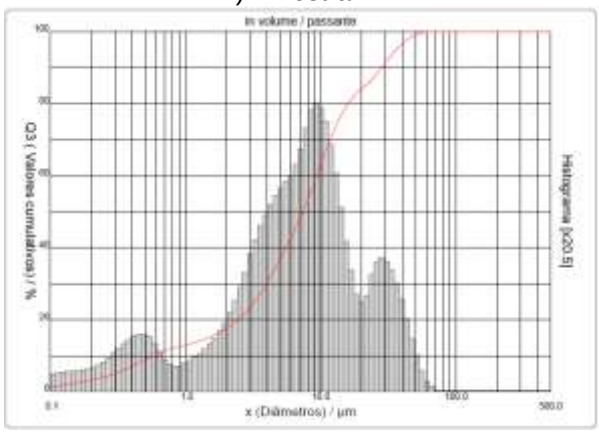
Diâmetro médio: 9,03 µm

e) Amostra E



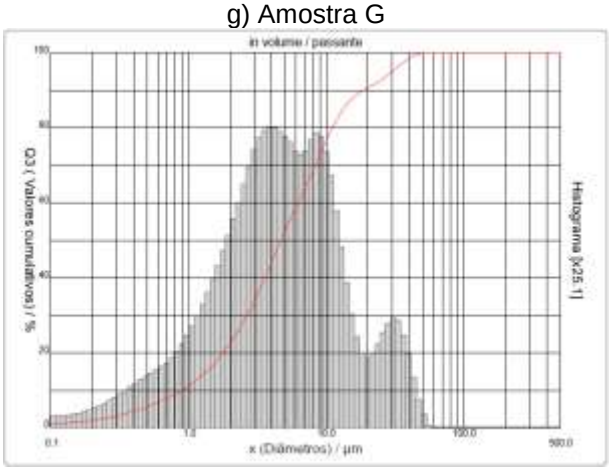
Diâmetro médio: 9,48 µm

f) Amostra F



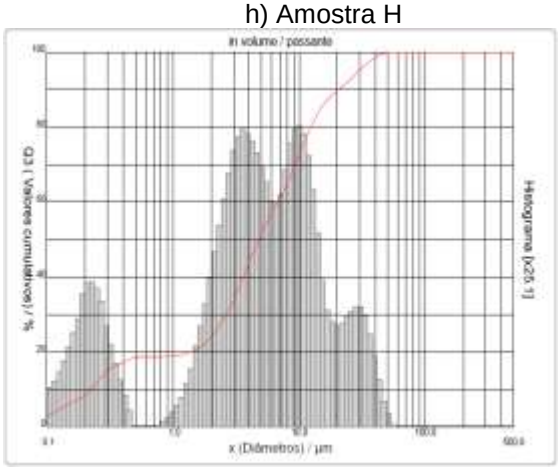
Diâmetro médio: 10,82 µm

g) Amostra G



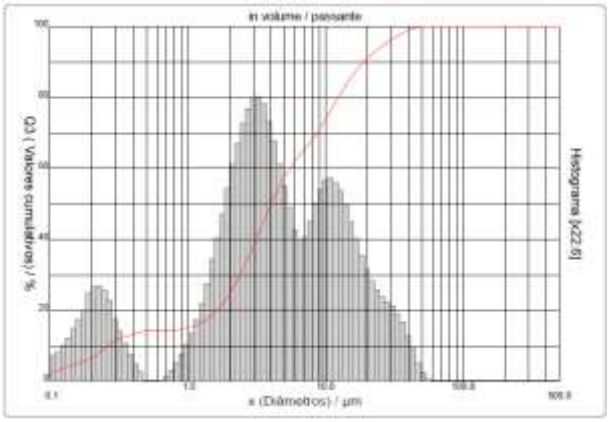
Diâmetro médio: 7,82 µm

h) Amostra H



Diâmetro médio: 8,07 µm

i) Amostra I



Diâmetro médio: 7,55 µm

De acordo com a **Figura 7**, podemos verificar que as amostras A e de maneira semelhante a amostra E apresentaram uma distribuição bimodal de partículas, exibindo um gráfico com dois picos distintos. Já as amostras B, C, D, F, G, H e I demostraram um comportamento polimodal, apresentando três ou mais picos distintos.

Os resultados dos diâmetros (10%, 50% e 90%) e diâmetro médio estão apresentados na **Tabela 10**.

Tabela 10. Diâmetro de partículas dos pós

Amostra	Diâmetro da partícula a 10 % (µm)	Diâmetro da partícula a 50 % (µm)	Diâmetro da partícula a 90 % (µm)	Diâmetro médio das partículas (µm)
A	1,10	7,56	30,15	30,15
B	0,25	5,01	23,48	8,70
C	0,21	5,39	16,81	7,76
D	0,77	5,46	22,53	9,03
E	1,08	6,70	22,22	9,48
F	0,58	7,36	28,19	10,82
G	0,90	4,70	18,50	7,82
H	0,22	4,78	20,54	8,07
I	0,26	4,02	18,96	7,55

Fonte. Próprio autor, 2019.

Através da análise da **Tabela 10** acima, pôde-se verificar que o tamanho médio das partículas para cada condição empregada no processo de secagem obteve valores que variaram de 7,55 a 30,15 µm. Outra análise que pode ser feita é a respeito das partículas com menores valores médios para seu tamanho médio de partículas (pó mais fino), nota-se que, as amostras que obtiveram os menores valores para tal propriedade são as amostras C, G, H e I. Dentre estas, as três últimas foram as amostra onde o maior valor para temperatura de entrada foi aplicado (160°C) e em duas delas (H e I) a vazão do soprador aplicada também foi o maior valor (3,4 m^3/h). Já a amostra C, teve uma temperatura de entrada aplicada de 150°C, porém a vazão do soprador aplicada também foi em seu maior valor (3,4 m^3/h).

Mesmo com os excelentes resultados para granulometria das amostras citadas acima, não podemos deixar de destacar que a amostra B obteve valores bem próximos aos das amostras de melhoresresultados para tal propriedade analisada.

Estudos realizados com microcápsulas de café crioconcentrado mostram que a presença de partículas de menor tamanho pode ser atribuída às partículas que não conseguiram encapsular o material coadjuvante. Com isso, podemos observar o mesmo caso neste trabalho, com o extrato vegetal, além disso, as partículas de maior tamanho podem ser atribuídas a um possível início de processo de aglomeração, acarretando a formação de pontes de ligações irreversíveis entre as partículas, e consequentemente formação de partículas de maior tamanho (RODRIGUES, 2004).

Para o produto final, deseja-se que o pó não apresente partículas muito finas, o que poderia interferir na etapa de embalagem do produto e nem de forma grosseira ao ponto de atrapalhar em outras propriedades. Assim, através da tabela acima, podemos observar claramente que a condição A apresentou o maior diâmetro de partículas, sendo assim inviável para algumas propriedades. Em contrapartida, a condição I apresentou-se um diâmetro médio de partículas inferior às demais condições, o que concerne, uma maior dificuldade de embalar. Sendo assim, as condições G e H a mais coerente, uma vez que proporcionou um valor médio de diâmetro de partículas em relação às demais amostras.

Segundo Fernandes (2013), o tamanho de partícula é um importante parâmetro a ser analisado, pois está diretamente relacionado à solubilidade e fluidez do produto, propriedades importantes para aplicações industriais. Em seu estudo sobre extratos secos de *Psidium guajava* L. obtidos por spray dryer o autor alcançou uma serie de valores diferentes para cada tipo de agente carreador utilizado na secagem. Utilizando celulose microcristalina: Aerosil® como adjuvante o autor obteve partículas que apresentaram de 15 a 40 μm, já usando maltodextrina:goma arábica (Encapsia):Aerosil® a distribuição se deu mais uniformemente com tamanhos de partículas de 12 a 13 μm, partículas produzidas com misturas de Dry Flo:Aerosil® apresentaram uma distribuição uniforme com tamanhos de partículas inferiores a 15 μm e por fim, utilizando β-ciclodextrina apresentou também uma ampla distribuição de tamanho, entretanto, aproximadamente 80% das partículas apresentaram tamanhos inferiores a 20 μm.

Gallo et al. (2011), no estudo das propriedades físicas de extrato em pó de *Rhamnus purshiana* (Cáscara sagrada) seco por pulverização todas as amostras apresentaram distribuições unimodais de tamanho de partícula, sendo os valores médios do diâmetro de partícula entre 7,94 ± 0,08 e 14,43 ± 0,85 μm. A vazão do ar de atomização foi a variável que mais afetou essa resposta. O maior tamanho médio

de partícula foi obtido para o menor fluxo de ar de atomização devido às maiores gotas pulverizadas.

Ozdikicierler et al. (2014), em artigo publicado intitulado “Os efeitos dos parâmetros do processo de secagem por pulverização nos índices característicos do processo e nas propriedades reológicas em pó do extrato em pó da planta microencapsulada (*Gypsophila*)”, obteve valores entre 29,5 e 31,5 µm para valores médios dos tamanhos das particulas do extrato seco.

4.3 CONSIDAERAÇÕES FINAIS

De acordo com a análise dos resultados para cada caracterização físico-química realizada neste estudo, bem como o emprego das diferentes condições de secagem aplicadas, pode se observar que os valores médios obtidos para a atividade de água das amostras encontram-se na faixa segura quanto sua estabilidade em relação ao desenvolvimento de microrganismos (Aw abaixo de 0,60) e que de forma geral não houve diferença significativa ($p \geq 0,05$) para as diferentes condições de processamento, com algumas exceções. As amostras H e I obtiveram melhores valores para tal propriedades, porém pode-se ressaltar que as amostras E e F também lograram valores bastante relevantes.

Em um comparativo entre os valores obtidos para teor de umidade presente nas amostras e os resultados provenientes do teste tukey, observou-se que de forma geral não houve diferença significativa ($p \geq 0,05$) para as diferentes condições de processamento. Para o teor de umidade, as amostras que alcançaram os melhores valores foram a C e I, porém também pode-se verificar que as amostras G e H também conseguiram valores relevantes.

Verificou-se valores obtidos para a molhabilidade das amostras e os resultados provenientes do teste tukey, observou-se que mantendo os valores empregados para os patamares referente a temperatura de entrada e a vazão do soprador e variando a quantidade de agente carreador empregado nas amostras, não houve diferença significativa estatisticamente ($p \leq 0,05$) entre as amostras, com algumas exceções. As amostras G e I foram as que alcançaram os melhores valores para molhabilidade, entretanto vale a pena ressaltar que as amostras B e D, revelaram valores similarmente expressivos.

Verifica-se uma relação da porosidade com a densidade, onde menores valores de porosidade tendem em valores maiores para densidades, foram observados que os valores de porosidade via *spray dryer* foram compatíveis aos mencionados pela literatura. Os resultados de porosidades e solubilidade para ambos os métodos foram significativos ($p \geq 0,05$) para as diferentes condições de processamento. A amostra I foi a que atingiu o melhor valor médio para a solubilidade do material, seguido pelas amostras F e G que também revelaram resultados interessantes.

Verifica-se diferença significativa de maneira geral em relação às densidades ($p \geq 0,05$) para as diferentes condições de secagem, com exceção para a densidade de partículas, onde todas as amostras não apresentam diferença significativa ($p \leq 0,05$) para a comparação dos valores de todas as suas amostras.

Os resultados de granulometria do pó processado via *spray dryer* apresentaram distribuição bimodal com dois picos distintos e comportamento polimodal com três ou mais picos distintos. As amostras que obtiveram menores valores para seu tamanho médio de partículas foram influenciadas pela temperatura de entrada aplicada, onde os melhores valores foram obtidos aplicando 160°C para tal parâmetro. De maneira geral resultados de granulometria estão de acordo com a literatura, onde apenas a amostra A não obteve valores similares.

5. CONCLUSÃO

Foi realizada a secagem do extrato vegetal via spray dryer, utilizando diferentes condições de secagem (concentração do agente carreador, fluxo de ar e temperatura de entrada).

As amostras provenientes do extrato da semente de Nim, posteriormente processadas via spray dryer foram submetidas a análises de atividade de água, teor de umidade, densidades, molhabilidade, porosidade, solubilidade e granulometria. Tais amostras apresentaram resultados desejáveis de acordo com cada análise, próximos dos valores literários e diferenciados de acordo com as condições processamento aplicadas.

Foi feita a comparação entra as propriedades das amostras secas em diferentes condições de processamento (concentração do agente carreador, fluxo de ar e temperatura de entrada), corroborando para análise da aplicabilidade das amostras.

Após a análise das diferentes propriedades estudadas neste trabalho, juntamente com a comparação das mesmas com as amostras secas via SD, pôde-se observar que entre as amostras apresentadas a que obteve no geral melhores propriedades para possível aplicação comercial é a amostra I. No entanto, não podemos deixar de mencionar que as amostras G e H também obtiveram propriedades bastante relevantes.

REFERÊNCIAS

ALVES FILHO, José Prado. **Uso de agrotóxicos no Brasil: controle social e interesses corporativos.** Annablume, 2002.

AMERI, M.; MAA, Y.-F. Spray drying of biopharmaceuticals: stability and process considerations. **Drying Technology**, v. 24, n. 6, p. 763-768, 2006.

ANGELO, E.A.; VILAS-BÔAS, G.T.; CASTRO-GÓMEZ, R.J.H. Bacillus thuringiensis: características gerais e fermentação. **Semina: Ciências Agrárias, Londrina**, v. 31, n. 4, p. 945-958, 2010.

ARARUNA, Sandra M. et al. Influence of process conditions on the physicochemical characteristics of cumaru (Amburana cearensis) powder produced by spray drying. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 23, n. 1, p. 132-137, 2013.

ASCHER, KR Simon. Efeitos inseticidas não convencionais de pesticidas disponíveis na árvore de Nim, Azadirachta indica. **Arquivos de Inseto Bioquímica e Fisiologia** , v. 22, n. 3-4, p. 433-449, 1993

BEDDOW, J.K. **Testing and characterization of powders and fine particles.** London: Heyden, 1980. 195p.

BELINI, Tábita Cristina et al. **Síntese e caracterização de nanopartículas de sílica contendo íons cobre (II) para aplicação agroquímica**. 2012.

BHANDARI, B. R.; DATTA, N.; HOWES, T. Problems associated with spray drying of sugar-rich foods. **DryingTechnology**, v. 15, p. 671-684, 1997.

BISHOP, D.HL. Biopesticides. **Current Opinion in Biotechnology**, Oxford, v. 5, n. 3, p. 307-311 1994.

BOEKE, Sara J. et al. Avaliação de segurança de pesticidas derivados de Nim (Azadirachta indica). **Jornal de etnofarmacologia**, v. 94, n. 1, p. 25-41, 2004.

BOHR, A. et al. Application of spray-drying and electrospraying/electospinning for poorly water-soluble drugs: a particle engineering approach. **Current Pharmaceutical Design**, v. 20, n. 3, p. 325-348, 2014.

CAL, K.; SOLLOHUB, K. Spray drying technique. I: hardware and process parameters. **Journal of Pharmaceutical Sciences**, v. 99, n. 2, p. 575-586, 2010.

CALISKAN, Gulsah; DIRIM, S. Nur. The effect of different drying processes and the amounts of maltodextrin addition on the powder properties of sumac extract powders. **Powder technology**, v. 287, p. 308-314, 2016.

CAMPOS, M. M. de. **Análise da escoabilidade de pós**. 2012. 129 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Universidade Federal de São Carlos, São Paulo.

CANO-CHAUCA, M. et al. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 6, n. 4, p. 420-428, 2005.

CAPELLI, Renata Brazzarella. **Comparação de métodos na análise granulométrica de rejeitos de mineração.** 2017.

CEINFO – Centro de Informações Tecnológicas e Comerciais para Fruticultura Tropical. **Perguntas e respostas caju: perguntas e respostas, clima, solos, adubação e nutrição mineral do caju.** 2009.

CHAUHAN, Bhaskar; SHIMPI, Shyam; PARADKAR, Anant. Preparation and evaluation of glibenclamide-polyglycolized glycerides solid dispersions with silicon dioxide by spray drying technique. **European journal of pharmaceutical sciences**, v. 26, n. 2, p. 219-230, 2005.

CHAWLA, A. S.; KUMAR, Manoj; BANSAL, I. Chemical Constituents and Biological Activity of" Neem". **INDIAN DRUGS-BOMBAY-**, v. 32, p. 57-64, 1995.

CORTÉS-ROJAS, Diego F.; OLIVEIRA, Wanderley P. Physicochemical properties of phytopharmaceutical preparations as affected by drying methods and carriers. **Drying Technology**, v. 30, n. 9, p. 921-934, 2012.

CORTÉS-ROJAS, D. F.; CHAGAS-PAULA, D. A.; COSTA, F. B.; SOUZA, C. R. F.; OLIVEIRA, W. P. Bioactive compounds in *Bidens pilosa* L. populations: a key step in the standardization of phytopharmaceutical preparations. **Brazilian Journal of Pharmacognosy**, Curitiba, v. 23, n.1, p. 28–35, 2012.

CORTÉS-ROJAS, Diego Francisco; SOUZA, Cláudia Regina Fernandes; OLIVEIRA, Wanderley Pereira. Otimização de condições de secagem por pulverização para produção do extrato seco de Bidens pilosa L. **Pesquisa e Projeto de Engenharia Química**, v. 93, p. 366-376, 2015.

COULTATE, T. P. Food – T**he Chemistry of its Components. Series of the Royal Society of Chemistry Paperbacks**, 3 rd edition. London, Royal Society of Chemistry, 1996. p. 321-339.

CYNTHIA, S. J.; BOSCO, John Don; BHOL, Soumya. Physical and structural properties of spray dried tamarind (Tamarindus indica L.) pulp extract powder with encapsulating hydrocolloids. **International Journal of Food Properties**, v. 18, n. 8, p. 1793-1800, 2015.

DA COSTA, Jacqueline Tonielo et al. Efeitos de diferentes formulações de produtos à base de óleo de Nim sobre o controle Zabrotes subfasciatus (Boheman, 1833) (Coleoptera: Bruchidae) em grãos. **Revista de pesquisa de produtos armazenados**, v. 56, p. 49-53, 2014.

DA REDAÇÃO-AGROANALYSIS, Equipe. Incentivos aos produtos biólogicos. **AgroANALYSIS**, v. 36, n. 9, p. 30-35, 2016.

DA SILVA LANNES, Suzana Caetano; MEDEIROS, Magda Leite. Processamento de achocolatado de cupuaçu por spray-dryer. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, v. 39, n. 1, p. 115-123, 2003.

DE BARROS FERNANDES, Regiane Victória et al. Estudo de emulsões assistidas por ultrassom em microencapsulamento de óleo essencial de gengibre por spray drying. **Culturas e Produtos Industriais**, v. 94, p. 413-423, 2016.

DUARTE, Marcelo José et al. Estudo da encapsulação do óleo essencial de geraniol por spray dryer utilizando diferentes materiais de parede, **Encapsulation studies of Geraniol essential oil by spray dryer using different wall materials**. 2016.

ESKI, Ardahan et al. A new biopesticide from a local Bacillus thuringiensis var. tenebrionis (Xd3) against alder leaf beetle (Coleoptera: Chrysomelidae). **World Journal of Microbiology and Biotechnology**, v. 33, n. 5, p. 95, 2017.

EUROPEAN PHARMACOPOEIA 7.0 - Disponível em: http://www.drugfuture.com/Pharmacopoeia/EP7/DATA/20934E.PDF , acesso : agosto 2018.

FAVARO-TRINDADE, C. S.; PINHO. S. C.; ROCHA, G. A. Revisão: Microencapsulação de ingredientes alimentícios. **Brazilian Journal of Food Technololy**, v. 11, n. 2, p.103-112, 2008.

FERNANDES, R. V. de B.; BORGES, S. V.; BOTREL, D. A. Influence of spray drying operating conditions on microencapsulated rosemary essential oil properties. Ciênc. **Tecnol. Aliment**., Campinas, v. 33, n. 1, p. 171-178, fev. 2013.

FERNANDES, Maurette dos Reis Vieira. **Padronização e avaliação biológica de extratos secos de Psidium guajava L. obtidos por spray drying**. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo, 2013.

FINNEY, J.; BUFFO, R.; REINECCIUS, G. A. Effects of Type of Atomization and Processing Temperatures on the Physical Properties and Stability of Spray-Dried Flavors. **Journal of Food Science**, v. 67, n. 3, p. 1108-1114, 2002

FUTINO, A. M; SALLES FILHO, S. A biotecnologia na agricultura brasileira: A indústria de defensivos agrícolas e o controle biológico. **Agricultura em São Paulo**, São Paulo, v. 38, p. 45-88, 1991.

GALINDO, Enrique et al. The challenges of introducing a new biofungicide to the market: A case study. **Electronic Journal of Biotechnology**, v. 16, n. 3, p. 5-5, 2013.

GALLO, Loreana et al. A comparative study of spray-dried medicinal plant aqueous extracts. Drying performance and product quality. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 104, p. 681-694, 2015.

GALLO, Loreana et al. Influence of spray-drying operating conditions on Rhamnus purshiana (Cáscara sagrada) extract powder physical properties. **Powder Technology**, v. 208, n. 1, p. 205-214, 2011.

GHARSALLAOUI, A., ROUDAUT, G., CHAMBIN, O., VOILLEY, A.; SAUREL, R. Applications of spray-drying in microencapsulation of foods ingredients: an overview. **Food Research International**, 40, p.1107–1121, 2007.

GIONGO, Angelina Maria Marcomini; VENDRAMIM, José Djair; FORIM, Moacir Rossi. Avaliação de nanoformulações à base de Nim como alternativa ao controle da lagarta-do-cartucho. **Ciência e Agrotecnologia** , v. 40, n. 1, p. 26 a 36 de 2016.

GUILBERT, S.; MORIN, P. Définition et mesure de l'áctvité de l'eau: révue des méthodes pratiques et critiques théoriques**. Lebensmittel - Wissenschaft und Technologie**, v. 19, p. 395-400, 1986.

HALL, F. R.; MENN, J. J. Biopesticides: Use and Delivery. **New Jersey: Humana Press**, 1999.

HAQUE, M. Amdadul; TIMILSENA, Yakindra Prasad; ADHIKARI, Benu. Spray drying. **Drying Technologies for Foods: Fundamentals & Applications**, p. 374, 2015.

HAQUE, M. Amdadul; TIMILSENA, Yakindra Prasad; ADHIKARI, Benu. Spray drying. In: **Drying Technologies for Foods: Fundamentals & Applications**. Taylor & Francis, 2015. p. 79-106.

HOFFMANN, Fernando Leite. Fatores limitantes à proliferação de microorganismos em alimentos. **Brasil alimentos**, v. 9, n. 1, 2001.

IAPAR. Efeito do Nim (Azadirachta indica) sobre Oídio e Antracnose. **Circular técnica.** Instituto Agronômico Do Paraná - Londrina-PR. 2008.

IBGE – INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA. **Estatísticas da produção agrícola**. Disponível em: <http://www.ibge.gov.br/home/ download/estatistica.shtm>. Acesso em: 10 Abr. 2018.

ISLAM, M. Z. N. et al. Effects of micro wet milling and vaccum spray druing on the psysicochemical ant antioxidant properties of orange (Citrus *unshiu*) juice with pulp powder. **Food and bioproducts processing**, v. 101, p, 131-140, 2016.

JINAPONG, N.; SUPHANTHARIKA, M.; JAMNONG, P. Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration. **Journal of Food Engineering**, v. 84, p. 194-205, 2008.

JOBIM, Paulo Fernandes Costa et al. Existe uma associação entre mortalidade por câncer e uso de agrotóxicos? Uma contribuição ao debate. **Ciência & saúde coletiva**. Rio de Janeiro. Vol. 15, no. 1 (jan. 2010), p. 277-288., 2010.

JUNIOR, Pedro Faria. Uma visão estratégica. **AgroANALYSIS**, v. 35, n. 9, p. 34-43, 2015.

KANAKDANDE, D.; BHOSALE, R.; SINGHAL, R. S. Stability of cumin oleoresin microencapsulated in diferent combination of gum arabic, maltodextrin and modified starch. **Carbohydrate Polymers**, v.67, p.536–541, 2007.

KAS, H. S.; ONER, L. Microencapsulation using coacervation / phase separation: an overview of the technique and applications. In: WISE, D. L., ed. **Handbook of Pharmaceutical controlled release technology**. New York: Marcel-Dekker, 2000. p. 301-328.

KROKIDA, Magdalini K; MAROULIS, Zacharias B. Propriedades estruturais de produtos desidratados durante a reidratação. **Revista Internacional de Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 36, n. 5, p. 529-538, 2001.

LEITE, Juliana Tofano de Campos et al. Obtenção de extrato de inulina de chicoria (Cichorium intybus) por abaixamento de temperatura e secagem por spray dryer. 2001.

LENG, Pengfei et al. Applications and development trends in biopesticides. **African Journal of Biotechnology**, v. 10, n. 86, p. 19864-19873, 2011.

LIMA, R. de A. B. **Análise da secagem convectiva de folhas de manjericão (*Ocimum basilicum L*.).** 2013. 169 p. Tese (Doutorado em Engenharia Química). Universidade Federal de São Carlos, São Paulo.

LIMA, M. C.; SOUZA, N. M.; CARVALHO, J. C.; SANTOS, P. M. N. **Obtenção da curva granulométrica utilizando o granulômetro a laser**. V. 1, p. 457-465. Cobraseg-SP, 2009.

LOCH-NECKEL, Gecioni et al. Obtaining dried extracts from the biomass of the microalga Haematococcus pluvialis by spray drying. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 23, n. 4, 2018.

MAMPRIM, Ana Paula, et al. **Efeitos de defensivos agrícolas naturais e extratos vegetais sobre parâmetros biológicos de Metarhizium anisopliae (Metsch).** Sorok. 2011.

MEL, Maizirwan; YAHYA, Emirul Adzhar; BAKAR, Mohd Rushdi Abu. **Produção de partículas micro-médias de Momordicas sp Extract usando Spray Dryer.** IIUM Engineering Journal, v. 12, n. 4, 2011.

MILLER, G.T; SPOOLMAN, S.E. **Living in the Environment**. Belmont, C.A.: Wadsworth, 1990, p.550.

MIRHOSSEINI, Hamed; AMID, Bahareh Tabatabaee. Effect of different drying techniques on flowability characteristics and chemical properties of natural

carbohydrate-protein Gum from durian fruit seed. **Chemistry Central Journal**, v. 7, n. 1, p. 1, 2013.

MOSSINI, S.A.G.; KEMMELMEIER, C**. A árvore Nim (Azadirachta indica. A. Juss.): múltiplos usos**. Acta Farmaceutica Bonaerense. Buenos Aires, v. 24, n. 1, p. 139-148, 2005.

MOSSINI, S.A.G. **Efeitos de extratos de azadirachta indica a. juss (meliaceae) na produção de micotoxinas e na morfologia de fungos toxigênicos.** Maringá-PR, 2006.

NARAYANAN, Meenakshi; SHANMUGAM, Sasikala; SURESH, Pavithra Mitta. Physical properties of microencapsulated anthocyanin obtained by spray drying of Red Amaranthus extract with maltodextrin. **Nutritional Status, Dietary Intake and Body Composition**, v. 24, n. 1, p. 139, 2018.

NARAYANAN, Meenakshi; SHANMUGAM, Sasikala; SURESH, Pavithra Mitta. Propriedades físicas da antocianina microencapsulada obtida por secagem por atomização do extrato de Amaranto Vermelho com maltodextrina. **Estado Nutricional, Consumo Alimentar e Composição Corporal**, v. 24, n. 1, p. 139, 2018.

NATIONAL RESEARCH COUNCIL. ***The future role of pesticides in US agriculture***. Washington, D.C.: National Academy Press, 2000.

NISBET, Alasdair J. et al. Azadiractina da árvore de Nim Azadirachta indica: sua ação contra insetos. **Anais da Sociedade Entomológica do Brasil**, v. 29, n. 4, p. 615-632, 2000.

NOGUEIRA, A.; SANTOS, L.D.; WIECHETECK, F.V.B.; GUYOT, S.; WOSIACKI, G**. Efeito do processamento no teor de compostos fenólicos em suco de maçã.** Ciências Exatas da Terra, n. 9, v. 3, p.7-14, 2003.

NZANZA, B; MASHELA, PW Controle de moscas brancas e pulgões em tomateiro (Solanum lycopersicum L.) por extratos vegetais fermentados de folhas de Nim e alho silvestre. **Revista Africana de Biotecnologia**, v. 11, n. 94, p. 16077-16082, 2012.

OLIVEIRA, O. W.; PETROVICK, P. R. **Secagem por aspersão (spray drying) de extratos vegetais: bases e aplicações.** Brazilian Journal of Pharmacognosy, v. 20, n. 4, p. 641-650, 2010.

OLIVEIRA, W. P.; BOTT, R. F.; SOUZA, C. R. F. Manufacture of standardized dried extracts from medicinal Brazilian plants. **Drying Technology**, Philadelphia, v. 24, n. 4, p. 523-533, 2006.

OZDIKICIERLER, Onur; DIRIM, Safiye Nur; PAZIR, Fikret. The effects of spray drying process parameters on the characteristic process indices and rheological powder properties of microencapsulated plant (Gypsophila) extract powder. **Powder technology**, v. 253, p. 474-480, 2014.

PARRA, José Roberto Postali. **Controle biológico no Brasil: parasitóides e predadores**. Editora Manole Ltda, 2002.

PENA, Rodolfo F. Alves. "Potências Agrícolas"; *Brasil Escola*. Disponível em <https://brasilescola.uol.com.br/geografia/potencias-agricolas.htm>. Acesso em 15 Abr. 2018.

PILARSKA, Agnieszka et al. A influência da secagem por atomização nas propriedades dispersivas e físico-químicas do óxido de magnésio. **Tecnologia de Secagem**, v. 29, n. 10, p. 1210-1218, 2011.

PLANTA NIM, A. **A árvore Nim (Azadirachta indica A. Juss): múltiplos usos.** Acta Farm. Bonaerense, v. 24, n. 1, p. 139-48, 2005.

QUEK, S. Y., et al. The physichochemical properties of spray dried watermelon powders. **Chemical Engineering and Processing**, v. 46, p. 386-392, 2007.

QUISPE-CONDORI, S.; SALDAÑA, M. D. A.; TEMELLI, F. **Microencapsulation of flax oil with zein using spray and freeze drying. LWT**. Food Science and Technology, v. 44, v. 9, p. 1880-1887, 2011.

RASHID, Faraz et al. Effect of oil and aqueous extract of Neem (Azadirachta indica) seeds on growth of Aspergillus species and biosynthesis of aflatoxin. **Oriental Pharmacy and Experimental Medicine**, v. 5, n. 4, p. 308-315, 2005.

REGINA, C. F. de S., **Estudo comparativo da produção de extrato seco de *Bauhinia forficata* pelos processos spray-dryer e leito de jorro**, Ribeirão Preto-SP, 2003.

REMILI, H.; BOUSSARD, P.; DEVLEESCHOUWER, M. Microbiological quality of spray-dried pharmaceutical plants extracts. **European Journal of Pharaceutical Sciences,** v.1, p.265-8, 1994.

REVISTA GLOBO RURAL, Brasil perdeu espaço no mercado agrícola mundial, afirma OMC. Disponível em: <https://revistagloborural.globo.com/Noticias/Economia/noticia/2017/07/globo-rural-brasil-perdeu-espaco-no-mercado-agricola-mundial-afirma-omc.html>. Acesso em: 17 Abr. 2019.

RIYAJAN, Sa-Ad; SAKDAPIPANICH, Jitladda T. Extrato de neem encapsulado contendo Azadiractina-A em poli (acetato de vinila) hidrolisado para controlar sua estabilidade de liberação e fotodegradação. **Chemical Engineering Journal**, v. 152, n. 2-3, p. 591-597, 2009.

ROCHA, Juliana de Cássia Gomes et al. Microencapsulation by atomization of the mixture of phenolic extracts. **Powder Technology**, v. 343, p. 317-325, 2019.

RODRIGUES, Leonardo Reis. **Secagem por atomização e caracterização química de extratos de folhas de café**. 2011.

RODRIGUES, Rodney Alexandre Ferreira et al. **Preparo, caracterização e avaliação funcional de microcápsulas obtidas por spray drying, contendo extrato de café crioconcentrado.** 2004.

ROSA, E.D.; TSUKADA, M.; FREITAS, L.A.P. **Secagem por atomização na indústria alimentícia: fundamentos e aplicações.** Ribeirão Preto: Labmaq do Brasil, 200-. 12p.

ROSSI, D. **Umidade em alimentos**. Escola Técnica Estadual Tiquatira, São Paulo, 2013.

ROWE, R.; SHESKEY, P. J.; OWEN, S. C. (Ed.). **Handbook of pharmaceutical excipients.**5th ed. Washington: American Pharmaceutical Association, 2006. p. 188-191.

ROWE, R.; SHESKEY, P. J.; QUINN, M. E. **Handbook of pharmaceutical excipients**. 6th ed. London: Pharmaceutical Press and American Pharmacists Association, 2009.

RUNHA, F. P. et al. Production of dry extracts of medicinal Brazilian plants by spouted bed process: development of the process and evaluation of thermal degradation during the drying operation. **Food and bioproducts processing**, v. 79, n. 3, p. 160-168, 2001.

SABLANIA, Vandana; BOSCO, Sowriappan John Don. Optimization of spray drying parameters for Murraya koenigii (Linn) leaves extract using response surface methodology. **Powder technology**, v. 335, p. 35-41, 2018.

SAMPAIO, Rita de Cássia Almeida et al. **Desenvolvimento e caracterização tecnológica de micropartículas de arrabidaea chica (h & B) B. Verl. obtidas por spray dryer.** 2012.

SANTHALAKSHMY, S. et al. Effectof inlet temperature on physicochemical properties of spray-dryed jamun fruit juice poder. Powder Technology, v. 274, p. 37-43, Jan. 2015.

SANTOS, Ronaldo Gonçalves dos et al. **Avaliação da molhabilidade de superficies de oleodutos atraves de medidas de angulo de contato: efeito de aslfaltenos e de acidos naftenicos.** 2003.

SARAWADE, Pradip B. et al. Preparation of hydrophobic mesoporous silica powder with a high specific surface area by surface modification of a wet-gel slurry and spray-drying. **Powder Technology**, v. 197, n. 3, p. 288-294, 2010.

SCHMUTTERER, Heinrich. Propriedades e potencial de pesticidas naturais da árvore de Nim, Azadirachta indica. **Revisão anual de entomologia**, v. 35, n. 1, p. 271-297, 1990.

SCOTT, W. J. **Water relation of food spoilage microorganisms**. Adv. Food Res. 7: 83- 127, 1957.

SECOLIN, Vanessa A.; SOUZA, Claudia RF; OLIVEIRA, Wanderley P. Spray drying de sistemas à base de lipídios carregados com polifenóis da Camellia sinensis. **Journal of liposome research**, v. 27, n. 1, p. 11 a 20 de 2017.

SHEU, T-Y; ROSENBERG, M. **Microestructure of Microcapsules of Whey Proteins and Carbohydrates.** Journal of Food Science, v.63, n.3, p.491-494, 1998.

SILVA, Martim Francisco de Oliveira; COSTA, Letícia Magalhães da. **A indústria de defensivos agrícolas.** BNDES Setorial, n. 35, mar. 2012, p. 233–276, 2012.

SITHISARN, Pongtip; SUPABPHOL, Roongtawan; GRITSANAPAN, Wandee. Comparison of free radical scavenging activity of Siamese neem tree (Azadirachta indica A. Juss var. siamensis Valeton) leaf extracts prepared by different methods of extraction. **Medical Principles and Practice**, v. 15, n. 3, p. 219-222, 2006.

SITTIPUMMONGKOL, Kanyarat; PECHYEN, Chiravoot. Estudos de produção, caracterização e liberação controlada de microcápsulas poliméricas biodegradáveis incorporando óleo de semente de Nim por spray drying. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 18, p. 131-139, 2018.

SOUZA, Claudia Regina Fernandes de. **Estudo comparativo da produção de extrato seco de´ Bauhinia forficataLink pelos processos´ spray-dryere leito de jorro**. 2003. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.

SOUZA MARTINEZ, S. **O Nim (Azadirachta indica) natureza, usos multiplos, produÇâo**. Instituto agronômico do Paraná (IAPAR), 2002.

SOUZA, Claudia RF; OLIVEIRA, Wanderley P. Powder properties and system behavior during spray drying of Bauhinia forficata link extract. **Drying technology**, v. 24, n. 6, p. 735-749, 2006.

SOUZA, C. R. F. et al. Influência do processo de secagem e condição de armazenamento de extratos secos de Bauhinia forficata e Passiflora alata sobre seu perfil de dissolução. **Revista Brasileira de Plantas Medicinais**, v. 15, n. 1, p. 67-75, 2015.

THAKORE, Yatin. **The biopesticide market for global agricultural use**. Industrial Biotechnology, v. 2, n. 3, p. 194-208, 2006.

TONON, R. V.; BRABET, C.; HUBINGER, M. D. **Influence of process conditions on the physical properties of açaí (Euterpe oleraceae Mart.) powder produced by spray drying.** Journal of Food Engineering, Oxford, v. 88, p. 411-418, 2008.

TONON, R.V.; BRABET, C.; HUBINGER, M.D. **Anthocyanin stability and antioxidant activity of spray dried açai (Euterpe oleracea Mart.) juice produced with differentt carrier agents.** Food Research International, v. 43, p. 907-914, 2010.

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

VAN DER NAT, J. M. et al. Ethnopharmacognostical survey of Azadirachta indica A. Juss (Meliaceae). **Journal of Ethnopharmacology**, v. 35, n. 1, p. 1-24, 1991.

VENIL, Chidambaram Kulandaisamy et al. Microencapsulation of flexirubin-type pigment by spray drying: characterization and antioxidant activity. **International Biodeterioration & Biodegradation**, v. 113, p. 350-356, 2016.

VENIL, Chidambaram Kulandaisamy et al. Microencapsulation of flexirubin-type pigment by spray drying: characterization and antioxidant activity. **International Biodeterioration & Biodegradation**, v. 113, p. 350-356, 2016.

VENIL, Chidambaram Kulandaisamy et al. Microencapsulação do pigmento tipo flexirubina por spray drying: caracterização e atividade antioxidante. **Biodeterioração Internacional e Biodegradação** , v. 113, p. 350-356, 2016.

VIANA, P. A.; PRATES, H. T.; RIBEIRO, PE de A. Uso do extrato aquoso de folhas de Nim para o controle de Spodoptera frugiperda na cultura do milho. **Embrapa Milho e Sorgo. Circular técnica**, 2006.

VICENT, Mónica et al. Comparison of freeze-drying and spray drying to obtain porous nanostructured granules from nanosized suspensions. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 32, n. 5, p. 1019-1028, 2012.

VISSOTO F. Z., MONTENEGRO F. M., SANTOS J. M., OLIVEIRA S. J. R. Avaliação da influência dos processos de lecitinação e de aglomeração nas propriedades físicas de achocolatado em pó. **Ciênc. Tecnol. Aliment**., Campinas, 26(3): 666-671, jul.-set., 2006.

WATANABE, T. et al. Controlled dissolution properties of indomethacin by compounding with silica. **STP pharma sciences**, v. 12, n. 6, p. 363-367, 2002.

WELTI, J.; VERGARA, F. **Atividade de água / Conceito y aplicación em alimentos com alto contenio de humedad.** In: AGUILERA, J. M. Temas en Tecnologia de Alimentos. Santiago – Chile, v.1, p.11-26, 1997.

W E S T E R GAA R D , V. **M i l k p o w d e r technology - Evaporation and spray drying**. Copenhaguen:NiroA/S, 2004.337 p.

WOLF, Fabiano Gilberto et al. **Modelagem da interação fluido-sólido para simulação de molhabilidade e capilaridade usando o modelo lattice-boltzmann.** 2006.

YUDELMAN, M.; RATTA, A.; NYGAARD, **D. *Pest management and food production – looking to the future*.** Washington, D.C.: International Food Policy Institute, 1998.

ZENEBON, O.; PASCUET, N. S.; TIGLEA, P. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. Instituto Adolfo Lutz, São Paulo. 2008. 1020 .p.