

Graciele Lorenzoni Nunes

**MICROENCAPSULAÇÃO POR *SPRAY DRYING* DO EXTRATO  
CRIOCONCENTRADO DE ERVA MATE (*Ilex paraguariensis* A.  
St. Hill) EMPREGANDO A MALTODEXTRINA COMO  
AGENTE ENCAPSULANTE**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos, do Centro de Ciências Agrárias, da Universidade Federal de Santa Catarina para a obtenção do Grau de Mestre em Ciências dos Alimentos.

Orientador: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Renata Dias de Mello Castanho Amboni

Florianópolis

2014

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,  
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Nunes, Graciele Lorenzoni

Microencapsulação por spray drying do extrato  
crioconcentrado de erva mate (*Ilex paraguariensis* A. St. Hill) empregando a maltodextrina como agente encapsulante / Graciele Lorenzoni Nunes ; orientadora, Renata Dias Mello Castanho Amboni - Florianópolis, SC, 2014.  
92 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro de Ciências Agrárias. Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos.

Inclui referências

1. Ciência dos Alimentos. 2. Erva mate. 3. Criconcentração. 4. Microencapsulação. 5. Maltodextrina. I. Dias Mello Castanho Amboni, Renata. II. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos. III. Título.

Graciele Lorenzoni Nunes

**MICROENCAPSULAÇÃO POR *SPRAY DRYING* DO  
EXTRATO CRIOCONCENTRADO DE ERVA MATE  
(*Ilex paraguariensis* A. St. Hill) EMPREGANDO A  
MALTODEXTRINA COMO AGENTE ENCAPSULANTE**

Esta dissertação foi julgada adequada para obtenção do Título de Mestre em Ciência dos Alimentos, e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos.

Florianópolis, 06 de agosto de 2014.

---

Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Roseane Fett  
Coordenadora do Programa

**Banca Examinadora:**

---

Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Renata Dias de Mello Castanho Amboni  
Orientadora – UFSC

---

Prof. Dr. Edson Luiz da Silva  
UFSC

---

Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Elane Schwinden Prudêncio  
UFSC

---

Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Edna Regina Amante  
UFSC

---

Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Ana Carolina Maisonnave Arisi  
UFSC



## AGRADECIMENTOS

Inicialmente, agradeço a DEUS pelo dom da vida e por estar sempre guiando e iluminando meus passos.

Aos meus pais, Odacir e Leonice por me terem dado educação, valores e ensinado a andar. A meu pai (*in memoriam*), meu amor eterno. A vocês que, muitas vezes, renunciaram aos seus sonhos para que eu pudesse realizar o meu, partilho a alegria desse momento.

A minha irmã Fabiana, obrigada pelo apoio, carinho e por acreditar em mim.

À Universidade Federal de Santa Catarina e ao Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos, pelo aprendizado e pela oportunidade de realizar o mestrado.

À Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Renata Dias Melo Castanho Amboni, minha orientadora e exemplo profissional, obrigada pela dedicação, confiança, incentivo e amizade.

À Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Elane Prudêncio, pela valiosa colaboração, ensinamentos, amizade e pela sua alegria contagiante.

À Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Edna Regina Amante e a toda a sua equipe do Laboratório de Frutas e Hortaliças, pelo carinho e disposição para me auxiliar nas análises.

À Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Ana Carolina Maisonnave Arisi e ao Laboratório de Biotecnologia, pelo empréstimo da centrífuga.

As minhas colegas do Laboratório de Leites e Derivados Brunna, Nathalia, Stephanie, Carolline, Júlia, Maria Helena, Aureanna e Isabella pelo carinho, companhia e amizade. Em especial, à Silvani. Obrigada, meninas, por todos os ensinamentos e experiências compartilhadas.

A Joseane e a Matebras por terem cedido as folhas de erva mate para a realização desta pesquisa.

Ao Laboratório Central de Microscopia Eletrônica (LCME) da UFSC pela utilização do Microscópio eletrônico de Varredura.

À CAPES, pela concessão da bolsa de estudos.

A todos os professores, funcionários e colegas do Departamento de Ciência e Tecnologia de Alimentos.

A todos que contribuíram para a realização deste trabalho.

Muito Obrigada.



“A lição número um eu aprendi com meu pai, quem não sabe pra onde vai, não vai a lugar nenhum”.

(Luis Marengo – Destinos)



## RESUMO

Nos diversos trabalhos científicos têm sido demonstrados os efeitos benéficos da *Ilex paraguariensis*, principalmente relacionados às suas propriedades antioxidantes, devido ao alto teor de compostos fenólicos presentes em seu extrato aquoso. A tecnologia de crioconcentração foi aplicada para concentrar estes compostos e o fluido concentrado, obtido da terceira etapa do processo de crioconcentração, foi microencapsulado com maltodextrina por *spray drying*. O efeito da concentração de maltodextrina (20, 30 e 40 %) foi investigado em função do teor de compostos fenólicos totais, atividade antioxidante, rendimento dos compostos fenólicos microencapsulados, morfologia e tamanho de partícula, teor de umidade, atividade de água, dissolução, higroscopicidade, análise de cor e propriedades térmicas. A retenção dos compostos fenólicos, após a microencapsulação por *spray drying* e a estabilidade das microcápsulas a 4 °C por 45 dias, também, foram verificados. Verificou-se um aumento no teor de compostos fenólicos totais e atividade antioxidante do extrato aquoso de folhas de erva mate crioconcentrado. As concentrações mais elevadas de maltodextrina nas microcápsulas promoveram aumento do rendimento dos compostos fenólicos microencapsulados, do tamanho das microcápsulas e do tempo de dissolução em água, enquanto que o teor de umidade, atividade de água e higroscopicidade diminuíram. Os parâmetros de cor indicaram que a maltodextrina protegeu as microcápsulas contra o calor durante o processo de *spray drying*. Os resultados das análises térmicas sugerem um aumento na estabilidade das microcápsulas. Além disto, as microcápsulas produzidas com maltodextrina apresentaram melhor retenção dos compostos fenólicos e maior estabilidade a 4 °C durante 45 dias.

**Palavras-chave:** *Ilex paraguariensis*. Crioconcentração. Microencapsulação. Compostos fenólicos totais. Atividade antioxidante. maltodextrina.



## ABSTRACT

Several scientific studies have shown the beneficial effects of yerba mate, mainly related to its antioxidant properties, due to the high content of phenolic compounds present in the aqueous extract. The freeze concentration technology was applied to concentrate these compounds and the concentrated fluid from third stage of the freeze concentration process was microencapsulated with maltodextrin by spray drying. The effect of maltodextrin concentration (20, 30 and 40 %) on the total phenolic compounds, antioxidant activity, microencapsulation yield, morphology, particle size, moisture content, water activity, dissolution, hygroscopicity, color and thermal properties were investigated. The retention of phenolic compounds after microencapsulation by spray drying and the stability at 4 °C for 45 days of the microcapsules were also determined. It was possible to verify an enhancement of the total phenolic content and antioxidant activity of mate leaves aqueous extract through freeze concentration. The high concentrations of maltodextrin in the microcapsules promoted higher phenolic compounds microencapsulated yield, higher particle size and the time required for the powders to dissolve in water, while the moisture content, water activity and higroscopicity decreased. The color parameters indicated that the maltodextrin protected the microcapsules against heat during spray drying process. The results of the thermoanalyses suggest an increase in the stability of the microcapsules. Besides, the microcapsules produced with maltodextrin showed better retention of phenolic compounds and had enhanced stability at 4 °C for 45 days.

**Keywords:** *Ilex paraguariensis*. Freeze concentration. Phenolic compounds. Microencapsulation. Maltodextrin.



## LISTA DE FIGURAS

### Capítulo 1

- Figura 1** Representação esquemática da microencapsulação por *spray drying*. 33
- Figura 2** Representação da estrutura das microcápsulas (a) mononucleares e (b) multinucleares. 34
- Figura 3** Estrutura química da maltodextrina. 36

### Capítulo 2

- Figura 1** Esquema do procedimento de crioconcentração aplicado. 62
- Figura 2** Teor de sólidos totais dos fluidos concentrados e dos gelos em função dos estágios da crioconcentração 69
- Figura 3** Retenção de compostos fenólicos no Controle (Fluido concentrado obtido a partir do terceiro estágio da crioconcentração, FC3, sem maltodextrina), e nas microcápsulas, M20 (FC3 com 20 % de maltodextrina), M30 (FC3 com 30 % de maltodextrina) e M40 (FC3 com 40 % de maltodextrina) em comparação com o FC3.
- Figura 4** Micrografias das microcápsulas produzidas com: (a) Controle (Fluido Concentrado, obtido a partir do terceiro estágio da crioconcentração, FC3, sem maltodextrina), (b), M20 (FC3 com 20 % de maltodextrina), (c), M30 (FC3 com 30 % de maltodextrina) e (d) M40 (FC3 com 40 %). 74
- Figura 5** Curvas de DSC (a) e TGA (b) do controle e microcápsulas. Controle (fluido concentrado, obtido a partir de terceira etapa, FC3, sem maltodextrina), M20 (FC3 com 20 % de maltodextrina), M30 (FC3 com 30 % de maltodextrina) e M40 (FC3 com 40 % de maltodextrina). 79

**Figura 6** Estabilidade ao armazenamento do controle e das 81  
microcápsulas durante 45 dias 4 °C. Controle (Fluido  
concentrado, obtido a partir do terceiro estágio da  
crioconcentração, FC3, sem maltodextrina), M20 (FC3  
com 20 % de maltodextrina), M30 (FC3 com 30 % de  
maltodextrina) e M40 (FC3 com 40 % de  
maltodextrina).

## LISTA DE TABELAS

### Capítulo 1

<b>Tabela 1</b>	Métodos utilizados na elaboração de microcápsulas.	32
-----------------	--	----

### Capítulo 2

<b>Tabela 1</b>	Teor de compostos fenólicos totais (CFT) do extrato inicial, dos fluidos concentrados e dos gelos de cada estágio da crioconcentração e eficiência do processo em relação ao teor de CFT.	70
-----------------	---	----

<b>Tabela 2</b>	Efeito da maltodextrina no teor de compostos fenólicos totais, atividade antioxidante e rendimento dos compostos fenólicos microencapsulados das microcápsulas e do controle.	72
-----------------	---	----

<b>Tabela 3</b>	Propriedades físico-químicas do Controle (Fluido Concentrado, obtido a partir do terceiro estágio da crioconcentração, FC3, sem maltodextrina), M20 (FC3 com 20 % de maltodextrina), M30 (FC3 com 30 % de maltodextrina) e M40 (FC3 com 40 %).	77
-----------------	--	----

<b>Tabela 4</b>	Atributos de cor do Controle (Fluido Concentrado, obtido a partir do terceiro estágio da crioconcentração, FC3, sem maltodextrina), M20 (FC3 com 20 % de maltodextrina), M30 (FC3 com 30 % de maltodextrina) e M40 (FC3 com 40 %).	78
-----------------	--	----



## SUMÁRIO

<b>INTRODUÇÃO</b>	19
<b>CAPÍTULO 1 – Revisão Bibliográfica</b>	21
1.1 Erva mate	23
1.2 Composição química e propriedades biológicas da erva mate	24
1.3 Atividade antioxidante da erva mate	26
1.4 Concentração de compostos bioativos	27
1.4.1 Crioconcentração	28
1.5 Microencapsulação	30
1.6 Agentes encapsulantes	35
1.6.1 Maltodextrina	36
Referências	37
<b>CAPÍTULO 2 – Microencapsulação por <i>spray drying</i> de extrato de <i>Ilex Paraguariensis</i> crioconcentrado</b>	55
Resumo	57
Abstract	58
1 Introdução	59
2 Material e Métodos	60
2.1 Material	60
2.1.1 Reagentes	60
2.2 Matéria prima e preparo do extrato aquoso de erva mate	60
2.3 Aplicação do protocolo da crioconcentração	61
2.3.1 Determinação dos sólidos totais	62
2.3.2 Avaliação do processo de crioconcentração	62
2.4 Microencapsulação por <i>spray drying</i>	63
2.5 Análise das microcápsulas	64
2.5.1 Determinação dos compostos fenólicos e atividade antioxidante	64
2.5.2 Rendimento dos compostos fenólicos microencapsulados	65
2.5.3 Morfologia e tamanho de partícula	65
2.5.4 Teor de umidade	66
2.5.5 Atividade de água	66
2.5.6 Dissolução	66
2.5.7 Higroscopicidade	66

2.5.8 Análise da cor	66
2.5.9 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)	67
2.5.10 Análise termogravimétrica (TGA-DrTGA)	67
2.6 Estudo da estabilidade ao armazenamento	67
2.7 Análise estatística	67
3 Resultados e discussão	68
3.1 Conteúdo de sólidos totais e fator de concentração	68
3.2 Eficiência da concentração dos compostos fenólicos	69
3.3 Análise das microcápsulas	71
3.3.1 Teor de compostos fenólicos, atividade antioxidante e rendimento dos compostos fenólicos microencapsulados	71
3.3.2 Retenção dos compostos fenólicos	72
3.3.3 Propriedades físicas das microcápsulas	74
3.3.4 Análise de cor	78
3.3.5 Análises térmicas	78
3.4 Estabilidade ao armazenamento	80
4. Conclusão	81
Referências	82
<b>ANEXO A – Trabalhos parciais apresentados em eventos</b>	<b>91</b>

## INTRODUÇÃO

A erva mate (*Ilex paraguariensis* A. St. Hill) é uma planta arbórea, nativa da América do Sul, que apresenta em suas folhas uma diversidade de compostos químicos com atividade biológica, que são reconhecidos por exercerem efeitos benéficos ao organismo. Dentre estes, destacam-se os compostos fenólicos, presentes em grandes quantidades na erva mate e a eles são atribuídas propriedades antioxidantes (BASTOS et al., 2007; DE MEJIA et al., 2009; BRACESCO et al., 2011; ANESINI et al., 2012). Por este fato, estudos têm sido desenvolvidos com o objetivo de melhorar a composição do extrato aquoso de erva mate, através da utilização de tecnologias de concentração (MURAKAMI et al., 2011; PRUDÊNCIO et al., 2012; BOAVENTURA et al., 2013).

Neste contexto, a aplicação da tecnologia de crioconcentração mostra-se como uma alternativa aos demais métodos de concentração, uma vez que promove a concentração de produtos alimentares líquidos, através do congelamento e subsequente separação de parte da água congelada (BELÉN et al., 2012). Este método vem sendo reconhecido como promissor e eficaz, uma vez que emprega baixas temperaturas, evitando a degradação de compostos termosensíveis e resultando em produtos com maior valor nutricional e com qualidades sensoriais preservadas (AIDER; DE HALLEUX, 2008; BOAVENTURA et al., 2013; CHAMBAROV; AIDER, 2014; MORENO et al., 2014). Recentemente Boaventura et al. (2013) concentraram com sucesso os compostos fenólicos do extrato aquoso de erva mate e verificaram um aumento no teor de compostos fenólicos e minimização de perdas destes compostos.

No entanto, os compostos fenólicos presentes no extrato crioconcentrado de erva mate são instáveis e, assim, tornam-se suscetíveis à degradação pela ação de diversos fatores, como a presença de oxigênio, luz, pH e temperatura (BAKOWSKA; KUCHARSKA; OSZMANSKI, 2003). Diante disso, buscam-se técnicas que permitam melhorar a estabilidade dos compostos fenólicos, protegendo-os da ação destes fatores.

Neste cenário, a microencapsulação por atomização apresenta-se como uma alternativa promissora para esta finalidade. Esta tecnologia consiste no empacotamento de partículas, através da utilização de um agente encapsulante, com o intuito de proteger e prolongar sua funcionalidade (MORETTI et al., 2003; AZEREDO, 2005; KUANG et

al., 2010). Diversos agentes encapsulantes estão disponíveis para este processo, no entanto, para a aplicação em alimentos, são comumente utilizados biopolímeros, provenientes de várias fontes, como goma arábica, alginatos, carragenas, amidos, maltodextrina em diferentes graus de dextrose equivalente (DE), além de algumas proteínas (SHAHIDI; HAN, 1993).

Maltodextrinas têm sido extensivamente utilizadas em processos de microencapsulação por proporcionarem proteção aos materiais encapsulados contra oxidação, e também por apresentar propriedades físico-químicas desejáveis, tais como, alta solubilidade em água, baixa viscosidade, e produção de soluções incolores (GHARSALLAOUI et al., 2007; ELNAGGAR et al., 2010).

Estudos recentes têm sido desenvolvidos com o objetivo de encapsular o extrato de erva mate por meio de diferentes métodos e com distintas finalidades (BERTÉ, 2011; ALEX, LORENA, MIRIAN, 2013; DELADINO, NAVARRO, MARTINO, 2013; LOPÉZ-CORDOBA; DELADINO; MARTINO, 2014; CÓRDOBA et al., 2014). No entanto, estudos relacionados à estabilidade do extrato aquoso de folhas erva mate crioconcentrado e microencapsulado por *spray drying* são inexistentes. Assim, o presente estudo, teve por objetivos aplicar a tecnologia de crioconcentração no extrato aquoso de folhas de erva mate e microencapsular, com maltodextrina por *spray drying*, o fluido concentrado, obtido da melhor etapa do processo da crioconcentração. Além disso, a estabilidade dos compostos fenólicos das microcápsulas foi observada durante 45 dias a 4 °C. As microcápsulas também foram caracterizadas com relação as suas propriedades químicas e físicas.

Este trabalho será apresentado na forma de artigos, divididos nos seguintes capítulos:

(a) Capítulo 1: Embasamento bibliográfico, abordando os principais temas envolvidos no estudo: erva mate, composição química da erva mate, atividade antioxidante da erva mate, concentração de compostos bioativos, crioconcentração, microencapsulação e agentes encapsulantes;

(b) Capítulo 2: Microencapsulação por *spray drying* de extrato de *Ilex paraguariensis* crioconcentrado.

**CAPÍTULO 1**  
**Revisão bibliográfica**



## 1. Revisão bibliográfica

### 1.1 Erva mate

A erva mate é uma planta arbórea, pertencente à família *Aquifoliaceae* e ao gênero *Ilex*, originária da América do Sul e nativa de regiões de clima temperado (CARVALHO, 2003). O seu cultivo é conhecido por silvicultura, ocorrendo naturalmente no leste do Paraguai, sul do Brasil e noroeste da Argentina, com dimensões de ocupação de aproximadamente 540.000 Km<sup>2</sup>, sendo que o Brasil corresponde a 450.000 km<sup>2</sup>, representando cerca de 5 % do território nacional (RESENDE et al., 2000; ROTTA; OLIVEIRA, 2005). A maior produção de erva mate, em âmbito mundial é encontrada na Argentina com 701 mil toneladas de erva mate verde, seguida pelo Brasil com 513 mil toneladas de erva mate verde e Paraguai com 94 mil toneladas (BRASIL, 2014). O Brasil é o país com maior área de produção ervateira, no entanto, a Argentina é a maior exportadora mundial de erva mate, e o Uruguai, o país que apresenta o maior consumo per capita (BRACESCO et al., 2011).

O consumo de erva mate acontece principalmente em diferentes tipos de bebidas, tais como o chimarrão e o tererê, que são preparados com as folhas verdes e o chá mate, preparado com as folhas tostadas (BASTOS et al., 2007; BRACESCO et al., 2011). A cultura da erva mate e o hábito de beber chimarrão desempenham importante papel econômico e sociocultural na região sul do Brasil, sendo essa bebida considerada um forte instrumento de socialização do povo sulino, e o cultivo e a industrialização da erva, mate uma importante alternativa econômica à agricultura familiar desses estados (CORREA et al., 2011).

Em 2012, foi divulgado pelo Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE), através da Pesquisa Agrícola Municipal (PAM), que foram produzidas 513.256 toneladas de erva mate verde, sendo o Rio Grande do Sul o principal responsável pela produção de ervais cultivados (50,8 %), seguido do estado do Paraná (35,2 %). De acordo com a PEVS (Produção da Extração Vegetal e da Silvicultura), em 2011, a produção total obtida nos ervais nativos foi de 229 681 toneladas, o que representou um ligeiro acréscimo de 1 % em relação ao ano anterior. O estado do Paraná é o maior produtor e fornecedor de erva mate de ervais nativos (169.549), seguido de Santa Catarina (36.117), Rio Grande do Sul (23.579) e Mato Grosso do Sul (436) (IBGE, 2012).

Até pouco tempo o setor ervateiro dependia quase que exclusivamente da comercialização da erva mate na sua forma tradicional de chimarrão, o que limitava o mercado às regiões onde era produzida. Na última década, juntamente com o uso contínuo de bebidas tradicionais à base de erva mate, a *Ilex paraguariensis* tem sido utilizada no desenvolvimento de cervejas, cremes, doces e outros usos não tradicionais (VIEIRA et al., 2008). Neste contexto, muitos estudos têm sido conduzidos com o intuito de identificar formas comerciais alternativas para a aplicação da erva mate, visando agregar valor a essa importante matéria prima regional (VALDUGA, 2002).

## 1.2 Composição química e propriedades biológicas da erva mate

A grande diversidade de compostos químicos com propriedades biológicas encontrados nas folhas de erva mate tem sido alvo de diversas pesquisas. Estes estudos têm demonstrado as diferentes propriedades apresentadas pela erva mate, tais como, atividade antioxidante (BOAVENTURA et al., 2012; FERNANDES et al., 2012), efeito protetor contra danos induzidos ao DNA (MIRANDA et al., 2008), atividade de vasodilatação (PAGANINI STEIN et al., 2005), efeitos sobre a inibição da glicação e aterosclerose (MOSIMANN; WILHELM-FILHO; DA SILVA, 2006), efeitos termogênicos (POMILIO et al., 2002; ARCARI et al., 2009), efeito na melhoria da tolerância à glicose (KANG et al., 2012; PEREIRA et al., 2012) e efeitos anti-inflamatórios (ARCARI et al., 2009; PIMENTEL et al., 2012). Estas propriedades estão associadas aos seus constituintes químicos, dentre eles, saponinas, metilxantinas, minerais e vitaminas e, especialmente, ao teor de compostos fenólicos (BRACESCO et al., 2003; HECK; DE MEJIA, 2007; MATSUMOTO, 2009; FILIP et al., 2010).

As metilxantinas são constituintes químicos derivados de bases púricas, as quais possuem nitrogênio heterocíclico e apresentam atividade fisiológica marcante (MEINHART et al., 2010; SILVA et al., 2011). Na erva mate, a principal metilxantina encontrada é a cafeína, seguida pela teobromina e em menores quantidades teofilina (CLIFFORD; RAMIREZ-MARTINEZ, 1990). Essa classe de compostos é responsável por exercer efeitos estimulantes ao sistema nervoso central, cardiovascular, renal, digestivo e por elevar a utilização de gordura como fonte energética (DERMARDEROSIAN, 2001; WICHTL, 2003; RATES, 2007, SILVA et al., 2011).

As saponinas são substâncias quimicamente constituídas por uma porção hidrofóbica triterpênica ou esteróide, ligada a uma ou mais cadeias de açúcares, em geral, glicose, galactose, ácido glicurônico, xilose ou metilpentose (FRANCIS et al., 2002). As saponinas são altamente solúveis em água, propriedade que confere às bebidas à base de erva mate o gosto amargo e a formação de espuma (SPARG et al., 2004). Na erva mate, a porção aglicona das saponinas é comumente composta por dois triterpenóides, os ácidos ursólico e oleanólico (GNOATTO et al., 2008).

As propriedades químicas das saponinas incluem, principalmente, sua habilidade como agente espumante, sendo explorada pela indústria como aditivos para alimentos e cosméticos. Também detêm potencial para outras aplicações industriais como conservantes e modificadores de sabor (SAN MARTÍN; BRIONES, 1999; GUCLU-USTUNDAG; MAZZA, 2007). Com relação à atividade biológica, as saponinas são reconhecidas por conterem propriedades de complexação com esteroides, proteínas e fosfolipídios, além de propriedades de formação de poros em membranas celulares, destacando-se a atividade hemolítica, antiviral e hipocolesterolêmica (FRANCIS, et al., 2002; SCHENKEL et al., 2003). As saponinas isoladas da erva mate, bem como do extrato aquoso da planta, inibiram *in vitro* a difusão passiva de ácido cólico, mimetizando a inibição da absorção de ácidos biliares pelas células intestinais (FERREIRA et al., 1997), a qual tem efeito na diminuição do colesterol. Em um estudo realizado por De Moraes et al. (2009) foi observada uma redução significativa do colesterol após 40 dias de consumo de infusão de erva mate por indivíduos hipercolesterolêmicos, a qual pode estar relacionada principalmente à atividade das saponinas presentes na planta.

Os compostos fenólicos são substâncias que contêm, em sua estrutura, um anel aromático em que, ao menos um hidrogênio é substituído por um grupamento hidroxila (SIMÕES et al., 2000; HECK; DE MEJIA, 2007; LEOPOLDINI et al., 2011). Na erva mate estão presentes, principalmente, na forma de ácidos fenólicos, o ácido cafeico, o ácido clorogênico e seus isômeros e, em menor proporção, na forma de flavonoides (rutina, quercetina e canferol) (BRAVO; GOYA; LECUMBERRI, 2007).

Os compostos fenólicos apresentam grande importância na defesa a radicais livres produzidos, normalmente, pelo metabolismo das células ou em resposta a fatores externos, destacando-se sua ação antioxidante (SOTO-VACA, 2012).

### 1.3 Atividade antioxidante da erva mate

Dentre as atividades biológicas proporcionadas pela erva mate, uma das principais e mais conhecidas é a atividade antioxidante, a qual possui a propriedade de combater os radicais livres e as espécies reativas de oxigênio. Na erva mate a atividade antioxidante é fortemente relacionada ao teor de compostos fenólicos presentes em suas folhas (FANG; YANG; WU, 2002; HECK; SCHMALKO; GONZALEZ DE MEJIA, 2008). Há relatos em estudos sobre o elevado potencial antioxidante do extrato aquoso de erva mate *in vitro*. Filip et al. (2000) analisaram a atividade antioxidante de plantas do gênero *Ilex*, observando que a erva mate (*Ilex paraguariensis*) apresentou maior atividade e que essa propriedade era preservada na bebida. Mejia et al. (2010) mostraram que a erva mate apresentou eficiente inibição *in vitro* de câncer de cólon, além disso, a atividade antioxidante da erva mate também foi relacionada com a inibição da oxidação da lipoproteína de baixa densidade (LDL) (GUGLIUCCI; STAHL, 1995; DA SILVA et al., 2008; BOAVENTURA et al., 2012).

Em alimentos, os danos oxidativos podem afetar macro e micronutrientes presentes nos produtos alimentícios. Neste contexto, estudos vêm sendo desenvolvidos com o interesse de encontrar ingredientes ou compostos naturais que tenham propriedades antioxidantes. Uma pesquisa realizada por Campos et al. (2007) demonstrou que a atividade antioxidante apresentada pelo extrato de erva mate, quando adicionado ao salame, foi capaz de inibir a oxidação lipídica.

Para avaliar a atividade antioxidante *in vitro*, diversas técnicas têm sido utilizadas, entre elas, os métodos baseados nas reações de transferência de elétron (TE), destacando-se os métodos DPPH (2,2-difenil-1-picril-hidrazila), ABTS [2,2, azinobis (3-etilbenzotiazolína-6-ácido sulfônico)] e FRAP (Poder Antioxidante de Redução do Ferro) (DUDONNÉ et al., 2009) e, também, o método de ORAC (Capacidade de Absorção de Radicais Oxigênio), que é baseado em reações de transferências de átomos de hidrogênio (HUANG; OU; PRIOR, 2005).

Dentre estes métodos, o DPPH é uma técnica de sequestro de radicais livres, que consiste na descoloração de uma solução composta por radicais estáveis DPPH<sup>•</sup>, de cor violeta quando ocorre a adição de substâncias antioxidantes (BRAND-WILLIAMS; CUVELIER; BERSET, 1995; HUANG; OU; PRIOR, 2005), ou seja, seu princípio é baseado na transferência de elétrons de um composto antioxidante para um oxidante. Nesta metodologia, têm-se, como vantagens, a

simplicidade e a capacidade de avaliar a atividade antioxidante de produtos naturais em condições de temperatura ambiente (MOLYNEUX, 2004; PRIOR; WU; SCHAICH, 2005; ROGINSKY; LISSI, 2005).

O método FRAP baseia-se na capacidade de redução do complexo férrico-tripiridiltriazina ( $\text{Fe}^{3+}$ -TPTZ) a complexo ferroso ( $\text{Fe}^{2+}$ -TPTZ) na presença de um antioxidante e em condições ácidas. O complexo formado por esta reação possui uma coloração azul intensa, o que leva ao aumento da absorvância (BENZIE; STRAIN, 1996; PÉREZ-JIMÉNEZ; SAURA-CALIXTO, 2006).

#### **1.4 Concentração de compostos bioativos**

A concentração de compostos bioativos tem por objetivo eliminar parcialmente o líquido extrator, levando à obtenção de um produto concentrado, com viscosidade e consistência variáveis (SONAGLIO et al., 2007).

O conteúdo de água presente nos alimentos é comumente removido, a fim de reduzir custos de armazenamento e diminuir a atividade de água para garantir a estabilidade microbiológica do produto. Os processos tecnológicos aplicados para este fim incluem processos de concentração, que são aqueles que aumentam o conteúdo de sólidos em torno de 60 % e desidratação, em que se reduz o teor de água a menos de 10 % (SILVA, 2003).

Na indústria de alimentos, a concentração por evaporação é um processo rotineiramente utilizado por se tratar de um sistema, relativamente, simples e por apresentar custo de operação limitado, na medida em que podem ser aplicados múltiplos efeitos ou se utilizar bombas de calor econômicas (AIDER; DE HALLEUX; AKBACHE, 2007). No entanto, este processo pode causar efeitos nas qualidades sensoriais e nutricionais dos produtos, uma vez que temperaturas acima de 60 °C podem provocar perdas importantes de compostos voláteis e aromáticos, vitaminas, proteínas e compostos termoinstáveis (FRYER; ROBBINS, 2005; LEWICK, 2006; NAKAGAWA; MAEBASHI; MAEDA, 2010).

A tecnologia de concentração por membranas tem sido utilizada com sucesso como método alternativo para concentrar compostos fenólicos (XU; WANG, 2005). Neste processo são utilizadas baixas temperaturas e mínimo consumo energético, mantendo a qualidade dos compostos termoinstáveis. Murakami et al. (2011) e Prudêncio et al. (2012) aplicaram a tecnologia de nanofiltração para concentrar os

compostos fenólicos das folhas e talos da erva mate, respectivamente. Por ambos os estudos foi verificado um aumento significativo do teor de compostos fenólicos totais do extrato aquoso de folhas e talos de erva mate após a aplicação desta tecnologia de concentração. No entanto, a concentração por membranas apresenta limitações, devido a alguns fenômenos decorrentes do processo, como o efeito *fouling* (entupimento dos poros da membrana) (TURAN; ATES; INANC, 2002; AIDER; DE HALLEUX; AKBACHE, 2007). A crioc Concentração, tecnologia recentemente aplicada por Boaventura et al. (2013) para concentrar os compostos fenólicos do extrato aquoso de erva mate, vem sendo reconhecida como tecnologia promissora na concentração de bioingredientes em produtos alimentares líquidos (AIDER; DE HALLEUX, 2009).

#### 1.4.1 Crioc Concentração

A crioc Concentração é uma tecnologia aplicada com o objetivo de promover a concentração de produtos alimentares, através do congelamento e da subsequente separação de uma parte da água congelada, a partir de um produto líquido (BELÉN et al., 2012). Este processo vem sendo reconhecido como uma técnica de concentração promissora a ser utilizada para evitar a perda da qualidade de produtos líquidos, tais como extratos de plantas (CHABAROV; AIDER, 2014). Dessa forma, é uma alternativa às técnicas convencionais utilizadas na concentração de produtos alimentares, como a evaporação e a tecnologia de membranas (SILVA, 2003).

Há diferentes métodos para a aplicação da tecnologia de crioc Concentração, tais como o método de cristalização por suspensão, que é a forma de crioc Concentração com sistema mais complexo. Este sistema envolve trocadores de calor de paredes raspadas para a geração dos cristais de gelo; tubo de recristalização para o crescimento dos cristais e torre de lavagem para a separação dos cristais de gelo. Este método apresenta alto custo de execução, limitando assim sua aplicação à indústria de alimentos (MIYAWAKI et al., 2005; AIDER; DE HALLEUX, 2009).

A crioc Concentração progressiva é um método no qual ocorre a formação de apenas um único grande cristal de gelo, facilitando a separação entre o cristal de gelo e a solução mãe. Esse sistema é composto de um compartimento cilíndrico, um banho de resfriamento e um sistema de condução da amostra, sendo que o cristal é formado na superfície de resfriamento do reservatório de cristalização (MIYAWAKI

et al., 2005; AIDER; DE HALLEUX, 2009). A crioconcentração eutética é baseada no princípio da separação de sais inorgânicos e suas soluções aquosas, onde ocorre simultaneamente a cristalização dos sais e do gelo. Este processo é realizado pelo resfriamento da solução perto ou abaixo da temperatura eutética. O ponto eutético é onde todos os constituintes cristalizam, simultaneamente, à temperatura de fusão da solução líquida (HIMAWAN et al., 2002; AIDER; DE HALLEUX, 2009). A separação entre os cristais de sal e o gelo é realizada gravitacionalmente, tendo em conta as diferenças na densidade dos dois sólidos formados (AIDER; DE HALLEUX, 2009).

A crioconcentração em blocos é um método que consiste no congelamento da solução alimentar líquida, podendo ocorrer de forma parcial ou total. No congelamento parcial, ocorre a introdução de um tubo refrigerante no centro da solução de alimentação. Na crioconcentração em blocos total, ocorre o congelamento total de uma solução, seguido por um procedimento de descongelamento parcial, sob separação gravitacional simples (AIDER; DE HALLEUX; AKBACHE, 2007; AIDER; DE HALLEUX, 2009). Assim, este método consiste de três etapas: congelamento, descongelamento e a separação do líquido concentrado (MORENO et al., 2014).

A crioconcentração em blocos vem sendo relatada como promissora e eficaz à obtenção de produtos alimentícios com maior valor nutricional e com maior preservação das propriedades sensoriais (AIDER; DE HALLEUX; AKBACHE, 2007; AIDER; DE HALLEUX, 2008; AIDER; DE HALLEUX; MENILKOVA, 2009; MORENO et al., 2014).

Na indústria alimentícia, a crioconcentração tem sido empregada na concentração de sucos cítricos, soluções diluídas e extratos de chá e café, como também na concentração de soro de queijos (ANON, 1993; SÁNCHEZ et al., 2010; SÁNCHEZ et al., 2011; MORENO et al., 2014). Boaventura et al. (2013) aplicaram a crioconcentração em blocos total no extrato aquoso de folhas de erva mate, e verificaram que esta tecnologia foi eficiente na concentração e preservação da qualidade nutricional dos compostos fenólicos, apresentando quantidades crescentes destes compostos em todos os estágios de concentração.

No entanto, o extrato crioconcentrado das folhas de erva mate se torna altamente instável pela presença de altos teores de compostos fenólicos, uma vez que esses compostos são susceptíveis à degradação pela ação de diversos fatores, como a presença de oxigênio, luz, pH e temperatura (BAKOWSKA et al., 2003). Neste contexto, a aplicação de processos de microencapsulação é uma alternativa para aumentar a

estabilidade dos compostos fenólicos presentes no extrato aquoso de folhas de erva mate crioconcentrado.

### 1.5 Microencapsulação

A utilização de técnicas para o processo de encapsulação de polifenóis, tais como secagem por atomização, coacervação, complexação, co-cristalização, nanoencapsulação, liofilização e emulsão têm recebido grande destaque (FANG; BHANDARI, 2010; MUNIN; EDWARDS-LÉVY, 2011). Recentemente, extratos de erva mate foram encapsulados através das técnicas de co-cristalização, liofilização e gelificação iônica (DELADINO; NAVARRO; MARTINO, 2013; LÓPEZ-CORDOBA et al., 2014; LÓPEZ-CORDOBA; DELADINO; MARTINO, 2014).

A técnica de microencapsulação já é conhecida há muitas décadas, no entanto vem ganhando espaço em aplicações nas mais diversas áreas, tais como a farmacêutica, alimentar e cosmética (SUAVE et al., 2006). Seu conceito tem como base a idealização do modelo celular, no qual o núcleo é envolvido por uma membrana semipermeável que o protege do meio externo e, ao mesmo tempo, controla a entrada e saída de substâncias na célula (RÉ, 2006). Assim, a microencapsulação compreende um processo em que ocorre a incorporação de substâncias de interesse (núcleo ou material ativo) em um sistema de revestimento (material de parede, carreador ou agente encapsulante), obtendo-se microcápsulas com um diâmetro que varia entre 1 e 1000  $\mu\text{m}$  (MADENE et al., 2006; OBEIDAT, 2009; TIWARI, et al., 2010). As substâncias que serão encapsuladas se apresentam, geralmente, no estado líquido ou sólido, podendo também ser um gás (TRINDADE et al., 2008).

Na indústria de alimentos a microencapsulação é utilizada com o objetivo de revestir um ou mais ingredientes ou aditivos por um agente encapsulante de natureza comestível, modificando e melhorando a aparência e as propriedades de algumas substâncias. Outras finalidades deste processo podem ser descritas, como a diminuição das interações da substância encapsulada em relação aos fatores ambientais, impedindo perdas sensoriais e nutricionais; mascarar substâncias com sabores indesejáveis; melhorar a solubilidade da substância encapsulada e a sua incorporação em sistemas secos; permitir que a liberação da substância encapsulada seja modificada, ocorrendo de forma lenta ou a partir de determinado estímulo; reduzir a velocidade de evaporação de

substâncias voláteis e aumentar o tempo de armazenamento das substâncias a encapsular (AZEREDO, 2005; KUANG et al., 2010).

Diversos métodos (químicos, físicos, ou físico-químicos) podem ser utilizados na realização do processo de microencapsulação (Tabela 1). A diferença entre eles está no envolvimento ou aprisionamento do material a encapsular pelo agente encapsulante. Dessa forma, devem ser consideradas as propriedades físico-químicas do material a encapsular e do agente encapsulante, a aplicação e finalidade, o tamanho, textura e forma das microcápsulas, bem como o mecanismo de liberação do material a ser encapsulado (BANSODE et al., 2010). Deste modo, o método de microencapsulação deve ser simples, reprodutível, rápido e fácil de transportar a escala industrial (SILVA et al., 2003).

**Tabela 1** – Métodos utilizados na elaboração de microcápsulas.

<b>Métodos de Microencapsulação</b>	<b>Natureza do material do núcleo</b>	<b>Tamanho aproximado da partícula (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
<b>Métodos físicos</b>		
Extrusão estacionária	Líquido/sólido/gás	1.000 - 6.000
Extrusão centrífuga	Líquido/sólido/gás	125 - 3.000
<i>Spray drying</i>	Líquido/sólido	5 – 150
<i>Spray chilling e spray cooling</i>	Líquido/sólido	20 – 200
Leito fluidizado	Sólido	>100
Co-cristalização	Sólido/liquid	-
Liofilização	Líquido	-
<b>Métodos químicos</b>		
Polimerização interfacial	Líquido/sólido	1 – 500
Inclusão molecular	Líquido	5 – 50
Polimerização <i>in situ</i>	Líquido/sólido	1 – 500
<b>Métodos físico-químicos</b>		
Coacervação	Líquido/sólido	1 – 500
Lipossomas	Líquido/sólido	0,02-3
Lipoesferas	Líquido/sólido	0,02-10
Evaporação do solvente	Líquido/sólido	1-5.000

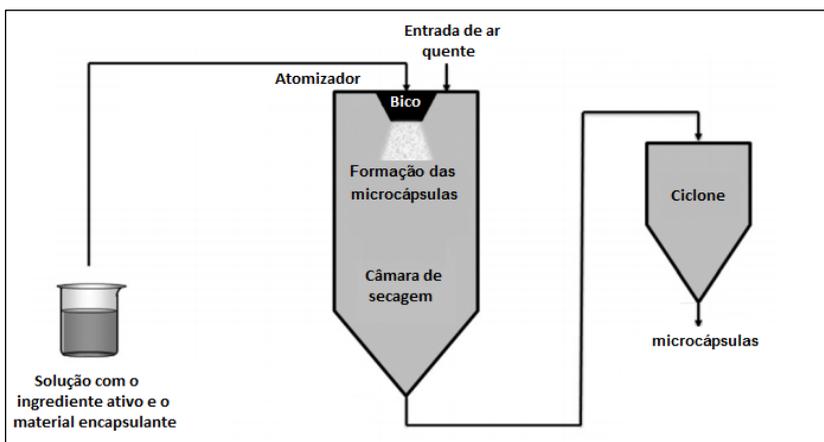
Fonte: Desai e Park (2005); Madene et al. (2006).

Entre os métodos existentes, o de *spray drying* é um dos mais antigos, tendo sido originalmente utilizado na década de 30, para preparar os primeiros compostos contendo sabores encapsulados (WILSON; SHAH, 2007). O procedimento para a realização deste método compreende algumas etapas (Figura 1): primeiramente, a

substância a ser encapsulada é homogeneamente dispersa ou dissolvida em uma solução aquosa ou dispersão, contendo o agente encapsulante. Depois, o sistema é atomizado em uma corrente de ar quente que vai promover a evaporação do solvente, obtendo-se a rápida solidificação das gotículas que depois serão recolhidas no ciclone.

As variáveis deste processo envolvem a temperatura de entrada e saída de ar do sistema, o fluxo de ar ou fluido de arraste, a distribuição da temperatura e umidade, o tempo de permanência e temperatura da câmara. Estes parâmetros determinarão a eficiência do processo, juntamente, com as características do agente encapsulante (tamanho de moléculas, solubilidade) e características do material ativo (polaridade, pressão de vapor, tamanho de molécula) (RÉ, 1998; KISSEL et al., 2006).

**Figura 1** - Representação esquemática da microencapsulação por *spray drying*.

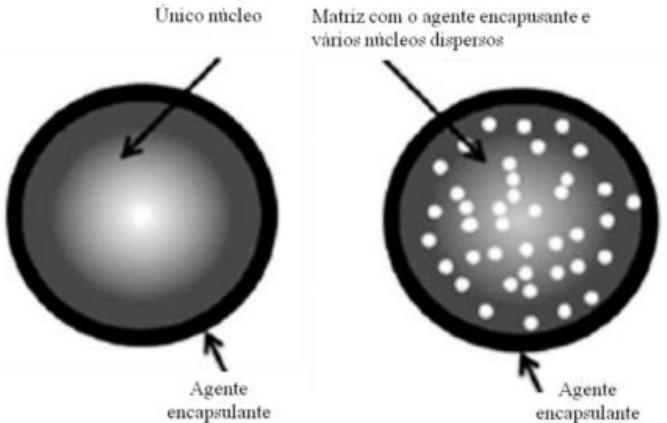


Fonte: adaptado de Burgain et al. (2011).

As microcápsulas fisicamente são caracterizadas pela sua forma esférica e por apresentar aspecto sólido. Nos métodos de microencapsulação, diferentes grupos morfológicos podem ser observados, sendo dois os mais comumente visualizados: (1) mononucleares, onde o material ativo fica concentrado próximo ao centro, rodeado pelo agente encapsulante ou, (2) multinucleares, onde o agente encapsulante forma uma rede tridimensional com vários

materiais ativos que podem estar adsorvidos, incorporados ou ligados covalentemente à matriz (Figura 2) (FANG; BHANDARI, 2010).

**Figura 2** - Representação da estrutura das microcápsulas (a) mononucleares e (b) multinucleares.



Fonte: Burgain et al. (2011).

Dessa forma, os métodos de microencapsulação devem ser empregados de acordo com a aplicação que será dada à micropartícula, o tamanho desejado, o mecanismo de liberação e as propriedades físico-químicas, tanto do material ativo quanto do agente encapsulante (FÁVARO-TRINDADE; PINHO; ROCHA, 2008).

O processo de microencapsulação por *spray drying* tem sido utilizado com sucesso na área de alimentos, tendo em vista a proteção de substâncias sensíveis à luz, oxigênio, temperatura e tempo de armazenamento, tais como os compostos fenólicos. Além disso, este processo pode impedir interações com outros compostos, promovendo uma maior estabilidade do produto e, conseqüentemente, aumentando a sua vida útil (DESAI; PARK, 2005). Estudos recentes têm mostrado que compostos bioativos, como os compostos fenólicos, podem ser protegidos por diferentes agentes encapsulantes no processo de microencapsulação por *spray drying* (SAÉNZ et al., 2009; BAKOWSK-BARCZAC; KOŁODZIEJCZYK, 2011; ÇAM; ICYER; ERDOGAN, 2013; MISHRA; MISHRA; MAHANTA, 2013; PANG; YUSOFF; GIMBUN, 2014).

## 1.6 Agentes encapsulantes

No processo de microencapsulação tem se utilizado uma diversidade de agentes encapsulantes que são responsáveis pelo revestimento dos compostos ativos, além de conferir forma à microcápsula (AZEREDO, 2005). Os agentes encapsulantes podem ser de origem natural, semissintética ou sintética, incluindo materiais poliméricos, hidrófilos, hidrófobos ou uma associação de ambos (ANSON, 2005). Os agentes encapsulantes têm por função proporcionar proteção durante o armazenamento prolongado, evitando que ocorram alterações químicas e sensoriais no material encapsulado (GOUIN, 2004; SOUZA et al., 2005). Dentre os agentes encapsulantes mais estudados (sozinhos ou em associações) pelo método de *spray drying*, destacam-se os biopolímeros, provenientes de várias fontes como as gomas naturais (goma arábica, alginatos, carragenas), amidos, gelatina, derivados do leite, como o leite desnatado reconstituído e maltodextrinas (GHARSALLAOUI et al., 2007).

A escolha do agente encapsulante deve ser baseada, sobretudo nas características físicas e químicas do composto que se pretende encapsular (porosidade, solubilidade), no tipo de aplicação (fármaco, aditivo alimentar, entre outros) e no método de microencapsulação selecionado (SUAVE et al., 2006). Além disso, algumas características são necessárias para que o agente encapsulante seja considerado ideal, tais como apresentar baixa viscosidade em concentrações elevadas; ser fácil de manusear durante o processo de microencapsulação; apresentar baixa higroscopicidade para evitar aglomerações; ter elevada capacidade de incorporar o material a encapsular; proteger o material que será encapsulado de circunstâncias adversas, como oxigênio, luz e pH; não deve reagir com o composto a encapsular; apresentar propriedades desejadas de liberação do material a encapsular, ter sabor agradável quando administrado por via oral; não possuir aroma (SANTOS et al., 2000). Os agentes encapsulantes ainda devem possuir a capacidade de formar película coesa com o material do núcleo, proporcionando compatibilidade química e física que vai conferir algumas propriedades desejadas às microcápsulas, tais como flexibilidade, resistência, impermeabilidade e estabilidade na preparação (VENKATESEN et al., 2009).

Estudos relataram a encapsulação do extrato de erva mate por diferentes métodos, utilizando distintos agentes encapsulantes, tais como sacarose, soluções de alginato de sódio e quitosana, soluções de alginato de sódio e amido de milho e alginato de cálcio (LÓPEZ-CORDOBA;

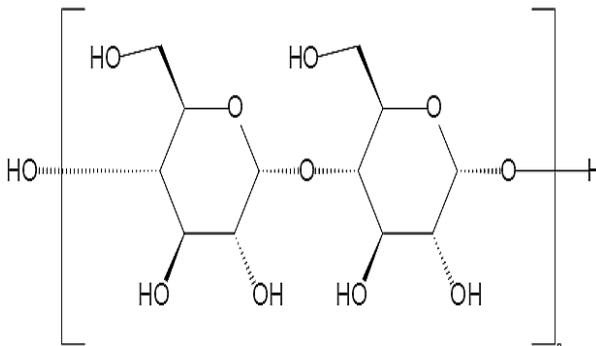
DELADINO; MARTINO, 2013; LÓPEZ-CORDOBA et al., 2014; DELADINO; NAVARRO; MARTINO, 2013; LÓPEZ-CORDOBA; DELADINO; MARTINO, 2014). No entanto, pelo método de *spray drying*, a utilização de maltodextrina vem se destacando por mostrar maior eficiência na proteção de compostos fenólicos (BAKOWSK-BARCZAC; KOLODZIEJCZYK, 2011; WU et al., 2014; PANG; YUSOFF; GIMBUM, 2014).

### 1.6.1 Maltodextrina

Maltodextrinas são carboidratos formados por hidrólise parcial, através da ação de ácidos ou enzimas e estão disponíveis em diferentes níveis de dextrose equivalente (DE), indicando o nível de hidrólise do polímero de amido (Figura 3) (GHARSALLAOUI et al., 2007). Na indústria de alimentos, as maltodextrinas são utilizadas para diversos fins, como agente espessante, substituto de gordura, formador de filmes, no controle do congelamento para prevenir cristalizações e como complemento nutricional (WANG; WANG, 2000).

No processo de microencapsulação de ingredientes alimentícios, maltodextrinas têm sido extensivamente utilizadas por apresentarem habilidade na proteção dos materiais encapsulados contra oxidação, sendo este fato atribuído à sua capacidade de formar filme, às suas propriedades plásticas e ao seu poder redutor (QI; XU, 1999; ELNAGGAR et al., 2010). Outro fator importante está relacionado às suas propriedades físico-químicas e ao seu baixo custo de aquisição (CHRONAKIS, 1998; KILMARTIN; REID; SAMSON, 2004).

**Figura 3** – Estrutura química da maltodextrina.



Fonte: Carareto et al. (2010).

Matodextrina com DE 20 é pouco higroscópica, não apresenta doçura e contribui como agente de corpo para formulações alimentícias. Além disto, segundo Anandaraman e Reineccius (1986), o aumento da DE aumenta a barreira de oxigênio e, portanto, a estabilidade oxidativa. Dessa forma, há correlação positiva entre o valor de dextrose equivalente (DE) de um amido hidrolisado com a estabilidade conferida ao núcleo. Maltodextrinas têm sido utilizadas como agentes encapsulantes no processo de microencapsulação de compostos bioativos por *spray drying* (ROBERT et al., 2010; BAKOWSK-BARCZAC; KOLODZIEJCZYK, 2011; WU et al., 2014; PANG; YUSOFF; GIMBUM, 2014).

Robert et al. (2010) estudaram a estabilidade do suco e extrato etanólico de romã microencapsulado, utilizando maltodextrina e proteína isolada de soja como agentes encapsulantes e relataram que a maltodextrina foi o agente encapsulante mais eficiente no impedimento da degradação dos compostos bioativos da fruta.

No estudo realizado por Bakowsk-Barczac e Kolodziejczyk (2011) foi encontrada maior retenção e estabilidade de polifenóis e antocianinas da groselha preta, quando microencapsulada com maltodextrina em relação à inulina. Pang, Yusoff e Gimbum (2014) relataram que a microencapsulação utilizando maltodextrina preservou mais os compostos fenólicos do extrato de *Orthosiphon stamineus*, durante a secagem por *spray dryer*, em oposição à proteína isolada do soro de leite.

Neste contexto, é possível observar que a maltodextrina vem sendo utilizada com sucesso na microencapsulação de compostos bioativos, atuando na sua proteção e melhorando sua estabilidade. Os compostos fenólicos presentes no extrato aquoso de erva mate possuem características de instabilidade frente à presença de luz, oxigênio e temperatura, sofrendo degradação por estes fatores. Assim, a tecnologia de microencapsulação, em que a maltodextrina é utilizada como agente encapsulante, aparece como alternativa de grande potencial para exercer efeito protetor nestes compostos (NEDOVIC et al., 2011).

## Referências

AIDER, M.; DE HALLEUX, D. Cryoconcentration technology in the bio-food industry: principles and applications. **LWT-Food Science and Technology**, v. 42, n. 3, p. 679-685, 2009.

AIDER, M.; DE HALLEUX, D. Production of concentrated cherry and apricot juices by cryoconcentration technology. **LWT - Food Science and Technology**, v. 41, n. 10, p. 1768-1775, 2008.

AIDER, M.; DE HALLEUX, D.; AKBACHE, A. Whey cryoconcentration and impact on its composition. **Journal of Food Engineering**, v. 82, n. 1, p. 92-102, 2007.

AIDER, M.; DE HALLEUX, D.; MELNIKOVA, I. Skim milk whey cryoconcentration and impact on the composition of the concentrated and ice fractions. **Food and Bioprocess Technology**, v. 2, n. 1, p. 80-88, 2009.

ANANDARAMAN, S.; REINECCIUS, G.A. Stability of encapsulated orange peel oil. **Food Technology**, v.40, p.88-93, 1986

ALEX, L. C.; LORENA, D.; MIRIAN, M. Effect of starch filler on calcium-alginate hydrogels loaded with yerba mate antioxidants, **Carbohydrate Polymers**, v. 95, n. 1, p. 315-323, 2013.

ANESINI, C.; TURNER, S.; COGOI, L.; FILIP, R. Study of the participation of caffeine and polyphenols on the overall antioxidant activity of mate (*Ilex paraguariensis*). **Food Science and Technology**, v. 2, n. 45, p. 299 - 304, 2012.

ANON, A. Freeze concentration opens new product opportunities. **Journal of Food Engineering**, v.65, n.3, p.50-52, 1993.

ANSON, R. Microencapsulation: for enhanced textile performance. **Performance Apparel Markets**, v. 12, n. 12, p. 21-39, 2005.

ARCARI, D. P.; BARTCHEWSKY, W.; DOS SANTOS,, T. W.; OLIVEIRA, K. A.; PEDRAZZOLI, J.; DE SOUZA, M. F.; SAAD, M. J.; BASTOS, D. H.; CARVALHO, Pde. O.; RIBEIRO, M. L. Antiobesity effects of yerba mate extract (*Ilex paraguariensis*) in high-fat diet-induced obese mice. **Obesity (Silver Spring)**, v. 17, n.12, p. 2127-2133, 2009.

AZEREDO, H. M. C. Encapsulação: aplicação à tecnologia de alimentos. **Alimentos e Nutrição**, v. 16, n. 1, p. 89-95, 2005.

BAKOWSKA, A. M.; KUCHARSKA, A. Z.; OSZMIANSKI, J. The effects of heating, UV irradiation and storage on stability of anthocyanin-polyphenol copigment complex. **Food Chemistry**, v. 81, n. 3, p. 349-355, 2003.

BAKOWSKA-BARCZK; KOŁODZIEJCZYK. Black currant polyphenols: their storage stability and microencapsulation. **Industrial Crops and Products**, 34, 3101-3109, 2011.

BANSODE, S. S.; BANARJEE, S. K.; GAIKWAD, D. D.; JADHAV, S. L.; THORAT, R. M. Microencapsulation: a review. **International Journal of Pharmaceutical Sciences Review and Research**, v. 1, n. 2, p. 38-43, 2010.

BASTOS, D. H.; SALDANHA, L. A.; CATHARINO, R. R.; SAWAYA, A.; CUNHA, I. B.; CARVALHO, P. O.; EBERLIN, M. N. Phenolic antioxidants identified by ESI-MS from Yerba Maté (*Ilex paraguariensis*) and green tea (*Camellia sinensis*) extracts. **Molecules**, v. 3, n. 12, p. 423 - 432, 2007.

BELÉN, F.; SÁNCHEZ, J.; HERNÁNDEZ, E.; AULEDA, J. M.; RAVENTÓS, M. One option for the management of wastewater from tofu production: Freeze concentration in a falling-film system. **Journal of Food Engineering**, v. 110, n. 3, p. 364-373, 2012.

BENZIE, I. F. F.; STRAIN, J. J. The ferric reducing ability of plasma (FRAP) as a measure of antioxidant power: the frap assay. **Analytical Biochemistry**, v. 239, p. 70-76, 1996.

BERTÉ, K. A. S. 2011. **Tecnologia da Erva Mate solúvel**. 160f. Tese (Doutorado em Tecnologia de Alimentos) - Setor de Tecnologia, Universidade Federal do Paraná, 2011.

BOAVENTURA, B. C. B; MURAKAMI, A. N. N.; PRUDÊNCIO, E. S.; MARASCHIN, M.; MURAKAMI, F.; AMANTE, E. R.; AMBONI, R. D. M. C. Enhancement of bioactive compounds content and antioxidant activity of aqueous extract of mate (*Ilex paraguariensis* A. St. Hil.) through freeze concentration technology. **Food Research International**, v. 23, n. 2, p. 686-692, 2013.

BOAVENTURA, B. C.; DI PIETRO, P. F.; STEFANUTO, A.; KLEIN, G. A.; DE MORAIS, E. C., DE ANDRADE, F.; WAZLAWIK, E.; DA SILVA, E. L. Association of mate tea (*Ilex paraguariensis*) intake and dietary intervention and effects on oxidative stress biomarkers of dyslipidemic subjects. **Nutrition**, v. 28, n. 6, p. 657-664, 2012.

BRACESCO, N. DELL, M.; ROCHA, A.; BEHTASH, S.; GUGLIUCCI, A.; NUNES, E. Antioxidant activity of a botanical extract preparation of *Ilex paraguariensis*, prevention of DNA double-strand breaks in *Saccharomyces Cerevisiae* and human low-density lipoprotein oxidation. **Journal of Alternative and Complementary Medicine**. v. 9, p. 378-387, 2003.

BRACESCO, N.; SANCHEZ, A. G.; CONTRERAS, V.; MENINI, T.; GUGLIUCCI, A. Recent advances on *Ilex paraguariensis* research: Minireview. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 136, p. 378 – 384, 2011.

BRAND-WILLIAMS, W.; CUVELIER, M. E.; BERSET, C. Use of a free-radical method to evaluate antioxidant activity. **LWT-Food Science and Technology**, v. 28, n. 1, p. 25-30, 1995.

BRASIL. Ministério do Planejamento, Orçamento e Gestão. **Produção da extração vegetal e Silvicultura**. Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística – IBGE, v. 26, p. 1-55, 2011.

BRASIL. Ministério do Planejamento, Orçamento e Gestão. **Produção agrícola municipal**. Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística – IBGE, v. 39, p. 1-98, 2012.

BRASIL. Secretária da Agricultura e do Abastecimento – Governo do Estado do Paraná. **Produtos Florestais - Erva-mate**. Disponível em: [http://www.agricultura.pr.gov.br/arquivos/File/deral/Prognosticos/Erva\\_Mate\\_2013\\_2014.pdf](http://www.agricultura.pr.gov.br/arquivos/File/deral/Prognosticos/Erva_Mate_2013_2014.pdf). Acesso em: 10 de junho de 2014.

BRAVO, L.; GOYA, L.; LECUMBERRI, E. LC/MS characterization of phenolic constituents of mate (*Ilex paraguariensis* St. Hil.) and its antioxidant activity compared to commonly consumed beverages. **Food Research International**, v. 40, n. 3, p. 393-405, 2007.

BURGAIN, J.; GAIANI, C.; LINDER, M.; SCHER, J. Encapsulation of probiotic living cells: from laboratory scale to industrial applications. **Journal of Food Engineering**, v. 104, p. 467-483, 2011.

ÇAM, M.; İÇYER, N. İÇYER, N. C.; ERDOĞAN, F. Pomegranate peel phenolics: microencapsulation, storage stability and potential ingredient for functional food development. **LWT – Food Science and Technology**, v. 55, p. 117-123, 2013.

CAMPOS, R. M. L.; HIERRO, E.; ORDONEZ, J. A.; BERTOL, T. M.; TERRA, N. N.; DE LA HOZ, L. Fatty acid and volatile compounds from salami manufactured with yerba mate (*Ilex paraguariensis*) extract and pork back fat and meat from pigs fed on diets with partial replacement of maize with rice bran. **Food Chemistry**, v. 103, p.1159-1167, 2007.

CARARETO, N. D. D.; MONTEIRO FILHO, E. S.; PESSÔA FILHO, P. A.; MEIRELLES, A. J. A. Water activity of aqueous solutions of ethylene oxide-propylene oxide block copolymers and maltodextrins. **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, v. 27, p. 173-181, 2010.  
CARVALHO, P. E. R. **Espécies Arbóreas Brasileiras**. Brasília: Embrapa Informação Tecnológica; Colombo, PR: Embrapa Florestas, v. 1, 2003. 1039 p.

CHABAROV, A.; AIDER, M. Mathematical modeling and experimental validation of the mass transfer during unidirectional progressive cryoconcentration of skim milk. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 21, p. 151-159, 2014.

CLIFFORD, M. N. Diet-derived phenols in plasma and tissues and their implications for health. **Planta Medica**, v. 79, p.1103-1114, 2004.

CLIFFORD, M.N.; RAMIREZ-MARTINEZ, J.R. Chlorogenic acids and purine alkaloids contents of mate (*Ilex paraguariensis*) leaf and beverage. **Food Chemistry**, v. 35, p. 21, 1990.

CÓRDOBA-LÓPEZ, A.; DELADINO, L.; AGUDELO-MESA, L.; MARTINO, M. Yerba mate antioxidant powders obtained by co-crystallization: Stability during storage. **Journal of Food Engineering**, v. 124, p. 158-165, 2014.

CORREA, G.; FONSECA, T.M.; MELO, I.B.; GRISON, A.; RUFFATO, A.; MEDRADO, M.J.S.; CANSIAN, R.L.; VILCAHUAMÁN, L.J.M.; FELIZARI, S.R. **Carbona 4: Desenvolvimento de uma progênie biclonal de erva-mate em Machadinho, RS**. Colombo, Paraná: Embrapa Florestas, 2011 (Série Documentos).

DA SILVA, E. L.; NEIVA, T. J.; SHIRAI, M.; TERAQ, J.; ABDALLA, D. S. P. Acute ingestion of yerba mate infusion (*Ilex paraguariensis*) inhibits plasma and lipoprotein oxidation. **Food Research International**, v. 41, n. 10, p. 973-979, 2008.

DE MEJÍA, E. G.; SONG, Y. S.; HECK, C. I.; RAMIREZ-MARES, M. V. Yerba mate tea (*Ilex paraguariensis*): phenolics, antioxidant capacity and in vitro inhibition of colon cancer cell proliferation. **Journal of Functional Foods**, v.1, n. 2, p. 23 - 24, 2009.

DE MORAIS, E. C.; STEFANUTO, A.; KLEIN, G. A.; BOAVENTURA, B. C.; DE ANDRADE, F.; WAZLAWIK, E.; DI PIETRO, P. F.; MARASCHIN, M.; DA SILVA, E. L. Consumption of yerba mate (*Ilex paraguariensis*) improves serum lipid parameters in healthy dyslipidemic subjects and provides an additional LDL-cholesterol reduction in individuals on statin therapy. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 57, n. 18, p. 8316-8324, 2009.

DELADINO, L.; NAVARRO, A. S.; MARTINO, M. N. Carrier systems for yerba mate extract (*Ilex paraguariensis*) to enrich instant soups. Release mechanisms under different pH conditions. **LWT – Food Science and Technology**, v. 53, n. 1, p. 163-169, 2013.

DERMARDEROSIAN, A. **The Review of Natural products**. St Louis: Facts & Comparisons, p. 396-397, 2001.

DESAI, K. G.H.; PARKA, H. J. Recent developments in microencapsulation of food ingredients. **Drying Technology**, v. 23, n. 7, p. 1361-1394, 2005.

DUDONNÉ, S.; VITRAC, X.; COUTIERÉ, P.; WOILLEZ, M.; MÉRILLON, J. M. Comparative study of antioxidant properties and total phenolic content of 30 plant extracts of industrial interest using

DPPH, ABTS, FRAP, SOD and ORAC assays. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v.57, p.1768-1774, 2009.

ELNAGGAR, Y.S.R. EL-MASSIK, A.M. ABDALLAH O.Y. EBIAN, A.E.R. Maltodextrin: a novel excipient used in sugar-based orally disintegrating tablets and phase transition process. **AAPS PharmSciTech**, v.11 p. 645-651, 2010.

ERSUS, S.; YURDAGEL, U. Microencapsulation of anthocyanin pigments of black carrot (*Daucus carota L.*) by spray dryer. **Journal of Food Engineering**, n. 80, p. 805-812, 2007.

FANG, Y. Z.; YANG, S.; WU, G. Free radicals, antioxidants, and nutrition. **Nutrition**, v. 18, p. 872-879, 2002.

FANG, Z.; BHANDARI, B. Encapsulation of polyphenols: a review. **Trends in Food Science & Technology**, v. 21, n. 10, p. 510-523, 2010.

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

FERNANDES, E.S.; DE OLIVEIRA MACHADO, M.; BECKER, A. M.; DE ANDRADE, F.; MARASCHIN, M.; DA SILCA, E. L. Yerba mate (*Ilex paraguariensis*) enhances the gene modulation and activity of paraoxonase-2: In vitro and in vivo studies. **Nutrition**, v. 28, p. 1157-1164, 2012.

FERREIRA, F.; VÁZQUEZ, V.; GUNTNER, C.; MOYNA, P. Inhibition of the passive diffusion of cholic acid by the *Ilex paraguariensis* St. Hil. saponins. **Phytotherapy Research**, v. 11, n. 2, p. 79-81, 1997.

FILIP, R. I.; LOTITO, S. B.; FERRARO, G.; FRAGA, C. G. Antioxidant activity of *Ilex paraguariensis* and related species. **Nutrition Research**, v. 20, n. 10, p. 1437-1446, 2000.

FILIP, R.; DAVICINO, R.; ANESINI, C. Antifungal activity of the aqueous extract of *Ilex paraguariensis* against *Malassezia furfur*. **Phytotherapy Research**, v. 24, p.715-719, 2010.

FRANCIS, G.; KEREM, Z.; MAKKAR, H. P. S.; BECKER, K. The biological action of saponins in animal systems: a review. **British Journal of Nutrition**, v. 88, n. 6, p. 587-605, 2002.

FRYER, P. J.; ROBBINS, P. T. Heat transfer in food processing: ensuring product quality and safety. **Applied Thermal Engineering**, v. 25, p. 2499-2510, 2005.

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

GNOATTO, S. C. B.; DASSONVILLE-KLIMPT, A.; DA NASCIMENTO, S.; GALÉRA, P.; BOUMEDIENSE, K.; GOSMANN, G.; SONET, P.; MOSLEMI, S. Evaluation of ursolic acid isolated from *Ilex paraguariensis* and derivatives on aromatase inhibition. **European Journal of Medicinal Chemistry**, 2008.

GUCLU-USTUNDAG, O.; MAZZA, G. Saponins: properties, applications and processing. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 47, n. 3, 2007.

GUGLIUCCI, A.; STAHL, A. J. C. Low-density-lipoprotein oxidation is inhibited by extracts of *Ilex paraguariensis*. **Biochemistry and Molecular Biology International**, v. 35, n. 1, p. 47–56, 1995.

HECK, C.I., de MEJIA, E.G. Yerba Mate Tea (*Ilex paraguariensis*), a comprehensive review on chemistry, health implications, and technological considerations. **Journal of Food Science**, v.72, p.138–151, 2007.

HECK, C.I.; SCHMALKO, M.; GONZALEZ DE MEJIA, E. Effect of growing and drying conditions on the phenolic composition of mate teas

(*Ilex paraguariensis*). **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, V. 56, P. 8394–8403, 2008.

HIMAWAN, C.; VAESSEN, R. J. C.; KRAMER, H. J. M.; SECKLER, M. M.; WITKAMP, G. J. Dynamic modeling and simulation of eutectic freeze crystallization. **Journal of Crystal Growth**, v. 237–239, n. 1-4 III, p. 2257–2263, 2002.

HUANG, D.; OU, B.; PRIOR, R. L. The Chemistry behind antioxidant capacity assays. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v.53, n.6, p.1841-1856, 2005.

KANG, Y. R.; LEE, H. Y.; KIM, J. H.; MOON, D. I.; SEO, M. Y.; PARK, S. H.; CHOI, K. H.; KIM, C. R.; OH, J. H.; CHO, S. W.; KIM, S. Y.; KIM, M. G.; CHAE, S. W.; KIM, O.; OH, H. G. Antiobesity and anti-diabetic effects of yerba mate (*Ilex paraguariensis*) in C57BL/6J mice fed a high-fat diet. **Laboratory Animal Research**, v. 28, n. 1, p. 23–29, 2012.

KILMARTIN, P.A. REID, D.S. SAMSON, I. Dielectric properties of frozen maltodextrin solutions with added NaCl across the glass transition. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v.84, p. 1277–1284, 2004.

KISSEL, T.; MARETSCHKE, S.; PACKHAUSER, C.; SCHNIEDERS, J.; SEIDEL, N. Microencapsulation techniques for parenteral depot systems and their application in the pharmaceutical industry. In: BENITA, S. **Microencapsulation: Methods and Industrial Applications**. 2º edição. Boca Raton, CRC Press Taylor E Francis Group, pp. 104, 2006.

KUANG, S. S.; OLIVEIRA, J. C.; CREAN, A. M. Microencapsulation as a tool for incorporating bioactive ingredients into food. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 50, n. 10, p. 1913-1918, 2010.

LEOPOLDINI, M.; RUSSO, N.; TOSCANO, M. The molecular basis of natural polyphenolic antioxidants. **Food Chemistry**, v. 125, p. 288-306, 2011.

LEWICKI, P. P. Design of hot air drying for better foods. **Trends in Food Science & Technology**, v. 17, p.153-163, 2006.

LOPÉZ-CORDOBA, A.; DELADINO, L.; AGUDELO-MESA, L.; MARTINO, M. Yerba mate antioxidant powders obtained by co-crystallization: Stability during storage. **Journal of Food Engineering**, v. 124, p. 158-165, 2014.

LÓPEZ-CORDOBA, A.; DELADINO, L.; MARTINO, M. Effect of starch filler on calcium-alginate hydrogels loaded with yerba mate antioxidants. **Carbohydrate Polymers**, v. 95, n. 5, p. 315-323, 2013.

LÓPEZ-CORDOBA, A.; DELADINO, L.; MARTINO, M. Release of yerba mate antioxidants from com starch-alginate capsules as affected by structure. **Carbohydrate Polymers**, v. 99, n. 2, p. 150-157, 2014.

MADENE, A.; MURIEL, J.; SCHER, J.; DESOBRY, S. Flavour encapsulation and controlled release – a review. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 41, n. 1, p. 1-21, 2006.

MATSUMOTO, R.L.; BASTOS, D. H.; MENDONÇA, S.; NUNES, V. S.; BARTCHEWKY, W.; RIBEIRO, M. L. DE OLIVEIRA CARVALHO, P. Effects of mate tea (*Ilex paraguariensis*) ingestion on mRNA expression of antioxidant enzymes, lipid peroxidation, and total antioxidants status in healthy young women. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 57, p. 1775–1780, 2009.

MEINHART, A. D.; BIZZOTTO, C. S.; BALLUS, C. A.; POLONI RYBKA, M. R.; SOBRINHO, M. R.; CERRO-QUINTANA, R. S.; TEIXEIRA FILHO, J.; GODOY, H. T. Methylxanthines and phenolics content extracted during the consumption of mate (*Ilex paraguariensis* A. St.Hil) beverages. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 58, n. 4, p. 2188-2193, 2010.

MEJIA, E. G.; SONG, Y. S.; HECK, C. I.; RAMIREZ-MARES, M. V. Yerba mate tea (*Ilex paraguariensis*): phenolics, antioxidant capacity and *in vitro* inhibition of colon cancer cell proliferation. **Journal of Functional Foods**, v. 2, p. 23-34, 2010.

MENINI, T.; HECK, C.; SCHULZE, J.; DE MEJIA, E.; GUGLIUCCI, A. Protective action of *Ilex paraguariensis* extract against free radical inactivation of paraoxonase-1 in high-density lipoprotein. **Planta Medica**, v. 73, n. 11, 2007.

MIRANDA, D. D.; ARCARI, D. P.; PEDRAZZOLI, J. Jr.; CARVALHO, Pde. O.; CERUTTI, S. M.; BASTOS, D. H.; RIBEIRO, M. L. Protective effects of mate tea (*Ilex paraguariensis*) on H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-induced DNA damage and DNA repair in mice. **Mutagenesis**, v. 23, n. 4, p. 261–265, 2008.

MISHRA, P.; MISHRA, S.; MAHANTA, C. L. Effect of maltodextrin concentration and inlet temperature during spray drying on physicochemical and antioxidant properties of amla (*Emblica officinalis*) juice powder. **Food and Bioproducts Processing**, v. 92, p. 252-258, 2013.

MIYAWAKI, O.; LIU, L.; SHIRAI, Y.; SAKASHITA, S.; KAGITANI, K. Tubular ice system for scale-up of progressive freeze-concentration. **Journal of Food Engineering**, v. 69, p. 107-113, 2005.

MOLYNEUX, P. The use of the stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity. **Songklanakarín Journal Science Technology**, v. 26, n. 2, p. 211-219, 2004.

MORENO, F. L.; HERNÁNDEZ, E.; RAVENTÓS, M.; ROBLES, C.; RUIZ, Y. A process to concentrate coffee extract by the integration of falling film and block freeze-concentration. **Journal of Food Engineering**, v. 128, p. 88-95, 2014.

MORETTI, C. L.; ARAUJO, A. L.; MATTOS, L. M. Evolution of different oxygen. Carbon dioxide and nitrogen combinations employed to extend the shelf life of fresh-cut collard greens. **Horticultura Brasileira**, v. 21, n. 4, p. 676-680, 2003.

MOSIMANN, A. L.; WILHELM-FILHO, D.; DA SILVA, E. L. Aqueous extract of *Ilex paraguariensis* attenuates the progression of atherosclerosis in cholesterol-fed rabbits. **BioFactors**, v. 26, n. 1, p. 59–70, 2006.

MUNIN, A.; EDWARDS-LÉVY, F. Encapsulation of natural polyphenolic compounds: a review. **Pharmaceutics**, v. 3, p. 793-829, 2011.

MURAKAMI, A. N. N.; AMBONI, R. D. M. C.; PRUDÊNCIO, E. S.; AMANTE, E. R.; ZANOTTA, L. M.; MARASCHIN, M.; PETRUS, J. C. C.; TEÓFILO, R. F. Concentration of phenolic compounds in aqueous mate (*Ilex paraguariensis* A. St. Hil) extract through nanofiltration. **LWT- Food Science and Technology**, v. 44, n. 10, p. 2211–2216, 2011.

NAKAGAWA, K.; MAEBASHI, S.; MAEDA, K. Freeze-thawing as a path to concentrate aqueous solution. **Separation and Purification Technology**, v. 73, n. 3, p. 403-408, 2010.

NEDOVIC, V; KALUSEVIC, A; MANOJLOVIC, V; LEVIC, S; BUGARSKI, B. An overview of encapsulation technologies for food applications. **Procedia Food Science**, v. 1, p. 1806–1815, 2011.

OBEIDAT, W. N. Recent patents review in microencapsulation of pharmaceuticals using de emulsion solvent removal methods. **Recent Patents on Drug Delivery & Formulation**, v. 3, n. 3, p. 178-192, 2009.

OLTHOF, M. R.; HOLMANN, P. C. H.; BUIJSMAN, M. N. C. P.; VAN AMELSVOORT, J. M. M.; KATAN, M. B. Chlorogenic acid, quercetin-3-rutinoside and black tea phenols are extensively metabolized in humans. **The Journal of Nutrition**, v. 133, p. 1806-1814, 2001.

PAGANINI STEIN, F. L.; SCMIDT, B.; FURLOG, E. B.; SPUZA-SOARES, M. C.; VAZ, M. R.; MUCCILLO BAISCH, A. L. Vascular responses to extractable fractions of *Ilex paraguariensis* in rats fed standard and high-cholesterol diets. **Biological Research Nursing**, v. 7, n. 2, p. 146–156, 2005.

PANG, S. F.; YUSOFF, M. M.; GIMBUM, J. Assessment of phenolic compounds stability and retention during spray drying of *Orthosiphon stamineus* extracts. **Food Hydrocolloids**, v. 37, p. 159-165, 2014.

PEREIRA, D. F.; KAPPEL, V. D.; CAZAROLLI, L. H.; BOLIGON, A. A.; ATHAYDE, M. L.; GUESSER, S. M.; DA SILVA, E. L.; SILVA, F. R. Influence of the traditional Brazilian drink *Ilex paraguariensis* tea on glucose homeostasis. **Phytomedicine**, v. 19, n. 10, 868–877, 2012.

PÉREZ-JIMÉNEZ, J.; SAURA-CALIXTO, F. Effect of solvent and certain food constituents on different antioxidant capacity assays. **Food Research International**, v. 39, n. 7, p. 791–800, 2006.

PIMENTEL, G. D.; LIRA, F. S.; ROSA, J. C., CARIS, A. V., PINHEIRO, F.; RIBEIRO, E. B.; OLLER DO NASCIMENTO, S. M.; OYAMA, L. M. Yerba mate extract (*Ilex paraguariensis*) attenuates both central and peripheral inflammatory effects of diet-induced obesity in rats. **Journal of Nutritional Biochemistry**, v. 24, n. 5, p. 809–818, 2012.

POMILIO, A. B.; TRAJTEMBERG, S.; VITALE, A. A. High-performance capillary electrophoresis analysis of mate infusions prepared from stems and leaves of *Ilex paraguariensis* using automated micellar electrokinetic capillary chromatography. **Phytochemical Analysis**, v. 13, n. 4, p. 235–241, 2002.

PRIOR, R. L.; WU, X.; SCHAICH, K. Standardized methods for the determination of antioxidant capacity and phenolics in foods and dietary supplements. **Journal Agricultural Food Chemistry**, v. 18, n. 45, p. 290-302, 2005.

PRUDÊNCIO, A. P. A.; PRUDÊNCIO, E. S.; AMBONI, R. D. M. C.; MURAKAMI, A. N. N.; MARASCHIN, M.; PETRUS, J. C. C.; LEITE, R. S. Phenolic composition and antioxidant activity of the aqueous extract of bark from residues from mate tree (*Ilex paraguariensis* St. Hil.) bark harvesting concentrated by nanofiltration. **Food and Bioproducts Processing**, v. 90, n. 3, p. 399-405, 2012.

PUANGPRAPHANT, S.; BERHOW, M.A., VERMILLION, K.; POTTS, G.; GONZALEZ DE MEJIA, E. Dicafeoylquinic acids in yerba mate (*Ilex paraguariensis* St. Hill) inhibit NF- $\kappa$ B nucleus translocation in macrophages and induce apoptosis by activating

caspsases-8 and -3 in human colon cancer cells. **Molecular Nutrition and Food Research**, v. 55, n. 10, p. 1509–1522, 2011.

QI, Z.H. XU, A. Starch-based ingredients for flavor encapsulation. **Cereal Foods World**, v.44, p. 460-465, 1999.

RATES, S. M. K. Metilxantinas. In: SIMÕES, C. M. O.; SCHENKEL, E. P., et al (Eds.). **Farmacognosia: da planta ao medicamento**, Florianópolis: Editora da UFSC/Porto Alegre: Editora da UFRGS, 2007.

REÍ, M. I. Formulating drug delivery systems by *spray drying*. **Drying Thecnology**, v. 24, n. 4, p. 433-446, 2006.

REÍ, M.I. Microencapsulation by spray drying. **Drying Technology**, v.16, p.1195-1236, 1998.

RESENDE, M. D. V.; STURION, J. A.; CARVALHO, A. P.; SIMEÃO, R. M.; FERNANDES, J. S. C. **Programa de melhoramento da ervamate coordenado pela EMBRAPA – resultados da avaliação genética de populações, progênies, indivíduos e clones**. Colombo: Embrapa Florestas, circular técnica 43, 2000. 67 p.

ROBERT, P.; GORENA, T.; ROMERO, N.; SEPULVEDA, E.; CHAVEZ, J.; SAENZ, C. Encapsulation of polyphenols and anthocyanins from pomegranate (*Punica granatum*) by *spray dryer*. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 45, p. 1386-1394, 2010.

ROGINSKY, V.; LISSI, E. A. Review of methods to determine chain breaking antioxidant activity in food. **Food Chemistry**, v.92, p.235-254, 2005.

ROTTA, E.; OLIVEIRA, Y. M. M. Cultivo da erva mate. Distribuição geográfica. **Embrapa Florestas**, ISSN 1678-8281, 2005. Disponível em:

<[http://sistemasdeproducao.cnptia.embrapa.br/FontesHTML/Ervamate/CultivodaErvaMate/02\\_distrib\\_geografica.htm](http://sistemasdeproducao.cnptia.embrapa.br/FontesHTML/Ervamate/CultivodaErvaMate/02_distrib_geografica.htm)> acesso em: 30 de janeiro de 2013.

SAÉNZ, C.; TAPIA, S.; CHÁVEZ, J.; ROBERT, P. Microencapsulation by spray drying of bioactive compounds from cactus pear (*Opuntia ficus-indica*). **Food Chemistry**, v. 114, p. 616–622, 2009.

SAN MARTÍN, R.; BRIONES, R. Industrial uses and sustainable supply of *Quillaja Saponaria* (Rosaceae) saponins. **Economic Botanic**, v. 53, n.3, p. 302-311, 1999.

SÁNCHEZ, J.; HERNÁNDEZ, E.; AULEDA, J.M.; RAVENTÓS, M. Freeze concentration of whey in a falling-film based pilot plant: process and characterization. **Journal of Food Engineering**, v.103, p.147-155, 2011.

SÁNCHEZ, J.; RUIZ, Y.; RAVENTÓS, M.; AULEDA, J. M.; HERNÁNDEZ, E. Progressive freeze concentration of orange juice in a pilot plant falling film. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 11, n. 4, p. 644-651, 2010.

SANTOS, D. T.; MEIRELES, M. A. A. Carotenoids pigments encapsulation: Fundamentals, techniques and recent trends. **The Open Chemical Engineering Journal**, v. 4, p. 42-50, 2010.

SCHENKEL, E. P.; GOSMAN, G.; ATHAYDE, M. L. Saponinas. In: SIMÕES, C. M. D. O.; SHENKEL, E. P.; GOSMANN, G.; MELLO, J. C. P. D.; MENTZ, L. A.; PETROVICK, P. R. (org.). *Farmacognosia: da planta ao medicamento*. Porto Alegre/Florianópolis: Editora da UFRGS/Editora da UFSC, 2003. p. 711-740.

SHAHIDI, F.; HAN, X. Q. Encapsulation of food ingredients. **Critical Reviews in Food Science Nutrition**, n. 33, p. 501-547, 1993.

SILVA F., J. M. **Aperfeiçoamento tecnológico do processo de criocentralização: modelagem e simulação**. Campinas: UNICAMP, 2003. Tese (Doutorado em Engenharia Química), Programa de Pós Graduação em Engenharia Química- Faculdade de Engenharia Química. UNICAMP, 2003.

SILVA, C.; RIBEIRO, A.; FERREIRA, D.; VEIGA, F. Administração oral de proteínas e peptídeos: II. Aplicação de métodos de

microencapsulação. **Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences**, v. 39, n. 1, p. 1-9, 2003.

SILVA, R. D.; BUENO, A. L.; GALLON, C. W.; GOMES, L. F.; KAISER, S.; PAVEL, C.; ORTEGA, G. G.; KUCHARSKI, L. C.; JAHN, M. O. The effect of aqueous extract of gross and commercial yerba mate (*Ilex paraguariensis*) on intra-abdominal and epididymal fat and glucose levels in male wistar rats. **Fitoterapia**, v. 82, n. 6, p. 818-826, 2011.

SIMÕES, C. M. O. et al. **Farmacognosia da Planta ao Medicamento**. 2ª ed. Porto Alegre / Florianópolis: Editora Universidade / UFRGS / Editora da UFSC, pág. 433- 449/ 723-738, 2000.

SONAGLIO, D.; ORTEGA, G. G.; PETROVICK, P. R.; BASSANI, V. L. **Desenvolvimento tecnológico e produção de fitoterápicos**. In: SIMÕES, C. M. O.; SCHENKEL, E. P.; GOSMANN, G.; MELLO, J. C. P.; MENTZ, L. A.; PETROVICK, P. R. *Farmacognosia – da Planta ao Medicamento*. Porto Alegre: Editora da UFRG/Editora da UFSC, 2007. p. 289-326.

SOTO-VACA, A.; GUTIERREZ, A.; LOSSO, J.N.; XU, Z.; FINLEY, J.W. Evolution of phenolic compounds from color and flavor problems to health benefits. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 60, p. 6658–6677, 2012.

SOUZA, T. C. R.; PARIZE, A. L.; BRIGHENTE, I. M. C.; FÁVERE, V. T.; LARANJEIRA, M. C. M. Chitosan microspheres containing the natural urucum pigment. **Journal of Microencapsulation**, v. 22, p. 511–520, 2005.

SPARG, S. G.; LIGHAT, M. E.; VAN STADEN, J. Biological activities and distribution of plant saponins. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 94, p. 219-243, 2004.

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

TIWARI, S.; GOEL, A.; JHA, K. K.; SHARMA, A. Microencapsulation techniques and its application: a review. **The Pharma Research**, v. 3, n. 12, 2010.

TRINDADE, C. S. F.; PINHO, S. C.; ROCHA, G. A. Review: microencapsulation of food ingredients. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 11, n. 2, p. 103-109, 2008.

TURAN, M.; ATES, A.; INANC, B. Fouling of reverse osmosis and nanofiltration membranes by dairy industry effluents. **Water Science Technology**, v. 45, n. 14, p. 355-360, 2002.

VALDUGA, A. T. **Uso sustentado e processamento de *Ilex paraguariensis* St. Hil.** São Paulo: Universidade Federal de São Carlos, 2002. Tese (Doutorado em Ciência), Programa de Pós Graduação em Ecologia e Recursos Naturais, Universidade Federal de São Carlos. São Paulo, 2002.

VENKATESAN, P.; MANAVALAN, R.; VALLIAPPAN, K. Microencapsulation: a vital technique in novel drug delivery system. **Journal of Pharmaceutical Sciences and Research**, v. 1, n. 4, p. 26-35, 2009.

VIEIRA, M. A.; ROVARIS, A. A.; MARASCHIN, M.; DE SIMAS, K. N.; PODESTÁ, R.; AMBONI, R. D.; BARRETO, O. L.; AMANTE, E. R. Chemical characterization of candy made of yerba mate (*Ilex paraguariensis* A. St. Hil.) residue. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 56, p. 4637- 4642, 2008.

WANG, Y.J.; WANG, L. Structures and properties of commercial maltodextrins from corn, potato, and rice starches. **Starch-Starke**, v.52, p.296-304, 2000.

WICHTL, M. **Herbal Drugs and Phytopharmaceuticals: A handbook for practice on a scientific basis**. 3. ed. Boca Raton: CRC, p. 366-368, 2003.

WILSON, N.; SHAH, N. P. Microencapsulation of vitamins. **ASEAN Food Journal**, v. 14, n. 1, p. 1-14, 2007.

WU, Y.; ZOU, L.; MAO, J.; LIU, S. Stability and encapsulation efficiency of sulforaphane microencapsulated by spray drying. **Carbohydrate Polymers**, v, 102, n. 15, p. 497-503, 2014.

XU, L.; WANG, S. The *Ginkgo biloba* extract concentrated by nanofiltration. **Desalination**, v. 184, p. 305-313, 2005.

## **CAPÍTULO 2**

**Microencapsulação por *spray drying* de extrato de *Ilex paraguariensis* crioconcentrado**



## Resumo

O extrato aquoso das folhas de erva mate concentrado, obtido na terceira etapa do processo de crioconcentração foi microencapsulado com maltodextrina por *spray drying*. O efeito da concentração de maltodextrina (20, 30 e 40 %) em função do teor de compostos fenólicos totais, atividade antioxidante, rendimento dos compostos fenólicos microencapsulados, morfologia e tamanho de partícula, teor de umidade, atividade de água, dissolução, higroscopicidade, análise de cor e propriedades térmicas foram investigados. A retenção dos compostos fenólicos, após a microencapsulação por *spray drying*, e a estabilidade das microcápsulas a 4 °C por 45 dias também foram determinados. Foi possível verificar um aumento no teor de compostos fenólicos totais do extrato aquoso das folhas de erva mate crioconcentrado em relação ao extrato inicial. O aumento da concentração de maltodextrina nas microcápsulas promoveu um aumento no rendimento dos compostos fenólicos microencapsulados, no tamanho das microcápsulas e no tempo de dissolução em água, enquanto que o teor de umidade, atividade de água e higroscopicidade diminuíram. Os parâmetros de cor indicaram que a maltodextrina protegeu as microcápsulas contra o calor durante o processo de secagem. Os resultados das análises térmicas sugerem aumento na estabilidade das microcápsulas. Além disso, as microcápsulas produzidas com maltodextrina apresentaram melhor retenção dos compostos fenólicos e maior estabilidade a 4 °C durante 45 dias.

**Palavras-chave:** *Ilex paraguariensis*. Crioconcentração. Microencapsulação. Compostos fenólicos totais. Atividade antioxidante. Maltodextrina.

**Abstract**

The mate leaves concentrated fluid from third stage of freeze concentration process was microencapsulated with maltodextrin by spray drying. The effect of maltodextrin concentration (20, 30 and 40 %) on the total phenolic compounds, antioxidant activity, microencapsulation yield, morphology, particle size, moisture content, water activity, dissolution, hygroscopicity, color and thermal properties were investigated. The retention of phenolic compounds after microencapsulation by spray drying and the stability at 4 °C for 45 days of the microcapsules were also determined. It was possible to verify an enhancement of the total phenolic content of mate leaves aqueous extract through freeze concentration compared with the initial extract. The high concentrations of maltodextrin in the microcapsules promoted higher phenolic compounds microencapsulated yield, higher particle size and the time required for the powders to dissolve in water, while the moisture content, water activity and higroscopicity decreased. The color parameters indicated that the maltodextrin protected the microcapsules against heat during spray drying process. The results of the thermoanalyses suggest an increase in the stability of the microcapsules. Besides, the microcapsules produced with maltodextrin showed better retention of phenolic compounds and had enhanced stability at 4 °C for 45 days.

**Keywords:** *Ilex paraguariensis*. Freeze concentration. Microencapsulation. Total phenolic compounds. Antioxidant activity, Maltodextrin.

## 1. Introdução

A erva-mate (*Ilex paraguariensis*) é uma planta nativa dos países Sul-americanos (Argentina, Uruguai, Paraguai e Brasil), e suas folhas processadas são consumidas na forma de infusão pela população local (HECK; DEMEJIA, 2007; BRACESCO et al., 2011; MENINI; GUGLIUCCI, 2011). Diversos estudos científicos têm demonstrado os efeitos benéficos da erva mate, principalmente relacionados às suas propriedades antioxidantes, devido ao alto teor de compostos fenólicos presentes em seu extrato aquoso (MENINI et al., 2007; HECK; DE MEJIA, 2007; ANESINI et al., 2012).

Estudos têm sido desenvolvidos para melhorar a composição do extrato aquoso da erva mate através de tecnologias de concentração, tais como a nanofiltração e a crioc Concentração (MURAKAMI et al., 2011; PRUDÊNCIO, et al., 2012; BOAVENTURA et al., 2013). A tecnologia de crioc Concentração aumenta a concentração de produtos alimentares líquidos, através de congelamento e posterior separação de parte da água congelada do produto líquido (BELÉN et al., 2012). Do ponto de vista da indústria de alimentos, a crioc Concentração é uma tecnologia adequada por manter a qualidade nutricional dos alimentos líquidos e minimizar a perda de componentes termolábeis, como os compostos fenólicos (SOCORRISTA; DE HALLEUX, 2009; SANCHEZ, et al., 2010). No entanto, o extrato aquoso crioc Concentrado de erva mate se torna altamente instável, devido à presença de grande quantidade de compostos fenólicos. Esses compostos são altamente suscetíveis à degradação por diversos fatores, tais como oxigênio, luz, pH e temperatura (BAKOWSKA; KUCHARSKA; OSZMIANSKI, 2003). Neste contexto, a estabilidade dos compostos fenólicos pode ser melhorada por meio da utilização de tecnologias de microencapsulação, tais como a atomização (ERSUS; YURDAGEL, 2007).

O processo de microencapsulação consiste no empacotamento de partículas, utilizando-se um material de parede (agente encapsulante), com o objetivo de proteger e aumentar a sua funcionalidade. Este processo ainda pode ser utilizado como uma opção para modificar as características de um produto, tais como a melhoria da sua aparência e também prevenir interações indesejáveis com a matriz alimentar (GOUIN, 2004; KUANG; OLIVEIRA; CREAN, 2010). Inúmeros agentes encapsulantes estão disponíveis para a aplicação em alimentos, tais como goma arábica, maltodextrinas e proteínas (SHAHIDI; HAN, 1993). A utilização de diferentes agentes encapsulantes pode resultar em microcápsulas com diferentes propriedades físicas, as quais dependem

da estrutura e das características de cada agente, podendo, também, modificar as propriedades funcionais das microcápsulas (CHEN et al., 2005; TONON et al., 2007).

Maltodextrinas são obtidas a partir da hidrólise ácida ou enzimática de alguns amidos (de milho, batata e outros), apresentam elevada solubilidade em água, baixa viscosidade, sabor agradável e produzem soluções incolores, sendo, assim, um ingrediente útil à indústria alimentar (GIBBS; KERMASH; MULLIGAN, 1999; GHARSALLAOUI et al., 2007). Neste contexto, o objetivo deste estudo foi microencapsular por *spray drying* utilizando maltodextrina como agente encapsulante, o fluido concentrado obtido da melhor etapa do processo de crioconcentração, a fim de aumentar a estabilidade dos compostos fenólicos. As microcápsulas foram caracterizadas com relação as suas propriedades químicas e físicas.

## 2. Material e Métodos

### 2.1 Material

#### 2.1.1 Reagentes

Os reagentes Folin-Ciocalteu, o radical 2,2-difenil-1-picrilhidrazila (DPPH), 2,4,6-tripiridil-s-triazina (TPTZ), 6-hidroxi-2,5,7,8-tetrametilcroman-2-ácido carboxílico (Trolox), ácido clorogênico, ácido gálico, ácido cafeico, ácido p-cumárico, ácido 3,5-dicafeoilquínico, 3,4-diidroxibenzoico e maltodextrina (DE 16.5-19.5) foram adquiridos da Sigma Chemical Co. (St., Louis MO, USA). Metanol, ácido acético e n-butanol foram obtidos da Vetec (Duque de Caxias, RJ, Brasil). Todos os reagentes são de grau analítico ou cromatográfico.

#### 2.2 Preparo do extrato aquoso de erva mate

As folhas de *Ilex paraguariensis* A. St. Hill. foram coletadas em Catanduvas-SC, sul do Brasil, em janeiro de 2013. As folhas foram secas em estufa com circulação de ar (FABBE, 171, São Paulo, Brasil) por 24 horas a  $45 \pm 2$  °C e moídas em moinho de facas (Marconi, MA-580, Piracicaba, Brasil) até se obter um tamanho de partícula menor do que 3,5 mm. As amostras foram acondicionadas em sacos plásticos hermeticamente fechados e, em seguida, em embalagens de alumínio e,

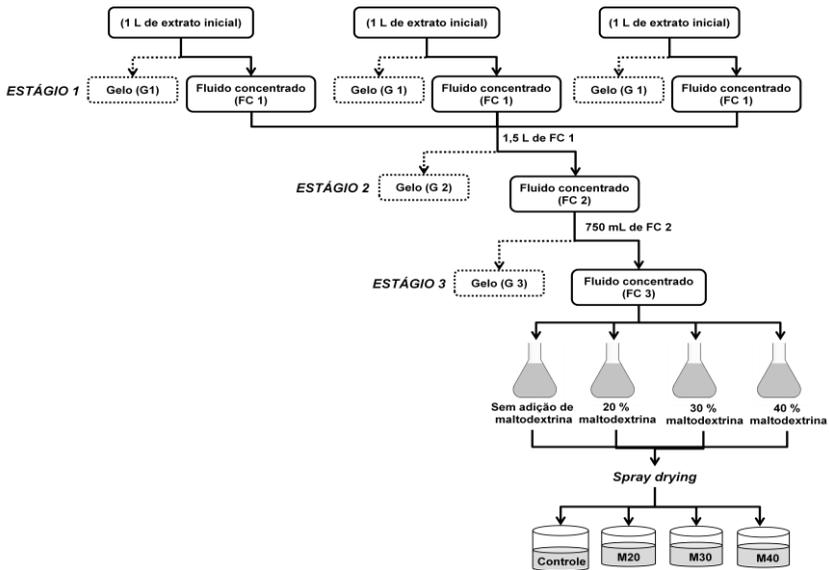
posteriormente, foram mantidas a  $-18 \pm 1$  ° C até o momento da preparação do extrato aquoso.

O extrato aquoso das folhas de erva mate foi preparado, utilizando-se 30 g de folhas trituradas em 1 L de água destilada, como descrito por Murakami et al. (2011). Após 3 minutos a 90 °C, o extrato aquoso de erva mate foi filtrado duas vezes com papel filtro (12,5 cm de diâmetro e 25 µm de tamanho de poro), com o auxílio de bomba de vácuo (Primatec, 131, Itu, Brasil). O volume do extrato foi completado para 1 L com água destilada, garantindo, assim, um extrato a 3 % (m/v).

### *2.3 Aplicação do protocolo da crioconcentração*

O processo de crioconcentração em blocos foi aplicado conforme descrito por Boaventura et al. (2013). O diagrama deste processo está apresentado na Figura 1. A técnica de crioconcentração em blocos é baseada no congelamento total de uma solução de alimentação, seguido por um procedimento de descongelamento parcial sob separação gravitacional simples, originando duas frações: o fluido concentrado (FC) e o gelo (G). Volume inicial de 3 L de extrato aquoso de folhas de erva mate foi dividido em três lotes de 1 L cada e, em seguida, foram congelados a  $-20 \pm 2$  °C. O processo de congelamento foi realizado em um freezer (Electrolux, FE 18, São Carlos, Brazil), através do congelamento indireto. Uma vez que a solução inicial foi congelada, 50 % do volume inicial foi descongelado à temperatura ambiente ( $20 \pm 2$  °C). O líquido descongelado constituiu o fluido concentrado do primeiro estágio da crioconcentração (FC1). Este fluido concentrado, obtido na primeira etapa, foi congelado a  $-20 \pm 2$  °C e utilizado como solução de alimentação no segundo estágio da crioconcentração. No final do segundo estágio da crioconcentração, 50 % da solução congelada foi descongelada, recolhida e congelada novamente. Este procedimento foi aplicado até o terceiro estágio do processo de crioconcentração. Cada fluido concentrado, obtido nas distintas etapas da crioconcentração, foi congelado a  $-20 \pm 2$  °C e utilizado como solução de alimentação da fase seguinte. O gelo remanescente de cada etapa do processo de crioconcentração e uma alíquota de cada fluido concentrado foram armazenados a  $-20 \pm 2$  °C para posterior análise química.

**Figura 1** – Esquema do procedimento de crioconcentração aplicado ao extrato aquoso das folhas de erva mate.



Fonte: Boaventura et al. (2013) com adaptações.

### 2.3.1 Determinação dos sólidos totais

O conteúdo de sólidos totais dos fluidos concentrados (FC) e dos gelos (G) foi determinado através da perda de peso após secagem em estufa a 80 °C e expresso em g/100 g (AOAC, 2005). Todas as análises dos fluidos concentrados e dos gelos foram realizadas em triplicata.

### 2.3.2 Avaliação do processo da crioconcentração

O fator de concentração de cada estágio da crioconcentração foi calculado de acordo com a metodologia proposta por Aider e Ounis (2012), em função do aumento da concentração da solução, em relação ao conteúdo de sólidos totais do extrato inicial da erva mate. O fator de concentração (%) foi obtido a partir da equação:

$$\text{Fator de concentração} = \frac{ST_n}{ST_0} \times 100 \quad (1)$$

onde  $ST_n$  é o conteúdo de sólidos totais g/100 g do fluido concentrado de cada etapa de crioc Concentração, e  $ST_0$  é o conteúdo de sólidos totais do extrato aquoso inicial das folhas de erva mate g/100 g.

A eficiência do processo da crioc Concentração foi determinada de acordo com Belén et al. (2012), com base no teor de compostos fenólicos totais (CFT). A eficiência do processo é referida como o aumento de CFT no fluido concentrado, em relação ao teor de CFT remanescente no gelo de cada etapa da crioc Concentração. A eficiência do processo foi calculada a partir da seguinte equação:

$$\text{Eficiência} = \frac{CFC_n - CFI_n}{CFC_n} \times 10 \quad (2)$$

onde  $CFC_n$  é o conteúdo de CFT do fluido concentrado (mg) em uma determinada etapa da crioc Concentração, e  $CFI_n$  é o conteúdo de CFT no gelo (mg) na mesma etapa da crioc Concentração.

#### 2.4 Microencapsulação por *spray drying*

Três soluções de alimentação foram preparadas, misturando-se o extrato concentrado, obtido a partir do terceiro estágio do processo de crioc Concentração com 20, 30, 40 % (m/v) de maltodextrina (DE 16.5-19.5). As soluções foram denominadas M20, M30 e M40, respectivamente. O extrato concentrado obtido a partir do terceiro estágio do processo de crioc Concentração, sem adição de maltodextrina, também, foi submetido à secagem em *spray dryer* e denominado controle (Figura 1). Todas as soluções de alimentação foram homogeneizadas em Ultraturrac IKA T25 a 14000 x g por 2 minutos e, em seguida, submetidas ao processo de microencapsulação em *spray dryer* de escala laboratorial (Buchi B-290 mini *spray dryer*, Flawil, Switzerland), operado com temperatura de entrada de ar de 150 °C e temperatura de saída de ar  $50 \pm 5$  °C. O fluxo de ar, a taxa de alimentação e a pressão de atomização foram de  $35 \text{ m}^3/\text{h}^{-1}$ , 6 mL/min e 0,7 MPa respectivamente.

As microcápsulas foram avaliadas com relação ao teor de compostos fenólicos totais, atividade antioxidante, rendimento dos compostos fenólicos microencapsulados, morfologia e tamanho de partícula, teor de umidade, atividade de água, dissolução,

higroscopicidade, cor e propriedades térmicas no dia da sua fabricação. A retenção dos compostos fenólicos, após o processo de *spray drying* também foi determinada, e a estabilidade das microcápsulas durante seu armazenamento por 45 dias a 4 °C foi observada. Todos os ensaios foram realizados em triplicata, com exceção da análise da morfologia e tamanho de partícula.

## 2.5 Análise das microcápsulas

### 2.5.1 Determinação de compostos fenólicos e atividade antioxidante

Para a liberação dos compostos fenólicos as microcápsulas produzidas por *spray drying* (controle, M20, M30 e M40) tiveram a estrutura do seu material de revestimento completamente destruídos pelo método proposto por Robert et al. (2010), com modificações. As microcápsulas foram pesadas de acordo com o teor de sólidos totais presentes na solução de alimentação antes de entrar no *spray dryer* e, posteriormente, foram dispersas em 1 mL de solução de etanol, ácido acético e água (50:8:42 v/v/v). Esta dispersão foi agitada, usando Vortex (VTX-F Biomixer, Brasil) por 1 min e, em seguida, foram levadas a um ultrasonicador (MaxiClean1650A, Indaiatuba, SP, Brasil) duas vezes por 20 min. O sobrenadante foi centrifugado a 12.000 x g durante 5 min e, depois, filtrado (0,45 µm, filtro Millipore).

As diferentes microcápsulas produzidas foram submetidas à análise de compostos fenólicos e atividade antioxidante. O teor de compostos fenólicos totais (CFT) foi analisado de acordo com a metodologia proposta por Singleton, Joseph e Rossi (1965). Os resultados foram expressos em mg de equivalentes de ácido clorogênico (EAC) por mL. A atividade antioxidante foi determinada através do poder antioxidante de redução do ferro (FRAP), conforme Benzie e Strain (1996). Trolox foi utilizado como padrão e os resultados foram expressos em µmol de equivalentes de trolox/mL. A atividade antioxidante também foi determinada pelo método de DPPH, seguindo a metodologia proposta por Brand-Williams, Cuvelier e Berset (1995). O ensaio foi estabelecido, a fim de expressar a concentração efetiva de amostra necessária para reduzir em 50 % a concentração inicial de DPPH (Concentração Eficiente = EC50 (mL da amostra/g de DPPH)).

Os compostos fenólicos também foram isolados e analisados, utilizando-se um sistema de cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) (Shimadzu LC-20AT, Kyoto, Japão), equipado com uma coluna de fase reversa (Supelco C18, 4.6 mm Ø x 150 mm)

(PAGLIOSA et al., 2010; SCHULDT et al., 2005), para avaliar a retenção dos compostos fenólicos após a microencapsulação. A identificação dos compostos fenólicos foi realizada por comparação dos tempos de retenção e espectros de absorção dos picos com o composto padrão. A análise quantitativa foi realizada por meio de curvas de calibração do ácido clorogênico (ácido 5-cafeoilquínico), ácido 3,5-dicafeoilquínico (ácido isoclorogênico), ácido cafeico, ácido 3,4-diidroxibenzoico, ácido p-cumárico e ácido gálico. A concentração final dos compostos nas amostras foi determinada como um teor médio após três injeções consecutivas.

### 2.5.2 *Rendimento dos compostos fenólicos microencapsulados*

Os compostos fenólicos da superfície foram determinados pelo método proposto por Robert et al. (2010), com modificações. As microcápsulas foram pesadas, conforme o teor de sólidos totais presentes na solução de alimentação antes de entrar no *spray dryer* e tratadas com 1 mL de uma solução de etanol e metanol (1:1). Estas dispersões foram homogeneizadas em Vortex (VTX-F Biomixer, Brasil) à temperatura ambiente durante 1 minuto e, em seguida, filtradas (Allcrom, simplepure NY 0,45 um, SP, SP, Brasil). O teor de compostos fenólicos foi determinado pelo método de Folin-Ciocalteu, como descrito anteriormente (SINGLETON; JOSEPH; ROSSI, 1965). Os compostos fenólicos da superfície (CFS) e o rendimento dos compostos fenólicos microencapsulados (RCFM) foram calculados como descrito por Robert et al. (2010), de acordo com as equações (3) e (4) respectivamente,

$$CFS (\%) = \frac{\text{Compostos fenólicos da superfície}}{\text{Conteúdo teórico de compostos fenólicos}} \times 100 \quad (3)$$

$$RCFM (\%) = 100 - CFS (\%) \quad (4)$$

### 2.5.3 *Morfologia e tamanho de partícula*

A morfologia das microcápsulas foi observada em microscópio eletrônico de varredura Jeol, modelo JSM 6390 LV (Jeol, Tóquio, Japão) a uma voltagem de 10 kV. As amostras, antes de serem colocadas em um suporte de alumínio, foram recobertas com uma fina camada de ouro em um equipamento Leica, modelo EM SCD 500 (Leica, Wetzlar, Alemanha), conforme descrito por Lian, Hsiao e Chou

(2002). As diferentes microcápsulas produzidas, também foram avaliadas com relação ao seu tamanho de partícula onde, pelo menos, 120 partículas foram medidas para calcular seu diâmetro (KRASAEKOOPT; BHANDARI; DEETH, 2004).

#### *2.5.4 Teor de umidade*

O teor de umidade foi determinado através da secagem em estufa a 105 °C, até peso constante, de acordo com a metodologia da AOAC (2005).

#### *2.5.5 Atividade de água*

A atividade de água foi medida, utilizando o equipamento Aqualab 4 TE (Decagon Devices, Pullman, WA, EUA), após prévia estabilização das amostras a 25 °C durante 15 minutos.

#### *2.5.6 Dissolução*

O teste de dissolução foi realizado através da adição de 1 g de amostra em 25 mL de água destilada (EL-TINAY; ISMAIL, 1985). As amostras foram agitadas em agitador magnético Dist, modelo DI 03 (Dist, Florianópolis, Brasil) a 892 rpm, com barra magnética de 2 mm x 7 mm, e o tempo (t), determinado através da completa dissolução das microcápsulas.

#### *2.5.7 Higroscopicidade*

A higroscopicidade foi determinada conforme a metodologia descrita por Cai e Corke (2000) e Fritzen-Freire et al. (2012). Amostras (aproximadamente 1g) foram colocadas em um recipiente hermético, contendo uma solução saturada de NaCl (umidade relativa de 75,3 %) a 25 °C e, após uma semana, as amostras foram pesadas, e a higroscopicidade foi expressa em g de umidade absorvida por 100 g de massa seca da amostra (g/100 g).

#### *2.5.8 Análise de cor*

A análise da cor foi determinada através de colorímetro (Minolta Chroma Meter CR-400, Osaka, Japão), ajustado para operar com iluminante D65 e ângulo de observação de 10°, previamente calibrado.

A escala de cor CIELab foi usada para medir os parâmetros  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$ . Na escala CIELab, o parâmetro  $L^*$  varia de 0 a 100, indicando uma variação de cor do preto ao branco. O parâmetro  $a^*$  mostra a variação do vermelho ( $+a^*$ ) ao verde ( $-a^*$ ), enquanto o  $b^*$  pode variar do amarelo ( $+b^*$ ) ao azul ( $-b^*$ ).

### *2.5.9 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)*

As curvas de DSC das microcápsulas foram obtidas, utilizando-se um equipamento Shimadzu DSC-60 (Shimadzu, Kyoto, Japão), calibrado com padrão referência de índio puro (99,99 %). Amostras de aproximadamente 2 mg foram colocadas em painéis de alumínio seladas, sob atmosfera de ar sintético (100 mL/ min) e aquecidas entre 30 °C e 300 °C com taxa de aquecimento de 10 °C/ min.

### *2.5.10 Análise termogravimétrica (TGA-DrTGA)*

As curvas termogravimétricas foram obtidas em termobalança DTG-60 (Shimadzu, Kyoto, Japão). As amostras das microcápsulas de aproximadamente 7 mg foram colocadas em recipiente de alumínio não seladas, sob atmosfera de ar sintético (100 mL/ min) e aquecidas entre 30 °C e 300 °C com taxa de aquecimento de 10 °C/min. O equipamento foi previamente calibrado com o padrão de oxalato de cálcio.

### *2.6 Estudo da estabilidade ao armazenamento*

As microcápsulas M20, M30, M40 e o controle foram avaliados quanto à sua estabilidade em relação ao teor de compostos fenólicos totais (CFT). As amostras foram armazenadas durante 45 dias a  $4 \pm 1$  °C com ausência de luz. Para determinar o CFT, frascos duplicados foram removidos nos dias 1, 15, 30 e 45 de armazenamento.

### *2.7 Análise estatística*

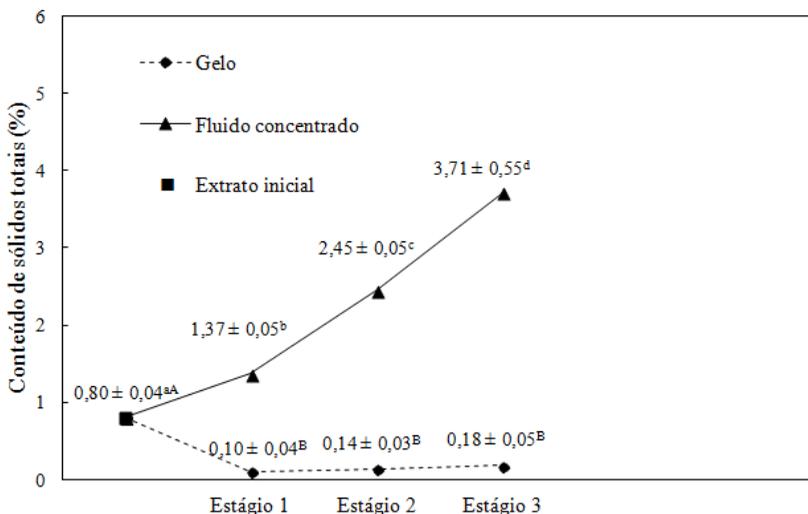
A análise dos dados foi realizada, utilizando o software STATISTICA 7.0 (StatSoft Inc., Tulsa, EUA). A análise de variância (ANOVA) foi utilizada para determinar diferenças significativas ( $P < 0,05$ ) entre as microcápsulas. As diferenças entre as médias foram determinadas pelo teste de Tukey.

### 3. Resultados e Discussão

#### 3.1 Conteúdo de sólidos totais e fator de concentração

A evolução do teor de sólidos totais no fluido concentrado de erva mate e no gelo em cada estágio da criocongelação está exposta na Figura 2. O teor de sólidos totais dos fluidos concentrados aumentou significativamente ( $P < 0,05$ ) em todos os estágios, quando comparado com o extrato inicial. O fator de concentração aumentou significativamente ( $P < 0,05$ ) em todos os estágios da criocongelação em comparação com o extrato inicial, obtendo-se valores de  $71,25 \pm 0,88$  % no primeiro estágio,  $206,25 \pm 8,83$  % no segundo estágio e  $363,75 \pm 9,72$  % no terceiro. O teor de sólidos totais nos gelos remanescentes em todos os estágios da criocongelação diminuiu significativamente ( $P < 0,05$ ) quando comparado ao extrato inicial. No entanto, não foi observada diferença significativa ( $P > 0,05$ ) nos gelos remanescentes entre os diferentes estágios de criocongelação aplicados (G1, G2 e G3). O aumento de sólidos totais no gelo, segundo Aider e Ounis (2012) pode ser explicado pelo fato de que os sólidos tendem a ficar retidos nas frações congeladas durante os estágios finais da criocongelação. Boaventura et al. (2013), ao concentrar extrato aquoso de erva mate relataram aumento no teor de sólidos totais remanescentes do gelo com a evolução dos estágios da criocongelação. Este resultado difere do encontrado no presente estudo, sugerindo que uma menor retenção de sólidos no gelo resultou em maiores fatores de concentração.

**Figura 2** - Teor de sólidos totais dos fluidos concentrados e dos gelos em função dos estágios da crioconcentração.



Os dados estão expressos em média  $\pm$  DP ( $n = 3$ ) do conteúdo de sólidos totais dos fluidos concentrados e dos gelos de cada etapa do processo. Letras minúsculas diferentes indicam diferença significativa ( $P < 0,05$ ) entre o extrato inicial e o fluido concentrado de cada estágio da crioconcentração. Letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa ( $P < 0,05$ ) entre o extrato inicial e o gelo remanescente de cada estágio da crioconcentração.

### 3.2 Eficiência da concentração dos compostos fenólicos

O teor de compostos fenólicos totais (CFT) dos fluidos concentrados e dos gelos e a eficiência do processo estão dispostos na Tabela 1. O efeito da crioconcentração foi significativo ( $P < 0,05$ ) no CFT em todos os fluidos concentrados em comparação ao extrato inicial e, além disto, o CFT aumentou significativamente ( $P < 0,05$ ) com a evolução do processo da crioconcentração. Nas frações de gelo, foi observado que o CFT no primeiro e segundo estágios da crioconcentração foi significativamente menor ( $P < 0,05$ ) com relação ao terceiro estágio. Este comportamento foi relatado, anteriormente, por Boaventura et al. (2013). De acordo com Aider, Halleux e Akbache (2007), em função da formação de pontes de hidrogênio, os compostos fenólicos são capazes de se ligar a um grande número de moléculas de água. Assim, ao aumentar a concentração de compostos fenólicos na solução, a água intersticial se torna menos disponível ao congelamento

e, como resultado, durante o processo de separação do fluido concentrado do gelo, a fase congelada pode permanecer com maiores teores de compostos fenólicos.

A maior eficiência do processo foi observada no terceiro estágio da crioc Concentração (Tabela 1). Estes resultados diferem dos encontrados por Belén et al. (2012) e Boaventura et al. (2013), que relataram menor eficiência do processo em função da evolução dos estágios da crioc Concentração, e que este fato está relacionado ao aumento da retenção de solutos no gelo. No entanto, o CFT no gelo residual foi menor do que o relatado por Belén et al. (2012) e Boaventura et al. (2013), para as águas residuais da produção de tofu e extrato aquoso de erva mate, respectivamente. Este fato sugere que a menor retenção de soluto no gelo residual, encontrado no presente estudo, promoveu aumento da eficiência do processo. Com base nestes resultados, o fluido concentrado do terceiro estágio da crioc Concentração (FC3) foi selecionado para ser utilizado no processo de microencapsulação por *spray drying*.

**Tabela 1** - Teor de compostos fenólicos totais (CFT) do extrato inicial, dos fluidos concentrados e dos gelos de cada estágio da crioc Concentração e eficiência do processo em relação ao teor de CFT.

		CFT (mg eq. Ácido clorogênico/mL)	Eficiência (%)
Extrato Inicial		4,13 ± 0,19 <sup>dA</sup>	
Estágio 1	FC1	7,29 ± 0,02 <sup>c</sup>	83,53 ± 0,65 <sup>†</sup>
	G1	1,20 ± 0,05 <sup>C</sup>	
Estágio 2	FC2	11,61 ± 0,02 <sup>b</sup>	89,58 ± 0,32 <sup>*</sup>
	G2	1,21 ± 0,04 <sup>C</sup>	
Estágio 3	FC3	15,60 ± 0,06 <sup>a</sup>	90,71 ± 0,21 <sup>*</sup>
	G3	1,45 ± 0,03 <sup>B</sup>	

Os dados estão expressos em média ± DP (n = 3). Letras minúsculas diferentes indicam diferença significativa (P < 0,05) entre o extrato inicial e o fluido concentrado de cada estágio da crioc Concentração. Letras maiúsculas diferentes indicam diferença significativa (P < 0,05) entre o extrato inicial e o gelo de cada estágio da crioc Concentração. Símbolos diferentes indicam diferença significativa (P < 0,05) na eficiência de cada estágio da crioc Concentração. FC, fluido concentrado; G, gelo.

### 3.3 Análise das microcápsulas

#### 3.3.1 Teor de compostos fenólicos totais, atividade antioxidante e rendimento dos compostos fenólicos microencapsulados

As microcápsulas produzidas com 30 % e 40 % de maltodextrina mostraram maior ( $P < 0,05$ ) rendimento de compostos fenólicos microencapsulados (RCFM) do que as microcápsulas produzidas com 20 % de maltodextrina (Tabela 2). Resultados semelhantes foram observados por Cilek et al. (2012), Pang, Yusoff e Gim bun (2014) e Saénz et al. (2009), para a microencapsulação de compostos fenólicos do bagaço de cereja, extrato de *Orthosiphom stamineus* e para uma espécie de cacto (*Opuntia ficus-indica*), utilizando maltodextrina respectivamente.

O CFT foi significativamente diminuído ( $P < 0,05$ ) quando a concentração de maltodextrina foi aumentada de 20 para 40 % (Tabela 2). Isto pode ser explicado devido ao efeito de concentração da maltodextrina. Resultados semelhantes foram encontrados por Mishra, Mishra e Mahanta (2013) e por Cam, İçyer e Erdogan (2013).

A atividade antioxidante das microcápsulas foi menor ( $P < 0,05$ ) com o aumento na concentração de maltodextrina que, em si, não apresenta atividade de eliminação de radicais livres e nem poder de redução do ferro, medida através dos métodos DPPH e FRAP. Este fato pode estar relacionado ao efeito da diluição de maltodextrina, à medida que a sua concentração foi aumentada. Estes resultados estão de acordo com os observados por Mishra, Mishra, e Mahanta (2013) em suco *amla* em pó. No entanto, Kha, Nguyen e Roach (2010) verificaram que o aumento na concentração de maltodextrina, de 10 % para 20 %, não exerceu efeito significativo na atividade antioxidante total de suco gac (*Momordica cochinchinensis*) em pó.

**Tabela 2** – Efeito da maltodextrina no teor de compostos fenólicos totais, atividade antioxidante e rendimento dos compostos fenólicos microencapsulados das microcápsulas e do controle.

Amostras	RCFM (%)	CFT (mg/g ácido clorogênico)	DPPH (EC50 (µg/g))	FRAP (µmol/g)
Controle	-	21,62 ± 0,04 <sup>a</sup>	12,29 ± 0,08 <sup>a</sup>	24,97 ± 0,07 <sup>a</sup>
M20	95,97 ± 0,29 <sup>b</sup>	12,60 ± 0,03 <sup>d</sup>	19,98 ± 0,26 <sup>b</sup>	19,48 ± 0,05 <sup>d</sup>
M30	96,72 ± 0,05 <sup>a</sup>	13,45 ± 0,25 <sup>c</sup>	19,63 ± 0,10 <sup>b</sup>	21,16 ± 0,64 <sup>c</sup>
M40	96,60 ± 0,06 <sup>a</sup>	9,21 ± 0,03 <sup>b</sup>	29,52 ± 0,32 <sup>c</sup>	15,76 ± 0,31 <sup>b</sup>

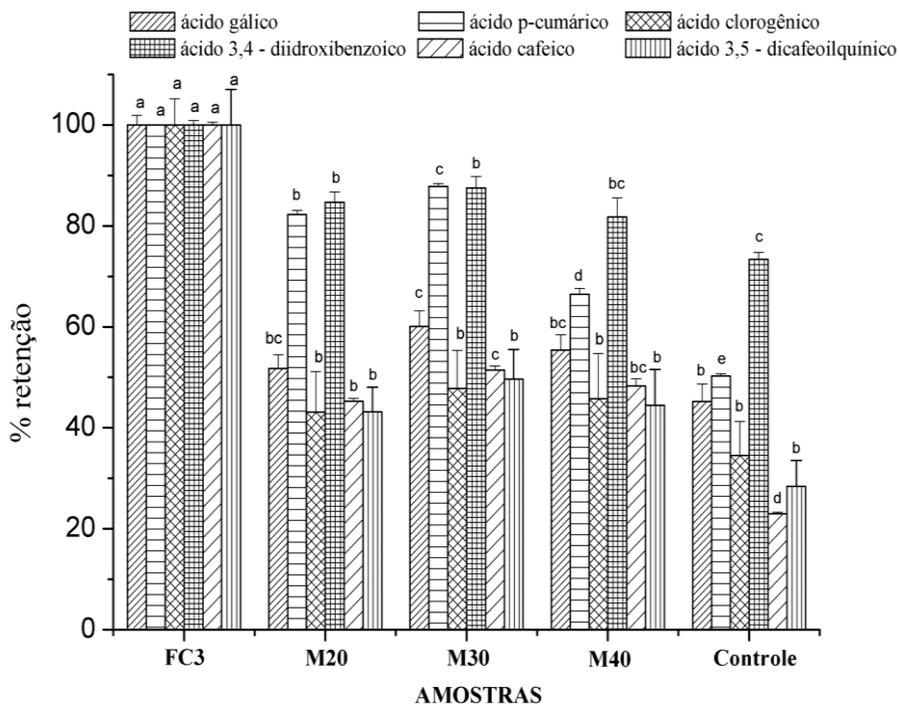
Os dados estão expressos em média ± DP (n = 3). Letras minúsculas diferentes indicam diferença significativa (P < 0,05) entre as microcápsulas. RCFM: rendimento dos compostos fenólicos microencapsulados; Controle (Fluido concentrado obtido a partir do terceiro estágio da crioconcentração, FC3, sem maltodextrina), M20 (FC3 com 20 % de maltodextrina), M30 (FC3 com 30 % de maltodextrina) e M40 (FC3 com 40 % de maltodextrina).

### 3.3.2 Retenção dos compostos fenólicos

A retenção dos compostos fenólicos na amostra controle e nas microcápsulas (M20, M30 e M40) foram comparados com o fluido concentrado do terceiro estágio da crioconcentração (FC3) (Figura 3), para avaliar o nível de preservação dos compostos fenólicos. Todas as formulações produzidas com maltodextrina mostraram boa retenção (variando de 43,14 % a 87,53 %) dos compostos fenólicos isolados do extrato aquoso crioconcentrado de erva mate (FC3). A amostra controle mostrou maior degradação dos compostos fenólicos especialmente para o ácido caféico (77,01 %) e o ácido 3,5-dicafeoilquínico (71,56 %). As retenções para os compostos fenólicos sem microencapsulação foram de 45,20 %, 50,25 %, 34,54 %, 73,42 %, 22,99 % e 28,44 % para o ácido gálico, ácido p-cumárico, ácido clorogênico, ácido 3,4-diidroxibenzoico, ácido caféico e ácido 3,5-dicafeoilquínico, respectivamente. Segundo Buchner et al. (2006) a maior presença de grupos hidroxila na estrutura molecular de compostos fenólicos os torna mais suscetíveis à

degradação térmica. Dessa forma, estes resultados sugerem que a maltodextrina apresenta efeito protetor sobre a microencapsulação dos compostos fenólicos.

**Figura 3** – Retenção de compostos fenólicos no Controle (Fluido concentrado obtido a partir do terceiro estágio da crioconcentração, FC3, sem maltodextrina), e nas microcápsulas, M20 (FC3 com 20 % de maltodextrina), M30 (FC3 com 30 % de maltodextrina) e M40 (FC3 com 40 % de maltodextrina) em comparação com o FC3.

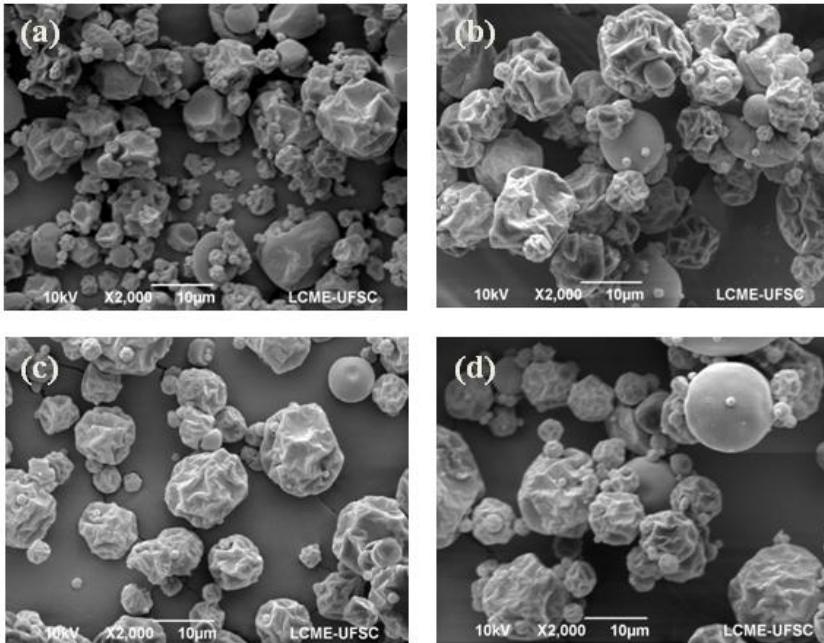


Os resultados estão expressos em média  $\pm$  desvio padrão ( $\Gamma$ ). Letras minúsculas diferentes indicam diferença significativa ( $P < 0,05$ ) entre o fluido concentrado do terceiro estágio da crioconcentração (FC3), as microcápsulas produzidas com maltodextrina e o controle.

### 3.3.3 Propriedades físicas das microcápsulas

Na Figura 4 (a-d) estão expostas as micrografias das diferentes microcápsulas, produzidas com maltodextrina (M20, M30 e M40) e do controle. A concentração de maltodextrina teve influência significativa na morfologia das microcápsulas. Após a secagem por *spray dryer*, a amostra controle apresentou maior superfície deformada e amassada, com maior presença de rugosidades do que aquelas microencapsuladas com maltodextrina. Rosenberg, Kopelman e Talmon (1985) relataram que a formação de superfícies amassadas das microcápsulas pode ser atribuída ao encolhimento das partículas durante o processo de secagem. Morfologia similar foi reportada por Robert et al. (2010) e por Saénz et al. (2009) para microcápsulas produzidas com maltodextrina.

**Figura 4** – Micrografias das microcápsulas produzidas com: (a) Controle (Fluido Concentrado, obtido a partir do terceiro estágio da crioconcentração, FC3, sem maltodextrina), (b), M20 (FC3 com 20 % de maltodextrina), (c), M30 (FC3 com 30 % de maltodextrina) e (d) M40 (FC3 com 40 %).



As microcápsulas apresentaram tamanhos variados, entre 10,69 e 15,95  $\mu\text{m}$  (Tabela 3), onde as concentrações mais elevadas de maltodextrina levaram à produção de partículas de maior tamanho. Fang e Bhandari (2010) relataram que estes tamanhos de partícula são esperados para microcápsulas obtidas através da secagem por *spray dryer*, podendo variar de 10 a 100  $\mu\text{m}$ . Segundo Pang, Yusoff e Gim bun (2014), este fato pode estar relacionado com a viscosidade da solução de alimentação, que aumenta de forma exponencial com a concentração de maltodextrina. Estes resultados estão de acordo com os verificados por Tonon, Brabet e Hubinger (2008) e Pang, Yusoff e Gim bun (2014).

A adição de maltodextrina na solução de alimentação antes da secagem por *spray dryer*, diminuiu o conteúdo de umidade dos pós produzidos por evaporação. Portanto, o conteúdo de umidade das microcápsulas M40 foi inferior ( $P < 0,05$ ) ao do controle (Tabela 3). Resultados semelhantes foram observados por Abadio et al. (2004), que relataram que o aumento da concentração de maltodextrina de 10 a 15 % resultou em decréscimo no conteúdo de umidade de suco de abacaxi em pó.

A atividade de água elevada indica maiores teores de água livre para a ocorrência de reações bioquímicas e, portanto, menor prazo de validade. A atividade de água ( $A_w$ ) das microcápsulas obtidas foi menor que do controle (Tabela 3) e, também permaneceu dentro do intervalo esperado para os produtos secos por *spray dryer*. Além disso, os valores encontrados estão dentro do limite recomendado para garantir melhor estabilidade de pós ( $< 0,3$ ) (TONON et al., 2009). Observou-se que o aumento na concentração de maltodextrina provocou diminuição na atividade de água das microcápsulas. Esses resultados foram consistentes com os relatados por outros pesquisadores (CALISKAN; DURIN, 2013; VARDIN; YASAR, 2012; TONON et al., 2009).

Devido a sua alta solubilidade em água, a maltodextrina é um dos agentes encapsulantes frequentemente utilizados como material de parede para secagem por atomização de extratos vegetais (CANO-CHAUCA et al., 2005). O tempo necessário para que os pós se dissolvessem em água foi maior ( $P < 0,05$ ) para microcápsulas M40, seguido da M30 e M20 (Tabela 3). Portanto, é possível observar que um aumento da concentração de maltodextrina causou uma diminuição na dissolução das microcápsulas. Comportamento similar foi encontrado por Abadio et al. (2004), que relataram que uma diminuição na concentração de maltodextrina melhorou a solubilidade dos pós. De acordo com Chen e Patel (2008) e Fang, Selomulya e Chen (2008), a solubilidade é um critério importante para avaliar o comportamento dos

produtos na fase aquosa, uma vez que pós alimentícios devem apresentar boa solubilidade, a fim de que possam ser úteis e funcionais na indústria de alimentos.

Os valores de higroscopicidade podem ser observados na Tabela 3. A adição de maltodextrina teve efeito significativo ( $P < 0,05$ ) na higroscopicidade das microcápsulas com relação ao controle. Foi possível observar uma diminuição neste parâmetro quando a concentração de maltodextrina aumentou. Resultados semelhantes foram relatados por Rodríguez-Hernández et al. (2005), Mishra, Mishra e Mahanta (2013) e Vidović et al. (2014) para suco em pó de *Opuntia streptacantha*, suco de *amla* e extrato de *satureja Montana* respectivamente.

**Tabela 3** – Propriedades físico-químicas do Controle (Fluido Concentrado, obtido a partir do terceiro estágio da crioconcentração, FC3, sem maltodextrina), M20 (FC3 com 20 % de maltodextrina), M30 (FC3 com 30 % de maltodextrina) e M40 (FC3 com 40 %).

<b>Propriedades</b>	<b>Microcápsulas</b>			
	<b>Controle</b>	<b>M 20</b>	<b>M 30</b>	<b>M 40</b>
<b>Tamanho de partícula (µm)</b>	10,69 ± 2,12 <sup>a</sup>	12,90 ± 3,00 <sup>a</sup>	13,08 ± 2,73 <sup>a</sup>	15,95 ± 3,76 <sup>a</sup>
<b>Teor de umidade (g/ 100 g)</b>	3,82 ± 0,06 <sup>a</sup>	3,65 ± 0,34 <sup>a</sup>	3,14 ± 0,70 <sup>ab</sup>	2,22 ± 0,56 <sup>b</sup>
<b>Atividade de água</b>	0,279 ± 0,005 <sup>a</sup>	0,252 ± 0,035 <sup>b</sup>	0,211 ± 0,001 <sup>b</sup>	0,205 ± 0,004 <sup>c</sup>
<b>Dissolução (s)</b>	292,01 ± 7,09 <sup>c</sup>	336,33 ± 12,22 <sup>c</sup>	421,66 ± 21,54 <sup>b</sup>	588,66 ± 55,96 <sup>a</sup>
<b>Higroscopicidade (g/ 100 g)</b>	25,91 ± 0,83 <sup>a</sup>	20,47 ± 1,82 <sup>b</sup>	18,75 ± 0,31 <sup>b</sup>	17,83 ± 0,08 <sup>b</sup>

Os dados estão expressos em média ± DP (n = 3). Diferentes letras sobrescritas na mesma linha indicam diferença significativa (P < 0,05) entre as microcápsulas. Controle (fluido concentrado obtido a partir do terceiro estágio da crioconcentração, FC3, sem maltodextrina), M20 (FC3 com 20 % de maltodextrina), M30 (FC3 com 30 % de maltodextrina) e M40 (FC3 com 40 % de maltodextrina).

### 3.3.4 Análise de Cor

Os resultados da análise de cor das microcápsulas e do controle estão dispostos na Tabela 4. Os parâmetros de cor dos pós secos por *spray dryer* foram significativamente afetados pela concentração de maltodextrina. Verificou-se que a luminosidade das amostras aumentou com o aumento da concentração de maltodextrina ( $P < 0,05$ ), enquanto que os valores  $a^*$  diminuíram ( $P < 0,05$ ), indicando uma tendência das amostras para a cor verde. Os valores para o parâmetro de  $b^*$  ( $P < 0,05$ ) também diminuíram, no entanto apresentaram valores positivos, indicando uma tendência para a cor amarela. Assim, foi possível notar um efeito protetor da maltodextrina contra o calor gerado durante o processo de microencapsulação por *spray drying*. Jafari et al. (2008) relataram que os materiais de parede são obstáculos físicos que podem diminuir os efeitos do oxigênio, luz, calor e umidade sobre ingredientes microencapsulados.

**Tabela 4** – Atributos de cor do Controle (Fluido Concentrado, obtido a partir do terceiro estágio da crioconcentração, FC3, sem maltodextrina), M20 (FC3 com 20 % de maltodextrina), M30 (FC3 com 30 % de maltodextrina) e M40 (FC3 com 40 %).

Amostras	$L^*$	$a^*$	$b^*$
<b>Controle</b>	62,33 ± 0,18 <sup>d</sup>	2,09 ± 0,01 <sup>a</sup>	25,52 ± 0,29 <sup>a</sup>
<b>M 20</b>	73,30 ± 1,13 <sup>c</sup>	0,66 ± 0,17 <sup>b</sup>	21,31 ± 1,23 <sup>b</sup>
<b>M 30</b>	75,75 ± 0,16 <sup>b</sup>	0,14 ± 0,01 <sup>c</sup>	20,65 ± 0,64 <sup>bc</sup>
<b>M 40</b>	79,41 ± 0,33 <sup>a</sup>	-0,38 ± 0,06 <sup>d</sup>	18,84 ± 0,73 <sup>c</sup>

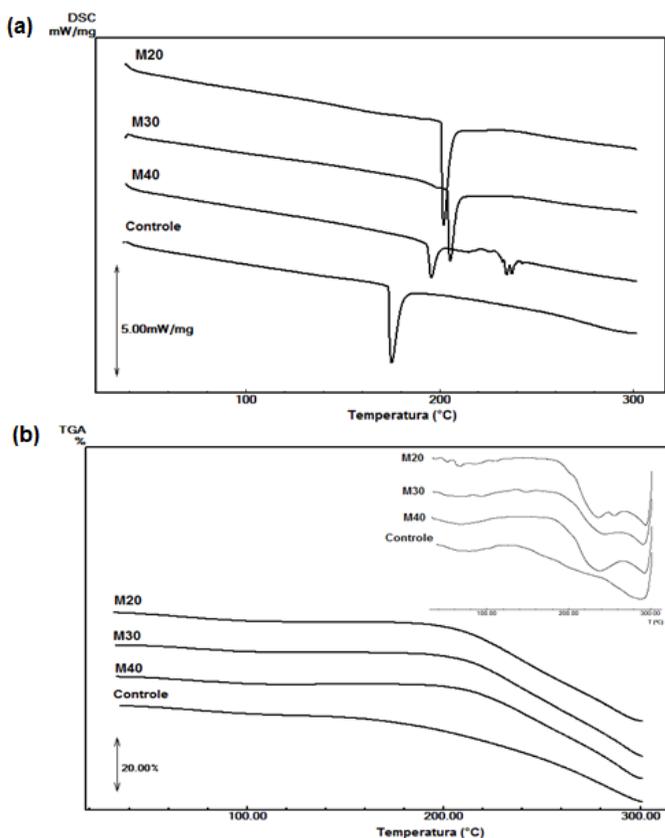
Os dados estão expressos como média ± DP (n = 3). Diferentes letras sobrescritas na mesma linha indicam diferença significativa ( $P < 0,05$ ) entre as microcápsulas. Controle (Fluido concentrado obtido a partir do terceiro estágio da crioconcentração, FC3, sem maltodextrina), M20 (FC3 com 20 % de maltodextrina), M30 (FC3 com 30 % de maltodextrina) e M40 (FC3 com 40 % de maltodextrina).

### 3.3.5 Análises térmicas

O comportamento térmico das microcápsulas pode ser observado nas curvas de DSC e TGA/DrTGA mostrados na Figura 5. Para amostras M20, M30, M40 e controle as curvas de DSC (Figura 5(a))

mostraram um pico endotérmico bem definido, que pode ser observado entre 196 °C e 205 °C para as microcápsulas produzidas com maltodextrina e a 175 °C para a amostra controle. Portanto, pode-se observar que a maltodextrina deslocou o ponto de fusão das microcápsulas, melhorando assim, sua estabilidade térmica. Comportamento semelhante foi relatado por Sansone et al. (2011) em amostras de *Fadogia ancyllantha* microencapsuladas com maltodextrina e maltodextrina/pectina.

**Figura 5** – Curvas de DSC (a) e TGA (b) do controle e microcápsulas. Controle (fluido concentrado, obtido a partir de terceira etapa, FC3, sem maltodextrina), M20 (FC3 com 20 % de maltodextrina), M30 (FC3 com 30 % de maltodextrina) e M40 (FC3 com 40 % de maltodextrina).

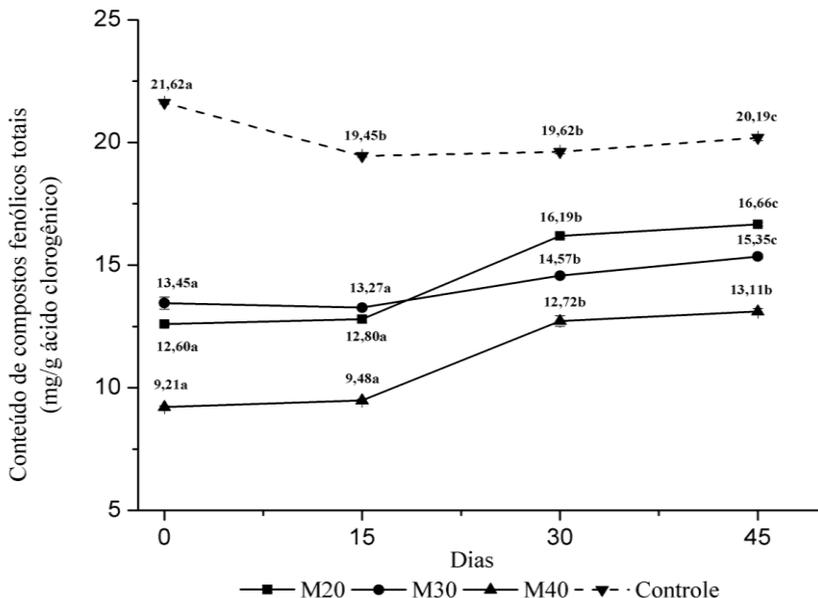


As curvas termogravimétricas das microcápsulas produzidas com maltodextrina e do controle estão expostas na Figura 5(b). Um primeiro evento pode ser observado nas curvas de TGA/DrTGA e o mesmo refere-se à perda de umidade, que ocorreu entre 30 °C e 100 °C. Após este primeiro evento, é possível observar que ocorreram mais um ou dois estágios de perda de massa, dependendo da amostra, os quais correspondem ao processo de decomposição. Para as microcápsulas produzidas com maltodextrina, uma perda de massa acentuada foi observada após 200 °C, enquanto que o controle iniciou sua perda de massa a 133 °C. Dessa forma, as curvas de TGA indicaram que a adição de maltodextrina proporcionou maior estabilidade para as microcápsulas em relação ao controle. Segundo Pereira, Carmello-Guerreiro e Hubinger (2009), a perda de massa nestes materiais, ao longo desta faixa de temperaturas, podem ser devido a uma possível degradação ou decomposição térmica de um ou mais componentes (polissacarídeos) e sua subsequente volatilização.

### 3.4 Estabilidade ao armazenamento

O efeito protetor da maltodextrina nos compostos fenólicos das microcápsulas é mostrado na Figura 6. Foi possível observar que as amostras M20, M30 e M40 foram mais estáveis do que o controle. Çam et al. (2013) relataram que microcápsulas produzidas por *spray drying* com maltodextrina foram mais estáveis do que os compostos fenólicos não encapsulados (sem material de revestimento), armazenados a 4 °C. Comportamento similar foi verificado por Saéñz et al. (2009) e por Barczak e Kolodziejczyk (2011), que observaram maiores recuperações dos compostos fenólicos como consequência da hidrólise dos polifenóis conjugados de cacto (*Opuntia ficus-indica*) e cassis (*Ribes nigrum L.*) respectivamente.

**Figura 6** – Estabilidade ao armazenamento do controle e das microcápsulas durante 45 dias a 4 °C. Controle (Fluido concentrado, obtido a partir do terceiro estágio da criocentralização, FC3, sem maltodextrina), M20 (FC3 com 20 % de maltodextrina), M30 (FC3 com 30 % de maltodextrina) e M40 (FC3 com 40 % de maltodextrina).



Os valores representam a média  $\pm$  desvio padrão ( $\pm$ ). O teor de compostos fenólicos totais foi baseado em análise por Folin-Ciocalteu. Letras diferentes após os valores médios indicam diferenças significativas entre os períodos de armazenamento de amostras ( $P < 0,05$ ).

#### 4. Conclusão

A tecnologia de criocentralização aumentou o teor de compostos fenólicos totais do extrato aquoso das folhas de erva mate. O melhor resultado para a eficiência do processo foi observado na terceira etapa da criocentralização, e este fluido concentrado (FC3) foi escolhido para ser microencapsulado por *spray drying*. As microcápsulas produzidas com 30 % e 40 % de maltodextrina apresentaram maior rendimento dos compostos fenólicos. A microencapsulação do fluido concentrado (FC3) com maltodextrina conseguiu reduzir a degradação dos compostos fenólicos durante a secagem por *spray dryer*. Após a secagem, a amostra controle apresentou maior presença de rugosidades do que as

microcápsulas. No entanto, as microcápsulas exibiram tamanho de partícula maior. A adição de maltodextrina provocou diminuição no teor de umidade, atividade de água e higroscopicidade. As concentrações mais elevadas de maltodextrina provocaram um aumento no tempo necessário para que as microcápsulas se dissolvessem em água. Os parâmetros de cor das microcápsulas foram afetados pela concentração de maltodextrina, que apresentou efeito protetor contra o calor durante o processo de *spray drying*. Os resultados das análises térmicas sugerem um aumento na estabilidade das microcápsulas. Finalmente, os resultados deste estudo indicam que a microencapsulação do extrato das folhas de erva mate crioconcentrado, utilizando maltodextrina, preservou os compostos fenólicos durante o processo de *spray drying* e, além disso, aumentou sua estabilidade durante o armazenamento sob a refrigeração. Dessa forma, as microcápsulas contendo o extrato aquoso crioconcentrado das folhas de erva mate, descritas neste estudo, representam um aditivo alimentar promissor para a incorporação em alimentos, devido ao seu potencial antioxidante e a presença de altos teores de compostos fenólicos.

## Referências

ABADIO, F. D. B.; DOMINGUES, A. M.; BORGES, S. V.; OLIVEIRA, V. A. Physical properties of powdered pineapple (*Ananas comosus*) juice - effect of maltodextrin concentration and atomization speed. **Journal of Food Engineering**, v. 64, p. 285-287, 2004.

AIDER, M.; DE HALLEUX, D.; AKBACHE, A. Whey cryoconcentration and impact on its composition. **Journal of Food Engineering**, v. 82, p. 92-102, 2007.

AIDER, M.; DE HALLEUX, D.; MELNIKOVA, I. Skim milk whey cryoconcentration and impact on the composition of the concentrated and ice fractions. **Food and Bioprocess Technology**, v. 2, p. 80-88, 2009.

AIDER, M.; OUNIS, W. B. Skim milk cryoconcentration as affected by the thawing mode: Gravitational vs. microwave-assisted. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 47, p. 195-202, 2012.

ANESINI, C.; TURNER, S.; COGOI, L.; FILIP, R. Study of the participation of caffeine and polyphenols on the overall antioxidant activity of mate (*Ilex paraguariensis*). **LWT - Food Science and Technology**, v. 45, p. 299–304, 2012.

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS – AOAC. **Official methods of analysis of the association analytical chemists**. 18th. Edition. Maryland, USA, 2005.

BAKOWSKA, A. M.; KUCHARSKA, A. Z.; OSZMIANSKI, J. The effects of heating, UV irradiation and storage on stability of anthocyanin-polyphenol copigment complex. **Food Chemistry**, v. 81, p. 349–355, 2003.

BAKOWSKA-BARCZK, A. M.; KOLODZIEJCZYK, P. P. Kolodziejczyk, P. P. Black currant polyphenols: Their storage stability and microencapsulation. **Industrial Crops and Products**, v. 34, p. 3101-3109, 2011.

BASTOS, D.H.M., OLIVEIRA, D. M.; MATSUMOTO, R. L.; CARVALHO, P. O.; RIBEIRO, M. L. Yerba maté: pharmacological properties, research and biotechnology (invited review). **Medicinal and Aromatic Plant Science and Biotechnology**, v.1, p. 37-46, 2007.

BELÉN, F.; SÁNCHEZ, J.; HERNÁNDEZ, E.; AULEDA, J. M.; Raventós, M. One option for the management of waste water from tofu production: Freeze concentration in a falling-film system. **Journal of Food Engineering**, v. 110, p. 364–373, 2012.

BENZIE, I. F.; STRAIN, J. J. The ferric reducing ability of plasma (FRAP) as a measure of “antioxidant power”: The FRAP assay. **Analytical Biochemistry**, v. 239, p. 70–76, 1996.

BOAVENTURA, B. C. B.; MURAKAMI, A. N. N.; PRUDÊNCIO, E. S.; MARASCHIN, M.; MURAKAMI, F. S.; AMANTE, E. R.; AMBONI, R. D. M. C. Enhancement of bioactive compounds content and antioxidant activity of aqueous extract of mate (*Ilex paraguariensis* A. St. Hil) through freeze concentration technology. **Food Research International**, v. 53, p. 686-692, 2013.

BRACESCO, N.; SANCHEZ, A. G.; CONTRERAS, V.; MENINI, T.; GUGLIUCCI, A. Recent advances on *Ilex paraguariensis* research: Minireview. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 136, p. 378–384, 2011.

BRAND-WILLIAM, W.; CUVELIER, M. E.; BERSET, C. Use of a free-radical method to evaluate antioxidant activity. **LWT- Food Science and Technology**, v. 28, p. 25–30, 1995.

BUCHNER, N.; KRUMBEIN, A.; RHON, S.; KROH, L. W. Effect of thermal processing on the flavonols rutin and quercetin. **Rapid Communications in Mass Spectrometry**, v. 20, p. 3229-3235, 2006.

CAI, Y. Z.; CORKE, H. Production and properties of spray-dried *Amaranthus* betacyanin pigments. **Journal of Food Science**, v. 65, p. 1248–1252, 2000.

CALISKAN, G.; DIRIM, S. N. The effects of the different drying conditions and the amounts of maltodextrin addition during spray drying of sumac extract. **Food and Bioproducts Processing**, v. 91, p. 539-548, 2013.

ÇAM, M.; İÇYER, N. C.; ERDOĞAN, F. Pomegranate peel phenolics: Microencapsulation, storage stability and potential ingredient for functional food development. **LWT – Food Science and Technology**, v. 55, p. 117-123, 2014.

CANO-CHAUCA, M.; STRINGHETA, P. C.; RAMOS, A. M.; CALVIDAL, J. 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, p. 420–428, 2005.

CHEN, X. D.; PATEL, K. C. Manufacturing better quality food powders from spray drying and subsequent treatments. **Drying Technology**, v. 26, p. 1313–1318, 2008.

CILEK, B.; LUCA, A.; HASIRCI, V.; SAHIN, S.; Sumnu, G. Microencapsulation of phenolic compounds extracted from sour cherry

pomace: effect of formulation, ultrasonication time and core to coating ratio. **European Food Research and Technology**, v. 235, p. 587-596, 2012.

EL-TINAY, A. H.; ISMAIL, I. A. Effect of some additives and processes on the characteristics of agglomerated and granulated spray-dried Roselle powder. **Acta Alimentaria Hungaricae**, 14, 283–295, 1985.

ERSUS, S.; Yurdagel, U. Microencapsulation of anthocyanin pigments of black carrot (*Daucus carota* L.) by spray drier. **Journal of Food Engineering**, v. 80, p. 805–812, 2007.

FANG, Y.; SELOMULYA, C.; CHEN, X. D. On measurement of food powder reconstitution properties. **Drying Technology**, v. 26, p. 3–14, 2008.

FANG, Z. X.; BHANDARI, B. Encapsulation of polyphenols - A review. **Trends in Food Science & Technology**, v. 21, p. 510–523, 2010.

FRITZEN-FREIRE, C. B.; PRUDÊNCIO, E. S.; AMBONI, R. D. M. C.; PINTO, S. S.; MURAKAMI, A. N. N.; MURAKAMI, F. Microencapsulation of bifidobacteria by *spray drying* in the presence of prebiotics. **Food Research International**, v. 45, p. 306-312, 2012.

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

GIBBS, B. F.; KERMASHA, S.; ALLI, I.; MULLIGAN, C. N. Encapsulation in the food industry: a review. **International Journal of Food Science and Nutrition**, v. 50, p. 213–224, 1999.

GOUIN, S. Microencapsulation: industrial appraisal of existing technologies and trends. **Trends in Food Science & Technology**, v. 15, p. 330–347, 2004.

HECK, C. I.; DE MEJIA, E. G. Yerba Mate tea (*Ilex paraguariensis*): A comprehensive review on chemistry, health implications, and

technological considerations. **Journal of Food Science**, v. 72, p. 138-151, 2007.

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

KHA, C. T.; NGUYEN, H. M.; ROACH, D. P. Effects of spray drying conditions on the physicochemical and antioxidant properties of the Gac (*Momordica cochinchinensis*) fruit aril powder. **Journal of Food Engineering**, v. 98, p. 385–392, 2010.

KRASAEEKOOPT, W.; BHANDARI, B.; DEETH, H. The influence of coating materials on some properties of alginate beads and survivability of microencapsulated probiotic bacteria. **International Dairy Journal**, v. 14, p. 737–743, 2004.

KUANG, S. S.; OLIVEIRA, J. C.; CREAN, A. M. Microencapsulation as a tool for incorporating bioactive ingredients into food. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 50, p. 1913-1918, 2010.

LIAN, W. C.; HSIAO, H. C.; CHOU, C. C. Survival of bifidobacteria after *spray drying*. **International Journal of Food Microbiology**, v. 74, p. 79-86, 2002.

MISHRA, P.; MISHRA, S.; MAHANTA, C. L. Effect of maltodextrin concentration and inlet temperature during spray drying on physicochemical and antioxidant properties of amla (*Emblica officinalis*) juice powder. **Food and Bioproducts Processing**, v. 92, p. 252-258, 2013.

MURAKAMI, A. N. N.; AMBONI, R.; PRUDÊNCIO, E. S.; AMANTE, E. R.; ZANOTTA, L. D.; MARASHHIN, M.; PETRUS, J. C. C.; TEÓFILO, R. F. Concentration of phenolic compounds in aqueous mate (*Ilex paraguariensis* A. St. Hil) extract through nanofiltration. **LWT- Food Science and Technology**, v. 44, p. 2211–2216, 2011.

PAGLIOSA, C. M.; VIEIRA, M. A.; PODESTA, R.; MARASCHIN, M.; ZENI, A. L. B.; AMANTE, E. R.; AMBONI, R. D. M. C.

Methylxanthines, phenolic composition, and antioxidant activity of bark from residues from mate tree harvesting (*Ilex paraguariensis* A. St. Hil.). **Food Chemistry**, v. 122, p. 173–178, 2010.

PANG, S. F.; YUSOFF, M. M.; GIMBUM, J. Assessment of phenolic compounds stability and retention during spray drying of *Orthosiphon stamineus* extracts. **Food Hydrocolloids**, v. 37, p. 159-165, 2014.

PEREIRA, L. M.; CARMELLO-GUERREIRO, S. M.; HUBINGER, M. D. Microscopic features, mechanical and thermal properties of osmotically dehydrated guavas. **LWT-Food Science and Technology**, v. 42, p. 378-384, 2009.

PRUDÊNCIO, A. P. A.; PRUDÊNCIO, E. S.; AMBONI, R. D. M. C.; MURAKAMI, A. N. N., MARASCHIN, M.; PETRUS, J. C. C.; OGLIARI, P. J.; LEITE, R. S. Phenolic composition and antioxidant activity of the aqueous extract of bark from residues from mate tree (*Ilex paraguariensis* St. Hil.) bark harvesting concentrated by nanofiltration. **Food and Bioproducts Processing**, v. 90, p. 399–405, 2012.

ROBERT, P.; GORENA, T.; ROMERO, N.; SEPULVEDA, E.; CHAVEZ, J.; SAENZ, C. Encapsulation of polyphenols and anthocyanins from pomegranate (*Punica granatum*) by spray drying. **International Journal Food Science & Technology**, v. 45, p. 1386-1494, 2010.

RODRÍGUEZ-HERNÁNDEZ, G. R.; GONZÁLEZ-GARCIA, R.; GRAJALES-LAGUNES, A.; RUIZ-CABRERA, M.A. Spray-drying of cactus pear juice (*Opuntia streptacantha*): Effect on the physicochemical properties of powder and reconstituted product. **Drying Technology**, v. 23, p. 955–973, 2005.

ROSENBERG, M.; KOPELMAN, I. J.; TALMON, Y. A scanning electron microscopy study of microencapsulation. **Journal of Food Science**, 50, 139-144, 1985.

SAÉNZ, C.; TAPIA, S.; CHAVÉZ, J.; Robert, P. Microencapsulation by spray drying of bioactive compounds from cactus pear (*Opuntia ficus-indica*). **Food Chemistry**, v. 114, p. 616–622, 2009.

SÁNCHEZ, J.; RUIZ, Y.; RAVENTOS, M.; AULEDA, J. M.; Hernandez, E. Progressive freeze concentration of orange juice in a pilot

plant falling film. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 11, 644–651, 2010.

SANSONE, F.; MENCHERINI, T.; PICERNO, P.; D'AMORE, AQUINI, R. P.; LAURO, M. R. Maltodextrin/pectin microcapsules by spray drying as carrier for nutraceutical extracts. **Journal of Food Engineering**, v. 105, p. 468-476, 2011.

SCHULDT, E. Z.; BET, A. C.; HORT, M. A.; IANSEN, C.; MARASCHIN, M.; CKLESS, K.; ROBEIRO-DO-VALE, R. M. An ethyl acetate fraction obtained from a Southern Brazilian red wine relaxes rat mesenteric arterial bed through hyperpolarization and NO-cGMP pathway. **Vascular Pharmacology**, v. 43, p. 62–68, 2005.

SHAHIDI, F.; HAN, X. Q. Encapsulation of food ingredients. **Critical Reviews in Food Science Nutrition**, v. 33, p. 501-547, 1993.

SINGLETON, V. L.; JOSEPH, A.; ROSSI, J. Colorimetry of total phenolics with phosphomolibdic-phosphotungstic acid reagents. **American Journal of Enology and Viticulture**, v. 16, p. 144–149, 1965.

TONON, R. V.; BRABET, C.; PALLET, D.; BRAT, P.; HUBINGER, M. D. Physicochemical and morphological characterisation of açai (*Euterpe oleraceae* Mart.) powder produced with different carrier agents. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 44, p. 1950–1958, 2009.

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

VARDIN, H.; YASAR, M. Optimisation of pomegranate (*Punica Granatum* L.) juice spray drying as affected by temperature and maltodextrin content. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 41, p. 167-176, 2012.

VIDOVIC, S. S.; VLADIC, J. Z.; VASTAG, Z. G.; ZEKOVIC, Z. P.; POPOVIC, L. M. Maltodextrin as a carrier of health benefit compounds in *Satureja montana* dry powder extract obtained by spray drying technique. **Powder Technology**, v. 258, p. 209-215, 2014.



## Anexo A - Trabalhos parciais apresentados em eventos



Se deja constancia que el trabajo científico titulado

### **CONCENTRAÇÃO DE METILXANTINAS DO EXTRATO AQUOSO DE ERVA MATE (*Ilex paraguariensis*) ATRAVÉS DA TECNOLOGIA DE CRIOCONCENTRAÇÃO**

de los autores

*\*Graciele L. NUNES; Brunna BOAVENTURA; Tamires DAMBROS; Elane S. PRUDÊNCIO;  
Renata D. M. C. AMBONI*

ha sido presentado en la modalidad póster en la 8ta edición del Simposio Internacional de Innovación y Desarrollo de Alimentos, INNOVA 2013, desarrollado los días 7, 8 y 9 de octubre de 2013 en la sede del LATU, en Montevideo, Uruguay.

M.Sc. Rosa Márquez Romero  
por Comité Científico INNOVA 2013



Se deja constancia que el trabajo científico titulado

**EFEITO DA CRIOCONCENTRAÇÃO SOBRE O CONTEÚDO DE  
COMPOSTOS FENÓLICOS E ATIVIDADE ANTIOXIDANTE DE EXTRATO  
AQUOSO DE ERVA MATE (*Ilex paraguariensis*)**

de los autores

*\*Graciele L. NUNES; Brunna BOAVENTURA; Silvani VERRUCK; Tamires DAMBROS; Elaine S. PRUDÊNCIO; Renata D. M. C. AMBONI*

ha sido presentado en la modalidad póster en la 6ta edición del Simposio Internacional de Innovación y Desarrollo de Alimentos, INNOVA 2013, desarrollado los días 7, 8 y 9 de octubre de 2013 en la sede del LATU, en Montevideo, Uruguay.

M.Sc. Rosa Márquez Romero  
por Comité Científico INNOVA 2013