

**UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ**

**LUANA REGINA BACHI**

**MICROENCAPSULAÇÃO DE ANTIOXIDANTES NATURAIS DE ERVA-MATE (*Ilex  
paraguariensis*) COM ALGINATO DE SÓDIO**

**FRANCISCO BELTRÃO**

**2023**

**LUANA REGINA BACHI**

**MICROENCAPSULAÇÃO DE ANTIOXIDANTES NATURAIS DE ERVA-MATE (*Ilex paraguariensis*) COM ALGINATO DE SÓDIO**

**Microencapsulation of natural antioxidants from yerba mate (*Ilex paraguariensis*) with sodium alginate**

Trabalho de conclusão de curso de graduação apresentada como requisito para obtenção do título de Bacharel em engenharia química da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Orientadora: Maria Helene Giovanetti Canteri

Coorientadora: Irede Angela Lucini Dalmolin

**FRANCISCO BELTRÃO**

**2023**



[4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/)

Esta licença permite compartilhamento, remixe, adaptação e criação a partir do trabalho, mesmo para fins comerciais, desde que sejam atribuídos créditos ao(s) autor(es). Conteúdos elaborados por terceiros, citados e referenciados nesta obra não são cobertos pela licença.

**LUANA REGINA BACHI**

**MICROENCAPSULAÇÃO DE ANTIOXIDANTES NATURAIS DE ERVA-MATE (*Ilex paraguariensis*) COM ALGINATO DE SÓDIO**

Trabalho de Conclusão de Curso de Graduação apresentado como requisito para obtenção do título de Bacharel em Engenharia Química da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Data de aprovação: 08 de Dezembro de 2023.

---

Maria Helene Giovanetti Canteri  
Doutorado  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná

---

Irede Angela Lucini Dalmolin  
Doutorado  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná

---

Tânia Maria Cassol  
Doutorado  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná

“A folha de aprovação assinada encontra-se na Coordenação de Curso”

**FRANCISCO BELTRÃO**

**2023**

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço de coração aos meus pais, cujo apoio incondicional, amor e compreensão foram a base sólida que me permitiu trilhar este caminho. Suas palavras de incentivo e sacrifícios não têm preço, e este trabalho é, em parte, um reflexo do investimento emocional e financeiro que fizeram em meu futuro.

Aos meus amigos, que estiveram presentes em todos os altos e baixos desta jornada, obrigado por compreenderem as ausências, por celebrarem as conquistas e por serem a rede de apoio que me impulsionou nos momentos desafiadores.

Agradeço também à minha orientadora e minha coorientadora, Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Maria Helene G. Canteri e Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Irede Angela Dalmolin, que foram faróis orientadores neste mar de conhecimento. Seus conselhos, críticas construtivas e dedicação foram essenciais para a realização deste trabalho. Em especial, quero prestar uma homenagem à Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Ivane Benedetti Tonial, inicialmente uma das coorientadoras deste TCC e que também foi minha orientadora de iniciação científica durante a graduação. Que guiou meus primeiros passos na pesquisa acadêmica, e por isso, expressei minha profunda gratidão por compartilhar seu conhecimento e por ser uma mentora brilhante e dedicada. Infelizmente, nos deixou, mas seu legado persiste como uma fonte constante de inspiração. Sua sabedoria e contribuições deixaram marcas indeléveis em meu percurso acadêmico, moldando não apenas meu desenvolvimento como estudante, mas também minha visão e paixão pela pesquisa. O vazio deixado por sua partida é imensurável, mas seu impacto positivo continuará a orientar meus passos e a influenciar positivamente meu caminho acadêmico. Que sua memória permaneça viva em cada conquista alcançada e que sua dedicação ao conhecimento inspire gerações futuras.

Não posso deixar de mencionar o Ronaldo Follmann Santos, nosso incansável técnico de laboratório. Sua expertise, paciência e disposição em ajudar foram cruciais para o desenvolvimento prático deste trabalho.

E agradeço também ao CMCM - Centro Multiusuário de Caracterização de Materiais – UTFPR *Campus* Curitiba e CENTRAL DE ANÁLISES – UTFPR *Campus* Pato Branco, respectivamente pelo auxílio com as análises de MEV e FTIR.

## RESUMO

Esse estudo abordou a otimização da extração de compostos fenólicos da erva-mate, considerando a influência da razão soluto solvente e da porcentagem de mistura de solvente. Os resultados destacaram a relevância desses fatores na concentração de compostos fenólicos no extrato. O ensaio com 5,5 g de erva-mate mostrou a concentração mais elevada, 7593,42 mgAGE/100g de amostra no extrato, enquanto concentrações acima desencadearam precipitação e saturação do soluto, reduzindo a extração. A porcentagem de etanol na mistura solvente também foi crucial. O ensaio com 60% de etanol resultou em 4661,73 mgAGE/100g, superando os demais. As características físico-químicas da matéria-prima, extrato e microcápsulas também foram analisadas. A umidade e o pH mostraram diferenças significativas entre as amostras, sendo a umidade da erva-mate in natura (61,95%) notavelmente superior às microcápsulas (3,24% e 3,26%). O pH da erva-mate in natura (5,57) não diferiu consideravelmente do extrato e microcápsulas. Os teores de cinzas nas microcápsulas (3,22% e 3,77%) diferiram da erva-mate in natura (5,03%). A solubilidade em água variou entre as microcápsulas vazias e com extrato (3,89% e 13,81%, respectivamente), sendo um parâmetro relevante para a liberação controlada de compostos ativos. A análise colorimétrica revelou diferenças nas coordenadas  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$ , evidenciando a influência do extrato na cor das microcápsulas. A morfologia das microcápsulas, observada por microscopia óptica e eletrônica de varredura, indicou a eficácia do processo de encapsulação, com destaque para a concentração do extrato no núcleo. Os compostos fenólicos e a capacidade antioxidante foram avaliados no extrato e nas microcápsulas. O extrato apresentou maior teor de compostos fenólicos (6698,01 mgEAG/100g) e maior atividade antioxidante pelo método FRAP (3340,78  $\mu\text{molFe}_2\text{SO}_4/\text{g}$ ) em comparação com as microcápsulas (775,14  $\mu\text{molFe}_2\text{SO}_4/\text{g}$ ). Essa diferença pode ser atribuída ao processo de encapsulação, que pode afetar o tempo de liberação dos compostos ativos. A análise por FTIR permitiu identificar grupos funcionais nos materiais estudados. A presença de bandas distintas nos espectros sugere interações entre os componentes do extrato e do alginato, indicando modificações na estrutura molecular após a incorporação do extrato. Em síntese, os resultados destacam a sensibilidade da extração de compostos fenólicos aos parâmetros experimentais, a influência da porcentagem de solvente e a eficácia da encapsulação. Além disso, as análises físico-químicas e colorimétricas forneceram *insights* sobre as características das microcápsulas, enquanto a análise por FTIR elucidou as interações moleculares. Essas informações são cruciais para o desenvolvimento de produtos com base em erva-mate, proporcionando subsídios para a indústria na busca por formulações com propriedades desejáveis e potencial antioxidante.

Palavras-chave: erva-mate; microcápsulas; antioxidantes, otimização.

## ABSTRACT

This study addressed the optimization of phenolic compound extraction from yerba mate by considering the influence of the solute-to-solvent ratio and solvent mixing percentage. The results highlight the relevance of these factors to the concentration of phenolic compounds in the extract. The assay with 5.5 g of yerba mate showed the highest concentration, 7593.42 mgAGE/100g of sample in the extract, while higher concentrations triggered solute precipitation and saturation, reducing extraction efficiency. The percentage of ethanol in the solvent mixture is also crucial. The assay with 60% ethanol resulted in 4661.73 mgAGE/100g, surpassing others. The physicochemical characteristics of the raw materials, extracts, and microcapsules were also analyzed. Moisture and pH showed significant differences among samples, with the moisture content of raw yerba mate (61.95%) notably higher than that of microcapsules (3.24% and 3.26%, respectively). The pH of raw yerba mate (5.57) did not differ significantly from that of the extract and microcapsules. The ash content of the microcapsules (3.22% and 3.77%) differed from that of raw yerba mate (5.03%). Water solubility varied between empty microcapsules and those with extract (3.89% and 13.81%, respectively), a relevant parameter for controlled release of active compounds. Colorimetric analysis revealed differences in L\*, a\*, and b\* coordinates, demonstrating the influence of the extract on the color of microcapsules. Microcapsule morphology, observed using optical and scanning electron microscopy, indicated the efficacy of the encapsulation process, particularly highlighting the concentration of the extract in the core. Phenolic compounds and antioxidant capacities of the extracts and microcapsules were assessed. The extract exhibited higher phenolic compound content (6698.01 mgEAG/100g) and greater antioxidant activity by the FRAP method (3340.78  $\mu\text{molFe}_2\text{SO}_4/\text{g}$ ) compared to microcapsules (775.14  $\mu\text{molFe}_2\text{SO}_4/\text{g}$ ). This difference may be attributed to the encapsulation process, which affects the release times of the active compounds. FTIR analysis was used to identify the functional groups in the studied materials. The presence of distinct bands in the spectra suggested interactions between the extract and alginate components, indicating structural modifications after extract incorporation. In summary, the results emphasize the sensitivity of phenolic compound extraction to experimental parameters, influence of solvent percentage, and efficacy of encapsulation. Additionally, physicochemical and colorimetric analyses provided insights into the microcapsule characteristics, while FTIR analysis elucidated the molecular interactions. This information is vital for yerba mate-based product development, providing industrial insights into formulations with desirable properties and antioxidant potential.

Keywords: yerba mate; microcapsules; antioxidant; optimization.

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	7
<b>1.1 Problema</b> .....	8
<b>1.2 Justificativa</b> .....	9
<b>1.3 Objetivos</b> .....	9
1.3.1 Objetivo geral .....	9
1.3.2 Objetivos específicos .....	9
<b>2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA</b> .....	11
<b>2.1 Aspectos gerais da erva-mate</b> .....	11
<b>2.2. Composição química da erva-mate</b> .....	11
<b>2.3. Atividade antioxidante da erva-mate</b> .....	12
<b>2.4. Antioxidantes naturais</b> .....	13
<b>2.5. Microencapsulação</b> .....	14
<b>2.6. Agentes encapsulantes</b> .....	15
<b>2.7. Método de gelificação iônica</b> .....	17
<b>3 MATERIAL E MÉTODOS</b> .....	<b>19</b>
<b>3.1 Material</b> .....	<b>19</b>
<b>3.2 Métodos</b> .....	19
3.2.1 Análises físico-químicas .....	19
3.2.2 Obtenção dos extratos hidroalcoólicos. ....	19
3.2.3 Obtenção das microcápsulas .....	20
3.2.4 Dosagem de compostos fenólicos .....	22
3.2.5 Atividade antioxidante .....	22
3.2.6 Imagens .....	22
3.2.7 Análise de cor.....	22
3.2.8 Solubilidade em água .....	23
3.2.9 Espectroscopia De Infravermelho Médio Com Transformada De Fourier (FTIR) .....	23
3.2.10 Tratamento de dados. ....	23
<b>4 RESULTADOS E DISCUSSÕES</b> .....	24
<b>4.1 Determinação da condição da razão soluto solvente</b> .....	24
<b>4.2 Determinação da porcentagem da mistura de solvente</b> .....	24
<b>4.3 Características físico-químicas</b> .....	25
<b>4.4 Determinação de cor</b> .....	27
<b>4.5 Imagens</b> .....	29
<b>4.6 Compostos fenólicos e antioxidantes das micro cápsulas</b> .....	32
<b>4.7 Espectroscopia de infravermelho médio com transformada de fourier (FTIR)</b> .....	33
<b>5 CONCLUSÃO</b> .....	37
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	39

## 1 INTRODUÇÃO

A erva-mate (*Ilex paraguariensis* St. Hil.) é uma planta nativa da América do Sul, cultivada na Argentina, Paraguai, Uruguai e nos estados do sul do Brasil, e em menor escala no Mato Grosso do Sul, em São Paulo e no Rio de Janeiro (Mazuchowski, 1989; Filip; Ferraro, 2004).

A erva-mate é geralmente consumida por infusão com água quente, sob duas formas: chá, pela adição de água à planta seca uma única vez, ou chimarrão, com a adição repetida ao mesmo material. Essas duas preparações podem extrair quase completamente os compostos bioativos solúveis em água. Também pode ser consumida na forma de "tererê", semelhante ao chimarrão, mas com água fria, no qual o mate é torrado levemente e deixado em local seco por cerca de oito meses (Filip *et al.*, 2000).

Ainda segundo Filip *et al.* (2000), a atividade antioxidante do *I. paraguariensis* é superior à de outros gêneros *Ilex* consumidos na América do Sul, e mantém suas propriedades preservadas na infusão da erva, o que leva a acreditar que o consumo regular dessa bebida pode melhorar significativamente a capacidade de defesa antioxidante humana.

Estudos têm demonstrado que a atividade antioxidante da erva-mate é equivalente ou maior que das vitamina C e E e do Trolox®, substâncias consideradas padrão para essa característica. Também observaram a existência de outros compostos, principalmente ácidos fenólicos, que podem eliminar os radicais livres formados no início do processo de oxidação (Bastos; Torres, 2003).

Devido ao desejo de preparar alimentos funcionais cujos componentes químicos sejam enriquecidos pela presença de compostos biologicamente ativos de origem natural (Shahidi; Ambigaipalan, 2015), a comunidade científica passou a utilizar extratos vegetais como aditivos alimentares. Exemplos de ingredientes funcionais com potenciais aplicações nas áreas alimentícia e farmacêutica são compostos como antioxidantes e fenólicos (Dordević *et al.*, 2015; Shahidi; Ambigaipalan, 2015).

Os antioxidantes naturais podem retardar a deterioração, ranço e mudança de cor causados pelo processo de oxidação (Coneglian *et al.*, 2011). Porém, os antioxidantes naturais são instáveis e se degradam quando expostos a condições adversas (como temperatura, pH, mudanças de umidade). Portanto, seu uso requer



processos e técnicas que permitam manter sua estabilidade funcional.

O processo de encapsulação de compostos bioativos tem por finalidade proteger o material encapsulado das substâncias ativas da oxidação e outras degradações causadas pelo ambiente externo por meio da presença de revestimentos poliméricos (De Barros Fernandes; Borges; Botrel, 2014). Através da tecnologia de microencapsulação de gelificação iônica, é possível ampliar o padrão de consumo de frutas, vegetais e ervas, manter suas características naturais e obter seus benefícios, permitindo sua liberação controlada para o alvo adequado, além de melhorar a absorção limitada e a biodisponibilidade desses compostos.

Neste contexto, este trabalho visa avaliar o potencial antioxidante de extratos hidroalcoólicos liofilizados e encapsulados de erva-mate (*Ilex paraguariensis*), buscando alternativas para modificar os efeitos adversos desse extrato (sabor e aroma fortes) com maior estabilidade para os compostos responsáveis pela atividade antioxidante.

## 1.1 Problema

De acordo com o FDA (*Food and Drug Administration*) os antioxidantes são substâncias usadas para preservar os alimentos, retardando a deterioração, o ranço e a descoloração causados pela auto-oxidação (Schwarz *et al.*, 2001).

Devido ao baixo custo, alta atividade antioxidante e a maior estabilidade comparado aos antioxidantes naturais, as indústrias optam por aditivos químicos de origem artificial na maior parte de seu processamento para prevenir o crescimento de microrganismos patogênicos e estender a vida útil de conservação dos produtos (Decker, 1996).

Porém, estudos indicam que altas doses desses antioxidantes sintéticos podem trazer problemas de saúde em seus consumidores. Alguns problemas citados por pesquisadores foram o potencial efeito carcinogênico, o aumento do peso do fígado e a significativa proliferação do retículo endoplasmático (Yildirim *et al.*, 2002; Zheng; Wang 2001).

Em vista disso, o mercado de ingredientes naturais encontra-se em constante crescimento, devido a preferência dos consumidores por alimentos mais seguros e saudáveis e o interesse em utilizar antioxidantes naturais para prevenir a oxidação em produtos estimula cada vez mais as pesquisas no âmbito (Balcewicz, 1997).

## 1.2 Justificativa

Vários produtos derivados de plantas, como frutas, folhas, sementes e óleos, têm recebido atenção como fontes de substâncias bioativas. A erva-mate é uma planta de composição química complexa que, além de suas propriedades, pode ser alvo de inúmeras aplicações, levando a um aumento no seu consumo (Maccari; Santos, 2000).

Os principais antioxidantes naturais incluem compostos fenólicos, ácido ascórbico, alfa-tocoferol e carotenóides. No entanto, o uso desses antioxidantes naturais é limitado pelo fato de que a maioria dos componentes são voláteis e instáveis na presença de calor, luz e oxigênio. Além disso, para sua aplicação, podem ter sabores e odores únicos, o que afeta suas propriedades sensoriais (Bagetti, 2009).

A microencapsulação é uma forma de reter as propriedades interessantes de compostos sensíveis, melhorando a estabilidade desses componentes e mantendo sua atividade biológica. Esse processo consiste basicamente na encapsulação de partículas bioativas por polímeros, com seu isolamento e proteção, proporcionando uma liberação lenta desses compostos, sendo utilizado com sucesso em muitas indústrias (Depypere *et al.*, 2003).

## 1.3 Objetivos

### 1.3.1 Objetivo geral

Caracterizar o extrato hidroalcoólico liofilizado de erva-mate (*Ilex paraguariensis*), encapsulado em matriz de alginato de sódio.

### 1.3.2 Objetivos específicos

- Realizar análises físico-químicas na erva-mate *in natura*
- Avaliar diferentes concentrações de solvente para obtenção de extrato com maior teor de fenólicos
- Caracterizar o extrato produzido com o solvente selecionado quanto à cor, teor de sólidos solúveis, pH e teor de compostos fenólicos
- Microencapsular os extratos hidroalcoólicos utilizando o processo de

gelificação iônica e secagem por liofilização

- Caracterizar as microcápsulas com extrato incorporado por meio de análises físico-químicas, morfológicas e de grupos funcionais, comparativamente às microcápsulas sem extrato.

## 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

### 2.1 Aspectos gerais da erva-mate

A erva-mate (*Ilex paraguariensis* St. Hil.) é uma espécie arbórea da família Aquifoliaceae originada nas regiões subtropicais da América do Sul e existente no sul do Brasil, norte da Argentina, Paraguai e Uruguai. Sendo consumida pela maioria da população desses países tem significativa importância cultural, econômica e social para essas regiões (De Mejia *et al.*, 2010; Bracesco *et al.*, 2011). De acordo com a FAO (2019) (Food and Agriculture Organization), em 2019, o Brasil produziu 517.779 toneladas de erva-mate, sendo o maior produtor de erva-mate do mundo, seguido pela Argentina com produção de 302.183 toneladas e o Paraguai 126.000 toneladas.

A erva-mate é composta por água, celulose, goma, dextrina, mucilagem, glicose, pentose, substâncias graxas, resina aromática, legumina, albumina, cafeína, cefearina, cafamarina, ácido metatetânico, ácido fólico, ácido caféico, ácido virídico, clorofila, colesterol e óleos essenciais (Da Croce, 2002; Mateos *et al.*, 2018). Trata-se de um produto oriundo inteiramente das folhas e ramos da variedade de *Ilex paraguariensis*, obtidos por meio de técnicas apropriadas (Resolução RDC nº. 302 de 07/11/2002). A erva-mate será classificada como chimarrão, quando for cancheada, padronizada, moída e pronta para ser consumida com água quente, e como tererê sofre o mesmo processo, para ser consumida em água fria. A padronização da erva-mate ocorre em função da porcentagem de folhas restantes após o peneiramento (Brasil, 1998). O processamento industrial da folha da erva-mate consiste nas etapas de colheita, sapeco, secagem, esmagamento, maturação e embalagem (Isolabella *et al.*, 2010). Durante o processamento industrial, as folhas de erva-mate irão alterar a distribuição e concentração dos compostos bioativos presentes na planta, podendo alterar assim sua atividade biológica (Isolabella *et al.*, 2010; Turner *et al.*, 2011).

### 2.2 Composição química da erva-mate

A erva-mate possui alguns compostos bioativos, sendo os compostos fenólicos encontrados em maior abundância, metabólitos secundários, geralmente envolvidos na resistência à radiação ultravioleta ou à invasão de patógenos (Manach *et al.*, 2004). Os compostos fenólicos são encontrados na erva-mate majoritariamente na forma de ácidos fenólicos, e em menor escala na forma de flavonóides. Entre os ácidos

fenólicos, o conteúdo de ácido clorogênico nas plantas é maior. A atividade antioxidante é a principal atividade biológica relacionada ao conteúdo de compostos fenólicos na erva mate (Bravo; Goya; Lecumberri, 2007).

Além disso, as folhas de erva-mate também possuem quantidades altas de saponinas triterpenóides, contendo em sua maioria núcleos de ácido ursólico ou de ácido oleanólico (Gnoatto; Shenkel; Bassani, 2005). Estudos *in vitro* indicam que as saponinas isoladas da erva-mate, bem como do extrato aquoso da planta, proporcionam efeito na diminuição do colesterol (Ferreira *et al.*, 1997).

### 2.3 Atividade antioxidante da erva-mate

Gugliucci e Menini (2003) relataram que o extrato de erva-mate (infusão) pode prevenir a inibição do plasminogênio e da antitrombina I induzida por metilglicoxal. Esse processo está relacionado às complicações vasculares causadas pelo diabetes pela reação de Amadori, com formação de compostos dicarbonila pela processo de oxidação, como a deoxiglucosana, metilglicoxal e glicoxal. Gorzalczany *et al.* (2001) avaliaram o efeito colerético e o poder de propulsão intestinal após a ingestão da erva-mate e os resultados confirmaram as atividades hepatoprotetora e digestiva dessa bebida.

Baisch *et al.* (1998) confirmaram o efeito vasodilatador da infusão da erva-mate em ratos e propuseram que essas bebidas contém compostos que podem causar vasodilatação dependente do endotélio.

Vários estudos relataram o alto potencial antioxidante do extrato aquoso de erva-mate *in vitro* (Bastos *et al.*, 2007; Heck; de Mejia, 2007). Zielinsky *et al.* (2014) observaram que comparado com outros extratos, o extrato aquoso de erva-mate obteve um maior sequestro do radical 2,2-difenil-1-picril-hidrazina (DPPH) e do potencial antioxidante redutor férrico (FRAP), promovendo melhor atividade antioxidante que outras espécies de plantas, exceto a camélia (chá verde). Já para a capacidade de absorção de radical de oxigênio (ORAC), Macedo *et al.* (2011) confirmaram que as amostras de erva-mate e chá verde têm valores semelhantes. O potencial antioxidante do extrato aquoso de erva-mate está principalmente relacionado ao alto teor de compostos fenólicos presentes na planta.

Além disso, Anesini *et al.* (2012) constataram que, entre os compostos fenólicos, o ácido clorogênico é o principal componente da erva-mate, responsável por

sua capacidade antioxidante. No entanto, Peres *et al.* (2013) observaram que 4,5-dicafeoilquínico, 3-cafeoilquínico, 5-cafeoilquínico e 4-cafeoilquínico estavam presentes principalmente em bebidas oriundas da erva-mate, confirmando a principal atividade antioxidante. Os contribuintes isolados são o ácido 3-cafeoilquínico, quercetina-3-O-ramnosilglicosídeo e quercetina-3-O-glicosídeo. Embora a erva-mate tenha alta atividade antioxidante, essa capacidade irá variar dependendo do processamento industrial das plantas. Turner *et al.* (2011) observaram que as diferentes etapas do processamento da erva-mate, como colheita, sapeco, secagem e maturação, impactam negativamente na atividade antioxidante da planta.

## 2.4 Antioxidantes naturais

Segundo Halliwell e Gutteridge (1990), antioxidantes são substâncias que, presentes em baixas concentrações podem reduzir ou prevenir significativamente a oxidação do substrato. Os antioxidantes podem ser encontrados naturalmente nos alimentos ou adicionados intencionalmente (Pinchuk *et al.*, 2012). Os compostos antioxidantes podem ser formados a partir de produtos sintéticos ou naturais, como vitaminas, minerais, pigmentos naturais e outros compostos vegetais (Bravo, 1998; Gallice, 2010; Silva *et al.*, 2010).

No corpo humano, esses compostos podem neutralizar a ação de substâncias reativas dos radicais livres. A ciência indica que os radicais livres estão relacionados a vários processos prejudiciais ao corpo, como mutagênese, carcinogênese, envelhecimento, inflamação, isquemia cerebral, arteriosclerose, diabetes e neurodegeneração (Alexi *et al.*, 2000; Ren *et al.*, 2001; Johnson, 2004; Durackova, 2010).

Os compostos fenólicos estão amplamente distribuídos na natureza e incluem um grupo de mais de 8.000 compostos identificados em plantas. Esses compostos podem ser pigmentos que conferem cor aos alimentos ou metabólitos secundários das plantas, geralmente derivados de mecanismos de defesa contra agressões externas. Também, pertencem a uma classe com uma variedade de estruturas químicas, simples ou complexas, caracterizadas pela presença de hidroxilas e anéis aromáticos, sendo o fenol seu composto mais simples. Essas moléculas lhes conferem propriedades como compostos antioxidantes e inúmeros efeitos biológicos, incluindo atividade antimicrobiana, antiinflamatório, antialérgico e vasodilatador (Bravo, 1998;

Gallice, 2010; Silva *et al.*, 2010).

Essa ampla classe de compostos é dividida em flavonóides e não flavonóides. O grupo dos flavonóides são os polifenóis e os não flavonóides são os ácidos fenólicos. Os ácidos fenólicos são divididos em dois grupos com estruturas diferentes os hidroxicinâmicos e os hidroxibenzóicos, que se diferenciam pelo número e posição da hidroxila no anel aromático (Stalikas, 2007).

Os flavonóides, incluindo flavonas, flavonóis e isoflavonas, constituem o grupo mais abundante de antioxidantes naturais, que podem inibir o processo de oxidação por diferentes mecanismos e atuar em diferentes espécies reativas de oxigênio. Sua principal função está relacionada à eliminação de radicais livres, e outros complexos são formados pela inativação do oxigênio singlete (a forma de reação do oxigênio). Esses compostos são geralmente pouco solúveis em fases orgânicas, mas exibem atividade antioxidante em, por exemplo, sistemas emulsificantes. Carotenóides e compostos de ácido ascórbico são definidos como antioxidantes sinérgicos, desativadores de oxigênio singlete e também podem reagir com grupos peroxil ou alquil (Kolakowska, 2003).

As catequinas também são antioxidantes naturais e suas propriedades antioxidantes dependem de sua estrutura química. Quando há radicais livres no anel catequina e grupos hidroxila nos anéis A, B e D, a atividade do composto é aumentada. A catequina pode capturar espécies reativas de oxigênio, como radicais superóxidos, peróxido de hidrogênio e radicais hidroxila, considerados extremamente prejudiciais a lipídios, proteínas e DNA. O modo de ação envolve basicamente a transferência de elétrons para espécies reativas de oxigênio e a formação de compostos menos reativos para estabilizá-los (Senanayake, 2013).

## **2.5 Microencapsulação**

A microencapsulação de substâncias ativas vegetais é uma tecnologia utilizada para solucionar os problemas relacionados à estabilidade e biodisponibilidade de substâncias ativas. Essa técnica envolve a inclusão do agente ativo em um envelope protetor, que pode ser uma película fina composta por derivados de carboidratos, gomas, proteínas, lipídios ou polímeros. O produto encapsulado é chamado de núcleo e o material que forma a cápsula, encapsulante, cobertura ou parede. No entanto, a escolha do tipo de material dependerá de sua capacidade de

fornecer proteção e aumentar a estabilidade do ingrediente ativo (Gibbs *et al.*, 1999; Chanchal; Swarnlata, 2009; Wisuitiprot *et al.*, 2011).

Esses sistemas podem fornecer muitas vantagens para produtos naturais, incluindo aumento da solubilidade e biodisponibilidade, melhoria da atividade biológica, aumento da estabilidade, liberação controlada e redução da degradação molecular devido aos fatores físicos e químicos (Saraf, 2010). De tal forma, essa tecnologia é de grande importância tanto para a indústria farmacêutica, como para a indústria alimentícia (Champahne; Fustier, 2007).

Portanto, a tecnologia ajuda a prolongar sua vida útil, manter o sabor, aroma e cor, reduzir a volatilidade, higroscopicidade e reatividade, melhorando assim a estabilidade do produto em condições adversas (Trindade; Pinho; Rocha, 2008; Silva *et al.*, 2013).

A tecnologia de microencapsulação tem sido desenvolvida devido a sua ampla aplicabilidade para atender às contínuas necessidades das indústrias alimentícia e farmacêutica por propriedades cada vez mais complexas em formulações. Portanto, por meio dessa tecnologia, além de promover a diluição uniforme do material encapsulante em alimentos ou preparações farmacêuticas, também auxilia na operação de encapsulação, promove liberação controlada e modifica odores e sabores desagradáveis (Gibbs *et al.*, 1999).

De acordo com o tamanho, as cápsulas podem ser classificadas em macro (> 5000  $\mu\text{m}$ ), micro (0,2-5000  $\mu\text{m}$ ) ou nanocápsulas (<0,2  $\mu\text{m}$ ). De acordo com a forma, podem ser divididas em microcápsulas, nas quais o núcleo está fortemente concentrado na área central, envolto por um filme de material de parede contínua definido, e microesferas, nas quais o núcleo está uniformemente disperso na matriz. As microcápsulas são classificadas como sistemas do tipo reservatório, denominadas "microcápsulas reais". Já as microesferas são classificadas como sistemas matriciais, nos quais uma pequena parte do material encapsulado ainda fica exposta na superfície (Matioli;Rodriguez-Amaya, 2003).

## **2.6 Agentes encapsulantes**

O encapsulante desempenha um papel crucial como um revestimento protetor das cápsulas, servindo para salvaguardar substâncias sensíveis, isolando-as do ambiente circundante (Suave *et al.*, 2006). Em termos de suas características



fundamentais, deve exibir baixa viscosidade e absorção de umidade, uma elevada concentração de sólidos, facilidade de manuseio durante o processo, a capacidade de evitar a aglomeração e a habilidade de dispersar ou emulsificar. Além disso, deve manter a estabilidade do material encapsulado e apresentar boas propriedades de moldagem. É crucial que a membrana não reaja com o conteúdo encapsulado e que seja capaz de manter esse material ativo dentro da estrutura da cápsula.

Outro aspecto essencial é que o encapsulante deve fornecer proteção máxima para os ingredientes encapsulados contra condições adversas, tais como exposição à luz, flutuações de pH, oxigênio e compostos ativos, ao mesmo tempo em que permite as características de liberação exigidas para os ingredientes encapsulados. Também é desejável que o encapsulante seja facilmente reconstituído, sem introduzir sabor ou odor desagradáveis, e, finalmente, que seja de baixo custo (Giunchedi *et al.*, 1998; Constant; Stringheta, 2002).

Existem diversos exemplos de encapsulantes, tanto de origem natural quanto sintética, que podem ser categorizados da seguinte forma:

**Quadro 1 – Tipos de agentes encapsulantes classificados de acordo com a sua origem.**

Tipos de agentes encapsulantes	Exemplos
Naturais	Gelatina, goma agar-agar, alginato de sódio, alginato de cálcio, dextrano, maltodextrina, quitosana, sacarose e cera.
Semi-sintéticos	Acetato de celulose, nitrato de celulose, estilcelulose, hidroxipropilcelulose, metilcelulose, carboximetilcelulose de sódio, álcool miristílico, mono, di e triestearato de glicerol.
Sintéticos	Polímeros do ácido acrílico e co-polímeros.

Fonte: Anson (2005).

Um exemplo notável de encapsulante é o alginato, um polissacarídeo hidrossolúvel de baixo custo encontrado nas paredes celulares de certas bactérias e algas marrons, como as algas *Phyllophyllum* e *Pyrocystis*. Quimicamente, o alginato é um copolímero linear, com alta massa molar, composto por partes rígidas e flexíveis, formado por dois tipos de ácido urônico: ácido  $\beta$ -D manurônico (M) e ácido  $\alpha$ -L gulurônico (G). Esses blocos podem se polimerizar de forma homogênea ou heterogênea (Cottrell, Kovacs, 1980 *apud* Célis, 2014; Draget; Taylor, 2011).

O alginato é amplamente empregado na microencapsulação devido à sua

capacidade de formar uma matriz de gel altamente versátil, biocompatível e não tóxica. Essa matriz pode proteger eficazmente os ingredientes ativos contra calor e umidade, melhorando sua estabilidade e biodisponibilidade (Funami *et al.*, 2009; Lupo *et al.*, 2014). Além disso, o alginato cria um ambiente aquoso praticamente inerte dentro da matriz e permite um processo de encapsulamento sem a necessidade de solventes orgânicos (Souza; Costa, 2014).

## 2.7 Método de gelificação iônica

A produção de micropartículas por meio da técnica de gelificação iônica é um processo simples, rápido e econômico, baseado na capacidade dos polieletrólitos de formarem ligações cruzadas na presença de contra-íons, resultando em uma estrutura tridimensional em forma de malha (Thies, 1995 *apud* Souza; Costa, 2014). Nesse processo, uma solução polimérica carregada negativamente forma ligações cruzadas com cátions de baixa massa molecular, resultando na formação de hidrogéis (Ré, 2010 *apud* Holkem; Codevilla; De Menezes, 2015). Uma das vantagens notáveis desse método é a sua capacidade de operar sob condições suaves, evitando altas temperaturas, agitação vigorosa ou o uso de solventes orgânicos, o que permite o encapsulamento de substâncias sensíveis a essas condições (Colak *et al.*, 2016; de Moura *et al.*, 2018; Mukai-Correa *et al.*, 2005).

As propriedades das partículas obtidas por meio da gelificação iônica, como a cinética de gelificação, volume, estabilidade e porosidade das cápsulas, bem como a taxa de difusão de solutos dentro ou fora da matriz polimérica, são diretamente influenciadas pela concentração de polissacarídeos, cátions, força iônica e pH (Nogueira, 2013).

Diversos estudos têm se concentrado na produção de partículas com alto valor nutricional e capacidade de proteção usando a técnica de gelificação iônica. Muitos desses estudos empregam o polímero alginato para encapsular extratos antioxidantes de diversas origens. Por exemplo, Lupo *et al.* (2014) utilizaram a gelificação iônica para encapsular extrato de cacau visando a produção de alimentos funcionais, comparando os mecanismos de gelificação externa (EG) e interna (GI). Observou-se que maiores concentrações de cálcio resultaram em partículas dealginato e cacau de menor diâmetro. Além disso, as partículas formadas por EG eram mais rígidas devido à formação de uma casca mais sólida quando o cálcio migrava da

parte externa das gotículas. Outro estudo conduzido por Córdoba; Deladino; Martino (2014) empregou extrato de erva-mate para enriquecer sopas e avaliou os mecanismos de liberação em diferentes condições de pH. Descobriu-se que as cápsulas úmidas liberavam seu conteúdo principalmente por difusão em  $\text{pH} = 2$ , enquanto as cápsulas secas e facilmente hidratadas liberavam a maior parte do extrato em solução ácida.

### 3. MATERIAL E MÉTODOS

#### 3.1 Material

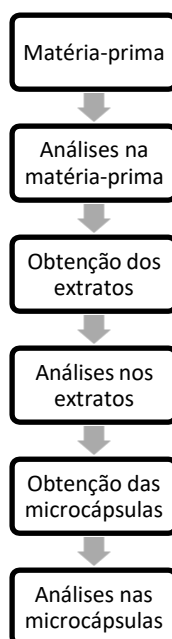
Matéria-prima: Folhas nativas de erva-mate (*Ilex paraguariensis*), coletadas no município de Dois Vizinhos-PR.

Ingredientes utilizados para obtenção das microcápsulas: Alginato de sódio e  $\text{CaCl}_2$ .

#### 3.2 Métodos

A metodologia foi realizada de acordo com o demonstrado na figura 1.

Figura 1- Diagrama da encapsulação da erva-mate e análises



Fonte: autoria própria (2023).

##### 3.2.1 Análises físico-químicas

As análises físico-químicas realizadas para caracterização da matéria-prima foram: teor de umidade (AOAC, 2008); teor de cinzas e pH, seguindo a metodologia descrita por IAL- Instituto Adolfo Lutz (2008). Sendo que as análises acima citadas, também serão realizadas nas microcápsulas.

##### 3.2.2 Obtenção dos extratos hidroalcoólicos

Inicialmente, um experimento foi conduzido sob condições fixas de tempo,

temperatura e tipo de solvente, com o objetivo de otimizar a relação entre solvente e soluto utilizando extrato etanólico de erva-mate, conforme descrito por Machado et al. (2016) com algumas adaptações.

Para isso, foram combinados 10 mL de álcool etílico P.A., previamente aquecido a 60 °C, com diferentes quantidades de erva-mate previamente moída (4g, 4,5g, 5g, 5,5g e 6g). A extração foi conduzida a 60 °C por um período de 30 minutos, com agitação constante em uma incubadora shaker a 710 rpm. Em seguida, o extrato foi submetido a uma centrifugação a 3.700 rpm por 10 minutos, à temperatura ambiente.

Após a centrifugação, o sobrenadante foi transferido para um béquer de 50 mL, e 10 mL de etanol P.A. foram adicionados ao resíduo, sendo vigorosamente agitados em vórtex para garantir homogeneização, e a centrifugação foi repetida. Durante esse processo, foram observadas as variações na coloração dos extratos, e em seguida, procedeu-se à quantificação dos fenólicos para determinar a proporção mais adequada entre soluto e solvente.

Depois de determinada a proporção ideal de soluto para solvente e o tempo de extração mais apropriado, procedeu-se com análises para identificar a combinação mais eficaz de solventes na extração de fenólicos da erva-mate, com o objetivo de encontrar a faixa que resultasse no maior rendimento de extração de fenólicos. Foram realizados quatro experimentos em triplicata, utilizando misturas de etanol e água nas seguintes proporções: 60/40, 70/30, 80/20 e 90/10.

Uma vez que todos os parâmetros de otimização foram estabelecidos, preparou-se novos extratos seguindo o procedimento descrito anteriormente, em seguida, os extratos foram submetidos à evaporação para remover o solvente. Por fim, os extratos foram liofilizados.

Os extratos e microcápsulas foram desidratados em liofilizador por 72 horas, e mantidos em congelador (-7 °C) até posterior uso.

### 3.2.3 Obtenção das microcápsulas

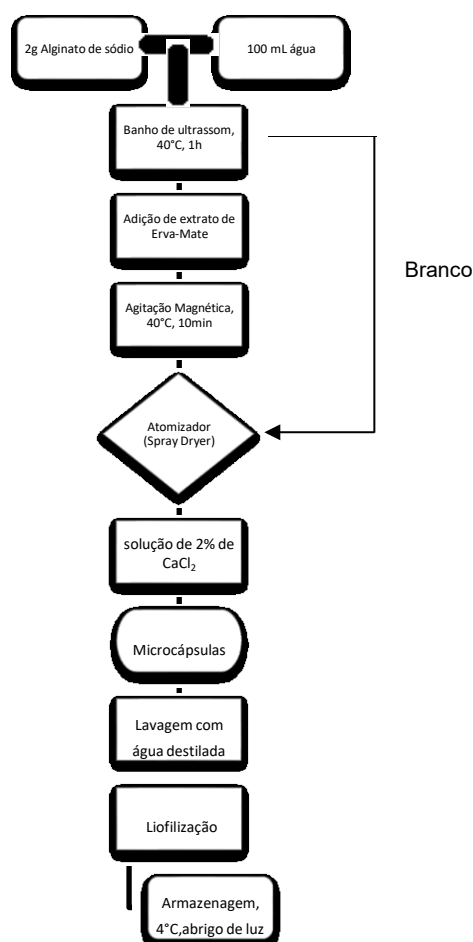
As microcápsulas de gel foram preparadas mediante a aplicação da técnica de gelificação iônica, empregando soluções aquosas contendo alginato de sódio a uma concentração de 2% e íons cálcio a uma concentração de 2% em peso, seguindo o protocolo inicialmente proposto por Mukai-Corrêa *et al.* (2005), com algumas modificações. Para a criação da matriz de gel, incorporou-se um extrato hidroalcoólico

liofilizado a uma proporção de 2% ao gel. Posteriormente, o gel foi atomizado na solução de  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  utilizando um spray dryer sob constante agitação magnética, empregando parâmetros que incluíam uma taxa de alimentação de 0,3L/h, um fluxo de ar de  $10\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$ , pressão de 10 bar e mantendo uma distância aproximada de 10 cm entre o líquido reticulante e o bico aspersor.

Após a formação das microcápsulas, estas foram imersas em uma solução de cloreto de cálcio e agitadas por um período de 30 minutos para garantir uma reticulação completa. Em seguida, as microcápsulas foram submetidas a um processo de filtração utilizando uma bomba a vácuo, congeladas e, por fim, liofilizadas. Cabe ressaltar que também foram produzidas microcápsulas vazias, ou seja, sem a presença do extrato de erva-mate, seguindo o mesmo procedimento descrito anteriormente.

A Figura 2 apresenta o procedimento metodológico adotado para o preparo das microcápsulas.

**Figura 2 - Fluxograma de preparo das microcápsulas de alginato**



Fonte: Autoria própria (2023).

### 3.2.4 Dosagem de compostos fenólicos

A quantificação dos compostos fenólicos totais foi realizada utilizando o método espectrofotométrico de Folin-Ciocalteu, conforme descrito por Singleton *et al.* (1999) com algumas modificações. Para a construção das curvas-padrão, tanto para o extrato de erva-mate quanto para as micropartículas, utilizou-se a diluição de uma solução padrão de Ácido Gálico. As leituras das absorbâncias foram executadas em um espectrômetro UV/VIS a 760 nm, e os resultados foram expressos em miligramas de ácido gálico equivalente (AGE) por 100 gramas de extrato.

### 3.2.5 Atividade antioxidante

Para determinação da atividade antioxidante foi utilizado o método de redução do radical 2,2 difenil-1-picril-hidrazil (DPPH), com adaptações (Brand-Williams, 1995), e o método de redução do complexo férrico-tripiridiltriazina (Fe III -TPTZ) em ferroso (Fe II -TPZ) FRAP, com adaptações (Pulido, 2000).

### 3.2.6 Imagens

A análise da morfologia das microcápsulas foi realizada com auxílio da microscopia óptica. Para essa análise, as cápsulas úmidas foram colocadas em lâminas e analisadas usando microscópio (LEICA – DM500) sob a lente de 40X com câmera digital acoplada.

Foi utilizado Microscópio Eletrônico de Varredura (Zeiss, modelo EVO MA 15), com aceleração de voltagem variável de 20kV. As amostras liofilizadas foram analisadas em aumentos de 500 vezes

### 3.2.7 Análise de cor

Os parâmetros de cor  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$  foram obtidos por meio de um colorímetro *tristimulus* Minolta CR 310, operando no sistema CIELAB, em que  $L^*$  corresponde à luminosidade e  $a^*$  e  $b^*$  são as coordenadas de cromaticidade ( $-a^*$ =verde e  $+a^*$ =vermelho;  $-b^*$ =azul e  $+b^*$ =amarelo). Previamente às leituras de cor, as amostras foram acondicionadas em placas de Petri. As leituras foram realizadas em triplicata, sob iluminante D65 e ângulo  $10^\circ$  (Cabral-Malheiros, 2010).

### 3.2.8 Solubilidade em água

A determinação da solubilidade foi realizada de acordo com o método descrito por Eastman; Moore (1984) com modificações. Neste procedimento, 1 grama do pó foi adicionado a 100 mL de água destilada em um béquer, sendo agitado magneticamente por um período de 5 minutos. A solução resultante foi transferida para um tubo Falcon de 100 mL e submetida à centrifugação por 10 minutos a uma velocidade de 10.000 rotações por minuto (rpm). Em seguida, uma alíquota de 25 mL do sobrenadante foi transferida para uma placa de Petri previamente pesada e submetida à secagem em estufa por 5 horas a uma temperatura de 105 °C.

O cálculo utilizado para determinar o percentual de solubilidade pode ser expresso da seguinte forma:

$$\text{Solubilidade (\%)} = \frac{\text{MS}}{\text{MT}} \times 100 \quad (\text{Equação 1})$$

onde:

MS = massa de sólidos no sobrenadante após a secagem;

MT = massa total de sólidos na alíquota retirada.

### 3.2.9 Espectroscopia De Infravermelho Médio Com Transformada De Fourier (FTIR)

Os espectros de infravermelho das microcápsulas úmidas foram realizados em espectrofotômetro Frontier da Perkin Elmer. As varreduras foram realizadas na resolução de 4 cm<sup>-1</sup> e as medições registradas entre 4000 e 400 cm<sup>-1</sup>.

### 3.2.10 Tratamento dos dados

Os resultados serão submetidos à análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey com 95% de confiança, utilizando o *software* xlstat.



## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1 Determinação da condição da razão soluto solvente

Os resultados das concentrações dos compostos fenólicos para determinar a razão soluto solvente estão apresentados na Tabela 1.

**Tabela 1- Teor de compostos fenólicos obtidos para cada ensaio de extração com as diferentes concentrações de erva mate**

Ensaio	Erva mate (g)	Fenólicos Totais (mgAGE/100g de amostra no extrato)
1	4,0	5762,33±0,56 <sup>a</sup>
2	4,5	6472,35±0,32 <sup>d</sup>
3	5,00	6920,78±0,32 <sup>a</sup>
<b>4</b>	<b>5,5</b>	<b>7593,42±0,33<sup>c</sup></b>
5	6,00	7014,20±0,36 <sup>b</sup>

Médias com letras iguais na mesma coluna não diferem entre si ( $p < 0,05$ ) pelo teste de Tukey.

**Fonte: Autoria própria (2023)**

Com base nos resultados obtidos em relação à concentração de compostos fenólicos e sua influência na erva-mate, é evidente que houve diferenças estatisticamente significativas entre eles ( $p < 0,05$ ). Notavelmente, o ensaio 4, que utilizou 5,5 g de erva-mate, demonstrou uma concentração mais elevada de compostos fenólicos, atingindo 7593,42 mgAGE/100g de amostra no extrato.

No entanto, é importante ressaltar que nos extratos com concentrações de erva-mate acima de 5,5g observou-se um fenômeno de precipitação e saturação do soluto. Esse fenômeno resultou na redução da quantidade de fenólicos extraídos, influenciando diretamente na concentração final dos compostos fenólicos no extrato.

### 4.2 Determinação da porcentagem da mistura de solvente

Os resultados das concentrações dos compostos fenólicos para determinar a razão solvente:água estão apresentados na Tabela 2.

Os resultados referentes ao teor de fenólicos totais apresentaram valores próximos. As amostras 1 e 2 não demonstraram diferenças estatisticamente significantes entre si ( $p < 0,05$ ), exibindo concentrações de 4661,73 e 4417,37 mgAGE/100g, respectivamente.

**Tabela 2- Teor de compostos fenólicos obtidos para cada ensaio de extração com as diferentes proporções de etanol:água**

Ensaio	Etanol (%)	Fenólicos Totais (mgAGE/100g de amostra no extrato)
1	60	4661,73±0,11 <sup>a</sup>
2	70	4417,37±0,39 <sup>a</sup>
3	80	4118,72±0,06 <sup>b</sup>
4	90	4091,57±0,08 <sup>b</sup>

Médias com letras iguais na mesma coluna não diferem entre si ( $p < 0,05$ ) pelo teste de Tukey.

**Fonte: Autoria própria (2023).**

Da mesma forma, as amostras 3 e 4 também não apresentaram diferenças estatisticamente significativas entre si ( $p < 0,05$ ), com valores de 4118,72 e 4091,57 mgAGE/100g, respectivamente. Notavelmente, a amostra 1 registrou a mais alta concentração para esse parâmetro.

### 4.3 Características físico-químicas

A Tabela 3 apresenta a média dos valores das análises físico-químicas para a matéria prima, extrato de erva-mate, micro cápsulas de alginato e extrato micrencapsulado.

**Tabela 3- Características físico-químicas da matéria-prima, extrato de erva-mate, micro cápsulas de alginato e extrato micrencapsulado.**

PARÂMETROS	AMOSTRAS			
	<i>In natura</i>	Extrato	Microcápsula (Alginato)	Extrato micro encapsulado
Umidade (%)	61,95±0,78 <sup>a</sup>	-	3,24±0,86 <sup>b</sup>	3,26±0,68 <sup>b</sup>
Cinzas (%)	5,03±0,95 <sup>a</sup>	-	3,22±0,43 <sup>b</sup>	3,77±0,26 <sup>b</sup>
pH	5,57±0,09 <sup>a</sup>	6,06±0,2 <sup>a</sup>	5,40±0,45 <sup>a</sup>	5,95±0,01 <sup>a</sup>
SST Brix (°)	-	15±0,01 <sup>a</sup>	-	-
Solubilidade (%)	-	-	3,89±0,01 <sup>a</sup>	13,81±0,01 <sup>b</sup>

Médias com letras iguais na mesma linha não diferem entre si ( $p < 0,05$ ) pelo teste de Tukey. SST= Sólidos Solúveis Totais.

**Fonte: Autoria própria (2023).**

A umidade, neste contexto, refere-se ao teor de água e substâncias voláteis na temperatura de determinação. Neste estudo, obtiveram-se resultados semelhantes para a umidade do extrato micrencapsulado na matriz de alginato e na microcápsula vazia (3,26% e 3,24%, respectivamente).

No entanto, houve uma diferença estatisticamente significativa quando essas amostras foram comparadas com a erva-mate *in natura*, que apresentou um teor de umidade de 61,95%. Esses resultados estão próximos aos encontrados por Valduga (2002), que indicou teores de umidade na faixa de 61,9% a 65,0% (base úmida) para

a erva-mate *in natura*. Além disso, os valores de umidade nas microcápsulas também mostraram proximidade com os identificados por Zanoelo (2019), que registrou 4,85% de umidade em microcápsulas de erva mate tostada com maltodextrina.

Relativamente ao pH da erva-mate *in natura*, o valor encontrado foi de 5,57 e não diferiu estatisticamente dos valores encontrados para extrato e microcápsulas com e sem extrato. Um valor de 6,57 foi reportado por Garcia *et al.* (2021). De acordo com Da Croce (2002), a composição da erva-mate pode variar de acordo com o local e a época de colheita, bem como fatores edafoclimáticos. A umidade média encontrada para folhas cancheadas foi de 6,02%, e o resíduo mineral fixo foi de 5,02%.

Os dados de umidade e pH desempenham papéis significativos na caracterização da erva-mate e de seus produtos derivados, uma vez que influenciam diretamente a qualidade e as características sensoriais desses produtos. A presença de umidade em excesso pode afetar a estabilidade e o armazenamento dos produtos à base de erva-mate, enquanto o pH pode influenciar o sabor e a solubilidade desses produtos.

A umidade da erva-mate (*Ilex paraguariensis*) *in natura* antes do processo de secagem pode variar dependendo das condições de cultivo e do clima da região onde a erva-mate é cultivada. Em geral, a umidade da erva-mate fresca recém-colhida varia de 50% a 70%. No entanto, esses valores são aproximados e podem variar de acordo com diversos fatores, como a época da colheita, as condições climáticas, o tempo entre a colheita e o processamento, entre outros. A umidade da erva-mate é um parâmetro importante a ser monitorado, pois afeta diretamente o processo de secagem e o armazenamento subsequente.

Durante o processo de secagem da erva-mate, a umidade é reduzida para um nível adequado para garantir a qualidade e a conservação do produto. Geralmente, a umidade da erva-mate seca, pronta para o mercado, fica em torno de 6% a 12%, dependendo dos padrões de qualidade desejados e dos requisitos do produto final. É importante ressaltar que a umidade da erva-mate *in natura* e a umidade da erva-mate seca podem variar em diferentes regiões produtoras e de acordo com as práticas de processamento específicas de cada produtor, tornando a medição da umidade uma etapa crítica no controle de qualidade da erva-mate durante todo o processo de produção.

Variações na composição química da erva-mate podem ser associadas a fatores naturais, como clima, solo, variedade da planta, sazonalidade, idade das folhas

e utilização de folhas ou ramos, além da maneira como são processados (Esmelindro, 2002). As etapas de sapeco, secagem e cancheamento (etapas do processamento industrial) não influenciam de forma significativa os teores de cinzas, porém afetam lipídios, proteínas e cafeína (Maccari Júnior, 2005).

Os valores do teor de cinzas na erva-mate in natura diferiram significativamente das amostras de microcápsulas vazias e com extrato, enquanto estas últimas não apresentaram diferença estatística entre si, com valores respectivos de 5,03%, 3,22% e 3,77%. A importância do teor de cinzas na erva-mate é destacada, pois altas concentrações dessas substâncias podem influenciar negativamente o sabor e a qualidade do produto final, resultando em sabores amargos ou indesejados na bebida de chimarrão, por exemplo. Em resposta a essa consideração, os produtores de erva-mate implementam práticas frequentes de monitoramento e controle desses fatores, visando garantir a qualidade superior do produto final. Zanoelo (2019) registrou valores de 3,06% para cinzas em microcápsulas de erva mate tostada com maltodextrina.

Os valores de solubilidade em água para microcápsulas vazias e com extrato foram de 3,89% e 13,81%, respectivamente. Zanoelo (2019) observou uma solubilidade de 93,29% em microcápsulas de erva mate tostada com maltodextrina.

A solubilidade das microcápsulas de alginato de sódio com extrato hidroalcoólico de erva-mate é um fator crítico, determinante para a liberação controlada dos compostos ativos presentes no extrato. Essa característica está intrinsecamente relacionada à interação do alginato de sódio com os íons presentes no extrato, sendo suscetível a influências de diversos fatores.

#### **4.4 Determinação de cor**

Na Tabela 4 estão apresentados os resultados da análise colorimétrica para as partículas liofilizadas a base de alginato contendo ou não extrato de erva-mate. A determinação das características de cores é realizada numericamente utilizando o método CIEL\*a\*b\* desenvolvido pela Comissão Internacional de L'Eclairage (CIE) e conduzida por um espectrofotômetro. Esse método se baseia em três eixos espaciais perpendiculares, proporcionando valores numéricos mais consistentes em relação às percepções visuais (Gilchrist; Nobbs, 2017).

**Tabela 4- Valores de L\*, a\*, b\* do extrato de Erva-mate, microcápsula de Alginato e microcápsula contendo extrato avaliados com utilização do modelo CIELAB.**

PARÂMETROS	AMOSTRAS		
	Extrato	Microcápsula (alginato)	Extrato microencapsulado
L*	39,3±0,99 <sup>b</sup>	62,44 ±1,67 <sup>a</sup>	43,21±3,28 <sup>b</sup>
a*	3,76±0,11 <sup>a</sup>	3,11±0,12 <sup>ab</sup>	3,67±0,15 <sup>ab</sup>
b*	25,67±0,85 <sup>a</sup>	-1,34±2,00 <sup>c</sup>	20,68±0,11 <sup>b</sup>

Médias com letras iguais na mesma linha não diferem entre si ( $p < 0,05$ ) pelo teste de Tukey. No espaço colorimétrico CIELAB, definido por L\*, a\*, b\*, a coordenada L\* corresponde à luminosidade, a\* e b\* referem-se às coordenadas de cromaticidade verde (-)/vermelho(+) e azul(-)/amarelo(+), respectivamente.

**Fonte: Autoria própria (2023).**

O parâmetro L\* avalia a luminosidade da cor em uma escala de 0 a 100, onde valores mais elevados indicam cores mais claras ou próximas ao branco, enquanto valores mais baixos sugerem tonalidades mais escuras, aproximando-se do preto (Lancaster, 1997). No contexto desse estudo, as amostras do extrato e do extrato microencapsulado apresentaram valores de L\* de 39,3 e 43,21, respectivamente, sem diferenças significativas. No entanto, a microcápsula composta exclusivamente por alginato exibiu uma luminosidade maior de 62,44.

O parâmetro a\* denota a intensidade da cor verde, com valores negativos indicando a intensidade dessa cor. Todas as amostras analisadas mostraram valores positivos e baixos de a\*, indicando leve inclinação mais em direção ao vermelho, sem diferenças significativas entre elas [ $p < 0,05$ ].

Valores positivos de b\* refletem a intensidade da cor amarela, observada nas amostras de extrato e extrato microencapsulado. Devido à remoção de uma parte significativa da clorofila pela presença de água e ao processo de filtração, as amostras de extrato adquiriram uma coloração de amarelo queimado. Isso se deve à predominância do componente b\* em relação ao componente a\*, sugerindo uma tendência para a cor amarela. No entanto, valores negativos de b\* indicam que a componente cromática ao longo do eixo azul para amarelo é mais expressiva, sugerindo uma tonalidade com maior inclinação para o azul. Essa característica foi observada apenas na amostra da microcápsula com alginato, possivelmente devido à interferência da luz ambiente nesse parâmetro, uma vez que a microcápsula é transparente.

Comparando com o trabalho de Zanoelo (2019), a luminosidade encontrada foi de 59,86, e a amostra microencapsulada (EMTM) obteve uma luminosidade mais alta devido à presença de maltodextrina. Os valores de a\* e b\* foram de 7,28 e 24,98,

respectivamente, indicando uma tonalidade inclinada para o vermelho e amarelo.

Além disso, de acordo com Mazuchovski (1989), as características organolépticas da erva-mate incluem uma coloração verde mais ou menos intensa quando recém-preparada, que com o tempo se torna mais pálida e atinge uma coloração dourada após pelo menos seis meses de armazenamento. Isso reforça as observações sobre as mudanças na cor da erva-mate ao longo do tempo.

#### 4.5 Imagens

Na Figura 3 estão apresentadas as imagens ópticas sob a lente de 40X, capturadas com auxílio de uma câmera, das micropartículas úmidas com e sem a adição do extrato de erva-mate na matriz alginato.

**Figura 3- Imagens ópticas das microcápsulas sob a lente de 40X.**



Legenda: microcápsulas em (a) sem extrato de erva-mate; (b) com extrato de erva-mate.

**Fonte: Autoria própria (2023).**

As imagens ópticas das microcápsulas, revelam características distintas da morfologia entre elas. A imagem a), representando as microcápsulas que não incorporaram o extrato de erva-mate, e a imagem b), que retrata as microcápsulas com o extrato de erva-mate incorporado, demonstram claramente essa distinção. A característica mais marcante é a presença do extrato de erva-mate concentrado no núcleo da matriz polimérica na microcápsula da imagem b), evidenciando a eficácia do processo de encapsulação.

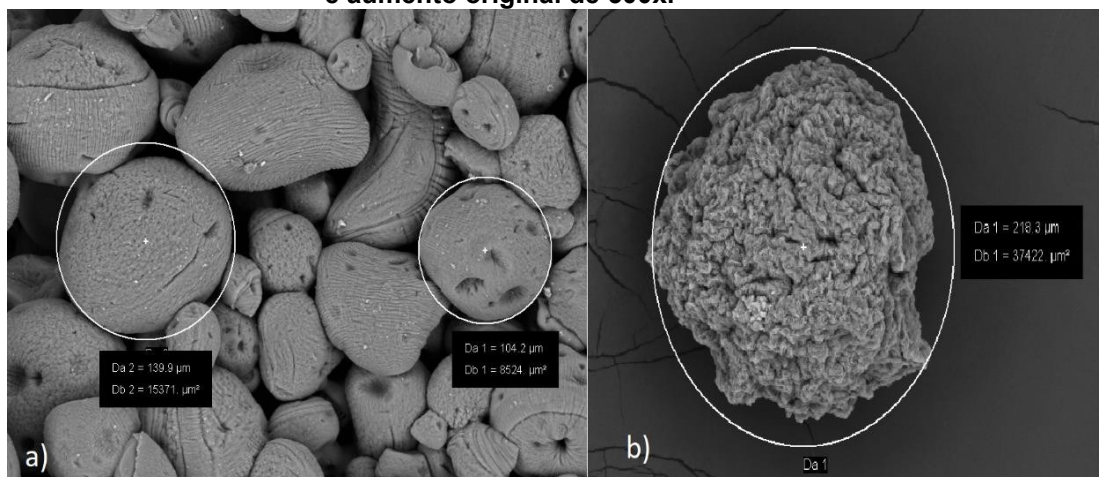
A incorporação de materiais ativos em matrizes poliméricas é uma etapa crucial em várias aplicações, incluindo a microencapsulação. Como destacado por

Matté e Rosa (2013) em seu estudo, essa incorporação pode ocorrer por meio de diferentes mecanismos, como adsorção ou ligação covalente. No caso da imagem a), a morfologia da microcápsula não pôde ser determinada com precisão, uma vez que somente a microencapsulação de água ocorreu na matriz de alginato.

A absorção e retenção de componentes ativos dentro das microcápsulas desempenham um papel essencial em garantir a eficácia do processo de encapsulação. Quando aplicada à erva-mate, essa técnica possibilita a concentração do extrato dentro das microcápsulas, evidenciada pela morfologia característica vista na imagem b). Essa concentração no núcleo da matriz polimérica é fundamental para preservar a estabilidade do extrato, protegê-lo contra fatores externos prejudiciais e controlar sua liberação quando aplicado em produtos finais.

A Figura 4 mostra a morfologia das microcápsulas liofilizadas, obtida por MEV.

**Figura 4: Aspectos morfológicos, obtidos por MEV das microcápsulas liofilizadas contendo extrato hidroalcoólico de erva mate A) Sem extrato e aumento original de 500x B) Com extrato e aumento original de 500x.**



**Fonte: Autoria própria (2023).**

A Figura a) mostra as imagens obtidas por MEV das microcápsulas controle, feitas sem a adição do extrato de erva mate. A estrutura externa destas exibe a presença fissuras, entretanto mostraram formação de filme contínuo, com poucas cavidades. Já a imagem em b) é predominantemente rugosa, com dobras e quebras. Essa irregularidade no formato pode ser atribuída a natureza físico-química do produto, como apontado por Walton (2000). E também devido ao processo de secagem, já que a eliminação da água pode ocorrer através dos seus poros, ocasionando uma distorção no formato das cápsulas (Cujic *et al.*, 2016). Segundo

Deladino *et al.*, (2008) a secagem sob condições ambientais, ao contrário da liofilização, é uma alternativa para manter a forma esférica das microcápsulas.

Além da irregularidade no formato, as microcápsulas também exibem uma aparência porosa, indicando a presença de poros na superfície. Essa porosidade pode ser resultado da técnica de gelificação iônica externa, que é uma etapa do processo de microencapsulação (Liu *et al.*, 2002).

Da mesma forma, a remoção da água das cápsulas durante o processo de liofilização pode desestabilizar a matriz estrutural de cálcio-alginato, resultando em uma forma achatada, destacando a importância da presença adequada do reticulante para a formação correta das redes de alginato. Rosenberg, Kopelman; Talmon (1985) observaram formas irregulares devido à rápida evaporação da água durante a liofilização. Por esse motivo, Deladino *et al.* (2008) optaram pela secagem em condições ambientais como método preferencial.

Micropartículas podem receber a designação de microcápsulas ou microesferas. As microcápsulas mononucleares são constituídas por um único núcleo, enquanto as poli nucleares apresentam múltiplos núcleos. Por outro lado, as microesferas são sistemas nos quais o ingrediente ativo está uniformemente disperso em uma matriz polimérica (RÉ, 1998). Com base nessa classificação e na análise morfológica externa, é possível inferir que as micropartículas obtidas correspondem a microcápsulas poli nucleares, já que apresentam relevos que podem ser indicativos da presença de vários núcleos.

A presença de cavidades e poros na superfície das microcápsulas também pode ser por não ter ocorrido uma emulsificação completa do extrato de erva mate liofilizado. Para obter microcápsulas com superfícies mais esféricas e livres de cavidades, é sugerida uma melhor emulsificação do extrato.

A porosidade é uma característica relevante das microcápsulas, pois pode impactar a liberação controlada de substâncias ativas. Os poros podem servir como canais de liberação, permitindo uma liberação gradual ao longo do tempo. A caracterização da porosidade, incluindo o tamanho, distribuição e natureza dos poros, é importante para o design e a otimização de formulações de microcápsulas com objetivos específicos de liberação controlada de substâncias ativas.

Na figura 4 também foi medido o tamanho de algumas partículas específicas, cujo tamanho variou 104 a 134  $\mu\text{m}$  para as microcápsulas vazias e 218  $\mu\text{m}$  para microcápsulas com extrato, diferindo dos valores encontrados por Vargas (2019) que



foi de 18,6 a 118  $\mu\text{m}$ .

Através da comparação entre as Figuras a) e b), demonstra-se o microencapsulamento do extrato na Figura 4, posto que apresentaram tamanho e forma distintas.

#### 4.6 Compostos fenólicos e antioxidantes das micro cápsulas

Os resultados das análise dos compostos fenólicos totais e FRAP no extrato de erva-mate e nas microcápsulas incorporadas com o extrato, estão disponíveis na Tabela 5.

**Tabela 5- Compostos fenólicos totais e atividade antioxidante do extrato de Erva-mate, e extrato microencapsulado.**

Parâmetros	Amostras	
	Extrato	Extrato Microencapsulado
Fenólicos Totais (mgEAG/100g de amostra no extrato).	6698,01 $\pm$ 0,11 <sup>a</sup>	-
FRAP ( $\mu\text{molFe}_2\text{SO}_4/\text{g}$ )	3340,78 $\pm$ 1,69 <sup>a</sup>	775,14 $\pm$ 1,95 <sup>b</sup>

FRAP-(Ferric Reducing Antioxidant Power). Os resultados são apresentados através da média e desvio padrão das análises em triplicata. Letras diferentes na mesma linha representam diferenças significativas pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ).

**Fonte: Autoria própria (2023).**

O valor encontrado neste estudo para teor de compostos fenólicos totais (CFT) foi de 66,98 mg EAG por grama de amostra, menor que o encontrado por Gomes (2023) que foi de 88,90 mg EAG por grama de amostra no extrato de etanol a50%. Em contraste, Bisognin *et al.* (2019) obtiveram um valor de 16,60 mg EAG por grama de amostra.

O valor do FRAP encontrado para o extrato de erva mate de 3340,78  $\mu\text{mol}$  de Fe (II) por grama de amostra foi aproximadamente 4,31 vezes maior do que o valor encontrado para o extrato microencápsulado de 775,14  $\mu\text{mol}$  de Fe (II) por grama de amostra, menor ao encontrado por Tonet (2019) para o extrato de erva-mate em solução hidroalcoólica foi de 4922,67  $\mu\text{mol}$  de Fe (II) por grama de amostra, e maior que o encontrado por Gomes (2023) que obteve um valor de 2077,08  $\mu\text{mol}$  de Fe (II) por grama para o extrato de erva-mate em etanol a 50%.

Essas diferenças podem ser atribuídas a uma série de fatores que influenciam a capacidade antioxidante e o teor de fenólicos totais em extratos vegetais. A variação

nas técnicas de preparação, escolha de solventes e suas concentrações, razões soluto/solvente, tempo de extração, e agitação podem desempenhar um papel crítico nessa discrepância. É importante ressaltar que a presença de outros compostos ou impurezas nos extratos também pode afetar a medição do FRAP.

A escolha do solvente é um aspecto particularmente crucial na extração de compostos antioxidantes. O etanol é um solvente amplamente utilizado devido às suas características anfífilas, o que lhe confere a capacidade de extrair uma ampla gama de substâncias, tanto de caráter polar quanto apolar. No entanto, é importante ter cuidado, pois o etanol absoluto em altas concentrações pode provocar a desnaturação de proteínas, impedindo assim a dissolução eficaz de polifenóis, que são compostos antioxidantes-chave.

A literatura científica já relatou a eficácia de solventes hidroalcoólicos em extrair compostos fenólicos, como quercetina e canferol, que são prevalentes na erva-mate. Em um estudo anterior, Turkmen, Sari e Velioglu (2006) compararam extrações aquosas, hidroalcoólicas e alcoólicas, e os resultados indicaram que os solventes hidroalcoólicos são mais seletivos para grupos de substâncias com características mais polares. Isso favorece a extração desses compostos antioxidantes.

Além disso, condições mais rigorosas de tempo e temperatura durante o processo de extração tendem a resultar em um maior rendimento de compostos fenólicos e, conseqüentemente, em uma atividade antioxidante mais pronunciada. Essas descobertas corroboram a importância de otimizar as condições experimentais para obter resultados precisos e comparáveis.

Em resumo, as diferenças nos valores de FRAP entre os estudos mencionados podem ser explicadas por uma série de fatores, incluindo escolha do solvente, técnica de extração, e condições experimentais. A compreensão desses fatores é essencial para interpretar e comparar os resultados de estudos de capacidade antioxidante de extratos vegetais.

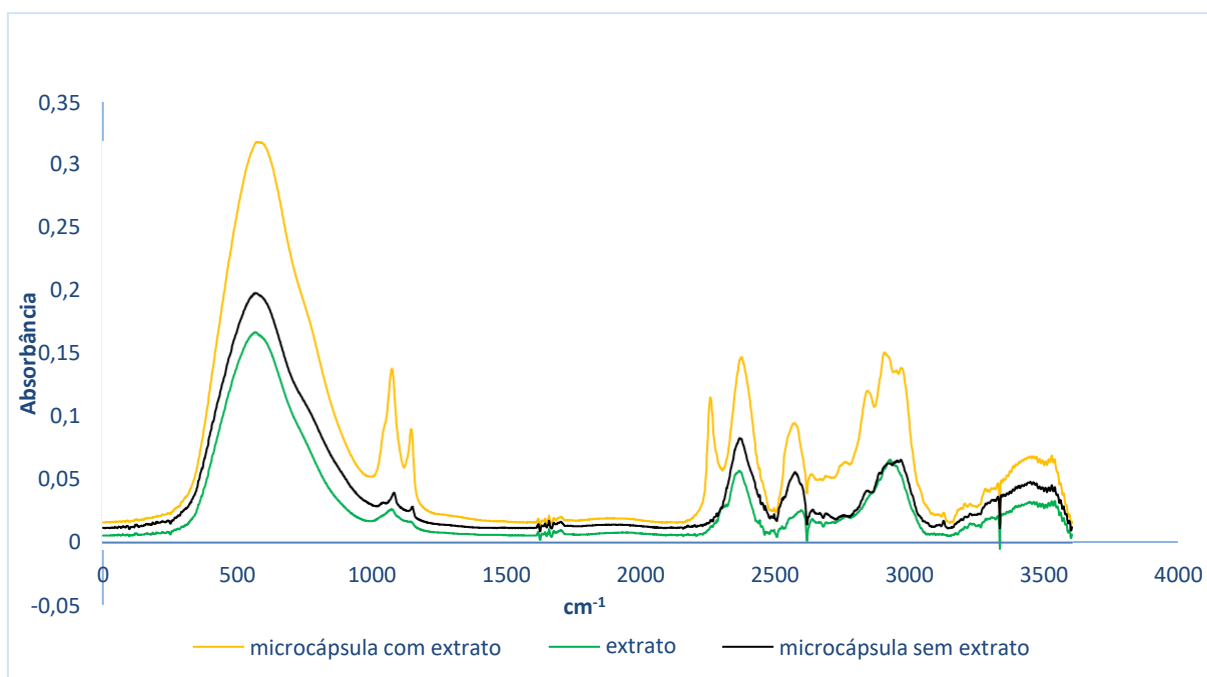
#### **4.7 Espectroscopia de infravermelho médio com transformada de fourier (FTIR)**

Por meio da espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), é possível realizar análises espectrofotométricas que permitem a identificação de grupos funcionais. Cada grupo funcional absorve a radiação em frequências

específicas do espectro infravermelho (Skoog, Holler; Crouch, 2007).

Na Figura 5, está apresentada a curva obtida na espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR).

**Figura 5 - Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) do extrato de Erva-Mate**



**Fonte: Autoria própria (2023).**

As análises de FTIR permitiram a identificação de vários grupos funcionais presentes nos materiais estudados. Para o extrato hidroalcoólico de erva-mate, foram observadas bandas características em  $1088\text{ cm}^{-1}$ ,  $2608\text{ cm}^{-1}$ ,  $2775\text{ cm}^{-1}$ ,  $2941\text{ cm}^{-1}$ ,  $3243\text{ cm}^{-1}$ ,  $3474\text{ cm}^{-1}$  e  $3544\text{ cm}^{-1}$ . As microcápsulas vazias de alginato de sódio reticulado com  $\text{CaCl}_2$  apresentaram bandas em  $599\text{ cm}^{-1}$ ,  $1156\text{ cm}^{-1}$ ,  $1677\text{ cm}^{-1}$ ,  $2381\text{ cm}^{-1}$ ,  $2585\text{ cm}^{-1}$ ,  $3465\text{ cm}^{-1}$ ,  $3537\text{ cm}^{-1}$ ,  $1718\text{ cm}^{-1}$ ,  $1610\text{ cm}^{-1}$  e  $1640\text{ cm}^{-1}$ . Já as microcápsulas de alginato de sódio reticulado com  $\text{CaCl}_2$  contendo o extrato de erva-mate exibiram bandas em  $591\text{ cm}^{-1}$ ,  $1091\text{ cm}^{-1}$ ,  $1159\text{ cm}^{-1}$ ,  $1670\text{ cm}^{-1}$ ,  $1639\text{ cm}^{-1}$ ,  $2385\text{ cm}^{-1}$ ,  $2582\text{ cm}^{-1}$ ,  $2853\text{ cm}^{-1}$ ,  $2977\text{ cm}^{-1}$ ,  $3346\text{ cm}^{-1}$ ,  $3464\text{ cm}^{-1}$  e  $3532\text{ cm}^{-1}$ .

As análises demonstraram que a presença de extrato de erva-mate resultou em alterações significativas nos espectros em comparação com as microcápsulas vazias de alginato de sódio reticulado com  $\text{CaCl}_2$ . A formação de novas bandas, deslocamentos e ampliações de picos indicaram interações entre os componentes do extrato e do alginato, além de modificações na estrutura molecular.

As bandas nos espectros do extrato de erva-mate em  $1088\text{ cm}^{-1}$ ,  $2608\text{ cm}^{-1}$ ,  $2775\text{ cm}^{-1}$ ,  $2941\text{ cm}^{-1}$ ,  $3243\text{ cm}^{-1}$ ,  $3474\text{ cm}^{-1}$  e  $3544\text{ cm}^{-1}$  podem ser atribuídas a grupos funcionais específicos presentes no extrato. Por exemplo, a banda em  $1088\text{ cm}^{-1}$  sugere a presença de grupos alcoóis ou éteres, enquanto as bandas em  $2608\text{ cm}^{-1}$ ,  $2775\text{ cm}^{-1}$  e  $2941\text{ cm}^{-1}$  podem estar relacionadas a grupos insaturados, como ligações duplas C=C. Além disso, a banda em  $3474\text{ cm}^{-1}$  pode indicar a presença de grupos ácidos ou grupos OH. Pacheco (2016) sugere que o cálcio forma ligações iônicas e de hidrogênio seletivamente com os blocos G do alginato, o que pode afetar as bandas de alongamento O-H.

A presença de extrato de erva-mate nas microcápsulas de alginato de sódio reticulado com  $\text{CaCl}_2$  resultou em mudanças nos espectros FTIR, indicando interações entre os grupos funcionais do extrato e os grupos do alginato. Por exemplo, a formação de novos picos e o alargamento de bandas podem ser atribuídos a interações iônicas, ligações de hidrogênio e outras forças intermoleculares entre os componentes.

Os picos em  $1610\text{ cm}^{-1}$ ,  $1640\text{ cm}^{-1}$  e  $1718\text{ cm}^{-1}$  observados nas microcápsulas de alginato de sódio reticulado com  $\text{CaCl}_2$  podem ser atribuídos a ligações de grupos carboxila ( $\text{COO}^-$ ) e são característicos da presença de cálcio ( $\text{Ca}^{2+}$ ). A formação do alginato de cálcio é instantânea e irreversível, indicando a ligação iônica do íon cálcio com os grupos carboxila do alginato.

Os resultados obtidos contribuem para um melhor entendimento das interações entre o extrato de erva-mate, o alginato de sódio e o cálcio na formação de microcápsulas. Essas interações são cruciais para a estabilidade e funcionalidade das microcápsulas e podem afetar a liberação controlada de compostos do extrato.

É importante observar que a erva-mate contém uma variedade de compostos fenólicos, como ácido clorogênico e derivados da xantina, os quais podem contribuir para as bandas de absorção em regiões como  $1088\text{ cm}^{-1}$ ,  $3243\text{ cm}^{-1}$ ,  $3474\text{ cm}^{-1}$  e  $3544\text{ cm}^{-1}$ .

A absorção em torno de  $2269\text{ cm}^{-1}$  pode sugerir a presença de ligações triplas carbono-carbono ( $\text{C}\equiv\text{C}$ ) ou outras ligações múltiplas carbono-carbono ( $\text{C}=\text{C}$ ). Isso pode ser devido a compostos como alcinos (contendo ligações triplas) ou alcenos (contendo ligações duplas) no extrato de erva mate.

O extrato hidroalcoólico de erva mate contém uma variedade de compostos químicos, incluindo polifenóis, cafeína, teobromina, ácidos fenólicos e outros. A

presença desses compostos no extrato pode contribuir para picos adicionais ou diferentes nos espectros FTIR.

A interação entre os compostos do extrato e a matriz de alginato de sódio reticulado em  $\text{CaCl}_2$  pode levar a alterações nas bandas de absorção. Por exemplo, a formação de ligações químicas entre os componentes do extrato e o alginato ou interações iônicas podem resultar em novos picos ou na alteração das intensidades das bandas existentes. Amici *et al.* (2008) e Liakos *et al.* (2013), destacam que o cálcio é um agente reticulante eficaz que estabelece ligações iônicas e de hidrogênio entre as cadeias de alginato. Shi *et al.* (2011) explicam que a substituição de íons de sódio por íons de cálcio nos grupos  $\text{COO}^-$  cria um novo ambiente em torno do grupo carboxila, afetando as bandas de estiramento.

Os compostos do extrato de erva mate podem se comportar de maneira diferente na matriz de alginato de sódio reticulado em  $\text{CaCl}_2$  em comparação com a matriz vazia. Isso pode ser devido a interações específicas ou propriedades da matriz que afetam a absorção de infravermelho dos compostos.

## 5 CONCLUSÃO

Diante dos resultados obtidos nas diversas etapas deste estudo, é possível extrair algumas conclusões sobre o processo de extração, microencapsulação e caracterização físico-química da erva-mate e seus derivados. No que diz respeito à extração, os ensaios realizados evidenciaram que a concentração de compostos fenólicos na erva-mate é influenciada significativamente pela quantidade de matéria-prima utilizada e pela relação soluto:solvente. Notavelmente, o ensaio com 5,5 g de erva-mate se destacou, apresentando a mais alta concentração de compostos fenólicos no extrato.

Ao explorar a relação solvente:água na extração, os resultados indicaram que diferentes proporções de etanol na mistura influenciam o teor de compostos fenólicos extraídos. O ensaio com 60% de etanol demonstrou a maior concentração de fenólicos totais, sugerindo que a escolha do solvente desempenha um papel crucial na eficiência da extração.

Na análise das características físico-químicas, observou-se que as microcápsulas de alginato contendo extrato de erva-mate apresentaram diferenças notáveis em relação à umidade e cinzas quando comparadas com a erva-mate in natura. Essa variação destaca a influência do processo de microencapsulação nas propriedades físicas do produto final.

A análise colorimétrica revelou características distintas nas amostras, proporcionando idéias sobre a morfologia das microcápsulas. A presença de extrato de erva-mate conferiu uma tonalidade mais escura às microcápsulas, e as análises ópticas por microscopia e microscopia eletrônica de varredura confirmaram a eficácia do processo de encapsulação, evidenciando a concentração do extrato no núcleo das microcápsulas.

A avaliação da atividade antioxidante e teor de compostos fenólicos nas microcápsulas destacou uma redução significativa na capacidade antioxidante em comparação com o extrato de erva-mate. Essa diminuição é atribuída ao processo de microencapsulação, pela liberação lenta dos compostos bioativos.

Por fim, as análises por FTIR permitiram identificar alterações nos espectros das amostras, indicando interações entre os componentes do extrato e do alginato, além de modificações na estrutura molecular durante o processo de microencapsulação.

Em síntese, este estudo ofereceu uma visão abrangente desde a extração até a caracterização de microcápsulas de alginato contendo extrato de erva-mate. As conclusões fornecem insights valiosos para otimização de processos e desenvolvimento de produtos derivados da erva-mate com propriedades específicas.

## REFERÊNCIAS

- ALEXI, T. *et al.* Neuroprotective strategies for basal ganglia degeneration: Parkinson's and Huntington's diseases. **Progress in neurobiology**, v. 60, n. 5, p. 409-470, 2000.
- AMICI, E. *et al.* Alginate gelation in microfluidic channels. **Food Hydrocolloids**, v. 22, n. 1, p. 97-104, 2008.
- ANESINI, C. *et al.* Study of the participation of caffeine and polyphenols on the overall antioxidant activity of mate (*Ilex paraguariensis*). **LWT- Food Science and Technology**, v. 45, n.2, p. 299-304, 2012.
- ANSON, R. Microencapsulation: For enhanced textile performance. **Performance Apparel Markets**, n. 12, p. 21-39, 2005.
- ARAÚJO, J. Características dos Antioxidantes Primários. In: ARAÚJO, Júlio. **Química de Alimentos**. Viçosa: UFV, 2015.
- BAGETTI, M. **Caracterização físico-química e capacidade antioxidante de pitanga (*Eugenia uniflora* L.)**. 2009. 85f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos)-Centro de Ciências Rurais, Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria.
- BAISCH, A. L. M.; JOHNSTON, F. L.; STEIN, P. Endothelium-dependent vasorelaxing activity of aqueous extracts of *Ilex paraguariensis* on mesenteric arterial bed of rats. **J. ethnopharmacol.**, v. 60, p.133-39, 1998.
- BALCEWICZ, L. C. **A competitividade da cultura de erva-mate, num contexto de integração econômica, no MERCOSUL**. 1995. Dissertação (Mestrado em Economia e Política Florestal)- Programa de Pós-Graduação em Engenharia Florestal, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 1997.
- BASTOS, D. H. M. *et al.* Phenolic antioxidants identified by ESI-MS from yerba maté (*Ilex paraguariensis*) and green tea (*Camelia sinensis*) extracts. **Molecules**, v. 12, p. 423-432, 2007.
- BISOGNIN, D. A. *et al.* Contents of total phenolics and flavonoids in and antioxidant activity of *Ilex paraguariensis* leaves. **Pesquisa Agropecuaria Brasileira**, v. 54, 2019.
- BRACESCO, N. *et al.* 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. **The Journal of Alternative & Complementary Medicine**, v. 9, n. 3, p. 379-387, 2003.
- BRACESCO, N. *et al.* Recent advances on *Ilex paraguariensis* research: **Minireview. Journal of Ethnopharmacology**, v. 136, p. 378-384, 2011.
- BRAND-WILLIAMS, W.; CUVÉLIER, M. E. ; BERSET, C. L. W. T. 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 da Saúde** – Portaria n ° 519, de 26 de junho de 1998, publicada no Diário Oficial da União de 29 de junho de 1998.

BASTOS, D. H. M.; TORRES, E. A. F. S. Maté (*Ilex paraguariensis*) beverages and public health. J. **Brazilian Soc. Food Nutr.**, v. 26, p. 77-89, 2003.

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

BRAVO, L. Polyphenols: chemistry, dietary sources, metabolism and nutritional significance. **Nutr. Rev.**, Washington, v.56, n.11, p.317-333, 1998.

CABRAL-MALHEIROS, G. *et al.* O tempo e o tipo de embalagem sobre a erva-mate tipo chimarrão durante armazenagem em condições ambientais. **Ciência Rural**, v. 40, p. 654-660, 2010.

CÉLIS, F. T. **Partículas de alginato e pectina produzidas por gelificação iônica e recobertas com proteínas**. 2014. Tese (Doutorado em Alimentos e Nutrição) - Programa de Pós-Graduação em Alimentos e Nutrição, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2014.

CHAMPAHNE, C. P.; FUSTIER, P. Microencapsulation for the improved delivery of bioactive compounds into foods. **Current opinion in Biotechnology**, v. 18, p. 184-190, 2007.

CHANCHAL, D.; SWARNLATA, S. Herbal photoprotective formulations and their evaluation. **The Open Natural Products Journal**, v. 2, p. 71-76, 2009.

COLAK, N. *et al.* Bog bilberry phenolics, antioxidant capacity and nutrient profile. **Food Chemistry**, v. 201, p. 339–349, 2016.

CONEGLIAN, Sabrina Marcantonio *et al.* Utilização de antioxidantes nas rações. **Pubvet**, v. 5, p. Art. 1019-1026, 2011.

CONSTANT, P. B. L.; STRINGHETA, P. C. Microencapsulação de ingredientes alimentícios. **Boletim da Sociedade Brasileira de Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 36, n. 1, p. 12-18, 2002.

CÓRDOBA, A. L.; DELADINO, L.; MARTINO, M. Effect of starch filler on calcium-alginate hydrogels loaded with yerba mate antioxidants. **Carbohydrate Polymers**, [s.l.], v. 95, n. 1, p. 315-323, jun. 2013.

CUJIC, N. *et al.* Chokeberry (*Aronia melanocarpa* L.) extract loaded in alginate and alginate/inulin system. **Industrial Crops and Products**, v. 86, p. 120-131, 2016.

DA CROCE, D. M. Características físico-químicas de extratos de erva-mate (*Ilex paraguariensis* St. Hill) no estado de Santa Catarina. **Ciência Florestal**, v. 12, n. 2, p. 107-113. 2002.

DECKER, E. A., MEI, L. Antioxidant mechanisms and applications in muscle foods. **American Meat Science Association: Reciprocal Meat Conference Proceedings**, v.49, p. 64-72, 1996.

- DELADINO, L.; ANBINDER, P. S.; NAVARRO, A. S.; MARTINO, M. N. Encapsulation of natural antioxidants extract from *Ilex paraguariensis*. **Carbohydrate Polymers**, [S.I.], v. 71, n. 1, p. 126-134, jan. 2008.
- DE BARROS FERNANDES, R. V.; BORGES, S. V.; BOTREL, D. A. Gum arabic/starch/maltodextrin/inulin as wall materials on the microencapsulation of rosemary essential oil. **Carbohydrate polymers**, v. 101, p. 524-532, 2014.
- DE MEJÍA, E. G. *et al.* Yerba mate tea (*Ilex paraguariensis*): Phenolics, antioxidant capacity and in vitro inhibition of colon cancer cell proliferation. **Journal of Functional Foods**, v. 2, n. 1, p. 23-34, 2010.
- DE MOURA, S. C. S. R. *et al.* Encapsulating anthocyanins from Hibiscus sabdariffa L. calyces by ionic gelation: Pigment stability during storage of microparticles. **Food Chemistry**, v. 241, p. 317–327, 2018.
- DEPYPERE, Frédéric *et al.* Food powder microencapsulation: principles, problems and opportunities. **Applied Biotechnology, Food Science and Policy**, v. 1, n. 2, p. 75-94, 2003.
- DORĐEVIĆ, V. *et al.* Trends in encapsulation technologies for delivery of food bioactive compounds. **Food Engineering Reviews**, v. 7, n. 4, p. 452–490, 2015.
- DURACKOVA, Z. Some current insights into oxidative stress. **Physiological Research**, v.59, n. 4, p. 459–469, 2010.
- DRAGET, K. I.; TAYLOR, C. Chemical, physical and biological properties of alginates and their biomedical implications. **Food Hydrocolloids**, v. 25, n. 2, p. 251–256, 2011.
- EASTMAN, J. E.; MOORE, C. O. **Cold water soluble granular starch for gelled food composition**. U.S. Patent 4465702, 14 ago. 1984.
- ESMELINDRO, M. C. *et al.* Caracterização físico-química da erva mate: influência das etapas do processamento industrial. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, [S.I.] v. 22, n. 2, p. 199–204, 2002.
- FAOSTAT – Food and Agriculture Organization of the United Nations. **FAOSTAT Database**. 2019. Disponível em: <http://faostat.fao.org>. Acesso em 15 de agosto de 2021.
- FAVARO-TRINDADE, C. S.; PINHO, S. C.; ROCHA, G. A. Revisão: Microencapsulação de ingredientes alimentícios. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 11, n. 2, p. 103-112, abr./jun. 2008.
- FERREIRA, A. L. A.; MATSUBARA, L. S. Radicais livres: conceitos, doenças relacionadas, sistema de defesa e estresse oxidativo. **Revista da associação médica brasileira**, v. 43, p. 61-68, 1997.
- FILIP, R. *et al.* Antioxidant activity of *Ilex paraguariensis* and related species. **Nutrition research**, v. 20, n. 10, p. 1437-1446, 2000.

FILIP, R.; FERRARO, G. Researching on new species of “Mate”: *Ilex brevicuspis*: phytochemical and pharmacology study. **European Journal Nutrition**, v. 42, n. 1, p. 50-54, 2004.

FUNAMI, T. *et al.* Rheological properties of sodium alginate in an aqueous system during gelation in relation to supermolecular structures and Ca<sup>2+</sup> binding. **Food Hydrocolloids**, v. 23, n. 7, p. 1746–1755, 2009.

GALLICE, W. C. **Caracterização do potencial antioxidante e vinhos e quantificação de fenóis totais e trans-resveratrol utilizando técnicas cromatográficas e espectroscópicas multivariadas**. 2010. 87f. Tese (Mestrado em Química) -Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2010.

GARCIA, H. M. *et al.* Erva-mate (*Ilex paraguariensis*) in natura and processed for tereré: centesimal characterization, phenolic compounds and antioxidant activity. **Revista Brasileira de Agrotecnologia**, v. 11, n. 2, p. 889-894, 2021.

GIBBS, B. F. *et al.* Encapsulation in the food industry: a review, **International Journal of Food Sciences and Nutrition**, v. 50, p. 213- 224, 1999.

GILCHRIST, A.; NOBBS, J. Colorimetry, theory. **Encyclopedia of spectroscopy and spectrometry**, p. 328-333, 2017.

GIUNCHEDI, P. *et al.* Preparation and characterization of ampicilin loaded methylpyrrolidinone chitosan and chitosan microspheres. **Biomateriais**, 19, 157-161, 1998.

GNOATTO, S. C. B.; SCHENKEL, E. P.; BASSANI, V. L. HPLC method to assay total saponins in *Ilex paraguariensis* aqueous extract. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 16, p. 723-726, 2005.

GOMES, P. C. **Aplicação de extratos vegetais em filmes poliméricos para sistema de empacotamento inteligente**. 2023. Dissertação (Mestrado) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Câmpus Toledo.

GORZALCZANY, S. *et al.* Choleric effect and intestinal propulsion of “mate” (*Ilex paraguariensis*) and its substitutes or adulterants. **J. ethnopharmacol.** v. 75, p. 291-294, 2001.

GUGLIUCCI A. Antioxidant effects of *Ilex paraguariensis*: induction of decreased oxidability of human LDL in vivo. **Biochemical and Biophysical Research Communications**, v. 224, p. 224-338, 1996.

GUGLIUCCI, A.; MENINI, T. The botanical extracts of *Achyrocline satureoides* and *Ilex paraguariensis* prevent methylglyoxal-induced inhibition of plasminogen and antithrombin III. **Life Sciences**, v.72, p.279-292, 2003.

HALLIWELL, B.; GUTTERIDGE, J.M.C. **Free radicals in biology and medicine**. Oxford: Clarendon Press, 1990. 543p.

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, n. 9, p. R138-R151, 2007.

HOLKEM, Augusto Tasch; CODEVILLA, Cristiane Franco; DE MENEZES, Cristiano Ragagnin. Emulsificação/gelificação iônica interna: Alternativa para microencapsulação de compostos bioativos. **Ciência e Natura**, v. 37, p. 116-124, 2015.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ- IAL. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4 ed., 1 ed. digital. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008.

ISOLABELLA, S. *et al.* Study of the bioactive compounds variation during yerba mate (*Ilex paraguariensis*) processing. **Food Chemistry**, v. 122, p. 695-699, 2010.

JOHNSON, I. T. New approaches to the role of diet in the prevention of cancers of the alimentary tract. **Mutation Research/Fundamental and Molecular Mechanisms of Mutagenesis**, v. 551, n. 1-2, p. 9-28, 2004.

KOLAKOWSKA, A. Lipid Oxidation in Food Systems. In: SIKORSKI, Z.E.; KOLAKOWSKA, A. **Chemical and Functional Properties of Food Lipids**. Boca Raton: CRC PRESS, 2003.

LANCASTER, J. E. *et al.* Influence of pigment composition on skin color in a wide range of fruit and vegetables. **Journal of the American Society for Horticultural Science**, v. 122, n. 4, p. 594-598, 1997.

LIU, X. D. *et al.* Characterization of structure and diffusion behaviour of ca-alginate beads prepared with external or internal calcium sources. **Journal of microencapsulation**, v. 19, n. 6, p. 775 – 782, 2002.

LIAKOS, I. *et al.* Controlled antiseptic release by alginate polymer films and beads. **Carbohydrate Polymers**, v. 92, n. 1, p. 176–183, 2013.

LUPO, B. *et al.* Preparation of alginate microspheres by emulsification/internal gelation to encapsulate cocoa polyphenols. **Food Hydrocolloids**, v. 38, n. 07, p. 56–65, 2014.

MACCARI, A. J.; SANTOS, A. P. R. Produtos alternativos e desenvolvimento da tecnologia industrial na cadeia produtiva da erva- mate. **MCT/CNPq/PADCT**, Curitiba, PR, 2000.

MACCARI JÚNIOR, A. **Análise do pré-processamento da erva-mate para chimarrão**. 2005. 199f. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Agrícola, Universidade Estadual de Campinas. Campinas, 2005.

MACEDO, J. A. *et al.* Increasing the antioxidant power of tea extracts by biotransformation of polyphenols. **Food Chemistry**, v. 126, p. 491- 497, 2011.

MANACH, C. *et al.* Polyphenols: Food sources and bioavailability. **American Journal of Clinical Nutrition**, v. 79, p. 727-747, 2004.

MATEOS, R. *et al.* Improved LC-MSn characterization of hydroxycinnamic acid derivatives and flavonols in different commercial mate (*Ilex paraguariensis*) brands. Quantification of polyphenols, methylxanthines, and antioxidant activity. **Food Chemistry**, v. 241, p. 232-241, 2018.

MATIOLI, Graciette; RODRIGUEZ-AMAYA, Delia B. Microencapsulação do licopeno com ciclodextrinas. **Food Science and Technology**, v. 23, p. 102-105, 2003.

MATTÉ, G. M.; ROSA, S. da. Tecnologia da microencapsulação através das microesferas de quitosana. **Revista Iberoamericana de Polímeros**, v. 14, n. 5, p. 206–218, 2013.

MAZUCHOWSKI, J. Z. Manual da erva-mate. Curitiba: **Empresa Paranaense de Assistência Técnica e Extensão Rural**, 1989. 104 p.

MENINI, T. *et al.* Protective action of *Ilex paraguariensis* extract against free radical inactivation of paraoxonase-1 in high-density lipoprotein. **Planta Medica**, v. 73, p. 1141-1147, 2007.

MUKAI-CORREA, R. *et al.* Caracterização de microcápsulas contendo caseína e gordura vegetal hidrogenada obtidas por gelificação iônica. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 8, n. 1, p. 73–80, 2005.

NOGUEIRA, G. F. **Produção e caracterização de micropartículas com multicamadas obtidas por gelificação iônica associada à interação eletrostática**. 2013. Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas, Programa de Pós-Graduação em Alimentos e Nutrição, Campinas, 2013.

PACHECO, L. R. E. **Obtenção e caracterização de uma matriz polimérica a base de alginato com diferentes agentes reticulantes**. Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Programa de Pós Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais, Rio de Janeiro, 2016.

PERES *et al.* HPLC-DAD-ESI/MS identification and quantification of phenolic compounds in *Ilex paraguariensis* beverages and on-line evaluation of individual antioxidant activity. **Molecules**, v. 18, p. 3859- 3871, 2013.

PINCHUK, I. *et al.* Evaluation of antioxidants: scope, limitations and relevance of assays. **Chemistry and physics of lipids**, v. 165, n. 6, p. 638-647, 2012.

PULIDO, R.; BRAVO, L.; SAURA-CALIXTO, F. Antioxidant activity of dietary as determined by a modified ferric reducing/antioxidant power assay. **Journal Agriculture and Food Chemistry**, v. 48, p. 3396-3402, 2000.

RÉ, M. I. Microencapsulation by spray drying. **Drying Technology**, v. 16, n. 6, p. 1195- 1236, 1998.

REN, X. *et al.* A novel dicyclodextrinyl ditelluride compound with antioxidant activity. **FEBS letters**, v. 507, n. 3, p. 377-380, 2001.

ROSENBERG, Moshe; KOPELMAN, Isaiah J.; TALMON, YESHAYAHU. A scanning electron microscopy study of microencapsulation. **Journal of Food Science**, v. 50, n. 1, p. 139-144, 1985.

SARAF, A. S. Applications of novel drug delivery system for herbal formulations. **Fitoterapia**, v. 81, p. 680-689, 2010.

SCHWARZ, K. *et al.* Investigation of plant extracts for the protection of processed foods against lipid oxidation. Comparison of antioxidant assays based on radical

scavenging, lipid oxidation and analysis of the principal antioxidant compounds. **European food research and technology**, v. 212, p. 319-328, 2001.

SENANAYAKE, S.P.J.N. Green tea extract: Chemistry, antioxidant properties and food applications – a review. **Journal of Functional Foods**, v. 5, p. 1529 – 1541, 2013.

SHAHIDI, Fereidoon; AMBIGAIPALAN, Priyatharini. Phenolics and polyphenolics in foods, beverages and spices: Antioxidant activity and health effects—A review. **Journal of functional foods**, v. 18, p. 820-897, 2015.

SHI, Jian Xin et al. SHINE transcription factors act redundantly to pattern the archetypal surface of Arabidopsis flower organs. **PLoS genetics**, v. 7, n. 5, p. e1001388, 2011.

SILVA, M. L. C. *et al.* Compostos fenólicos, carotenóides e atividade antioxidante em produtos vegetais. **Semina: Ciências Agrárias**, v. 31, n. 3, p. 669-681, 2010.

SILVA, F. C. *et al.* Assessment of production efficiency, physicochemical properties and storage stability of spray-dried propolis, a natural food additive, using gum Arabic and OSA starch-based carrier systems. **Food and bioproducts processing**. v. 9, n. 1, p. 28–36, 2013.

SINGLETON, Vernon L.; ORTHOFER, Rudolf; LAMUELA-RAVENTÓS, Rosa M. [14] Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of folin-ciocalteu reagent. In: **Methods in enzymology**. Academic press, 1999. p. 152-178.

SKOOG, D. A.; WEST, D. M.; HOLLER, F. J.; CROUCH, S. R. **Fundamentals of Analytical Chemistry**. 9. ed. Brooks Cole, 2007.

SOUZA, B.; COSTA, D. A. **Micropartículas produzidas por gelificação iônica recobertas com gelatina de peixe e isolado proteico de soja**. 2014. Dissertação (mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Alimentos e Nutrição, Universidade Estadual de Campinas, 2014.

SUAVE, J. *et al* Microencapsulação: Inovação em diferentes áreas. **Health and Environment Journal** v. 7, n. 2, p. 12-20, 2006.

STALIKAS, C. D. Extraction, separation e detection methods for phenolic acid and flavonoids. **Journal of Separation Science**. v. 30, n. 18, p. 3268 - 3295, 2007.

THIES, C. **How to make microcapsules – Lecture and Laboratory**. Missouri: Manual. St. Louis, 1995.

TONET, A.; ZARA, R. F.; TIUMAN, T. S. Atividade biológica e quantificação de compostos bioativos em extrato de erva-mate e sua aplicação em hambúrguer de peixe. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 22, 2019.

TURKMEN, Nihal; SARI, Ferda; VELIOGLU, Y. Sedat. Effects of extraction solvents on concentration and antioxidant activity of black and black mate tea polyphenols determined by ferrous tartrate and Folin–Ciocalteu methods. **Food chemistry**, v. 99, n. 4, p. 835-841, 2006.

TURNER, S *et al.* Evaluation of the antioxidant activity and polyphenols content of *Ilex paraguariensis* (mate) during industrialization. **Advance Journal of Food Science and Technology**, v. 3, p. 23-30, 2011.

VARGAS, B. K. **Ação antioxidante in vivo de extratos de erva-mate (*Ilex paraguariensis*\*) livre e microencapsulados**. 2019. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) - Universidade de Passo Fundo, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Passo Fundo, 2019.

YILDIRIM, A.; MAVI, A.; KARA, A.A.; Determination of antioxidant and antimicrobial activities of *Rumex crispus* L. extracts. **Journal Agriculture. Food Chemistry**. Chicago: v. 49, p. 4083-4089, 2001.

WALTON, D.E. The morphology of spray-dried particles a qualitative view. **Drying Technology**, v. 18, n. 9, p. 1943-1986, 2000.

WISUITIPROT, W. *et al.* In vitro human skin permeation and cutaneous metabolism of catechins from green tea extract and green tea extract-loaded chitosan microparticles. **International Journal of cosmetic science**, v. 33, n. 6, p. 572-579, 2011.

ZANOELO, M. **Caracterização de extrato de erva-mate (*Ilex paraguariensis*) microencapsulado por spray-drying**. Trabalho de Conclusão de Curso, Curso de Bacharelado em Química, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Departamento de Química, Pato Branco, 2019.

ZHENG, Wei; WANG, Shioh Y. Antioxidant activity and phenolic compounds in selected herbs. **Journal of Agricultural and Food chemistry**, v. 49, n. 11, p. 5165-5170, 2001.