



INSTITUTO DE TECNOLOGIA DE ALIMENTOS
Centro de Tecnologia de Frutas e Hortaliças – Fruthotec

ANA CAROLINE BUDIN

**MICROENCAPSULAÇÃO DO EXTRATO DE ERVA-MATE (*Ilex paraguariensis*)
POR GELIFICAÇÃO IÔNICA: AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE E APLICAÇÃO
EM BARRA DE FRUTAS E CEREAIS**

CAMPINAS
2022

ANA CAROLINE BUDIN

**MICROENCAPSULAÇÃO DO EXTRATO DE ERVA-MATE (*Ilex paraguariensis*)
POR GELIFICAÇÃO IÔNICA: AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE E APLICAÇÃO
EM BARRA DE FRUTAS E CEREAIS**

*Dissertação apresentada ao Instituto de
Tecnologia de Alimentos para obtenção do
título de Mestre em Ciência e Tecnologia de
Alimentos.*

Aluno: Ana Caroline Budin

Orientador: Profa. Dra. Sílvia Cristina
Sobottka Rolim de Moura

Este exemplar corresponde à versão final da Dissertação defendida pela aluna Ana Caroline Budin e orientada pela Profa. Dra. Sílvia Cristina Sobottka Rolim de Moura.

CAMPINAS

2022

Agência(s): Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo.

Nº do proc.: 2019/19647-0.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

Ficha Catalográfica

Elaborada pela Bibliotecária Lucilene Paulina da Silva CRB/8 - 8507
Biblioteca Central do ITAL - Instituto de Tecnologia de Alimentos.

B927m Budin, Ana Caroline.

Microencapsulação do extrato de erva-mate (*Ilex paraguariensis*) por gelificação iônica: avaliação da estabilidade e aplicação em barras de frutas e cereais. Ana Caroline Budin / Dissertação de Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos. Campinas, SP: ITAL – Instituto de Tecnologia de Alimentos, 2022.

114 f.

Orientador: Prof.(a) Dr.(a). Sílvia Cristina Sobottka Rolim de Moura.

1. Erva-mate 2. Microencapsulação. 3. Gelificação iônica. 4. Aplicação em alimentos. 5. Aplicação em alimentos. I. ITAL / Centro de Tecnologia de Frutas e Hortaliças (Fruthotec). II. Budin, Ana Caroline. III. Título.

Título em inglês: Microencapsulation of yerba mate (*Ilex paraguariensis*) extract by ionic gelation: stability assessment and fruit and cereal bar application.

Key-words: Yerba mate; phenolic compounds; microencapsulation; ionic gelation; application.

Titulação: Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos

Banca Examinadora: Profa. Dra. Sílvia Cristina Sobottka Rolim de Moura (Orientadora/ Presidente), Profa. Dra. Maria Teresa Bertoldo Pacheco, Dra. Izabela Dutra Alvim, Dra. Carla Léa de Camargo Vianna Cruz.

Data da Defesa: 29 de agosto de 2022.

Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos

BANCA EXAMINADORA

Este exemplar corresponde à redação final da Dissertação de Mestrado defendida por Ana Caroline Budin, aprovada pela Comissão Julgadora em 29 de agosto de 2022.

Prof.(a) Dra. Sílvia Cristina Sobottka Rolim de Moura
Instituto de Tecnologia dos Alimentos - ITAL (Presidente)

Prof.(a) Dra. Maria Teresa Bertoldo Pacheco
Instituto de Tecnologia dos Alimentos - ITAL (titular)

Dra. Izabela Dutra Alvim
Instituto de Tecnologia dos Alimentos - ITAL (titular)

Dra. Carla Léa de Camargo Vianna Cruz
Instituto de Tecnologia dos Alimentos - ITAL (suplente)

A ata de defesa de dissertação de mestrado com as respectivas assinaturas dos membros da banca encontra-se arquivada junto à documentação do aluno.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho ao meu esposo, Sandro, por todo apoio e incentivo ao longo de minha caminhada. E ao meu filho, Rafael, um solzinho que ilumina cada segundo da minha vida.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, por minha vida, e por todas as bênçãos que me concede, nunca me deixando perder a esperança.

À minha família, em especial ao meu marido, Sandro, pelos 13 anos de parceria. E que rendeu o melhor fruto, nosso filho desejado e muito amado, Rafael, que me ensina como ser mãe todos os dias.

Ao ITAL, pela oportunidade de realizar um mestrado na área que sempre desejei. A Capes pela concessão da bolsa. A Fapesp pela oportunidade de fazer parte do projeto da Erva-mate e pela disponibilização dos recursos, essenciais para a realização dos experimentos.

À minha orientadora, Silvia Moura, excelente profissional, com a carreira pautada pela ética. Obrigada pela confiança, por me escolher e estar ao meu lado, me ensinando e incentivando durante todos esses meses.

A todos os professores das disciplinas que cursei durante o mestrado, que foram fundamentais no meu aprendizado e formação.

A todos os colaboradores do Fruthotec, em especial a Fabiola e Elaine, pela ajuda nas análises do projeto. A Dona Elza pelas conversas e pelo carinho. A Larissa pelos ensinamentos e companhia nas análises. A Ana Paula Santos, aluna da pós-graduação da FEA/Unicamp, pela ajuda em importantes análises.

Ao Leonardo Takano, pela colaboração, ajuda indispensável e companhia durante a realização dos experimentos.

A Izabela Alvim, do Cereal Chocotec, pelo conhecimento e auxílio no projeto na etapa de microencapsulação.

A Fernanda Gomes, do CCQA, pela ajuda nas análises de cromatografia do extrato de erva-mate.

A Carla Cruz e Cristiane Ruffi, do Cereal Chocotec, pela disponibilidade e auxílio no desenvolvimento e elaboração das barras de frutas e cereais.

A Aline Garcia, Rita Ormenesse, Sueli Baggio e Beatriz Iamanaka, do CCQA, pela colaboração nas análises sensoriais, físico-químicas e microbiológicas das barras de frutas e cereais.

Ao Professor Arthur Kael Rodrigues da Pia pela oportunidade de estágio em docência e por todo conhecimento transmitido. Ao Pedro Zanotto por toda ajuda

com os alunos durante o estágio. E ao Colégio Técnico de Campinas pela atenção, gentileza e oportunidade.

A empresa Heide Extratos Vegetais, pela doação do extrato de erva-mate.

A todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização deste trabalho.

RESUMO

A erva-mate (*Ilex paraguariensis*) é encontrada principalmente na região centro-sul brasileira e faz parte da cultura de países como Argentina e Paraguai. Seu consumo iniciou-se com os povos nativos dessas áreas e foi passado de geração em geração, permanecendo até os dias atuais. Destaca-se por seus elevados níveis de compostos fenólicos e atividade antioxidante, que propiciam benefícios à saúde. Muitos estudos a associam a prevenção de câncer e de outras doenças crônicas não-transmissíveis. Ultimamente buscam-se maneiras de utilizá-la além da forma convencional, como bebida. Uma das alternativas encontradas para adicioná-la em produtos processados, sem muitos prejuízos relacionados ao seu potencial bioativo, é com o emprego de microencapsulação, técnica que consiste no aprisionamento de substâncias em microestruturas, preservando suas características por mais tempo. Entre as técnicas utilizadas está a gelificação iônica, que tem a finalidade de proteger a substância pretendida, sem a exigência de temperaturas elevadas. Sendo compatível para preservação de compostos sensíveis, que se degradam facilmente. Este trabalho teve o objetivo de empregar o método de gelificação iônica para obter micropartículas contendo o extrato de erva-mate, avaliar a estabilidade e aplicação em barras de frutas. Foram realizadas análises de caracterização e estabilidade do extrato a 5, 15 e 25°C por nove períodos. Desse extrato preparou-se emulsões simples (A/O), com diferentes teores de emulsificante. Após testes escolheu-se a melhor opção para dar prosseguimento ao projeto. A emulsão simples foi caracterizada e transformada em emulsão dupla (A/O/A), sendo usada para elaboração das micropartículas e também caracterizada. Visando sua aplicação, promoveu-se a secagem das micropartículas, realizada em leito fluidizado. As micropartículas secas foram caracterizadas e estudou-se sua estabilidade a 25 e 35°C, por seis períodos, em umidade controlada (55%). As micropartículas foram aplicadas em barras de frutas e cereais, das quais realizou-se análises de caracterização e avaliação sensorial. Os resultados obtidos mostraram que o extrato possui elevado teor de compostos fenólicos totais, principalmente ácido clorogênico (5-CQA), e de atividade antioxidante. Os estudos de estabilidade mostraram que as micropartículas secas

permaneceram mais estáveis ao armazenamento que o extrato, o qual apresentou maior mudança na cor e degradação dos compostos fenólicos. As barras com extrato e partículas secas tiveram aceitação acima de 80%. A menos aceita foi a adicionada de partículas úmidas, com rejeição para textura e crocância. A barra com micropartículas secas, além de preservar os compostos de interesse ainda apresentou boas avaliações, sendo considerada aceita por grande parte dos provadores.

Palavras-chave: Erva-mate; compostos fenólicos; microencapsulação; gelificação iônica; aplicação em alimentos

ABSTRACT

Yerba mate (*Ilex paraguariensis*) is found mainly in the south-central region of Brazil and is part of the culture of countries such as Argentina and Paraguay. Its consumption began with the native peoples of these areas and was passed from generation to generation, remaining until the present day. It stands out for its high levels of phenolic compounds and antioxidant activity, which provide health benefits. Many studies associate it with the prevention of cancer and other chronic non-communicable diseases. Lately, ways are being sought to use it beyond the conventional way, as a beverage. One of the alternatives found to add it to processed products, without much damage related to its bioactive potential, is with the use of microencapsulation, a technique that consists of trapping substances in microstructures, preserving their characteristics for a longer time. Among the techniques used is ionic gelation, which has the purpose of protecting the intended substance, without the requirement of high temperatures. Being compatible for the preservation of sensitive compounds, which are easily degraded. This work aimed to use the ionic gelation method to obtain microparticles containing the yerba mate extract, evaluate the stability and application in fruit bars. Characterization and stability analyzes of the extract were performed at 5, 15 and 25°C for nine periods. Simple emulsions (W/O) were prepared from this extract, with different emulsifier contents. After testing, the best option was chosen to proceed with the project. The single emulsion was characterized and transformed into a double emulsion (W/O/W), being used for the elaboration of the microparticles and also characterized. Aiming at its application, the drying of the microparticles was promoted, carried out in a fluidized bed. The dry microparticles were characterized and their stability was studied at 25 and 35°C, for six periods, in controlled humidity (55%). The results obtained showed that the extract has a high content of total phenolic compounds, mainly chlorogenic acid (5-CQA), and antioxidant activity. The stability studies showed that the dry microparticles remained more stable to storage than the extract, which showed a greater change in color and degradation of phenolic compounds. The bars with extract and dry particles had acceptance above 80%. The least accepted was the one that contained wet particles, with greater

rejection for texture and crispness. The bar with dry microparticles, in addition to preserving the compounds of interest, also presented good evaluations, being considered accepted by most tasters.

Key words: Yerba mate; phenolic compounds; microencapsulation; ionic gelation; food application

SUMÁRIO

RESUMO.....	vii
ABSTRACT	ix
SUMÁRIO.....	xi
Sumário de tabelas.....	xiii
Sumário de Figuras	xv
1 INTRODUÇÃO	1
2 OBJETIVOS	2
Objetivo principal	2
Objetivos específicos.....	2
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	2
3.1 Erva-mate (<i>Ilex paraguariensis</i>)	2
3.2 Microencapsulação	4
3.3 Emulsão	6
3.4 Gelificação iônica	7
4 MATERIAL E MÉTODOS	7
4.1 Extrato hidroalcoólico de erva-mate (<i>Ilex paraguariensis</i>).....	8
4.1.1 Caracterização do extrato de erva-mate (<i>Ilex paraguariensis</i>).....	8
4.1.2 Estabilidade do extrato de erva-mate (<i>Ilex paraguariensis</i>)	11
4.2 Emulsão do extrato hidroalcoólico de erva-mate (<i>Ilex paraguariensis</i>)	12
4.2.1 Preparo da emulsão simples A/O.....	12
4.2.2 Índice de sedimentação das emulsões A/O	14
4.2.3 Microestrutura da emulsão A/O.....	14
4.2.4 Diâmetro médio e distribuição de tamanho	14
4.3 Micropartículas de extrato de erva-mate (<i>Ilex paraguariensis</i>).....	15
4.3.1 Produção das micropartículas.....	15

4.3.2	Caracterização das micropartículas úmidas	16
4.3.3	Secagem das partículas.....	19
4.3.4	Caracterização das micropartículas secas.....	19
4.3.5	Estabilidade das partículas secas	21
4.4	Desenvolvimento de barra de frutas e cereais com acréscimo de micropartículas de erva-mate	22
4.4.1	Elaboração das barras de frutas e cereais.....	23
4.4.2	Composição centesimal das barras de frutas e cereais.....	26
4.4.3	Análises microbiológicas das barras de frutas e cereais.....	27
4.4.4	Caracterização das barras de frutas e cereais.....	27
4.4.5	Aceitabilidade sensorial	29
4.5	Análise estatística	30
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	30
5.1	Extrato hidroalcoólico de erva-mate (<i>Ilex paraguariensis</i>).....	30
5.1.1	Caracterização do extrato de erva-mate	30
5.1.2	Estabilidade do extrato hidroalcoólico de erva-mate (<i>Ilex paraguariensis</i>) ..	42
5.2	Emulsão do extrato hidroalcoólico de erva-mate (<i>Ilex paraguariensis</i>)	49
5.2.1	Índice de sedimentação (IS)	49
5.2.2	Microestrutura	51
5.2.3	Diâmetro médio e distribuição de tamanho	53
5.3	Micropartículas de extrato de erva-mate (<i>Ilex paraguariensis</i>).....	54
5.3.1	Produção das micropartículas.....	54
5.3.2	Caracterização das micropartículas úmidas	55
5.3.3	Caracterização das micropartículas secas.....	65
5.3.4	Estabilidade das micropartículas secas	71
5.4	Desenvolvimento de barra de frutas e cereais com acréscimo de micropartículas de erva-mate	78

5.4.1 Composição centesimal e análise microbiológica das barras de frutas e cereais.....	79
5.4.2 Caracterização das barras de frutas e cereais.....	81
6 CONCLUSÃO.....	98
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	99
8 ANEXOS.....	109

SUMÁRIO DE TABELAS

Tabela 1. Formulação das barras de frutas e cereais.....	23
Tabela 2. Cor instrumental do extrato hidroalcoólico de erva-mate (<i>Ilex paraguariensis</i>).....	34
Tabela 3. Cor instrumental do extrato hidroalcoólico de erva-mate (<i>Ilex paraguariensis</i>) com variação de pH.....	36
Tabela 4. Compostos fenólicos totais do extrato hidroalcoólico de erva-mate (<i>Ilex paraguariensis</i>), expressos em base úmida e base seca.....	38
Tabela 5. Atividade antioxidante, por DPPH e ABTS, do extrato hidroalcoólico de erva-mate (<i>Ilex paraguariensis</i>).....	39
Tabela 6. Componentes individuais identificados e quantificados, por HPLC, no extrato de erva-mate (<i>Ilex paraguariensis</i>).....	41
Tabela 7. Parâmetros de cor do extrato hidroalcoólico de erva-mate durante estudo de estabilidade em três diferentes temperaturas.....	43
Tabela 8. Avaliação dos compostos fenólicos presentes no extrato de erva-mate durante armazenamento em três temperaturas.....	45
Tabela 9. Avaliação da atividade antioxidante (DPPH) do extrato de erva-mate durante armazenamento em três temperaturas.....	48
Tabela 10. Índice de sedimentação (IS) de emulsões de extrato de erva-mate (<i>Ilex paraguariensis</i>) contendo 3, 4 e 5% de emulsificante PGPR.....	50
Tabela 11. Diâmetro médio e Índice de polidispersão (PDI) das emulsões contendo 3, 4 e 5% de emulsificante PGPR.....	53

Tabela 12. Diâmetro médio e índice de polidispersão (PDI) de partículas úmidas, de extrato de erva-mate, em diferentes condições.....	58
Tabela 13. Cor instrumental das partículas úmidas contendo extrato erva-mate (<i>Ilex paraguariensis</i>) (n=9).	60
Tabela 14. Eficiência de encapsulação (EE) das partículas úmidas contendo erva-mate.	61
Tabela 15. Compostos fenólicos totais das micropartículas úmidas de erva-mate (<i>Ilex paraguariensis</i>), expressos em base úmida e base seca.	63
Tabela 16. Atividade antioxidante, por DPPH e ABTS, das partículas úmidas de erva-mate (<i>Ilex paraguariensis</i>).	64
Tabela 17. Diâmetro médio e índice de polidispersão (PDI) de partículas secas de erva-mate.	67
Tabela 18. Cor instrumental das partículas secas de extrato erva-mate (<i>Ilex paraguariensis</i>).....	69
Tabela 19. Compostos fenólicos totais das micropartículas secas de erva-mate (<i>Ilex paraguariensis</i>), expressos em base úmida e base seca.....	70
Tabela 20. Atividade antioxidante, por DPPH e ABTS, das partículas secas de erva-mate (<i>Ilex paraguariensis</i>).	71
Tabela 21. Parâmetros de cor das micropartículas secas de erva-mate durante estudo de estabilidade com armazenamento em duas temperaturas.	72
Tabela 22. Avaliação dos compostos fenólicos presentes nas micropartículas secas de erva-mate durante armazenamento em duas temperaturas.....	74
Tabela 23. Avaliação da atividade antioxidante, por ABTS e DPPH, de micropartículas secas de erva-mate durante armazenamento em duas temperaturas.	76
Tabela 24. Composição centesimal das barras de frutas e cereais e análises microbiológicas.....	80
Tabela 25. Atividade de água das barras de frutas e cereais.	82
Tabela 26. Cor instrumental das barras de frutas e cereais.....	83
Tabela 27. Dureza das barras de frutas e cereais.	85
Tabela 28. Compostos fenólicos totais presentes nas barras de frutas e cereais.	86

Tabela 29. Influência da adição do extrato, partículas úmidas e secas de erva-mate no aumento do teor de compostos fenólicos totais nas barras de frutas e cereais.....	87
Tabela 30. Atividade antioxidante, pelos métodos de ABTS e DPPH, das barras de frutas e cereais.	88
Tabela 31. Resultados obtidos na avaliação da aceitabilidade e preferência das barras de frutas vermelhas com cereais.....	91

SUMÁRIO DE FIGURAS

Figura 1. Preparo da emulsão a base do extrato hidroalcoólico de erva-mate com o uso de banho ultra termostático (A) conectado a béquer encamisado (B), no qual ocorreu o emulsionamento, por meio de rotor estator (C). Suporte com bureta (D) responsável por gotejar o extrato de erva-mate no béquer.	13
Figura 2. Gotejamento do extrato de erva-mate durante o preparo da emulsão.	13
Figura 3. Produção das micropartículas pela técnica de gelificação iônica.	16
Figura 4. Equipamento leiteo fluidizado completo (A). Leiteo fluidizado em funcionamento durante a secagem das micropartículas de extrato de erva-mate (B) e (C). As setas indicam as micropartículas em movimento durante o processo...	19
Figura 5. Divisão das partículas secas para armazenamento, em 25 e 35°C, e estudo de estabilidade.....	21
Figura 6. Etapa de homogeneização dos ingredientes das barras de frutas.	24
Figura 7. Etapa de laminação e compactação da massa obtida.....	24
Figura 8. Etapa de corte da massa, realizada para deixar as barras em tamanho padrão.	25
Figura 9. Barras embaladas para armazenamento e posterior análises.....	26
Figura 10. Representação do espaço de cores $L^* a^* b^*$	34
Figura 11. Amostra do extrato de erva-mate em seu estado natural (A). Extrato de erva-mate diluído em 1:5 para análise de cor instrumental (B).	35
Figura 12. Variação da coloração do extrato hidroalcoólico de erva-mate (<i>lex paraguariensis</i>) com mudança de pH.....	37

Figura 13. Gráfico da variação da diferença total de cor (ΔE) do extrato de erva-mate em função do tempo.....	45
Figura 14. Gráfico dos compostos fenólicos do extrato de erva-mate de acordo com o tempo de armazenamento.....	46
Figura 15. Gráfico da atividade antioxidante (DPPH) do extrato de erva-mate em função do tempo.....	49
Figura 16. Emulsão com diferentes porcentagens de emulsificante PGPR (polirricinoleato de poliglicerol). Após o preparo (A) e depois de 24 horas (B).....	51
Figura 17. Microscopia das emulsões contendo 3% (A), 4% (B) e 5% (C) de emulsificante PGPR, aplicando aumento de 1000x.....	52
Figura 18. Gráfico de distribuição do diâmetro médio (μm) da emulsão com 5% de PGPR.	54
Figura 19. Micropartículas úmidas com extrato de erva-mate elaboradas a partir da técnica de gelificação iônica.	55
Figura 20. Micropartículas de extrato de erva-mate produzidas pela técnica de gelificação iônica (1100Hz/2000 V) observadas em estereoscópio (40x).	57
Figura 21. Micropartículas de extrato de erva-mate, produzidas pela técnica de gelificação iônica (1100Hz/2000 V), observadas em microscópio ótico (100x). ...	57
Figura 22. Gráfico de distribuição do diâmetro médio das micropartículas de erva-mate produzidas em diferentes condições. A curva vermelha representa a condição 600 Hz/1250 V e a curva azul 1100 Hz/2000 V.....	59
Figura 23. Cor das micropartículas úmidas.	61
Figura 24. Gráfico de distribuição do diâmetro médio das micropartículas secas de erva-mate.	67
Figura 25. Micropartículas de extrato de erva-mate secas por leite fluidizado. ...	68
Figura 26. Gráfico da diferença total de cor (ΔE) das micropartículas secas de erva-mate durante armazenamento em duas temperaturas.....	73
Figura 27. Gráfico dos compostos fenólicos das micropartículas secas de erva-mate de acordo com o tempo de armazenamento.	75
Figura 28. Gráfico da atividade antioxidante, pelo método ABTS, das micropartículas secas erva-mate de acordo com o tempo de armazenamento. ..	77
Figura 29. Gráfico da atividade antioxidante, pelo método DPPH, das micropartículas secas erva-mate de acordo com o tempo de armazenamento. ..	78

Figura 30. Barras de frutas e cereais padrão (BP), com extrato (BE), adicionada de partículas úmidas de erva-mate (BPU) e de partículas secas (BPS).	84
Figura 31. Gráficos das porcentagens de aceitação, indiferença e rejeição para a aceitabilidade de modo geral (A), aparência (B) e textura (C) das amostras de barras de frutas vermelhas com cereais de acordo com a avaliação dos consumidores que participaram do teste.	93
Figura 32. Gráficos das porcentagens de aceitação, indiferença e rejeição para a aceitabilidade do sabor (D), adoçamento (E) e sabor residual (F), de acordo com a avaliação dos consumidores que participaram do teste.	94
Figura 33. Gráficos das porcentagens de classificação ideal, acima e abaixo do ideal para a quantidade de frutas vermelhas (A) e firmeza (B) de acordo com a avaliação dos consumidores que participaram do teste.	96
Figura 34. Gráficos das porcentagens de classificação ideal, acima e abaixo do ideal para a crocância (C) e intensidade do sabor de frutas vermelhas (D), de acordo com a avaliação dos consumidores que participaram do teste.	97

1 INTRODUÇÃO

O Brasil é considerado um dos principais produtores de erva-mate (*Ilex paraguariensis*) do mundo; seu cultivo está associado, em grande parte, a pequenos produtores, para os quais ela possui grande relevância socioeconômica (STURION *et al.*, 2004). Na Região Sul, além de ser imprescindível na economia de diversas cidades, ainda é o produto (não madeireiro) mais importante do agronegócio florestal. No passado, era conhecida como “ouro verde” e hoje passa por um período de retomada, com atualização de tecnologias e busca de novos mercados (EMBRAPA FLORESTAS, 2019). De modo geral, no país, sua produção resulta predominantemente de árvores nativas (DANIEL, 2009).

Ao longo dos anos, a erva-mate vem renovando e aumentando o número de entusiastas de seus produtos, não só os jovens, que perpetuam a cultura do consumo, mas também novos adeptos de lugares mais distantes, como Oriente Médio, Estados Unidos e alguns países da Europa (DANIEL, 2009). Esse interesse se deve, sobretudo, pelas propriedades nela encontradas, às quais estão ligadas a presença de determinados compostos, como compostos fenólicos, cafeína e teobromina. Estes compostos seriam de interesse para aplicação no desenvolvimento de produtos, alimentícios ou não, que proporcionariam algum tipo de benefício ao consumidor (EMBRAPA FLORESTAS, 2019).

Com a procura por alimentos mais saudáveis a ciência e tecnologia estuda formas de inserir novos produtos a dieta dos consumidores, algo que mantenha a praticidade sem causar prejuízos à saúde, com reduzidos teores de sal, gordura ou açúcar. Com os recursos que a ciência e tecnologia de alimentos possui e com os avanços frequentes observados é possível que as pessoas tenham acesso a alimentos processados mais saudáveis, com adição de ingredientes benéficos. Estudos recentes apontam como tendência em alimentos e bebidas o uso de sistemas de entrega coloidais, como suspensões, emulsões e microgéis; que são empregados na encapsulação, proteção, fornecimento e viabilização de nutracêuticos. O encapsulamento pode ser usado com o propósito de proteger e liberar o composto de interesse apenas no local adequado, onde suas propriedades garantirão os efeitos desejados (MCCLEMENTS, 2020).

2 OBJETIVOS

OBJETIVO PRINCIPAL

Empregar o método de gelificação iônica para obter micropartículas contendo o extrato de erva-mate, avaliar a estabilidade dos compostos bioativos e aplicação em barras de frutas e cereais.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Caracterizar e avaliar a estabilidade dos compostos bioativos e atividade antioxidante do extrato hidroalcoólico de erva mate;
- Realizar a microencapsulação do extrato de erva-mate pelo método de gelificação iônica;
- Realizar a secagem das micropartículas em leite fluidizado;
- Avaliar a estabilidade dos compostos bioativos e atividade antioxidante das micropartículas secas;
- Avaliar a aplicação das micropartículas em barras de frutas e cereais;
- Caracterizar e realizar análise sensorial das barras de frutas e cereais.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Erva-mate (*Ilex paraguariensis*)

A erva-mate (*Ilex paraguariensis*) encontra-se inserida na família Aquifoliaceae, a qual compreende em torno de 600 espécies. Geograficamente abrange a região centro-sul brasileira, com predominância em Mato Grosso do Sul, Paraná, Santa Catarina e Rio Grande do Sul (PENTEADO, 2019). É encontrada também em determinadas regiões da Argentina e Paraguai (MARQUES *et al.*, 2013).

Sua colheita ocorre de acordo com o grau de maturação das folhas. Pode ser feita durante o ano todo, desde que tomados os devidos cuidados para preservação de parte das folhas, que darão origem aos novos brotos (MARQUES *et al.*, 2013).

O consumo da erva-mate (*Ilex paraguariensis*) ocorre tradicionalmente nas formas de chimarrão, tereré e chá mate. A busca por novos mercados e usos para a erva revelou seu enorme potencial como ingrediente. Devido sua natureza versátil, atualmente seu extrato tem sido utilizado em indústrias alimentícias e farmacêuticas (DANIEL, 2009), estando presente em alimentos e suplementos (HECK & MEJIA, 2007). Ao ser adicionado a alimentos, o extrato pode promover melhorias na qualidade em diferentes aspectos, como sensorial e aumento de sua vida útil. (VALERGA *et al.* 2012).

Entre os compostos que se destacam na erva-mate estão as xantinas e as saponinas, as primeiras estão associadas a propriedades estimulantes, das quais fazem parte a cafeína e a teobromina. Todavia, os compostos fenólicos são os que mais chamam a atenção; a eles atribui-se a elevada capacidade antioxidante encontrada na erva-mate (HECK & MEJIA, 2007). Outra propriedade atribuída a erva é o potencial antimicrobiano, podendo ser aplicada em alguns produtos como conservante (TONET *et al.*, 2019).

Estudos sugerem que a *Ilex paraguariensis* atua como antimutagênica e antioxidante, inclusive podendo interferir positivamente no metabolismo lipídico e em doenças crônicas (BRACESCO *et al.*, 2011)

Em estudos *in vitro*, realizados por Mejía *et al.* (2010), conseguiram observar notável ação antirradical da erva-mate, os produtos utilizados foram caracterizados como ricos em compostos fenólicos. As amostras, provenientes de diferentes regiões da Argentina e Paraguai, foram capazes de inibir o crescimento de células responsáveis pelo câncer de cólon, reforçando as evidências sobre as propriedades benéficas da erva mate.

Em camundongos que tiveram indução de obesidade com dieta rica em gordura, o consumo do chá de erva-mate acarretou efeitos antiinflamatórios. Além da melhora nos níveis de glicose, observou-se que a sinalização da insulina hepática foi recuperada (ARÇARI *et al.*, 2011).

Matsumoto (2008), corroborando com os estudos que demonstram os benefícios da erva-mate, comprovou com ensaios *in vivo*, que ela ocasiona diminuição da oxidação e formação de lipoperóxidos no plasma sanguíneo e LDL. O estudo foi conduzido com 20 participantes, que ingeriram 300 mL de chá mate por uma semana. Os ensaios realizados no plasma e fração LDL das voluntárias

mostraram que a ingestão de uma dose de chá mate ao dia, por apenas uma semana, já causa impactos positivos ao organismo. Os exames apontaram aumento no nível de antioxidantes plasmáticos e da expressão de genes responsáveis por produzirem enzimas antioxidantes. Pôde-se concluir que o chá mate pode atuar prevenindo doenças como o câncer e a aterosclerose.

Castaldelli *et al.* (2011) também realizaram teste *in vivo*, com ratos Wistar, que foram submetidos a uma rotina que incluía consumo de infusão de erva-mate duas vezes ao dia. Baseado na comparação do comportamento do grupo controle de ratos, a erva-mate foi capaz de elevar o nível de alerta nos animais, algo esperado devido às propriedades estimulantes já conhecidas da folha. As autoras, inclusive, chegaram a resultados interessantes relacionados à melhora na saúde, pois houve diminuição nos níveis de triglicérides e colesterol dos animais.

Em vista de todos os benefícios que a erva-mate pode proporcionar é importante que se ampliem não só os estudos que avaliem suas propriedades, mas também seu consumo como alimento funcional (CARDOZO JUNIOR & MORAND, 2016).

3.2 Microencapsulação

O uso de compostos bioativos incorporados a alimentos pode trazer diversos benefícios a saúde do consumidor, porém a indústria alimentícia vive uma constante busca por formas que viabilizem a conservação dessas substâncias durante toda a vida de prateleira do produto. Por se tratar de compostos altamente sensíveis, e que se degradam facilmente em condições ambiente, torna-se necessária a aplicação de processos ainda pouco difundidos, ou de novas tecnologias que garantam a eficácia do composto. Uma das formas encontradas para resolver essas questões é o uso da microencapsulação, que permitirá que o composto tenha seu potencial mais preservado (AUGUSTIN & SANGUANSRI, 2008).

A microencapsulação é uma técnica que permite o aprisionamento de substâncias, que são envolvidas por um material encapsulante. Podem ser produzidas em tamanhos variando de 1 a 1000 micromêtros. Entre as vantagens proporcionadas pelo seu uso está a proteção dos ingredientes, tanto de aspectos ambientais, como de reações entre os próprios componentes do alimento. A técnica

pode também encobrir aromas e sabores indesejáveis, além de permitir que os ativos encapsulados sejam liberados de acordo com tempo e velocidades pré-estabelecidas (FELLOWS, 2019). Destaca-se por sua eficácia e adaptabilidade em diferentes áreas (REBELLO, 2009) e por esse motivo vem sendo empregada em diversos tipos de produtos, considerados superiores por conseguirem garantir a preservação de seus ingredientes ativos (SILVA, 2014).

Todavia, antes que se decida por microencapsular um ingrediente bioativo e aplicá-lo é imprescindível o estudo de sua interação com os demais componentes da formulação do alimento, bem como sua solubilidade na matriz alimentar. Essas medidas são importantes para assegurar que não ocorram alterações nas características organolépticas do produto, causadas por possíveis interferências do composto bioativo adicionado. Estes podem passar por alguns processos para que sejam mantidas suas propriedades, sendo geralmente transformados em concentrados, extratos ou pós, e assim serem adquiridos pelas indústrias (AUGUSTIN & SANGUANSRI, 2008).

Quanto aos métodos de microencapsulação eles podem ser físicos, químicos ou físico-químicos. Alguns exemplos são a liofilização, secagem por *spray dryer* ou *spray chilling*, classificados como métodos físicos. Polimerização interfacial e emulsão, métodos químicos. E no caso dos físico-químicos os mais conhecidos são a coacervação e a gelificação iônica. O uso de diversos métodos se aplica a múltiplas indústrias, como farmacêutica, química, cosmética e alimentícia (REBELLO, 2009). Entretanto, na indústria alimentícia são encontradas inúmeras restrições, visto que não se pode usar qualquer material para encapsular algo que será ingerido, somente ingredientes permitidos. Quando se tem um ativo hidrofóbico pode-se utilizar como material os polissacarídeos (açúcar, amido, dextrina, celulose, pectina, goma arábica, alginato), proteínas vegetais (do trigo, soja ou milho) ou animais (caseína, gelatina) e polímeros (quitosana, derivados da celulose). Para ativos hidrofílicos usa-se geralmente lipídeos (ácidos graxos, glicerídeos, fosfolipídios), ceras (de abelha e carnaúba) e polímeros (etilcelulose e goma-laca). Sendo essas sugestões (SOBEL *et al.*, 2014).

A finalidade e aplicação conduzirá o tipo de tecnologia e materiais, de núcleo e parede, a serem utilizados na produção das partículas (FANG & BHANDARI, 2010). E alguns fatores serão determinantes para alcançar o êxito na difusão e

liberação das substâncias encapsuladas. Entre eles está a forma como elas se apresentam, pois nem sempre as partículas serão esferas regulares, são muitas vezes irregulares ou mesmo filmes. E a textura, que pode ser compacta ou porosa (MADENE *et al.*, 2006).

Muitas pesquisas envolvendo a microencapsulação de polifenóis vem mostrando o quão benéfico a técnica pode ser para preservação dos compostos menos estáveis quando livres. Nesses estudos é notória a melhoria nos resultados de biodisponibilidade e estabilidade dos compostos fenólicos (FANG & BHANDARI, 2010).

3.3 Emulsão

Quando é preciso misturar substâncias imiscíveis, a solução encontrada é a preparação de uma emulsão, onde haverá uma fase dispersa integrada a uma fase contínua. Elas podem ser classificadas em óleo em água (O/A), em que a fase dispersa é um lipídio e a fase contínua a água; ou em água em óleo (A/O), com a fase dispersa a água e a contínua o lipídio. As emulsões são de grande relevância para a indústria alimentícia, sendo utilizadas na produção de inúmeros produtos, como margarinas, sorvetes e maioneses. Mas também podem ser encontradas naturalmente em alguns alimentos, caso do leite e da gema de ovo (BOOM, 2008).

Outra categoria existente seria das emulsões múltiplas. Elas podem ser A/O/A (água em óleo em água) ou O/A/O (óleo em água em óleo). Sua utilização está relacionada a encapsulação, de alimentos ou medicamentos (BOOM, 2008). Apresenta vantagens quando usada para microencapsulação de compostos bioativos, estendendo sua proteção e permitindo sua liberação controlada (PEREIRA & GARCIA-ROJAS, 2015). Em relação a liberação controlada lista-se duas condições para que seja bem-sucedida: a emulsão deve se manter estável durante a aplicação, além de consistente, para que a liberação ocorra da maneira esperada (ZUIDAM & SHIMONI, 2010).

Uma das formas encontradas para manter a estabilidade desejada é o emprego de surfactantes na formulação, essas moléculas possuem afinidade tanto com substâncias hidrofóbicas quanto com hidrofílicas. Por terem afinidade com as duas fases permanecerão adsorvidos na interface (BOOM, 2008).

3.4 Gelificação iônica

As indústrias de alimentos possuem diferentes técnicas de microencapsulação. As que utilizam biopolímeros para formação de gel incluem a gelificação térmica e gelificação iônica, onde ocorre dispersão de gotas de uma emulsão para formação de partículas. A gelificação térmica tem por característica o uso de temperaturas mais elevadas e posterior resfriamento (THIES, 2012). Já a gelificação iônica é um método de troca iônica com a finalidade de solidificar a substância pretendida, não empregando aquecimento. Portanto, se o composto a ser microencapsulado for, de alguma forma, sensível e se degradar facilmente pelo calor, o método mais indicado é a gelificação iônica (OXLEY, 2012). Entre os materiais normalmente utilizados está o alginato de sódio que, com a adição de íons de cálcio, irá se converter em alginato de cálcio, composto insolúvel em água. Outra possibilidade é a utilização de pectina de baixo teor de metoxilação, sendo esta mais adequada quando se trata de aplicação em produtos veganos (MOURA *et al.*, 2018b).

O uso da gelificação iônica, que é antecedida por uma emulsão, pode ser vantajoso quando deseja-se trabalhar com compostos bioativos. A emulsificação conseguirá deter a oxidação dos ativos por mais tempo, promover melhorias nas características organolépticas do alimento, mascarando determinados sabores, além de proteger o composto durante o consumo, para que ele seja liberado apenas nos locais programados e não se degrade durante o processo de digestão (HOLKEM *et al.*, 2015).

4 MATERIAL E MÉTODOS

O extrato hidroalcoólico de erva-mate (*Ilex paraguariensis*), fornecido pela empresa Heide Extratos Vegetais, com sede em Pinhais/PR, permaneceu armazenado no Laboratório da Planta II do Fruthotec/ITAL, à temperatura de 5 a 8°C, até o início das análises, realizadas dentro do prazo de validade do extrato. De acordo com o certificado de análise, enviado pela própria empresa, o extrato é elaborado a partir das folhas da *Ilex paraguariensis* e um veículo alcoólico (álcool etílico), estabilizado e conservado. Resultando em um extrato com 64°GL.

4.1 Extrato hidroalcoólico de erva-mate (*Ilex paraguariensis*)

Foram realizadas análises de caracterização (4.1.1) e estabilidade (4.1.2). Para o estudo de estabilidade o extrato foi dividido em 3 partes iguais e foram colocados em frascos plásticos devidamente fechados. Cada parte foi armazenada a uma temperatura diferente: 5°C, 15°C e 25°C. As análises de caracterização foram realizadas no primeiro dia do experimento (T_0).

A estabilidade foi avaliada a cada 7 dias (aproximadamente), durante 56 dias, nas 3 temperaturas definidas. O armazenamento variou de T_0 a T_8 resultando em 9 períodos. Cada amostra foi analisada em quadruplicata, exceto na análise de cor instrumental, na qual eram feitas 9 leituras por amostra.

4.1.1 Caracterização do extrato de erva-mate (*Ilex paraguariensis*)

4.1.1.1 pH

Empregou-se metodologia IAL (2005) com uso de potenciômetro (Digimed, modelo DM 20, Brasil).

4.1.1.2 Teor de sólidos solúveis

Medido em °Brix, com o auxílio de refratômetro de bancada (Abbe Refractometer, modelo 10450, EUA), utilizando metodologia IAL (2005).

4.1.1.3 Umidade

Realizada segundo metodologia adaptada de AOAC (2005) e IAL (2008), pelo princípio de secagem em estufa a vácuo e retirada da água presente no alimento por evaporação. A temperatura de secagem foi de aproximadamente 70°C. A amostra tem sua massa registrada antes de entrar na estufa e após secagem e estabilização em dessecador.

4.1.1.4 Acidez total titulável

Pesou 10 g de extrato de erva-mate e adicionou-se 90 mL de água destilada. A amostra foi titulada com hidróxido de sódio 0,1 N até pH 8,10. A metodologia usada foi adaptada de AOAC (2005) e IAL (2008).

4.1.1.5 Avaliação colorimétrica

Foi utilizado colorímetro portátil CR-400 (Konica Minolta Sensing Inc., Osaka, Japão) para avaliação pelo sistema CieLab, parâmetros L^* , a^* e b^* (KONICA MINOLTA, 2007). Entretanto, para uma análise mais completa da cor optou-se por calcular os valores de chroma, hue (ângulo de tonalidade), e ΔE (variação total da cor), conforme as equações 1 a 3:

$$C^* = (a^{*2} + b^{*2})^{1/2} \quad (1)$$

$$h = \arctan\left(\frac{b^*}{a^*}\right) \quad (2)$$

$$\Delta E = \sqrt{(\Delta L)^2 + (\Delta a)^2 + (\Delta b)^2} \quad (3)$$

A medição da cor foi realizada no extrato diluído (1:5) em álcool 70%. Por ser considerada semitransparente, a leitura da amostra ocorreu em tubos de ensaio com uma porção coberta com papel branco e opaco, de modo que quando o feixe de luz incidisse encontrasse um fundo branco. Isso foi feito conforme instruções encontradas em Konica Minolta (2007), pois o resultado poderia ser comprometido pela cor do suporte de tubos usado durante a medição.

Também foi feito um teste de alteração da cor do extrato com variação do pH, na faixa de 2 a 8.

Para alteração do pH foram utilizadas soluções padronizadas de NaOH 1M e HCl 1M. Para a determinação dos valores de pH utilizou-se potenciômetro Digimed (modelo DM 20, Brasil). Primeiramente mediu-se o pH inicial do extrato, em seguida, com o auxílio de uma bureta adicionou-se a solução de HCl 1M até que o extrato chegasse ao pH igual a 2, do qual foi separado uma alíquota. Em seguida iniciou-se a adição de NaOH 1M até que fosse atingido os pHs 3, 4, 5, 6, 7 e 8, sempre separando uma alíquota de cada um. Ao final as amostras foram fotografadas e analisou-se a mudança na coloração de acordo com o valor de pH.

4.1.1.6 Compostos fenólicos totais

Os compostos fenólicos do extrato foram determinados por método espectrofotométrico de Folin Ciocalteu, de acordo com Erkan-Koç *et al.* (2015).

As análises foram realizadas com um extrato diluído em álcool 70%. A metodologia exigiu a construção de uma curva-padrão de ácido gálico com cinco pontos (40, 80, 120, 160 e 200 µg/mL). Também foi preparado um branco, o qual continha todos os reagentes utilizados menos a amostra, que foi substituída por água destilada. A leitura das amostras e curva-padrão foi feita em espectrofotômetro de UV/Visível (Agilent Technologies, Cary 60 MY13110012, Estados Unidos da América) no comprimento de onda de 750 nm. Os resultados foram expressos em mg GAE/100 g.

4.1.1.7 Atividade antioxidante pelo método de DPPH

A análise de DPPH foi realizada de acordo com Jiménez-Zamora *et al.* (2016). O DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl) é uma molécula de radical livre, que em solução apresenta cor violeta escuro. Ao ser associada a outro composto, que contenha um átomo de hidrogênio que pode ser doado, ela é reduzida e sua cor passa de violeta para amarelo claro (KEDARE & SINGH, 2011).

Para realização desse ensaio utilizou-se o extrato de erva-mate diluído em álcool 70%. Foi feita uma curva-padrão de Trolox com seis pontos (50, 100, 200, 400, 600 e 800 µM). Tanto as amostras quanto a curva-padrão foram lidas no comprimento de onda de 515 nm em espectrofotômetro de UV/Visível (Agilent Technologies, Cary 60 MY13110012, Estados Unidos da América). Os resultados foram apresentados em µmol TE/g (Trolox Equivalente).

4.1.1.8 Atividade antioxidante pelo método de ABTS

Determinada conforme Jiménez-Zamora *et al.* (2016). Foi usada solução contendo o reagente 2,2- azinobis (3-etilbenzotiazolina-6-ácido sulfônico) (ABTS) e solução de persulfato de potássio 2,6 mM misturadas em partes iguais e incubadas no escuro por 16 horas. Foi construída uma curva-padrão de Trolox com cinco pontos (100, 500, 1000, 1500 e 2000 µM). As amostras, extrato de erva-mate diluído em álcool 70%, e a curva-padrão foram lidas, após 6 minutos de incubação ao abrigo de luz, no comprimento de onda de 734 nm. Para leitura das absorvâncias foi usado espectrofotômetro de UV/Visível (Agilent Technologies, Cary 60 MY13110012, Estados Unidos da América). Os resultados foram expressos em µmol TE/g (Trolox Equivalente).

4.1.1.9 Identificação e quantificação dos componentes individuais

A identificação e quantificação do ácido clorogênico, teobromina e cafeína, presentes no extrato concentrado, foi realizada por cromatógrafo líquido de alta eficiência (Shimadzu CBM20A) com detector UV-DAD (SPD-M20A), bomba quaternária LC-20AT e coluna Zorbax Eclipse plus C18, com dimensões de 4,6x250 mm e partículas de 5 µm. A metodologia foi baseada em Tfouni *et al.* (2012). Destaca-se que no caso do ácido clorogênico (CGA) identificou-se apenas o 5-CQA, sem os isômeros.

Para identificação dos alcaloides cafeína e teobromina foram utilizados padrões Sigma-Aldrich (Saint Louis, MO, USA) C0750 Caffeine – powder, ReagentPlus® e T4500 Theobromine ≥98.0%, respectivamente. O preparo da amostra foi feito homogeneizando 5 mL do extrato de erva-mate, 1,0 g de óxido de magnésio e 50 mL de água Mili-Q. Essa solução permaneceu em ebulição por 15 minutos e esperou-se que fosse resfriada para filtrar em papel de filtro e completou-se o volume de 100 mL com água Mili-Q. Utilizou-se seringa com membrana filtrante (0,45 µm e 15 mm de diâmetro) para transferência das amostras para os vials, de 1,5 mL. A fase móvel foi constituída de solução metanol:água (30:70).

Já a identificação do ácido clorogênico foi por meio de padrão Sigma-Aldrich (Saint Louis, MO, USA) C3878 Chlorogenic acid ≥95% (titration). Foi utilizado 5 mL de extrato, 2 mL de solução Carrez I e 2 mL de solução Carrez II e completou-se o volume de 100 mL com água Mili-Q. A filtragem de transferência para os vials ocorreu da mesma forma citada anteriormente. Sendo a fase móvel constituída por A: água (pH 2,7) + 1 g/L de NaH₂PO₄ e B: acetonitrila.

4.1.2 Estabilidade do extrato de erva-mate (*Ilex paraguariensis*)

A estabilidade do extrato foi estudada em três temperaturas, 5, 15 e 25°C, ao abrigo da luz, durante nove períodos, com análises semanais de cor instrumental, compostos fenólicos totais e atividade antioxidante.

4.1.2.1 Cor instrumental

A cor instrumental foi medida com o auxílio de colorímetro portátil CR-400 (Konica Minolta Sensing Inc., Osaka, Japão) no sistema CieLab, parâmetros L*, a*

e b^* (KONICA MINOLTA, 2007), além do cálculo de chroma e ΔE , executados de acordo com as equações 1 e 3. As leituras foram feitas nas amostras diluídas (1:5) em álcool 70% e com nove repetições.

4.1.2.2 Compostos fenólicos totais

Realizada de acordo com o item 4.1.1.6.

4.1.2.3 Atividade antioxidante pelo método de DPPH

Determinada de acordo com o item 4.1.1.7.

4.2 Emulsão do extrato hidroalcoólico de erva-mate (*Ilex paraguariensis*)

Para a emulsão do extrato (hidrofílico) foram aplicados métodos combinados (dupla emulsão), visto que a gelificação iônica é aplicada diretamente apenas para substâncias hidrofóbicas.

4.2.1 Preparo da emulsão simples A/O

As emulsões A/O foram preparadas com a adição de óleo de canola marca comercial Liza[®], (Cargill Agrícola S.A., Mairinque/Brasil) e surfactante polirricinoleato de poliglicerol - PGPR (Concepta Ingredients, São Paulo/Brasil).

Foram utilizadas as seguintes proporções:

3%: 35 g de extrato de erva-mate + 62 g de óleo de canola + 3 g de PGPR.

4%: 35 g de extrato de erva-mate + 61 g de óleo de canola + 4 g de PGPR.

5%: 35 g de extrato de erva-mate + 60 g de óleo de canola + 5 g de PGPR.

Primeiramente, o surfactante PGPR foi solubilizado em óleo sob agitação magnética a $42 \pm 2^\circ\text{C}$, durante 5 minutos. A mistura foi resfriada até temperatura ambiente (25°C). A dispersão de óleo/PGPR foi colocada em reator encamisado, conectado a um banho ultra termostático para manter a temperatura da emulsão controlada em $25 \pm 2^\circ\text{C}$ (Figura 1). A fase aquosa (extrato) foi adicionada à mistura por gotejamento com auxílio de uma bureta acoplada a uma mangueira de silicone (Figura 2), enquanto ocorria a homogeneização com Turratec (Tecnal modelo TE102, Piracicaba, Brasil) a 14.000 rpm.

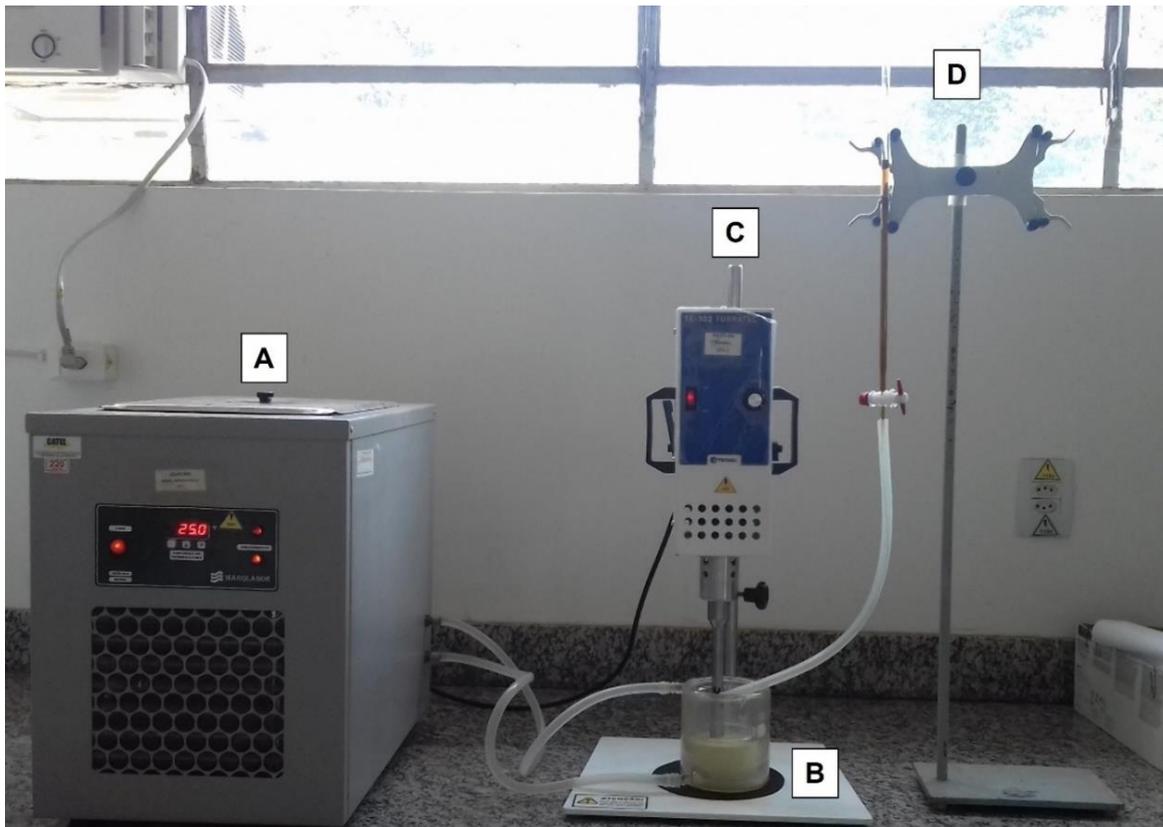


Figura 1. Preparo da emulsão a base do extrato hidroalcoólico de erva-mate com o uso de banho ultra termostático (A) conectado a béquer encamisado (B), no qual ocorreu o emulsionamento, por meio de rotor estator (C). Suporte com bureta (D) responsável por gotejar o extrato de erva-mate no béquer.



Figura 2. Gotejamento do extrato de erva-mate durante o preparo da emulsão.

4.2.2 Índice de sedimentação das emulsões A/O

Imediatamente após o preparo das emulsões, cada amostra foi transferida para provetas graduadas de 100 mL (diâmetro de 27 mm e altura de 173 mm), que foram seladas e deixadas sobre a bancada à temperatura ambiente por 24 h. A avaliação da estabilidade foi feita observando-se a ocorrência ou não da separação de fase das emulsões, 24 h após o processo de emulsificação (FRASCARELI *et al.*, 2012). Mediu-se a estabilidade através da altura média da fase superior, sendo o índice de sedimentação (IS) descrito pela equação 4.

$$IS (\%) = \frac{v_S}{v_T} \times 100 \quad (4)$$

Onde: V_S = volume da fase sedimentada e V_T = volume total da amostra.

4.2.3 Microestrutura da emulsão A/O

Foi utilizada uma alíquota de cada emulsão (3, 4 e 5% de PGPR) para visualização da morfologia das gotículas. A metodologia foi adaptada de Alvim *et al.* (2013), com o uso de microscópio ótico (modelo BX41, marca Olympus) e luz externa para visualização, realizada após 24h de armazenamento.

4.2.4 Diâmetro médio e distribuição de tamanho

As amostras contendo 3, 4 e 5% de emulsificante foram analisadas quanto a diâmetro médio e distribuição de tamanho, determinados por espalhamento de luz em equipamento Horiba LV950 utilizando-se o módulo de pasta (placas de quartzo) apropriado para amostras pastosas, do equipamento. Como dispersante das amostras foi utilizado o óleo de canola, por dispersão direta, com diluição 1:6 ($g_{emulsão}:g_{óleo\ de\ canola}$). As medidas foram feitas em duplicata a 25°C, após 24 horas. O diâmetro médio baseou-se no diâmetro médio de uma esfera de mesma área (Diâmetro médio superficial – $D_{[3,2]}$ ou diâmetro de Sauter), apresentado na equação 5. As amostras foram analisadas em quintuplicata, por via úmida, segundo método adaptado de Carvalho (2013).

$$D_{[3,2]} = \frac{\sum n_i d_i^3}{\sum n_i d_i^2} \quad (5)$$

Onde: d_i é o diâmetro das gotas e n_i é o número de gotas.

O índice de polidispersão (PDI) foi calculado de acordo com Jafari, He & Bhandari (2007), utilizando a equação 6:

$$PDI = \frac{d_{90}-d_{10}}{d_{50}} \quad (6)$$

Onde: d_{10} , d_{50} e d_{90} são os diâmetros a 10%, 50% e 90% do volume acumulado, respectivamente. Ou seja, $d_{90}-d_{10}$ é o intervalo de dados e d_{50} o diâmetro médio.

4.3 Micropartículas de extrato de erva-mate (*Ilex paraguariensis*)

Assim como o extrato, as micropartículas foram caracterizadas (4.3.2) e estudou-se sua estabilidade, porém somente das partículas secas (4.3.5). Elas foram divididas e armazenadas em duas temperaturas diferentes (25 e 35°C), com controle de umidade em 55% e ao abrigo da luz.

As análises de caracterização foram feitas no primeiro dia do experimento (T_0).

A estabilidade foi avaliada a cada 7 dias, durante 35 dias. Os tempos de análise foram de T_0 a T_5 , resultando em 6 períodos.

4.3.1 Produção das micropartículas

As micropartículas foram feitas a partir da técnica de gelificação iônica. Por ser aplicável apenas para ativos hidrofóbicos ou com pouca solubilidade, caso contrário ao do extrato, considerado bastante hidrofílico, foi necessário a elaboração de dupla A/O/A.

Após o preparo da emulsão simples (A/O) e realização de todos os ensaios pertinentes, conforme itens de 4.2.2 a 4.2.4., foi elaborada a emulsão dupla (A/O/A), com adição de solução de pectina. As proporções foram definidas de acordo a literatura (Belscak-Cvitanovic, *et al.* 2016; Aizpurua-Olaizola, *et al.* 2016; Moura *et al.* 2018a, Isusi, Karbstein e Van der Schaaf, 2019).

Foi preparada uma solução de pectina 2% e adicionou-se à emulsão simples, na seguinte proporção: 20% de emulsão simples para 80% de solução de pectina 2%. Elas foram homogeneizadas utilizando dispersor rotor-estator Turrtec (Tecnal modelo TE102, Piracicaba, Brasil) a 14.000 rpm por 5 minutos, gerando ao final a emulsão dupla (A/O/A).

Antes da microencapsulação foi preparada solução de cloreto de cálcio 3%, acidificada com solução de ácido cítrico 10% até pH em torno de 3. Essa solução, quando em contato com as gotículas de emulsão dupla, promove seu aprisionamento, deixando-as no formato esférico.

As partículas foram produzidas por gotejamento (Figura 3) utilizando o equipamento Encapsulador modelo B-390 (Büchi, Flawill, Suíça). As variáveis do processo seguiram de condições definidas em Moura *et al.* 2018a, com pequenas modificações. As melhores condições de processo foram: 1100 Hz de frequência de vibração; 2000 V de tensão nos eletrodos e pressão entre 300 e 400 mbar. O bico utilizado foi de 450 µm.



Figura 3. Produção das micropartículas pela técnica de gelificação iônica.

4.3.2 Caracterização das micropartículas úmidas

4.3.2.1 Umidade

Realizada segundo metodologia adaptada de AOAC (2005) e IAL (2008), conforme descrita no item 4.1.1.3.

4.3.2.2 Microestrutura

A avaliação da microestrutura das partículas foi realizada por metodologia adaptada de Moura *et al.* (2018b), empregando-se o microscópio ótico (modelo

BX41, marca Olympus, Japão), utilizando-se uma fonte externa de luz para visualização de detalhes de superfície. Também foi usado estereoscópio com luz externa e aumento de 40x (MZS-250, Dimex) para um estudo mais completo da microestrutura.

4.3.2.3 Diâmetro médio e distribuição de tamanho

As amostras tiveram seus diâmetros médios e distribuição de tamanho determinados em Laser Light Scattering Analyzer LA-960 (Horiba Instruments, Inc., Japão) por espalhamento de luz utilizando-se o módulo de dispersão líquida (água filtrada). O diâmetro médio determinado foi baseado no diâmetro médio de uma esfera de mesmo volume (diâmetro de De Brouckere – D[4,3]) e os resultados foram gerados diretamente pelo software do equipamento.

O índice de polidispersão (PDI) foi calculado de acordo com Jafari, He & Bhandari (2007), utilizando a equação 7:

$$PDI = \frac{d_{90} - d_{10}}{d_{50}} \quad (7)$$

Onde: d_{10} , d_{50} e d_{90} são os diâmetros a 10%, 50% e 90% do volume acumulado, respectivamente. Ou seja, $d_{90} - d_{10}$ é o intervalo de dados e d_{50} o diâmetro médio.

4.3.2.4 Cor instrumental

As partículas foram distribuídas uniformemente em uma cápsula de vidro e foram realizadas 9 determinações colorimétricas. Utilizou-se equipamento Chromameter CR-400 (Konica-Minolta Sensing Inc., Osaka, Japão), programado no sistema CieLab (KONICA MINOLTA, 2007).

4.3.2.5 Eficiência de encapsulação

Indica a quantidade de ativo (compostos fenólicos) que efetivamente ficou retida na estrutura da micropartícula após o processamento. Importante porque define a quantidade de micropartículas a ser utilizada (Kim *et al.* 2009). As partículas foram desfeitas em solução de EDTA para liberação do ativo.

$$EE (\%) = \frac{\frac{mg \text{ de ativo na micropartícula}}{100 \text{ g de micropartícula}}}{\frac{mg \text{ de ativo adicionado na mistura}}{100 \text{ g de mistura}}} \times 100 \quad (8)$$

Sendo a mistura: emulsão (óleo + extrato) + solução de pectina.

4.3.2.6 Extração de ativo das micropartículas úmidas

Para extração dos ativos das partículas úmidas utilizou-se metodologia adaptada de Moura *et al.* (2018a). Onde pesou-se aproximadamente 15 g de amostra, adicionou-se 12 mL de EDTA 0,2 M e agitou-se por 30 minutos. Em seguida, foi adicionado 20 mL de álcool 70% e homogeneizou-se a amostra em Turratec (Tecnal modelo TE102, Piracicaba, Brasil) por 5 minutos, seguindo de filtração em funil com papel de filtro. O extrato foi recolhido em Erlenmeyer, envolto em papel alumínio, e o conteúdo retido no papel de filtro foi recuperado, a ele adicionou-se 20 mL de acetona 70%, repetiu-se as etapas de homogeneização e filtração e prosseguiu-se para a terceira extração, novamente com álcool 70%. A última extração foi com acetona 70%, totalizando quatro extrações. O extrato foi transferido para balão volumétrico de 100 mL, também envolto em papel alumínio, o qual completou-se com álcool 70%. Esse extrato foi utilizado para as análises de compostos fenólicos totais e atividade antioxidante, pelos métodos de DPPH e ABTS.

4.3.2.7 Compostos fenólicos totais

Determinado de acordo com o método espectroscópico de Folin Ciocalteu, empregado por Erkan-Koç *et al.* (2015). O método foi realizado de acordo com o item 4.1.1.6, com a diferença que se analisou o extrato obtido da extração das partículas úmidas.

4.3.2.8 Atividade antioxidante pelo método de DPPH

Medida de acordo com Jiménez-Zamora *et al.* (2016), conforme item 4.1.1.7. Porém, sendo a amostra o extrato obtido da extração das partículas úmidas.

4.3.2.9 Atividade antioxidante pelo método de ABTS

A atividade antioxidante pelo método de ABTS foi realizada segundo a metodologia descrita em Jiménez-Zamora *et al.* (2016), de acordo com item 4.1.1.8. Nesse caso a amostra foi o extrato resultante da extração das partículas úmidas.

4.3.3 Secagem das partículas

Antes das análises de caracterização e estabilidade as micropartículas foram secas por leito fluidizado, processo realizado pela LabMaq (Ribeirão Preto/SP). Foi utilizado Leito Fluidizado FBD 1.0. Segundo relatório de secagem enviado pela empresa, as partículas foram peneiradas e tamisadas (tamis de 1,4 mm e 710 microns). Foi usado um pano de algodão para absorver o excesso de umidade. Após passarem por análise de umidade as partículas foram encaminhadas para o equipamento (Figura 4) em condições específicas: temperatura de entrada: 50°C; temperatura de saída: 43°C e tempo de 40 minutos.

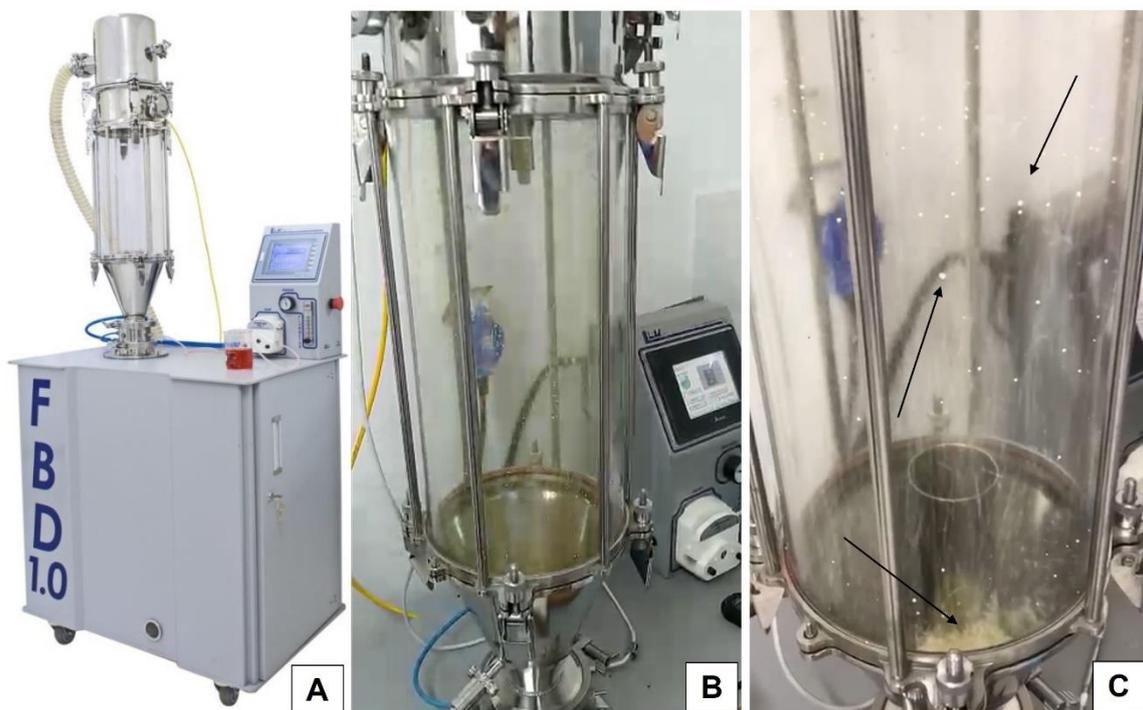


Figura 4. Equipamento leito fluidizado completo (A). Leito fluidizado em funcionamento durante a secagem das micropartículas de extrato de erva-mate (B) e (C). As setas indicam as micropartículas em movimento durante o processo.

Fonte: imagens cedidas pela empresa LabMaq.

4.3.4 Caracterização das micropartículas secas

4.3.4.1 Atividade de água

Foi utilizado higrômetro, marca Decagon (USA) e seguiu-se a metodologia adaptada de acordo com Downes & Ito (2001) e Troller & Scott (1992).

4.3.4.2 Umidade

A umidade das partículas secas foi medida de acordo com metodologia adaptada de AOAC (2005) e IAL (2008), realizada da mesma forma descrita no item 4.1.1.3.

4.3.4.3 Diâmetro médio e distribuição de tamanho

O diâmetro médio e distribuição das micropartículas foram determinados de acordo com o item 4.3.2.3.

4.3.4.4 Cor instrumental

Determinada conforme metodologia descrita no item 4.3.2.4.

4.3.4.5 Extração das partículas secas

Executada de acordo com o item 4.3.2.6, baseada na metodologia adaptada de Moura *et al.* (2018a), apenas diferenciando-se na quantidade de amostra usada na extração, em torno de 4 g.

4.3.4.6 Compostos fenólicos totais

Metodologia de Erkan-Koç *et al.* (2015) realizada conforme item 4.3.2.7. Dessa vez, sendo a amostra o extrato obtido da extração das partículas secas.

4.3.4.7 Atividade antioxidante pelo método de DPPH

De acordo com Jiménez-Zamora *et al.* (2016), assim como descrito em 4.3.2.8, diferenciando-se apenas na amostra, nesse caso, extrato das partículas secas.

4.3.4.8 Atividade antioxidante pelo método de ABTS

Realizada de acordo com o item 4.3.2.9, segundo Jiménez-Zamora *et al.* (2016), sendo a amostra o extrato das partículas secas.

4.3.5 Estabilidade das partículas secas

As partículas secas foram divididas em dez porções embaladas em sacos de polietileno (Figura 5), de aproximadamente 4 g. Sendo cinco destinadas ao armazenamento a 25°C/55% de umidade, e cinco a 35°C/55% de umidade, ambos ao abrigo de luz. As análises foram realizadas semanalmente por 6 períodos, T₀ a T₅, sendo T₀ as análises de caracterização. Durante 5 semanas uma embalagem de cada condição foi retirada do armazenamento e realizou-se as análises previstas.



Figura 5. Divisão das partículas secas para armazenamento, em 25 e 35°C, e estudo de estabilidade.

4.3.5.1 Cor instrumental

Determinada conforme metodologia descrita no item 4.3.2.4.

4.3.5.2 Extração das partículas secas

Realizada de acordo com metodologia descrita no item 4.3.4.5.

4.3.5.3 Compostos fenólicos totais

Conforme Erkan-Koç *et al.* (2015) e de acordo com o item 4.3.4.6.

4.3.5.4 Atividade antioxidante pelo método de DPPH

De acordo com 4.3.4.7 e metodologia de Jiménez-Zamora *et al.* (2016).

4.3.5.5 Atividade antioxidante pelo método de ABTS

Determinada de acordo com o item 4.3.4.8 e método descrito por Jiménez-Zamora *et al.* (2016).

4.3.5.6 Cinética da degradação do extrato e das micropartículas

Os modelos cinéticos de degradação de cada parâmetro de qualidade foram obtidos de acordo com Moura & Germer (2010), analisando-se os ajustes de modelos de reação de ordem zero e 1ª ordem. O coeficiente de determinação da regressão (r^2) foi empregado como critério para a escolha do melhor ajuste do modelo aos dados experimentais, dos quais foram obtidas as constantes de reação (k), energia de ativação (E), Q_{10} e tempo de meia vida ($t_{1/2}$), utilizando as equações 10 a 13, respectivamente:

$$\ln\left(\frac{C}{C_0}\right) = -kt \quad (9) \qquad \frac{d(\ln k)}{dT} = \frac{E}{RT^2} \quad (10)$$

$$Q_{10} = \frac{k_T}{k_{T-10}} \quad (11) \qquad E = 0,46 \cdot T^2 \cdot \log Q_{10} \quad (12)$$

4.4 Desenvolvimento de barra de frutas e cereais com acréscimo de micropartículas de erva-mate

Visando a aplicação das micropartículas em algum alimento foi definida sua adição em barra de frutas (frutas vermelhas) e cereais.

Para efeito de comparação da preservação dos compostos presentes no extrato de erva-mate, foram elaboradas quatro variações do produto de forma a manter a proporção de compostos fenólicos

- Barra de frutas e cereais (padrão);
- Barra de frutas e cereais com adição de extrato de erva-mate;
- Barra de frutas e cereais com adição de partículas úmidas de erva-mate;

- Barra de frutas e cereais com adição de partículas secas de erva-mate.

4.4.1 Elaboração das barras de frutas e cereais

As barras de frutas e cereais foram preparadas no Cereal Chocotec, do ITAL. A produção foi composta de várias etapas. E os ingredientes estão descritos na Tabela 1.

Tabela 1. Formulação das barras de frutas e cereais.

Ingredientes	BP		BE		BPU		BPS	
	g	%	g	%	g	%	g	%
Flocos de arroz (tipo "bolinha")	429	9	429	8	429	8	429	8
Aveia em flocos	334	7	334	6	334	6	334	6
Flocos de milho	286	6	286	6	286	5	286	6
Morango desidratado	334	7	334	6	334	6	334	6
Frutas vermelhas desidratadas	382	8	382	7	382	7	382	7
Cereja desidratada	515	10	515	10	515	9	515	10
Maçã desidratada	134	3	134	3	134	2	134	3
Castanha de caju	286	6	286	6	286	5	286	6
Fibersol®	768	15	768	15	768	14	768	15
Goma acácia	85	2	85	2	85	2	85	2
Frutose	148	3	148	3	148	3	148	3
Maltodextrina	371	7	371	7	371	7	371	7
Lecitina de soja	21	0	21	0	21	0	21	0
Gordura de palma	148	3	148	3	148	3	148	3
Glicerina	106	2	106	2	106	2	106	2
Sal	16	0	16	0	16	0	16	0
Água	637	13	637	12	637	12	637	12
Extrato de erva-mate	-	-	200	4	-	-	-	-
Partículas úmidas de erva-mate	-	-	-	-	500	9	-	-
Partículas secas de erva-mate	-	-	-	-	-	-	200	4
Total	5000	100	5200	100	5500	100	5200	100

BP: barra de frutas e cereais (padrão); BE: barra de frutas e cereais com adição de extrato de erva-mate; BPU: barra de frutas e cereais com adição de partículas úmidas de erva-mate; BPS: barra de frutas e cereais com adição de partículas secas de erva-mate.

Primeiramente, preparou-se uma calda, aquecida até que se chegasse a 82°Brix, composta de Fibersol® (fibra dietética solúvel), goma acácia, frutose, gordura de palma, lecitina de girassol, sal maltodextrina, glicerina e água. Para isso, foi utilizado equipamento misturador com fogo direto da marca Braslaer. Com a

fonte de aquecimento desligada, adicionou-se a calda os cereais e frutas secas, previamente pesados, além partícula úmida ou partícula seca de extrato de erva-mate, dependendo da formulação preparada (Figura 6). Na formulação contendo o extrato, este foi adicionado à calda para facilitar a homogeneização.



Figura 6. Etapa de homogeneização dos ingredientes das barras de frutas.

A próxima etapa, chamada laminação, foi feita em laminador, da marca Braslaer, no qual depositou-se a massa e a compactou, por meio de rolo compressor, até que se chegasse à espessura de, aproximadamente, 1 cm (Figura 7).



Figura 7. Etapa de laminação e compactação da massa obtida.

Nesse equipamento a massa entra com a temperatura mais elevada e vai resfriando no decorrer do processo, nesse caso, a temperatura inicial foi de 38°C e a final de 28°C. Deu-se início a etapa de resfriamento, ajustou-se a temperatura do ar-condicionado da sala em 9°C por 15 minutos, para que a massa resfriasse e atingisse a temperatura de 25°C.

A massa foi levada ao equipamento de corte, da marca Braslaer, composto por facas rotativas, que porcionou-a em medidas padronizadas, 10x3x1cm (Figura 8).



Figura 8. Etapa de corte da massa, realizada para deixar as barras em tamanho padrão.

As barras foram embaladas em saquinhos aluminizados (Figura 9), fechados em seladora, sem vácuo. O armazenamento foi em temperatura ambiente, em local limpo, seco, ventilado e ao abrigo de luz, para que não ocorresse deterioração do produto.



Figura 9. Barras embaladas para armazenamento e posterior análises.

4.4.2 Composição centesimal das barras de frutas e cereais

As análises de composição centesimal, descritas a seguir, foram realizadas pelo Centro de Ciência e Qualidade de Alimentos (CCQA), pertencente ao ITAL.

4.4.2.1 Umidade e voláteis

De acordo com AOAC (2012).

4.4.2.2 Cinzas

Realizada conforme metodologia IAL (2005), pelo método de resíduo por incineração.

4.4.2.3 Gorduras totais

Determinada segundo IAL (2005). Utilizou-se método de hidrólise ácida prévia.

4.4.2.4 Proteína

Realizada conforme AOAC (2012), pelo método de Kjeldahl.

4.4.2.5 Carboidratos

Os carboidratos presentes nas amostras foram calculados por diferença:

$$\text{Carboidratos} = 100 - (\text{g. } 100 \text{ g}^{-1}\text{umidade} + \text{g. } 100 \text{ g}^{-1}\text{cinzas} + \text{g. } 100 \text{ g}^{-1}\text{gorduras totais} + \text{g. } 100 \text{ g}^{-1}\text{proteínas}) \quad (13)$$

4.4.2.6 Valor energético

Calculado de acordo com Kalil (1975), Passmore (1975) e USDA (1963). Onde a soma das porcentagens de proteína e carboidratos foram multiplicados pelo fator 4 (kcal/g) somado ao teor de gorduras totais multiplicado pelo fator 9 (kcal/g).

4.4.3 Análises microbiológicas das barras de frutas e cereais

4.4.3.1 Análise da presença de *Salmonella sp.*

Metodologia baseada em AOAC (2012), a qual utilizou o Sistema Bax para detecção de *Salmonella*.

4.4.3.2 Contagem de *Escherichia coli*

A contagem de *E. coli* ocorreu segundo ABNT NBR ISO 16649:2001 (2022), com utilização do método TBX.

4.4.3.3 Contagem de bolores e leveduras

A contagem de bolores e leveduras foi de acordo com Salfinger & Tortorello (2015) utilizando Compendium APHA.

4.4.4 Caracterização das barras de frutas e cereais

4.4.4.1 Atividade de água das barras de frutas e cereais

De acordo com metodologia adaptada de Downes & Ito (2001) e Troller & Scott (1992), realizada conforme item 4.3.4.1.

4.4.4.2 Cor instrumental das barras de cereais e frutas

A cor instrumental das barras foi medida com auxílio de Chromameter CR-400 (Konica-Minolta Sensing Inc., Osaka, Japão), programado no sistema CieLab (KONICA MINOLTA, 2007).

4.4.4.3 Textura das barras de frutas e cereais

Foi realizada medida da dureza em texturômetro TA-XT Plus marca SMS, operando com o *software Exponent Lite* versão 5.1.1.1.0, probe HDP/KS5 (Kramer

Shear Cell) nas seguintes condições: medida da força em compressão; velocidade de pré-teste: 1,0 mm/s; velocidade de teste: 2,0 mm/s; velocidade de pós-teste: 10,0 mm/s; distância: 40,0 mm.

As amostras foram cortadas pela metade, no sentido longitudinal, pois duas delas apresentaram dureza excessiva para a capacidade do equipamento. A dureza foi obtida pela medida da força máxima (N) necessária para cortar cada unidade no sentido transversal.

4.4.4.4 Extração dos ativos das barras de frutas e cereais

Para determinação de compostos fenólicos totais e da atividade antioxidante das barras foi necessário a realização de uma extração, para qual pesou-se 7 g da amostra e 7 g de celite, após misturar os dois, para separar as partículas presentes na barra, foram adicionados 30 mL de álcool etílico 70% e levou-se ao banho de ultrassom por 4 minutos. A homogeneização foi realizada em dispersor, marca Turratec, também por 4 minutos e filtrou-se a vácuo em Kitassato acoplado a um funil de Buchner. O filtrado foi recolhido em balão volumétrico de 100 mL e o resíduo presente no papel de filtro foi recuperado e passou por nova extração, exatamente como a primeira. O processo ainda foi repetido mais uma vez, resultando em três extrações. Completou-se o balão volumétrico de extrato com álcool etílico 70%.

4.4.4.5 Compostos fenólicos totais

O extrato obtido foi analisado de acordo com item 4.1.1.6, baseado na metodologia de Erkan-Koç *et al.* (2015).

4.4.4.6 Atividade antioxidante pelo método de DPPH

A atividade antioxidante foi medida segundo Jiménez-Zamora *et al.* (2016), conforme item 4.1.1.7.

4.4.4.7 Atividade antioxidante pelo método de ABTS

Determinada de acordo com Jiménez-Zamora *et al.* (2016), da mesma forma descrita no item 4.1.1.8.

4.4.5 Aceitabilidade sensorial

Foi realizado pelo CCQA/ITAL um teste com consumidores, baseado em ABNT NBR ISO 11136:2016 e Meilgaard, Civille, Carr (2007) e teste de ordenação quanto à preferência, baseado em ABNT NBR ISO 8587:2015, conforme descrito a seguir:

Para a avaliação das amostras de barra de frutas vermelhas com cereais, foram recrutados 81 consumidores de barra de frutas, sem restrições quanto ao sexo, idade e frequência de consumo. No início do teste, antes de avaliar as amostras, os consumidores responderam questões sobre hábitos de consumo de barra de frutas e características pessoais relacionadas à idade e definição de classe social segundo o critério de classificação econômica Brasil 2021 (ABEP, 2021). Na sequência, as amostras foram avaliadas em relação à:

- Aceitabilidade de modo geral e, em particular da aparência, textura, sabor, adoçamento e sabor residual por meio de escala hedônica de nove pontos (9 = gostei muitíssimo, 5 = nem gostei nem desgostei e 1 = desgostei muitíssimo).

- Quantidade de frutas, firmeza, crocância e intensidade sabor de frutas vermelhas, por meio de escala do ideal de 5 pontos (5 = muito mais/mais firme/mais crocante/mais intenso do que eu gosto, 3 = do jeito que eu gosto, 1 = muito menos/menos firme/menos crocante/menos intenso do que eu gosto).

Após a avaliação das 4 amostras de barras de frutas, os consumidores foram orientados a ordená-las de acordo com a preferência e a descrever as razões pela amostra preferida em 1º lugar (que mais gostaram) e em 4º lugar (que menos gostaram). O modelo de ficha empregada na avaliação das amostras é apresentado no Anexo I. As amostras foram identificadas por códigos de 3 dígitos aleatórios e apresentadas de forma monádica sequencial, segundo um delineamento de blocos completos balanceados. entre as amostras, a limpeza do palato foi realizada com água mineral natural. O sistema computadorizado *compusense cloud* foi empregado para a coleta e análise dos dados.

Os dados relativos aos atributos avaliados por meio de escala hedônica foram submetidos à análise de variância e teste de Tukey para comparação de médias. Por meio do programa estatístico XLSTAT 2021.5.1.1228, foi feita a análise de penalidades, na qual foram avaliados os efeitos das intensidades de quantidade

de frutas, firmeza, crocância e do sabor de frutas vermelhas abaixo ou acima do ideal na aceitabilidade global das amostras.

Na avaliação da preferência, os resultados relativos à soma das posições de ordenação foram tratados com base no teste de Friedman e teste de Fischer para a comparação entre as amostras, ao nível de erro de 5%.

4.5 Análise estatística

Os resultados do estudo foram avaliados estatisticamente através da Análise de Variância (ANOVA) e do Teste de Tukey no nível de 5% de significância, com o auxílio do programa Statistica® versão 12 (StatSoft Inc., Tulsa, EUA).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Extrato hidroalcoólico de erva-mate (*Ilex paraguariensis*)

5.1.1 Caracterização do extrato de erva-mate

5.1.1.1 pH

Na análise de alimentos a medida do pH pode sinalizar alguns pontos de atenção. Sua importância está relacionada, entre outros fatores, a suscetibilidade ao crescimento de micro-organismos, tipo e material de embalagem a ser escolhida e atividade enzimática (CECCHI, 2003).

O pH encontrado no extrato de erva-mate foi de $5,86 \pm 0,01$.

Berté (2011) ao caracterizar o extrato de erva-mate solúvel para estudar sua composição e propriedades encontrou valor de pH igual a 5,89. O pH de ambos os extratos foi próximo diferindo apenas no veículo, o autor utilizou extrato aquoso, e no presente estudo utilizou-se o hidroalcoólico.

Santos (2019) obteve pH de 5,2 ao caracterizar extrato aquoso de erva-mate. Para obter esse extrato as folhas primeiramente necessitaram passar por um tratamento, no qual foram branqueadas (95°C/30s), desidratadas em estufas com circulação de ar forçado (50°C/24h), moídas e congeladas (-18°C). O extrato foi preparado com as folhas moídas (descongeladas) em uma proporção de 3% de folha:água (m/m).

Riccio (2019), que também avaliou o pH obtido de extratos aquosos, alcoólicos e hidroalcoólicos obteve, respectivamente, valores iguais a 5,50; 5,05; 6,18. Esses valores se aproximam do encontrado no extrato avaliado no presente trabalho, diferindo 0,3 para mais (hidroalcoólico) ou para menos (aquoso). O que mais apresentou diferença foi o extrato contendo como veículo o álcool absoluto.

Santos *et al.* (2014) analisando diversos tipos de extratos aquosos de ervas medicinais encontraram valores de pH próximo a 5 em capim-limão (*Cymbopogon citratus*) e chá-verde (*Camellia sinensis*), respectivamente 5,08 e 5,05. Porém, houve outro extrato analisado que se apresentou mais ácido, o extrato de hibisco (*Hibiscus sabdariffa* L.), com pH de 2,34.

Conforme os estudos apresentados a maioria dos extratos aquosos ou hidroalcoólico apresentaram valores entre 5 e 6, próximo ao pH encontrado neste estudo, mostrando números de acordo com a literatura.

5.1.1.2 Teor de sólidos solúveis (°Brix)

O teor de sólidos solúveis apresentado pelo extrato hidroalcoólico de erva-mate foi de $28,7 \pm 0,12$ °Brix, o que corresponde a 28,7 g de sólidos solúveis em 100 g de extrato, ou 28,7%.

Chaicouski *et al.* (2014a) para obterem o extrato hidroalcoólico de erva-mate realizaram cinco extrações com álcool etílico (70%) pelo método de percolação. Os percolados obtidos foram misturados ao final e o teor de sólidos solúveis encontrado foi de 24,25°Brix, valor aproximado ao encontrado nesse trabalho.

Riccio (2019) a partir das folhas secas (em estufa, a temperaturas brandas) da erva-mate preparou extratos aquosos, alcoólicos (com etanol absoluto) e hidroalcoólicos (na proporção de 1:1 v/v de água e etanol). A autora obteve elevados teores de sólidos solúveis, exceto no extrato aquoso. Enquanto o aquoso apresentou apenas 1,29°Brix os extratos alcoólicos e hidroalcoólicos apresentaram respectivamente 45,57°Brix e 41,12°Brix. A água não foi capaz de extrair os sólidos solúveis em grandes quantidades, já o extrato contendo etanol anidro conseguiu atingir maior extração.

Esses valores podem apresentar diferenças devido a região que se encontra a matéria-prima colhida, questões relacionadas a solo e clima, ou de como foi realizado seu processamento para posterior obtenção do extrato. Segundo Daniel

(2009) a idade das folhas também pode influenciar na concentração de nutrientes presentes.

5.1.1.3 Umidade

A umidade encontrada no extrato hidroalcoólico de erva-mate foi de 91,60%. Por sua natureza, o extrato apresentou umidade elevada, valor que pode afetar a maneira como será armazenado e embalado, bem como seu processamento (CECCHI, 2003).

Na literatura relacionada ao uso do extrato de erva-mate para aplicação em produtos, a maioria dos autores optam pelo uso do extrato seco. Zanchett *et al.* (2016) fizeram essa escolha ao desenvolver um chocolate branco com extrato de erva-mate. A umidade encontrada foi de 5,63%, valor inferior ao do extrato hidroalcoólico do presente estudo.

Com o objetivo de avaliar extratos de erva-mate do estado de Santa Catarina, Da Croce (2002) chegou a resultados variando de 25,21 a 41,16%, para extratos aquosos. Mesmo nesse caso, os extratos tiveram umidade inferior ao do extrato hidroalcoólico de erva-mate do presente estudo.

Como observado, a umidade dos extratos dependerá de alguns fatores, como o veículo (etanol ou água) e os processos por quais podem ter sido submetidos, como secagens, reduções, entre outros.

5.1.1.4 Acidez total titulável

A acidez total titulável encontrada no extrato hidroalcoólico de erva-mate foi de $0,39 \pm 0,00$ g/100 g. Considerando o ácido cítrico como padrão na obtenção do resultado.

A acidez foi considerada baixa. Segundo Cecchi (2003) o intervalo de 0,2 a 0,3% é característico de frutas ou vegetais de baixa acidez. Sendo o valor encontrado muito próximo ao dos brócolis, que é aproximadamente 0,4%. Em frutas com elevada acidez esse valor tem um aumento considerável, como o limão, cuja acidez titulável é, por volta de, 6%.

Riccio (2019) caracterizou extratos de erva-mate com diferentes solventes, água, etanol e água:etanol (1:1, v:v) e obteve 0,14; 0,04 e 0,15 g ácido cítrico/100 g, respectivamente. Os valores apresentaram diferenças de acordo com o tipo de

solvente utilizado. E todos ficaram abaixo da acidez encontrada no extrato analisado no presente estudo.

Tsuru *et al.* (2021) desenvolveram Kombucha a base de erva-mate; trata-se de uma bebida não alcoólica, elaborada pela fermentação do chá adicionado de açúcar. O produto foi armazenado a 30°C e a fermentação ocorreu durante 14 dias. Ao medir a acidez titulável, e tendo como referência o ácido acético, os autores obtiveram 1,03; 1,32; 2,94; 3,82 e 6,76 g/L para os dias 0, 3, 7, 10 e 14, respectivamente. A acidez foi aumentando com o passar dos dias, devido ao processo de fermentação, que promove a formação de ácidos, nesse caso, o ácido acético. O valor apresentado no 10º dia foi próximo ao encontrado no presente estudo, porém, como visto, a acidez continuou aumentando consideravelmente até o 14º dia.

5.1.1.5 Avaliação colorimétrica

Os valores correspondentes à coloração do extrato hidroalcoólico de erva-mate encontram-se descritos na Tabela 2 e Tabela 3, sendo a primeira apresentando apenas a caracterização do extrato e a segunda relacionando o quanto a mudança de gradual de pH influencia na coloração.

De acordo com o espaço de cor $L^* a^* b^*$, também chamado CIE LAB (Figura 10), o L^* representa a luminosidade, que varia do mais claro (100) ao mais escuro (0). O a^* e o b^* são as coordenadas cromáticas e variam do +60 ao -60. O primeiro tem variação do vermelho (+) ao verde (-), e o segundo do amarelo (+) ao azul (-). Quanto mais esses valores se afastam do centro, que é acromático, maior é a saturação da cor, ou seja, no centro do diagrama de cromaticidade, onde os valores tendem ao zero, as cores são mais difusas, conforme se afastam tornam-se mais vívidas e intensas (KONICA MINOLTA, 2007).

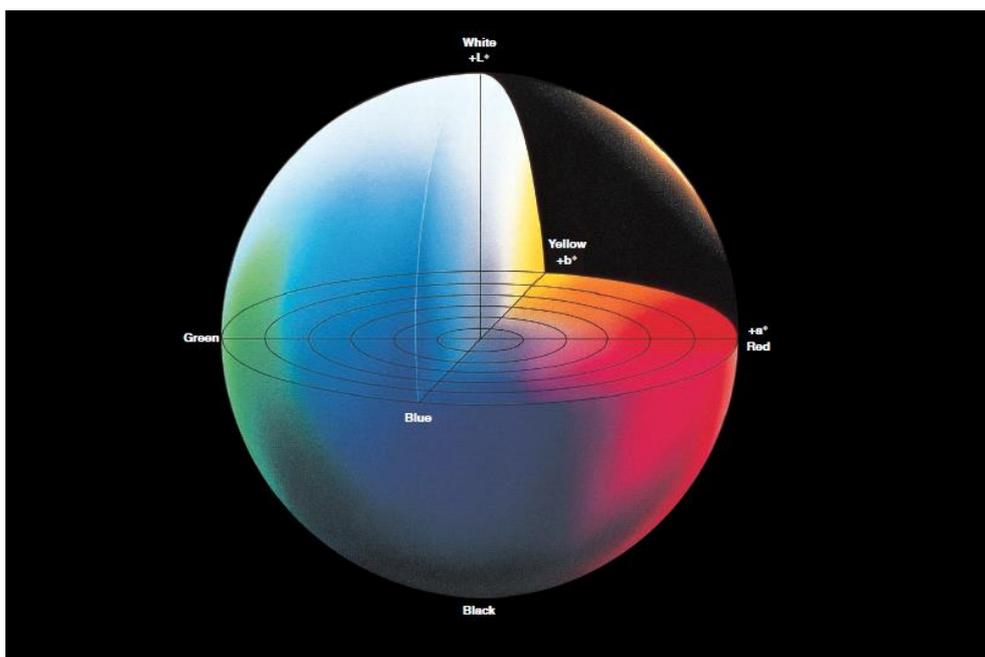


Figura 10. Representação do espaço de cores L* a* b*

Fonte: Konica Minolta (2007).

Tabela 2. Cor instrumental do extrato hidroalcoólico de erva-mate (*Ilex paraguariensis*).

L*	a*	b*	C*	h*
28,03 ± 0,40	4,35 ± 0,10	11,71 ± 0,54	12,49 ± 0,54	0,39 ± 0,01

Média ± Desvio Padrão; n = 9, sendo n = número de repetições utilizadas. Extrato hidroalcoólico de erva-mate diluído em etanol 70°GL na proporção de 1:5.

A amostra analisada apresentou L* tendendo ao mais escuro. Já o a* e o b* mesmo sendo positivos, o que revelaria indicação ao vermelho e amarelo, respectivamente, por estarem localizados próximos ao centro do diagrama de cromaticidade, apresentaram valores que indicam coloração mais difusa e com baixa pureza (Figura 11).



Figura 11. Amostra do extrato de erva-mate em seu estado natural (A). Extrato de erva-mate diluído em 1:5 para análise de cor instrumental (B).

Frizon (2011) analisou extratos aquosos de erva-mate de diferentes procedências para posterior formulação de uma nova bebida. A primeira amostra, proveniente de árvores jovens (12 anos) apresentou valores para L^* de 18,36; a^* de -2,37 e b^* de 28,17. O segundo extrato foi elaborado a partir de folhas de árvores mais antigas (80 anos), no qual o L^* foi de 34,38; a^* de -0,47 e b^* de 45,14. Ambos apresentaram maior tendência ao verde e amarelo, sendo que o segundo foi considerado mais claro que o primeiro. O extrato utilizado no presente estudo se mostrou mais escuro que o extrato de árvores antigas, porém mais claro que aquele produzido de folhas de árvores jovens.

O extrato utilizado por Battiston *et al.* (2016) para aplicação em chocolate branco possuía L^* igual a 38,30; a^* de 1,78 e b^* de 10,79. O extrato hidroalcoólico de erva-mate também foi mais escuro, porém na tendência à cor amarela eles se mostraram semelhantes, com valores próximos.

Portanto, essas diferenças de cores encontradas em extratos de erva-mate podem estar relacionadas a diversos fatores. Não só ao veículo utilizado, mas também a região que a matéria-prima foi colhida e a idade da árvore.

Visando ampliar o uso das partículas preparadas a partir do extrato analisou-se o quanto a mudança de pH afetaria a coloração da amostra. De acordo com os

resultados encontrados (Tabela 3) a luminosidade dos extratos diminuiu com o aumento do pH, ou seja, quanto maior o pH, mais escuro o extrato e quanto menor o pH, mais claro é o extrato. A luminosidade não apresentou diferença significativa na faixa entre 3 e 6, a qual abrange boa parte dos alimentos. Desta forma, seu uso em produtos com esse intervalo de pH não acarretaria mudanças na coloração do extrato.

Tabela 3. Cor instrumental do extrato hidroalcoólico de erva-mate (*Ilex paraguariensis*) com variação de pH.

pH da amostra	L*	a*	b*
2,00	31,09 ± 0,77 ^a	5,12 ± 0,32 ^c	16,86 ± 0,72 ^a
3,00	29,00 ± 0,69 ^b	6,38 ± 0,33 ^b	13,47 ± 0,66 ^b
4,06	28,85 ± 0,59 ^b	6,34 ± 0,33 ^b	13,40 ± 0,48 ^b
5,00	28,68 ± 0,67 ^b	6,39 ± 0,28 ^b	12,80 ± 0,68 ^b
6,05	28,70 ± 0,81 ^b	6,65 ± 0,23 ^b	12,98 ± 0,61 ^b
7,07	27,30 ± 0,83 ^c	7,08 ± 0,22 ^a	10,84 ± 0,75 ^c
8,08	22,14 ± 0,53 ^d	1,70 ± 0,23 ^d	1,82 ± 0,42 ^d

Média ± Desvio Padrão; n = 9, sendo n = número de repetições utilizadas. Extrato hidroalcoólico de erva-mate diluído em etanol 70°GL na proporção de 1:5. Médias seguidas de letras diferentes diferem significativamente entre si a p<0,05 pelo Teste de Tukey

A Figura 12 mostra justamente as mudanças na luminosidade do extrato de acordo com a variação de pH, entre 2 e 8.

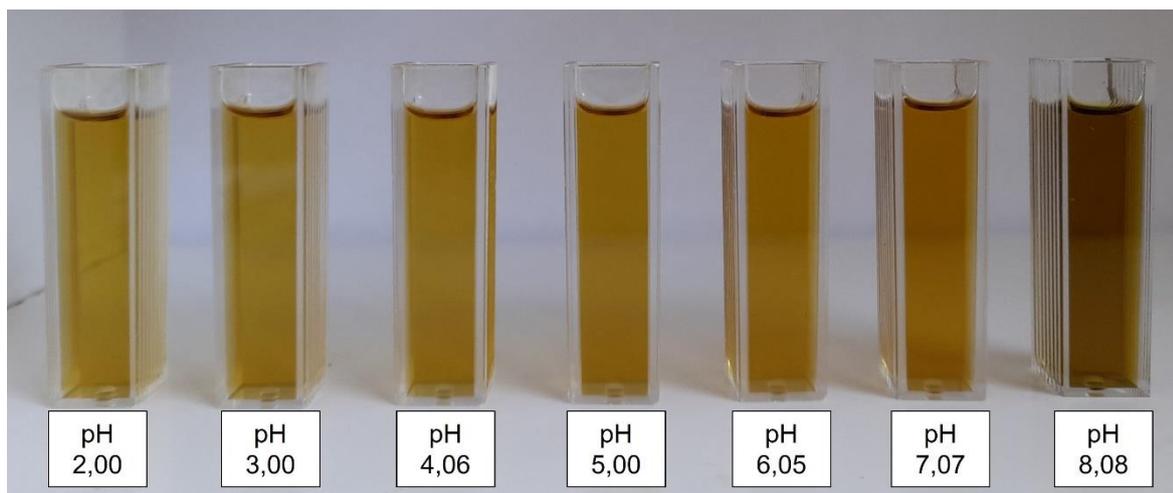


Figura 12. Variação da coloração do extrato hidroalcoólico de erva-mate (*Ilex paraguariensis*) com mudança de pH.

As coordenadas cromáticas a^* e b^* também variaram conforme alteração do pH. O a^* apresentou valores entre 5 e 7 nas amostras, exceto na de pH 8. Em relação ao b^* foi visto que com o aumento do pH, houve uma tendência a diminuição nos valores que representam a tonalidade amarela. Tanto na coordenada a^* , quanto b^* , o pH 2 foi significativamente diferente de todos os outros. A faixa compreendendo os valores de 3 a 6 não apresentou diferença estatística ao nível de 5% de significância. O pH 7 foi considerado significativamente diferente em relação a todos os valores, assim como ocorreu com o pH 8. O extrato de erva-mate quando nesse pH tem sua coloração visivelmente alterada, como é possível notar na Figura 12. O extrato de erva-mate apresentou, portanto, viabilidade de aplicação em alimentos já que nos pHs normalmente presentes nestes produtos a cor não se alterou significativamente.

5.1.1.6 Compostos fenólicos totais

A análise para determinação dos compostos fenólicos totais apontou que o extrato hidroalcoólico de erva-mate possui elevada quantidade de compostos fenólicos totais (Tabela 4).

Tabela 4. Compostos fenólicos totais do extrato hidroalcoólico de erva-mate (*Ilex paraguariensis*), expressos em base úmida e base seca.

Compostos fenólicos totais (mg GAE.100 g⁻¹)	
Base úmida	Base seca
2764,24 ± 24,45	32912,55 ± 290,95

Média ± Desvio Padrão; n = 4, sendo n = número de repetições utilizadas;
GAE = Equivalente em ácido gálico.

Deladino *et al.* (2008) antes de realizarem a encapsulação do extrato aquoso de erva-mate argentina determinaram o conteúdo total de polifenóis presentes. O valor encontrado foi de 62,11 mg GAE/g de erva-mate. Sendo este considerado abaixo do encontrado no extrato de erva-mate analisado no presente estudo (329,12 mg/g).

Os compostos bioativos presentes na erva-mate podem apresentar concentrações distintas, que dependem de algumas variáveis, como tempo e temperatura de extração, tipo de solvente utilizado, ou até as condições de secagem que as folhas de erva-mate foram submetidas, entre outras. Tudo isso reflete na quantidade de compostos encontrados (BERTÉ, 2011).

Chaicouski *et al.* (2014b) realizaram diferentes tipos extrações para obtenção de extrato de erva-mate. No extrato aquoso a quantidade de compostos fenólicos foi de 1,47 g kg⁻¹, no extrato com veículo hidroalcoólico o valor foi 3,20 g kg⁻¹. Com base nesses dados foi visto que a extração hidroalcoólica foi a mais eficiente, pois conseguiu extrair substâncias polares e pouco polares. Esses resultados se mostraram consideravelmente abaixo do teor de compostos fenólicos do extrato hidroalcoólico do presente estudo 329,12 g/kg.

Com o propósito de estudar as propriedades da erva-mate solúvel Berté (2011) caracterizou a princípio o extrato líquido, que posteriormente seria submetido ao processo de *spray drying*. No extrato líquido foi encontrado 17,64 mg/mL de polifenóis totais. Já no extrato atomizado a quantidade de polifenóis foi superior, totalizando 178,32 mg/g. Isso ocorre em razão da secagem que promove a concentração das substâncias presentes na matéria-prima, sendo um deles os compostos fenólicos. Entretanto, dependendo da forma que o calor é aplicado ao processo pode causar a degradação dos polifenóis. O autor também analisou a erva-mate beneficiada, na qual os polifenóis totais foram de 96,16 mg/g, valor

significativamente abaixo do extrato atomizado devido ao processo de torrefação, onde ocorre a degradação de compostos fenólicos.

O extrato hidroalcoólico de erva-mate estudado demonstrou elevado potencial para aplicação em produtos por seu alto teor de compostos fenólicos, acima do encontrado em diversos trabalhos na literatura.

5.1.1.7 Atividade antioxidante pelos métodos de DPPH e ABTS

Foi calculada a atividade antioxidante do extrato por ambos os métodos, os resultados foram apresentados em base úmida e base seca. O extrato apresentou elevada atividade antioxidante (Tabela 5), as duas metodologias usadas resultaram em valores aproximados, algo esperado, dado que os valores são apresentados em $\mu\text{mol/g}$ de equivalente trolox.

Tabela 5. Atividade antioxidante, por DPPH e ABTS, do extrato hidroalcoólico de erva-mate (*Ilex paraguariensis*).

Método	B.U. ($\mu\text{mol TE/g}$)	B.S. ($\mu\text{mol TE/g}$)
DPPH	162,93 \pm 4,12	1939,18 \pm 49,01
ABTS	199,93 \pm 7,26	2379,49 \pm 86,45

Média \pm Desvio Padrão; n = 4, sendo n = número de repetições utilizadas;
TE = Equivalente trolox; b.u.= base úmida; b.s.= base seca.

Gris (2018) ao analisar a atividade antioxidante, por ABTS, do extrato aquoso *in natura* de erva-mate obteve 13,96 mmol Trolox.g⁻¹ de amostra, resultado superior ao encontrado no presente estudo. O que não ocorreu em Riccio (2019), que quantificou a atividade antioxidante do extrato de erva-mate, obtido a partir de folhas secas da *Ilex paraguariensis* em água e etanol (1:1 v/v). A autora, ao utilizar o método de ABTS, encontrou o valor de 270 $\mu\text{mol Trolox.g}^{-1}$ de erva.

Wolff, Silveira e Lazzarotto, (2019) analisaram a atividade antioxidante, pelo método de DPPH, de extratos de erva-mate. Dois dos extratos analisados eram hidroalcoólicos, sendo 50% (etanol:água), e apresentaram os seguintes valores: 12.175,10 e 9.888,89 $\mu\text{mol TE L}^{-1}$ de extrato, o que diferenciou os dois foi apenas o tempo de extração adotado, 120 e 60 minutos, respectivamente. O maior tempo resultou em maior atividade antioxidante. O resultado encontrado pelos autores foi inferior ao desse estudo, pois trata-se da atividade antioxidante em 1 litro de extrato.

Ferrera *et al.* (2016) estudaram a capacidade antioxidante, por ABTS, de extratos de erva-mate etanol:água (20:80 v/v) obtidos de folhas adultas da erva, plantadas a pleno sol e com cobertura de solo (3 cm de restos vegetais). As folhas foram colhidas em diferentes épocas do ano (verão e outono). No extrato proveniente de amostras coletadas no verão foi encontrado 0,54 mM Trolox. e no extrato contendo as folhas colhidas no outono 0,83 mM Trolox. Os resultados encontrados no presente estudo foram considerados superiores, sendo 2379,49 mM Trolox.

Diversos fatores podem influenciar a capacidade antioxidante do extrato de erva-mate, começando pela localização da erva, tanto solo, como exposição solar, além da época do ano que as folhas foram colhidas. Os procedimentos adotados, incluindo tempo de extração, solventes utilizados, podendo resultar em um extrato aquoso, alcoólico ou mesmo hidroalcoólico, como neste trabalho. Ou seja, as diferenças observadas nos valores encontrados na literatura podem abranger os aspectos citados e serem determinantes para a atividade antioxidante do extrato nas metodologias empregadas.

5.1.1.8 Identificação e quantificação dos componentes individuais

A análise, por HPLC, de identificação e quantificação dos componentes encontrados no extrato de erva-mate mostrou que o composto predominante é o ácido clorogênico (Tabela 6). Em razão da metodologia empregada identificou-se apenas o 5-CQA, sem os isômeros. A concentração de cafeína foi a segunda maior identificada, com teor chegando próximo ao do ácido clorogênico. Os cromatogramas encontram-se nos Anexos A a F.

O componente com menor concentração identificado no extrato foi a teobromina.

Esse resultado corrobora com Colpo (2012), que analisou o perfil fitoquímico e a capacidade antioxidante da erva-mate do Brasil, Argentina e Uruguai. A autora preparou diversos extratos simulando a forma de consumo da erva-mate, para assim conhecer os compostos ingeridos pela população que normalmente consome o produto. Foi visto, por meio de análise cromatográfica, que o composto com teor mais elevado presente no extrato foi o ácido clorogênico. Já a teobromina foi a substância encontrada em menor quantidade.

Tabela 6. Componentes individuais identificados e quantificados, por HPLC, no extrato de erva-mate (*Ilex paraguariensis*).

Compostos	Concentração (g/100 mL)
Ácido clorogênico (CGA)	0,35 ± 0,01
Cafeína	0,29 ± 0,00
Teobromina	0,03 ± 0,00

Média ± Desvio Padrão; n = 3, sendo n = número de repetições utilizadas.

Tonet *et al.* (2019) quantificaram os compostos bioativos presentes no extrato seco, por *spray dryer*, de erva-mate para posterior aplicação em hambúrguer de peixe. Os autores buscaram explorar, principalmente, seu potencial antimicrobiano para conservação do produto desenvolvido. O extrato apresentou 49,6 mg g⁻¹ de ácido clorogênico e 34,5 mg g⁻¹ de cafeína. E foi concluído que a utilização do extrato seco foi eficiente para o propósito. A concentração dos compostos determinada pelos autores se mostrou superior ao encontrado no presente trabalho.

Diferenças entre a concentração dos compostos encontrados podem estar relacionadas à natureza do extrato, o estudo anteriormente citado o utiliza seco, portanto mais concentrado que um extrato líquido.

Ao analisar o extrato liofilizado de erva-mate, Vargas (2019) encontrou os seguintes valores para ácido clorogênico, teobromina e cafeína: 394,16 mg/mL, 87,59 mg/mL e 68,85 mg/mL, respectivamente. O extrato utilizado foi aquoso a 15%. Com essa técnica de microencapsulação foi possível observar maior quantificação de teobromina, que superou a quantidade de cafeína presente.

Já Bojić *et al.* (2013) determinaram os compostos fenólicos, flavonoides e xantinas no extrato aquoso de erva-mate. Eles encontraram as quantidades de 3 mg g⁻¹ de ácido clorogênico, 5,4 mg g⁻¹ de cafeína e 2,7 mg g⁻¹ de teobromina. Nesse caso, foi visto que, no extrato aquoso o composto predominante foi a cafeína. Esses resultados estão próximos às concentrações encontradas no presente trabalho, sobretudo em relação ao ácido clorogênico. As concentrações dos compostos ativos podem variar dependendo da solução usada para extração, junto a isso o tipo de matéria-prima utilizada (folha *in natura* ou processada) e a metodologia de extração empregada.

5.1.2 Estabilidade do extrato hidroalcoólico de erva-mate (*Ilex paraguariensis*)

5.1.2.1 Estabilidade da cor instrumental do extrato

Para avaliação da estabilidade da cor do extrato foram eleitos os parâmetros que melhor representavam as características da amostra, e os que realmente pudessem apresentar alguma diferença após ao final de determinado período.

Os parâmetros escolhidos foram L^* (luminosidade), b^* (coordenada cromática com variação do amarelo ao azul), C^* (cromaticidade) e ΔE (diferença total de cor), que podem ser vistos na Tabela 7. Estes valores foram avaliados quanto tendência de comportamento linear com coeficiente de correção acima de 70%.

Em relação à luminosidade do extrato percebeu-se que houve uma tendência à diminuição com o passar do tempo, que foi mais acentuada na amostra armazenada em temperatura mais elevada.

Ao observar a coordenada b^* notou-se maior efeito da diminuição do amarelo no armazenamento a 25°C, maior temperatura utilizada no experimento. Efeito igualmente visto em relação à cromaticidade (C^*), também chamada saturação. Nas três temperaturas ocorreu seu declínio, porém com maior ênfase à 25°C. Com o passar do tempo o extrato apresentou tendência a coloração mais difusa e opaca, com perda gradual de sua intensidade.

Tabela 7. Parâmetros de cor do extrato hidroalcoólico de erva-mate durante estudo de estabilidade em três diferentes temperaturas.

Temperatura de armazenamento	Tempo (dias)	Parâmetro			
		L*	b*	C*	ΔE
5°C	0	28,03	11,71	12,49	-
	7	26,99	10,58	11,61	1,60
	14	26,77	10,38	11,09	1,88
	21	25,51	8,95	9,77	3,76
	28	26,84	10,50	11,24	1,73
	35	26,96	9,58	10,35	2,42
	42	26,87	9,55	10,33	2,49
	49	26,69	9,37	10,20	2,71
	56	25,31	7,41	8,37	5,10
	15°C	0	28,03	11,71	12,49
7		26,40	9,04	10,12	3,14
14		27,29	10,23	10,88	1,78
21		26,80	9,64	10,38	2,46
28		26,65	9,21	9,94	2,92
35		26,43	8,48	9,26	3,66
42		26,16	7,85	8,68	4,34
49		26,37	8,30	9,14	3,83
56		26,20	7,89	8,77	4,27
25°C		0	28,03	11,71	12,49
	7	26,19	8,50	9,57	3,70
	14	25,46	7,85	8,85	4,64
	21	24,97	7,50	8,64	5,20
	28	24,25	6,39	7,60	6,53
	35	24,66	6,10	7,32	6,55
	42	24,83	6,11	7,46	6,45
	49	24,06	5,42	6,80	7,44
	56	23,82	5,31	6,73	7,66

Os extratos, muitas vezes, são usados para aplicação em alimentos, como no presente trabalho. São vistos como aliados, com funções de preservação, aporte de antioxidantes, ou mesmo para conferir determinadas características ao produto. Dionisio *et al.* (2018) utilizaram a fibra do pedúnculo do caju (*Anacardium occidentale* L.) para elaborarem um extrato (extrato concentrado de carotenoides), que exerceria funções de corante alimentício natural. Sua estabilidade foi estudada por 180 dias, sob armazenamento a 5°C. Em relação a luminosidade (L*) os

resultados variaram de 93,38 (dia zero) a 92,09 (180 dias). Constata-se que além do extrato ser bastante claro, pouco se alterou durante o armazenamento. O que também ocorreu com a coordenada cromática b^* , que variou de 22,72 (dia zero) a 23,52 (180 dias). Os autores mediram o ΔE do início e final do período de armazenamento, que foi de 1,4, salientando que o extrato pouco se alterou com o tempo, sendo as mudanças consideradas imperceptíveis. No presente trabalho, a cor do extrato de erva-mate apresentou alterações mais acentuadas e em menor espaço de tempo que o trabalho citado anteriormente, demonstrando que ele pode ser mais sensível às condições de estocagem.

O ΔE apresentou aumento gradativo com o passar dos dias, e com o aumento da temperatura de armazenamento. Ou seja, quanto maior o tempo e temperatura de armazenamento, maiores foram as mudanças na cor instrumental do extrato, evidenciando que ela se altera mais rapidamente quando ele é exposto a temperaturas mais elevadas, conforme o passar do tempo. A medição desse parâmetro foi importante para estabelecer o quanto a cor desse extrato, ao ser aplicado em algum produto, poderia se alterar perceptivelmente após determinado tempo de armazenagem e a diferentes temperaturas.

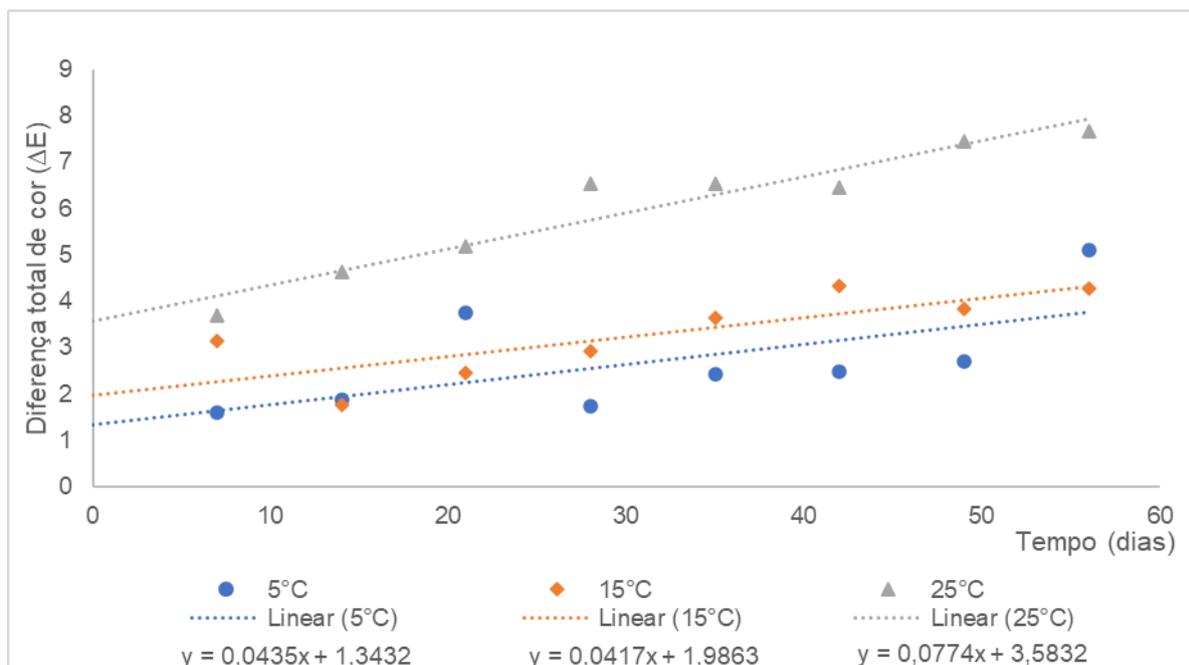


Figura 13. Gráfico da variação da diferença total de cor (ΔE) do extrato de erva-mate em função do tempo.

O resultado de ΔE foi ajustado para Arrhenius e se adequou ao modelo de ordem zero. Com $Q_{10} = 1,86$ e energia de ativação (E_a) = 11,18 KJ/mol. O valor de Q_{10} sinaliza que a cada aumento de 10°C esse extrato terá sua diferença total de cor aumentada 1,86 vez.

5.1.2.2 Estabilidade dos compostos fenólicos totais do extrato

Na avaliação da estabilidade dos compostos fenólicos presentes no extrato de erva-mate foi feito o ajuste que melhor representou as alterações ocorridas durante o armazenamento, que nesse caso foi em um modelo de 1ª ordem.

Tabela 8. Avaliação dos compostos fenólicos presentes no extrato de erva-mate durante armazenamento em três temperaturas.

Parâmetro	Tempo (dias)	Temperatura de armazenamento		
		Ln 5°C	Ln 15°C	Ln 25°C
Compostos fenólicos (mg GAE/100 g)	0	7,92	7,92	7,92
	7	7,87	7,87	7,90
	14	7,89	7,87	7,85

GAE = Equivalente em ácido gálico.

Ao contrapor as três curvas relacionadas aos compostos fenólicos (Figura 14) observa-se que a correspondente ao armazenamento a 25°C apresentou maior inclinação, indicando que o extrato ao ser acondicionado a essa temperatura sofre maior alteração na degradação de seus compostos fenólicos.

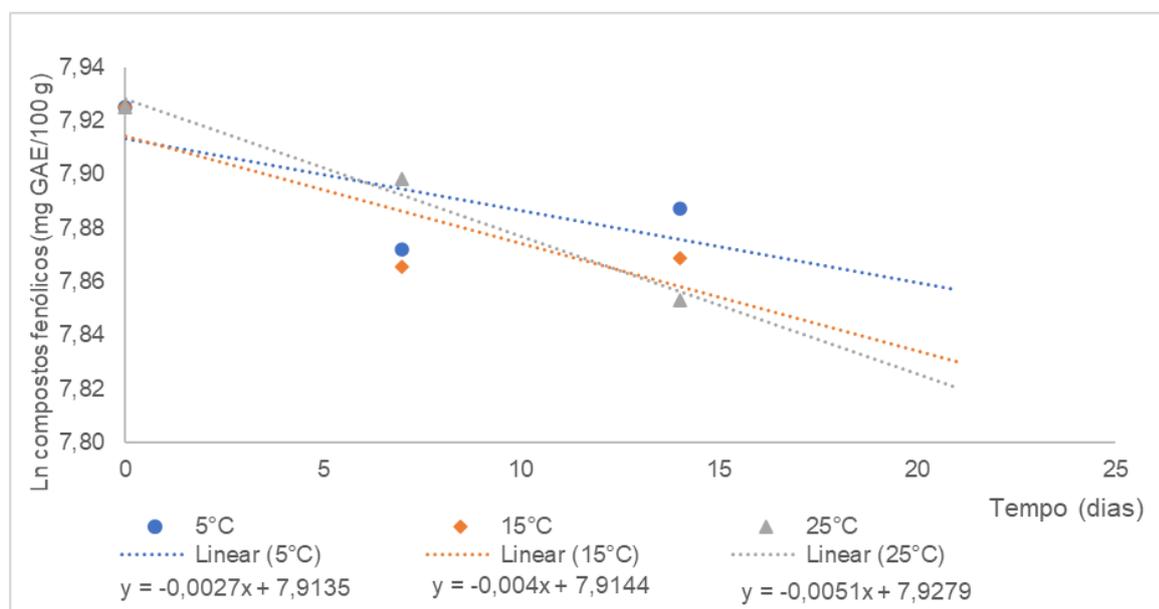


Figura 14. Gráfico dos compostos fenólicos do extrato de erva-mate de acordo com o tempo de armazenamento.

Esse parâmetro apresentou $Q_{10} = 1,27$ e $E_a = 14,81$ KJ/mol. Essa energia de ativação mostra que a temperatura exerceu maior influência na degradação dos compostos fenólicos. Junto a essa informação, o Q_{10} indica que, a cada aumento de 10°C na temperatura, os compostos fenólicos se degradam 1,27 vez mais.

Estudos relacionados à estabilidade dos compostos fenólicos em hortaliças demonstram que a temperatura de armazenamento influencia diretamente em sua preservação ou degradação. Foi constatado que temperaturas mais baixas conseguiriam preservar por mais tempo esses compostos (CAMPOS *et al.*, 2009). Conclusão que corrobora com os resultados obtidos no extrato de erva-mate estudado.

Oliveira *et al.* (2022) estudaram o efeito da luz na estabilidade dos compostos fenólicos presentes no chá mate armazenado por 8 semanas, em temperatura ambiente. Foi observado que a amostra armazenada protegida da luz

não apresentou diferença significativa no teor de compostos fenólicos totais durante o período do estudo. Entretanto, o chá mate que permaneceu sob exposição da luz sofreu decaimento significativo dos compostos fenólicos. Com 8 semanas de armazenamento a queda foi de 4,3%, evidenciando que a luz pode ser um fator relevante na degradação desses compostos. Nota-se que não somente a exposição à luz ou a duração do experimento exerceram efeito na degradação dos compostos fenólicos, manter a amostra em temperatura ambiente pode ter contribuído com o resultado encontrado, com sua deterioração total. Como visto no presente estudo, o extrato armazenado a 25°C, considerada temperatura ambiente, foi o que registrou maior decaimento na concentração de compostos fenólicos.

O efeito da temperatura nos compostos fenólicos pode ser atenuado com o uso de determinadas técnicas de conservação, como apresentado por Silva *et al.* (2010), que compararam a estabilidade dos compostos fenólicos presentes no suco de goiaba (não adoçado), pós enchimento a quente e asséptico, por 250 dias à temperatura ambiente ($28 \pm 2^\circ\text{C}$). A amostra submetida a enchimento a quente variou de 110,15 mg de ácido tânico/100 mL (dia zero) a 94,98 mg de ácido tânico/100 mL (após 250 dias). Já a amostra que passou por processo asséptico teve variação de 77,93 mg de ácido tânico/100 mL (dia zero) a 74,38 mg de ácido tânico/100 mL (após 250 dias). Ambos resultaram em perdas na concentração de compostos fenólicos, porém considerando o longo tempo de armazenamento a temperatura ambiente, eles não se degradaram por completo.

5.1.2.3 Estabilidade da atividade antioxidante, pelo método de DPPH, do extrato

O estudo da estabilidade da atividade antioxidante do extrato de erva-mate mostrou que independente da temperatura de armazenamento utilizada o declínio de antioxidantes presentes foi semelhante.

Tabela 9. Avaliação da atividade antioxidante (DPPH) do extrato de erva-mate durante armazenamento em três temperaturas.

Parâmetro	Tempo (dias)	Temperatura de armazenamento		
		Ln 5°C	Ln 15°C	Ln 25°C
Atividade antioxidante	0	5,79	5,79	5,79
	7	5,56	5,53	5,56
DPPH (μmol TE/g)	14	5,47	5,50	5,45
	21	5,32	5,34	5,38

TE = Equivalente trolox.

Na Figura 15 observa-se que o passar do tempo houve queda na atividade antioxidante dos extratos armazenados nas três temperaturas 5°C, 15°C e 25°C.

Grisi *et al.* (2020) analisaram a atividade antioxidante, por DPPH, dos extratos aquoso e hidroalcoólico dos frutos do jucá (*Libidibia ferrea*), armazenado a 5°C, por 90 dias. Os resultados encontrados para o extrato aquoso foram de 2,27 mol Trolox/g (dia zero) a 1,63 mol Trolox (dia 90), e para o hidroalcoólico de 2,91 mol Trolox/g (dia zero) a 1,92 mol Trolox (dia 90). Neste caso foi visto que os frutos que tiveram seus compostos antioxidantes extraídos com a solução de etanol/água 50% (v/v) apresentaram melhor resultado na quantificação da atividade antioxidante. A perda foi gradual, chegando ao último dia de experimento com atividade antioxidante considerável. Como dito anteriormente, o presente estudo foi conduzido utilizando extrato hidroalcoólico, e a capacidade antioxidante não foi afetada pela temperatura de armazenamento. Ela foi decaindo pouco a pouco, se perdendo com o passar dos dias.

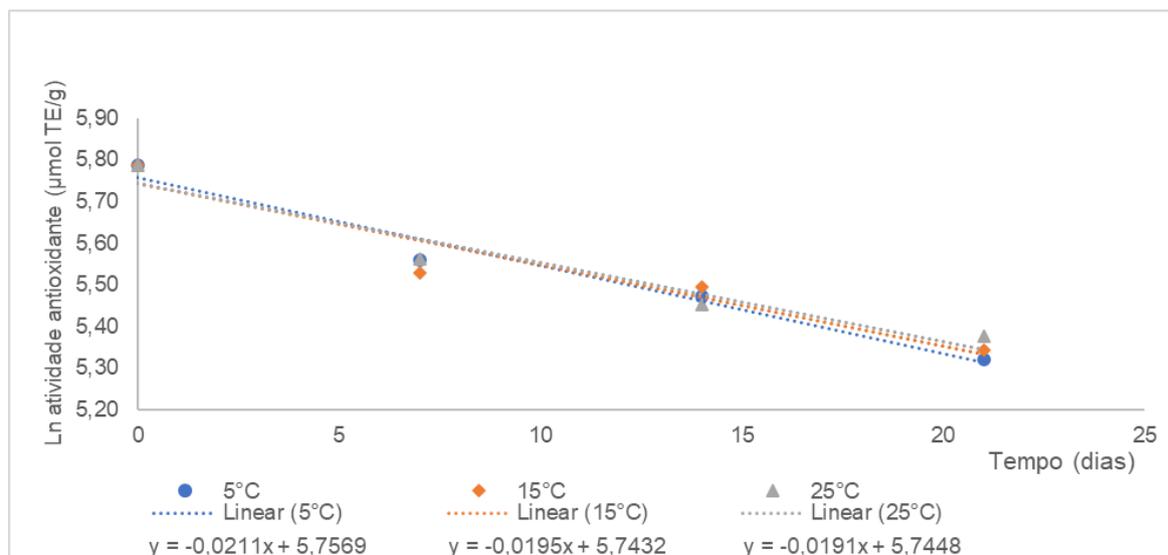


Figura 15. Gráfico da atividade antioxidante (DPPH) do extrato de erva-mate em função do tempo.

A atividade antioxidante, determinada pelo método DPPH, foi ajustada ao modelo de primeira ordem com $E_a = 3,45$ KJ/mol e $Q_{10} = 0,92$. Os valores mais baixos obtido de energia de ativação e Q_{10} mostram que a temperatura exerceu menor influência na degradação dos antioxidantes do extrato em razão do tempo.

5.2 Emulsão do extrato hidroalcoólico de erva-mate (*Ilex paraguariensis*)

A emulsão foi uma parte intermediária do estudo, necessária para que se produzisse micropartículas por gelificação iônica a partir do extrato hidroalcoólico. Com base nos resultados obtidos nas análises de índice de sedimentação, microestrutura e diâmetro médio, que são descritos a seguir, constatou-se que a melhor emulsão, com as melhores características, era composta por 5% de PGPR. Em todas as análises individuais seu desempenho foi superior, sendo considerada a melhor opção para dar prosseguimento ao estudo e ser usada para elaboração das micropartículas.

5.2.1 Índice de sedimentação (IS)

O índice de sedimentação está relacionado a estabilidade da emulsão, definida pela sua capacidade em manter as propriedades com o passar do tempo. A instabilidade da emulsão pode acontecer por diversos fatores, físicos ou

químicos. Entre as mudanças físicas está a sedimentação, causada por sua instabilidade, nela as gotas fazem um movimento descendente, que ocorre pelo fato delas terem maior densidade que o líquido que as envolve (MCCLEMENTS, 2016).

As emulsões A/O preparadas com diferentes concentrações de PGPR (polirricinoleato de poliglicerol) foram observadas 24h após o preparo. Observou-se, conforme Figura 16, que a amostra contendo apenas 3% de emulsificante apresentou visível separação de fases, além de muitas gotas grandes, espalhadas por toda extensão da proveta, principalmente na superfície. O índice de sedimentação dessa emulsão foi de 11,65% (Tabela 10). A emulsão com 4% de PGPR também teve separação de fases, porém suas gotas além de menores estavam em quantidade inferior, conclusão validada pelo cálculo do índice de sedimentação dessa amostra que resultou em 5,83%.

Tabela 10. Índice de sedimentação (IS) de emulsões de extrato de erva-mate (*Ilex paraguariensis*) contendo 3, 4 e 5% de emulsificante PGPR.

Teor de PGPR na formulação (%)	Índice de sedimentação (%)
3	11,65
4	5,83
5	1,46

PGPR: polirricinoleato de poliglicerol.

A formulação com 5% de emulsificante apresentou maior estabilidade e demonstrou ser mais adequada ao uso, seu IS foi menor em relação às anteriores, somente 1,46%, houve pouca separação de fases, ficando mais homogênea e sem gotas visíveis. Levando em consideração apenas os resultados desse ensaio, ela seria a mais adequada para a microencapsulação.

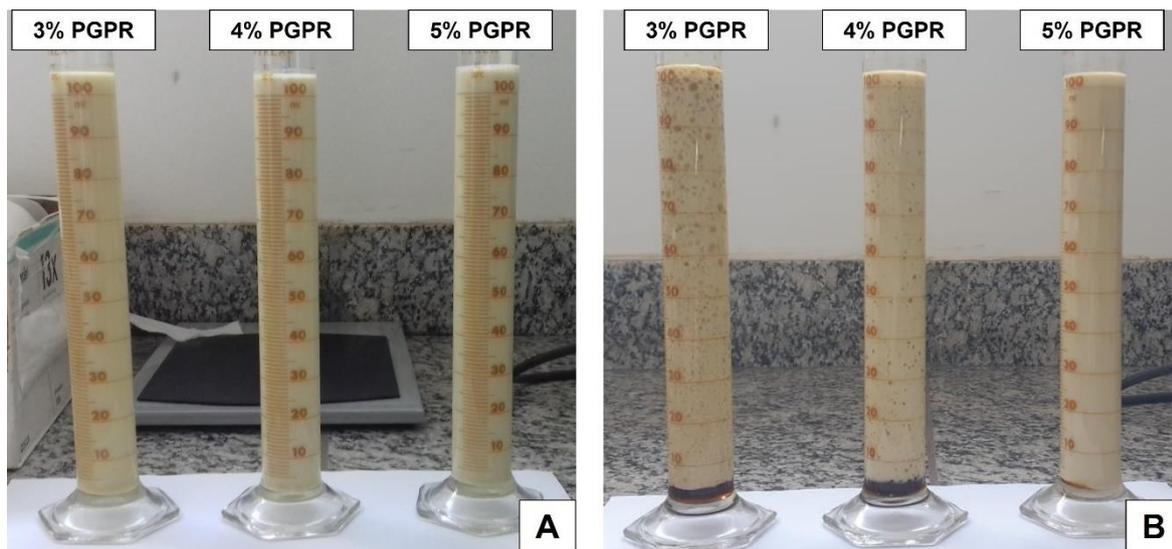


Figura 16. Emulsão com diferentes porcentagens de emulsificante PGPR (polirricinoleato de poliglicerol). Após o preparo (A) e depois de 24 horas (B).

5.2.2 Microestrutura

A diferença na microestrutura das emulsões foi perceptível, conforme observado na Figura 17. Quanto menor o teor de emulsificante na formulação da emulsão, maiores estão as gotículas do sistema. A emulsão contendo 3% de PGPR se mostra menos homogênea, com gotas de diversos tamanhos.

Os emulsificantes são amplamente utilizados na indústria de alimentos. São aditivos capazes de diminuir a tensão superficial entre óleo e água ou entre água e ar, promovendo a emulsificação e aumentando a estabilidade da emulsão. Eles melhoram a textura e uniformidade do alimento, além de prolongarem sua vida útil (KROG & SPARSØ, 2004). De fato, é possível notar que a amostra com a maior quantidade de emulsificante (5%) é a mais uniforme entre as três e conseqüentemente é a que apresentou maior estabilidade após 24 horas.

Segundo McClements (2016), durante a homogeneização prolongada ocorre a diminuição das gotas e aumento da área interfacial, o que pode tornar a quantidade de emulsificante insuficiente, a princípio. Sem emulsificante para cobrir estas áreas, as gotas tendem a se aglutinar, comprometendo a estabilidade. No caso das emulsões testadas é possível constatar que apenas 3 ou 4% de PGPR não foram suficientes para garantir a cobertura das áreas interfaciais e isso

ocasionou a menor estabilidade dessas emulsões. Esse resultado reafirmaria a escolha da emulsão 5%.

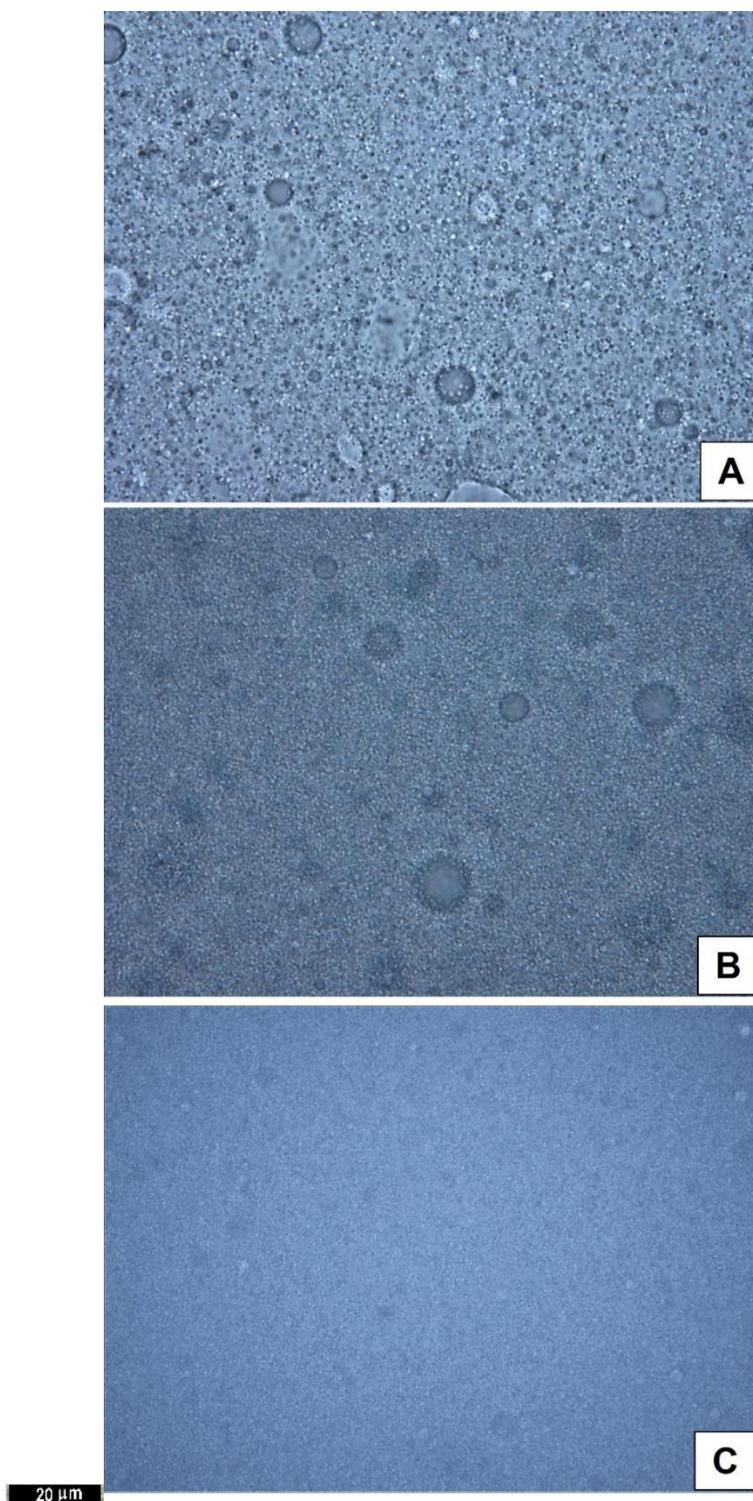


Figura 17. Microscopia das emulsões contendo 3% (A), 4% (B) e 5% (C) de emulsificante PGPR, aplicando aumento de 1000x.

5.2.3 Diâmetro médio e distribuição de tamanho

Os resultados obtidos no estudo do tamanho das gotículas mostraram que a concentração de emulsificante utilizada na formulação é inversamente proporcional ao diâmetro médio que elas apresentaram (Tabela 11). A emulsão com 3% de PGPR teve, em média, 6,962 μm . Já a amostra com 5% de PGPR apresentou diâmetro médio de 4,166 μm . Esta também registrou o menor índice de polidispersão entre as emulsões analisadas.

Com base nesses resultados, e nos obtidos das análises anteriores, a emulsão com 5% de PGPR foi eleita para posterior microencapsulação, pois apresentou os melhores atributos para o fim, sendo estes o menor diâmetro de gota e menor índice de polidispersão.

Tabela 11. Diâmetro médio e Índice de polidispersão (PDI) das emulsões contendo 3, 4 e 5% de emulsificante PGPR.

Amostra	Diâmetro médio (μm)	PDI
3% de PGPR	6,962 \pm 0,081	1,147 \pm 0,01
4% de PGPR	6,511 \pm 0,609	1,200 \pm 0,08
5% de PGPR	4,166 \pm 0,566	0,935 \pm 0,03

Média \pm Desvio Padrão; n = 6, sendo n = número de repetições utilizadas.

A distribuição de tamanho pode estar relacionada ao tipo de homogeneizador utilizado no processo de elaboração das emulsões. Alguns tipos conseguem gerar distribuições menores, entretanto, os classificados como de alto cisalhamento tendem a produzir distribuições maiores. Em geral, se houver ampla diferença entre os diversos valores de tamanho, a polidispersidade tende a ser maior (MCCLEMENTS, 2016). Algo que pode ter ocorrido na emulsão de 4% de PGPR, que apresentou o maior PDI. O gráfico de distribuição do diâmetro médio desta emulsão pode ser visto no Anexo H, assim como o da amostra de 3% (Anexo G).

De acordo com McClements (2016) o estudo do tamanho de gota de uma emulsão é de grande importância, uma vez que irá afetar os alimentos que elas compõem em diversos aspectos. Ele é determinante na avaliação do prazo de validade de um produto, bem como, de sua textura e aparência. Se a emulsão contiver algum composto com finalidade específica, o diâmetro da gotícula também

afetará suas características de liberação no organismo. Ainda segundo o autor, quanto maior a velocidade de rotação e o tempo de homogeneização menor será o tamanho da gota. Isso ocorre até que seja atingido um limite inferior, o qual a referência depende do tipo de amostra utilizada. Dispersores de alto cisalhamento, como o usado no experimento, costumam gerar gotas com diâmetro variando entre 1 e 10 μm . Esses valores correspondem ao encontrado na emulsão 5% de PGPR, que teve gotas variando de 1 a, pouco mais, de 10 μm (Figura 18).

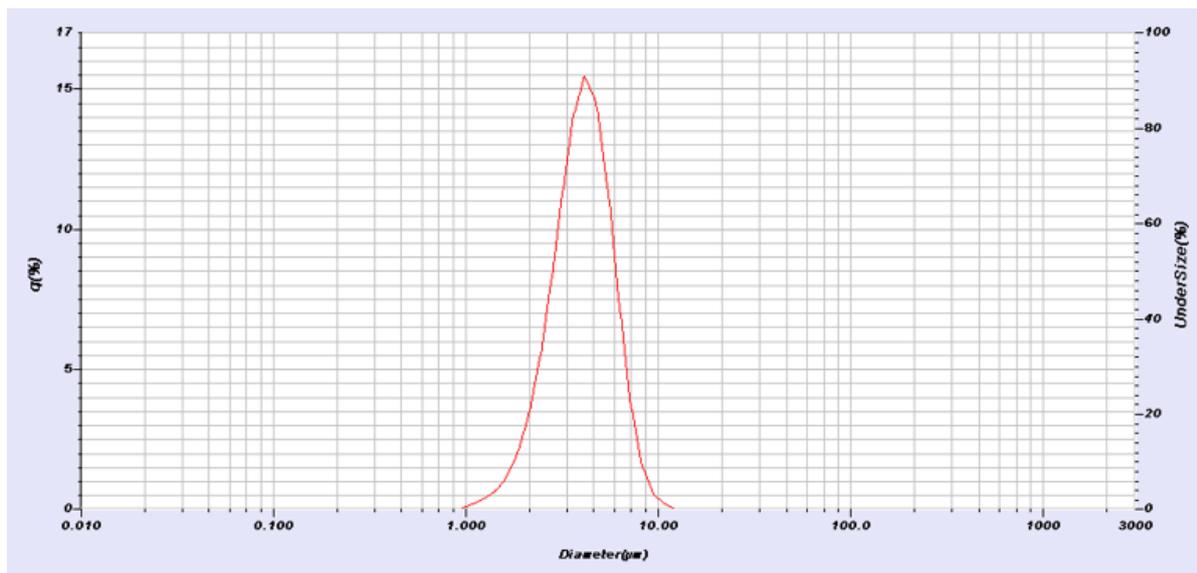


Figura 18. Gráfico de distribuição do diâmetro médio (μm) da emulsão com 5% de PGPR.

5.3 Micropartículas de extrato de erva-mate (*Ilex paraguariensis*)

5.3.1 Produção das micropartículas

Para a produção das micropartículas foi utilizada a emulsão contendo 5% de emulsificante PGPR, pois ela apresentou melhor estabilidade quando comparada às outras formulações. A partir dela foi preparada a emulsão dupla (20:80), da qual posteriormente produziu-se as micropartículas.

No Encapsulador B-390, ao utilizar frequência de 1100 Hz, voltagem de 2000 V e pressão entre 300 e 400 mbar notou-se que as micropartículas apresentaram tamanho e homogeneidade de acordo com o esperado (Figura19).



Figura 19. Micropartículas úmidas com extrato de erva-mate elaboradas a partir da técnica de gelificação iônica.

5.3.2 Caracterização das micropartículas úmidas

5.3.2.1 Umidade

As partículas produzidas nas condições de 1100Hz/2000 V apresentaram umidade de $79,24\% \pm 0,51$. Pela própria técnica de microencapsulação utilizada, gelificação iônica, é esperado teores elevados de umidade.

Rocha (2017) também utilizou a técnica de gelificação iônica para produzir microesferas contendo suco de tomate, visando a preservação do licopeno. A autora testou três tipos de formulações, que se diferenciavam na presença de alginato de sódio, maltodextrina ou inulina. As partículas apresentaram umidade de 93,4% (alginato de sódio), 95,67% (maltodextrina) e 96,56% (inulina). A umidade foi considerada alta para as três formulações. No presente trabalho, as

micropartículas de extrato de erva-mate tiveram umidade alta, porém inferior às microesferas de suco de tomate, provavelmente pela presença de óleo na emulsão dupla

Ferreira (2018) elaboraram microcápsulas contendo extrato de beterraba por gelificação iônica com o objetivo de usufruir de suas propriedades funcionais, até então, pouco exploradas. Entre as análises de caracterização, a autora verificou a umidade, que foi igual a 92,697%, valor acima das micropartículas de extrato de erva-mate.

A alta umidade encontrada nas micropartículas pode estar associada ao uso de pectina como material de parede, um polissacarídeo com elevada afinidade pela água. Seu uso é bastante difundido em produtos alimentícios, em função de sua versatilidade, podendo ser usada como emulsificante, espessantes, estabilizante, além de ser capaz de gelatinizar (MENEZES *et al.*, 2015).

Os teores elevados mostram que o uso da técnica está associado a partículas com alta umidade, sendo essa informação decisiva na escolha de aplicação.

5.3.2.2 Microestrutura

As micropartículas úmidas foram observadas em estereoscópio, com aumento de 40x vezes (Figura 20) e em microscópio ótico, com aumento de 100x (Figura 21). Nas imagens é possível notar as gotículas de emulsão aprisionadas em cada partícula, o que mostra que a gelificação iônica cumpre seu objetivo.

Mesmo que algumas partículas tenham apresentado tamanho um pouco maior, ou menor, que a média, foi visto que elas mantiveram certa homogeneidade, se apresentando em tamanhos regulares e semelhantes.



Figura 20. Micropartículas de extrato de erva-mate produzidas pela técnica de gelificação iônica (1100Hz/2000 V) observadas em estereoscópio (40x).

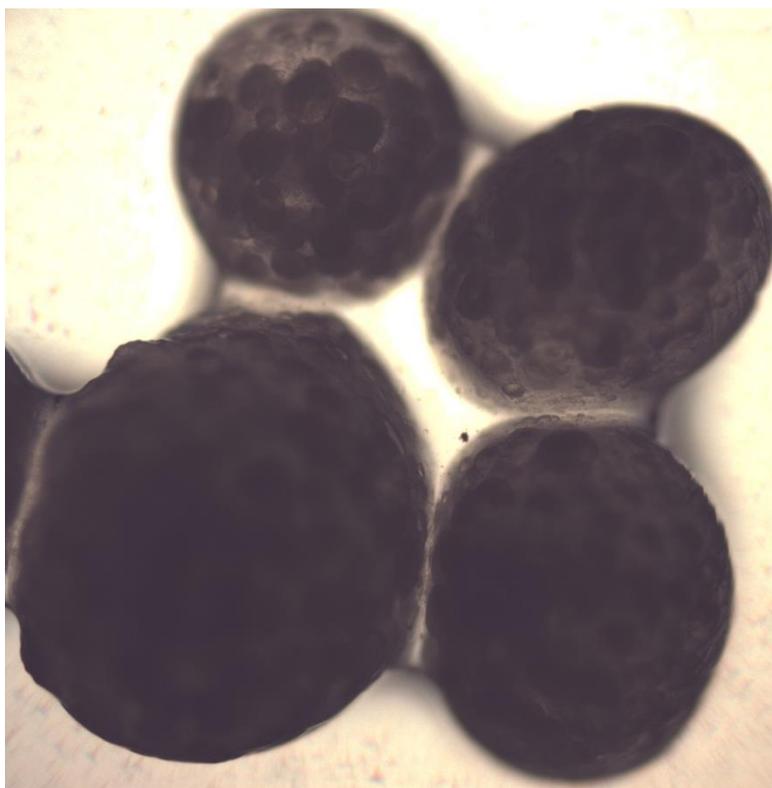


Figura 21. Micropartículas de extrato de erva-mate, produzidas pela técnica de gelificação iônica (1100Hz/2000 V), observadas em microscópio óptico (100x).

O encapsulamento dos compostos ativos de interesse, que muitas vezes se degradam com facilidade, é uma alternativa eficiente para preservá-los e permitir que eles sejam liberados apenas nos locais adequados. A gelificação iônica consegue desempenhar essa função, e o processo tem menor custo, quando comparado a outras técnicas (HOLKEM *et al.*, 2015).

Na Figura 21, com maior aumento, é possível observar detalhadamente a superfície das partículas, que aparenta ser lisa e se mantém intacta. Além disso, mostra que as pequenas gotas de emulsão, composta em parte pelo extrato, ficaram protegidas pela parede formada pela ligação entre a pectina e o cloreto de cálcio.

Rocha (2017) por meio de micrografias provenientes de estereoscópio, concluiu que microesferas de suco de tomate elaboradas em seu trabalho, independente do material de parede utilizado (alginato de sódio, maltodextrina e alginato de sódio + inulina) apresentaram superfície sem fissuras, garantindo sua conservação. Qualidade também encontrada nas micropartículas de erva-mate.

5.3.2.3 Diâmetro médio e distribuição de tamanho

Com o intuito de produzir partículas em menor tamanho possível, a mesma emulsão foi usada para testes em duas condições no equipamento: 600 Hz/1250 V e 1100 Hz/2000 V.

O equipamento programado para operar a 1100 Hz/2000 V conseguiu produzir micropartículas com diâmetro médio e PDI menores (Tabela 12 e Figura 22). Sendo esta, portanto, eleita a melhor condição para elaboração das micropartículas que dariam continuidade ao estudo.

Tabela 12. Diâmetro médio e índice de polidispersão (PDI) de partículas úmidas, de extrato de erva-mate, em diferentes condições.

Condições do equipamento	Diâmetro médio (μm)	PDI
600 Hz/1250 V	1481,75 \pm 23,10	0,54 \pm 0,01
1100 Hz/2000 V	1321,76 \pm 12,03	0,51 \pm 0,01

Média \pm Desvio Padrão; n = 6, sendo n = número de repetições utilizadas.

O gráfico de distribuição do diâmetro médio (Figura 22) mostra de maneira mais clara as características das partículas. A 600 Hz/1250 V as micropartículas tiveram grande variação, enquanto na melhor condição elas se concentraram em um intervalo menor de tamanho.

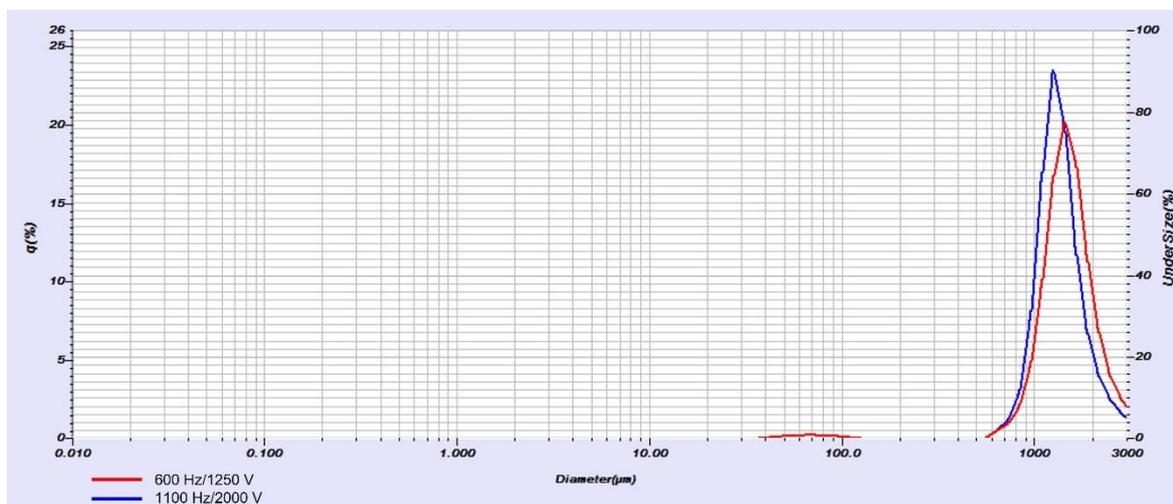


Figura 22. Gráfico de distribuição do diâmetro médio das micropartículas de erva-mate produzidas em diferentes condições. A curva vermelha representa a condição 600 Hz/1250 V e a curva azul 1100 Hz/2000 V.

Cutrim (2019) estudou a microencapsulação de extrato de chá verde utilizando a técnica de gelificação iônica. As micropartículas resultantes apresentaram diâmetro médio de 513,53 μm . Esse valor foi inferior ao obtido no presente estudo, uma vez que as micropartículas de erva-mate tiveram seu diâmetro médio igual a 1321,76 μm (1100 Hz/2000 V). Porém, em relação ao PDI o valor encontrado foi menor nas micropartículas de erva-mate (0,51) do que nas micropartículas de chá verde (1,54).

Ao microencapsular o extrato liofilizado de erva-mate por gelificação iônica, Vargas (2019) obteve tamanho de partículas iguais a 180,43 μm (D50). Sendo índice de polidispersão 1,75. A gelificação se deu por meio de uma solução de alginato de sódio e extrato liofilizado, atomizada em cloreto de cálcio. As micropartículas foram menores que as elaboradas no presente estudo. Foi utilizado o mesmo princípio para formação das partículas, mas elas foram preparadas de formas diferentes. O uso da atomização, em detrimento do gotejamento, interfere

nos diâmetros. O PDI foi maior que neste estudo, indicando pouca homogeneidade no tamanho das partículas.

Desta forma, fica evidente que pequenas alterações na elaboração das micropartículas, desde formulação, material de parede, até como elas serão formadas, ocasionarão diferenças nos diâmetros.

5.3.2.4 Cor instrumental das micropartículas úmidas

As partículas úmidas apresentaram alta luminosidade (L^*), o que pode ser notado na Tabela 13 e Figura 23, que mostra o quão claras elas ficaram. Mesmo que o a^* estivesse tendendo ao verde, o valor se encontra na área central do círculo cromático, dando a essa coordenada cromática tonalidade difusa. Quanto ao b^* , o valor mostra a tendência ao amarelo. Pelo valor mais baixo de croma é possível perceber que as partículas estavam com a coloração menos saturada.

Tabela 13. Cor instrumental das partículas úmidas contendo extrato erva-mate (*Ilex paraguariensis*) (n=9).

L^*	a^*	b^*	C^*	h
$68,15 \pm 1,57$	$-4,35 \pm 0,11$	$23,97 \pm 0,89$	$24,36 \pm 0,87$	$-0,18 \pm 0,01$

Média \pm Desvio Padrão; n = 9, sendo n = número de repetições utilizadas.

Caleffi (2014) ao microencapsular a polpa de amora-preta por coacervação e *Spray dryer* obteve valores de L^* , respectivamente, 33,01 e 41,41. Os dois tipos de partículas apresentaram colorações significativamente ($p < 0,05$) distintas, sendo a segunda mais clara que a primeira. Ambos os métodos geraram partículas mais escuras que a elaborada no presente estudo. Valores que estariam relacionados ao tipo de matéria-prima utilizada. A polpa de amora teria coloração mais escura que o extrato de erva-mate.

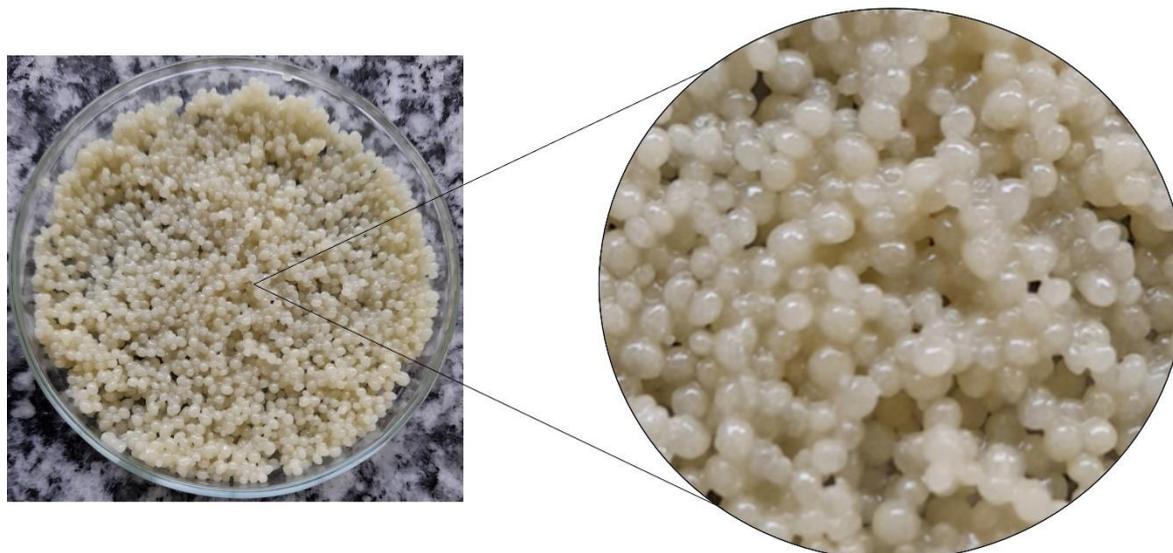


Figura 23. Cor das micropartículas úmidas.

Ao microencapsular o extrato de beterraba por gelificação iônica, Ferreira (2018) obteve nas microcápsulas L* e C* de 26,80 e 10,53, respectivamente. Ambos os valores foram menores que os encontrados no presente estudo, significando que a cor das partículas de erva-mate foi considerada mais clara e mais saturada que as cápsulas de beterraba.

5.3.2.5 Eficiência de encapsulação (EE)

A eficiência de encapsulação das micropartículas foi de 45% para os compostos fenólicos totais e, por volta de, 30% para a preservação das propriedades antioxidantes. Um dos motivos para esse resultado poderia estar relacionado à degradação do extrato ao longo do processo de encapsulação, compostos por várias etapas. Ou mesmo envolver a extração, que pode não ter sido suficiente para recuperação dos compostos de interesse.

Tabela 14. Eficiência de encapsulação (EE) das partículas úmidas contendo erva-mate.

Eficiência de encapsulação (EE)	
Compostos fenólicos totais	45%
Atividade antioxidante (ABTS)	31%
Atividade antioxidante (DPPH)	27%

Sampaio (2018) ao utilizar melancia para extrair um concentrado rico em licopeno e encapsulá-lo, por meio de técnicas de gelificação iônica e *spray drying*, obteve EE superior a 90% para o ativo. Sendo esse valor, acima do encontrado no presente estudo.

Ao estudar a eficiência de encapsulação de microesferas de suco de tomate, produzidas gelificação iônica, Rocha (2017) encontrou resultados de EE variando de 89,52% a 97,05% para o licopeno. Entre as três formulações (alginato de sódio, alginato de sódio e maltodextrina, e alginato de sódio e inulina) empregadas na elaboração das microesferas, a que se destacou com melhor resultado foi a que possuía como material de parede alginato e inulina. Esses valores também ficaram acima do encontrado nas micropartículas de extrato de erva-mate. Algo a ser acrescentado seria a influência exercida pelo material de parede na retenção e preservação do extrato e de suas propriedades, neste estudo utilizou-se pectina, podendo ter interferido no resultado de eficiência de encapsulação.

Moura *et al.* (2018a) encapsulou extrato de hibisco (*Hibiscus sabdariffa* L.) por gelificação iônica. As autoras testaram algumas condições para encontrar qual oferecia maior EE de compostos fenólicos, antocianinas e atividade antioxidante. Utilizando a técnica de gotejamento, a 100 Hz/400 V e 1100 Hz/2000 V, encontrou-se os valores de 74,4 e 88,5% para compostos fenólicos; 67,9 e 88,1% para antocianinas; e 55,2 e 60,6% para capacidade antioxidante. A eficiência de encapsulação nas duas condições ficou acima do encontrado no presente estudo. O encapsulamento a 1100 Hz/2000 V gerou as menores partículas e ainda foi mais eficiente. Com isso, constata-se que determinadas alterações durante a produção afetam diretamente na quantidade de ativo e conseqüentemente nas propriedades que as micropartículas disponibilizarão.

5.3.2.6 Compostos fenólicos totais das micropartículas úmidas

Com a extração realizada nas micropartículas foi possível a determinação dos compostos fenólicos totais presentes (Tabela 15). O valor aparenta ter decaído consideravelmente em relação ao extrato puro analisado anteriormente (item 5.1.1.6). Porém, o extrato compõe 35% da emulsão. E durante a elaboração das micropartículas utiliza-se apenas 20% de emulsão. Espera-se que a quantificação seja inferior, em torno de 7% do encontrado no extrato. Entretanto, o valor foi menor

que o esperado (EE = 45%), podendo essa diminuição ser atribuída ao processo de microencapsulação, que é constituído de várias etapas e favorece a degradação; e à extração, um ponto crítico, que pode não ter removido todos os polifenóis.

Tabela 15. Compostos fenólicos totais das micropartículas úmidas de erva-mate (*Ilex paraguariensis*), expressos em base úmida e base seca.

Compostos fenólicos totais (mg GAE.100 g⁻¹)	
Base úmida	Base seca
87,86 ± 1,79	423,18 ± 8,60

Média ± Desvio Padrão; n = 4, sendo n = número de repetições utilizadas;
GAE = Equivalente em ácido gálico.

Ćorković *et al.* (2021) quantificaram os compostos fenólicos totais em esferas de hidrogel contendo suco de arônia e elaboradas com diferentes materiais de parede (alginato e alginato/pectina). As esferas que foram submetidas ao processo de 30 minutos de reticulação apresentaram 4,51 g/kg (alginato) e 5,63 g/kg (alginato/pectina). Já as amostras que se mantiveram por 90 minutos, tiveram valores de 4,36 g/kg (alginato) e 5,69 g/kg (alginato/pectina). Como visto, as esferas com a combinação de alginato/pectina como material de parede foram mais eficientes na preservação dos compostos fenólicos. Os resultados foram próximos ao encontrado no presente trabalho, considerando a base seca. Sendo que as partículas tiveram pectina como material de parede.

Ao microencapsular o extrato hidroalcoólico de jabuticaba pela técnica de gelificação iônica, Mendes *et al.* (2021) mediu os compostos fenólicos de micropartículas preparadas com diversas formulações, alterando o teor de alginato (material de parede) e extrato de jabuticaba. As amostras contendo 1% de alginato/3 mL de extrato e 1,5% de alginato/1 mL de extrato apresentaram 16,02 mg GAE/g e 4,59 mg GAE/g, respectivamente. O valor da segunda formulação foi próximo ao encontrado, em base seca, nas partículas de erva-mate.

5.3.2.7 Atividade antioxidante pelos métodos de DPPH e ABTS

As micropartículas também sofreram decaimento da capacidade antioxidante em relação ao encontrado no extrato livre (EE = 27% por DPPH e 31%

por ABTS). Entretanto, por serem muito sensíveis, esses compostos tendem a perder suas propriedades de interesse mais rápido quando se encontram desprotegidas.

Tabela 16. Atividade antioxidante, por DPPH e ABTS, das partículas úmidas de erva-mate (*Ilex paraguariensis*).

Método	B.U. ($\mu\text{mol TE/g}$)	B.S. ($\mu\text{mol TE/g}$)
DPPH	3,13 \pm 0,06	15,09 \pm 0,29
ABTS	4,39 \pm 0,05	21,17 \pm 0,24

Média \pm Desvio Padrão; n = 4, sendo n = número de repetições utilizadas.
TE = Equivalente trolox; B.U.= base úmida; B.S.= base seca.

Por mais que tenham ocorrido perdas, por estarem protegidos nas partículas os atributos do extrato poderão ser preservados por mais tempo.

Os resultados encontrados nos dois métodos foram próximos, algo já esperado e que mostra que mesmo com a utilização de metodologias diferentes as partículas apresentaram atividade antioxidante em equivalente trolox semelhantes.

Mendes *et al.* (2021) produziram partículas adicionadas de extrato de jabuticaba, por gelificação iônica. Sendo o objetivo do estudo a incorporação das partículas em biscoitos. Os autores testaram diversas formulações, entre elas a que era composta por 1,5% de alginato/ 1 mL de extrato. Essas microcápsulas foram testadas antes e após passarem por processo térmico (180°C). Ela apresentou atividade antioxidante de 978,94 μM trolox/g, antes e, 773,50 μM trolox/g depois de ser submetida a temperatura elevada (180°C/20 min.). Esse processo acarretou perda de 20,98% da capacidade antioxidante da partícula. Sendo os valores obtidos pela análise de ABTS.

Ćorković *et al.* (2021) elaboraram esferas de hidrogel contendo suco de arônia, buscando aproveitar a capacidade antioxidante, já conhecida, da baga. Os autores realizaram ensaios para quantificar a atividade antioxidante por DPPH e ABTS das esferas que tinham a combinação de alginato/pectina como material de parede e encontraram valores iguais a 28,59 $\mu\text{mol}/100$ g, para DPPH, e 35,24 $\mu\text{mol}/100$ g, para ABTS. Assim como no presente estudo, os resultados obtidos por ABTS se mostraram superior ao de DPPH. Entretanto, a atividade antioxidante das

partículas de extrato de erva-mate foi considerada mais elevada, tanto em base úmida, quanto em base seca.

5.3.3 Caracterização das micropartículas secas

Após a decisão do tipo de produto que as micropartículas de erva-mate seriam aplicadas, barra de frutas e cereais, foi necessário que elas fossem submetidas a alguma técnica de secagem, para não comprometer a qualidade do produto. Além disso, a secagem parcial das micropartículas garante maior estabilidade pela menor atividade de água. Como descrito anteriormente, elas foram secas por leite fluidizado. As micropartículas, por apresentarem algumas características distintas das úmidas, exigiram a realização de novos ensaios, essenciais para garantir que as barras não fossem descaracterizadas.

5.3.3.1 Atividade de água

A atividade de água de um alimento é um dos parâmetros determinantes para sua estabilidade ao longo das etapas de manipulação, processamento e armazenamento. Apenas o teor de água presente não fornece informações suficientes da perecibilidade de um produto. É importante conhecer a intensidade das ligações da água com os componentes não aquosos, pois quanto mais forte elas forem, menos disponível a água estará para subsidiar reações químicas e de degradação, causada por micro-organismos (REID & FENNEMA, 2010).

As partículas após o processo de secagem por leite fluidizado apresentaram atividade de água de $0,6053 \pm 0,02$.

Secolin (2014) microencapsulou o extrato de *Camellia sinensis* em carreadores lipídicos, seguida de secagem por *spray drying*. A atividade de água foi de 0,169 para a amostra contendo trealose como adjuvante e submetida a secagem a 120°C. Esse valor foi inferior ao encontrado nas micropartículas secas de erva-mate.

Deladino *et al.* (2008) encapsulou o extrato liofilizado de erva-mate utilizando dois sistemas diferentes, alginato de cálcio e alginato de cálcio-quitosana. A atividade de água da amostra com alginato de cálcio foi de 0,997, já nas partículas

que ficaram imersas por 60 minutos em solução de quitosana, foi de 0,990. Os resultados obtidos pelos autores ficaram acima do encontrado no presente trabalho.

5.3.3.2 Umidade

A medição do teor de umidade das partículas é imprescindível para avaliar sua compatibilidade com o produto que ela será aplicada. Com o uso da técnica de secagem por leiteo fluidizado as partículas secas chegaram ao final do processo com 19% de umidade. Esse teor se mostrou mais adequado, que o das partículas úmidas, para aplicação nas barras de frutas e cereais.

Gris (2018) com o objetivo de aproveitar as propriedades da erva-mate para aplicação em iogurte, liofilizou o extrato e o utilizou para elaboração de partículas lipídicas sólidas, que preservariam seu potencial antioxidante, quando aplicado ao produto. Na análise de umidade realizada pela autora, as microcápsulas apresentaram o teor de 12,02%. Valor este, inferior ao encontrado nas microcápsulas do presente estudo. Esse resultado pode estar relacionado ao uso da técnica de liofilização utilizada no extrato, que reduziram drasticamente sua umidade.

Já Sampaio (2018) utilizou a técnica de *spray drying* para microencapsulação de extrato de melancia, visando a conservação do licopeno, composto natural da fruta. A autora utilizou como agente encapsulante a maltodextrina e a umidade ao final do processo chegou a 1,11%. Esses valores foram considerados baixos, e muito inferiores ao teor de umidade das micropartículas secas de erva-mate.

Secolin (2014) ao utilizar carreadores lipídicos para encapsular os compostos bioativos do chá verde e secá-los por *spray drying*, obteve umidade de 1,79% em uma das formulações estudadas, que continha trealose como adjuvante e secagem a 150°C. Esse teor foi considerado baixo quando comparado ao resultado encontrado no presente estudo e está relacionado ao tipo de secagem.

5.3.3.3 Diâmetro médio e distribuição de tamanho

O diâmetro médio das micropartículas secas de erva-mate foi de 1009,66 µm (Tabela 17). O processo de secagem, ao reduzir consideravelmente a umidade,

promoveu a diminuição do tamanho da partícula, que quando úmida possuía 1321,76 μm , conforme pode ser verificado no item 5.3.2.3.

Tabela 17. Diâmetro médio e índice de polidispersão (PDI) de partículas secas de erva-mate.

Diâmetro médio (μm)	PDI
1009,66 \pm 28,06	1,100 \pm 0,06

Média \pm Desvio Padrão; n = 6, sendo n = número de repetições utilizadas.

O índice de polidispersão foi de 1,100. Ao comparar com o PDI das partículas úmidas o valor aumentou, chegando a dobrar. Essas mudanças tornam-se perceptíveis ao observar a Figura 24, onde houve um leve alargamento do pico. Significando que as partículas perderam um pouco da homogeneidade, em relação ao tamanho, que apresentavam anteriormente. O processo de secagem pode ter retirado mais umidade de umas partículas em detrimento de outras, o que afetou de maneira diferente o tamanho de cada uma.

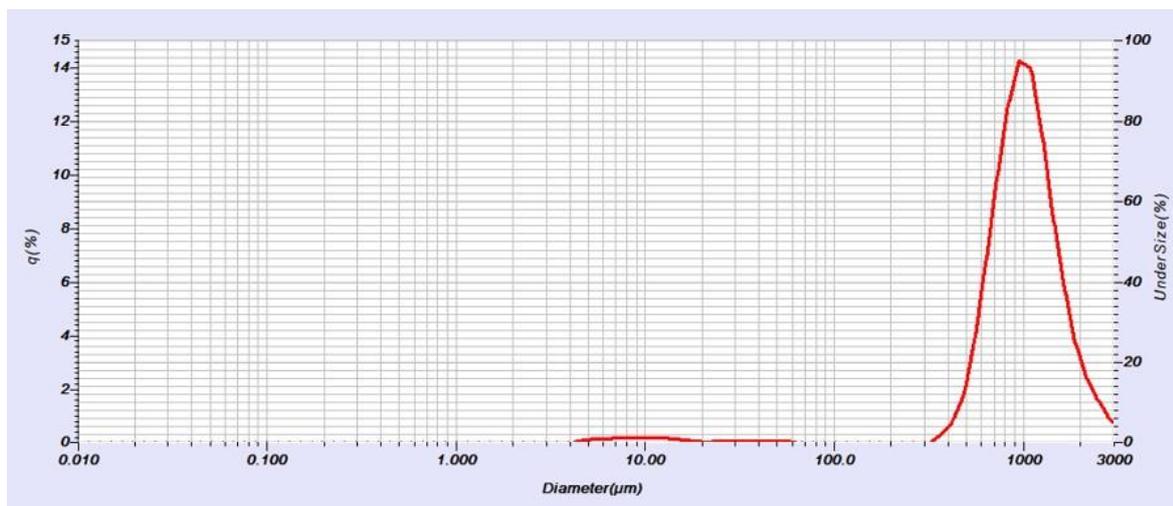


Figura 24. Gráfico de distribuição do diâmetro médio das micropartículas secas de erva-mate.

Murakami (2016) microencapsulou o extrato concentrado de erva-mate por *spray drying*. A autora testou formulações, alterando apenas o tipo de maltodextrina. As partículas apresentaram tamanho de 11,69; 10,78 e 12,37 μm , para as maltodextrina com 10, 15 e 20 de dextrose equivalente, respectivamente.

Esses valores foram menores ao encontrado no presente estudo. O tamanho das partículas está relacionado a técnica de microencapsulação utilizada. No caso das micropartículas de extrato de erva-mate, elas foram produzidas por gelificação iônica e depois secas por leito fluidizado, o que naturalmente resultaria em tamanhos maiores. Em vista do uso de uma técnica, o *spray drying*, que tem o objetivo de formar partículas pequenas o bastante para parecerem um pó.

Buratto (2018) também fez uso da técnica de *spray drying* para microencapsular polpa de feijoa (*Acca sellowiana*), utilizando goma arábica e maltodextrina. Com a temperatura de processo de 90°C e 30% de agente encapsulante, os resultados obtidos variaram 1,46 a 13,4 µm (goma arábica) e 1,06 a 13,0 (matodextrina). Os diâmetros encontrados, mesmo com variação, foram menores ao das partículas do presente estudo.

5.3.3.4 Cor instrumental

Entre as diversas mudanças que ocorrem ao diminuir a umidade da partícula, o processo de secagem ocasionou em um leve escurecimento da mesma, como pode ser observado na Figura 25.



Figura 25. Micropartículas de extrato de erva-mate secas por leito fluidizado.

Comparando com as partículas úmidas (5.3.2.4) houve decréscimo da luminosidade, ou seja, as micropartículas secas ficaram mais escuras. Isso pode ser em consequência da presença do óleo, usado para compor a emulsão, ou mesmo pela coloração do próprio extrato de erva-mate, que é escuro, e pode ter ficado mais evidenciado após a secagem.

Tabela 18. Cor instrumental das partículas secas de extrato erva-mate (*Ilex paraguariensis*).

L*	a*	b*	C*	h
39,19 ± 1,11	4,19 ± 0,11	27,97 ± 0,70	28,28 ± 0,69	0,15 ± 0,01
Média ± Desvio Padrão; n = 9, sendo n = número de repetições utilizadas.				

As micropartículas secas também apresentaram maior saturação, tornando-se mais intensa e com maior tendência a coloração amarela.

Buratto (2018) ao encapsular polpa de feijoa (*Acca sellowiana*) por atomização, em diferentes condições de temperatura e concentração de agente encapsulante, obteve L* de 55,45 para a polpa *in natura* da fruta. Ao promover a encapsulação, com uso de maltodextrina, as partículas apresentaram luminosidade variando de 60 a 64, em média. A polpa apresentou C* (cromaticidade) de 14,14, e nas partículas entre 7 e 12, aproximadamente. A luminosidade foi superior a encontrada nas micropartículas secas de erva-mate, entretanto estas apresentaram maior saturação.

Podem ocorrer variações na coloração de partículas por diversos fatores, desde as consequências inerentes à técnica empregada até ao comportamento da matéria-prima, polpa ou extrato, todas podem sofrer alguma alteração de cor durante o processo, que irá refletir no produto final.

5.3.3.5 Compostos fenólicos totais

A quantificação dos compostos fenólicos totais encontrados nas micropartículas secas apresentou valor próximo ao encontrado nas partículas ainda úmidas, indicando que o processo de secagem utilizado foi bem-sucedido, pois conseguiu remover a umidade sem comprometer consideravelmente as propriedades do extrato aplicado.

Tabela 19. Compostos fenólicos totais das micropartículas secas de erva-mate (*Ilex paraguariensis*), expressos em base úmida e base seca.

Compostos fenólicos totais (mg GAE.100 g⁻¹)	
Base úmida	Base seca
379,86 ± 5,76	468,97 ± 7,11

Média ± Desvio Padrão; n = 4, sendo n = número de repetições utilizadas.
GAE = Equivalente em ácido gálico.

Ao comparar os valores de compostos fenólicos relacionados à feijoa (*Acca sellowiana*), Buratto (2018) encontrou valores de 49,45 mg GAE g⁻¹ para polpa in natura e 40,85 mg GAE g⁻¹ para polpa microencapsulada, por spray drying, com as seguintes condições de processo: 90°C de temperatura de secagem e 30% de agente encapsulante maltodextrina. A preservação dos compostos fenólicos pode estar relacionada diretamente a técnica utilizada e a quantidade da matéria-prima presente. No caso da gelificação iônica, o extrato faz parte de uma emulsão simples, que será convertida em emulsão dupla e assim microencapsulada. Assim, a quantidade de ativo em cada microcápsula é consideravelmente inferior ao que ocorre na atomização, como no caso do estudo citado.

Nunes & Menezes (2015) defendem o uso da técnica microencapsulação por *spray drying* para preservação dos compostos fenólicos da erva-mate, pois o extrato usado na forma livre tende a ser mais instável e se degradar quando exposto a determinadas condições, como luz, altas temperaturas e oxigênio. Quando microencapsulado pode ser aplicado em alimentos e com suas propriedades conservadas.

Riccio (2019) produziu, por meio de liofilização, microcápsulas de extrato de erva-mate com material de parede composto por 50% de goma arábica e 50% de frutooligossacarídeo. Ao quantificar os compostos fenólicos presente nessa formulação encontrou 111,2 mg GAE 100 g⁻¹. Valor inferior ao encontrado no presente estudo, que apresentou maior quantidade de compostos fenólicos nas micropartículas de erva-mate tanto em base úmida, como em base seca.

5.3.3.6 Atividade antioxidante pelos métodos de DPPH e ABTS

Em relação à atividade antioxidante também foi coerente os resultados obtidos nas micropartículas secas. Notou-se que os valores encontrados foram

próximos aos da partícula úmida em base seca. Mostrando novamente que o processo de secagem também não afetou negativamente a capacidade antioxidante da amostra.

Os valores apresentados em base úmida e seca não foram muito distantes entre si, já que as partículas secas se encontravam com teor baixo de umidade.

Tabela 20. Atividade antioxidante, por DPPH e ABTS, das partículas secas de erva-mate (*Ilex paraguariensis*).

Método	B.U. ($\mu\text{mol TE/g}$)	B.S. ($\mu\text{mol TE/g}$)
DPPH	15,83 \pm 0,17	19,54 \pm 0,21
ABTS	19,20 \pm 0,93	23,70 \pm 1,15

Média \pm Desvio Padrão; n = 4, sendo n = número de repetições utilizadas.
TE = Equivalente trolox; B.U.= base úmida; B.S.= base seca.

Riccio (2019) ao avaliar a capacidade antioxidante de extrato de erva-mate liofilizado obteve para DPPH e ABTS 2595 mM Trolox 100 g⁻¹ e 48033 mM Trolox 100 g⁻¹, respectivamente. Valores estes, mais elevados que o encontrado nas micropartículas secas do presente estudo. A quantificação da atividade antioxidante dependerá do tipo de extrato utilizado e da técnica de microencapsulação empregada. (converter na minha unidade)

5.3.4 Estabilidade das micropartículas secas

5.3.4.1 Estabilidade da cor instrumental das micropartículas secas

No estudo de estabilidade da cor das micropartículas partículas secas de erva-mate (Tabela 21), observou-se que a Luminosidade (L*) apresentou decaimento nas duas temperaturas de armazenamento, 25°C e 35°C. A coordenada cromática b* também apresentou queda, com diminuição do amarelo com o passar do tempo.

Oliveira (2015) estudou a estabilidade do grão de sorgo por 180 dias, armazenado em três temperaturas (4, 25 e 40°C). Notou-se que no decorrer do armazenamento houve aumento de L* nas três temperaturas. A 25°C a Luminosidade foi de 23,36 (dia zero) a 30,09 (dia 180). A coordenada cromática b* também apresentou tendência de aumento, variando de 18,10, no primeiro dia, a

22,82 no último dia de experimento. Essa tendência foi contrária ao ocorrido no presente estudo. Essa diferença pode ser em razão da natureza dos produtos, enquanto um é um grão *in natura*, o outro é uma micropartícula, que passou por diversas etapas, e por isso, apresentam diferentes comportamentos durante a armazenagem.

Já Machado *et al.* (2019) ao analisarem a estabilidade da polpa de *Physalis peruviana L.*, pasteurizada e congelada, por 120 dias não observaram diferença significativa na Luminosidade e coordenada b^* durante o armazenamento. A manutenção da cor, neste caso, pode estar associada ao congelamento da amostra. Com as micropartículas secas de erva-mate, o armazenamento em uma condição diferente pode ter acelerado a perda da Luminosidade e o decaimento da coordenada cromática b^* .

Tabela 21. Parâmetros de cor das micropartículas secas de erva-mate durante estudo de estabilidade com armazenamento em duas temperaturas.

Temperatura de armazenamento	Tempo (dias)	Parâmetro			
		L*	b*	C*	ΔE
25°C	0	39,19	27,97	28,28	-
	7	34,05	24,03	25,02	7,04
	14	33,41	23,98	25,47	8,28
	21	32,63	25,10	26,97	9,14
	28	29,48	20,04	21,80	13,29
	35	26,44	21,90	24,28	15,46
35°C	0	39,19	27,97	28,28	-
	7	29,40	20,80	22,57	12,97
	14	30,03	21,81	23,76	12,22
	21	29,19	21,74	23,97	13,18
	28	28,23	19,67	21,76	14,67
	35	25,25	20,08	22,64	17,20

Em relação à cromaticidade (C^*) houve em um primeiro momento a diminuição da saturação nas micropartículas, entretanto após alguns dias de armazenamento essa tendência permaneceu constante.

A diferença total de cor (ΔE) apresentou aumento em ambas as temperaturas, com inclinação mais acentuada observada durante o

armazenamento a 35°C (Figura 26). Nesta temperatura, mais elevada, as micropartículas tiveram sua cor mais afetada conforme o passar dos dias.

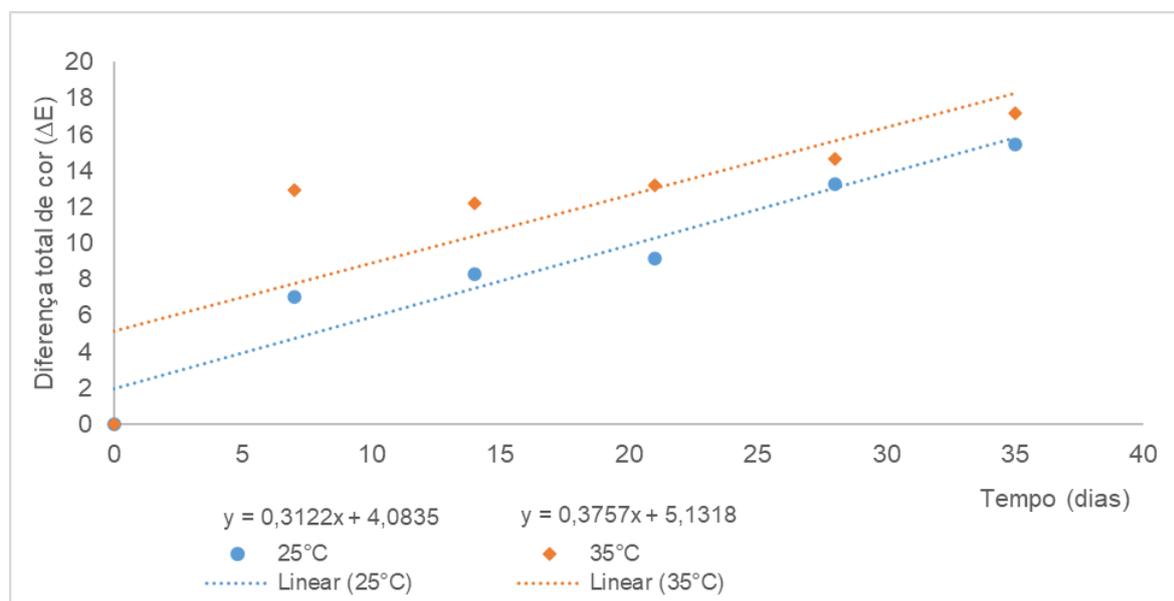


Figura 26. Gráfico da diferença total de cor (ΔE) das micropartículas secas de erva-mate durante armazenamento em duas temperaturas.

O ΔE foi ajustado para Arrhenius e o modelo que melhor se adequou foi o de ordem zero. Sendo o $Q_{10} = 1,20$ e energia de ativação (E_a) = 3,23 KJ/mol. Esse valor de Q_{10} representa que a cada aumento de 10°C as micropartículas aumentarão sua diferença total de cor em 1,20 vez. Ao comparar a diferença total de cor do extrato com as micropartículas secas, observa-se que houve uma diminuição dos valores de Q_{10} e E_a . Isso significa que a cor das partículas sofreu menos impacto no armazenamento, nas determinadas temperaturas, do que o extrato.

5.3.4.2 Estabilidade dos compostos fenólicos totais das micropartículas secas

Durante o armazenamento das micropartículas secas de erva-mate observou-se decaimento dos compostos fenólicos totais nas duas temperaturas analisadas (Tabela 22).

Tabela 22. Avaliação dos compostos fenólicos presentes nas micropartículas secas de erva-mate durante armazenamento em duas temperaturas.

Parâmetro	Tempo (dias)	Temperatura de armazenamento	
		Ln 25°C	Ln 35°C
Compostos fenólicos (mg GAE/100 g)	0	6,15	6,15
	7	5,87	5,69
	14	5,77	5,58
	21	5,78	5,65
	28	5,81	5,66
	35	5,82	5,72

Schafanski (2019) encapsulou o extrato das folhas de amoreira preta (*Morus nigra* L.) em esferas de alginato e analisou a estabilidade dos compostos fenólicos durante o armazenamento a 4°C e 25°C, por 81 dias. Nas esferas secas, desidratadas em estufa a 40°C, não houve diferença significativa, ao nível de 5%, na concentração de compostos fenólicos totais até o 21^o dia de armazenamento. Também não houve diferença entre o 36^o e 66^o dia. As esferas secas apresentaram concentração variando de 74,3 mg GAE g⁻¹ (dia zero) a 62,6 mg GAE g⁻¹ (81 dias). O armazenamento na menor temperatura se mostrou mais eficiente, com maior preservação dos compostos fenólicos, de 74,3 mg GAE g⁻¹ (dia zero) a 66,3 mg GAE g⁻¹ (81 dias). O mesmo ocorre no presente estudo, com as micropartículas secas de erva-mate, os compostos fenólicos presentes nas partículas armazenadas a uma temperatura menor se degradaram menos do que aquelas em maior temperatura.

Jacques *et al.* (2010) estudaram a estabilidade dos compostos fenólicos na polpa congelada de amora-preta (*Rubus fruticosus*). As amostras mantidas a -10°C tiveram variação de 1938,70 mg GAE 100 g⁻¹ de fruta (dia zero) a 1490,05 mg GAE 100 g⁻¹ de fruta (6 meses). Elas apresentaram maior perda que as polpas armazenadas a -80°C, 1938,70 mg GAE 100 g⁻¹ de fruta (dia zero) e 1780,02 mg GAE 100 g⁻¹ de fruta (6 meses). O que mostra que quanto menor a temperatura de armazenamento, maior a preservação dos compostos fenólicos.

Os resultados obtidos no estudo da estabilidade nas duas temperaturas (25°C e 35°C) se ajustaram melhor a um modelo de primeira ordem, como pode ser visto na Figura 27.

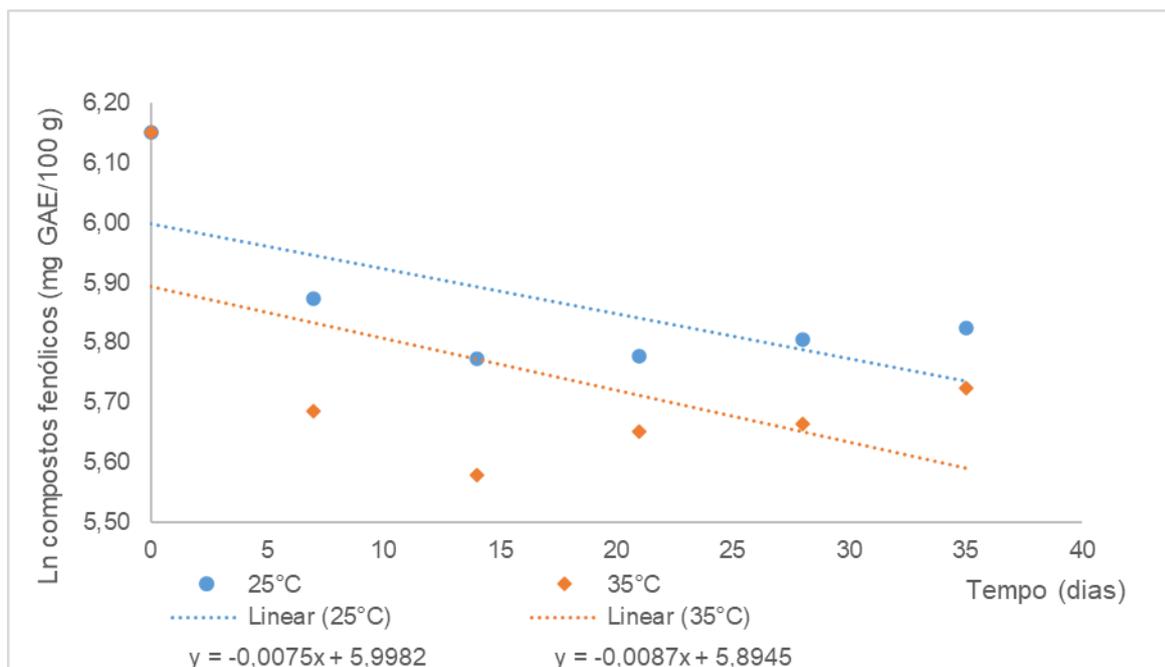


Figura 27. Gráfico dos compostos fenólicos das micropartículas secas de erva-mate de acordo com o tempo de armazenamento.

A temperatura de 35°C foi a que apresentou maior inclinação (Figura 27) Com os resultados obtidos foi encontrado $Q_{10} = 1,16$ e $E_a = 2,63$ KJ/mol.

Esse Q_{10} mostra o efeito da temperatura na preservação dos compostos fenólicos, conclui-se que a cada aumento de 10°C eles se degradam 1,16 vez mais. Com base nesses resultados é possível concluir que as micropartículas foram capazes de proteger os compostos fenólicos, pois no extrato livre sua degradação foi maior durante o armazenamento. Inclusive, a temperatura exerceu grande impacto nessa degradação, algo amenizado com a microencapsulação.

5.3.4.3 Estabilidade da atividade antioxidante, pelos métodos de DPPH e ABTS, das partículas secas

A estabilidade da atividade antioxidante das micropartículas secas de erva-mate foi medida por duas metodologias diferentes, utilizando os reagentes ABTS e DPPH. Em ambas, o modelo que ofereceu melhor ajuste foi o de primeira ordem, conforme mostram as Figuras 28 e 29.

Tabela 23. Avaliação da atividade antioxidante, por ABTS e DPPH, de micropartículas secas de erva-mate durante armazenamento em duas temperaturas.

Atividade antioxidante	Tempo (dias)	Temperatura de armazenamento	
		ABTS ($\mu\text{mol TE/g}$)	DPPH ($\mu\text{mol TE/g}$)
Ln 25°C	0	3,17	2,97
	7	2,98	2,61
	14	3,01	2,63
	21	2,90	2,58
	28	2,94	2,63
	35	2,93	2,59
	Ln 35°C	0	3,17
7		2,71	2,35
14		2,77	2,48
21		2,82	2,45
28		2,80	2,44
35		2,74	2,51

De acordo com a Tabela 23 a atividade antioxidante das micropartículas apresentou decaimento constante durante o armazenamento. Isso ficou evidente tanto nos resultados obtidos a partir do ABTS quanto do DPPH.

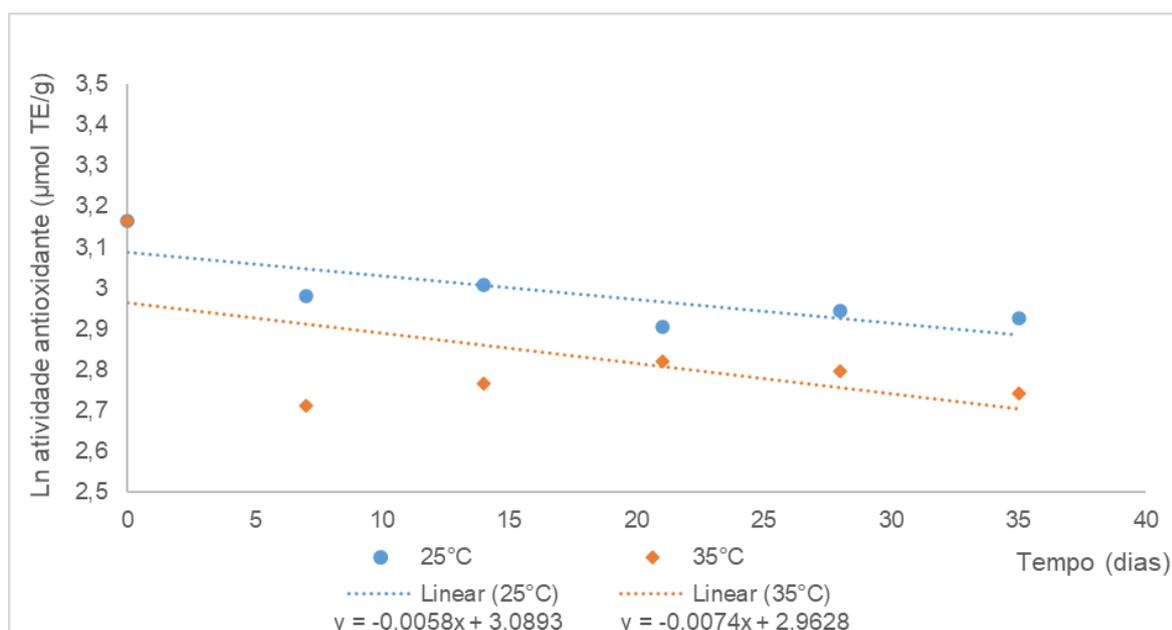


Figura 28. Gráfico da atividade antioxidante, pelo método ABTS, das micropartículas secas erva-mate de acordo com o tempo de armazenamento.

Nunes *et al.* (2015) selecionaram algumas marcas comerciais de bebidas a base de frutas para estudar a estabilidade de seus componentes antioxidantes durante o armazenamento por 21 dias. Entre as bebidas analisadas estava um *smoothie* de mirtilo, porém composto por diversas frutas (maçã, mirtilo, banana, uva e framboesa). Seu armazenamento, segundo os autores, ocorreu nas mesmas condições de temperatura do ponto de venda, não sendo especificada exatamente. A capacidade antioxidante foi determinada por método de DPPH, com resultados expressos em Trolox Equivalente (TE), e variando de 103 mg TE/100 ml, no dia de aquisição do produto, a 20 mg TE/100 mL, no 21º dia de armazenamento, que coincide com a expiração de sua validade. Com base nesses resultados observa-se que o produto apresentou queda acentuada de sua atividade antioxidante durante o armazenamento.

Machado *et al.* (2019) ao analisarem a estabilidade da atividade antioxidante, por ABTS, da polpa de *Physalis* pasteurizada congelada e armazenada a -18°C por 120 dias encontraram no dia zero 2,44 μmol TE/g. Conforme o passar dos dias ocorreram perdas significativas da atividade antioxidante. Com 120 dias de armazenamento as autoras não mais detectaram atividade antioxidante nas polpas.

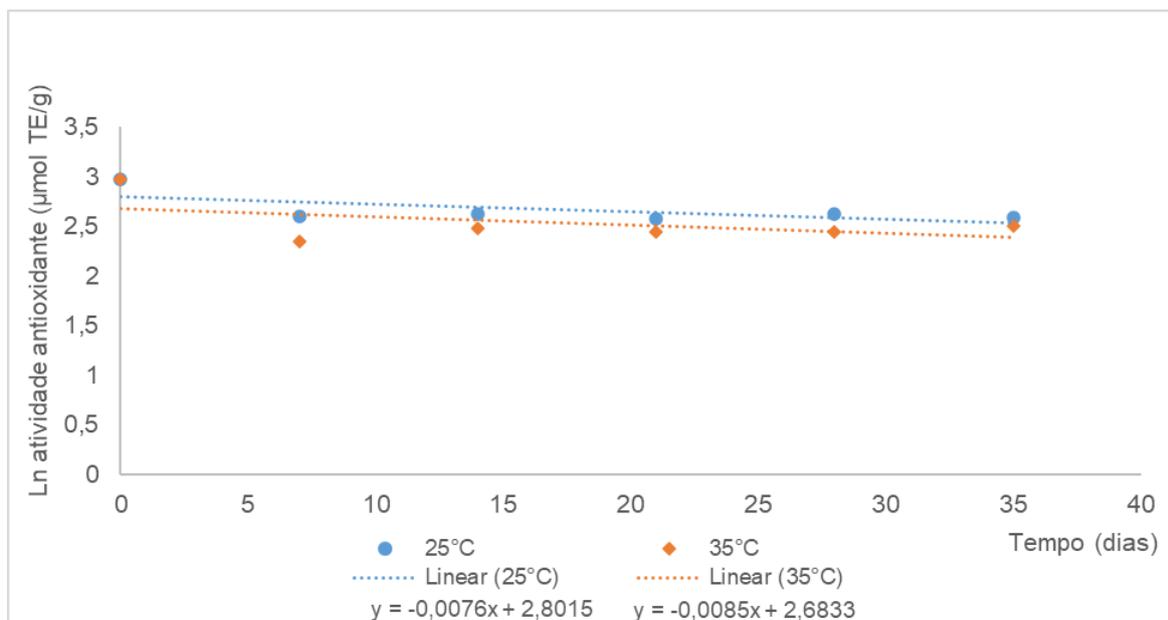


Figura 29. Gráfico da atividade antioxidante, pelo método DPPH, das micropartículas secas erva-mate de acordo com o tempo de armazenamento.

A atividade antioxidante por ABTS resultou em $Q_{10} = 1,27$ e $E_a = 4,24$ KJ/mol. Sendo assim, a cada aumento de 10°C na temperatura, a atividade antioxidante das micropartículas decai 1,27 vez. Considerando a estabilidade avaliada por meio das análises de DPPH (Figura 29), encontrou-se valores de $Q_{10} = 1,12$ e $E_a = 2,01$. Os resultados de Q_{10} obtidos nas duas análises foram próximos, com resultados pouco acima de 1. A atividade antioxidante pareceu se degradar mais facilmente nas micropartículas do que no extrato, comparando com os valores de estabilidade encontrados.

5.4 Desenvolvimento de barra de frutas e cereais com acréscimo de micropartículas de erva-mate

As amostras foram identificadas da seguinte forma:

- Barra de frutas e cereais (padrão): BP;
- Barra de frutas e cereais com adição de extrato de erva-mate: BE;
- Barra de frutas e cereais com adição de partículas úmidas de erva-mate: BPU;
- Barra de frutas e cereais com adição de partículas secas de erva-mate: BPS.

5.4.1 Composição centesimal e análise microbiológica das barras de frutas e cereais

As quatro barras de frutas e cereais apresentaram valores próximos de proteínas. As barras com partículas secas tiveram maior quantidade de cinzas, seguida das amostras com partículas úmidas e com extrato, que não diferiram estatisticamente.

O resultado que mais chamou a atenção foi a umidade da barra contendo micropartículas úmidas de erva-mate. Essa amostra apresentou maior umidade em relação às outras três, justamente por essas partículas conterem elevada quantidade umidade das partículas úmidas ($79,24 \pm 0,51\%$). As barras são compostas, principalmente, de ingredientes secos (frutas secas, cereais e castanhas), nesse caso, seriam as partículas úmidas as responsáveis por aumentarem o teor de água. As barras padrão e com extrato não apresentaram diferença significativa no teor de umidade. A amostra com partículas secas foi considerada a menos úmida. Seria necessário um ajuste de formulação e de processo para que a umidade final de barra com micropartículas úmidas atingisse um valor semelhante ao das demais formulações.

O teor de gordura foi significativamente maior nas barrinhas com adição de micropartículas secas, seguida da amostra com micropartículas úmidas. Isso se deve ao fato de que a gelificação iônica é feita a partir de uma emulsão, cuja maior parte constitui-se de óleo vegetal. E quando essas micropartículas são secas, evidencia-se todo o óleo presente, ingrediente em maior quantidade na emulsão simples. A gordura presente também influenciou no valor calórico das barras, a barra com micropartículas secas foi considerada mais calórica em relação às outras.

Tabela 24. Composição centesimal das barras de frutas e cereais e análises microbiológicas

		Determinação	BP	BE	BPU	BPS
Composição centesimal		Umidade e voláteis (g/100g)	13,59 ± 0,22 ^b	13,52 ± 0,01 ^b	17,61 ± 0,16 ^a	13,19 ± 0,10 ^c
		Cinzas (g/100g)	1,25 ± 0,05 ^c	1,31 ± 0,13 ^b	1,30 ± 0,01 ^b	1,39 ± 0,01 ^a
		Gorduras totais (g/100g)	7,56 ± 0,09 ^c	6,88 ± 0,13 ^d	9,75 ± 0,20 ^b	11,34 ± 0,14 ^a
		Proteína (Nx6,25) (g/100g)	4,38 ± 0,00 ^a	4,05 ± 0,02 ^a	4,08 ± 0,03 ^a	4,23 ± 0,02 ^a
		Carboidratos totais (g/100g)	73,22	74,24	67,26	69,85
		Valor energético (kcal/100g)	378	375	373	398
Análises microbiológicas	<i>Salmonella</i> (em 25g)	1	ausente	ausente	ausente	ausente
		2	ausente	ausente	ausente	ausente
		3	ausente	ausente	ausente	ausente
	<i>Escherichia coli</i> (UFC/g)	1	<10	<10	<10	<10
		2	<10	<10	<10	<10
		3	<10	<10	<10	<10
	Contagem de bolores (UFC/g)	1	<10	<10	<10	10(es) ¹
		2	<10	<10	<10	<10
		3	10(es) ¹	<10	<10	<10
	Contagem de leveduras (UFC/g)	1	<10	<10	<10	60(es) ¹
		2	<10	<10	<10	80(es) ¹
		3	<10	<10	<10	1x10 ² (es) ¹

Média ± Desvio Padrão; BP: barra de frutas e cereais (padrão); BE: barra de frutas e cereais com adição de extrato de erva-mate; BPU: barra de frutas e cereais com adição de partículas úmidas de erva-mate; BPS: barra de frutas e cereais com adição de partículas secas de erva-mate. UFC = Unidades formadoras de colônias;

¹Contagem estimada, abaixo do limite de quantificação do método. Médias seguidas de letras diferentes diferem significativamente entre si a p<0,05 pelo Teste de Tukey.

Siqueira & Starling (2016) ao caracterizarem barras de frutas desidratadas com granola encontraram umidade de 14,8 g/100 g, valor próximo ao encontrado nas barras padrão, com extrato e com partículas secas. Como dito anteriormente, a barra com partículas úmidas apresentou maior teor de umidade final.

Silva *et al.* (2009) produziram barras de cereais adicionadas de resíduo industrial de maracujá. A barra contendo em sua formulação 30% do resíduo apresentou 4,3 g/100 g de proteínas, valor próximo ao encontrado nas barras de

frutas e cereais do presente trabalho. Já em relação a quantidade de gordura os autores encontraram 7,8 g/100 g de lipídios, teor próximo às amostras que não foram adicionadas de partículas, secas ou úmidas, pois essas tiveram maiores valores devido a fração de óleo da emulsão.

Ao adicionar 10% de erva-mate em pó, tipo chimarrão, na formulação de barras de cereais Chiesa *et al.* (2012) obtiveram produtos com valor calórico de 415,09 kcal/100 g, 9,13% de proteínas e 8,77% de lipídeos. As barras apresentaram valor calórico acima do que foi determinado nos quatro tipos de amostras analisadas nesse estudo (Tabela 24), bem como o teor de proteínas. Mesmo sendo produtos com propostas semelhantes, barra de cereais adicionada de erva-mate, existem diferenças na natureza do ativo incorporado (extrato e erva-mate em pó), e na formulação das barras, fatores que acarretam valores distintos de composição centesimal.

A avaliação microbiológica das barras de frutas e cereais foi realizada com base na Instrução Normativa nº 60, de 23 de dezembro de 2019, que estabelece os padrões microbiológicos para alimentos, incluindo as barras de cereais com a adição, ou não, de outros ingredientes. A legislação prevê que o limite máximo para *E.coli* para essa categoria de alimentos é 10^2 UFC/g. Bolores e leveduras é 10^4 UFC/g. Já em relação a *Salmonella* o resultado deve dar ausência para esse tipo de micro-organismo (BRASIL, 2019). Sendo assim as barras de frutas e cereais encontraram-se dentro do padrão microbiológico exigido pela legislação e seguras para consumo do ponto de vista microbiológico.

5.4.2 Caracterização das barras de frutas e cereais

5.4.2.1 Atividade de água das barras de frutas e cereais

As quatro formulações de barras de frutas e cereais apresentaram diferenças na atividade de água (Tabela 25). A amostra com o menor valor foi a adicionada de extrato, seguida das barras padrão e com partículas secas. A formulação contendo partículas úmidas foi a que resultou em maior índice de atividade de água.

Tabela 25. Atividade de água das barras de frutas e cereais.

Amostra	Atividade de água
BP	0,620 ± 0,01 ^b
BE	0,574 ± 0,01 ^c
BPU	0,687 ± 0,02 ^a
BPS	0,626 ± 0,00 ^b

Média ± Desvio Padrão; n = 4, sendo n = número de repetições utilizadas. BP: barra de frutas e cereais (padrão); BE: barra de frutas e cereais com adição de extrato de erva-mate; BPU: barra de frutas e cereais com adição de partículas úmidas de erva-mate; BPS: barra de frutas e cereais com adição de partículas secas de erva-mate. Médias seguidas de letras diferentes diferem significativamente entre si a $p < 0,05$ pelo Teste de Tukey.

Vieira *et al.* (2019) desenvolveram barras de cereais contendo farinhas provenientes de resíduos agroindustriais. Foram elaboradas barras adicionadas de farinha mista dos resíduos secos de abacaxi e caju. As amostras com 10% e 20% da farinha apresentaram atividade de água de 0,61. Na amostra padrão, sem adição da farinha, o valor foi de 0,62. Sendo igual ao encontrado no presente estudo para a barra padrão. As barras com partículas também tiveram valores por volta de 0,6.

Gutkoski *et al.* (2007) elaboraram barras de cereais com diferentes teores de açúcar e aveia, o que impactaria no teor de sólidos solúveis e de fibras. Nas barras com 75°Brix e 16% de fibra, a atividade de água foi de 0,661. Nas que continham 70°Brix e 20%, foi de 0,686. Os resultados encontrados foram próximos ao das barras com partículas úmidas e secas de erva-mate.

5.4.2.2 Cor instrumental das barras de frutas e cereais

A cor das barras (Tabela 26) apresentou diferença em relação à luminosidade. As barras com partículas secas foram consideradas mais claras que a barra padrão (sem partículas ou extrato), porém o valor não diferiu significativamente, ao nível de 5%, para as barras com partículas úmidas e com extrato.

A amostra padrão foi considerada mais escura que a adicionada de partículas secas, e não apresentou diferença significativa em relação as barras com extrato e partículas úmidas.

Tabela 26. Cor instrumental das barras de frutas e cereais.

Amostra	L*	a*	b*
BP	45,91 ± 5,35 ^b	13,03 ± 1,39 ^{ab}	17,09 ± 3,40 ^b
BE	49,02 ± 3,88 ^{ab}	11,26 ± 1,29 ^b	20,78 ± 4,96 ^a
BPU	47,09 ± 4,80 ^{ab}	13,76 ± 1,78 ^a	18,83 ± 3,93 ^{ab}
BPS	50,24 ± 3,76 ^a	12,14 ± 2,55 ^{bc}	20,39 ± 4,54 ^{ab}

Média ± Desvio Padrão; n = 20, sendo n = número de repetições utilizadas. BP: barra de frutas e cereais (padrão); BE: barra de frutas e cereais com adição de extrato de erva-mate; BPU: barra de frutas e cereais com adição de partículas úmidas de erva-mate; BPS: barra de frutas e cereais com adição de partículas secas de erva-mate. Médias seguidas de letras diferentes diferem significativamente entre si a $p < 0,05$ pelo Teste de Tukey.

Considerando a coordenada cromática a* (vermelho ao verde) as barras com partículas úmidas apresentaram maior tendência ao vermelho que barras com extrato. Entretanto não diferiu da amostra padrão. Assim como, a barra com extrato também não diferiu do padrão e da adicionada de partículas secas.

Analisando a coordenada b* (amarelo ao azul), a barra com extrato diferiu significativamente da barra padrão, mas não das amostras com partículas (BPU e BPS).

Em geral, todas as amostras apresentaram coloração tendendo a uma mistura de amarelo com vermelho (Figura 30). Isso ocorre devido a presença das frutas vermelha, homogeneizadas nas barras, e das castanhas e cereais, que apresentam coloração mais amarelada.

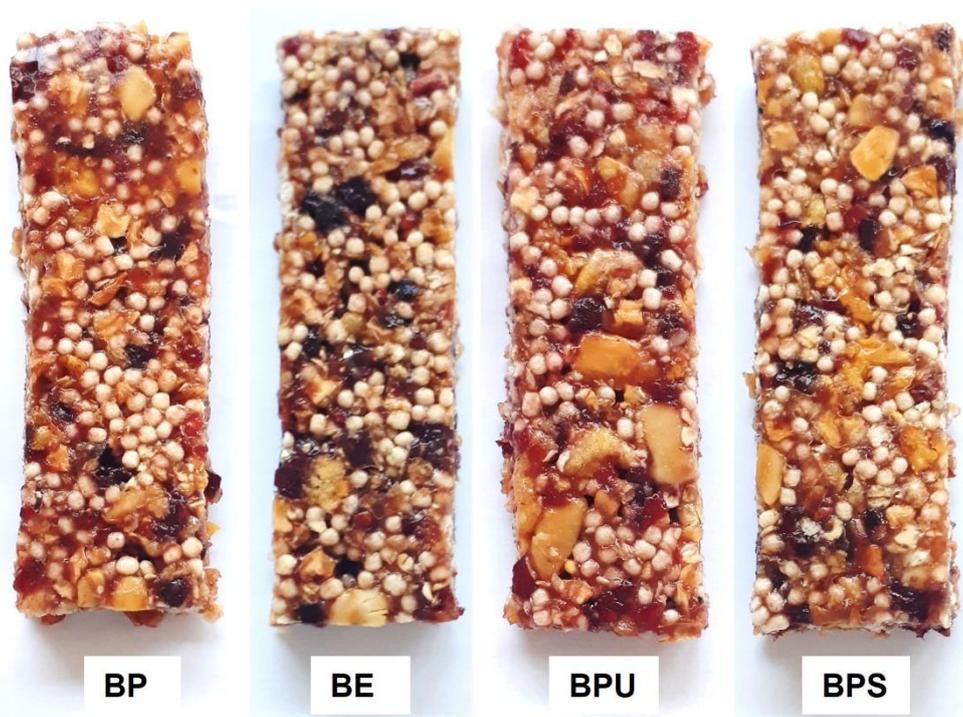


Figura 30. Barras de frutas e cereais padrão (BP), com extrato (BE), adicionada de partículas úmidas de erva-mate (BPU) e de partículas secas (BPS).

Bueno *et al.* (2020) estudaram barras adicionadas de farinha de uva e de jabuticaba, que foram submetidas a resfriamento e forneamento. As barras com farinha de casca de uva apresentaram luminosidade de 47,66 (resfriamento) e 44,81 (forneamento). Já as barras adicionadas de farinha de jabuticaba tiveram L^* de 43,49 (resfriamento) e 40,28 (forneamento). As amostras com farinha de uva foram consideradas mais claras que as adicionadas de farinha de jabuticaba. Esses valores foram próximos ao encontrado no presente trabalho.

5.4.2.3 Textura das barras de frutas e cereais

Na Tabela 27 são apresentados os resultados de dureza das barras de frutas e cereais analisadas. Todas as amostras diferiram significativamente entre si a $p < 0,05$, sendo a barra de maior dureza a que foi adicionada de extrato de erva-mate líquido, seguida da amostra Padrão. As barras com valores inferiores de dureza foram as que continham micropartículas, sendo a barra adicionada de partículas úmidas de erva-mate a de menor dureza. A incorporação de partículas,

úmidas ou secas, provocou a redução da dureza, enquanto o extrato aumentou significativamente a dureza.

Tabela 27. Dureza das barras de frutas e cereais.

Amostras	Dureza (N)¹
BP	445,0 ± 14,3 ^b
BE	600,3 ± 6,7 ^a
BPU	208,7 ± 20,8 ^d
BPS	288,6 ± 21,0 ^c
	D.M.S. 30,4

Média ± Desvio Padrão; n = 5, sendo n = número de repetições utilizadas. BP: barra de frutas e cereais (padrão); BE: barra de frutas e cereais com adição de extrato de erva-mate; BPU: barra de frutas e cereais com adição de partículas úmidas de erva-mate; BPS: barra de frutas e cereais com adição de partículas secas de erva-mate.

¹ Médias seguidas de letras diferentes diferem significativamente entre si a p < 0,05.

D.M.S.: Diferença mínima significativa ao nível de erro de 5% pelo Teste de Tukey.

Machado (2018) utilizou farinha de casca de uva para agregar fibras e antioxidantes em barras de cereais. Ela testou 6 formulações, sendo 3 com adição de 10, 15 e 20% de farinha grossa, e 3 com 10, 15 e 20% de farinha fina. A resistência ao corte das barras variou de 0,98 a 1,65 N. A amostra com 20% de farinha fina apresentou firmeza de 1,42 N e a com 10% de farinha grossa 1,65 N. Esses valores foram considerados muito abaixo dos encontrados no presente estudo.

Com o objetivo de testar forneamento e resfriamento em barras de cereais adicionadas de resíduos de uva e jabuticaba, Bueno *et al.* (2020) encontraram os seguintes resultados para dureza, 15,5 N (barra com farinha de casca de uva / resfriamento); 18,60 N (barra com farinha de casca de uva / forneamento); 22,79 N (farinha de casca de jabuticaba / resfriamento) e 18,98 N (farinha de casca de jabuticaba / forneamento). Neste caso, foi a adição das farinhas que mais alterou a textura, as barras contendo farinha de jabuticaba apresentaram maior dureza. Mesmo sendo valores mais elevados, ainda assim a dureza dessas barras ficou abaixo do encontrado no presente estudo.

Gomes (2017) produziu barras de frutas adicionadas de farinha do tegumento e amêndoa de mangas das variedades Espada e Tommy Atkins. As barras foram adicionadas de 50% das farinhas, e os resultados para dureza obtidos

foram 169,979 N; 134,119 N; 171,438 N; 179,66 N; para barras adicionadas do tegumento de manga Espada; tegumento de Tommy; amêndoa de Espada e amêndoa de Tommy, respectivamente. As barras contendo a farinha da amêndoa apresentaram maior dureza. Entretanto, notou-se que a adição das farinhas provocou a redução da dureza, pois na barra padrão ela foi de 226,852 N. Comparando esses valores com o encontrado no presente estudo observa-se que eles são evidentemente menores, sendo os que mais se aproximariam do resultado as amostras com partículas.

5.4.2.4 Compostos fenólicos totais

Os resultados das análises nos quatro tipos de amostras evidenciaram que as barras tiveram aumento no teor de compostos fenólicos totais conforme a adição de erva-mate, seja ela na forma de extrato livre ou em micropartículas, úmidas ou secas, elaboradas a partir desse extrato (Tabela 28).

A amostra padrão, sem qualquer adição de erva-mate, apresentou a menor quantidade de compostos fenólicos. Entre as amostras que continham erva-mate em sua composição, a barra com partículas úmidas foi a que teve menos compostos fenólicos agregados, 142,21 mg/100 g. As barras contendo partículas secas, com 167,67 mg/100 g de GAE, tiveram aumento significativo de compostos fenólicos em relação às que foram adicionadas de partículas úmidas.

Tabela 28. Compostos fenólicos totais presentes nas barras de frutas e cereais.

Amostra	Compostos fenólicos totais (mg GAE/100 g)
BP	89,44 ± 1,68 ^d
BE	214,46 ± 2,62 ^a
BPU	142,21 ± 0,67 ^c
BPS	167,67 ± 5,39 ^b

Média ± Desvio Padrão; n = 4, sendo n = número de repetições utilizadas. GAE = Equivalente em ácido gálico; BP: barra de frutas e cereais (padrão); BE: barra de frutas e cereais com adição de extrato de erva-mate; BPU: barra de frutas e cereais com adição de partículas úmidas de erva-mate; BPS: barra de frutas e cereais com adição de partículas secas de erva-mate. Médias seguidas de letras diferentes diferem significativamente entre si a $p < 0,05$ pelo Teste de Tukey.

A barra de frutas e cereais com adição do extrato livre de erva-mate apresentou, entre as quatro, o maior teor de compostos fenólicos totais. No extrato,

a quantificação dos ativos pode ter sido maior pois seus compostos encontram-se diluídos em um veículo livre, apenas álcool. Não foram usadas altas temperaturas durante a elaboração das barras, e as embalagens as protegeram da luz. Esses fatores podem ser determinantes para preservação dos polifenóis. No caso das amostras contendo partículas, além do processo para elaboração, constituído de várias etapas, também foi preciso extrair os ativos de interesse, que podem não ter sido recuperado totalmente pelas extrações. Entretanto, o objetivo do uso das micropartículas é a proteção de algo que em seu estado natural, ou livre, pode ser degradado mais facilmente.

Nas formulações das barras foram adicionadas quantidades proporcionais correspondentes, teoricamente, a entrega de compostos fenólicos ocasionada pela adição do extrato, partícula úmida ou seca de erva-mate (Tabela 29). No caso das partículas secas a adição foi um pouco maior, porém ainda assim a quantificação foi abaixo do esperado. Um dos motivos poderia estar relacionado a possíveis perdas durante a extração, que conseqüentemente causaria diminuição no teor de compostos fenólicos totais na respectiva amostra.

Baseando-se na amostra padrão a barra com extrato apresentou ganho de 139,78% de compostos fenólicos totais. Na barra contendo partículas secas esse ganho foi de 87,50%, um aumento considerável.

Tabela 29. Influência da adição do extrato, partículas úmidas e secas de erva-mate no aumento do teor de compostos fenólicos totais nas barras de frutas e cereais.

		BE	BPU	BPS
Quantidade correspondente na formulação (%)	Extrato	4	-	-
	Partícula úmida	-	9	-
	Partícula seca	-	-	4
Teor de compostos fenólicos totais (mg GAE/100 g) ¹		125,02	52,77	78,23
Aporte de compostos fenólicos (%) ²		139,78	59,00	87,50

BE: barra de frutas e cereais com adição de extrato de erva-mate; BPU: barra de frutas e cereais com adição de partículas úmidas de erva-mate; BPS: barra de frutas e cereais com adição de partículas secas de erva-mate. GAE = Equivalente em ácido gálico.

¹Teor de compostos fenólicos totais encontrado nas barras descontando o valor da barra padrão.

²Contribuição exercida pela adição de extrato, partículas úmidas e secas de erva-mate no aumento do teor de compostos fenólicos totais nas barras de frutas e cereais.

Machado (2018) utilizou farinha de casca de uva, resíduo do processamento de vinho tinto, para desenvolver barras de cereais ricas em fibras e antioxidantes. As barras contendo 10% da farinha de casca de uva, com granulometria grossa, apresentaram 95,77 mg/100 g de compostos fenólicos totais e a formulação com 15% da mesma farinha 172,15 mg/100 g. Este valor se aproximou do encontrado nas barras de frutas e cereais com adição de partículas secas.

5.4.2.5 Atividade antioxidante pelos métodos ABTS e DPPH

A atividade antioxidante das barras de frutas e cereais frutas apresentou valores próximos em relação aos dois métodos utilizados (Tabela 30).

Entre as amostras com adição de erva-mate, a barra contendo partículas úmidas apresentou a menor atividade antioxidante para ambos os métodos.

Tabela 30. Atividade antioxidante, pelos métodos de ABTS e DPPH, das barras de frutas e cereais.

Amostra	Atividade antioxidante ($\mu\text{mol TE/g}$)	
	ABTS	DPPH
BP	1,61 \pm 0,37 ^c	2,54 \pm 0,33 ^d
BE	7,51 \pm 0,37 ^a	9,39 \pm 0,48 ^a
BPU	3,27 \pm 0,53 ^b	6,34 \pm 0,11 ^c
BPS	6,57 \pm 0,53 ^a	7,56 \pm 0,29 ^b

Média \pm Desvio Padrão; n = 4, sendo n = número de repetições utilizadas. TE = Equivalente trolox. BP: barra de frutas e cereais (padrão); BE: barra de frutas e cereais com adição de extrato de erva-mate; BPU: barra de frutas e cereais com adição de partículas úmidas de erva-mate; BPS: barra de frutas e cereais com adição de partículas secas de erva-mate. Médias seguidas de letras diferentes na mesma coluna, diferem significativamente entre si a $p < 0,05$ pelo Teste de Tukey.

Os resultados referentes à análise de DPPH apresentaram valores diferentes, ao nível de 5% de significância, para todas as amostras.

De acordo com a análise de ABTS, as barras adicionadas de extrato de erva-mate e de partículas secas foram as que resultaram em maior atividade antioxidante, seus valores não foram considerados diferentes ao nível de 5% de significância.

No estudo de barras de cereais com adição de farinha de casca de uva, proveniente do processamento do vinho tinto, Machado (2018) também determinou a atividade antioxidante por ABTS. As barras contendo 10 e 15% da farinha grossa

de casca de uva apresentaram atividade antioxidante de 5,82 e 5,61 $\mu\text{mol Trolox/g}$, respectivamente. Ao comparar esses resultados com a atividade antioxidante da barra adicionada de micropartículas secas de erva-mate, 6,57 $\mu\text{mol/g}$, observa-se que os valores se aproximam, sendo nestas um tanto mais elevado.

5.4.2.6 Avaliação sensorial

Os quatro tipos de barras de frutas e cereais (Padrão, com Extrato de Erva-mate, com Partículas Úmidas e com Partículas Secas) foram encaminhadas ao CCQA embaladas conforme pode ser visto no Anexo J. Foram avaliadas sensorialmente e os resultados médios da aceitabilidade de modo geral e, em particular da aparência, textura, sabor, adoçamento e sabor residual, bem como da preferência são apresentados na Tabela 31.

Na avaliação dos produtos de modo geral, a amostra barra de frutas Padrão obteve média correspondente a “gostei” na escala utilizada, e foi significativamente mais aceita ao nível de erro de 5%, que as amostras de barra de frutas com Extrato de Erva-mate Líquido e com Partículas Úmidas, que obtiveram médias entre “gostei pouco” e “gostei” e próxima a “gostei”, respectivamente. A amostra barra de frutas com Partículas Secas, que também obteve média entre “gostei pouco” e “gostei” não diferiu das barras de frutas Padrão e com Extrato de Erva-mate Líquido. A amostra com Partículas Úmidas foi, significativamente ao nível de erro de 5%, menos aceita em relação às demais.

Em relação à aparência, as amostras Padrão, com Extrato de Erva-mate Líquido e com Partículas Secas, tiveram médias correspondentes a “gostei” na escala utilizada, e não diferiram significativamente entre si ao nível de erro de 5%. Elas foram mais bem aceitas que a amostra com Partículas Úmidas, que obteve média próxima a “gostei pouco”.

Quanto à textura, as amostras Padrão e com Partículas Secas apresentaram médias correspondentes a “gostei”, não diferiram significativamente entre si e foram mais bem aceitas que as demais amostras ao nível de erro de 5%. A textura da amostra com Extrato de Erva-mate Líquido, com média próxima “gostei pouco”, foi significativamente mais aceita que a amostra com Partículas Úmidas, que apresentou média próxima a “não gostei nem desgostei”.

No que se refere ao sabor, a amostra barra de frutas Padrão obteve média correspondente a “gostei”, na escala utilizada e foi significativamente mais aceita, ao nível de erro de 5%, que as amostras de barra de frutas com Extrato de Erva-mate Líquido e barra de frutas com Partículas Úmidas, com médias próximas a “gostei pouco”, estas não diferiram entre si. A amostra barra de frutas com Partículas Secas obteve média intermediária e não diferiu das demais amostras.

Em relação ao adoçamento, a amostra barra de frutas Padrão apresentou maior aceitabilidade, com média correspondente a “gostei”, e diferiu significativamente ao nível de erro de 5% da amostra com Extrato de Erva-mate Líquido, que apresentou média entre “gostei pouco” e “gostei”. As amostras de barras de frutas com Partículas Úmidas e Partículas Secas com médias intermediárias não diferiram entre si e nem das amostras de barra de frutas Padrão e barra de frutas com Extrato de Erva-mate Líquido.

No que diz respeito ao sabor residual, a amostra barra de frutas Padrão, com média próxima a “gostei” diferiu significativamente ao nível de erro de 5% da amostra com Extrato de Erva-mate Líquido, que apresentou média correspondente a “gostei”. As amostras de barra de frutas com Partículas Úmidas e Partículas Secas, com médias intermediárias não diferiram entre si e nem das amostras de barra de frutas Padrão e barra de frutas com Extrato de Erva-mate Líquido.

Na avaliação da preferência, as amostras de barra de frutas Padrão e com Partículas Secas foram as preferidas e não diferiram significativamente entre si. Sendo as amostras de barra de frutas com Extrato de Erva-mate Líquido e com Partículas Úmidas as menos preferidas, apesar das amostras com Extrato de Erva-mate Líquido e com Partículas Secas não diferirem entre si.

Tabela 31. Resultados obtidos na avaliação da aceitabilidade e preferência das barras de frutas vermelhas com cereais.

Aceitabilidade ¹	<i>Barra de frutas vermelhas com cereais</i>				D.M.S ³
	Padrão (branco)	Extrato de Erva Mate Líquido	Partículas Úmidas	Partículas Secas	
Modo geral	7,2 ± 1,3 ^a	6,4 ± 1,9 ^b	5,8 ± 1,9 ^c	6,6 ± 1,8 ^{ab}	0,65
Aparência	7,3 ± 1,3 ^a	7,1 ± 1,5 ^a	5,8 ± 1,8 ^b	7,1 ± 1,3 ^a	0,49
Textura	7,0 ± 1,5 ^a	6,2 ± 1,7 ^b	4,9 ± 2,1 ^c	6,9 ± 1,5 ^a	0,67
Sabor	7,1 ± 1,5 ^a	6,2 ± 2,0 ^b	6,2 ± 2,0 ^b	6,5 ± 1,8 ^{ab}	0,71
Adoçamento	7,0 ± 1,3 ^a	6,4 ± 1,9 ^b	6,5 ± 1,5 ^{ab}	6,5 ± 1,6 ^{ab}	0,55
Sabor residual	6,9 ± 1,7 ^a	6,0 ± 2,0 ^b	6,2 ± 1,8 ^{ab}	6,3 ± 2,0 ^{ab}	0,68
Preferência – Soma das posições de ordenação²	164 ^c	213 ^{ab}	240 ^a	193 ^{bc}	32,21

¹ Resultados expressos como média ± desvio-padrão de 81 avaliações. Para cada atributo, médias seguidas de letras iguais não diferem significativamente entre si ao nível de erro de 5% pelo Teste de Tukey.

² Quanto maior a soma das posições de ordenação, menor é a preferência por esta amostra.

³ D.M.S.: Diferença mínima significativa ao nível de erro de 5% pelo Teste de Tukey para aceitabilidade e Teste de Fischer para preferência.

Nas Figuras 31 e 32 são apresentadas as porcentagens de aceitação (correspondente aos valores 9 a 6), indiferença (valor 5) e rejeição (valores 4 a 1), associadas às amostras de barra de frutas e cereais por meio da escala hedônica, empregada para a avaliação de modo geral, aparência, textura, sabor, adoçamento e sabor residual.

Na avaliação de modo geral, as amostras de barras de frutas Padrão, com Extrato de Erva-mate Líquido e com Partículas Secas apresentaram percentuais de aceitação acima de 80%, enquanto a amostra com Partículas Úmidas apresentou 69% de aceitação e 25% de rejeição dos consumidores.

A aparência foi o atributo para o qual as barras de frutas Padrão, com Extrato de Erva-mate Líquido e com Partículas Secas apresentaram as maiores frequências de aceitação (mínimo de 88,9%), já a amostra com Partículas Úmidas apresentou apenas 63% de aceitação e 25% de rejeição.

Na avaliação da textura, as amostras Padrão, com Extrato de Erva-mate Líquido e com Partículas secas apresentaram percentuais de aceitação acima de 74%, com destaque para a amostra Padrão com aceitação de 90%. A textura da

amostra com Partículas Úmidas não foi muito apreciada sendo rejeitada por 46,9% dos consumidores.

Quanto ao sabor, a amostra Padrão se destacou das demais por apresentar percentuais de aceitação de 90%. Em relação ao adoçamento, todas as amostras apresentaram aceitação de no mínimo 74% dos consumidores.

Na avaliação do sabor residual, a amostra com Extrato de Erva-mate Líquido foi a que apresentou maior percentual de rejeição (25%), seguida da amostra com partículas Secas, com Partículas Úmidas e Padrão com 25,9%, 21,0% e 8,6 de rejeição, respectivamente.

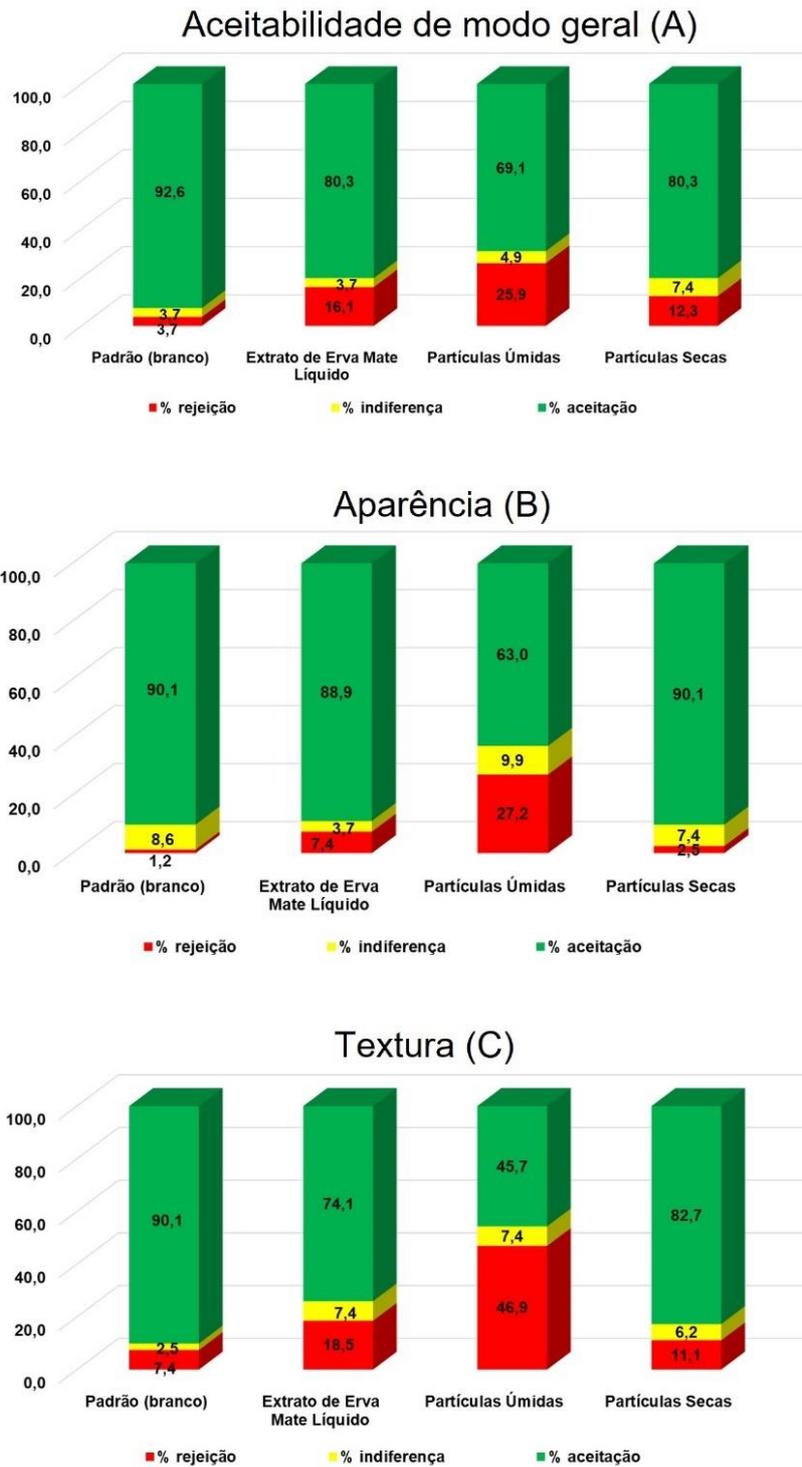


Figura 31. Gráficos das porcentagens de aceitação, indiferença e rejeição para a aceitabilidade de modo geral (A), aparência (B) e textura (C) das amostras de barras de frutas vermelhas com cereais de acordo com a avaliação dos consumidores que participaram do teste.

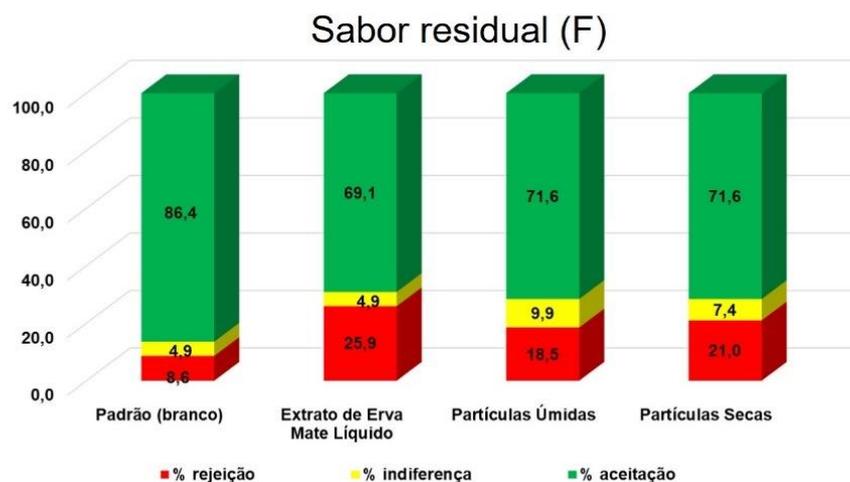
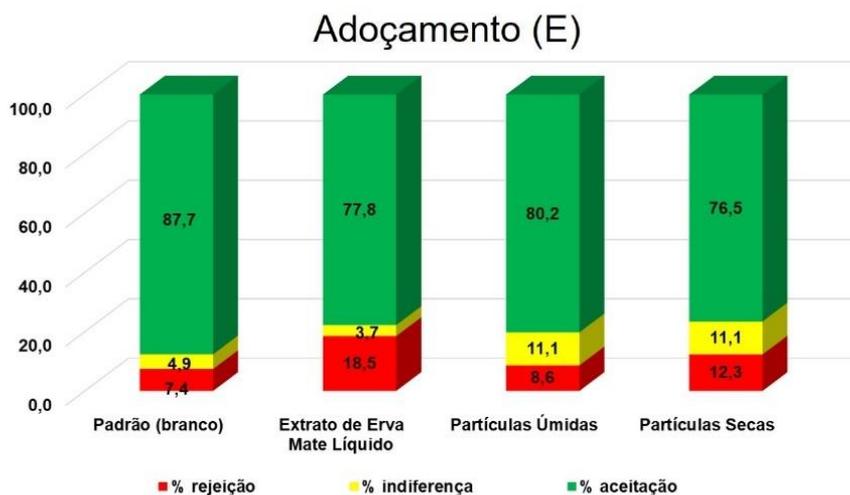
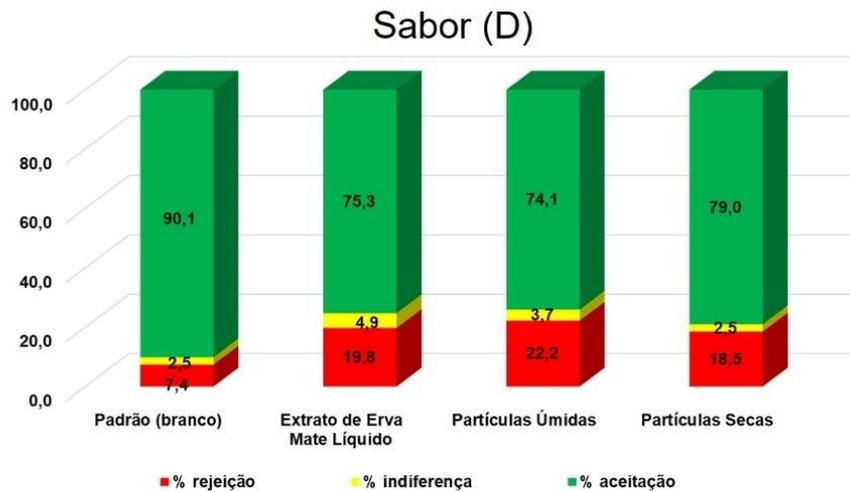


Figura 32. Gráficos das porcentagens de aceitação, indiferença e rejeição para a aceitabilidade do sabor (D), adoçamento (E) e sabor residual (F), de acordo com a avaliação dos consumidores que participaram do teste.

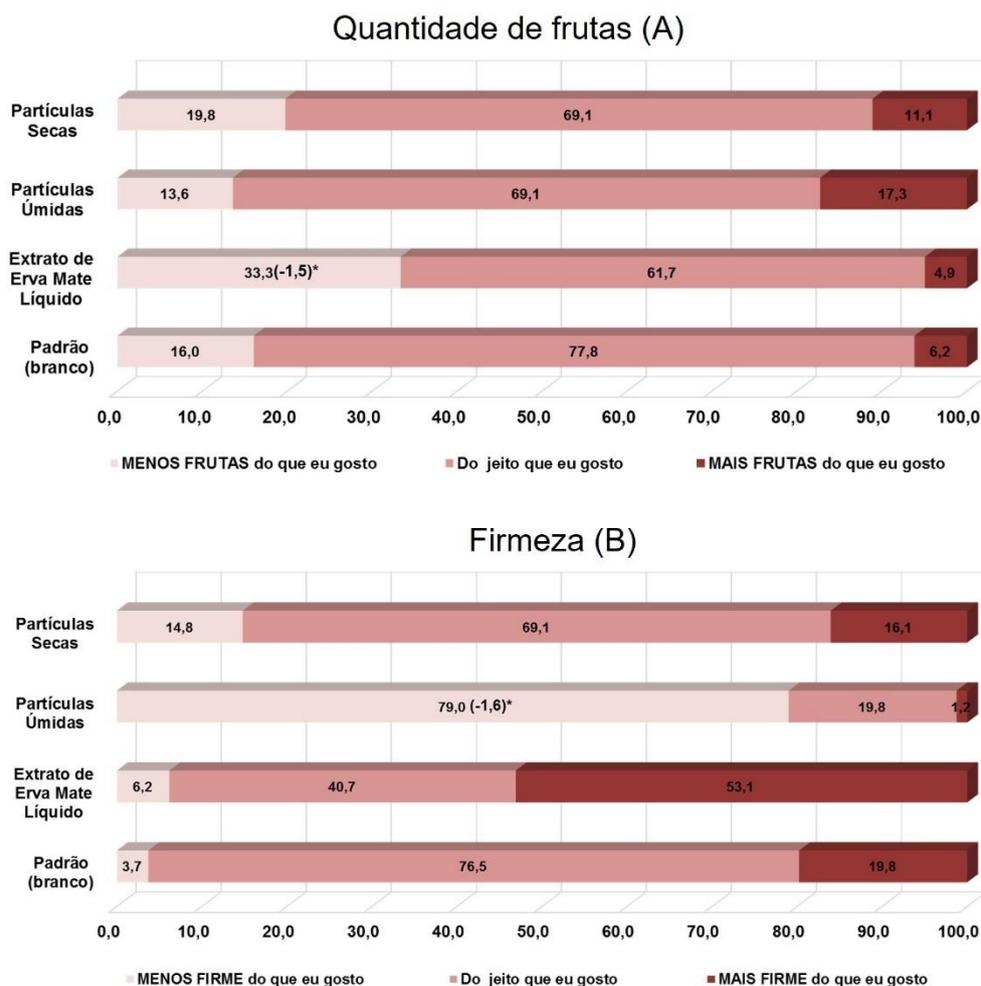
Nas Figuras 33 e 34 estão as porcentagens de classificação, acima do ideal (valores 5 e 4), ideal (valor 3) e abaixo do ideal (valores 2 e 1) para a quantidade de frutas vermelhas (A), firmeza (B), crocância (C) e intensidade do sabor de frutas vermelhas (D). A Análise de Penalidades de cada uma das amostras foi aplicada para calcular a diferença entre a média do grupo que considerou cada atributo com intensidade ideal e as médias dos grupos que consideraram esse atributo mais ou menos intenso do que o ideal.

Na avaliação da quantidade de frutas vermelhas, todas as amostras foram consideradas com quantidade ideal de frutas vermelhas por no mínimo 61% dos consumidores. Porém, 33% dos consumidores consideraram que a amostra com Extrato de Erva-mate Líquido tinha menos frutas que o ideal, resultando em uma redução de 1,5 pontos na aceitabilidade geral.

Quanto à firmeza, 79% dos consumidores consideraram a amostra com Partículas Úmidas menos firme que o ideal, resultando em uma redução de 1,6 pontos na sua aceitabilidade geral. Para 53,1% dos consumidores, a amostra com Extrato de Erva-mate Líquido estava mais firme que o ideal, porém não houve impacto significativo na aceitação nem redução de, no mínimo, 1 ponto na aceitabilidade geral.

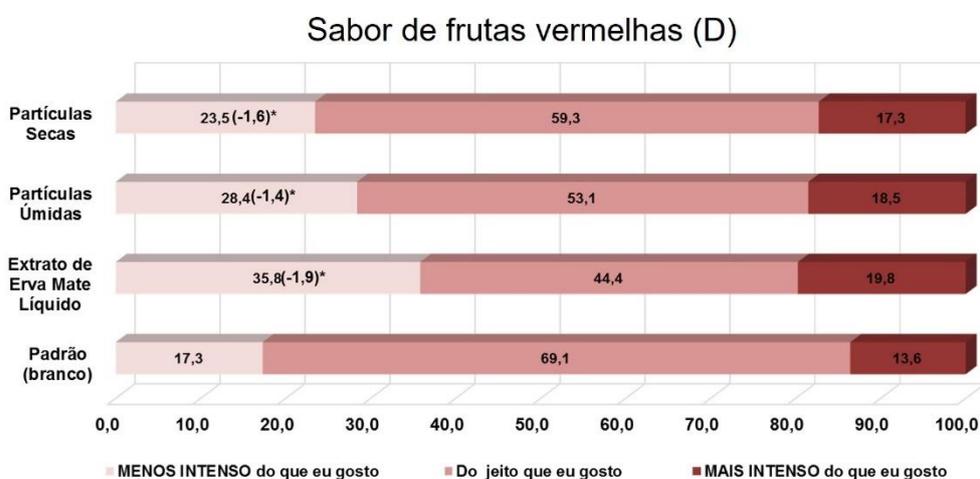
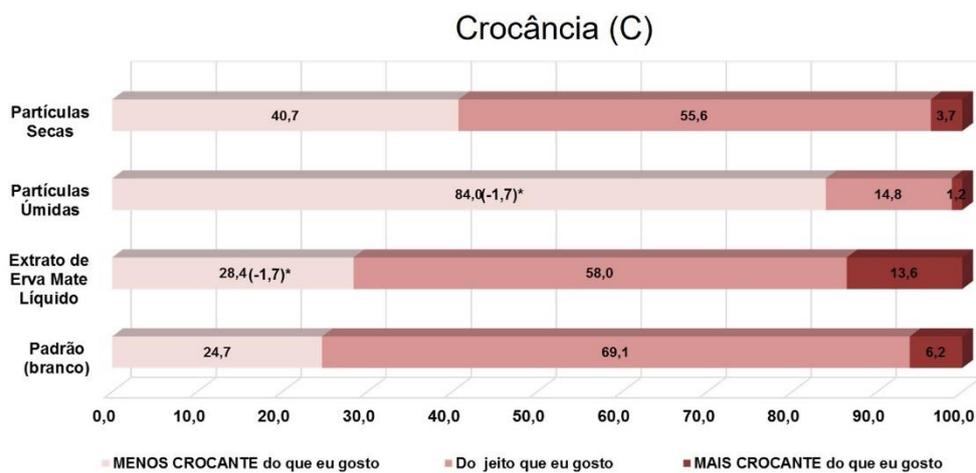
Em relação à crocância, 84% dos consumidores consideraram a amostra com Partículas Úmidas menos crocante que o ideal, mesma opinião de 28,4% sobre a amostra com Extrato de Erva-mate Líquido, ambas as amostras tiveram uma redução de 1,7 pontos na sua aceitabilidade geral. Embora 40% e 24,7% dos consumidores tenham considerado as amostras com Partículas Secas e Padrão, respectivamente, menos crocantes que o ideal, não houve impacto significativo na aceitação nem redução de, no mínimo, 1 ponto na aceitabilidade geral.

O sabor de frutas vermelhas das amostras com Extrato de Erva-mate Líquido, com Partículas Úmidas e com Partículas Secas foi considerado como menos intensos que o ideal, respectivamente por 35,8% 28,4% e 23,5% dos consumidores, com redução significativa de 1,9, 1,4 e 1,6 pontos na aceitabilidade de modo geral, respectivamente.



*percebido por mais de 20% dos consumidores, com diminuição significativa de pelo menos 1 ponto na média de aceitabilidade geral.

Figura 33. Gráficos das porcentagens de classificação ideal, acima e abaixo do ideal para a quantidade de frutas vermelhas (A) e firmeza (B) de acordo com a avaliação dos consumidores que participaram do teste.



*percebido por mais de 20% dos consumidores, com diminuição significativa de pelo menos 1 ponto na média de aceitabilidade geral.

Figura 34. Gráficos das porcentagens de classificação ideal, acima e abaixo do ideal para a crocância (C) e intensidade do sabor de frutas vermelhas (D), de acordo com a avaliação dos consumidores que participaram do teste.

Chiesa *et al.* (2012) elaboraram barras de cereais adicionadas de diferentes teores de pó de erva-mate. A barra contendo 5% do pó foi considerada com boa aceitação pelos provadores. Pelos resultados do Índice de Aceitabilidade (IA), as barras de cereais contendo 5% e 10% de erva-mate alcançaram valores próximos a 70%, sendo consideradas aceitas pelos provadores e, desta forma, com potencial para serem comercializadas. Quando o teor de erva-mate foi aumentado para 20% houve uma drástica queda no IA, para 52,7%, mostrando que teores mais elevados do pó causariam maior rejeição do produto. Foi observado que entre os atributos avaliados, o sabor sofreu maior impacto com a incorporação da erva-mate ao

produto. Tratando-se especificamente do atributo “sabor”, relacionado a presença da erva-mate, as barras de frutas e cereais do presente estudo foram consideradas aceitas pelos provadores. Destaca-se a barra com adição das micropartículas secas, que atingiram 79% de aceitação entre os consumidores.

Silva *et al.* (2009) produziram barras de cereais com adição de resíduo industrial de maracujá, sendo este composto por albedo e casca, secos e moídos. Os autores constaram que a incorporação de até 30% do resíduo não afetava a impressão global e intenção de compra do produto. Considerando novamente a barra de frutas e cereais com adição de micropartículas secas de erva-mate, sua aparência e aceitabilidade de modo geral apresentaram alto índice de aceitação pelos provadores, sendo respectivamente iguais a 90,1% e 80,3%.

6 CONCLUSÃO

O extrato hidroalcoólico apresentou alto teor em compostos fenólicos totais, principalmente ácido clorogênico (5-CQA), e elevada atividade antioxidante. Durante o estudo de estabilidade observou-se que a diferença total de cor (ΔE) foi aumentando de acordo com passar do tempo e com aumento da temperatura, que também influenciou na perda dos compostos fenólicos.

A emulsão contendo 5% de emulsificante PGPR foi a que apresentou as melhores características, como diâmetro médio e índice de polidispersão, para posterior microencapsulação e aplicação.

As micropartículas de erva-mate, secas por leite fluidizado, durante o armazenamento apresentaram aumento no ΔE , principalmente na temperatura mais elevada, 35°C. Com o estudo de estabilidade concluiu-se que o extrato se degradou mais rapidamente que as partículas durante o armazenamento, tanto para cor, quanto para compostos fenólicos totais. Comportamento contrário ao visto para atividade antioxidante, que resultou em decaimento mais acentuado nas micropartículas.

A técnica de gelificação iônica se mostrou adequada para a microencapsulação do extrato de erva-mate. Ela foi capaz de preservar por mais tempo os compostos fenólicos, além de conservar sua cor durante o

armazenamento. Por conseguir conservar as propriedades da erva-mate, a aplicação das micropartículas nas barras de frutas e cereais, em detrimento ao extrato, se mostrou uma decisão mais acertada.

A utilização da técnica de secagem em leite fluidizado foi considerada apropriada e vantajosa, pois foi capaz de preservar os compostos de interesse.

A aplicação em barras de frutas e cereais mostrou que as barras com adição de extrato e com partículas secas tiveram aceitação acima de 80%. Enquanto a barra com partículas úmidas foi a menos aceita, com 25% de rejeição. A secagem das micropartículas foi primordial, pois em relação a textura, parâmetro importante para esse tipo de produto, a barra adicionada de partículas úmidas foi rejeitada por 46,9% dos provadores. Além disso, 84% dos provadores consideraram esta amostra menos crocante que o ideal.

Conclui-se que o uso de técnicas combinadas como a microencapsulação do extrato de erva-mate, complementada com a secagem por leite fluidizado, contribuiu para o fornecimento de produtos com as propriedades dos compostos de interesse mais preservadas e alto percentual de aceitação pelos consumidores.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABEP – ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE EMPRESAS DE PESQUISA. **Critério de Classificação Econômica Brasil 2021**. 2021 Disponível em: <http://www.abep.org/criterio-brasil>. Acesso em: 21 março 2022.

ABNT – ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR ISO 11136:2016 - Análise Sensorial - Metodologia – Guia geral para condução de testes hedônicos com consumidores em ambientes controlados**. Rio de Janeiro, 2016. 49 p.

ABNT- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR ISO 8587:2015 – Análise Sensorial – Metodologia – Ordenação**. Rio de Janeiro, 2015, 22 p.

ABNT – ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR ISO 16649-2:2001 - Microbiologia de alimentos e rações para animais - Método horizontal para a contagem de Escherichia coli β-glucuronidase-positiva – Parte 2: Técnica de contagem de colônias a 44 °C usando 5-bromo-4-cloro-3-indolil β-D-glicuronídeo**. Rio de Janeiro, 2022, 8 p.

AIZPURUA-OLAIZOLA, O.; NAVARRO, P.; VALLEJO, A.; OLIVARES, M.; ETXEBARRIA, N.; USOBIAGA, A. Microencapsulation and storage stability of polyphenols from *Vitis vinifera* grape wastes. **Food Chemistry**, v. 190(1), p. 614–621, 2016.

ALVIM, I.D.; SOUZA, F. S.; KOURY, I. P.; JURT, T. T.; DANTAS, F. B. H. Use of the spray chilling method to deliver hydrophobic components: physical characterization of microparticules. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v.33, supl.1, p.34-39, 2013.

AOAC – ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official Methods of Analysis of AOAC International**. 18th ed. Maryland: AOAC International, 2005.

AOAC – ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official Methods of Analysis** 19th Ed., AOAC International, Gaithersburg, MD, 2012.

ARÇARI, D. P. *et al.* Anti-inflammatory effects of yerba maté extract (*Ilex paraguariensis*) ameliorate insulin resistance in mice with high fat diet-induced obesity. **Molecular and Cellular Endocrinology**. V. 335, p. 110-115, 2011.

AUGUSTIN, M. A.; SANGUANSRI, L. Encapsulation of Bioactives. In: AGUILERA, J. M.; LILLFORD, P. J. (eds) **Food Materials Science: Principles and Practice**. Springer, New York, 2008. Capítulo 24, p. 577-601.

BATTISTON, C. S. Z.; DALLA ROSA, C.; BARROS, N. P. R.; MIGNONI, M. L. Caracterização físico-química e atividade antioxidante de chocolate branco com extrato de erva-mate. **Revista virtual de Química**, v. 8, n. 6, p. 1878-88, 2016.

BELSCAK-CVITANOVIC, A., BUSIC A., BARISIC L., VRSALJKO D., KARLOVIC, S., SPOLJARIC, I., VOJVODIC, A., MRSIC G., KOMES, D. Emulsion templated microencapsulation of dandelion (*Taraxacum officinale* L.) polyphenols and β -carotene by ionotropic gelation of alginate and pectin. **Food Hydrocolloids**, v. 57, p.139-152, 2016.

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

BOJIĆ, M.; HAAS, V. S.; ŠARIĆ, D.; MALEŠ, Z. Determination of Flavonoids, Phenolic Acids, and Xanthines in Mate Tea (*Ilex paraguariensis* St.-Hil.), **Journal of Analytical Methods in Chemistry**, 2013.

BOOM, R. M. Emulsions: Principles and Preparation. In: AGUILERA, J. M.; LILLFORD, P. J. (eds) **Food Materials Science: Principles and Practice**. Springer, New York, 2008. Capítulo 15, p. 305-339.

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

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Instrução Normativa N° 60, de 23 de dezembro de 2019**. Estabelece as listas de padrões microbiológicos para alimentos. Diário Oficial da União, 2019.

BUENO, T. M., SCHIASSI, M. C. E. V.; SOUZA, R. H.; CARVALHO, G. R.; QUEIROZ, F. Efeito do forneamento e resfriamento em barras de cereais elaboradas com resíduos de uva e de jaboticaba. **Research, Society and Development**, v. 9, n. 11, 2020.

BURATTO, A. P. **Microencapsulação de polpa de feijoa (*Acca sellowiana*) pelo processo de secagem por atomização (spray drying)**, 2018. 135 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Pato Branco, 2018.

CALEFFI, T. S. L. **Microencapsulação de polpa de amora-preta por coacervação e spray drying**. 2014. 107 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2014.

CAMPOS, F. M.; MARTINO, H. S. D.; SABARENSE, C. M.; PINHEIRO-SANT'ANA, H. M. Estabilidade de compostos antioxidantes em hortaliças processadas: uma revisão. **Alimentos e Nutrição Araraquara**, v. 19, n. 4, p. 481-490, 2009.

CARDOZO JUNIOR, E. L.; MORAND, C. Interest of mate (*Ilex paraguariensis* A. St.-Hil.) as a new natural functional food to preserve human cardiovascular health – A review. **Journal of Functional Foods**. V. 21, p. 440-454, 2016.

CARVALHO, A.G.S. **Microencapsulação de óleo de café verde por spray drying a partir de emulsões estabilizadas por lecitina e quitosana**. 2013. 102 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos). Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2013.

CASTALDELLI, A. P. A.; VIEIRA, L. P.; PRZYGODDA, F.; MARTINS, Z. N.; PADOIN, M. J. Efeito da erva mate (*Ilex paraguariensis* A. St. -Hil.) no comportamento e fisiologia de ratos Wistar. **Revista Brasileira de Biociências**, Porto Alegre, v. 9, n. 4, p. 514-519, 2011.

CECCHI, H. M. **Fundamentos teóricos e práticos em análise de alimentos**. 2ª ed. rev. Campinas, SP: Editora da Unicamp, 2003.

CHAICOUSKI, A.; SILVA, J. E.; TRINDADE, J. L. F.; CANTERI, M. H. G. Análise de cor, atividade de água e sólidos solúveis totais em extratos de erva-mate (*Ilex paraguariensis*). **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, v. 16, p. 43-49, 2014a.

CHAICOUSKI, A.; SILVA, J. E.; TRINDADE, J. L. F.; CANTERI, M. H. G. Determinação da quantidade de compostos fenólicos totais presentes em extratos líquido e seco de erva-mate (*Ilex paraguariensis*). **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, v. 16, p. 33-41, 2014b.

CHIESA, L.; SCHLABITZ, C.; SOUZA, C. F. V. Efeito da adição de erva-mate nas características sensoriais e físico-químicas de barras de cereais. **Revista do Instituto Adolfo Lutz**, v. 71, n. 1, p. 105-110, 2012.

COLPO, A. Z. C. **Perfil fitoquímico e capacidade antioxidante de extratos de erva-mate (*Ilex paraguariensis* A.St. Hill.)**. 2012. 102 f. Dissertação (Mestrado em Bioquímica). Universidade Federal do Pampa, Uruguaiana, 2012.

ĆORKOVIĆ, I.; PICHLER, A.; IVIĆ, I.; ŠIMUNOVIĆ, J.; KOPJAR, M. Microencapsulation of Chokeberry Polyphenols and Volatiles: Application of Alginate and Pectin as Wall Materials. **Gels**, v. 7, n. 4, 2021.

CUTRIM, C. S. **Aplicação de polifenóis microencapsulados por gelificação iônica e spray chilling em produtos lácteos**. 2019. 113 f. Tese (Doutorado em Medicina Veterinária). Universidade Federal Fluminense, Niterói, 2019.

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

DANIEL, O. **Erva-mate: sistema de produção e processamento industrial**. Dourados, MS: UFGD, 2009. 288 p.

DELADINO, L.; ANBINDER, P. S.; NAVARRO, A. S.; MARTINO, M. N. Encapsulation of natural antioxidants extracted from *Ilex paraguariensis*. **Carbohydrate Polymers**, v. 71, p. 126–134, 2008.

DIONISIO, A. P.; GOES, T. S.; ABREU, F. A. P.; VIANA, A. C. S.; GALVÃO, A. M. M. T.; BASTOS, M. S. R. BORGES, M. F.; PONTES, D. F. **Extrato concentrado de carotenoides obtido da fibra do pedúnculo do caju: estabilidade durante o armazenamento refrigerado (5°C)**. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. Boletim de pesquisa e desenvolvimento 174. Fortaleza: Embrapa Agroindústria Tropical, 2018.

DOWNES, F. P.; ITO, K. **Compendium of methods for the microbiological examination of foods**, American Public Health Association, Washington, 2001.

EMBRAPA FLORESTAS. **A erva-mate**. 2019. Disponível em: <<https://www.embrapa.br/florestas/transferencia-de-tecnologia/erva-mate>>. Acesso em: 02 de jun. 2022.

ERKAN-KOÇ, B.; TURKYILMAZ, M.; YEMIS, O.; OZKAN, M. Effects of various protein- and polysaccharide-based clarification agents on antioxidative compounds and colour of pomegranate juice. **Food Chemistry**, v.184, p.37–45, 2015.

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

FELLOWS, P. J. **Tecnologia do processamento de alimentos: princípios e prática**. 4ª ed. Porto Alegre: Artmed, 2019. 922 p.

FERREIRA, L. P. C. **Microencapsulação de extrato de beterraba pelo processo de gelificação iônica**. 2018. 60 f. Dissertação (Mestrado em Ciência da Nutrição), Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, 2018.

FERRERA, T.S.; HELDWEIN, A.B.; DOS SANTOS, C.O.; SOMAVILLA, J.C.; SAUTTER, C. K. Substâncias fenólicas, flavonoides e capacidade antioxidante em erva-mate sob diferentes coberturas do solo e sombreamentos. **Revista Brasileira de Plantas Mediciniais**, v.18, n.2, p.588-596, 2016.

FRASCARELI, E.C., SILVA, V.M., TONON, R.V., HUBINGER, M.D. Effect of process conditions on the microencapsulation of coffee oil by spray-drying. **Food and Bioproducts Processing**, v.90, n.3, p.413-424, 2012.

FRIZON, C. N. T. **Propriedades físico-químicas, sensoriais e estabilidade de uma nova bebida contendo extrato de erva-mate (*Ilex paraguariensis* St. Hil.) e soja (*Glycine max*)**. 2011. 79 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos). Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2011.

GOMES, P. M. de A. **Aproveitamento tecnológico da semente da manga para elaboração de barras de cereais**. 2017. 119 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Processos) – Universidade Federal de Campina Grande, Paraíba, 2017.

GRIS, C. C. T. **Proteção antioxidante do extrato de erva-mate (*Ilex paraguariensis*) veiculado em partículas lipídicas sólidas**. 2018, 126 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos). Universidade de Passo Fundo, Passo Fundo, 2018.

GRISI, C. V. B.; CORDEIRO, A. M. T. M.; NASCIMENTO, M. K. G.; FRANCA, S. A. M. FREIRE, S. M. M.; ALBUQUERQUE, C. L. C.; MARQUES, A. S. ARAÚJO, G. T. Potencial antioxidante e estabilidade do bioaditivo de jucá (*Libidibia ferrea*). **Research, Society and Development**, v. 9, n. 7, 2020.

GUTKOSKI, L. C.; BONAMIGO, J. M. A.; TEIXEIRA, D. M. F.; PEDÓ, I. Desenvolvimento de barras de cereais à base de aveia com alto teor de fibra alimentar. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 27, p. 355-363, 2007.

HECK, C. I.; MEJIA, E. G. Yerba-mate Tea (*Ilex paraguariensis*): a comprehensive review on chemistry, health implications, and technological considerations. **Journal of Food Science**, vol. 72, n. 9, p. 138-151. 2007.

HOLKEM, A. T.; CODEVILLA, C. F.; MENEZES, C. R. Emulsificação/gelificação iônica interna: Alternativa para microencapsulação de compostos bioativos. **Ciência e Natura**, Santa Maria, v.37, p. 116-124, 2015.

IAL – INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Métodos Físico-Químicos para Análise de Alimentos**. 4ª Edição. 1ª Edição Digital, 2005.

IAL – INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. Métodos químicos e físicos para análise de alimentos, 4. ed. 1ª Edição Digital São Paulo: IMESP, 2008.

ISUSI, G. I. S.; KARBSTEIN, H. P.; VAN DER SCHAAF, U. S. Microgel particle formation: Influence of mechanical properties of pectin-based gels on microgel particle size distribution. **Food Hydrocolloids**, v.94, p.105–113, 2019.

JACQUES, A. C.; PERTUZATTI, P. B.; BARCIA, M. T.; ZAMBIAZI, R. C.; CHIM, J. F. Estabilidade de compostos bioativos em polpa congelada de amora-preta (*Rubus fruticosus*) cv. Tupy. **Química Nova**, v. 33, p. 1720-1725, 2010.

JAFARI S. M; HE, Y.; BHANDARI B. Effectiveness of encapsulating biopolymers to produce sub-micron emulsions by high energy emulsification techniques. **Food Research International**, v.40, p.862–873, 2007.

JIMÉNEZ-ZAMORA, A., DELGADO-ANDRADE, C., RUFÍAN-HENARES, J.A. Antioxidant capacity, total phenols and color profile during the storage of selected plants used for infusion. **Food Chemistry**, v.199, p.339–346, 2016.

KALIL, A. **Manual Básico de Nutrição**. São Paulo: Instituto de Saúde, 1975.

KEDARE, S. B., SINGH, R. P. Genesis and development of DPPH method of antioxidant assay. **Journal of Food Science and Technology**. 2011 Aug;48(4):412-22. Doi: 10.1007/s13197-011-0251-1.

KIM, B. K.; LEE, J. S.; OH, J. K.; PARK, D. J. 2009. Preparation of resveratrol-loaded poly (ϵ -caprolactone) nanoparticles by oil-in-water emulsion solvent evaporation method. **Food Science Biotechnology**, v.18, n.1, p.157–161, 2009.

KONICA MINOLTA. **Precise color communication**: color control from perception to instrumentation. Osaka: Konica Minolta, 2007. 59 p.

KROG, N. J.; SPARSØ, F. V. Food Emulsifiers: Their Chemical and Physical Properties. In: FRIBERG, S. E.; LARSSON, K.; SJÖBLOM, J. (eds). **Food emulsions**. Marcel Dekker, Inc. New York, 2004. Capítulo 2, p. 61-107.

MACHADO, A. M. R. **Utilização de casca de uva como ingrediente no desenvolvimento de barras de cereais**. 2018. 86 f. Dissertação (Mestrado em Ciência de Alimentos). Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2018.

MACHADO, T. F.; MONTEIRO, E. R.; TIECHER, A. Estabilidade química, físico-química e antioxidante de polpa de *Physalis* pasteurizada e não pasteurizada sob congelamento. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 22, 2019.

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

MARQUES, J. J. *et al.* **Erva-mate**: guia para aplicação das boas práticas agrícolas. Lajeado, RS: Emater/RS – Ascar, 2013. 80 p.

MATSUMOTO, R. L. T. **Atividade antioxidante do chá mate (*Ilex paraguariensis*)**. 2008. 103 f. Dissertação (Mestrado em Saúde Pública) – Faculdade de Saúde Pública, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008.

MCCLEMENTS, D. J. **Food Emulsions: Principles, Practices and Techniques**, 3rd edition. CRC Press, Boca Raton, FL. 2016.

MCCLEMENTS, D. J. Future foods: Is it possible to design a healthier and more sustainable food supply? **Nutrition Bulletin**, v. 45, n. 3, p. 341-354, 2020.

MEILGAARD, M.; CIVILLE, G. V.; CARR, B. T. **Sensory Evaluation Techniques**, 4^a ed. Boca Raton, FL: CRC Press, 2007. 448 p.

MEJÍA, E. G.; SONG, Y. S.; HECK, C. I.; RAMÍREZ-MARES, M. V. Yerba mate tea (*Ilex paraguariensis*): Phenolics, antioxidant capacity and in vitro inhibition of colon cancer cell proliferation. **Journal of Functional Foods**. V. 2, ed. 1, p. 23-34, 2010.

MENDES, D. C. S.; ASQUIERI, E. R.; BATISTA, R. D.; MORAIS, C. C.; ASCHERI, D. P. R.; MACÊDO, I. Y. L.; GIL, E. S. Microencapsulation of jabuticaba extracts (*Myrciaria cauliflora*): Evaluation of their bioactive and thermal properties in cassava starch biscuits. **LWT - Food Science and Technology**, v. 137, 2021.

MENEZES, M. F. S. C.; RODRIGUES, R. Z.; CAVALHEIRO, C. P.; ETCHEPARE, M. A.; MENEZES, C. R. Microencapsulação de probióticos por gelificação iônica externa utilizando pectina. **Ciência e Natura**, v. 37, p. 30-37, 2015.

MOURA, S.C.S.R.; GERMER, S.P.M. **Reações de Transformação e Vida-de-Prateleira de Alimentos Processados**. Manual Técnico n. 06. 4^a edição. Campinas: ITAL, 2010. 96 p

MOURA, S. C. S. R., BERLING, C. L., GERMER, S. P. M., ALVIM, I. D., HUBINGER, M. D. Encapsulating anthocyanins from *Hibiscus sabdariffa* L. calyces by ionic gelation: Pigment stability during storage of microparticles **Food Chemistry**, v. 241, p. 317-327, 2018a.

MOURA, S. C. S. R.; BERLING, C. L.; GARCIA, A. O.; QUEIROZ, M. B.; ALVIM, I. D.; HUBINGER, M. D. Release of anthocyanins from the hibiscus extract

encapsulated by ionic gelation and application of microparticles in jelly candy. **Food Research International**, 2018b. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2018.12.010>

MURAKAMI, A. N. N. **Efeito da nanofiltração e da microencapsulação por *Spray Drying* na estabilidade dos compostos bioativos do extrato aquoso de *Ilex Paraguariensis* A. ST. HIL.** 2016. 101 f. Tese (Doutorado em Ciência dos Alimentos) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2016.

NUNES, G. L.; MENEZES, C. R. Microencapsulação por *spray drying* dos compostos bioativos do extrato aquoso de erva-mate (*Ilex paraguariensis*) crioconcentrado. **Ciência e Natura**, v. 37, p. 18-29, 2015.

NUNES, M. A.; COSTA, A.; BARREIRA, J.; VINHA, A.; ALVES, R. C., ROCHA, A.; OLIVEIRA, B. Smoothies comerciais: estabilidade dos compostos antioxidantes. **TecnoAlimentar – Revista da Indústria Alimentar**, n. 3, p. 58-63, 2015.

OLIVEIRA, A. A.; COELHO, K. Y.; BRUMANO, M. H. N.; FIDELIS, P. C. Efeito do tempo e da luz nos compostos fenólicos totais e na capacidade antioxidante de bebidas de chá mate e branco prontas para o consumo. **Scientia Plena**, v. 18, n. 3, 2022.

OLIVEIRA, K. G. **Estabilidade de compostos fenólicos em sorgo durante o armazenamento.** 2015. 73 f. Dissertação (Mestrado em Ciências Agrárias) – Universidade Federal de São João del Rei, Sete Lagoas, 2015.

OXLEY, J. D. Spray cooling and spray chilling for food ingredient and nutraceutical encapsulation. In: GARTI, N.; MCCLEMENTS, J. (eds). **Encapsulation technologies and delivery systems for food ingredients and nutraceuticals.** Woodhead Publishing Limited, Cambridge, 2012. Capítulo 5, p. 110-129.

PASSMORE, R.; NICOL, B. M.; RAO, M. N.; BEATON, G. H.; DEMAAYER, E. M. **Manual sobre necesidades nutricionales del hombre.** Organización Mundial de la Salud. 1975.

PENTEADO, J. **Erva-mate. Perguntas e respostas.** Transferência de tecnologia florestal. Embrapa Florestas. 2019. Disponível em: <<https://www.embrapa.br/florestas/transferencia-de-tecnologia/erva-mate/perguntas-e-respostas>>. Acesso em: 20 de abr. 2020.

PEREIRA, L. J. B.; GARCIA-ROJAS, E. E. Emulsões múltiplas: formação e aplicação em microencapsulamento de componentes bioativos. **Ciência Rural**, Santa Maria, v.45, n.1, p.155-162, 2015.

REBELLO, F. F. P. Microencapsulação de ingrediente alimentícios. **Revista Agrogeoambiental**, Pouso Alegre, v.1, n.3. p.134-144, 2009.

REID, S. D.; FENNEMA, O. R. Água e gelo. In: DAMODARAM, S.; PARKIN, K. L.; FENNEMA, O. R. **Química de alimentos de Fennema**. Tradução: Adriano Brandelli *et al.* 4ª ed. Porto Alegre: Artmed, 2010. Capítulo 2, p. 25-74.

RICCIO, D. P. **Obtenção, caracterização e microencapsulação de extrato de erva-mate (*Ilex paraguariensis*)**. 2019. 58 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Universidade Federal da Fronteira Sul, Laranjeiras do Sul, 2019.

ROCHA, L. C. R. **Desenvolvimento de micropartículas contendo suco de tomate via gelificação iônica**. 2017. 85 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Biomateriais) - Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2017.

SALFINGER, Y. & TORTORELLO, M. L. (eds.) **Compendium of Methods for Microbiological Examination of Foods**, American Public Health Association (APHA), 2015.

SAMPAIO, G. L. A. **Encapsulação por gelificação iônica e *spray drying* de um concentrado rico em licopeno obtido a partir da melancia**. 2018. 105 f. Dissertação (Mestrado em Ciência de Alimentos) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2018.

SANTOS, L. F. **Microfiltração e ultrafiltração de extrato de erva-mate (*Ilex paraguariensis*)**. 2019. 88 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Universidade de Passo Fundo, Passo Fundo, 2019.

SANTOS, U. V.; SANTOS, B. S.; SILVA, G. F.; CONSTANT, P. B. L.; SANTOS, J. A. B. Avaliação de potencial de ervas medicinais: capim-limão (*Cymbopogon citratus*, D.C.), chá verde (*Camellia sinensis* L.) e hibisco (*Hibiscus sabdariffa* L.) para obtenção de chás solúveis. **Revista GEINTEC**, São Cristóvão, SE, v.4, n.4, p.1399–1408, 2014.

SCHAFRANSKI, K. **Extração e caracterização de compostos fenólicos de folhas de amoreira preta (*Morus nigra* L.) e encapsulamento em esferas de alginato**. 2019. 100 f. Dissertação (Mestrado em Biotecnologia) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Ponta Grossa, 2019.

SECOLIN, V. A. **Microencapsulação dos compostos bioativos de *Camellia sinensis* em sistemas lipídicos por *spray drying***. 2014. 113 f. Dissertação (Mestrados em Ciências) – Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2014.

SILVA, D. S.; MAIA, G. A.; SOUSA, P. H. M.; FIGUEIREDO, R. W. D.; COSTA, J. M. C.; FONSECA, A. V. V. Estabilidade de componentes bioativos do suco tropical de goiaba não adoçado obtido pelos processos de enchimento a quente e asséptico. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 30, p. 237-243, 2010.

SILVA, I. D.; OLIVEIRA, B. D.; LOPES, A. S.; PENA, R. D. S. Obtenção de barra de cereais adicionada do resíduo industrial de maracujá. **Alimentos e Nutrição Araraquara**, v. 20, n. 2, p. 321-329, 2009.

SILVA, P. T. *et al.* Microencapsulation: concepts, mechanisms, methods and some applications in food technology. **Ciência Rural**, Santa Maria, v.44, n.7, p.1304-1311, 2014.

SIQUEIRA, K. F.; STARLING, C. A. Caracterização de Barra de Frutas Desidratadas com Granola. **Revista Processos Químicos**, 10(20), p. 313-318, 2016. <https://doi.org/10.19142/rpq.v10i20.379>

SOBEL, R.; VERSIC, R.; GAONKAR, A. G. Introduction to Microencapsulation and Controlled Delivery in Foods. In: GAONKAR, A. G.; VASISHT, N.; KHARE, A. R.; SOBEL, R. **Microencapsulation in the Food Industry: A Practical Implementation Guide**. 1ª Ed. San Diego: Academic Press, 2014. Capítulo 1, p. 03-12.

STURION, J. A.; CORREA, G.; RESENDE, M. D. V.; CARDOZO JUNIOR, E. L.; DONADUZZI, C. M. **Controle genético dos teores de polifenóis totais, taninos e cafeína em progênies de erva-mate (*Ilex paraguariensis* St. Hil.) cultivadas em três classes de solos**. Boletim de Pesquisa e Desenvolvimento, 16. Colombo: Embrapa Florestas, 2004. 16 p.

THIES, C. Microencapsulation methods based on biopolymer phase separation and gelation phenomena in aqueous media. In: GARTI, N.; MCCLEMENTS, J. (eds). **Encapsulation technologies and delivery systems for food ingredients and nutraceuticals**. Woodhead Publishing Limited, Cambridge, 2012. Capítulo 8, p. 177-207.

TFOUNI, S. A. V. *et al.* Effect of roasting on chlorogenic acids, caffeine and polycyclic aromatic hydrocarbons levels in two *Coffea* cultivars: *Coffea arabica* cv. Catuaí Amarelo IAC-62 and *Coffea canephora* cv. Apoatã IAC-2258. **International Journal of Food Science & Technology**, v. 47, n. 2, p. 406-415, 2012.

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.

TROLLER, J. A.; SCOTT, V. N. Measurement of water activity and acidity, in VANDERZANT, C.; SPLITTSTOESSER, D.F. (eds). **Compendium of methods for the microbiological examination of foods**. 3ª ed. Washington: American Public Health Association. cap. 8. P. 135-168, 1992.

TSURU, V. H.; GOMES, R. J.; SILVA, J. R.; PRUDENCIO, S. H.; COSTA, G. L.; SPINOSA, W. H. Physicochemical, antioxidant and sensory properties of Kombucha beverages obtained from oolong or yerba mate tea fermentation. **Research, Society and Development**, v. 10, n. 11, 2021.

USDA – United States Department of Agriculture. **Composition of foods** (Agriculture Handbook 8). Agricultural Research Center Service: Washington D.C. U.S.A., 1963.

VALERGA, J.; RETA, M.; LANARI, M. C. Polyphenol input to the antioxidant activity of yerba mate (*Ilex paraguariensis*) extracts. **Lebensmittel-Wissenschaft & Technologie – Food Science and Technology**. 45 (1): 28-35. 2012.

VARGAS, B. K. **Ação antioxidante in vivo de extrato de erva-mate (*Ilex paraguariensis*) livre e microencapsulado**. 2019. 116 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Universidade de Passo Fundo, Passo Fundo, 2019.

VIEIRA, D. M.; BARROS, S. L.; SILVA, V. M. A., SANTOS, N. C.; NASCIMENTO, A. P. S.; MELO, M. O. P. Elaboração de barra de cereal com resíduos secos de abacaxi e caju. **Caderno Verde de Agroecologia e Desenvolvimento Sustentável**, v. 9, n. 7, 2019.

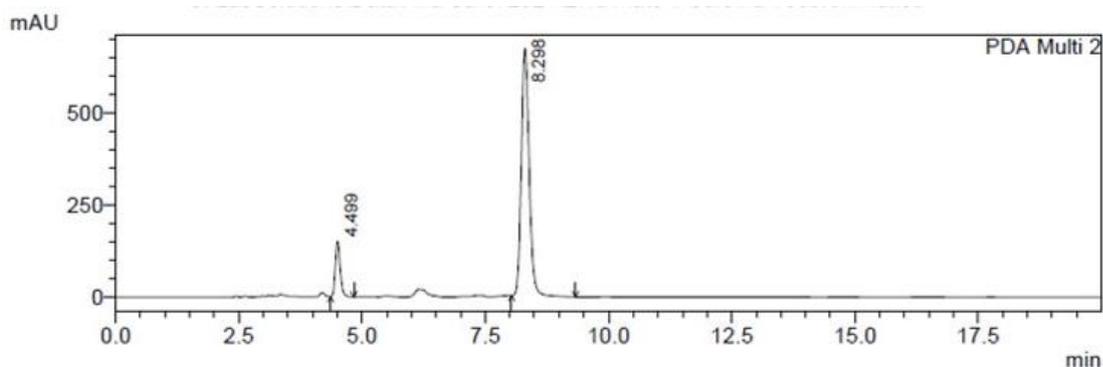
WOLFF, S. M.; SILVEIRA, A. C.; LAZZAROTTO, M. Metodologia para extração de fenólicos totais e antioxidantes da erva-mate. **Iniciação Científica Cesumar**, Maringá, v. 21, n. 1, p. 45-54, 2019.

ZANCHETT, C. S., MIGNONI, M. L., BARRO, N. P. R., DALLA ROSA, C. Desenvolvimento de chocolate branco com extrato de erva-mate. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 19, 2016.

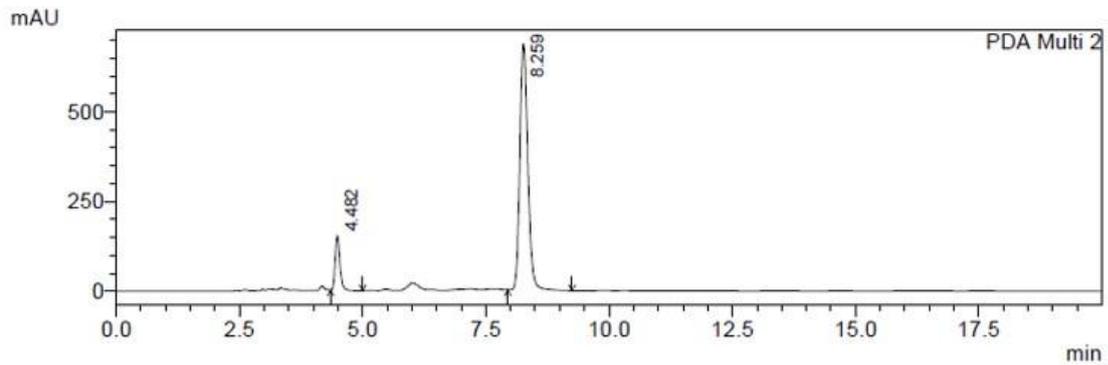
ZUIDAM, N. J.; SHIMONI, E. Overview of microencapsulates for use in food products or processes and methods to make them. In: ZUIDAM, N. J.; NEDOVIC, V. A. (eds). **Encapsulation Technologies for Active Food Ingredients and Food Processing**. Springer, New York, 2010. Capítulo 2, p. 3-29.

8 ANEXOS

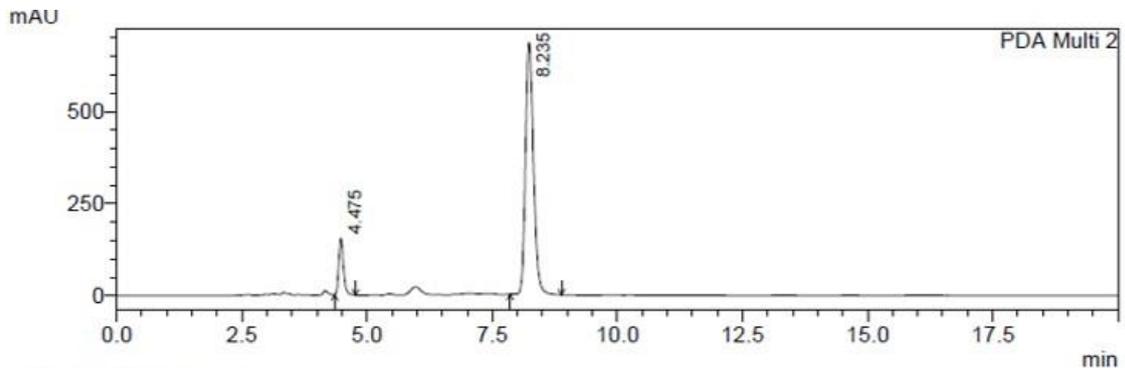
Anexo A – Cromatograma do extrato de erva-mate para identificação e quantificação dos compostos teobromina e cafeína (Amostra 1).



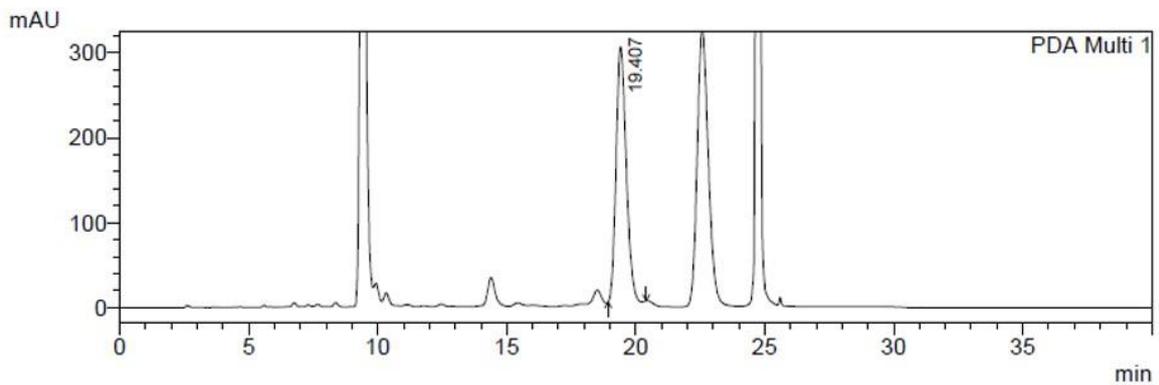
Anexo B – Cromatograma do extrato de erva-mate para identificação e quantificação dos compostos teobromina e cafeína (Amostra 2).



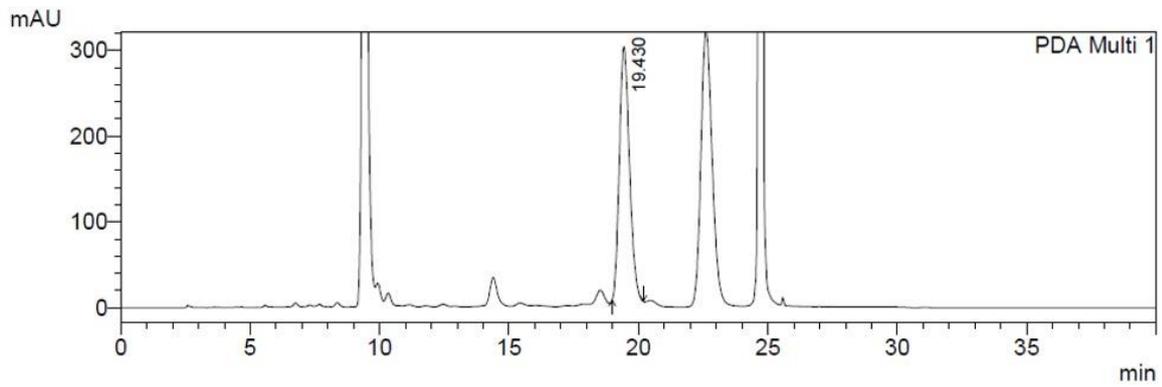
Anexo C – Cromatograma do extrato de erva-mate para identificação e quantificação dos compostos teobromina e cafeína (Amostra 3).



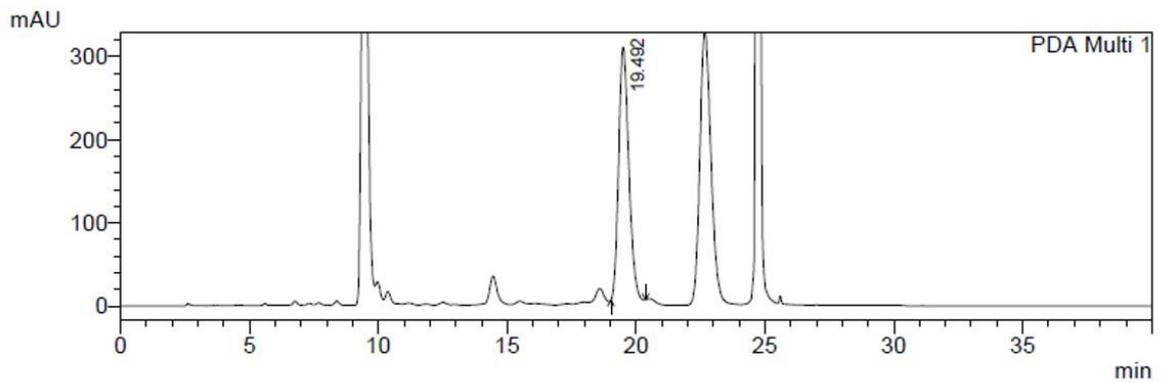
Anexo D – Cromatograma do extrato de erva-mate para identificação e quantificação do ácido clorogênico (5-CQA) (Amostra 1).



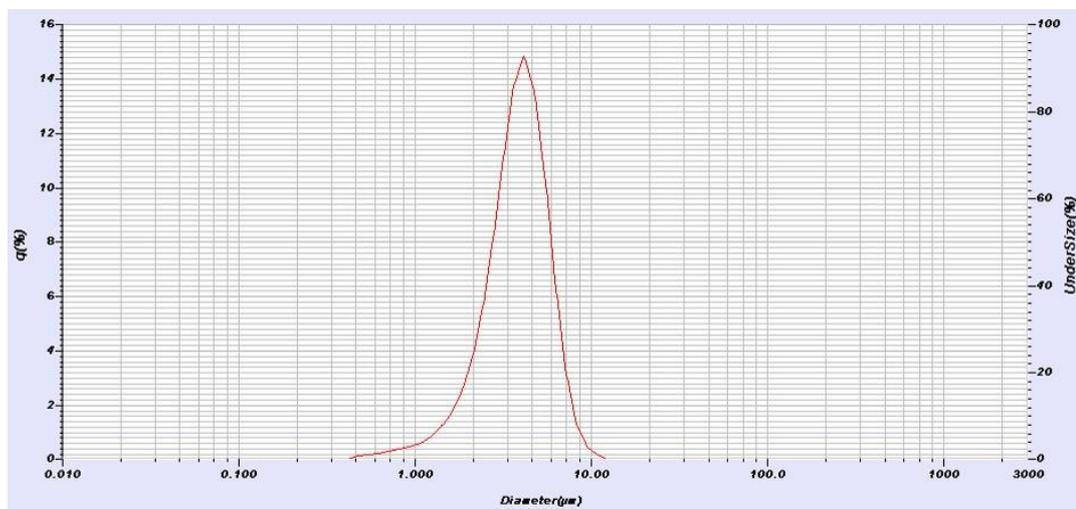
Anexo E – Cromatograma do extrato de erva-mate para identificação e quantificação do ácido clorogênico (5-CQA) (Amostra 2).



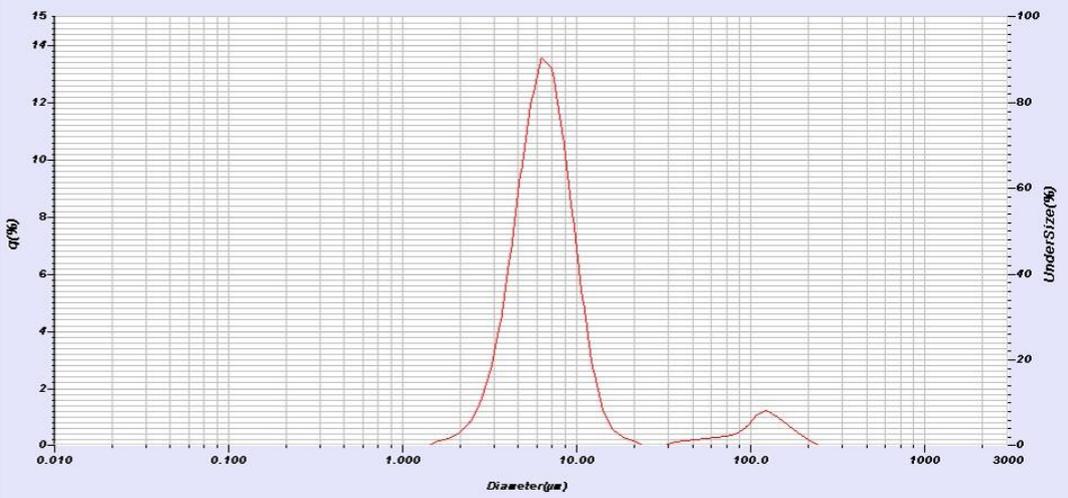
Anexo F – Cromatograma do extrato de erva-mate para identificação e quantificação do ácido clorogênico (5-CQA) (Amostra 3).



Anexo G – Gráfico de distribuição do diâmetro médio (μm) da emulsão com 3% de PGPR.



Anexo H - Gráfico de distribuição do diâmetro médio (μm) da emulsão com 4% de PGPR.



Anexo I - Ficha fornecida aos provadores para avaliar as barras de frutas e cereais (folha 1)

AVALIAÇÃO DE BARRA DE FRUTAS VERMELHAS COM CEREAIS

Nome: _____ Amostra: _____

Bem vindo ao LAFISE / ITAL

Muito obrigado por participar de nosso teste. Sua colaboração é muito importante para nós!

Você receberá 4 amostras de BARRA DE FRUTAS VERMELHAS COM CEREAIS, uma de cada vez. Por favor, avalie as amostras e responda as questões que se seguem:

1. Indique o quanto você gostou do PRODUTO DE MODO GERAL:

Gostei muitíssimo	Gostei muito	Gostei	Gostei pouco	Não gostei nem desgostei	Desgostei pouco	Desgostei	Desgostei muito	Desgostei muitíssimo
()	()	()	()	()	()	()	()	()

2. Indique o quanto você gostou da APARÊNCIA do produto:

Gostei muitíssimo	Gostei muito	Gostei	Gostei pouco	Não gostei nem desgostei	Desgostei pouco	Desgostei	Desgostei muito	Desgostei muitíssimo
()	()	()	()	()	()	()	()	()

3. Dê sua opinião sobre a QUANTIDADE DE FRUTAS do produto:

Muito mais frutas do que eu gosto	Mais frutas do que eu gosto	Do jeito que eu gosto	Menos frutas do que gosto	Muito menos frutas do que eu gosto
()	()	()	()	()

4. Indique o quanto você gostou da TEXTURA do produto:

Gostei muitíssimo	Gostei muito	Gostei	Gostei pouco	Não gostei nem desgostei	Desgostei pouco	Desgostei	Desgostei muito	Desgostei muitíssimo
()	()	()	()	()	()	()	()	()

5. Dê sua opinião sobre a FIRMEZA do produto:

Muito mais firme do que eu gosto	Mais firme do que eu gosto	Do jeito que eu gosto	Menos firme do que gosto	Muito menos firme do que eu gosto
()	()	()	()	()

6. Dê sua opinião sobre a CROCÂNCIA do produto:

Muito mais crocante do que eu gosto	Mais crocante do que eu gosto	Do jeito que eu gosto	Menos crocante do que gosto	Muito menos crocante do que eu gosto
()	()	()	()	()

7. Indique o quanto você gostou da INTENSIDADE DO SABOR de FRUTAS VERMELHAS:

Muito mais intenso do que eu gosto	Mais intenso do que eu gosto	Do jeito que eu gosto	Menos intenso do que gosto	Muito menos intenso do que eu gosto
()	()	()	()	()

8. Indique o quanto você gostou do SABOR do produto:

Gostei muitíssimo	Gostei muito	Gostei	Gostei pouco	Não gostei nem desgostei	Desgostei pouco	Desgostei	Desgostei muito	Desgostei muitíssimo
()	()	()	()	()	()	()	()	()

9. Indique o quanto você gostou do ADOÇAMENTO do produto:

Gostei muitíssimo	Gostei muito	Gostei	Gostei pouco	Não gostei nem desgostei	Desgostei pouco	Desgostei	Desgostei muito	Desgostei muitíssimo
()	()	()	()	()	()	()	()	()

10. Indique o quanto você gostou do SABOR RESIDUAL:

Gostei muitíssimo	Gostei muito	Gostei	Gostei pouco	Não gostei nem desgostei	Desgostei pouco	Desgostei	Desgostei muito	Desgostei muitíssimo
()	()	()	()	()	()	()	()	()

Após avaliar as 4 amostras:

11. Por favor, ordene as amostras quanto a sua preferência, partindo da que **MAIS GOSTOU** para a que **MENOS GOSTOU**:

1º	2º	3º	4º
Amostra que MAIS GOSTEI			Amostra que MENOS GOSTEI

12. Por favor, Descreva os motivos pela escolha da amostra:

PREFERIDA (1º LUGAR):

MENOS REFERIDA (4º LUGAR):

Anexo J – Barras embaladas para a análise sensorial.

