

DESENVOLVIMENTO DE EMULSÕES PICKERING ESTABILIZADAS COM BETA-CICLODEXTRINA VISANDO APLICAÇÃO ALIMENTÍCIA

Isabela Sanches Furtado (PIC), Graciette Matioli (Coorientadora), Sabrina Barbosa de Souza Ferreira (Orientador). E-mail: sbsferreira2@uem.br
Universidade Estadual de Maringá, Centro de Ciências da Saúde, Maringá, PR.

Ciências da saúde / Bromatologia.

Palavras-chave: Ciclodextrina; Alimentos; Reologia

1. RESUMO

A aplicação de Ciclodextrinas em emulsões Pickering sugere uma alternativa para substituição de surfactantes e emulsificantes sintéticos nas emulsões tradicionais. Essas formulações podem veicular óleos essenciais, como o óleo de manjerição, para ações antioxidantes e antimicrobianas. O objetivo deste trabalho foi desenvolver e avaliar a estabilidade e características reológicas das formulações contendo β -ciclodextrina (CD) em duas concentrações (2% e 5%). Foram realizadas análises de estabilidade preliminar, de cisalhamento contínuo e oscilatório, em temperaturas de 5°C e 25°C. Os resultados mostraram que as formulações tiveram característica pseudoplástica e viscoelásticas. As técnicas aplicadas foram adequadas para comprovar a estabilidade do sistema de complexação com CD, evidenciando potencial promissor para aplicação na área de alimentos.

2. INTRODUÇÃO

Emulsões são sistemas dispersos amplamente utilizados na indústria alimentícia, sendo comumente utilizados aditivos artificiais, como surfactantes e emulsificantes sintéticos, que possuem níveis máximos de adição, estabelecidos como seguros, limitando suas aplicações (Klojdová, 2022). Desse modo, uma das alternativas seria a substituição por aditivos naturais que possuem baixa ou nenhuma toxicidade, sendo a CD uma opção por ser uma molécula receptora, formando complexos de inclusão (Liu et al., 2020). As emulsões Pickering (EP) são preparações estabilizadas por partículas sólidas, as quais se localizam na interface de líquidos imiscíveis das emulsões. As EP possuem uma maior resistência a coalescência, ou seja, as partículas da fase dispersa possuem uma maior estabilidade, que pode ser influenciada por mudanças de temperatura, pH ou pressão (Øye et al., 2023). A adição de óleos essenciais em produtos alimentícios possui como finalidade funcionalidade, conservação, ou até contribuir para uma melhor experiência sensorial (Bakkali et al., 2007). O objetivo deste trabalho foi preparar e avaliar a estabilidade e reologia de EP com diferentes concentrações de CD.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. Reagentes, solventes, soluções e matéria-prima

Os materiais foram β -CD (Sigma-aldrich), óleo de girassol (Suavit - cocamar), óleo de Manjerição *Ocimum basilicum* (Ferquima).

3.2. Equipamentos e acessórios

Os equipamentos foram agitador mecânico (Ultra-Turrax® T18 Basic da IKA®), analisador dinâmico de partículas (Litesizer 500 Anton Paar), reômetro de gradiente e tensão de cisalhamento controlado MARS II (Haake®).

3.3. Preparo da Emulsão Pickering

As EP compostas por 2% ou 5% (p/p) de β -CD, 65% (p/p) de óleo de girassol, 0,26% ou 0,65% (p/p) de óleo de manjerição, 33% ou 28% de água foram preparadas com o auxílio de homogeneizador Ultra-Turrax® T18 Basic da IKA® (Staufen, Alemanha) a 15.000 rpm por 3 minutos.

3.4. Estudo de estabilidade preliminar

No teste do ciclo de congelamento-descongelamento as amostras foram submetidas a temperatura $-5 \pm 2^\circ\text{C}$ por 24 h e depois $40 \pm 2^\circ\text{C}$ por 24 h, completando um ciclo. As amostras foram avaliadas macroscopicamente (cor e aspecto) e quanto diâmetro médio das gotículas de óleo e potencial zeta, no tempo 0 após a preparação e no final do 6º ciclo (12º dia). Para as análises granulométricas e de potencial zeta foi utilizado o analisador dinâmico de partículas (Litesizer 500 Anton Paar), onde as amostras foram diluídas 20 μl da emulsão para 5 ml de água ultrapurificada e mantidos por 5 minutos no ultrassom (Ferreira *et al.*, 2021)

3.5. Análise reológica de cisalhamento contínuo

Na análise de reologia de fluxo foi utilizado reômetro de gradiente e tensão de cisalhamento controlado MARS II (Haake®), no modo de fluxo, nas temperaturas de 5°C e 25°C , com geometria cone-placa paralelas de 35 mm de diâmetro, separadas por uma distância fixa de 0,052 mm. As curvas ascendente e descendente de fluxo foram obtidas com um gradiente de cisalhamento partindo de 0 s^{-1} até 1000 s^{-1} , por um período de 150 s. As curvas foram avaliadas quanto aos modelos reológicos de Ostwald de Waele e Herschel Buckley, para determinar o índice de consistência (K), comportamento de fluxo (n) e valor de cedência. As amostras foram avaliadas quanto a área de histerese, por meio do programa RheoWin 4.10.0000 (Haake®) (Barbosa, 2015).

3.6. Análise reológica oscilatória

As análises oscilatórias das formulações de 2% e 5% de CD foram realizadas nas temperaturas, 5 e 25°C , utilizando o reômetro MARS II (Haake®) descrito no item 3.5. Inicialmente, foi determinada a região viscoelástica linear com varredura de tensão. Em seguida, foi realizada uma varredura de frequência de 0,1 a 10,0 Hz, em triplicata. O módulo elástico (G'), o módulo viscoso ou de perda (G''), a

viscosidade dinâmica (η'') e a tangente de perda ou viscosa ($\tan \delta$) foram determinadas utilizando o programa RheoWin 4.10.0000 (Haake®) (Barbosa, 2015).

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Estudo de estabilidade preliminar

As amostras contendo 2% CD apresentaram valores de diâmetro médio e potencial zeta maiores que as formulações de 5%, indicando que o aumento de β -CD promove uma maior estabilidade coloidal, devido à menor dispersão de tamanhos das partículas. O potencial zeta apresentou valores negativos e fora do intervalo de -30 e +30 mV, indicando maior estabilidade eletrostática e baixa tendência à coalescência (Bhattacharjee, 2016).

4.2. Análise reológica de cisalhamento contínuo

O comportamento reológico de fluxo das formulações de 2% e 5% de CD foram avaliados e caracterizados nas temperaturas de 5°C e 25°C (Tabela 1).

Tabela 1. Valores obtidos para o índice de comportamento de fluxo (n), índice de consistência (K) e área de histerese.

Amostra	Temp (°C)	K (Pa)*	n*	Área de histerese (Pa·s ⁻¹)*
2%	5	61,9 ± 6,5	0,064 ± 22,8	334E+04 ± 1618
	25	34,3 ± 4,6	0,24 ± 0,006	4,20E+00 ± 0,38
5%	5	128,1 ± 14,8	0,144 ± 0,010	5,25E+04 ± 5349
	25	82,94 ± 13,88	0,1113 ± 0,010	3,19E+04 ± 1246

Fonte: próprio autor

*Os valores da média representam, pelo menos, três análises replicadas.

A amostra com 5% de CD apresentou maiores valores de K e a área de histerese com valores positivos indicando presença marcante de tixotropia, em relação a formulação contendo 2% de CD, e ambas as amostras apresentam característica pseudoplástica ($n < 1$). A amostra de 2% apresenta maior perda de viscosidade e tixotropia em 25°C, em comparação a amostra de 5%.

4.3. Análise reológica oscilatória

O aumento da frequência oscilatória ocasionou a diminuição da η' , principalmente nas formulações contendo 2% de CD em 25 e 5°C, e valores de G' e G'' constantes. A $\tan \delta$ foi diminuída para as formulações de 5% em 25°C e aumentada em 5°C, o restante das formulações apresentaram valores constantes com o aumento da frequência oscilatória. Verificou-se que os valores de G' , G'' foram aumentados. Em relação as variações de temperatura, observou-se que os valores de G' , G'' e viscosidade foram aumentados, mas a tangente de perda foi diminuída. A $\tan \delta$ com valor menor que 1 indica valor de G' maior que G'' , caracterizando todas

as formulações como viscoelástica. As formulações contendo 2% de CD apresentaram menores valores de G' , G'' e viscosidade em relação às formulações contendo 5% de CD.

5. CONCLUSÕES

As formulações apresentaram estabilidade satisfatória, quando avaliados o diâmetro médio e potencial zeta, a formulação com 5% de CD, apresentou maior estabilidade. As análises de reologia de fluxo identificaram o comportamento de fluxo pseudoplástico com tixotropia, caracterizando seu desempenho reológico. Na análise de reologia oscilatória, a formulação contendo 5% de CD apresentou maior consistência e caráter elástico em relação às de 2%, em todas temperaturas estudadas. As análises permitiram identificar que ambas as formulações são promissoras para a aplicação alimentícia.

6. REFERÊNCIA

BARBOSA, S. **A utilização das análises mecânicas e reológicas no desenvolvimento de sistemas bioadesivos termorresponsivos**. 2015. p. 114. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas) – Universidade Estadual de Maringá, Maringá, 2015.

BHATTACHARJEE, S. DLS and zeta potential – What they are and what they are not? **The Journal of Controlled Release (JCR)**, v.235, p. 337-351, August 2016.

DE SOUZA FERREIRA, S.B.; BRUSCHI, M.L. **Investigation of the physicochemical stability of emulgels composed of poloxamer 407 and different oil phases using the Quality by Design approach**. *Journal of Molecular Liquids*, v. 332, p. 115856, 2021.

KLOJDOVÁ I.; STATHOPOULOS C. **The Potential Application of Multiple Pickering Emulsions in Food**. *Foods*, v. 11, p. 1.558, 2022.

LIU, Z.; GENG, S.; JIANG, Z.; LIU, B. Fabrication and characterization of food-grade Pickering high internal emulsions stabilized with β -cyclodextrin. **School of Food Science, Henan Institute of Science and Technology**, Vol. 134, p.110134, december 2020.

ØYE, G.; SIMON, S.; RUSTAD, T.; PASO, K. Trends in food emulsion technology: Pickering, nano, and double emulsions. **Current Opinion in Food Science**, v. 50, p. 101003, abr. 2023.