AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE DE EMULSÕES PICKERING ESTABILIZADAS COM B-CD CONTENDO CURCUMINA E SUA APLICAÇÃO ALIMENTÍCIA

Marjorie Caroline Miura (PIC/UEM), Giovana Nayara Rios Parizoto, Graciette Matioli (Coorientadora), Sabrina Barbosa de Souza Ferreira (Orientadora). E-mail: sbsferreira2@uem.br.

Universidade Estadual de Maringá, Centro de Ciências da Saúde, Maringá, PR.

Ciências Agrárias: Ciência de Alimentos /Química, Física, Fisico-Química e Bioquímica dos Alim. e das Mat-Primas Alimentares

Palavras-chave: Ciclodextrinas; Emulsão Pickering; Curcumina.

RESUMO

A curcumina (CUR) possui elevado potencial corante e bioativo, mas sua aplicação é limitada pela baixa solubilidade em água e instabilidade. Este trabalho objetivou desenvolver uma emulsão Pickering (EP) estabilizada por beta-ciclodextrina (β-CD) contendo CUR e validar um método espectrofotométrico para sua quantificação. A também EP foi incorporada em sorvete de creme e as amostras foram caracterizadas por TPA a -2 °C. A preparação foi obtida utilizando óleo de girassol, CUR e β-CD. O método UV-Vis a 430 nm foi validado, apresentando linearidade, ajuste, precisão, exatidão e robustez adequados. Na aplicação prática, a incorporação da EP promoveu reduções na dureza e na compressibilidade do sorvete frente ao controle, gerando uma matriz com maciez significativamente aprimorada. O método foi validado de forma confiável para quantificar a CUR nas EP, as quais atuou de forma favorável na maciez do sorvete.

INTRODUÇÃO

A curcumina (CUR) é um polifenol natural com excelentes propriedades corantes e bioativas, cuja aplicação industrial é limitada por sua baixa solubilidade em água e alta instabilidade frente a fatores como luz e temperatura. Para superar essas limitações, a complexação com a beta-ciclodextrina (β-CD) destaca-se por formar complexos de inclusão que aumentam significativamente a solubilidade da CUR (Mangolim et al., 2014). Adicionalmente, esse sistema pode atuar na estabilização de emulsões Pickering (EP), nas quais as partículas se posicionam na interface óleo-água, formando uma barreira física que impede a coalescência das gotículas (De Carvalho-Guimarães et al., 2022). Diante disso, este trabalho teve como objetivo desenvolver e caracterizar uma EP estabilizada por β-CD contendo CUR e avaliar o comportamento de sua aplicação sobre o perfil de textura de sorvetes.

MATERIAIS E MÉTODOS

Para o preparo da EP nas concentrações de 2% e 5% de β-CD, respeitando a proporção molar de 1:2 de CUR para β-CD, foram utilizados CUR, β-CD (Sigma-Aldrich), óleo de girassol Suavit (65%; Cocamar, Maringá, PR) e água purificada. A mistura foi emulsificada em Ultra Turrax® T18 Basic (IKA®) a 15.000 rpm por 3 minutos, sendo o sistema acondicionado em frascos de vidro âmbar e armazenado a 5 °C. Na sequência, foi realizada a validação do método de quantificação da CUR (Sigma-Aldrich) por espectrofotometria UV-VIS a 430 nm (Genesys 30, Thermo Scientific™). A linearidade foi avaliada por meio de diluições seriadas de uma solução mãe em etanol (1 mg/mL) nas concentrações de 1 a 14 µg/mL para determinação da equação da reta, coeficiente de determinação, regressão, ajuste e sensibilidade via limites de detecção (LD) e quantificação (LQ). Foram avaliadas a precisão intra dia, inter dia e inter analista nos níveis de 1, 6 e 14 µg/mL em triplicata, a exatidão por testes de recuperação e a robustez frente a variações no comprimento de onda em 425 e 435 nm, sendo também determinado o teor inicial de CUR na emulsão. Para a aplicação alimentícia, foram preparadas três formulações de sorvete: controle (sem EP), com EP e emulsificante, e com EP sem emulsificante. Os ingredientes utilizados consistiram em leite, açúcar, nata, liga neutra, pó base e, conforme a formulação, a EP e o emulsificante comercial Emulstab®. A mistura dos ingredientes foi processada em batedeira sob adição gradual de nitrogênio líquido até a obtenção da consistência adequada, sendo as amostras estocadas a -18 °C. Por fim, o perfil de textura (TPA) dos sorvetes foi mensurado em analisador TA-XTplus (Stable Micro Systems®) a -2 °C com profundidade de compressão de 15 mm em triplicata, determinando-se os parâmetros de dureza, adesividade, coesividade, elasticidade e compressibilidade.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A linearidade do método espectrofotométrico para a quantificação de curcumina (CUR) foi avaliada na faixa de 1 a 14 µg/mL (Figura 1). O método demonstrou adequada proporcionalidade com coeficiente de determinação (R2) de 0,9976 e equação de calibração Y = 0,0583 + 0,0077. A validade estatística do modelo foi confirmada pela Análise de Variância (ANOVA). O Teste de Significância da Regressão revelou F calculado de 16755,5322, superior ao F crítico de 4,0727. A razão da falta de ajuste (1,7232) foi inferior ao F crítico tabelado (2,8387), confirmando o ajuste do modelo.

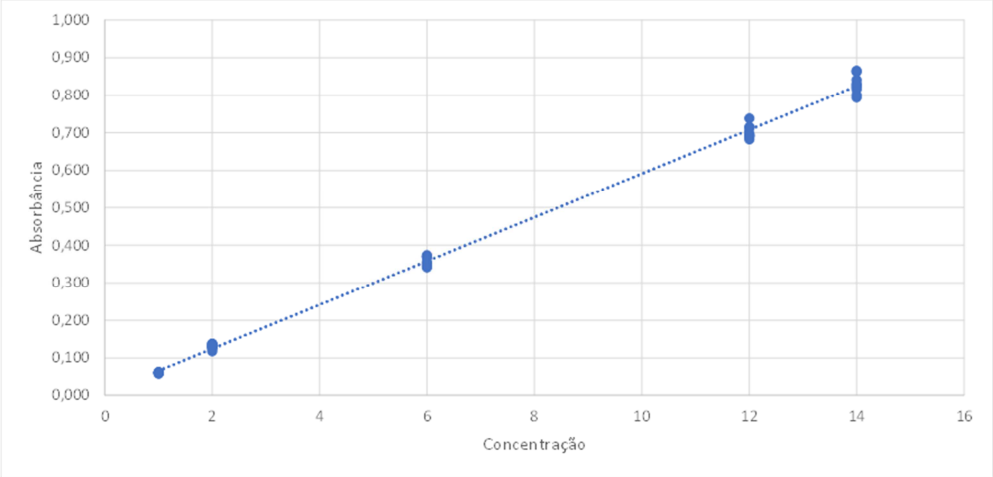


Figura 1 – Curva analítica para quantificação de curcumina por espectrofotometria UV-VIS a 430 nm.

Na avaliação de sensibilidade, LD e LQ foram de 0,2250 µg/mL e 0,6819 µg/mL, respectivamente. No ensaio de especificidade, a leitura da emulsão branca revelou absorbância média baixa de 0,0117, equivalente a uma concentração aparente de 0,0683 µg/mL. Este teor abaixo do LD do método mostra a ausência de interferências dos constituintes da matriz (óleo de girassol e β-CD) no comprimento de onda de 430 nm.

A precisão do método exibiu coeficientes de variação (CV%) abaixo de 5% em todas as condições (intradia, interdia e interanalista). A análise estatística comparativa revelou valores de p maiores que 0,05 ($p > 0,05$), confirmando que os resultados se mantêm precisos em dias diferentes e com diferentes analistas.

A exatidão foi confirmada por ensaio de recuperação, com taxas individuais entre 100,380% e 108,520% e média geral de 103,759% ± 1,248%.

O teste de robustez sob variações de comprimento de onda (430 ± 5 nm), indicou que o método não sofreu variações com as alterações no comprimento de onda avaliado. O comprimento de onda ótimo (430 nm) apresentou os menores CV% (0,54% a 0,95%), e os valores de p obtidos foram superiores a 0,05 para todas as faixas ($p = 0,0751$ para 1 µg/mL; $p = 0,4597$ para 6 µg/mL; $p = 0,8625$ para 14 µg/mL).

A determinação do teor de CUR na emulsão Pickering revelou uma concentração média de 0,3276 ± 0,0057% e teor médio de 102,39 ± 1,78%. O baixo coeficiente de variação de 1,78% obtido nas análises confirma a precisão analítica do método espectrofotométrico e garante a homogeneidade de dispersão do ativo ao longo da matriz.

A TPA caracterizou mecanicamente os sorvetes desenvolvidos (Tabela 1). A incorporação da EP reduziu significativamente a dureza e a compressibilidade da matriz frente ao controle (sorvete branco, dureza de 6,868 ± 0,674 N). O sorvete com curcumina e emulsificante apresentou a menor dureza (2,748 ± 0,161 N). A adesividade manteve-se estável entre o controle (3,723 ± 0,811 N.mm) e a formulação com emulsificante (3,793 ± 0,010 N.mm), mas reduziu sem ele (2,564 ± 0,536 N.mm). A elasticidade diminuiu com a adição da EP (recuperação elástica

mínima de 1,000 ± 0,000 mm). A coesividade aumentou com emulsificante comercial (0,424 ± 0,059), mas reduziu na amostra contendo apenas a EP (0,120 ± 0,019).

Tabela 1- Parâmetros do perfil de textura obtidos para as diferentes formulações de sorvete

Parâmetro de Textura	Sorvete Branco (Controle)	Sorvete com CUR e emulsificante	Sorvete com CUR sem emulsificante
Dureza (N)	6,868 ± 0,674	2,748 ± 0,161	3,313 ± 0,117
Compressibilidade (N.mm)	37,190 ± 4,160	16,508 ± 1,674	21,577 ± 0,793
Adesividade (N.mm)	3,723 ± 0,811	3,793 ± 0,010	2,564 ± 0,536
Elasticidade (mm)	1,395 ± 0,098	1,105 ± 0,180	1,000 ± 0,000
Coesividade (adimensional)	0,247 ± 0,032	0,424 ± 0,059	0,120 ± 0,019

CONCLUSÕES

Conclui-se que o método espectrofotométrico UV-Vis proposto foi validado de forma confiável para quantificar a CUR nas emulsões. Além disso, a aplicação da EP estabilizada por β-CD no sorvete reduziu significativamente a dureza e a compressibilidade da matriz, conferindo maior maciez ao produto alimentício.

AGRADECIMENTOS

Agradecimento ao Laboratório de Biotecnologia Enzimática (LaBE) e ao Complexo de Centrais de Apoio à Pesquisa (COMCAP), pelo suporte técnico e infraestrutura disponibilizados com o apoio do CNPq e da FINEP.

REFERÊNCIAS

DE CARVALHO-GUIMARÃES, F. B. et al. A Review of Pickering Emulsions: Perspectives and Applications. **Pharmaceuticals**, v. 15, n. 11, p. 1413, 1 nov. 2022.

MANGOLIM, C. S. et al. Curcumin–β-cyclodextrin inclusion complex: Stability, solubility, characterisation by FT-IR, FT-Raman, X-ray diffraction and photoacoustic spectroscopy, and food application. **Food Chemistry**, v. 153, p. 361-370, jun. 2014.