



Características físico-químicas de emulsões de óleo de maracujá (*Passiflora edulis*) homogeneizadas com ultrassom-assistido

Cristyana P. Sena¹, Renata S. Silva¹, Tatiane P. de Souza², Edgar A. Sanches³, Pedro H. Campelo³.

Resumo

O conhecimento sobre as características físico-químicas de emulsões é essencial para se compreender sua estabilidade durante o armazenamento. Este trabalho tem como objetivo o estudo das propriedades físico-químicas de emulsões de óleo de maracujá utilizando isolado proteico de soro de leite (WPI) e homogeneizadas pela técnica de ultrassom-assistido. As emulsões foram preparadas com uma relação de 7:3 (água:sólidos), com os sólidos variando em uma relação (Óleo:WPI) de 1:5, 1:4, 1:3 e 1:2 e potência de ultrassom de 160 e 240 W. Foram realizadas análises de potencial zeta, tamanho de gotícula, PDI e microscopia óptica, avaliando estas características para emulsões frescas e após 4h. O potencial zeta confirmou que a estabilidade das emulsões se dá pelo mecanismo estérico. O tamanho de gotículas foi menor para emulsões com baixa concentração de óleo e alta energia de homogeneização. Macroscopicamente, não se observou desestabilização das emulsões. De um modo geral, as emulsões com baixa concentração de óleo e alta energia de homogeneização apresentaram melhores características físico-química, não variando significativamente seus valores. pode-se concluir que as emulsões de óleo de maracujá e isolado proteico de soro de leite, homogeneizados por ultrassom-assistido, apresentou características físico-químicas que podem minimizar danos ao óleo durante a secagem por *spray-dryer* na produção de encapsulados.

Palavras-Chave: *Passiflora edulis*, óleo vegetal, emulsão, ultrassom-assistido.

Physico-chemical characteristics of passion fruit oil emulsions (*Passiflora edulis*) homogenized with ultrasound-assisted. Knowledge of the physicochemical characteristics of emulsions is essential for understanding their stability during storage. The objective of this study was investigate the physico-chemical properties of passion fruit oil emulsions using whey protein isolate (WPI) and homogenized by the ultrasound-assisted. The emulsions were prepared in a ratio of 7:3 (water:solids), with the solids varying in a ratio (Oil:WPI) of 1: 5, 1: 4, 1: 3 and 1: 2 and ultrasound power of 160 and 240W. Zeta potential, droplet size, PDI and optical microscopy were evaluated, to fresh emulsions and after 4h. The zeta potential confirmed that the stability of the emulsions is given by the steric mechanism. Droplet size was lower for emulsions with low oil concentration and high homogenization energy. Macroscopically, there was no destabilization of the emulsions. In general, emulsions with low oil concentration and high homogenization energy presented better physico-chemical characteristics, not significantly varying their values. it can be concluded that emulsions of passion fruit oil and whey protein isolate, homogenized by ultrasound-assisted, presented physical-chemical characteristics that can minimize oil damage during spray-dryer drying in the production of encapsulates.

Key-words: *Passiflora edulis*, vegetable oil, emulsion, ultrasound-assisted.

¹ Graduando em Engenharia de Alimentos, Faculdade de Ciências Agrárias, Universidade Federal do Amazonas. Av. General Rodrigo Octavio Jordão Ramos, 6200, Manaus, AM. CEP 69077-000

² Professor Doutor, Faculdade de Ciências Agrárias, Universidade Federal do Amazonas. Av. General Rodrigo Octavio Jordão Ramos, 6200, Manaus, AM. CEP 69077-000

³ Professor Doutor, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Amazonas. Av. General Rodrigo Octavio Jordão Ramos, 6200, Manaus, AM. CEP 69077-000.



1. INTRODUÇÃO

A região Norte, principalmente o bioma amazônico, apresenta um grande potencial para o desenvolvimento de bioprodutos a partir de matérias primas regionais. Entre os produtos regionais com maior potencialidade econômica, pode-se destacar as frutas nativas, os óleos vegetais, os óleos essenciais, os corantes naturais, os fitomedicamentos, as resinas e as fibras (LYRIO et al., 2011).

O óleo de maracujá (*Passiflora edulis*) apresenta sua composição de ácidos graxos majoritariamente formada por ácido linoléico (68,8%), oléico (18,1%) e palmítico (12,1%) (FERRARI; COLUSSI; AYUB, 2004). A utilização de óleo vegetais em emulsões é de grande interesse da indústria, principalmente a alimentícia, agregando características sensoriais e nutricionais; e a de cosméticos, como ativo para hidratação da pele (BLOISE, 2003). Óleos com grande teor de ácido linoléico são recomendados para produtos farmacêuticos pois repõe os ácidos graxos perdidos durante a limpeza com sabonetes (BLOISE, 2003).

Emulsões podem ser classificadas como uma mistura de dois compostos imiscíveis a partir da utilização de uma substância emulsionante (MCCLEMENTS, 2005). Emulsões estáveis são aquelas que conseguem resistir a mudanças de suas características físico-químicas durante o armazenamento (DICKINSON; BERGENSTAHL, 2004).

Proteínas apresentam boas propriedades emulsificantes, podendo ser utilizadas na sua forma natural, ou modificadas através de processos químicos ou físicos. O isolado proteico de soro de leite (WPI) são amplamente utilizado em emulsões, com diversos estudos comprovando sua eficiência em estabilizar as soluções (CAMPELO et al., 2017a).

O processo de homogeneização por ultrassom é uma técnica inovadora no qual utiliza ondas ultrassônicas para reduzir o tamanho de gotículas e formar emulsões. Também, é uma técnica limpa, não poluidora e com alta rendimento energético (SILVA; ROSA; MEIRELES, 2015). Outros estudos confirmaram que a técnica de homogeneização por ultrassom-assistido permite a produção de emulsões mais finas e estáveis (CAMPELO et al., 2017a; FERNANDES et al., 2016; SILVA; ROSA; MEIRELES, 2015).

A partir disto, o estudo de estabilidade de emulsões é essencial para o desenvolvimento de produtos alimentícios e farmacêuticos. O objetivo deste trabalho é avaliar as características de emulsões de óleo de maracujá utilizando isolado proteico de soro de leite e tecnologia de homogeneização. Foi avaliado potencial zeta, tamanho de partícula, microscopia óptica e cremeação das emulsões logo após a homogeneização (0h) e após 4h. Este intervalo de tempo foi escolhido pois para produção de micropartículas por *spray-dryer*, é necessário um tempo mínimo de 4 horas para a secagem total da emulsão, garantindo assim que não haverá desestabilização ou separação de fases da emulsão.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Materiais

O óleo vegetal de maracujá (*Passiflora edulis*) foi doado pela empresa Amazon Oil (Ananindeua, Pará, Brasil) e o Isolado Proteico de Soro de Leite (WPI 9400) foi doado pela empresa Hilmar Ingredients (Estados Unidos).

2.2 Métodos

2.2.1 Preparação das emulsões

A Tabela 1 mostra o delineamento experimental das emulsões deste trabalho. Todas as emulsões foram preparadas na relação 7:3 (água/sólidos) sendo sólidos considerados o óleo e o material de parede. Os biopolímeros foram dissolvidos em água e deixados em repouso por 24 horas para total saturação do biopolímero. O óleo de maracujá foi adicionado, a solução homogeneizada manualmente e depois submetida a homogeneização através de ultrassom-assistido (Digital Sonifier 450, Branson Ultrasonic Corporation, EUA) por 2 min.

2.2.2 Potencial Zeta

A densidade de carga superficial (potencial zeta) das gotículas de óleo foi determinada por Espalhamento de Luz Eletroforético usando ZetaSizer Nano-ZS (Malvern Instruments Ltd., Worcestershire, Reino Unido). As emulsões foram diluídas em água Milli-Q (Millipore, Bedford, EUA) para 2,0% (v/v), de acordo com a faixa de detecção ótima do equipamento. As medidas foram realizadas em triplicatas a 25 °C (ROSA et al., 2016).

2.2.3 Medição do tamanho da gota

O diâmetro médio das gotículas foi determinado pela tecnologia dispersão dinâmica de luz (DLS) usando Zetasizer Nano ZS (Malvern Instruments, Reino Unido). As emulsões foram diluídas em água Milli-Q (Millipore, Bedford, EUA) para 2,0% (v / v), de acordo com o alcance de detecção ótima do equipamento. As medidas foram realizadas em triplicata (cada medida com 5 séries ou mais) a 25 °C (CAMPELO et al., 2017a).

Tabela 1 - Delineamento experimental das emulsões de óleo de maracujá.

| Tratamento | Potência do Ultrassom | Relação óleo/WPI |
|------------|-----------------------|------------------|
| 1 | 160W | 1:5 |
| 2 | | 1:4 |
| 3 | | 1:3 |
| 4 | | 1:2 |
| 5 | 240W | 1:5 |
| 6 | | 1:4 |
| 7 | | 1:3 |
| 8 | | 1:2 |

2.2.4 Microscopia óptica

A microscopia óptica foi realizada para avaliar os processos de desestabilização da emulsão em nível microestrutural. A análise foi realizada em um microscópio óptico Axio Scope A1, Carl Zeiss (Alemanha), com uma câmera de vídeo anexada. Para isso, uma alíquota de emulsão foi colocada em um tubo, coberta com uma tampa deslizante e examinada com um 100 × lente objetiva (CAMPELO et al., 2017b).

2.2.5 Análise estatística

Todos os tratamentos foram realizados em triplicata. Análise de variância (ANOVA) e o Teste de Tukey foram utilizados para avaliar diferença significativa entre os tratamentos ($p < 0,05$). Foi utilizado o software R para as análises estatísticas.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Potencial Zeta

A Tabela 2 mostra os valores de potencial zeta para as emulsões de óleo de maracujá. Emulsões são estabilizadas a partir de dois

mecanismos: o estérico, no qual a estabilidade das emulsões ocorre devido a adesão da molécula emulsionante na superfície do óleo; e a estabilidade eletroestérico no qual há repulsão das gotículas devido à alta carga superficial (SARI et al., 2015). Para se garantir que o mecanismo de estabilidade de emulsões é o eletroestérico, os valores de potencial zeta tem que ser maiores que $\pm 30\text{mV}$. Nota-se que as emulsões de óleo de maracujá apresentaram valores menores que -30mV , confirmando que a estabilidade se deve ao mecanismo estérico.

Também pode se observar uma redução dos valores de potencial zeta com o passar do tempo, que é extremamente comum nas emulsões, devido à baixa polaridade do óleo (CAMPELO et al., 2017a).

Tabela 2 - Potencial Zeta para emulsões de óleo de maracujá.

| Potência | Relação óleo:WPI | Potencial Zeta (mV) | |
|----------|------------------|---------------------|--------------------|
| | | 0 h | 4 h |
| 160W | 1:5 | $-20,1 \pm 0,6^a$ | $-20,88 \pm 0,2^b$ |
| | 1:4 | $-22,44 \pm 0,5^b$ | $-20,28 \pm 0,1^b$ |
| | 1:3 | $-21,2 \pm 0,2^b$ | $-21,33 \pm 0,1^b$ |
| | 1:2 | $-22,66 \pm 0,7^b$ | $-19,47 \pm 0,1^a$ |
| 240W | 1:5 | $-21,22 \pm 0,9^a$ | $-20,94 \pm 0,2^b$ |
| | 1:4 | $-21,23 \pm 0,4^a$ | $-20,7 \pm 0,2^b$ |
| | 1:3 | $-21,94 \pm 0,9^a$ | $-21,2 \pm 0,4^b$ |
| | 1:2 | $-23,56 \pm 0,7^b$ | $-21,06 \pm 0,1^b$ |

^{a,b} Letras iguais em uma mesma coluna não diferem significativamente ($p > 0,05$)

3.2 Tamanho de Gotículas e PDI

A Tabela 3 mostra os valores de tamanho de gotículas para as emulsões de óleo de maracujá. Nota-se que o aumento da potência do ultrassom, reduziu o tamanho das gotículas da emulsão, principalmente devido ao processo de homogeneização por ultrassom-assistido ser muito energético, favorecendo a quebra do óleo em gotículas menores devido as taxas de cisalhamento intensas (SILVA et al., 2016).

Outra observação importante é que para os tratamentos com maior concentração de óleo há um aumento do tamanho das gotículas durante o tempo. Existe uma tendência para o aumento do tamanho das gotículas de óleo em altas concentrações de óleo nas emulsões, uma vez que a quantidade de óleo é maior para uma quantidade

menor de emulsionante disponível para se ligar à superfície do óleo (CAMPELO et al., 2017a). Outros autores observaram o mesmo comportamento em estudos de emulsões com óleo de manjeriço (GARCIA; TONON; HUBINGER, 2012).

Tabela 3 - Tamanho de Gotículas para emulsões de óleo de maracujá.

| Potência | Relação óleo:WPI | Tamanho de Gotículas (μm) | |
|----------|------------------|--|------------------------------|
| | | 0 h | 4 h |
| 160W | 1:5 | 0,19 \pm 0,01 ^a | 0,22 \pm 0,01 ^a |
| | 1:4 | 0,20 \pm 0,02 ^a | 0,27 \pm 0,03 ^b |
| | 1:3 | 0,23 \pm 0,01 ^b | 0,25 \pm 0,01 ^b |
| | 1:2 | 0,23 \pm 0,01 ^b | 0,63 \pm 0,05 ^d |
| 240W | 1:5 | 0,20 \pm 0,01 ^a | 0,21 \pm 0,01 ^a |
| | 1:4 | 0,20 \pm 0,01 ^a | 0,21 \pm 0,03 ^a |
| | 1:3 | 0,21 \pm 0,01 ^a | 0,22 \pm 0,01 ^a |
| | 1:2 | 0,19 \pm 0,03 ^a | 0,35 \pm 0,06 ^c |

^{a,b} Letras iguais em uma mesma coluna não diferem significativamente ($p > 0,05$)

A relação do índice de polidispersão (PDI) e a potência do ultrassom e a concentração de óleo nas emulsões de óleo de maracujá é observado na Figura 1. O PDI está relacionado com o grau de uniformidade da distribuição do tamanho das gotículas. Ou seja, quanto menor o valor de PDI, mais homogênea é a distribuição dos tamanhos de gotículas (SILVA; ZABOT; MEIRELES, 2015). Nota-se que as emulsões frescas não apresentaram mudanças nos valores PDI tanto para a variação da potência do ultrassom, quanto para a concentração de óleo. Após as 4 horas de armazenamento, nota-se que o PDI aumenta gradativamente com o aumento da quantidade de óleo, em baixas potências de homogeneização. Isto pode ser explicado pelo baixo potencial zeta para as emulsões, favorecendo a coalescência de gotículas, formando um sistema com partículas de tamanho mais heterogêneo. Sistemas heterogêneos tem a tendência de desestabilizar as emulsões.

Outra observação importante é a manutenção dos baixos valores de PDI para emulsões homogeneizadas em 240W. Este comportamento também foi observado em estudos com óleo de urucum (SILVA; ZABOT;

MEIRELES, 2015) e óleo de laranja (HASHTJIN; ABBASI, 2015).

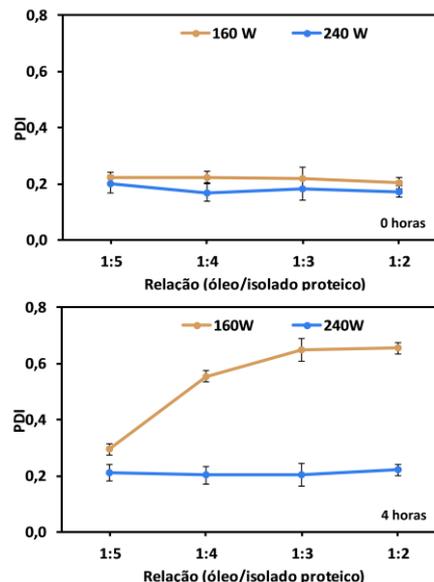


Figura 1 - Índice de Polidispersão (PDI) para as emulsões de óleo de maracujá.

1.1 Microscopia óptica

Nas imagens microscópicas (Figura 2) de emulsões de óleo de maracujá para a relação 1:5 (óleo:WPI), nota-se que o aumento da potência do ultrassom, reduz o tamanho das partículas, confirmado os dados observados para tamanho de gotículas. Também, nota-se que após 4 horas, há um aumento do tamanho médio das gotículas, devido a desestabilização do sistema.

Um aumento visual das gotículas também foi observado em estudo de emulsões com óleo essencial de limão com WPI (CAMPELO et al., 2017a).

3.4 Visual macroscópico

O aspecto visual das emulsões de maracujá na proporção 1:5 após 4 horas é mostrado na Figura 3. Nota-se que apesar da variação significativa das propriedades físico-químicas, macroscopicamente, as emulsões se mostraram homogêneas, não se observado nenhum processo de desestabilização como aglomeração, floculação, cremação ou separação de fases. Este comportamento é extremamente importante para secagem de emulsões em *spray-dryer* pois se quer que durante todo o processo de secagem, a emulsão não sofra desestabilização e não comprometendo a qualidade do óleo encapsulado.

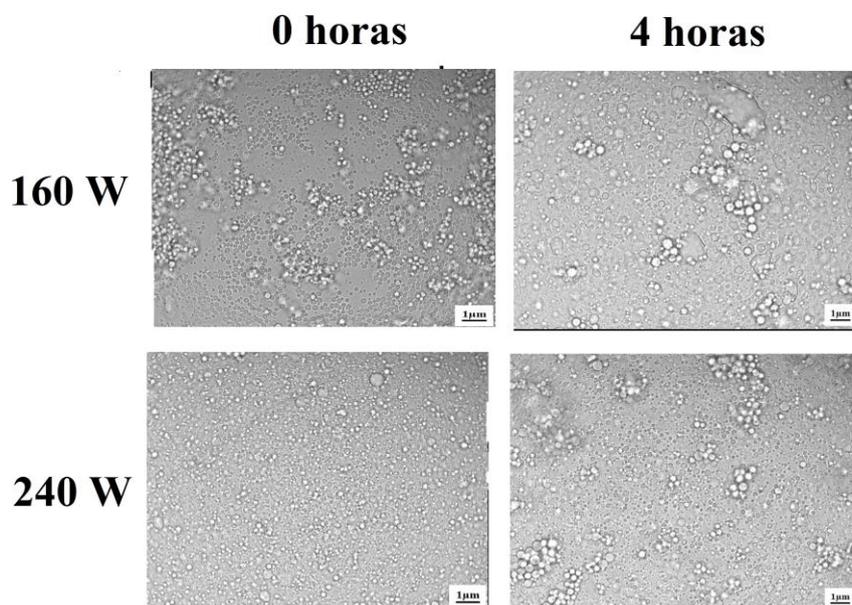


Figura 2 - Microscopia ótica das emulsões de óleo de maracujá 1:5 (óleo:WPI).

2. Conclusão

De um modo geral, as emulsões com baixa concentração de óleo e alta energia de homogeneização apresentaram melhores características físico-química, não variando significativamente seus valores. A partir do estudo neste trabalho, pode-se concluir que as emulsões de óleo de maracujá e isolado proteico de soro de leite, homogeneizados por ultrassom-assistido, apresentou características físico-químicas que podem minimizar danos ao óleo durante a secagem por *spray-dryer* na produção de encapsulados.



Figura 3 - Visual microscópico das emulsões de óleo de maracujá.

Divulgação

Este artigo é inédito e não está sendo considerado para qualquer outra publicação. O(s) autor(es) e revisores não relataram qualquer conflito de interesse durante a sua avaliação. Logo, a revista *Scientia Amazonia* detém os direitos autorais, tem a aprovação e a permissão dos autores para divulgação, deste artigo, por meio eletrônico.

Referências

- BLOISE, M. I. Óleos vegetais e especialidades da floresta amazônica. **Cosmetics & Toiletries (Ed. Port.)**, v. 15, n. 5, p. 46–49, 2003.
- CAMPELO, P. H. et al. Stability of lime essential oil emulsion prepared using biopolymers and ultrasound treatment. **International Journal of Food Properties**, p. 1–16, 8 mar. 2017a.
- CAMPELO, P. H. et al. Use of prebiotic carbohydrate as wall material on lime essential oil microparticles. **Journal of Microencapsulation**, p. 1–10, 24 ago. 2017b.
- DICKINSON, E.; BERGENSTAHL, B. **Food Colloids - Proteins, Lipids and Polysaccharides**. First ed. Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 2004.



FERNANDES, R. V. B. et al. Study of ultrasound-assisted emulsions on microencapsulation of ginger essential oil by spray drying. **Industrial Crops and Products**, v. 94, p. 413–423, 2016.

FERRARI, R. A.; COLUSSI, F.; AYUB, R. A. Characterization of by-products of passion fruit industrialization utilization of seeds. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 26, n. 1, p. 101–102, 2004.

GARCIA, L. C.; TONON, R. V.; HUBINGER, M. D. Effect of Homogenization Pressure and Oil Load on the Emulsion Properties and the Oil Retention of Microencapsulated Basil Essential Oil (Ocimum basilicum L.). **Drying Technology**, v. 30, n. 13, p. 1413–1421, out. 2012.

HASHTJIN, A. M.; ABBASI, S. Nano-emulsification of orange peel essential oil using sonication and native gums. **Food Hydrocolloids**, v. 44, p. 40–48, fev. 2015.

LYRIO, E. S. et al. Plant resources in biocosmetic: a new concept on beauty, health, and sustainability. **Natureza on line**, v. 9, p. 47–51, 2011.

MCCLEMENTS, D. J. **Food Emulsion: Principle,**

Practices, and Techniques. Second ed. Boca Raton: CRC Press, 2005.

ROSA, M. T. M. G. et al. Obtaining annatto seed oil miniemulsions by ultrasonication using aqueous extract from Brazilian ginseng roots as a biosurfactant. **Journal of Food Engineering**, v. 168, p. 68–78, jan. 2016.

SARI, T. P. et al. Preparation and characterization of nanoemulsion encapsulating curcumin. **Food Hydrocolloids**, v. 43, p. 540–546, jan. 2015.

SILVA, E. K. et al. Ultrasound-assisted encapsulation of annatto seed oil - Whey protein isolate versus modified starch. **Food Hydrocolloids**, v. 56, p. 71–83, 2016.

SILVA, E. K.; ROSA, M. T. M. G.; MEIRELES, M. A. A. Ultrasound-assisted formation of emulsions stabilized by biopolymers. **Current Opinion in Food Science**, v. 5, p. 50–59, 2015.

SILVA, E. K.; ZABOT, G. L.; MEIRELES, M. A. A. Ultrasound-assisted encapsulation of annatto seed oil: Retention and release of a bioactive compound with functional activities. **Food Research International**, v. 78, n. 2015, p. 159–168, 2015.