

DETERMINAÇÃO DA TEMPERATURA DE INVERSÃO DE FASES DO POLISSORBATO 80 PARA O PREPARO E CARACTERIZAÇÃO DE NANOEMULSÕES DE ÓLEOS ESSENCIAIS

Maria Eduarda S. Dias¹, Vanessa Cristina G. Camillo²

¹Graduanda em Licenciatura em Química, Bolsista PIBIFSP, IFSP, Câmpus Matão, souzadias.mariae@gmail.com

²Docente (Doutora em Química), IFSP, Câmpus Matão, vanessa@ifsp.edu.br
Área de conhecimento (Tabela CNPq): 1.06.01.03-1

Apresentado no

10º Congresso de Inovação, Ciência e Tecnologia do IFSP ou no 4º Congresso de Pós-Graduação do IFSP

27 e 28 de novembro de 2019- Sorocaba-SP, Brasil

RESUMO: O preparo de nanoemulsões é uma etapa importante na obtenção de embalagens ativas, pois permite a incorporação de novos compostos e funcionalidades nos filmes plásticos e nos recobrimentos. Os óleos essenciais destacam-se entre os compostos que vem sendo utilizados na obtenção de nanoemulsões para o preparo de tais filmes. O método de inversão de fases é um método muito utilizado no preparo de nanoemulsões devido a sua simplicidade e baixo custo. Este método faz uso de um tensoativo não iônico, no qual há uma alteração do balanço hidrofílico-lipofílico de acordo com a temperatura. Assim, este trabalho teve como objetivo inicial determinar a temperatura de inversão de fase do surfactante polissorbato 80 para depois utilizá-lo no preparo de nanoemulsões de óleo essencial de orégano em diferentes condições (% massa/massa de óleo e de surfactante em relação a água). Foi observado que as emulsões contendo 2% de surfactante (0,1, 0,2, 0,3 e 0,4% de óleo) e 5% de surfactante (0,25 e 0,50% de óleo), em relação á água, apresentam-se transparentes, caracterizando a presença de uma fase dispersa com tamanho menor que 100 nm. Tais nanoemulsões serão utilizadas para a incorporação de gelatina, visando sua futura utilização no preparo de filmes plásticos ativos.

PALAVRAS-CHAVE: nanoemulsões; temperatura de inversão de fases; polímeros; filmes bioativos; óleo essencial; tensoativo.

DETERMINATION OF POLYSORBATE 80 PHASE INVERSION TEMPERATURE FOR THE PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF ESSENTIAL OIL NANOEMULSIONS

ABSTRACT: The preparation of nanoemulsions is an important step in obtaining active packaging, as it allows the incorporation of new compounds and functionalities in plastic films and coatings. Essential oils stand out among the compounds that have been used to obtain nanoemulsions for the preparation of such plastic films. The preparation of nanoemulsions by the phase inversion method (PIT) has been widely used due to its simplicity and low cost. This method makes use of a nonionic surfactant, in which there is a change in hydrophilic-lipophilic balance (HLB) according to temperature. Thus, the objective of this work was to determine the phase inversion temperature of polysorbate 80 surfactant, and then to use it in the preparation of oregano essential oil nanoemulsions under different conditions (% mass / mass essential oil and surfactant in relation to water). Were observed that emulsions containing 2% of surfactant (0.1, 0.2, 0.3 and 0.4% of oil) and 5% of surfactant (0.25 and 0.50% of oil) in relation to water, are transparent, characterizing the presence of a dispersed phase smaller than 100 nm. Such emulsions will be used for gelatin incorporation, aiming at its future use in the preparation of active plastic films.

KEYWORDS: nanoemulsions; phase inversion temperature; polymers; bioactive films; essential oil; surfactant.

INTRODUÇÃO

O preparo de nanoemulsões é uma etapa importante na obtenção de embalagens ativas, pois permite a incorporação de novos compostos e funcionalidades nos filmes plásticos e nos recobrimentos. Os óleos essenciais destacam-se dentre os compostos que vem sendo utilizados na obtenção de nanoemulsões para o preparo de filmes plásticos biodegradáveis e bioativos.

De acordo com a literatura, as nanoemulsões podem ser preparadas por métodos de baixa e alta energia (apud MANSUR, C. R. E.; SOUZA, V. B.; SPINELLI, L. S.). Os métodos de baixa energia fazem uso da energia química armazenada no sistema, dentre eles o Método de Inversão de Fases (TIF) vem sendo muito utilizado devido a sua simplicidade e baixo custo. Neste método, utiliza-se tensoativos não-iônicos etoxilados como, por exemplo, os polissorbatos, nos quais há uma alteração do balanço hidrofílico-lipofílico (HBL). A afinidade relativa do tensoativo pela fase dispersa é alterada e controlada através da temperatura. Para que haja formação de emulsões estáveis de óleo/água (O/A) ou água/óleo (A/O), estas devem ser rapidamente resfriadas ou aquecidas para que o processo de emulsificação seja favorecido e apresente tamanhos de fase dispersa reduzidos. Assim, este trabalho teve como objetivo a determinação da temperatura de inversão de fase do polissorbato 80, para a posterior utilização do mesmo no preparo de nanoemulsões de óleos essenciais e polímeros naturais visando o preparo de filmes plásticos bioativos.

MATERIAL E MÉTODOS

Visando a determinação da temperatura de inversão de fase (TIF) do surfactante polissorbato 80, de nome comercial Tween 80, preparou-se sete soluções com as porcentagens de surfactante de 10,0 até 25,0% em massa em relação à água, variando-se a porcentagem de 2,5 em 2,5%. A TIF dessas soluções foram determinadas a partir da observação de alterações visuais (turvação) durante o aquecimento em banho de glicerina até a temperatura de 90°C. As temperaturas de início da turvação foram anotadas e, após a turvação, a solução era resfriada e a temperatura de desaparecimento da turvação era anotada. Esse processo foi realizado 5 vezes para cada solução. A TIF de cada solução foi determinada como o valor médio de temperatura entre o aparecimento e o desaparecimento da turvação. A TIF determinada nesta primeira etapa do trabalho foi utilizada para o preparo e a caracterização de emulsões de óleo essencial de orégano. Foram preparadas 10 emulsões divididas em dois grupos: emulsões contendo 2% de surfactante (0,1, 0,2, 0,3, 0,4 e 0,5% de óleo) e 5% de surfactante (0,25, 0,50, 0,75, 1,00 e 1,25% de óleo), calculadas em massa em relação à água. O volume total de água utilizado foi de 10 mL. As misturas preparadas foram aquecidas a 95°C por 5 minutos e agitadas na velocidade de 6 (chapa de aquecimento da Marqlabor). Depois, foram resfriadas lentamente sob agitação até 60°C, para verificar possíveis alterações visuais nos sistemas, e rapidamente até a temperatura ambiente. As misturas foram caracterizadas quanto a seus aspectos visuais, por micropia ótica e por espectroscopia de absorção no UV-vis em 600 nm (medida indireta da turbidez da amostra).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Segundo Jintapattanakit *et al.*, surfactantes não iônicos tem caráter hidrofílico em baixas temperaturas (emulsão O/A, aparência turva), a hidratação da cabeça polar diminui com o aumento da temperatura, resultando em uma diminuição da solubilidade em água e um aumento da solubilidade em óleo. Durante essa mudança de caráter hidrofílico para lipofílico existe um ponto chamado de temperatura de inversão de fase (TIF). Na TIF não existe hidroflicidade ou liofilicidade, ou seja, a solubilidade em água e óleo é igual. Nesse ponto o sistema é translúcido com reflexos azuis. Acima da TIF (+15 ou 20°C) o surfactante tem caráter lipofílico (emulsão A/O, aparência turva) (JINTAPATTANAKIT, A., 2018). Na **Tabela 1** podem ser observados os resultados dos 5 testes realizados para a determinação TIF do polissorbato 80.

Tabela 1. Determinação da TIF do polissorbato 80.

TIF (°C)/ medida	%Polissorbato 80 (m/m)						
	10,0	12,5	15,0	17,5	20,0	22,5	25,0
1	68,4	69,3	68,6	67,6	65,7	70,7	72,1
2	78	82,5	81,0	78,5	83,0	83,5	84,5
3	60	70,5	73,5	72,0	74,0	77,0	74,0
4	72,5	73,5	75	75,5	77,5	77,5	76,5

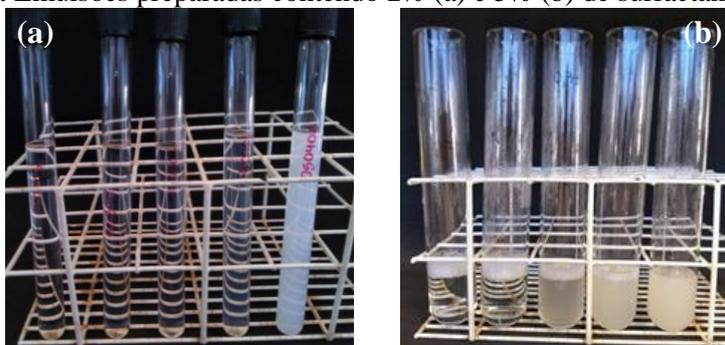
5	73	74,0	72	74,0	73,0	73,5	75,0
---	----	------	----	------	------	------	------

Fonte: Elaborada pela autora.

Assim, realizando os cálculos de média simples das TIFs de cada ensaio e em seguida a média simples desses valores, determinou-se que a TIF do surfactante polissorbato 80 é 74,2 °C.

As Figuras 1(a) e (b) apresentam fotos das emulsões preparadas utilizando 2 e 5% de surfactante, respectivamente. Nestas, a quantidade de óleo essencial de orégano (OE) foi aumentada de 0,1 até 0,5% para as emulsões contendo 2% de surfactante e de 0,25 até 1,25% para as emulsões contendo 5% de surfactante. Pode-se observar que as emulsões preparadas com 5% de surfactante e 0,75, 1,00 e 1,25 % de OE e a emulsão contendo 2% de surfactante e 0,5% de OE apresentaram-se visualmente turvas, e suas absorvâncias em 600 nm estavam acima de 0,5. As demais emulsões apresentaram absorvâncias menores do que 0,05. Segundo Jintapattanakit et al. a opacidade das amostras demonstra que a dispersão coloidal apresenta partículas da fase dispersa maiores que 1000 nm, já as amostras transparentes apresentam partículas da fase dispersa menores que 100 nm (JINTAPATTANAKIT, A.; 2018). Portanto, tais emulsões podem ser chamadas de nanoemulsões e, serão utilizadas na próxima etapa do trabalho para o preparo de nanoemulsões com gelatina visando a futura utilização em embalagens ativas.

Figura 1. Emulsões preparadas contendo 2% (a) e 5% (b) de surfactante Polissorbato 80.



Fonte: Elaborada pela autora.

CONCLUSÕES

Concluiu-se que a temperatura de inversão de fases para o polissorbato 80 é de 74,2 °C e que as emulsões preparadas com 2% de surfactante e 0,5% de óleo essencial de orégano são nanoemulsões, bem como as emulsões preparadas com 5% de surfactante e 0,75, 1,00 e 1,25% de óleo essencial. Tais resultados permitirão futuros testes visando a preparação de embalagens ativas.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de São Paulo – Campus Matão pela bolsa concedida.

REFERÊNCIAS

- JINTAPATTANAKIT, A. Preparation of nanoemulsions by phase inversion temperature (PIT) method. *Pharm Sci Asia* 2018; 45 (1), 1-12.
- MANSUR, C. R. E.; SOUZA, V. B.; SPINELLI, L. S. Avaliação da estabilidade de nanoemulsões óleo de laranja/água preparadas pelo método da temperatura de inversão de fases. **Instituto de Macromoléculas da UFRJ.**