



**CAROLINE CHRISTINA SILVA**

**ESTUDO DA ESTABILIZAÇÃO DE EMULSÕES ÓLEO EM  
ÁGUA**

**LAVRAS-MG  
2019**

**CAROLINE CHRISTINA SILVA**

**ESTUDO DA ESTABILIZAÇÃO DE EMULSÕES ÓLEO EM ÁGUA**

Trabalho de conclusão de curso apresentado à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Curso de Engenharia Química, para a obtenção do título de Bacharel.

Prof(a). Dr(a). Isabele Cristina Bicalho  
Orientadora

Prof(a). Dr(a). Iara Hernandez Rodriguez  
Coorientadora

**LAVRAS-MG  
2019**

CAROLINE CHRISTINA SILVA

ESTUDO DA ESTABILIZAÇÃO DE EMULSÕES ÓLEO EM ÁGUA  
STUDY OF OIL-IN-WATER EMULSION STABILIZATION

Trabalho de conclusão de curso apresentado à  
Universidade Federal de Lavras, como parte  
das exigências do Curso de Engenharia  
Química, para a obtenção do título de  
Bacharel.

APROVADA em 12 de dezembro de 2019.  
Dra. Isabele Cristina Bicalho UFLA  
Dra. Lidja Dahiane Menezes Santos Borél UFLA  
Dra. Renata de Aquino Brito Lima Corrêa UFLA



---

Prof(a). Dr(a). Isabele Cristina Bicalho  
Orientadora

Prof(a). Dr(a). Iara Hernandez Rodriguez  
Coorientadora

LAVRAS-MG  
2019

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço a minha orientadora, prof. Isabele Cristina Bicalho, a minha coorientadora, prof. Iara Hernandez Rodriguez, e à prof. Renata de Aquino Brito Lima Corrêa pela disponibilidade e atenção dispensada durante toda a realização do trabalho.

Agradeço também à professora Camila Silva Franco do Departamento de Recursos Hídricos e Saneamento da UFLA, que disponibilizou o equipamento utilizado para medição de turbidez.

Agradeço a minha família e amigos pela compreensão e apoio diários.

Por fim, agradeço a todos que contribuíram de alguma forma para que este trabalho fosse finalizado.

## RESUMO

Emulsões de óleo e água (O/A) são encontradas em diversas atividades industriais e domésticas, além de serem formadas pelo lançamento de óleo em corpos d' água, causando grande impacto ambiental e prejudicando o funcionamento das estações de tratamento de água. A destinação e tratamento adequado desses sistemas é etapa indispensável para atender às legislações ambientais. Além disso, o tratamento adequado desse tipo de emulsão pode possibilitar o reaproveitamento da água, utilizada em grandes quantidades em processos industriais. Com o objetivo de estudar o processo de formação e estabilidade das emulsões, foram preparadas emulsões O/A, utilizando-se óleo de soja como fase dispersa e detergente doméstico como tensoativo. Avaliou-se a influência do tempo de agitação (20, 35 e 50 minutos), concentração de óleo (0,5, 2, 3,5, e 5% (m/m)), e de detergente (20, 30, 50 e 70% (m/m)), sob a estabilidade das emulsões. Medidas de turbidez e análise visual foram utilizadas para verificar a estabilização das emulsões. Foi possível constatar que os tempos de agitação testados não influenciaram diretamente na estabilidade das emulsões. O aumento na quantidade de tensoativo e diminuição na quantidade de óleo, possibilitaram uma melhora na estabilidade. A presença de espuma na superfície do líquido mostrou grande importância na estabilização das emulsões. Aquelas com menos óleo e detergente e, possivelmente, menor viscosidade, tiveram mais espuma e menores valores de turbidez, além de apresentarem uma queda inicial nesses valores. Já as emulsões com mais detergente e óleo, e, possivelmente, mais viscosas, apresentaram espuma superficial após 20 minutos e um aumento de turbidez entre 0 e 20 minutos, seguido, na maioria delas, pela estabilização.

**Palavras-chave:** Emulsões O/A. Tensoativos. Óleo de soja.

## ABSTRACT

Oil and water (O/W) emulsions are found in various industrial and domestic activities, and are formed by the release of oil into water bodies, causing a great environmental impact and impairing the operation of water treatment plants. Proper disposal and treatment of these systems is an indispensable step to comply with environmental legislation. In addition, the proper treatment of this type of emulsion may allow the reuse of water, used in large quantities in industrial processes. In order to study the process of formation and stability of emulsions, O/W emulsions were prepared using soybean oil as a dispersed phase and household detergent as a surfactant. The influence of stirring time (20, 35 and 50 minutes), concentration of oil (0.5, 2, 3.5, and 5% (w/w)), and detergent (20, 30, 50 and 70% (w/w)) under the stability of the emulsions. Turbidity measurements and visual analysis were used to verify emulsion stabilization. It was found that the stirring times tested did not directly influence emulsion stability. The increase in the amount of surfactant and decrease in the amount of oil allowed an improvement in stability. The presence of foam on the liquid surface was of great importance in stabilizing emulsions. Those with less oil and detergent, and possibly lower viscosity, had more foam and lower turbidity values, and had an initial drop in these values. Already the emulsions with more detergent and oil, and possibly more viscous, showed superficial foam after 20 minutes and a turbidity increase between 0 and 20 minutes, followed in most of them by stabilization.

**Keywords:** O / W emulsions. Surfactants. Soy oil.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Substâncias presentes em alto teor no óleo de soja.....	10
Figura 2 - Estrutura molecular do LAS. ....	12
Figura 4 – Formação das micelas no interior das fases após a ocupação total das superfícies.	14
Figura 5 – Dupla camada elétrica sob as gotículas de óleo promovida por tensoativo aniônico. .....	15
Figura 6 – Estabilização do óleo disperso por impedimento estérico proporcionado por tensoativo não-iônico.....	15
Figura 7 – Mecanismos de desestabilização do sistema.....	16
Figura 8 – Princípio de funcionamento de um turbidímetro. ....	18
Figura 9 – Percentuais em massa de detergente e óleo e tempo de agitação utilizados na primeira etapa do experimento. ....	19
Figura 10 – Percentuais em massa de óleo e detergente e tempo de agitação utilizados na segunda etapa do experimento.....	20
Figura 11 – Turbidímetro utilizado nos experimentos. ....	21
Figura 12 – Viscosímetro Brookfield. ....	22
Figura 13 – Turbidez em função do tempo de repouso e fotografia das emulsões produzidas utilizando diferentes tempos de agitação, no tempo zero, para os testes com (a) 20%, (b) 30%, (c) 50% e (d) 70% de detergente e 2% de óleo. ....	23
Figura 14 – (a) Turbidez das emulsões ao longo do tempo para os testes com 2% de óleo e ..	24
(b) Fotografias das emulsões nos tempos de repouso 0 e 80 minutos.....	24
Figura 15 – Turbidez ao longo do tempo para as emulsões com 0,5% de óleo. ....	26
Figura 16 – Emulsões de 0,5% óleo, com (a) 20 e (b) 50% detergente ao longo do tempo.....	26
Figura 17 – Turbidez das emulsões ao longo do tempo para os testes com 2% de óleo. ....	27
Figura 18 - Emulsões com 2% de óleo, (a) 20 e (b) 50% de detergente ao longo do tempo. ..	28
Figura 19 – Turbidez ao longo do tempo para as emulsões com 3,5% de óleo. ....	29
Figura 20 - Emulsões 3,5% óleo, (a) 20 e (b) 50% detergente ao longo do tempo.....	29
Figura 21 - Turbidez ao longo do tempo para as emulsões com 5% de óleo. ....	31
Figura 22 - Fotos das emulsões 5% óleo, (a) 20 e (b) 50% detergente ao longo do tempo. ....	31
Figura 23 – Turbidez ao longo do tempo para 20% detergente.....	34
Figura 24 – Emulsões com 20% de detergente no tempo 0 min, com (a) 0,5% óleo, (b) 2% óleo, (c) 3,5% óleo e (d) 5% de óleo. ....	35
Figura 25 – Turbidez ao longo do tempo para emulsões com 50% detergente.....	37
Figura 26 – Emulsões com 50% de detergente e (a)0,5% detergente, (b) 2% detergente, (c) 3,5% detergente e (d) 5% detergente.....	37

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Turbidez média das emulsões com 0,5% de óleo.....	42
Tabela 2 – Turbidez média das emulsões com 2% de óleo.....	42
Tabela 3 - Turbidez média das emulsões com 3,5% de óleo.....	42
Tabela 4 - Turbidez média das emulsões com 5% de óleo.....	43

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>9</b>
<b>2</b>	<b>REFERENCIAL TEÓRICO .....</b>	<b>10</b>
<b>2.1</b>	<b>Óleos .....</b>	<b>10</b>
<b>2.1.1</b>	<b>Óleos vegetais.....</b>	<b>10</b>
<b>2.2</b>	<b>Emulsões.....</b>	<b>11</b>
<b>2.2.1</b>	<b>Tensoativos.....</b>	<b>11</b>
<b>2.2.1.1</b>	<b>Tensoativos em solução .....</b>	<b>13</b>
<b>2.2.2</b>	<b>Formação das emulsões.....</b>	<b>14</b>
<b>2.3</b>	<b>Estabilidade.....</b>	<b>15</b>
<b>2.4</b>	<b>Turbidez .....</b>	<b>17</b>
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>18</b>
<b>3.1</b>	<b>Preparo das emulsões .....</b>	<b>20</b>
<b>3.2</b>	<b>Estabilidade das emulsões.....</b>	<b>20</b>
<b>3.3</b>	<b>Viscosidade do óleo e do detergente.....</b>	<b>21</b>
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>22</b>
<b>4.1</b>	<b>Seleção do tempo de agitação e concentração de detergente.....</b>	<b>22</b>
<b>4.2</b>	<b>Estabilidade.....</b>	<b>25</b>
<b>4.2.1</b>	<b>Efeito da concentração de detergente .....</b>	<b>32</b>
<b>4.2.2</b>	<b>Efeito da concentração de óleo .....</b>	<b>34</b>
<b>5</b>	<b>CONCLUSÃO .....</b>	<b>38</b>
	<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>40</b>
	<b>APÊNDICE A .....</b>	<b>42</b>

## 1 INTRODUÇÃO

O óleo é uma substância com usos diversos, que vão desde a lubrificação de peças mecânicas até a alimentação humana. Se descartado inadequadamente, essa substância pode contaminar o meio ambiente, prejudicando o funcionamento adequado dos ciclos bioquímicos. Além disso, o óleo despejado diretamente no esgoto se acumula nos encanamentos, provocando entupimentos, e encarece e dificulta o funcionamento das estações de tratamento de água. Industrialmente, a presença de óleo muitas vezes impede o reaproveitamento da água, amplamente utilizada em inúmeros processos.

Na água, o óleo pode apresentar-se livre ou emulsionado. No primeiro caso, sua remoção é possível por processos comuns de separação gravitacional; quando emulsionado, a remoção por processos convencionais é pouco eficaz, pois o óleo está disperso na água sob a forma de gotículas estáveis. Essa estabilização se dá pela ação de um tensoativo, substância que promove a formação das emulsões por sua natureza anfifílica.

Na literatura são encontrados trabalhos nos quais são estudadas emulsões com diversos tipos de fase oleosa e tensoativo. Schons (2008), por exemplo, estudou a desestabilização de emulsões de ácido oleico em água, tendo alcançado a estabilização das mesmas utilizando detergente comercial como tensoativo; Streck (2013), obteve emulsões estáveis de óleo de soja em água utilizando uma mistura de Tween 80 e Span 80 como tensoativo; já Couto (2014), avaliou as emulsões de óleo de baru estabilizadas com goma arábica e quitosana. Assim como exemplificado, são encontrados estudos de emulsões com diversas combinações de fase oleosa e tensoativo, mas ainda há muito a ser explorado.

Sendo assim, o estudo de diferentes tipos de emulsão é importante para compreender seu processo de formação e possibilitar o desenvolvimento de métodos de separação capazes de remover óleo emulsionado em água. Este trabalho teve como objetivo realizar um estudo inicial sobre emulsões de óleo de soja em água, utilizando detergente como tensoativo. Esses insumos foram escolhidos por se tratarem de substâncias facilmente encontradas e que são diariamente descartadas, tendo uso doméstico e industrial. Foram avaliadas a estabilidade das emulsões utilizando medidas de turbidez e análise visual e também a influências das concentrações de óleo e de tensoativo.

## 2 REFERENCIAL TEÓRICO

### 2.1 Óleos

Óleos são substâncias insolúveis em água, líquidos a temperatura ambiente e formados principalmente por triglicerídeos (ésteres formados por glicerol e três ácidos graxos). Também podem conter, em menor quantidade, fosfolipídeos, mono e diglicerídeos, ácidos graxos livres, tocoferol, esteróis, proteínas e vitaminas (BRASIL, 2005; MORETTO; FETT, 1998).

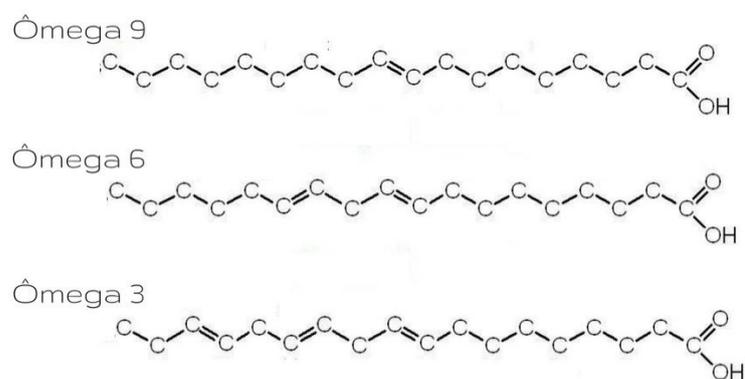
#### 2.1.1 Óleos vegetais

Os óleos vegetais são um dos principais produtos extraídos de plantas, sendo aproximadamente 2/3 do total produzido aplicados na fabricação de produtos alimentícios. Em geral, os ácidos graxos de óleos comestíveis possuem cadeia carbônica de 16 a 18 carbonos (REDA, 2007).

Os dois principais óleos vegetais processados e usados na indústria alimentícia são o óleo de soja e o óleo de palma. Seguem-se os óleos de canola, girassol e milho e em um terceiro grupo estão os óleos de algodão, amendoim e coco (REDA, 2007).

O óleo de soja é o mais utilizado no mundo, principalmente no setor alimentício. Apresenta alto teor de ácido linoléico (ômega 6), além de ácido oléico (ômega 9) e ácido linolênico (ômega 3), as moléculas dessas três substâncias estão representadas na Figura 1 (REDA, 2007).

Figura 1 – Substâncias presentes em alto teor no óleo de soja.



Fonte: Vhita (2018).

O óleo pode estar presente na água na forma livre, apresentando-se em gotas com diâmetro maior que 150  $\mu\text{m}$ , disperso, com gotas de diâmetro entre 50 e 150  $\mu\text{m}$ , emulsionado e solubilizado, casos nos quais as gotas apresentam diâmetro inferior a 50  $\mu\text{m}$ . Quando livre ou disperso, o óleo pode ser retirado da água por processos convencionais de separação gravitacional ainda que, quando disperso, a eficiência de separação dependa da distribuição de tamanhos de gotas e presença de agentes estabilizantes. Por outro lado, quando emulsionado ou suspenso, a separação por processos convencionais não é eficaz, pois o sistema apresenta-se estável. Desse modo, é necessária a aplicação de processos de filtração e flotação com a adição de agentes desestabilizantes (SCHONS, 2008).

## 2.2 Emulsões

As emulsões são formadas por dois líquidos imiscíveis, estando um disperso no outro sob a forma de gotículas que, em geral, variam de 0,1 a 10  $\mu\text{m}$ . A fase dispersa, denominada descontínua ou interna, é estabilizada na outra fase líquida, denominada contínua ou externa, pela ação de um tensoativo, que age como emulsificante. As emulsões de um líquido orgânico (óleo) em solução aquosa são indicadas pelo símbolo O/A e as de soluções aquosas em líquidos orgânico por A/O (DALTIM, 2011; IUPAC, 2002; ZANON, 2010).

### 2.2.1 Tensoativos

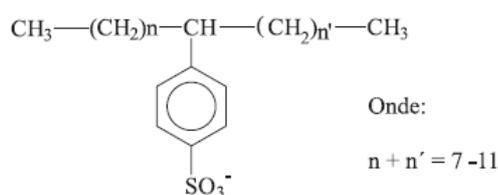
Os tensoativos ou surfactantes são compostos anfifílicos, caracterizados pela presença de uma parte polar, solúvel em água, denominada hidrofílica, e uma parte apolar, insolúvel em água, denominada lipofílica ou hidrofóbica. A estrutura dos surfactantes pode ser representada genericamente por R-X, sendo R uma cadeia carbônica de 8 a 18 átomos (linear, ramificada ou com partes cíclicas) e X o grupo cabeça (polar ou iônico). Os tensoativos são comumente classificados com base no seu grupo polar em aniônicos, catiônicos e não iônicos (DALTIM, 2011; SILVA, 2015).

Os tensoativos catiônicos são caracterizados pela formação de carga positiva na parte polar, decorrente da dissociação em solução aquosa. Apresentam a fórmula geral  $R_nX_m^+Y_m^-$ , sendo R a parte hidrofóbica, X um ou mais elementos responsáveis por formar a estrutura catiônica e Y um contraíon. Existe menor disponibilidade de tensoativos catiônicos que de aniônicos no mercado; quase a totalidade desse tipo de tensoativo vendido no Brasil tem, em sua estrutura, o nitrogênio quaternário, obtido a partir de aminas primárias ou secundárias. São

exemplos de tensoativos catiônicos, o brometo de cetiltrimetil amônio e o cloreto de benzalcônio (DALTIM, 2011; SILVA, 2015).

Nos tensoativos aniônicos, a dissociação do contraíon em solução aquosa promove a formação de uma carga negativa na molécula. Os grupos polares aniônicos mais comuns são: carboxilato, sulfato, sulfonato e fosfato, podendo ainda estar associados a cadeias polioxietilênicas, como no alquil éter sulfato. Os contraíons mais comuns são sódio, potássio, amônio e cálcio. Dentre os tensoativos aniônicos mais utilizados está o linear alquilbenzeno sulfonato (LAS), presente na formulação de detergentes de uso doméstico e industrial, concentrados emulsionáveis de uso agrícola, dispersões de pigmentos e emulsões em tintas. A Figura 2 mostra a molécula do LAS, constituído de uma mistura de homólogos e isômeros de posição de cadeias alquiladas lineares variando de C<sub>10</sub> a C<sub>16</sub> com predominância de C<sub>10</sub> a C<sub>13</sub> (DALTIM, 2011; PENTEADO, 2005).

Figura 2 - Estrutura molecular do LAS.



Fonte: Penteado (2005).

Nos detergentes, o LAS atua como tensoativo primário, tendo como função a redução da tensão superficial da água, propiciando uma melhor ação na remoção da sujidade. Ele é auxiliado por tensoativos secundários, que podem ser álcoois graxo etoxilados, aminas graxas etoxiladas, entre outros. Além desses compostos, os detergentes contêm coadjuvantes que agem como alcalinizantes, acidificantes ou neutralizantes, dos quais são exemplos a soda cáustica e o carbonato, sequestrantes (fosfonatos, EDTA e ácido cítrico), conservantes (álcoois, aldeídos e cetona), espessantes (cloreto de sódio, carboximetil celulose, goma xantana), além de atributos estéticos, como fragrâncias e corantes (AMARAL, 2007).

Os tensoativos não iônicos são derivados do polioxietileno e polioxipropileno (de compostos com alquil fenol e álcool, ésteres de ácidos graxos, alquilaminas, amidas e mercaptanas) ou polialcoois, ésteres de carboidratos, amidas de álcoois graxos e óxidos de amidas graxas. Por serem compatíveis com todos os outros tipos de tensoativos, os do tipo não iônico são muito utilizados em associação a outros em formulações complexas, sendo comum encontrá-los em diversos tipos de produtos de uso doméstico e industrial. Nessa classe, os mais

comuns são os tensoativos etoxilados, que têm o grupo hidrofílico composto por uma cadeia de moléculas de óxidos de eteno polimerizada (polioxietylênica) fixada à porção apolar (DALTIN, 2012; SILVA, 2015).

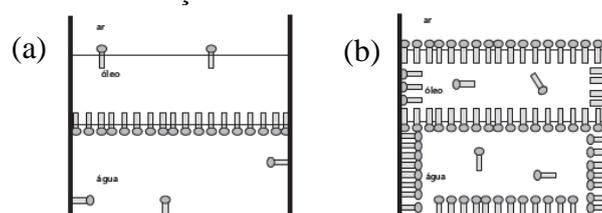
Além desses três grupos principais, há também os tensoativos anfóteros, que se comportam como aniônicos ou catiônicos de acordo com o pH, e os zwitteriônicos, que têm grupos polares aniônicos e catiônicos na mesma molécula. Os primeiros, em geral, podem ser utilizados em conjunto com tensoativos de todas as outras classes, sendo pouco aplicados devido ao custo elevado; são exemplos o 3-(dodecildimetil amônio) propano-1-sulfato (SB-12) e as cocoamidopropilbetaínas (DALTIN, 2011; SILVA, 2015).

### 2.2.1.1 Tensoativos em solução

Devido à presença simultânea das partes hidrofílica e lipofílica na molécula de um tensoativo ele nunca atinge estabilidade completa quando em meio polar (água) ou apolar (óleo). Assim, quando o tensoativo é adicionado a um sistema com as fases aquosa e oleosa suas moléculas tendem a migrar para interface óleo-água, posicionando-se perpendicularmente à superfície, com a parte apolar solubilizada na fase oleosa e a polar na fase aquosa. Dessa maneira, as moléculas de tensoativo se estabilizam, fixando-se na interface, pois para retornar ao interior de qualquer uma das fases, seria necessária energia para superar a instabilidade gerada pela porção pouco solúvel (FIGURA 3a).

Com a adição de mais tensoativo, a interface óleo-água, passa a ser completamente ocupada e as moléculas tendem a migrar para outras superfícies que podem melhorar a estabilidade, como líquido-ar e líquido-sólido. Completando-se o espaço disponível nessas superfícies, a concentração de tensoativo no seio das fases começa a aumentar, devido ao esgotamento das opções de estabilização superficial (FIGURA 3b).

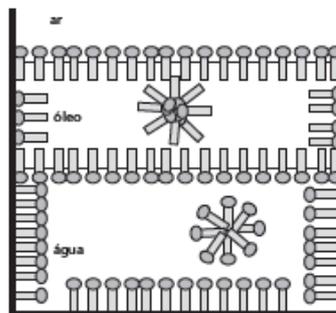
Figura 3 - Representação de um béquer com óleo e água no qual adicionou-se tensoativo: (a) Moléculas de tensoativo se estabilizam nas superfícies óleo-água, líquido-ar e líquido-sólido. (b) Superfícies totalmente ocupadas levam ao aumento da concentração do tensoativo no seio das soluções



Fonte: Daltin (2011).

Com o aumento da quantidade de tensoativo imersa nas fases aumenta-se também a chance de encontro entre as moléculas; se esse encontro promover o contato entre as partes pouco solúveis no meio em que estiver imersa (porção lipofílica na fase aquosa e porção hidrofílica na fase oleosa), há uma tendência de essas moléculas se agruparem, pois apresentam afinidade entre si. À medida que mais moléculas vão se aglomerando, forma-se uma estrutura organizada pela proximidade das partes afins e exposição da porção solúvel na fase na qual está imersa. Por apresentarem maior estabilidade que as moléculas de tensoativo livres, essas estruturas vão se associando e organizando espontaneamente, formando micelas, como representado na Figura 4 (DALTIM, 2011; MANIASSO, 2001).

Figura 4 – Formação das micelas no interior das fases após a ocupação total das superfícies.



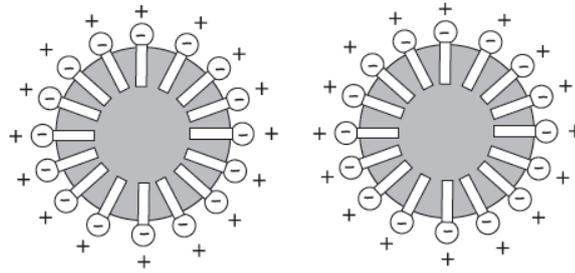
Fonte: Daltin (2011).

### 2.2.2 Formação das emulsões

Agitando-se óleo e água na presença de um tensoativo acima da concentração micelar crítica (CMC), gotículas de óleo são dispersas na água, formando novas superfícies óleo-água que, por oferecem melhor estabilização, são ocupadas pelas moléculas de tensoativo, inicialmente nas micelas em solução. Com isso, há uma redução na quantidade de micelas e a formação de uma camada de tensoativo sobre a superfície de cada gotícula.

A presença das moléculas de tensoativo nas gotículas modifica sua superfície. Caso o tensoativo seja aniônico, a gotícula adquire carga negativa, atraindo moléculas de água e contraíons de carga positiva em solução. Assim, forma-se uma dupla camada elétrica em torno das gotículas, que, por apresentarem cargas eletrostáticas de mesmo sinal, repelem-se. Isso impossibilita a aproximação entre as gotículas, que permanecem estáveis e separadas (FIGURA 5), o que diminui a chance de coalescência.

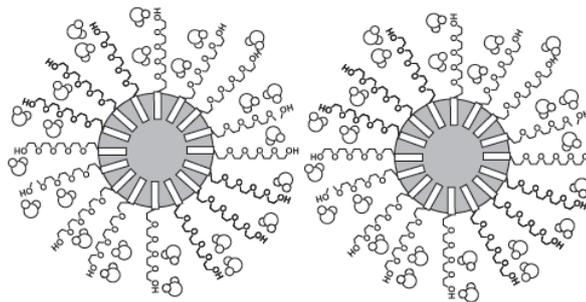
Figura 5 – Dupla camada elétrica sob as gotículas de óleo promovida por tensoativo aniônico.



Fonte: Daltin (2011).

No caso dos tensoativos não iônicos, não há a formação da dupla camada elétrica, as gotículas são estabilizadas por impedimento estérico. As partes polares desse tipo de tensoativo são bastante longas, o que dificulta a aproximação de outras gotículas, já que o espaço em torno das mesmas é quase completamente ocupado pelo tensoativo, como mostrado na Figura 6.

Figura 6 – Estabilização do óleo disperso por impedimento estérico proporcionado por tensoativo não-iônico.



Fonte: Daltin (2011).

### 2.3 Estabilidade

A estabilidade das emulsões está relacionada ao tempo necessário para início da separação de fases, que ocorre mesmo em presença do surfactante. Neste período, a emulsão ainda apresenta as propriedades e características observadas no momento de sua produção.

A instabilidade física do sistema pode ser observada através do surgimento dos seguintes fenômenos (TOPAN, 2012):

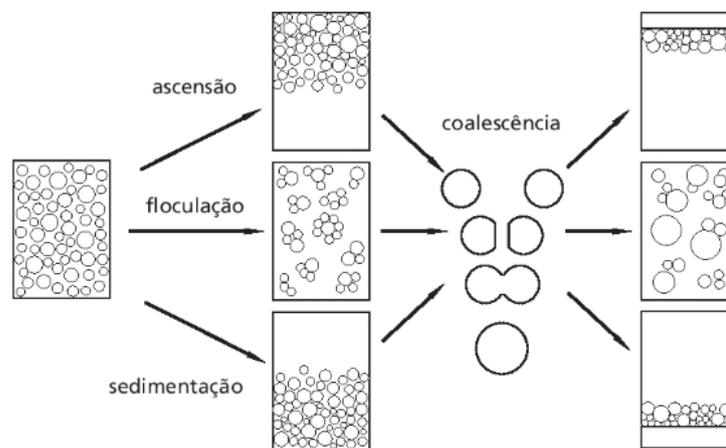
- ascensão ou sedimentação: gotículas da fase interna tendem a se separar da fase externa pela ação da gravidade migrando para parte superior, sendo chamada de ascensão (ou cremação), ou inferior, sedimentação, o que decorre da diferença de densidade entre as fases;

- **floculação**: consiste na agregação reversível da fase dispersa, decorrente das forças de atração de Van der Waals;

- **coalescência**: aproximação e junção das gotículas da fase interna, formando gotículas cada vez maiores que levam a separação irreversível das fases.

A Figura 7 mostra como essas instabilidades ocorrem em solução.

Figura 7 – Mecanismos de desestabilização do sistema.



Fonte: Daltin (2011).

Normalmente, a melhor estabilização de uma emulsão ocorre pela soma dos efeitos eletrostático e estérico, sendo essa a razão da utilização de misturas de tensoativos aniônicos e não iônicos em emulsões.

Ainda que haja a repulsão das gotículas pela presença do tensoativo em sua superfície, seja pelo efeito eletrostático ou estérico, há a possibilidade da coalescência ocorrer. No caso do tensoativo aniônico, há uma repulsão entre suas moléculas na superfície óleo-água que não permite que elas estejam muito próximas, o que cria espaços vazios; caso as gotículas se aproximem com força suficiente, que pode ser resultado de agitação ou bombeamento da emulsão, por exemplo, as moléculas de tensoativo tendem a se deslocar, de modo a alcançar a parte sem tensões na superfície da gotícula, o que abre um espaço sem proteção que pode facilitar a coalescência entre duas gotículas (DALTIM, 2011).

A velocidade de coalescência está relacionada à diferença de densidade entre as fases, viscosidade das fases e tensão interfacial entre elas. Para que uma emulsão permaneça estável

por períodos maiores de tempo, deve-se evitar a coalescência das gotículas, utilizar fases com densidades próximas e aumentar a viscosidade da fase contínua. Além disso, é importante promover a redução da tensão interfacial, de modo a diminuir o tamanho das gotículas sem dispor de grande quantidade de energia (DALVIN, 2011).

## **2.4 Turbidez**

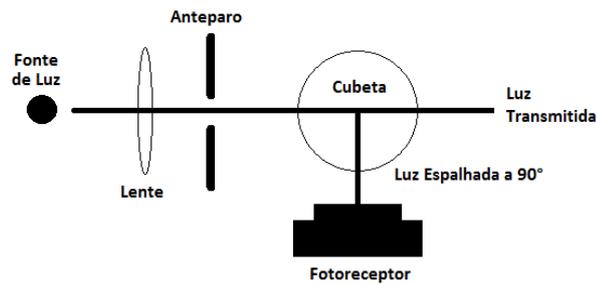
A turbidez refere-se à concentração de partículas suspensas e coloidais presentes no líquido, sendo um dos padrões de potabilidade nacional e internacional. Em geral, a turbidez das águas naturais decorre da presença de fragmentos de argila, silte, plâncton, microrganismos, e matéria orgânica e inorgânica particulada. Devido a simplicidade, rapidez de determinação e menor custo, quando comparado a outros métodos, a turbidez é um parâmetro de monitoramento de afluentes e efluentes de praticamente todas as estações de tratamento de água (LIBÂNIO, 2003).

A turbidez da água bruta tem grande importância nas estações de tratamento, pois é um dos principais parâmetros utilizados para selecionar a tecnologia a ser utilizada para remoção de contaminantes. Valores elevados de turbidez de origem orgânica podem proteger microrganismos dos efeitos da desinfecção e estimular o crescimento bacteriano no sistema de distribuição. Assim, é necessário que a turbidez apresente valores menores que 1 UNT para uma desinfecção eficiente (HELLER, 2010).

A turbidez está relacionada à inferência da concentração de partículas suspensas na água, verificada pela passagem de um feixe de luz através da amostra. Ou seja, é a expressão numérica da propriedade óptica que promove a dispersão ou absorção da luz em prejuízo de sua transmissão em linha reta através da amostra. Ela é expressa por meio de unidades de turbidez (uT), também denominadas unidades nefelométricas de turbidez (UNT) (LIBÂNIO, 2003).

Em termos gerais, os equipamentos de determinação nefelométrica de turbidez funcionam com um fotorreceptor disposto a um determinado ângulo em relação ao raio de luz incidente, que detecta a luz refletida pelas partículas suspensas e coloidais; essa luz é convertida em sinal elétrico e registrada no painel (FIGURA 8). Para o ângulo de 90°, o equipamento denomina-se nefelômetro ou turbidímetro, e a técnica de determinação nefelometria (LIBÂNIO, 2003).

Figura 8 – Princípio de funcionamento de um turbidímetro.



Fonte: Splabor (2016).

Assim como as características das partículas suspensas, o comprimento de onda da luz incidente interfere na transmitância da luz e, portanto, no valor de turbidez. Sendo assim, são várias as características do equipamento, como tipo de lâmpada, as lentes e orientação da fonte de luz, que podem fazer com que valores de turbidez medidos em diferentes equipamentos não sejam concordantes (LIBÂNIO, 2003).

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

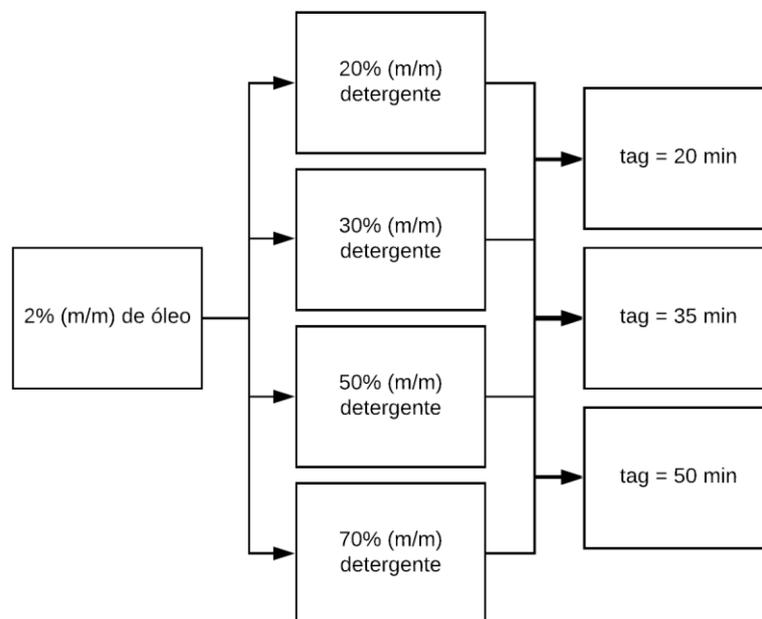
Para o preparo das emulsões de óleo em água, foram selecionados o óleo de soja como fase interna e o detergente como tensoativo. Experimentos foram realizados no Laboratório de Processos de Separações Mecânicas (LPSM) da Universidade Federal de Lavras, utilizando os seguintes itens:

- béqueres de 250 mL;
- agitador mecânico da Fisatom;
- seringa de 10 mL;
- balança;
- pipeta com pipetador;
- pipeta de Pasteur;

- turbidímetro modelo TD-300 da Instrutherm;
- água deionizada;
- óleo de soja da marca ABC;
- detergente neutro da marca Ypê.

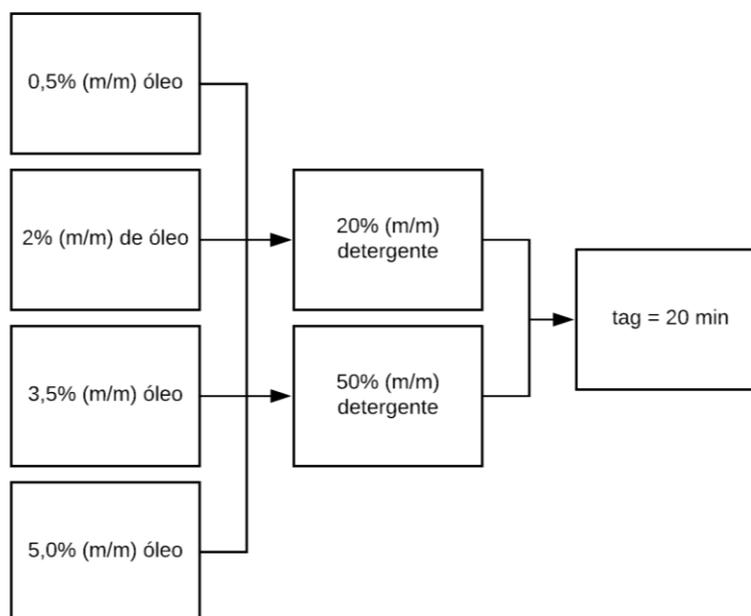
Em uma etapa inicial, foram realizados testes para definição do tempo de agitação e proporções de detergente a serem utilizados. Com os resultados obtidos, foram selecionadas as quantidades de detergente, de óleo e os tempos de agitação. Na etapa posterior, foram preparadas emulsões com os valores selecionados de modo a possibilitar a avaliação do efeito das concentrações de detergente e de óleo sobre a estabilidade das emulsões. Foram realizados 12 testes na primeira etapa e 8 na segunda, com os percentuais em massa de óleo e detergente e o tempo de agitação (tag) mostrados nas Figuras 9 e 10.

Figura 9 – Percentuais em massa de detergente e óleo e tempo de agitação utilizados na primeira etapa do experimento.



Fonte: Do autor (2019).

Figura 10 – Percentuais em massa de óleo e detergente e tempo de agitação utilizados na segunda etapa do experimento.



Fonte: Do autor (2019).

Em ambas as etapas a preparação das emulsões e a avaliação da estabilidade foram realizadas como descrito a seguir.

### 3.1 Preparo das emulsões

Primeiramente foram pesadas as quantidades determinadas de detergente e água em béqueres separados. Após isso, foi determinado o volume correspondente à massa de óleo requerida, utilizando uma pipeta.

Com isso feito, a água foi adicionada ao detergente e essa mistura foi levada ao agitador, que foi acionado, com nível 6,5 (correspondente a uma rotação de 1976 rpm), mantido constante durante todos os testes. Assim, com a água e detergente já sob agitação, pipetou-se o óleo de soja e adicionou-se o volume determinado à mistura. Decorrido o tempo predefinido a agitação foi finalizada.

### 3.2 Estabilidade das emulsões

A estabilidade das emulsões foi verificada por análise visual e medidas de turbidez, realizadas com o turbidímetro mostrado na Figura 11. Nessa etapa, depois de finalizada a

agitação, retirou-se, com uma seringa, uma alíquota de 10 mL da mistura, que foi adicionada a uma cubeta. Essa cubeta era, então, posicionada no interior do equipamento que mostrava a turbidez no visor. Para cada medição realizada também era feita uma fotografia do béquer com a emulsão de modo a permitir a análise posterior.

As coletas das amostras e medidas de turbidez foram realizadas a cada 20 minutos, por um período de 2 horas. Todos os testes foram realizados em triplicata.

Figura 11 – Turbidímetro utilizado nos experimentos.



Fonte: Do autor (2019).

### 3.3 Viscosidade do óleo e do detergente

Para caracterizar o óleo e o detergente utilizados eles tiveram sua viscosidade medida no viscosímetro de Brookfield (FIGURA 12). As medidas foram realizadas com as rotações de 6, 12, 30 e 60 rpm. Para o detergente, a viscosidade obtida foi de 346 mPa.s e para o óleo, a viscosidade obtida foi de 36 mPa.s.

Figura 12 – Viscosímetro Brookfield.



Fonte: Do autor (2019).

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A estabilidade das emulsões será avaliada a partir dos dados de turbidez e análise visual. Serão verificados ainda o efeito do percentual de detergente e óleo sobre o comportamento das emulsões ao longo do tempo.

Em todos os gráficos que se seguem, são apresentados as médias das réplicas realizadas, com as barras de erros indicando o desvio-padrão.

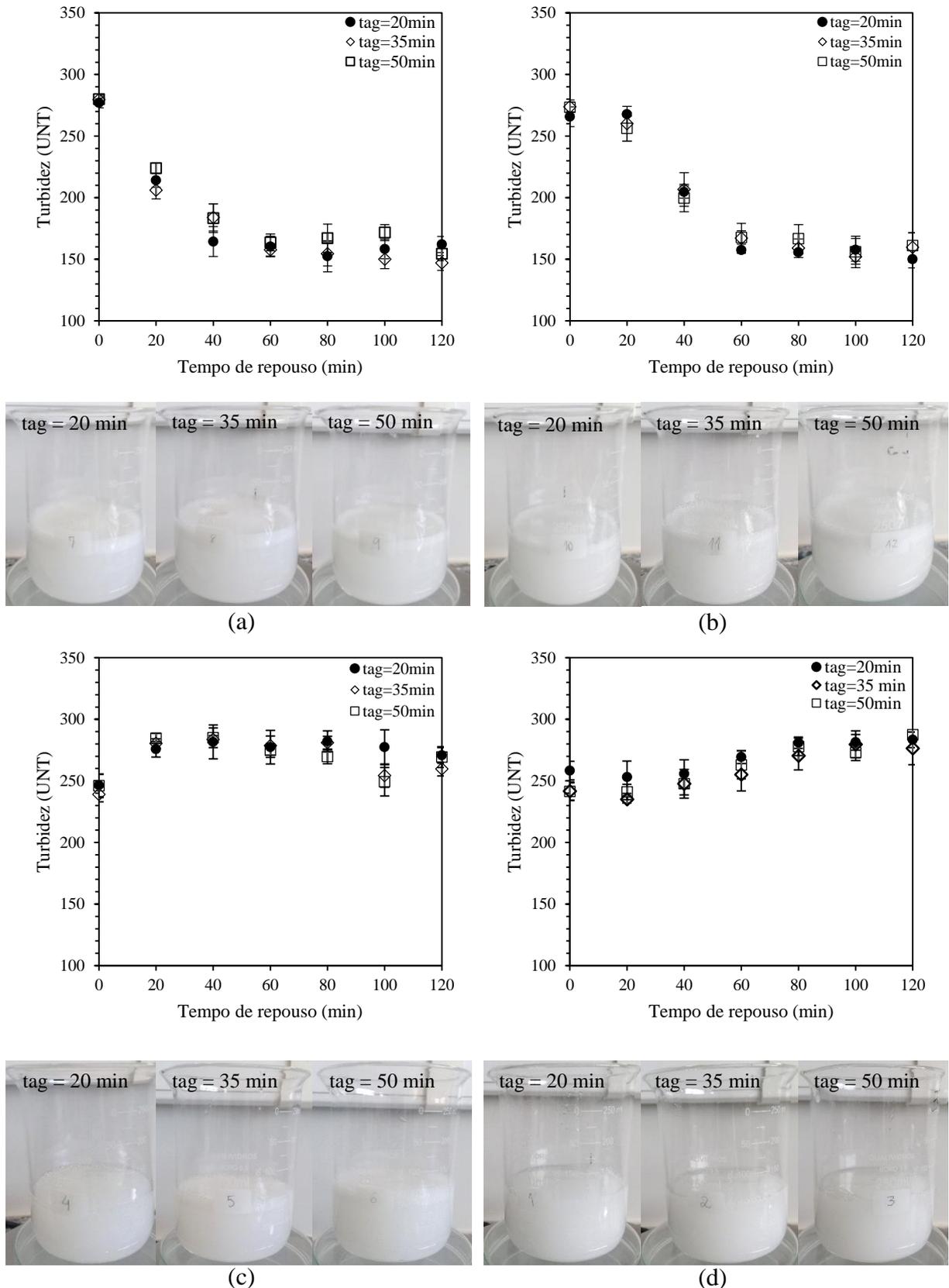
### 4.1 Seleção do tempo de agitação e concentração de detergente

Inicialmente foram preparadas emulsões com tempos de agitação 20, 35 e 50 minutos, fixando-se os percentuais de detergente em 20, 30, 50 ou 70% (m/m), e de óleo em 2% (m/m).

Com os dados de turbidez ao longo do tempo de repouso das emulsões preparadas com diferentes tempos de agitação, foram construídos os quatro gráficos mostrados na Figura 13, cada um referente a uma concentração de detergente e seguido pela fotografia das emulsões com 20, 35 e 50 minutos de agitação, no tempo zero.

Nessa figura é possível notar que, em cada um dos gráficos, as três curvas apresentam os mesmos valores de turbidez, considerando-se os desvios-padrão, o que indica que os tempos de agitação testados não tiveram influência considerável. Também não foi possível verificar visualmente diferença no aspecto dessas emulsões ao longo dos 120 minutos de experimento, como exemplificado pelas fotografias abaixo dos gráficos, no mesmo tempo de repouso ( $t = 0$ ).

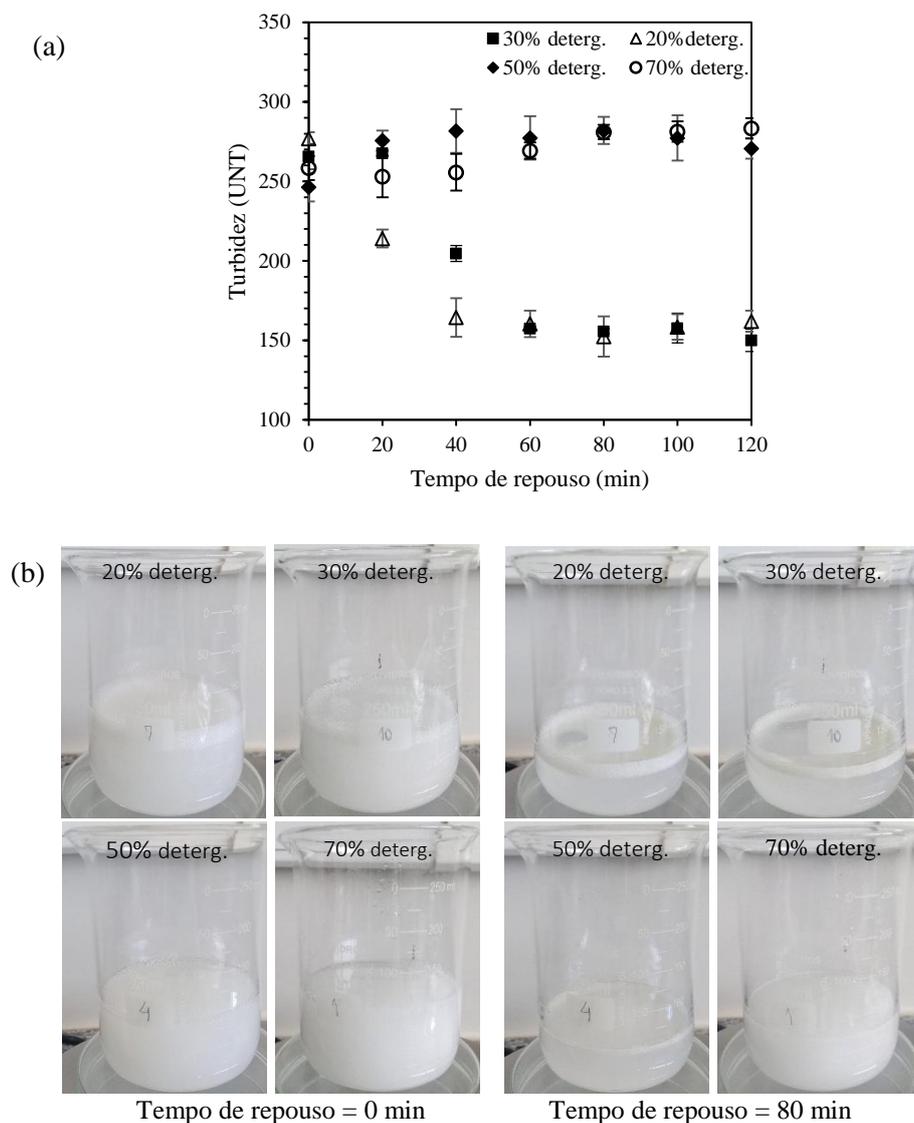
Figura 13 – Turbidez em função do tempo de repouso e fotografia das emulsões produzidas utilizando diferentes tempos de agitação, no tempo zero, para os testes com (a) 20%, (b) 30%, (c) 50% e (d) 70% de detergente e 2% de óleo.



Fonte: Do autor (2019).

Esses primeiros testes realizados foram ainda utilizados para verificar em quais concentrações de detergente seriam obtidas diferenças significativas na turbidez das emulsões. Essa análise pode ser feita a partir da Figura 14 na qual estão o gráfico de turbidez ao longo do tempo para as emulsões preparadas com 20 minutos de agitação, 2% de óleo e 20, 30, 50 e 70% de detergente e as fotografias correspondentes, em dois tempos de repouso fixos. Nota-se que as curvas com os dados das emulsões com 20 e 30% apresentam comportamento semelhantes e, durante a maior parte do tempo avaliado, valores de turbidez iguais; a semelhança visual também pôde ser verificada, como mostrado na Figura 14-(b) para 0 e 80 minutos de repouso. O mesmo é válido para as curvas referentes a 50 e 70% de detergente.

Figura 14 – (a) Turbidez das emulsões ao longo do tempo para os testes com 2% de óleo e  
(b) Fotografias das emulsões nos tempos de repouso 0 e 80 minutos.



Fonte: Do autor (2019)

Assim, como os tempos de agitação considerados não influenciaram significativamente na turbidez das emulsões, definiu-se para os testes posteriores o menor tempo de agitação, 20 minutos, o qual gera menor gasto de energia. Com relação ao percentual de detergente, como praticamente não houve distinção entre as curvas com 20 e 30%, e 50 e 70% de detergente, os testes subsequentes foram realizados com 50 e 20%, já que essas foram as menores quantidades dentre as quais se observa clara diferença no emulsionamento, proporcionando menor gasto de insumos.

## 4.2 Estabilidade

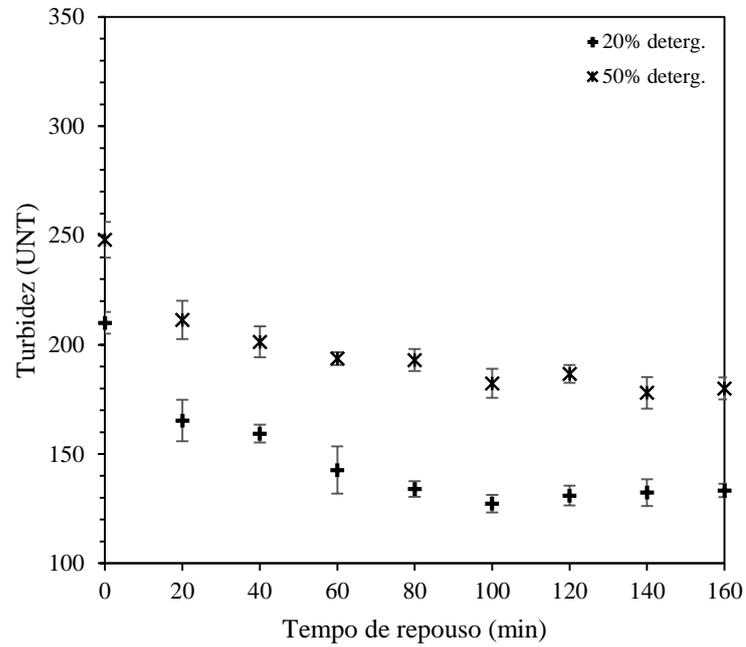
A seguir serão apresentados os dados de turbidez ao longo do tempo de repouso em gráficos e as fotografias obtidas durante o experimento, para as concentrações de óleo de 0,5, 2, 3,5 e 5%, variando-se, para cada uma dessas quantidades, o percentual de detergente em 20 e 50%. Os valores médios de turbidez e os desvios-padrão de todos os testes estão no Apêndice A.

Na Figura 15, nos testes com 0,5% de óleo, verifica-se que para as duas concentrações de detergente há uma queda na turbidez por aproximadamente 80 minutos, seguida pela manutenção desse valor pelos próximos 40 minutos avaliados. A mudança nas emulsões com 20 e 50% de detergente ao longo do tempo também pode ser notada visualmente na Figura 16-(a) e (b), através da diminuição da opacidade do líquido, entre os tempos 0 e 40 minutos.

Já entre 40 e 80 minutos, apesar da diminuição da turbidez verificada no gráfico, não é possível verificar alterações no aspecto de nenhuma das emulsões. Isso deve-se à diferença de apenas 25 UNT (20% detergente) e 8 UNT (50% detergente) entre os valores medidos em 40 e 80 minutos (APÊNDICE A). A partir deste tempo, em acordo com o gráfico da Figura 15, não foi verificada mudança visual no conteúdo dos béqueres.

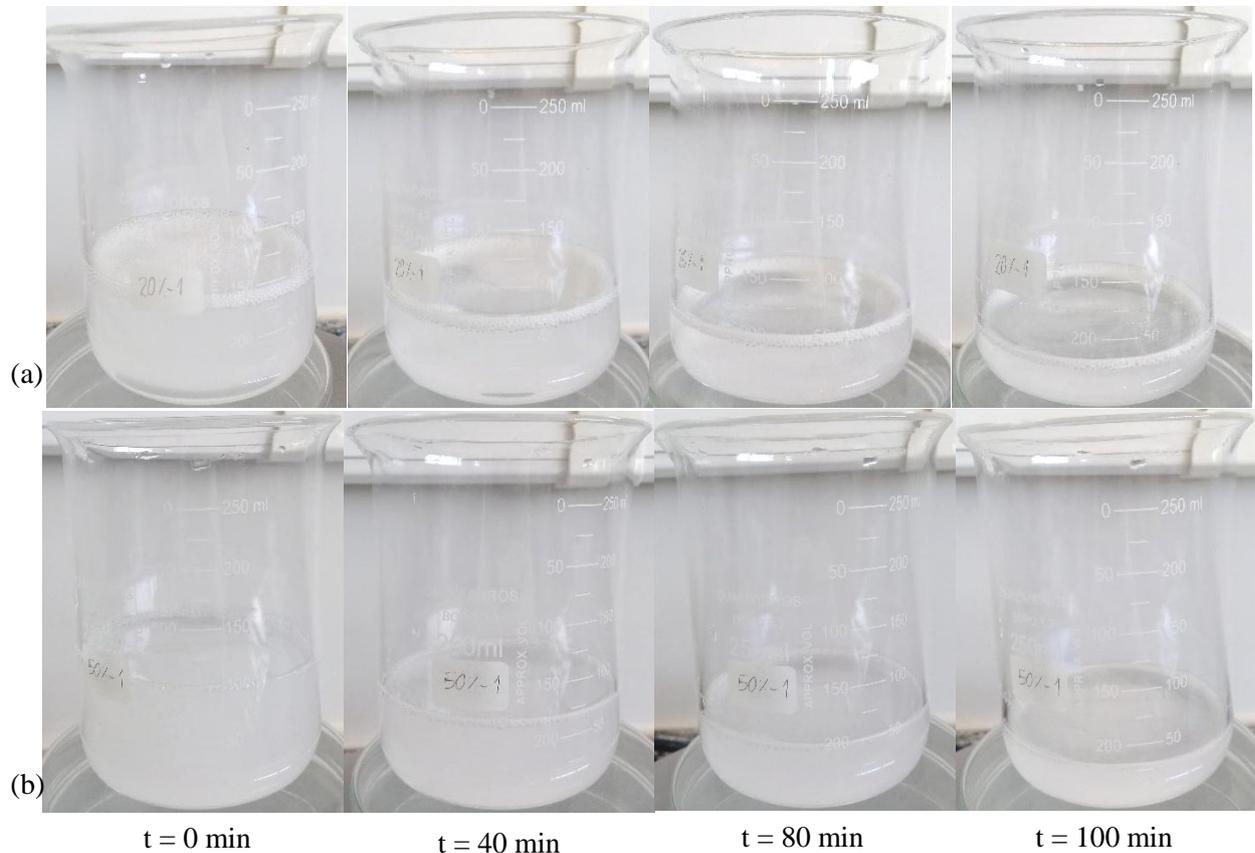
Na emulsão com 20% de detergente há uma fina camada de espuma, inicialmente ( $t=0$ ) ocupando toda interface líquido-ar da emulsão e, posteriormente, concentrando-se próxima à parede do béquer, em decorrência da retirada das amostras com a seringa. Já na emulsão com 50% de detergente, há uma pequena quantidade de bolhas na superfície, que se concentram principalmente próximas às paredes do béquer; depois desse tempo, essas bolhas passam a compor uma fina faixa esbranquiçada na superfície, ao longo da parede do recipiente, que quase não se modificou durante o restante do experimento (FIGURA 16).

Figura 15 – Turbidez ao longo do tempo para as emulsões com 0,5% de óleo.



Fonte: Do autor (2019).

Figura 16 – Emulsões de 0,5% óleo, com (a) 20 e (b) 50% detergente ao longo do tempo.



Fonte: Do autor (2019).

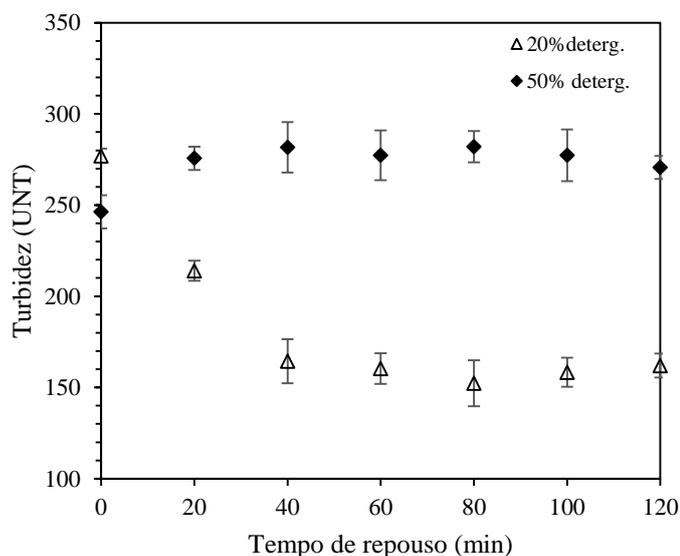
Para os testes com 2% de óleo, na Figura 17, observa-se que na emulsão com 50% de detergente há um aumento da turbidez entre 0 e 20 minutos de repouso, seguido pela estabilização do valor até o fim do experimento. Já para a emulsão com 20% de detergente, a turbidez decresce por cerca de 40 minutos, tempo a partir do qual ela se mantém constante.

Na Figura 18-(a) nota-se a diminuição da opacidade da emulsão com 20% de detergente e o surgimento de um tom levemente amarelado na espuma, inicialmente branca, entre os tempos de repouso 0 e 40 minutos. A partir desse momento não há mudança visual na emulsão, com exceção de uma pequena diminuição na quantidade de espuma, decorrente da inserção da seringa para retirada de amostras, assim como constatado na Figura 17.

Na emulsão com 50% de detergente (FIGURA 18-(b)), com 40 minutos de repouso o líquido apresentou-se menos opaco que inicialmente ( $t = 0$ ) e com uma fina camada esbranquiçada na superfície, com pequenas bolhas de ar concentradas ao longo da parede do béquer, na parte superior, onde a princípio haviam apenas poucas bolhas. Após esse tempo não houve modificações no aspecto físico dessa emulsão.

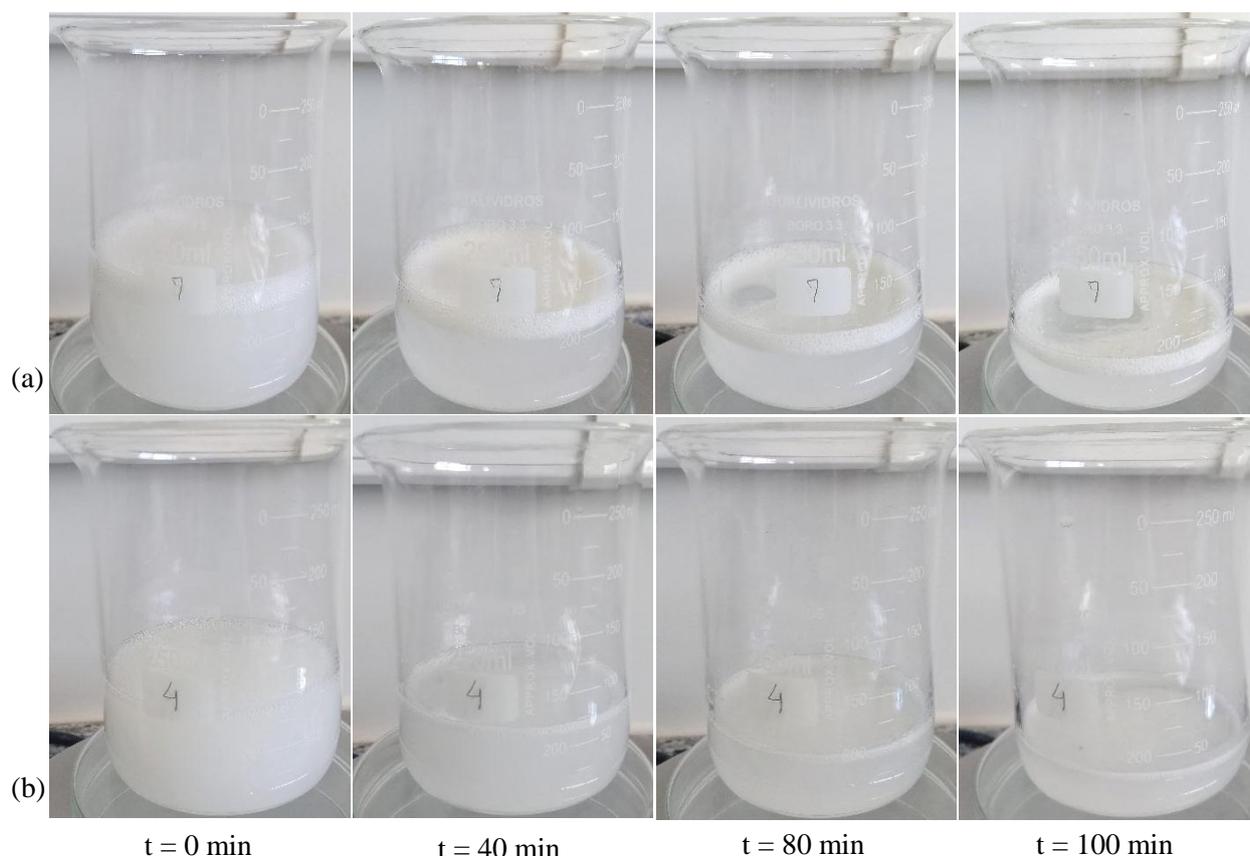
A mudança visual observada não está em acordo com o valor de turbidez obtido, que foi maior aos 40 minutos, mesmo a emulsão estando menos opaca. Isso pode ser explicado pela presença de bolhas de ar ainda imersas no líquido, que devido a maior viscosidade da solução, não foram imediatamente eliminadas da emulsão e comprometeram a medida da turbidez. Com o passar do tempo o ar é liberado formando a faixa de espuma superficial e tornando as medidas de turbidez, de fato, representativas.

Figura 17 – Turbidez das emulsões ao longo do tempo para os testes com 2% de óleo.



Fonte: Do autor (2019)

Figura 18 - Emulsões com 2% de óleo, (a) 20 e (b) 50% de detergente ao longo do tempo.

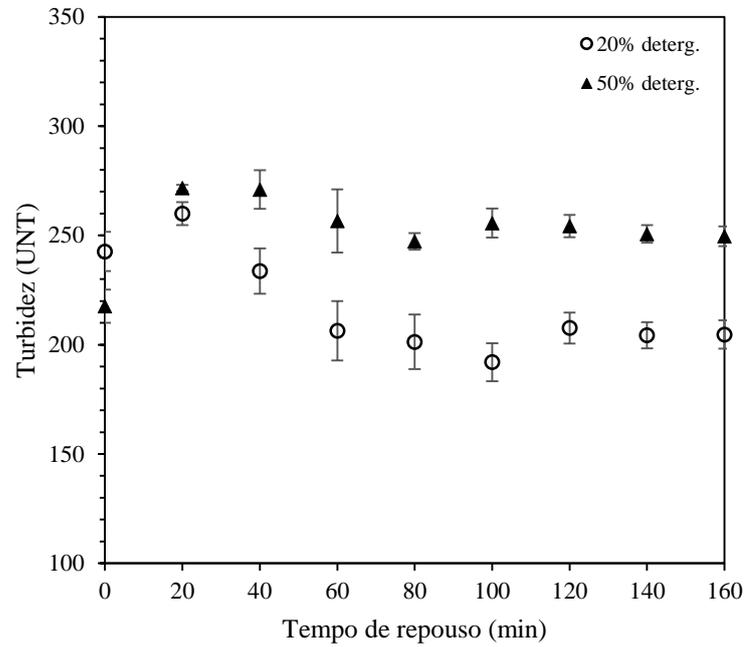


Fonte: Do autor (2019).

A seguir estão a Figura 19 e 20, referentes às emulsões com 3,5% de óleo. Pode-se observar que as emulsões com 20 e 50% de detergente tiveram aumento da turbidez nos primeiros 20 minutos, seguido por uma queda nesse valor até o tempo de 60 minutos, a partir do qual a turbidez manteve-se constante.

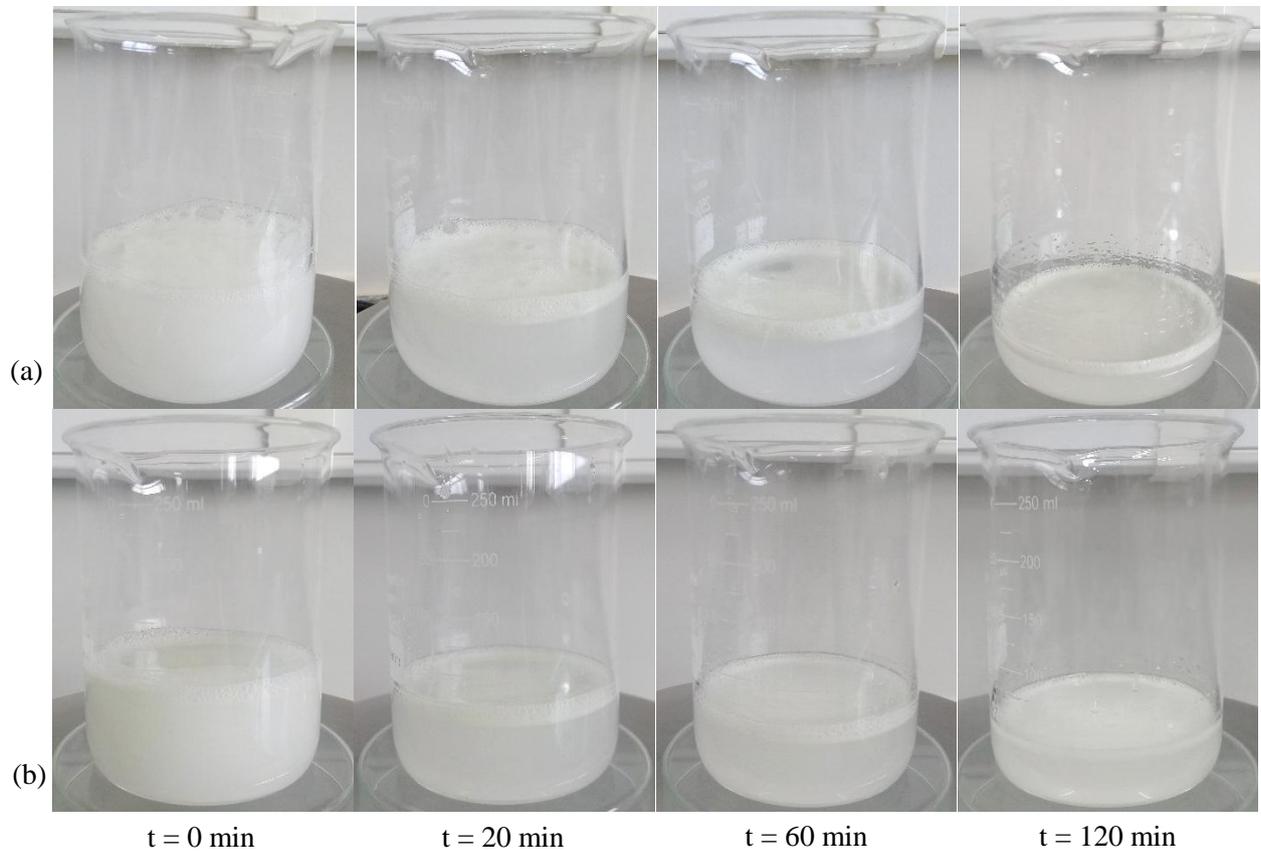
Na Figura 20-(a), pode-se verificar o aumento da transparência da emulsão e o surgimento de uma camada de espuma, entre os tempos 0 e 20 minutos. Entretanto, a partir de 20 minutos não é possível visualizar mudança no aspecto da emulsão. O mesmo pode ser verificado na Figura 20-(b). Essa mudança visual nos 20 minutos iniciais, apesar de não concordar com os dados apresentados no gráfico, pode ser explicada pelas bolhas de ar “presas” em solução pela maior viscosidade da emulsão, que influenciaram na medida de turbidez, como exposto anteriormente.

Figura 19 – Turbidez ao longo do tempo para as emulsões com 3,5% de óleo.



Fonte: Do autor (2019).

Figura 20 - Emulsões 3,5% óleo, (a) 20 e (b) 50% detergente ao longo do tempo.



Fonte: Do autor (2019)

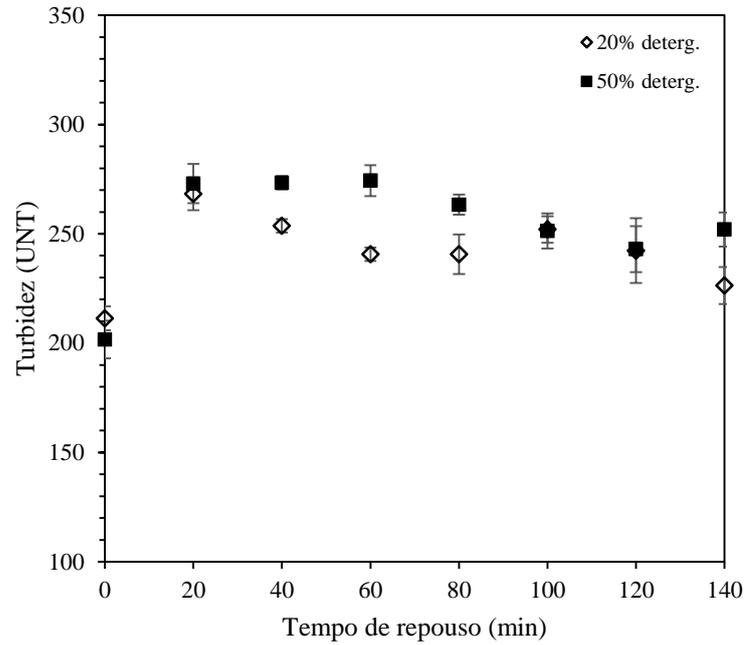
As Figuras 21 e 22 se referem às emulsões com 5% de óleo. Analisando-se a Figura 21, observa-se que as emulsões com 20 e 50% de detergente apresentaram um aumento inicial de turbidez (entre 0 e 20 minutos), seguido por uma oscilação em torno de 250 UNT.

Pela análise visual na Figura 22-(a), verifica-se que há um aumento da transparência da emulsão com 20% de detergente e o surgimento de uma faixa esbranquiçada, entre os tempos 0 e 20 minutos. Durante os experimentos foi possível observar que essa camada se apresentava amarelada e com uma pequena quantidade de um líquido mais denso, sobreposta por bolhas de ar. Em 80 minutos de repouso, pode-se observar que a emulsão se apresenta levemente mais translúcida que em 20 minutos; após esse tempo não há mudança visível. Na Figura 22-(b) verifica-se que, após os 20 minutos iniciais, a emulsão com 50% de detergente apresenta-se mais transparente e com uma camada esbranquiçada na superfície composta por um líquido mais denso e bolhas de ar. Em 80 minutos a emulsão apresenta-se mais transparente que em 20 minutos e permanece praticamente inalterada em 120 minutos.

A presença de uma camada de um líquido mais denso na superfície nesse teste está relacionada ao fenômeno de ascensão, que ocorreu de maneira mais intensa e rápida nesse teste pela presença de mais óleo em solução. As gotículas de óleo que não foram estabilizadas pelas moléculas de tensoativo, pela quantidade insuficiente das mesmas, ficaram livres e se concentraram na superfície; a emulsão com 20% de detergente apresentou essa camada mais amarelada devido à presença de mais óleo, já que a quantidade de tensoativo é menor e, conseqüentemente, menos gotículas são estabilizadas.

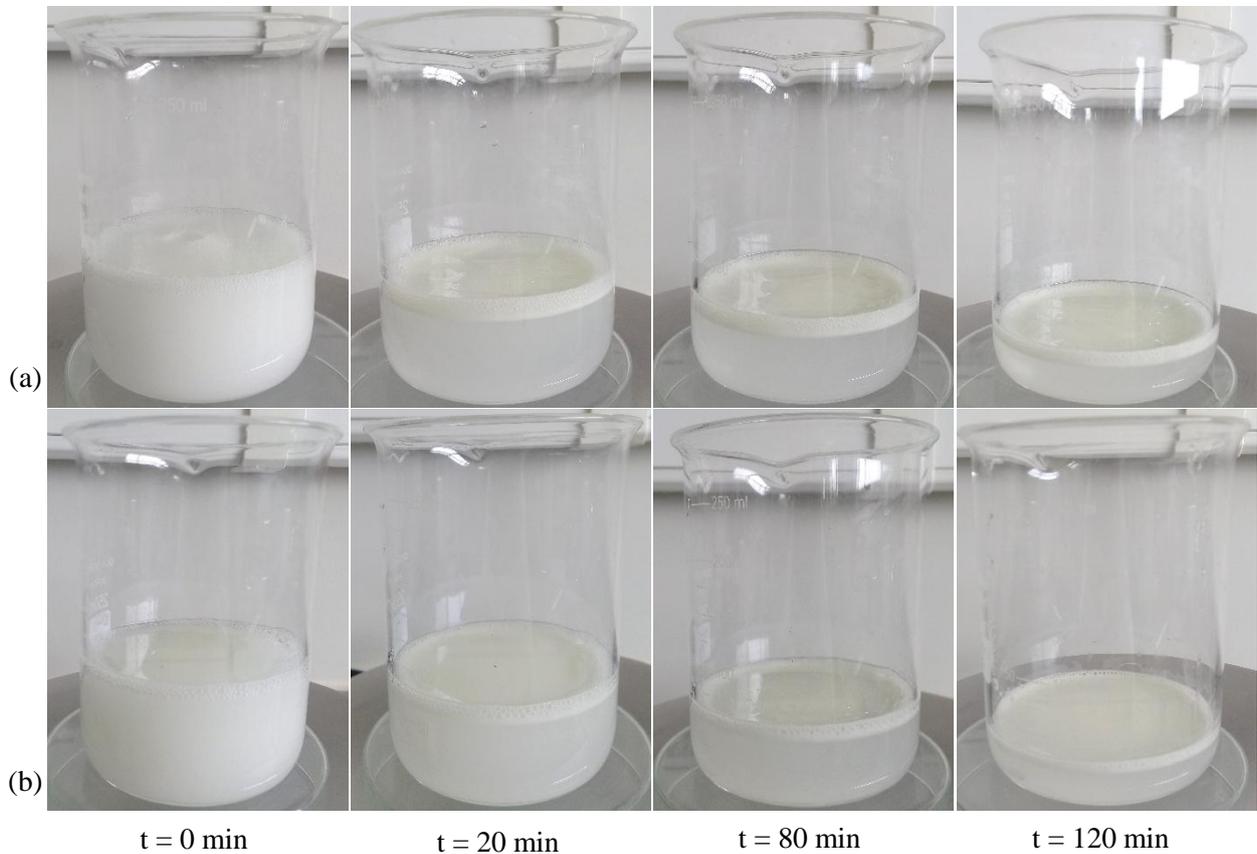
A mudança visual nos 20 minutos iniciais verificada nas duas emulsões, apesar de não concordar com os dados apresentados na Figura 20, pode ser explicada pela presença de bolhas de ar em solução, que influenciaram na medida de turbidez, como explicado anteriormente.

Figura 21 - Turbidez ao longo do tempo para as emulsões com 5% de óleo.



Fonte: Do autor (2019).

Figura 22 - Fotos das emulsões 5% óleo, (a) 20 e (b) 50% detergente ao longo do tempo.



Fonte: Do autor (2019).

Portanto, em todos os sistemas testados é possível perceber que a formação de uma camada superior está diretamente relacionada a variação da turbidez das emulsões. Esse processo decorre da migração de gotículas de óleo que não foram estabilizadas pelo tensoativo para superfície, decorrente da diferença de densidade entre as fases e é chamado de cremação. Além disso, foi verificado que a formação de espuma influencia no emulsionamento, o que pode estar relacionado ao carreamento de moléculas de tensoativo juntamente das bolhas de ar, o que diminui a concentração de tensoativo em solução e torna a estabilização das gotículas de óleo menos eficaz.

#### **4.2.1 Efeito da concentração de detergente**

Para avaliar o efeito dos percentuais de detergente, foram fixados o tempo de agitação (20 minutos) e o percentual de óleo em 0,5, 2, 3,5 e 5%, variando-se, para cada uma dessas quantidades, o percentual de detergente em 20 e 50%.

Analisando-se o gráfico da Figura 15, nota-se que o comportamento da turbidez ao longo do tempo para as emulsões 0,5% óleo, com 20 e 50% de detergente, foi similar. Entretanto, a curva da emulsão com 50% de detergente esteve acima da outra durante todo o experimento; a variação percentual média entre a turbidez das emulsões com 20 e 50% de detergente foi de cerca de 34%.

Isso é confirmado pela avaliação simultânea das Figuras 16-(a) e (b), para o mesmo tempo de repouso (observando-se verticalmente): durante todo o tempo analisado a emulsão com 50% de detergente apresenta-se mais opaca que aquela com 20% de detergente. Nessas fotografias é possível ainda observar uma característica que diferencia as duas emulsões: a espuma, que está presente em maior quantidade naquela com menor concentração de detergente.

As emulsões com 2% de óleo apresentaram comportamentos diferentes: naquela com 50% de detergente há um pequeno aumento da turbidez antes da estabilização; já na segunda, o que se observa é uma queda considerável (FIGURA 17). Também pode ser verificado na Figura 16 que, com exceção do ponto inicial, durante todo o teste, a emulsão com 50% de detergente apresentou maior turbidez que aquela com 20%, sendo a diferença percentual média entre os valores de turbidez (desconsiderando-se o tempo 0) de aproximadamente 67%.

Isso pode ser atestado visualmente pela comparação das fotos da Figura 18-(a) e (b), para o mesmo tempo de repouso. Nessas imagens, em todos os tempos expostos, é possível

notar que a emulsão com 20% de detergente é mais translúcida que a com 50%. Outra diferença é a espuma, com maior espessura e presente na emulsão de 20% detergente desde o tempo zero, diferentemente da emulsão com 50% de detergente, na qual a camada de espuma é fina e não é vista no tempo inicial.

Para as emulsões com 3,5% de óleo, observa-se comportamento similar entre as curvas da Figura 19, ambas mostrando um aumento da turbidez, seguido por uma queda e, só então, estabilidade. Com exceção do primeiro valor, durante todo teste a emulsão com 50% de detergente apresentou maior turbidez que aquela com 20%, sendo a diferença percentual média entre os valores de turbidez (desconsiderando-se o tempo 0) de aproximadamente 21%.

A diferença de turbidez entre as emulsões com 20 e 50% de detergente pode ser vista comparando-se as imagens da Figura 20-(a) e (b), para o mesmo tempo de repouso. Nessas fotografias, em todos os tempos de repouso, é possível notar que a emulsão com 20% de detergente é mais transparente que a com 50%, ainda que a diferença seja bastante sutil. Essa análise também permite verificar a presença de uma camada de espuma a partir de 20 minutos de agitação para ambas as emulsões.

Por fim, para as emulsões com 5% de óleo, as curvas de 20 e 50% de detergente tiveram comportamento semelhante, oscilando em torno de um valor após aumento inicial de turbidez. É possível notar que durante todo o teste, os valores de turbidez da emulsão com 50% de detergente foram pouco maiores ou iguais aos da emulsão com 20%. A variação percentual média entre os valores de turbidez (desconsiderando-se o tempo 0) é de aproximadamente 6% (FIGURA 21).

A diferença de turbidez entre as emulsões com 20 e 50% de detergente pode ser visualizada comparando-se as imagens da Figura 22-(a) e (b), para o mesmo tempo de repouso. Nessas fotografias, não é perceptível diferença na transparência das emulsões com 20 e 50% de detergente, o que se deve, possivelmente, à pequena variação obtida entre os valores de turbidez das emulsões. Além disso, ambas apresentam uma camada esbranquiçada na superfície, após 20 minutos de repouso, que é ligeiramente mais espessa que na emulsão com 20% de detergente.

Dessa forma, verificou-se que quanto maior a concentração de detergente, maiores valores de turbidez são obtidos, o que indica a presença de mais gotículas de óleo dispersas na água, estabilizadas pelo tensoativo. Ademais, foi observado durante os experimentos que, quanto menos detergente em solução, menor a viscosidade da emulsão, o que possibilita a formação de espuma mais rapidamente e em maior quantidade, influenciando negativamente na estabilização, já que as bolhas de ar que ascendem podem retirar tensoativo da solução.

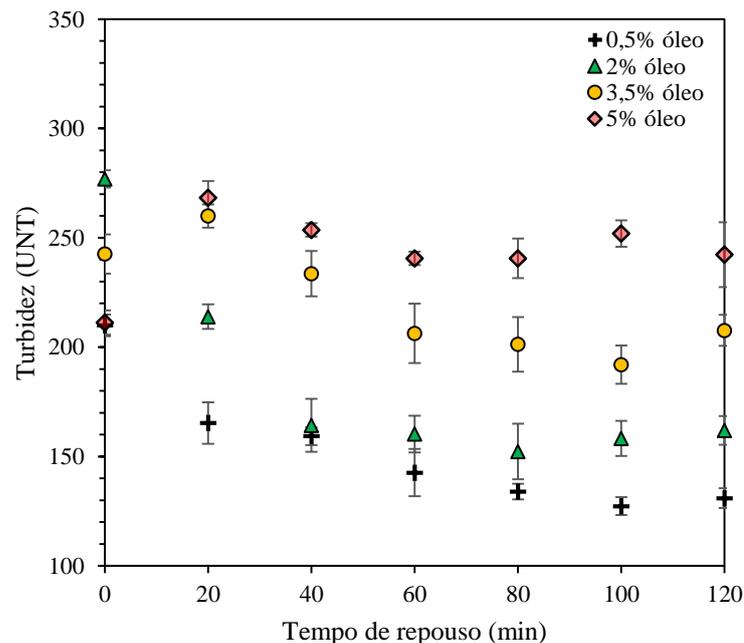
Outro ponto a ser considerado é que caso não haja tensoativo suficiente em solução para estabilizar todas as gotículas de óleo, elas começam rapidamente ascender, pela diferença de densidade entre as fases, processo favorecido pela subida das bolhas de ar em solução. Isso resulta na cremeação que, apesar de ser reversível, é uma etapa inicial de desestabilização que pode levar a coalescência das gotículas, processo esse irreversível.

#### 4.2.2 Efeito da concentração de óleo

Para avaliar a influência da concentração de óleo, os valores de turbidez ao longo do tempo obtidos para as emulsões com 0,5, 2, 3,5 e 5% de óleo, tendo-se fixado o percentual de detergente em 20%, foram dispostos na Figura 23. Pode-se observar que os maiores valores de turbidez foram obtidos para as emulsões com mais óleo em sua composição.

Além disso, enquanto nas emulsões com 0,5 e 2% de óleo há uma queda nos valores de turbidez desde o início, naquelas com 3,5 e 5% de óleo nos 20 minutos iniciais há um aumento na turbidez antes do início da queda. Essa queda nos valores de turbidez antes da estabilização pode também estar relacionada ao movimento em direção à superfície das bolhas em solução que, nesse processo carregam tensoativo para superfície, o que diminui seu efeito de estabilização.

Figura 23 – Turbidez ao longo do tempo para 20% detergente.



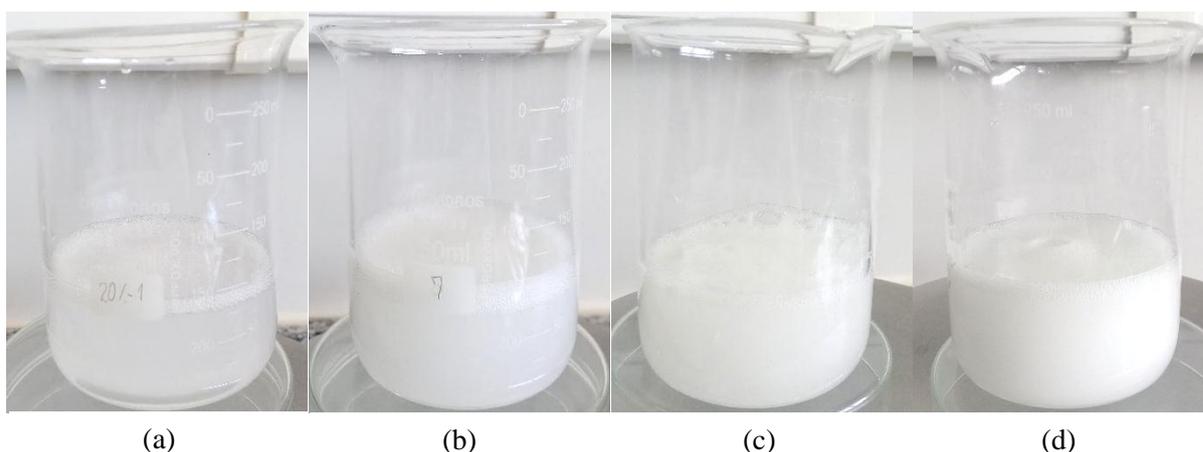
Fonte: Do autor (2019).

Para avaliar esse efeito visualmente, as fotografias das emulsões com diferentes concentrações de óleo, no tempo 0 foram colocadas na Figura 24. Analisando-se essa figura, é possível perceber, também visualmente, diferença entre as emulsões com 0,5 e 2% de óleo e 3,5 e 5% de óleo, o que pode justificar o comportamento das mesmas. Nas emulsões com 0,5 e 2% de óleo há presença de espuma na superfície, enquanto que naquelas com 3,5 e 5% de óleo não há separação visível de espuma, apenas a presença de poucas bolhas de ar na superfície.

A formação da camada superior de espuma indica que o ar incorporado ao líquido durante a agitação, processo facilitado pela presença de agentes espumantes no detergente, já escapou da emulsão assim que finalizada a agitação. Por outro lado, a ausência dessa espuma está relacionada à presença de bolhas de ar ainda em solução, o que leva a medidas de turbidez equivocadas.

A formação da espuma assim que finalizada a agitação está relacionada à viscosidade da emulsão. Aquelas com menor percentual de óleo são menos viscosas, e possibilitam que as bolhas de ar ascendam mais rapidamente. Já nas emulsões com maior quantidade de óleo, a viscosidade é maior, o que faz com que as bolhas de ar enfrentem mais resistência para alcançar a superfície, sendo esse processo mais lento.

Figura 24 – Emulsões com 20% de detergente no tempo 0 min, com (a) 0,5% óleo, (b) 2% óleo, (c) 3,5% óleo e (d) 5% de óleo.



Fonte: Do autor (2019).

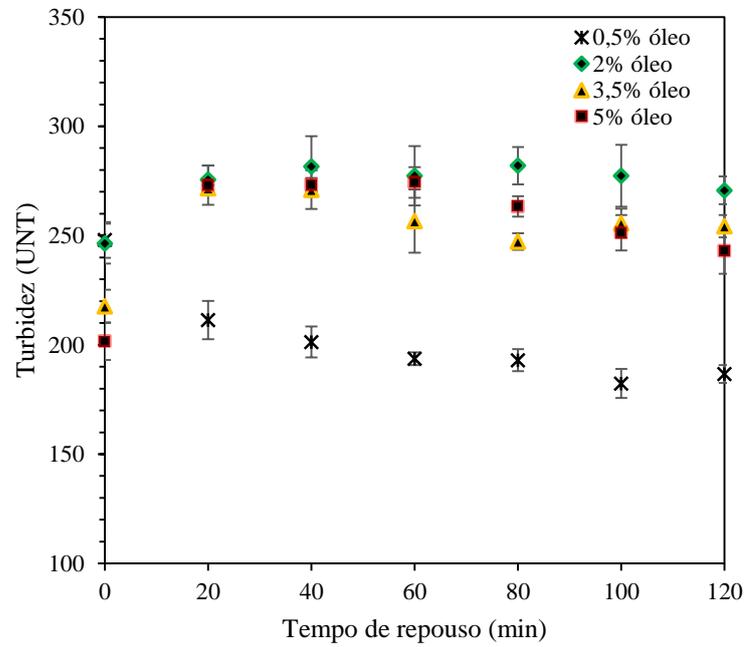
O mesmo procedimento descrito anteriormente para avaliar a concentração de óleo foi realizado fixando-se a concentração de detergente em 50% (FIGURA 25). Para essa concentração de detergente houve pouca diferença entre a turbidez das emulsões com 2, 3,5 e 5% de óleo, que ficaram acima da curva de 0,5% de óleo durante quase todo o tempo.

Também pode-se observar na Figura 25, que as três curvas com mais óleo apresentam um aumento inicial da turbidez, relacionado a presença de bolhas em solução, como discutido anteriormente. Isso mostra, mais uma vez, a relação desse comportamento com a viscosidade da emulsão, já que essas são, provavelmente, as emulsões mais viscosas (com mais óleo e detergente em sua composição). Na Figura 26, que mostra as fotografias das emulsões com diferentes concentrações de óleo em 20 minutos, é possível observar a semelhança entre as três últimas imagens, que são aquelas com mais óleo, que são bem menos transparentes que aquela de 0,5% de óleo.

Outro ponto a ser observado é que as emulsões com 3,5 e 5% de óleo já apresentam separação de fases em 20 minutos de repouso, ou seja, nesse tempo já há cremeação, indicando a instabilidade do sistema. Sendo assim, o aumento da concentração de óleo, para uma mesma concentração de tensoativo, desfavorece a estabilidade da emulsão, o que também se comprova pelo fato de a curva de 2% de óleo estar ligeiramente acima daquela de 3,5 e 5%. Isso também pode indicar que, para essa concentração de tensoativo, atingiu-se o máximo de estabilização de óleo possível, ou seja, a quantidade excedente, livre em solução rapidamente se deslocará para a superfície da solução, como já pôde ser observado em 20 minutos de repouso.

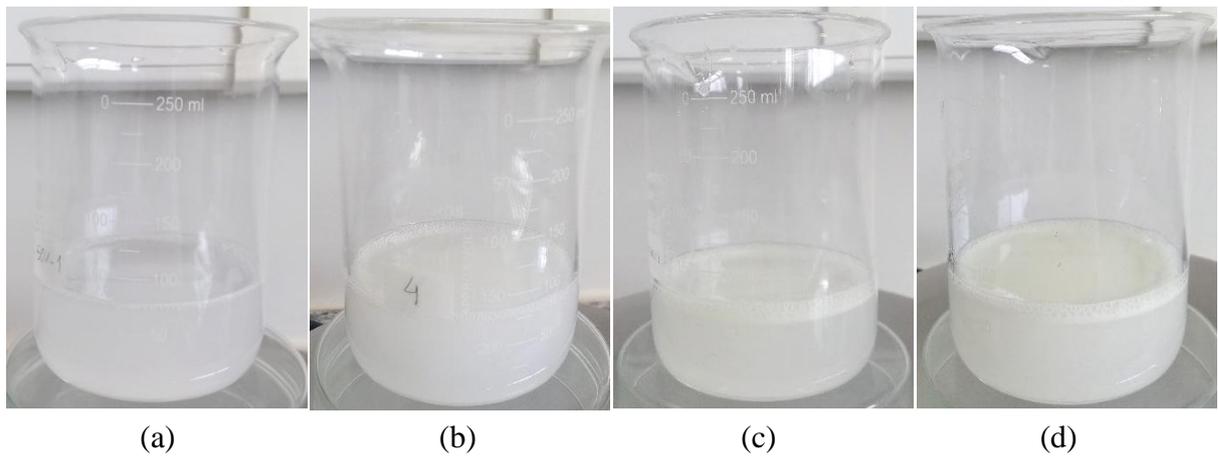
Ademais, a emulsão com menor percentual de óleo encontra-se abaixo das outras exatamente pelo fato de que nesse sistema foi possível a estabilização de todo óleo em solução, mas não se atingiu o máximo de gotículas nessa condição em solução, o que causa valores de turbidez menores.

Figura 25 – Turbidez ao longo do tempo para emulsões com 50% detergente.



Fonte: Do autor (2019).

Figura 26 – Emulsões com 50% de detergente e (a) 0,5% detergente, (b) 2% detergente, (c) 3,5% detergente e (d) 5% detergente.



Fonte: Do autor (2019).

## 5 CONCLUSÃO

O presente trabalho possibilitou o estudo da estabilidade de emulsões de óleo de soja em água, utilizando como tensoativo detergente, avaliada por análise visual e medidas de turbidez. Também foi estudado o efeito da concentração de tensoativo e óleo nessas emulsões.

Inicialmente verificou-se a influência dos tempos de agitação utilizados no preparo da emulsão com 2% de óleo. Os tempos de 20, 35 e 50 minutos não provocaram diferenças visuais ou de turbidez significativas, tendo sido, por isso, selecionado o tempo de agitação de 20 minutos para os testes posteriores. Nesse mesmo teste foi verificado que os percentuais de detergente 20 e 30%, e 50 e 70% também não formavam emulsões distintas o suficiente para que se pudesse avaliar o efeito desse parâmetro no emulsionamento, por isso foram selecionados os percentuais de 20 e 50% para a continuação dos experimentos.

Após isso, foi possível avaliar a estabilidade de todas as emulsões formadas tendo sido vistos os seguintes comportamentos: queda inicial da turbidez seguida pela estabilização nas emulsões com menos óleo e menos detergente em sua composição e aumento da turbidez nos primeiros 20 minutos seguida pela estabilização para emulsões com mais óleo e mais detergente. Esses dois processos iniciais de queda e aumento da turbidez estão relacionados ao ar incorporado ao líquido no momento do preparo das emulsões; nas mais viscosas (com mais óleo e detergente), esse ar fica preso ao líquido por mais tempo, comprometendo as medidas de turbidez, que dão valores mais baixos do que o real; nas emulsões menos viscosas, o ar sai imediatamente após a finalização da agitação, por enfrentar menos resistência em seu movimento de ascensão, mas carrega consigo parte do tensoativo em solução que deixa de agir na estabilização das gotículas de óleo.

Sobre a influência da concentração de detergente na emulsão, verificou-se que seu aumento, leva a maiores valores de turbidez. Além disso, quanto menos detergente em solução, menor a viscosidade da emulsão, o que possibilita a formação de espuma mais rapidamente e em maior quantidade, o que influencia negativamente na estabilização. Também foi notado que, caso não haja tensoativo suficiente em solução para estabilizar todas as gotículas de óleo, elas começam rapidamente ascender, o que resulta na cremeação, etapa inicial da coalescência.

Sobre o efeito da concentração de óleo sobre a emulsão, foi observado que seu aumento influencia negativamente na estabilidade. Quando é atingido o limite máximo de gotas de óleos estabilizadas por determinada concentração de detergente, algumas dessas gotas ficam livres em solução e rapidamente seguem para superfície, devido à diferença de densidade entre as fases.

Portanto, o estudo da estabilidade das emulsões, como o realizado nesse trabalho, contribui para determinação das concentrações máximas de óleo estabilizadas por certa concentração de tensoativo, o que possibilita a definição dos melhores métodos para quebra dessas emulsões. Verificou-se que a entrada de ar no processo de emulsão contribui para a formação de espuma na parte superior do líquido, o que pode colaborar para diminuição da concentração de tensoativo em solução.

## REFERÊNCIAS

- AMARAL, L. do et al. **Detergente doméstico**. Disponível em: <<http://respostatecnica.org.br/dossie-tecnico/downloadsDT/Mjg2>>. Acesso em: 9 de novembro de 2019.
- BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Guia para Realização de Estudos de Estabilidade**. Resolução RE nº 1, de 29 de julho de 2005.
- COUTO, M. I. P. B. **Avaliação estrutural e reológica de emulsões preparadas com óleo de dipterix alata vog. (baru), estabilizadas com goma arábica e quitosana**. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Goiás. Escola de Agronomia. Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos. Goiânia, 2014.
- DALTIN, D. **Tensoativos: química, propriedades e aplicações**. São Paulo: Blucher, 2011.
- HELLER, L.; DE PÁDUA, V. L. **Abastecimento de água para consumo humano**. Editora UFMG, 2010.
- IUPAC - International Union of Pure and Applied Chemistry. **Guia IUPAC para a Nomenclatura de Compostos Orgânicos**. LIDEL, 2002.
- LIBÂNIO, Marcelo. **Fundamentos de qualidade e tratamento de água**. Átomo, 2003.
- MANIASSO, N. et al. **Ambientes micelares em química analítica**. Química Nova, v. 24, n. 1, p. 87-93, 2001.
- MORETTO, E.; FETT, R. **Tecnologia de óleos e gorduras vegetais na indústria de alimentos**. São Paulo, SP: Varela, 1998.
- PENTEADO, J. C. P.; EL SEOUD, O. A.; CARVALHO, L. R. F. **Alquilbenzeno sulfonato linear: uma abordagem ambiental e analítica**. Química nova, v. 29, n. 5, p. 1038, 2006.
- REDA, S. Y.; CARNEIRO, P. I. B. **Óleos e gorduras: aplicações e implicações**. Revista Analytica, v. 27, p. 60-67, 2007.
- SCHONS, E. M. **Desestabilização de emulsões visando a redução do teor de óleo em água**. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Ouro Preto. Escola de Minas. Departamento de Engenharia de Minas. Programa de Pós-graduação em Engenharia Mineral. Ouro Preto, 2008.
- SILVA, J. D. F. et al. B. **Microemulsões: Componentes, características, potencialidades em química de alimentos e outras aplicações**. Química Nova, v. 38, p. 1196-1206, 2015.
- SPLABOR. **Turbidímetro – Qual a função, Procedimentos e Boas Práticas**. Disponível em: <<http://www.splabor.com.br/blog/turbidimetro/aprendendo-mais-turbidez-definicao-metodos-e-boas-praticas-de-laboratorio/>>. Acesso em: 29 de novembro de 2019.

STRECK, L. **Preparação e caracterização de sistemas emulsionados contendo benznidazol.** Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Programa de Pós-graduação em Ciências Farmacêuticas. Natal, 2013.

TOPAN, J. F. **Emulsões à base de óleo de girassol (*Helianthus annus L.*) com cristal líquido: avaliação das propriedades físico-químicas e atividade cosmética.** 2012. Dissertação (Mestrado em Medicamentos e Cosméticos) - Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2012.

VHITA. **Benefícios do Ômega 3: Tudo o que você precisa saber.** Disponível em: <<https://blog.vhita.com.br/omega-3-tudo-o-que-voce-precisa-saber/>>. Acesso em: 29 de novembro de 2019.

ZANON, A. B. **Aspecto Teórico e prático sobre a avaliação da estabilidade de emulsão manipuladas em farmácia,** Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2010.

## APÊNDICE A

Tabela 1 – Turbidez média das emulsões com 0,5% de óleo.

Tempo (min)	20% detergente		50% detergente	
	Turbidez Média (UNT)	Desvio	Turbidez Média (UNT)	Desvio
0	210	5	248	8
20	165	10	211	9
40	159	4	201	7
60	143	11	194	3
80	134	4	193	5
100	127	4	182	7
120	131	5	187	4
140	132	6	178	7
160	133	3	180	5

Fonte: Do autor (2019).

Tabela 2 – Turbidez média das emulsões com 2% de óleo.

Tempo (min)	20% detergente		50% detergente	
	Turbidez Média (UNT)	Desvio	Turbidez Média (UNT)	Desvio
0	277	4	246	9
20	214	6	276	6
40	164	12	282	14
60	160	8	277	14
80	152	13	282	9
100	158	8	277	14
120	162	7	271	6

Fonte: Do autor (2019).

Tabela 3 - Turbidez média das emulsões com 3,5% de óleo.

Tempo (min)	20% detergente		50% detergente	
	Turbidez Média (UNT)	Desvio	Turbidez Média (UNT)	Desvio
0	243	9	218	8
20	260	5	272	2
40	234	10	271	9
60	206	14	257	14
80	201	13	247	4
100	192	9	256	7
120	208	7	254	5
140	204	6	251	4
160	205	7	250	5

Fonte: Do autor (2019).

Tabela 4 - Turbidez média das emulsões com 5% de óleo.

<b>Tempo (min)</b>	<b>20% detergente</b>		<b>50% detergente</b>	
	<b>Turbidez Média (UNT)</b>	<b>Desvio</b>	<b>Turbidez Média (UNT)</b>	<b>Desvio</b>
0	211	6	202	9
20	268	8	273	9
40	254	3	273	3
60	241	3	274	7
80	241	9	263	5
100	252	6	251	8
120	242	15	243	11
140	226	9	252	8

Fonte: Do autor (2019).