

Introdução

Emulsões são misturas de dois líquidos imiscíveis, normalmente água e óleo, em que um deles encontra-se disperso (fase dispersa) no outro (fase contínua) na forma de pequenas gotículas. Por se tratar de um sistema termodinamicamente instável, as emulsões não se formam espontaneamente sendo necessário fornecer energia através de agitação ou homogeneizadores para a sua formação. Para aumentar a estabilidade cinética das emulsões, agentes surfatantes podem ser adicionados atuando como agentes emulsificantes ou emulsificadores. Esses materiais ajudam a prevenir a floculação e a coalescência que são fenômenos de desestabilização e quebra de emulsão, facilitando a emulsificação e aumentando também a estabilidade da emulsão resultante. Nesse sentido explorou-se características interessantes de um sal complexo formado por copolímero e surfatante, com o intuito de analisar este novo sistema no preparo e estabilização de emulsões.

Materiais e Métodos

Foram realizados os seguintes procedimentos:

1. Síntese, purificação e caracterização do copolímero aniônico $P(MA^- - MAEO_{24})_{61:39}$;
2. Preparação do surfatante (CTAOH) e síntese do sal complexo;
3. Preparo e caracterização das amostras – medidas de tensão superficial e interfacial;
4. Preparo e caracterização das emulsões;

Resultados e Discussão

Primeiramente, soluções aquosas do sal complexo foram submetidas a análises de tensão superficial e interfacial.

Medidas de tensão superficial indicaram que o $C_{16}TAP(MA-MAEO_{24})_{61:39}$ é um composto capaz de reduzir a tensão superficial da água pura à temperatura ambiente de 73 mN m^{-1} aproximadamente à cerca de 40 mN m^{-1} .

Tais medidas, feitas em duplicata, também possibilitaram encontrar o valor da concentração micelar crítica (CMC) desse composto como descrito na figura 1.

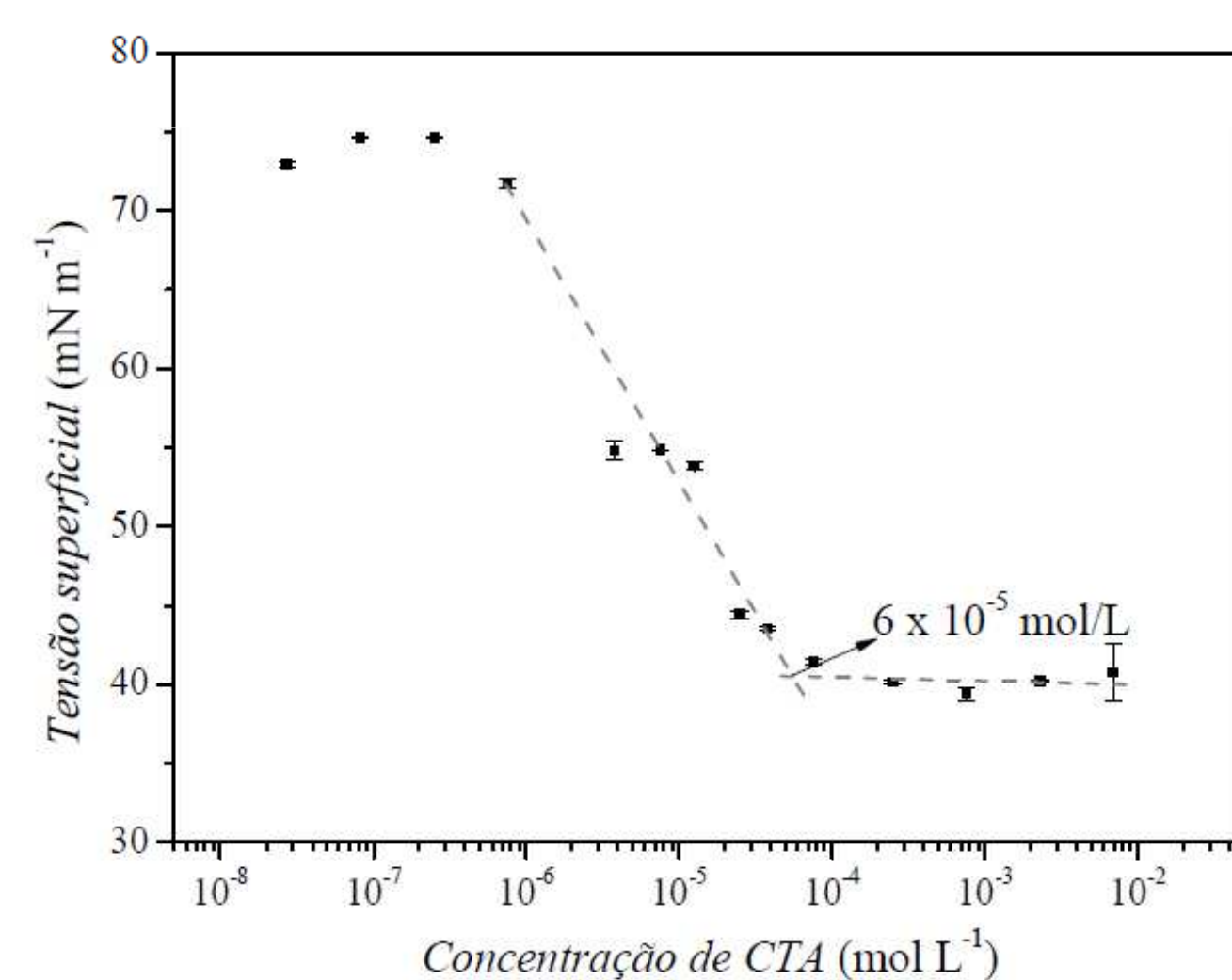


Figura 1: Tensão superficial x concentração de surfatante – determinação da CMC

As análises de tensão interfacial foram feitas a diferentes temperaturas (25 e 70 °C) com soluções aquosas de sal complexo na proporção de 0,5% e 2,0% massa/massa. Os resultados obtidos nas diferentes concentrações foram muito próximos e estão descritos na tabela 1.

Tabela 1: Valores de tensão interfacial em diferentes temperaturas e concentração de sal complexo no sistema solução aquosa de sal complexo/óleo mineral.

Porcentagem (em massa) de sal complexo na solução aquosa	Tensão Interfacial (mN m^{-1}) solução aquosa/óleo mineral	
	25 °C	70°C
0,5	9,2	7,7
2	9,5	7,2
Água pura	60,8	41,5

A partir destes resultados e da capacidade do sal complexo em reduzir a tensão interfacial da água no meio estudado, utilizou-se o mesmo para o preparo de emulsões.

Baseando-se na mudança de solubilidade do sal complexo com o aumento da temperatura, foram realizadas tentativas de preparo de emulsões através do método PIT (do inglês Phase Inversion Temperature) e medidas para analisar a formação e estabilidade de emulsões preparadas com diferentes composições e métodos de preparo. Variaram-se alguns parâmetros buscando aperfeiçoar o método de preparo para a obtenção de uma emulsão mais estável e com o mínimo de energia dada ao sistema, figuras 2, 3 e 4.

As emulsões foram preparadas com agitação mecânica utilizando-se solução aquosa do sal complexo na proporção de 0,5% m/m e óleo mineral (NUJOL) sob diferentes condições de preparo. A composição foi de 50:50, ou seja 2,5 mL de óleo e 2,5 mL de solução aquosa de sal complexo.



Figura 2: Emulsões preparadas a diferentes temperaturas

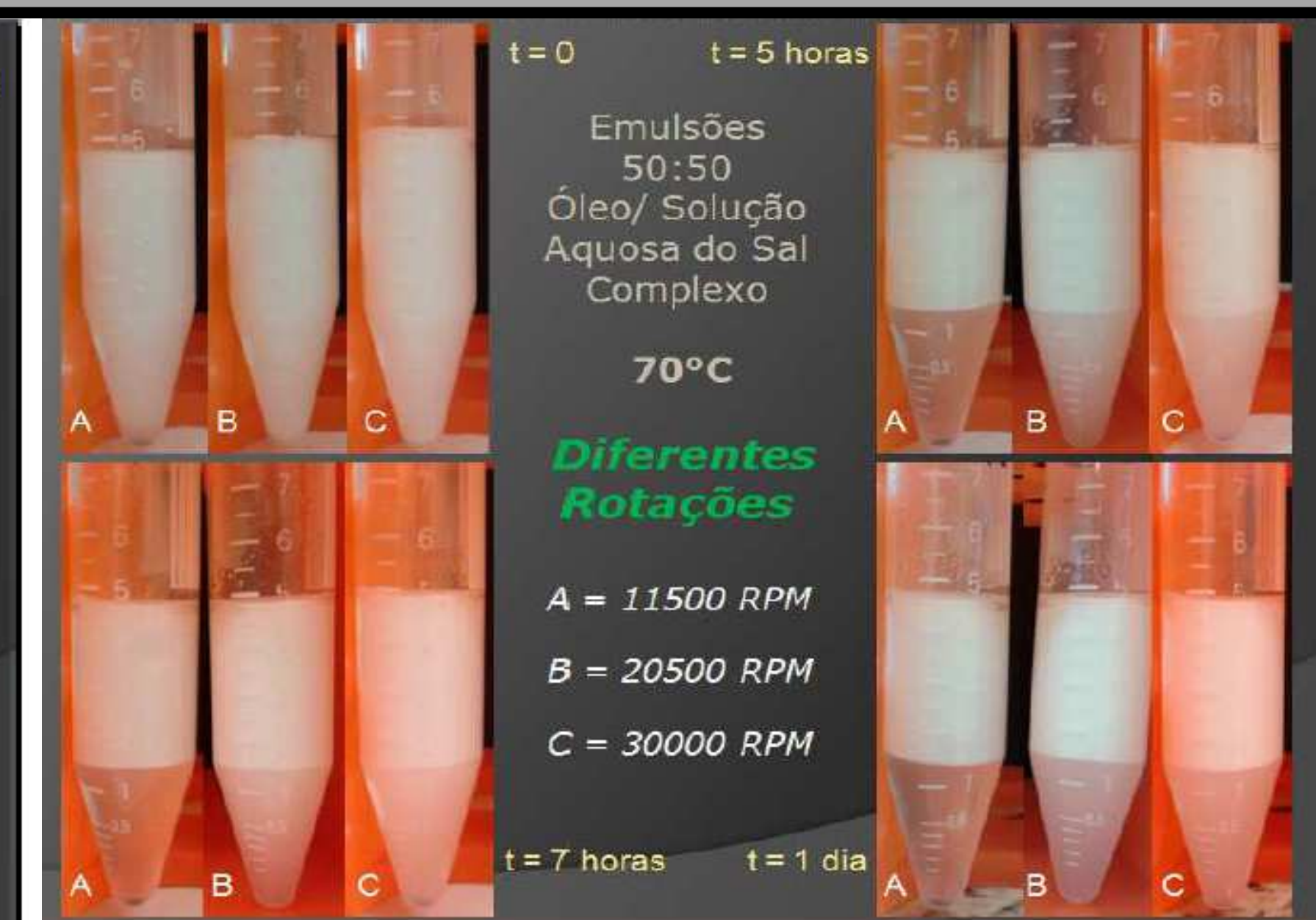


Figura 3: Emulsões preparadas com diferentes velocidades de agitação

As diversas emulsões foram caracterizadas através da técnica de espalhamento de luz dinâmico (DLS) e através de um teste de solubilidade da emulsão obtida (teste em bancada). Em todas as diferentes formulações obteve-se sempre emulsões O/A (óleo disperso em água).

Ao lado (figura 4), um teste de estabilidade com uma amostra representativa onde escolheu-se dentre os diversos métodos de preparo o de menor energia dada ao sistema e com temperatura elevada para facilitar a preparação de uma emulsão mais homogênea e mais estável.



Figura 4: Teste de estabilidade da emulsão escolhida

Além das caracterizações realizadas em bancada para avaliação do tipo de dispersão da amostra (O/A ou A/O), foram realizadas caracterizações do tamanho das gotículas das emulsões pelas técnicas de DLS e por microscopia óptica. A tabela 2 compila os valores obtidos pela técnica de DLS enquanto que a figura 5 evidencia a homogeneidade do tamanho das gotículas por meio de um microscópio óptico com aumento de 10 vezes.

Tabela 2: Resultados da análise de DLS

Amostras	Composição Óleo/Solução Aquosa de Sal Complexo	Velocidade de Agitação (RPM)	Temperatura (°C)	Raio Hidrodinâmico (nm)	PDI
A	50-50	11500	70	127 ± 5	0,22 ± 0,03
B	50-50	20500	70	333 ± 30	0,32 ± 0,04
C	50-50	30000	70	173 ± 6	0,27 ± 0,04
C'	50-50	30000	25	155 ± 9	0,26 ± 0,05
D	30-70	11500	70	242 ± 31	0,30 ± 0,03
E	30-70	20500	70	156 ± 3	0,21 ± 0,04
F	30-70	30000	70	199 ± 9	0,34 ± 0,03
F'	30-70	30000	25	132 ± 4	0,21 ± 0,03

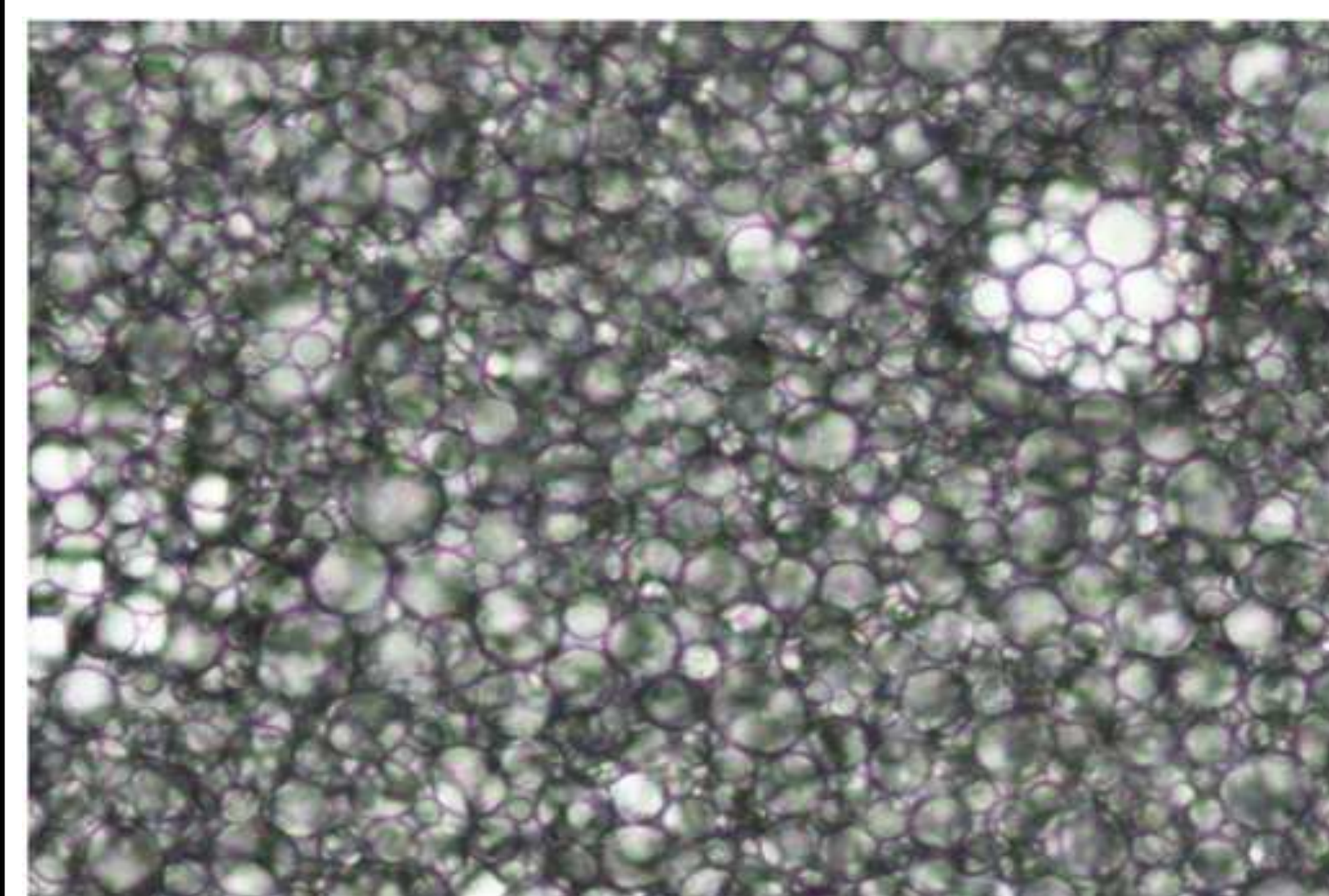


Figura 5: Microscopia Óptica 10x Emulsão O/A 50:50 Óleo/Solução aquosa de sal complexo

Conclusões

Os resultados obtidos mostraram que o composto $C_{16}TAP(MA-MAEO_{24})_{61:39}$, é capaz de reduzir consideravelmente a tensão superficial e interfacial da água em um sistema água-óleo, sendo possível assim preparar emulsões utilizando o sal complexo sintetizado como um agente emulsificante.

Sabendo-se da termossensibilidade desse composto, tentou-se preparar emulsões através do método PIT, onde esperava-se que a temperatura de conversão facilitasse a formação da mesma resultando na formação de uma emulsão O/A após o resfriamento. Porém, não foi observado grande variação no comportamento com a mudança da temperatura. Desta forma, o sal complexo não apresentou o comportamento esperado não respondendo ao método utilizado.

As análises de DLS não apresentaram nenhuma tendência em relação às diferentes composições e métodos de preparo utilizados para a formação das emulsões. Porém, mesmo não observando-se nenhuma tendência, constatou-se que não houve uma grande polidispersividade (índice PDI na tabela 2) em uma mesma amostra, uma vez que o índice para uma amostra monodispersa é 0,1 enquanto que os valores obtidos variaram entre 0,2 e 0,3, ou seja, as amostras apresentaram tamanho de partículas muito próximo. Tal fenômeno é favorável à formação de emulsões mais estáveis já que evita o caso conhecido como *Ostwald Ripening*, onde partículas grandes crescem às custas das menores gerando instabilidade na emulsão.

Assim, acredita-se que o projeto possibilitou o estudo e a caracterização de um sistema novo e consistente para o preparo de emulsões uma vez que o sal complexo sintetizado é bastante solúvel em água (até 50% m/m) e estabiliza grandes proporções de óleo na formulação de uma emulsão.