



UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA  
CENTRO DE TECNOLOGIA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA  
CURSO DE ENGENHARIA QUÍMICA  
TRABALHO FINAL DE CURSO

**ANDERSON SHIMENES LACERDA SOARES**

**ESTUDO DOS PARÂMETROS E CONTROLE DE QUALIDADE NO PROCESSO  
PRODUTIVO DE DETERGENTE LÍQUIDO DOMISSANITÁRIO**

JOÃO PESSOA

NOVEMBRO DE 2017

ANDERSON SHIMENES LACERDA SOARES

**ESTUDO DOS PARÂMETROS E CONTROLE DE QUALIDADE NO PROCESSO  
PRODUTIVO DE DETERGENTE LÍQUIDO DOMISSANITÁRIO**

Trabalho Final de Curso, submetido à  
Coordenação do Curso de Engenharia  
Química da Universidade Federal da  
Paraíba como requisito para a obtenção do  
título de Bacharel em Engenharia Química.

**ORIENTADOR:** Prof. Dr. Vital de Sousa Queiroz

JOÃO PESSOA

NOVEMBRO DE 2017

S676e Soares, Anderson Shimenes Lacerda

Estudo dos parâmetros e controle de qualidade no processo produtivo de detergente líquido domissanitário./ Anderson Shimenes Lacerda Soares. – João Pessoa, 2017.

56f. il.:

Orientador: Prof. Dr. Vital de Sousa Queiroz

Monografia (Curso de Graduação em Engenharia Química) Campus I - UFPB / Universidade Federal da Paraíba.

1. Detergente líquido 2. Tensoativos 3. Remoção de sujidades 4. Controle de qualidade I. Título.

BS/CT/UFPB

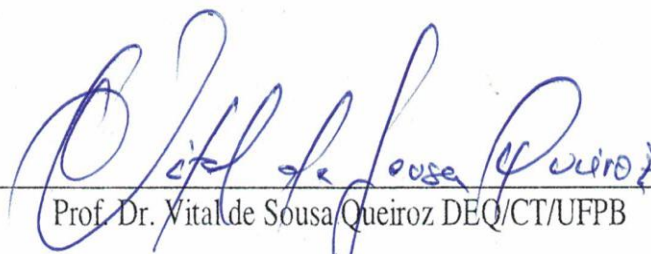
CDU: 2.ed. 66.01(043)

ANDERSON SHIMENES LACERDA SOARES

ESTUDO DOS PARÂMETROS E CONTROLE DE QUALIDADE NO PROCESSO  
PRODUTIVO DE DETERGENTE LÍQUIDO DOMISSANITÁRIO

Aprovado em 30/11/2017

BANCA EXAMINADORA



---

Prof. Dr. Vitalde Sousa Queiroz DEQ/CT/UFPB

(Orientador)



---

Prof. Dr.ª Ana Flávia Santos Coelho - DEQ/CT/UFPB

(Avaliadora)



---

Prof.ª Dr.ª Karla Silvana Menezes Gadelha de Sousa- DEQ/CT/UFPB

(Avaliador)

## **DEDICAÇÕES**

Dedico esse trabalho primeiramente a Deus por ter me mostrado desde o início que ele sempre estava comigo, foram muitas dificuldades, mas nunca duvidei que conseguiria chegar ao fim desse caminho.

A minha amada vizinha Maria Elisa que sempre esteve presente nas minhas lutas, sempre tão carinhosa, a senhora não está mais aqui comigo, mas sei que está muito orgulhosa dessa conquista.

Aos meus pais Antônio e Berta que não pouparam nenhuma gota de suor e dedicaram várias noites de trabalho para que eu pudesse ter condições de ter todos os recursos necessários para conseguir trilhar esse caminho árduo.

A minha tia Raimunda por sempre ser uma amiga nas horas difíceis, que também não mediu esforços pra que pudesse me ver feliz.

A minha família como um todo, irmãos, primos, tios e meus avós maternos que sempre acompanharam minha luta, e que de alguma forma contribuíram comigo.

A minha namorada Jailma por ser minha companheira de todas as horas, por me dar forças pra seguir, pelos conselhos e por muitas vezes segurar na minha mão para atravessar as dificuldades.

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço a todos os colegas de graduação que desde o início do curso de alguma forma contribuíram nessa minha caminhada acadêmica.

A todos os professores que colocaram a disposição seu tempo e conhecimento para que eu pudesse conseguir absorver da melhor maneira possível os conteúdos.

Agradeço também aos amigos mais próximos que puderam me ajudar, com uma conversa, um conselho, um momento que me dedicou.

Agradeço ao Professor Vital de Sousa Queiroz pela disponibilidade em sempre passar seu conhecimento e me orientar durante o trabalho final de curso.

*Bem-aventurados os mansos, porque  
possuirão a terra.*

*Bem-aventurados os que têm fome e sede  
de justiça, porque serão saciados.*

*Bem-aventurados os misericordiosos,  
porque alcançarão misericórdia.*

*Bem-aventurados os puros de coração,  
porque verão a Deus.*

*Bem-aventurados os que promovem a paz,  
porque serão chamados filhos de Deus.*

*Mateus 5, 3-9*

## RESUMO

Os detergentes líquidos são compostos sintéticos que tem como componente ativo, moléculas tensoativas que possuem a particularidade de possuir tanto uma parte apolar, quanto uma parte polar, sendo produzidos e comercializados em larga escala atualmente, classificados na categoria de saneantes são utilizados em geral para remoção das mais variadas sujidades existentes, seja na indústria, sejam sujidades mais específicas como as hospitalares, na qual faz o uso de enzimas em sua formulação para combater manchas de difícil remoção, ou simplesmente na utilização da remoção de sujidades do dia-a-dia dos domicílios. Devido ao seu grande uso, muitas vezes não se é mensurado a verdadeira eficácia das formulações de detergente líquido domissanitário, a importância de essa formulação permitir uma sinergia entre seus componentes é fundamental para um produto final que reúna as características desejadas, e que de fato apresente eficácia no seu uso, sendo assim, alguns desses parâmetros como a quantidade do componente ativo que é o Ácido dodecilbenzeno sulfônico serão testados e avaliados nas concentrações de 4%, 6% e 8%, sendo submetidos a testes e controle de qualidade, que irão mostrar o desempenho de cada uma dessas formulações, em relação ao pH, viscosidade, concentração micelar crítica, ponto de turvação, ponto de nevoa e teste de desempenho, como o de formação e quebra de espuma. De acordo com o estudo que foi realizado, a formulação de 8% apresentou melhor desempenho nos testes realizados.

**Palavras-chaves:** Detergente, tensoativos, remoção de sujidades, controle de qualidade.

## **ABSTRACT**

Liquid detergents are synthetic compounds that have as active component, surfactant molecules that have the peculiarity of having both an apolar part and a polar part, being produced and marketed in a large scale currently, classified in the category of sanitizers are used in general for removal of the most varied contamination existing in industry, or more specific soils as hospital, in which it makes use of enzymes in its formulation to combat stains of difficult removal, or simply in the use of the removal of dirt from the day-a-day of households. Due to its great use, it is often not measured the true efficacy of the formulations of household cleaning liquid detergent, the importance of this formulation to allow a synergy among its components is fundamental for a final product that meets the desired characteristics, and that in fact presents Therefore, some of these parameters, such as the amount of the active component that is dodecylbenzene sulfonic acid, will be tested and evaluated at concentrations of 4%, 6% and 8%, being submitted to tests and quality control, which will show the performance of each of these formulations in relation to pH, viscosity, critical micellar concentration, cloud point, fog point and performance test, such as formation and foam breaking. According to the study that was carried out, the formulation of 8% presented better performance in the tests performed.

**Keywords:** Detergent, surfactants, soil removal, quality control.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Representação esquemática de uma molécula de tensoativo.....	20
Figura 2 - Micela rodeada por moléculas de água.....	17
Figura 3 - Exemplo de detergente biodegradável.....	18
Figura 4 - Fluxograma do processo.....	31
Figura 5 - Escala de pH.....	32
Figura 6 - pHmetro MARCONI.....	33
Figura 7 - Agitador de bancada.....	34
Figura 8 – Ilustração da concentração micelar crítica.....	37
Figura 9 – Esquema do tensiometro.....	38
Figura 10 - Viscosímetro rotacional.....	39
Figura 11 - Preparação do teste de espuma.....	40
Figura 12 - Teste de turvação.....	41
Figura 13 - Dinâmica do pH na reação de neutralização.....	42
Figura 14 - Especificações de viscosidade de detergente segundo a ANVISA.....	43
Figura 15 - Comportamento da tensão superficial formulação 4%.....	45
Figura 16 - Comportamento da tensão superficial formulação 6%.....	46
Figura 17 - Comportamento da tensão superficial formulação 8%.....	47
Figura 18 - Comportamento da tensão superficial da água para as formulações estudadas.....	48
Figura 19 – Espuma estabilizada.....	49
Figura 20 - Ponto de turvação.....	51

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Propriedades da água potável. ....	23
Tabela 2 - Propriedades do ácido sulfônico.....	23
Tabela 3 - Propriedades da Soda cáustica. ....	24
Tabela 4 - Propriedades da Amida 60. ....	24
Tabela 5 - Propriedades do Lauril éter sulfato de sódio.....	25
Tabela 6 - Propriedades Cloro metil isotiazolinona. ....	26
Tabela 7 - Propriedades Cloreto de sódio.....	26
Tabela 8 - Relações estequiométricas da reação de neutralização. ....	28
Tabela 9 - Formulação genérica de detergente líquido.....	29
Tabela 10 - Faixa de concentrações componente ativo. ....	32
Tabela 11 - Relação estequiométrica ácido-sal. ....	35
Tabela 12 - Resultados da carga de tensoativo total.....	43
Tabela 13 - Acompanhamento da tensão superficial formulação 4%. ....	44
Tabela 14 - Acompanhamento da tensão superficial formulação 6%. ....	45
Tabela 15 - Acompanhamento da tensão superficial formulação 8%. ....	47
Tabela 16 - Viscosidade das amostras.....	49
Tabela 17 - Formação de espuma instantânea. ....	49
Tabela 18 - Formação de espuma estabilizada. ....	50
Tabela 19 – Variação total percentual da espuma. ....	50
Tabela 20 - Temperatura de turvação. ....	51

## SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO .....	14
2	OBJETIVOS .....	15
2.1	Geral .....	15
2.2	Específicos .....	15
3	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA .....	16
3.1	Detergentes .....	16
3.1.1	Histórico .....	16
3.1.2	Conceito .....	16
3.1.3	Finalidade .....	18
3.1.3.1	Domissanitária .....	18
3.1.3.2	Industrial .....	18
3.1.3.3	Enzimática .....	18
3.2	Tensoativos .....	19
3.2.1	Classificação .....	20
3.2.1.1	Aniônicos .....	20
3.2.1.2	Catiônicos .....	21
3.2.1.3	Não iônicos .....	21
3.2.1.4	Anfóteros .....	22
3.3	Insumos .....	22
3.3.1	Água potável .....	22
3.3.2	Ácido sulfônico 90% (ácido dodecilbenzeno sulfônico) .....	23
3.3.3	Hidróxido de sódio (soda cáustica) .....	23
3.3.4	Dietanolamida de ácido graxo de coco (amida 60) .....	24
3.3.5	Lauril éter sulfato de sódio 70% .....	25
3.3.6	Cloro metil isotiazolinona .....	25
3.3.7	Cloreto de sódio (NaCl) .....	26
3.4	Controle de qualidade .....	26
4	METODOLOGIA .....	27
4.1	Processo produtivo .....	27
4.1.1	Reação de neutralização .....	28
4.1.2	Formulação .....	28
4.2	Parâmetros .....	32

4.2.1	Componente ativo.....	32
4.2.2	Potencial hidrogeniônico (pH).....	32
4.2.3	Velocidade de agitação .....	33
4.3	Controle de qualidade.....	34
4.3.1	Carga de tensoativo total .....	34
4.3.2	Concentração micelar crítica.....	36
4.3.3	Viscosidade.....	38
4.3.4	Formação e quebra de espuma.....	39
4.3.5	Ponto de turvação .....	40
4.3.6	Ponto de nevoa .....	41
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	42
5.1	Parâmetros.....	42
5.1.1	pH.....	42
5.2	Controle de qualidade.....	43
5.2.1	Carga de tensoativo total (CTT).....	43
5.2.2	Concentração micelar crítica.....	44
5.2.3	Viscosidade.....	48
5.2.4	Formação e quebra de espuma.....	49
5.2.5	Ponto de turvação .....	51
5.2.6	Ponto de nevoa .....	51
6	CONCLUSÕES.....	53
7	REFERÊNCIAS.....	54

## 1 INTRODUÇÃO

De acordo com a Associação Brasileira das Indústrias de Produtos de Limpeza e Afins (ABIPLA) a categoria de detergentes para lavar louça apresentou um crescimento consistente no acumulado de 2008-2015 de 18% no volume comercializado, ou 2,4% ao ano e 79,0% em faturamento.

O produto é considerado uma unanimidade entre os consumidores para a limpeza doméstica associado à economia de tempo, água e praticidade na cozinha. Em 8 anos o segmento aumentou o valor de vendas para um valor total de 452,6 milhões de litros em 2015.

O estudo do processo produtivo de detergentes líquidos domissanitários engloba uma série de fatores, pois a escolha da formulação é essencial para que ao final da produção, exista uma sinergia entre seus componentes e que dessa forma, seja garantida sua eficácia e eficiência na remoção de sujidades, que é sua ação principal, mas também deve conferir ao produto final outras especificações que devem ser analisadas no controle de qualidade. Se tratando da escolha da formulação, é necessário que os componentes ativos, que são os tensoativos e os demais aditivos que atuam com funções secundárias, mas não menos importantes, sejam devidamente testados e selecionados em uma boa relação de eficácia e o fator econômico, no que diz respeito à utilização dos insumos.

Levando em conta o estudo do controle de qualidade, é imprescindível manter uma boa relação de produção e qualidade, muitas vezes a busca por maiores produções, esse conceito de qualidade é deixado de lado, o que pode causar problemas futuros, como retrabalhos e a retenção de produtos não conforme, sendo assim, formulações serão produzidas e submetidas a testes de qualidade físico-químicos inerentes aos mesmos e também a testes de desempenho para outras especificações.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 Geral

Realizar o estudo de diferentes formulações de detergente líquido domissanitário sintético, em relação ao componente ativo, ou seja, a sua carga de tensoativos, a fim de analisar sua eficácia por meio do controle de qualidade e testes de desempenho.

### 2.2 Específicos

- Acompanhar e analisar as condições de operação do processo produtivo, identificando possíveis formas de otimização desse processo.
- Realizar o controle de qualidade do produto final, de modo a evitar retrabalhos e produtos não conformes.
- Identificar dentre os testes de controle de qualidade, a maneira que o detergente líquido possa ser utilizado com maior rendimento, sugerindo formas de uso padrão.

### 3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

#### 3.1 Detergentes

##### 3.1.1 Histórico

Em 1890, o químico alemão A. Kraft observou que pequenas cadeias de moléculas ligadas ao álcool funcionavam como sabão. Kraft produziu o primeiro detergente do mundo. Mas a novidade não passou na época de uma curiosidade química. Durante a Primeira Guerra Mundial, o bloqueio dos aliados cortou o suprimento de gorduras naturais, utilizadas para produzir lubrificantes. As gorduras de sabão foram substituídas e o produto tornou-se um artigo raro no país. Outros dois químicos alemães, H. Gunther e M. Hetzer retomaram as pesquisas de Kraft e lançaram em 1916 um detergente com fins comerciais, o Nekal, acreditando que seria usado apenas nos tempos de guerra (UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA, 2013).

As vantagens do detergente sintético sobre o sabão foram logo aparecendo, pois originavam soluções de lavagens mais próximas da neutralidade por serem sais de ácidos fortes, ao contrário do sabão, oriundo de ácidos mais fracos, originando soluções levemente alcalinas (MORRISON e BOYD, 1996).

##### 3.1.2 Conceito

Os detergentes são compostos sintéticos, e estão englobados na categoria de saneantes, que de acordo com a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) são substâncias ou preparações destinadas à higienização, desinfecção ou desinfestação domiciliar, em ambientes coletivos e/ou públicos, em lugares de uso comum e no tratamento de água, compreendendo, entre outros.

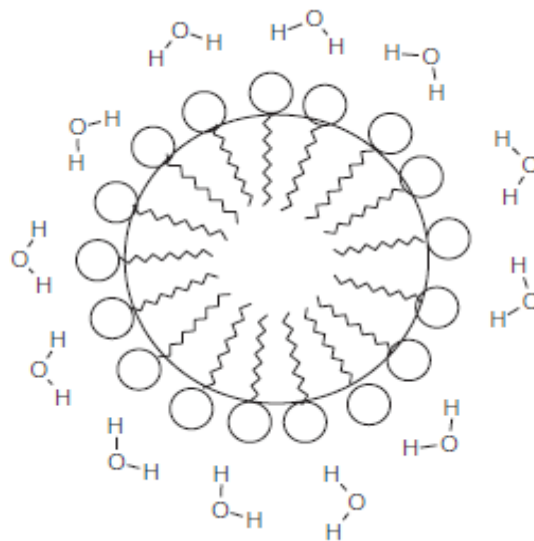
São emulsificantes que utilizamos em nossa vida diária, eles agem não apenas em sistemas de gases dispersos em líquidos (espuma), mas também em sistemas de dois materiais que normalmente não se dissolvem um no outro (duas fases distintas), causando a formação de emulsões. A substância emulsificante age diminuindo a diferença de tensão superficial (isto é, a repulsão mútua) entre as duas fases, de modo que uma passe a ‘molhar’ a outra.

Podem ser produzidos a partir de sais de diferentes substâncias, que podem ter ânions moleculares (detergentes aniônicos) ou cátions moleculares (detergentes catiônicos). A

característica comum entre seus íons moleculares é possuir uma parte apolar, em geral uma longa cadeia hidrocarbônica, e uma extremidade polar.

Quando se utiliza detergente dissolvido em água, formam-se as micelas. As micelas são agregados de ânions moleculares (agrupamento de 40 a 100 ânions), rodeados por cátions. Nesses agregados as cadeias longas apolares dos ânions estão direcionadas para dentro e as extremidades polares para fora, interagindo com a água conforme ilustra a Figura 2. A parte interna da micela, que contém as cadeias longas apolares, comporta-se como se fosse uma gota de óleo virtual, conseqüentemente nela só se dissolvem materiais oleosos. Como a parte externa da micela interage fortemente com as moléculas de água, ela é facilmente dissolvida pela água, tornando possível, portanto, a remoção de sujeiras apolares (aprisionadas nas micelas).

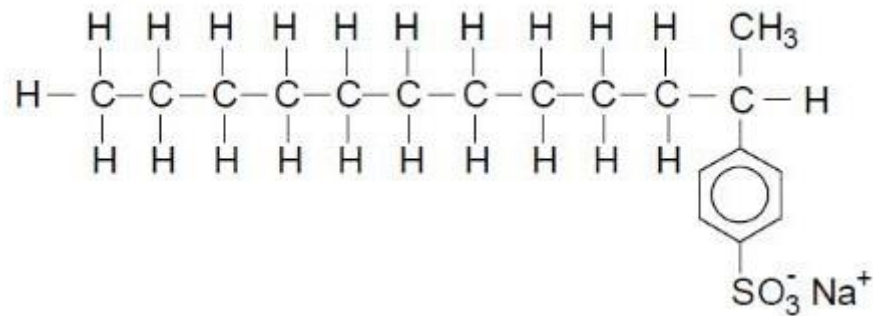
Figura 1 - Micela rodeada por moléculas de água.



Fonte: BRAGANÇA, 1999.

Em relação à biodegradabilidade, na água existem microrganismos que produzem enzimas capazes de quebrar as moléculas de cadeias lineares como mostrado na Figura 3. Essas enzimas, porém, não reconhecem as moléculas de cadeias ramificadas, fazendo com que esses detergentes permaneçam na água sem sofrer degradação (não biodegradável).

Figura 2 - Exemplo de detergente biodegradável.



Fonte: PERES, 2005.

### 3.1.3 Finalidade

#### 3.1.3.1 Domissanitária

A palavra domissanitária está associada à limpeza e higienização de atividades domésticas, ou seja, a utilização de produtos no dia-a-dia para as mais variadas finalidades, limpeza de louças, pisos, objetos em geral e etc. Esses produtos, em regra não apresentam nenhum risco ao usuário, sendo assim, são caracterizados como produtos de risco I, e tem sua venda livre, não sendo necessário nenhum tipo de registro para compra e uso dos mesmos.

#### 3.1.3.2 Industrial

São detergentes usados em situações especiais, principalmente para desincrustar peças e equipamentos das indústrias, ele difere dos outros de acordo com o seu uso, podendo, de acordo com o material a ser aplicado, assumir caráter ácido ou básico, reagindo assim com essa sujidade ou incrustação e promovendo a remoção. Devido aos cuidados do seu uso, é caracterizado com produto de risco II e venda restrita.

#### 3.1.3.3 Enzimática

Produto cuja formulação contém, além de um tensoativo, pelo menos uma enzima hidrolítica da subclasse das proteases, podendo ser acrescida de outra enzima da subclasse das amilases e demais componentes complementares da formulação, inclusive de enzimas de outras subclasses, tendo como finalidade remover a sujidade clínica e evitar a formação de compostos insolúveis na superfície desses dispositivos. A atividade enzimática é a capacidade que a enzima possui em catalisar uma reação, degradando substratos específicos, desde que o

complexo enzimático contido no detergente esteja em condições ativas dentro da formulação, devido à complexidade do seu uso, é caracterizado como grau de risco II e também de venda restrita.

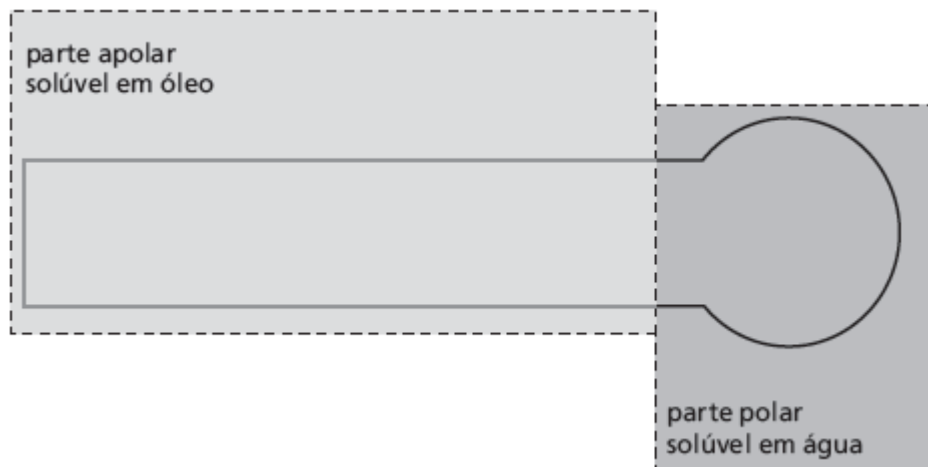
### 3.2 Tensoativos

Tensoativos ou surfactantes são substâncias que têm a propensão de se concentrar, isto é, de se adsorver em interfaces e de formar agregados coloidais em concentrações baixas numa solução. O termo surfactante, em inglês, “surfactante”, deriva da contração de “surface active agent”, que significa literalmente agente de atividade superficial (ROSEN; KUNJAPPU, 2012).

Os tensoativos figuram entre os produtos mais versáteis da indústria química. Suas propriedades os tornam adequados para uma ampla gama de aplicações industriais envolvendo: umectância, detergência, emulsificação, lubrificação, emoliência, solubilização e dispersão de fases, entre outros. São utilizados em praticamente todas as classes de atividades industriais, desde processos primários como recuperação e purificação de matérias-primas em mineração e química do petróleo até como elevadores de desempenho em produtos finais como tintas, cosméticos, produtos farmacêuticos e alimentos (MYERS, 1999).

É um tipo de molécula que apresenta uma parte com característica apolar ligada a outra parte com característica polar conforme mostra a Figura 1. Dessa forma, esse tipo de molécula é polar e apolar ao mesmo tempo. Para representar esse tipo de molécula, usa-se tradicionalmente a figura de uma barra (que representa a parte apolar da molécula – portanto solúvel em hidrocarbonetos, óleos e gorduras) e um círculo (que representa a sua parte polar, solúvel em água) (DALVIN, 2012).

Figura 3 - Representação esquemática de uma molécula de tensoativo.



Fonte: DALTIM, 1999.

A parte apolar de um tensoativo normalmente tem origem em uma cadeia carbônica (linear, ramificada ou com partes cíclicas), pois os carbonos dessa cadeia, apesar de serem mais eletronegativos que os átomos de hidrogênio, não formam polos de concentração de carga eletrostática. A parte polar deve ser formada por alguns átomos que apresentem concentração de carga, com formação de um polo negativo ou positivo. Essa parte polar é responsável pela solubilidade da molécula em água, pois as cargas (negativas ou positivas) apresentam atração eletrostática pelas moléculas de água vizinhas, já que estas apresentam cargas negativa e positiva na mesma molécula. Portanto, para ser solúvel em água, um tensoativo deve apresentar cargas, sejam elas negativas ou positivas.

A solubilidade em água de um tensoativo é dada pela existência de cargas na sua parte polar. Quanto mais carga tiver um tensoativo, mais solúvel ele será em água, não importando se as cargas são negativas ou positivas (já que a água apresenta as duas cargas).

### 3.2.1 Classificação

#### 3.2.1.1 Aniônicos

Quando dissolvido em água a molécula adquire uma carga negativa verdadeira, podendo ter esse ânion gerado da dissociação de um sal em água. Como a região polar apresenta carga negativa, este tipo de tensoativo é chamado de tensoativo aniônico. Além da carga negativa já presente na parte polar da molécula, essa região possui geralmente átomos de oxigênio (de alta eletronegatividade) que atraem elétrons dos carbonos e hidrogênios

vizinhos, aumentando ainda mais a polaridade negativa dessa região. Portanto, por apresentar dois efeitos que, somados, concentram cargas, a parte polar desse tipo de tensoativo apresenta alta polaridade e alta capacidade de atração de moléculas de água. Isso faz com que os tensoativos aniônicos sejam muito solúveis em água.

- Constituem a maior classe de tensoativos e a mais utilizada pela indústria em geral, pois nessa classe se encontram os tensoativos principais dos sabões, sabonetes, xampus e detergentes.
- Geralmente não são compatíveis com tensoativos catiônicos em virtude da neutralização de cargas.
- As características físico-químicas dos tensoativos aniônicos são fortemente influenciadas pela presença de eletrólitos em solução (sais solubilizados ou extremos de pH).

#### 3.2.1.2 Catiônicos

O tensoativo que apresenta carga positiva na região polar da molécula é chamado de tensoativo catiônico. Existe menor disponibilidade de tipos de tensoativos catiônicos que de aniônicos no mercado. Praticamente todos os tensoativos catiônicos comercialmente disponíveis no Brasil têm, em sua estrutura, o nitrogênio quaternário, obtido a partir de aminas primárias ou secundárias.

- Constituem uma classe representada por poucos tensoativos. Hoje somente há disponibilidade, no mercado brasileiro, de tensoativos catiônicos baseados no nitrogênio quaternário.
- Geralmente os tensoativos catiônicos não são compatíveis com tensoativos aniônicos.
- As características físico-químicas dos tensoativos catiônicos são fortemente influenciadas pela presença de eletrólitos em solução (sais solubilizados ou extremos de pH).

#### 3.2.1.3 Não iônicos

Os tensoativos que não apresentam cargas verdadeiras, ou seja, não originados de sais dissociados, existe apenas concentração de cargas em virtude das ligações polares das

moléculas como os etoxilados, são chamados de tensoativos não iônicos.

- Constituem a segunda classe de tensoativos mais utilizada no mercado.
- São normalmente compatíveis com todas as outras classes de tensoativos.
- Contrariamente aos tensoativos aniônicos e catiônicos, as propriedades físico-químicas dos tensoativos não iônicos não são fortemente influenciadas pela presença eletrólitos.

#### 3.2.1.4 Anfóteros

Podem ser aniônicos ou catiônicos, dependendo do pH da solução em que se encontram. Para isso apresentam tanto a carga negativa como a positiva na mesma molécula. Comportam-se como tensoativos aniônicos em meio alcalino, pois a alta concentração de hidroxilas neutraliza a carga positiva. Semelhantemente, os tensoativos anfóteros se comportam como tensoativos catiônicos em meio ácido. Os tensoativos anfóteros são compatíveis com os tensoativos aniônicos e catiônicos, pois não os neutralizam, já que apresentam carga total nula.

- Constituem a classe de tensoativos menos utilizada no mercado por causa do alto custo.
- São normalmente compatíveis com todas as outras classes de tensoativos.
- Por terem as duas cargas – negativa e positiva – na molécula, apresentam propriedades de organização com as moléculas de tensoativo aniônico e catiônico que modificam suas propriedades, permitindo a redução, por exemplo, de sua irritabilidade ocular.

### 3.3 Insumos

#### 3.3.1 Água potável

A água é o insumo que atua como veículo na formulação seja adicionada de forma pura, seja em solução juntamente com outros insumos, tendo o papel de promover a sinergia entre eles, a Tabela 1 mostra as propriedades da água.

Tabela 1 - Propriedades da água potável.

Estado físico	Líquido
Estrutura química	$H_2O$
Massa molecular	18 g / mol
Massa específica	1,0 g / cm <sup>3</sup>
Viscosidade (20°C)	1,002 cP
Solubilidade em água	-

Fonte: PERRY, 1997.

### 3.3.2 Ácido sulfônico 90% (ácido dodecilbenzeno sulfônico)

O Ácido sulfônico é amplamente aplicado no ramo de produtos de limpeza e costuma ser o principal componente ativo da formulação, pois é muito efetivo no abaixamento da tensão superficial, promovendo a molhabilidade da superfície e emulsificação da sujeira, além de possuir um alto poder espumante, é geralmente utilizado neutralizado com hidróxido de sódio e/ou trietanolamina. Pode gerar formulações viscosas e apresenta um maior poder de espessamento quando utilizado em conjunto com algum eletrólito (MACLER, 2017).

A função do ácido sulfônico é em conjunto com o hidróxido de sódio gerar após a neutralização o sal Dodecilbenzeno sulfonato de sódio, que é um tensoativo aniônico, atuando como componente ativo na formulação do detergente líquido. As propriedades desse insumo são mostradas na Tabela 2.

Tabela 2 - Propriedades do ácido sulfônico.

Estado físico	Líquido
Estrutura química	$C_{18}H_{29}O_2S - OH$
Massa molecular	320 g / mol
Massa específica	1,07 g / cm <sup>3</sup>
Viscosidade	1100 – 1300 cP
Solubilidade em água	Infinita

Fonte: MACLER, 2017.

### 3.3.3 Hidróxido de sódio (soda cáustica)

O hidróxido de sódio é o composto que comumente chamamos soda cáustica. Este

composto é um dos mais produzidos e utilizados a nível mundial, uma vez que tem aplicações nas mais variadas indústrias. É um sólido cristalino, quebradiço, branco e translúcido, suas características são mostradas na Tabela 3. Como é uma base forte, conclui-se que a solução aquosa de soda cáustica vai ter um caráter extremamente alcalino, sendo dessa forma, usado para efetuar a neutralização do ácido sulfônico, geralmente é usado em solução numa concentração entre 10 e 20%.

Tabela 3 - Propriedades da Soda cáustica.

Estado físico	Sólido
Estrutura química	NaOH
Massa molecular	40 g / mol
Massa específica	2,13 g / cm <sup>3</sup>
Viscosidade	-
Solubilidade em água (20 ° C)	109g / 100g água

Fonte: UNIPAR CARBOCLORO, 2017.

#### 3.3.4 Dietanolamida de ácido graxo de coco (amida 60)

É classificada como tensoativo não iônico compatível com a maioria dos tensoativos aniônicos, catiônicos, anfotéricos. É geralmente encontrada em soluções, e é usado especificamente a de concentração 60%.

Quando utilizados com lauril éter sulfato de sódio e com ácido sulfônico neutralizado, em formulações de detergentes líquidos, ocorre forte interação entre o grupo amida e os íons sulfato e sulfonato dos tensoativos aniônicos, proporcionando aumento da solubilidade e da espuma, tornando-a rica, densa e com grande número de bolhas de pequeno tamanho, do espessamento do sistema, evitam o ressecamento excessivo da pele causado pela ação detergente dos tensoativos, promovendo um ligeiro sobregorduramento e é especialmente importante em condições de lavagem com presença de gorduras, a Tabela 4 mostra as características da Amida 60 (MACLER, 2017).

Tabela 4 - Propriedades da Amida 60.

Estado físico	Líquido
Estrutura química	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_n\text{CON}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2$

Massa molecular	379 g / mol
Massa específica (25 ° C)	1,015 g / cm <sup>3</sup>
Viscosidade	>1000 cP
Solubilidade em água (20 ° C)	Infinita

---

Fonte: TEBRAS, 2017.

### 3.3.5 Lauril éter sulfato de sódio 70%

O Lauril éter sulfato de sódio apresenta em sua molécula uma parte hidrófoba, composta pela cadeia graxa do álcool laurílico de fonte vegetal, e uma parte hidrófila, formada pelo grupo éter sulfato, sendo caracterizado com um tensoativo iônico. Atua no abaixamento da tensão superficial, é formador de espuma, promove a umectação da superfície e o emulscionamento da sujeira. Estas características mostradas na Tabela 5 conferem ao Lauril Éter Sulfato de Sódio uma excelente detergência, elevado poder espumante, boa solubilidade em água e espessamento na presença de eletrólitos (MACLER, 2017).

Tabela 5 - Propriedades do Lauril éter sulfato de sódio.

Estado físico	Líquido
Estrutura química	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{CH}_2(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n\text{OSO}_3\text{Na}$
Massa molecular	288 g / mol
Massa específica (20 ° C)	1,05 g / cm <sup>3</sup>
Viscosidade	< 6000 cP (25°C)
Solubilidade em água	Sólúvel

---

Fonte: USIQUIMICA, 2017.

### 3.3.6 Cloro metil isotiazolinona

É utilizado nas formulações como conservante, garantido no produto final uma proteção, agindo como um agente de contenção na proliferação de microrganismos como bactérias, fungos e algas. Possui uma boa solubilidade em água e é bastante utilizado na produção de detergentes, desinfetantes, amaciantes de roupa e produtos de limpeza e higiene pessoal em geral. Atuam nos grupos tióis (-SH) presentes em enzimas e proteínas, desestabilizando seu metabolismo, as características desse insumo são mostradas na Tabela 6.

Tabela 6 - Propriedades Cloro metil isotiazolinona.

Estado físico	Líquido
Estrutura química	C <sub>4</sub> H <sub>4</sub> ClNOS
Massa molecular	149 g / mol
Massa específica (20 °C)	1,03 g / cm <sup>3</sup>
Viscosidade (23 °C)	< 0,001 cP
Solubilidade em água	Solúvel

Fonte: PROLINK, 2017.

### 3.3.7 Cloreto de sódio (NaCl)

O cloreto de sódio, principal constituinte do sal de cozinha, é um sólido iônico constituído por íons positivos e negativos, cujas características se encontram na Tabela 7. Quando diluído em água, os íons separam-se na solução, onde se encontram rodeados pelas moléculas do solvente. É o agente espessante mais utilizado nas formulações de produtos de limpeza e higiene pessoal. Ele é capaz de aumentar a viscosidade do produto através da interação com agentes tensoativos empregados, desde que os níveis salinos não ultrapassem os limites de solubilidade (COUTO, 2007).

Tabela 7 - Propriedades Cloreto de sódio.

Estado físico	Sólido
Estrutura química	NaCl
Massa molecular	58 g / mol
Massa específica (20 °C)	2,16 g / cm <sup>3</sup>
Viscosidade	-
Solubilidade em água	1g em 3 ml de água

Fonte: UNICAMP, 2017.

## 3.4 Controle de qualidade

Controle de qualidade, por definição é o conjunto de operações que incluem programação, coordenação e execução de processos que visam verificar e assegurar que os

produtos estejam dentro de padrões de qualidade pré-estabelecidos, realizando análises ou medições. As principais vantagens são: otimização de processos, redução de tempo e desperdícios, padronização de procedimentos, aumento da certeza da qualidade do ambiente, matéria-prima utilizada e produtos finais (JORGE, 2006).

Na Idade Média, as guildas que eram as associações de profissionais que definiam um padrão de qualidade próprio dos produtos e os artesãos que não conseguissem manter seus produtos dentro do padrão estipulado eram punidos. Mais tarde, surgiu interesse por parte dos reis em definir especificações técnicas para os produtos comprados por eles. Alguns membros das corte tinham a função de fiscalizar e supervisionar os objetos. Antes da revolução industrial, era possível que o próprio artesão definisse quais seriam seus padrões de qualidade (SANTOS, 2015).

Com o avanço da Revolução Industrial, fez-se necessária a padronização dos processos de fabricação de produtos. Nas fábricas havia sempre a presença de algum supervisor, que fiscalizava não só o produto a ser desenvolvido como o trabalho dos profissionais em cada etapa do processo, garantindo que os produtos fossem produzidos exatamente de acordo com as especificações técnicas pré-definidas. A preocupação com o padrão de produção surgiu inicialmente para evitar desperdícios (SANTOS, 2015).

Historicamente o controle de qualidade tem exemplos de fácil visualização. Os produtos japoneses do pós-guerra tinham baixa qualidade. A evolução ocorreu devido a presença americana, que forçou a elevação dos padrões. Outros países também apresentaram dificuldades parecidas, e isto abala diretamente suas economias (SELEME, 2008).

A presença de um supervisor para garantir este controle deve ajudar no aprimoramento de processos de produção, ajudando a definir os padrões da empresa e fazer cumprir a legislação e normas técnicas específicas para tal (SELEME, 2008).

## **4 METODOLOGIA**

O estudo e desenvolvimento do trabalho foram realizados no Laboratório piloto de química (LAPQ), localizado na Universidade Federal da Paraíba, Campus I. As amostras foram preparadas e analisadas com resultado único.

### **4.1 Processo produtivo**

#### 4.1.1 Reação de neutralização

A reação de neutralização é mostrada abaixo pela Equação (1), para que se possam determinar as quantidades de Ácido Dodecilbenzeno Sulfônico (90%) e solução de Hidróxido de sódio (10%) é necessário o conhecimento das relações estequiométricas e as propriedades das matérias primas.



Após a neutralização obtém-se o Dodecilbenzeno sulfonato de sódio, que é o sal do ácido sulfônico, esse sal é um agente tensoativo e atua como o componente ativo na formulação do detergente líquido. A Tabela 8 abaixo mostra as relações entre os componentes da reação de neutralização mostrada anteriormente.

Tabela 8 - Relações estequiométricas da reação de neutralização.

Ácido dodecilbenzeno sulfônico	Hidróxido de sódio	Dodecilbenzeno sulfonato de sódio	Água
1 Kmol	1 Kmol	1 Kmol	1 Kmol
320 Kg / Kmol	40 Kg / Kmol	384 Kg / Kmol	18 Kg / Kmol
$m_{AS}$	$m_{SC}$	$m_{DBSS}$	$m_{Água}$

Fonte: AUTORAL.

#### 4.1.2 Formulação

Existem várias formulações possíveis para a produção do detergente líquido domissanitário, em resumo, a formulação escolhida deve proporcionar uma boa sinergia entre seus componentes ativos que possam exercer sua função de forma satisfatória. Além disso, é necessário um conhecimento do processo, de forma que se possa identificar formas de contornar possíveis problemas, identificar os parâmetros que requerem um acompanhamento mais intenso e também aplicar o conceito de otimização onde for possível. Todos esses pontos serão abordados nessa seção.

Devido à interferência da concentração de cloreto de sódio nas Formulações, causando

um ponto de turvação indesejado na Formulação 8%, a concentração de cloreto de sódio para esta formulação foi de 1%.

A partir da formulação mostrada na Tabela 9, em seguida será descrito o andamento do processo produtivo.

Tabela 9 - Formulação genérica de detergente líquido.

Item	Componente	Quantidade (%)
1	Água Potável (Livre)	83,35
2	Ácido Dodecilbenzeno Sulfônico (90%)	4-8
3	Solução de Hidróxido de Sódio (10%)	6,9
4	Lauril Éter Sulfato de Sódio	2,2
5	Dietanolamina de Ácidos Graxos de Coco (Amida 60)	0,3
6	Cloreto de Sódio (Sal refinado)	1-1,2
7	Metilcloroisotiazolinona	0,05
-	Total	100

Fonte: AUTORAL, 2017.

### a) Etapa 1

A etapa 1 da produção consiste em promover a neutralização do ácido dodecilbenzeno sulfônico para a obtenção do seu sal correspondente, que é o componente ativo da formulação, essa etapa é a que requer um maior monitoramento, sendo de fundamental importância o acompanhamento dos parâmetros do processo que envolvem uma reação de neutralização ácido-base.

**Passo I:** O primeiro passo é a adição de água no reator, inicialmente 50% da quantidade de água alimentada, funcionando como meio ou veículo para o processamento da reação.

**Passo II:** O ácido dodecilbenzeno sulfônico é adicionado no volume de água no reator, o agitador será acionado, promovendo a mistura até a homogeneização entre os dois

componentes.

**Passo III:** O hidróxido de sódio já em solução deve ser adicionado ao reator em agitação constante nas proporções estequiométricas para que haja a neutralização do O ácido dodecilbenzeno sulfônico.

## **b) Etapa 2**

Nessa etapa serão adicionados os insumos restantes da formulação de acordo com a ordem em que se encontram mostrados na Tabela 9, é importante que a agitação seja contínua, dessa forma, a homogeneização será mais eficiente.

**Passo IV:** Adição do tensoativo Lauril éter sulfato de sódio.

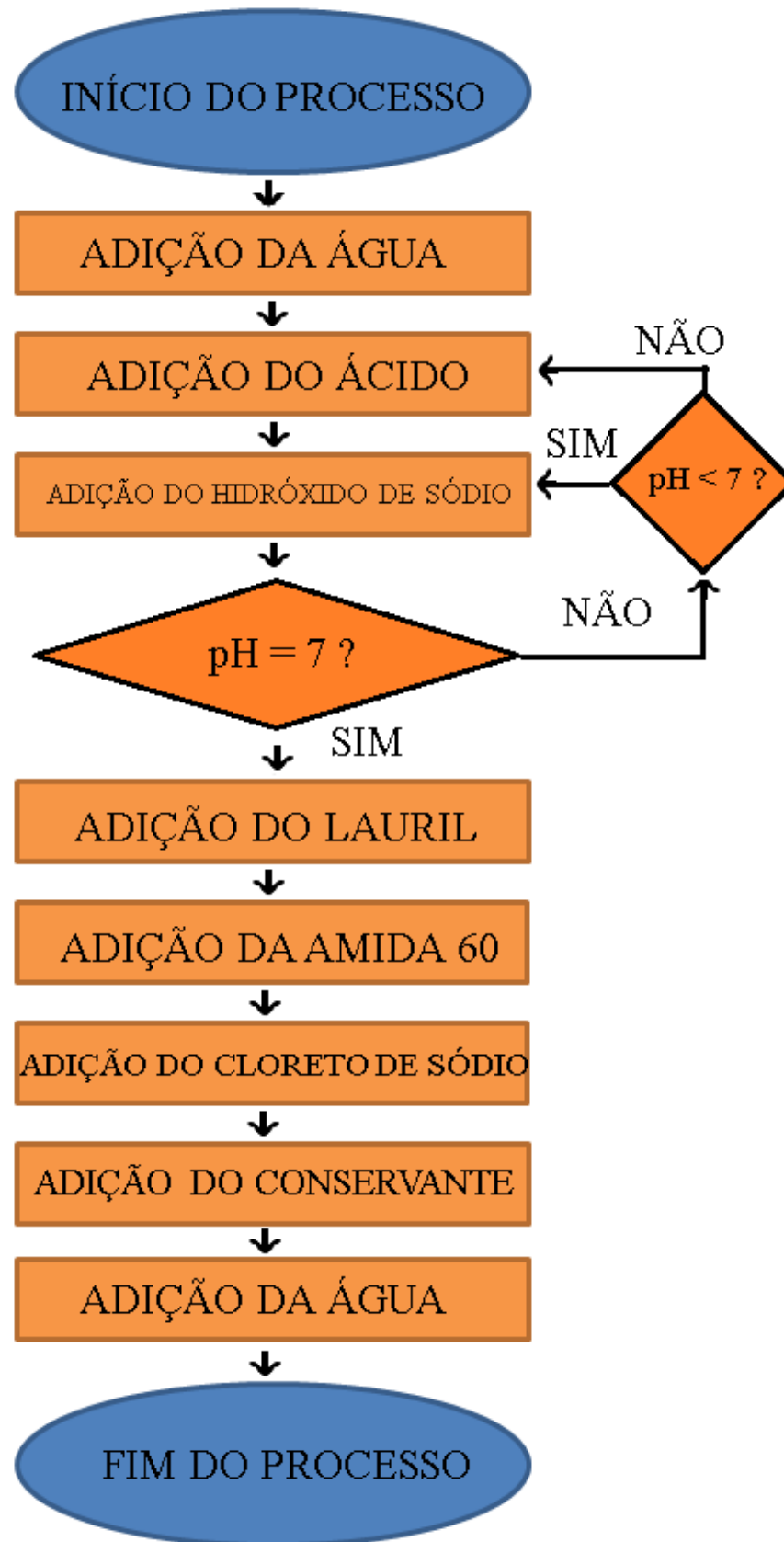
**Passo V:** Adição do tensoativo Amida 60.

**Passo VI:** Adição do espessante Cloreto de sódio.

**Passo VII:** Adição do conservante Metilcloroisotiazolinona.

Com o conhecimento das etapas do processo, abaixo é mostrado na Figura 4 o fluxograma que o exemplifica.

Figura 4 - Fluxograma do processo.



## 4.2 Parâmetros

### 4.2.1 Componente ativo

Na formulação o componente ativo é sal do Ácido sulfônico gerado após a reação de neutralização, foi feito um estudo para determinar uma concentração que englobe melhores resultados no produto final, sendo assim, foram testadas formulações com 4%, 6% e 8% do componente ativo conforme ilustra a Tabela 10.

Tabela 10 - Faixa de concentrações componente ativo.

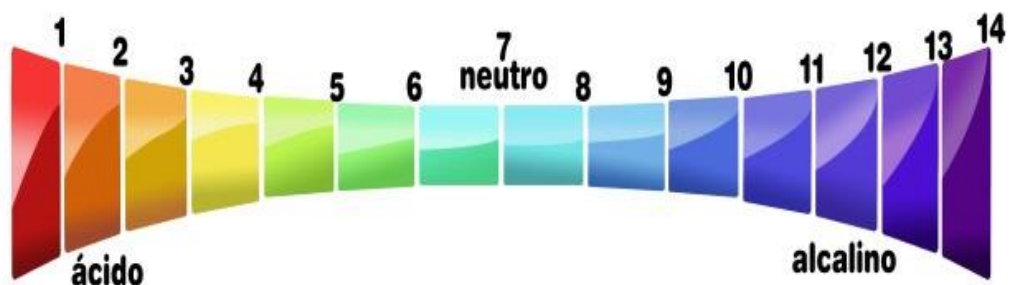
<b>Formulação 1</b>	<b>Formulação 2</b>	<b>Formulação 3</b>
4%	6%	8%

Fonte: AUTORAL.

### 4.2.2 Potencial hidrogeniônico (pH)

O pH, conceito proposto pelo dinamarquês Sørensen, em 1909, que significa literalmente potência (p) de hidrogênio (H), permite-nos descrever o carácter ácido ou básico que predomina em meio aquoso, tendo em conta o seu valor determinado numa escala de 0 a 14. Um meio aquoso será ácido se tiver pH de 0 a 7, será básico se o pH for de 7 a 14 e será neutro para pH igual a 7 (MORAIS). Conforme mostrado na Figura 5.

Figura 5 - Escala de pH.



Fonte: MINDOMO, 2017.

Como no estudo desse trabalho um dos focos é a reação de neutralização que faz parte

do processo produtivo, pode-se usar o conceito e a escala de pH para monitorar o andamento da reação química, relacionando a medição desse parâmetro com a concentração do íon hidrônio  $[H_3O^+]$  que é proveniente da interação do ácido sulfônico com a água do meio reacional. Sendo assim, o objetivo é que se alcance a faixa em que a reação chega à neutralidade, indicando que o ácido adicionado foi totalmente consumido.

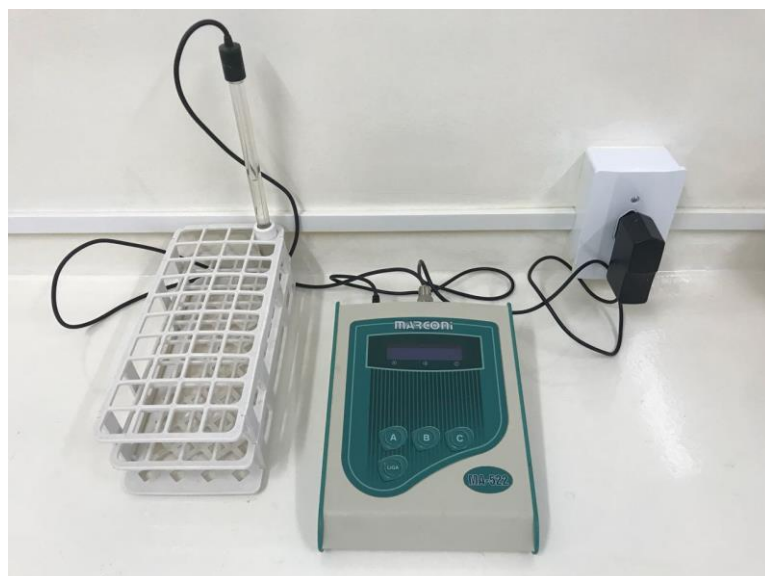
Na grande maioria das vezes, esses valores de acidez, ou concentração dos íons  $[H_3O^+]$  em solução, eram representados por potência de 10 negativas ( $10^{-6}$ ,  $10^{-5}$ , etc.). Para facilitar essa escala de valores tão pequenos Sørensen definiu a relação mostrada abaixo pela Equação (2).

$$pH = -\log[H_3O^+] \quad (2)$$

Com o conhecimento de que como se pode relacionar o parâmetro pH com a concentração do ácido, é possível identificar o comportamento dessa concentração durante a reação.

O monitoramento do pH foi realizado por meio do equipamento pHmetro (MA-522, MARCONI) localizado no Laboratório piloto de química (LAPQ) e ilustrado na Figura 6.

Figura 6 - pHmetro MARCONI.



Fonte: ANDRADE, 2017.

#### 4.2.3 Velocidade de agitação

A agitação é um parâmetro imprescindível para o processo, uma vez de grande parte do processo produtivo consiste em homogeneizar os insumos até a obtenção do produto final.

A agitação se faz ainda mais necessária durante a reação de neutralização, essa reação por si só se processa de forma rápida, sendo sua limitação apenas que as moléculas de reagentes entrem em contato, se processando assim a neutralização. A Figura 7 mostra o agitador de bancada utilizado.

Figura 7 - Agitador de bancada.



Fonte: AUTORAL.

### 4.3 Controle de qualidade

#### 4.3.1 Carga de tensoativo total

A escolha da formulação envolve a seleção de vários que insumos que possuem um papel pré-definido, dentre desses os tensoativos são bastante importantes, atuando como componentes ativos, diminuindo a tensão superficial da água e atuando na remoção de sujidades.

A carga de tensoativos total representa a quantidade total desse insumo na formulação, é uma especificação que pode ser objeto de comparação entre diferentes produtos. É obtida pelo somatório das quantidades de tensoativos dentro de determinada formulação, conforme mostrado nas Equações (3) e (4) em volume e em porcentagem respectivamente mostradas

abaixo.

$$\text{Carga de Tensoativo Total (CTT)} = V_{DBSS} + V_{Lauril} + V_{Amida} \quad (3)$$

$$(\% \text{ CTT}) = \frac{CTT}{V_{Total}} \quad (4)$$

O Dodecilbenzeno Sulfonato de Sódio é o tensoativo obtido após a reação de neutralização, e sua contribuição na formulação deve ser calculado pela relação estequiométrica da reação, considerando que praticamente todo Ácido Sulfônico reage. Sabendo que o ácido sulfônico utilizado tem uma pureza de 90%, será estudado em diferentes concentrações de 4%, 6% e 8% e utilizando a relação estequiométrica já mencionada na Tabela 11, obtém-se a contribuição do tensoativo mencionado.

Tabela 11 - Relação estequiométrica ácido-sal.

Ácido Dodecilbenzeno Sulfônico	Dodecilbenzeno Sulfonato de Sódio
1 Kmol	1 Kmol
320 Kg / Kmol	384 Kg / Kmol
$m_{AS}$	$m_{DBSS}$

Fonte: AUTORAL.

Para a obtenção do volume e a da contribuição percentual do Dodecilbenzeno sulfonato de sódio foi tomado um volume de produção para exemplificar o cálculo, o volume será de  $V_{Total} = 100L$ , conforme apresentado na Equação (5).

Inicialmente foi obtida a massa em quilogramas de Ácido dodecilbenzeno sulfônico, levando em conta suas concentrações  $C_{AS}$  de 4%, 6% e 8%, como mostrado abaixo pela equação (6).

$$V_{AS} = C_{AS} * V_{Total} \quad (5)$$

$$m_{AS} = 0,9 * \rho_{AS} * V_{AS} \quad (6)$$

Após o cálculo das massas será utilizado as relações estequiométricas da Tabela 11 para a obtenção das massas do Dodecilbenzeno Sulfonato de Sódio, levando em conta que a

reação de neutralização tem uma conversão próxima de 100%.

De posse dessas massas e com a utilização da massa específica do Dodecilbenzeno Sulfonato de Sódio  $\rho_{DBSS} = 1,07 \text{ g/L}$ , foi obtido o respectivo volume em litros referente a essa massa, como apresentado na Equação (7) abaixo.

$$V_{DBSS} = \frac{m_{DBSS}}{\rho_{DBSS}} \quad (7)$$

O Lauril éter sulfato de sódio foi utilizado com uma contribuição percentual de 2,2 %, e seu volume em litros é calculado pela Equação (8).

$$V_{LESS} = 0,7 * (0,022) * V_{Total} \quad (8)$$

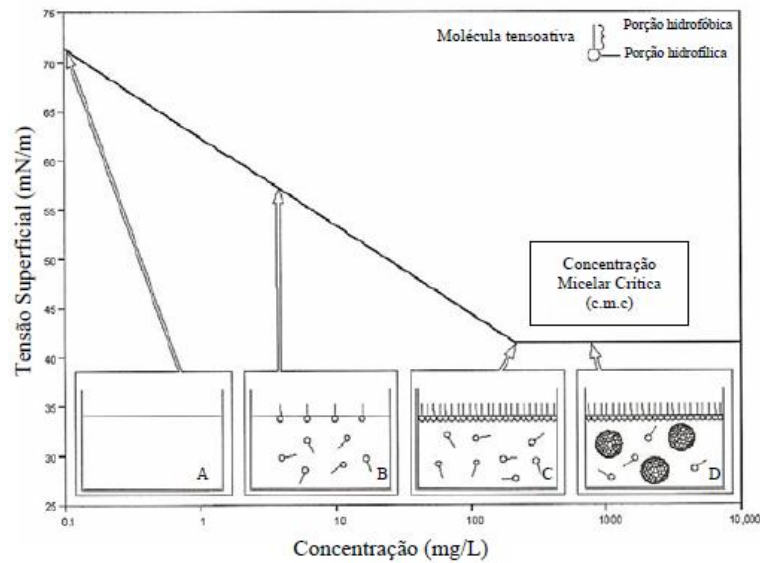
A Dietanolamida de Ácidos Graxos de Coco (Amida 60) representa 0,3 % da formulação total e seu volume em litros foi obtido pela Equação (9).

$$V_{DAGC} = 0,6 * (0,003) * V_{Total} \quad (9)$$

#### 4.3.2 Concentração micelar crítica

A concentração micelar crítica é a menor concentração onde ocorre a formação de micelas de um tensoativo. O aumento da concentração do tensoativo após este ponto tem pouco efeito na tensão superficial da solução na qual o tensoativo está presente. A concentração onde inicia o processo de formação das micelas (micelização) é chamada de concentração crítica micelar, CMC, que é uma propriedade intrínseca e característica do surfactante. A adição de tensoativos à água conforme mostra a Figura 8 tende a saturar todas as interfaces (situação B e C), e assim tem-se a saturação do meio e a formação de micelas (situação D).

Figura 8 – Ilustração da concentração micelar crítica.



Fonte: SANTOS, 2007.

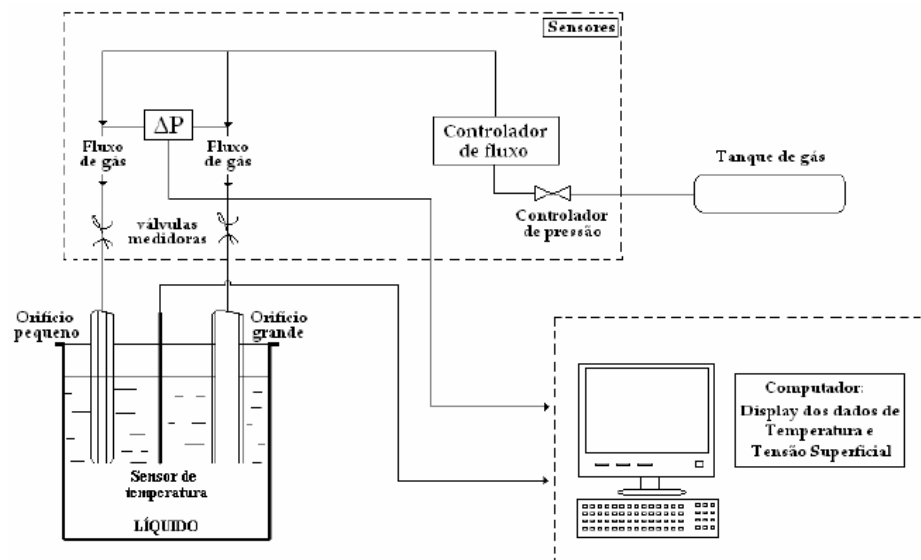
Foram preparadas e utilizadas concentrações em g/L, em seguida utilizou-se béqueres para pesar, em balança analítica, separadamente as massas de tensoativo com auxílio de uma seringa e feito a pesagem, diluiu-se em água destilada e homogeneizou com auxílio de um bastão de vidro.

Determinou-se a CMC com o auxílio do equipamento SensaDyne Tensiometer localizado no Laboratório de Petróleo (Lapet), UFPB *Campus I*. Utilizou-se o método da máxima pressão da bolha, o qual trabalha com dois capilares de diâmetros diferentes onde é bombeado um gás inerte (nitrogênio). Os capilares são imersos no fluido e a frequência de borbulhamento do gás é determinada. O bombeamento do nitrogênio através desses dois capilares produz um diferencial de pressão ( $\Delta P$ ) mostrado pela Equação (10) que é diretamente relacionado com a tensão superficial do fluido, mostrado na equação abaixo.

$$\Delta P = P_1 - P_2 = \left( \rho g h + \frac{2\gamma}{r_1} \right) - \left( \rho g h + \frac{2\gamma}{r_2} \right) = \frac{2\gamma}{r_1} - \frac{2\gamma}{r_2} \quad (10)$$

A utilização de dois capilares de diâmetros diferentes elimina a interferência de componentes hidrostáticos (a diferença de densidade entre o líquido e o gás multiplicada pela aceleração da gravidade e a profundidade de imersão capilar), que o tensiômetro de um capilar não consegue eliminar. O capilar de maior diâmetro mede o efeito da profundidade de imersão (elimina componentes hidrostáticos) e o valor da pressão máxima da bolha do capilar menor é a tensão superficial. Uma representação do método é ilustrada na Figura 9.

Figura 9 – Esquema do tensiometro.



Fonte: SANTOS, 2007.

#### 4.3.3 Viscosidade

A viscosidade é medida pela velocidade angular de uma parte móvel separada de uma parte fixa pelo líquido. Nos viscosímetros de cilindros concêntricos, a parte fixa é, em geral, a parede do próprio recipiente cilíndrico onde está o líquido. A parte móvel pode ser no formato de palhetas ou um cilindro. A utilização do viscosímetro é necessária para avaliar a especificação dessa característica nos produtos, a Figura 10 mostra o equipamento utilizado no LAPQ.

Figura 10 - Viscosímetro rotacional.

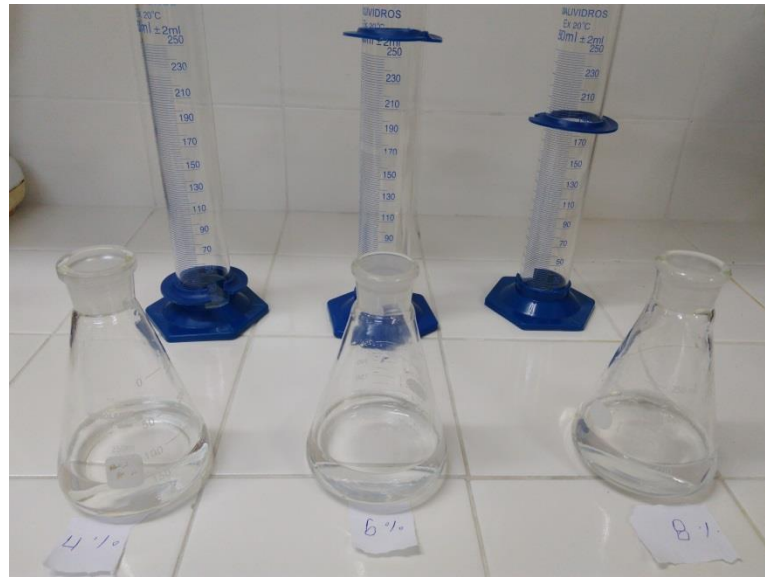


Fonte: AUTORAL, 2017.

#### 4.3.4 Formação e quebra de espuma

O método consistiu em preparar 100mL de uma solução 1% m/v das diferentes amostras de detergente, em seguida foi medido 20mL dessa solução em uma proveta de 100mL com tampa como mostra a Figura 11, agitou-se vigorosamente a proveta de 20 a 30 segundos. Depois disso, a proveta foi colocada sobre a bancada e foi anotado o volume de líquido e de espuma no tempo de 0 segundo, 60 segundos, 15 minutos e 1 hora depois, quanto menor a variação do volume de espuma, maior sua estabilidade.

Figura 11 - Preparação do teste de espuma.



Fonte: AUTORAL.

Para mensurar essa variação foi usado um cálculo para determinar a porcentagem de formação de espuma instantânea e porcentagem de estabilizada ao final do processo, e de posse desses cálculos, a obtenção da variação total de espuma, sendo ( $V_{ti}$ ) volume total inicial, ( $V_s$ ) volume da solução e ( $V_{tf}$ ) volume total final, ambas em mL, as Equações (11), (12) e (13) indicam os cálculos dessas propriedades.

$$\% \text{ Espuma Instantânea } (Ei) = \frac{V_{ti} - V_s}{V_s} * 100 \quad (11)$$

$$\% \text{ Espuma Estabilizada } (Ee) = \frac{V_{tf} - V_s}{V_s} * 100 \quad (12)$$

$$\Delta(\% \text{ Espuma}) = \%Ei - \%Ee \quad (13)$$

#### 4.3.5 Ponto de turvação

É uma propriedade física dos fluidos que se traduz na redução da sua transparência devido à presença de materiais em suspensão que interferem com a passagem da luz através do fluido, em geral isso se deve a exposição a determinadas temperaturas, causando uma insolubilidade dos componentes da formulação.

Para a determinação do ponto de turvação, foi retirada uma quantidade de 5mL de cada amostra e colocado em tubos de ensaio, com o auxílio de um termômetro imerso dentro

do tubo, ele foi levado há um banho de gelo como mostrado na Figura 12, com o objetivo de se verificar qual temperatura a amostra começa a deixar a característica de translucido e começa a apresentar turvação.

Figura 12 - Teste de turvação.



Fonte: AUTORAL.

#### 4.3.6 Ponto de nevoa

Similar ao ponto de turvação, o ponto de nevoa é o ponto em que os tensoativos, principalmente os não iônicos contidos nas formulações ficam insolúveis, podendo gerar duas ou mais fases, isso acontece a altas temperaturas, isso ocorre porque os tensoativos necessitam das ligações de hidrogênio pra ficar solúveis, devido ao aumento da temperatura essas ligações se quebram, causando assim uma turvação.

O ponto de nevoa foi determinado com a adição da amostra em um tubo de ensaio com um termômetro imerso dentro, após isso o mesmo foi exposto a um aquecimento, quando a amostra turvou, foi verificado a qual temperatura ocorreu esse comportamento.

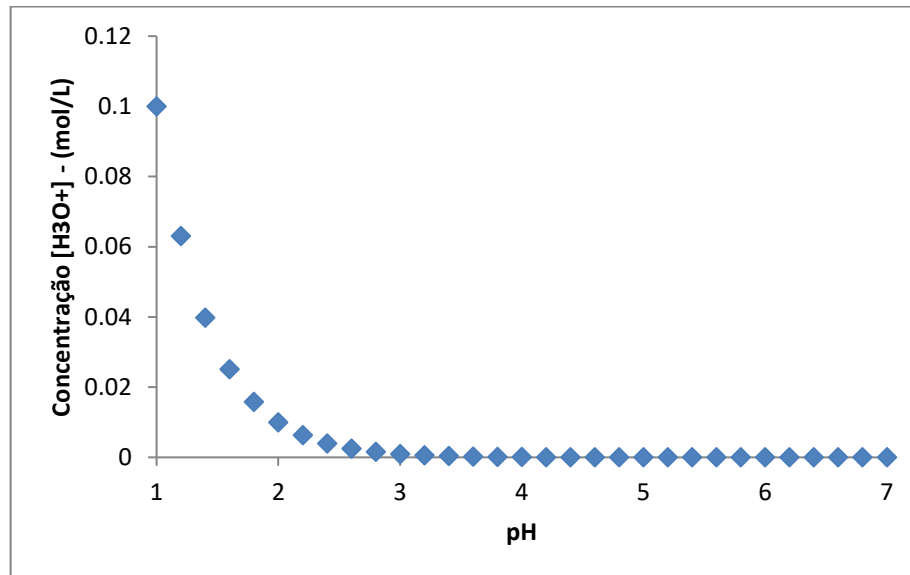
## 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 5.1 Parâmetros

#### 5.1.1 pH

Tratado aqui como parâmetro do processo, o comportamento do pH determina o andamento da reação de neutralização, sendo importante seu acompanhamento, é possível relaciona-lo com a variação da concentração do ácido sulfônico, como ilustra a Figura 13.

Figura 13 - Dinâmica do pH na reação de neutralização.



Fonte: AUTORAL.

É possível identificar que para o aumento do pH acima de 2 a concentração do íon hidrônio diminui sutilmente, como já mencionado, pela adição da soda caustica, essa sensibilidade na dinâmica da neutralização muitas vezes dificulta o acompanhamento, sendo necessário determinado cuidado no momento da adição do neutralizante ao meio reacional.

O objetivo é que o sistema alcance o pH 7, no qual se dá o fim da reação, e dessa forma, obtém-se o princípio ativo das formulações estudadas.

Para o estudo do parâmetro pH como previsto o acompanhamento possui uma dinâmica muito rápida, dificultando as medições em tempo hábil, como já citado o pH apresenta a maior influência no monitoramento da reação de neutralização, após a adição de determinada quantidade de soda caustica é necessário uma maior cuidado, pois a neutralidade é um ponto muito sensível para se alcançar.

## 5.2 Controle de qualidade

A partir da Resolução normativa nº 1/78 (ANVISA) é definido todas as especificações necessárias para os parâmetros do detergente líquido, sendo definidas apenas as características de pH, componente ativo e sua viscosidade nessa resolução, mostrada na Figura 14.

Figura 14 - Especificações de viscosidade de detergente segundo a ANVISA.

c)	Detergente Líquido para Limpeza de artigos de copa e cozinha: PH do produto puro	Mínimo: 5,5 Máximo: 8,5
	1. O produto poderá ser considerado concentrado quando preencher os dois requisitos abaixo:  b) Viscosidade cinemática do produto puro, livre de bolhas, no momento da fabricação a 25°C.	Mínimo: 100 cp
	2. O produto poderá ser considerado super-concentrado quando preencher os dois requisitos abaixo:  b) Viscosidade cinemática do produto puro, livre de bolhas, no momento da fabricação a 25°C.	Mínimo: 200 cp

Fonte: BRASIL 2012,

### 5.2.1 Carga de tensoativo total (CTT)

A partir do conhecimento das relações estequiométricas da reação de neutralização é possível obter a composição do tensoativo Dodecilbenzeno Sulfonato de Sódio, que somado a parcela do Lauril Éter Sulfato de Sódio e da Dietanolamina de Ácidos Graxos de Coco (Amida 60), é possível determinar a carga de tensoativo total, sendo utilizados os dados da Tabela 12 e as Equações (3) e (4).

Tabela 12 - Resultados da carga de tensoativo total.

Formulação	Dodecilbenzeno Sulfonato de Sódio	Lauril Éter Sulfato de Sódio	Amida 60	CTT	% CTT
4 %	3,77 L	1,54 L	0,18 L	5,49 L	5,49 %

6 %	5,66 L	1,54 L	0,18 L	7,38 L	7,38 %
8 %	7,54 L	1,54 L	0,18 L	9,26 L	9,26%

Fonte: AUTORAL.

A formulação com 8% de concentração inicial de Ácido Dodecilbenzeno Sulfônico naturalmente possui uma maior carga de tensoativo total, isso ocorre devido a reação de neutralização gerar uma maior quantidade do Dodecilbenzeno Sulfonato de Sódio, nos testes e especificações feitas na continuação do trabalho, será analisado se essa carga de tensoativo total se reverte em um melhor desempenho.

### 5.2.2 Concentração micelar crítica

Após serem feitas as análises, os dados foram organizados em tabelas e em seguida gerados os gráficos para que se pudesse visualizar o comportamento da tensão superficial da água  $\gamma_{H_2O}$  dada na unidade de dina/cm, na presença das formulações utilizadas que são expressas em concentração na unidade de g/L para a determinação da concentração micelar crítica. Os dados obtidos são mostrados abaixo com o intuito de mensurar a capacidade de cada formulação provocar a diminuição da tensão superficial da água.

Para a formulação de 4% foram utilizadas concentrações que vão de 0,4 g/L até 25 g/L distribuídas em 15 soluções preparadas, conforme ilustrado na Tabela 13 mostrada abaixo.

Tabela 13 - Acompanhamento da tensão superficial formulação 4%.

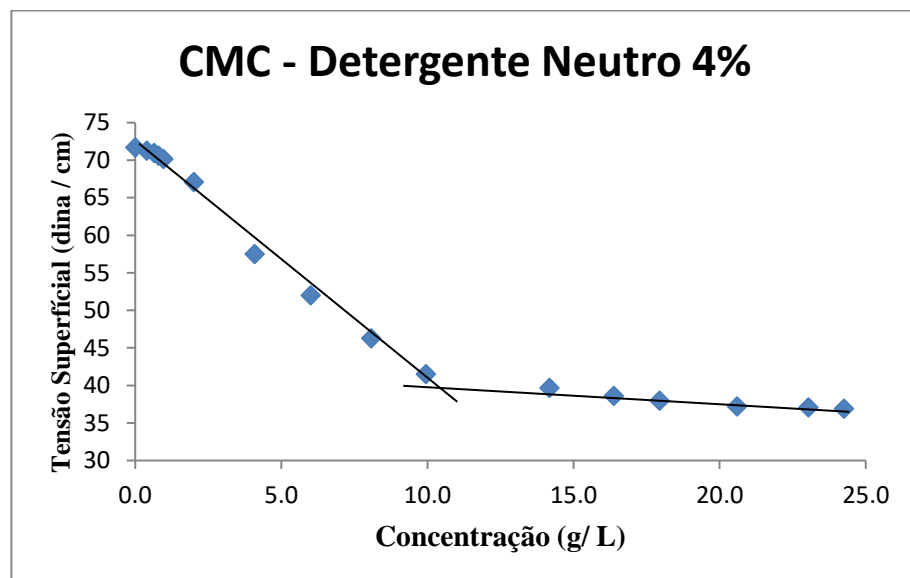
Solução	Volume preparado (L)	Concentração (g/L)	Tensão superficial (dina/cm)
-	0,25	0	71,7
1	0,25	0,4	71,3
2	0,25	0,6	71
3	0,25	0,8	70,6
4	0,25	1,0	70,2
5	0,1	2,0	67,1
6	0,1	4,0	57,5
7	0,1	6,0	52
8	0,1	8,0	46,3
9	0,1	10,0	43,5
10	0,1	14,0	39,7
11	0,1	16,0	38,6

12	0,1	18,0	38
13	0,1	21,0	37,2
14	0,1	23,0	37,1
15	0,1	24,0	36,9

Fonte: AUTORAL.

Pode-se perceber que a partir de determinada concentração a curva começa a tender a um valor limite, em que o aumento da concentração não provoca maiores variações na tensão superficial da água, sendo assim a partir desse ponto tem-se a saturação do meio, e assim a determinação da concentração micelar crítica com o uso de retas bissetrizes, feitas por análise gráfica, a partir da Figura 15.

Figura 15 - Comportamento da tensão superficial formulação 4%.



Fonte: AUTORAL.

A concentração micelar crítica observada graficamente é determinada na interseção das duas retas mostradas na Figura 14, para a formulação de 4% obteve-se o valor de 10,4 g/L e consegue diminuir a tensão superficial da água até o valor de 36,9 dina/cm.

Para a formulação de 6% foram utilizadas concentrações que vão de 0,5 g/L até 23 g/L distribuídas em 13 soluções preparadas, conforme ilustrado na Tabela 14 mostrada abaixo.

Tabela 14 - Acompanhamento da tensão superficial formulação 6%.

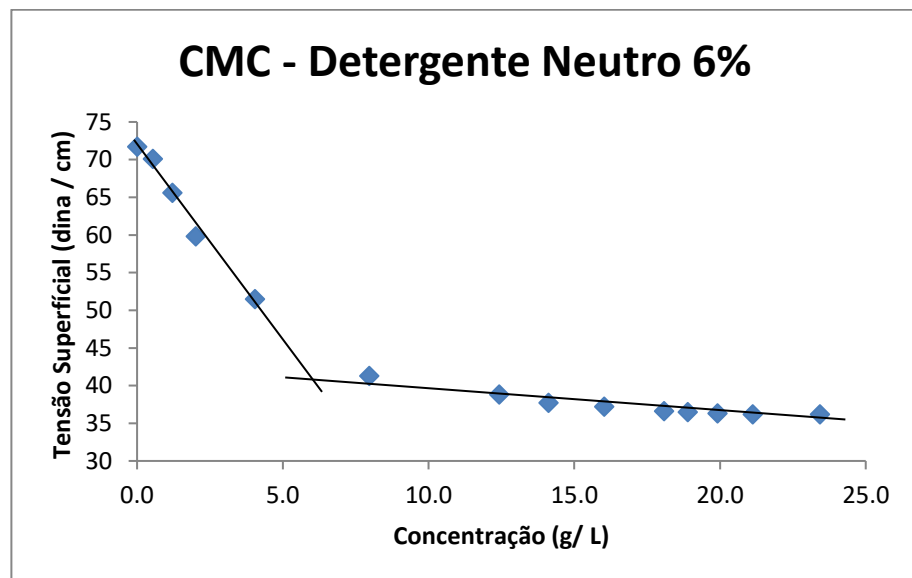
Solução	Volume preparado (L)	Concentração (g/L)	Tensão superficial (dina/cm)
-	0,25	0,0	71,7

1	0,1	0,5	70,1
2	0,1	1,2	65,6
3	0,1	2,0	59,8
4	0,1	4,0	51,5
5	0,1	8,0	44,3
6	0,1	12,0	38,8
7	0,1	14,0	37,7
8	0,1	16,0	37,2
9	0,1	18,0	36,6
10	0,1	19,0	36,5
11	0,1	20,0	36,3
12	0,1	21,0	36,2
13	0,1	23,0	36,2

Fonte: AUTORAL.

Dá mesma forma para a formulação de 6% foram traçadas retas e identificada graficamente com a utilização da Figura 16, o valor da concentração micelar crítica que foi de 6 g/L, conseguindo fazer com que a tensão superficial da água chegasse até o valor de 36,2 dina/cm.

Figura 16 - Comportamento da tensão superficial formulação 6%.



Fonte: AUTORAL.

Por fim a Formulação de 8% foram utilizadas concentrações que variam de 0,5 g/L até 23 g/L também distribuídas em 13 soluções conforme mostra a Tabela 15 abaixo.

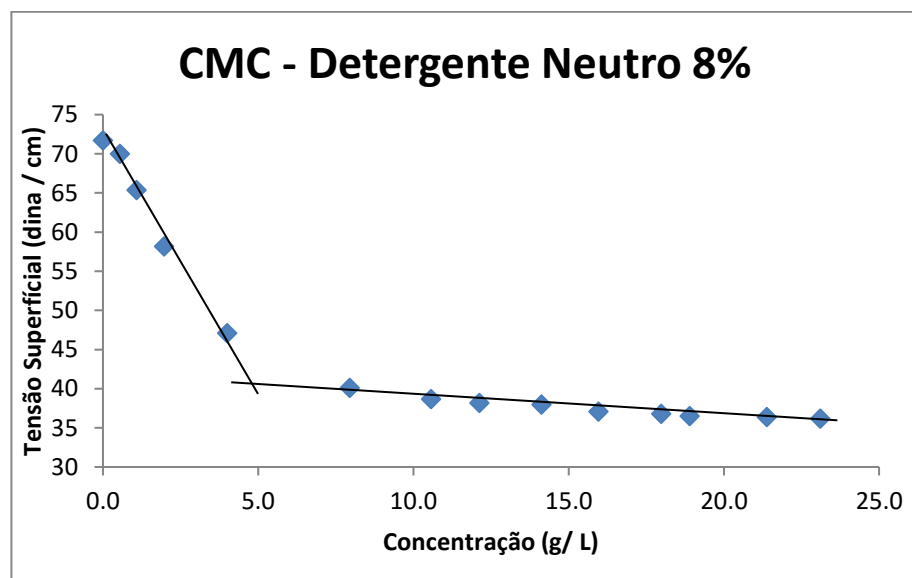
Tabela 15 - Acompanhamento da tensão superficial formulação 8%.

Solução	Volume preparado (L)	Concentração (g/L)	Tensão superficial (dina/cm)
-	0,25	0,0	71,7
1	0,25	0,5	70
2	0,25	1,0	65,4
3	0,1	2,0	58,2
4	0,1	4,0	47,1
5	0,1	8,0	40,1
6	0,1	10,0	38,7
7	0,1	12,0	38,2
8	0,1	14,0	38
9	0,1	16,0	37,1
10	0,1	18,0	36,8
11	0,1	19,0	36,5
12	0,1	21,0	36,4
13	0,1	23,0	36,2

Fonte: AUTORAL.

As concentrações juntamente com os valores de tensão superficial da água foram plotados, como mostrado na Figura 17, e com a utilização do método gráfico foi obtido um valor de 4,5 g/L para a concentração micelar crítica, e provocando uma redução da tensão superficial até 36,2 dina/cm.

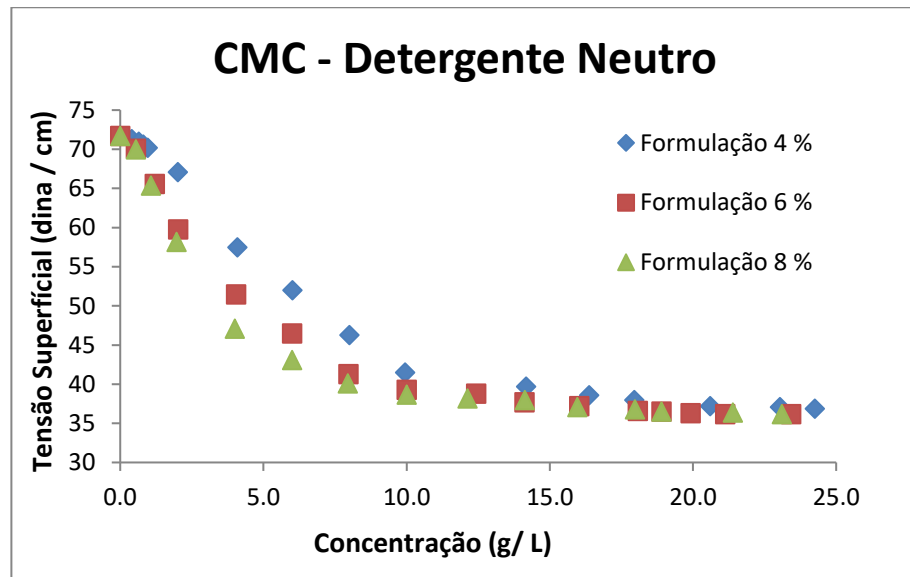
Figura 17 - Comportamento da tensão superficial formulação 8%.



Fonte: AUTORAL.

As formulações utilizadas como mostrado provocaram uma redução na tensão superficial da água, a seguir na Figura 18 o comportamento dessa redução foi plotado para todas as formulações, possibilitando assim, que se possa fazer uma comparação na atuação das mesmas.

Figura 18 - Comportamento da tensão superficial da água para as formulações estudadas.



Fonte: AUTORAL.

Analisando a Figura 18, a tensão superficial em ambas tende a valores finais bem semelhantes, sendo assim é possível que esse seja o limite para de redução para esse tipo de formulação de detergente líquido que envolve uma mistura em proporções definidas de tensoativos, das formulações estudadas, a que tem uma concentração inicial de 8% foi a que apresentou a menor concentração micelar crítica, ou seja, com uma menor quantidade de solução dessa formulação, já se chega à saturação do meio por ação de seus tensoativos, essa formulação também, foi a que durante todos os ensaios, em comparação com as outras, mostrou menores valores de tensão superficial, para determinadas concentrações preparadas, dessa forma, a Formulação de 8% apresentou uma eficiência levemente maior em relação ao abaixamento da tensão superficial devido ao seu poder tensoativo.

### 5.2.3 Viscosidade

Após o processo produtivo, as amostras foram submetidas à verificação da viscosidade

no viscosímetro rotacional do LAPQ, os valores obtidos são mostrados a seguir na Tabela 16.

Tabela 16 - Viscosidade das amostras.

Especificação	Formulação 4%	Formulação 6%	Formulação 8%
Viscosidade (cP)	160	200	230

Fonte: AUTORAL.

#### 5.2.4 Formação e quebra de espuma

As amostras após serem agitadas na proveta de 100mL foram colocadas na bancada, e foram medidos o volume total ocupado e o volume ocupado pela solução líquida, dessa forma, pode-se obter a variação da espuma durante o tempo de análise, a Figura 19 ilustra o procedimento com a presença de espuma nos ensaios.

Figura 19 – Espuma estabilizada.



Fonte: AUTORAL.

Para a formação de espuma instantânea medida no tempo zero, ou seja, assim que se deu o fim da agitação da proveta, sendo expressa em porcentagem, a Tabela 17 mostra que a Formulação 8% teve uma maior formação de espuma inicialmente.

Tabela 17 - Formação de espuma instantânea.

Ensaio	Volume Total (mL)	Volume Solução (mL)	% Espuma Instantânea
--------	-------------------	---------------------	----------------------

Formulação 4%	75	12	84 %
Formulação 6%	70	11	84,3 %
Formulação 8%	80	10	87,5 %

Fonte: AUTORAL.

Para a formação de espuma estabilizada apresentada na Tabela 18 após a que 60 minutos, todas as formulações apresentam valores próximos, entre 60% e 70%, sendo a Formulação 8% a que possui uma espuma mais estável que as demais.

Tabela 18 - Formação de espuma estabilizada.

Ensaio	Volume Total (mL)	Volume Solução (mL)	% Espuma Estabilizada
Formulação 4%	50	20	60 %
Formulação 6%	55	20	63,3 %
Formulação 8%	60	20	66,67 %

Fonte: AUTORAL.

Com as informações da espuma instantânea e a estabilizada, é possível obter a variação percentual de espuma de cada amostra, sendo os resultados mostrados na Tabela 19, as amostras novamente apresentam valores bem similares, a Formulação 8% com o valor de 20,8% tem o melhor desempenho nesse teste, mas como comentado, ficando bem próximo das outras amostras.

Tabela 19 – Variação total percentual da espuma.

Ensaio	%Espuma Instantânea	%Espuma Estabilizada	% ( $\Delta$ Espuma)
Formulação 4%	84 %	60 %	24 %
Formulação 6%	84,3 %	63,3 %	21 %
Formulação 8%	87,5 %	66,67	20,8 %

Fonte: AUTORAL.

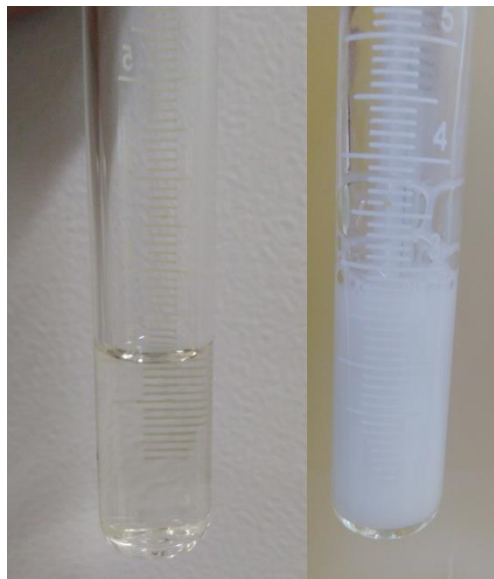
O teste de formação e quebra de espuma indica uma importante característica das formulações, tendo em vista que a espuma auxilia tanto na remoção de sujidades, quanto contribui com um aspecto sensorial em relação aos consumidores, a Formulação 8% voltou a apresentar melhores resultados, mas as outras duas possuem valores bem próximos, e estão

separados por uma s til diferena.

### 5.2.5 Ponto de turvao

O ponto de turvao foi verificado ap s a exposio das formulaes a um banho de gelo, onde deixavam de ter a caracter stica translucida inicial, e passava a ter um aspecto turvo, como ilustrado na Figura 20.

Figura 20 - Ponto de turvao.



Fonte: AUTORAL.

Tabela 20 - Temperatura de turvao.

Especificao	Formulao 4%	Formulao 6%	Formulao 8%
Temperatura (�C)	8	14	16

Fonte: AUTORAL.

De acordo com as informaes mostradas na Tabela 20, a Formulao 4% apresentou a menor temperatura de turvao, sendo mais resistente a baixas temperaturas, as Formulaes 6% e 8%, com temperaturas de turvao 14 C e 16 C, em caso de exposio a essas temperaturas, apresentar o turvao, caracterizada pela diminuio da solubilidade entre seus componentes.

### 5.2.6 Ponto de nevoa

Para a caracterização do ponto de nevoa, as formulações foram aquecidas até 100°C e não apresentou nenhum tipo de turvação, isso pode ser atribuído à seleção dos insumos destas formulações, que mesmo com altas temperaturas, continuaram totalmente miscíveis.

## 6 CONCLUSÕES

A obtenção de diferentes faixas de concentração inicial do Ácido sulfônico possibilita uma avaliação desse parâmetro no rendimento do produto final, uma vez que cada formulação apresentou diferentes características, tanto visuais, quanto nos testes de qualidade a que foram submetidos.

A determinação dos testes de qualidade para as diferentes formulações apresentam dados que permitem avaliar o desempenho de cada uma delas, levando em conta a viscosidade e o pH, todas as amostras seguem os parâmetros indicados pela Resolução normativa nº 1/78 (ANVISA).

A concentração micelar crítica (CMC) é um parâmetro importante do controle de qualidade, pois ela indica diretamente a capacidade de ação do componente ativo presente nas formulações, com a informação do abaixamento da tensão superficial é possível avaliar as 3 formulações estudadas, sendo a Formulação 8% a que teve uma menor CMC, que foi de 4,5 g/L, atingindo uma tensão superficial de 36,2 dina/cm.

Tomando um panorama geral, a Formulação 8% apresentou melhores resultados nos testes de qualidade, mas vale ressaltar que deve ser feito uma análise em paralelo com relação aos custos econômicos, e aliado a produção como já estudado, ser feita a escolha da formulação que se encaixa melhor no sistema de produção desejado.

## 7 REFERÊNCIAS

- BERNARDI, A.; MARIANO, A. B.; TAEGER, C. W. Guia para empresas de saneantes. CRQ IV REGIÃO São Paulo – SP. 2012. 40p.
- BRAGANÇA, A. M. F.; COSTA, V. G.; BIZZO, H. R. Avaliação da qualidade de detergentes a partir do volume de espuma formado. Química nova na escola n° 9. 1999.
- BRASIL. Diretoria Colegiada da Agência Nacional de Vigilância Sanitária, RDC Nº 55 DE 14 DE NOVEMBRO DE 2012.
- BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Guia de controle de qualidade de produtos cosméticos. Agência Nacional de Vigilância Sanitária, Brasília: ANVISA, 2017.
- CARLOS, Marco G. B., Suporte Técnico à produção e comercialização de produtos cosméticos e detergentes. 2010. 93 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química e Bioquímica). Universidade Nova de Lisboa, Lisboa, 2010.
- COUTO, W. F.; GRAMIGNA, L. L.; FERREIRA, M. J.; SANTOS, O. D. H. Avaliação de parâmetros físico-químicos em formulações de sabonetes líquidos com diferentes concentrações salinas. Anais Eletrônicos da XV Semana Científica Farmacêutica, Goiânia: UFG, 2007. n.p.
- DALTIN, D. Tensoativos: química, propriedades e aplicações. São Paulo: Editora Blucher, 2011.
- DA SILVA, A. G. Tensoativos na indústria de detergentes. BOLETIM SPQ, 44/45, 1991. p. 45-51.
- DO AMARAL, L.; JAIGOBIND, A. G. A.; JAISINGH, S. Dossiê técnico detergente doméstico. Instituto de Tecnologia do Paraná. 2007. 31p.

GALGANO, P. D. Líquidos Iônicos Tensoativos: Correlação entre Estrutura Molecular e Propriedades Micelares de Cloretos de 1,3-dialquilimidazólio. Instituto de Química, Universidade de São Paulo, 2012. 56p.

JORGE F, Controle de Qualidade em laboratórios. Dissertação de mestrado pela Universidade federal do Rio de Janeiro - RJ, 2006.

JUCHEN, Carlos Roberto; SILVA, Edleuza Rodrigues Santos. Fabricação de detergentes líquidos. 1. ed. Cuiabá, 2004.

KOTZ, J. C. TREICHEL, P. M. e WEAVER, G. C. Química Geral e Reações Químicas. São Paulo: Cengage Learning, 2009.

MACLER PRODUTOS QUÍMICOS LTDA. Ficha técnica da dietanolamida. Disponível em: <[http://www.macler.com.br/arquivo/materiais/52\\_amida\\_60\\_-\\_ficha\\_tecnica.pdf](http://www.macler.com.br/arquivo/materiais/52_amida_60_-_ficha_tecnica.pdf)>. Acesso em: 05/04/2017.

MACLER PRODUTOS QUÍMICOS LTDA. Ficha técnica do lauril éter sulfato de sódio. Disponível em: <<http://www.macler.com.br/produto/lauril-eter-sulfato-de-sodio-70/>>. Acesso em: 05/09/2017.

MACLER PRODUTOS QUÍMICOS LTDA. Ficha técnica do ácido sulfônico 90%. Disponível em: [HTTP://www.macler.com.br/produto/acido-sulfonico-90/](http://www.macler.com.br/produto/acido-sulfonico-90/)>. Acesso em: 05/09/2017.

MORRISON, R.; BOYD, R. Química Orgânica. 13ª Edição. ed. [S.l.]: Fundação Calouste Gulbenkian, 1996.

MYERS, D. Surfaces, Interfaces, and Colloids: Principles and Applications, 2nd Edition. 2. ed. Wiley-VCH, 1999.

PERRY, R. H., BENSCHOW, L. R., BEIMESCH, W. E., et al. Perry's Chemical Engineers' Handbook. 8ed. Nova Iorque: McGraw-Hill, 2008.

PINTO, A. C. L.; REIS, A. H. S. L. R.; GERÓS, A. I. S. Sabão, detergentes e glicerina. Faculdade de Engenharia, Universidade do Porto. Porto, Portugal. 2012, 26p.

PROLINK. Ficha de informação de segurança de produto químico: Disponível em: <[http://labmixquimica.com.br/wp-content/uploads/2016/07/045-a\\_fispq\\_isotiazolinona.pdf](http://labmixquimica.com.br/wp-content/uploads/2016/07/045-a_fispq_isotiazolinona.pdf)>. Acesso em: 15/09/2017.

ROSEN, M. J.; KUNJAPPU, J. T. Surfactants and Interfacial Phenomena. 4<sup>o</sup> edição. New Jersey: John Wiley & Sons. Inc. 2012. 616 páginas.

SANTOS, F. K. G.; ALVES, J. V. A.; DANTAS, T. N. C. Determinação da concentração micelar crítica de tensoativos obtidos a partir de óleos vegetais para uso na recuperação avançada de petróleo. CONGRESSO BRASILEIRO DE P&D EM PETRÓLEO E GÁS, 4, 2007, Campinas-SP. 2.1.72. p1-9.

SANTOS, Helton Vanuccio Batista. Controle de qualidade de insumos em uma indústria calçadista, 2015.

SELEME, Robson; STADLER, Humberto. Controle da qualidade: as ferramentas essenciais. Editora Ibplex, 2008

SIGMA-ALDRICH. 5-Chloro-2-methyl-4-isothiazolin-3-one solution. Disponível em: <<http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sial/00344?lang=pt&region=BR>>. Acesso em: 20/09/2017.

UNICAMP. Ficha de informações de segurança de produtos químicos. Disponível em: <<https://www.fca.unicamp.br/portal/images/Documentos/FISPQs/FISPQ-%20Cloro%20de%20Sodio.pdf>>. Acesso em: 16/09/2017.

USIQUIMICA. Ficha de informação e segurança de produto químico: lauril éter sulfato de sódio. Disponível em <[http://www.usiquimica.com.br/adm\\_img/fispq-19.pdf](http://www.usiquimica.com.br/adm_img/fispq-19.pdf)>. Acesso em: 18/09/2017.