



UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA

CENTRO DE TECNOLOGIA

DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS

CURSO DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE ALIMENTOS

JOÃO ALVES DE MEDEIROS NETO

AVALIAÇÃO EXPERIMENTAL DA FORMULAÇÃO DE ÁLCOOL GEL

JOÃO PESSOA – PB

2019



JOÃO ALVES DE MEDEIROS NETO

AVALIAÇÃO EXPERIMENTAL DA FORMULAÇÃO DE ÁLCOOL GEL

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado como parte das atividades para obtenção do título de Graduado, do curso de Bacharelado em Engenharia de Alimentos da Universidade Federal da Paraíba, Centro de Tecnologia, Campus I, João Pessoa.

Orientador: Prof. Dr. Pierre Corrêa Martins

JOÃO PESSOA – PB

2019

M488a Medeiros Neto, João Alves de.

Avaliação experimental da formulação de álcool gel /
João Alves de Medeiros Neto. - João Pessoa, 2019.

48 f. : il.

Orientação: Pierre Corrêa Martins.
Monografia (Graduação) - UFPB/CT.

1. Delineamento estatístico. 2. extratos alcoólicos. 3.
higiene. 4. álcool gel. I. Corrêa Martins, Pierre. II.
Título.

UFPB/BC



AVALIAÇÃO EXPERIMENTAL DA FORMULAÇÃO DE ÁLCOOL GEL

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado como parte das atividades para obtenção do título de Graduado, do curso de Bacharelado em Engenharia de Alimentos da Universidade Federal da Paraíba, Centro de Tecnologia, Campus I, João Pessoa.

Aprovada em: ____/____/____

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Pierre Corrêa Martins

Orientador

Prof. Dr^a Joselma Araújo de Amorim

Professor Convidado

Prof. Dr. Ânoar Abbas El-Aouar

Professor Convidado

Dedico este trabalho a minha mãe, Katiane, ao meu pai, Geraldo, e a todos os professores e amigos que me ajudaram direta e indiretamente nesta caminhada, por todo incentivo e força nesta graduação.

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, Katiane Paiva Pinheiro e Geraldo Alves de Medeiros, por sempre terem acreditado em mim, pelo apoio todos esses anos e por toda a dedicação para me fazer chegar até aqui.

Ao professor Dr. Pierre, pela oportunidade de trabalhar ao seu lado, pelo incentivo, ajuda, e paciência, a quem agradeço imensamente e tenho bastante respeito.

A todos os meus amigos e colegas do curso de engenharia de alimentos e desta Universidade.

Ao meu amigo Luciano Medeiros, o qual me ajudou tanto durante minha caminhada durante a graduação.

A todos os responsáveis do LEA, por toda a ajuda que me proporcionaram durante o experimento em laboratório.

A família @BROWNIEDOBARBA que esteve ao meu lado durante o último ano do curso, que ajudou a me manter e me proporcionou diversas experiências significativas, além de todas as amizades proporcionadas através.

*“A mente de um homem
expandida por uma nova ideia não
consegue nunca voltar às suas
dimensões originais”.*

Oliver Wendell Holmes

RESUMO

Os produtos alcoólicos têm aplicação em diversas comunidades na forma de produtos de higiene pessoal e de instalações físicas e equipamentos. O objetivo desse projeto é o estudo da formulação de álcool gel para a obtenção de um produto similar aos comercializados no mercado nacional brasileiro. A principal matéria prima para produção do álcool gel é o extrato alcoólico concentrado obtido dos descartes alcoólicos cedidos pela Receita Federal a UFPB. Os ensaios experimentais foram executados segundo uma matriz experimental de planejamento fatorial estatístico do tipo 2^3 com pontos centrais e rotacional, denominado de DCCR. As variáveis de estudo foram as proporções mássicas dos principais componentes desse produto, sendo eles: o carbopol na faixa de 0,675 a 0,935% em peso, a trietanolamina na faixa de 0,03 a 0,11% em peso, a glicerina na faixa de 0,07 a 0,23% em peso. A base de cálculo dessas proporções foi a massa de extrato de alcoólico a 76 °GL arbitrada para as amostras. A metodologia utilizada para a produção desse produto foi adaptada da literatura. A mistura dos componentes foi realizada em um béquer com um agitador de hélice. O tempo e a intensidade de agitação foram mantidos constantes na condição de máxima de agitação para melhor incorporação dos componentes na massa de extrato alcoólico. Os parâmetros de avaliação do processo de formulação e do DCCR foram as determinações de viscosidade e pH. Os resultados de viscosidade e pH do produto obtido em uma condição otimizada de operação foram comparado com os valores de seus similares comerciais para averiguação de características de qualidade do material. Todas as variáveis foram significativas ao nível de significância adotado de 5% para os parâmetros de avaliação do DCCR, com exceção da glicerina para a viscosidade. O carbopol foi o mais significativo, seguido da trietanolamina. A faixa otimizada de proporção mássica encontrada para os valores desejáveis de pH e de viscosidade (próximo a 7,0 e entre 8.000 e 30.000 cP, respectivamente) dos componentes do álcool gel foi de 0,7 a 0,85% em peso de carbopol, 0,07 a 0,09% em peso de trietanolamina, 0,16 a 0,18% em peso de glicerina. O produto obtido na condição otimizada (0,8% de carbopol, 0,07 de trietanolamina e 0,16% de glicerina, em peso) apresentou valores de pH e de viscosidade iguais a 5,5 e 19.000 cP. Sua viscosidade está adequada com a legislação brasileira de produção desse tipo de produto e próxima aos valores dos produtos similares comerciais. O pH do produto apresentou inferiores a 6,0 devido a utilização de extratos alcoólicos concentrados que apresentavam valores na faixa de 5,3 a 5,7. O produto obtido pode ser utilizado como material limpeza de superfícies e de utensílios de uso doméstico e comercial.

Palavras-chave: Delineamento estatístico, extratos alcoólicos, higiene, álcool gel.

ABSTRACT

Alcoholic products have application in various communities in the form of personal hygiene products and physical facilities and equipment. The objective of this project is the study of the formulation of alcohol gel to obtain a product similar to those marketed in the Brazilian national market. The main raw material for the production of alcohol gel is the concentrated alcoholic extract obtained from the alcoholic discards assigned by the Federal Revenue Service to the UFPB. The experimental tests were performed according to an experimental model of factorial planning of type 23 with central and rotational points, called DCCR. The study variables were the mass proportions of the main components of this product, being: carbopol in the range of 0.675 to 0.935% by weight, triethalonamine in the range of 0.03 to 0.11% by weight, glycerol in the range of 0.07 to 0.23% by weight. The basis for calculating these proportions was the mass of alcohol extract at 76 ° GL arbitrated for the samples. The methodology used for the production of this product was adapted from the literature. The mixing of the components was performed in a beaker with a propeller stirrer. The time and the stirring intensity were maintained constant in the maximum stirring condition for better incorporation of the components into the mass of alcoholic extract. The evaluation parameters of the formulation process and the DCCR were the determinations of viscosity and pH. The viscosity and pH results of the product obtained under an optimized operating condition were compared with the values of their commercial similarities for ascertaining material quality characteristics. All variables were significant at the significance level of 5% for the DCCR evaluation parameters, with the exception of glycerol for viscosity. Carbopol was the most significant, followed by triethalonamine. The optimum mass ratio range found for desirable pH and viscosity values (close to 7.0 and between 8,000 and 30,000 cP, respectively) of the alcohol gel components was 0.7 to 0.85% by weight carbopol , 0.07 to 0.09% by weight of triethalonamine, 0.16 to 0.18% by weight of glycerol. The product obtained in the optimized condition (0.8% carbopol, 0.07 triethalonamine and 0.16% glycerol, by weight) showed pH and viscosity values of 5.5 and 19,000 cP. Its viscosity is adequate with the Brazilian legislation of production of this type of product and close to the values of the similar commercial products. The pH of the product was lower than 6.0 due to the use of concentrated alcoholic extracts with values in the range of 5.3 to 5.7. The product obtained can be used as cleaning material for household and commercial surfaces and utensils.

Keywords: Statistical design, alcoholic extracts, hygiene, alcohol gel.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
2. OBJETIVOS	2
2.1 Objetivo geral.....	2
2.2 Objetivos específicos	2
3 REVISÃO DA LITERATURA	3
3.1 Descartes alcoólicos e suas destinações	3
3.2 Produtos alcoólicos.....	3
3.3 Produção de extratos alcoólicos concentrados.....	4
3.4 Etanol e seus usos.....	5
3.5 Produção álcool gel	7
3.6 Características físico-químicas do álcool gel	9
4 MATERIAL E MÉTODOS	10
4.1 Material.....	10
4.2 Metodologia experimental.....	12
4.2.1 Determinação da faixa ótima de formulação do álcool gel: testes preliminares e aplicação do planejamento estatístico fatorial experimental	14
4.2.2 Metodologia estatística	17
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	19
5.1 Caracterização físico-química dos componentes do álcool gel e testes preliminares de sua formulação	19
5.2 Determinação da faixa ótima da formulação e produção de álcool gel: ensaios experimentais definitivos.....	23
5.3 Comparação do produto com similares comerciais	33
6. CONCLUSÃO	35
REFERÊNCIAS.....	36
Apêndice A.....	38

1. INTRODUÇÃO

A produção satisfatória de produtos destinados à higiene e limpeza pessoal a partir de descartes de bebidas alcoólicas que seriam destruídos, inutilizados para o uso humano pela Receita Federal, é uma atividade acadêmica de grande relevância tecnológica e social. Atualmente esses descartes são transformados em extratos alcoólicos concentrados, apresentando conteúdo alcoólico superior a 70 °GL, no Laboratório de Engenharia de Alimentos. Esse material pode ser destinado a produção de álcool concentrado, álcool gel e outros que podem ser distribuídos e utilizados como agentes sanitizantes manuais pela comunidade universitária e seus parceiros (ANDRZEJEWSKI, 2015).

As formulações alcoólicas para a higiene das mãos disponíveis comercialmente incluem os álcoois etílico, n-propanol, isopropílico e a mistura de ambos, em forma líquida ou gel. As formulações à base de gel têm o propósito de reduzir o efeito do álcool em causar ressecamento da pele e, potencialmente, aumentar a adesão às práticas de higiene das mãos. (PIETSCH et al., 2001).

A literatura apresenta diversas formulações para a produção de álcool gel, utilizando diferentes componentes e em amplas faixas de proporções. O principal constituinte do álcool gel é o etanol hidratado concentrado a no mínimo 70 INPM ou 75 °GL, o qual apresenta ação asséptica de inibir a atividade de vários microrganismos que provocam enfermidades aos seres humanos. A solução alcoólica na forma de gel é obtida através da adição de espessantes para se obter uma estrutura física coloidal e gelatinosa do produto. Por fim, faz-se o uso de um agente umectante para minimizar qualquer ação de ressecamento da pele no contato com esse produto. Geralmente esses componentes são representados comercialmente pelos carbômeros (carbopol e outros), acrescidos de reguladores de pH (tais como a trietanolamina), e materiais hidrofílicos (glicerina e outros).

O propósito desse estudo é avaliar a uma faixa de otimização da formulação do álcool gel neutro a partir dos descartes obtidos da receita federal, seguindo as normas técnicas da ANVISA, comparando com produtos comerciais que atendem a legislação vigente.

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Determinar as melhores proporções dos principais constituintes para a produção de álcool gel

2.2 Objetivos específicos

✓ Determinar uma faixa ótima operacional para as variáveis de estudo a partir dos resultados do delineamento estatístico fatorial, do tipo 2^3 com pontos centrais e rotacional. As variáveis de estudo são as concentrações dos principais constituintes do álcool gel, tais como, as concentrações mássicas de carbopol, trietanolamina e glicerina. Os parâmetros de avaliação da formulação desse produto são a viscosidade e o pH.

✓ Determinar um modelo estatístico numérico para prever as características físico-químicas do álcool gel a partir das concentrações de seus constituintes.

✓ Avaliar as características de qualidade (pH, viscosidade, teor alcoólico) de produtos comerciais similares para avaliar o produto obtido desejável.

3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 Descartes alcoólicos e suas destinações

A destinação ecologicamente correta de mercadorias apreendidas (MAs), impróprias para o consumo, é uma preocupação política e ambiental da sociedade internacional. Essas devem ser destruídas por exigências específicas de ordem técnica, legal ou econômica, atendendo aos controles sanitários, fitossanitários e zoossanitários, ou ainda, à legislação de proteção ao meio ambiente, à saúde e à segurança pública (ANDRZEJEWSKI; VIEIRA, 2015).

A utilização dos descartes dessas mercadorias apreendidas para a produção de produtos que possam ser utilizados pela população é uma otimização desse processo de destinação. O descarte de bebidas alcoólicas para ser utilizado para produção de produtos alcoólicos que podem servir para elaboração de produtos de higiene e assepsia humana e de instalações físicas, de combustíveis e demais produtos a base de álcool, como o material de perfumaria.

3.2 Produtos alcoólicos

Os álcoois são compostos químicos, orgânicos, amplamente utilizados nas instituições de saúde, em procedimentos de antissepsia e desinfecção de artigos ou superfícies, sendo reconhecidos como um importante agente químico antimicrobiano. Eles são constituídos por grupo hidroxila, -OH, ligado a um radical alquila. Podem ser preparados a partir de muitas classes de compostos alquenos, halogenetos de alquila, cetonas, ésteres, aldeídos, entre outras, e também, podem gerar grande número de outros compostos. Recebem nomenclaturas ou denominações de acordo com sua constituição química, por exemplo, o álcool etílico e o isopropílico (2-propanol) os quais têm aplicabilidades reconhecidas na área da saúde e na indústria (UCKO, 1992).

Os produtos alcoólicos são geralmente obtidos da transformação de carboidratos (açúcares) em etanol. Os produtos alcoólicos são destinados a diversas finalidades, tais como: combustíveis, materiais para assepsia e produtos alimentícios. A fermentação alcoólica é uma das principais operações de produção de etanol. A destilação alcoólica é a principal via de produção de produtos alcoólicos concentrados. Esses produtos alcoólicos concentrados são mais utilizados como combustíveis e reagentes químicos e para a assepsia de equipamentos,

instrumentos, locais e humana na prevenção e controle de contaminações microbianas (FELLOWS, 2015).

3.3 Produção de extratos alcoólicos concentrados

A destilação é a uma operação de transferência de massa amplamente utilizada para a produção de extratos alcoólicos concentrados. Ela consiste na separação de componentes de uma fase líquida através de sua vaporização parcial. Separação por vaporização dos componentes de uma mistura miscível, na qual os vapores são mais ricos que nos componentes mais voláteis do que o líquido. É uma operação de transferência de massa entre uma fase líquida e uma fase vapor e baseia-se na volatilidade relativa dos componentes, que implica na obtenção de uma fase vapor mais concentrada no componente mais volátil (GEANKOPLIS, 2011; GOMIDE, 1988).

O principal requisito da destilação é que a composição na fase vapor deve ser diferente na composição do líquido. Os mecanismos envolvidos na destilação são a transferência de calor e massa, onde a transferência de massa é o mecanismo de controle da operação (GEANKOPLIS, 2011; GOMIDE, 1988).

A escolha do tipo de operação empregado na destilação depende das relações de equilíbrio das fases líquida e vapor e das propriedades químicas do material. Seu uso industrial: bebidas destiladas, produção de etanol, outros. Os equipamentos utilizados industrialmente são fervedores-evaporadores-resfriadores do tipo alambiques e as colunas de destilação. O projeto desses equipamentos são as relações de equilíbrio (frações molares: líquido e vapor), os balanços de material e de energia (GOMIDE, 1988).

Os métodos de destilação geralmente empregados são:

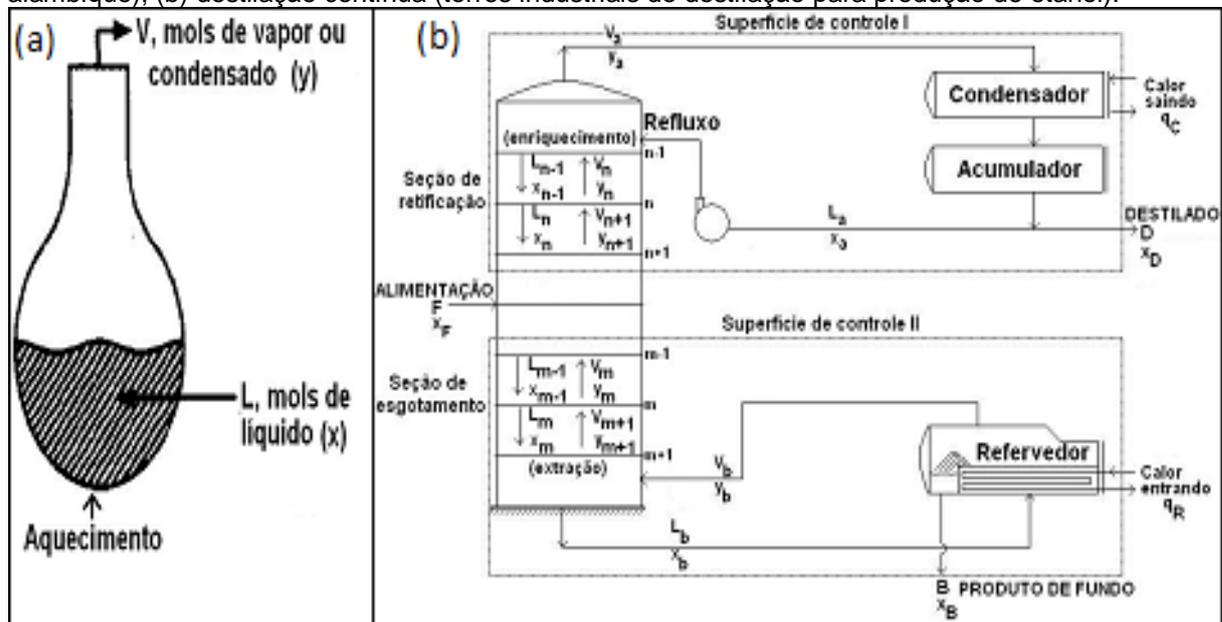
- ✓ Destilação de equilíbrio (*flash*): realizada através da redução da pressão, utilizada para compostos com pontos de ebulição muito diferentes, apresenta baixo rendimento na separação e é muito empregada em refinarias de petróleo.
- ✓ Destilação diferencial: ocorre mediante a fervura do líquido e condensação do vapor, seus equipamentos característicos são as colunas de laboratório e é um processo descontínuo.
- ✓ Destilação por arraste de vapor: é utilizada a injeção de vapor no fervedor e seu comportamento é similar a destilação diferencial, utilizada para a separação de

líquidos altos pontos de ebulição a pressão atmosférica local e compostos imiscíveis em água, tais como óleos, extratos aromáticos e outros.

✓ Destilação contínua com retificação ou fracionada: é utilizada para a separação de componentes de volatilidades comparáveis, amplamente empregada na indústria de alimentos e utiliza o contato líquido-vapor em escoamento cruzado e o processo é contínuo.

A Figura 1, apresentada apresenta o diagrama simplificado dos principais métodos de destilação utilizados na indústria de alimentos: a destilação diferencial (Fig. 1a) e a destilação fracionada (Fig. 1b).

Figura 1: Desenhos esquemáticos de equipamentos de destilação: (a) destilação diferencial (tipo alambique); (b) destilação contínua (torres industriais de destilação para produção de etanol).



Fonte: Adaptado de Geankoplis (2011) e Gomide (1988).

3.4 Etanol e seus usos

Definida na Resolução ANP Nº 7, de 9.2.2011 - DOU 10.2.2011, a graduação alcoólica do etanol combustível hidratado e do etanol anidro produzido em destilarias varia entre 92,3°INPM a 93,6°INPM e 99,5°INPM a 99,8°INPM respectivamente. O grau INPM é parâmetro padrão de concentração alcoólica adotado Instituto Nacional de Pesos e Medidas, INPM, e expressa a fração em massa de teor alcoólico de uma solução aquosa. Dependendo da graduação alcoólica, de sua matéria-prima e de sua aplicação o etanol pode ser classificado em:

✓ Etanol absoluto: etanol produzido com alto grau de pureza (99,99%) geralmente obtido por síntese química e comumente usado em ensaios laboratoriais;

- ✓ Etanol hidratado: usado comumente como combustível automotivo com grau de pureza variando entre (92,3 a 93,6 °INPM);
- ✓ Etanol anidro: destinado à mistura com a gasolina na proporção de até 25% com pureza da ordem de (99,5 °INPM mín.);
- ✓ Etanol desnaturado: álcool hidratado acrescido de uma ou mais substâncias que confere sabor ou odor repugnante, a fim de impedir seu uso em bebidas, alimentos e produtos farmacêuticos, mas sem efeito toxicológico e grau de pureza variado e pode ser aplicado para a limpeza de muitos itens domésticos;
- ✓ Etanol neutro: álcool hidratado com baixo grau de impurezas voláteis destinado as indústrias de bebidas, farmacêuticas e uso doméstico com grau de pureza entre (70°GL a 96°GL);
- ✓ Etanol industrial: álcool hidratado produzido exclusivamente para indústria química de tinta, corante, borracha, vernizes e outras com pureza da ordem de 96°GL;
- ✓ Etanol de cereais: álcool obtido a partir de cereais (milho, soja, arroz, outros) geralmente usado na preparação de perfumes, colônias e produtos aromatizantes com grau de pureza da ordem de 96°GL;
- ✓ Etanol gel antisséptico (álcool gel): álcool com característica viscosa e graduação alcoólica de no mínimo 70°INPM e no máximo 77°INPM, produzido por indústria química de saneantes e/ou farmacêutica a partir do etanol neutro de destilaria.

O etanol líquido neutro com graduação alcoólica acima de 76°GL (% v/v) produzido nas destilarias de álcool a partir da cana-de-açúcar é considerado matéria-prima básica à produção de álcool gel antisséptico tradicional. Porém, requer alta tecnologia para sua produção e tem sido o grande vilão dos muitos acidentes domésticos (queimaduras), principalmente aquelas que envolvem crianças. Quando usado na fabricação de etanol gel antisséptico é um dos componentes da formulação que contribui para o alto preço desse produto, restringindo o seu uso para uma significativa parcela da população brasileira e inviabilizando o seu consumo principalmente para as classes sociais mais pobres (ANVISA, 2010).

Atualmente o etanol deve ser transformado em um gel e ter características organolépticas (o sabor) alteradas, deixando-o com um gosto amargo que provoque a repulsão ao paladar, para evitar acidentes domésticos e a sua manipulação por crianças. Isto pode ser realizado, adicionando um espessante ao álcool para torná-lo mais viscoso, além da adição do desnaturante de acordo com as instruções recomendadas pela RDC Nº 322, DE 22 DE NOVEMBRO DE 2002. Essa norma informa que o álcool etílico comercializado com graduações acima de 54° GL (cinquenta e quatro graus *Gay Lussac*) a temperatura de 20 °C (vinte graus *Celsius*) deverá ser comercializado unicamente em solução coloidal na forma de gel desnaturado e no volume máximo de 500g (quinhentos gramas) em embalagens resistentes ao impacto. Para formulações de produtos que apresentem valores iguais ou superiores a 68% em peso de etanol (sessenta e oito por cento, peso por peso), a viscosidade absoluta ou dinâmica na temperatura de 25° C (vinte e cinco graus *Celsius*) deverá ser maior ou igual a 8000 cP (oito mil centipoise) e maior ou igual a 4000 cP (quatro mil centipoise) para valores inferiores a 68% p/p (sessenta e oito por cento, peso por peso).

3.5 Produção álcool gel

O etanol gel é um produto recentemente desenvolvido e de grande demanda social, principalmente na área da saúde e sua aplicação é para inibir e/ou exterminar bactérias, vírus e fungos que causam doenças infectocontagiosas. No entanto, a sua produção com o uso de etanol líquido neutro produzido em destilaria de álcool resulta um produto de elevado valor comercial, geralmente inacessível ao consumidor de baixa renda. Assim, devem-se estudar outras fontes de etanol (matérias primas, técnicas, etc.) que proporcionem um menor custo de produção e do preço comercial do etanol gel (QUEIRÓZ, 2013).

O processo produtivo de Etanol Gel Antisséptico consiste de várias etapas. Inicialmente dissolve-se o espessante sintético (carbopol) em etanol e em seguida adicionam-se os componentes químicos (água deionizada, trietanolamina e glicerina) em proporções e tempos diferentes. Os componentes usados nas formulações têm funções específicas: água deionizada (H₂O) - diluente, etanol neutro (CH₃CH₂OH - agente antisséptico, carbopol (C₃H₄O₂)_n - espessante acrílico sintético, trietanolamina (C₆H₁₅NO₃) - regulador do pH e glicerina - umectante (QUEIRÓZ, 2013). A formulação de álcool gel citada por Queiróz (2013) apresenta as seguintes

proporções dos seus componentes: água destilada (6 a 8%), álcool a 70 °GL (70 a 75%), carbopol (0,6 a 0,9%), trietanolamina (0,03 a 0,05%), glicerina (0,1 a 0,3%), aromatizante (0,3 a 0,6%) e corante (0,05 a 0,1%).

O carbopol, também designado por carboxipolimetileno, é um polímero do ácido acrílico obtido por síntese química, que apresenta elevado peso molecular e contém na sua composição 56-68% de grupos carboxílicos e aproximadamente 0,75-2% de alquilsacarose (DRAGANOIU et al., 2009).

Em Tecnologia Farmacêutica, o carbopol é usado principalmente como agente emulsionante, suspensor, gelificante e clarificante (soluções extrativas).

As vantagens do ponto de vista reológico deste produto (grande viscosidade em baixas concentrações, possibilidade de diversos graus de viscosidade e escoamento, bioadesividade, etc.).

Existem algumas variedades de polímeros que diferem principalmente no peso molecular e no grau de neutralização. São diferenciados comercialmente por números, por exemplo: C-910; C-934; C-940; C-941; C-960; C-961; C-1342. A fórmula empírica que foi estabelecida corresponde a seguintes notações: $-(C_3H_4O_2)_x$ e $-(C_3H_5\text{-sacarose})_y$. As variedades 960 e 961 são polímeros já neutralizados e o carbopol 1342 é anfifílico.

A trietanolamina é um composto químico orgânico o qual é tanto uma amina terciária quanto um tri-álcool. Como outras aminas, a trietanolamina atua como uma base fraca devido ao par solitário de elétrons no átomo de nitrogênio. A trietanolamina é um produto químico é utilizado como agente regulador de pH, pode ser usada em produtos farmacêuticos em geral, de cosméticos até produtos de higiene e limpeza, na produção do álcool gel, tem grande utilidade, pois mantendo o pH numa faixa ideal, há um menor ressecamento da pele, pois evita que o álcool fique com uma acidez elevada, o que prejudica a pele.

A glicerina apresenta-se como um líquido claro, incolor, viscoso, de sabor doce que apresenta propriedade higroscópica a temperaturas acima de seu ponto de fusão. O termo "glicerol" aplica-se somente ao componente químico puro 1,2,3-propanotriol, e o termo "glicerina" aplica-se aos produtos comerciais purificados normalmente contendo mais de 95% de glicerol. Eles diferem em seu nível de glicerol e em outras características, tais como odor, cor e traços de impurezas. O glicerol ocorre de forma combinada em todas as gorduras e óleos vegetais e

gorduras animais na forma de triacilgliceróis, raramente é encontrado na forma livre nestas gorduras (KNOTHE et al., 2006).

A glicerina é um agente umectante, que assim como a trietanolamina, auxilia na diminuição dos danos causados às mãos, pela ação umectante ou emoliente, que atua na hidratação da pele, evitando o ressecamento da mesma. Diversos autores relacionam importantes propriedades físico-químicas da glicerina, tais como: “alta miscibilidade com água (capacidade de absorver água do ar) e solubilidade na água e etanol, em virtude dos grupos hidroxilas (-OH) presentes” (CARVALHO, 2011).

A formulação do álcool gel apresenta diferentes tipos e faixas de concentração para esses componentes na literatura. A identificação de uma faixa operacional de formulação do álcool gel para se obter produtos que atendam as suas exigências de técnicas de qualidade e uso é fundamental para qualquer linha de processamento desse tipo de produto. Assim, as concentrações mássicas ideais de seus componentes para se obter produtos de fácil manipulação, representada por suas desejáveis magnitudes de viscosidade e pH, são as principais variáveis de estudo desse trabalho de pesquisa acadêmico.

3.6 Características físico-químicas do álcool gel

Pela legislação, para formulações que apresentem valores superiores ou igual a 68% p/p (sessenta e oito por cento, peso por peso), a viscosidade dinâmica na temperatura de 25°C (vinte e cinco graus Celsius) deverá ser maior ou igual a 8000 cP (oito mil centipoise) e maior ou igual a 4000 cP (quatro mil centipoise) para valores inferiores a 68% p/p (sessenta e oito por cento, peso por peso). (ANVISA, 2010). A Tabela 1 apresenta os valores de concentração alcoólica, pH e viscosidade de álcool gel comercializado no mercado varejista brasileiro, obtidos das fichas técnicas de seus fabricantes.

Tabela 1: Informações técnicas de alcoóis gel comercializados atualmente no Brasil.

Identificação	°INPM	pH	Viscosidade (cP)
Álcool gel COPERALCOOL ⁱ	70	6,00-8,00	4500-6000
Álcool gel Da Ilha ⁱⁱ	70	6,00-8,50	>8000
Álcool gel AUDAX ⁱⁱⁱ	70	5,00-8,00	>8000

Fonte: ⁱCooperalcool (2014), ⁱⁱDa Ilha Comércio de álcool (2013), ⁱⁱⁱAudax (2019).

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Material

O álcool gel foi obtido a partir de extratos alcoólicos concentrados produzidos pela destilação dos descartes das bebidas alcoólicas fornecidos pelos órgãos da Receita Federal de Recife/PE e de João Pessoa/PB.

Os reagentes químicos utilizados para se obter esse produto desejado foram carbopol, trietanolamina e glicerina adquiridos no mercado varejista especializado em produtos químicos da Região Nordeste.

As atividades experimentais desse projeto foram desenvolvidas no Laboratório de Engenharia de Alimentos (LEA) do Centro de Tecnologia (CT) da Universidade Federal da Paraíba (UFPB).

A Figura 2 apresenta amostras dos descartes de uísque cedidos pela Receita Federal e dos extratos alcoólicos concentrados produzidos nas bateladas de destilação em uma torre experimental de destilação localizada no LEA/DEA/CT/UFPB.

Figura 2: Amostras dos descartes de uísque (à esquerda) e dos extratos alcoólicos concentrados utilizados para a produção de álcool gel (à direita).



Fonte: Autor (2019).

A destilação alcoólica do descarte de bebidas alcoólicas destiladas foi realizada em uma coluna piloto experimental que está operando no LEA/DEA/CT/UFPB apresentada na Figura 3.

Figura 3: Coluna experimental e dos descartes das bebidas alcoólicas cedidos pela Receita Federal para a produção dos descartes alcoólicos concentrados.



Fonte: Autor (2019).

A produção do álcool gel e as análises físicas e químicas dos materiais também foram realizadas no LEA/DEA/CT/UFPB. A Figura 4 apresenta o aparato experimental para a produção do álcool em gel, seus componentes e os produtos.

Figura 4: Aparato experimental, componentes e produtos da produção do álcool em gel.

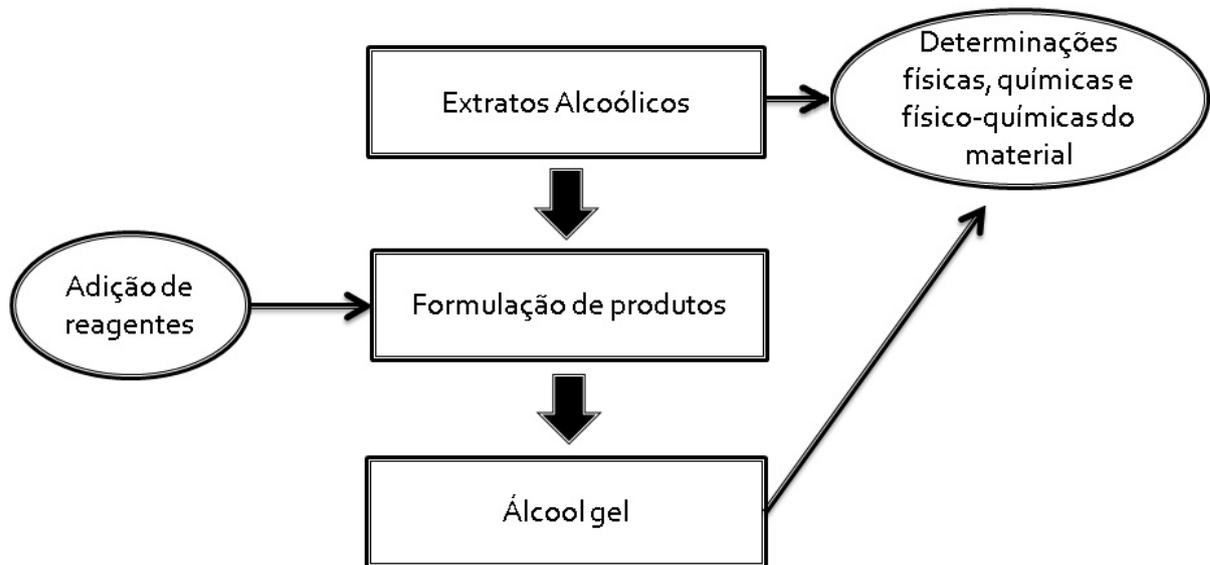


Fonte: Autor (2019).

4.2 Metodologia experimental

A produção do álcool gel foi realizada, de forma geral, segundo o fluxograma operacional simplificado apresentado na Figura 5.

Figura 5: Fluxograma simplificado da produção de álcool gel.



Fonte: Autor (2019).

As determinações físicas, químicas e físico-químicas foram desenvolvidas segundo metodologia oficial (ADOLFO LUTZ, 2005).

O teor alcoólico dos materiais foi determinado experimentalmente e estimado teoricamente, cujos procedimentos utilizados foram:

✓ Determinação experimental: a determinação de graduação alcoólica do descarte de uísques e dos extratos alcoólicos foi realizada com uso de um alcoolômetro (modelo *Gay Lussac e Carrier* 20 °C, Incoterm, Brasil), segundo metodologia oficial brasileira (ABNT NBR 5992 de 2008).

✓ Estimativa teórica: o conteúdo alcoólico dos materiais foi estimado teoricamente para se obter valores do grau INPM. Esse valor pode ser obtido a partir das informações das concentrações volumétricas e das densidades dos seus componentes obtidos por medidas de °GL e dados tabelados na literatura das densidades desses componentes puros, a temperatura e pressão constantes. Assim, para a mistura binária etanol e água foi utilizada a seguinte expressão para a estimativa do grau INPM (°INPM) dos fluidos avaliados experimentalmente.

$${}^{\circ}INPM = \left[\frac{({}^{\circ}GL_{solução} \times \rho_{etanol})}{(({}^{\circ}GL_{solução} \times \rho_{etanol}) + ((100 - {}^{\circ}GL_{solução}) \times \rho_{água}))} \right] \times 100 \quad (\text{eq. 1})$$

onde: °INPM = conteúdo mássico de etanol na mistura binária etanol+água (massa de etanol/massa de mistura); °GL_{mistura} = conteúdo volumétrico de álcool na solução alcoólica (volume de álcool/volume de solução); ρ_{etanol} = densidade do etanol anidro

A determinação de graduação alcoólica do descarte de uísques e dos extratos alcoólicos foi realizada com uso de um alcoolômetro (modelo *Gay Lussac e Carrier* 20 °C, *Incoterm*, Brasil), segundo metodologia oficial brasileira (ABNT NBR 5992 de 2008).

A viscosidade do álcool gel foi realizada em viscosímetro rotativo analógico (modelo Q860A, marca Quimis, Brasil) com a sonda (*spindle*) 4 a 12 rpm.

O procedimento aplicado para a produção do álcool foi o seguinte:

✓ Inicialmente se determinou a quantidade de massa de extrato alcoólico utilizado com base de cálculo e massa de produto de cada ensaio. Ela foi arbitrada em torno de 340g de extrato alcoólico a 76 °GL, a qual corresponde a 350 mL de solução alcoólica com concentração alcoólica de 71 a 72 °INPM a temperatura de operação na faixa de 29 a 30 °C.

✓ As massas dos seus componentes são quantificadas através das suas faixas mássicas proporcionais adotadas para o estudo da formulação do produto, baseadas na quantidade mássica do álcool a 76 °GL, e posteriormente pesadas. A trietilonamina e a glicerina estão apresentadas na forma líquida, portanto foram determinadas as massas de cada gota desses componentes, manipulando-as em uma pipeta de 1 mL, para controlar a sua quantidade desejável de adição a mistura.

✓ O extrato alcoólico concentrado foi agitado em um béquer de 400 mL com um agitador de hélice (modelo Q235-2, marca Quimis, Brasil) ao nível máximo de agitação do equipamento. Logo em seguida, adicionou-se o carbopol e manteve-se a mistura sob agitação por 20 min. O próximo componente adicionado foi a trietilonamina, mantendo-se a mistura dos três componentes (álcool/carbopol/trietilonamina) sob agitação por 3 min. Finalmente, adicionou-se a glicerina e manteve-se a mistura de todos componentes sob agitação 3 min.

✓ O produto final é armazenado em frascos de vidro de 500 ml em condições herméticas (frascos com tampa).

4.2.1 Determinação da faixa ótima de formulação do álcool gel: testes preliminares e aplicação do planejamento estatístico fatorial experimental

Foram realizados ensaios experimentais preliminares para a formulação de álcool gel utilizando as informações de Queiróz (2013), cuja formulação base está apresentada na Tabela 2. O termo formulação base significa que composição dos tipos de componentes será mantida para esse estudo. Assim, o álcool gel será

constituído de solução alcoólica a 76 °GL, carbopol, trietanolamina e glicerina, cujas proporções serão as variáveis de estudo, exceto para a solução aquosa alcoólica a 76 °GL que é a base de cálculo para as demais.

Tabela 2: Formulação base do estudo da produção de álcool gel.

Componentes do álcool gel	Proporção mássica (%)	
	Mínima	Máxima
Solução alcoólica aquosa a 76 °GL (base de cálculo)	100,00	100,00
Carbopol sólido	0,73	0,75
Trietanolamina	0,035	0,048
Glicerina	0,105	0,200

Fonte: Autor (2019).

Portanto, inicialmente foram realizados testes variando-se a proporção de trietanolamina (mínima e máxima) e fixando-se a proporção dos demais componentes. Posteriormente foram executados testes com proporções dos componentes de estudo (carbopol, trietanolamina e glicerina) superiores aos valores apresentados na Tabela 2. Esses testes serviram para verificar inicialmente a influência das diferentes proporções desses componentes na viscosidade do produto e traçar a elaboração da faixa mássica de estudo dos ensaios definitivos de determinação da faixa ótima de operação para a proporção dos componentes e formulação do álcool gel.

Para o estudo da formulação do álcool gel foi utilizado um planejamento experimental fatorial que analise uma ampla faixa de valores das variáveis de estudo e informe a faixa otimizada de operação. Portanto, foi aplicado um delineamento experimental fatorial rotacional com composto central, denominado DCCR, com 5 pontos centrais e 6 pontos axiais, conforme informações de Rodrigues (2005). Esse desenho do delineamento estatístico experimental é adotado para se obter uma curvatura de suas superfícies de respostas e curvas de níveis e a possível verificação, visualização da região de ótimo para seus parâmetros de avaliação, denominados de respostas do planejamento.

A Tabela 3 apresenta as variáveis de estudo e os seus níveis de variação para o estudo da formulação do álcool gel, segundo as proporções de seus componentes de estudo, de forma codificada e com seus respectivos valores

operacionais de estudo para o delineamento estatístico adotado. A Tabela 4 apresenta a matriz experimental operacional do DCCR aplicado.

Tabela 3: Variáveis e níveis de variação do planejamento experimental 2^3 composto central rotacional (DCCR) para a determinação da faixa ótima de formulação do álcool gel.

Níveis de variação codificados das variáveis	Variáveis		
	Trietalonamina	Glicerina	Carbopol
-1,73 (-α)	0,033	0,070	0,676
-1	0,042	0,105	0,730
0	0,070	0,150	0,805
1	0,092	0,200	0,880
1,73 (+α)	0,110	0,230	0,935

Fonte: Autor (2019).

Tabela 4. Variáveis e seus níveis de variação do DCCR com pontos centrais para a determinação da faixa ótima de proporção mássica dos componentes do álcool gel (% em peso).

Ensaio	%Trietalonamina	%Glicerina	%Carbopol
1	0,092	0,200	0,880
2	0,092	0,200	0,730
3	0,092	0,105	0,730
4	0,092	0,105	0,880
5	0,048	0,105	0,730
6	0,048	0,105	0,880
7	0,048	0,200	0,880
8	0,048	0,200	0,730
9	0,032	0,153	0,805
10	0,108	0,153	0,805
11	0,070	0,070	0,805
12	0,070	0,235	0,805
13	0,070	0,153	0,675
14	0,070	0,153	0,935
15	0,070	0,153	0,805
16	0,070	0,153	0,805
17	0,070	0,153	0,805
18	0,070	0,153	0,805
19	0,070	0,153	0,805

Fonte: Autor (2019).

Os parâmetros de avaliação da operação ou resposta do DCCR são as determinações de pH e viscosidade dos produtos obtidos.

4.2.2 Metodologia estatística

Os estudos de avaliação dos parâmetros de operação das matrizes de planejamentos experimentais fatoriais obtidas foram realizados conforme metodologia descrita por Barros Neto et al.(2002) e os seus tratamentos estatísticos foram realizados em *software* de estatística.

O Ajuste dos resultados para o DCCR adotado pode ser realizado por modelos matemáticos estatísticos na forma linear e quadrática, representadas pelas notações das letras L e Q presentes ao lado dos nomes das variáveis de estudo nas tabelas e diagramas dos respectivos resultados obtidos para avaliar seu comportamento em relação aos parâmetros de avaliação adotados, denominados estatisticamente de respostas do planejamento.

A validade e significância das variáveis de estudo e suas interações, obtidas apenas para o ajuste dos modelos estatísticos são determinadas através do teste f da análise de variância ou do nível de significância (p -valor). O diagrama dos efeitos das variáveis de estudo em relação às respostas do planejamento demonstra as suas magnitudes de significância e se elas influenciam positiva ou negativamente o parâmetro avaliado. A qualidade e a validade do tratamento estatístico podem ser avaliadas através dos diagramas da relação dos valores observados com os preditos pelo modelo e da distribuição normal dos resíduos em torno da reta (relação entre resíduos e valores normais esperados) que indica a normalidade para a resposta em questão. Os modelos estatísticos, linear ou quadrático, obtidos para prever resultados pontuais da viscosidade e do pH na faixa de valores consideradas para as variáveis de estudo somente serão considerados significativos, utilizáveis, se o valor dos testes de $f_{\text{Calculado}}$ for maior que o f_{Tabelado} em uma ordem de grandeza de que o $f_{\text{Calculado}}$ seja “ n ” vezes maior que o f_{Tabelado} . Alguns autores consideram esse valor de “ n ” igual ou maior que três (3,0) (BARROS NETO et al., 2002; RODRIGUES; IEMMA, 2005).

Na avaliação da região de ótimo para a formulação do álcool gel são utilizadas as curvas de níveis e as superfícies de resposta do tratamento estatístico das variáveis e interações que apresentaram significância estatística ao nível do teste adotado (p -valor = 0,05). Os diagramas desejáveis das superfícies de resposta devem apresentar a forma de uma cumieira, forma de sela de montaria ou sela matemática, cujo ponto de máximo da estrutura parabólica indica os valores extremos do parâmetro de avaliação ou resposta analisado em relação a magnitude das variáveis de estudo envolvidas. Portanto, são diagramas tridimensionais que podem apresentar a região otimizada da resposta circunscrita em torno do seu ponto de máximo. Os diagramas das curvas de nível são apresentados de forma bidimensional e representam uma visão superior da superfície de resposta, também delimitando a região otimizada em áreas circulares. Muitas vezes, as curvas de nível apresentam uma melhor visualização da região otimizada, principalmente quando o formato das superfícies de respostas é diferente da geometria idealizada de sela.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O estudo da formulação de álcool gel, nesse trabalho, se baseia na determinação das proporções mássicas dos seus componentes adicionados ao extrato alcoólico concentrado (carbopol, trietilonamina e glicerina) que produzam valores para a pH e viscosidade desejáveis. O pH do produto deve ser o mais próximo da neutralidade, situar em torno de 7,0. Os valores da viscosidade do produto deve ser igual ou superior a 8.000 cP, para atender as normas legais nacionais de comercialização e uso desse tipo de produto, e inferiores a 40.000 cP, cujo gel torna-se muito adesivo formando grumos, flocos.

Portanto, estão expostos a seguir os tópicos sobre as propriedades físicas, químicas e físico-químicas dos componentes adotados para a produção de álcool gel, testes preliminares e ensaios definitivos experimentais utilizados para a determinação das proporções mássicas desejáveis dos componentes desse produto e a comparação dos resultados do produto obtido, na melhor formulação encontrada, com similares comerciais. Toda análise quantitativa e discussão estão baseadas nos resultados de pH e viscosidade do produto devido a importância desse parâmetro para o seu uso e da condição operacional disponível para realização desse trabalho (custeio de análises químicas e biológicas de ação bactericida do produto, testes *in vitro*, maior período de pesquisa e outros).

5.1 Caracterização físico-química dos componentes do álcool gel e testes preliminares de sua formulação

A matéria prima básica e a base de cálculo para formulação do álcool gel é o extrato alcoólico concentrado obtido a partir dos descartes de bebidas alcoólicas cedidos pela Receita Federal.

Portanto, foi realizada a caracterização físico-química desse material utilizado nesse trabalho e de produtos alcoólicos comerciais de limpeza adquiridos no mercado varejista local e de uso em laboratórios técnicos com alto teor de pureza de etanol (etanol comercial do tipo padrão, PA), cujos resultados estão apresentados na Tabela 5.

Tabela 5: Caracterização do extrato alcoólico concentrado e de produtos comerciais alcoólicos de limpeza e de uso em laboratório, obtidos no mercado varejista local de João Pessoa/PB.

Identificação	°GL	ρ (g/cm ³)		°INPM
		experimental	teórico ¹	
Extrato alcoólico concentrado	76	0,83	0,88	71,26
Etanol Comercial da marca BRILUX	58	0,89	0,87	51,96
Etanol Comercial da marca Santa Cruz	96	0,79	0,79	94,95
Etanol Comercial de uso em laboratório (PA)	98	0,80	0,78	97,46

¹Valores obtidos teoricamente através das frações volumétricas, baseadas no °GL do mistura, e das densidades da água e do etanol, cujos valores utilizados foram de 0,99605 e 0,781 g/cm³, respectivamente.

Fonte: Autor (2019).

Os extratos alcoólicos concentrados utilizados apresentaram um desejável conteúdo de etanol para produção de materiais de higiene e limpeza, com teor igual a 76 °GL. Os produtos alcoólicos comerciais de limpeza e do etanol comercial padrão (PA) apresentam teores alcoólicos similares aos valores informados por seus fabricantes, expressos nos rótulos comerciais desses produtos. Os resultados das densidades dos materiais indicam que eles são constituídos predominantemente por água e etanol, cuja contraprova pode ser verificada pelos seus valores obtidos teoricamente, considerando uma mistura binária de água e etanol cujas densidades a temperatura de análise foram obtidos de Perry e Green (1999). Os valores do grau INPM foram determinados teoricamente através das informações das concentrações volumétricas e das densidades da mistura binária etanol e água e os resultados dos produtos comerciais foram similares aos informados pelos seus fabricantes. Supõe-se que o mesmo comportamento é válido para os materiais utilizados e produzidos nos ensaios de destilação.

Os valores de pH indicam a pureza do material em relação ao conteúdo de etanol. O cuidado com uso de extratos alcoólicos com baixos valores de pH é a sua destinação para o uso de higiene pessoal e contato com a pele, esse tipo de produto deve apresentar um pH próximo a neutralidade (6,0 a 7,0) condizente com o valor apresentado por ela. A Tabela 6 apresenta os valores de pH para os componentes do álcool gel (Extrato alcoólico concentrado a 76 °GL, trietanolamina e glicerina), de etanol comercial e da água utilizada para a diluição e padronização do extrato alcoólico concentrado utilizado.

Tabela 6: Valores de pH dos componentes do álcool gel e de produtos comerciais alcoólicos de limpeza e de uso em laboratório obtidos no mercado varejista local de João Pessoa/PB.

Identificação	pH
Glicerina	8,94
Trietalonamina	10,86
Extrato alcoólico concentrado (76 °GL)	5,63
Etanol Comercial da marca BRILUX (58 °GL)	5,68
Etanol Comercial da marca Santa Cruz (96 °GL)	6,06
Etanol Comercial de uso em laboratório (PA) (98 °GL)	7,25

Fonte: Autor (2019).

Observa-se nos resultados da Tabela 6 que a glicerina e a trietalonamina apresentam pH básico, superiores a neutralidade, e o extrato alcoólico concentrado a 76 °GL apresenta comportamento inverso, cujo valor de pH abaixo de 6,0. Estima-se que o pH do álcool gel será próximo ao valor do álcool a 76 °GL, na faixa de 5,5 a 5,7, utilizado, pois ele é o componente em maior proporção para sua formulação.

Ressalta-se que a presença de maiores proporções de água nos produtos comerciais alcoólicos, com menor concentração de etanol, diminuem os seus valores de pH. Existe um crescente aumento de pH do produto da marca Brilux (58 °GL) para o etanol PA de uso em laboratório (98 °GL), o qual está relacionado com pH dos componentes da mistura: etanol de alta pureza (pH $\geq 7,0$) e água (pH $< 7,0$). Assim, a pureza do etanol e o pH da solução alcoólica hidratada são influenciados pelo pH da água dessa solução aquosa. O extrato alcoólico concentrado a 76 °GL utilizado apresentou valores de pH próximo ao obtido pelo álcool comercial da marca Brilux.

A acidez da água utilizada para a diluição e padronização do extrato alcoólico concentrado produzido pela destilação das bebidas alcoólicas cedidas pela Receita Federal para se obter esse material a 76°GL pode ter influenciado no resultado do seu pH. Os extratos alcoólicos produzidos a 80 °GL apresentaram valores de pH na faixa de 5,9 a 6,1 e a água destilada utilizada para a sua diluição até 76 °GL apresentou pH na faixa de 5,2 a 5,4. Portanto, deve-se utilizar água deionizada para esse processo, pois essa apresenta valores de pH mais próximos da neutralidade.

Os resultados dos testes preliminares para a verificação da influência das proporções mássicas dos seus componentes de estudo (carbopol, trietalonamina e

glicerina) para a viscosidade do produto estão apresentados na Tabela 7. Foram realizados dois testes (1a e 1b) variando-se a proporção de trietilonamina e fixando as proporções mínimas de carbopol e glicerina. Posteriormente, realizaram-se testes com proporções crescentes dos componentes em relação à formulação base adaptada de Queiróz (2013), referente aos testes 2 e 3.

Tabela 7: Resultados dos testes preliminares de formulação de álcool gel realizados através da variação da proporção mássica de seus componentes.

Teste	Composição mássica dos componentes do álcool gel								Viscosidade (cP)
	Etanol 76 ^o GL		Carbopol		Trietilonamina		Glicerina		
	(%)	(g)	(%)	(g)	(%)	(g)	(%)	(g)	
1a	100	341,06	0,73	2,49	0,035	0,12	0,11	0,36	7.500,0
1b	100	342,46	0,73	2,50	0,048	0,16	0,11	0,36	9.500,0
2	100	342,99	0,88	3,01	0,082	0,28	0,20	0,69	11.100,0
3	100	342,52	1,20	4,11	0,118	0,40	0,42	1,44	>40.000,0

Fonte: Autor (2019).

Os resultados dos testes 1a e 1b apresentados na Tabela 7 expressam que o aumento da proporção de trietilonamina aumenta a viscosidade do álcool gel. Isso foi inicialmente verificado no seu preparo, pois quando se adiciona a trietilonamina a mistura líquida de álcool e carbopol ocorre a formação de gel nesse fluido e o seu espessamento. Portanto, estima-se que a trietilonamina tenha uma significativa influência sobre a viscosidade do produto. O ensaio 1a apresenta viscosidade inferior a 8.000 cP e está em desacordo com as normas nacionais de qualidade e comercialização de álcool gel. Os ensaios com crescentes proporções dos componentes em relação a sua base de cálculo (solução alcoólica a 76 °GL) apresentaram valores crescentes de viscosidade. O teste 2 apresentou um valor de viscosidade próximo aos valores dos produtos comerciais informados pelos seus fabricantes (faixa de 10.000 a 20.000 cP). No entanto, o ensaio 3 produziu um produto com alta viscosidade (superior a 40.000 cP), apresentando grumos de gel, com característica de manipulação nas mãos desagradáveis, como alta adesividade a pele. Portanto, a formulação do teste 3 deve ser evitada.

Esses testes proporcionaram a estimativa da faixa mássica de estudo dos componentes de estudo, sendo essa: 0,67 a 0,93% de carbopol, 0,03 a 0,11% em peso de trietilonamina e 0,07 a 0,23% de glicerina. Ressalta-se que essas

proporções são calculadas em relação a massa inicial da solução alcoólica a 76 °GL arbitrada ou adotada (100% de álcool a 76 °GL).

5.2 Determinação da faixa ótima da formulação e produção de álcool gel: ensaios experimentais definitivos

Os resultados dos ensaios definitivos da matriz experimental do DCCR aplicado das variáveis de estudo (proporções mássicas de trietanolamina, glicerina e carbopol) para os parâmetros de avaliação da formulação de álcool gel (pH e viscosidade) estão apresentados na Tabela 8.

Tabela 8: Resultados dos ensaios experimentais do planejamento estatístico 2³ com pontos centrais e rotacional (DCCR) das variáveis de pH e viscosidade.

Ensaio	Variáveis de estudo			Parâmetros de avaliação	
	Trieta	Glicerina	Carbopol	pH	Viscosidade (cP)
1	0,092	0,200	0,880	5,69	38750
2	0,092	0,200	0,730	5,62	18750
3	0,092	0,105	0,730	5,64	35125
4	0,092	0,105	0,880	5,49	34250
5	0,048	0,105	0,730	5,33	11750
6	0,048	0,105	0,880	5,29	18750
7	0,048	0,200	0,880	5,41	27000
8	0,048	0,200	0,730	5,37	10500
9	0,032	0,153	0,805	5,60	16000
10	0,108	0,153	0,805	5,39	31125
11	0,070	0,070	0,805	5,10	22500
12	0,070	0,235	0,805	5,35	21750
13	0,070	0,153	0,676	5,04	8125
14	0,070	0,153	0,935	5,78	38875
15	0,070	0,153	0,805	5,41	22625
16	0,070	0,153	0,805	5,40	23500
17	0,070	0,153	0,805	5,41	22500
18	0,070	0,153	0,805	5,40	22300
19	0,070	0,153	0,805	5,42	21250

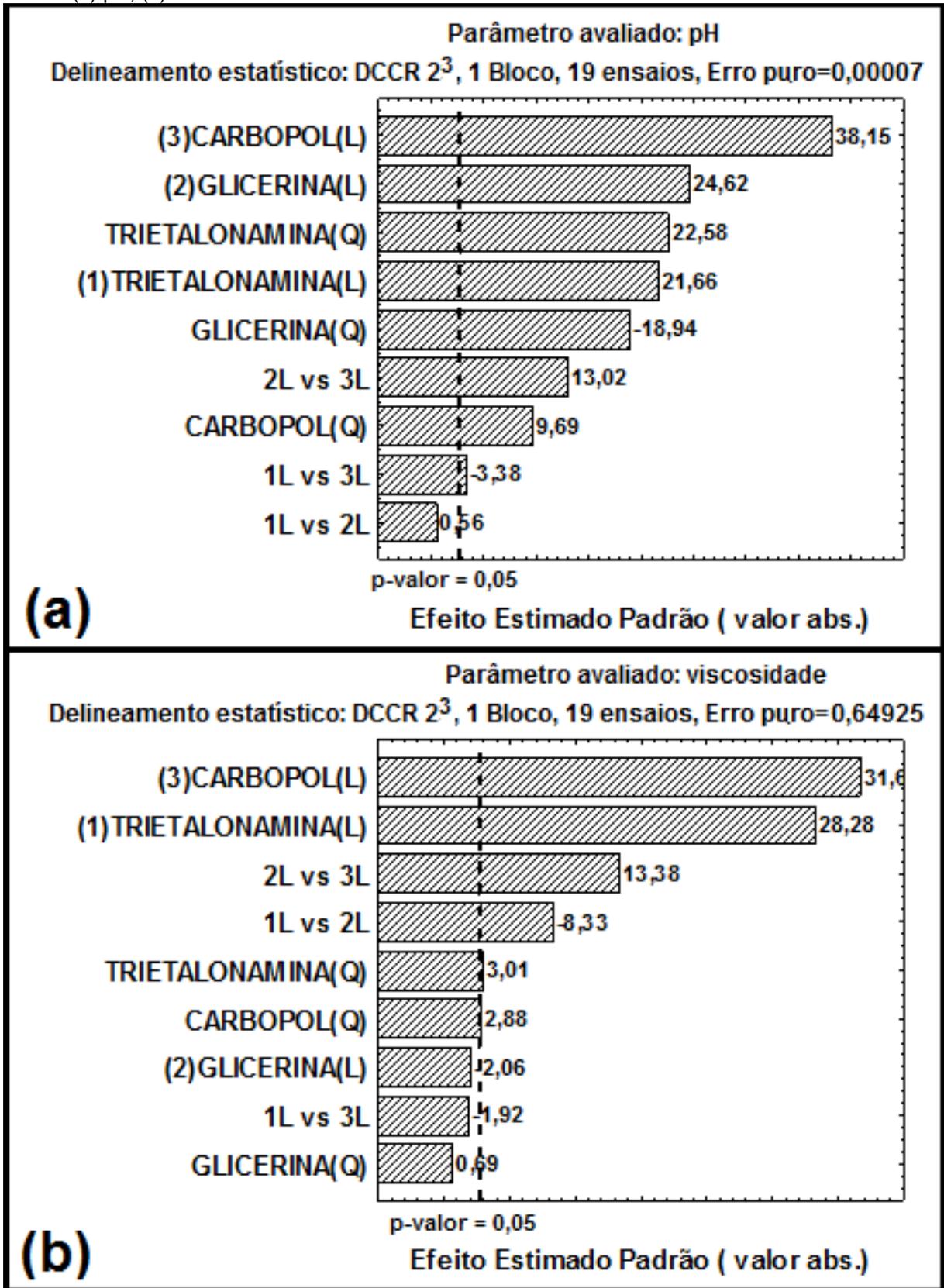
Fonte: Autor (2019).

A análise inicial dos dados experimentais contidos na Tabela 8 demonstrou um comportamento similar ao obtido nos testes preliminares citados anteriormente. O aumento das proporções dos componentes resulta em um aumento da viscosidade do produto. A faixa de pH e viscosidade obtida nesses ensaios é de 5,0 a 5,8 e de 8.125 a 38.875 cP. Portanto, ocorreu uma diminuição do pH em relação ao valor apresentado pela sua solução alcoólica a 76 °GL de 5,7. Assim, a faixa proposta inicialmente de 5,5 a 5,7, baseada nos resultados de pH do extrato alcoólico utilizado, foi subestimada, mas se enquadra na faixa atual encontrada. Porém, não existia nenhuma informação das características físico-químicas do carbopol. Observa-se que o aumento da proporção de carbopol é diretamente proporcional a o aumento da viscosidade assim como o do pH. Provavelmente seu efeito seja igual ou superior ao exercido pela trietilonamina junto ao pH, mesmo a trietilonamina sendo utilizada como regulador de pH por ser uma base forte. Verifica-se o efeito do carbopol para aumento ou diminuição do pH e da viscosidade através das informações dos ensaios 13 e 14. Esses ensaios foram realizados com as proporções iguais de glicerina e trietilonamina e as quantidades extremas de carbopol (- α e + α) e expressam os menores e maiores resultados de pH e viscosidade. Porém, a análise da significância das variáveis de estudo e suas interações deve ser realizadas através dos testes estatísticos de análise de variância dos resultados dos parâmetros de avaliação da formulação de álcool gel (pH e viscosidade) para a faixa mássica adotada de cada componente de estudo.

Assim, o tratamento estatístico do DCCR aplicado é verificado inicialmente pelos resultados da análise de variância, expressos pela Tabela de ANOVA e pelo diagrama de Pareto, que foi realizada ao nível de significância (cuja notação adotada foi p-valor) de 5%.

Os resultados da análise estatística das respostas do DCCR aplicado (pH e viscosidade) para a formulação do álcool gel, representada pela variação mássica de seus componentes, estão apresentados nos diagramas e tabelas a seguir. Os resultados da análise de variância inicial, realizada com todas variáveis de estudo e suas interações, está apresentada nas Tabelas A1 e A3 no Apêndice A. Os diagramas de Pareto do pH e da viscosidade estão apresentados nos itens (a) e (b) da Figura 6.

Figura 6: Diagramas de Pareto para a avaliação dos seguintes parâmetros de avaliação do DCCR, onde L e Q dos efeitos principais se referem aos modelos estatísticos linear (L) e quadrático (Q), sendo: (a) pH; (b) viscosidade.



Fonte: Autor, 2019.

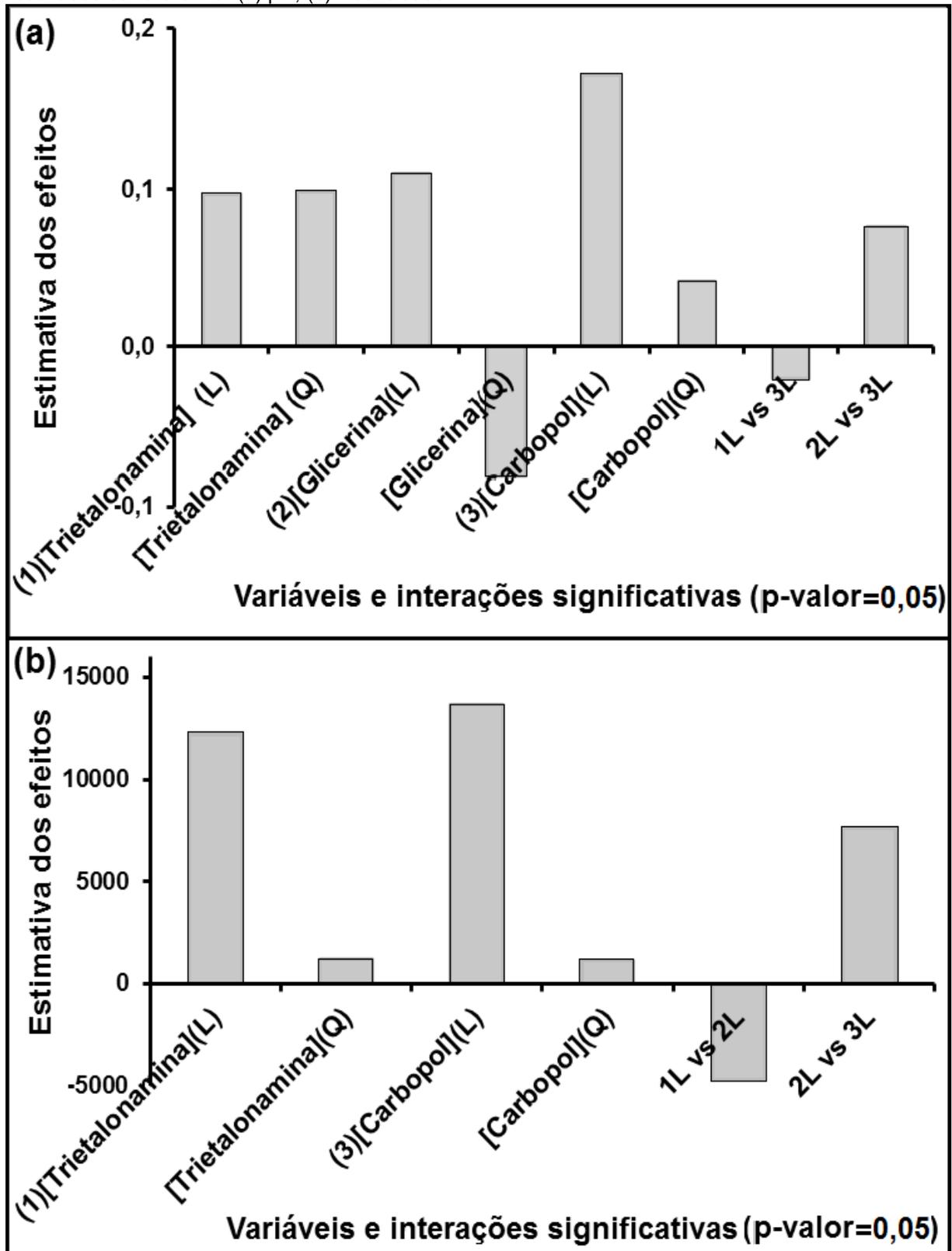
Os resultados dos diagramas de Pareto para o pH e a viscosidade da Figura 6 apresentam comportamento similar para o parâmetro mais significativo, o carbopol. Essa análise estatística confirma que ele é o principal responsável para o aumento ou diminuição do pH e da viscosidade, como discutido anteriormente sobre a significância do carbopol em relação aos mesmos. A análise estatística demonstrou que os modelos lineares apresentam maior significância em relação aos quadráticos. Esse fato dificulta a visualização da região otimizada para as suas respostas, principalmente para os diagramas das superfícies de respostas. Provavelmente, a determinação da faixa otimizada de pH e viscosidade será melhor verificada através das curvas de nível.

As concentrações de trietilonamina e de glicerina também são significativas para o pH (Figura 6a). A concentração de glicerina não apresenta significância estatística para a viscosidade (Figura 6b) ao nível adotado para o teste (p -valor = 0,05). As interações das variáveis de estudo são predominantemente significativas positivamente para o pH e a viscosidade do produto. Apenas as interações entre as concentrações de trietilonamina e glicerina (1L vs 2L) e trietilonamina e carbopol (1L vs 3L) não são significativas para o pH e a viscosidade, respectivamente. As variáveis de estudo e as suas interações não significativas devem ser eliminadas das posteriores análises estatísticas e proposição de modelos estatísticos preditivos para quantificar os parâmetros de avaliação em questão.

Assim, foi realizada uma nova análise de variância para as respostas do DCCR, excluindo-se os fatores não significativos, cujos resultados de ANOVA estão apresentados nas Tabelas A2 e A4 do Apêndice A. Nesse momento é avaliada a influência das variáveis de estudo e suas interações significativas através do diagrama das estimativas dos efeitos das variáveis e suas interações que apresenta uma melhor visualização do efeito de cada fator em relação ao diagrama de Pareto.

A Figura 7 apresenta o diagrama das estimativas dos efeitos das variáveis de estudo (concentrações mássicas de trietilonamina, glicerina e carbopol) a partir dos resultados da análise estatística aplicadas aos fatores significativos obtidos na triagem inicial, apresentados nos diagramas de Pareto da Figura 6.

Figura 7: Diagrama dos efeitos a partir dos dados significativos obtidos da análise estatística, cujos resultados se referem a: (a) pH; (b) viscosidade.



Fonte: Autor, 2019.

A Figura 7 apresenta a forma gráfica da influencia positiva e negativa dos fatores significativos de estudo (variáveis e suas interações) através da disposição e tamanho dos seus histogramas ao longo do eixo da abscissa do seu diagrama. Verifica-se que a glicerina no modelo quadrático é o único componente que tem grande influencia negativa para o pH (Figura 7a), enquanto que a maioria dos demais componentes varia positivamente. Na avaliação da influencia dos fatores de estudo para a viscosidade, cujos resultados estão demonstrados na Figura 7b, nota-se que apenas a interação entre a trietanolamina e glicerina causa um decréscimo de viscosidade. Já os demais fatores contribuem bastante para o seu aumento. Observa-se também que o modelo linear é o que melhor ajusta os resultados dos fatores para o pH e a viscosidade do álcool gel produzido.

Os resultados de significância dos modelos estatísticos, verificados pelos valores dos testes f aplicados ($f_{\text{calculado}}$) e da sua relação com o seu valor teórico (f_{tabelado}) da situação em questão, estão apresentados nas Tabelas 9 e 10.

Tabela 9: Resultados do tratamento estatístico da análise de variância (ANOVA) do DCCR aplicado para a formulação de álcool gel em relação ao pH do produto (apenas com fatores significativos).

Parâmetros	Soma Quadrática	Graus de liberdade	Média da Soma dos Quadrados	Teste F	
				$f_{\text{Calculado}}$	f_{Tabelado}
Regressão	0,27048	8	0,03381	1,002	3,179
Resíduos	0,33757	10	0,03376		
Falta de ajuste	0,33729	6	0,05621	803,077	6,256
Erro puro	0,00028	4	0,00007		
Soma quadrática total	0,60805	18			

Fonte: Autor, 2019.

Tabela 10: Resultados do tratamento estatístico da análise de variância (ANOVA) do DCCR aplicado para a formulação de álcool gel em relação a viscosidade do produto (somente fatores significativos).

Parâmetros	Soma Quadrática	Graus de liberdade	Média da Soma dos Quadrados	Teste F	
				$f_{\text{Calculado}}$	f_{Tabelado}
Regressão	1344168247,80	6	224028041,3	26,106	3,179
Resíduos	102976554,82	12	8581379,5		
Falta de ajuste	1,003796E+08	8	12547444,0	19,326	6,256
Erro puro	2,597000E+06	4	649250,0		
Soma quadrática total	1447144802,63	18			

Fonte: Autor (2019).

Os resultados de ANOVA das Tabelas 9 e 10 demonstram que a significância estatística adequada para o uso de um modelo matemático predito é obtida apenas para a viscosidade, na qual o valor de $f_{\text{Calculado}}$ é 8,2 vezes superior ao f_{Tabelado} . O modelo não é ideal, pois a significância da falta de ajuste encontrada é maior que a teórica requerida, tabelada ($f_{\text{Calculado}} > f_{\text{Tabelado}}$). Portanto, o modelo estatístico preditivo para se estimar valores de viscosidade do produto para qualquer proporção mássica dos seus componentes na faixa de estudo adotada para eles (níveis de $-\alpha$ a $+\alpha$) está apresentado a seguir.

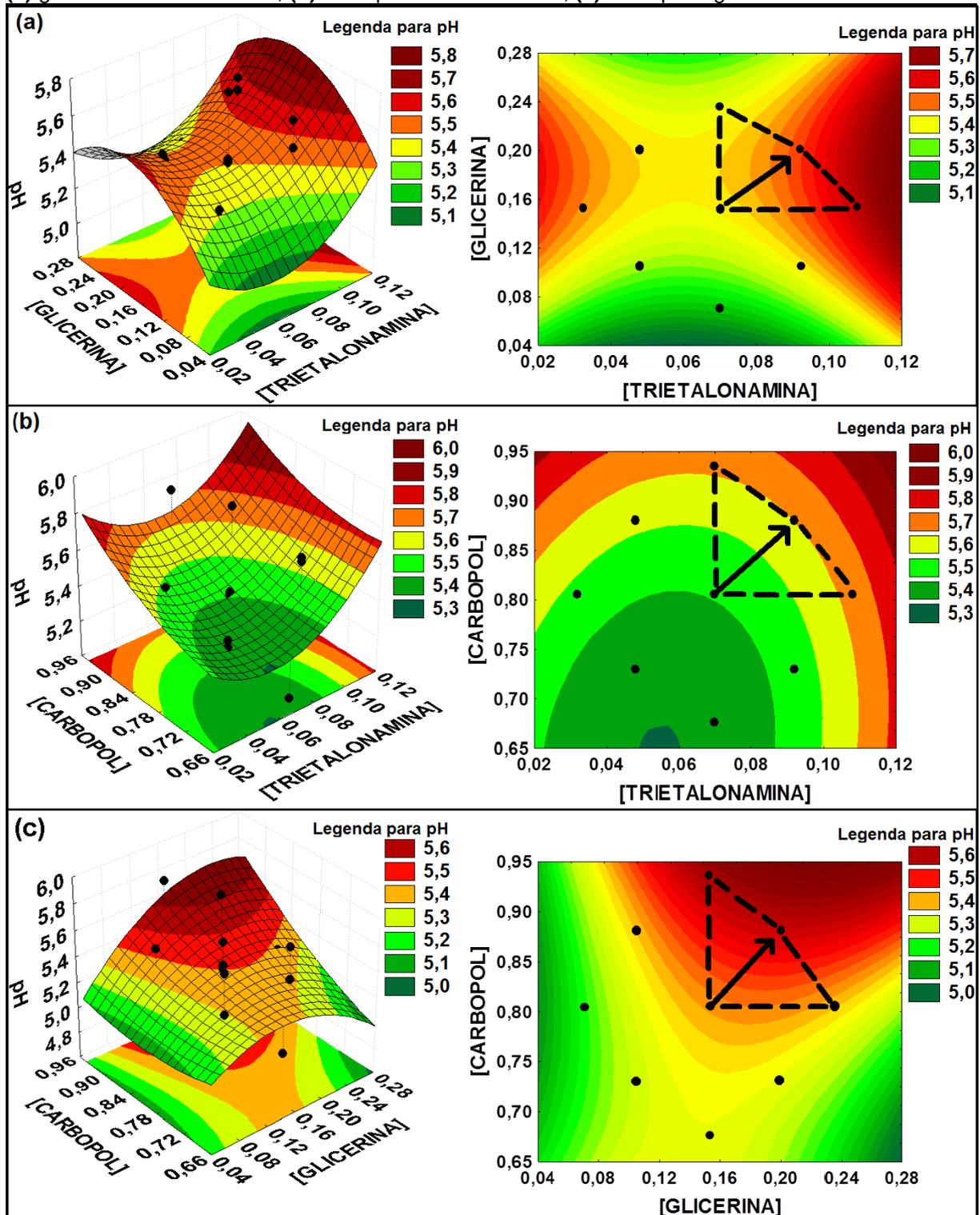
$$\text{Viscosidade (cP)} = 22567,1 + (12193,0 \times [\text{trieta}]) + (1212,0 \times [\text{trieta}]^2) + (13668,3 \times [\text{carbopol}]) + (115907,0 \times [\text{carbopol}]^2) - (4745,4 \times [\text{trieta}] \times [\text{carbopol}]) + (7625,5 \times [\text{glicerina}] \times [\text{carbopol}]) \quad (\text{eq.2})$$

onde: viscosidade do álcool gel é expressa e centipoise (cP), [trieta] é a concentração mássica de trietanolamina, [carbopol] é a concentração mássica de carbopol, [glicerina] é a concentração mássica de glicerina.

Os resultados dos diagramas da relação dos valores observados com os preditos pelo modelo e da relação dos resíduos com os valores normais estimados, apresentados nas Figuras A1 e A2 do Apêndice A, indicam um ajuste satisfatório para tratamento estatístico aplicado. Os resultados para viscosidade foram mais adequados em relação aos obtidos para o pH. Isto pode ser visualizados pela menor dispersão dos seus valores preditos em relação aos observados, apresentados na Figura A2b, quando comparada aos resultados de pH da Figura A1b.

Para avaliar a região de ótimo de formulação do álcool gel foram utilizados os resultados das superfícies de resposta e curvas de nível do tratamento estatístico fornecido pelo DCCR aplicado. As Figuras 8 e 9 apresentam as curvas de níveis e superfície de resposta para os parâmetros de pH e viscosidade. Os pontos contidos nesses diagramas correspondem aos limites mínimos e máximos das faixas de valores das variáveis de estudo utilizados nos ensaios experimentais. Nesse formato de planejamento, eles formam o desenho de losango, cujo ponto central se refere a condição dos ensaios realizados para o ponto central do DCCR aplicado, os quais são réplicas.

Figura 8: Superfícies de resposta e curvas de níveis do planejamento estatístico aplicado (DCCR) das seguintes relações entre seus componentes (variáveis de estudo) para a resposta pH: **(a)** glicerina e trietilonamina; **(b)** carbopol e trietilonamina; **(c)** carbopol e glicerina.



Fonte: Autor (2019).

O comportamento das selas das superfícies de respostas da Figura 8 apresenta a significativa falta de ajuste do modelo estatístico para o pH, observado anteriormente pelo valor de $f_{\text{Calculado}}$ da ANOVA da Tabela 9. O centro da curvatura

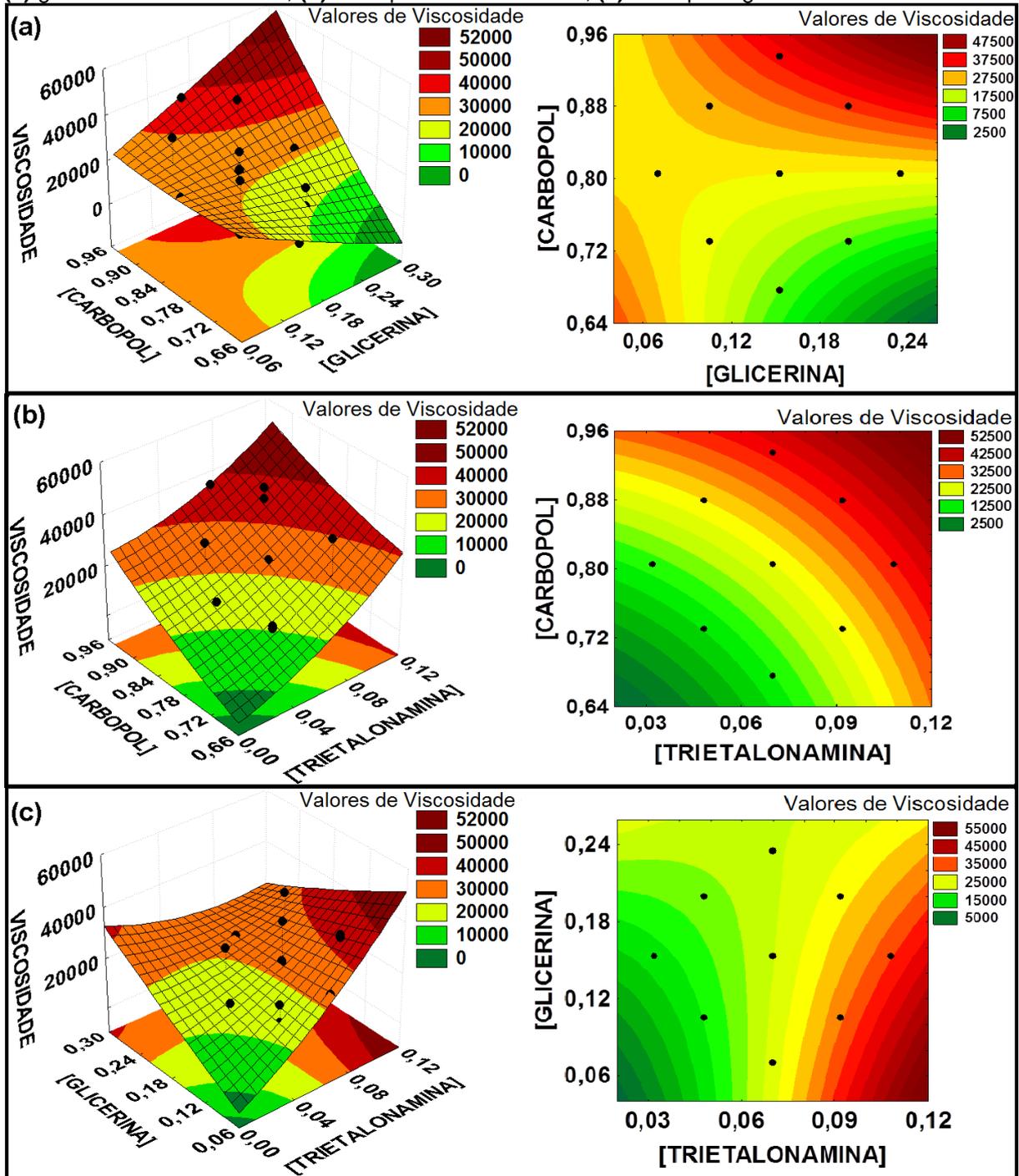
da sela deve apresentar o ponto de máximo ou mínimo do parâmetro avaliado. Tal fato não é observado, principalmente nas Figuras 8a e 8c. Assim, como previsto anteriormente, utiliza-se as curvas de nível para a determinação da região de maiores valores de pH fornecidos pelas relações das proporções mássicas de seus componentes em estudo. Então, foram traçadas setas nos diagramas das curvas de nível que apontam para as regiões de maiores valores de pH a partir do ponto central de losango formado pelos pontos operacionais do DCCR, os quais representam as diferentes condições de formulação adotadas (proporções mássicas) para seus componentes (variáveis de estudo). A região requerida nesses diagramas se refere aos valores das proporções mássicas dos seus componentes obtidos nos quadrantes superiores do losango, representado pela região tracejada dos mesmos na Figura 8. Estima-se, portanto, uma faixa otimizada para formulação do álcool gel em relação aos maiores valores de pH para a seguinte proporção mássica de seus componentes: 0,8 a 0,90% em peso de carbopol, 0,07 a 0,10% em peso de trietilonamina e 0,16 e 0,20% em peso de glicerina.

O comportamento das selas das superfícies de respostas da Figura 9 também apresenta a significativa falta de ajuste do modelo estatístico para a viscosidade, similar aos resultados obtidos para o pH e expressos na Figura 8. Porém, existe uma maior dificuldade de visualização das selas na Figura 9, cujas superfícies de respostas apresentam a disposição de um plano bidimensional com regiões extremas de valores mínimos e máximos para a viscosidade do álcool gel produzido.

O valor de viscosidade desejável para a faixa otimizada de proporção mássica de seus componentes deve estar relacionada a restrição de um valor mínimo exigido pela legislação brasileira (8.000 cP) e de um valor máximo adotado pelas formulações dos produtos comercializados no Brasil. Os fabricantes de diversas marcas de álcool apresentam valores de viscosidade de seus produtos com concentração superior a 70 °INPM inferiores a 30.000 cP. Observou-se também, que o álcool gel produzido que apresentou valores de viscosidade superior a 30.000 cP (ensaios 3, 4, 10 e 14) formavam grumos de gel quando agitados, movimentados, representando uma indesejável adesividade de manipulação sobre as superfícies em contato. Em contrapartida, os produtos obtidos com os menores valores de viscosidade, na faixa de 8.000 a 10.500 cP (ensaios 8 e 13), apresentaram uma acentuada fluidez, comparada ao comportamento de escoamento de líquidos,

também indesejada para a sua manipulação. Portanto, a região otimizada de análise para a proporção desejável dos componentes do álcool gel dos diagramas da Figura 9 se situa entre 12.000 e 25.000 cP.

Figura 9: Superfícies de resposta e curvas de níveis do planejamento estatístico aplicado (DCCR) das seguintes relações entre seus componentes (variáveis de estudo) para a resposta viscosidade: (a) glicerina e trietanolamina; (b) carbopol e trietanolamina; (c) carbopol e glicerina.



Fonte: Autor (2019).

Nos diagramas das curvas de nível da Figura 9 foi identificada a região otimizada (faixa de 12.000 a 25.000 cP) representada pela região tracejada.

Observa-se que está região encontra-se no quadrante inferior do losango delimitado pelos pontos experimentais dos ensaios realizados, principalmente no quadrante inferior esquerdo. As proporções mássicas dos componentes de estudo e a faixa de viscosidade do produto para tal situação são as seguintes: 0,7 a 0,8% em peso de carbopol, 0,06 a 0,09% em peso de trietalonamina e 0,12 a 0,18% em peso de glicerina que produz um álcool gel com viscosidade na faixa de 14.000 a 24.000 cP.

Associando as informações das faixas otimizadas para o pH e viscosidade do produto para as proporções mássica dos componentes pode-se obter as seguintes informações da região ótima de operação para esse estudo de formulação do álcool gel:

- Condição otimizada das variáveis de estudo: 0,7 a 0,85% em peso de carbopol, 0,07 a 0,09% em peso de trietalonamina, 0,16 a 0,18% em peso de glicerina.
- Resultados esperados dos parâmetros avaliados: pH na faixa de 5,3 a 5,5 e viscosidade de 14.000 a 24.000 cP.

Assim, para determinação de uma condição ótima experimental de formulação de álcool gel pode-se utilizar as proporções de 0,8% em peso de carbopol, 0,07% em peso de trietalonamina e de 0,16% em peso de glicerina. Essa condição resulta em um produto com pH de 5,5 e viscosidade de 20.000 cP, segundo os resultados obtidos dos ensaios experimentais do DCCR.

5.3 Comparação do produto com similares comerciais

Foi produzido o álcool gel na condição otimizada de formulação (0,8% em peso de carbopol, 0,07% em peso de trietalonamina, 0,16% em peso de glicerina para 100% em peso de extrato alcoólico a 76 °GL) e realizadas determinações de pH e viscosidade desses produtos e de outros similares comercializados no comércio local. Foram adquiridos cinco produtos comerciais na faixa de concentração alcoólica adotada para o produto em estudo e igual a 70 a 75 °GL ou de 65 a 70 °INPM.

Os resultados das determinações de pH e viscosidade para o produto obtido na condição otimizada e seus similares comerciais estão apresentados na Tabela 11.

Tabela 11: Resultados das determinações de pH e viscosidade do produto obtido em uma condição ótima de formulação (0,8% carbopol/0,07% trietanolamina/0,16%glicerina, em peso) e de alcoóis gel comerciais adquiridos no comércio local de João Pessoa/PB.

Álcool gel	pH	Viscosidade (cP)
Produto obtido (76°GL ou 71 °INPM)	5,5	19.000
Marca comercial 1 (70 °INPM)	7,0	7.300
Marca comercial 2 (65 °INPM)	7,6	10.750
Marca comercial 3 (70 °INPM)	6,9	28.100
Marca comercial 4 (70 °INPM)	7,5	26.625
Marca comercial 5 (70 °INPM)	7,4	26.875

Fonte: Autor (2019).

Verifica-se na Tabela 11 que o produto obtido na condição otimizada apresentou valores próximos e similares para a viscosidade e o pH estimados pelos resultados do DCCR, os quais foram de 20.000 cP e 5,5. Em relação aos produtos comerciais, observa-se que todos apresentaram pH em torno de 7,0, cujos resultados indicam que foram produzidos a partir da diluição de soluções alcoólicas muito concentradas e neutras de etanol, na faixa de 92 a 98 °GL. Seus resultados de viscosidade obedecem a legislação brasileira, exceto para a marca comercial 1 que apresentou um valor inferior ao limite mínimo arbitrado pela RDC N° 46, de 20 de fevereiro de 2002, de 8.000 cP. Os produtos comerciais apresentam em sua composição um ou mais hidratantes e outros agentes (conservantes, estabilizantes) além da formulação básica de álcool/carbômero/amina/umectante. Tais compostos podem influenciar na viscosidade do produto, pois se observa que a faixa de viscosidade dos alcoóis gel mais concentrados (70 °INPM) é de 25.000 a 30.000 cP, considerada alta para fluidos de estrutura coloidal do tipo gel. Assim, o produto obtido apresentou uma viscosidade inferior a esses materiais indicados para higienização das mãos (produtos das marcas 3, 4 e 5), geralmente comercializados em farmácias e comércios a fins. A principal deficiência do produto obtido foi seu baixo valor de pH para o contato na pele humana, podendo ocasionar algum tipo de ressecamento através do uso contínuo. Tal fato se deve a matéria prima alcoólica utilizada para a sua produção que foram os extratos alcoólicos concentrados obtidos pela destilação de bebidas alcoólicas cedidas pela Receita Federal. Esse material apresentou pH na faixa de 5,3 a 5,7, resultando em um álcool gel com valor de pH de 5,5. Portanto, a resolução de tal problema está relacionada a produção de um extrato alcoólico concentrado mais próximo a neutralidade (pH de 6,8 a 7,0).

6. CONCLUSÃO

- ✓ A proporção mássica de carbopol é a principal responsável pela variação do pH e da viscosidade do álcool gel produzido com uma formulação mássica de carbopol, trietanolamina e glicerina para uma base de cálculo de 100% de solução alcoólica a 76 °GL.
- ✓ A proporção mássica de glicerina é a variável de estudo que apresenta menor influência nos resultados de pH e viscosidade do álcool gel.
- ✓ A faixa ótima de formulação mássica de álcool gel para se obter valores de pH e de viscosidade desejáveis (superiores a 5,0 e 8.000 cP, respectivamente) utiliza faixas mássicas de 0,7 a 0,85% em peso de carbopol, 0,07 a 0,09% em peso de trietanolamina, 0,16 a 0,18% em peso de glicerina.
- ✓ O produto obtido em uma condição otimizada de formulação (0,8% de carbopol, 0,07 de trietanolamina e 0,16% de glicerina, em peso) apresenta valores de pH e viscosidade próximos aos seus produtos comerciais similares.
- ✓ A influência da proporção mássica dos componentes estudados para o pH do álcool gel obtido é considerada apenas para validar a sua faixa ótima de formulação.
- ✓ O principal responsável pelo pH do produto é o extrato alcoólico concentrado, pois é o componente predominantemente em maior proporção, cujo valor de pH é transferido ao produto.
- ✓ O baixo valor de pH do álcool gel produzido (5,5) restringe o seu uso para a limpeza de materiais e superfícies, evitando seu contato com a pele dos seus usuários.

REFERÊNCIAS

- ANDRZEJEWSKI, T.; VIEIRA, E. T. V. **Uma análise das técnicas de destruição de resíduos de mercadoria**. 25 p., 2015. Monografia (Aperfeiçoamento/Especialização em Gestão de Projetos) - Universidade Católica Dom Bosco, Campo Grande, MS, Brasil, 2015.
- ANVISA (Agência Nacional de Vigilância Sanitária). **Resolução – RDC Nº – 322**, de 22 de novembro de 2002.
- ANVISA (Agência Nacional de Vigilância Sanitária). **Resolução – RDC Nº 46**, de 20 de fevereiro de 2002.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 5992: **Informação e documentação: Referências**. p. 24. Rio de Janeiro, 2008.
- AUDAX **Ficha de Informações de Segurança de Produtos Químicos**, disponível em:
www.audaxco.com. Acesso em 02 de fevereiro de 2019.
- BARROS NETO, B.; SCARMINIO, I.S.; BRUNS, R.E. **Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria**. 2ª ed. Campinas: Editora da UNICAMP, 2002.
- CARVALHO. P.L.O. **Glicerina Bruta na Alimentação de Suínos**. 2011. Tese (Doutorado em Zootecnia)- Universidade Estadual de Maringá – Campus de Maringá, Maringá, 2011.
- COMPANHIA NACIONAL DE ÁLCOOL **Ficha de Segurança de Produtos Químicos**, disponível em:
www.gruposentax.com. Acesso em 02 de fevereiro de 2019.
- DA ILHA COMÉRCIO DE ÁLCOOL **Ficha Técnica de Produto**, disponível em:
www.alcooldailha.com.br Acesso em 02 de fevereiro de 2019.
- DHARAN, S.; HUGONNET, S.; SAX, H.; PITTET, D. Comparison of waterless hand antiseptics agents at short application times: raising the flag of concern. *Infect Control Hosp Epidemiol*; 24:160-4, 2003.
- FELLOWS, P.J. **Tecnologia do processamento de alimentos: princípios e práticas**. 2ª edição, Artimed, Porto alegre, 2006.
- GAVA, A.J. **Princípios de Tecnologia de Alimentos**, Editora Nobel, 1984.
- GEANKOPLIS, C.J. **Transport processes and separation process principles: (includes unit operations)**. 4a edition, Prentice Hall P T R, Englewood Cliffs, New Jersey, 2011.
- GOMIDE, R. **Operações Unitárias volume IV: operações de transferência de massa**, edição do autor, 1988.
- INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. Métodos físico-químicos para análise de alimentos. 4ª ed., Brasília: Ministério da Saúde, Agência Nacional de Vigilância Sanitária (Série A – Normas e Manuais Técnicos), 2005.
- KNOTHE, G.; GERPEN, J.V.; KARHL, J.; RAMOS, L.P. **Manual de Biodiesel**, Capítulo 11: Glicerol, São Paulo, Edgard Blucher, 2006.

- MANO, E.B.; DIAS, L.M.; OLIVEIRA, C.M.F. **Química Experimental de Polímeros**. 1ª edição; São Paulo: Editora Edgard Blucher. 2004.
- PIETSCH, H. **Hand antiseptics: rubs versus scrubs, alcoholic solutions versus alcoholic gels**. J Hosp Infect 2001; 48: S33-S36.
- PERRY, R.; GREEN, D.W. **Chemical Engineer's Handbook**, chapter 2: Physical and Chemical Data, 7ª edition, 1999.
- QUEIRÓZ, V.S. **Obtenção de etanol líquido neutro a partir dos resíduos (cabeça e cauda) oriundos da fabricação de cachaça por processo de destilação convencional e assistido por micro-ondas para obtenção de álcool gel**. 103 p., 2013. Tese (Doutorado em Engenharia de Processos) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos, Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de Campina Grande, Paraíba, Brasil, 2013.
- RODRIGUES, M.S.; IEMMA, A.F. **Planejamento de experimentos e otimização de processos**, Casa do Pão Editora, Campinas-SP, 326 p., 2005.
- DRAGANOIU, E.; RAJABI-SIAHBOOMI, A.; TIWARI, S. Carbomer. In: ROWE, R.C.; SHESKEY, P.S.; QUINN, M.E. **Handbook of Pharmaceutical Excipients**. Sixth Edition, Pharmaceutical Press, p. 110-114, 2009.
- UCKO, D.A. **Química para as ciências da saúde uma introdução à química geral, orgânica e biológica**, 2ª ed., Manole, São Paulo, p.301-310: Compostos orgânicos oxigenados, 1992.

Apêndice A

Neste tópico estão apresentados os resultados do tratamento estatístico aplicado ao DCCR para verificação da faixa operacional otimizada das variáveis de estudo em relação aos seus parâmetros de avaliação.

Tabela A1: Resultados da análise de variância (ANOVA) do planejamento fatorial estatístico DCCR do tipo 2^3 para o parâmetro de avaliação pH de todas as variáveis de estudo e suas interações.

Fatores de estudo	Soma Quadrática	Graus de liberdade	Média da Soma dos Quadrados	Teste f	p-valor
(1)TRIETALONAMINA (L)	0,0328	1	0,0328	469,008	0,000027
TRIETALONAMINA (Q)	0,0357	1	0,0357	509,988	0,000023
(2)GLICERINA(L)	0,0424	1	0,0424	606,298	0,000016
GLICERINA(Q)	0,0251	1	0,0251	358,619	0,000046
(3)CARBOPOL(L)	0,1019	1	0,1019	1455,626	0,000003
CARBOPOL(Q)	0,0066	1	0,0066	93,839	0,000636
1L vs 2L	0,0000	1	0,0000	0,308	0,608411
1L vs 3L	0,0008	1	0,0008	11,429	0,027770
2L vs 3L	0,0119	1	0,0119	169,448	0,000201
Falta de ajuste	0,3373	5	0,0675	963,631	
Erro puro	0,0003	4	0,0001		
Regressão	0,2589	12	0,0216	0,371	
Resíduos	0,3491	6	0,0582		
Soma quadrática total	0,6081	18			

Fonte: Autor (2019).

Tabela A2: Resultados da análise de variância (ANOVA) do planejamento fatorial estatístico DCCR do tipo 2^3 para o parâmetro de avaliação pH somente dos fatores significativos ao nível de significância do teste (5%).

Fatores de estudo	Soma Quadrática	Graus de liberdade	Média da Soma dos Quadrados	Teste f	p-valor
(1)TRIETALONAMINA (L)	0,032842	1	0,032842	469,167	0,000027
TRIETALONAMINA (Q)	0,035699	1	0,035699	509,988	0,000023
(2)GLICERINA(L)	0,042441	1	0,042441	606,298	0,000016
GLICERINA(Q)	0,025103	1	0,025103	358,619	0,000046
(3)CARBOPOL(L)	0,101894	1	0,101894	1455,626	0,000003
CARBOPOL(Q)	0,006569	1	0,006569	93,839	0,000636
1L vs 3L	0,000800	1	0,000800	11,429	0,027770
2L vs 3L	0,011861	1	0,011861	169,448	0,000201
Falta de ajuste	0,337292	6	0,056215	803,077	0,000004
Erro puro	0,000280	4	0,000070		
Regressão	0,27048	8	0,03381	1,002	3,179
Resíduos	0,33757	10	0,03376		
Soma quadrática total	0,60805	18			

Fonte: Autor (2019).

Tabela A3: Resultados da análise de variância (ANOVA) do planejamento fatorial estatístico DCCCR do tipo 2^3 para o parâmetro de avaliação viscosidade de todas as variáveis de estudo e suas interações.

Fatores de estudo	Soma Quadrática	Graus de liberdade	Média da Soma dos Quadrados	Teste f	p-valor
(1)TRIETALONAMINA (L)	5,190901E+08	1	519090061	799,523	0,000009
TRIETALONAMINA (Q)	5,789536E+06	1	5789536	8,917	0,040491
(2)GLICERINA(L)	2,747036E+06	1	2747036	4,231	0,108827
GLICERINA(Q)	2,901150E+05	1	290115	0,447	0,540434
(3)CARBOPOL(L)	6,535187E+08	1	653518697	1006,575	0,000006
CARBOPOL(Q)	5,366036E+06	1	5366036	8,265	0,045245
1L vs 2L	4,503859E+07	1	45038588	69,370	0,001135
1L vs 3L	2,392578E+06	1	2392578	3,685	0,127320
2L vs 3L	1,162982E+08	1	116298158	179,127	0,000180
Falta de ajuste	9,438124E+07	5	18876247	29,074	0,003054
Erro puro	2,597000E+06	4	649250		
Regressão	1350166566,07	9	150018507,341	13,922	3,179
Resíduos	96978236,5582	9	10775359,618		
Soma quadrática total	1,447145E+09	18			

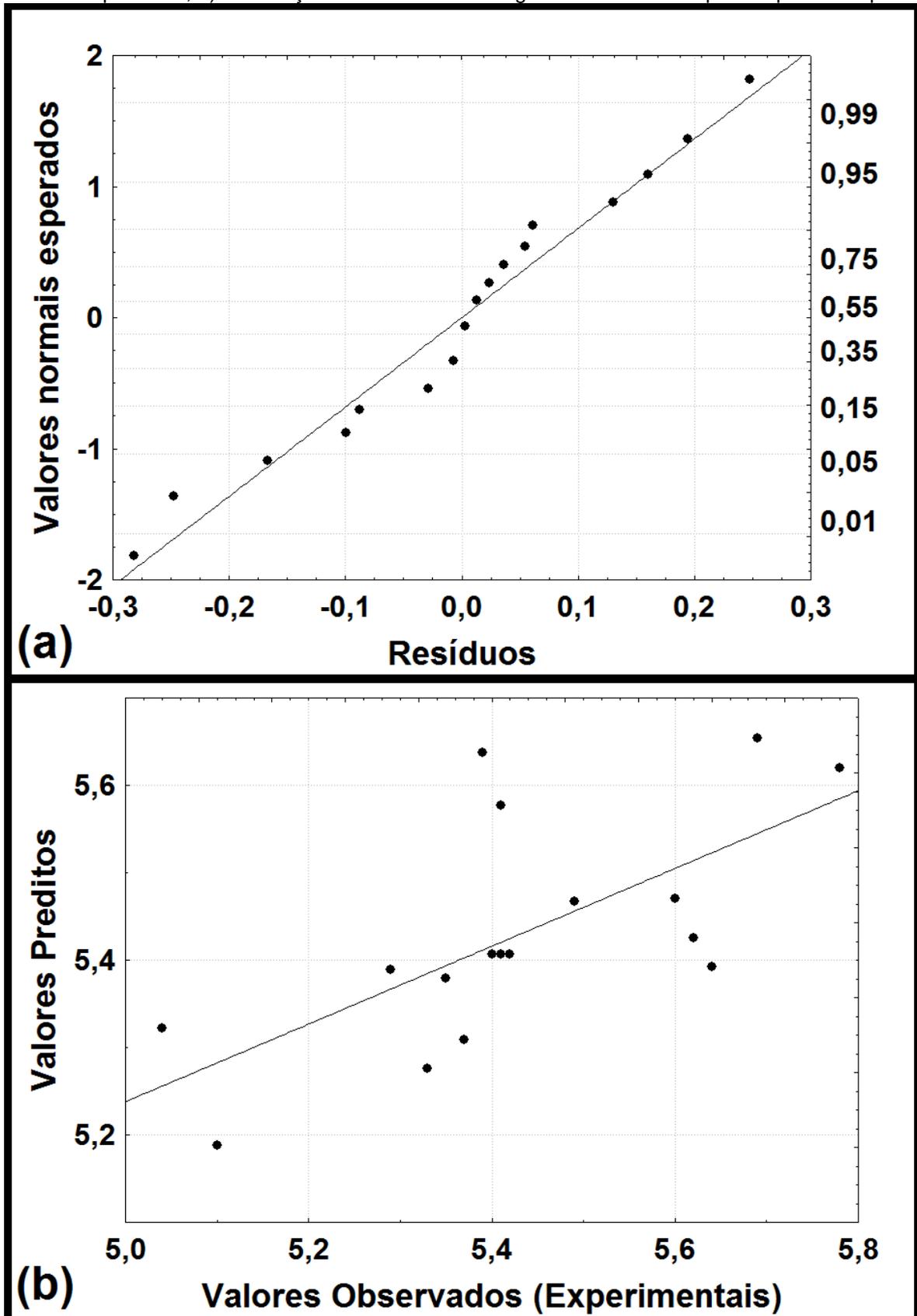
Fonte: Autor (2019).

Tabela A4: Resultados da análise de variância (ANOVA) do planejamento fatorial estatístico DCCR do tipo 2^3 para o parâmetro de avaliação viscosidade somente dos fatores significativos ao nível de significância do teste (5%).

Fatores de estudo	Soma Quadrática	Graus de liberdade	Média da Soma dos Quadrados	Teste f	p-valor
(1) TRIETALONAMINA (L)	5,190901E+08	1	519090061	799,523	0,000009
TRIETALONAMINA (Q)	5,587789E+06	1	5587789	8,607	0,042657
(3)CARBOPOL(L)	6,520813E+08	1	652081324	1004,361	0,000006
CARBOPOL(Q)	5,100680E+06	1	5100680	7,856	0,048667
1L vs 2L	4,503859E+07	1	45038588	69,370	0,001135
2L vs 3L	1,163006E+08	1	116300647	179,131	0,000180
Falta de ajuste	1,003796E+08	8	12547444	19,326	0,006045
Erro puro	5,190901E+08	1	519090061	799,523	0,000009
Regressão	1344168247,8	6	224028041,301	26,106	3,179
Resíduos	102976554,83	12	8581379,569		
Soma quadrática total	1,447145E+09	18			

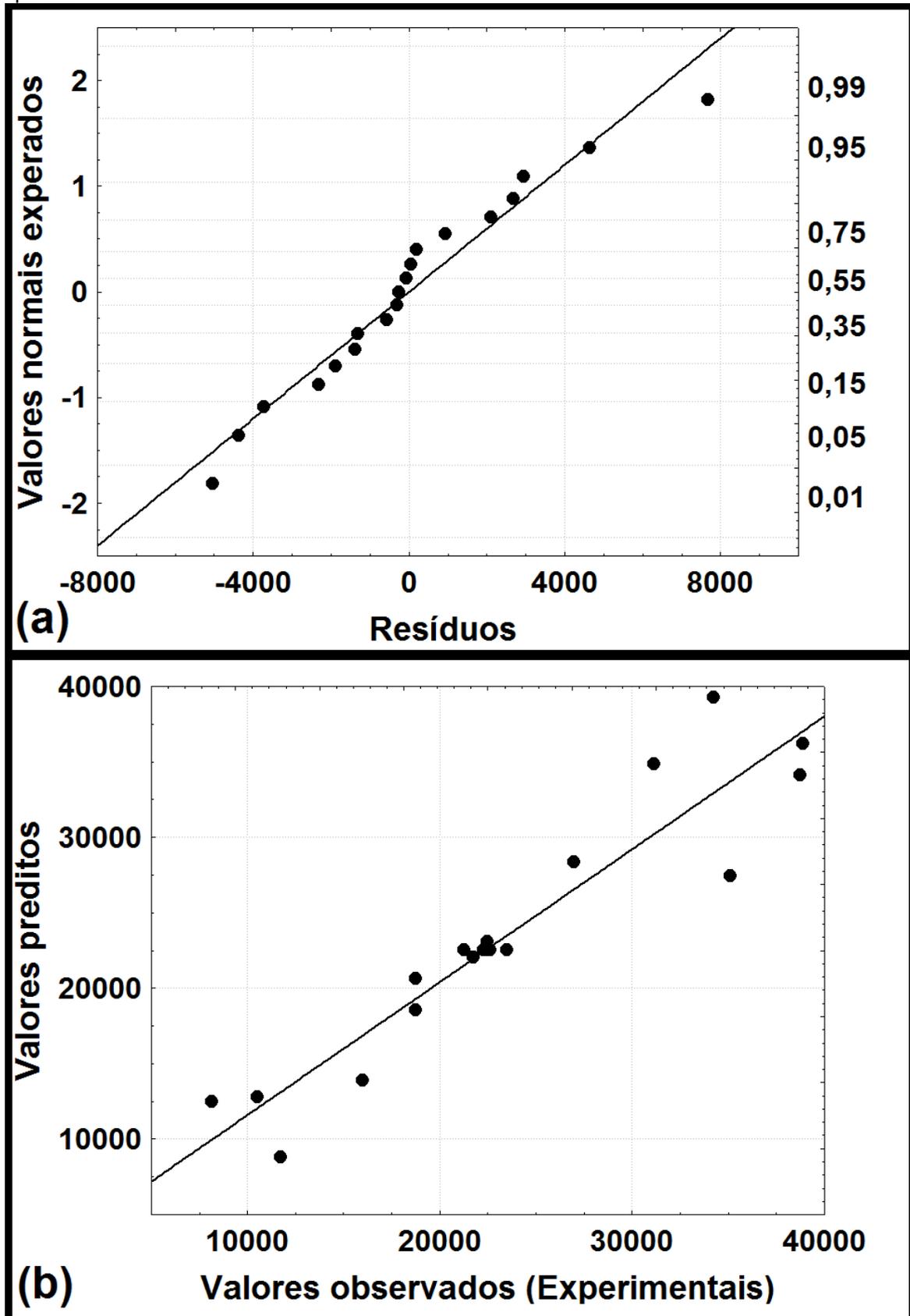
Fonte: Autor (2019).

Figura A1: Avaliação da análise estatística para o parâmetro pH: a) valores experimentais em relação aos valores previstos; b) distribuição dos resíduos ao longo da reta normal esperada para a resposta.



Fonte: Autor (2019).

Figura A2: Avaliação da análise estatística para parâmetro viscosidade: a) valores experimentais em relação aos valores previstos; b) distribuição dos resíduos ao longo da reta normal esperada para a resposta.



Fonte: Autor (2019).