

## **ESTUDO DE UM PROJETO PARA PRODUÇÃO DE AMACIANTE DE ROUPAS A BASE DE CLORETO DE DI (CETIL – ESTEARIL) DIMETIL AMÔNIO COM ARNICA**

**Paula Yole Pacheco**

Centro Universitário Padre Anchieta

[paulinhah\\_pacheco@hotmail.com](mailto:paulinhah_pacheco@hotmail.com)

**Fernanda Palladino**

Centro Universitário Padre Anchieta

[ferpalladino@terra.com.br](mailto:ferpalladino@terra.com.br)

### **RESUMO**

Com o avanço da tecnologia, o uso do amaciante aumentou consideravelmente, pois a utilização das máquinas de lavar e secar roupas realizam uma fricção mecânica muito alta que causa o emaranhamento da fibra. A função do amaciante é ser adsorvido pela fibra do tecido, formando um filme protetor lubrificante, o que propicia uma sensação de maciez ao tecido. O objetivo deste trabalho foi estudar a viabilidade do processo de produção do amaciante a base de cloreto de di(cetil-estearil) dimetil amônio com arnica. Foram desenvolvidas quatro metodologias de formulação: duas de amaciante comum, uma com meio dispersivo a temperatura de 30°C e outra a 32°C e duas de amaciante com arnica, sob as mesmas condições de meios dispersivos, a 30°C e a 32°C. Para verificar se este novo produto teria as mesmas características físico-químicas exigidas pela legislação brasileira, foram realizados testes analíticos de controle de qualidade sendo eles: pH, viscosidade e teor de ativo presente no amaciante. Os resultados dessas análises comprovaram que a variação de temperatura do meio dispersivo foi o fator responsável por alterar a qualidade do produto final, pois em temperaturas inferiores, houve formação de grumos, proveniente do aumento de material particulado na água. Foram analisados os custos de processo e de projeto e concluiu-se que este projeto é viável de ser implementado em uma indústria química.

**Palavras Chaves:** arnica montana, amaciante, surfactante, tensoativo.

## ABSTRACT

With the advancement of technology, the use of fabric softener began to grow, as the use of washing machines and dryers perform a very high mechanical friction that causes the fiber entanglement. The function of the softener is to be adsorbed by the fiber of the tissue, forming a protective film lubricant, which provides a feeling of softness to tissue. The objective of this work was to study the feasibility of the production process of softening using chloride di (cetyl-stearyl) dimethyl ammonium with arnica. Four methods of formulation were developed: two common softener, a dispersive medium with a temperature of 30 ° C and another at 32 ° C and two softener with arnica, with the same dispersive conditions, at 30 ° C and another at 32 ° C. To verify that this new product would have the same physical and chemical characteristics required by Brazilian law, analytical quality control tests were performed: pH, viscosity and content of the softener active present. The results of these analyzes showed that the temperature variation of the dispersive medium is the factor responsible for changing the quality of the final product, because at lower temperatures, the formation of lumps from the increase of particulate matter in the water. Were analyzed the process and the project costs and was concluded that this project is feasible to be implemented in a chemical plant.

**Key Words:** arnica montana, softener, surfactant, surfactant.

## 1. INTRODUÇÃO

O amaciante têxtil foi desenvolvido em 1949, por uma empresa norte americana chamada Armour, que era uma fabricante de carne enlatada e possuía, como produto secundário, sebo, matéria-prima com aplicação industrial no processo de fabricação de surfactantes (Erhan, 2005).

Os surfactantes possuem moléculas anfifílicas, ou seja, são moléculas hidrofóbicas (moléculas polares que interagem fortemente com a água). A parte apolar é composta por uma cadeia alquílica e a polar é iônica (pode ser aniônica ou catiônica), não iônica ou anfótera. Este trabalho terá foco nos surfactantes catiônicos, já que a base escolhida é o cloreto de di (cetil – estearil) dimetil amônio.

O objetivo do surfactante ser constituído por partes hidrofóbicas e hidrofílicas é a atuação do mesmo em fluidos de diferentes polaridades, ou seja, ele será capaz de solubilizar



tanto substâncias polares como substâncias apolares, pois haverá a formação de um filme entre as interfaces (polares e apolares) capaz de reduzir as tensões superficiais e interfaciais, característica específica dos surfactantes. As maiores aplicações destes produtos se concentram nas indústrias de produtos de limpeza, petrolífera, alimentícia e de higiene pessoal (Nitschke e Pastore, 2002)

Pesquisas comprovam que os amaciantes são produtos indispensáveis na limpeza, saúde e higiene. Segundo uma pesquisa realizada pela ABIPLA (Associação Brasileira de Produtos de Limpeza e Afins), 81% dos lares brasileiros utilizam o amaciante (ABIPLA ).

Com o avanço da tecnologia, o uso do amaciante aumentou consideravelmente, pois a utilização das máquinas de lavar e secar roupas realizam uma fricção mecânica muito alta que causa o emaranhamento da fibra. A função do amaciante a base de quaternário de amônio é ser adsorvido pela fibra do tecido, formando um filme protetor lubrificante, o que propicia uma sensação de maciez ao tecido.

O cloreto de di (cetil – estearil) dimetil amônio é o tensoativo mais comumente utilizado, e sua concentração varia de acordo com a especificação do produto, sendo de 5 - 7% nos produtos premium, 3 - 4% nos produtos intermediários e de 1 – 2% nos produtos populares (Sanctis, 2004).

A incorporação de um fitoterápico em um produto comumente utilizado nos lares brasileiros trará benefícios à saúde da população brasileira, pois a arnica é conhecida pela suas propriedades naturais anti-inflamatórias, que auxiliam na melhor circulação do sangue no corpo (Lopes, 2001). A fixação das moléculas do produto na fibra do tecido, em contato com a pele, tem ação anti-inflamatória, capaz de atuar na melhora da circulação sanguínea no local de contato da fibra com a pele.

## **2. ARNICA MONTANA**

A Arnica montana é um vegetal da família *Asteraceae* (mesma família do Girassol) utilizada pela fitoterapia. Suas propriedades fitoterápicas permitem que seus princípios ativos (lactonas, sesquiterpênicas, flavonóides, carotenóides, óleo essencial, ácido fenilcarboxílico) gerem efeitos anti-inflamatórios e cicatrizantes (em lesões superficiais) (Alfredo e Anaruma, 2008).

Devido a uma combinação de propriedades analgésicas e anti-inflamatórias, a arnica é utilizada em tratamentos para contusões, distensões musculares, clarear edemas e hematomas, cicatrização de ferimentos e circulação sanguínea.

A vantagem quanto ao uso dessa planta a medicamentos comuns da medicina usados para essas finalidades é que ela é um produto natural, ou seja, possui credibilidade por não ser um produto formulado quimicamente e por não ser nocivo ao organismo humano.

É importante salientar que o uso da arnica se restringe a uso tópico, pois não pode ser utilizada via oral, pois é hepatotóxica, ou seja, prejudicial às funções do fígado) (Lopes, 2005).

### **3. TENSOATIVO**

Os tensoativos são substâncias anfifílicas, ou seja, possuem em sua composição uma estrutura na qual parte da molécula é hidrofílica (solúveis em água) e a outra parte é lipofílica (solúvel em lipídios e não em água, usualmente conhecida como hidrofóbica) (Pedro R, jun 2012).

Essa parte da molécula denominada como hidrofílica tem em sua composição um grupamento polar, tais como grupos carboxilato, sulfato, sulfonato, quaternário de amônio, betaínicos ou cadeias polioxietilênicas. Por sua vez, o grupo hidrofóbico é o grupamento apolar do composto e é constituído de cadeias de hidrocarbonetos alifáticos ou aromáticos, cujo qual possui afinidade de se solubilizar em outras substâncias apolares. A partir desses grupamentos polares e apolares, podem-se obter diversos tipos de tensoativos (com diferentes proporções de partes hidrofílicas e hidrofóbicas).

A principal função dos tensoativos é modificar as tensões superficial e interfacial do fluido e é a partir da finalidade (utilização, estrutura química e propriedades físicas) de uso que essas substâncias são classificadas.

A classificação quanto aplicação ou função divide os tensoativos nos seguintes grupos: emulsionantes, detergentes, agentes espumantes ou antiespumantes, agentes condicionadores, antiestáticos, bactericidas, umectantes, emolientes, dispersantes e solubilizantes (Pedro, jun 2012).

Essa classificação é feita a partir da propriedade de maior destaque que um produto possui, ou seja, se a principal função de um produto é evitar a formação de espuma, este tensoativo é classificado como antiespumante.



Uma segunda classificação dos agentes tensoativos é feita baseando-se no caráter iônico de sua porção polar. Desta forma, os tensoativos podem ser classificados como: aniônicos, catiônicos, anfotéricos e não-iônicos.

### **3.1. Tensoativos e o Século XX.**

Entre 1920 e 1930, houve nos Estados Unidos o desenvolvimento dos alquilariil sulfonatos de cadeias longas, principais agentes de limpeza da época (Meyers, 1988).

Naquela época, a indústria química passou por um intenso desenvolvimento, o que impulsionou o surgimento de novos processos e matérias-primas. A partir deste contexto histórico, ocorreram maiores investimentos nos processos de fabricação de tensoativos.

Como a disponibilidade de matérias-primas era um fator limitante ao crescimento do mercado industrial, o processo era restringido por fatores como: dificuldade de processamento, logística de produção e distribuição e prazo de validade baixo (Meyers, 1988).

Baseando-se neste conjunto de fatores, a classe de alquilbenzeno sulfonatos começou a ter uma maior importância no mercado.

Entre 1950 e 1965, mais da metade de todos os detergentes utilizados no mundo eram produzidos a partir do tetrâmero de propileno com benzeno (TP-benzeno), pois era uma matéria-prima com alta disponibilidade, o que tornou a matéria-prima um produto extremamente viável para produção de tensoativos. Esse domínio de mercado do TP-benzeno aconteceu até 1970 (Meyers, 1988).

Uma mudança no contexto da realidade daquela época foi a lei nº 997 de maio de 1976, que começou a regulamentar o nível de poluição dos efluentes industriais. Notou-se que as indústrias produziam efluentes com quantidades significativas de espumas, o que poluía rios e lagos e destruía a vida nos ambientes aquáticos. Após estudos e pesquisas, foi atribuída aos sulfonatos uma deficiência em serem completamente degradados por bactérias e outros processos no tratamento de efluentes industriais, pois sua cadeia alquílica ramificada dificultava a ação dos microrganismos (Meyers, 1988).

Visando uma maior aceitabilidade ecológica, houve o investimento no estudo de substâncias que possuíssem cadeias lineares e que fossem obtidas a partir de produtos naturais e com um índice maior de biodegradabilidade. Foi neste contexto que os alquilbenzeno sulfonatos lineares (LABS) começaram a ser estudados.

As formulações que continham em sua composição um alquilbenzeno sulfonato linear apresentavam resultados 10% melhores no desempenho de limpeza comparados aos



TP-benzeno sulfonatos. Como este composto possui uma viscosidade menor que o TP-benzeno, sua comercialização como detergente líquido ou pasta não foi muito bem aceita pelos consumidores, pois eles associavam a viscosidade com o grau de eficiência do produto, ou seja, quanto mais viscoso determinado produto fosse, melhor ele era (Meyers, 1988).

Atualmente, apesar de muitas áreas de aplicação, tais como as indústrias de detergentes e produtos de limpeza, serem consideradas como indústrias maduras, as demandas ecológicas, crescimento populacional, moda, fontes de matérias-primas e apelos de mercado continuam forçando os desenvolvimentos tecnológicos e o crescimento da área de tensoativos, principalmente na área de higiene pessoal (Meyers, 1988).

### **3.2. Tensoativo Aniônico**

Um tensoativo é classificado como aniônico quando, em solução aquosa, o produto tem uma parte da molécula com excesso de elétrons (parte negativa) em sua porção hidrofílica.

Os principais produtos que englobam esta classificação são: sabões de ácidos graxos, alquil sulfatos, alquil éter sulfatos e os alquil sulfossuccinatos. Todos esses produtos tem alto poder espumante, de detergência e de umectância (capacidade de manter o produto úmido), se comparados às demais classes de tensoativos (Pedro, mar 2012) .

### **3.3. Tensoativo Catiônico**

Um tensoativo é classificado como catiônico quando um determinado produto possui um grupo hidrofílico com deficiência de elétrons, ou seja, possui facilidade em receber elétrons sendo a parte ligada à cadeia graxa hidrofóbica, carregada positivamente.

As principais aplicações destes produtos são como agentes antiestáticos em condicionadores para cabelos. Como a função dos condicionadores é proporcionar a maciez dos fios do cabelo, não necessitam conter tensoativos aniônicos altamente detergentes, responsáveis pela limpeza dos fios de cabelo. Isso torna possível, utilizar formulações baseadas em tensoativos catiônicos (Pedro, mar 2012).

O tensoativo catiônico de maior utilização em preparações cosméticas é o sal de quaternário de amônio (dialquildimetilamônio). A diferença entre classe de tensoativo e aplicação de cada um dos tensoativos iônicos (aniônico e catiônico) está representada na tabela abaixo.

Tabela 1 – Principais tensoativos iônicos e suas aplicações (Pedro, mar 2012).

CLASSE DE TENSOATIVOS	APLICAÇÃO
<b>Aniônicos:</b> <ul style="list-style-type: none"><li>• Sabões de ácidos graxos</li><li>• Lauril sulfato de sódio (ou de TEA ou de amônia)</li><li>• Lauril éter sulfato de sódio (ou de TEA ou de amônia)</li><li>• Lauril éter sulfossuccinato de sódio</li></ul>	Sabonetes, loções de limpeza, sabonetes cremosos, emoliente (usado para amolecer comedões/cravos).
<b>Catiônicos:</b> <ul style="list-style-type: none"><li>• Quaternários de amônio: cloreto de di (cetil-estearil) dimetil amônio ou brometo</li></ul>	Antimicrobianos, desodorantes, shampoo anticaspa e condicionadores capilares.

#### 4. ETAPAS DE PRODUÇÃO DO CLORETO DE DI (CETIL-ESTEARIL) DIMETIL AMÔNIO

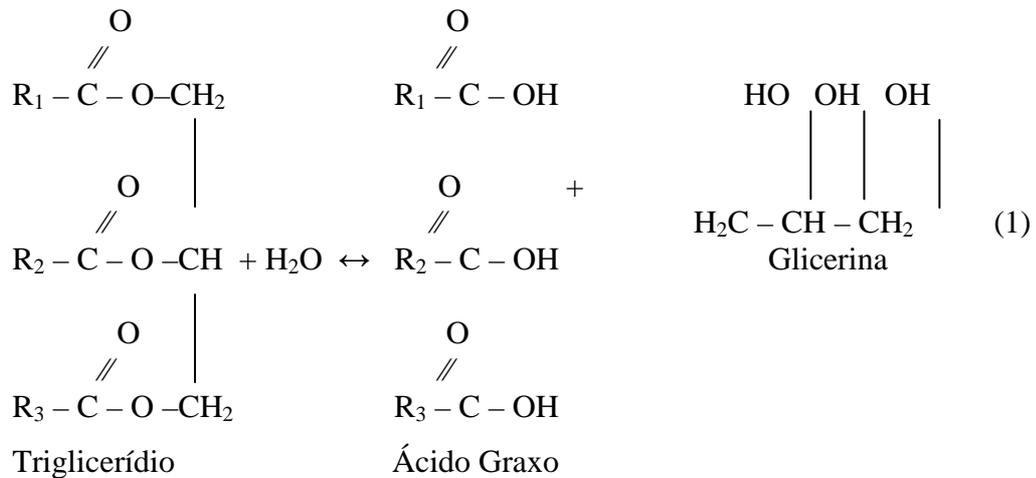
O ácido graxo de sebo bovino destilado é a principal matéria-prima para a produção do cloreto de di (cetil-estearil) dimetil amônio. A partir deste ácido graxo, é produzida a nitrila.

As nitrilas são obtidas a partir da reação do ácido graxo com a amônia, que reagem entre si gerando amida de sebo como produto intermediário, as quais após processo de desidratação formam nitrilas.

Os ácidos graxos, de maneira geral, são obtidos pela hidrólise de gorduras ou óleos (triglicérides). Os mais comumente encontrados contêm 14, 16 ou 18 átomos de carbono em sua composição molecular.

Quanto maior for o número de ligações duplas entre os átomos de carbono em um triglicerídio, maior será o grau de instauração deste composto (mais hidrogênio pode ser adicionado a essa molécula) e, conseqüentemente, menor será o seu ponto de fusão. Este processo de “tornar uma substância insaturada em saturada”, é conhecido como hidrogenação e ocorre a temperaturas de 175 a 190°C, na presença de um catalisador de níquel, que auxiliará na reação de modo que a mesma se processe mais rapidamente.

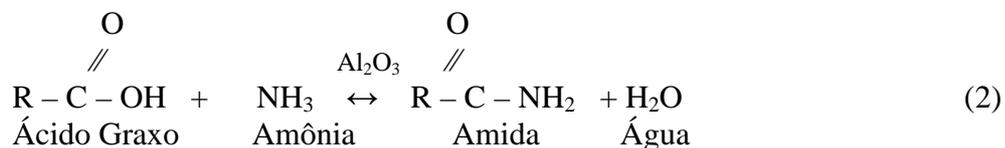
A reação para obtenção do ácido graxo através da hidrólise de gorduras ou óleos (triglicerídios) está descrita na equação (1).



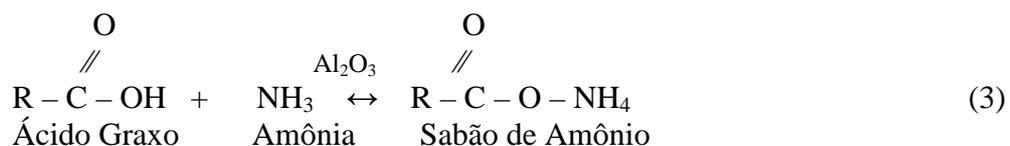
#### 4.1. Produção de Nitrilas

A nitrila é a matéria-prima básica para a obtenção das aminas graxas. A sua obtenção é dividida em duas etapas:

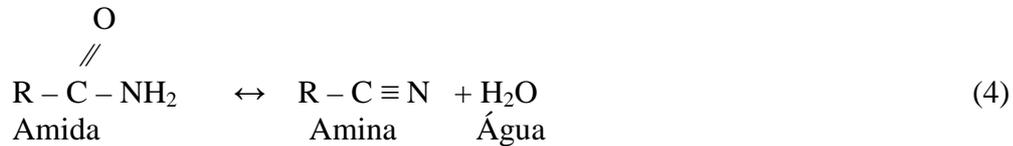
Na 1ª etapa têm-se a obtenção de amidas (Nobel 1991), conforme descrito na equação (2).



Nesta etapa, o ácido graxo reage com amônia com o auxílio do catalisador de alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) formando amida monosubstituída de sebo e água como subproduto (deve ser removida imediatamente). A presença do catalisador empregado na reação impede que ocorra a formação de uma reação secundária indesejada (formação de sabão de amônia), que pode vir a ocorrer caso o catalisador empregado não seja eficiente. Esta reação secundária está descrita na equação (3) (Lopes 2001).



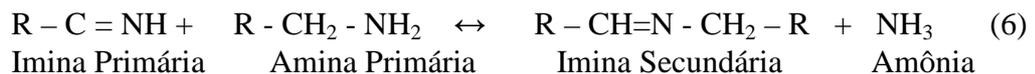
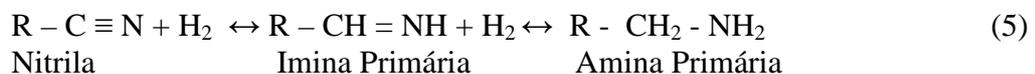
Na 2ª etapa têm-se a formação das nitrilas através da desidratação das amidas, conforme descrito na equação (4).



Esta etapa é a mais lenta das duas, porque a velocidade da reação depende da remoção da água da primeira etapa.

#### 4.2 Conversão da Nitrila em Aminas Terciárias (Metil Dialquil)

A obtenção das aminas terciárias do tipo metil dialquil ocorre em três etapas. A primeira etapa é a formação do dialquil, uma amina secundária. Nesta fase, hidrogena-se a nitrila convertendo-a em Imina primária que, hidrogenada, gera imina primária que reage com a Imina primária formada, gerando uma imina secundária (dialquil imina), conforme descritas nas equações (5) e (6).



A amônia formada tem que ser removida pela adição de hidrogênio em excesso (capaz de realizar a quebra das duplas ligações), para evitar a formação de amina primária. Isto é feito através da passagem de um alto fluxo de hidrogênio pelo reator (Lopes 2001), conforme descrito na equação (7).



A segunda etapa é a saturação das cadeias carbônicas desta amina secundária formada na primeira etapa. Nesta etapa, a Amina Secundária sofre uma metilação com





sistema. O sal de quaternário de amônio, após o processo de desmetilação, é diluído com etanol ou isopropanol e água (Nobel 1998).

## **5. PROCESSO DE PRODUÇÃO DO AMACIANTE À BASE DE CLORETO DE DI (CETIL-ESTEARIL) DIMETIL AMÔNIO COM ARNICA**

O processo de fabricação, em escala industrial, dos sais quaternários de amônio é realizado a partir da conversão do ácido graxo em uma amina. Em um reator vitrificado, a alta temperatura e pressão, o ácido graxo é convertido em amina primária, no qual há entrada de amônia pela parte superior da reação. Para transformar a amina primária em amina secundária e, posteriormente, em amina terciária, há introdução de uma carga de hidrogênio no processo, o qual fará a quebra das duplas ligações e hidrogenará o produto, a fim de que o mesmo se torne um metil dialquil amina (amina terciária) (Shreve e Brink, 2008).

Este quaternário de amônio é conhecido como cloreto de di(cetil-estearil) dimetil amônio, utilizado como base para produção do amaciante têxtil.

Através de uma extração sólido-líquido com arnica e água a uma temperatura de 70°C, faz-se uma infusão de arnica cuja qual será utilizada, posteriormente no processo.

Em um tanque agitado adiciona-se essa infusão de arnica, que neste processo deve estar de 28 a 34°C e devidamente filtrada, para que não haja resíduos particulados no amaciante.

A segunda etapa é a dosagem de ácido cítrico para ajuste do pH da água, para que a mesma obtenha um pH ótimo de trabalho (deve estar entre 5 e 7) na produção do amaciante.

Em seguida, adiciona-se uma carga do ativo à base de cloreto de dialquil dimetil amônio, que fica armazenado em um tanque que deve ser mantido aquecido entre 40-50°C pelo vapor gerado por uma caldeira, (pois à temperatura ambiente este ativo é sólido) está pronto para ser utilizado no processo de produção de amaciante, e o sistema permanece em agitação por aproximadamente 4 horas.

Em uma etapa posterior, adiciona-se uma carga de corante (opcional), até que a mistura fique homogênea (agitação de aproximadamente 20 minutos) e com a coloração desejada.

Posterior a dosagem do corante, são adicionados o conservante (agitação de aproximadamente 30 minutos) e a fragrância (agitação por aproximadamente 10 minutos).

O amaciante é então removido do tanque para posterior embalagem e comercialização do produto.

## 6. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

### 6.1. Amaciante Comum (com Água a Temperatura de 30°C)

O cloreto de di(cetil-estearil) dimetil amônio foi aquecido até a temperatura de 45°C (temperatura na qual o quaternário de amônio se encontra no estado líquido) em banho Maria. Enquanto a base para amaciante era aquecida, colocou-se 500 mL de água para aquecimento em banho Maria, até que a temperatura atingisse 30°C.

Primeiramente, foram pesadas 478 gramas de água destilada. Esse béquer com água foi colocado sob um sistema de agitação (agitador mecânico), no qual se controlou a agitação do sistema de modo que não houvesse formação de vortéx. Esta agitação permaneceu durante toda a formulação. Para ajustar o pH da água foram adicionados 0,1 gramas de ácido cítrico.

O próximo passo foi a adição do ativo (quaternário de amônio) na formulação. Para isto, foram adicionados, lentamente, 20,27 gramas de cloreto de di (cetil-estearil) dimetil amônio (para uma formulação com 3% de ativo).

Após a total dispersão do quaternário de amônio na água, foram adicionados, 0,5 gramas de conservante. Por último, foram adicionados 1 gramas de fragrância para amaciante.

### 6.2. Amaciante com Arnica (com Água a Temperatura de 30°C)

O cloreto de di(cetil-estearil) dimetil amônio foi aquecido até a temperatura de 45°C (temperatura na qual o quaternário de amônio se encontra no estado líquido) em banho Maria. Em um béquer de 600 mL, foram adicionados 10 gramas de Arnica Montana em 500 mL de água que permaneceu em aquecimento até a temperatura de 60°C, para extração sólido - líquido da arnica. Esperou-se até que a temperatura do chá (arnica + água) estivesse em 30°C para iniciar a formulação.

Pesou-se 478,15 gramas do chá (arnica + água). Esse béquer foi colocado sob um sistema de agitação (agitador mecânico), no qual se controlou a agitação do sistema de modo que não houvesse formação de vortéx. Essa agitação permaneceu durante toda a formulação. Para ajustar o pH da água foram adicionados 0,1 gramas de ácido cítrico.

O próximo passo foi a adição do ativo (quaternário de amônio) na formulação. Para isto, foram adicionados, lentamente, 20,25 gramas de cloreto de di (cetil-estearil) dimetil amônio (para uma formulação com 3% de ativo).

Após a total dispersão do quaternário de amônio, foram adicionados 0,51 gramas de conservante. Por último, foram adicionados 1 grama de fragrância para amaciante.

### **6.3. Amaciante Comum (com Água a Temperatura de 32°C)**

A fim de verificar a influência da temperatura da água na formulação do amaciante, foi proposto um aumento de 2°C na temperatura da água. Aqueceu-se o cloreto de di(cetil-estearil) dimetil amônio até a temperatura de 45°C (temperatura na qual o quaternário de amônio se encontra no estado líquido) em banho Maria. Enquanto a base para amaciante era aquecida, colocou-se 500 mL de água para aquecimento em banho Maria, até que a temperatura atingisse 32°C.

Pesou-se 478,89 gramas de água destilada. Esse béquer com água foi colocado sob um sistema de agitação (agitador mecânico), no qual se controlou a agitação do sistema de modo que não houvesse formação de vortéx. Esta agitação permaneceu durante toda a formulação. Para ajustar o pH da água foram adicionados 0,1 gramas de ácido cítrico.

O próximo passo foi a adição do ativo (quaternário de amônio) na formulação. Para isto, foram adicionados, lentamente, 20,18 gramas de cloreto de di (cetil-estearil) dimetil amônio (para uma formulação com 3% de ativo).

Após a total dispersão do quaternário de amônio na água, foram adicionados, 0,53 gramas de conservante. Por último, foram adicionados 1,01 gramas de fragrância para amaciante.

### **6.4. Amaciante com Arnica (com Água a Temperatura de 32°C)**

A fim de verificar a influência da temperatura da água na formulação do amaciante, foi proposto um aumento de 2°C na temperatura do chá (arnica + água). Aqueceu-se o cloreto de di(cetil-estearil) dimetil amônio até a temperatura de 45°C (temperatura na qual o quaternário de amônio se encontra no estado líquido) em banho Maria.

Em um béquer de 600 mL, foram adicionados 10 gramas de Arnica Montana em 500 mL de água que permaneceu em aquecimento até a temperatura de 60°C, para extração sólido - líquido da arnica. Esperou-se até que a temperatura do chá (arnica + água) estivesse em 32°C para iniciar a formulação.

Pesou-se 478,54 gramas do chá (arnica + água). Esse béquer foi colocado sob um sistema de agitação (agitador mecânico), no qual se controlou a agitação do sistema de modo que não houvesse formação de vortéx. Essa agitação permaneceu durante toda a formulação. Para ajustar o pH da água foram adicionados 0,1 gramas de ácido cítrico.



O próximo passo foi a adição do ativo (quaternário de amônio) na formulação. Para isto, foram adicionados, lentamente, 20,20 gramas de cloreto de di (cetil-estearil) dimetil amônio (para uma formulação com 3% de ativo).

Após a total dispersão do quaternário de amônio, foram adicionados, 0,53 gramas de conservante. Por último, foram adicionados 1 grama de fragrância para amaciante.

### **6.5. Análise da Viscosidade**

Para medir a viscosidade das quatro formulações de amaciante, foi utilizado um viscosímetro Brookfield modelo LV, com rotação constante de 60 rpm, o spindle utilizado para a medição foi o spindle 3 e o fator de correção para conversão da viscosidade para a unidade centipoise (mPa.s) foi igual a 5. Todas as análises foram realizadas com as amostras a temperatura ambiente ( $T = 25^{\circ}\text{C}$ ).

Em um béquer de 250 mL foram adicionados 200 mL do amaciante.

Ajustou-se o nível dos pés do viscosímetro, encaixou-se o spindle 3 e o ajustou à amostra de modo que o spindle ficasse coberto pelo amaciante até a marcação indicada na peça (spindle).

Foi dada um pausa de 5 minutos para a estabilização do sistema. Após essa etapa, foi realizada a medição no visor do viscosímetro. Como o equipamento não é digital foi necessário a conversão deste valor com o auxílio de uma tabela que acompanha o viscosímetro.

### **6.6. Análise do pH**

Para medir o pH das quatro formulações de amaciante foi utilizado um pHmetro digital. Todas as análises foram realizadas com as amostras a temperatura ambiente ( $T = 25^{\circ}\text{C}$ ).

Uma amostra de cada uma das quatro formulações de amaciante foi diluída com água destilada na proporção 10:100 (10 gramas de amostra para 100 mL de solução).

As amostras foram colocadas sob agitação.

O eletrodo do pHmetro foi colocado no béquer e a medição foi realizada. Os valores de pH encontrados estão descritos nos resultados e discussão.

### **6.7. Teor de Ativo no Amaciante**



Para determinar do teor de ativo nos amaciantes formulados, foi executada uma técnica de titulação potenciométrica. Todas as análises foram realizadas com as amostras a temperatura ambiente ( $T = 25^{\circ}\text{C}$ ). A fórmula utilizada para cálculo de teor de ativo nos amaciantes está descrito na equação (10).

$$\text{Teor de Ativo} = \frac{V \times F \times 0,02 \times MM}{m} \quad (10)$$

Pesaram-se aproximadamente 20,0 gramas de amostra em um balão volumétrico com capacidade de 500 mL. Adicionou-se ao balão 50 mL de isopropanol quente e completou-se com água deionizada até o menisco do balão volumétrico. A fim de remover as bolhas contidas na solução, o balão foi colocado no ultrassom por 5 minutos, até que todas as bolhas tenham sido removidas.

Em uma proveta de 100 mL, adicionou-se 10 mL da amostra do balão volumétrico, 20 mL de clorofórmio e 10 mL de indicador Dimediu bromide. Iniciou-se a titulação com ativo lauril até que o ponto de viragem fosse atingido.

Após a realização da análise, calculou-se o teor de ativo no amaciante. O cálculo está descrito nos resultados e discussões.

## 7. RESULTADOS E DISCUSSÃO

As quatro formulações foram propostas com a finalidade de se estudar a viabilidade da produção de um amaciante com arnica, baseando-se nos resultados obtidos nas análises de controle de qualidade.

Para comprovar a viabilidade do processo de fabricação deste amaciante, o foco deste estudo foi provar que se os resultados obtidos nas análises do amaciante de arnica fossem muito próximos dos resultados de análise do amaciante comum, isso significaria que, em aspectos qualitativos e quantitativos, o amaciante de arnica é um produto viável, já que a adição da Arnica Montana não altera as características físico-químicas do amaciante têxtil.

### 7.1 Amaciante Comum (com Água a Temperatura de $30^{\circ}\text{C}$ )

Após a formulação, este amaciante passou por testes para controle analítico e de qualidade.



Primeiramente, foi medida a viscosidade do produto em um viscosímetro Brookfield LV.

Na análise, foi utilizado um torque de 60 rpm e o spindle 3, que é uma ferramenta acoplada ao viscosímetro capaz de rotacionar e medir a viscosidade do produto, pois como a viscosidade de um amaciante deve estar entre 1000 a 2000 centipoise (dependendo do teor de ativo usado na fórmula), o spindle mais indicado para medição dessa faixa de viscosidade é este spindle (os spindles 1 e 2 ultrapassam a faixa de leitura do equipamento).

Após a estabilização do viscosímetro, o valor lido no visor do equipamento foi igual a 55.

Utilizando-se a tabela de conversão do equipamento (viscosímetro Brookfield), que utiliza todos os dados (modelo do equipamento, spindle utilizado na leitura, velocidade de rotação) para encontrar o fator de correção adequado para a viscosidade medida, descobriu-se que o valor lido no equipamento deveria ser corrigido multiplicando esse dado por um fator de correção igual a 20, conforme descrito no cálculo abaixo.

$$\text{Viscosidade} = \text{Valor encontrado no viscosímetro} \times \text{Fator de Correção} \quad (11)$$

$$\text{Viscosidade} = 55 \text{ cp} \times 20 \quad (12)$$

$$\text{Viscosidade} = 1100 \text{ cp (MPa.s)} \quad (13)$$

A viscosidade encontrada é superior ao mínimo estabelecido pela ANVISA (Agência Nacional de Vigilância Sanitária), desta forma, pode-se comprovar que o produto espessou o suficiente para atender as especificações de controle de qualidade.

O segundo teste de qualidade realizado para este amaciante foi a medição do pH.

Nesta análise, o eletrodo do pH, após estabilização, fez a leitura e encontrou um valor de pH = 4,53.

Sabe-se que o pH do amaciante para roupas deve estar entre 3 – 7 e por esse motivo, essa formulação de amaciante apresentou um resultado dentro da faixa de especificação estabelecida pela legislação (ANVISA).

A terceira análise de controle de qualidade foi a de determinação do teor de ativo nesta fórmula.

Enquanto a titulação potenciométrica era realizada, foi possível perceber uma mudança na cor da amostra, que passou de uma coloração azul intensa (antes da titulação) para uma coloração azul acinzentado (após a titulação). Como a titulação potenciométrica



utilizou o método visual, a indicação do ponto de viragem da amostra é, justamente, a mudança de cor, cuja qual indica que todo o ativo reagiu com a solução de lauril, ou seja, indica o final da titulação.

O cálculo do teor de ativo encontrado na amostra está descrito abaixo.

Considerando o que fator de correção da molaridade da solução de ativo Lauril era de 0,9887 mol/L (valor padronizado) e que a massa molar do Lauril é de 572 g/ mol, tem-se:

$$\text{Teor de Ativo} = \frac{V \times F \times 0,02 \times MM}{m} \quad (14)$$

$$\text{Teor de Ativo} = \frac{4,9463 \times 0,9887 \times 0,02 \times 572}{20,3442} \quad (15)$$

$$\text{Teor de Ativo} = 2,75 \% \quad (16)$$

Como a fórmula foi preparada para que contivesse 3% de matéria ativa, este resultado comprova que a formulação está dentro dos padrões estabelecidos, pois, considera-se que em toda análise que ocorre transferências de massa de um local para outro pode haver perda de material de amostragem.

## 7.2. Amaciante com Arnica (com Água a Temperatura de 30°C)

Pode-se perceber que houve formação de grumos no amaciante de arnica que sofreu dispersão do cloreto de di (cetil-estearil) dimetil amônio a temperatura de 30°C. Isso significa que a temperatura do meio dispersivo interfere na qualidade do produto. Essa formação de grumos ocorreu devido ao aumento de sais na água (adição da Arnica Montana) que faz com que a dispersão do meio fique dificultada e o quaternário de amônio acaba não conseguindo abrir a sua molécula completamente. O grumo nada mais é do que o cloreto de di (cetil-estearil) dimetil amônio que não conseguiu ser disperso em água.

A formação destes grumos é totalmente indesejada ao processo, pois eles estão com uma concentração mais elevada de ativo e isto pode ocasionar manchas nas fibras do tecido das roupas que forem lavadas com este produto. Consequentemente, se o consumidor adquiriu um produto que ocasiona manchas em suas roupas, ele não vai voltar a adquirir este material uma segunda vez.



Após a formulação, este amaciante passou por testes para controle analítico e de qualidade.

Primeiramente foi medida a viscosidade do produto em um viscosímetro Brookfield LV. Ajustou-se a rotação de modo que o torque fosse de 60 rpm e utilizou-se o spindle 3, o mais indicado para medição dessa faixa de viscosidade.

Após a estabilização do viscosímetro, o valor lido no visor do equipamento foi igual a 45,5.

Utilizando-se a tabela de conversão do equipamento (viscosímetro Brookfield), pode ser encontrada a viscosidade do produto, conforme descrito no cálculo abaixo.

$$\text{Viscosidade} = \text{Valor encontrado no viscosímetro} \times \text{Fator de Correção} \quad (17)$$

$$\text{Viscosidade} = 45,5 \text{ cp} \times 20 \quad (18)$$

$$\text{Viscosidade} = 910 \text{ cp (MPa.s)} \quad (19)$$

A baixa viscosidade foi causada pela formação dos grumos, pois não houve a completa dispersão do cloreto de di (cetil-estearil) dimetil amônio o que impediu que o produto espessasse o suficiente para atender as especificações de controle de qualidade deste produto.

O segundo teste de qualidade realizado para este amaciante foi a medição do pH.

Nesta análise, o eletrodo do pH, após estabilização, fez a leitura e encontrou um valor de pH = 3,99 e como este resultado está condizente com a faixa de especificação estabelecida pela legislação, pode-se comprovar que no quesito pH, o produto está aprovado.

A terceira análise de controle de qualidade foi a de determinação do teor de ativo nesta fórmula.

Enquanto a titulação potenciométrica era realizada, pode-se perceber uma mudança na cor da amostra, que passou de uma coloração azul intensa (antes da titulação) para uma coloração azul acinzentado (após a titulação). Como a titulação potenciométrica utilizou o método visual, a indicação do ponto de viragem da amostra é, justamente, a mudança de cor, cuja qual indica que todo o ativo reagiu com a solução de lauril, ou seja, indica o final da titulação.

O cálculo do teor de ativo encontrado na amostra está descrito abaixo.

Considerando o que fator de correção da molaridade da solução de ativo Lauril era de 0,9887 mol/L (valor padronizado) e que a massa molar do Lauril é de 572 g/ mol, tem-se:



$$\text{Teor de Ativo} = \frac{V \times F \times 0,02 \times MM}{m} \quad (20)$$

$$\text{Teor de Ativo} = \frac{4,0427 \times 0,9887 \times 0,02 \times 572}{20,1439} \quad (21)$$

$$\text{Teor de Ativo} = 2,27 \% \quad (22)$$

Como a fórmula foi preparada para que contivesse 3% de matéria ativa, este resultado comprova que a formação de grumos minimiza a ação do ativo no amaciante que, quando utilizado em uma lavagem, pode manchar a fibra do tecido, o que é extremamente indesejado pelo consumidor.

### 7.3 Amaciante Comum (com Água a Temperatura de 32°C)

Com o intuito de verificar a influência da temperatura da água utilizada no processo de fabricação de amaciante, foi utilizada a mesma formulação do item 4.1 (com 3% de ativo).

Após a formulação, este amaciante passou por testes para controle analítico e de qualidade.

Primeiramente, foi medida a viscosidade do produto em um viscosímetro Brookfield LV. Ajustou-se a rotação de modo que o torque fosse de 60 rpm e utilizou-se o spindle 3, o mais indicado para medição dessa faixa de viscosidade.

Após a estabilização do viscosímetro, o valor lido no visor do equipamento foi igual a 56.

Utilizando-se a tabela de conversão do equipamento (viscosímetro Brookfield), pode ser encontrada a viscosidade do produto, conforme descrito no cálculo abaixo.

$$\text{Viscosidade} = \text{Valor encontrado no viscosímetro} \times \text{Fator de Correção} \quad (23)$$

$$\text{Viscosidade} = 56 \text{ cp} \times 20 \quad (24)$$

$$\text{Viscosidade} = 1120 \text{ cp (MPa.s)} \quad (25)$$



A viscosidade encontrada é superior ao mínimo estabelecido pela ANVISA, desta forma, pode-se comprovar que o produto espessou o suficiente para atender as especificações de controle de qualidade.

O segundo teste de qualidade realizado para este amaciante foi a medição do pH.

Nesta análise, o eletrodo do pH, após estabilização, fez a leitura e encontrou um valor de pH = 4,58 e como este resultado está condizente com a faixa de especificação estabelecida pela legislação, pode-se comprovar que, no quesito pH, o produto está aprovado.

A terceira análise de controle de qualidade foi a determinação do teor de ativo nesta fórmula.

Enquanto a titulação potenciométrica era realizada, foi possível perceber uma mudança na cor da amostra, que passou de uma coloração azul intensa (antes da titulação) para uma coloração azul acinzentado (após a titulação). Como a titulação potenciométrica utilizou o método visual, a indicação do ponto de viragem da amostra é, justamente, a mudança de cor, cuja qual indica que todo o ativo reagiu com a solução de lauril, ou seja, indica o final da titulação.

O cálculo do teor de ativo encontrado na amostra está descrito abaixo.

Considerando o que fator de correção da molaridade da solução de ativo Lauril era de 0,9887 mol/L(valor padronizado) e que a massa molar do Lauril é de 572 g/ mol, tem-se:

$$\text{Teor de Ativo} = \frac{V \times F \times 0,02 \times MM}{m} \quad (26)$$

$$\text{Teor de Ativo} = \frac{4,8040 \times 0,9887 \times 0,02 \times 572}{19,9448} \quad (27)$$

$$\text{Teor de Ativo} = 2,72 \% \quad (28)$$

Como a fórmula foi preparada para que contivesse 3% de matéria ativa, este resultado comprova que a formulação possui a quantidade de ativo real adicionada na produção deste amaciante, considerando que em toda análise que consiste de transferências de massa de um local para outro pode haver perda de material de amostragem.

#### **7.4 Amaciante com Arnica (com Água a Temperatura de 32°C)**



Com o intuito de verificar a influência da temperatura da água utilizada no processo de fabricação de amaciante, foi utilizada a mesma formulação do item 4.2 (com 3% de ativo com 10 gramas de Arnica).

Após a formulação, este amaciante passou por testes para controle analítico e de qualidade.

Primeiramente, foi medida a viscosidade do produto em um viscosímetro Brookfield LV. Ajustou-se a rotação de modo que o torque fosse de 60 rpm e utilizou-se o spindle 3, o mais indicado para medição dessa faixa de viscosidade.

Após a estabilização do viscosímetro, o valor lido no visor do equipamento foi igual a 56.

Utilizando-se a tabela de conversão do equipamento (viscosímetro Brookfield), pode ser encontrada a viscosidade do produto, conforme descrito no cálculo abaixo.

$$\text{Viscosidade} = \text{Valor encontrado no viscosímetro} \times \text{Fator de Correção} \quad (29)$$

$$\text{Viscosidade} = 56\text{cp} \times 20 \quad (30)$$

$$\text{Viscosidade} = 1120 \text{ cp (MPa.s)} \quad (31)$$

A viscosidade encontrada é superior ao mínimo estabelecido pela legislação e é a mesma encontrada para o amaciante comum descrito do item 4.3, desta forma, pode-se comprovar que o produto espessou o suficiente e possui viscosidade semelhante a uma fórmula sem adição de arnica para atender as especificações de controle de qualidade.

O segundo teste de qualidade realizado para este amaciante foi a medição do pH.

Nesta análise, o eletrodo do pH, após estabilização, fez a leitura e encontrou um valor de pH = 4,56.

Como o resultado obtido, além de estar condizente com a faixa de especificação estabelecida pela legislação, possui um pH bem próximo da formulação de um amaciante comum, pode-se comprovar que no quesito pH, a formulação com arnica está aprovada.

A terceira análise de controle de qualidade foi a de determinação do teor de ativo nesta fórmula.

Enquanto a titulação potenciométrica era realizada, pode-se perceber uma mudança na cor da amostra, que passou de uma coloração azul intensa (antes da titulação) para uma coloração azul acinzentado (após a titulação). Como a titulação potenciométrica utilizou o método visual, a indicação do ponto de viragem da amostra é, justamente, a mudança de cor,



cuja qual indica que todo o ativo reagiu com a solução de lauril, ou seja, indica o final da titulação.

O cálculo do teor de ativo encontrado na amostra está descrito abaixo.

Considerando o que fator de correção da molaridade da solução de ativo Lauril era de 0,9887 mol/L(valor padronizado) e que a massa molar do Lauril é de 572 g/ mol, tem-se:

$$\text{Teor de Ativo} = \frac{V \times F \times 0,02 \times MM}{m} \quad (32)$$

$$\text{Teor de Ativo} = \frac{4,8820 \times 0,9887 \times 0,02 \times 572}{20,6068} \quad (33)$$

$$\text{Teor de Ativo} = 2,68 \% \quad (34)$$

Como a fórmula foi preparada para que contivesse 3% de matéria ativa, este resultado comprova que a formulação possui a quantidade de ativo real adicionada na produção deste amaciante, e que a adição da Arnica Montana não alterou a composição do cloreto de di (cetil-estearil) dimetil amônio, pois o ativo encontrado está muito próximo do adicionado no processo de produção deste amaciante. O valor só não chegou a 3% pois sempre há perda de material de análise em processos que utilizam transferência de massa no decorrer da análise.

Pode-se notar também que a elevação da temperatura em 2°C, se comparado com a formulação descrita no item 4.2, fez com que não houvesse formação de grumos, ou seja, pode-se comercializar este produto sem que o cliente fique insatisfeito com o resultado de lavagem, pois sem formação de grumos a fibra do tecido não é manchada, e consequentemente, o produto pode proporcionar todos os benefícios que o consumidor espera ter.

A ausência de grumos, somada aos outros resultados analíticos obtidos no estudo do processo de produção do amaciante a base de cloreto de di (cetil-estearil) dimetil amônio com arnica, indica que este processo é viável, uma vez que o amaciante com arnica segue os padrões de qualidade do amaciante comum.

Para melhor entendimento dos resultados apresentados nas análises dos amaciantes, uma tabela está representada a seguir.

Tabela 2 – Resultados analíticos do amaciante.

ANÁLISES	Amaciante Comum (T=30°C)	Amaciante com Arnica (T=30°)	Amaciante Comum (T=32°C)	Amaciante com Arnica (T=32°)
Viscosidade (MPa.s)	1100	910	1120	1120
pH	4,53	3,99	4,58	4,56
Teor de ativo (%)	2,75	2,27	2,72	2,68

A partir da análise da tabela acima, pode-se perceber que a temperatura foi um fator muito importante para a qualidade do produto final.

Mesmo com material particulado (Arnica) em sua composição o amaciante com arnica produzido à temperatura de 32°C se mostrou um produto com característica físico-químicas semelhantes ao amaciante comum e, por isso, sua produção em escala industrial pode ser algo viável, uma vez que este novo produto pode vir trazer benefícios à saúde do consumidor, pois pode vir a auxiliar na melhora da circulação sanguínea, no entanto, os efeitos fitoterápicos do uso deste produto ainda precisa ser estudado e analisado.

## 8. CONSIDERAÇÕES FINAIS

A partir dos resultados apresentados, é possível concluir que a temperatura foi um fator limitante na qualidade do amaciante de cloreto de di(cetil-estearil) dimetil amônio com arnica, pois ela interferiu na dispersão do sistema.

Durante a fase de dispersão, notou-se a presença de grumos na fórmula que foi trabalhada com arnica e com água a temperatura de 30°C. Com o estudo de uma nova formulação de amaciante com arnica, preparado nas mesmas condições de agitação e proporção de reagentes mas com variação na temperatura (32°C), pode-se concluir que apesar da arnica tornar o meio mais particulado, o aumento de 2°C, na água cujo ativo será disperso, faz com que o processo de produção do amaciante com arnica se torne viável, inclusive industrialmente, pois as análises qualitativas e quantitativas desse novo produto, formulado a uma temperatura de 32°C, comprovam que o amaciante com arnica segue os padrões de qualidade exigidos pela legislação brasileira.

## 9. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

**ABIPLA.** *Anuário*. Disponível em < <http://www.ablipa.org.br> >. Acesso em: 07 abr. 2012.

**ALFREDO, P. P.; ANARUMA C. A.** *Análise qualitativa dos efeitos da sonoforese com Arnica montana sobre o processo inflamatório agudo do músculo esquelético de ratos*. Revista Pesquisa. São Paulo, vol.15 n.3 Aug./Sept. 2008. Disponível em: < [www.scielo.org](http://www.scielo.org) >. Acesso em 22 ago. 2012.

**ANVISA.** *Resolução Normativa n.1/78*. Disponível em: < <http://www.anvisa.gov.br> >. Acesso em: 15 ago. 2012.

**ERHAN, S. Z.** *Industrial Uses of Vegetables Oils*. Champaign: AOCS Press, 2005.

**LOPES, N. P.**, *A essência da arnica: Estudo comprova as propriedades analgésicas e antiinflamatórias da espécie brasileira e indica como desenvolver fitoterápicos seguros*. Revista Pesquisa, São Paulo, v.64, mai. 2001.

**MARTINENGHI, G.B.** *Tecnologia chimica industriale dedli, oli grassi e derivati*. 3.ed. Milan: Ulrico Hoepli Milano, 1963.

**MEYERS, D.**, *Surfactant Science and Technology*, VCH Publishers, New York, 20th ed.,1988.

**NITSCHKE, M.; PASTORE, G. M.** *Química Nova*, v.25, p. 772 -776, 2002.

**NOBEL, A. C.** *Product Bulletin: Industrial Surfactants fatty amines*, Chicago,1991.

**NOBEL, A. Q.** *Boletim, Formulação de Amaciantes*. São Paulo: Akzo Nobel Química, 1998.

**PEDRO, R.** *Tensoativos – Considerações gerais e breve histórico*. Revista H&C. São Paulo, Vol. 11, n.73, mai/jun. 2012. Disponível em < [www.freedom.inf.br/artigos\\_tecnicos](http://www.freedom.inf.br/artigos_tecnicos) >. Acesso em 22 ago. 2012.

\_\_\_\_\_. *Tensoativos – Classificação dos tensoativos*. Revista H&C. São Paulo, Vol. 11, n.72, mar/abr. 2012. Disponível em < [www.freedom.inf.br/artigos\\_tecnicos](http://www.freedom.inf.br/artigos_tecnicos) >. Acesso em 22 ago. 2012.

**SANCTIS, D.S.** *Desenvolvimento, Produção e Controle de Qualidade de Produtos Domissanitários*. São Paulo: Racine, 2004.

**SHREVE, R.N.; BRINK, J. A.** *Indústrias de Processos Químicos*. Rio de Janeiro: Guanabara, 2008.