



UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA
CURSO DE ENGENHARIA QUÍMICA

FRANCISCO JARBAS BEZERRA DA CRUZ

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE TENSOATIVO NÃO IÔNICO DERIVADO DO
ÁCIDO RICINOLEICO: UMA APLICAÇÃO COSMÉTICA**

FORTALEZA-CE

2021

FRANCISCO JARBAS BEZERRA DA CRUZ

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE TENSOATIVO NÃO IÔNICO DERIVADO DO
ÁCIDO RICINOLEICO: UMA APLICAÇÃO COSMÉTICA

Monografia apresentada ao Curso de Engenharia Química do Departamento de Engenharia Química da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia Química.

Orientador: Prof. Dr. F. Murilo T. Luna.

FORTALEZA-CE

2021

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Universidade Federal do Ceará
Biblioteca Universitária
Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

- C962s Cruz, Francisco Jarbas Bezerra da.
Síntese e caracterização de tensoativo não iônico derivado do ácido ricinoleico : uma aplicação cosmética /
Francisco Jarbas Bezerra da Cruz. – 2021.
78 f. : il. color.
- Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia,
Curso de Engenharia Química, Fortaleza, 2021.
Orientação: Prof. Dr. F. Murilo T. Luna.
1. Aminólise direta. 2. Óleo de mamona. 3. Ácido ricinoleico. 4. Cocamide DEA. 5. Cosmetologia. I. Título.
CDD 660
-

FRANCISCO JARBAS BEZERRA DA CRUZ

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE TENSOATIVO NÃO IÔNICO DERIVADO DO
ÁCIDO RICINOLEICO: UMA APLICAÇÃO COSMÉTICA

Monografia apresentada ao Curso de Engenharia Química do Departamento de Engenharia Química da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia Química.

Aprovada em: ___/___/___.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. F. Murilo T. Luna (Orientador)
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Prof.^a Dr. Rílvia Saraiva de Santiago Aguiar
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Me. Silvia Shelly Otaviano da Silva
Universidade Federal do Ceará (UFC)

A minha amada mãe Carmosa, a minha avó Francisca (in memoriam) e ao meu irmão Fred, como uma forma singela de agradecimento a todo empenho à minha educação.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por não me deixar desistir diante dos obstáculos, mas perseverar sempre.

A minha família, em especial a minha mãe Carmosa, a minha avó Francisca e ao meu irmão Fred pelo apoio e por me proporcionarem a oportunidade de estudar.

Aos meus colegas de curso, em especial à Mariana Ferreira, ao Antônio Gabriel e ao Robson Mateus pela união em momentos difíceis durante a graduação.

Aos professores do Departamento de Engenharia Química da Universidade Federal do Ceará pelos ensinamentos.

Ao Prof. Dr. F. Murilo T. Luna pela oportunidade e orientação.

À Prof.^a Dr. Maria Alexandra de Sousa Rios pelas oportunidades na iniciação científica.

À Funcap, à PRPPG e à CAD pelas bolsas de iniciação científica e monitoria concedidas que permitiram minha sustentação durante a graduação.

A todos do Laboratório do Núcleo de Pesquisas em Lubrificante pela carinhosa recepção.

Aos laboratórios onde foram realizadas as análises, Núcleo de Pesquisas em Lubrificantes (NPL) e Laboratório de Combustíveis e Lubrificantes (LCL).

“Nada é impossível para aquele que persiste.”
(Alexandre, o Grande, 356 a.C. – 323 a.C.).

RESUMO

Dietanolamida de ácido graxo de coco é um tensoativo não iônico derivado do óleo de coco que compõem várias formulações cosméticas e saneantes (2 a 8%) com o objetivo de estabilizar a espuma, e, quando combinado com tensoativos aniônicos sulfatados, aumentar a viscosidade do sistema. Além disso, possui efeito sobreengordurante para a pele e ajuda na solubilização de essências. Esse produto é obtido a partir do óleo de coco. O óleo de mamona é um dos materiais mais baratos e abundantes apresentando ótima biodegradabilidade, sendo assim, uma biomassa muito utilizada para o desenvolvimento de novos produtos. Dessa forma, esse trabalho tem a finalidade de sintetizar e caracterizar uma dietanolamida a partir do óleo de mamona e do ácido ricinoleico definindo as condições ótimas de reação, e investigar seu potencial como tensoativo secundário em formulações cosméticas sob aspectos já mencionados. Inicialmente, foi produzida a dietanolamida em um sistema em batelada sob refluxo e aquecimento para os dois materiais de partida, verificando-se o andamento da reação por cromatografia em camada delgada. Em seguida, foi purificada a amostra de dietanolamida obtida partindo do óleo de mamona utilizando coluna cromatográfica contendo sílica gel como adsorvente, e soluções de hexano, acetato de etila e etanol, em diferentes proporções, como eluente. Depois, foram feitas as análises de espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) para fim de caracterização da molécula. Por fim, ocorreu a preparação de uma formulação de sabonete líquido usando a dietanolamida produzida para avaliar a viscosidade e estabilidade da espuma. Além disso, foram realizados ensaios de solubilidade de essências. Os resultados foram aceitáveis atingindo um rendimento de 72% e uma conversão de 79,6 %, para a reação com o óleo e para a reação com o ácido, respectivamente. A amostra de sabonete líquido formulada com a dietanolamida de ácido ricinoleico e espessada com cloreto de sódio apresentou um valor máximo de viscosidade de 254,09 cP. Na estabilidade da espuma, o tensoativo apresentou uma performance satisfatória, mesmo não estando puro. O tensoativo foi capaz de produzir emulsões estáveis com três das cinco essências testadas.

Palavras-chave: Aminólise direta. Óleo de mamona. Ácido ricinoleico. Cocamide DEA. Cosmetologia.

ABSTRACT

Coconut fatty acid diethanolamide is a nonionic surfactant derived from coconut oil that compounds various cosmetic and sanitizing formulations (2 to 8%) in order to stabilize foam, and, when combined with sulfated anionic surfactants, increase the viscosity of the system. In addition, it has an overgreasing effect on the skin and helps in the solubilization of essences. This product is obtained from coconut oil. Castor oil is one of the cheapest and most abundant materials, with excellent biodegradability, and is therefore a biomass that is widely used for the development of new products. Thus, this work aims to synthesize and characterize a diethanolamide from castor oil and ricinoleic acid, defining the optimal reaction conditions, and to investigate its potential as a secondary surfactant in cosmetic formulations under the aspects already mentioned. Initially, diethanolamide was produced in a batch system under reflux and heating for both starting materials, verifying the reaction progress by thin-layer chromatography. Then, the sample of diethanolamide obtained from castor oil was purified using chromatographic column containing silica gel as adsorbent, and solutions of hexane, ethyl acetate and ethanol in different proportions as eluent. Then, Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) analyses were performed to characterize the molecule. Finally, a liquid soap formulation was prepared using the produced diethanolamide to evaluate the viscosity and foam stability. In addition, essence solubility tests were performed. The results were acceptable reaching a yield of 72% and a conversion of 79.6%, for the reaction with oil and for the reaction with acid, respectively. The liquid soap sample formulated with ricinoleic acid diethanolamide and thickened with sodium chloride showed a maximum viscosity value of 254.09 cP. In foam stability, the surfactant performed satisfactorily even though it was not pure. The surfactant was able to produce stable emulsions with three of the five essences tested.

Keywords: Direct aminolysis. Castor oil. Ricinoleic acid. Cocamide DEA. Cosmetology.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Dietanolamida de ácido graxo de coco (Cocamide DEA), tensoativo não iônico..	18
Figura 2 - <i>Ricinus communis</i> L.	19
Figura 3 - Estrutura da ricinoleína, componente majoritário do óleo de mamona.	20
Figura 4 - Estrutura do ácido ricinoleico.	21
Figura 5 - Estrutura da dietanolamida de ácido ricinoleico.	21
Figura 6 - Fluxograma com as principais etapas do trabalho, a) para o óleo de mamona, b) para o ácido ricinoleico.	22
Figura 7 - Estrutura química do ácido sulfônico.	24
Figura 8 - Molécula do tensoativo aniônico lauril éter sulfato de sódio.	25
Figura 9 - Tensoativos catiônicos, a) sal de amônio graxo, b) sal de diamônio graxo, c) alquil quaternário de amônio.	26
Figura 10 - Emulsionantes não iônicos, a) álcool cetílico etoxilado, b) álcool estearílico etoxilado.	26
Figura 11 - Estrutura da cocoamidopropil betaína.	27
Figura 12 - Tensão superficial versus concentração de tensoativo.	28
Figura 13 - Estruturas micelares, a) micela esférica, b) micela cilíndrica, c) micela lamelar.	29
Figura 14 - Curva de sal.	30
Figura 15 - Reação de condensação para produção de amidas.	38
Figura 16 - Reação de Aminólise direta para produção de amidas graxas.	38
Figura 17 - Processo de Aminólise indireta para obtenção de amidas graxas.	39
Figura 18 - Etapas para a produção de amidas via cloreto de acila.	40
Figura 19 - Reatividade relativa para compostos de acila.	41
Figura 20 - Sistema reacional para a síntese partindo do óleo de mamona.	43
Figura 21 - Produção de dietanolamida partindo do ácido ricinoleico, a) sistema reacional, b) remoção da água produzida na reação.	44
Figura 22 - Determinação do índice de acidez.	45
Figura 23 - Resumo para a purificação em coluna, a) aplicação da amostra, b) separação em coluna, c) análises das frações, d) destilação do solvente e e) pesagem das frações.	47
Figura 24 - Análises de CCD, a) aplicação da amostra, b) eluição da amostra.	48
Figura 25 - Viscosímetro.	49
Figura 26 - Análise de ponto de névoa.	50

Figura 27 - Preparo da formulação de sabonete líquido.....	52
Figura 28 - Ensaio de estabilidade de espuma.....	53
Figura 29 - Análises de estabilidade da emulsão para diferentes essências em sistema com dietanolamida de ácido ricinoleico.	54
Figura 30 - Separação dos produtos das reações, a) acetato de etila/hexano (2:1), b) e c) acetato de etila (100%), d) acetato de etila/etanol (1:1).	55
Figura 31 - Resultados das análises em CCD para a purificação dos produtos da reação (R01), a) acetato de etila (100%), b) acetato de etila/etanol (1:1) e em c) etanol (100%).	57
Figura 32 - Espectro de infravermelho para a síntese partindo do óleo de mamona.....	61
Figura 33 - Espectro de infravermelho para a Amida 90.	62
Figura 34 - Espectro de infravermelho para a síntese partindo do ácido ricinoleico.	63
Figura 35 - Espectro de infravermelho para o produto purificado (F2).	64
Figura 36 - Curva de sal para uma formulação de sabonete líquido contendo dietanolamida de ácido ricinoleico.	66
Figura 37 - Resultados para a estabilidade da espuma.	67
Figura 38 - Estabilidade das emulsões em sistemas contendo dietanolamida de ácido ricinoleico, a) não estável, b) parcialmente estável e c) estável.	68
Figura 39 - Espectro de FTIR para a dietanolamina.....	76
Figura 40 - Espectro de FTIR para o óleo de mamona.....	77
Figura 41 - Espectro de FTIR para o ácido ricinoleico.	78

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição dos principais ácidos graxos presentes no óleo de mamona.....	20
Tabela 2 - Formulação de sabonete líquido.....	51
Tabela 3 - Resultados para os fatores de retenção para as substâncias estudadas.....	56
Tabela 4 - Resumo para o processo de separação em coluna cromatográfica.....	58
Tabela 5 - Resultados do índice de acidez para o ácido ricinoleico.	58
Tabela 6 - Resultados do índice de acidez para os produtos da reação (R02).....	59
Tabela 7 - Bandas de absorção em FTIR do estiramento da ligação (C=O) para várias funções orgânicas.....	60
Tabela 8 - Resultados de FTIR para os compostos de partida.....	65
Tabela 9 - Resultados para caracterização físico-química do produto.	65

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ANVISA	Agência Nacional de Vigilância Sanitária
CCD	Cromatografia em camada delgada
CMC	Concentração micelar crítica
DEA	Dietanolamina
EMBRAPA	Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
EDTA	Ácido etilenodiaminotetraacético
FTIR	Espectro de infravermelho por transformada de Fourier
IA	Índice de acidez
INCI	Internacional Nomenclature of Cosmetic Ingredients
LESS	Lauril éter sulfato de sódio
MEA	Monoetanolamina
PEG	Polietilenoglicol
q.s.p	Quantidade suficiente para

LISTA DE SÍMBOLOS

%	Porcentagem
C18:1 <i>cis</i> 9	Cadeia com 18 átomos de carbono e insaturação <i>cis</i> no carbono 9
12-OH	Hidroxila no carbono 12
C18:2 <i>cis</i> 9,12	Cadeia com 18 átomos de carbono e insaturação <i>cis</i> no carbono 9 e 12
C18:0	Cadeia com 18 átomos de carbono saturada
C16:0	Cadeia com 16 átomos de carbono saturada
C22:1 <i>cis</i> 13	Cadeia com 22 átomos de carbono e insaturação <i>cis</i> no carbono 13
<i>cis</i>	Isomeria da ligação
R01	Produtos da síntese partindo do óleo de mamona
R02	Produtos da síntese partindo do ácido ricinoleico
<i>n</i>	Número de etoxilação
pH	Potencial hidrogeniônico
H ⁺	Próton
<i>n</i> ^o	Número
°C	Graus celsius
Δ	Aquecimento
h	Horas
SOCl ₂	Cloreto de tionila
PCl ₃	Tricloreto de fosforo
PCl ₅	Penta cloreto de fosforo
HCl	Ácido clorídrico
g	Gramas
mmol	Milimol
mL	Mililitro
min	Minutos
±	Mais ou menos
<i>I</i> A	Índice de acidez
M	Molar
KOH	Hidróxido de potássio
s	Segundos
<i>N</i>	Molaridade da solução

V	Volume gasto na titulação
m	Massa da amostra
f	Fator da solução
X	Conversão
$m_{inicial}$	Massa inicial
m_{final}	Massa final
cm	Centímetros
mm	Milímetros
F	Fator de retenção
L_m	Deslocamento da mancha
L_e	Deslocamento do eluente
cm^{-1}	Inverso do comprimento de onda
m/v	Porcentagem em massa por volume
I	1º algarismo romano
II	2º algarismo romano
C01	Dietanolamina
C05	Ácido ricinoleico
C04	Amida 90
C02	Óleo de mamona
C03	Glicerina
C06	Dietanolamida de ácido ricinoleico
F1	Fração 1 da coluna
F2	Fração 2 da coluna
F3	Fração 3 da coluna
F4	Fração 4 da coluna
F5	Fração 5 da coluna
F6	Fração 6 da coluna
F7	Fração 7 da coluna
F8	Fração 8 da coluna
F9	Fração 9 da coluna
F10	Fração 10 da coluna
F0	Fração 0 da coluna
V_b	Volume do branco

C=O	Carbonila
C-H	Ligação com hidrogênio
sp ³	Orbital híbrido 25% de caráter s
sp ²	Orbital híbrido 33,33% de caráter s
O-H	Função álcool
N ^o	Número de onda
T	Transmitância
C=C	Alceno
cP	Centipoise
g/cm ³	Gramas por centímetros cúbicos
m/m	Porcentagem em massa
NaCl	Cloreto de sódio

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	18
2 OBJETIVOS	23
2.1 Objetivo geral.....	23
2.2 Objetivos específicos	23
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	24
3.1 Teoria dos tensoativos	24
3.1.1 Tensoativos aniônicos	25
3.1.2 Tensoativos catiônicos	25
3.1.3 Tensoativos não iônicos	26
3.1.4 Tensoativos anfóteros.....	26
3.1.5 Tensão superficial	27
3.1.6 Formação das micelas	27
3.1.7 Curva de sal.....	28
3.2 Introdução aos cosméticos.....	30
3.2.1 Legislação dos cosméticos	30
3.2.2 Formulações cosméticas.....	31
3.2.3 Nomenclatura INCI.....	32
3.2.4 Matérias-primas utilizadas	32
3.2.5 Estabilidade de formulações cosméticas	35
3.2.6 Estabilidade da espuma	36
3.2.7 Ponto de turvação e névoa.....	36
3.2.8 Emulsão cosmética.....	37
3.3 Métodos de sínteses de amidas.....	37
3.3.1 Reação de condensação	38
3.3.2 Aminólise direta	38

3.3.3 Aminólise indireta	39
3.3.4 Reação via cloreto de acila.....	40
3.3.5 Processo enzimático	41
4 METODOLOGIA.....	42
4.1 Lista de reagentes, solventes e adsorventes	42
4.2 Síntese de amida partindo do óleo de mamona	43
4.3 Síntese de amida partindo do ácido ricinoleico	44
4.4 Conversão do ácido ricinoleico	44
4.5 Separação dos produtos por cromatografia em coluna.....	46
4.6 Cromatografia em camada delgada (CCD).....	47
4.7 Análises de FTIR.....	48
4.8 Densidade e viscosidade.....	49
4.9 Ponto de névoa	49
4.10 Preparo da formulação de sabonete líquido	50
4.11 Curva de sal.....	51
4.12 Estabilidade da espuma.....	52
4.13 Solubilidade de essências.....	53
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES	55
5.1 Sínteses	55
5.2 Purificação e rendimento	56
5.3 Conversão do ácido ricinoleico	58
5.4 Caracterização química por espectroscopia no infravermelho (FTIR).....	59
5.5 Caracterização físico-química do produto	65
5.6 Viscosidade da formulação de sabonete líquido.....	66
5.7 Estabilidade da espuma.....	67
5.8 Solubilidade de essências.....	67
6 CONCLUSÃO.....	69

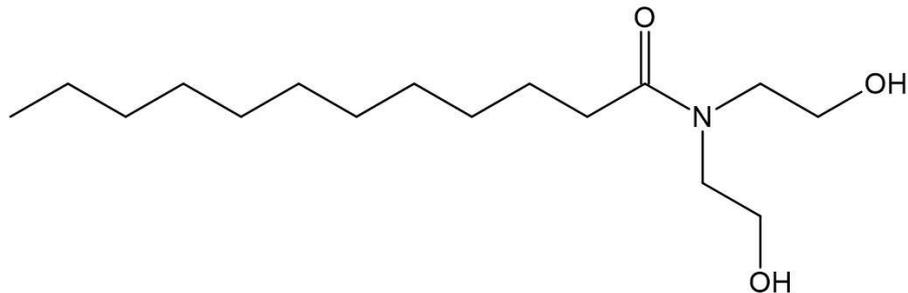
SUJESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	70
REFERÊNCIAS	71
APÊNDICE A – Espectros de FTIR para os materiais de partida	76

1 INTRODUÇÃO

Tensoativos são moléculas que apresentam em sua estrutura química grupos de natureza polar e apolar. De acordo com a região polar, os tensoativos podem ser classificados como aniônicos, catiônicos, não iônicos e anfóteros. São aplicados em diversos segmentos de mercado, tais como formulações agroquímicas, separação de minérios por flotação, quebra de emulsões em processos de separação, dentre outros (DALTIM, 2011). Entre suas diversas aplicações industriais destaca-se a utilização em formulações cosméticas.

Dietanolamida de ácido graxo de coco (Cocamide DEA), apresentado na Figura 1, é um tensoativo não iônico derivado dos ácidos graxos do óleo de coco aplicado em formulações cosméticas e saneantes. É comercializada em concentrações de 60%, 80% ou 90%, empregadas na indústria de cosméticos, sendo a última a mais comum e se apresenta como um líquido viscoso de cor amarela. Nos produtos cosméticos é encontrada em concentrações de 2 a 8%. É usada com o objetivo de estabilizar a espuma, e quando combinada com tensoativos aniônicos sulfatados, aumenta a viscosidade do sistema. Além disso, apresenta efeito de sobreengorduramento devolvendo, assim, parte da oleosidade da pele removida por tensoativos mais agressivos como os tensoativos aniônicos sulfatados e ajuda na solubilização de essências (FIUME *et al.*, 2013; CORNWELL, 2018).

Figura 1 - Dietanolamida de ácido graxo de coco (Cocamide DEA), tensoativo não iônico.



Fonte: Autor (2021).

Esse produto pode ser obtido por várias rotas. No trabalho descrito por Lee *et al.* (2007), foi sintetizada a partir do óleo de palma, no apresentado por Cai *et al.* (2019), foi obtida a partir dos ácidos graxos do óleo de coco usando hidróxido de potássio como catalisador.

É bastante comum encontrar no mercado cosmético componentes com estruturas parecidas, mas com aplicações e funções completamente distintas. A exemplo da cocamide MEA, uma matéria prima cosmética muito similar à cocamide DEA, diferindo apenas por ser

uma monoetanolamida. Além disso, é possível citar outras, como o lauril sulfato de sódio e o lauril éter sulfato de sódio, ambos empregados em formulações de limpeza; ou ainda, o álcool cetílico, o álcool estearílico e o álcool cetoestearílico, este último sendo comercializado como uma mistura dos dois anteriores, bem como, suas formas etoxiladas apresentando estruturas similares, todos empregados como emulsionantes (BOAVENTURA, 2020). Entretanto, são aplicados em diferentes formulações de acordo com a composição e sinergismo com os demais componentes de cada fórmula, sendo muitas as possibilidades de combinação (CORRÊA, 2012).

A mamona (*Ricinus communis* L), Figura 2, é uma planta euforbiácea que se desenvolve nativamente em várias regiões do Brasil. De sua semente, extrai-se o óleo correspondendo a aproximadamente 48,6% em massa. A extração de óleos vegetais constitui-se em um ramo importante da tecnologia das matérias graxas. Na indústria, o óleo de mamona é extraído da semente completa, ou descascada. Essa extração pode ser realizada por prensagem hidráulica à frio ou a quente, obtendo-se um óleo mais limpo, porém com baixo rendimento; ou por emprego de solventes orgânicos, obtendo-se maiores rendimentos, entretanto, um óleo impuro e escuro (SCHNEIDER, 2003).

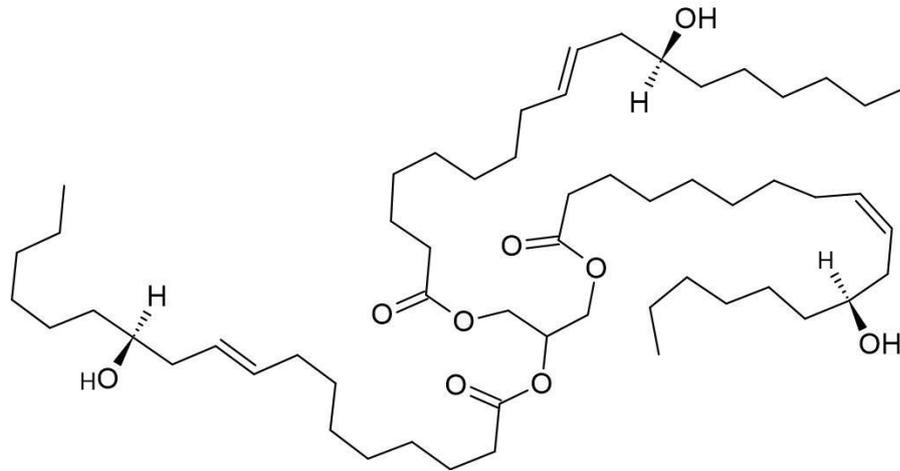
Figura 2 - *Ricinus communis* L.



Fonte: EMBRAPA (2021).

Os óleos vegetais são compostos por triglicerídeos constituídos por triésteres de glicerol variando sua cadeia de 12 a 18 átomos de carbonos e apresentam insaturações que conferem propriedades hidrofóbicas aos óleos. São aplicados na dieta humana, em indústrias químicas, farmacêuticas e de cosméticos (ALMEIDA, 2014). A Figura 3 apresenta a estrutura da ricinoleína, principal componente presente no óleo de mamona.

Figura 3 - Estrutura da ricinoleína, componente majoritário do óleo de mamona.



Fonte: Autor (2021).

O óleo de mamona é um dos materiais mais baratos e abundantes apresentando ótima biodegradabilidade, portanto, é uma biomassa muito utilizada para o desenvolvimento de novos produtos (SCHNEIDER, 2003). A Tabela 1 mostra a composição dos ácidos graxos presentes no óleo de mamona.

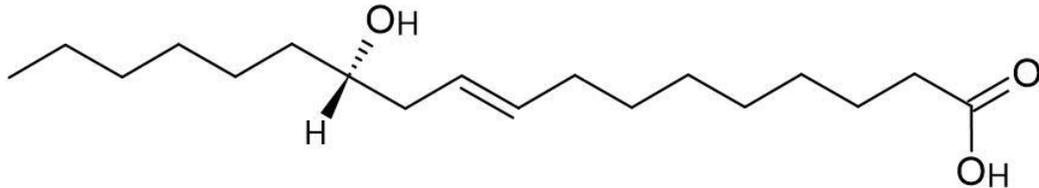
Tabela 1 - Composição dos principais ácidos graxos presentes no óleo de mamona.

Ácido graxo	Elementos	Composição (%)
Ácido ricinoleico	C18:1 <i>cis</i> 9, 12-OH	74,10
Ácido oleico	C18:1 <i>cis</i> 9	7,55
Ácido linoleico	C18:2 <i>cis</i> 9,12	10,32
Ácido esteárico	C18:0	2,81
Ácido palmístico	C16:0	2,59
Ácido erúcido	C22:1 <i>cis</i> 13	1,70

Fonte: Adaptado de YUSUF *et al.* (2015).

O ácido ricinoleico, Figura 4, é o componente presente em maior quantidade no óleo de mamona. Apresenta em sua estrutura uma insaturação no carbono 9 e uma hidroxila no carbono 12.

Figura 4 - Estrutura do ácido ricinoleico.

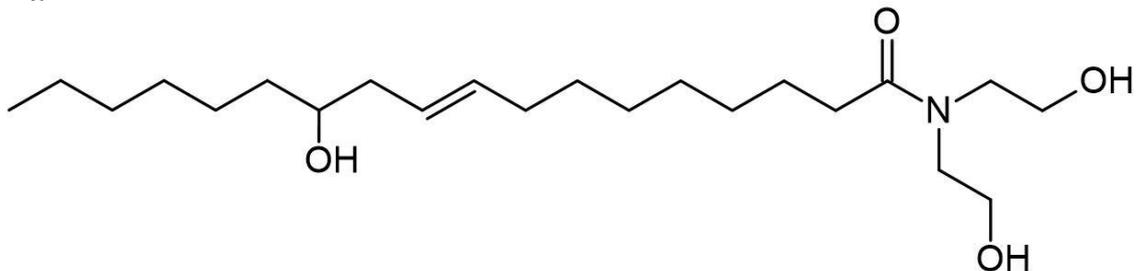


Fonte: Autor (2021).

A presença destas funções permite interações com diversos outros compostos orgânicos que apresentem as mesmas funções. Além disso, essa estrutura possibilita a produção de vários outros compostos devido às inúmeras reações possíveis, como, esterificação, saponificação, amidação, epoxidação, sulfonação, entre outras (SCHNEIDER, 2003).

Dessa forma, o presente trabalho tem a finalidade de sintetizar e caracterizar uma dietanolamida, Figura 5, a partir dos ácidos graxos do óleo de mamona e investigar o seu potencial como tensoativo secundário em formulações cosméticas, analisando a solubilidade de essências sintéticas, a viscosidade final de formulações de sabonete líquido, bem como, a estabilidade da espuma.

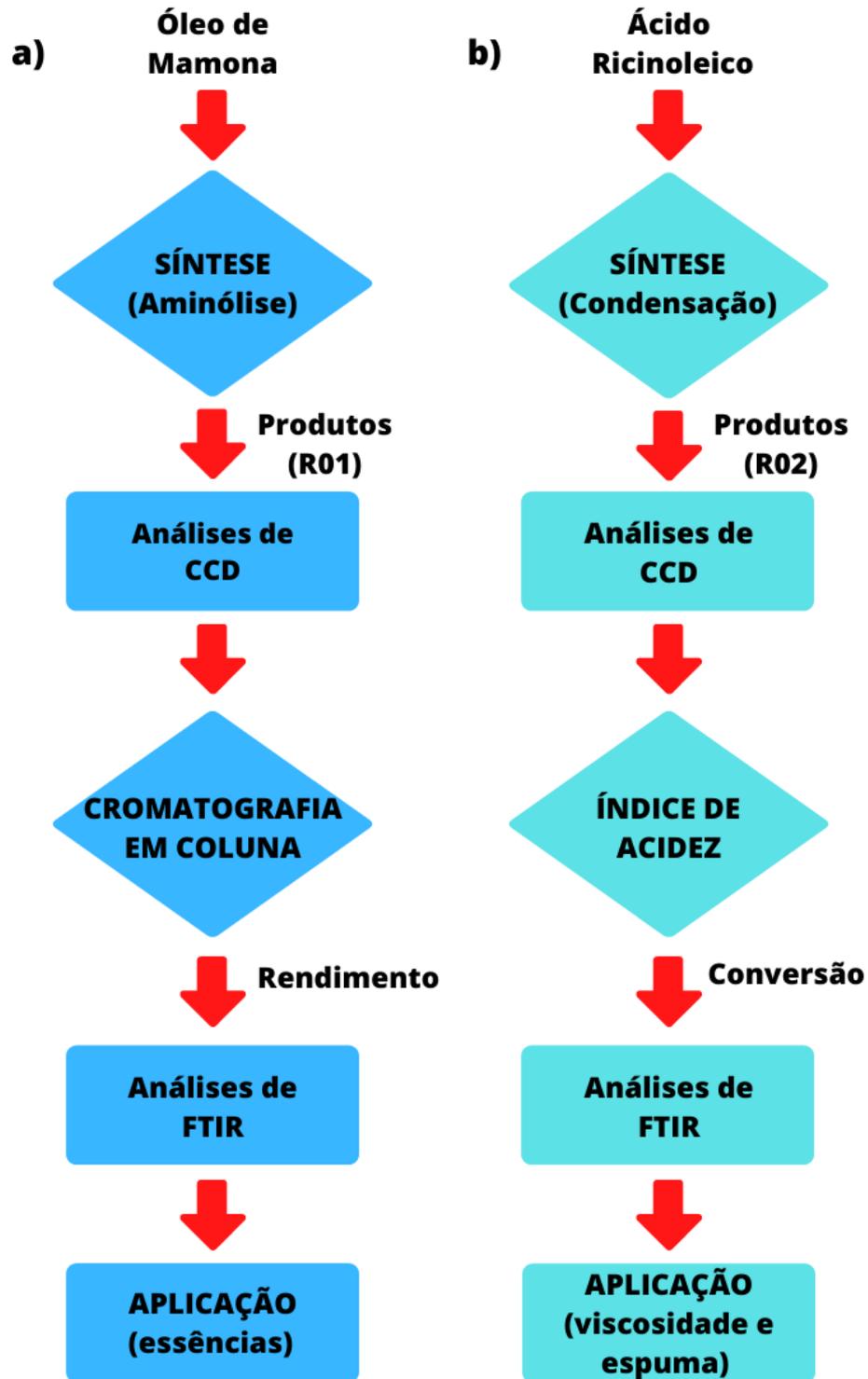
Figura 5 - Estrutura da dietanolamida de ácido ricinoleico.



Fonte: Autor (2021).

O trabalho desenvolveu-se conforme etapas mostradas no fluxograma da Figura 6, onde, inicialmente, realizaram-se as sínteses partindo do óleo de mamona e do ácido ricinoleico, obtendo-se o rendimento e conversão, respectivamente, por separação em coluna, Figura 6 a), e índice de acidez, Figura 6 b). As etapas seguintes foram a caracterização por espectroscopia no infravermelho. Por fim, investigou-se o potencial do tensoativo sob os aspectos já mencionados.

Figura 6 - Fluxograma com as principais etapas do trabalho, a) para o óleo de mamona, b) para o ácido ricinoleico.



Fonte: Autor (2021).

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Sintetizar e caracterizar uma dietanolamida derivado do ácido ricinoleico e investigar sua aplicação em formulações cosméticas.

2.2 Objetivos específicos

- Sintetizar a dietanolamida a partir do óleo de mamona;
- Sintetizar a dietanolamida a partir do ácido ricinoleico;
- Determinar das condições de reação: proporção, temperatura, tempo de reação, rendimento;
- Purificar o produto em coluna cromatográfica;
- Caracterizar quimicamente a molécula produzida por espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR);
- Caracterizar físico-quimicamente o produto obtendo: densidade, viscosidade, ponto de névoa e fator de retenção;
- Avaliar a viscosidade final das formulações de sabonete líquido usando a dietanolamida produzida;
- Avaliar a estabilidade da espuma em uma formulação de sabonete líquido contendo a dietanolamida produzida;
- Avaliar a estabilidade de emulsões de essências sintéticas puras em água usando a dietanolamida produzida.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

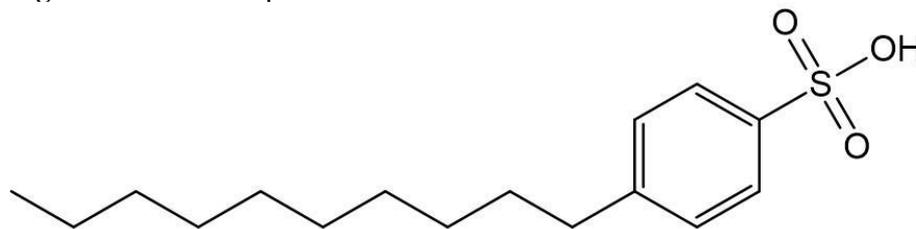
Para embasar o desenvolvimento deste trabalho será apresentado o referencial teórico dos principais assuntos acerca dos tensoativos, cosméticos e processos de obtenção de amidas que nortearam o trabalho.

3.1 Teoria dos tensoativos

Tensoativos são moléculas que apresentam em sua estrutura química grupos de natureza polar e apolar, ou seja, uma região hidrofílica, apresentando interação melhor com a água, e outra hidrofóbica, que interage melhor com substâncias como hidrocarbonetos, óleos ou gorduras. De acordo com a região hidrofílica, os tensoativos podem ser classificados como aniônicos, catiônicos, não iônicos e anfóteros. Podem ser utilizados, entre outras funções, para reduzir a tensão superficial da água, proporcionando formação de bolhas e espuma (SILVA, 2007).

A parte apolar normalmente é originada de uma cadeia carbônica linear, mas poderá também ser ramificada ou apresentar estrutura cíclica. Nesse caso, as ligações entre os átomos de carbono e hidrogênio não formam polos significativos de cargas eletrostáticas. Em contrapartida, a parte polar deve apresentar concentração de carga positiva ou negativa, proporcionada pela diferença de eletronegatividade dos átomos envolvidos, bem como, por pares de elétrons livres (DALTIM, 2011). A Figura 7 apresenta a estrutura química do ácido sulfônico, um dos tensoativos mais usados em produtos de limpeza doméstica.

Figura 7 - Estrutura química do ácido sulfônico.



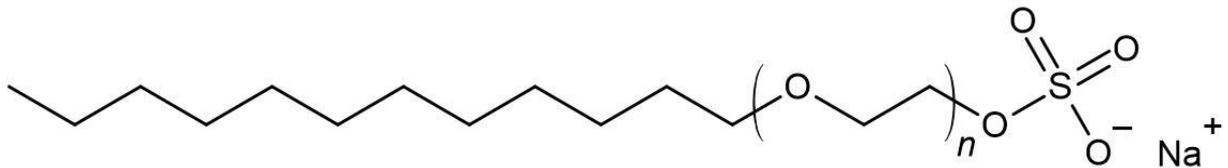
Fonte: Autor (2021).

Ao entrar em contato com a água os tensoativos apresentam um fenômeno de superfície, adsorvendo-se na interface água-ar ou água-óleo, dessa forma, a concentração na superfície é maior que no interior do sistema (SILVA, 2007).

3.1.1 Tensoativos aniônicos

Os tensoativos aniônicos são os que apresentam moléculas com grupos funcionais com alta concentração de carga negativa quando são solubilizados, como os sais de ácidos graxos. Além disso, possuem átomos de oxigênio que atraem os elétrons dos átomos de carbono e hidrogênio próximos, elevando a polaridade devido sua alta eletronegatividade. (DALTIM, 2011). São representantes dessa classe o lauril éter sulfato de sódio (LESS) e o ácido sulfônico. A Figura 8 apresenta um exemplo de um tensoativo aniônico.

Figura 8 - Molécula do tensoativo aniônico lauril éter sulfato de sódio.

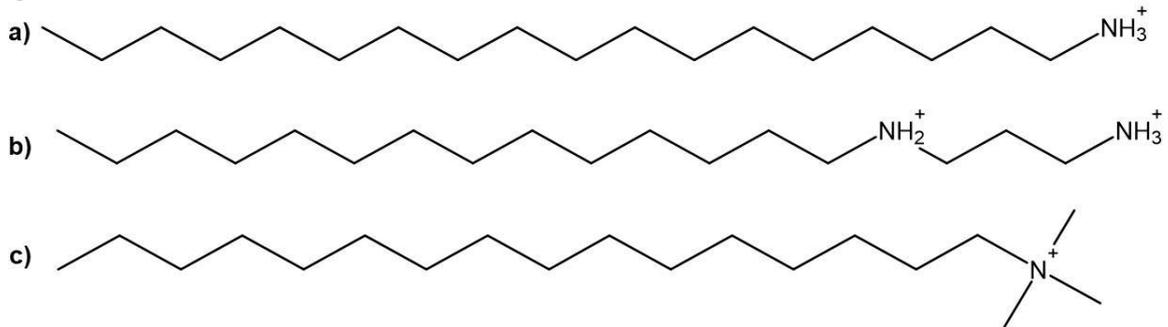


Fonte: Autor (2021).

3.1.2 Tensoativos catiônicos

Semelhante aos aniônicos, os tensoativos catiônicos apresentam em sua estrutura funções que apresentam, quando solubilizados em solução aquosa, cargas positivas, como sais de aminas graxas. Nesse caso, a parte polar é formada pelo nitrogênio quaternizado, em que um átomo de hidrogênio com carga positiva é ligado ao mesmo. Tendem a serem menos solúveis em água que os aniônicos, devido a carga positiva ser parcialmente neutralizada pelos elétrons envolvidos na ligação nitrogênio carbono, proporcionado pela diferença de eletronegatividades entre esses átomos (DALTIM, 2011). Os exemplos mais comuns são os sais de quaternários de amônia, usados como bactericidas, e as amidas de cadeias longas, geralmente usados como inibidores de corrosão e óleo lubrificante (MOURA, 2009). A Figura 9 apresenta alguns exemplos de tensoativos catiônicos.

Figura 9 - Tensoativos catiônicos, a) sal de amônio graxo, b) sal de diamônio graxo, c) alquil quaternário de amônio.

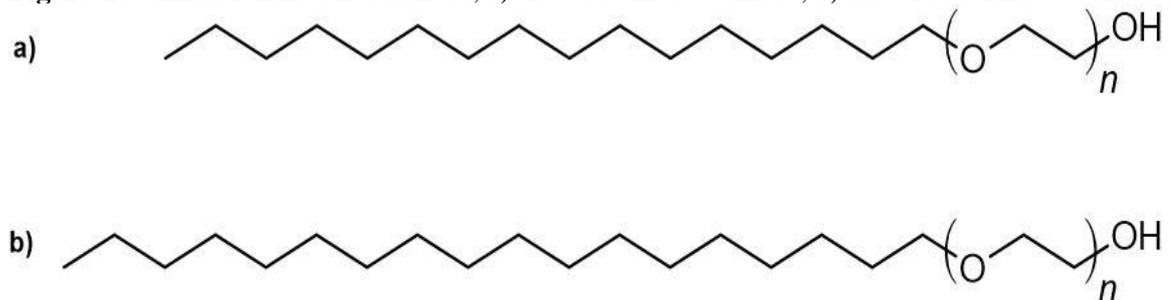


Fonte: Adaptado de MOURA (2009).

3.1.3 Tensoativos não iônicos

Os tensoativos não iônicos não se dissociam em água para formar íons, porém a solubilidade em água se dá apenas pela polaridade dos grupos funcionais presentes. Eles apresentam a parte apolar similar aos outros tensoativos e diferem na parte polar. É possível citar como exemplo: o nonilfenol etoxilado e os álcoois graxos etoxilados (MOURA, 2009), bem como as mono e as dietanolamidas graxas de óleo de coco. Estes últimos são empregados como estabilizantes de espuma e espessantes na indústria de cosméticos. A Figura 10 apresenta exemplos de tensoativos não iônicos, onde n é o número de etoxilações.

Figura 10 - Emulsionantes não iônicos, a) álcool cetílico etoxilado, b) álcool estearílico etoxilado.



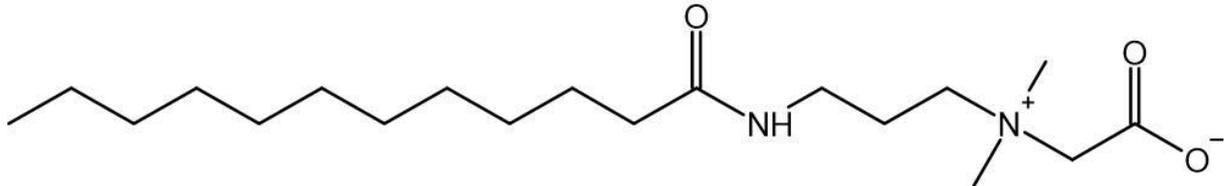
Fonte: Adaptado de BOAVENTURA (2020).

3.1.4 Tensoativos anfóteros

A classe de tensoativos anfóteros se comporta como aniônicos ou catiônicos dependendo do pH do meio. Eles apresentam tanto carga positiva como carga negativa em sua molécula. Em meio ácido se comportam como catiônicos, pois a alta concentração de H^+ neutraliza a carga negativa. Analogamente, se apresentam como aniônicos em meio alcalino

(DALTIN, 2011). Um exemplo de um tensoativo anfótero é a cocoamidopropil betaína mostrada na Figura 11.

Figura 11 - Estrutura da cocoamidopropil betaína.



Fonte: Autor (2021).

3.1.5 Tensão superficial

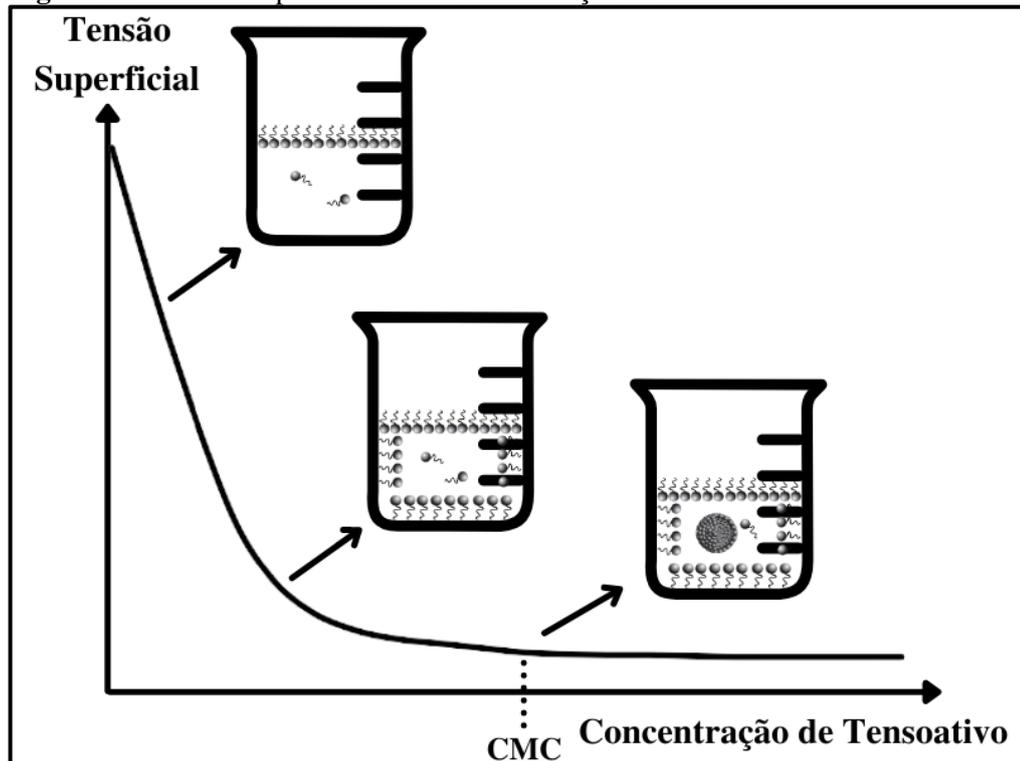
A tensão superficial é uma força de atração que as moléculas na superfície de um líquido sofrem para serem atraídas em direção ao interior. Quanto maior as interações intermoleculares, maior será a tensão superficial dessa substância. Além disso, a tensão superficial varia com a temperatura, pois esta influencia diretamente nas interações entre as moléculas (DALTIN, 2011).

De acordo com Daltin (2011), esse fenômeno é a tendência de redução do número de moléculas na superfície, objetivando uma redução das forças superficiais e consequentemente um sistema mais estável. Isso explica por que as gotas de líquidos muito polares tendem ao formato geométrico de menor relação área/volume que é a de uma esfera.

3.1.6 Formação das micelas

As micelas são estruturas formadas por aglomerados de moléculas de tensoativo. Elas começam a surgir quando o tensoativo atinge uma concentração mínima conhecida como concentração micelar crítica (CMC). Em solução aquosa, inicialmente, as moléculas de tensoativo se distribuem na superfície com sua parte apolar interagindo com o ar e a polar com a água. À medida que a concentração aumenta, as moléculas do tensoativo passam a interagir com as paredes do frasco se depositando em volta deste. Em ambos os casos, ocorre a redução progressiva da tensão superficial da solução. Por fim, com o aumento da concentração das moléculas na solução livre, ocorre o encontro delas e, com o entrelaçamento das caudas apolares, o surgimento das primeiras micelas. A partir daí a tensão superficial da solução se torna constante como mostra a Figura 12.

Figura 12 - Tensão superficial versus concentração de tensoativo.



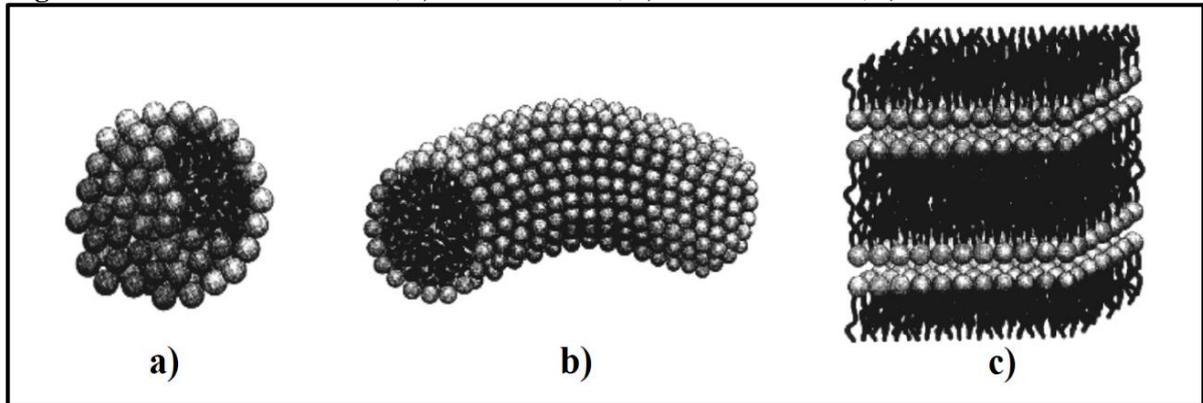
Fonte: Adaptado de DALTIM (2011).

A concentração micelar crítica pode ser determinada verificando uma mudança brusca em alguma propriedade físico-química do sistema. A depender do tipo de tensoativo é possível empregar diferentes técnicas. Geralmente, as mais utilizadas são a medida da tensão superficial, a partir de um tensiômetro, titulações condutimétricas e potenciométricas (RIZZATTI, 2009).

3.1.7 Curva de sal

Para minimizar interações desfavoráveis, as moléculas de tensoativos tendem a se agregar espontaneamente formando várias estruturas complexas como as mostradas na Figura 13. Em concentrações acima da CMC, os tensoativos começam a formar micelas esféricas, porém em concentrações elevadas as micelas tornam-se maiores e a cadeia apolar é disposta paralelamente uma à outra, proporcionando a formação de micelas cilíndricas, lamelares, dentre outras (HOLMBERG *et al.*, 2002). A partir da capacidade de compor estruturas micelares, os tensoativos apresentam características como a detergência, elevação da viscosidade e formação de espumas (OCHOA, 2014).

Figura 13 - Estruturas micelares, a) micela esférica, b) micela cilíndrica, c) micela lamelar.

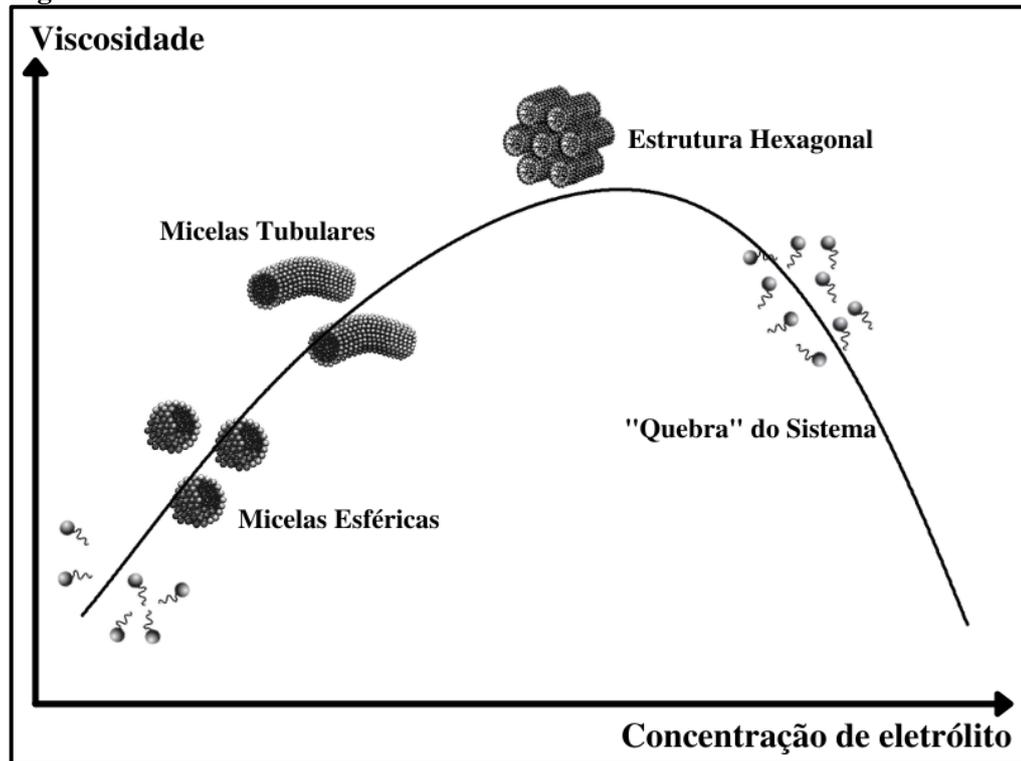


Fonte: Adaptado de HOLMBERG *et al.* (2002).

É possível aumentar a viscosidade de sistemas contendo tensoativos pela adição de eletrólitos na solução. A elevação da concentração de sais altera a distribuição das moléculas de tensoativos em solução, induzindo-as a aglomerarem em estruturas micelares mais complexas, logo, por apresentarem menor fluidez, aumentam a viscosidade do meio. Inicialmente, todas as moléculas se organizam em micelas esféricas e gradualmente maiores, em seguida, as esferas se unem formando micelas cilíndricas que, por fim, se combinam formando estruturas hexagonais, onde tem-se o máximo de viscosidade, como mostrado na Figura 14. Em níveis muito altos de eletrólitos, a viscosidade cai novamente à medida que as micelas se tornam micelas paralelas (CORNWELL, 2018).

De acordo com Rusanov (2014), o fenômeno de espessamento é proporcionado devido a melhor acomodação dos tensoativos quando os contra íons dos eletrólitos reduzem a repulsão entre as moléculas por se posicionarem entre suas extremidades polares. Dessa forma, o efeito de repulsão é reduzido, proporcionando a formação de estruturas maiores.

Figura 14 - Curva de sal.



Fonte: Adaptado de HOLMBERG *et al.* (2002) e PEDRO (2017).

3.2 Introdução aos cosméticos

Neste tópico serão apresentados os principais conceitos acerca da Cosmetologia, abordando legislação, formulações, e matérias-primas cosméticas.

3.2.1 Legislação dos cosméticos

De acordo com a Resolução RDC nº 7 de 10 de fevereiro de 2015 da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), produtos de higiene pessoal, cosméticos e perfumes, “são preparações constituídas por substâncias naturais ou sintéticas, de uso externo nas diversas partes do corpo humano, com o objetivo exclusivo ou principal de limpá-los, perfumá-los, alterar sua aparência, protegê-lo ou mantê-lo em bom estado”.

As preparações cosméticas podem ser classificadas de acordo com a possibilidade de ocorrerem efeitos indesejáveis devido a alguns fatores como: o uso inadequado, matérias primas presentes, a finalidade de uso, bem como, a área de aplicação no corpo a que se destinam. Podem ser de grau 1, aqueles que são isentos de registro, mas apenas notificados, e de grau 2, os que apresentam registro obrigatório junto à agência reguladora (BRASIL, 2015).

O produto grau 1 é aquele que se caracteriza por possuir propriedades básicas em que a comprovação do resultado do efeito que promove não seja inicialmente necessária, por isso, esses produtos são isentos de emitir informações detalhadas quanto ao seu modo e restrição de uso. São exemplos: cremes, loções, desodorantes corporais, shampoo, sabonetes, condicionadores. Já os produtos grau 2, são produtos que possuem indicações específicas cujas características exigem comprovação de segurança, eficácia e informações de cuidado sobre o modo de uso. São produtos como: protetor solar, shampoo anticaspa, tratamentos capilares e estéticos (BRASIL, 2015).

3.2.2 Formulações cosméticas

De acordo com Rebello (2017), uma formulação cosmética é a junção de diversas substâncias combinadas visando obter um produto que apresente uma função, tenha um bom sensorial e seja seguro. As matérias-primas utilizadas em formulações podem ser divididas em funcionais, para a estética do produto, bem como, para o seu marketing.

Matérias-primas funcionais são aquelas adicionadas em formulações para promover o efeito principal do produto entregando o benefício para o qual se propôs a oferecer. Por exemplo, são agentes hidratantes, como emolientes (óleos, manteigas, ésteres); agentes de limpeza, usados para a limpeza e formação de espuma, como os tensoativos (aniônicos, não iônicos e anfóteros); agentes condicionantes, que vão facilitar a penteabilidade capilar e fornecer brilho (tensoativos catiônicos) (REBELLO, 2017; MADUREIRA, NETO e MACHADO, 2014).

Matérias-primas para a estética são os tipos de componentes cosméticos mais abundantes. Eles atuam melhorando a estética do produto final e a experiência com o seu uso, objetivando uma maior aceitação pelo consumidor. É importante mencionar alguns agentes, tais como, os espessantes, que atuam atribuindo texturas diferentes para o produto; os de espalhabilidade, proporcionando um sensorial mais agradável; os matificantes, causando efeitos específicos; os conservantes, que atuam impedindo mal odores proporcionados por bactérias; os corretores de pH, adequando-o para diferentes áreas do corpo, entre outros (CORRÊA, 2012).

Para auxiliar na estratégia de marketing, a marca pode se valer de um determinado produto para acrescentar à formulação, colocando-o no rótulo para chamar a atenção. Normalmente é uma matéria-prima cara e valorizada pelo consumidor, por exemplo, um extrato

vegetal ou um óleo exótico. Esses componentes não necessariamente produzem um efeito mensurável na formulação, estão presentes apenas para a marca citá-los na apresentação do produto visando agregar maior valor ao mesmo.

3.2.3 Nomenclatura INCI

A nomenclatura INCI (Internacional Nomenclature of Cosmetic Ingredients) é a forma pela qual as matérias-primas são identificadas internacionalmente permitindo nomear de forma padronizada os componentes listados no rótulo de um cosmético, dessa forma, facilitando a identificação em sistema de código universal proporcionando agilidade, clareza e precisão na fiscalização pela Vigilância Sanitária. Além disso, acarreta minimização de erros na interpretação pelos consumidores acerca dos componentes presentes (BRASIL, 2015).

3.2.4 Matérias-primas utilizadas

Para a investigação do tensoativo produzido será preparada uma formulação de sabonete líquido para sua aplicação e avaliação de desempenho. Logo, é importante o conhecimento das principais matérias-primas que compõem esse tipo de formulação, bem como suas respectivas funções.

3.2.4.1 Água (INCI - Aqua/Water)

A água, na grande maioria das formulações, é o componente em maior quantidade chamado de veículo. Deve apresentar especificações físico-químicas e microbiológicas adequadas, tais como, baixa concentração de sais e ausência de micro-organismos. É mais comum a utilização de água deionizada em preparações cosméticas (CORRÊA, 2012).

3.2.4.2 Lauril éter sulfato de sódio (INCI – Sodium Laureth Sulfate)

Em formulações de limpeza, é um dos tensoativos mais utilizados em cosméticos devido seu alto poder de limpeza e boa formação de espuma, além de ser relativamente suave. É originalmente um sólido branco, frequentemente comercializado como solução aquosa a

27%, ou em forma de pasta a 70%. É adicionado em proporções de 16 a 30%. Além disso, é importante citar outros tensoativos primários usados em vários cosméticos do mercado como: Lauril poliglucosídeo (INCI – Lauryl Glucoside), quando se deseja um apelo verde; Isetionato de sódio (INCI – Sodium Cocoyl Isethionate), quando se almeja formulações ultra suaves, bastante usado em produtos de higiene infantil (CORRÊA, 2012; BARROS, 2021).

3.2.4.3 Dietanolamida de ácido graxo de coco (INCI – Cocamide DEA)

É um tensoativo secundário não iônico derivado dos ácidos graxos do óleo de coco que compõem várias formulações cosméticas e saneantes. No mercado é encontrada em concentrações de 60%, destinado à indústria de saneantes e domissanitários, e 80% e 90%, ambas empregadas na indústria de cosméticos, sendo a última a mais comum. Dependendo da fórmula é adicionada em concentrações diferentes. Em cosméticos é adicionado de 2 a 8%. É usada com o objetivo de estabilizar a espuma, e quando combinada com tensoativos aniônicos sulfatados, aumentar a viscosidade do produto. Além disso, apresenta efeito de sobreengorduramento devolvendo, assim, parte da oleosidade da pele removida por tensoativos mais agressivos como o dodecil sulfonato de sódio em saneantes (FIUME *et al.*, 2013; CORNWELL, 2018).

3.2.4.4 Cocoamidopropilbetaína (INCI – Cocamidopropyl Betaine)

É um tensoativo anfótero secundário muito suave que apresenta efeito de estabilização de espuma e condicionamento. Quando associados aos tensoativos aniônicos promove aumento de viscosidade deslocando a curva de sal para a esquerda, tornando o sistema mais fácil de espessar (CORNWELL, 2018). É geralmente empregado em concentrações de 2 a 7%.

3.2.4.5 Base perolada (INCI - Glycol Distearate)

Usado para a estética do produto, é uma mistura de distearato de etilenoglicol com um tensoativo, normalmente o LESS, essa mistura de componente é adicionada para deixar o produto opaco e proporcionar a reflexão da luz. Utilizado até 4%, possibilita a adição de substâncias que proporcionem turbidez como os extratos vegetais (MORSELLI, 2014; PAULA, 2017).

3.2.4.6 Glicerina bidestilada USP (INCI – Glycerin)

É um líquido viscoso, incolor e de sabor adocicado usado como umectante que apresenta efeito de hidratação para a pele evitando seu ressecamento e irritação provocado por tensoativos. Pode ser adicionada em hidratantes, sabonetes, loções, entre outros, na proporção de até 5% (LEONARDI, 2008).

3.2.4.7 Essências (INCI - Perfum)

Diferentemente dos óleos essenciais, são uma mistura de vários componentes sintéticos que conferem aromas específicos para o produto. Apresentam aspecto oleoso e tendem a desestabilizar formulações devido sua insolubilidade em água. Industrialmente, são adicionadas à formulação de sabonete líquido ou shampoo por meio de dispersão em Amida 90 previamente ou logo em seguida (SANTOS, 2018).

3.2.4.8 Cloreto de sódio (INCI - Sodium Chloride)

O cloreto de sódio é usado como um espessante de baixo custo principalmente em saneantes. O aumento da viscosidade de sistemas contendo tensoativos sulfatados é um efeito que pode ser promovido pela adição de eletrólitos, porém em altas concentrações de sal ocorre a ‘‘quebra’’ da viscosidade do sistema (HOLMBERG *et al.*, 2002).

3.2.4.9 Diestearato de PEG 6000 (INCI - PEG 150 Distearate)

Espessante de alto custo é um éster graxo ligados à polióis ou glicóis com ação tensoativa de baixa irritabilidade à pele e aos olhos. Em concentrações de 0,5 a 2%, atua auxiliando na formação de espuma e aumentando a viscosidade da fórmula (MORSELLI, 2014).

3.2.4.10 EDTA dissódico (INCI – Disodium EDTA)

É um agente quelante adicionado nas formulações, geralmente 0,1%, para sequestrar cátions evitando que estes catalisem reações indesejáveis que possam comprometer a qualidade do produto ao longo do tempo (AMIRALIAN e FERNANDES, 2009).

3.2.4.11 KORALONE LA (INCI – *Methylchloroisothiazolinone (And) Methylisothiazolinone*)

Solução aquosa de uma mistura de 5-cloro-2-metil-4-isotiazolin-3-ona e 2-metil-4-isotiazolin-3-ona (3:1) em torno de 1,5%, cloreto de magnésio e nitrato de magnésio totalizando 24%. É um dos sistemas conservantes mais usados em cosméticos por ser incolor, inodoro e de baixa toxicidade na concentração recomendada (0,1%). Apresenta excelente atividade contra bactérias gram-positivas, gram-negativas e fungos, impedindo mal odores proporcionados por esses micro-organismos garantindo um longo prazo de validade.

3.2.4.12 Ácido cítrico (INCI - *Citric Acid*)

É um ácido fraco utilizado em produtos cosméticos para corrigir o pH da formulação adequando-a para diferentes áreas do corpo. Além disso, determinados componentes podem exigir um pH específico para apresentar seu efeito (AMIRALIAN e FERNANDES, 2009).

3.2.5 Estabilidade de formulações cosméticas

A ANVISA determina, por meio do seu Guia de Estabilidade de Produtos Cosméticos, que é importante o estudo de estabilidade de formulações cosméticas a fim de fornecer informações que mostrem o nível de integridade do produto, desde sua fabricação até o fim da validade. A estabilidade em cosméticos é relativa, uma vez que, depende de fatores que podem acelerar ou retardar mudanças das características do produto, como separação de fases e alterações organolépticas (GUEDES, 2015).

Algumas análises físico-químicas são empregadas com o objetivo de identificar alterações no produto que não são perceptíveis visualmente. Estas análises podem indicar instabilidade entre os componentes ou mesmo decorrente do processo de produção. Os testes mais empregados são: ensaios de pH, viscosidade, teste de centrífuga e índice de espuma (BRASIL, 2008).

O pH é um parâmetro importante a ser mantido na formulação, já que a sua longa faixa de variação pode trazer diversas consequências, como perda da atividade de algum

componente, “quebra” da viscosidade, ou mesmo, incompatibilidade do produto com a superfície cutânea para a qual foi destinado (GUEDES, 2015).

De acordo com Bird, Stewart e Lightfoot (2004), a viscosidade é definida como a resistência de um fluido ao escoamento por meio da aplicação de uma força. É muito comum o consumidor associar a viscosidade à qualidade do produto, porém, essa característica está presente para auxiliar na aplicação, evitando que o produto escoe rapidamente ou não permaneça o tempo necessário para sua ação (BARATA, 2002). Por esse motivo, é uma propriedade de interesse para a indústria de cosméticos, sendo um dos principais apelo de marketing utilizado nesse segmento.

Por meio da centrifugação é possível estressar a amostra submetendo-a à uma força que provoca o deslocamento das partículas com o objetivo de antecipar possíveis separações de fase ou formação de precipitação, entre outras (BRASIL, 2008).

3.2.6 Estabilidade da espuma

A formação de espuma e sua qualidade são resultados muito esperados pelos consumidores, porém a espuma na realidade não está associada ao potencial de limpeza (DALVIN, 2011). Ainda assim, é uma propriedade de interesse dos formuladores de produtos cosméticos.

Para medir a estabilidade da espuma a literatura apresenta alguns métodos que podem ser realizados em condições estáticas ou dinâmicas, como os de Bartsch, Ross-Miles e Bikerman dependendo dos fatores que se deseja avaliar. No método de Bartsch, a espuma é produzida por meio de agitação manual de uma proveta contendo certa quantidade de amostra medindo o volume da espuma formado e a redução com o tempo. No método de Ross-Miles, é empregado um refluxo do líquido em uma certa vazão que cai de uma certa altura, produzindo a espuma que tem sua velocidade de formação medida. Pelo método de Bierman, a formação da espuma é gerada e quantificada quando a solução do tensoativo é forçada a passar por uma placa porosa causando uma aeração uniforme (DENKOV, 2004).

3.2.7 Ponto de turvação e névoa

O ponto de turvação é a temperatura na qual o tensoativo fica insolúvel na formulação. Para os tensoativos aniônicos quanto maior a temperatura maior será a solubilidade, logo, para estes, o ponto de turvação ocorre em temperaturas baixas. Entretanto,

para tensoativos não iônicos, a solubilidade diminui com o aumento da temperatura devido sua solubilidade está relacionada com a formação de ligações de hidrogênio. Nesse caso, a ocorrência de turvação é denominada de ponto de névoa e ocorre em temperaturas maiores (DALTIM, 2011).

A determinação do ponto de névoa é importante no controle de qualidade das formulações que contenham tensoativos não iônicos, pois se o produto, durante o transporte, for exposto à temperatura igual ou acima ao especificado por muito tempo, ocorrerá a turvação, podendo gerar a separação de fases prejudicando a aparência, bem como, o seu uso e, conseqüentemente, devolução do lote.

3.2.8 Emulsão cosmética

Emulsão é um sistema cuja fase dispersa é composta por gotículas de um líquido distribuídas em outro líquido, no qual são imiscíveis originalmente. Para criar uma emulsão é necessária, por exemplo, a presença de uma fase aquosa, uma fase oleosa e um componente que irá promover a dispersão, chamado de emulsionante. Geralmente se utilizam tensoativos não iônicos, como os álcoois graxos etoxilados em emulsões cosméticas. As emulsões não iônicas são as mais bem aceitas comercialmente, uma vez que são compatíveis com vários tipos de substâncias ativas a serem incorporadas às mesmas. Por serem termodinamicamente instáveis, as emulsões permanecem homogêneas por um tempo finito após sua preparação, decorrido um longo tempo, ocorrerá a separação de fase. Logo, o formulador deve obter uma emulsão que permaneça estável em um prazo suficiente para o uso completo do produto (LEONARDI, 2008).

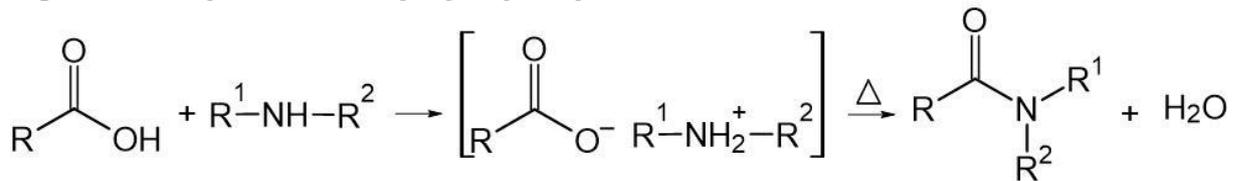
3.3 Métodos de sínteses de amidas

As amidas são uma classe importante de compostos de interesse para diversos segmentos de mercado. Substâncias com função amida estão presente em lubrificantes, inibidores de corrosão, polímeros, tensoativos e até mesmo em bactericidas (MOURA, 2009; ANASTOPOLOS *et al.*, 2018). Elas podem ser obtidas tanto por processos químicos, empregando diferentes rotas e catalisadores (UTAMI *et al.*, 2020), quanto enzimáticos (SUHENDRA; GUNAWAN; KUSUMAWATTI, 2019).

3.3.1 Reação de condensação

A condensação é um método descrito na literatura para obtenção de amidas por meio de um ácido carboxílico e uma amina a partir da formação de um sal e posterior liberação de água, Figura 15. Esse processo acontece, geralmente, em temperaturas elevadas (150-200 °C) (JONES, 1994 *apud* D'OCA, 2010).

Figura 15 - Reação de condensação para produção de amidas.



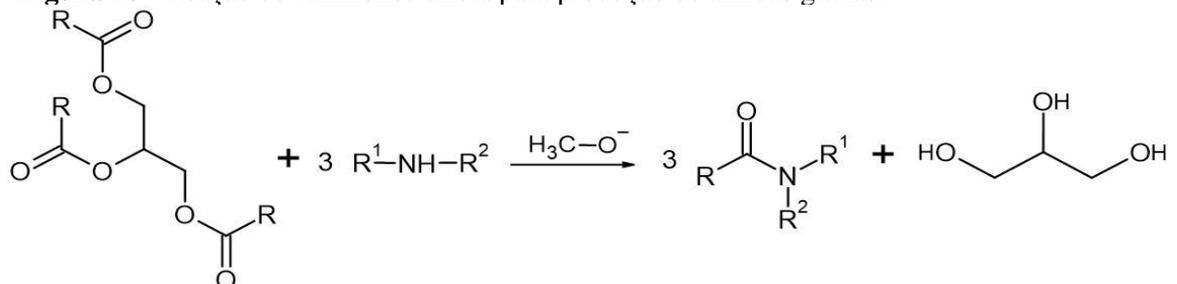
Fonte: Autor (2021).

Cai *et al.* (2019) realizaram um estudo da síntese de dietanolamida partindo de ácido graxo de coco (1:1) utilizando como catalisador hidróxido de potássio em diferentes concentrações variando a temperatura e o tempo de reação. Obtiveram conversão de 89,3% em temperatura de 150 °C durante 7 h quando utilizaram 0,5% de catalisador.

3.3.2 Aminólise direta

Para outras formas de obtenção de amidas graxas, Almeida (2014), apresenta os processos de aminólise direta e indireta. A aminólise direta, Figura 16, é quando se obtém a amida partindo diretamente dos triglicerídeos na presença de um catalisador, geralmente, emprega-se o metóxido de sódio ou hidróxido de potássio.

Figura 16 - Reação de Aminólise direta para produção de amidas graxas.

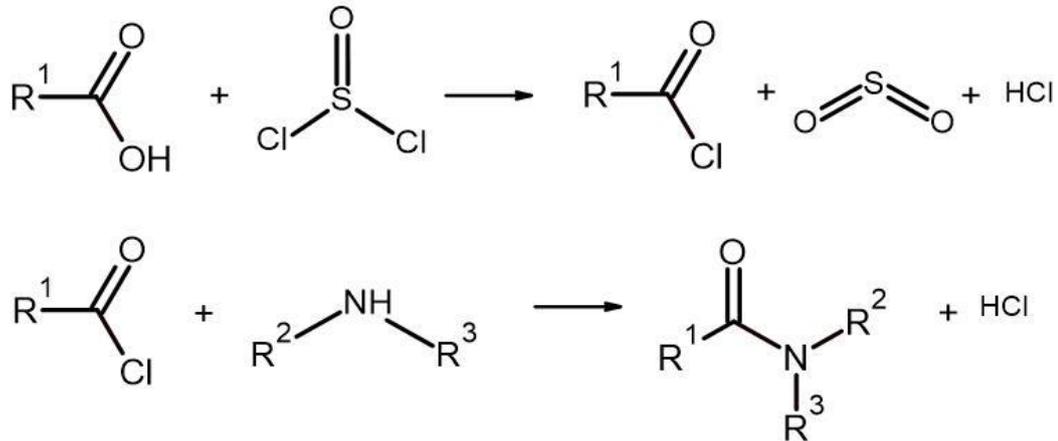


Fonte: Autor (2021).

3.3.4 Reação via cloreto de acila

Outra forma de obtenção de amidas seria a partir da reação direta da amina com o cloreto de acila originário do ácido graxo, Figura 18. Essa rota é bastante empregada em laboratórios por apresentar a vantagem de ser mais rápida e também porque as etapas de purificação são mais simples, já que os subprodutos são gasosos. Para a preparação de cloretos de acila são utilizados reagentes especiais como os cloretos derivados de ácidos inorgânicos (SOCl_2 , PCl_3 , PCl_5), sendo o cloreto de tionila o mais empregado (SOLOMONS, 2012). Entretanto, esse reagente apresenta um alto custo, sendo inviável sua utilização na indústria para a produção da dietanolamida.

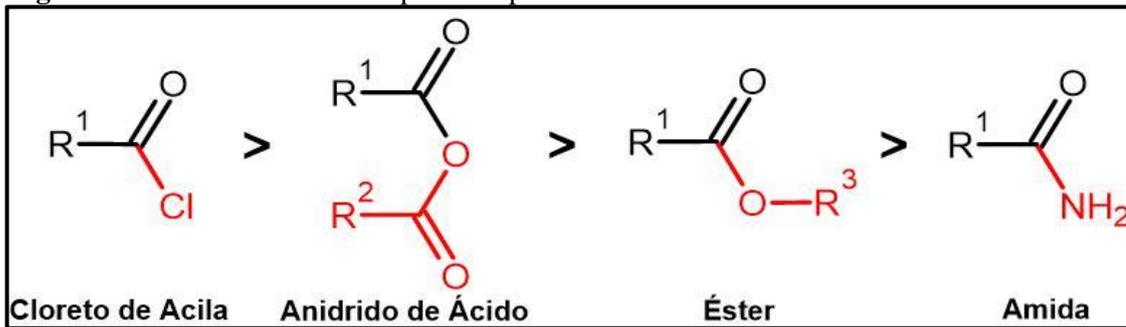
Figura 18 - Etapas para a produção de amidas via cloreto de acila.



Fonte: Autor (2021).

Devido à elevada reatividade desse composto, esta reação ocorre rapidamente e não necessita de temperaturas elevadas, pois o grupo abandonador é uma base mais fraca e mais estável que a amina, conforme Figura 19, que mostra a reatividade relativa de compostos de acila. Como uma regra geral, os compostos menos reativos podem ser sintetizados a partir dos mais reativos (BRUICE, 2006).

Figura 19 - Reatividade relativa para compostos de acila.



Fonte: Adaptado de SOLOMONS (2012).

3.3.5 Processo enzimático

Ainda é importante citar a possibilidade de produção de amidas por rotas enzimáticas. No trabalho descrito por Suhendra, Gunawan e Kusumawati (2019), uma dietanolamida graxa foi produzida a partir do óleo de Nyamplug (*Calophyllum inophyllum L*) usando lipase imobilizada. As condições ótimas de reação foram 1:5 (g:mmol), com quantidade de 0,05 g de enzima, temperatura de reação de 40 °C e tempo de incubação de 2 h. O rendimento da dietanolamida graxa foi de 44%.

4 METODOLOGIA

Para a obtenção das amidas graxas utilizou-se o processo de aminólise direta para a síntese partindo do óleo de mamona, e o processo de condensação para a síntese partindo do ácido ricinoleico.

4.1 Lista de reagentes, solventes e adsorventes

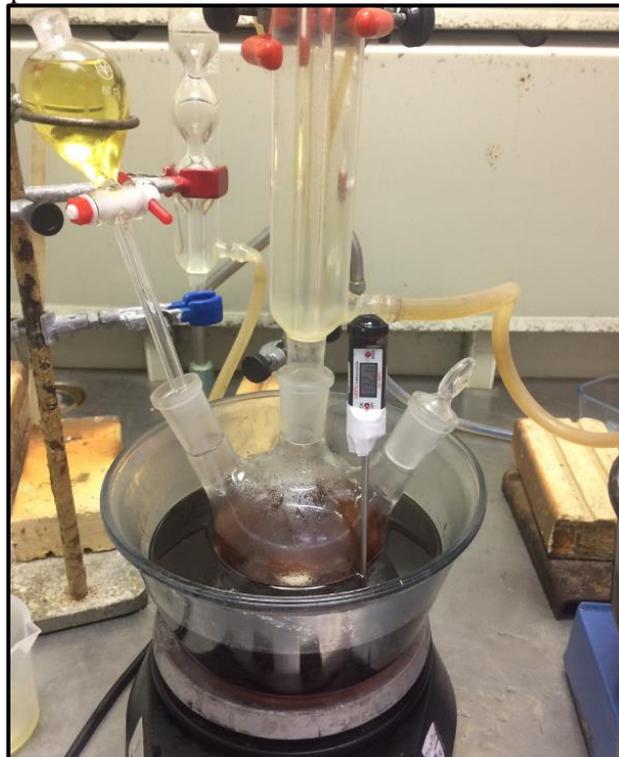
- Óleo de mamona (Azevedo Óleos);
- Ácido ricinoleico (Azevedo Óleos);
- Dietanolamina PA (NEON);
- Metóxido de sódio (SIGMA);
- Hidróxido de potássio (Dinâmica);
- Sílica 60/ 0,063-0,200 mm (Dinâmica);
- Placa de Alumínio sílica gel 60 (MACHERY-NAGEL);
- Hexano (Dinâmica);
- Acetato de etila (Vetec);
- Etanol (NEON);
- Iodo (Dinâmica);
- Água deionizada;
- Lauril éter sulfato de sódio 27% (Jacy Fragrância);
- Amida 90 (Jacy Fragrância);
- Cocoamidopropil betaína 30% (Jacy Fragrância);
- Base perolada (Jacy Fragrância);
- Glicerina bidestilada USP (DANETO);
- Essências: lavanda, talco, kaiak e baby (Jacy Fragrância);
- Essência: erva doce (Paraíso das Essências);
- Koralone LA (Jacy Fragrância);
- EDTA dissódico (Jacy Fragrância);
- Cloreto de sódio (Dinâmica);
- Ácido cítrico (Dinâmica);

4.2 Síntese de amida partindo do óleo de mamona

Em um balão de fundo redondo de 500 mL de três bocas adicionou-se 0,50 g de metóxido de sódio e 33,19 g de dietanolamina. Em seguida, adicionou-se ao balão um agitador magnético e agitou-se a mistura por 15 min. Com o auxílio de um funil de separação foi adicionado 94,09 g de óleo de mamona gradualmente ao balão de reação durante 80 min, de acordo com sistema mostrado na Figura 20. Após todo óleo ser adicionado o sistema foi fechado. A mistura reacional foi mantida na faixa de temperatura de $140\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5$ e sob agitação constante e refluxo, durante 4 h a contar do início da adição do óleo de mamona. O progresso da reação foi monitorado por cromatografia em camada delgada (CCD).

Para obter o rendimento da reação realizou-se a separação dos produtos por coluna cromatográfica usando sílica gel 60 ativada em estufa por 1 h e hexano, acetato de etila e etanol como eluentes.

Figura 20 - Sistema reacional para a síntese partindo do óleo de mamona.

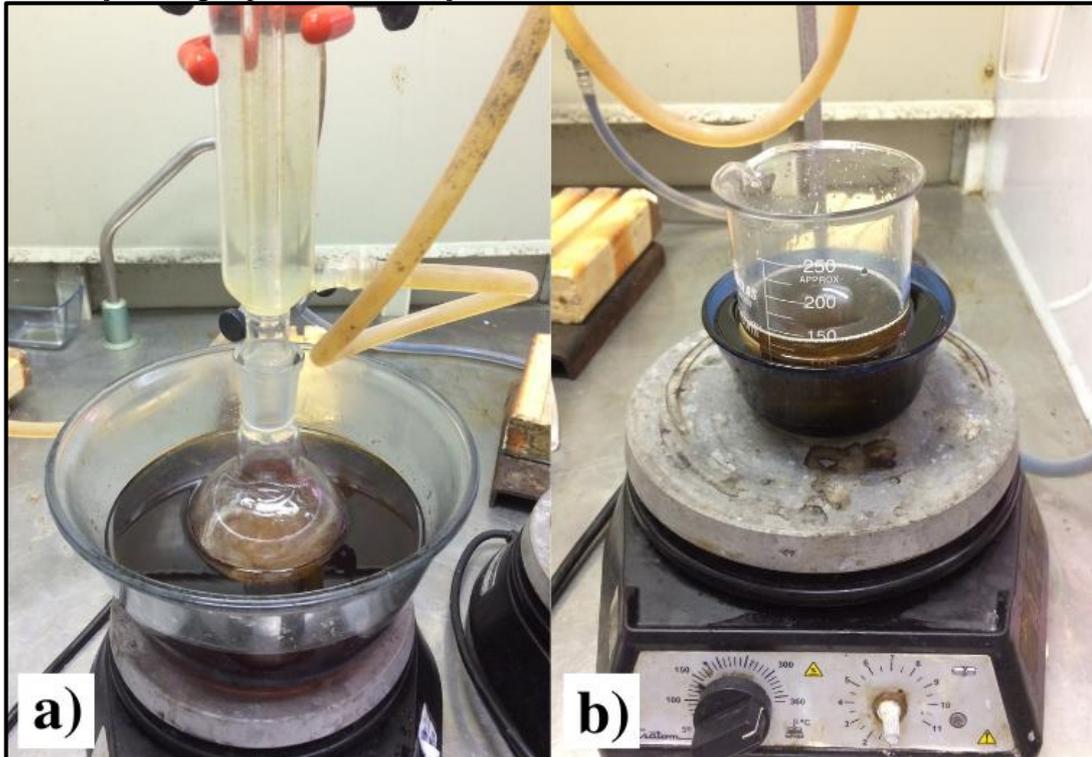


Fonte: Autor (2021).

4.3 Síntese de amida partindo do ácido ricinoleico

Em um balão de fundo redondo de 250 mL adicionou-se 0,70 g de hidróxido de potássio, 34,93 g de dietanolamina e 89,63 g de ácido ricinoleico. Em seguida, adicionou-se ao balão um agitador magnético e agitou-se a mistura, sob refluxo, por 4,5 h na temperatura de $150\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5$, conforme sistema mostrado na Figura 21 a). Para a remoção da água produzida na reação adicionou-se os produtos em um becker de 250 mL e aqueceu-se em banho maria de glicerina, Figura 21 b), a $115\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5$ durante 1 h.

Figura 21 - Produção de dietanolamida partindo do ácido ricinoleico, a) sistema reacional, b) remoção da água produzida na reação.



Fonte: Autor (2021).

4.4 Conversão do ácido ricinoleico

A conversão do ácido ricinoleico foi estimada por meio da quantificação do ácido remanescente após o término da reação tendo em vista o índice de acidez (*IA*). Inicialmente, preparou-se uma solução de hidróxido de potássio a 0,1 M e padronizou-se com uma solução de biftalato de sódio estoque a 0,0999 M. Em seguida, pesou-se aproximadamente 0,50 g de amostra em um erlenmeyer e adicionou-se 15 mL de etanol até total dissolução. Então, adicionou-se 3 gotas de indicador fenolftaleína 10% e titulou-se com a solução de KOH

padronizada anteriormente, até atingir a coloração rósea, persistente por 30 s, de acordo com a Figura 22. Foi realizada a titulação do branco. As análises foram realizadas em triplicata.

Figura 22 - Determinação do índice de acidez.



Fonte: Autor (2021).

Os cálculos para o índice de acidez foram realizados a partir da Equação 1. Na qual: N é a molaridade da solução de KOH; V é o volume em mL de solução de KOH consumido na titulação; m é a massa da amostra em gramas e f é o fator da solução de KOH.

$$IA = \frac{N \cdot V \cdot f \cdot 5,61}{m} \quad (1)$$

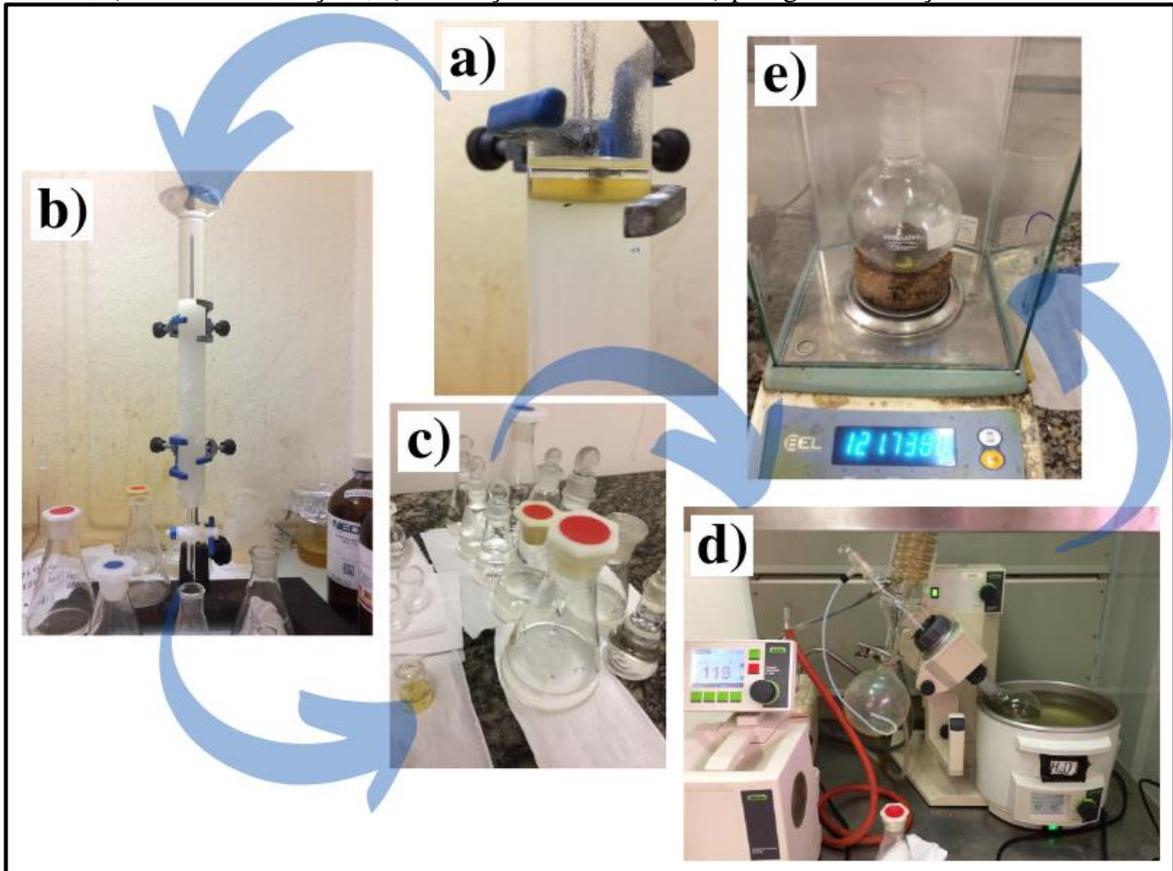
A conversão da reação foi calculada pela Equação 2, onde $m_{inicial}$ é a massa inicial de ácido ricinoleico adicionada ao balão de reação e m_{final} corresponde a massa de ácido ricinoleico remanescente, estimada a partir da análise de índice de acidez.

$$X = \frac{m_{inicial} - m_{final}}{m_{inicial}} \quad (2)$$

4.5 Separação dos produtos por cromatografia em coluna

Fixou-se uma coluna de 4 cm de diâmetro em posição vertical em um suporte. Colocou-se um chumaço de algodão no seu interior para permitir a passagem do eluente e impedir a saída do adsorvente. Encheu-se a coluna com o eluente inicial da cromatografia até aproximadamente dois terços da coluna. Então, com a torneira aberta, fez-se o empacotamento adicionando pequenas quantidades de adsorvente progressivamente, mantendo-se sempre o adsorvente coberto pelo eluente, até o preenchimento de 60% da coluna. Preparou-se o topo da coluna de modo a formar uma fina faixa entre as superfícies do adsorvente e do eluente. Aplicou-se sobre a superfície do adsorvente, com o auxílio de uma pipeta graduada, aproximadamente 2,8 g do material a ser purificado, Figura 23 a). Iniciou-se o processo de purificação com o eluente hexano, aumentando progressivamente a polaridade com acetato de etila e etanol, Figura 23 b). Recolheu-se diversas frações de aproximadamente 50 mL, 100 ml e 200 mL, Figura 23 c). Posteriormente, verificou-se as frações recolhidas por CCD usando placas ativadas em estufa a 100 °C por 30 min e eluente de diversas polaridades, combinado hexano, acetato de etila e etanol. Então, juntou-se as frações que apresentaram manchas relativas ao mesmo composto de acordo com os fatores de retenção. A etapa seguinte foi a rotaevaporação, Figura 23 d), e pesagem das frações, Figura 23 e). Por fim submeteu-se a fração mais pura à caracterização por espectroscopia de infravermelho.

Figura 23 - Resumo para a purificação em coluna, a) aplicação da amostra, b) separação em coluna, c) análises das frações, d) destilação do solvente e e) pesagem das frações.

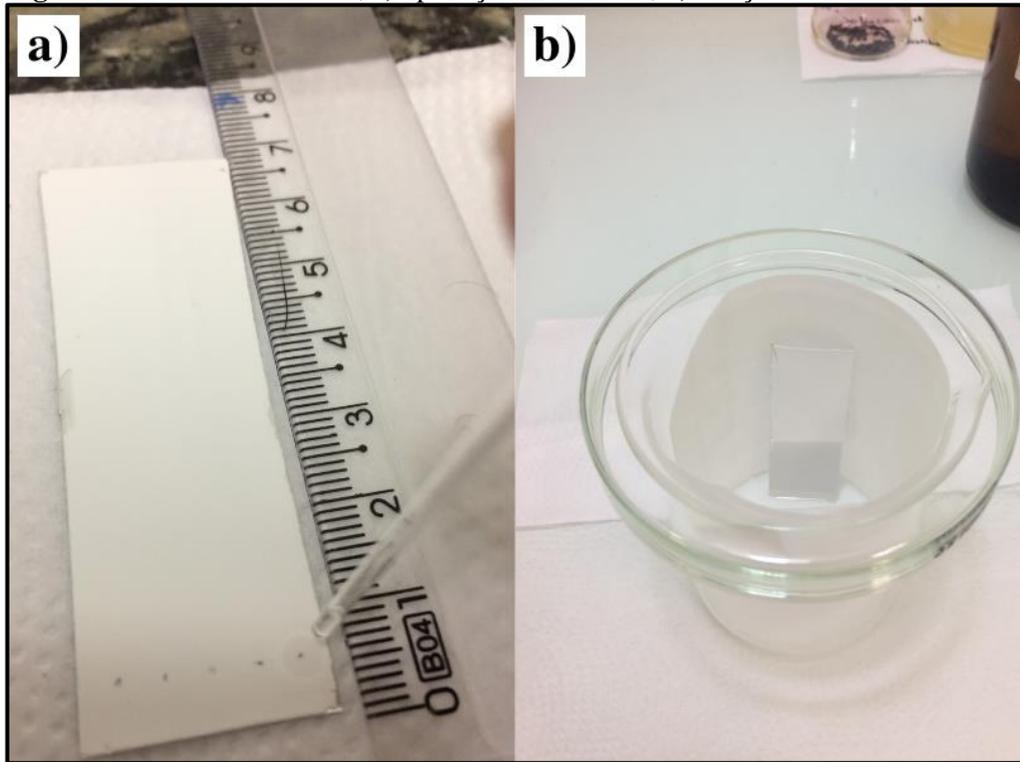


Fonte: Autor (2021).

4.6 Cromatografia em camada delgada (CCD)

Para as análises de monitoramento das reações e purificação em coluna foram utilizadas placas de sílica gel de 6,5 cm de altura, 2 cm de largura e 0,20 mm de espessura, Figura 24 a). As amostras foram solubilizadas em etanol e as corridas foram realizadas com eluentes composto por hexano/acetato de etila e acetato de etila/etanol em várias proporções, de acordo com Figura 24 b). A revelação foi feita utilizando vapores de iodo.

Figura 24 - Análises de CCD, a) aplicação da amostra, b) eluição da amostra.



Fonte: Autor (2021).

Determinou-se os fatores de retenção (F) para os respectivos compostos revelados a partir da Equação 3, onde L_m representa o deslocamento da mancha em cm e L_e o deslocamento do eluente em cm (COLLINS; BRAGA; BONETO, 1994).

$$F = \frac{L_m}{L_e} \quad (3)$$

4.7 Análises de FTIR

Para a realização dessa análise, usou-se um espectrofotômetro no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), marca Thermo scientific - modelo Nicolet iSS, com refletância total atenuada. As amostras foram adicionadas sobre a superfície de um cristal de Germânio, no qual se processa a varredura do espectro de infravermelho de 4000 a 400 cm^{-1} . Os resultados foram tratados e plotados usando o software Origin na versão OriginPro 8.

4.8 Densidade e viscosidade

As análises de viscosidade e densidade foram realizadas em um viscosímetro de injeção manual a 25 °C da marca Anton Paar SVM 3000 apresentado na Figura 25. As análises foram baseadas na norma ASTM D7042.

Figura 25 - Viscosímetro.



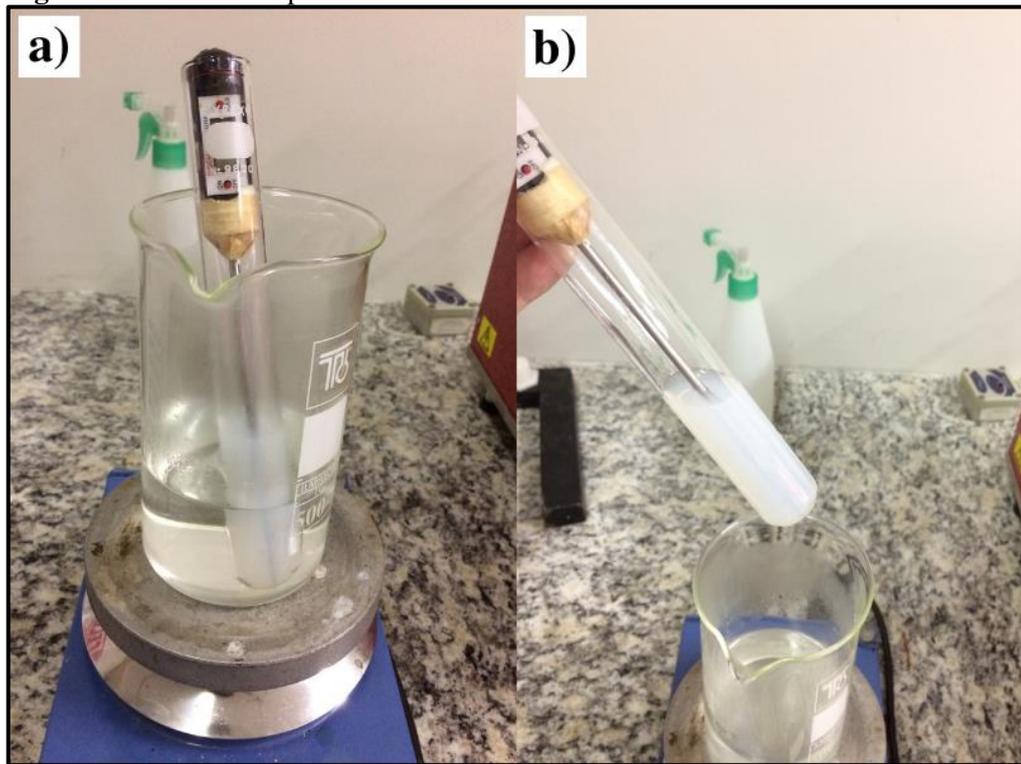
Fonte: Autor (2021).

Inicialmente, programou-se o equipamento para a temperatura de 25 °C, após atingir essa temperatura foi realizada a injeção da amostra de forma gradual com o auxílio de uma seringa.

4.9 Ponto de névoa

Inicialmente, preparou-se uma solução com 0,5 g da dietanolamida de ácido ricinoleico e 99,5 g de água. Posteriormente, transferiu-se 25 g da solução para um tubo de ensaio e aqueceu-se o sistema em banho maria, conforme sistema mostrado na Figura 26 a). Verificou-se a temperatura quando se observou uma turvação persistente, Figura 26 b).

Figura 26 - Análise de ponto de névoa.



Fonte: Autor (2021).

4.10 Preparo da formulação de sabonete líquido

Preparou-se 100 g de uma formulação de sabonete líquido usando a dietanolamida de ácido ricinoleico e a Amida 90 para posterior análises de comparação. As proporções em massa e as matérias-primas utilizadas estão apresentadas na Tabela 2.

Em um bécher de 250 mL adicionou-se 50% de 1 e sob agitação constante adicionou-se 9 e 8. Em seguida, adicionou-se 2 e 4 e homogeneizou-se. Posteriormente, adicionou-se 3, em seguida, 7 até a total dissolução. Depois, adicionou-se o restante de 1 e acrescentou-se 5 e 6 até homogeneização. Ajustou-se um pH de 7 adicionando-se 11. Por fim, acrescentou-se 10 gradualmente até a viscosidade desejada.

Tabela 2 - Formulação de sabonete líquido.

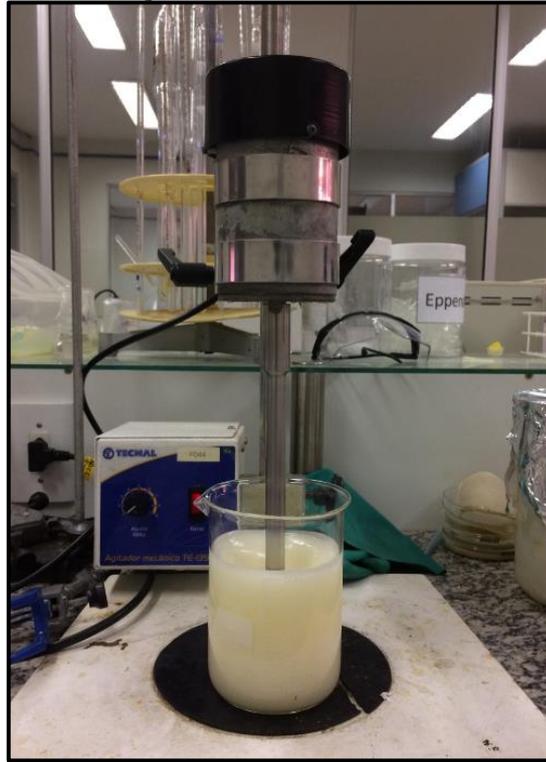
n°	COMPONENTE	FUNÇÃO	PROPORÇÃO
1	Água deionizada	Veículo	q.s.p 100%
2	Lauril éter sulfato de sódio	Tensoativo primário, limpeza	25%
3	Dietanolamida de ácido graxo	Tensoativo secundário estabilizante de espuma, espessante, sobreengordurante	2,5%
4	Cocoamidopropilbetaína	Tensoativo secundário, espessante, condicionante	3%
5	Glicerina bidestilada USP	Umectante	1%
6	Base perolada	Opacificante	2%
7	Essência	Perfumar	1%
8	Koralone LA	Conservante	0,1%
9	EDTA dissódico	Sequestrante	0,1%
10	Cloreto de sódio 20% (m/v)	Espessante	q.s.p
11	Ácido cítrico 5% (m/v)	Correção de pH	q.s.p

Fonte: Autor (2021).

4.11 Curva de sal

Para obtenção dos pontos da curva de sal preparou-se 400 g da formulação de sabonete líquido. As etapas foram as seguintes. Inicialmente, adicionou-se 5 mL de solução de cloreto de sódio a 20% (m/v). Em seguida, homogeneizou-se o sistema com um agitador mecânico, Figura 27, a 1 rpm por 5 min. Depois, após descanso de 10 min, recolheu-se uma alíquota e mediu-se a viscosidade da formulação. Então, retornou-se a alíquota de volta ao sistema. Repetiu-se esse processo até que se observasse a “quebra” da viscosidade. O agitador mecânico teve sua rotação aumentada à medida que o sistema ganhava viscosidade.

Figura 27 - Preparo da formulação de sabonete líquido.

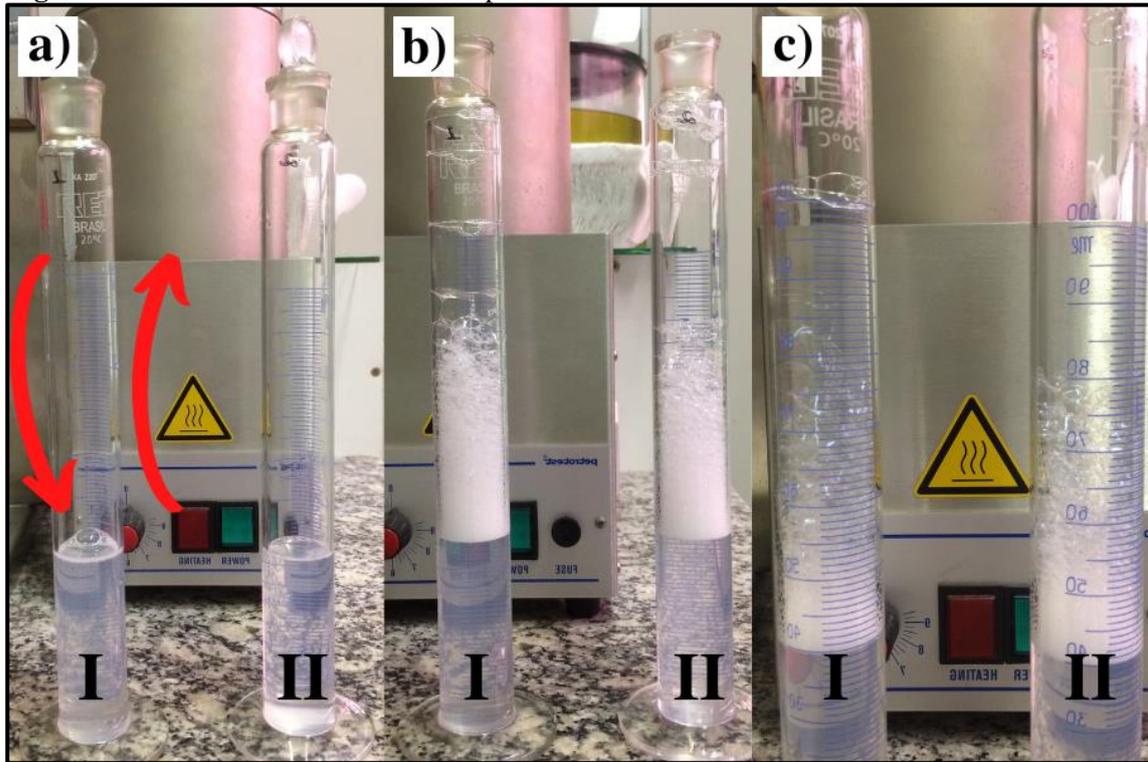


Fonte: Autor (2021).

4.12 Estabilidade da espuma

Analisou-se a formação e estabilidade da espuma segundo o método de Bartsch. Em uma proveta com tampa pesou-se 0,50 g de amostra e completou-se o volume com água destilada até 40 mL, depois agitou-se 5 vezes, movimentando a proveta em um ângulo de 180° até retornar à posição inicial, conforme Figura 28 a). Foi observado o volume inicial de espuma formado e monitorado sua redução com o passar do tempo, Figuras 28 b), início e c), após decorrido um longo tempo. Para uma melhor comparação, esse método foi aplicado, simultaneamente, para as amostras formuladas com a dietanolamida de ácido ricinoleico (I) e com a Amida 90 (II).

Figura 28 - Ensaio de estabilidade de espuma.

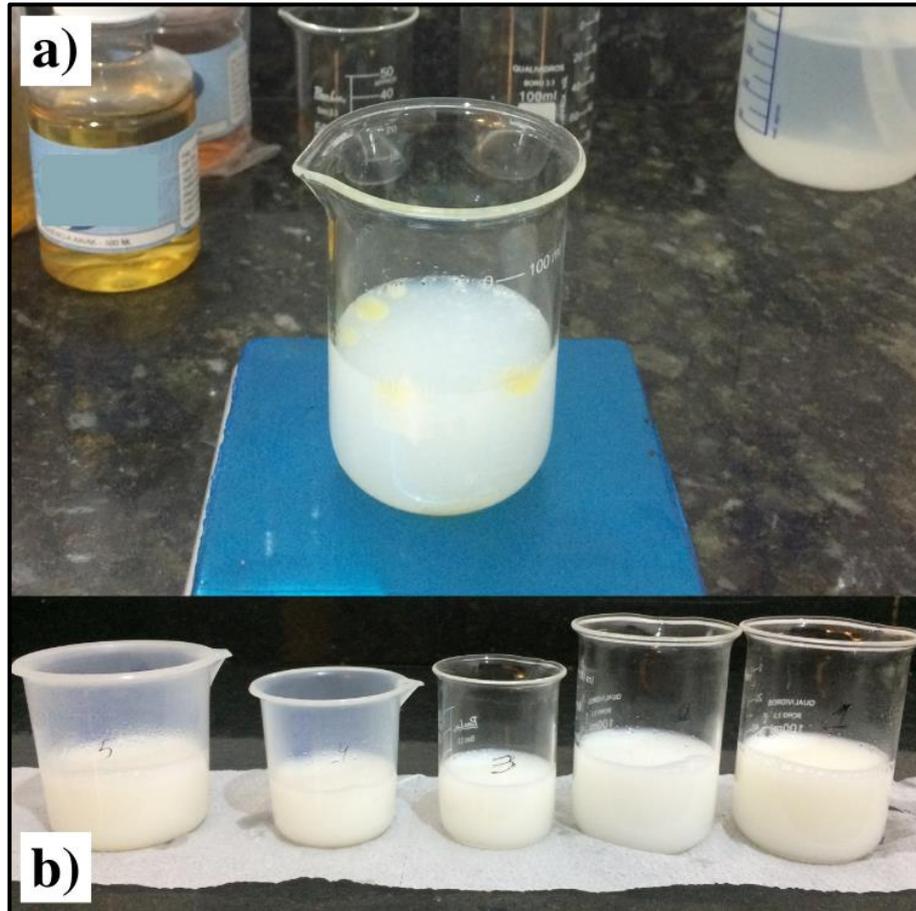


Fonte: Autor (2021).

4. 13 Solubilidade de essências

Em um Becker de 100 mL pesou-se 0,50 g de essência lipossolúvel, 1,00 g de dietanolamida de ácido ricinoleico e adicionou-se 48,50 g de água deionizada, Figura 29 a). Em seguida, agitou-se por 5 min até total dispersão. Realizou-se esse procedimento para cinco fragrâncias diferentes (lavanda, erva doce, talco, kaiak e baby). Deixou-se as amostras em repouso por 24 h, Figura 29 b) e verificou-se a estabilidade das emulsões formadas.

Figura 29 - Análises de estabilidade da emulsão para diferentes essências em sistema com dietanolamida de ácido ricinoleico.



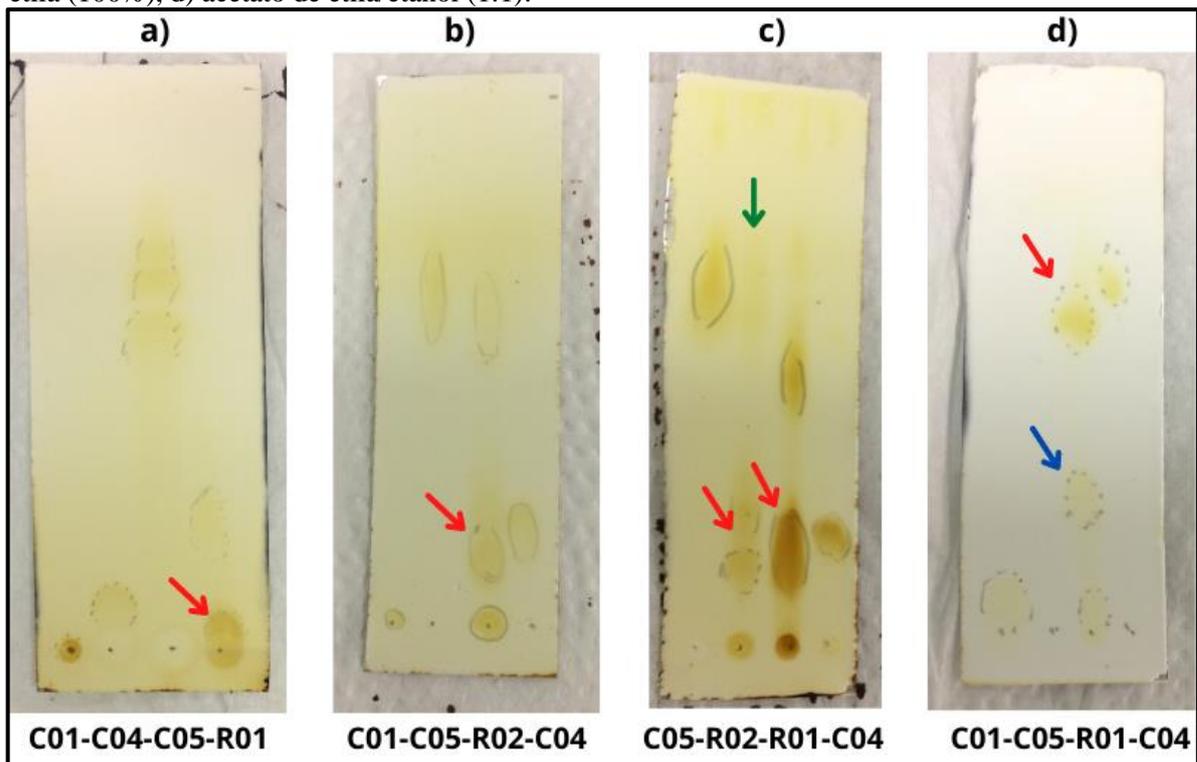
Fonte: Autor (2021).

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 Sínteses

Por meio das análises em CCD foi possível verificar a formação do produto dietanolamida de ácido ricinoleico. Na Figura 30 a) foram analisados os produtos da reação com o óleo de mamona (R01) juntamente com o reagente dietanolamina (C01) e ácido ricinoleico (C05) como padrões de referência, empregando eluição de acetato de etila/hexano (2:1). Pode-se observar a mancha relativa ao produto indicado pela seta vermelha. Como o tensoativo produzido apresenta uma estrutura muito similar à da Amida 90 (C04), ela foi utilizada como outra referência em todas as análises.

Figura 30 - Separação dos produtos das reações, a) acetato de etila/hexano (2:1), b) e c) acetato de etila (100%), d) acetato de etila/etanol (1:1).



Fonte: Autor (2021).

Da mesma forma, para a síntese partindo do ácido ricinoleico (R02), Figura 30 b), foi aplicado os produtos da reação juntamente com os reagentes, dietanolamina (C01) e ácido ricinoleico (C05), e Amida 90 (C04) como padrões de referência com acetato de etila (100%) como eluente. Também, pode-se observar a mancha relativa ao produto indicado pela seta vermelha.

Para garantir se tratar da mesma molécula obtida em ambas as reações, foi realizada uma CCD com os produtos das duas reações estudadas usando acetato de etila (100%) como eluente, Figura 30 c). Observa-se as manchas com deslocamentos idênticos indicados pelas setas vermelhas. Em (R02) o ácido ricinoleico está indicado pela seta verde.

Na Figura 30 d), realizou-se a CCD para (R01) usando acetato de etila/etanol (1:1). Observou-se a mancha relativa à glicerina que não aparecia nas análises anteriores. É possível ainda observar um leve deslocamento da dietanolamina (C01), já que, em eluentes menos polares não acontecia. O ácido ricinoleico aplicado (C05), bem como a mancha relativa ao óleo de mamona em (R01), não aparecem, pois, por serem os compostos menos polares, foram completamente arrastados pelo eluente.

O fator de retenção é uma característica específica de cada composto. É definido como a razão entre o deslocamento do composto e o deslocamento do eluente. Nas mesmas condições de eluição apresenta o mesmo valor, sendo um parâmetro utilizado para identificação de compostos orgânicos de forma qualitativa (COLLINS; BRAGA; BONETO, 1994). A Tabela 3 apresenta os fatores de retenção para as substâncias estudadas quando eluídas com acetato de etila.

Tabela 3 - Resultados para os fatores de retenção para as substâncias estudadas.

CÓDICO	SUBSTÂNCIA	VALOR
C01	Dietanolamina	0
C02	Óleo de Mamona	0,481
C03	Glicerina	0
C04	Amida 90	0,169
C05	Ácido Ricinoleico	0,610
C06	Dietanolamida de Ácido Ricinoleico	0,136

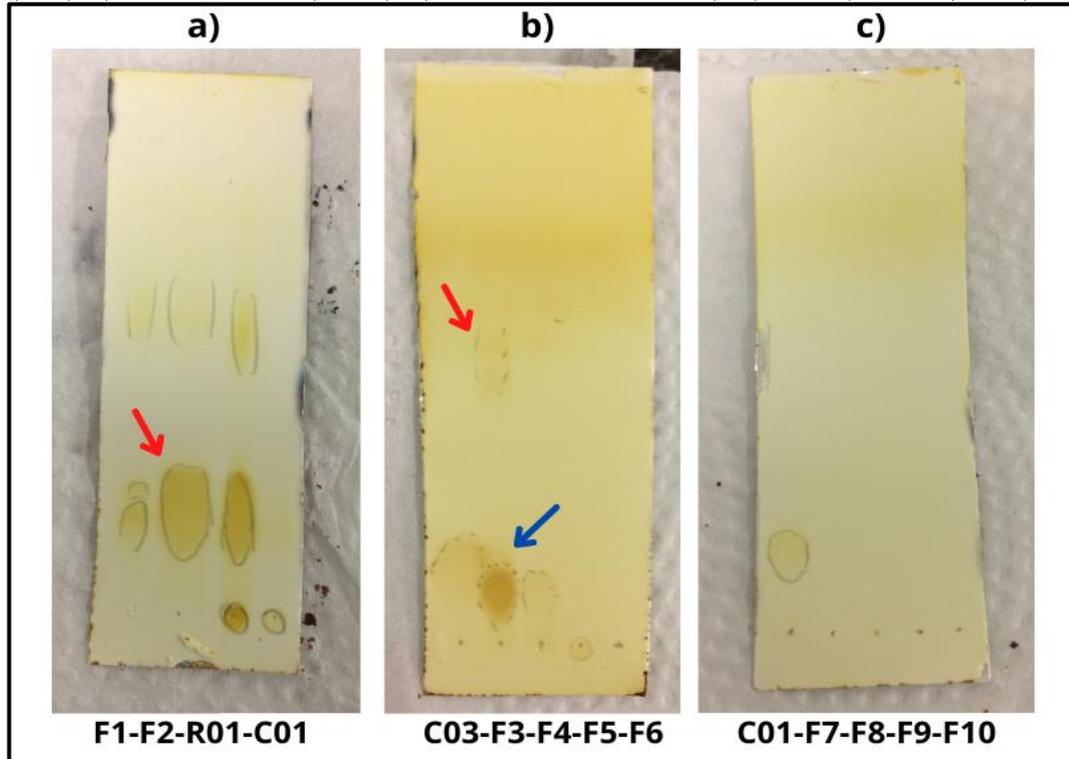
Fonte: Autor (2021).

5.2 Purificação e rendimento

A Figura 31 mostra os resultados de CCD para as frações obtidas da separação por coluna. Na placa a), foram analisadas as primeiras frações juntamente com os produtos da reação (R01) e a amina de partida (C01) em acetato de etila (100%). Na b), realizou-se a eluição com acetato de etila/etanol (1:1), comparando-se as manchas relativas à glicerina (C03). Em c),

foram analisadas as últimas frações corridas em etanol (100%) verificando a ausência de amina (C01), sinalizando o fim da separação cromatográfica.

Figura 31 - Resultados das análises em CCD para a purificação dos produtos da reação (R01), a) acetato de etila (100%), b) acetato de etila/etanol (1:1) e em c) etanol (100%).



Fonte: Autor (2021).

Na separação dos produtos da reação (R01) foi empregado um gradiente de eluição com o objetivo de ter uma coluna eficiente. Inicialmente, recolheu-se frações com o solvente menos polar (hexano) para remoção da maior parte do óleo de mamona. Observou-se a mancha relativa à dietanolamida de ácido ricinoleico já na fração (F1), porém em uma pequena quantidade, Figura 31 a). A partir daí, aumentou-se a força do eluente para começar a recolher a fração mais pura do produto de interesse em (F2) até um volume de 200 mL, obtendo-se o produto livre de amina, não reagida, e glicerina, subproduto da reação, mas com resquícios de óleo de mamona. Depois, passou-se a recolher a fração (F3), Figura 31 b), que já apresentava quantidades significativas de glicerina indicada pela seta azul. Por fim, utilizou-se os solventes mais polares (acetato de etila e etanol) para recolher os compostos ainda retidos na coluna. A Tabela 4 mostra o resumo do processo de separação em coluna.

Tabela 4 - Resumo para o processo de separação em coluna cromatográfica.

Fração	Eluente	Fração do eluente	Volume coletado (mL)	Manchas observadas em CCD	Massa (g)
F0	Hexano	100%	75	C02	0,11
F1	Hexano	100%	50	C02+C06	0,17
F2	Hexano/Acetato de Etila	50%	200	C02+C06	1,99
F3	Hexano/Acetato de Etila	50%	100	C06+C03	0,23
F4	Acetato de Etila	100%	50	C03+C01	0,14
F5	Acetato de Etila	100%	50	C01	0,11
F6	Etanol	100%	50	Ausente	0
F7	Etanol	100%	50	Ausente	0
F8	Etanol	100%	50	Ausente	0

Fonte: Autor (2021).

As análises das frações da coluna permitem observar uma boa separação da dietanolamida de ácido ricinoleico. Logo, para o cálculo do rendimento considerou-se a massa da fração mais pura (F02) resultando em aproximadamente 72%.

5.3 Conversão do ácido ricinoleico

As Tabelas 5 e 6 apresentam os resultados para as titulações e índice de acidez (IA) para o ácido ricinoleico de partida e para os produtos da reação (R02).

Tabela 5 - Resultados do índice de acidez para o ácido ricinoleico.

AMOSTRA	m (g)	V _b (mL)	V (mL)	IA (mg KOH/g)
1	0,5065	0,1	15,8	151,96
2	0,5135	0,1	15,5	146,51
3	0,5082	0,1	15,4	147,48
média	0,5101	0,1	15,6	148,65

Fonte: Autor (2021).

Os volumes gastos nas amostras da síntese (R02), Tabela 6, foram menores que aqueles gastos nas amostras de ácido ricinoleico de partida, indicando uma conversão elevada. Já os volumes obtidos para o branco (V_b) foram iguais para todas as amostras.

Tabela 6 - Resultados do índice de acidez para os produtos da reação (R02).

AMOSTRA	m (g)	V _b (mL)	V (mL)	IA (mg KOH/g)
1	0,5073	0,1	2,3	21,26
2	0,5037	0,1	2,3	21,41
3	0,5051	0,1	2,4	22,32
média	0,5054	0,1	2,3	21,67

Fonte: Autor (2021).

Levando-se em conta os valores médios, considerando as proporções e extrapolando para a massa total de reação de 125,26 g, temos que o valor da massa de ácido ricinoleico remanescente foi de 18,26 g, aproximadamente. Dessa forma, aplicando-se a Equação 2, concluiu-se que a conversão X do ácido foi de 79,6%. Esse resultado foi um pouco superior ao obtido por Cai *et al.* (2019), nas mesmas condições.

5.4 Caracterização química por espectroscopia no infravermelho (FTIR)

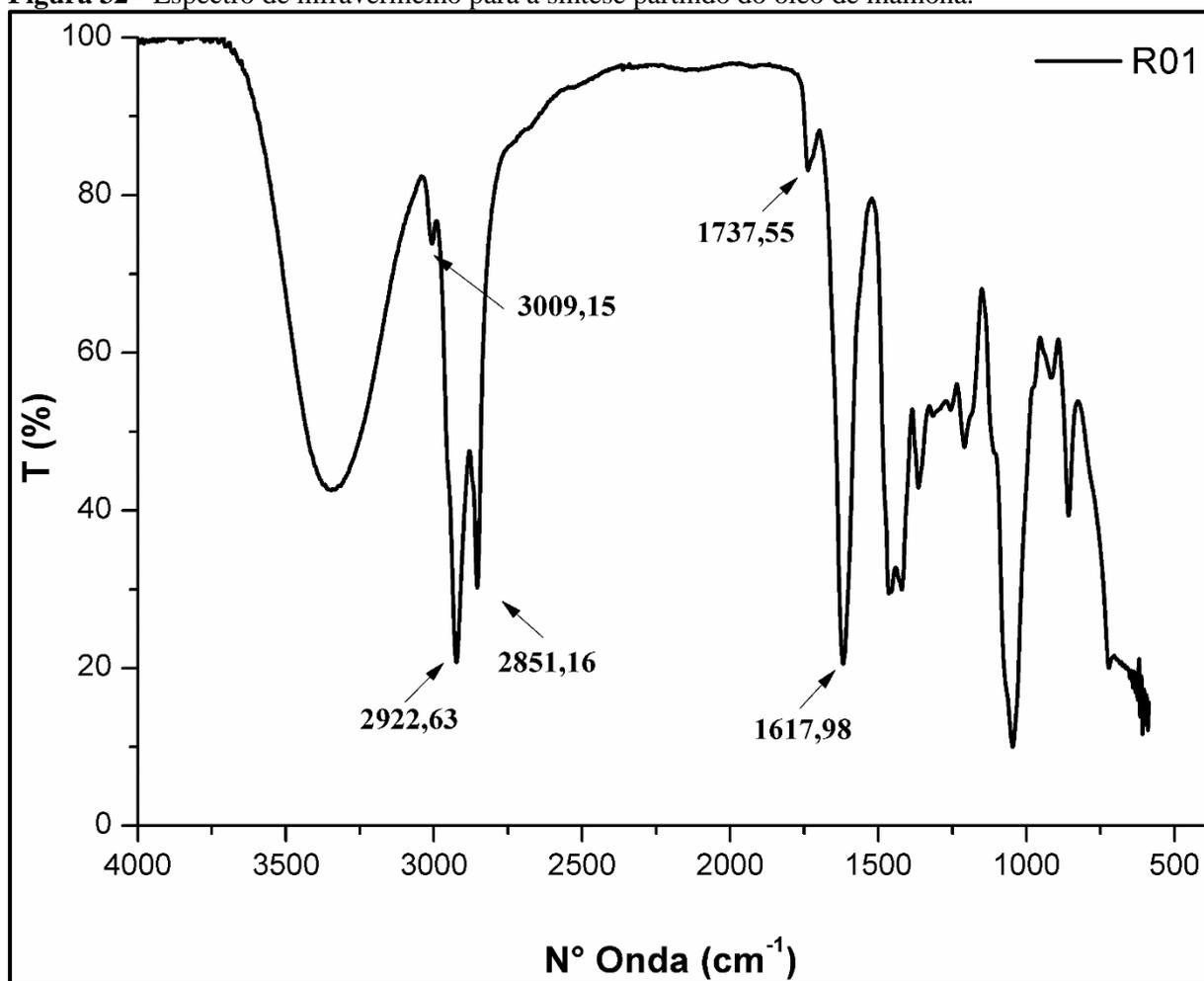
Por meio da caracterização química usando espectroscopia no infravermelho foi possível a confirmação da obtenção da dietanolamida de ácido ricinoleico, uma vez que a carbonila de amida apresenta uma banda de absorção relativa ao estiramento da ligação (C=O) bem característica. Sendo facilmente diferenciada das bandas de estiramento da carbonila de outros grupos funcionais, pois apresenta o menor valor de número de onda devido a possibilidade de ressonância com o par de elétrons livre do nitrogênio, como mostra a Tabela 7 (SILVERSTEIN; WEBSTER; KIEMLE, 2006).

Tabela 7 - Bandas de absorção em FTIR do estiramento da ligação (C=O) para várias funções orgânicas.

FUNÇÃO	BANDA (cm⁻¹)
ALDEÍDO	1740-1720
CETONA	1725-1705
ÁCIDO CARBOXÍLICO	1780-1710
ÉSTER	1750-1730
AMIDA	1680-1630
ANIDRIDO	1810-1760
CLORETO DE ÁCIDO	1800

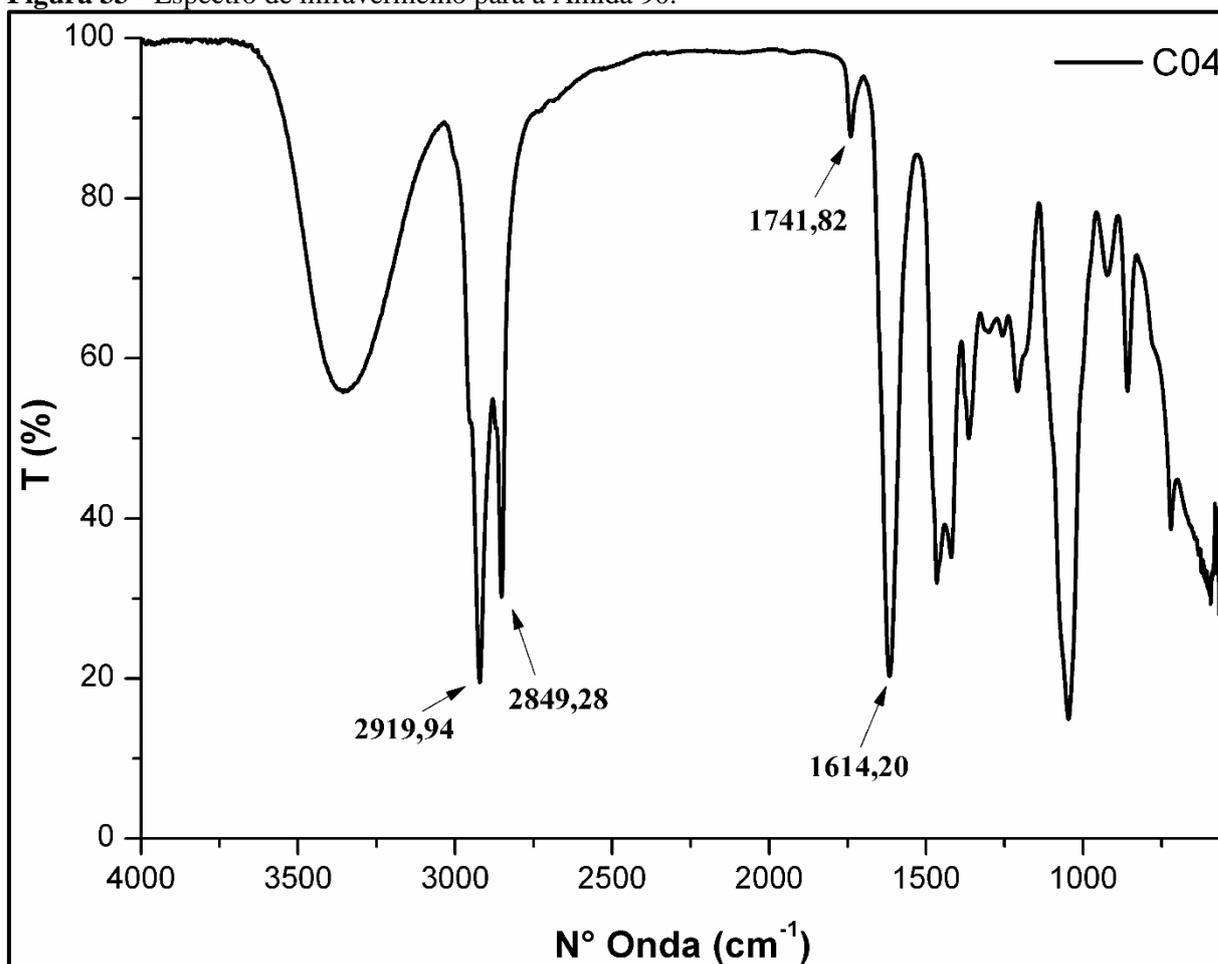
Fonte: Adaptado de SOLOMONS (2012) e PAIVA *et al.* (2016).

A Figura 32 apresenta o espectro de infravermelho para os produtos partindo do óleo de mamona (R01). Verificou-se o aparecimento da banda em 1617,98 cm⁻¹ relativa ao estiramento da ligação (C=O) da carbonila de amida. Além disso, foi observado a presença da banda de carbonila de éster em 1737,55 cm⁻¹ já esperada, uma vez que esta função está presente na molécula de ricinoleína que foi o material de partida. As demais bandas em, 2851,16 cm⁻¹, 2922,63 cm⁻¹, referem-se às ligações (C-H) sp³ da cadeia graxa e a em 3009,15 cm⁻¹ é relativa às ligações (C-H) sp² da dupla ligação na cadeia graxa. A banda larga em 3650 a 3100 cm⁻¹ é a característica de ligações (O-H) e presença de ligações de hidrogênio na molécula.

Figura 32 - Espectro de infravermelho para a síntese partindo do óleo de mamona.

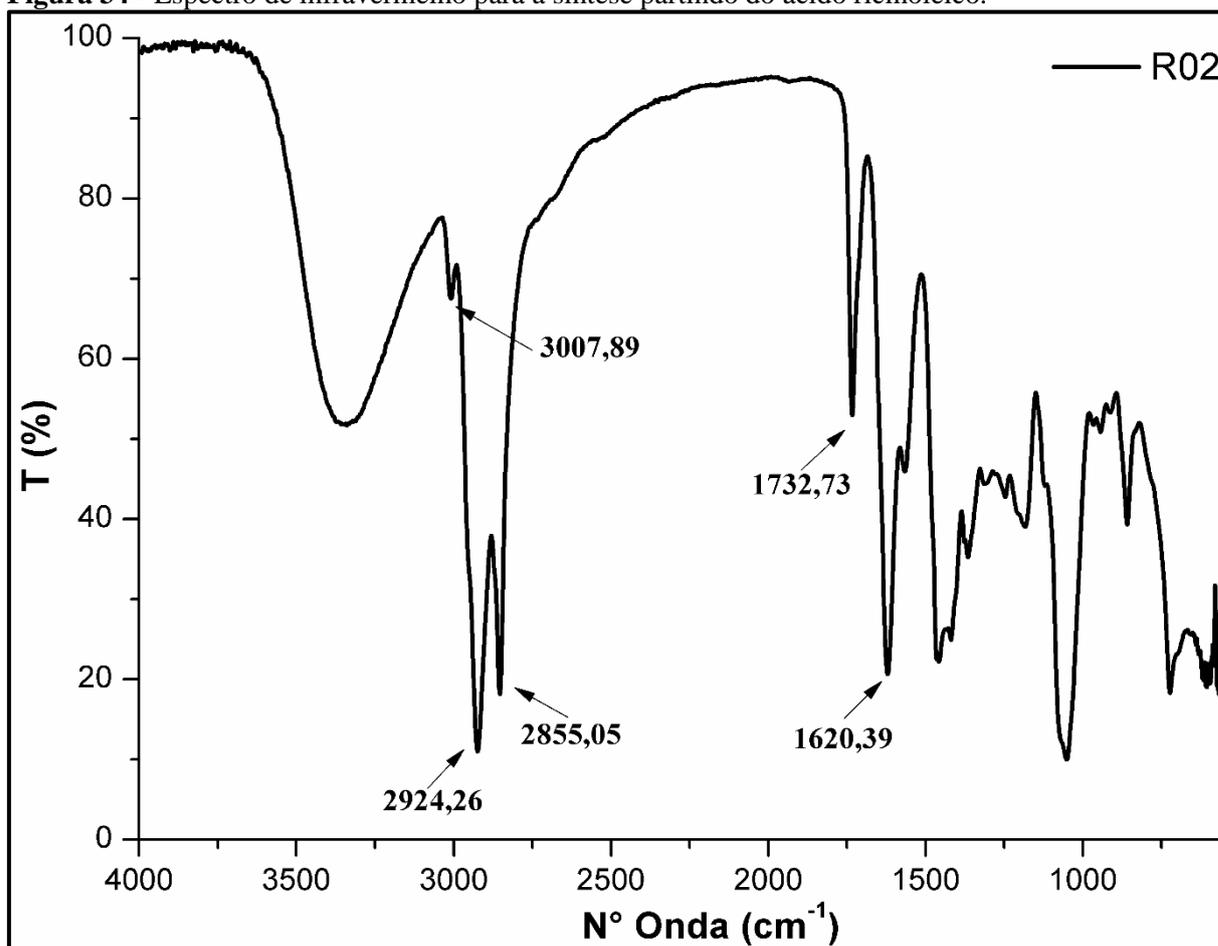
Fonte: Autor (2021).

O sinal para a amida ocorreu em um número de onda menor do que o esperado, provavelmente devido às ligações de hidrogênios possíveis de ocorrerem entre a carbonila da amida e a função álcool de outra molécula do tensoativo. O mesmo ocorre no espectro da Amida 90, Figura 33, que apresentou a banda de estiramento da carbonila em 1614,20 cm⁻¹. Além disso, Lee *et al.* (2007) obteve uma banda em 1622,40 cm⁻¹ no espectro da dietanolamida produzida a partir do óleo de palma.

Figura 33 - Espectro de infravermelho para a Amida 90.

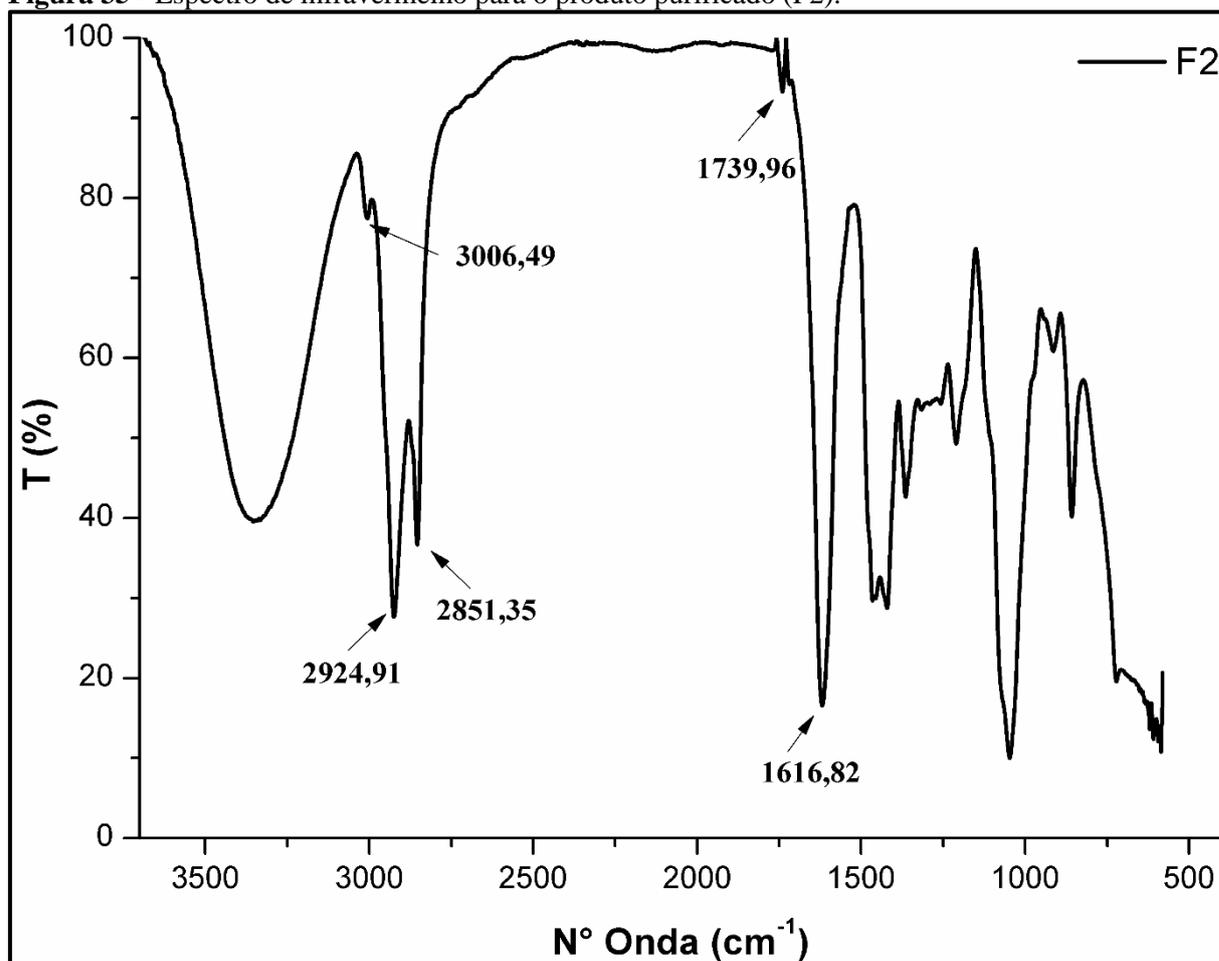
Fonte: Autor (2021).

A Figura 34 apresenta o espectro de infravermelho para os produtos partindo do ácido ricinoleico (R02). Verificou-se o aparecimento da banda em 1620,39 cm⁻¹ da carbonila de amida. Foi observada, também, a presença da banda de carbonila de ácido carboxílico em 1732,73 cm⁻¹ relativo ao material de partida. As bandas em, 2855,05 cm⁻¹, 2924,62 cm⁻¹, referem-se, da mesma forma, às ligações (C-H) sp³ da cadeia graxa e, em 3007,89 cm⁻¹, às ligações (C-H) sp² da dupla ligação na cadeia.

Figura 34 - Espectro de infravermelho para a síntese partindo do ácido ricinoleico.

Fonte: Autor (2021).

Obteve-se o espectro para o produto purificado em coluna mostrado na Figura 35, observando-se o aparecimento da banda em 1616,82 cm⁻¹ da carbonila de amida e ainda a presença da banda de carbonila de éster em 1739,96 cm⁻¹ originária do óleo de mamona, porém, dessa vez, em quantidade ínfima. Percebe-se as bandas das ligações (C-H) sp³ da cadeia graxa em, 2851,35 cm⁻¹ e 2924,91 cm⁻¹, e (C-H) sp² da dupla ligação em 3006,49 cm⁻¹.

Figura 35 - Espectro de infravermelho para o produto purificado (F2).

Fonte: Autor (2021).

A Tabela 8 mostra um resumo das principais bandas características observadas, bem como as respectivas transmitâncias (T), nos espectros de infravermelho para as matérias primas utilizadas nas sínteses. Os espectros de FTIR estão apresentados no apêndice A. Algumas dessas bandas foram possíveis de serem observadas nos produtos, outras tiveram seus sinais sobrepostos a outros advindo dos produtos.

Tabela 8 - Resultados de FTIR para os compostos de partida.

AMOSTRA	DESCRIÇÃO	LIGAÇÃO	FUNÇÃO	T (%)	BANDA (cm ⁻¹)
C01	Dietanolamina	O-H	ÁLCOOL	50,00	3650 - 3100
C02	Óleo de Mamona	C=O	ÉSTER	10,00	1742,85
C02	Óleo de Mamona	C-H (sp ³)	ALCANO	12,66	2925,04
C02	Óleo de Mamona	C-H (sp ³)	ALCANO	22,02	2854,28
C02	Óleo de Mamona	C-H (sp ²)	ALCENO	78,65	3005,09
C02	Óleo de Mamona	C=C	ALCENO	88,86	1653,66
C05	Ácido Ricinoleico	C=O	ÁCIDO	10,10	1708,62
C05	Ácido Ricinoleico	C-H (sp ³)	ALCANO	21,44	2855,96
C05	Ácido Ricinoleico	C-H (sp ³)	ALCANO	12,33	2924,47
C05	Ácido Ricinoleico	C-H (sp ²)	ALCENO	65,21	3011,54

Fonte: Autor (2021).

5.5 Caracterização físico-química do produto

A Tabela 9 mostra alguns resultados de caracterização físico-química do produto. Os valores de densidade e viscosidade, realizados em triplicata, foram obtidos para 25 °C. O produto apresentou uma viscosidade superior à da Amida 90 sendo um bom resultado podendo contribuir para a reologia de formulações cosméticas. O fator de retenção poderá ser usado como um parâmetro qualitativo em trabalhos futuros realizados com essa molécula.

Tabela 9 - Resultados para caracterização físico-química do produto.

PROPRIEDADE	VALOR	UNIDADE
Viscosidade (25 °C)	1281,6	cP
Densidade (25 °C)	1,0148	g/cm ³
Ponto de névoa	55,3 ±0,5	°C
Fator de retenção (acetato de etila)	0,136	-

Fonte: Autor (2021).

O ponto de névoa, realizado em duplicata, resultou em um valor aceitável, uma vez que esse parâmetro se encontra em torno de 50 a 70 °C para tensoativos não iônicos na presença

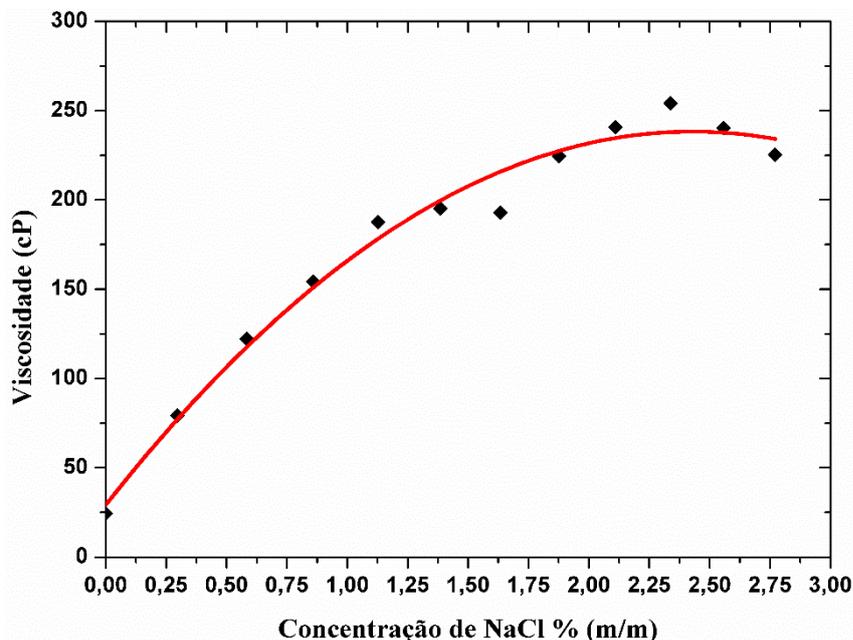
de diferentes eletrólitos (SILVIA, 2019). Logo, poderá ser empregado em formulações e distribuído acondicionado em ambientes cuja temperatura não ultrapasse esse valor.

É possível ainda a determinação dessa propriedade de forma mais exata por meio de técnicas avançadas. Lima e Oliveira (2010) determinaram o ponto de névoa em tensoativos não iônicos usando espectroscopia de impedância elétrica em amostras com diferentes concentrações de eletrólitos.

5.6 Viscosidade da formulação de sabonete líquido

A amostra de sabonete líquido formulada com a dietanolamida de ácido ricinoleico e espessada com cloreto de sódio apresentou um valor máximo de viscosidade de 254,09 cP em 2,34% (m/m), conforme Figura 36, que mostra o perfil esperado. Entretanto, o valor máximo de viscosidade foi muito inferior quando comparado às formulações contendo Amida 90 na mesma concentração. Provavelmente, devido às impurezas presentes, como as sobras dos reagentes e catalisador, que influenciaram na estabilidade da fórmula, proporcionando uma “quebra” precoce da viscosidade. Percebeu-se, ainda que, a formulação contendo os produtos obtidos da reação com o ácido ricinoleico apresentou o pior desempenho quando comparado ao formulado com os produtos obtidos da reação com o óleo de mamona. No mercado estão disponíveis produtos com diversos valores de viscosidades a partir de 4000 cP.

Figura 36 - Curva de sal para uma formulação de sabonete líquido contendo dietanolamida de ácido ricinoleico.

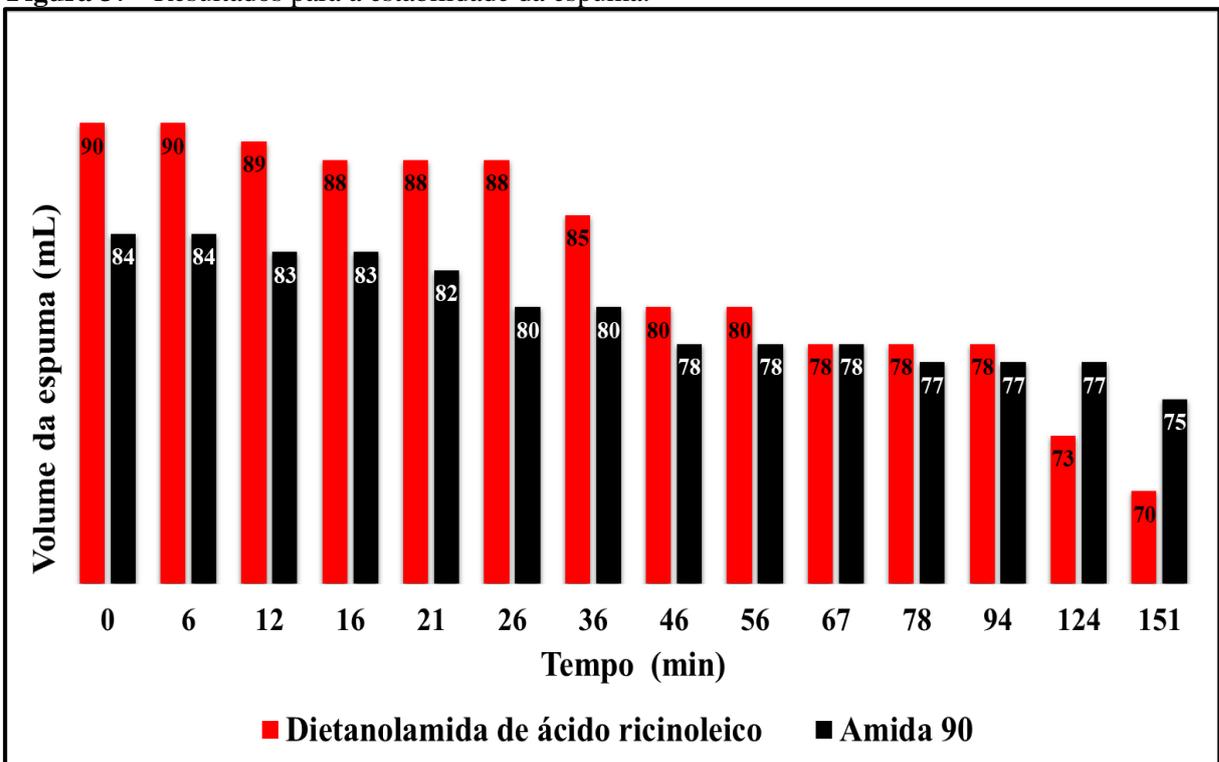


Fonte: Autor (2021).

5.7 Estabilidade da espuma

O ensaio de estabilidade da espuma apresentou um resultado satisfatório mesmo o tensoativo não estando puro. A partir dos resultados apresentados na Figura 37, observou-se um volume de espuma maior e mais estável no começo do ensaio para a formulação com dietanolamida de ácido ricinoleico, porém no final a espuma da formulação contendo Amida 90 se mostrou mais persistente. Essas observações corroboram com a teoria apresentada por Venturelli (2008) onde uma espuma mais estável é devido ao retardamento da velocidade de drenagem causado pela presença de uma substância mais viscosa.

Figura 37 - Resultados para a estabilidade da espuma.



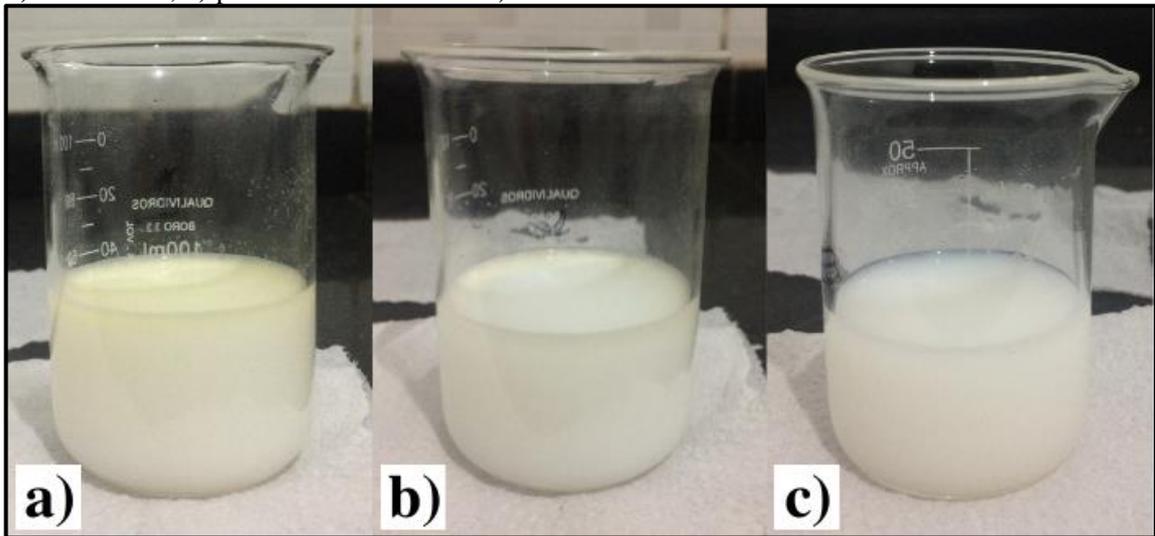
Fonte: Autor (2021).

5.8 Solubilidade de essências

Para a verificação da estabilidade da emulsão analisou-se sistemas contendo dietanolamina de ácido ricinoleico na concentração de 2% e 1% de essências puras dispersas em água deionizada. Foi observado, no período analisado, que as amostras contendo a essência de lavanda e erva doce apresentaram instabilidade. O sistema contendo a essência de lavanda, Figura 38 a), ocorreu separação das fases aquosa e oleosa logo nas primeiras horas do teste. Já para o sistema com a essência de erva doce, Figura 38 b), observou-se a separação após

decorrido um longo tempo. As demais amostras apresentaram-se estáveis no período analisado, já que não houve separação de fase perceptíveis por esse método, representadas pela Figura 38 c). Esse comportamento é decorrente da composição de cada tipo de essência.

Figura 38 - Estabilidade das emulsões em sistemas contendo dietanolamida de ácido ricinoleico, a) não estável, b) parcialmente estável e c) estável.



Fonte: Autor (2021).

6 CONCLUSÃO

Os processos estudados foram eficientes para a obtenção de dietanolamida de ácido ricinoleico. Por meio das análises em CCD juntamente com os espectros de infravermelho foi possível a confirmação da obtenção da molécula. O fator de retenção, no valor de 0,136 (acetato de etila) poderá ser usado como um parâmetro qualitativo em trabalhos futuros realizados com esse produto.

Os resultados foram aceitáveis em condições reacionais similares e corroboraram com os apresentados na literatura, atingindo um rendimento de 72% e uma conversão de 79,6%, para a reação com o óleo e para a reação com o ácido, respectivamente. Dessa forma, ambos os processos se mostram viáveis para a indústria, sendo a investigação acerca do processo de extração líquido-líquido uma possibilidade de trabalho futuro. Entretanto, esta etapa necessitaria de uma elevada eficiência na remoção do ácido ricinoleico remanescente, pois percebeu-se que este interferiu na formulação cosmética estudada.

A dietanolamida produzida não apresentou efeito de espessamento significativo quando comparado à Amida 90 nas mesmas condições de concentração. Provavelmente, as impurezas presentes influenciaram na estabilidade da fórmula, proporcionando uma “quebra” precoce da viscosidade. Faz-se necessário, em trabalhos futuros, a realização deste ensaio usando o produto purificado em concentração de, pelo menos, 90%.

Em relação ao ensaio de estabilidade da espuma, o tensoativo produzido apresentou uma performance satisfatória, mesmo não estando puro. Formando uma espuma mais estável no início, porém, menor, após decorrido um longo tempo, quando comparada aquela produzida pela Amida 90.

A dietanolamida de ácido ricinoleico foi capaz de solubilizar e produzir emulsões estáveis com três das cinco essências testadas. Em vista disso, é pertinente uma investigação futura em formulações de emulsões cosméticas, além de pesquisas acerca de sua compatibilidade cutânea.

SUJESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Seguem algumas sugestões para trabalhos futuros.

- Estudar um processo de separação por extração líquido-líquido em um sistema ternário;
- Desenvolver um método analítico instrumental para a quantificação de dietanolamida de ácido ricinoleico;
- Obtenção de dados cinéticos para as reações estudadas;
- Investigação de outras rotas sintéticas, avaliando outros tipos de catalizadores;
- Simulação de um processo industrial, levando-se em conta os dados cinéticos e de extração. Além de uma avaliação econômica da planta;
- Verificação do poder de espessamento usando o produto purificado em concentração de, pelo menos, 90%;
- Estudar a estabilidade da formulação de sabonete líquido contendo dietanolamida de ácido ricinoleico, de acordo com normas da ANVISA;
- Avaliar o produto em sistemas de emulsões cosméticas não iônicas e estudo de estabilidade;
- Estudar acerca da compatibilidade cutânea do produto.

REFERÊNCIAS

- ALAM, M. *et al.* Newly Developed Urethane Modified Polyetheramide-based Anticorrosive Coatings from a Sustainable Resource. **Progress in Organic Coatings**, New Delhi, v. 50, n. 4, pg. 224-230, 2004.
- ALMEIDA, C G. **Preparação de Amidas Graxas Derivadas do Óleo de Maracujá Utilizando Diferentes Métodos Catalíticos**. 2014. Tese (Doutorado em Química) - Faculdade de Química, Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, 2014.
- AMIRALIAN, L.; FERNANDES. C. R. Fundamentos da Cosmetologia Shampoos. **Cosmetics & Toiletries**, Osasco, v. 20, n. 2, pg. 106-110, 2009. DOI: 10.2310/6620.2008.08041. Disponível em: https://cosmeticsonline.com.br/ct/painel/class/artigos/uploads/c2ff1-CT301_Integra.pdf. Acesso em: 23 jan 2021.
- ANASTOPOULOS, G. *et al.* Investigation of the Effectiveness of Monoethanolamides as Low Sulfur Marine Fuel Lubricity Additives. **Materials Today: Proceedings**, Atenas, v. 5, n. 4, pg. 27563-27571, 2018. DOI: 10.1016/j.matpr.2018.09.076. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214785318322764>. Acesso em: 5 jan. 2021.
- BARATA, E. A. F. **Cosméticos Arte e Ciência**. 1. ed. Lisboa: Lidel, 2002.
- BARROS, C. Como Usar o Lauril Éter Sulfato de Sódio em Diferentes Concentrações, **Cleber Barros**, 2021. Disponível em: <https://www.cleberbarros.com.br/lauril-eter-sulfato-de-sodio/>. Acesso em: 3 fev. 2021.
- BOAVENTURA, G. Cetareth-20, **Cosmética em foco**, 2020. Disponível em: <https://cosmeticaemfoco.com.br/materias-primas/cetareth-20/>. Acesso em: 5 mar. 2021.
- BIRD, R. B.; STEWART, W. E.; LIGHTFOOT, E. N. **Fenômenos de transporte**. 2. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2004.
- BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução da Diretoria colegiada. RDC N° 7, de 10 de fevereiro de 2015, Definições e Classificações de Produtos de Higiene Pessoal, Cosméticos e Perfumes Conforme Anexo I e II. **Diário Oficial da União**, Brasília, DF, 11 de fevereiro de 2015. Disponível em: <http://antigo.anvisa.gov.br/legislacao#/visualizar/29327>. Acesso em: 3 fev. 2021.
- BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Guia de Controle de Qualidade de Produtos Cosméticos**. Brasília: Editora Anvisa, 2008. Disponível em: <https://www.gov.br/anvisa/pt-br/centraisdeconteudo/publicacoes/cosmeticos/manuais-e-guias/guia-de-controle-de-qualidade-de-produtos-cosmeticos.pdf/view>. Acesso em: 5 fev. 2021.
- BRUICE, P. Y. **Química Orgânica**. 4. ed. São Paulo: Pearson, 2006.

CAI, H. *et al.* Preparation and Activities of Coconut Acid Diethanolamide. **Springer Series in Geomechanics and Geoen지니어ing**, Beijing, v. 1, pg. 1010-1016, 2019. DOI: 10.1007/978-981-10-7560-5_92. Disponível em: https://link.springer.com/chapter/10.1007/978-981-10-7560-5_92. Acesso em: 14 dez 2020.

COLLINS, C. H.; BRAGA, G. L.; BONETO, O. S. **Introdução a Métodos Cromatográficos**. 7. ed. São Paulo: Editora da UNICAMP, 1997.

CORNWELL, P. A Review of Shampoo Surfactant Technology: Consumer Benefits, Raw Materials and Recent Developments. **International Journal of Cosmetic Science**, Princeton, v. 40, n. 1, pg. 16-30, 2018. DOI: 10.1111/ics.12439. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.1111/ics.12439>. Acesso em: 9 dez. 2020.

CORRÊA, M. A. **Cosmetologia Ciência e Técnica**. 1. ed. São Paulo: Medfarma, 2012.

D'OCA, C. R. M. **Síntese de Novas Amidas Graxas: Estudo da Influência da Variação Estrutural na Atividade Antituberculose**. 2010. Dissertação (Mestrado em Química Tecnológica e Ambiental) - Faculdade de Química Tecnológica e Ambiental, Universidade do Rio Grande, Rio Grande, 2010.

DALTIN, D. **Tensoativos Química, Propriedade e Aplicações**. 1. ed. São Paulo: Blucher, 2011.

DENKOV, N. D. Mechanisms of Foam Destruction by Oil-Based Antifoams. **Journal Languimuir**, v. 20, pg. 9463-9505, 2004. DOI: 10.1021/la049676o. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/la049676o>. Acesso em: 13 jan. 2021.

EMBRAPA. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. **Ministério da Agricultura, Pecuária e abastecimento**. Brasília, 2021. Disponível em: <https://www.embrapa.br/busca-de-projetos/-/projeto/209589/desenvolvimento-do-sistema-de-producao-de-mamona>. Acesso em: 2 mar. 2021.

FARIA, A. B. *et al.* Desenvolvimento e avaliação de produtos cosméticos para a higiene capilar contendo tensoativos "não-sulfatados". **Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada**, São Paulo, v. 33, n. 4, pg. 521-527, 2012.

FIUME, M. M. *et al.* Safety Assessment of Diethanolamides as Used in Cosmetics. **International Journal of Toxicology**, Washington, v. 32, p. 36S-58S, 2013. DOI: 10.1177/1091581813486300. Disponível em: <https://journals.sagepub.com/doi/full/10.1177/1091581813486300>. Acesso em: 13 dez. 2020.

GUEDES, J. M. **Análise da Eficácia e Estabilidade de Xampus Contendo Pantenol e Vitamina A Utilizados Para o Crescimento dos Fios Capilares**. 2017. Monografia (Farmácia)-Faculdade de Farmácia, Universidade Federal de Campina Grande, Cuité, 2017.

HOLMBERG, K. *et al.* **Surfactants and Polymers in Aqueous Solutions**. 2. ed. Göteborg: John Wiley & Sons, 2002.

LEE, C. S. *et al.* Synthesis of Palm Oil-Based Diethanolamides. **JAACS, Journal of the American Oil Chemists' Society**, Kuala Lumpur, v. 84, p. 945-952, 2007. DOI: 10.1007/s11746-007-1123-8. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007%2Fs11746-007-1123-8#citeas>. Acesso em: 20 nov. 2020.

LEONARDI, G. R. 2008. **Cosmetologia Aplicada**. 2. ed. São Paulo: Medfarma, 2008.

LIMA, S. V.; OLIVEIRA, H. P. Determinação do Ponto de Névoa em Surfactantes Não Iônicos por Espectroscopia de Impedância. **Química Nova**, São Paulo, v. 33, n. 9, pg. 1928-1932, 2010. DOI: 10.1590/S0100-40422010000900020. Disponível em: https://www.scielo.br/scielo.php?pid=S0100-40422010000900020&script=sci_arttext. Acesso em: 17 fev. 2021.

LOPES, C. R. **Síntese de Amidas Graxas: Uma nova Família de Lipídios Biologicamente Ativos**. 2009. Dissertação (Mestrado em Química) - Faculdade de Química Tecnológica e Ambiental, Universidade Federal de Rio Grande, Rio Grande, 2009.

MADUREIRA, B. C.; NETO, C. A. R. R.; MACHADO, A. C. H. R. Shampoos e Condicionadores. **Cosmetics & Toiletries**, São Paulo, v. 26, pg. 38-43, 2014.

MONTES, M. G. **Síntese de Novas Benzilamidas Graxas: estudo da influência da variação estrutural na atividade antituberculose**. 2010. Dissertação (Mestrado em Química Tecnológica e Ambiental) - Faculdade de Química Tecnológica e Ambiental, Universidade Federal do Rio Grande, Rio Grande, 2010.

MORSELLI, L. N. S. **Estudo de Pré-formulação e Desenvolvimento de Cosméticos - Dimora Del Sole**. 2014. Monografia (Farmácia-Bioquímica) - Faculdade de Farmácia Bioquímica, Universidade Estadual Paulista, Araraquara, 2014.

MOURA, E. C. M. **Avaliação do Potencial Anticorrosivo de Tiossemicarbazonas Solubilizadas em Sistemas Microemulsionados**. 2009. Dissertação (Mestrado em Química) - Faculdade de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2009.

OCHOA, D. H. **Otimização das Características Funcionais de Produtos Saneantes Através de Planejamento de Experimentos**. 2014. Dissertação (mestrado em Química Analítica) - Instituto de Química, Universidade de Brasília, Brasília, 2014.

PAIVA, D. L. *et al.* **Introdução à Espectroscopia**. 4. ed. São Paulo: Cengage Learning, 2016.

PAULA, C. C. **Estudos de Pré-formulação e Desenvolvimento de Cosméticos-linha FloraBrasil**. 2017. Monografia (Farmácia-Bioquímica) - Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Araraquara, Universidade Estadual Paulista, Araraquara, 2017.

PEDRO, R. Propriedades dos Tensoativo: Reologia, **Cosmetic Inovattion**, 2017. Disponível em: <https://www.cosmeticinnovation.com/propriedades-dos-tensoativos-reologia/>. Acessado em: 15 jan. 2021.

REBELLO, T. **Guia de Produtos Cosméticos**. 12. ed. São Paulo: Senac, 2017.

RIZZATTI, I. M.; ZANETTE, D. R. Determinação Potenciométrica da Concentração Micelar Crítica de Surfactantes: Uma Nova Aplicação Metodológica no Ensino de Química. **Química nova**, Florianópolis, v. 32, n. 2, pg. 518-512, 2009. DOI: 10.1590/S0100-40422009000200041. Disponível em: https://www.scielo.br/scielo.php?pid=S0100-40422009000200041&script=sci_arttext. Acesso em: 3 jan. 2021.

RUSANOV, A. I. The Wonderful World of Micelles. **Colloid Journal**, v. 76, n. 2, p 121-126, 2014. DOI: 10.1134/S1061933X14020070. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1134/S1061933X14020070>. Acesso em: 2 jan. 2021.

SANTOS, R. D. **Estudo do Processo Produtivo e Análise de Qualidade do Xampu Fortalecedor na Indústria de Cosméticos Salutaris LTDA**. 2018. Monografia (Engenharia Química) - Faculdade de Engenharia Química, UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO SEMI-ÁRIDO, Mossoró, 2018.

SCHNEIDER, R. C. S. **Extração, Caracterização e Transformação do Óleo de Rícino**. 2003. Tese (Doutorado em Química) - Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2003.

SILVA, J. H. **Estudo da Captura de Óleo em uma Coluna de Flotação Utilizada para o Tratamento de Água Produzida**. 2007. Monografia (Engenharia Química) - Faculdade de Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2007.

SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F.; KIEMLE, D. **Identificação Espectrométrica de Compostos Orgânicos**. 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2006.

SILVIA, L. G. M.; ARAÚJO, A. A. L. **Influência de Sais no Ponto de Névoa do Tensoativo Não Iônico**. 2019. Monografia (Bacharelado em Ciências e Tecnologia) - Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal Rural do Semi-Árido, Mossoró, 2019.

SOLOMONS, T. W. G.; FRYHLE, C. B. **Química Orgânica**. 10. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012.

SUHENDRA, D.; GUNAWAN, E. R.; KUSUMAWATI, L. Synthesis of Fatty Diethanolamide From Calophyllum inophyllum L. Kernel Oil Via Enzymatic Reaction. **Rasayan Journal of Chemistry**, West Nusa Tenggara, v. 12, pg. 765-772, 2019. DOI: 10.31788/RJC.2019.1225147. Disponível em: https://rasayanjournal.co.in/admin/php/upload/643_pdf.pdf. Acesso em: 17 dez. 2020.

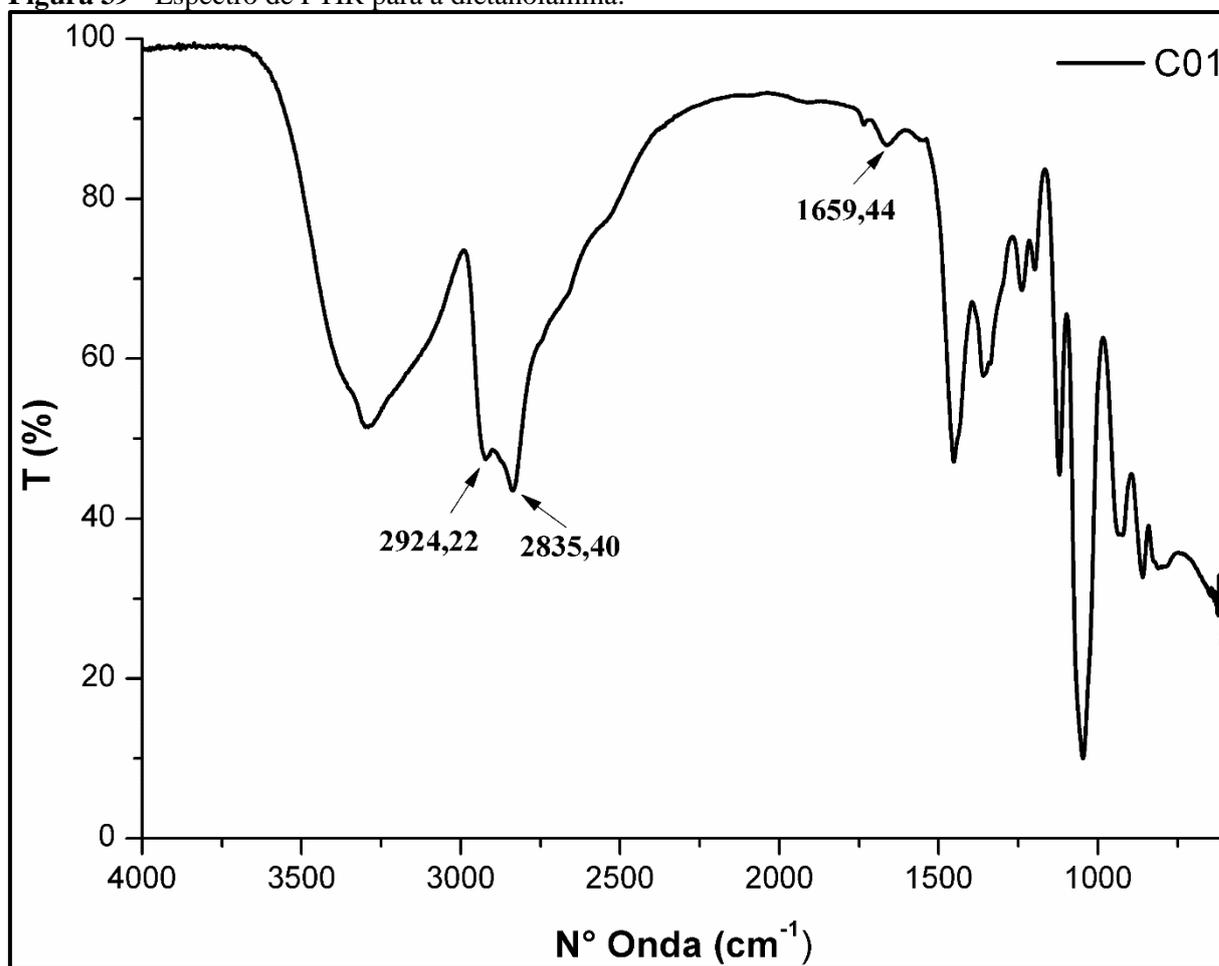
UTAMI, M. *et al.* Catalytic Synthesis of Diethanolamide Surfactant from Used Cooking Oil. **Journal of Sciences and Data Analysis**, v. 20, n. 2, pg. 133-138, 2020. DOI: 10.20885/eksakta.vol1.iss2.art7. Disponível em: <https://journal.uui.ac.id/Eksakta/article/view/15930>. Acesso em: 19 dez. 2020.

VENTURELLI, W. H. **Estudo da Atividade Antiespumante de Ésteres Etilícos Derivados de Óleos Vegetais**. 2008. Dissertação (Mestre em Ciências, área: Química) - Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2008.

YUSUF, A. K. *et al.* Extraction and Characterization of Castor Seed Oil from Wild Ricinus Communis Linn. **International Journal of Science, Environment and Technology**, v. 4, n 5, p. 1392-1404, 2015. Disponível em:<https://www.ijset.net/journal/786.pdf>. Acesso em: 12 fev. 2021.

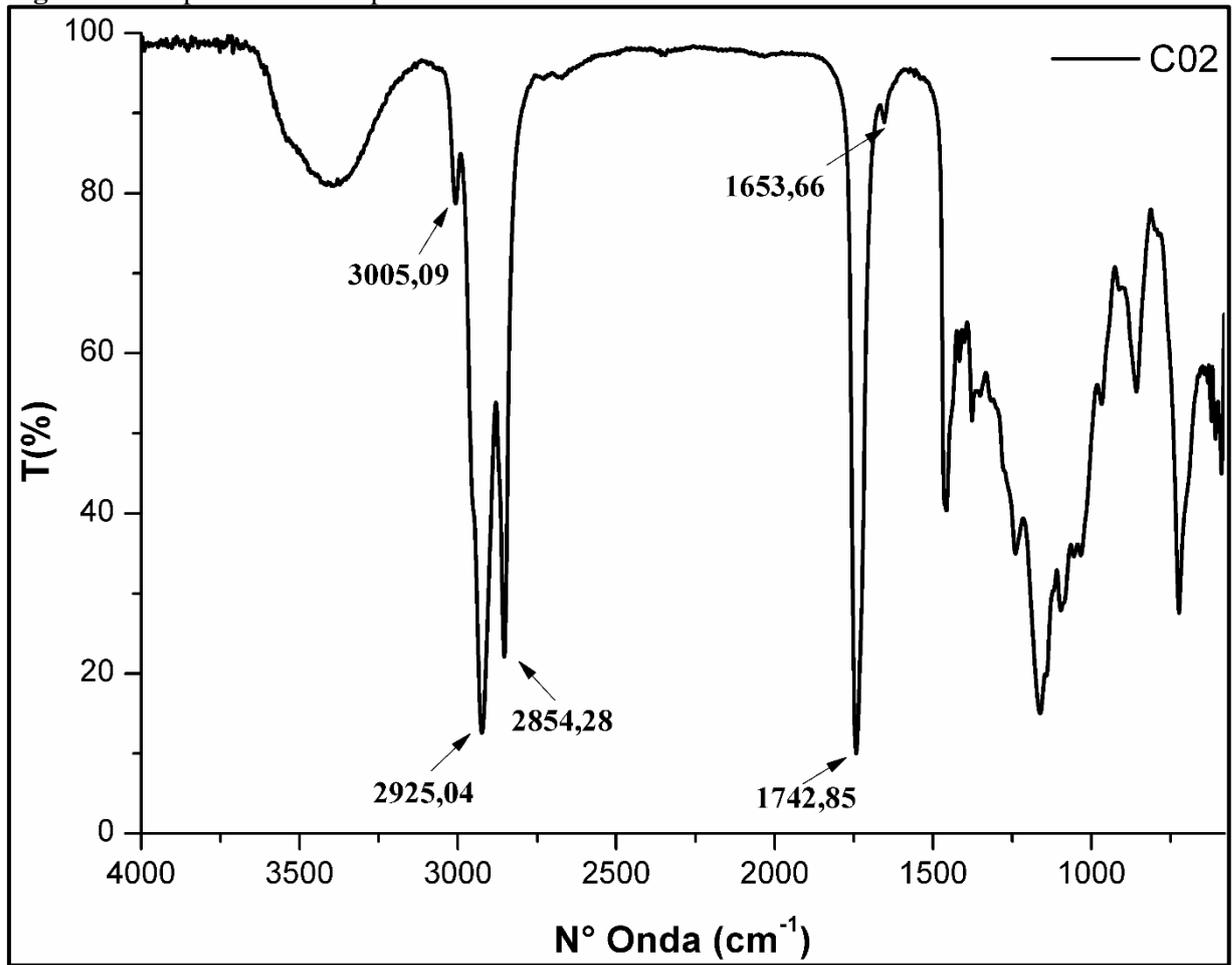
APÊNDICE A – Espectros de FTIR para os materiais de partida

Figura 39 - Espectro de FTIR para a dietanolamina.

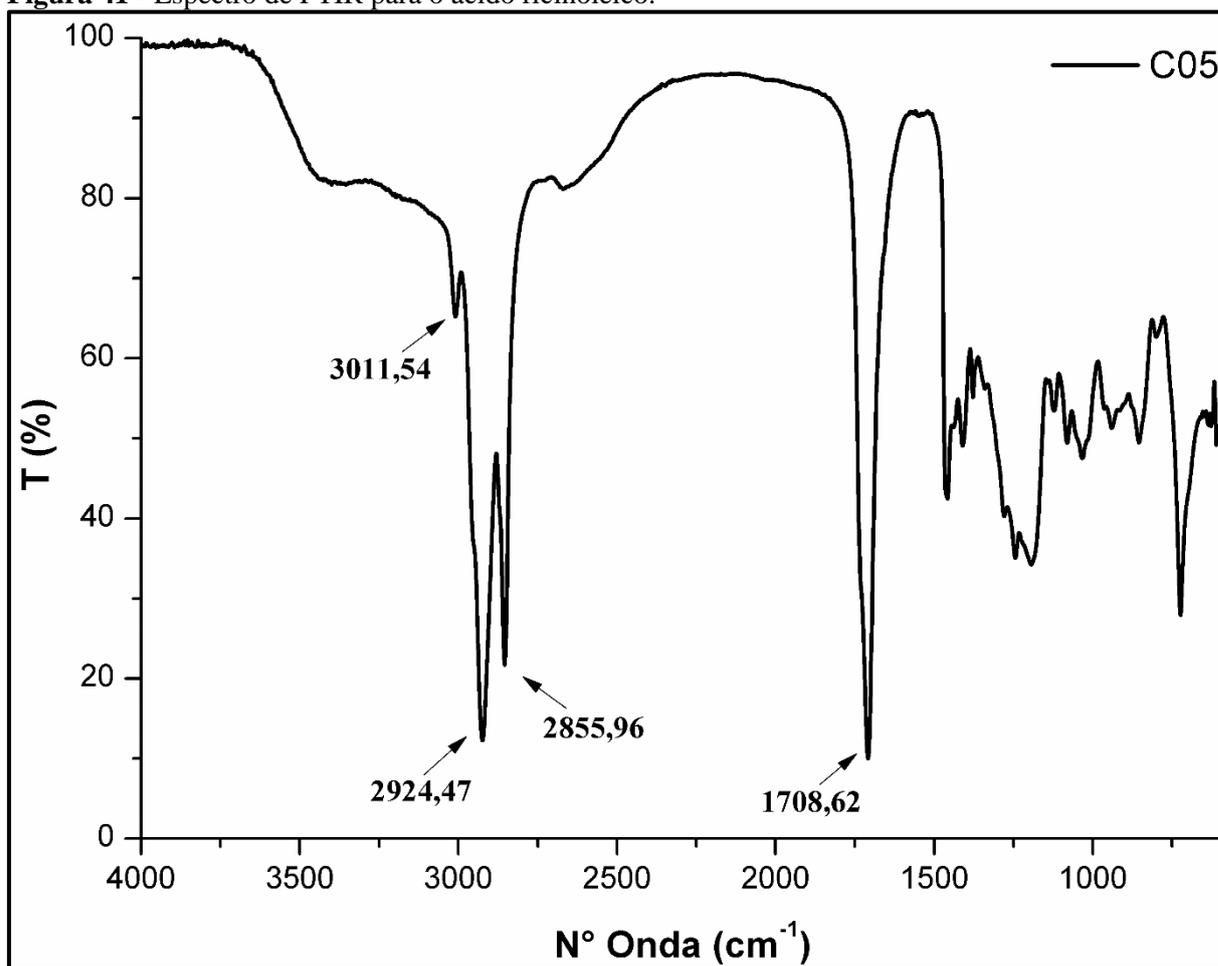


Fonte: Autor (2021).

Figura 40 - Espectro de FTIR para o óleo de mamona.



Fonte: Autor (2021).

Figura 41 - Espectro de FTIR para o ácido ricinoleico.

Fonte: Autor (2021).