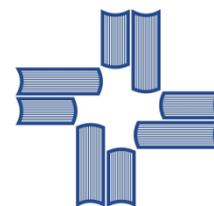




UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE EDUCAÇÃO E SAÚDE
CURSO DE LICENCIATURA EM QUÍMICA
CAMPUS DE CUITÉ



EXTRAÇÃO DE ÂNIONS CLORETOS PRESENTES NAS ÁGUAS DO AÇUDE
BOQUEIRÃO DO CAÍS QUE ABASTECE A CIDADE DE CUITÉ-PB
UTILIZANDO MICROEMULSÕES

CUITÉ – PB

OUTUBRO / 2012

Aline Niéble Souza Santos

**EXTRAÇÃO DE ÂNIONS CLORETOS PRESENTES NAS ÁGUAS DO AÇUDE
BOQUEIRÃO DO CAÍS QUE ABASTECE A CIDADE DE CUITÉ-PB
UTILIZANDO MICROEMULSÕES**

Monografia apresentada ao Curso de Licenciatura Plena em Química da Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Educação e Saúde, como forma de obtenção do Grau de Licenciatura.

Orientador: Prof. Dr. Marciano Henrique de Lucena Neto

CUITÉ – PB

OUTUBRO / 2012

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA NA FONTE
Responsabilidade Jesiel Ferreira Gomes – CRB 15 – 256

S237e Santos, Aline Niéble Souza.

Extração de ânions cloretos presentes nas águas do açude boqueirão do cais que abastece a cidade de Cuité – PB utilizando microemulsões. / Aline Niéble Souza Santos – Cuité: CES, 2012.

71 fl.

Monografia (Curso de Licenciatura em Química) – Centro de Educação e Saúde / UFCG, 2012.

Orientador: Dr. Marciano Henrique de Lucena Neto.

Co-orientador: Dr. Paulo Sérgio Gomes da Silva.

1. Ânions. 2. Microemulsão. 3. Água. I. Título.

CDU 54

Aline Niéble Souza Santos

**EXTRAÇÃO DE ÂNIONS CLORETOS PRESENTES NAS ÁGUAS DO AÇUDE
BOQUEIRÃO DO CAÍS QUE ABASTECE A CIDADE DE CUITÉ-PB
UTILIZANDO MICROEMULSÕES**

Monografia apresentada ao Curso de Química da UFCG, para obtenção do grau de
licenciatura Plena em Química.

Aprovada em ___/___/___

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Marciano Henrique de Lucena Neto (Orientador)

Prof. Dr. Paulo Sergio Gomes da Silva (Coorientador)

Prof.^a Dr.^a Joana Maria de Farias Barros

Prof.^a Dr.^a Jaqueline do Carmo Barreto

Dedico este trabalho a Deus que sempre me deu forças, coragem e sabedoria em todos os momentos da minha vida e as pessoas que mais amo, meus pais Davi e Maria, meu amado filho Arthur Wendell, meu esposo Wellington e minhas irmãs, que estiveram sempre ao meu lado e tiveram uma paciência infinita comigo nos momentos de aflição.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por ter mim dado à vida, por ter mim mostrado o certo e o errado, e por mim dá força e coragem para vencer os obstáculos que me são impostos todos os dias. Aos meus pais Davi e Maria, pela sua dedicação, carinho, compreensão, incentivo e o amor incondicional que mim deram nessa fase da minha vida. Pois sei que sem eles não conseguiria chegar a lugar algum.

A meu eterno amor Wellington pelo companheirismo, amor, compreensão, paciência, incentivo, apoio incondicional e por estar sempre ao meu lado.

”E às vezes, quando o procuro, noto que ele não tem noção de como me é necessário, de como é indispensável ao meu equilíbrio vital, porque ele faz parte do mundo que eu tremulamente construí e se tornou o alicerce do meu encanto pela vida”.

Ao meu amado filho Arthur Wendell, que desde que veio ao mundo teve que ter paciência com essa mãe que por muito tempo não pode dedicar seu tempo para cuida dele e que sempre nos momentos difíceis dessa caminhada ele sempre mostrou ser o melhor filho o mundo.

As minhas irmãs Gilmara Niéble, Cláudia Niéble, Sarajane Niéble e em especial a minha irmã Fabiula Niéble que juntamente com minha mãe foram mãe do meu filho nas horas que estive ausente. E por sempre acreditaram em mim.

Aos meus cunhados Eliel, Arimatéia, Willamen, Wilma, Sanderlei e em especial a minha cunhada Wênia que mim suportou nas horas mais difíceis e mim deu conforto nas horas de aflição.

Aos meus sobrinhos Adlla Raiane, Pedro Henrique, Sophia Lavínia, Weslaine Thalita, Wellen, Guilherme e a Douglas que tenho como o sobrinho mais velho.

Aos meus sogros Cicero e Socorro que foram como pais pra mim sempre mim apoiaram no que precisei.

A minha amiga irmã Edna que foi imprescindível na minha vida acadêmica e emocional que sempre me deu a mão e nunca deixou que eu desanimasse nesse percurso, pela convivência do dia a dia, pela amizade, carinho, apoio e incentivo, e acima de tudo pelas as lutas que enfrentamos juntas.

“A amizade não se força, não se compra não se vende, ela acontece, lentamente, em silêncio, devagar. Cada um que passa em nossa vida passa sozinho, porque é único para nós, mas não vai sozinho e nem nos deixa só. Leva um pouco de nós mesmos e deixa um pouco de si mesmo”. (Antoine de Saint-Exupéry).

Aos meus amigos em especial Alex Marques que contribuiu bastante na vida acadêmica, Ângela, Erinéia, Gerivaldo, Manoel Marcelino, Conceição, Jubelita, Fátima, Alcione, Rômulo, Jailma, Akeline, Leonardo, Maria do Socorro, Cristiane, Franklin, Edna Carla, Gracilene, Helena Cristina, Cosme, Jonh, Jaqueline Marques, Clésio, enfim a todos que conheci na graduação e principalmente pela agradável convivência do dia a dia, pela amizade, carinho, apoio e incentivo.

Que eu não perca a vontade de ter grandes amigos, mesmo sabendo que, com as voltas do mundo, um dia eles acabam indo embora de nossas vidas.

Agradeço as pessoas que foram indispensáveis na minha pesquisa, em especial a Israel Lazaro que participou e que foi importantíssimo em todas as etapas do desenvolvimento desse trabalho, a Jadson que disponibilizou do seu tempo para mim ajudar a realizar esse trabalho, a Misslene que sempre que procurei mim ajudou de boa vontade.

Aos meus professores e professoras da UFCG, pela paciência, colaboração, incentivo, pelos ensinamentos que me foram transmitidos, pela orientação durante todo o curso, e pelo agradável convívio. Àqueles que quando deveriam ser simplesmente professores, foram mestres, nos transmitindo seus conhecimentos e experiências; que quando deveriam ser mestres foram amigos e em sua amizade nos compreenderam e nos incentivou a seguir nosso caminho.

Em especial agradeço ao professor Marciano e o professor Paulo Sérgio, que a partir do momento que entraram na minha vida acadêmica eu vi a oportunidade de chegar a alcançar meus objetivos, como já diz minha mãe a ser gente.

“Ser mestre não é apenas lecionar, Ensinar não é apenas transmitir o conhecimento, Ser mestre é ser instrutor e amigo guia e companheiro, Ser mestre é ser exemplo, exemplo de dedicação, de doação, de dignidade pessoal e, sobretudo de amor.”

A Fernanda da Coordenação de Química pela sua atenção e amizade.

À UFCG, e especificamente ao CES.

Enfim, sou grata a todos que contribuíram de forma direta ou indireta para realização deste trabalho.

"Deus permitiu a existência das quedas d'água para aprendermos quanta força de trabalho e renovação pode extrair de nossas próprias quedas".

(Autor Desconhecido)

RESUMO

A água é um recurso natural de valor inestimável. Mais que um insumo indispensável à produção e um recurso estratégico para o desenvolvimento econômico, ela é vital para a manutenção dos ciclos biológicos, geológicos e químicos que mantêm em equilíbrio os ecossistemas. É, ainda, uma referência cultural e um bem social indispensável à adequada qualidade de vida da população. Porém o grande problema da água do município de Cuité é a grande concentração de ânions, que torna a água dura, imprópria para o consumo. Este trabalho teve como objetivo extrair os ânions Cloretos nas águas do Açude Boqueirão do caís e da cidade, situado no Município de Cuité-PB. Sendo as microemulsões uma alternativa para extrair os ânions presentes na água. Estudos foram realizados sobre a extração dos ânions utilizando os sistemas microemulsionados composto por: Tensoativo, Cotensoativo, Fase óleo e Fase aquosa. A extração foi realizada na região de Winsor II no diagrama pseudoternário. Para realização deste trabalho foram feitos diagramas de microemulsões com intuito de avaliar as regiões de microemulsão. Os constituintes utilizados na construção dos diagramas foram os seguintes: Sistema 01 formado pelo tensoativo – cloreto de dodecilamina, cotensoativo – álcool isopropílico, fase oleosa – querosene e fase aquosa do ponto do açude. Sistema 02 formado pelo tensoativo – cloreto de dodecilamina, cotensoativo – álcool isopropílico, fase oleosa – querosene e fase aquosa ponto da cidade. Esses sistemas foram denominados com intuito de determinar as regiões de Winsor e escolher pontos de extração e reextração na região de Winsor II. O estudo foi desenvolvido em etapas, que foram desde a coleta da água no açude e nas residências, a caracterização da água, a obtenção do tensoativo, desenvolvimento de sistemas microemulsionados até a extração dos ânions por microemulsões. Os percentuais de extração dos ânions cloretos atingiu um valor de 100%. Na etapa de reextração utilizamos uma solução de ácido clorídrico. Os percentuais de reextração dos ânions atingiu um valor de 85%, resultado esse satisfatório.

Palavras chaves: Ânions, Microemulsão, Água.

ABSTRACT

Water is a natural resource of inestimable value. More than one input essential for production and a strategic resource for economic development, it is vital to the maintenance of biological, geological and chemical cycles that maintain balanced ecosystems. It is also a cultural reference and a social good is essential for adequate quality of life of the population. But the big problem of the water from the city of Abu is the great concentration of anions, which makes hard water, improper for consumption. This work aimed to extract the Chlorides anions in waters of the Boqueirão dam of caís and the city, located in the municipality of Cuité -PB. Being microemulsions an alternative to extract the anions present in water. Studies were conducted on the extraction of anions using microemulsionados systems composed of Surfactant, Cotensoativo, aqueous Phase and oil Phase. The extraction was performed in Winsor pseudoternário diagram II. To complete this tra.For realization of this work were made with the intention of MicroEmulsion diagrams to evaluate micro-regions. The constituents used in the construction of the diagrams were as follows: 01 System formed by surfactant-dodecilamina chloride, cotensoativo-isopropyl alcohol, oily phase-kerosene and aqueous phase from the point of the dam. 02 system formed by surfactant-dodecilamina chloride, cotensoativo-isopropanol, oily phase-kerosene and aqueous phase point of the city. These systems were named in order to determine the regions of Winsor and choose extraction points and reextração in the region of Winsor II. The study was carried out in stages, which were from the collection of water in the reservoir and in the houses, the characterization of water, surfactant, microemulsionados systems development until the extraction of anions by MicroEmulsion. The percentages of extraction of chloride anions reached a value of 100%. At reextração we At reextração we use a solution of hydrochloric acid. The percentage of reextração anions reached a value of 85%, a result that is satisfactory.

Key words: Microemulsion, water, Anions.

Lista de Figuras

Figura 01- Molécula do tensoativo (CURBELO, 2006).....	24
Figura 02- Representação esquemática dos tipos de tensoativos.....	24
Figura 03- Formação do agregado micelar.....	26
Figura 04- Processo de micelização.....	27
Figura 05- Representação esquemática de uma micela direta e inversa.....	28
Figura 06- Diagrama de fase de um tensoativo iônico próximo ao ponto de Kraft.....	29
Figura 07- Curva de solubilidade para tensoativo não-iônico em função da temperatura.....	29
Figura 08- Representação da organização das microemulsões (Castilho, 2002).....	31
Figura 09- Representação as micelas e microemulsões (MOULIK E PAUL, 1998)....	32
Figura 10- Representação de um diagrama ternário indicando a região de microemulsão para um sistema formado por três constituintes.....	33
Figura 11- Representação de um diagrama quaternário mostrando a região de microemulsão para um sistema formado por quatro constituintes.....	34
Figura 12- Diagrama pseudoternário com relação tensoativo/cotensoativo constante.....	34
Figura 13- Diagrama pseudoternário com relação água/ tensoativo constante.....	35
Figura 14- Diferentes zonas do diagrama pseudoternário de um sistema com quatro constituintes, (MOURA, 1997).....	35
Figura 15- Classificação dos sistemas de Winsor. (LOPES, F. Wendell B. 2003).....	36
Figura 16- Representação de uma molécula cotensoativa.....	37
Figura 17- Sistemas de Winsor em função da temperatura, salinidade e concentração de cotensoativo. (Oliveira, G. S,2011).....	38
Figura 18- Esquema experimental da síntese do cloreto de dodecilamina.....	42

Figura 19- Pontos de coleta de amostra da água do Açude Boqueirão do Caís, foto satélite ano 2006. Fonte: Google Earth. Outubro de 2012.....	44
Figura 20- Pontos de coleta de amostra da água d residências da cidade, foto satélite ano 2006. Fonte: Google Earth. Outubro de 2012.....	45
Figura 21- Método de determinação das regiões de microemulsão.....	47
Figura 22- Representação do processo de extração.....	50
Figura 23– Representação d os sistemas I e II em agitação.....	51
Figura 24- Representação do procedimento de reextração.....	52
Figura 25– obtenção do cloreto de dodecilamina.....	53
Figura 26– Síntese do Cloreto de Dodecilamina.....	54
Figura 27–Espectro de Infravermelho do cloreto de dodecilamina.....	54.
Figura 28-Resultado da dureza da água.....	57
Figura 29– Resultados dos cloretos encontrados na água.....	58
Figura 30-Diagrama mostrando a região de Winsor II utilizando a amostra do açude do ponto01.....	59
Figura 31- Diagrama mostrando a região de Winsor II utilizando a amostra do açude do ponto 02.....	60
Figura 32- Diagrama mostrando a região de Winsor II utilizando a amostra do abastecimento da cidade do ponto 01.....	60
Figura 33- Diagrama mostrando a região de Winsor II utilizando a amostra do abastecimento da cidade do ponto 02.....	60
Figura 34– Extração de ânions cloretos da água do município de Cuité.....	61
Figura 35– Resultado da água antes e depois da extração dos ânions cloretos (frasco de cor alaranjada rico em ânions e frasco de cor amarelada pobre em ânions).....	62
Figura 36- Resultado da reextração dos ânions cloretos.....	63

Lista de Tabelas

Tabela 01- Exemplo de algumas substâncias tensoativas (Fonte: Brandão, Mariéte Sueli Baggio).....	25
Tabela 02- Pontos de coleta das amostras analisadas.....	44
Tabela 03- Constituição do ponto do sistema I microemulsionado para extração de cloreto (Fa=água do açude do Caís).....	51
Tabela 04- Constituição do ponto do sistema II microemulsionado para extração de cloreto (Fa= água do abastecimento da cidade).....	51
Tabela 05- Caracterização do cotensoativo.....	55
Tabela 06– Resultados das análises de pH.....	55
Tabela 07– Resultados das análises de turbidez.....	56
Tabela 08– Resultados das análises de condutividade.....	56
Tabela 09– Resultado das análises de dureza.....	56
Tabela 10– Quantidade de cloreto encontrado nas águas analisadas, onde VMP representa os Valores Máximos Permitidos pelo Ministério da Saúde.....	56
Tabela 11- Resultados de extração dos sistemas I e II.....	61
Tabela 12- Resultados de reextração dos sistemas I e II.....	63

Nomenclatura

% - Porcentagem

°C – Graus Celsius

Ag – Prata

AgCl – Cloreto de prata

Ag²CrO₄- Cromato de prata

Al - Alumínio

A/O – Microemulsão do tipo água em óleo

C – Cotensoativo

Ca – Cálcio

CrCl – Cloreto de cromo

C/T – Razão cotensoativo/tensoativo

CMC – Concentração micelar crítica

EDTA – Ácido Etilenodiaminotetracético

Fa – Fase aquosa

Fo – Fase óleo

Ga - Gálio

g – Gramas

g/L – Grama por Litro

HCl – Ácido clorídrico

H₂O – Água

H₂SO₄ – Ácido sulfúrico

ID- Ingestão diária tolerável

MEs - Microemulsões

mL – Mililitros

mg- Miligrama

Mg - magnésio

NaCl – Cloreto de sódio

nm – Nanômetro

NTU - unidades nefelométricas

O/A – Microemulsão do tipo óleo em água

pH – Potencial de hidrogênio

SME – Sistemas microemulsionados

TA – Tensoativo

VMP – Valores máximo permitido pelo ministério da saúde

Winsor I – Microemulsão em equilíbrio com a fase orgânica em excesso

Winsor II – Microemulsão em equilíbrio com uma fase aquosa em excesso

Winsor III – Microemulsão em equilíbrio com uma fase aquosa e orgânica em excesso

Winsor IV – Microemulsão em equilíbrio.

$\mu\text{S} / \text{cm}$ - microsiemens por centímetro

SUMÁRIO

Resumo

Abstract

Lista de Figuras

Lista de Tabelas

Nomenclatura

1- Introdução.....	17
2- Referencial Teórico.....	19
2.1- A água.....	19
2.1.1- Caracterização da Água.....	20
2.2- Marco Legal.....	21
2.3- Aspectos Gerais sobre os Tensoativos.....	22
2.3.1- Classificação dos tensoativos.....	23
2.4- Micelas.....	25
2.4.1- O Processo de micelização.....	26
2.4.2- Concentração Micelar Crítica (cmc).....	27
2.4.3- Ponto de Krafft.....	28
2.4.4- Ponto de Turbidez.....	29
2.5- Emulsões.....	29
2.5.1- Microemulsões.....	30
2.5.2-Estrutura das Microemulsões.....	31
2.5.3- Processo de formação e propriedades das microemulsões.....	32
2.5.4- Diagrama de Fases.....	32
2.5.4.1- Diagramas Ternários.....	32
2.5.4.2- Diagramas Quaternários.....	33

2.5.4.3- Diagramas Pseudoternários.....	34
2.6- Classificação de Winsor.....	35
2.6.1- Fatores que Influenciam no Comportamento das Microemulsões.....	36
1) Influência do Tensoativo.....	36
2) Influência do Cotensoativo.....	36
3) Influência da fase óleo.....	37
4) Influência da Razão C/T.....	37
5) Influência da salinidade	37
6) Influência da temperatura.....	38
2.6.2- Aplicações das microemulsões	38
2.7- Extração por microemulsões.....	39
3 - Metodologia Experimental.....	41
3.1- Reagentes e Equipamentos Utilizados.....	41
3.2- Obtenção do Tensoativo (Sal de Amina).....	42
3.3- Caracterização do Tensoativo.....	43
3.4- Obtenção dos Sistemas Microemulsionados.....	43
3.4.1- Escolha do tensoativo	43
3.4.2- Escolha da fase orgânica.....	43
3.4.3 Escolha do cotensoativo	43
3.4.4 - Escolha da fase aquosa.....	44
3.5 -Análises da Água.....	45
3.5.1 – Cloretos.....	45
3.5.2- pH (potencial hidrogeniônico).....	46

3.5.3- Turbidez.....	46
3.5.4- Condutividade.....	46
3.5.5- Dureza.....	46
3.6- Obtenção dos Diagramas	47
3.7- Escolha do Sistema de Extração.....	48
3.8– Extração de Ânions	50
3.9– Reextração dos Ânions.....	52
4- Resultados e Discussão.....	53
4.1- Obtenção e Caracterização dos Constituintes de Microemulsões.....	53
4.1.1- Síntese do Cloreto de Dodecilamina.....	53
4.1.2- Caracterização do Tensoativo.....	54
4.1.3- Fase óleo.....	55
4.1.4- Cotensoativo.....	55
4.2- Caracterização da Fase aquosa.....	55
4.2.1- pH.....	55
4.2.2- Turbidez	56
4.2.3- Condutividade	56
4.2.4- Dureza.....	56
4.3.– Análise de ânions Cloretos.....	57
4.4- Determinação das Regiões de Winsor.....	58
4.5 – Resultado da Extração de Ânions	60
4.4- Resultados de reextração dos Ânions.....	61
5- Conclusões	63
6- Referências.....	64

1- Introdução

A água na Terra se move continuamente segundo um ciclo de evaporação e transpiração (evapotranspiração), precipitação e escoamento superficial, geralmente atingindo o mar. A evaporação e a transpiração contribuem para a precipitação sobre a terra.

A água é um dos elementos indispensáveis à vida, sendo uma das principais substâncias mais ingeridas pelo ser humano. A água para ser consumida pelo homem não pode conter substâncias dissolvidas em níveis tóxicos e nem transportar em suspensão microrganismos patogênicos que provocam doenças. A água é essencial para os humanos e para as outras formas de vida. Ela age como reguladora de temperatura, diluidora de sólidos e transportadores de nutrientes e resíduos por entre os vários órgãos. Bebemos água para ajudar na diluição e funcionamento normal dos órgãos para em seguida ser eliminada pela urina e por evaporação nos poros, mantendo a temperatura corporal e eliminando resíduos solúveis, como sais e impurezas. As lágrimas são outro exemplo de eliminação de água.

A forma de avaliar a sua qualidade é através das análises físico-químicas e microbiológicas realizadas por laboratórios especializados. No Brasil, existem padrões de potabilidade regidos por portarias e resoluções legais, que dão subsídios aos laboratórios na expedição de seus laudos. Torna-se necessário o conhecimento das propriedades físico-químicas das águas de abastecimento, como forma de monitoramento das condições ambientais, a qual estas águas estão inseridas e dessa forma garantir sua qualidade. (BRASIL, 1999).

O abastecimento de água no município de Cuité-PB é feito para mais de 80% dos domicílios através da rede geral, e os restantes são abastecidos por poços e cisternas. A região não possui rede coletora de tratamento de esgoto e os resíduos são lançados em fossas sépticas construídas na própria residência ou lançados para uma lagoa localizada nos arredores da cidade. A matriz em estudo tem apresentado características de águas duras e com variação na sua cor.

Em razão dessas evidências o objetivo do presente trabalho é a extração de ânions da água do município de Cuité - PB, utilizando sistemas microemulsionados. Para realização da extração, alguns procedimentos experimentais foram seguidos, entre eles podemos citar:

- 1 – Caracterização dos principais ânions presentes nas águas do açude do Caís, por técnicas volumétricas de análises;
- 2 – Síntese e caracterização do Cloreto de Dodecilamina;
- 3 – Obtenção dos sistemas de Microemulsão;
- 4 – Extração e Reextração de ânions utilizando sistemas microemulsionados.

2 - Fundamentação Teórica

2.1- A água

Do volume total de água existente na natureza, apenas um pequeno percentual apresenta qualidade, quantidade e acessibilidade para ser utilizada nos sistemas de abastecimento e, freqüentemente, ela necessita ser tratada antes de ser distribuída à população. A degradação das águas por meio da poluição e da não racionalização do seu uso vem dificultando o seu tratamento, intensificando a escassez hídrica e aumentando os riscos à saúde humana pelo seu consumo.

A água pura (H_2O) é um líquido formado por moléculas de hidrogênio e oxigênio. Na natureza, ela é composta por gases como oxigênio, dióxido de carbono e nitrogênio, dissolvidos entre as moléculas de água. Também fazem parte desta solução líquida sais, como nitratos, cloretos e carbonatos; elementos sólidos, poeira e areia podem ser carregados em suspensão. Outras substâncias químicas dão cor e gosto à água. Íons podem causar uma reação quimicamente alcalina ou ácida. As temperaturas apresentam variação de acordo com a profundidade e com o local onde a água é encontrada, constituindo-se em fatores que influenciam no comportamento químico. Subentende-se água como sendo um elemento da natureza, recurso renovável, encontrado em três estados físicos: sólido (gelo), gasoso (vapor) e líquido. As águas utilizadas para consumo humano e para as atividades sócias - econômicas são retiradas de rios, lagos, represas e aquíferos, também conhecidos como águas interiores.

Os primeiros organismos vivos provavelmente apareceram em um ambiente aquoso, e a evolução deles foi marcada pelas propriedades deste meio, por isso todas as funções celulares são tão adaptadas e dependentes das características físicas e químicas da água. Por outro lado, o excesso de impurezas na água, de natureza química ou biológica, pode causar sérios danos à saúde humana e às suas atividades econômicas. Deste modo, é indispensável que se faça a caracterização física, química, biológica e radiológica da água que em conjunto indicarão quão impactados está o manancial, em que classe de qualidade da água o mesmo pode ser incluído, quais as restrições para seu uso e qual a tecnologia de tratamento será mais adequada utilizar em função dos usos previstos. Para se fazer a caracterização da água, as amostras devem ser coletadas e

Preservadas obedecendo cuidados e técnicas apropriadas; as determinações dos parâmetros são feitas segundo métodos padronizados por entidades especializadas.

2.1.1- Caracterização da Água

A caracterização da água começa a se compor ainda em seu trajeto atmosférico. As partículas sólidas e os gases atmosféricos de várias origens são dissolvidos pelas águas que caem sobre a superfície da Terra em forma de chuva, neblina ou neve. A caracterização da água corresponde à quantificação das impurezas de natureza física, química, biológica e radiológica presentes na água. É a partir do conhecimento das impurezas presentes na água que se pode definir com segurança a técnica mais adequada para seu tratamento e é também por meio da caracterização da água que se pode avaliar se o tratamento foi satisfatório e se a água distribuída à população é segura do ponto de vista sanitário. A caracterização da água não se restringe às atividades de laboratório, previamente deve-se definir um programa que inclua os parâmetros a serem monitorados; os planos de amostragem; a forma como os dados serão armazenados, interpretados e divulgados; além de se fazer o controle de qualidade dos laboratórios responsáveis pelas análises. Contudo, muitas destas características são alteradas mesmo que inconscientemente pelo homem. Na indústria, as quantidades de água necessárias são superiores ao volume produzido. A utilização de métodos para o tratamento da água é viável; porém, podem produzir problemas cujas soluções são difíceis, pois que afetam a qualidade do meio ambiente, a saúde pública e outros serviços. Por sua vez, as águas das bacias hidrográficas não são confiáveis e recomendáveis para o consumo da população por não possuírem as características padrões de qualidade ambiental. (BRASIL, 1999).

As características químicas da água são de grande importância do ponto de vista sanitário, pois determinadas substâncias podem inviabilizar o uso de certas tecnologias de tratamento ou exigir tratamentos específicos para sua remoção. A caracterização química da água, por meio da determinação de cloretos, oxigênio dissolvido, nitritos e nitratos, dentre outros, permite avaliar o grau de poluição de uma fonte de água. Os problemas associados aos constituintes químicos originam-se primariamente de sua habilidade em causar danos à saúde depois de prolongados períodos de exposição. Entretanto, a água geralmente torna-se intragável devido ao sabor, odor e aparência inaceitáveis, mas isso pode não ocorrer. Por não serem normalmente associados a

efeitos agudos, os contaminantes químicos são colocados em uma categoria de menor prioridade do que contaminantes microbiológicos, dos quais os efeitos são usualmente agudos e muito difundidos, ou seja, os padrões químicos para a água de consumo humano são de consideração secundária em um suprimento sujeito a severa contaminação microbiológica (WHO, 2003 d). Em muitos casos, a ingestão de um contaminante químico a partir da água é pequena se comparada com a de outras fontes como a alimentação ou o ar. Os valores máximos aceitáveis citados nos padrões de potabilidade, utilizando-se a abordagem da ingestão diária tolerável (IDT), incluem as exposições provenientes de todas as fontes, considerando proporcionalmente o valor da IDT que corresponde ao consumo de água, em percentagem (WHO, 2003 d).

2.2- Marco Legal.

Desde a edição da Constituição do Império, em 1824, o tema tem sido tratado em nosso sistema legal, constitucional e infraconstitucional, visando à proteção da saúde humana, sustentabilidade de um recurso natural indispensável ao crescimento econômico do País e ainda, contemporaneamente, como recurso natural vital à sobrevivência da espécie humana. Salienta-se que, ainda na época do Brasil-colônia, sob a égide das Ordenações do Reino já existiam institutos para regular o regime das águas existentes em nosso território (BRAGA, 2002).

O Decreto Federal n.º 79.367/1977 dispõe sobre a competência do ministério da saúde para elaborar normas e o padrão de potabilidade de água para o consumo humano a fim de serem observados em todo o território nacional. O decreto também estabelece que caberá ao Ministério da Saúde, um trabalho em conjunto com secretarias municipais e estaduais, a competência para a fiscalização e o exato cumprimento das normas que tratam o decreto. Além disso, pelo texto legal cabe também ao Ministério em articulação com os outros órgãos competentes a elaboração de normas sanitárias sobre: proteção de mananciais; serviços de abastecimento de água; instalações prediais de água e controle de qualidade de água do sistema de abastecimento público. (BRASIL, 1999).

A Resolução do CONAMA 01/86, instituiu a obrigatoriedade da realização do Estudo Prévio de Impacto Ambiental - EPIA, antes da instalação de obras, atividades ou serviços que causarem, ou seja, potenciais causadores de degradação ambiental. Com a promulgação da Constituição Federal de 1988, o EPIA tornou-se uma exigência

constitucional, caracterizando-se como um instrumento indispensável para a prevenção e conservação dos recursos hídricos (GRANZIEIRA, 2001).

A Resolução do CONAMA 20/86, de 18/06/1986, dispõe sobre a classificação e enquadramento das águas. De acordo com a referida resolução classificar é "estabelecer níveis de qualidade para a água e fixar os usos compatíveis com tais níveis" e enquadrar é "estabelecer o nível de qualidade apresentado por um segmento de corpo d'água ao longo do tempo". A finalidade destes institutos é assegurar a qualidade das águas compatível com os usos a que forem destinadas e essenciais para que se possa organizar o sistema administrativo destinado à fiscalização do controle de qualidade das águas interiores (GRANZIEIRA, 2001).

2.3- Aspectos Gerais sobre os Tensoativos

Os tensoativos, também chamados de surfactantes, são substâncias que diminuem a tensão superficial ou influenciam a superfície de contato entre dois líquidos. Quando utilizados na tecnologia doméstica são geralmente chamados de emulsionantes ou emulgentes, ou seja, substâncias que permitem conseguir ou manter a emulsão. Os compostos tensoativos ou simplesmente tensoativos são moléculas anfifílicas constituídas de duas regiões com características diferentes: uma região polar ou hidrofílica que possui afinidade por água (e, também por outros compostos polares), A região hidrofílica é constituída por grupos iônicos ou não iônicos ligados à cadeia carbônica. E outra região apolar ou hidrofóbica, A parte hidrofóbica do tensoativo geralmente é composta de cadeias alquílicas ou alquilfenílicas, como mostra a figura 01. A presença na mesma molécula de duas partes com finalidade diferentes caracteriza o termo anfifílico (Mittal, 1997), sendo esta dupla natureza química responsável pela sua estrutura e propriedades, dentre elas a adsorção nas interfaces do líquido-líquido, líquido-gás e líquido-sólido, reduzido à tensão interfacial. Todos os agentes tensoativos são constituídos, portanto, de moléculas que exibem duas porções estruturais distintas que manifestam tendências opostas de solubilidade.

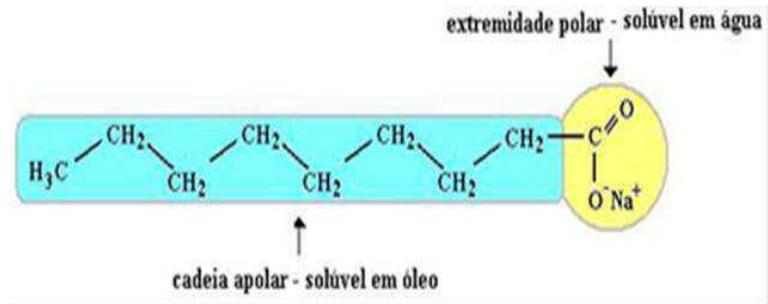


Figura 01- Molécula do tensoativo (CURBELO, 2006)

2.3.1- Classificação

De acordo com a região polar ou hidrofílica, os tensoativos podem ser classificados em (Shaw, 1995; Attwood e Florence, 1983; Rosen, 1983): tensoativos iônicos (catiônicos aniônicos e anfóteros); tensoativos não iônicos.

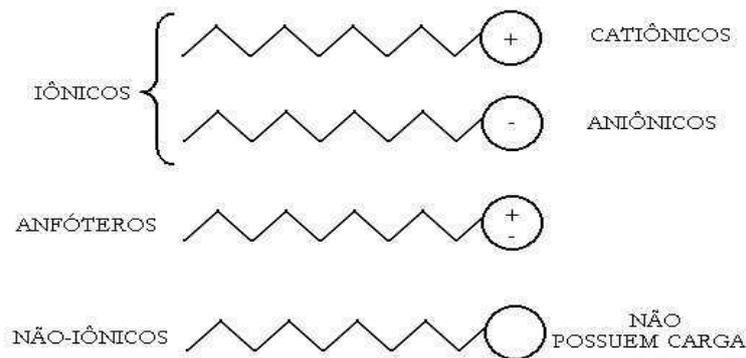


Figura 02. Representação esquemática dos tipos de tensoativos.

- **Tensoativos Catiônicos:** são agentes tensoativos que possuem um ou mais grupos funcionais que, ao se ionizar em solução aquosa, fornece íons orgânicos carregados positivamente, na superfície ativa. São normalmente utilizados para tratamento de água, formulação de desinfetantes e cosméticos devido à sua efetiva ação microbiológica. Como exemplo desses tensoativos os sais quaternários de amônio de cadeia longa.

- **Tensoativos Aniônicos** - são os mais numerosos e possuem o grupo polar iônico formado por um ânion. São aqueles que possuem um ou vários grupos ionizáveis em

solução aquosa, produzindo íons carregados negativamente na superfície ativa. Os mais difundidos deste grupo são os sabões, aminas, compostos sulfonados e os sulfatados. (MOURA, 1997).

- **Tensoativos Anfóteros:** são agentes tensoativos que contem em sua estrutura tanto o radical ácido inflamável como o básico. Esse composto, quando em solução aquosa exibe características aniônicas ou catiônicas, dependendo das condições de pH da solução. Os exemplos mais importantes deste tipo de tensoativos são as betaínas e os fosfolípídeos, N-alquil e C-alquil betaina e sultaina como também álcool amino fosfatidil e ácidos.

- **Tensoativos não iônicos:** muitos numerosos possuem um grupo polar não ionizado. Os tensoativos não iônicos são constituídos por substâncias cujas moléculas, em solução aquosa, não se ionizam. A solubilidade destes tensoativos em água deve-se a presença, em suas moléculas, de grupamentos funcionais que possuem forte afinidade pela água. Exemplos comuns deste tipo de tensoativos são o nonilfenol etoxilado, os álcoois graxos etoxilados e o propileno glicol etoxilado.

Tabela 1: Exemplo de algumas substâncias tensoativas.

Tensoativos de cadeia simples		
carga	fórmula	nome
aniônico	$C_{12}H_{25}-OSO_3Na^+$	Docecil sulfato de sódio (SDS)
aniônico	$C_{15}H_{31}-COO NH_4^+$	Pentadecafluorooctanoato de amônia
catiônico	$C_{12}H_{25}-N^+(CH_3)_3Cl^-$	Cloreto de dociltrimetilamônio
catiônica	$C_{16}H_{33}-N^+(CH_3)_3Br^-$	Brometo de hexadeciltrimetilamônio
Não-iônico	$C_{12}H_{25}-(OCH_2CH_2)_2OH$	Dodeciléter de pentaóxietileno

Fosfolípídeos de cadeias duplas		
$R_1 = \text{cadeia } C_n \text{ saturada}$ 	$R_2 = \text{cadeia } C_n \text{ insaturada}$ 	
cabeça polar	Cadeia hidrocarbônica	nome do fosfolípido
zwitteriônico	$-(CH_2)_2-N^+(CH_3)_3$	diC_{14} : dimeristoil
zwitteriônico	$-(CH_2)_2-NH_3^+$	diC_{12} : dilauroil
	Outros tensoativos de cadeia dupla	
aniônico	$C_6H_5-CH(C_6H_5)CH_2-COO-CH_2$	Fosfatidilcolina (leatina)
	$C_6H_5-CH(C_6H_5)CH_2-COO-CH-SO_3Na^+$	Fosfatidiletanolamina
		Aerosol OT
catiônico	$C_{16}H_{33}$	
	$C_{16}H_{33}$	Brometo de dihexadecilmetilamônio

Fonte: Brandão, Mariéte Sueli Baggio.

2.4- Micelas

Micela é uma estrutura globular formada por um agregado de moléculas anfipáticas, ou seja, compostos que possuem características polares e apolares

simultaneamente, dispersos em um líquido constituindo uma das fases de um colóide (figura 03). As micelas são geralmente globulares, contudo, estas estruturas podem ser elipsóides, cilíndricas e em camadas. Cada micela é composta por certo número de moléculas de tensoativo, denominado como número de agregação, que rege geralmente o tamanho e a geometria do sistema micelar (MUKERJEE e MYSELS, 1971). O formato e o tamanho destas é função da geometria molecular dos surfactantes bem como das condições da solução, tais como: concentração, temperatura, pH e força iônica.

Estas "partículas" variam entre 0,1 e 0,001 micrómetros de diâmetro em soluções coloidais. As micelas se mantêm em constante e errático movimento, chamado browniano, graças à repulsão entre ela por causa das cargas elétricas.

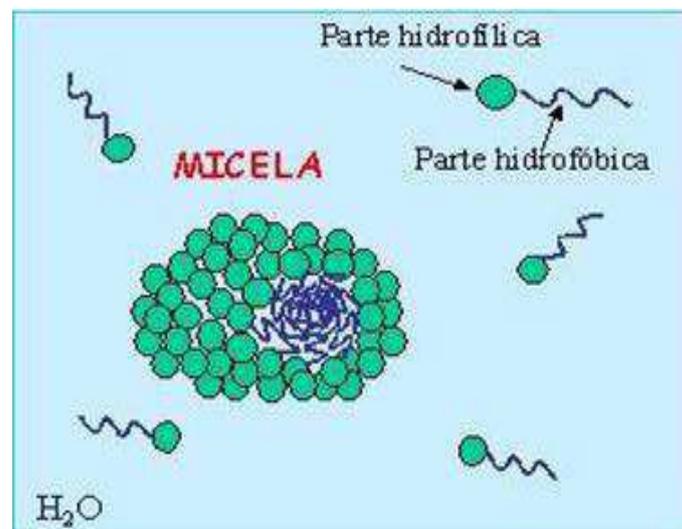


Figura 03: Formação do agregado micelar.

2.4.1- O Processo de micelização:

Uma das características comum a todos os surfactantes é a capacidade de formar agregados em solução aquosa a partir de uma determinada concentração. Estes agregados são denominados micelas. A concentração onde inicia o processo de formação das micelas (figura 04) é chamada de concentração crítica micelar, cmc, que é uma propriedade intrínseca e característica do surfactante.

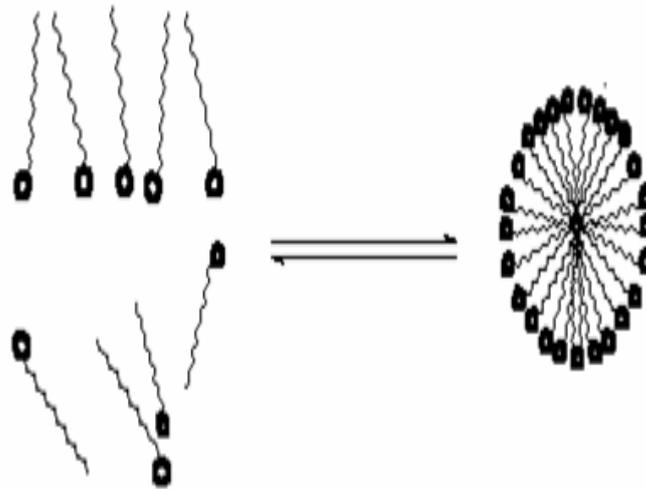


Figura 04: Processo de micelização

A formação do agregado, porém, leva o surfactante a uma situação onde os grupos hidrofílicos (cabeças) estão muito próximos, gerando uma repulsão eletrostática que se opõe ao processo de micelização. Aqui os contraíons desempenham um papel fundamental: quando em concentração suficiente (proveniente da própria ionização do surfactante ou, ainda, como aditivos à solução), blindam a carga do agregado, diminuindo o potencial elétrico e a repulsão entre as cabeças dos monômeros.

2.4.2- Concentração Micelar Crítica (cmc)

A formação das micelas, contudo, não ocorrem em qualquer concentração. Apenas a partir de uma concentração mínima chamada concentração micelar crítica, ocorre a micelização. Esta associação das moléculas de surfactantes ocorre para que haja uma diminuição da área de contato entre as cadeias hidrocarbônicas do surfactante e a água ou outro composto polar. À medida que se aumenta a quantidade de tensoativo a ser dissolvida em um dado solvente, tende-se a um valor limite de concentração que determina a saturação na interface. A partir daí, as moléculas não podem mais se adsorver e inicia-se o processo de formação espontânea de agregados moleculares, denominados micelas (NOME, NEVES, IONESCU et al. 1982).

A natureza do solvente em que os surfactantes estão dissolvidos determina a existência de dois tipos de micelas: as micelas diretas e as micelas inversas (figura 05). As micelas diretas se formam na presença de soluções polares, onde a parte polar do surfactante fica orientada para o meio polar, enquanto que a cauda apolar agrupa-se no interior da micela evitando contato com o diluente (REIS 2010).

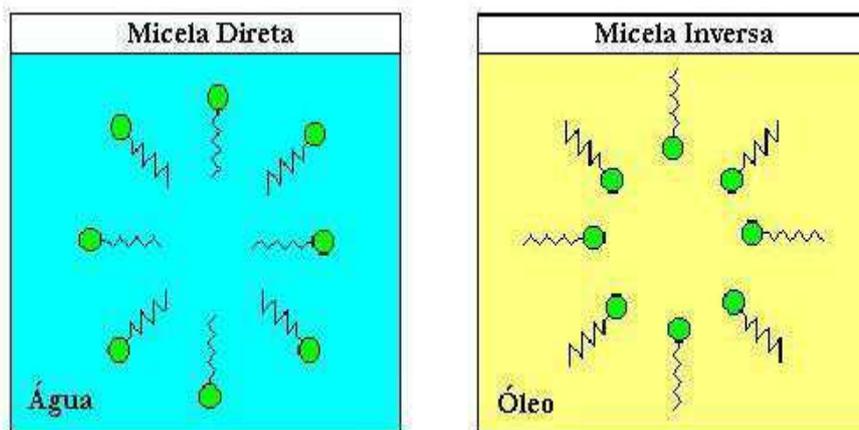


Figura 05. Representação esquemática de uma micela direta e inversa.

Uma propriedade importante das micelas é o seu poder de solubilizar os mais variados solutos ou espécies pouco solúveis. A quantidade de soluto solubilizado é, em geral, diretamente proporcional à concentração do tensoativo, desde que a concentração do tensoativo seja igual ou superior que a CMC e que existam várias possibilidades de solubilização no sistema micelar (DURHAM, 1961). A concentração micelar crítica é determinada através da mudança brusca de algumas propriedades físico-químicas das soluções quando se varia a concentração do tensoativo (LUCENA NETO 2005).

2.4.3- Ponto de Krafft

Krafft (1895) mostrou que a solubilidade do agente tensoativo iônico aumenta rapidamente sob condições definidas de temperatura e energia térmica necessária para destruição dos cristais e formação de micelas. Esta temperatura onde ocorre a solubilização do tensoativo é definida como temperatura de Krafft (SILVA, 2000). Abaixo da temperatura de Krafft em baixa concentração de tensoativos, a solubilização é muito fácil, formando uma solução de monômeros; acima desta temperatura, a

solubilização aumenta rapidamente, o cristal é destruído e o tensoativo dissolve-se e são formadas as micelas muito solúveis (BERTHOD, 1983). A Figura 06 mostra a solubilização de tensoativos em função da concentração e da temperatura (SILVA, 2000).

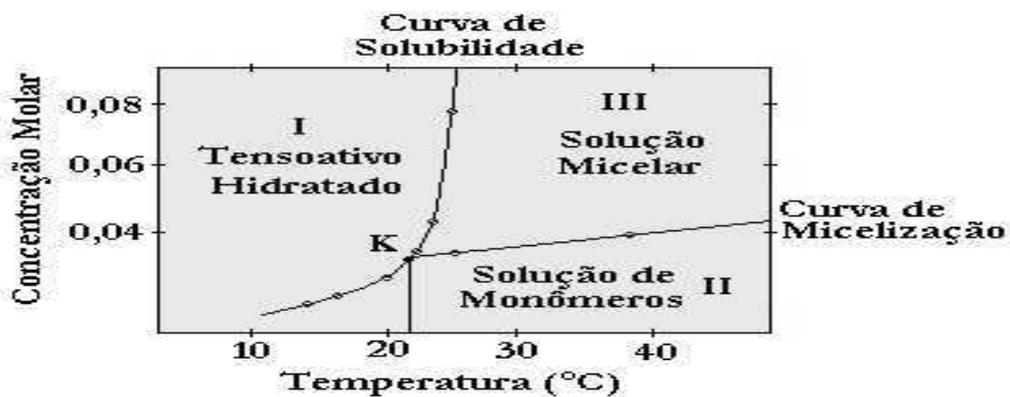


Figura 06. Diagrama de fase de um tensoativo iônico próximo ao ponto de Kraft.

2.4.4- Ponto de Turbidez

Por não apresentar o fenômeno de Kraft, os tensoativos não iônicos podem ser caracterizados pelo ponto de perturbação ou turbidez. Em uma determinada temperatura e concentração, os tensoativos não iônicos, em solução aquosa, se separam em duas fases. Para este tipo de tensoativo, a micelização ocorre abaixo do ponto de turvação.

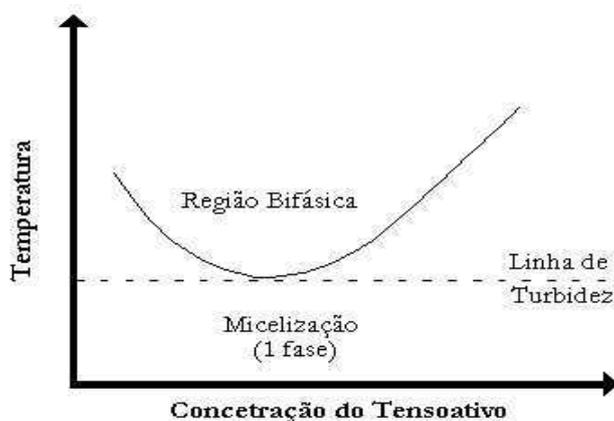


Figura 07- Curva de solubilidade para tensoativo não iônico em função da temperatura.

2.5- Emulsões

Óleo e água não se misturam. As emulsões são sistemas coloidais formados por dois líquidos não miscíveis, onde um é finamente disperso no outro sob a forma de gotículas (BERTHOD, 1983).

Do ponto de vista da termodinâmica, podemos distinguir dois tipos de emulsão: sistemas termodinamicamente estáveis são chamados de microemulsões e quando metaestáveis (ou instáveis) estes sistemas são conhecidos como macroemulsões. Ambos os tipos de sistemas compartilham um número comum de propriedades estruturais, embora, como seus prefixos sugerem, microemulsões envolvem uma menor escala de comprimento estrutural característica (<100nm) que as macroemulsões (STOKES e EVANS, 1997).

2.5.1- Microemulsões

O termo microemulsão foi introduzido por Hoar e Schulman, em 1943, os quais descreveram esses sistemas como transparentes ou translúcidos obtidos por titulação a partir de uma emulsão comum, a qual apresenta aspecto leitoso e, quando adicionado um álcool de cadeia média, este sistema clarifica (Garti, Aserin, 1996). Um sistema de classificação que define os vários equilíbrios existentes entre a microemulsão e as fases aquosa e oleosa foi proposto (Winsor, 1948).

A natureza e estrutura do tensoativo, co-tensoativo e óleo são fatores essenciais na formulação de sistemas microemulsionados. A construção de diagramas de fase máxima do tamanho das gotículas da fase interna (Trotta et al., 2002). Microemulsões podem formar várias estruturas, tais como gotículas de óleo em água, gotículas de água em óleo, misturas randômicas bicontínuas, gotículas ordenadas e misturas lamelares com ampla faixa de equilíbrio entre elas e com excesso de fase oleosa e/ou aquosa, sendo que a formação dessas estruturas depende do tensoativo, do co-tensoativo e da natureza do óleo. Deve se ressaltar que tensoativos não iônicos e zwitteriônicos são mais aceitáveis para aplicações farmacêuticas e formulações microemulsionadas porque são menos afetados pelas mudanças de pH e força iônica e contornam problemas de toxicidade (Cruz, Uckun, 2001).

Do ponto de vista microestrutural, as ME podem ser do tipo água em óleo (A/O), óleo em água (O/A) ou estruturas bicontínuas (Cruz, Uckun, 2001) (Figura 2). Nas microemulsões do tipo A/O, o componente hidrofílico é disperso na forma de gotículas coloidais no componente lipofílico. Já nas ME do tipo O/A, o componente lipofílico é disperso na forma de gotículas coloidais no componente hidrofílico (Mo et al., 2000; Cruz, Uckun, 2001) e ambas podem ser invertidas de A/O para O/A ou vice-versa ao variar as condições de emulsificação (Mo et al., 2000). Em relação ao último tipo de sistema microemulsionado, os componentes hidrofílicos e lipofílicos formam microemulsão com estrutura bicontínua, com canais adjacentes alongados com gotículas na faixa de 1-100 nm (Cruz, Uckun, 2001), como uma rede de tubos aquosos em matriz oleosa ou rede de tubos oleosos em matriz aquosa (Mo et al., 2000), e contendo volumes relativos aproximadamente iguais entre a fase aquosa e oleosa (Lawrence, Rees, 2000; Mo et al., 2000; Cruz, Uckun, 2001).

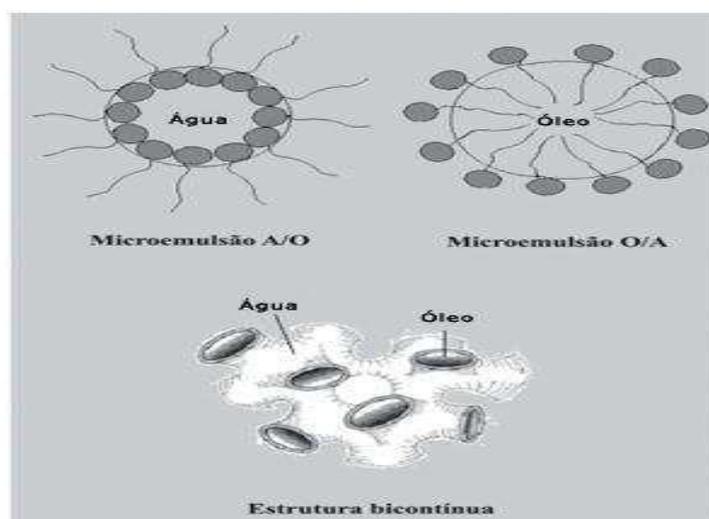


Figura 08- Representação da organização das microemulsões (Castilho, 2002).

2.5.2- Estrutura das Microemulsões

As estruturas das microemulsões tiveram um modelo proposto por Schulman e Roberts (1982) que se adaptam as formações contínuas em óleo ou em água. Em ambas as formações há uma camada de moléculas anfifílicas separadas por cotensoativos em forma de membrana (BARROS NETO, 1996). Para as formulações ricas em óleo, onde as microgotículas são denominadas inversas e aproximadamente esféricas (Figura [A] e

[(C)], a membrana em volta da fase dispersa aquosa é constituída de moléculas anfifílicas separadas por cotensoativos. De maneira que as cabeças polares dos tensoativos estejam voltadas em direção à água e, conseqüentemente, as caudas apolares encontrem-se dirigidas para o óleo.

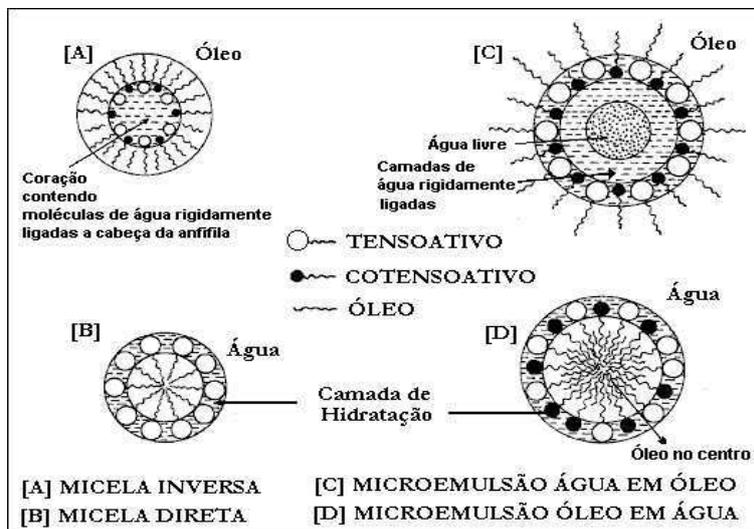


Figura 09. Representação das micelas e microemulsões (MOULIK E PAUL, 1998).

Uma estrutura análoga é encontrada nas microemulsões óleo em água (O/A), sendo que neste domínio ocorrem micelas do tipo diretas, onde a cabeça polar do tensoativo é voltada para a fase contínua aquosa e a cauda apolar se dirige para o interior hidrófobo da micela. A Figura ([B] e [D]) representa este tipo de estrutura. (LOPES, F. Wendell B.)

2.5.3- Processo de Formação e Propriedades de Microemulsões

O estudo das propriedades físicas das microemulsões é de suma importância para quem utiliza estes tipos de sistemas, principalmente por capacitar o reconhecimento de sua presença e entender que medidas podem ser tomadas para modificar o seu comportamento em nosso benefício (MOURA, 1997).

As propriedades macroscópicas das formações microemulsionadas como a condutividade elétrica e viscosidade, estão sempre relacionadas com as microestruturas presentes no fluido. A viscosidade das soluções diluídas de tensoativos iônicos e não iônicos pode ser usada para obter informações sobre a forma, tamanhas e hidratação das micelas (MOULIK e PAUL, 1998).

2.5.4- Diagrama de Fases

Os diagramas de fases são normalmente utilizados para representar os sistemas microemulsionados, de modo que as regiões de Winsor possam ser delimitadas e visualizadas, quando possível.

2.5.4.1- Diagramas Ternários

A representação gráfica dos sistemas microemulsionados formados por três constituintes (uma fase polar, que geralmente é a água, uma fase apolar ou fase óleo e o tensoativo) pode ser feita num triângulo equilátero, onde cada vértice é ocupado por um constituinte puro e a região de microemulsão é facilmente identificada (Figura 10).

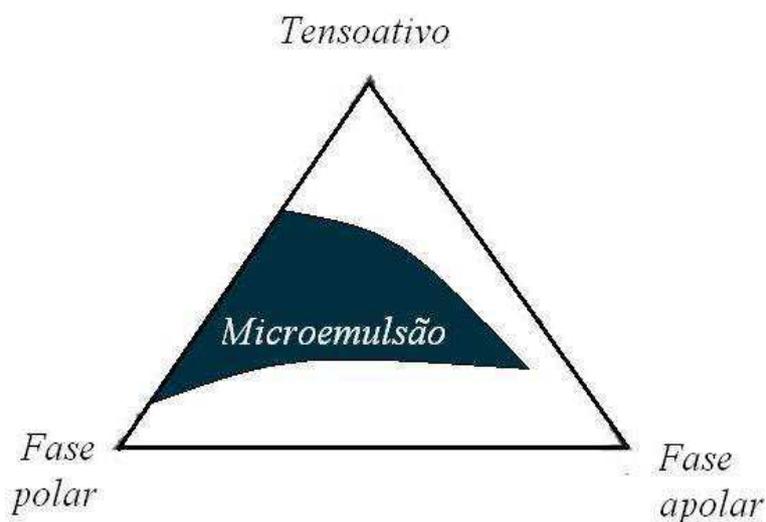


Figura 10- Representação de um diagrama ternário indicando a região de microemulsão para um sistema formado por três constituintes.

2.5.4.2- Diagramas Quaternários

As microemulsões são formadas com quatro constituintes (água + óleo + tensoativo + cotensoativo). Estes sistemas necessitam de um tetraedro regular para sua representação, pois cada vértice indica um componente puro (Figura 11).

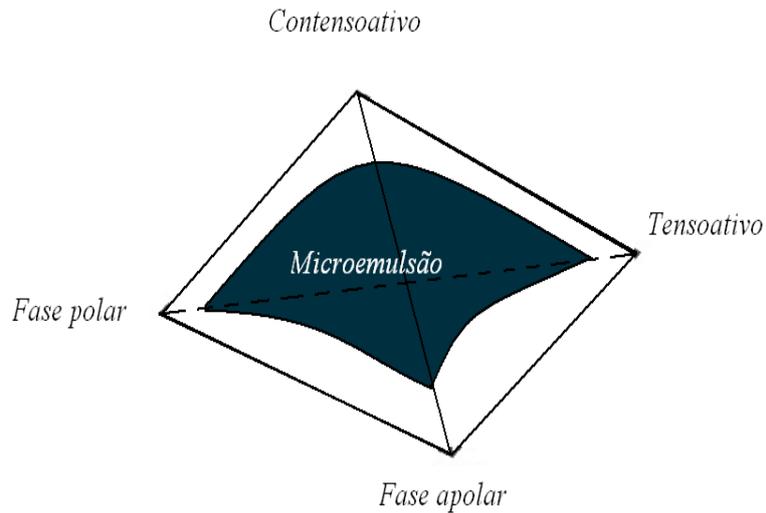


Figura 11- Representação de um diagrama quaternário mostrando a região de microemulsão para um sistema formado por quatro constituintes.

2.5.4.3- Diagramas Pseudoternários

Para facilitar a representação e interpretação dos sistemas microemulsionados com quatro constituintes. Agrupou-se em um único vértice do triângulo equilátero, dois constituintes e assumindo que estes formam um pseudoconstituente puro (Figuras 12 e 13). As relações mais utilizadas entre os constituintes são: Relação tensoativo/cotensoativo constante: utilizada em estudos de difusão da luz. Relação água/tensoativo constante: utilizada no estudo do comportamento das fases da microemulsão.

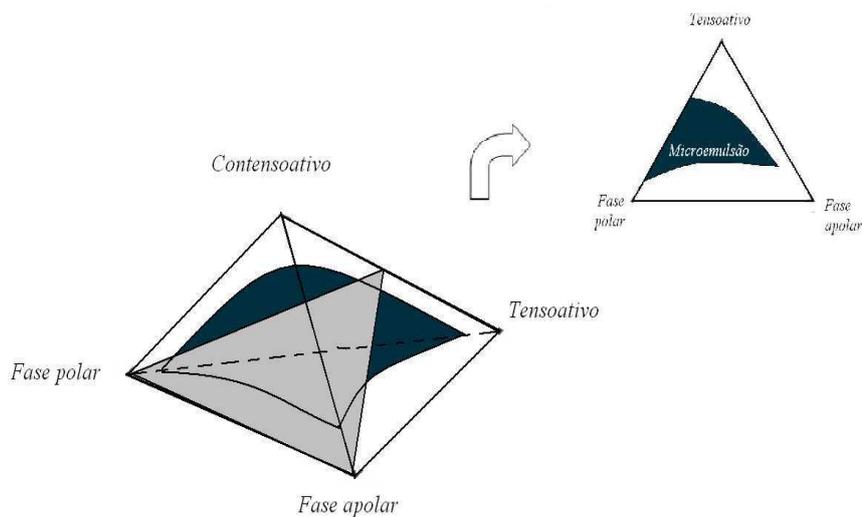


Figura 12- Diagrama pseudoternário com relação tensoativo/cotensoativo constante.

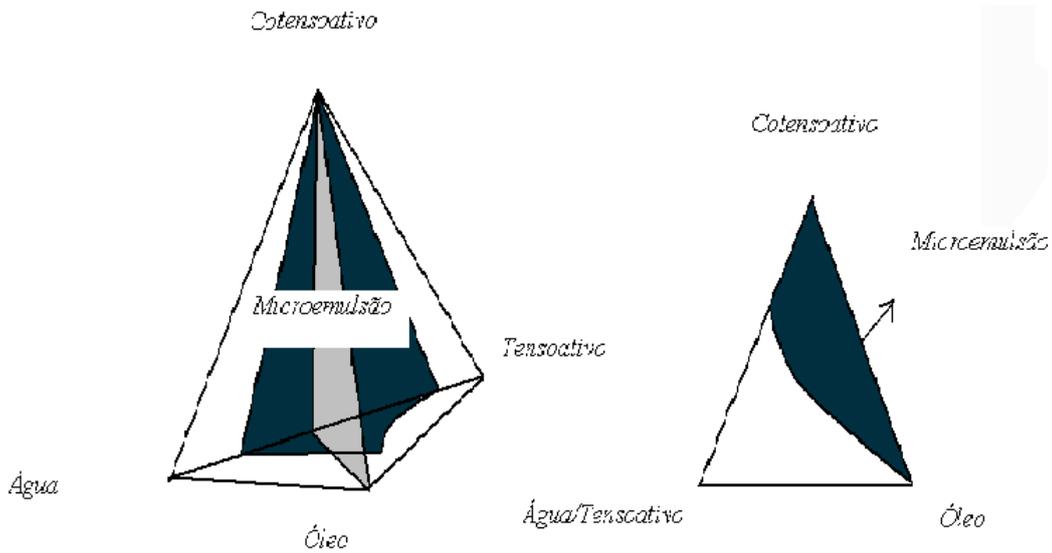


Figura 13- Diagrama pseudoternário com relação água/ tensoativo constante.

No interior do domínio monofásico de um diagrama pseudoternário, pode-se delimitar várias zonas. De acordo com a Figura 14.

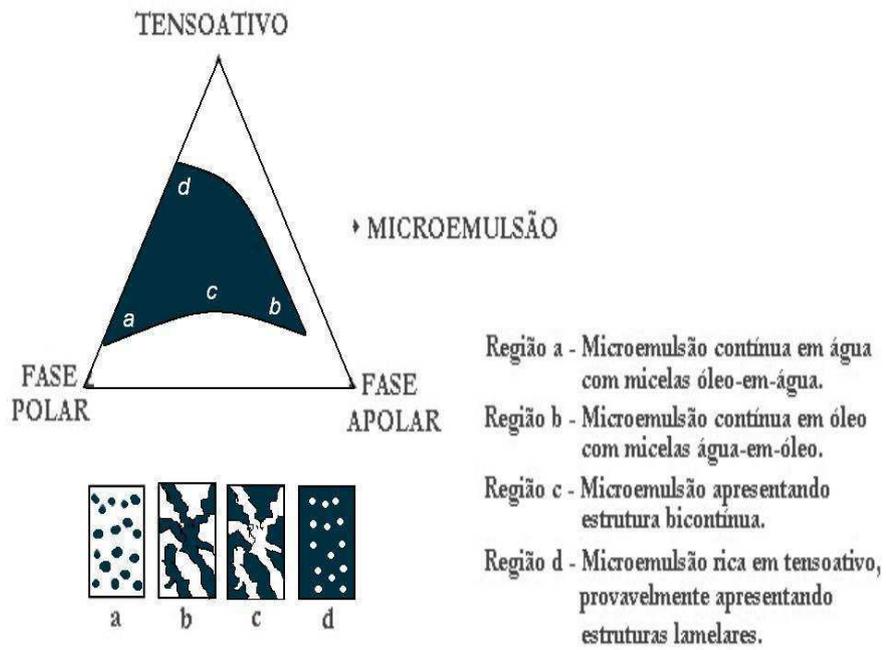


Figura 14- Diferentes zonas do diagrama pseudoternário de um sistema com quatro constituintes, (MOURA, 1997).

2.6- Classificações de Winsor

Winsor (1948) foi o primeiro a propor uma classificação que define os vários equilíbrios existentes entre a microemulsão e as fases aquosa e oleosa (Figura 15). O pesquisador descreveu sistemas multifásicos contendo microemulsões que em equilíbrio apresentam três configurações dependendo da composição, temperatura e salinidade. Foram estabelecidos quatro tipos de sistemas:

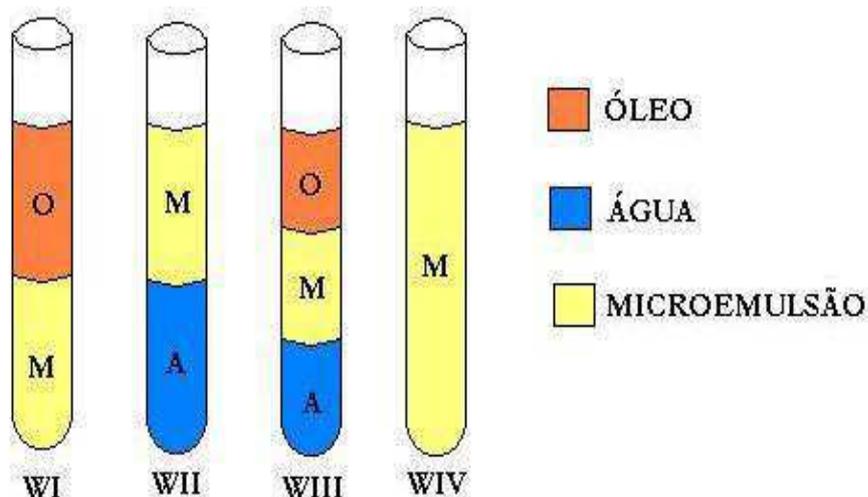


Figura 15- Classificação dos sistemas de Winsor. (LOPES, F. Wendell B. 2003).

- Winsor I (WI): É representado pelo equilíbrio entre a fase microemulsão e a fase oleosa em excesso. Onde o posicionamento das fases é definido pela diferença de densidade. Por possuir densidade menor que a da emulsão, a fase oleosa posiciona-se acima da emulsão;
- Winsor II (WII): Representa o equilíbrio entre a fase microemulsão e uma fase aquosa em excesso. Por possuir densidade menor que a da fase aquosa, a emulsão posiciona-se na parte superior à fase aquosa;
- Winsor III (WIII): Sistema trifásico, onde a fase microemulsionada encontra-se em equilíbrio com uma fase orgânica e uma aquosa.
- Winsor IV (WIV): Existe apenas uma fase microemulsionada, isto é um sistema monofásico.

2.6.1- Fatores que Influenciam no Comportamento das Microemulsões

Para compressão do comportamento das microemulsões, pelo menos três ingredientes são necessários: um solvente polar, um apolar e o tensoativo. Uma vez que as microemulsões ocorrem somente sob certas condições, faz-se necessário entender a influência de alguns fatores sobre suas propriedades.

1) Influência do Tensoativo

Para obtenção de sistemas microemulsionados do tipo água em óleo (A/O), utiliza-se um tensoativo com características mais hidrofóbicas ao passo que para a obtenção de uma microemulsão do tipo óleo em água (O/A) utiliza-se um tensoativo mais hidrofílico.

2) Influência do Cotensoativo

Cotensoativos são moléculas não iônicas, na maior parte dos sistemas se utiliza álcool, cadeia média que, associadas à tensoativos iônicos, auxiliam na estabilização das microemulsões, diminuindo a repulsão entre as cabeças polares dos tensoativos e fazendo com que a tensão interfacial se reduza a níveis muito baixos e melhorando a fluidez do filme. A Figura 16- ilustra de maneira esquemática o papel do cotensoativo.

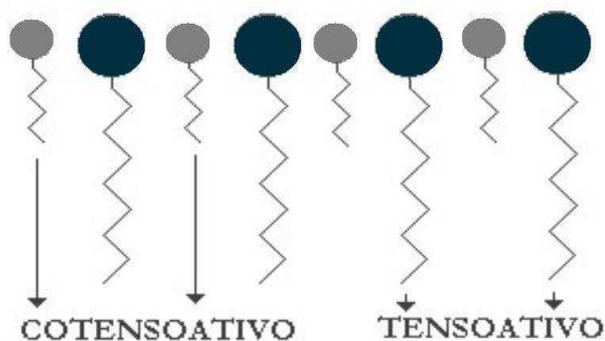


Figura 16- Representação de uma molécula cotensoativa. (LOPES, F. Wendell B. 2003).

3) Influência da Fase óleo

A natureza do óleo pode influenciar as propriedades da interface, no comportamento da região de microemulsão, seja através do decréscimo ou aumento da cadeia do hidrocarboneto. O aumento da cadeia do óleo ocasiona uma diminuição da solubilização da microemulsão.

4) Influência da Razão C/T

A razão Cotensoativo/Tensoativo é um parâmetro muito importante na determinação da solubilidade do sistema, de modo que o aumento desta razão amplia a região de microemulsão. Segundo Escudro (1987), o domínio de existência das microemulsões aumenta com a razão C/T. (LUCENA NETO, 2005).

5) Influência da Salinidade

Em sistemas microemulsionados a salinidade pode afetar a afinidade do tensoativo pelo óleo ou pela água, assim como a temperatura e a natureza dos componentes. O aumento da salinidade faz com que as forças Coulombianas entre as cabeças polares das moléculas de tensoativo, reduzam a afinidade destas pela água, ao mesmo tempo em que a afinidade pelo óleo aumenta. Com isso, observa-se que aumentando a salinidade do meio ocorre uma diminuição da região de microemulsão e um aumento na região de WII. Na Figura 17 pode-se verificar a influência da salinidade, temperatura e concentração do cotensoativo.

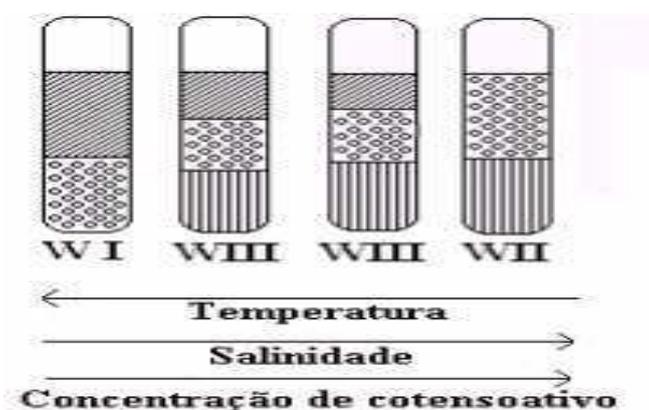


Figura 17- Sistemas de Winsor em função da temperatura, salinidade e concentração de cotensoativo. (Oliveira, G. S,2011).

6) Influência da Temperatura

O aumento da temperatura eleva o volume da fase óleo, no sistema, ao mesmo tempo em que diminui a fase aquosa. Este comportamento aumento da capacidade hidrofílica, os tensoativos irão solubilizar mais facilmente na água, promovendo a transição da região de WII à WIII e WI (Escudero, 1987).

2.6.2- Aplicação de Microemulsões

As aplicações tecnológicas das microemulsões podem ser agrupadas distintamente através da sua propriedade principal no processo, ou seja, solubilizar dois líquidos de polaridades distintas, pela sua capacidade de reduzir a tensão interfacial ou pela grande área interfacial gerada entre a fase contínua e a fase dispersa, acelerando reações químicas e a transferência de massa. As microemulsões podem ser bastante utilizadas em extração devido a sua capacidade de solubilizar dois líquidos de polaridades diferentes, reduzir a tensão superficial e produzir uma grande área interfacial entre a fase contínua e a fase dispersa (RAMOS, 1996). Com as microemulsões, o processo de separação de fases é espontâneo, e em muitos casos, não é necessária agitação mecânica do sistema. Os tensoativos aniônicos aceleram este processo de transferência, enquanto os não iônicos e catiônicos o retardam fortemente. (SZYMANOWSKI, 1996)

Foram estudadas microemulsões do tipo óleo em água formadas, por tensoativos catiônicos, cotensoativos e fase óleo, que se apresentam límpidas e como fase única e se destacam por sua tensão interfacial ultrabaixa.

2.7- Extrações por Microemulsões

As microemulsões vêm sendo utilizadas como uma técnica de boa eficiência para estudos de extração. Tem a função de capturar os metais e íons presentes em efluentes industriais de soluções aquosas, representam um estado intermediário entre as soluções micelares e as emulsões verdadeiras, de forma que tais sistemas são diferenciados das emulsões por sua transparência e, fundamentalmente, pelo fato de representarem soluções simples com fases termodinamicamente estáveis que tem sido interessante por poderem ser usadas em muitos campos como separação de reações

químicas e preparação de materiais (ATWOOD; FLORENCE, 1983). A extração de íons de soluções aquosas utilizando um sistema microemulsionado em Winsor II é bastante eficaz devido ao aumento da área interfacial, o que facilita o transporte dos íons da fase aquosa para a fase orgânica. A extração por microemulsão pode ser feita de modo que o sistema entre em contato com uma fase orgânica, que contém a mistura de matéria ativa e óleo, através de uma solução de alimentação (solução aquosa do íon que se deseja extrair). Há, então, uma transição para um equilíbrio do tipo Winsor II (fase microemulsão/fase aquosa), onde ocorre uma atração do íon, que se encontrava dissolvido na fase aquosa, para a interface água/óleo da fase microemulsionada. (OLIVEIRA MELO, 2008)

Ramos (1996) estudou a extração por microemulsão utilizando o cloreto de dodecilamina para recuperação do tungstênio do rejeito da sheelita. O processo de extração apresentou um percentual de 90%. No processo de reextração o percentual foi de 100%.

Lucena Neto (2005) comparou dois tensoativos sintetizados em laboratório (Aminado e OCS) com um tensoativo comercial para estudos de extração de gálio e alumínio por microemulsão. Conseguiu atingir valores de até 100% para o Ga e 99,99% para Al com o tensoativo comercial. Já para os tensoativos sintetizados em laboratório obtiveram-se percentuais de extração, também satisfatórios, de até 98%. Após a otimização da extração o sistema foi colocado em um extrator de pratos perfurados recíprocos (coluna em grande escala) que permitiu a extração com uma taxa de recuperação de 95% para o gálio e 97% para o alumínio.

Lucena Neto (2005) estudou a extração de gálio obtido pelo processo Bayer por microemulsão. Foram estudados dois sistemas: Sistemas I e II com OCS e Kelex – 100 como extratantes. A extração por microemulsão foi utilizada aplicando um planejamento experimental em que os pontos de microemulsão foram preparados no domínio experimental favorável á extração. As porcentagens (%) de extração de Ga e Al, em cada um dos pontos, foram avaliados via tratamento estatístico de dados, com o uso de análise de variância e modelos matemáticos. No sistema I, utilizando como extratante o OCS, obteve-se 85,55% de extração de Gálio e 35,4% de Alumínio; já no sistema II (Kelex), os resultados foram 100% do Gálio e 99% do Alumínio extraídos.

3 - Metodologia Experimental

3.1- Reagentes e Equipamentos Utilizados

Equipamentos

Para desenvolver o trabalho foram utilizados os seguintes equipamentos:

- Agitador mecânico (Modelo);
- Balança analítica com precisão de 0,0001gramas (Modelo);
- Centrífuga (Modelo);
- Estufa (Modelo);
- Tubos, válvulas e conexões em geral;
- Vidraria em geral;
- Peagâmetro (PHS-3B);
- Turbidímetro (modelo TB1000);
- Condutímetro (mCA-150/Mca-150P);
- Espectrômetro de Infra Vermelho (Bio Rad – Excalibur Séries).

Reagentes

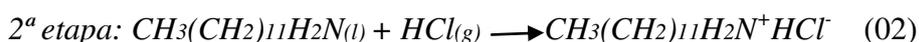
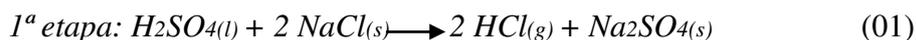
- Cloreto de sódio;
- Dodecilamina;
- Éter etílico;
- Sulfato de sódio;
- (EDTA);
- Cromato de Potássio (K_2CrO_4) 5%;
- Nitrato de Prata ($AgNO_3$);
- Negro de Eriocromo T;
- Pastilhas de KBr;
- Solução tampão de pH 6,86;
- Solução tampão de pH 4,00;
- Álcool isopropílico;
- Querosene;
- Acido sulfúrico;
- Água destilada.

3.2- Obtenção do Tensoativo (Sal de Amina)

O tensoativo foi obtido a partir da síntese do cloreto de dodecilamaina.

Método Obtenção

A obtenção do sal de amina (cloreto de dodecilamina) foi realizada de acordo com o esquema reacional abaixo:



O ácido sulfúrico concentrado é gotejado no cloreto de sódio, cuja reação promove a formação de ácido clorídrico gasoso (Equação 01) que é direcionado para os frascos lavadores de gás. O primeiro frasco (C) é utilizado para homogeneização do gás e como redutor de pressão do sistema, bem como segurança, caso ocorra entupimento provocado pela precipitação do cloreto de dodecilamina. Este frasco isola as duas reações, evitando a contaminação do produto desejado. No segundo frasco lavador (D) o ácido clorídrico é borbulhado numa solução de éter etílico e dodecilamina numa razão de quatro para um, pelo fato do cloreto de dodecilamina ser insolúvel no éter enquanto a dodecilamina é solúvel. Desta forma consegue-se separar facilmente o precipitado formado (Equação 02). Em seguida o precipitado é filtrado a vácuo e lavado com éter em excesso. Todo o aparato experimental desta síntese está ilustrado na Figura 18.

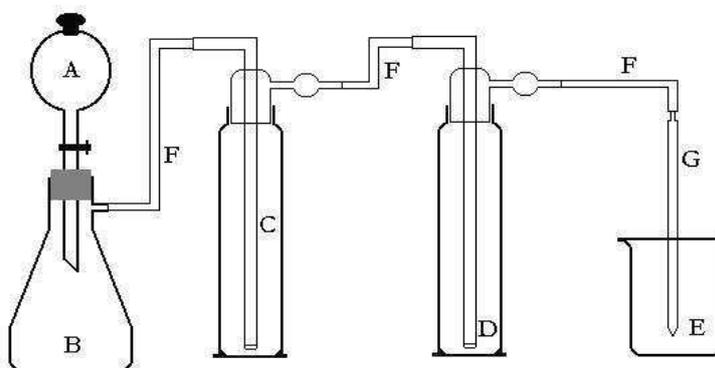


Figura 18- Esquema experimental da síntese do cloreto de dodecilamina. (LOPES, F. Wendell B. 2003).

A – Funil de separação contendo o ácido sulfúrico; B – kitassato contendo o cloreto de sódio; C – frasco lavador redutor de pressão; D - frasco lavador com a mistura de dodecilamina e éter etílico; E – Becker contendo água destilada para retenção dos vapores de ácido clorídrico em excesso; F – mangueira de látex; G – pipeta.

3.3- Caracterização do Tensoativo

A caracterização foi realizada pela técnica espectrofotométrica de Infravermelho. Os espectros na região do infravermelho foram obtidos a partir de pastilhas KBr no espectrofotômetro Bio Rad – Excalibur séries.

3.4- Obtenção dos Sistemas Microemulsionados

Para obtenção dos diagramas de microemulsão foi utilizado a metodologia desenvolvida por Lucena Neto (2005). Baseados neste método foram escolhidos os seguintes constituintes:

3.4.1- Tensoativo

O tensoativo é o constituinte mais importante no processo de extração, pois sua presença diminui a tensão interfacial e, juntamente com a fase polar e apolar forma a microemulsão. Como foi mostrado na seção 3.2, o tensoativo utilizado foi o cloreto de dodecilamina.

3.4.2-Fase orgânica

O querosene foi escolhido para utilização no processo de extração por microemulsão por ser largamente empregado na extração líquido-líquido convencional, apresentando resultados satisfatórios. Trata-se de uma mistura de hidrocarbonetos insolúvel em fase aquosa que pode ser adquirida a baixo custo.

3.4.3- Cotensoativo

A presença do cotensoativo influencia principalmente a solubilidade e estabilidade dos sistemas microemulsionados. Assim, foi utilizado o álcool isopropílico.

3.4.4 - Fase aquosa

A fase aquosa é constituída pela água do município de cuité, por ser o objeto de estudo. As amostras da água foram coletadas em seis amostras sendo, 03(três) amostras do Açude Boqueirão do Caís e 03(três) amostras em localidade diferentes no Município de Cuité - PB. Distribuídos da de acordo com a tabela abaixo:

Tabela 02: pontos de coleta das amostras analisadas.

Pontos de coleta	Ponto 01	Ponto 02	Ponto 03
Cidade (figura)	Residência na Rua: Giucele Gomes, 85	GAGEPA, Oeste da Cidade	Residência na Rua: 25 de janeiro.
Açude (figura)	Nas margens do açude – Fazenda tanque e rede	No meio do Açude.	Próximo à bomba de sucção da GAGEPA



Figura 19 - pontos de coleta de amostra da água do Açude Boqueirão do Caís, foto satélite ano 2006. Fonte: Google Earth. Outubro de 2012.

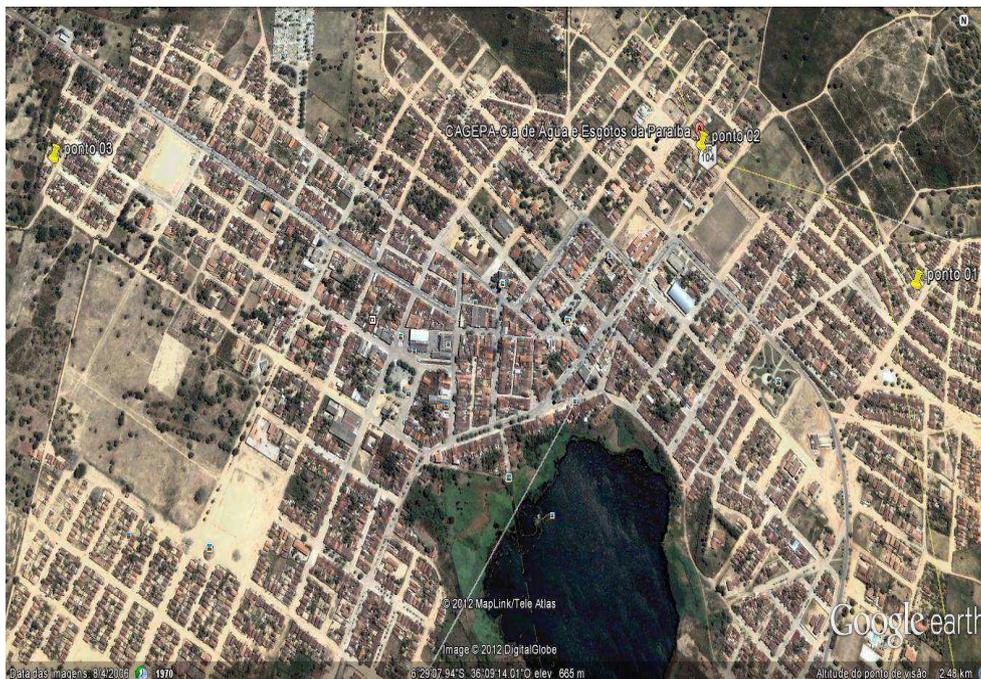


Figura 20 - pontos de coleta de amostra da água d residências da cidade, foto satélite ano 2006. Fonte: Google Earth. Outubro de 2012

As figuras 19 e 20 mostram os pontos que foram coletados às amostras da água para realizar a extração utilizando a microemulsão.

3.5 Análises da Água.

As caracterizações físicas - químicas da água foram realizadas de acordo com os seguintes parâmetros: Cloretos, pH, Turbidez, Condutividade e Dureza.

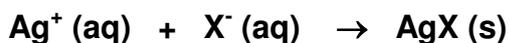
3.5.1 – Cloretos

Para determinação de Cloretos foi utilizado o método de Volumetria de Precipitação, este método se baseia em reações com formação de compostos pouco solúveis, é uma das mais antigas técnicas analíticas. (VOGEL, 2002)

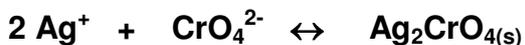
Reação



Reação de titulação:



Reação indicadora:



3.5.2- pH (potencial hidrogeniônico)

O pH das amostras da água foi determinado por potenciometria, utilizando potenciômetro (pHmetro) digital, nome: pH METER MODEL, da marca PHTEK, modelo: PHS-3B digital.

3.5.3- Turbidez

A turbidez das amostras foi observada por um turbidímetro digital modelo DM-C4.

3.5.4- Condutividade

A condutividade das amostras foi determinada com o condutivímetro digital de Modelo: mCA 150.

3.5.5- Dureza

Para determinação da dureza das amostras da água foi utilizado o método de Volumetria de complexação, este método se baseia na titulação de diferentes volumes das amostras com uma solução de EDTA com uma concentração conhecida. Como indicador foi usado o Negro de Eriocromo T. (VOGEL, 2002)

3.6- Obtenção dos Diagramas

Para construção do diagrama utiliza-se o seguinte procedimento:

- i. Parte-se de uma mistura de cotensoativo (C) + tensoativo (TA), a uma razão C/T constante, até o ponto de solubilidade. Várias proporções no binário tensoativo e óleo (ou cotensoativo/tensoativo e óleo) e titula-se com a solução aquosa. O ponto de viragem é bem determinado pelo aspecto translúcido e homogêneo que sucede ao aspecto leitoso de uma emulsão, sob agitação.
- ii. Parte-se de várias proporções na base água/óleo e titula-se com soluções de origem na região de microemulsão, o ponto de viragem é determinado deixando o sistema em repouso a cada gota da solução de origem que é adicionada, até que a solução turva torne-se límpida. A figura 19 mostra a determinação das regiões de microemulsão.

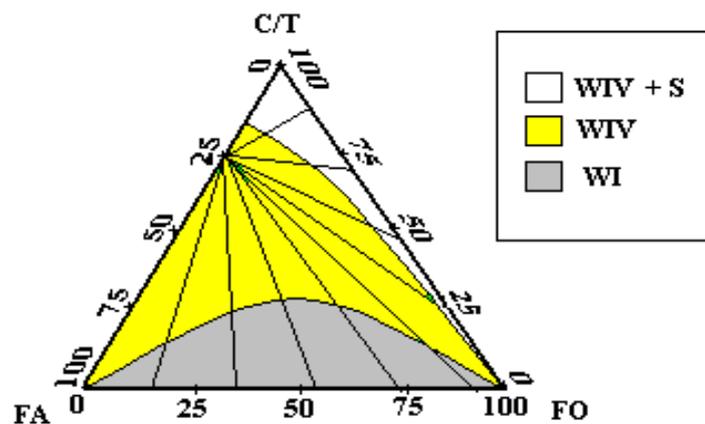


Figura 21- Método de determinação das regiões de microemulsão. (LUCENA NETO, 2005).

Vários fatores afetam as regiões de microemulsão, com base nesses fatores neste trabalho foi analisado a influencia da fase aquosa nos diagramas pseudoternários e com isso identificar as regiões de Winsor.

Para este trabalho foram obtidos 04 sistemas variando a concentração.

Solução - Água do Açude Boqueirão do Caís

Sistema 01

- Tensoativo: Cloreto de dodecilamina
- Cotensoativo: álcool isopropílico
- Fase óleo: querosene
- Razão Cotensoativo/Tensoativo: 4
- Fase aquosa: água do açude do caís

Sistema 02

- Tensoativo: Cloreto de dodecilamina
- Cotensoativo: álcool isopropílico
- Fase óleo: querosene
- Razão Cotensoativo/Tensoativo: 4
- Fase aquosa: água do açude do caís

Solução - Água do Abastecimento da Cidade

Sistema 03

- Tensoativo: Cloreto de dodecilamina
- Cotensoativo: álcool isopropílico
- Fase óleo: querosene
- Razão Cotensoativo/Tensoativo: 4
- Fase aquosa: água do abastecimento

Sistema 04

- Tensoativo: Cloreto de dodecilamina
- Cotensoativo: álcool isopropílico
- Fase óleo: querosene
- Razão Cotensoativo/Tensoativo: 4
- Fase aquosa: água do abastecimento

3.7 - Escolha do Sistema de Extração

Nesta etapa do trabalho realizou-se a escolha dos sistemas de extração e determinação das condições de extração. Foram obtidos 02 diagramas para o estudo da influência da fase aquosa nas regiões de Winsor. A partir dos seguintes constituintes:

Sistema 01 (Água do Açude Boqueirão do Caís)

- Tensoativo: Cloreto de dodecilamina
- Cotensoativo: álcool isopropílico
- Fase óleo: querosene
- Razão Cotensoativo/Tensoativo: 4
- Fase aquosa: água do açude do caís

Sistema 03 (Água do abastecimento da cidade)

- Tensoativo: Cloreto de dodecilamina
- Cotensoativo: álcool isopropílico
- Fase óleo: querosene
- Razão Cotensoativo/Tensoativo: 4
- Fase aquosa: água do abastecimento da cidade

Para os dois sistemas foram escolhidos pontos na área de existência de Winsor II, baseado na figura apresentada na seção 3.6.

3.8 – Extração de Ânions

O método da extração consiste na mistura de tensoativo (cloreto de dodecilamina), cotensoativo (álcool isopropílico), fase óleo (querosene) e fase aquosa (água do açude do caís e do abastecimento da cidade), em proporções definidas, favorecendo a região Winsor II. Portanto foi escolhido um ponto nos diagramas da água do açude e do abastecimento da cidade dentro da região de Winsor II. O sistema é colocado em contato, com agitação mecânica, por um tempo de 10 a 30 minutos, tempo esse que dá equilíbrio a solução. Encerrada a agitação, ocorre a separação espontânea das fases e a retirada da fase aquosa para a análise dos ânions cloretos.

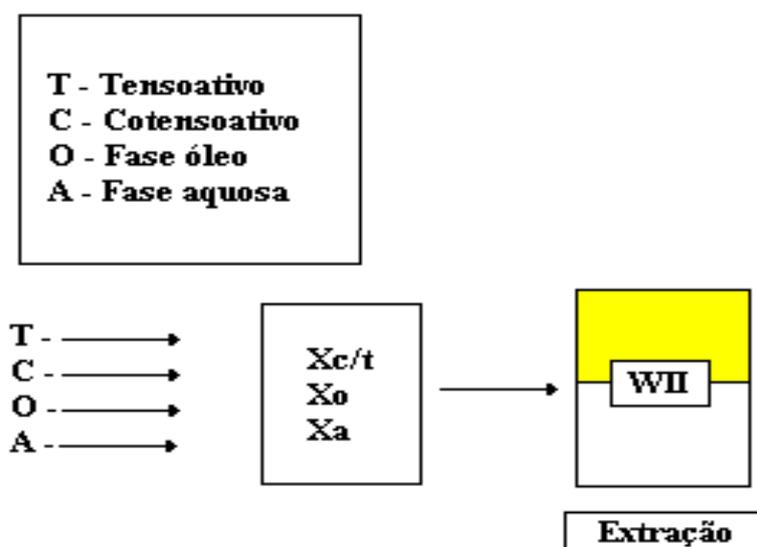


Figura 22- Representação do processo de extração.

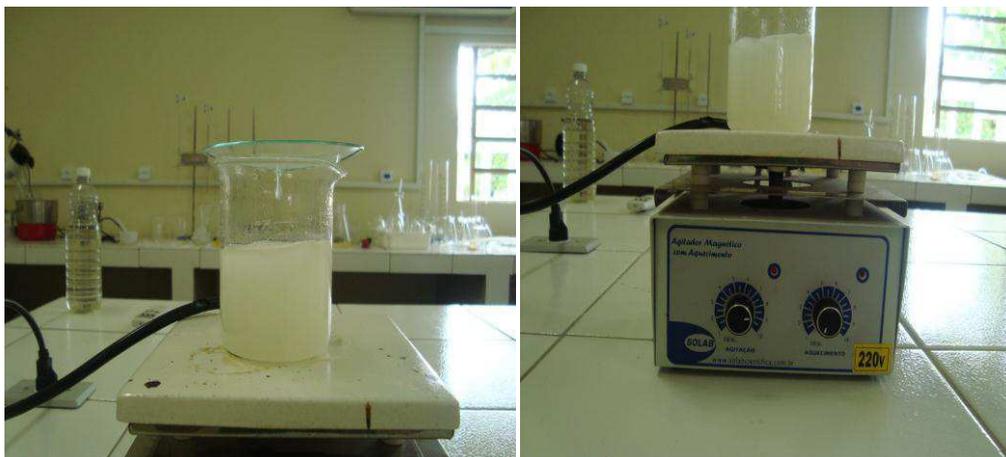


Figura 23- Representação dos sistemas I e II em agitação.

A composição dos pontos foi: C/T= 30%, Fo= 50% e Fa= 20%. As tabelas 3 e 4 apresentam as quantidades em gramas de cada constituinte para o sistema I e sistema II.

Tabela 03- Constituição do ponto do sistema I microemulsionado para extração de cloreto (Fa = água do açude do Caís) .

Constituintes	Valores Percentuais (%)	Valores em (g)
C/T	30%	Cotensoativo = 6,01g Tensoativo=1,55g
Fo	60%	15,03g
Fa	10%	2,51g

Tabela 04- Constituição do ponto do sistema II microemulsionado para extração de cloreto (Fa= água do abastecimento da cidade).

Constituintes	Valores Percentuais (%)	Valores em (g)
C/T	30%	Cotensoativo =24,04 g Tensoativo=6,0g
Fo	60%	60,0g
Fa	10%	10,4g

3.9 – Reextração dos Ânions

O processo de reextração consiste em adicionar a fase microemulsão carregada em ânions um ácido clorídrico (HCl) concentrado. O ácido é colocado em contato com uma fase microemulsionada Winsor II rica em ânions, sobre agitação, durante aproximadamente trinta segundos, tempo necessário para o ácido reagir com o tensoativo liberando os ânions para uma nova fase aquosa. A figura 24 mostra o esquema de reextração. (LUCENA NETO, 2005)

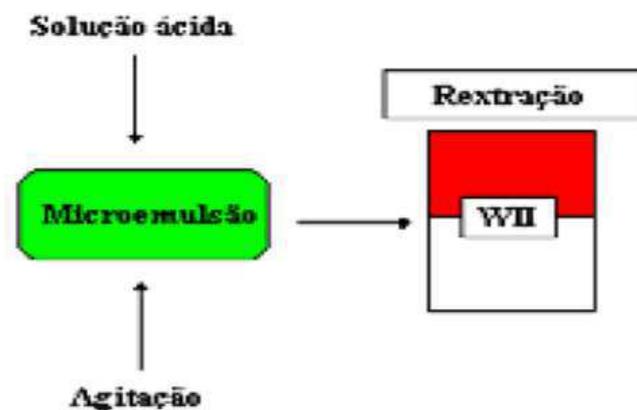


Figura 24– Representação do procedimento de reextração.

Após a separação de fases, analisaram-se os ânions contidos na nova fase aquosa reextraída e calculou-se o valor da concentração dos ânions.

4- Resultados e Discussão

4.1- Obtenção e Caracterização dos Constituintes de Microemulsões

Os sistemas deste estudo são constituídos de quatro constituintes: tensoativos, cotensoativos, fase oleosa e fase aquosa. A seguir são apresentados e discutidos sua obtenção e caracterização.

4.1.1- Síntese do Cloreto de Dodecilamina

O cloreto de dodecilamina foi obtido com rendimento de 80%. Percentual bastante satisfatório para ser utilizado em sistemas microemulsionados e realizar a extração. Lembrando que o cloreto de dodecilamina foi escolhido para ser aplicado na extração por se tratar de um tensoativo catiônico e interagir facilmente com os ânions cloreto.



Figura 25– obtenção do cloreto de dodecilamina.

O ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4) é gotejado no cloreto de sódio (NaCl), cuja reação promove a formação de ácido clorídrico (HCl) gasoso (figura 25). O ácido foi utilizado no estado gasoso para garantir sua pureza, evitando a presença de ácido no sal formado.

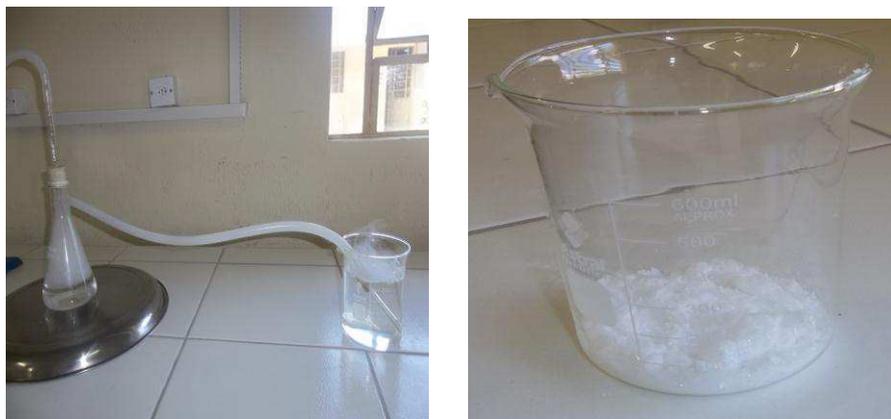


Figura 26– Síntese do Cloreto de Dodecilamina.

Desta forma consegue-se separar facilmente o precipitado formado. Em seguida o tensoativo formado foi lavado com éter em excesso, filtrado a vácuo e secado em dessecador.

4.1.2- Caracterização do Tensoativo

O cloreto de dodecilamina foi obtido a partir da síntese do sal amina, e também pela uma importante técnica, a espectrometria de IV. A seguir estão descritos os resultados:

Infravermelho: (V cm^{-1} KBr); 3333 (estiramento N-H de $-\text{NH}_3^+$); 2920 e 2851 (estiramento $\text{C-H}_{\text{alif.}}$ De CH_2 e CH_2); 1651 e 1569 (deformação angular N-H de $-\text{NH}_3^+$); 1489 e 1387 (deformação angular torcional N-H característica de NH_3^+). A figura 27 mostra o espectro de Infravermelho.

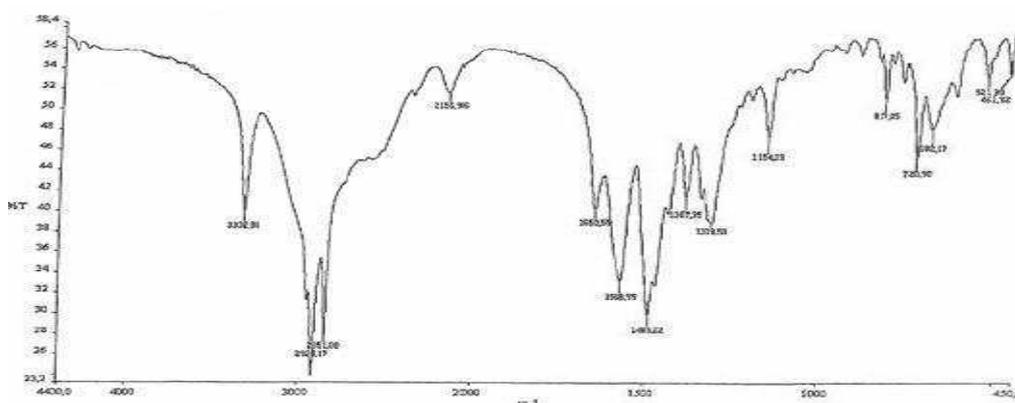


Figura 27 – Espectro de Infravermelho do cloreto de dodecilamina.

4.1.3- Fase óleo

A fase orgânica apresentou resultados esperado e satisfatórios quanto sua ação no processo de extração.

4.1.4- Cotensoativo

A escolha do cotensoativo foi pela influencia que ele exerce principalmente na solubilidade e estabilidade dos sistemas microemulsionados.

Tabela 05- Caracterização do cotensoativo

Técnicas	Álcool Isopropílico	
	Valor experimental / Valor Teórico	
Densidade (g/cm ³)	0,7866	0,7855
Ponto de Ebulição (°C)	82,8	82,4

4.2- Caracterização da Fase aquosa

A fase aquosa por ser o objeto de estudo foi caracterizada seguindo alguns parâmetros onde obteve os seguintes resultados:

4.2.1- pH

Tabela 06– Resultados das análises de pH.

Local da Coleta	Resultados	VMP*(518/04 M.S.)**
Açude	8,6	6,0 á 9,0
Cidade	7,6	6,0 á 9,0

*VMP= Valores Máximo Permitido.;**Portaria Ministério da Saúde. Fonte: dados da pesquisa junho de 2012.

O pH é um valor característico em soluções aquosas, que convencionalmente representa a sua acidez e alcalinidade. A legislação recomenda-se que a faixa de pH na água de distribuição esteja entre 6,0 e 9,0 (BRASIL, 2004). Todas as amostras estão de acordo com o que a legislação prevê, no Ministério da Saúde.

4.2.2- Turbidez

Tabela 07– Resultados das análises de turbidez

Local da Coleta	Resultados	VMP*(518/04 M.S.)**
Açude	8,5	5,0 UT
Cidade	1,10	5,0 UT

*VMP= Valores Máximo Permitido;**Portaria Ministério da Saúde. Fonte: dados da pesquisa junho de 2012.

Os valores elevados nas águas naturais do açude do caís são consequências da presença de materiais sólidos suspensos como detritos, de árvores mortas, erosão da barragem, com isso o valor se torna mais elevado do que o permitido pelo Ministério da saúde.

4.2.3- Condutividade

Tabela 08– Resultados das análises de condutividade

Local da Coleta	Resultados	VMP*(518/04 M.S.)**
Açude	1855 $\mu\text{S}/\text{cm}$	100 $\mu\text{S}/\text{cm}$
Cidade	1944 $\mu\text{S}/\text{cm}$	100 $\mu\text{S}/\text{cm}$

*VMP= Valores Máximo Permitido;**Portaria Ministério da Saúde. Fonte: dados da pesquisa junho de 2012.

Em geral, níveis superiores a 100 $\mu\text{S}/\text{cm}$ indicam ambientes impactados. Os valores obtidos mostraram que esta bem acima do permitido pelo ministério da saúde. Os resultados de condutividade foram 1855 a 1944 $\mu\text{S}/\text{cm}$ apresentando coincidência entre as amostras coletas do ponto de amostragem.

4.2.4- Dureza

Tabela 09– Resultado das análises de dureza

Local da Coleta	Resultados	VMP*(518/04 M.S.)**
Açude	383,4	500 mg/L
Cidade	433,8	500 mg/L

*VMP= Valores Máximo Permitido;**Portaria Ministério da Saúde. Fonte: dados da pesquisa junho de 2012.

A dureza da água é predominantemente causada pela presença de sais de Cálcio e Magnésio, de modo que os principais íons levados em consideração na medição são os de Cálcio (Ca^{2+}) e Magnésio (Mg^{2+}). A presença de cloretos nas amostras de água analisadas é um fator a ser levar em consideração, os mesmos formam cloretos de magnésio e de cálcio que são os principais metais causadores de dureza (MACÊDO, 2001). Como mostra os resultados todas às análises foram feitas em triplicatas. Como mostra a figura abaixo:

Água do Açude (sistema I)

Água do abastecimento da cidade (Sistema II)

1° titulação foi gasto 3,8 ml de EDTA;

1° titulação foi gasto 4,1 ml de EDTA;

2° titulação foi gasto 3,9 ml de EDTA;

2° titulação foi gasto 4,3 ml de EDTA;

3° titulação foi gasto 3,7 ml de EDTA;

3° titulação foi gasto 4,5 ml de EDTA;

$$D = \frac{\text{CEDTA} \times \text{VEDTA (ml)} \times 100,9 \times 1000}{100}$$

Onde:

D = dureza da água

CEDTA = concentração de EDTA

VEDTA = média do volume de EDTA em (ml).

Massa molar do $\text{CaCO}_3 = 100,09$

Sistema I

Sistema II

$$D = \frac{(0,1 \times 4,3 \times 100,9 \times 1000)}{100} = 433,8$$

$$D = \frac{(0,1 \times 3,8 \times 100,9 \times 1000)}{100} = 383,4$$

100 ml

100 ml



Figura 28– Resultado da dureza da água.

4.3 – Análise de ânions Cloretos

Na determinação de cloretos o ponto final é atingido quando os íons cromato combinam-se com os íons prata se observando, então, a formação de um precipitado vermelho, pouco solúvel. O ponto final da titulação difere do ponto de equivalência, devido à necessidade de adicionar excesso de íons prata para precipitar o Ag^2CrO^4 em quantidade suficiente para ser visualizado na solução amarelada que já contém o AgCl em suspensão. A titulação foi feita em meio neutro, e com evitando que os íons hidrogênio reajam com os íons cromato provenientes do indicador.

As amostras de água estão representadas na tabela 10, chamadas de amostra I e II. Onde a amostra I, é a amostra do açude. E a amostra II e a água da torneira.

Tabela 10– Quantidade de cloreto encontrado nas águas analisadas, onde VMP representa os Valores Máximos Permitidos pelo Ministério da Saúde.

Parâmetro	Amostra I	Amostra II	VMP
Cloreto (mg/L)	1014	1014	250

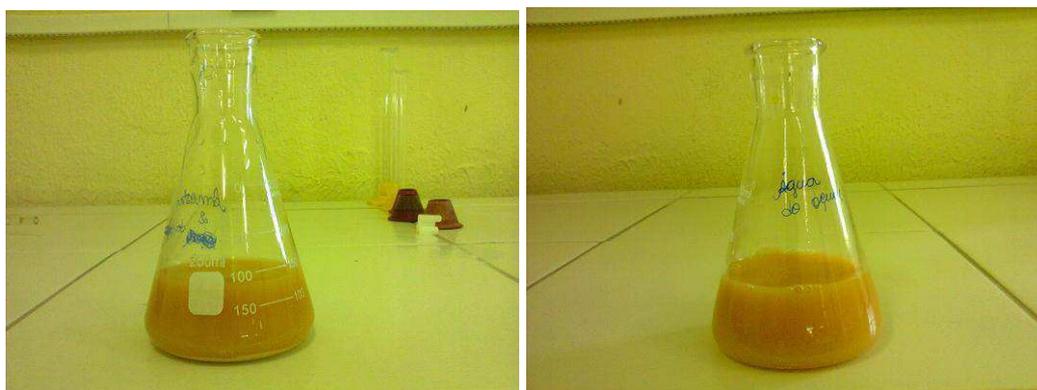




Figura 29– Resultados dos cloretos encontrados na água.

De acordo com a tabela 10, os valores de Cloretos, estão bem acima dos permitidos pelo Ministério da Saúde, fato atribuído às próprias características da água na região, e agravado pelo longo período de estiagem, pois o açude no período das coletas estava bem abaixo do nível da sua capacidade. A quantidade encontrada foi de 1014 mg/L e sabe-se que é permitido até o máximo de 250mg/L.

4.4- Determinação das Regiões de Winsor

Para determinar as regiões de Winsor é necessário um estudo prévio dos diagramas pseudoternários, e a partir desse estudo identificar os domínios e a existência dos equilíbrios de Winsor. As regiões de microemulsão sofrem influencia de diversos, como a natureza do cotensoativo, razão C/T, temperatura, entre outros.

Foram utilizados diferentes concentrações das soluções aquosas nos dois sistemas para obtenção destes diagramas, cuja composição é:

- Tensoativo: Cloreto de dodecilamina
- Cotensoativo: álcool isopropílico
- Fase óleo: querosene
- Razão Cotensoativo/Tensoativo: 4
- Fase aquosa: água do abastecimento da cidade do ponto.

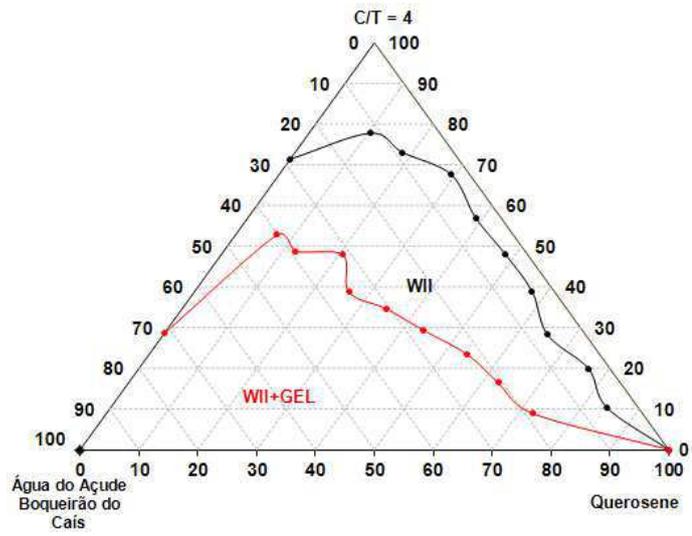


Figura 30- Diagrama mostrando a região de Winsor II utilizando a amostra do açúcar do ponto 01.

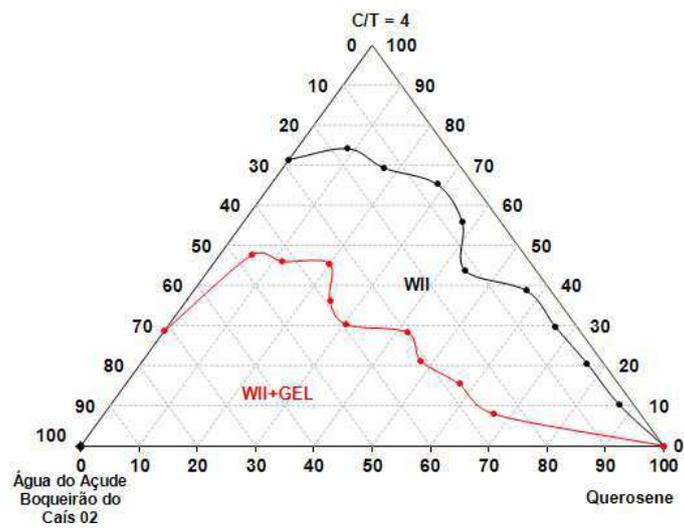


Figura 31-Diagrama mostrando a região de Winsor II utilizando a amostra do açúcar do ponto 02.

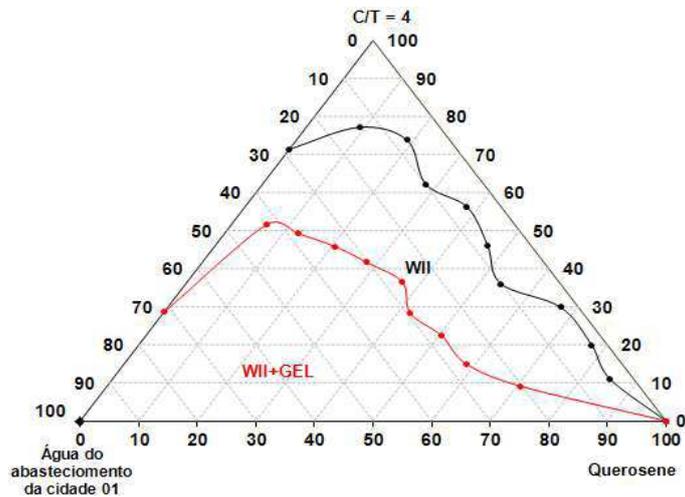


Figura 32- Diagrama mostrando a região de Winsor II utilizando a amostra do abastecimento da cidade do ponto 01.

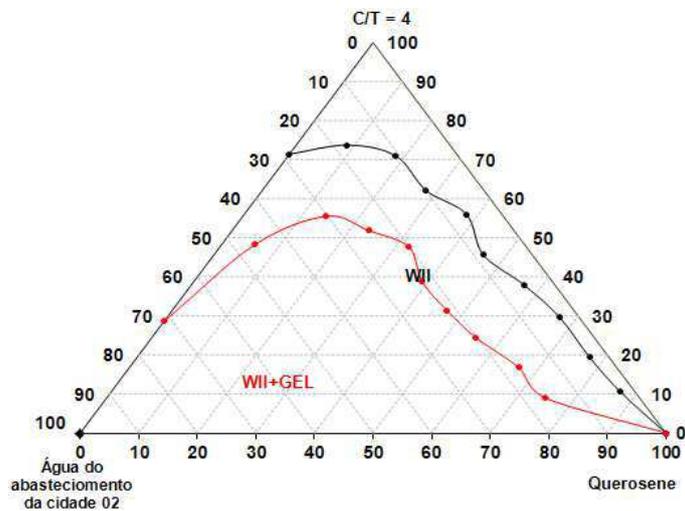


Figura 33- Diagrama mostrando a região de Winsor II utilizando a amostra do abastecimento da cidade do ponto 02.

De acordo com as figuras 30, 31, 32 e 33 os diagramas mostram as regiões de Winsor II, regiões que favoreceram a extração por apresentar duas fases. A partir desses diagramas foram escolhidos os pontos para realização da extração dos ânions cloretos. As figuras 30 e 31 apresentaram um aumento da região devido à alta salinidade das amostras da água do açude. Já as figuras 32 e 33 apresentaram regiões bem menores por influência do tratamento que a água passa na estação de tratamento da cidade.

4.5 – Resultado da Extração

O processo de extração de cloreto foi realizado em triplicata, com rendimento de extração de 100%. De acordo com a literatura (LUCENA NETO, 2005) a extração ocorre por interação eletrostática entre a cabeça do tensoativo positiva e o ânion negativo.

Os resultados da extração podem ser observados na tabela a seguir.

Tabela 11- Resultados da extração dos sistemas I e II

Sistemas de Extração	(%) Extração
Sistema I	100
Sistema II	100



Figura 34– Extração de ânions cloretos da água do município de Cuité.

A figura 34 mostra a região descrita por Winsor como Winsor II, onde a microemulsão (menos densa) rica em ânions cloretos fica na parte superior e abaixo fica a fase aquosa sem nenhum ânion cloreto presente na solução.



Figura 35– Resultado da água antes e depois da extração dos ânions cloretos (frasco de cor alaranjada rico em ânions e frasco de cor amarelada pobre em ânions).

A figura 35 mostra a concentração de ânions cloretos na água antes de realizar a extração e depois da extração dos ânions. A extração dos íons cloretos apresentou rendimento excelentes, com percentual de 100% para as amostras I e II, mostrando que a extração por microemulsão é uma excelente alternativa para remoção desse ânion.

4.6 – Resultado da Reextração

Após a etapa de extração, onde a microemulsão ficou rica em ânions cloretos se fez a reextração. Nesta fase é adicionado um ácido à microemulsão, que provoca a passagem dos ânions para uma nova fase aquosa. O ácido adicionado foi o ácido sulfúrico que apresentou eficaz no processo de reextração. Os resultados mostraram que os ânions foram recuperados da microemulsão.



Figura 36- resultado da reextração dos ânions cloretos dos sistemas I e II.

Os resultados de reextração podem ser observados na tabela a seguir.

Tabela 12- Resultada de reextração dos sistemas I e II

Sistemas de Extração	(%) Reextração
Sistema I	85
Sistema II	85

Na tabela os resultados dos percentuais de reextração mostram que os ânions foram recuperados com 85% de eficiência para os dois sistemas, resultado bastante satisfatório.

5- CONCLUSÃO

De acordo com alguns parâmetros físico-químicos analisados, a água do abastecimento da cidade de Cuité apresenta-se fora do padrão de potabilidade, ou seja, imprópria para o consumo humano. O excesso de cloro pode trazer danos à saúde de quem consome esta água. E através dessas análises foi realizado o seguinte trabalho com o objetivo de fazer a extração de ânions presentes na água do Açude Boqueirão do Caís água esta que abastece a cidade de Cuité-PB através do sistema microemulsionado. A extração por microemulsão é uma nova tecnologia que vem se somar as demais trazendo aspectos positivos como a remoção instantânea dos ânions cloretos. Os resultados obtidos neste trabalho nos permitiram estabelecer um conjunto de conclusões em relação à extração dos ânions por microemulsão. Estas conclusões se estendem desde a etapa de caracterização do tensoativo, caracterização da fase aquosa (pH, turbidez, condutividade e dureza) a ser utilizado, passando pelo estudo das regiões de microemulsão(cotensoativo e a razão C/T) e da determinação das regiões de Winsor obtidas nos sistemas I e II. Até o processo de extração e reextração. O surfactante utilizado foi obtido a partir da síntese do cloreto de dodecilamina com rendimento de 80%. Percentual bastante satisfatório, e por ser um tensoativo catiônico, ele se mostrou igualmente capaz de formar regiões de microemulsão e de extrair os ânions cloretos da água por meio de sistemas microemulsionados.

Para obtenção dos diagramas de microemulsão, utilizamos um cotensoativo que favoreceu as regiões de Winsor bem definidas. Utilizamos também uma fase oleosa e uma fase aquosa. A fase óleo escolhida foi o querosene com base em sua solubilidade desprezível na fase aquosa e seu baixo custo.

As regiões de Winsor II favoreceram a escolha dos pontos para extração dos ânions da fase aquosa (água do abastecimento da cidade de Cuité- PB) à microemulsão, onde a microemulsão foi separada da fase aquosa e com ela carregando todos os ânions cloretos presentes na água, tornando a microemulsão rica em ânions cloretos e deixando água pobre de ânions. Todo esse conjunto de constituintes nos permitiu a atingir percentuais de extração de 100% e reextração de 85%, resultado bastante satisfatório.

Finalmente, concluímos que os sistemas microemulsionados podem ser utilizados para a extração dos ânions cloretos e para extração de outros ânions presentes na água.

6- REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ATWOOD, D.; FLORENCE, A. T. Surfactants Systems. 1ª.edição, London: Chapman and Hall, 1983.
2. BARROS NETO, E.L.. Extração de Cobre Utilizando Microemulsões: Otimização e Modelagem, 1996. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia Química, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal.
3. BRASIL. Ministério da saúde. Portaria n. 518, 25 de março de 2004. Dispõe sobre normas e padrões de potabilidade de água para consumo humano. Brasília: SVS, 2004.
4. BERTHOD, A., Structures Physico-Chimiques des Milieux Disperses, Micelles, Emulsions et Microemulsions. Journal de Chimie Physique, V80, n 5, p 407 - 423, 1983.
5. CONAMA- Conselho Nacional do Meio Ambiente, Resolução n. 357, de 17 de março de 2005. Dispõe sobre a classificação dos corpos de água e diretrizes ambientais para o seu enquadramento, bem como estabelecer as condições e padrões de lançamento de efluentes, e dá outras providencias. Brasília: 2005.
6. CRUZ, D’J. O.; UCKUN, M. F. Gel-microemulsions as vaginal spermicidal and intravaginal drug delivery vehicies. Contraception, v. 64, n.2, p. 113-123, 2001.
7. CURBELO, Fabiola Dias Da Silva, Recuperação avançada de petróleo utilizando tensoativos, Tese de Doutorado, Universidade Federal Do Rio Grande Do Norte Centro De Tecnologia, Departamento De Engenharia Química, Programa De Pós-Graduação Em Engenharia Química, março de 2006.
8. FORTE, K.R. Extração de metais pesados utilizando microemulsão. Dissertação (Mestrado), Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Departamento de Engenharia Química/PPGEQ, Natal, 1992.
9. LOPES, Francisco Wendell Bezerra – Dessulfurização do Gás Natural Utilizando Sistemas Microemulsionados. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Programa de Pós-Graduação em

Engenharia Química, Programa de Recursos Humanos da Agência Nacional do Petróleo – PRH-14: Engenharias de Processos em Plantas de Petróleo e Gás Natural, Natal/RN, Brasil, 2003.

10. LUCENA NETO, M. H. Estudo da Influência de Tensoativos em Sistemas Microemulsionados na Extração de Gálio e Alumínio, Tese (Doutorado), Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Departamento de Engenharia Química. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Natal, RN, 2005.
11. MANIASSO, Nelson, Ambientes micelares em química analítica – Química Nova vol.24 no. 1, p 87-90 São Paulo Jan./Feb. 2001.
12. MO, C.; ZHONG, M.; ZHONG, Q. Investigation of structure and structural transition in microemulsion systems of sodium dodecyl sulfonate + n-heptane + n-butanol + water by cyclic voltametric and electrical conductivity measurements. Journal of Electroanalytical Chemistry, v.493, n. 1-2, p. 100-107, 2000.
13. MOULIK, S.P.; PAUL, B.K. Structure, dynamics and transport properties of microemulsions. Advances in Colloid Interface Science: Elsevier Science, Ltd., V. 78, 99-195, 1998.
14. MOURA, M.C.P.A”. Otimização do Processo de Recuperação de Cromo de Efluentes de Curtumes por Microemulsões no Extrator Morris”. Dissertação (Mestrado), Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal: DQ/ PPGQ, 1997.
15. MOURA, M.C.P.A. Utilização de microemulsões como agentes modificadores de superfícies para remoção de íons metálicos. Tese de Doutorado, UFRN. Natal: DEQ/PPGEQ, 2001.
16. MUKERJEE, P.; MYSELS, K. J.; Critical micelles concentration of aqueous surfactantsystems, Washington: U.S. Gov. Printing Office, Superintendent of Documents, 1971.
17. OLIVEIRA, A. G.; SCARPA, M. V.; CERA, L. F. R. Microemulsões II: Aplicações de liberação de fármacos. Infarma, v.14, n.7-8, p.76-80, 2002.

18. RAMOS, A. C.. Extração de Tungstênio Utilizando Microemulsões, Dissertação (Mestrado), Universidade Federal do Rio Grande do - Norte, Natal: DEQ-PPGEQ, Natal, 1996.
19. REIS, Maycon Fagundes Teixeira, Micelas reversas formadas por surfactantes/solvente orgânico/água: estudo termodinâmico e aplicação para extração de proteínas na semente de jaca, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Pró-Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Alimentos – Itapetinga, Bahia, 2010.
20. SILVA, K. S. T. Novos sistemas microemulsionados para formação de organogel e sua aplicação na imobilização de enzimas, 2000. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia Química, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal.
21. SILVA, A.C.M. Microemulsões Aplicadas ao Tratamento de Óleo Isolantes.Tese (Doutorado).Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Natal, RN,2006.
22. SKOOG,D. A.et al. Fundamentos da Química Analítica. São Paulo: Thomson Learning.
23. STOKES, J.R.; EVANS, D. F. Fundamentals of interfacial engineering. Wiley-VCH. New York, 1997.
24. SZYMANOWSKI, J..Kinetics of Extraction in Typical and Micellar Systems, ISEC, 1996
25. TROTTA, M.; PATTARINO. F.; IGNONI, T. Stability of drug-carrier emulsions containing phosphatidylcholine mixtures. European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics. v. 53, n. 2, p. 203-208, 2002.
26. VOGEL, Química Analítica Quantitativa. ED, 6 . Tradução: Julio Carlo Afonso, Paula Fernandes, Ricardo Bicca. São Paulo, LTC,2002.
27. WINSOR, P. A. Hidrotopy, Solubilization, and Related Emulsification Processes. I to VIII. Trans. Faraday Soc., V44, p 376, 1948.