

# Inversão de fase em nano-emulsões monitorada por modificações reológicas: Efeito do glicerol na estabilidade.

Paula Gimenes (PG)<sup>1</sup>, Claudia P. Sanches (IC)<sup>1</sup>, Elizabeth P. G. Arêas (PQ)<sup>1\*</sup> [epgareas@usp.br](mailto:epgareas@usp.br)

<sup>1</sup>Instituto de Química - USP

Palavras chave: reologia, método PIT, nanoemulsões, caseinato.

## Introdução

Nano-emulsões são emulsões com distribuição estreita de tamanho de partículas na escala nanométrica (tipicamente 20-200 nm). Diferentemente das microemulsões, as nano-emulsões são apenas cineticamente estáveis e, portanto, não podem ser formadas espontaneamente.

Uma propriedade físico-química importante de surfactantes aniônicos polietoxilados é que estes mudam seu caráter lipofílico e hidrofílico com a temperatura, produzindo nano-emulsões quase espontaneamente durante a transição de fase que ocorre no processo de emulsificação.

O método de emulsificação por inversão de fase (método PIT) é usado extensivamente na indústria, sendo que a transição de fase é monitorada através da mudança na condutividade do sistema, que diminui abruptamente quando a emulsão O/W passa para W/O. No entanto, este teste nos fornece apenas a temperatura HLB ( $T_{HLB}$ ), sem nenhuma outra informação sobre o sistema.

Neste trabalho propomos o uso de reologia para determinar a temperatura de inversão de fase e fazer inferências acerca da estabilidade da emulsão formada.

## Metodologia

Reologia estacionária foi utilizado para simular o método PIT e monitorar a resposta do sistema a temperatura. O planejamento fatorial fracionário  $2^{5-2}$  foi empregado na determinação do efeito das variáveis de composição no pico de transição. Os gráficos de reologia foram tratados em Origin 8. Espalhamento de luz estático foi empregado para determinação de tamanho de partícula.

## Resultados e Discussões

A dependência da viscosidade com a temperatura decai exponencialmente até a região de transição de fase, onde foi observado um pico de aumento na viscosidade do sistema (Figura 1A). O planejamento fatorial para as variáveis NaCl, glicerol, surfactante (C18E20), razão surfactante/cossurfactante (caseinato) e proporção entre água e óleo (miristato e palmitato de isopropila) mostrou que as variáveis que afetam a temperatura de pico estão em concordância com o esperado para a  $T_{HLB}$ . Também

foi possível verificar o efeito da taxa de aquecimento sobre a  $T_{HLB}$ .

No entanto, no caso da reologia, foi possível correlacionar a altura do pico (viscosidade do sistema na transição) a variáveis glicerol, sal e surfactante total, sendo que a proporção entre C18E20/caseinato não é significativa. Este resultado está de acordo com nossos trabalhos anteriores em que nano-emulsões foram obtidas pela substituição de até 35% de C18E20 por caseinato sem alterar o tamanho de partícula: com 5% de C18E20+caseinato total, C18E20/caseinato 65/35 80,8 nm, 80/20 107,79 nm e 95/5 91,1 nm.

Observamos que a dependência da viscosidade com a quantidade de glicerina na transição resulta em uma descontinuidade do perfil (Figura 1B). Emulsões preparadas nas composições antes da região de descontinuidade mostraram baixa estabilidade para miristato de isopropila (dias) e nenhuma estabilidade para palmitato de isopropila. No entanto as emulsões produzidas com composição de glicerol acima da região de descontinuidade ficaram estáveis por meses.

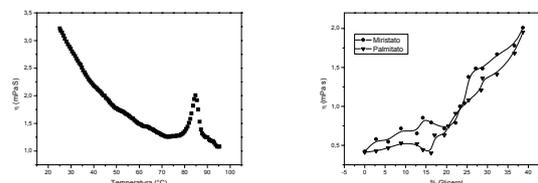


Figura 1: A) Rampa de aquecimento com transição de fase. B) Efeito do glicerol na viscosidade do sistema na transição (3,5% de C18E20+ caseinato, C18E20/caseinato 80/20 e 4,7% NaCl).

## Conclusões

- Reologia mostrou-se um método apropriado para investigar transições W/O→O/W, com dependência da taxa de aquecimento.
- A dependência da altura do pico com a porcentagem de glicerol para uma emulsão 3,5% C18E20+caseinato, C18E20/caseinato 80/20, apresentou uma descontinuidade que foi relacionada à estabilidade da nano-emulsão formada.
- Aparentemente há uma correlação entre a viscosidade no pico de transição e as características estruturais da emulsão formada.

## Agradecimentos

A FAPESP pelo financiamento do projeto e bolsas de mestrado e IC de P. G. e C. P. S.