

ESTUDO CALORIMÉTRICO DA LARGURA DA ZONA METAESTÁVEL NA CRISTALIZAÇÃO DO ÁCIDO ADÍPICO EM ÁGUA POR TURBIDEZ, FLUXO DE CALOR, ANÁLISE DE IMAGENS E LUMINOSIDADE.

Andréia de Paula Mota da Silva (IC), Matheus Soares (IC), Rodrigo Caciano de Sena (PG), João Francisco Cajaiba da Silva* (PQ) cajaiba@iq.ufrj.br

Instituto de Química – UFRJ

Rua Hélio de Almeida, 40 - Pólo de Xistquímica Professor Claudio Costa Neto - IQ/UFRJ

CEP 21941 - 614 Cidade Universitária - Rio de Janeiro – RJ

Palavras Chave: cristalização, análise de imagens, calorimetria, turbidimetria

Introdução

A cristalização é um dos processos mais empregados em nível industrial para a separação e purificação de produtos cristalinos. A compreensão e controle dos mecanismos envolvidos no processo de cristalização (nucleação e crescimento dos cristais) são fundamentais para o desenvolvimento, análise e controle do processo.

Para avaliar o início da cristalização do ácido adípico em água fez-se uma comparação entre os métodos de fluxo de calor, análise de imagens, intensidade luminosa e turbidimetria através de um planejamento fatorial do tipo 2³.

O ácido adípico foi utilizado como modelo pois não possui polimorfo e suas curvas de solubilidade são encontradas na literatura.

Resultados e Discussão

A determinação da taxa de nucleação foi feita através de uma solução aquosa de ácido adípico a 5% resfriada numa taxa de 1°C/min com velocidade de agitação de 400rpm.

Para avaliar o início da cristalização um dos métodos utilizados foi o de análise de imagens através do software Master View desenvolvido pelo grupo.

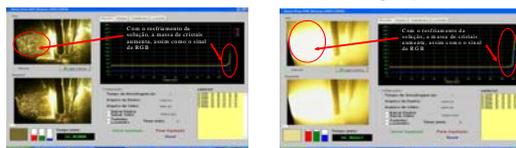


Figura 1: Monitoramento do início da cristalização do ácido adípico pelo método de análise de imagens.

A Figura 2 mostra o início da cristalização por todos os métodos. A diferença entre a temperatura do início da cristalização determinada pelo método turbidimétrico é maior em relação aos outros métodos. Tal fato pode estar correlacionado diretamente com o tamanho das partículas e a concentração do meio no início da cristalização.

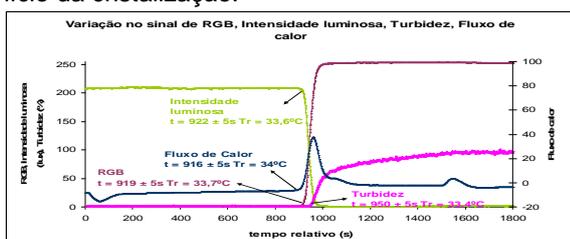


Figura 2: Curvas de intensidade luminosa, turbidez, análise de imagens, Fluxo de Calor

Na Tabela 1, são mostrados os resultados obtidos no planejamento fatorial da determinação da largura da zona metaestável.

Exp.	Taxa de resfriamento (°C/min)	Concentração (%emássica)	Velocidade de agitação (rpm)	LM (Fluxo de calor) (°C)	LM (RGB) (°C)	LM (Turbidez) (°C)	LM (Espalhamento de luz) (°C)
1	0,1	5	200	6,2	6,1	6,5	6,2
2	1,0	5	200	14,2	12,8	14,3	12,9
3	0,1	18	200	2,7	2,7	2,8	2,8
4	1,0	18	200	6,5	6,2	7,3	6,7
5	0,1	5	400	7,0	6,3	6,7	6,6
6	1,0	5	400	9,3	9,6	9,9	9,6
7	0,1	18	400	2,2	2,1	2,3	2,3
8	1,0	18	400	4,2	4,1	4,4	2,8

Tabela1: Resultados dos experimentos realizados no planejamento fatorial para a determinação da largura da zona metaestável.

A partir da análise do teste-t e teste-F, no nível de confiança de 95%, apenas taxa de resfriamento e concentração foram consideradas significativas.

A Figura 3 mostra que, quando são considerados os intervalos dos efeitos, o fluxo de calor, análise de imagens e espalhamento de luz são equivalentes.

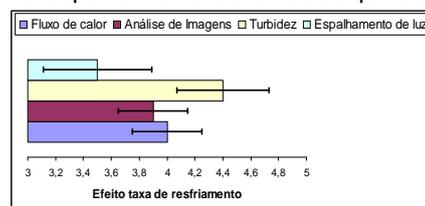


Figura 3: Amplitude dos efeitos determinados para a taxa de resfriamento através do planejamento fatorial.

Conclusões

O método calorimétrico consegue visualizar a cristalização antes dos demais.

Apesar de o método turbidimétrico ser menos sensível para detectar o início da cristalização, o mesmo junto com fluxo de calor consegue monitorar todo o processo de cristalização, enquanto os métodos de análise de imagem e intensidade luminosa a 180°C não são capazes de monitorar todo o processo.

Agradecimentos

Petrobras, Finep.

¹ NYLVT, J.; Hostomsky, J.; Giuliatti, M. *Cristalização*, São Paulo, IPT/UFSCar, 2001.