

PROCESSO INCENTIVADO POR MICRO-ONDAS PARA A PRODUÇÃO DE FTALATO DE DI-2-ETILHEXILA

Gabriel Quelli Trevisan Przysiezny¹; Luiz Alberto Jermolovicius²

¹ Aluno de Iniciação Científica da Escola de Engenharia Mauá (EEM/CEUN-IMT);

² Professor da Escola de Engenharia Mauá (EEM/CEUN-IMT).

Resumo. Foi determinado experimentalmente que a esterificação de anidrido ftálico com 2-etilhexanol pode ser acelerada por irradiação da reação com micro-ondas de frequência 2,45 GHz. Neste trabalho exploratório foi testado, com sucesso, o conceito de uma configuração inovadora de cavidade monomodal de baixa reflexão. Também foi quantificado o erro que pode ser cometido ao calcular o rendimento da esterificação utilizando os dados da quantidade de água coletada ao invés de dados cromatográficos da composição da carga em reação.

Introdução

O di-2-octil ftalato (DOP) é o plastificante mais utilizado e reconhecido como um dos melhores para a plastificação do cloreto de polivinila (PVC) e numerosas outras resinas. Sua síntese se da a partir da reação entre anidrido ftálico e 2-etilhexanol (octanol) e pode ser melhor visualizada pela Figura 1.

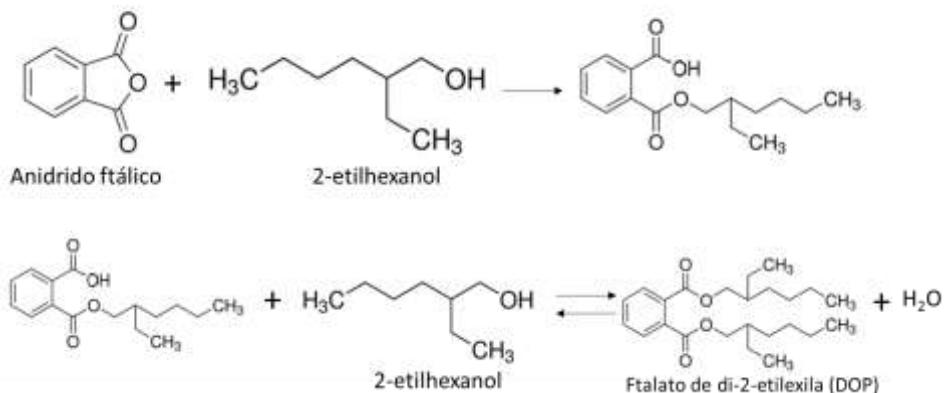


Figura 1 - Reação de síntese de DOP

No presente trabalho, foi testada a viabilidade técnica de reatores montados em cavidades monomodais de volume variável e de baixa reflexão de micro-ondas visando otimizar a produtividade desta esterificação. Realizou-se um estudo comparando o aquecimento elétrico convencional de um reator operado em modo batelada com o mesmo reator sendo aquecido através de um gerador de micro-ondas de 2,45 GHz. Tendo em vista a comprovação experimental de indícios de que a irradiação por micro-ondas pudesse acelerar a produção de DOP. Também, confirmar se é viável a monitoração da reação por meio da água de reação recolhida durante o processo.

Materiais e Métodos

A produção de DOP foi realizada em um reator de vidro de 250 ml com carga de 50 gramas de anidrido ftálico PA e 2-etilhexanol PA em proporções estequiométricas empregando ácido metanossulfônico como catalisador e xilol como solvente inerte e como veículo de extração azeotrópica da água de reação. O processo foi realizado com duas fontes de energia diferentes: irradiação por micro-ondas de 2,45 GHz e aquecimento resistivo convencional.

O processo com micro-ondas foi realizado em uma cavidade de conceito inovador que permite operar com baixa reflexão de energia. O processo convencional foi aquecido em uma manta elétrica de laboratório com controle de potência aplicada.

O reator irradiado por micro-ondas foi desenvolvido no Laboratório de Micro-ondas do Instituto Mauá de Tecnologia. É constituído de uma cavidade experimental que comporta um balsai de vidro Pyrex de 250 ml. Utiliza um gerador micro-ondas de 2,45 GHz de 3 KW (Cober), um curto móvel, um circulador de micro-ondas e um acoplador direcional. A potência irradiada e refletida de micro-ondas foi medida com um medidor de potência (Agilent 8481A), Figura 2.

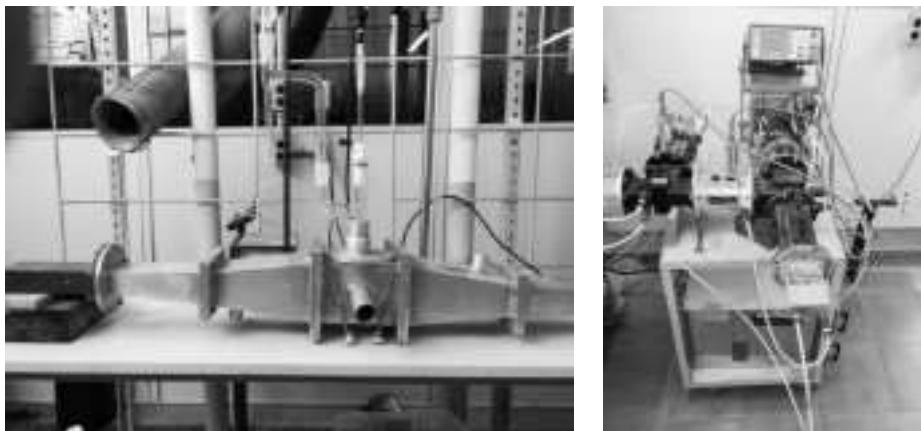


Figura 2 - Sistems utilizado para realização da reação de DOP incetivado por Micro-ondas de 2,45GHz

O reator convencional utilizou o mesmo frasco Pyrex, porém o aquecimento foi com uma manta elétrica onde a potência disponibilizada foi controlada através de um variac (Auje indústria eletroeletrônica) e wattímetro portátil (Yokogawa MCP 500), Figura 3.

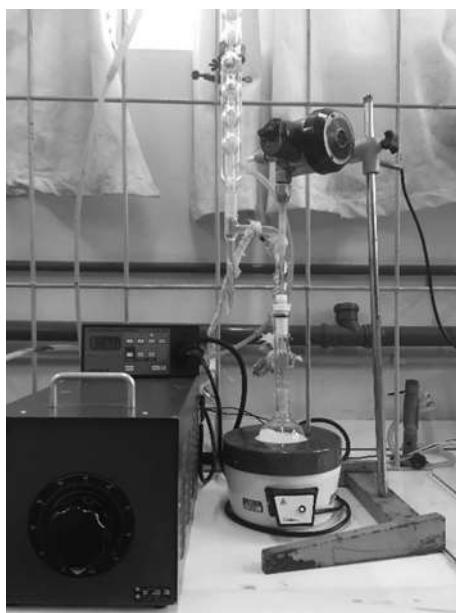


Figura 3 - Reator com aquecimento elétrico e controle de potência

A temperatura do reator era medida através de um termômetro infravermelho (Fluke 568) a cada 5 minutos, o meio era agitado com o auxílio de um agitador mecânico (Ética equipamentos científicos), os reagentes foram pesados em uma balança analítica (Shimadzu máx – 220g).

Com o objetivo de deslocar o equilíbrio da segunda reação deste processo para a formação dos produtos (DOP e água) foi acoplado ao reator um Dean-Stark de 10 ml carregado com xitol, com isso foi possível pelo princípio da transferência de massa capturar a água formada, facilitando o transcorrer da reação.

Duas formas de monitoramento do processo foram utilizadas, a primeira foi relacionar a conversão pela quantidade de água capturada pelo Dean-Stark, uma vez que pelo balanço de massa da reação pode-se calcular o volume de água para os diversos níveis de conversão. A segunda forma de análise de conversão foi a utilização da cromatografia a gás empregando o cromatógrafo e utilizando uma coluna J&W (122-4732).

Em testes iniciais foi determinada a posição ótima do curto móvel acoplado na cavidade irradiada por micro-ondas a fim de se obter a menor potência refletida pelo reator. A menor potência refletida corresponde à cavidade com o melhor aproveitamento da potência irradiada de micro-ondas pelo gerador.

Em seguida foram realizados testes exploratórios para acerto de detalhes operacionais como formação de espuma, vaporização do xitol, vazão de água de refrigeração.

A preparação do DOP foi realizada pelos dois procedimentos acima descritos, utilizando micro-ondas e aquecimento elétrico convencional. As amostragens foram feitas a cada 10 minutos, retirando-se uma alíquota de 1 ml do material de reação. A amostra era diluída em acetona, congelada e enviada para dosagem de DOP por cromatografia gasosa. Nos mesmos tempos, a água coletada no Dean-Stark era recolhida em proveta para ser medida.

Resultados e Discussão

Na **Figura 4** é possível observar os resultados obtidos nos testes realizados para a determinação da posição ótima do curto móvel da cavidade por onde a micro-ondas era incidida. Como é possível observar pela figura 2, a posição ótima do curto móvel era quando ele estava deslocado 9,5 cm. Foi nessa posição que se configurou a cavidade empregada.

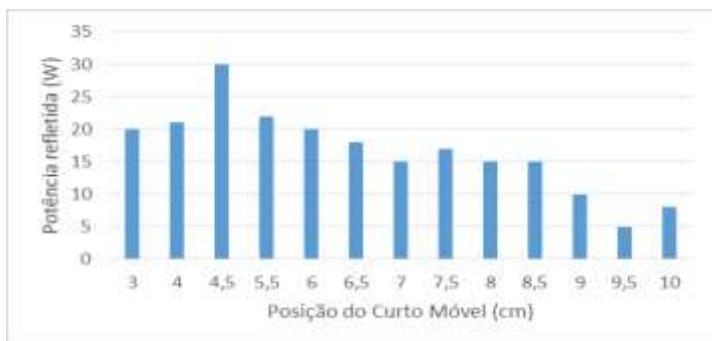


Figura 4 - Potência refletida pelo reator em função da posição do curto móvel

A

Tabela 1 apresenta o erro observado ao se monitorar o processo por meio do volume de água produzida ao invés de análise cromatográfica.

Tabela 1 - Comparação dos rendimentos calculados com dados obtidos por cromatografia e por medido do volume de água formada.

Tempo (min)	Volume de água de reação		Rendimento baseado em:	
	Micro-ondas	Elétrico	Cromatografia	Elétrico
0	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%
10	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%
20	0,00%	0,00%	0,48%	0,00%
30	7,40%	0,00%	4,52%	0,00%
40	32,35%	0,00%	10,90%	0,00%
50	48,52%	1,10%	19,93%	0,74%
60	67,16%	6,58%	26,94%	3,86%
70	78,40%	15,35%	45,03%	8,66%
80	89,36%	26,32%	53,51%	16,91%

É possível observar que há uma sensível diferença entre os rendimentos quando calculados pelo volume de água e quando calculados com o auxílio da cromatografia. Essa diferença pode ser explicada pelo fato da água capturada pelo Dean-Stark possuir diversos tipos de contaminantes, como por exemplo, sólidos em suspensão, resquícios de xilol diluídos nela, entre outros. O método cromatográfico é muito mais preciso que a coleta da água de reação e é o método adequado para controle do processo.

A Figura 5 apresenta o rendimento calculado a partir das dosagens cromatográficas do material em reação. É possível observar uma grande disparidade de valores quando comparamos o aquecimento elétrico e o aquecimento por micro-ondas, o que já indica uma eficiência muito superior para o processo irradiado por micro-ondas.

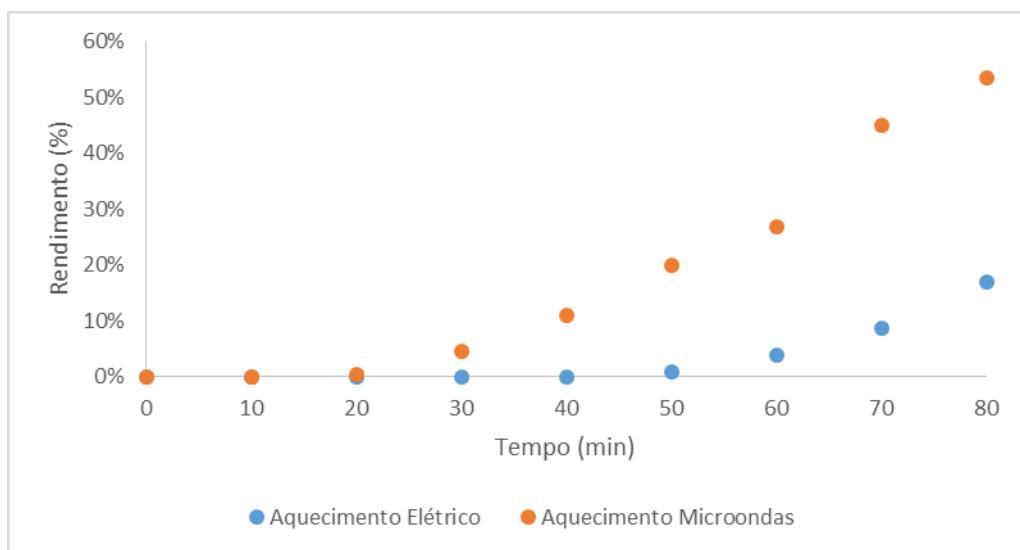


Figura 5 - Rendimento calculado a partir da análise de dados da cromatografia gasosa

Nota-se que a curva do aquecimento com micro-ondas tende a um patamar por volta de um rendimento de 50%. Isto é devido ao fato das quantidades de componentes da carga (anidrido ftálico, 2-etilhexanol, ácido metanossulfônico e xilol) não estão em proporção otimizada.

Entretanto, é evidente a diferença de rendimento entre os dois processos. Nota-se que em questão de 80 minutos o rendimento em DOP obtido com micro-ondas é o dobro do obtido por via convencional.

As potências medidas durante o processo foram; 70 W para a manta elétrica e 100 W de micro-ondas. Esses 100 W de micro-ondas convertido em energia elétrica, para o gerador utilizado, resulta em um consumo de 70 W de energia elétrica. Como o tempo de processamento foi o mesmo para ambos, 80 minutos, a energia elétrica consumida foi de 346 kJ para o processo convencional e de 548 kJ para o processo com micro-ondas.

Considerando os rendimentos medidos: 18 % para o processo convencional e 54 % para o com micro-ondas, determinou-se que a produção de DOP foi de 23,7 g para o processo convencional e 71,1 g para o com micro-ondas. Portanto, o processo convencional consumiu 14,6 kJ por grama de DOP e o processo com micro-ondas consumiu 6,8 kJ por grama de DOP.

Conclusões

É inegável a maior eficiência do processo incentivado por micro-ondas quando comparado ao aquecimento convencional, produzindo um DOP com apenas 46,5 % da energia elétrica consumida em processo convencional.

Ficou comprovada a viabilidade técnica da cavidade inovadora, que permitiu uma baixa perda de energia por reflexão de micro-ondas.

Foi confirmado que a monitoração do processo por coleta da água de reação é falha e, apenas serve de indicativo do andamento do processo.

Referências Bibliográficas

Elekeiroz. **Ficha técnica e guia de performance.** Disponível em:

<www.elekeiroz.com.br/PT/produtos/Documents/Manual%20Completo.pdf> . Acesso em: 30 Jan. 2015.

MERCK & CO. INC. **The Merck Index.** ed. Budavari Susan. - 1996. - Vol. 12.

Seravalli E. **Cromatografia (aulas práticas).** - São Caetano do Sul : Centro Universitário do Instituto Mauá de Tecnologia, 2014.