

PROCESSO DE PURIFICAÇÃO DE SOLUÇÕES DE SAL DE LEUCOÍNDIGO
EMPREGANDO UM GÁS INERTE

Campo da Invenção

A presente invenção se refere a um processo de purificação de
5 soluções de sal de leucoíndigo. Particularmente, o processo refere-se à redução das
quantidades de amins aromáticas por meio de extração por arraste a vapor. A
presente invenção refere-se ainda ao uso de um gás inerte, em um processo de
purificação de soluções de sal de leucoíndigo, como antiespumante gasoso.

Antecedentes da Invenção

10 Os corantes do tipo índigo estão entre os corantes mais antigos
utilizados pela humanidade.

Antigamente, o corante índigo era extraído exclusivamente de plantas,
tais como *Indigofera tinctoria* e *Isatis tinctoria*. Somente após a descoberta de sua
rota de síntese em 1880 pelo químico alemão Johann Friedrich Wilhelm Adolf von
15 Baeyer e, após a viabilização de seu processo de fabricação em larga escala pela
BASF, em 1897, este corante se tornou um dos mais comercializados do mundo,
sendo o principal responsável pela coloração azul do tecido tipo jeans.

Uma vez que o índigo é insolúvel em água, o tingimento de tecidos
com este corante envolve a redução do índigo a leucoíndigo, uma solução
20 esverdeada na qual os tecidos a serem tingidos são impregnados, e posterior
exposição destes tecidos ao ar, para a oxidação do leucoíndigo a índigo,
restaurando assim a coloração azul desejada.

Devido a sua síntese, todavia, o índigo produzido sinteticamente
contém amins aromáticas como impurezas, tais como anilina e N-metil anilina, as
25 quais permanecem nas soluções de leucoíndigo geradas.

Desta forma, há um interesse por parte da indústria de remover as
amins aromáticas das soluções de leucoíndigo.

Processos de purificação de soluções de leucoíndigo e/ou processos
para redução do teor de amins aromáticas destas soluções já foram descritos no
30 estado da técnica.

A publicação internacional WO 2004/024826 refere-se a processos
para purificação de índigo e de soluções de leucoíndigo. Entretanto, a concentração
de leucoíndigo na solução final diminui a medida em que o processo de purificação é
realizado.

As publicações internacionais WO 2019/030397, WO 2019/030391 e WO 2019/030396 propõem métodos para extrair aminas aromáticas de soluções de sal de leucoíndigo por meio de técnicas de purificação de conhecimento de um técnico no assunto, em particular por destilação, com adição de quantidades de água à solução a ser purificada. Por utilizarem grandes quantidades de água, ocorre o aumento da massa a ser processada, gerando desvantagens econômicas do processo.

Nesse sentido, o estado da técnica ainda carece de um processo de purificação de soluções de sal de leucoíndigo contendo aminas aromáticas, que resultem em soluções de sal de leucoíndigo contendo quantidades não detectáveis das ditas aminas e que tenham uma economicidade do processo.

Ainda que não se tenha uma explicação técnica conclusiva sobre o mecanismo que provoca a geração de espuma quando se leva até a ebulição de soluções de leucoíndigo, é fato que esta geração de espuma traz grandes dificuldades, quando não inviabiliza, processos em que se faz necessária a ebulição de tal solução. Tais dificuldades se encontram mencionadas nas publicações internacionais WO 2019/030397, WO 2019/030391 e WO 2019/030396 que discorrem sobre métodos e tentativas de purificação de soluções de leucoíndigo. Tentativas de purificar soluções de sal de leucoíndigo contendo aminas aromáticas deparavam-se com um problema relacionado à formação de espuma, uma vez que a presença da dita espuma dificulta a transferência de massa das aminas aromáticas da fase líquida para a fase gasosa, diminuindo a eficácia do processo de purificação, e até mesmo impossibilitando a continuidade da remoção das ditas aminas.

Ainda em relação aos problemas que a formação de espuma no processo pode ocasionar, há a ocorrência de um fenômeno conhecido industrialmente em processos evaporativos, o arraste. O arraste acontece quando parte ou até todo o produto carregado inicialmente no vaso, se transfere, no estado líquido, para o vaso destinado a receber o condensado, provocando assim, perda de rendimento e produtividade, elevação dos custos do processo, problemas de segurança, e problemas de qualidade.

Mais particularmente, quando a formação de espuma ocorre de forma frequente e sem o controle devido, o processo torna-se inviável.

Embora o estado da técnica sugira a utilização de antiespumantes, tais como derivados de silicone, para endereçar o problema relacionado à formação de

espuma, estes produtos interferem na qualidade e na pureza do produto final, e impactam no teor de sólidos da solução final e no custo do processo de purificação (vide por exemplo Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, quinta edição, 1988, pg. 483).

5 Ainda, os inventores do presente pedido observaram que o uso de antiespumantes causam elevação do teor de insolúveis no produto final, o que resulta em um grande problema/inconveniente para a indústria, uma vez que o produto final possui uma especificação rigorosa a ser respeitada referente a esse parâmetro.

10 Assim, é visível a necessidade do desenvolvimento de novos processos de purificação de soluções de sal de leucoíndigo, contendo aminas aromáticas, por meio dos quais é possível obter menores quantidades dessas aminas, sem a alteração da concentração do sal de leucoíndigo durante o processo, e que sejam economicamente viáveis, e que solucione ainda os problemas
15 observados no estado da técnica com relação à formação de espuma em processos de purificação de leucoíndigo.

Sumário da Invenção

Assim, é um objetivo da presente invenção fornecer um processo de purificação de soluções de sal de leucoíndigo, contendo aminas aromáticas,
20 particularmente anilina e N-metil anilina, no qual as ditas aminas aromáticas são reduzidas a quantidades não detectáveis no produto final.

Particularmente, a presente invenção refere-se a um processo de purificação de soluções de sal de leucoíndigo, para remoção de aminas aromáticas, que compreende as etapas de:

25 (a) adicionar a um vaso de purificação uma solução de sal de leucoíndigo possuindo aminas aromáticas;

(b) borbulhar, com vazão controlada, um gás inerte no vaso de purificação, por meio de um dispositivo submerso na superfície da massa estacionária;

30 (c) injetar, com vazão controlada, uma corrente gasosa de extração no vaso; e

(d) recuperar a solução sal de leucoíndigo purificada do vaso.

Em um segundo aspecto, a presente invenção refere-se ao uso de um gás inerte, em processos de purificação de soluções de sal de leucoíndigo, como um

“antiespumante gasoso” que, diferente do que os ensinamentos do estado da técnica nos levaria a concluir, se mostra extremamente eficaz no que se refere a eliminação da ocorrência de espuma durante a ebulição da solução de leucoíndigo e, consequentemente, viabiliza todo o processamento produtivo aqui descrito.

5 **Descrição Resumida das Figuras**

Os objetivos, efeitos técnicos e vantagens da presente invenção serão aparentes aos técnicos no assunto a partir da descrição detalhada a seguir que faz referência às figuras anexas, que ilustram realizações exemplificadoras, mas não limitadoras, do processo da presente invenção:

10 – A Figura 1 mostra um fluxograma esquematizado do processo de purificação da presente invenção.

Descrição Detalhada da Invenção

A presente invenção refere-se a um processo de purificação de solução de sal de leucoíndigo, para remoção de aminas aromáticas, que compreende as etapas de:

(a) adicionar a um vaso de purificação uma solução de sal de leucoíndigo possuindo aminas aromáticas;

(b) borbulhar, com vazão controlada, um gás inerte no vaso de purificação, por meio de um dispositivo submerso na superfície da massa estacionária;

(c) injetar, com vazão controlada, uma corrente gasosa de extração no vaso; e

(d) recuperar a solução sal de leucoíndigo purificada do vaso;
em que a solução de sal de leucoíndigo purificada, recuperada após a
25 etapa (d), possui quantidades não detectáveis de aminas aromáticas.

Usualmente, se aplica destilação por arraste quando se pretende a extração de uma substância de interesse contida em um “produto base” – exemplo: extração de óleos essenciais.

Diferentemente do que se pratica como típico, o processo de
30 purificação da presente invenção aplica destilação por arraste de purificação do
“produto base” (solução de sal de leucoíndigo contendo aminas aromáticas), a partir
da remoção da substância indesejada (aminas aromáticas) contida neste.

Particularmente, o processo de purificação da presente invenção é um processo de extração por arraste a vapor.

As aminas aromáticas são particularmente anilina e N-metil anilina.

Em uma concretização preferencial, o processo de purificação da presente invenção é realizado na ausência de antiespumantes líquidos, em particular de antiespumantes derivados de silicone.

5 De maneira preferencial, as etapas (b) e (c) do processo de purificação ocorrem simultaneamente.

O processo da presente invenção é capaz de remover as ditas aminas aromáticas tanto por processos contínuos quanto por processos em batelada, sem qualquer prejuízo na capacidade produtiva.

10 Em um outro aspecto preferencial, o processo da presente invenção mantém constantes a concentração e a composição da massa estacionária dentro do vaso de reação durante a purificação, sem a realização de uma ou mais etapas de diluição.

Para manter constantes a concentração e a composição da massa estacionária dentro do vaso durante a extração, é realizada adição contínua e controlada de água. Dita adição permite a manutenção de uma intensa e constante taxa de evaporação no meio sem que isto afete a concentração e/ou a composição da solução de leucoíndigo.

15 O sal da solução de sal de leucoíndigo da etapa (a) é particularmente selecionado dentre sais de metais alcalinos, bem como uma mistura dos mesmos.

Em uma realização preferencial o sal de leucoíndigo é selecionado dentre Na, K, ou uma mistura dos mesmos.

Ainda no que se refere à mistura de sais da solução de sal de leucoíndigo, um técnico no assunto saberia selecionar qualquer uma dentre as faixas amplamente divulgadas no estado da técnica. Preferencialmente, a proporção de Na:K é de 3:1 a 1:3.

25 Em uma realização preferencial, a solução de sal de leucoíndigo da etapa (a) possui uma concentração de sal de leucoíndigo de cerca de 34,5% a 37,0% em peso, preferencialmente cerca de 35%, em relação ao peso total da solução. O vaso da etapa (a), preferencialmente, possui sistema de agitação.

30 Na etapa (b), o gás inerte é borbulhado de modo a promover uma distribuição homogênea deste gás por toda área da secção do equipamento, recobrando assim toda a superfície da massa estacionária, para inibir a formação de espuma.

Particularmente, o borbulhamento da etapa (b) é realizado sob vazão de 5 a 8 Nm³/h, por meio de um dispositivo dimensionado e posicionado submerso na superfície da massa estacionária de maneira que permita a dispersão uniforme e constante do fluxo do gás inerte por toda área da secção do equipamento. Em uma
5 realização particular, prevendo uma efetiva uniformidade na distribuição, a injeção de gás inerte é realizada em pelo menos três pontos submersos na superfície da solução de sal de leucoíndigo.

De acordo com uma realização da presente invenção, a corrente gasosa de purificação da etapa (c) é selecionada levando-se em conta a não
10 inclusão no processamento de qualquer outra substância estranha ao produto final – solução aquosa contendo leucoíndigo purificado. Preferencialmente, a corrente gasosa de purificação da etapa (c) é vapor vivo.

Em uma configuração preferencial, a injeção da corrente gasosa de purificação da etapa (c) é feita sob vazão de 500 a 2000 kg/h, por meio de um
15 dispositivo submerso na massa estacionária, de modo a promover uma distribuição homogênea deste gás por toda área da secção do equipamento pelo fundo do vaso.

O processo da presente invenção, por meio do uso da corrente gasosa de purificação da etapa (c), combinada com a adição contínua e controlada de água, elimina as diferenças significativas entre as taxas de ocupação no início e no final,
20 típicas quando se emprega processos de evaporação por batelada, no qual se inicia com vaso de processo bastante carregado porém com produto bastante diluído, e se finaliza com pouquíssimo produto na concentração estipulada. Soma-se a isto, o fato de que a injeção direta da corrente gasosa de purificação na etapa (c), preferencialmente de vapor vivo, característico de técnicas de destilação por arraste,
25 é realizada por meio de um dispositivo submerso na massa estacionária, e com isso aumenta a produtividade do processo produtivo, uma vez que propicia uma eficiência energética melhor. Ainda, essa configuração permite que o processo seja realizado com uma taxa constante de ocupação, preferencialmente de cerca de 65%, e com uma concentração constante do sal de leucoíndigo na solução de sal de
30 leucoíndigo.

Na etapa (c), a corrente gasosa de purificação é responsável pelo arraste das impurezas (aminas aromáticas) da solução de sal de leucoíndigo.

Em uma realização preferencial alternativa, o processo da presente invenção é realizado utilizando vácuo juntamente com o uso de injeção do gás inerte

e da corrente gasosa de purificação.

Preferencialmente, a solução de sal de leucoíndigo purificada, obtida na etapa (d), compreende quantidades não detectáveis de aminas aromáticas. A que se destacar entretanto, que o processo da presente invenção igualmente possibilita
5 obtenção de solução de sal de leucoíndigo com quaisquer teores residuais de aminas aromáticas, bastando se efetuar a interrupção do processo de purificação ao ser atingido o teor pretendido.

Termos

O uso do termo “um” ou “uma” neste relatório descritivo não indica uma
10 quantidade limitada, mas a existência de pelo menos (no mínimo) um dos elementos/componentes/itens listados. O uso do termo “ou” indica qualquer um ou todos os elementos/componentes/itens listados. O uso do termo “compreender”, “dotado”, “provido” ou um termo similar indica que o elemento/componente/item listado na frente do dito termo faz parte da invenção, mas não excluem outros
15 elementos/componentes/itens não listados.

Como utilizada no presente relatório descritivo, a expressão “pelo menos um” significa um ou mais e, portanto, inclui componentes individuais, bem como misturas e/ou combinações.

Exceto nos exemplos operacionais, ou onde indicado de outra forma,
20 todos os números que expressam condições de reação devem ser entendidos como modificados em todos os casos pelo termo “cerca de”, significando dentro de +/- 10% do indicado número.

Conforme usado neste documento, todos os intervalos fornecidos devem incluir todos os intervalos específicos dentro e combinações de subintervalos
25 entre os intervalos fornecidos. Assim, um intervalo de 1 a 5, por exemplo, inclui especificamente 1, 2, 3, 4 e 5, bem como subintervalos como 2 a 5, 3 a 5, 2 a 3, 2 a 4, 1 a 4, etc. Todas as faixas e valores aqui divulgados são inclusivos e combináveis. Por exemplo, qualquer valor ou ponto aqui descrito que esteja dentro de um intervalo aqui descrito pode servir como um valor mínimo ou máximo para
30 derivar um sub-intervalo, etc.

Os processos da presente invenção podem compreender, consistir em, ou consistir essencialmente nos elementos e limitações essenciais da invenção aqui descritos, bem como quaisquer ingredientes, componentes ou limitações adicionais ou opcionais aqui descritos ou úteis.

De acordo com a presente invenção, o termo “vaso” significa um recipiente no qual ocorre o processo de purificação. Preferencialmente dito vaso é um corpo cilíndrico, metálico, vertical, com tampo superior e inferior, provido de (i) dispositivo para homogeneização da solução (exemplo: agitador, bomba, etc.), (ii) bocais para carregamento e/ou descarregamento de produto do interior do vaso, (iii) dispositivo, interno e/ou externo, para aquecimento e/ou resfriamento do conteúdo do vaso (exemplo: serpentina, camisa, etc.), (iv) bocais para conexão de instrumentos para monitoramento e controle do processo de purificação (exemplo: manômetros, termômetros, etc.).

Já o termo “corrente gasosa de purificação”, significa qualquer gás que seja capaz de arrastar aminas aromáticas, especialmente anilina e N-metil anilina, mas preferencialmente que arraste também outras substâncias orgânicas presente no leucoíndigo carregado no vaso.

O termo “vapor vivo”, no âmbito da presente invenção, significa água no estado vapor, com quantidade calórica suficiente para promover o aquecimento e/ou a vaporização de parte da água contida na massa estacionária contida no vaso, introduzida de forma submersa diretamente nesta última.

No âmbito da presente invenção, “quantidades não detectáveis” das ditas aminas aromáticas variam de acordo com a metodologia de detecção (capacidade analítica do método em detectar qualitativamente – acusar a presença de uma substância) utilizada. Entretanto, no âmbito da presente invenção, “quantidades não detectáveis” referem-se a um teor de aminas aromáticas de até 05 (cinco) ppm.

Conforme utilizado no presente pedido, o termo “massa estacionária” significa toda a massa carregada no vaso, dentre as quais principalmente a massa de solução de leucoíndigo, que permanece no interior deste durante todo o processamento de purificação.

Vaso de Purificação

No processo de purificação da presente invenção, não são empregados processo de destilação em coluna, que tipicamente corresponde a um vaso associado a uma coluna vertical, preenchida com pratos e/ou enchimentos que permitem o controle e a qualidade do fluxo de vapor que atravessam a coluna ao submetermos o referido vaso a condições de temperatura superiores a ambiente.

Quando soluções de sal de leucoíndigo com concentração elevada de

sal de leucoíndigo são submetidas à evaporação, há uma grande tendência de geração de espuma, e consequente elevação da possibilidade de arrastes indesejado de produto para a fase de vapor durante o processo de purificação.

No âmbito da presente invenção, o arraste do produto para a fase de vapor durante o processo de purificação é um contratempo totalmente indesejado, pois gera grandes perdas de produtividade e riscos operacionais de todos os tipos, tais como ocupacionais, ambientais e qualidade. Ainda, o emprego de colunas potencializa os contratempos mencionados, uma vez que são equipadas com acessórios internos (pratos e/ou recheios) que certamente trarão complicações na eventualidade de um descontrole do processo, que certamente resultarão na geração de espuma e arraste.

Preferencialmente, no vaso de purificação da presente invenção, não são empregados mecanismos com fluxos em contracorrente e/ou co-corrente, típicos de processos por arraste a vapor (*stripping*), e sim um leito fixo (produto – massa estacionária) pelo qual é passado uma corrente gasosa de extração.

Para os inventores do presente pedido, a manutenção do produto, com concentração elevada, confinado dentro do vaso durante o processo de evaporação se mostra muito mais adequada para minimização de arrastes e prejuízos no processo do que a movimentação/circulação do produto, sabidamente necessária nos processos que preconizam fluxos e contra-fluxos durante a evaporação.

Gás Inerte (Antiespumante Gasoso)

Foi surpreendentemente constatado, ao contrário do que seria esperado por um técnico no assunto, que o uso de um gás inerte segundo a presente invenção elimina a ocorrência de espuma durante o processo de purificação de uma solução de sal de leucoíndigo compreendendo aminas aromáticas, tais como anilina e N-metil anilina, bem como reduz a níveis mínimos a quantidade necessária de um ou mais antiespumantes líquidos conhecidos por um técnico no assunto no processo, sendo possível, inclusive, a não-utilização desses antiespumantes líquidos.

No contexto da presente invenção, “gás inerte” significa qualquer gás que não é reativo com a solução de sal de leucoíndigo. Particularmente, o gás inerte da presente invenção pode ser selecionado a partir dos elementos químicos do grupo VIII da tabela periódica, tais como hélio, neônio, argônio, criptônio, e xenônio, ou aos gases N₂ e H₂.

O gás inerte da etapa (b) do presente processo pode ser qualquer gás inerte conhecido do estado da técnica. Preferencialmente, o gás inerte é N₂.

Em uma realização preferencial, o gás inerte é alimentado na etapa (b) em temperaturas de -10°C a 250 °C, em vazões que podem variar de 0,1 L/min a 80 L/min, para uma massa de 900g de solução de sal de leucoíndigo a ser purificada.

Preferencialmente, a injeção do gás inerte, que atua como antiespumante, deve ser feita diretamente no produto, com vazão controlada, por meio de um dispositivo submerso na superfície da massa estacionária, de modo a promover uma distribuição homogênea deste gás por toda área da secção do equipamento.

Notou-se que o uso de um gás inerte como antiespumante gasoso tem as vantagens de:

- Reduzir custos;
- Não deixar residual no produto final, obtendo um produto com melhor qualidade e aumentar a produtividade;
- Reduzir o ciclo produtivo.

Apesar da descrição das realizações particulares acima fazerem referência a determinadas concretizações do processo de purificação de soluções de sal de leucoíndigo, possuindo aminas aromáticas, a presente invenção pode apresentar modificações em sua forma de implementação, de modo que o escopo de proteção da invenção não se limita tão somente pelo teor das reivindicações anexas, incluindo aí as possíveis variações equivalentes.

Exemplos

Inicialmente, cumpre destacar que o processo de purificação de soluções de sal de leucoíndigo, objeto da presente invenção, será descrito a seguir de acordo com as realizações particulares, mas não limitativas, uma vez que suas concretizações poderão ser realizadas de diferentes formas e variações e conforme a aplicação desejada pelo técnico no assunto, com o escopo da invenção sendo definido conforme as reivindicações.

Exemplo 1

Para obtenção de uma solução de sal de leucoíndigo purificada, compreendendo quantidades não detectáveis de aminas aromáticas, um vaso de purificação foi carregado com uma solução de sal de leucoíndigo possuindo aminas aromáticas.

Em seguida, iniciou-se o aquecimento da dita solução de sal de leucoíndigo para evaporação de água com as aminas aromáticas, simultaneamente à injeção contínua de um gás inerte, atuando como antiespumante gasoso, e à reposição contínua da água, na forma líquida e/ou gasosa.

5 A solução de sal de leucoíndigo obtida apresenta um teor de 0 ppm de anilina.

Na Figura 1, é possível observar um fluxograma em blocos do Exemplo 1.

Testes

Para chegar ao processo da presente invenção, os inventores
10 realizaram uma série de testes de metodologias de purificação, os quais obtiveram resultados insatisfatórios para a obtenção ou viabilidade de um processo de purificação de soluções de sal de leucoíndigo, contendo aminas aromáticas, e obtenção de uma solução de sal de leucoíndigo final com quantidades não detectáveis das ditas aminas

15 Os testes a seguir ilustram as dificuldades para chegar ao processo da presente invenção.

Teste 1

Extração Líquido/Líquido

Como uma tentativa de purificar soluções de sal de leucoíndigo,
20 contendo aminas aromáticas, e obter uma solução de sal de leucoíndigo final com quantidades não detectáveis das ditas aminas, foi realizado um teste por extração líquido/líquido utilizando o solvente ciclohexano.

Após realização da dita extração, observou-se que o processo de extração não seria viável, uma vez que apresentou baixa eficiência e não atingiu
25 quantidades não detectáveis de aminas aromáticas, Além disso, o processo por extração apresenta um custo alto e maior risco de segurança, uma vez que o solvente a ser utilizado é um produto inflamável), além de deixar residual de ciclohexano no produto final.

Ademais, além dos resultados não satisfatórios de purificação, seria
30 ainda necessária uma etapa de evaporação para eliminar residual de ciclohexano do produto final, a qual seria necessária para a remoção de qualquer outro solvente utilizado.

Teste 2

Coluna de destilação - Arraste a Vapor

Em uma outra tentativa de purificar soluções de sal de leucoíndigo, contendo aminas aromáticas, e obter uma solução de sal de leucoíndigo final com quantidades não detectáveis das ditas aminas, foi testada a técnica de purificação por arraste a vapor utilizando coluna de destilação sem enchimento.

5 Neste teste, observou-se que o ciclo produtivo dobra com uso da coluna destilação, fato provocado pela troca de calor que faz com que boa parte do vapor (água mais aminas aromáticas) que sai do vaso ferverdor condense nas paredes da coluna e, ao contrário do que se pretendia, retorna para o vaso ferverdor.

 Diante destes resultados desfavoráveis, se conclui que o uso de coluna
10 de destilação não é adequado para o propósito de purificar soluções de sal de leucoíndigo, contendo aminas aromáticas, por arraste a vapor da dita solução de sal de leucoíndigo a ser purificada, corrobora para esta conclusão o fato de que o objetivo do processo da presente invenção não é obter uma fase vapor, posteriormente condensada, rica de um produto de interesse, como em outros
15 processos que utilizam coluna de destilação com ou sem recheio e/ou pratos, onde parte do vapor que sai do vaso ferverdor, contendo o produto de interesse, retorne para o mesmo fazendo com que o vapor fique cada vez mais enriquecido com o produto de interesse. Pelo contrário, o emprego de coluna de destilação se mostraria muito mais adequado se o que se pretendesse fosse a obtenção de uma corrente de
20 aminas aromáticas purificada (fase vapor do processo de destilação), que seria extraída no topo da coluna. No processo da presente invenção, o produto de interesse que é a solução de leucoíndigo purificada, fica contido no vaso ferverdor e não tem seu teor de aminas aromáticas reduzido aos níveis desejados.

 O aumento do ciclo reduz a produtividade e aumenta os custos do
25 processo.

Teste 3

Adsorventes

 A opção de utilizar adsorventes tais como carvão ativo e diatomita também foi testada. Teste simples de adição de carvão ativo ou diatomita na
30 proporção de 1 a 2% sobre a massa de solução de sal de leucoíndigo, contendo aminas aromáticas, seguida por agitação com duração de 1 a 2 horas, a 25°C ou 100°C. Não ocorreu adsorção significativa de aminas aromáticas pelos adsorventes.

Teste 4

Antiespumante à Base de Silicone

Conforme já comentado no presente relatório descritivo, o uso de antiespumantes líquidos, particularmente de antiespumantes a base de silicone, aumenta o teor de insolúveis na solução de sal de leucoíndigo final, purificada. Quanto maior a dosagem de antiespumante, maior o teor de insolúveis.

5 Nos testes realizados, o uso contínuo de antiespumante a base de silicone durante todo o processo de purificação de soluções de sal de leucoíndigo, contendo aminas aromáticas, possuindo um teor de ditas aminas aromáticas de cerca de 4.000 ppm, provocou aumento de insolúveis da faixa 0,1 a 0,5% na matéria prima para uma faixa maior que 0,5%, dependendo da quantidade de antiespumante
10 dosado.

Em uma carga de 835 gramas de solução de leucoíndigo foi utilizado 9,4 g de antiespumante, o que gerou uma quantidade de insolúveis na solução de leucoíndigo livre de anilina de 1,2%.

15 Cabe destacar que a especificação desejada para insolúveis no produto final, após evaporação, é o máximo de 0,5% (dados baseados em um tipo de antiespumante que tem alta eficiência para eliminar / evitar formação de espuma na solução de sal de leucoíndigo).