

INFLUÊNCIA DO VOLUME DA AMOSTRA NA FORMAÇÃO DE CRISTAIS DE PARAFINA OBSERVADOS POR MICROSCOPIA ÓPTICA COM LUZ POLARIZADA

Palavras-Chave: PARAFINA, MICROSCOPIA ÓPTICA, GARANTIA DE ESCOAMENTO

Autores(as):

Matheus Sales Galvão da Silva, FEM - CEPETRO – UNICAMP

Matheus Nicácio, FEM - CEPETRO – UNICAMP

Letícia Bizarre, CEPETRO – UNICAMP

Gabrielli Nunes Clímaco, CEPETRO – UNICAMP

Ivanei F. Pinheiro, CEPETRO – UNICAMP

Prof^a. Dr^a. Vanessa C. B. Guersoni (orientadora), CEPETRO - UNICAMP

INTRODUÇÃO:

A deposição de parafina é um grande obstáculo no escoamento de óleos parafínicos, pois causa a obstrução em dutos, podendo gerar prejuízos financeiros e operacionais. Para o controle desse fenômeno é importante um entendimento detalhado dessa deposição, sendo caracterizada pela formação de cristais de parafina.

A microscopia óptica com luz polarizada é uma técnica eficiente para a visualização desses cristais, por possuírem uma estrutura birrefringente, o que permite uma análise qualitativa e quantitativa, utilizando de recursos computacionais para o processamento das imagens. [2]

Essa pesquisa tem como objetivo o desenvolvimento de uma metodologia experimental para a obtenção de imagens dos cristais de macroparafina em óleo modelo, a fim de analisar se a variação de volume da amostra influencia a morfologia dos cristais formados. Observando o efeito de borda presente e o comportamento da amostra durante o resfriamento.

Esse tipo de estudo é fundamental para o entendimento do processo de deposição e para a posterior modelagem computacional que usa de entrada dados como o tamanho e número de cristais formados.

METODOLOGIA:

Para este trabalho foi preparada uma amostra de óleo modelo composta por 10% (m/m) de macroparafina (C_{18} – C_{40}) e 90% (m/m) do solvente E-75 ($\sim C_{12}$), fazendo o cálculo por base mássica e

reservando-a em uma estufa a uma temperatura de 70°C. Foram usados volumes de 4, 6 e 8 µL para o preparo das lâminas.

Para o uso das lâminas e lamínulas é necessário higienizá-las, a fim de reduzir contaminações e variações experimentais. As lâminas e lamínulas foram armazenadas em um recipiente com água e detergente, em uma proporção de 10:1, e levadas a um sonificador por 20 min em uma temperatura de 40°C. A secagem da lâmina foi feita com um pano limpo. Para a lamínula a secagem é mais rigorosa, a fim de reduzir ao máximo sujeiras no campo de visão, ela foi mergulhada em álcool 70% para ser levada a um soprador de ar comprimido.

As amostras foram submetidas a rampas de resfriamento de 70 a 15°C com uma taxa fixa de 3°C/min, garantindo uma análise em condições iguais para os 3 volumes diferentes. A análise foi realizada usando o microscópio óptico com polarização cruzada e iluminação Köhler, a câmera foi ajustada a uma exposição de 240 ms, garantindo uma visualização nítida. [1],[3]

Foram obtidas imagens do centro da lamínula e da borda, para discutir os efeitos de espalhamento e crescimento dos cristais nas diferentes regiões.

RESULTADOS E DISCUSSÃO: Observou-se que um volume menor (4 µL) resulta no espalhamento mais uniforme e controlado da amostra (Figura 3), mudando a concentração de cristais na lamínula de forma gradual e chegando nas bordas da mesma sem ultrapassá-la de maneira significativa, enquanto que para volumes maiores (6 e 8 µL) ocorreu um espalhamento despadronizado para as rampas de resfriamento e constantemente transbordaram dos limites da lamínula. No volume de 6 µL, verificou-se uma redução na concentração de cristais na região central, um comportamento improvável, dado o padrão de distribuição observado para os outros volumes testados (Figura 4), o que pode ser causado pela forma despadronizada que a amostra espalhou.

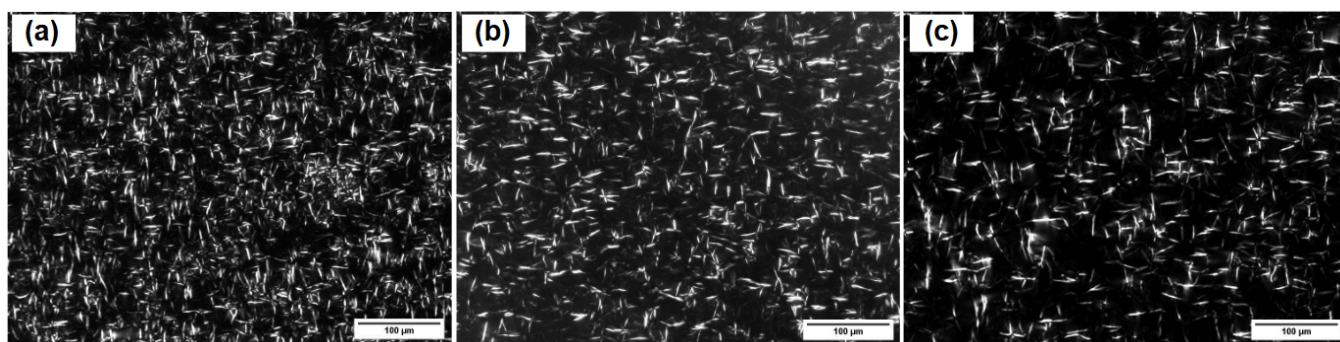


Figura 3 - Borda da lamínula de macroparafina resfriada em uma rampa de 3°C/min em 15°C e lente de 20x com os seguintes volumes das amostras: (a) 4µL, (b) 6µL e (c) 8µL.

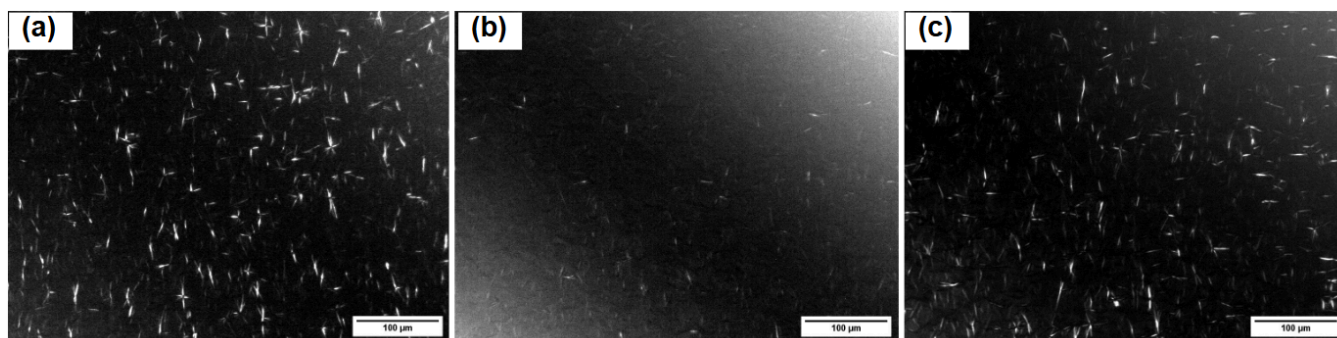


Figura 4 - Centro da lamínula de macroparafina resfriada em uma rampa de 3°C/min em 15°C e lente de 20x com os seguintes volumes das amostras: (a) 4µL, (b) 6µL e (c) 8µL.

Comparação Qualitativa - Volume da Amostra x Efeito			
	Espalhamento	Concentração no Centro	Concentração na Borda
4 µL	Segue padrão e Não transborda	Moderado	Intensa
6 µL	Ocorre desordenado e Transborda	Leve	Intensa
8 µL	Ocorre desordenado e Transborda	Moderado	Intensa

Tabela 1 - Comparação qualitativa dos resultados para os diferentes volumes da amostra testados.

Foi observado o efeito de borda (concentração maior de cristais nas bordas da lamínula) em todos os volumes utilizados, em consonância com a literatura, como em Soedarmo et. al. (2016), que também verifica esse efeito.⁴ O tamanho dos cristais para cada volume utilizado variou, tanto para o centro como a borda.

O método de iluminação utilizado, assim como a polarização cruzada garantiram uma imagem nítida durante o estudo, destacando nitidamente os cristais (brancos) sobre o fundo escuro. Isso é algo significativo para futuramente o processamento ser mais assertivo.

Apesar das imagens nítidas, a cristalização da amostra durante o preparo da lâmina foi uma dificuldade relevante para o trabalho, causada pela diferença de temperatura entre a amostra, o ambiente e o tempo de manipulação.

CONCLUSÕES:

Concluiu-se que o volume da amostra influencia significativamente o aspecto da distribuição da amostra (Tabela 1) e também a regularidade das estruturas formadas. Isso afirma a importância da padronização do volume, para evitar o transbordamento dos limites da lamínula e garantir uma concentração de cristais mais previsível no campo de observação. Implicando na reprodutibilidade de

futuros estudos.

A metodologia utilizada demonstrou ser eficaz para a reprodutibilidade de imagens dos cristais de macroparafina em óleo modelo e destacou como a variação do volume é significativa para os resultados, se tratando tanto da facilidade do controle sobre a amostra durante o resfriamento, quanto da morfologia do cristal.

Este tipo de pesquisa permite expandir o conhecimento do impacto da preparação da amostra nos resultados de microscopia e auxilia na geração de dados com maior controle, repetibilidade e que tenham uma maior representatividade do fenômeno estudado.

BIBLIOGRAFIA

- (1) DAVIDSON, M. W.; ABRAMOWITZ, M. Optical microscopy. National High Magnetic Field Laboratory, The Florida State University, 2002.
- (2) GUIMARÃES, A. S.; MARINHO, T. O.; MELO, P. A.; OLIVEIRA, M. C. K.; THOMPSON, R. L.; NELE, M. Image processing and analysis for fractal dimension and lacunarity calculation of waxy oil gels using polarized light micrographs. *Crystal Growth & Design*, v. 24, p. 7031–7043, 2024.
- (3) SANDERSON, C. P. **Fundamentals of microscopy**. Mouse Biology Program, University of California, 2020.
- (4) SOEDARMO, A. A.; DARABOINA, N.; LEE, H. S.; SARICA, C. Microscopic study of wax precipitation - static conditions. **Energy & Fuels**, v. 30, n. 2, p. 954–961, 2016.