



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) BR 112015007445-6 B1



(22) Data do Depósito: 07/10/2013

(45) Data de Concessão: 20/07/2021

(54) Título: PROCESSO E SISTEMA PARA REMOVER DIOXANO DE UMA COMPOSIÇÃO

(51) Int.Cl.: C11D 1/29; C11D 11/00; C07C 303/44; C07C 305/10.

(30) Prioridade Unionista: 08/10/2012 US 61/711,190.

(73) Titular(es): THE CHEMITHON CORPORATION.

(72) Inventor(es): WALTER A JESSUP; BURTON BROOKS; W. BRAD SHEATS.

(86) Pedido PCT: PCT US2013063712 de 07/10/2013

(87) Publicação PCT: WO 2014/058791 de 17/04/2014

(85) Data do Início da Fase Nacional: 01/04/2015

(57) Resumo: PROCESSO PARA REMOVER DIOXANO DE UMA COMPOSIÇÃO. Aparelho e processos para remoção de dioxano a partir de uma composição, por exemplo, uma pasta de sulfato de álcool graxo etoxilado, utilizam um evaporador tendo uma câmara de entrada e um ou mais canais aquecidos. O processo inclui a etapa de aquecimento da composição numa localização a montante da restrição do fluxo a uma temperatura acima da temperatura de evaporação rápida da água numa pressão da entrada do canal e aplicação de uma pressão à composição aquecida para evitar essa evaporação rápida. O processo inclui ainda a etapa de passagem da composição aquecida pressurizada através do evaporador. O processo pode incluir ainda a injeção de um vapor no canal. O produto concentrado purificado pode ser diluído com água a uma concentração desejada.

“PROCESSO E SISTEMA PARA REMOVER DIOXANO DE UMA COMPOSIÇÃO”

FUNDAMENTOS DA INVENÇÃO

Campo da Invenção

[001] A invenção refere-se, de forma geral, a processos e aparelhos para remoção de componentes de dioxano de materiais, tais como soluções, dispersões, pastas fluidas, emulsões e pastas. Mais particularmente, a invenção refere-se a processos que podem remover 1,4-dioxano de pastas de sulfato de álcool graxo alcoxiado em um nível anteriormente não possível.

Descrição da Tecnologia Relacionada

[002] Produtos detergentes contêm ingredientes ativos de superfície (por vezes referidos como "ingredientes ativos detergentes" ou "ativos detergentes"), que podem ser sais neutralizados de ácidos produzidos, por exemplo, por sulfatação ou sulfonação materiais orgânicos de C₈-C₂₀ e, preferencialmente, materiais orgânicos de C₁₁-C₁₈, tais como, por exemplo, álcoois graxos, álcoois graxos alcoxiados, álcoois graxos etoxilados, alquilbenzenos, alfaolefinas, ésteres metílicos, alcoxiados de alquilfenol, e etoxilados de alquil fenol. O processo de fabricação de ativos detergentes da forma de ácido é normalmente realizado em um solvente, tal como água e/ou álcool. O material detergente resultante pode ser uma pasta, uma solução ou uma pasta fluida de vários componentes. (O termo "pasta" detergente, como usado adiante, destina-se a incluir soluções, pastas fluidas e pastas detergentes). Os produtos detergentes finais são feitos dessas pastas detergentes.

[003] Etoxissulfatos de álcool graxo (AES) é um surfactante suave que gera espuma considerável e tem excelentes propriedades desengraxantes. Eles são usados em produtos de cuidado pessoal, tais como xampu, e detergentes líquidos, por exemplo. Uma vez que eles são derivados de álcool graxo, eles podem ser feitos de óleos naturais, por exemplo, óleo de coco.

[004] 1,4-dioxano é um subproduto formado durante o processo de sulfata-

ção da fabricação de alcoxissulfatos de álcool graxo e AES em quantidades relativamente pequenas e que permanece no produto sulfatado. Grupos de proteção do consumidor têm-se preocupado com o 1,4-dioxano em produtos, incluindo xampu de bebê, por exemplo. A Agência de Proteção Ambiental U.S. classifica dioxano como um provável carcinógeno humano e, na Califórnia, ele é "classificado por causar câncer" e tem estado sob crescente escrutínio por grupos de consumidor e órgãos reguladores. Atualmente, não há limites reguladores na quantidade de 1,4-dioxano que é segura nesses produtos; mas algumas empresas começaram a implementar seus próprios padrões de qualidade. Há, assim, a necessidade de minimizar o 1,4-dioxano em produtos sulfatados.

[005] A tecnologia para a minimização da formação de 1,4-dioxano foi relatada na literatura décadas atrás. Estudos prévios relatam etapas que podem ser realizadas no processo de sulfatação para minimizar a quantidade de 1,4-dioxano que se forma. A redução da concentração de gás SO_3 de 4% a 2,5%, por exemplo, tem um efeito dramático e diminui pela metade a quantidade de 1,4-dioxano que se forma. Benefícios menos dramáticos vêm da execução em baixas razões molares de SO_3 :alimentação, para que a conversão da alimentação no produto sulfatado seja menos completa. Essas mudanças têm um impacto dramático na capacidade de produção e eficiência de custo de uma usina de sulfatação. Ações como essas diminuem a capacidade da usina em 50%.

RESUMO DA INVENÇÃO

[006] De acordo com um processo da invenção, um método de remover dioxano de uma pasta inclui o bombeamento de uma matéria-prima de pasta aquosa contendo dioxano para uma entrada de um evaporador, fornecendo calor à pasta no evaporador e reduzindo a pressão de vapor no evaporador para vaporizar o dioxano e a água da pasta e, desse modo, concentra a pasta, e colecionando o produto concentrado resultante. O produto concentrado pode ser diluído com água a uma con-

centração final desejada, por exemplo, num intervalo de cerca de 65% em peso a cerca de 80% em peso de sulfato ativo, ou 65% em peso a cerca de 76% em peso de sulfato ativo. O pH do produto concentrado e/ou diluído pode ser ajustado com um agente neutralizante, incluindo um agente cáustico ou um agente tamponante.

[007] Em um processo descrito neste documento, a pasta de matéria-prima pode ser, opcionalmente, uma pasta de sulfato de álcool graxo etoxilado.

[008] Em um aspecto, o evaporador pode incluir um canal aquecido. Por exemplo, com um canal, o processo pode incluir ainda o pré-aquecimento da matéria-prima de pasta contendo dioxano a uma temperatura em que a água sofreria *flashing* rapidamente da pasta, e aplicação seletiva de pressão à pasta para evitar a vaporização da água; bombeamento da pasta para uma entrada do canal sob uma pressão selecionada para evitar *flashing* da água; introdução da pasta no canal; fornecimento de calor para a pasta no canal e redução seletiva da pressão ao longo do canal, resultando no *flashing* de dioxano e dos componentes com água da pasta, em que o vapor liberado durante o *flashing* age como uma força motriz para mover a pasta crescentemente viscosa ao longo do canal; coleta do produto concentrado resultante e dioxano e componentes com água vaporizados em um vaso de separação disposto a jusante de uma saída do canal, em que o vaso de separação opera numa pressão menor que uma pressão de operação da saída de cada canal; e ventilação do dioxano e componentes com água vaporizados do vaso de separação a partir de uma saída de vapor suspensa e descarga da composição de pasta residual do fundo do vaso de separação.

[009] Em outro aspecto, o vaso do evaporador pode incluir um agitador. Por exemplo, o evaporador pode ser um evaporador de película raspada.

[010] Em um processo descrito neste documento, o processo pode ser opcionalmente realizado na ausência da injeção de um vapor no evaporador. Nessas modalidades, a temperatura da matéria-prima pode ser relativamente alta, por

exemplo, num intervalo de cerca de 200°F a 265°F (93°C a 129°C), por exemplo, 240°F (116°C). Nessas modalidades, ainda opcionalmente o calor pode ser fornecido para a pasta no evaporador (por exemplo, canal ou canais), fornecendo uma jaqueta de calor ao redor do evaporador. A jaqueta de calor pode ser operada numa temperatura num intervalo de cerca de 200°F a 265°F (93°C a 129°C), por exemplo, 240°F (116°C).

[011] Em um processo descrito neste documento, o processo pode ser opcionalmente ser realizado com injeção adicional de um vapor no evaporador ou canal enquanto introduz a pasta no evaporador ou canal. Nessas modalidades, opcionalmente o vapor pode ser vapor d'água. Por exemplo, ainda opcionalmente, a temperatura da matéria-prima pode estar num intervalo de cerca de 185°F a cerca de 200°F (85°C a 93°C). Ainda opcionalmente, a pasta de matéria-prima pode ser uma pasta de sulfato de álcool graxo etoxilado e a razão entre massa do vapor injetado e o sulfato de álcool graxo etoxilado ativo pode estar num intervalo de 0,1 a 1.

[012] Em um processo descrito neste documento, o processo pode ser opcionalmente realizado em que o vaso de separação opera numa pressão de menos de 1 bar absoluto, opcionalmente num intervalo de 6,66 kPa (50 Torr) a 40 kPa (300 Torr) ou 13, 33kPa (100 Torr) a 40 kPa (300 Torr), ou 6,66 kPa (50 Torr) a 26,66 kPa (200 Torr), ou 6,66 kPa (50 Torr) a 13, 33kPa (100 Torr).

[013] Em um processo descrito neste documento, o processo pode ser opcionalmente realizado com o pré-aquecimento da pasta de matéria-prima antes de introduzir a pasta no evaporador a uma temperatura selecionada para resultar no *flashing* da água a partir da pasta numa pressão de operação de uma entrada do evaporador.

[014] Em um processo descrito neste documento, o processo pode ser opcionalmente realizado com um removedor/secador que inclui uma pluralidade de canais e, em que a pasta de matéria-prima é introduzida em cada um dos canais para

processamento.

[015] Em um processo descrito neste documento, o processo pode ser opcionalmente realizado com um removedor/secador tendo uma câmara de entrada, uma pluralidade de canais e uma pluralidade de restrições de fluxo, cada um dos canais tendo uma operação de entrada numa pressão, cada restrição de fluxo disposta entre a câmara de entrada do removedor/secador e um canal cooperante, a restrição de fluxo estando imediatamente a montante da entrada de canal cooperante em relação a uma direção do fluxo da composição através do removedor/secador.

[016] Em um processo descrito neste documento, o processo pode ser opcionalmente realizado com coleta adicional do produto purificado, concentrado a partir do vaso de separação e diluição do produto com água.

[017] Em um processo descrito neste documento, o processo pode ser opcionalmente realizado com uma pasta de matéria-prima, incluindo uma pasta de sulfato de álcool graxo etoxilado, incluindo 65% em peso a 75% em peso de sulfato de álcool graxo etoxilado ativo.

[018] Em um processo descrito neste documento, o processo pode ser opcionalmente realizado para produzir um produto concentrado, incluindo 80% em peso a 95% em peso de sólidos, ou 80% em peso a 95% em peso do componente ativo dos sólidos (por exemplo, AES).

[019] Em um processo descrito neste documento, o processo pode ser opcionalmente realizado para produzir um produto concentrado, incluindo 76% em peso a 99% em peso de sulfato de álcool graxo etoxilado ativo, ou 80% em peso a 99% em peso de álcool graxo etoxilado ativo.

[020] Em um processo descrito neste documento, o processo pode ser opcionalmente realizado para produzir um aumento % em peso do sulfonato ativo após a concentração, com base no peso total da pasta, de pelo menos 5% em peso, ou pelo menos 10% em peso.

[021] Em um processo descrito neste documento, opcionalmente, o produto concentrado pode incluir sulfato de álcool graxo etoxilado de 3 moles e o produto concentrado pode incluir 76% em peso a 88% em peso ativo, ou 80% em peso a 88% em peso ativo.

[022] Em um processo descrito neste documento, opcionalmente, o produto concentrado pode incluir sulfato de álcool graxo etoxilado de 7 moles e o produto concentrado pode incluir 76% em peso a 95% em peso ativo, ou 80% em peso a 95% em peso ativo.

[023] Em um processo descrito neste documento, o processo pode opcionalmente se realizado para produzir uma razão de redução de dioxano de pelo menos 7:1, ou maior que 7:1.

[024] Em um processo descrito neste documento, o processo pode ser opcionalmente realizado para produzir um conteúdo de dioxano do produto concentrado de menos de 20 ppm numa base de matéria 100% ativa.

[025] Em um processo descrito neste documento, o processo pode ser opcionalmente realizado para produzir um produto concentrado tendo um conteúdo água de 25% em peso ou menos, ou 15% em peso ou menos, ou 5% em peso ou menos, ou 2% em peso ou menos.

[026] Em um processo descrito neste documento, o processo pode ser opcionalmente realizado para remover um componente com dioxano, que é o 1,4-dioxano.

[027] O processo pode ainda incluir a sulfatação de um ácido graxo alcoxilado com uma concentração de gás trióxido de enxofre de mais de 2,5% para produzir a pasta de sulfato de álcool graxo alcoxilado.

[028] O processo pode incluir opcionalmente a etapa de sulfatação de um ácido graxo alcoxilado com uma razão de moles entre gás trióxido de enxofre e ácido graxo alcoxilado que é relativamente alta, por exemplo, pelo menos 1,00, ou pelo

menos 1,03, ou pelo menos 1,04, por exemplo, em um intervalo de 1,00 a 1,05 ou 1,03 a 1,05, para produzir a pasta de sulfato de álcool graxo alcoxilado.

[029] Para os métodos, aparelhos e composições descritos neste documento, recursos opcionais, incluindo, mas não se limitando a componentes, intervalos composicionais dos mesmos, substituintes, condições e etapas, são contemplados para serem selecionados a partir de vários aspectos, modalidades e exemplo fornecidos neste documento.

[030] Outros aspectos e vantagens estarão evidentes àqueles versados na técnica a partir de uma revisão da seguinte descrição detalhada, tomada em conjunto com as figuras. Embora o método, aparelhos e composições sejam suscetíveis das modalidades de várias formas, a descrição adiante inclui modalidades específicas com a compreensão de que a divulgação é ilustrativa e não pretende limitar a invenção às modalidades específicas descritas neste documento.

BREVE DESCRIÇÃO DAS FIGURAS

[031] A Fig. 1 é um diagrama de fluxo do processo que ilustra um sistema de remoção de solvente para uso no processo de acordo com a invenção.

[032] A Fig. 2 é uma vista seccional parcial de um aparelho de remoção de solvente para uso no processo de acordo com a invenção.

[033] A Fig. 3 é um diagrama de fluxo do processo que ilustra uma modalidade de um aparelho de acordo com a invenção.

[034] A Fig. 4 é uma vista seccional parcial de uma parte do aparelho mostrado na Fig. 3.

[035] A Fig. 5 é uma vista seccional parcial de uma segunda modalidade de um aparelho de acordo com a invenção.

[036] A Fig. 5A é uma vista ampliada de uma parte da modalidade do aparelho mostrado na Fig. 5.

[037] A Fig. 6 é um gráfico do fator de separação (Volatilidade Relativa) em

função da pressão.

[038] A Fig. 7 é um gráfico do fator de separação (volatilidade Relativa) em função da temperatura.

[039] A Fig. 8 mostra valores do fator de separação ideal (I_f) em diferentes concentrações.

[040] As Figs. 9 a 16 mostra o fator de Margules para as diferentes concentrações ativas com diversos pesos moleculares ativos. Os gráficos são duplicados com o primeiro grupo mostrando o fator de Margules versus a temperatura do ativo e o segundo conjunto versus a pressão do tanque de *flash*.

[041] As Figs. 17a e 17b são tabelas que mostram as condições e resultados da remoção de dioxano por vários métodos de acordo com a invenção.

[042] A Fig. 18 é um diagrama de fluxo do processo que ilustra um sistema de remoção de solvente para uso no processo de acordo com a invenção, empregando um evaporador de película raspada.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

[043] Álcoois alcoxilados sulfatados e AES exibem propriedades de fluido complicadas conforme suas concentrações variam numa solução aquosa. A maioria dos produtos de consumidor usa AES num intervalo de baixa concentração de até cerca de 15 a 20% em peso (% em peso), e geralmente menos. Neste intervalo de concentração, a solução é um fluido Newtoniano comum. Conforme a concentração de AES aumenta, em cerca de 28% em peso e logo acima de AES de 3 moles, uma transição de fase se inicia. Conforme a concentração aumenta acima de cerca de 28% em peso, a viscosidade se torna extremamente alta e a pasta de AES neste intervalo de concentração intermediário (por exemplo, cerca de 30% em peso a cerca de 68% em peso) age como um gel ou semissólido, e é impraticável para manusear. No entanto, nas proximidades de 70% em peso de AES, a viscosidade surpreendentemente é reduzida e uma fase de fluido manuseável ocorre. Esta forma de

pasta concentrada é preferida por operadores de usina de sulfatação que desejam transportar este produto numa forma concentrada. Em concentrações maiores que 70% em peso, a viscosidade da pasta aumenta gradualmente novamente, para que seja possível produzir uma concentração maior que 70% em peso e possa, em alguns casos, ser preferida.

[044] Álcoois graxos alcoilados não são materiais "puros", mas sim misturas de moléculas homólogas que contêm diferentes quantidades de óxido de etileno, por exemplo. A adição de óxido de etileno em álcoois graxos tem sido feita há muito tempo para produzir surfactantes não iônicos. Estes têm muitos usos em bens de consumo. Um álcool graxo etoxilado não iônico típico (AE) pode ser referido como um "AE de 3 moles" nominal, significando que ele tem uma média de 3 moles de óxido de etileno adicionada a ele. Na verdade, o produto conterá um pouco do álcool primário sem nenhum EO adicionado, um pouco de 1-EO, um pouco de 2-EO, um pouco de 3-EO, um pouco de 4-EO e assim por diante até as séries homólogas. Assim, a maioria dos fabricantes nomeia seu AE, descrevendo o álcool graxo e o número médio de EO adicionado. A quantidade de 1,4-dioxano que se forma após a sulfatação com ar-gás de SO_3 aumenta com o teor de EO da alimentação de AE. Para minimizar a formação de 1,4-dioxano, alguns fabricantes decidiram trocar o teor de EO médio por um número menor que 2 numa tentativa de reduzir a quantidade de 1,4-dioxano que se forma. Esta escolha pode resultar no impedimento da formação de 1,4-dioxano, enquanto um produto surfactante de melhor desempenho teria um maior teor de EO nos AEs.

[045] Os presentes inventores reconheceram que modificar o processo de sulfatação para tentar reduzir a quantidade de 1,4-dioxano não forneceria, de forma eficiente, os métodos para eliminar o 1,4-dioxano ou reduzi-lo a uma concentração insignificante; em vez disso, os presentes inventores criaram um processo e modalidades de aparelho adequado para remover física e seletivamente o 1,4-dioxano dos

AES após a sulfatação, e antes da formulação do produto final, quando um produto diluído é desejado.

[046] De acordo com o princípio da invenção, uma mistura de pasta contendo dioxano entra em equilíbrio com um fluxo de vapor para que parte do dioxano seja transferido para a fase de vapor. A fase de vapor e a pasta são então mecanicamente separadas, reduzindo, desse modo, o dioxano na pasta.

[047] Um método de remover dioxano de uma pasta pode incluir o bombeamento de uma matéria-prima de pasta aquosa contendo dioxano para uma entrada de um evaporador, fornecendo calor à pasta no evaporador e reduzindo a pressão de vapor no evaporador para vaporizar o dioxano e a água da pasta e, desse modo, concentrar a pasta, e coleccionar o produto concentrado resultante.

[048] O evaporador pode ser qualquer evaporador adequado. Evaporadores incluem evaporadores tubulares (horizontal e vertical), evaporadores tubulares de circulação forçada, evaporadores de película descendente, evaporadores de película ascendente/descendente, evaporadores de placa com gaxetas e evaporadores de película fina agitada (por exemplo, evaporadores de película raspada).

[049] Em um tipo de modalidade, o evaporador é um evaporador de película raspada.

[050] Em outro tipo de modalidade, o evaporador é um canal. Nessa modalidade, um método de remoção do dioxano da pasta pode incluir:

(a) pré-aquecimento de uma matéria-prima de pasta de sulfato contendo dioxano a uma temperatura em que a água sofreria *flashing* da pasta e aplicação seletiva de pressão à pasta para evitar a vaporização de qualquer um dos componentes da pasta;

(b) bombeamento da pasta para uma entrada de um secador sob uma pressão selecionada para evitar o *flashing* de qualquer um dos componentes da pasta, o secador tendo pelo menos um canal;

(c) introdução da pasta no canal;

(d) fornecimento de calor para a pasta no canal e redução seletiva da pressão ao longo do canal, resultando no *flashing* de dioxano e componentes com água da pasta, em que o vapor liberado durante o *flashing* age como uma força motriz para mover a pasta crescentemente viscosa ao longo do canal;

(e) coleta do produto concentrado resultante e dioxano e componentes com água vaporizados em um vaso de separação disposto a jusante de uma saída do canal, em que o vaso de separação opera numa pressão menor que uma pressão de operação da saída de cada canal; e

(f) ventilação do dioxano e componentes com água vaporizados do vaso de separação.

[051] O aparelho, método e composições usados e produzidos são contemplados para incluir modalidades que incluem qualquer combinação de um ou mais dos elementos, recursos e etapas opcionais adicionais descritos posteriormente abaixo (incluindo aqueles mostrados nas figuras), a menos que indicado em contrário.

[052] Como usado neste documento, o termo "compreendendo" indica inclusão potencial de outros agentes, elementos, etapas ou recursos, além daqueles especificados.

[053] Na descrição seguinte, a matéria-prima é descrita em relação aos AES neutralizados como um exemplo, embora outras matérias-primas contendo dioxano possam ser usadas.

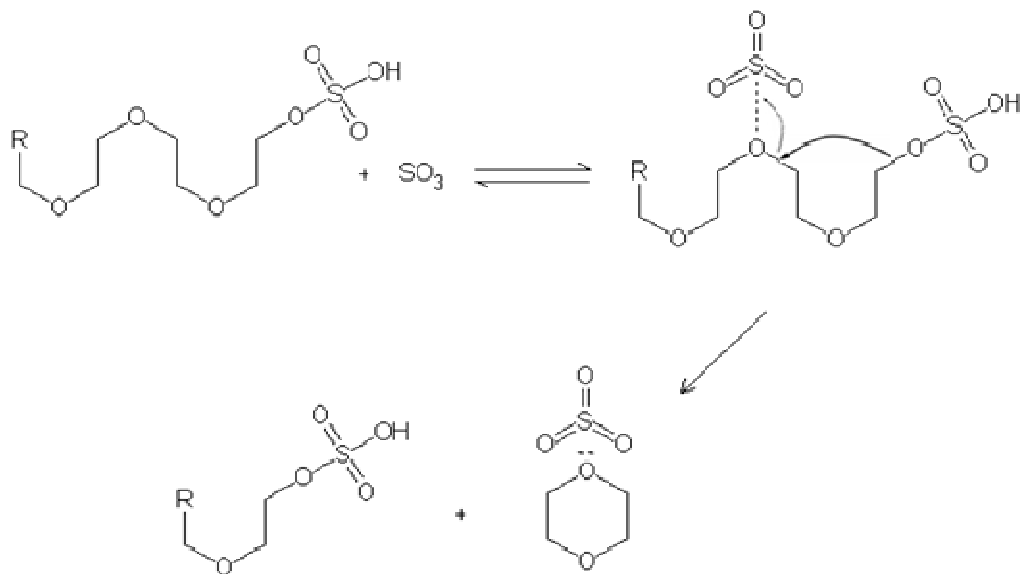
[054] Na descrição seguinte, o componente de dioxano primário referido é o 1,4-dioxano, embora outros isômeros de dioxano também possam ser contemplados. Assim, o componente de dioxano pode incluir um ou mais de 1,2-dioxano, 1,3-dioxano e 1,4-dioxano.

[055] Na descrição seguinte, vapor é descrito como o vapor para uso na inje-

ção opcional de um vapor no evaporador, embora outras composições de vapor possam ser usadas. A quantidade da redução de dioxano quando removido com o ar é uma função da razão da pressão do vapor de dioxano dividida pela pressão total do sistema. Considerando a estabilidade térmica do ativo, o dioxano em temperaturas razoáveis tem apenas uma pressão de vapor de algumas centenas de mmHg e a razão de redução será reduzida por um fator de quatro, se operado na pressão atmosférica, assim, o sistema deveria operar sob vácuo. Uma bomba de vácuo grande o suficiente para comprimir o volume de ar necessário para uma razão de redução de dioxano significativa seria proibitiva em comparação a um vapor de injeção condensável, tal como vapor. Assim, preferencialmente o vapor de injeção é um vapor facilmente condensável, preferencialmente vapor d'água. Adicionalmente, se o dioxano estiver sendo removido, então também será a água, uma vez que sua pressão de vapor é semelhante à do dioxano.

[056] Assim o vapor de injeção preferencial é o vapor d'água, mas o sistema precisa operar em vácuo para controlar a temperatura. O vapor pode ser condensado antes da bomba de vácuo para que a bomba seja dimensionada para quaisquer produtos não condensáveis que vazam para o sistema, um sistema muito mais econômico para remover com o ar. Uma vez que o sistema estará operando sob vácuo, um sistema de bombeamento é necessário para descarregar a pasta de um vácuo.

[057] Como mencionado acima, o subproduto indesejável, 1,4-dioxano, é fabricado durante o processo de sulfatação. Um mecanismo proposto para a formação do 1,4-dioxano é que uma molécula de ácido etoxissulfúrico forme um complexo com uma molécula de SO_3 . Um rearranjo ocorre, formando um novo ácido etoxissulfúrico com duas unidades equivalentes de óxido de etileno menores e 1,4-dioxano que é complexado com um SO_3 . O SO_3 pode ser liberado a partir do 1,4-dioxano e reagir para formar o ácido etoxissulfúrico ou reciclar-se através deste processo e gerar outra molécula de 1,4-dioxano.



[058] É geralmente aceito que o dioxano é formado durante a sulfatação apenas quando há três ou mais moles de etoxilação por molécula de álcool. Por extensão, se a matéria-prima tiver dois moles ou menos de etoxilação, o dioxano não deve ser formado. No entanto, como mencionado acima, a distribuição de etoxilatos em cada molécula não é uniforme, então mesmo que a média possa ser dois moles, haverá algumas moléculas com três ou mais etoxilatos e, portanto, o dioxano é formado mesmo quando o grau médio de etoxilação é de dois moles ou menos.

[059] A concentração da matéria-prima da pasta de entrada normalmente feita comercialmente é tanto a forma diluída em 28-30% em peso (normalmente 28% em peso) de AES, quanto a forma concentrada a cerca de 70% em peso de AES. No presente método, qualquer concentração adequada da matéria-prima pode ser usada desde que a viscosidade a torne passível de bombeamento, por exemplo, no intervalo de 20% em peso a 85% em peso do ativo, e preferencialmente a concentração da matéria-prima será uma concentração exata ou próxima que corresponda a um mínimo de viscosidade local. Assim, a matéria-prima pode ser uma concentração exata ou próxima que corresponda a um mínimo de viscosidade local inferior, por exemplo, num intervalo de cerca de 28% em peso a cerca de 30% do ativo. Em outra modalidade, a matéria-prima pode ser uma concentração exata ou próxima que

corresponda a um mínimo de viscosidade local superior, por exemplo, num intervalo de cerca de 68% em peso a cerca de 75% do ativo. Um intervalo de 65% em peso a cerca de 85% em peso do ativo também é contemplado. Foi descoberto que a remoção de dioxano é melhorada quando a pasta tem um teor de água relativamente baixo. Um teor de água de menos de 25% em peso, ou no intervalo de 5% em peso a cerca de 25% em peso fora do removedor/secador é particularmente contemplado para atingir taxas de remoção de dioxano bem altas com uma exigência de vapor externo mínima e criando uma pasta que ainda é manuseável, por exemplo, no equipamento descrito neste documento. Assim, o sistema também é contemplado por incluir um sistema de neutralização a montante do pré-aquecedor e bomba relacionada e, preferencialmente, um Neutralizador Ativo Alto que fabricará cerca de 70% da pasta de AES ativa como uma alimentação para um sistema, tal como o tipo mostrado nas Figs. 1 a 5.

[060] Em um processo descrito neste documento, o processo pode ser realizado para produzir um aumento de % em peso do sulfonato ativo após a concentração, com base no peso total da pasta, de pelo menos 5% em peso, ou pelo menos 6% em peso, ou pelo menos 7% em peso, ou pelo menos 8% em peso, ou pelo menos 9% em peso, ou pelo menos 10% em peso, ou pelo menos 12% em peso, ou pelo menos 15% em peso, ou mais.

[061] A taxa de fluxo de massa do "conforme é alimentado" desempenha um papel na distribuição do material de alimentação no canal ou canais do tubo ou tubos de um aparelho que inclui esses recursos. Há uma queda de pressão conforme o material de alimentação é forçado através de uma série de orifícios, conforme descrito abaixo. O vapor é fornecido a cada tubo através de uma tubulação de pressão semelhante, para que a massa da alimentação de entrada e a massa do vapor sejam substancialmente iguais em todos os tubos. A pasta é atomizada e um regime de fluxo turbulento de alta velocidade é estabelecido dentro dos tubos de contato. A

velocidade do vapor confere cisalhamento ao fluido reduzindo sua viscosidade aparente para que a pasta forme uma película bem fina na parede do tubo. A película mais fina requer muito pouco tempo para atingir o equilíbrio e, uma vez que o vapor está num estado bem turbulento, o dioxano é rapidamente dispersado na fase de vapor, resultando numa abordagem próxima do equilíbrio. O sistema pode ser projetado para não ter nenhuma vedação mecânica ou partes móveis que não a bomba de descarga e o sistema de vácuo, tornando-o muito seguro.

[062] O aparelho do evaporador opera numa configuração co-corrente em que a alimentação e o meio de remoção de vapor são introduzidos juntos no topo do tubo ou tubos, por exemplo, e descem para um vaso de separação em contato íntimo. O comprimento do tubo e a velocidade das duas fases determinam o tempo para o equilíbrio ser atingido entre as duas fases. Há um limite para o comprimento do tubo em que conforme o tubo alongado, a queda de pressão se acumula até que a pressão na entrada do tubo se torne alta o suficiente para condensar o vapor de injeção e forme géis com alimentação ativa alta. Sob as condições preferidas descritas neste documento, a separação do equilíbrio ocorre muito rapidamente. Um comprimento do tubo de cerca de 10 pés (3 metros) é adequado para proporcionar tempo de contato adequado para a separação do dioxano sob uma ampla faixa de condições e, assim, espera-se que os comprimentos do tubo numa faixa de 6 pés (cerca de 2 metros) a cerca de 20 pés (6 metros) sejam adequados para uma ampla variedade de pastas e condições de operação, opcionalmente de 2 metros a 4 metros, embora a invenção não esteja limitada a nenhum comprimento específico do tubo.

[063] Um evaporador de película raspada preferido é a forma de saída de vapor por cima, onde a pasta é alimentada no topo e o vapor sai pelo topo, gerando um fluxo contra-corrente. É vantajoso operar o evaporador nas mesmas condições que do removedor de multi-tubos descrito anteriormente, ou seja, em um vácuo para abaixar a temperatura de operação. Também é vantajoso adicionar vapor próximo à

saída do produto da pasta. Também é vantajoso usar um rotor que preenche parcialmente o espaço vazio no evaporador para melhorar o contato entre o vapor e a pasta.

[064] A "Razão de Redução de Dioxano" é definida como a razão da concentração de dioxano numa base 100% ativa na pasta de matéria-prima em comparação à pasta do produto. Uma razão de redução de dioxano de 2:1 significaria, por exemplo, que a alimentação contendo 100 ppm de peso de dioxano (numa base 100% ativa) teria 50 ppm de dioxano como produto a partir do processo. A razão de redução de dioxano é preferencialmente pelo menos 4:1, ou pelo menos 5:1, ou pelo menos 6:1, ou pelo menos 7:1. De acordo com o processo descrito neste documento, as razões de redução de dioxano de 20, 25, 30, 40 e mais foram alcançadas. O material contendo de 80 ppm a 100 ppm de 1,4-dioxano foi purificado para aproximadamente 1 ppm de 1,4-dioxano numa única passagem através do sistema de evaporador de canal descrito neste documento. Quanto menos água restar no produto, menos dioxano restará também. Assim, o processo de acordo com a descrição neste documento pode fornecer um produto com qualquer limite desejado de 1,4-dioxano, por exemplo, 20 ppm, menos de 20 ppm, 10 ppm, menos de 10 ppm, 5 ppm, menos de 5ppm, 1 ppm, ou até mesmo menos de 1 ppm, numa única passagem. Várias passagens também podem ser empregadas, se desejado. Da mesma forma, o processamento com evaporador paralelo também pode ser empregado, por exemplo, conforme descrito neste documento.

[065] O processo foi executado com uma variedade de alimentação de AES, incluindo várias razões de mol de EO, pasta de AES (sulfato de sódio) e pasta de AES de 3 moles (sulfato de amônio). Os resultados indicam que o sistema é extremamente versátil e controlável. Uma matéria específica da pasta pode ser caracterizada com alguns experimentos e as condições do sistema podem ser selecionadas pelo versado na técnica tendo em vista os ensinamentos deste documento para pro-

duzir qualquer redução desejada de 1,4-dioxano que seja desejada. O comportamento de equilíbrio de vapor/líquido da composição pode ser determinado antecipadamente por medições laboratoriais. A partir das medições, é possível predeterminar o ponto de ebulição ou de calefação da água e do dioxano na composição e, assim, determinar as condições de operação alvo. Preferencialmente, uma temperatura alvo é determinada como estando significativamente acima da temperatura de calefação da água na pressão de operação de um evaporador (por exemplo, canal do remove-dor/secador de entrada), mas baixa o suficiente para que a pasta não se decomponha.

[066] Um material de matéria-prima comum que pode ser usado no método descrito neste documento é o etoxissulfato de sódio (AES) com de 2,5 a 3 moles de etoxilação com óxido de etileno (EO) por mol de álcool graxo. O comprimento da cadeia de carbono do álcool graxo está normalmente no intervalo de C_{12} a C_{16} e pode ser feito a partir de um material de ocorrência natural ou pode ser puramente sintético. O grau de etoxilação com óxido de etileno pode estar no intervalo de 0,5 a 50 moles de EO para mol de álcool graxo, por exemplo, num intervalo de 1 a 12, ou 3 a 7, para as finalidades de sulfatação em ácido etoxissulfúrico e neutralização subsequente do ácido. A neutralização pode ser com tipos de sódio, potássio e amônio (por exemplo, TEA) em bases aniônicas, por exemplo. O peso molecular, por exemplo, de um etoxissulfato de sódio (3 moles de EO) estará na faixa de 442 Daltons. O processo descrito neste documento para a remoção do dioxano não é restrito pela fonte da cadeia de carbono, pelo grau de etoxilação nem pelo agente neutralizante.

[067] Para os fins desta discussão, a matéria-prima é referenciada a uma base 100% ativa - ativo se referindo, por exemplo, ao etoxissulfato de sódio. O etoxissulfato de sódio comercial típico é produzido como 70% em peso do ativo com o restante sendo principalmente água e pequenas quantidades de etoxilato não reagido, sulfato de sódio, hidróxido de sódio, cloreto de sódio, carbonato de sódio e citra-

to de sódio. No entanto, os AES podem ser produzidos entre 65% em peso e 85% em peso do ativo e podem ser processados no método e aparelho descritos neste documento. A taxa de fluxo ativo da matéria-prima por canal de evaporador (carregamento) pode ser variada, mas é dependente no diâmetro do canal e da viscosidade do material da matéria-prima. A viscosidade do material de AES é dependente da composição e da temperatura.

[068] Como mencionado acima, o processo de secagem da matéria-prima no método descrito neste documento diminui significativamente o teor de 1,4-dioxano do produto. Benefícios opcionais adicionais que podem ser obtidos no método e aparelho descritos neste documento podem incluir um ou mais de: redução de um ou mais componentes secundários e/ou contaminantes (por exemplo, um ou mais óleos, ésteres, cetonas e aldeídos), desgaseificação e desodorização dos AES.

[069] Uma vantagem específica do aparelho e método descritos neste documento é a capacidade de adicionar energia (calor) ao processo durante a remoção. Sem a capacidade de adicionar calor, seria difícil operar no nível mais alto da curva de concentração uma vez que todos os processos perdem um pouco de calor e, conforme o calor é perdido, um pouco do vapor se condensa, formando uma pasta de concentração inferior. No intervalo de concentração inferior (por exemplo, 28% em peso a 30% em peso), isto é aceitável desde que a viscosidade da pasta simplesmente caia. No entanto, no intervalo de concentração mais alto, podem se formar partículas de gel, e as partículas de gel são bem difíceis de se lidar em sistema de remoção convencional. Com o aparelho e o método descritos neste documento, pode ser adicionado calor adicional a fim de evitar a condensação (por exemplo, nos tubos de um evaporador tipo tubo).

[070] Existem três parâmetros de operação primários que influenciam a redução do teor de 1,4-dioxano nos AES conforme ele é processado no método e aparelho descritos neste documento, e quatro parâmetros de operação primários quan-

do a injeção opcional de um vapor no evaporador é empregada.

[071] O primeiro parâmetro de operação é o nível de vácuo (pressão) conforme medido no vaso de coleta/separação (por exemplo, vaso 18, vaso 58, ou evaporador 216 descrito abaixo), tal como um tanque de *flash*, na extremidade do tubo ou do feixe de tubos (por exemplo, elementos 32 e 57 descritos abaixo). Como será compreendido, o vaso de coleta também opera como um vaso de separação. Isto pode variar de 13,33 kPa a 40 kPa (100 Torr a 300 Torr), por exemplo, 20 kPa (150 Torr), em que menor pressão aumenta o grau de secagem.

[072] O segundo parâmetro de operação é a temperatura no evaporador (por exemplo, tubos), por exemplo, como influenciado pela temperatura de aquecimento por jaqueta (por exemplo, jaqueta 33, jaqueta 88, ou jaqueta 231 descritas abaixo).

[073] O terceiro parâmetro de operação é a temperatura de alimentação da pasta nos tubos. A temperatura de alimentação da pasta e a temperatura de jaqueta podem ser definidas in tandem, ou, em alternativa, podem ser diferentes. Ao injetar o vapor, por exemplo, as temperaturas de jaqueta e de alimentação podem ser definidas em 185°F (85°C). Como outro exemplo, ao secar sem usar o vapor, as temperaturas de jaqueta e de alimentação podem ser definidas em 240°F (116°C), ou num intervalo de cerca de 200°F a 265°F (93°C a 129°C). O aumento da temperatura resulta em menor teor de água no produto concentrado e menor teor de 1,4-dioxano.

[074] O quarto parâmetro de operação é o vapor de injeção para a razão de alimentação, quando usada, por exemplo, uma razão de massa entre o vapor e a massa da pasta total ou a massa do componente ativo. Uma razão de massa entre o vapor e a massa da pasta total num intervalo de cerca de 0 a 1 ou 0,1 a 1 pode acomodar uma faixa de condições da matéria-prima. A razão de massa entre o vapor e a massa do componente de AES ativo num intervalo de cerca de 0 a 1 ou 0,1 a 1 tem é contemplada. A razão influenciará a quantidade da remoção de dioxano, com razões maiores levando a mais remoção de dioxano. Assim, a razão específica

escolhida pode depender da quantidade desejada de redução de 1,4-dioxano. Quando a secagem é combinada com o uso do vapor de injeção, o vapor de injeção pode ser diminuído adequadamente, dependendo do grau da redução de 1,4-dioxano desejado. Opcionalmente, o uso do vapor de injeção pode ser eliminado completamente, resultando numa quantidade reduzida de condensado necessária para ser manipulada.

[075] Quando a secagem é usada sozinha ou em combinação com a injeção do vapor, a quantidade da razão de redução de 1,4-dioxano atingida varia de 5 a 100. Nesses casos, a quantidade total de vapor de água para alimentar o ativo no método variou de 0,1 a 1. Uma parte do vapor de água pode ser do vapor de injeção e uma parte pode ser da água evaporada da pasta do processo conforme ela passa para os tubos.

[076] Se os AES forem substancialmente secos, o material pode ser diluído de volta para a concentração de entrada de alimentação com água ou como desejado, por exemplo, correspondendo a um mínimo de viscosidade local em torno de 25% em peso a 28% em peso do ativo. O material de AES foi seco até 95% em peso do ativo no aparelho do canal e no método descrito neste documento; por exemplo, um AES de 3 moles foi seco a 92% em peso do ativo ou a 95% de sólidos. Funcionalmente, quanto menor o teor de água restante no produto, maior a redução de 1,4-dioxano para o mesmo consumo de energia (por exemplo, vapor de aquecimento, por exemplo, em uma jaqueta de aquecimento e/ou pré-aquecedor). Assim, está contemplado que os AES podem ser secos a pelo menos 80% em peso do ativo, ou pelo menos 85% em peso do ativo, ou pelo menos 86% em peso do ativo, ou pelo menos 87% em peso do ativo, ou pelo menos 88% em peso do ativo, ou pelo menos 89% em peso do ativo, ou pelo menos 90% em peso do ativo, ou pelo menos 91% em peso do ativo, ou pelo menos 92% em peso do ativo, por exemplo. De forma semelhante, está contemplado que os AES podem ser secos a pelo menos 83% em

peso dos sólidos, ou pelo menos 88% em peso dos sólidos, ou pelo menos 89% dos sólidos, ou pelo menos 90% em peso dos sólidos, ou pelo menos 91% em peso dos sólidos, ou pelo menos 92% em peso dos sólidos, ou pelo menos 93% em peso dos sólidos, ou pelo menos 94% em peso dos sólidos, ou pelo menos 95% em peso dos sólidos, por exemplo. Após a remoção do dioxano, componentes adicionais do produto final podem ser adicionados à pasta, tais como componentes que seriam removidos da pasta se tivessem sido adicionais anteriormente, por exemplo, etanol.

[077] Opcionalmente, o processo pode ainda incluir a sulfatação de um ácido graxo alcoxilado com uma concentração de gás trióxido de enxofre de mais de 2,5% para produzir a pasta de sulfato de álcool graxo alcoxilado. A concentração pode ser pelo menos 3%, ou maior que 3%, ou pelo menos 3,5%, ou maior que 3,5% ou pelo menos 4%, ou maior que 4%, por exemplo. O aumento da concentração de trióxido de enxofre aumenta a quantidade de 1,4-dioxano que se forma, mas também aumenta dramaticamente a produção da pasta de sulfato de álcool graxo alcoxilado. No presente método, está contemplado o uso de uma concentração relativamente alta de trióxido de enxofre no processo de sulfatação para aumentar a produção, e o uso do método de concentração descrito acima para remover o 1,4-dioxano da pasta de AES, para resultar em um processo geral que seja mais eficiente.

[078] De forma semelhante, o processo pode incluir opcionalmente a etapa de sulfatação de um ácido graxo alcoxilado com uma razão de moles entre gás trióxido de enxofre e ácido graxo alcoxilado que é relativamente alta, por exemplo, pelo menos 1,00, ou pelo menos 1,03, ou pelo menos 1,04, por exemplo, em um intervalo de 1,00 a 1,05 ou 1,03 a 1,05, para que a conversão da alimentação de ácido graxo alcoxilado em AES seja mais completa, para produzir a pasta de sulfato de álcool graxo alcoxilado. O aumento da razão de moles entre gás trióxido de enxofre e ácido graxo alcoxilado no processo de sulfatação aumenta a quantidade de 1,4-dioxano que se forma, mas também aumenta a produção da pasta de sulfato de álcool graxo

alcoxilado. No presente método, está contemplado o uso de uma razão relativamente alta entre gás trióxido de enxofre e ácido graxo alcoxilado no processo de sulfatação para aumentar a produção, e o uso do método de concentração descrito acima para remover o 1,4-dioxano da pasta de AES, para resultar em um processo geral que seja mais eficiente.

[079] Um processo de acordo com a invenção é ainda ilustrado na Fig. 1, na qual o sistema de remoção de dioxano designado, de forma geral, 10 compreende uma bomba de entrada 12, um pré-aquecedor 14, um removedor/secador 16, um vaso de coleta 18 e um meio de saída, tal como uma máquina de moldagem, extrusora ou bomba 20. Na maioria dos casos, uma bomba será adequada. A Fig. 2 retrata o removedor/secador 16 e outras partes do sistema 10 em maiores detalhes.

[080] Uma pasta contendo dioxano entra no sistema 10 através de um conduto 22 e é bombeada para o pré-aquecedor 14 pela bomba 12. A pasta pode conter qualquer teor de sólidos desejado e, preferencialmente, está num intervalo de cerca de 68% em peso a cerca de 85% em peso. A bomba 12 mede a pasta através do pré-aquecedor 14, onde a pasta é normalmente aquecida a uma temperatura num intervalo de 176°F (80°C) a cerca de 320°F (160°C) (ou maior, se necessário) para que a pasta esteja numa temperatura selecionada. O pré-aquecedor 14 pode ser um trocador de calor, em que o fluido de aquecimento entra no trocador através de um conduto 25 e sai do trocador através do conduto 27.

[081] O conduto 22 através do qual a pasta aquecida percorre deve ser mantido sob pressão para que nenhum componente da pasta sofra *flashing* no conduto 22. A restrição ao fluxo da solução da pasta, que mantém a solução sob pressão, pode ser fornecida por um tubo de injeção 30 e, preferencialmente, por uma pluralidade de tubos de injeção 30 através do qual a pasta flui imediatamente antes de entrar no removedor/secador 16. O tubo ou tubos de injeção 30 são projetados para fornecer a pressão posterior necessária para evitar *flashing* no conduto 22. Por

exemplo, um tubo de injeção 30 pode ter um diâmetro interno variando de cerca de 0,06 polegada ao diâmetro de um canal do removedor/secador 16 ao qual o tubo de injeção é conectado. Quando uma pluralidade de tubos de injeção 30 é utilizada, a pressão posterior também garante uma distribuição uniforme da pasta entre os tubos.

[082] Conforme a pasta se move para baixo no tubo ou tubos de injeção 30, a pressão é reduzida e os componentes da pasta começam a sofrer *flashing*. O vapor libertado durante *este flashing* age como uma força motriz para mover para baixo o material crescentemente viscoso no secador 16. A pressão do removedor/secador 16 é selecionada, controlando-se uma abertura 44 com um meio de controle, tal como uma válvula 45, para que a vaporização desejada ocorra.

[083] A pasta é introduzida em um canal ou canais 32 do removedor/secador 16 através do tubo ou tubos de injeção 30. Cada canal do secador está na forma de um conduto, por exemplo, um tubo 32a tendo uma via de fluxo (o canal 32) conectada a uma via de fluxo de um tubo de injeção 30. Cada tubo do secador 32a tem, de preferência, um diâmetro interno entre cerca de 0,78 cm (0,31 polegada) e 2,54 cm (1 polegada). De preferência, o removedor/secador 16 inclui uma pluralidade de tubos do secador 32a orientados em um feixe e rodeados por um meio de troca de calor, tal como uma jaqueta 33. O material de transferência de calor, tal como vapor d'água, flui para a jaqueta 33 através de um conduto 34 e para fora da jaqueta 33 através de um conduto 36.

[084] Em uma área de entrada 38 do removedor/secador 16, o vapor d'água ou outros materiais geradores de vapor podem ser injetados no removedor/secador 16 através de um conduto 40. À medida que a pasta se move ao longo do tubo ou tubos 32a, o calor transferido através da parede do tubo ou tubos 32a vaporiza, ainda, água e 1,4-dioxano a partir da pasta. A velocidade da mistura de líquido/vapor da mistura aumenta à medida que o vapor é liberado e a pressão diminui. O propelente

propulsor (incluindo os componentes de vaporização e vapor d'água ou outro vapor adicionado em 40) e as partículas da pasta detergente se misturam para formar o fluido de processo. Visto que o processo pode ser operado em várias pressões, a velocidade do gás que sai do(s) tubo(s) do secador se encontra, tipicamente, entre cerca de 15,24 metros/segundo (50 pés/segundo) e cerca de 457,20 metros/segundo (1500 pés/segundo). As altas velocidades do fluido de processo e o fluxo turbulento nos tubos do secador maximizam a transferência de calor através das paredes dos tubos.

[085] À medida que o fluido do processo deixa do removedor/secador 16, o vapor contendo dioxano e o produto concentrado purificado (por exemplo, ainda sob a forma de pasta) são separados. O vapor é retirado através do respiradouro 44 e, opcionalmente, a um sistema a vácuo (não mostrado). A pasta concentrada purificada é coletada no vaso 18 no fundo do(s) tubo(s) e é removida do vaso 18 através de um conduto de saída 46, utilizando uma bomba, máquina de moldagem, extrusora ou outro dispositivo adequado 20. Na maioria dos casos, uma bomba será adequada.

[086] A partir do conduto de saída 46, o produto concentrado purificado pode ser processado de várias formas conhecidas na técnica para produzir um produto final. Conforme supramencionado, a pasta concentrada pode ser diluída em um diluidor 48 com água de processo 49 em uma concentração correspondente a um mínimo de viscosidade local. Podem-se adicionar outros componentes à pasta na etapa de diluição ou nas etapas opcionais adicionais.

[087] Ilustra-se um aparelho e processos alternativos nos desenhos das Figuras 3 a 5. Com referência à Figura 3, um aparelho genericamente designado pela referência numérica 50 inclui uma bomba de entrada 52, um pré-aquecedor 54, um dispositivo restritivo genericamente designado pela referência numérica 55, um removedor/secador 56 tendo canais do secador definidos pelos tubos 57, um vaso de

coleta 58, um mecanismo de saída para o produto concentrado purificado, tal como uma máquina de moldagem, extrusora ou bomba 60, e uma saída de vapor, tal como um respiradouro 61. Mostra-se, também, na Figura 3 um tanque de alimentação 62 para o fornecimento de uma composição na bomba de entrada 52.

[088] As Figuras 4 e 5 mostram modalidades diferentes do removedor/secador 56 mostradas na Figura 3 e, logo, identificam o removedor/secador pelas referências numéricas 56a e 56b, respectivamente. No entanto, os elementos das modalidades do removedor/secador, que forem idênticos, serão identificados usando as mesmas referências numéricas. Logo, cada um dos removedores/secadores 56a e 56b inclui os tubos do removedor/secador 57.

[089] A matéria-prima é alimentada a partir do tanque de alimentação 62, mostrado aqui com um agitador de raspagem de parede opcional 66, por meio da bomba 52, através de um conduto 68 disposto entre o tanque de alimentação 62 e a bomba 52, e para o pré-aquecedor 54. A bomba 52 mede a composição através de um conduto 70 e do pré-aquecedor 54.

[090] O pré-aquecedor 54 pode ser um trocador de calor padrão, tal como um com uma configuração de tubo e uma cápsula ou uma placa e armação. Embora não limitado a nenhum design ou configuração específica, o pré-aquecedor 54 é preferencialmente um trocador de calor tubular, em que o fluido de aquecimento, tal como o vapor, entra no pré-aquecedor 54 através de um conduto de entrada 72 e sai do pré-aquecedor através de um conduto de saída 74, preferencialmente, como um condensado de líquido. A pasta aquecida sai do pré-aquecedor 54 através de um conduto 76.

[091] A composição aquecida deve ser mantida sob pressão suficiente para evitar a volatilização de qualquer um dos componentes e para garantir um regime de fluxo de fase única por todo o pré-aquecedor 54, o conduto 76, a câmara de entrada/distribuição 64, e para o dispositivo restritivo 55. Pressão insuficiente resultará na

ebulição no pré-aquecedor 54 e no fluxo em golfadas no conduto 76 e na câmara de entrada/distribuição 64. O fluxo em golfadas produzirá uma distribuição de fluxo irregular nos canais 57.

[092] Com referência à Fig. 4, para garantir a distribuição uniforme da composição em cada um dos tubos do removedor/secador 57, é necessário fluir a composição de fase única na câmara de entrada/distribuição 64 e através das restrições de fluxo 78 dispostas entre a câmara de entrada/distribuição 64 e os tubos do removedor/secador 57, imediatamente a montante das entradas 80 a cada tubo do secador 57. Cada restrição de fluxo 78 define uma passagem entre a câmara de entrada/distribuição 64 e o tubo do secador 57 que é menor na seção transversal do que um diâmetro do tubo do removedor/secador 57 em sua entrada 80. A restrição de fluxo pode ser formada, por exemplo, por um tubo pequeno, um bocal, ou uma abertura, tal como um furo de sondagem que se estende através de uma placa, com a área transversal do espaço vazio definida pelo tubo, bocal ou furo sendo menor que a área transversal do canal definida pelo tubo do removedor/secador 57 (ou outra geometria formadora do canal). Na modalidade mostrada na Fig. 4, o dispositivo 55a que sustenta todas as restrições 78 é uma placa de orifício 83 disposta entre a câmara de entrada/distribuição 64 e cada um dos tubos do secador 57. A placa 83 inclui uma pluralidade de furos de sondagem 84, a parede substancialmente cilíndrica definindo cada furo de sondagem 84 formando cada restrição de fluxo 78. O diâmetro da restrição de fluxo 78 varia preferencialmente entre cerca de 0,75 milímetros (mm) (0,03 polegada) e cerca de 2 mm (0,08 polegada). O diâmetro do tubo do removedor/secador 57 pode estar na faixa de cerca de 6,35 mm (0,25 polegada) a cerca de 25,4 mm (1 polegada), por exemplo. Conforme a composição flui através das restrições 78, a pressão reduz, permitindo que uma parte da água e do dioxano vaporizarem, aumentando a velocidade do vapor, promovendo, assim, o fluxo em duas fases. A considerável queda de pressão produzida pelo *flashing* da água é o

motivo pelo qual o fluxo da pasta a montante permanecer como um fluxo de fase única sem nenhuma ebulição e vaporização no pré-aquecedor 54, conduto 76 e câmara de entrada/distribuição 64. A vaporização de uma parte da água, conforme ela passa através das restrições de fluxo 78, contribui indiretamente para a distribuição do fluxo para cada canal 57, criando a velocidade de vapor necessária para o fluxo em duas fases. A baixa queda de pressão pelos canais 57 no regime de fluxo em duas fases permite e promove uma distribuição de fluxo substancialmente uniforme para cada canal 57.

[093] Para explicar ainda mais, se designarmos P_1 como a pressão na câmara de entrada/distribuição 64, P_2 a pressão na entrada de cada canal 57, e P_3 a pressão no tanque receptor do produto 58, então a pressão de entrada P_1 para todas as restrições de fluxo 78 se tornarão as mesmas por causa da câmara de entrada/distribuição comum 64. Além disso, a pressão de saída de todos os canais será a mesma P_3 por causa do tanque receptor comum 58. No entanto, a pressão P_2 na entrada 80 para cada canal 57 será constante apenas se a queda de pressão através de cada canal 57, $P_2 - P_3$, for constante. Isto é obtido apenas com o fluxo em duas fases por toda a pluralidade de canais 57. Se P_1 , P_2 e P_3 forem iguais para cada canal de secagem, então as equações mecânicas de fluido conhecidas que descrevem esses regimes de fluxo afirmam que a taxa de fluxo será constante em cada canal 57.

[094] Se quantidades irregulares da pasta são passadas para os canais 57, essa distribuição irregular provoca remoção/secagem irregular e/ou inadequada dentro dos canais 57 e faz com que os canais 57 se tornem tampados. O tampamento do canal em si contribui para a remoção/secagem ainda mais irregular e/ou inadequada da pasta. É por isso que uma boa distribuição de fluxo é tão importante em um removedor/secador com múltiplos canais.

[095] A composição que sai da restrição 78 passa no fluxo de duas fases

através dos canais aquecidos 57, onde a água irá vaporizar e remover o dioxano adicional e, desse modo, força a composição crescentemente viscosa através das saídas 86 dos canais 57 e no vaso de coleta 58. Preferencialmente, os canais 57 são tubos orientados em um feixe dentro do removedor/secador 56, e são rodeados por um mecanismo de transferência de calor comum, tal como uma jaqueta compartilhada 88 na qual o vapor pode ser introduzido. O fluido de transferência de calor, tal como o vapor, flui para a jaqueta 88 através de um conduto 90, e o vapor e/ou condensado flui para fora da jaqueta através de um conduto 92. O comprimento, diâmetro interno, espessura e material de construção dos canais 57 são selecionados para se obter a remoção adequada do dioxano. Por exemplo, em uma modalidade, cada canal ou tubo 57 tem um diâmetro interno de cerca de 6,35 mm (0,25 polegada) a cerca de 25,4 mm (1 polegada), por exemplo, 1 cm (0,4 polegada). Cada tubo pode ter um comprimento de cerca de 2 metros a 6 metros, por exemplo, preferencialmente, cerca de 3 metros. No entanto, nota-se que outras modalidades da invenção possam empregar canais ou condutos tendo diâmetros equivalentes conforme definido na Tabela 5 a 8 de Perry's Chemical Engineers' Handbook, 5-25 (6^a ed. 1984) (ver também, 7^a ed. 1997 em 6-12 a 6-13). Além disso, os canais, tubos ou conduto podem ser adaptados para garantir um aumento gradual na velocidade do gás conforme a composição se torna mais seca.

[096] Acredita-se que a distribuição uniforme da composição através dos tubos do removedor/secador 57 seja auxiliada pelo uso da jaqueta de aquecimento 88. Por exemplo, se um tubo 57 começar a obstruir, haverá um fluxo reduzido da composição nesse tubo. Este, por sua vez, reduz a queda de pressão através do furo de sondagem 84 através do qual a composição é alimentada no tubo 57 e aumenta a queda de pressão dentro do tubo 57. Uma vez que as paredes do tubo 57 são aquecidas numa taxa substancialmente constante, a pressão aumentará na entrada do tubo obstruído 57 até que a pressão do vapor a montante da obstrução seja suficien-

te para deixar o tubo 57 limpo e restabelecer o fluxo em duas fases na entrada do tubo 80.

[097] A força motriz para conduzir a composição através do comprimento inteiro do canal de secagem 57 é dependente da velocidade do vapor no canal de secagem 57. Se a velocidade do vapor for muito baixa, ela não sustentará o fluxo em duas fases desejado. Como dito acima, as velocidades mínimas são de alguma forma dependentes das propriedades físicas da composição, tal como a viscosidade. No entanto, em geral, a taxa de fluxo de massa do vapor deve ser acima de 39.000 kg/hr/m² (8000 lbs/hr/pé²) da área transversal do canal de secagem.

[098] O vapor e/ou outros tipos de meios de vapor podem ser introduzidos na câmara de entrada/distribuição 64 através de um conduto 94 em um coletor de vapor 96 e, em seguida, para cada entrada do canal 80 através de uma restrição de fluxo 98. Onde ocorre *flashing* suficiente dentro dos canais 57 para reduzir o dioxano, no entanto, a injeção de vapor simultânea pode ser desnecessária.

[099] Como discutido acima, a Fig. 4 mostra uma modalidade em que o dispositivo de restrição de fluxo 55a é uma placa de orifício 83 localizada na entrada do canal 57 com furos de sondagem 84 perfurados na entrada para cada canal 57. Uma temperatura - equilíbrio de pressão melhor podem ter alcançados em algumas aplicações, usando-se o dispositivo de restrição 55b mostrado na Fig. 5 que inclui duas placas de orifício 100 e 102. As placas de orifício 100 e 102 fornecem uma pluralidade de restrições de fluxo disposta em série a montante de cada tubo 57. Especificamente, com referência à Fig. 5a, uma primeira restrição 105 e uma segunda restrição 106 são dispostas em série separadas uma da outra por uma gaxeta 108. Cada restrição de fluxo 105, 106 e a gaxeta 108 define um furo de sondagem. Cada furo de sondagem 109 da primeira restrição de fluxo 105 está em comunicação fluida com pelo menos um furo de sondagem 110 da gaxeta 108 e um furo de sondagem 112 da segunda restrição 106, e pelo menos um tubo 57. A fim de proporcionar uma

restrição do fluxo, o diâmetro de cada furo de sondagem 109 e 112 é menor que o diâmetro interno dos tubos 57. Preferencialmente, e como mostrado na Fig. 5, os furos de sondagem 109 e 112 também são menores que o diâmetro do furo de sondagem da gaxeta 110. Os diâmetros exemplares dos furos de sondagem da restrição 109, 112, o furo de sondagem da gaxeta 110 e o diâmetro interno do tubo 57 são 1,6 mm (0,0625 polegada), 12,7 mm (0,5 polegada) e 12,7 (0,5 polegada), respectivamente. Com base nos tamanhos do diâmetro relativo, uma câmara 114 é disposta entre cada duas restrições 105, 106. As partes superior e inferior da câmara 114 são definidas pela primeira e segunda restrições 105 e 106, respectivamente, e as paredes laterais 116 da câmara 114 são definidas pela espessura da gaxeta 108.

[0100] Como mostrado nas Figs. 5 e 5A, as restrições 105, 106, e os furos de sondagem 109, 112 nelas não estão alinhados entre si; mas, em vez disso, têm eixos centrais que são escalonados em cerca de 3 mm (0,125 polegada) da linha central. Assim, o fluxo da composição através das restrições 105 e 106 é "semelhante a uma cobra" e não uma linha reta. Acredita-se que isto ajude no proporcionamento de uma pressão posterior suficiente no conduto a montante 76 e no pré-aquecedor 54. Conforme a composição de fase única aquecida passa dentro e através da primeira restrição 105, um fluxo de duas fases sai na câmara 114. Conforme o fluxo de duas fases sai da câmara 114 e passa na segunda restrição 106, mais vapor de água sofre *flashing* e um fluxo de duas fases mais volumoso sai nas entradas 80 dos tubos 57. O aparecimento do fenômeno de fluxo de duas fases é igual àquele detalhado acima em relação ao design do secador de restrição único mostrado na Fig. 4 e fornece, de forma semelhante, pressão posterior suficiente e queda de pressão suficiente para gerar *flashing* máximo, e distribuição uniforme do fluxo por todos os diversos canais 57.

[0101] A pressão posterior suficiente é alcançada uma vez que o fluxo da pasta é bem restringido conforme ele entra e passa através do dispositivo de res-

trição do fluxo 55b. Uma queda de pressão suficiente através dos dispositivos de restrição de fluxo 55a e 55b é devida, em grande parte, ao que é conhecido como perda de pressão de "cabeça de velocidade". Antes de entrar numa restrição de fluxo, uma pasta pode estar na forma de um gel líquido de fase única. Conforme a pasta de fase única passa através da restrição de fluxo 78 ou restrições de fluxo 105 e 106, parte da pasta volatiliza para um material de duas fases semelhante a uma espuma devido a uma queda de pressão (por exemplo, cerca de 3 bar (45 libras por polegada quadrada (psi)) a cerca de 15 bar (225 psi)) experimentada conforme o material flui através da restrição. O rápido aumento da velocidade resulta na perda de pressão de "cabeça de velocidade" - a perda de pressão necessária para maximizar a vaporização da água a partir da pasta. Uma perda de pressão da cabeça de velocidade suficiente pode ser alcançável na maioria dos casos simplesmente usando uma placa de orifício única 83, como mostrado na Fig. 4, em vez de placas de orifício duplas 100 e 102 mostradas na Fig. 5. Como mencionado acima, outros dispositivos restritivos adequados incluem bocais convergentes, bocais divergentes, bocai convergentes e divergentes, tubos injetores de pequeno diâmetro e outras formas que podem ser fabricadas com geometria de fluxo idêntica. O tamanho do orifício em todos esses dispositivos deve ser pequeno o suficiente para produzir velocidade de fluxo de duas fases suficiente para a pressão posterior exigida e também dependerá da taxa de fluxo desejada para cada orifício.

[0102] O fluxo uniforme através de cada canal 57 é garantido, mantendo-se a queda de pressão constante por cada canal 57. Desta forma, as restrições de fluxo 105 e 106 distribuem uniformemente o fluxo para um ponto de pressão uniforme em cada entrada de canal de remoção/secagem. A queda de pressão constante em cada canal 57 só pode ser mantida se o fluxo de duas fases existir em todo o comprimento do canal 57. A combinação do pré-aquecedor 54 e das restrições de fluxo 78 (ou 105 e 106) trabalham juntas para produzir indiretamente a distribuição

de fluxo uniforme desejada. Nota-se que o *flashing* tradicional de um material através de um orifício distribuirá apenas o fluxo uniformemente se ele estiver sofrendo *flashing* para uma câmara comum em pressão constante, o que não é o caso neste aparelho e método. Os canais de secagem 57 situam-se entre a restrição de fluxo e o vaso receptor comum 58. Portanto, a obtenção de condições para o regime de fluxo de duas fases em todos os canais de secagem em combinação com uma câmara comum no fim de cada canal 57 permite a pressão da entrada essencialmente constante na entrada de cada canal 57 e, assim, a distribuição é uniforme.

[0103] Uma vez que a restrição de fluxo 78 (ou 105 e 106) é instalada, ela não precisa ser substituída cada vez que uma pressão posterior diferente é desejada. A quantidade de pressão posterior gerada pela restrição instalada pode ser ajustada, variando-se determinadas condições de operação por todo o processo. Por exemplo, as variáveis que regem a queda de pressão por uma determinada restrição de fluxo incluem a taxa de fluxo e a temperatura da composição da alimentação. Para conseguir a queda de pressão relativamente alta necessária para evitar *flashing* no pré-aquecedor 54, a área transversal do orifício na restrição deve ser pequena o suficiente para que quando o líquido sofra *flash* para duas fases, a velocidade do vapor seja alta o suficiente para resultar na queda de pressão desejada. Quanto maior a temperatura da composição da alimentação, maior a velocidade do vapor e, assim, maior a queda de pressão pela restrição de fluxo. Lembre-se que a temperatura da composição da alimentação é controlada pelo pré-aquecedor a montante 54. Se a composição não for superaquecida no pré-aquecedor 54, nenhum *flashing* irá ocorrer na restrição de fluxo e a queda de pressão será relativamente baixa.

[0104] Conforme a composição flui através da restrição de fluxo 78 (ou 105 e 106), a pressão é reduzida e os componentes com água e dioxano sofrem *flashing* para a fase de vapor. O vapor liberado durante este *flashing* age como uma força motriz para propelir o restante da composição através dos tubos do secador

57. O vapor de água liberado serve para remover o dioxano da composição. A pressão absoluta dentro dos canais 57 do removedor/secador é selecionada pelo controle, dentre outros, de uma abertura 61 do removedor/secador 56 para que ocorra uma evaporação desejada. A queda de pressão pelos canais 57, ao operar no fluxo de duas fases, pode ser relativamente baixa na maioria dos casos, por exemplo, num intervalo de cerca de 0,5 bar (7,5 psi) a 2,0 bar (30 psi).

[0105] Conforme o restante da composição passa através dos canais 57, o calor transferido através das paredes 57a dos tubos 57 vaporiza a água adicional a partir da composição. A velocidade da mistura de líquido/vapor de duas fases aumenta conforme o vapor é liberado e a pressão cai. O propulsor (incluindo os solventes de rápida evaporação e o vapor ou outro propulsor que pode ser adicionado através do conduto 94) e as partículas da composição se misturam para formar o fluxo de duas fases. Uma vez que o processo pode ser operado em diversas pressões sob vácuo pelo controle do fluxo do vapor através da abertura 61, a velocidade do gás que sai dos canais 57 pode ser mantida num intervalo de cerca de 15,25 metros por segundo (m/s) (50 pés por segundo (ft/s)) a cerca de 460 m/s (1.500 ft/s), por exemplo. A alta velocidade do fluxo de duas fases e o fluxo turbulento nos canais do secador 57 maximiza a transferência de calor através das paredes 57a dos canais 57.

[0106] A temperatura na entrada de restrição é usada para controlar a quantidade de evaporação rápida. A temperatura de entrada de restrição, portanto, deve ser alta o suficiente para gerar *flashing* do vapor suficiente para remover o dioxano da composição e propelir a pasta através da restrição e do canal para o tanque receptor sem tampar o canal. As temperaturas de entrada e sua relação com a quantidade de *flashing* gerada são dependentes, claro, da composição específica e da sensibilidade ao calor da composição. A secura do produto é controlada principalmente pela temperatura do fluido de aquecimento na jaqueta do secador 88. Esta

temperatura também pode ser limitada pela sensibilidade ao calor do produto. Consequentemente, cada composição diferente pode necessitar de um conjunto diferente de condições de operação.

[0107] Conforme o fluxo de duas fases sai do removedor/secador 56, o vapor contendo dioxano e a composição concentrada purificada são separados. O vapor contendo dioxano é passado através da abertura 61 e, opcionalmente, para um sistema de vácuo 122. A composição concentrada purificada é coletada no vaso 58 localizado na saída dos canais e é removida do vaso 58 através de um conduto de saída 124 utilizando uma bomba, máquina de moldagem, extrusora ou outro dispositivo 60 e diluída no diluidor 63 com a água do processo 65. O vaso 58 opera numa pressão menor que uma pressão de operação das saídas do canal e sob vácuo. A operação do vaso 58 sob essas condições de pressão reduzida e/ou de vácuo permite a fácil separação do vapor e material concentrado purificado.

[0108] A partir do conduto de saída 124, o produto concentrado purificado pode estar sujeito a várias operações de unidade conhecidas na técnica a fim de produzir um produto final. Em muitos casos, o produto quente descarregado a partir do removedor/secador 56 é resfriado antes do armazenamento ou diluição.

[0109] O produto concentrado purificado também pode ser diluído, como descrito neste documento.

[0110] Os processos e aparelho de secagem podem ser usados para formar detergente concentrado purificado a partir de materiais de alimentação tendo uma ampla faixa de viscosidades e teores de dioxano. Por exemplo, um material aquecido alimentado no secador 56 pode variar de uma pasta fina (aproximadamente 50 centipoise) a uma pasta bem espessa (aproximadamente 500.000 centipoise).

[0111] Outro processo e aparelho, de acordo com a invenção, é ainda ilustrado na Fig. 18, na qual o sistema de remoção de dioxano geralmente designado 210 compreende uma bomba de entrada 212, um pré-aquecedor opcional 214,

um evaporador de película raspada 216, um meio de saída, tal como uma máquina de moldagem, extrusora ou bomba 218, e um diluidor 220. Na maioria dos casos, uma bomba será adequada.

[0112] Uma pasta contendo dioxano entra no sistema 10 através de um conduto 222 e é bombeada para o pré-aquecedor opcional 214 pela bomba 212. A pasta pode conter qualquer teor de sólidos desejado e, preferencialmente, está num intervalo de cerca de 68% em peso a cerca de 85% em peso. A bomba 212 mede a pasta através do pré-aquecedor 214, onde a pasta é normalmente aquecida a uma temperatura num intervalo de 176°F (80°C) a cerca de 320°F (16°C) (ou maior, se necessário) para que a pasta esteja numa temperatura selecionada. O pré-aquecedor 214 pode ser um trocador de calor, em que o fluido de aquecimento entra no trocador através de um conduto 225 e sai do trocador através do conduto 227.

[0113] O conduto 222 através do qual a pasta aquecida percorre deve ser mantido sob pressão para que nenhum componente da pasta sofra *flashing* no conduto 222. A pasta é introduzida no evaporador de película raspada 216 através de uma entrada 229. O evaporador 216 é jaqueteado para o aquecimento (elementos 231). A pasta move para baixo o evaporador para a saída 233. O fluxo de vapor contendo dioxano sai através da saída de gás 235, que está em comunicação com a bomba de vácuo 237. Conforme a pasta move para baixo o evaporador 216, o calor transferido através da parede do evaporador 216 a partir da jaqueta de aquecimento 231 vaporiza ainda mais a água e o dioxano da pasta.

[0114] Conforme o fluido do processo sai do evaporador 216, o vapor contendo dioxano e o produto concentrado purificado (por exemplo, ainda da forma de pasta) são separados. O vapor é tirado através da abertura 235 e opcionalmente para um sistema de vácuo 237. A pasta concentrada purificada é coletada no evaporador 216 no fundo e é removida do evaporador 216 através de um conduto de saída 233, utilizando uma bomba, máquina de moldagem, extrusora ou outro dispositivo

adequado 218. Na maioria dos casos, uma bomba será adequada. A pasta purificada é diluída no diluidor 220 com a água do processo 239. O sistema 210 pode opcionalmente incluir uma entrada 241 em direção ao fundo do evaporador 216, por exemplo, para injeção de vapor 243 ou outro gás.

Teoria

[0115] A seguir está a nomenclatura usada nesta seção teórica:

ppm_X é sempre partes por milhão de dioxano no fluxo X

$\%_X$ é sempre percentual de água o fluxo X

$\%A_X$ é percentual ativo no fluxo X

M_X é taxa de fluxo em moles de X

Mw_X é peso molecular de X

$\#_X$ é massa ou taxa de fluxo em peso de X

x_X é a fração em moles de X no estado líquido

y_X é a fração em moles de X no estado de vapor

V_p^g é a Pressão de Vapor do componente X

P_T é a pressão total do sistema onde ocorre o equilíbrio

[0116] Valores de X

D é dioxano

W é água

Air é ar

V é vapor

P é produto

F é alimentação

S é vapor

i é qualquer componente usado consistentemente em toda a equação

As constantes e razões serão definidas conforme usadas.

[0117] A razão de redução de dioxano, D_R , é definida como a razão do

dioxano da alimentação dividida pelo nível de dioxano do produto. Isto assume que o teor de água do produto é igual ao da alimentação, o que nem sempre é verdade. A definição correta é:

$$D_R \equiv \frac{\text{ppm}_F / \%A_F}{\text{ppm}_P / \%A_P} \quad \text{Equação 1}$$

[0118] Começando pela definição acima, Equação 1, podemos derivar uma expressão para a razão de redução de dioxano em termos de que pode ser usada para prever o desempenho de um sistema.

[0119] A seguir está o equilíbrio de dioxano em torno do sistema:

$$\#_F \text{ppm}_F = \#_P \text{ppm}_P + \#_V \text{ppm}_V$$

[0120] Em seguida está o equilíbrio ativo em torno do sistema:

$$\#_F \%A_F = \#_P \%A_P$$

[0121] Combine as equações e temos:

$$\frac{\#_F \text{ppm}_F}{\#_F \%A_F} = \frac{\#_P \text{ppm}_P + \#_V \text{ppm}_V}{\#_P \%A_P}$$

[0122] O que simplifica para:

$$\frac{\text{ppm}_F}{\%A_F} = \frac{\text{ppm}_P + \#_V / \#_P \text{ppm}_V}{\%A_P}$$

[0123] O lado esquerdo da equação combinada simplificada é idêntico ao termo superior usado na definição da razão de redução de dioxano, desse modo podemos substituir na Equação 1:

$$D_R = \frac{\frac{\text{ppm}_P + \#_V / \#_P \text{ppm}_V}{\%A_P}}{\text{ppm}_P / \%A_P}$$

[0124] Que, por sua vez, simplifica para:

$$D_R = 1 + \#_V / \#_P \text{ppm}_V / \text{ppm}_P \quad \text{Equação 2}$$

[0125] O termo Razão de Vapor S_R é usado para descrever a quantidade de remoção de vapor usada no processo. A Razão de Vapor é igual à quantidade de vapor em equilíbrio com o produto final ou:

$$S_R \equiv \frac{\#_S}{\#_P} = \frac{\#_V}{\#_P}$$

[0126] Uma vez que o vapor no sistema é água essencialmente pura, algumas partes por milhão de dioxano podem ser seguramente ignoradas, podemos modificar a equação para a razão de redução de dioxano para:

$$D_R = 1 + S_R \frac{ppm_V}{ppm_P} \quad \text{Equação 3}$$

[0127] Esta equação é bem útil em que a razão de vapor é uma variável controlada pelo operador e o teor de dioxano do produto é a variável que estamos tentando obter. Para prever a razão de dioxano, o teor de dioxano da fase de vapor tem que ser determinado usando variáveis que seriam controladas pelo operador.

[0128] Ao avaliar um sistema, é essencial determinar o equilíbrio de vapor/líquido que é a máxima separação possível em um estágio. As três seguintes análises tratam o sistema como um sistema binário ideal, então um sistema binário com dados empíricos e finalmente como um sistema não-binário usando um gás não condensável para a remoção.

Solução Ideal

[0129] O equilíbrio teórico pode ser determinado a partir da Lei de Raoult e da Lei de Dalton que relatam a pressão parcial de um componente para a fração em moles desse componente nas fases de líquido e de vapor como se segue:

$$x_i V_{p_i}^o = p_i = y_i P_T$$

[0130] A pressão parcial pode ser eliminada produzindo a seguinte equação:

$$P_T = \frac{x_i}{y_i} V_{p_i}^o$$

[0131] A pressão total do sistema pode ser usada para determinar a relação de quaisquer dois componentes e no nosso caso de interesse:

$$\frac{x_D}{y_D} V_{p_D}^o = \frac{x_W}{y_W} V_{p_W}^o$$

$$y_D = y_W \frac{x_D}{x_W} \frac{V_{p_D}^o}{V_{p_W}^o}$$

[0132] Note que o mesmo tipo de relação poderia ser desenvolvido pa-

ra qualquer composto no ativo. Como um exemplo, o óleo tem uma pressão de vapor significativa e o experimento mostra que o teor de óleo é reduzido durante a remoção.

[0133] Nos processos de separação, o Fator de Separação é comumente usado para simplificar a equação que, no caso de equilíbrio de vapor, é a razão da pressão de vapor dos dois componentes na temperatura equilíbrio (volatilidade relativa). Um gráfico do fator de separação para dioxano e água versus a temperatura segue o desenvolvimento da equação. O fator de separação é definido como:

[0134] A equação se torna:

$$\frac{V_{pD}^o}{V_{pW}^o} = S_f$$

$$y_D = y_W \frac{x_D}{x_W} S_f \quad \text{Equação 4}$$

[0135] Gráficos do fator de separação (Volatilidade Relativa) são mostrados com dois eixos x diferentes na Fig. 6 e Fig. 7. Uma vez que a fase de vapor é quase água pura, a temperatura do vapor numa pressão pode ser usada para igualar os eixos, mas em ambos os casos, a temperatura e a pressão devem ser medidas no vaso de *flash* e a temperatura deve ser da pasta especificamente. Estamos tentando determinar o equilíbrio; assim, as propriedades da pasta e do vapor na entrada do removedor não são de interesse uma vez que elas não estão em equilíbrio, mas devem ser medidas no tanque de evaporação rápida, o último lugar em que a pasta e o vapor estão em contato antes da separação.

[0136] A equação pode ser modificada ainda para usar variáveis que são comumente determinadas e disponíveis no mundo real.

$$\frac{y_D = \frac{\text{ppm}_V \#_V}{M_{wD}}}{1} \bigg/ \frac{M_V}{1,000,000}$$

$$\frac{\frac{y_W = \%_V \#_V}{Mw_W} / M_V}{100} \%$$

$$\frac{\frac{x_D = ppm_P \#_P}{Mw_D} / M_P}{1,000,000}$$

$$\frac{\frac{x_W = \%_P \#_P}{Mw_W} / M_P}{100} \%$$

[0137] Substituindo na Equação 4:

$$\frac{\frac{ppm_V \#_V}{Mw_D} / M_V}{1,000,000} = \frac{\left(\frac{\frac{\%_V \#_V}{Mw_W} / M_V}{100} \% \right) \left(\frac{\frac{ppm_P \#_P}{Mw_D} / M_P}{1,000,000} \right)}{\left(\frac{\frac{\%_P \#_P}{Mw_W} / M_P}{100} \% \right) S_f}$$

[0138] A equação simplificada é:

$$ppm_V / ppm_P = S_f \left(\%_V \frac{\square}{\square} \%_P \right) \quad \text{Equação 5}$$

[0139] Esta equação não faz suposições sobre a composição dos dois fluxos e isto nos dá o termo que precisamos na Equação 2 para fazer uma determinação teórica da redução de dioxano.

$$D_R = 1 + S_R \frac{ppm_V}{ppm_P} \quad \text{Equação 3}$$

[0140] Substituindo a Equação 5 na Equação 3, temos:

$$D_R = 1 + S_R S_f \frac{\%_V}{\%_P} \quad \text{Equação 6}$$

[0141] Definindo ($S_f \%_V / \%_P$) como igual a I_f , a equação é simplificada para:

$$D_R = 1 + S_R I_f \quad \text{Equação 7}$$

[0142] O gráfico seguinte na Fig. 8 mostra os valores de I_f em diferentes concentrações.

Modelo Empírico

[0143] O exposto anteriormente é baseado no comportamento ideal do

sistema binário de vapor/líquido. Quando comparado com os resultados reais, o equilíbrio previsto é aproximadamente metade dos valores necessários para explicar os dados empíricos. Dioxano e água são conhecidos por não se comportarem de forma ideal. As equações de Margules são um método empírico para modelar sistemas binários de líquido. A seguir está o mesmo procedimento usando equações de Margules no lugar da Lei de Raoult.

$$x_i \gamma_i V_{p_i}^0 = p_i = y_i P_T$$

[0144] Onde γ_i é o coeficiente de atividade. Continuando o cálculo como acima:

$$\begin{aligned} P_T &= \frac{x_i}{y_i} \gamma_i V_{p_i}^0 \\ \frac{x_D}{y_D} \gamma_D V_{p_D}^0 &= \frac{x_W}{y_W} \gamma_W V_{p_W}^0 \\ y_D &= y_W \frac{x_D}{x_W} \gamma_D / \gamma_W \frac{V_{p_D}^0}{V_{p_W}^0} \\ \frac{V_{p_D}^0}{V_{p_W}^0} &= S_f \\ y_D &= y_W \frac{x_D}{x_W} \gamma_D / \gamma_W S_f \end{aligned} \quad \text{Equação 8}$$

[0145] Os coeficientes de atividade são:

$$\begin{aligned} \ln \gamma_d &= X_W^2 [A_{DW} + 2 (A_{WD} - A_{DW}) X_D] \\ \ln \gamma_W &= X_D^2 [A_{WD} + 2 (A_{DW} - A_{WD}) X_W] \\ \gamma_D / \gamma_W &= e^{X_W^2 [A_{DW} + 2 (A_{WD} - A_{DW}) X_D] - X_D^2 [A_{WD} + 2 (A_{DW} - A_{WD}) X_W]} \end{aligned}$$

[0146] Estamos removendo dioxano, tentando alcançar os níveis iguais ou abaixo de 20 ppm de peso, por exemplo, enquanto o teor de água é medido no percentual de peso. Convertendo em fração em moles, os valores de x_D se aproximam de zero e esses termos podem ser cancelados para produzir:

$$\begin{aligned} \gamma_D / \gamma_W &= e^{X_W^2 [A_{DW} + 2 (A_{WD} - A_{DW}) X_D] - X_D^2 [A_{WD} + 2 (A_{DW} - A_{WD}) X_W]} \\ \gamma_D / \gamma_W &= e^{X_W^2 A_{DW}} \end{aligned}$$

[0147] Substituindo na Equação 8:

$$y_D = y_W \frac{x_D}{x_W} e^{X_W^2 A_{DW}} S_f : \quad \text{Equação 9}$$

que é o equivalente da Equação 4 no caso ideal.

[0148] Valores publicados para A_{DW} são conforme se segue:

Temperatura °C	Constante de Atividade
35	1,8253
50	1,8937
70	1,9374
95	1,9783

[0149] Continuando da mesma forma como o caso ideal, mas adicionando o termo para de Margules, as equações são:

$$ppm_V / ppm_P = S_f e^{X_W^2 A_{DW}} \left(\frac{\%V}{\%P} \right) : \text{Equação 10}$$

e:

$$D_R = 1 + S_R S_f e^{X_W^2 A_{DW}} 100\% / \%P \quad \text{Equação 11}$$

[0150] Uma vez que a equação pode ser difícil uso, os últimos termos da equação foram incorporados em um fator de Margules, onde:

$$M_f = S_f e^{X_W^2 A_{DW}} 100\% / \%P$$

[0151] Para fazer uma nova equação:

$$D_R = 1 + S_R M_f : \text{Equação 12}$$

[0152] Os gráficos nas Figs. 9 a 16 mostram o fator de Margules para as diferentes concentrações ativas com diversos pesos moleculares ativos. Os gráficos são duplicados com o primeiro grupo mostrando o fator de Margules versus a temperatura do ativo e o segundo conjunto versus a pressão do tanque de *flash*.

[0153] A Equação 12 foi verificada contra os dados empíricos para um número de diferentes condições e materiais em diferentes moles de etoxilação. Várias conclusões podem ser tiradas, considerando-se o desvio da teoria versus o teor de dioxano do produto. Há uma tendência para o negativo do erro para valores de abordagem que são semelhantes ao teor de água da pasta. Assim, para pasta com 25% de umidade, a separação parece estar abordando 75% do teórico ou um erro de -25% e 15% da pasta está abordando 85% de teórico ou um erro de -15%. Logi-

camente, em 0% de água na pasta, o nível de dioxano deve ser 0 e o erro seria de 0%. Esta variação para o ideal seria exclusiva para um design específico, em outras palavras, removedores de comprimentos diferentes ou princípios de design diferentes, como um neutralizador de vácuo, teriam eficiências diferentes.

[0154] A Equação 12 pode ser modificada para refletir o que é visto em testes empíricos:

$$D_R = (1 + e^{S_R M_f}): \text{Equação 16}$$

onde e é a eficiência do removedor. Um bom valor para ser usado no aparelho descrito neste documento é cerca de 75% para uma pasta 70% ativa.

Aplicação da Teoria e Aplicações Práticas

[0155] Consideramos a Equação 11 para ver o efeito quando secar.

$$D_R = 1 + S_R S_f e^{X_W^2 A_{DW}} 100\% / \%P \text{ Equação 11}$$

[0156] O termo % P é o peso percentual de água na pasta final. É evidente, conforme a quantidade de água se aproxima de zero, a razão de redução de dioxano se aproxima do infinito. Isto faz sentido uma vez que a pressão de vapor de dioxano é maior que a água, assim se toda a água for evaporada, então todo o dioxano também irá para a fase de vapor e será removido. Isto é consistente com os dados experimentais.

[0157] Se durante o início houver dificuldade em atingir os níveis de remoção de dioxano ou se há uma necessidade de aumentar a remoção, um curso da ação é secar o produto ligeiramente. Uma vez que a razão de vapor é a razão de vapor para o produto na descarga do tubo, a secagem aumenta a quantidade de vapor, diminui a quantidade do produto e aumenta a razão de vapor, S_R . Com base na Equação 11, um baixo teor de água da pasta, $100\%/\%v$, atinge uma melhor redução. Além disso, parece que nos aproximamos do equilíbrio no mundo real conforme o nível de umidade no produto cai, e aumenta, Equação 16.

[0158] Há outra razão para secar o produto durante a remoção. Foi ob-

servado que o sistema se aproxima mais do equilíbrio durante a secagem. Sem querer estar vinculado por nenhuma teoria em específica, acredita-se que há melhor contato com a pasta por toda a película conforme a água evapora na película.

[0159] Conforme descrito neste documento, é desejável incluir um sistema de diluição para ajustar a concentração do produto final. Em princípio, é desejável neutralizar para sólidos mais altos (por exemplo, num intervalo de 68% em peso a 85% em peso), remover o dioxano e secar/concentrar a pasta, e então diluir a pasta, a fim de minimizar a quantidade de vapor para obter um nível específico de redução. A restrição em fazer isto é a viscosidade da pasta neutralizada e os problemas de manuseio consequentes.

[0160] Pode haver uma possível economia significativa de custos, usando-se sistema de remoção/secagem descritos neste documento em série ou fazendo campanha (passando o produto através da unidade várias vezes) através de um estágio único. Pode haver uma melhora bem menos dramática no consumo de vapor com três estágios em comparação com dois estágios, mas ainda há circunstâncias onde três ou mais estágios podem ser desejáveis, particularmente no modo de campanha. Ou seja, quando as reduções de dioxano em excesso do que é normal para um estágio são necessárias, como pode acontecer durante um descontrole do processo. Neste caso, a razão de redução de dioxano seria D_R^n , onde D_R é a razão de dioxano de um estágio e n é o número de estágios. Como um exemplo, assumindo que um estágio produz uma redução de 5:1, dois estágios produziram 25:1 e três estágios produziram 125:1.

Exemplos

[0161] A invenção é descrita ainda e ilustrada pelos seguintes exemplos que não se destinam a ser limitantes. As condições do equipamento, condições de processamento, condições da matéria-prima e condições do produto são fornecidas para os exemplos 1 a 17 na tabela que está dividida entre as Figs. 17a e 17b.

Nos Exemplos 1 e 2, o método usou um feixe de 3 tubos de 10 pés (3 metros), em que o diâmetro interno do tubo era de 0,4 polegada (1 cm) seguindo por uma extensão de 10 pés (3 metros) de tubulação com diâmetro interno de 2 polegadas (5 cm). No restante dos Exemplos, 3 a 17, o método usou um feixe de 3 tubos único de 10 pés (3 metros), em que o diâmetro interno do tubo era de 0,4 polegada (1 cm).

[0162] Os exemplos mostram que as taxas de redução de dioxano que excedem 100 foram alcançadas de acordo com o processo descrito neste documento. Os Exemplos também mostram que embora a injeção de vapor de remoção adicional seja particularmente vantajosa, o *flashing* do vapor a partir da água já presente na matéria-prima pode atingir uma taxa de redução de dioxano tão alta quanto cerca de 7 (ver o Exemplo 16). Os exemplos também mostram o efeito benéfico da secagem do produto em um grau relativamente alto. Por exemplo, comparando os Exemplos 1 e 2, o teor de água do produto de pasta concentrada foi de 10% para o Exemplo 1 e de 5% para o Exemplo 2. A taxa de redução de 1,4-dioxano foi de 46 para o Exemplo 1 e 103 (mais que o dobro) para o Exemplo 2, enquanto o vapor de injeção permaneceu constante, mas a temperatura de secagem foi aumentada.

[0163] A descrição anterior é fornecida para a clareza de compreensão apenas, e nenhuma limitação desnecessária deve ser entendida a partir da mesma, uma vez que modificações do escopo da invenção estarão evidentes para aqueles versados na técnica.

[0164] Por toda esta especificação e reivindicações que se seguem, a menos que o contexto requeira em contrário, a palavra "compreende" e variações, tais como "compreende" e "compreendendo" serão entendidas como sugerindo a inclusão de um número inteiro ou etapa ou grupo de números inteiros ou etapas relatados, mas não a exclusão de qualquer outro número inteiro ou etapa ou grupo de números inteiros ou etapas.

[0165] Por toda esta especificação, onde composições são descritas

como incluindo componentes ou materiais, contempla-se que as composições também possam consistir essencialmente, ou consistir, em qualquer combinação de componentes ou materiais relatados, a menos que descrito em contrário. De forma semelhante, onde os métodos são descritos como incluindo etapas específicas, contempla-se que os métodos também possam consistir essencialmente, ou consistir, em qualquer combinação das etapas relatadas, a menos que descrito em contrário. A invenção divulgada neste documento de forma ilustrativa pode ser adequadamente praticada na ausência de qualquer elemento ou etapa que não esteja especificamente divulgada neste documento.

[0166] A prática de um método divulgado neste documento, e das etapas individuais do mesmo, pode ser realizada manualmente e/ou com a ajuda de automação fornecida por equipamento eletrônico. Embora os processos tenham sido descritos com referência às modalidades específicas, um versado na técnica irá apreciar facilmente que outras formas de realizar as atividades associadas aos métodos podem ser usadas. Por exemplo, a ordem de várias das etapas pode ser alterada sem se desviar do escopo ou do espírito do método, a menos que descrito em contrário. Além disso, algumas das etapas individuais podem ser combinadas, omitidas ou ainda subdivididas em etapas adicionais.

[0167] Todas as patentes, publicações e referências citadas neste documento estão, por meio deste, completamente incorporadas por referência. Em caso de conflito entre a presente divulgação e as patentes, publicações e referências incorporadas, a presente divulgação deve sobrevaler.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para remover dioxano de uma pasta aquosa de sulfato de álcool graxo alcoxilado, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende:

bombear uma matéria-prima de pasta aquosa contendo dioxano para uma entrada de um evaporador;

fornecer calor à pasta no evaporador; e

reduzir a pressão de vapor no evaporador;

de modo a vaporizar dioxano e água a partir da pasta e, desse modo, concentrar a pasta, em que o aumento %, em peso, do sulfonato ativo após a concentração, com base no peso total da pasta, é de pelo menos 5%, em peso, e coletar o produto concentrado resultante.

2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende, ainda, diluir o produto concentrado com água.

3. Processo, de acordo com a reivindicação 2, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende diluir o produto concentrado para uma concentração de 65%, em peso, a 76%, em peso, do sulfato ativo.

4. Processo, de acordo com a reivindicação 2 ou 3, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende, ainda, ajustar o pH do produto diluído mediante a adição de um agente neutralizante.

5. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o evaporador compreende um evaporador de película delgada.

6. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o evaporador compreende um canal e compreende, ainda, pré-aquecer a matéria-prima de pasta contendo dioxano para uma temperatura em que a água sofreria flashing da pasta, e aplicar seletivamente pressão à pasta de modo a evitar a vaporização da água; bombear a pasta para uma entrada do canal sob uma pressão selecionada para evitar o flashing da água; introduzir a pasta no canal; fornecer calor

à pasta no canal e reduzir seletivamente a pressão ao longo do canal resultando no flashing de componentes de dioxano e água da pasta, em que o vapor liberado durante o flashing age como uma força motriz para mover a pasta crescentemente viscosa ao longo do canal; coletar o produto concentrado resultante e componentes de dioxano e água vaporizados em um vaso de separação disposto a jusante de uma saída do canal, em que o vaso de separação opera a uma pressão menor que uma pressão de operação da saída de cada canal; e expelir os componentes de dioxano e água vaporizados a partir do vaso de separação a partir de uma saída de vapor suspensa e descarregar a composição de pasta residual a partir do fundo do vaso de separação.

7. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a pasta da matéria-prima compreende um sulfato de álcool graxo etoxilado.

8. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a matéria-prima é pré-aquecida a uma temperatura em uma faixa de 85°C a 129°C (185°F a 265°F), por exemplo, 116°C (240°F).

9. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o evaporador é aquecido a uma temperatura em uma faixa de 93°C a 129°C (200°F a 265°F), por exemplo, 116°C (240°F).

10. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a pressão de vapor no evaporador ou vaso de coleta é menor que 100 kPa (1 bar absoluto).

11. Processo, de acordo com a reivindicação 10, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a pressão está em uma faixa de 6,66 kPa a 40 kPa (50 Torr a 300 Torr).

12. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 11, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o produto concentrado compreende de 76%, em peso, a 99%, em peso, de sulfato de álcool graxo etoxilado ativo.

13. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 12, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o produto concentrado tem um teor de água de 25%, em peso, ou menor, ou 15%, em peso, ou menor, ou 5%, em peso, ou menor, ou 2%, em peso, ou menor.

14. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 13, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o aumento %, em peso, do sulfonato ativo após a concentração, com base no peso total da pasta, é de pelo menos 10%, em peso.

15. Processo, de acordo com a reivindicação 13, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o produto concentrado compreende 3 moles de sulfato de álcool graxo etoxilado e o produto concentrado compreender 76%, em peso, a 88%, em peso, do ativo.

16. Processo, de acordo com a reivindicação 13, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o produto concentrado compreende 7 moles de sulfato de álcool graxo etoxilado e o produto concentrado compreender 76%, em peso, a 95%, em peso, do ativo.

17. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 16, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a razão da concentração de dioxano em uma base 100% ativa na pasta de matéria-prima, em comparação à pasta do produto, é de pelo menos 7:1.

18. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 17, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o teor de dioxano do produto concentrado é menor que 20 ppm em uma base de matéria 100% ativa.

19. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 18, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o dioxano é 1,4-dioxano.

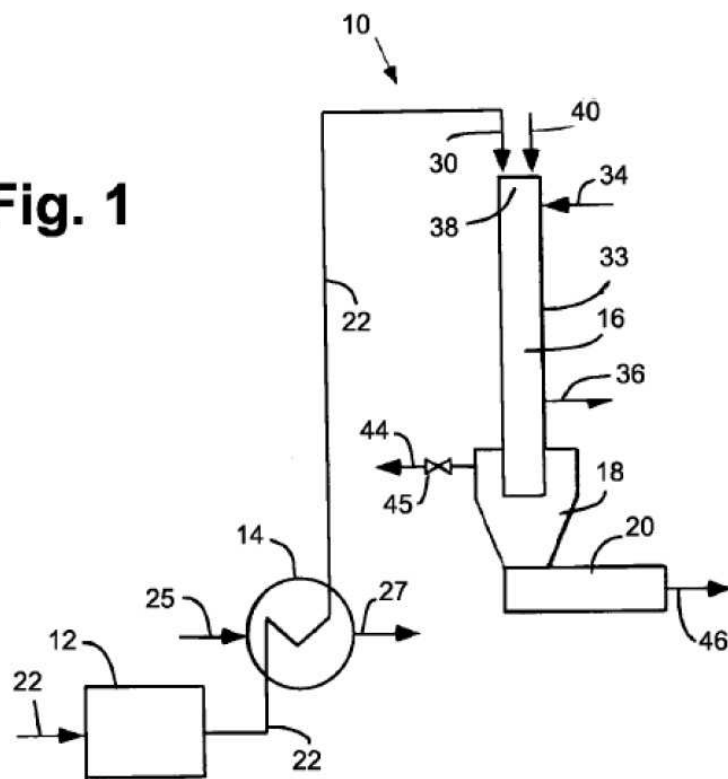
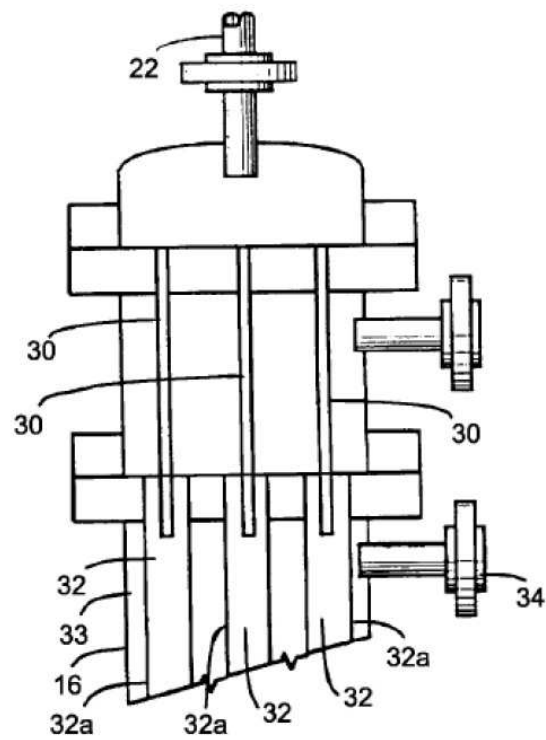
20. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 19, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende, ainda, injetar um vapor no evaporador.

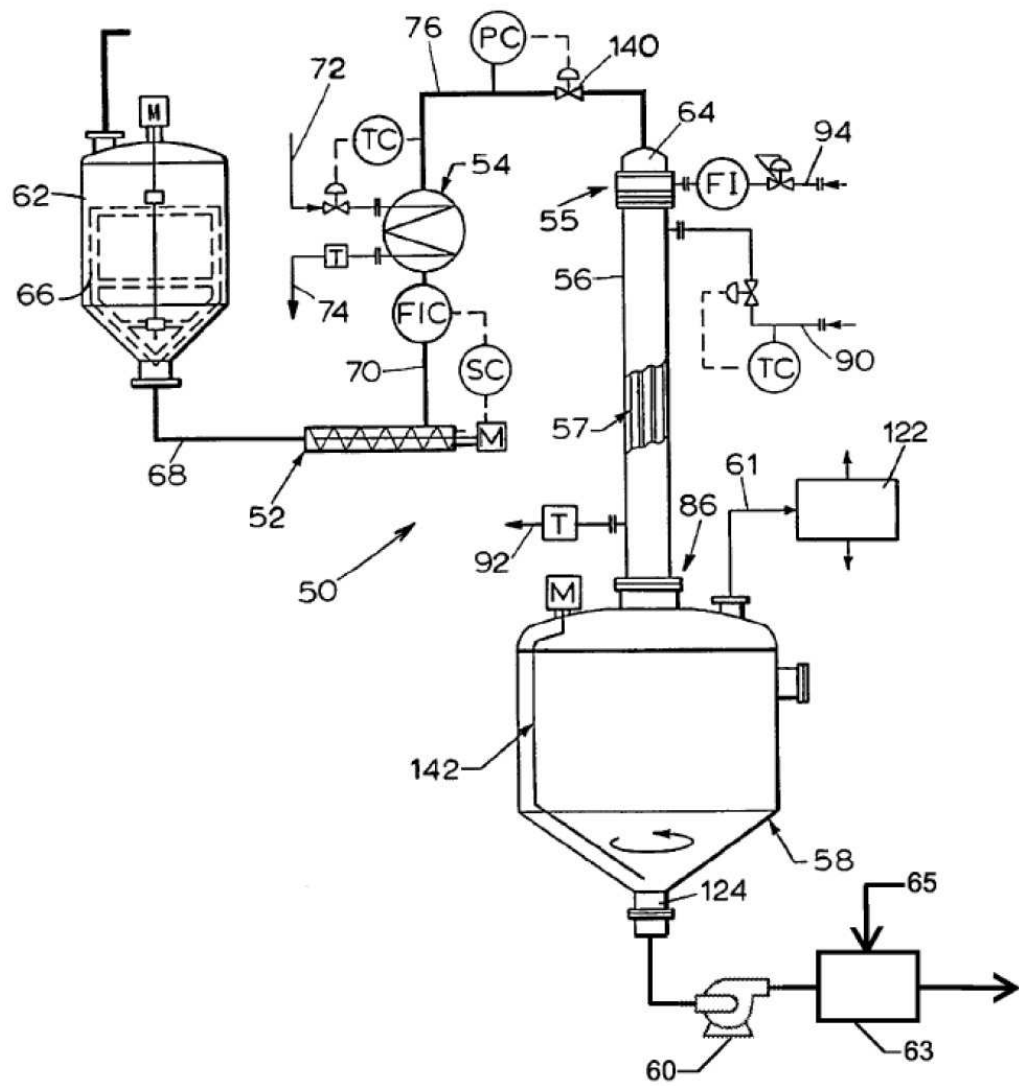
21. Processo, de acordo com a reivindicação 20, **CARACTERIZADO** pelo fato de que o vapor é vapor d'água.

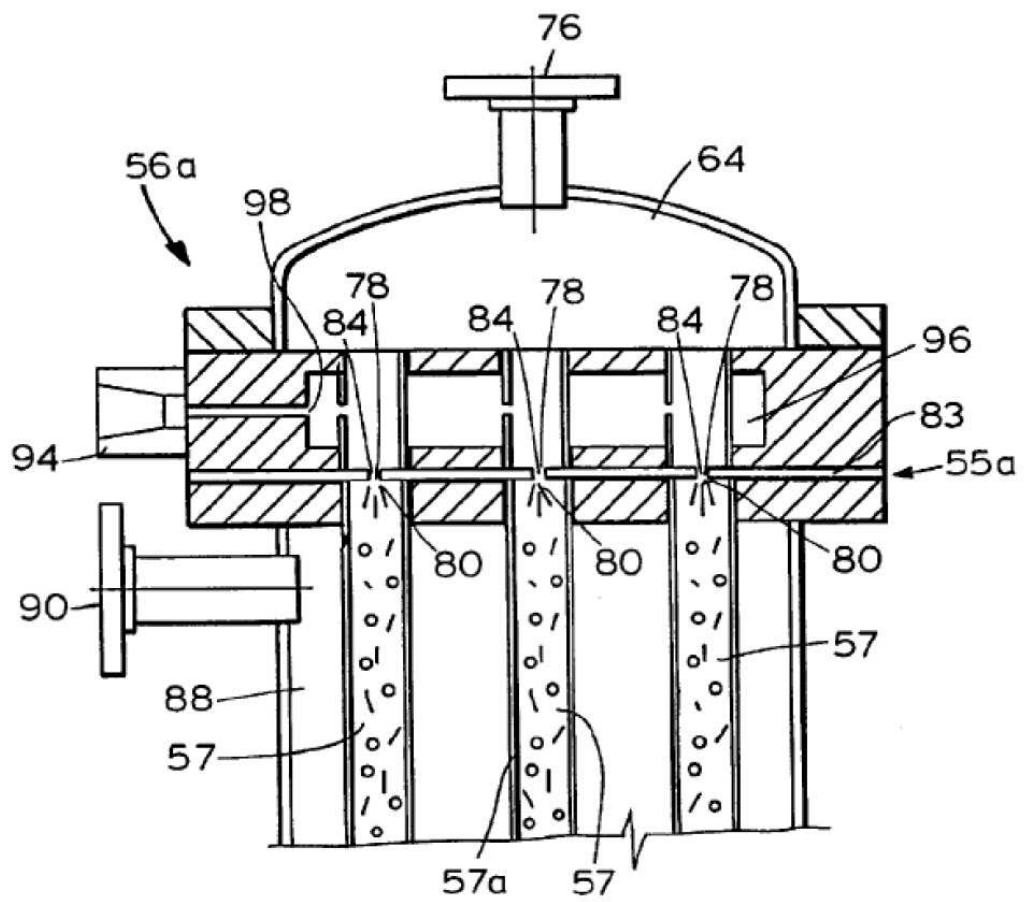
22. Processo, de acordo com a reivindicação 21, **CARACTERIZADO** pelo fato de que a pasta de matéria-prima é uma pasta de sulfato de álcool graxo etoxilado e a razão mássica do vapor d'água injetado para sulfato de álcool graxo etoxilado ativo está em uma faixa de 0,1 a 1.

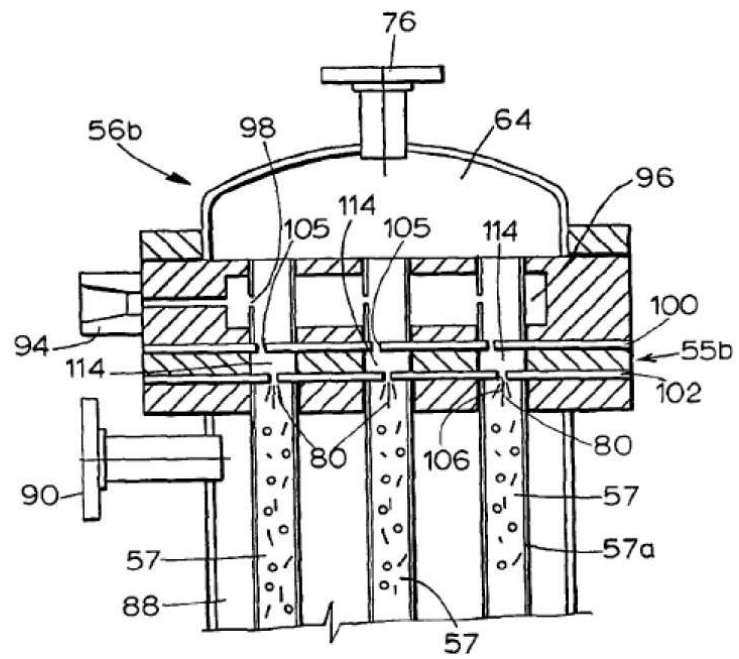
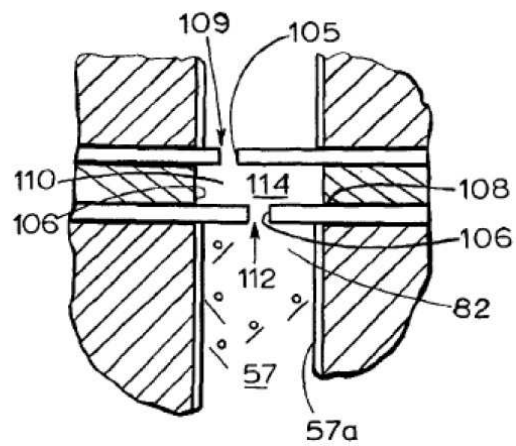
23. Sistema para remover dioxano de uma pasta aquosa, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende: um canal do evaporador aquecido tendo uma entrada e uma saída, uma bomba de alimentação de líquido em comunicação fluídica com a entrada do canal do evaporador, um vaso de separação, um diluidor, e uma bomba a vácuo, sendo que o vaso de separação tem uma entrada em comunicação fluídica com a saída do canal do evaporador e uma saída em comunicação fluídica com o diluidor, e a bomba a vácuo em comunicação fluídica com o vaso de separação.

24. Sistema para remover dioxano de uma pasta aquosa, **CARACTERIZADO** pelo fato de que compreende: um evaporador de película delgada tendo uma entrada de alimentação, uma saída de produto concentrado, e pelo menos uma saída de vapor, uma bomba de alimentação de líquido em comunicação fluídica com a entrada do evaporador de película delgada, um diluidor em comunicação fluídica com a saída de produto concentrado, e uma bomba de vácuo em comunicação fluídica com a saída do vapor do evaporador de película delgada.

Fig. 1**Fig. 2**

**Fig. 3**

**Fig. 4**

**Fig. 5****Fig. 5A**

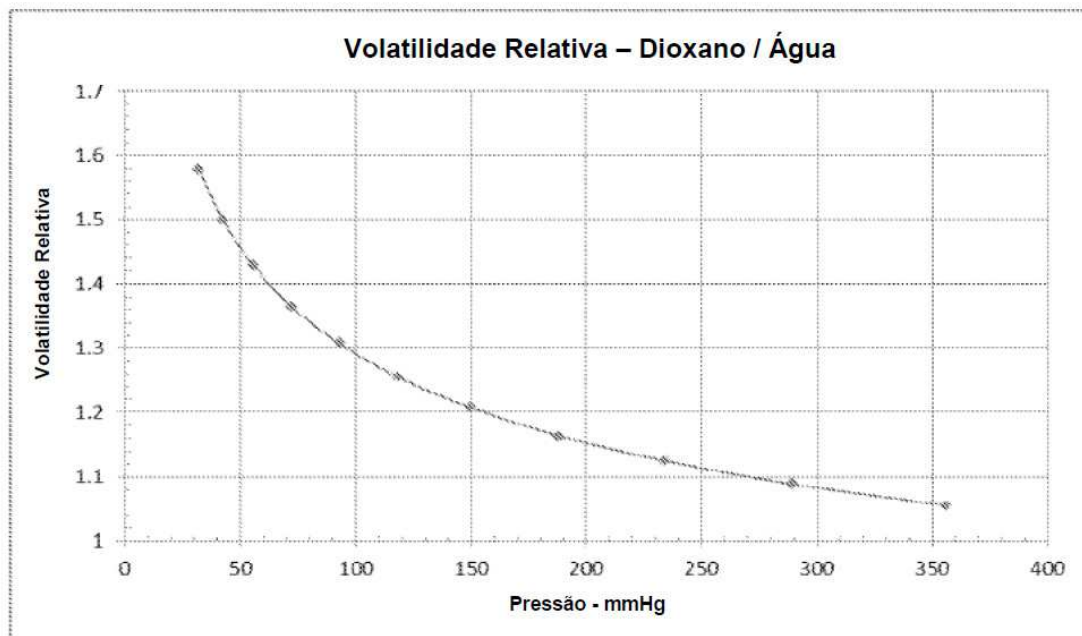


Fig. 6

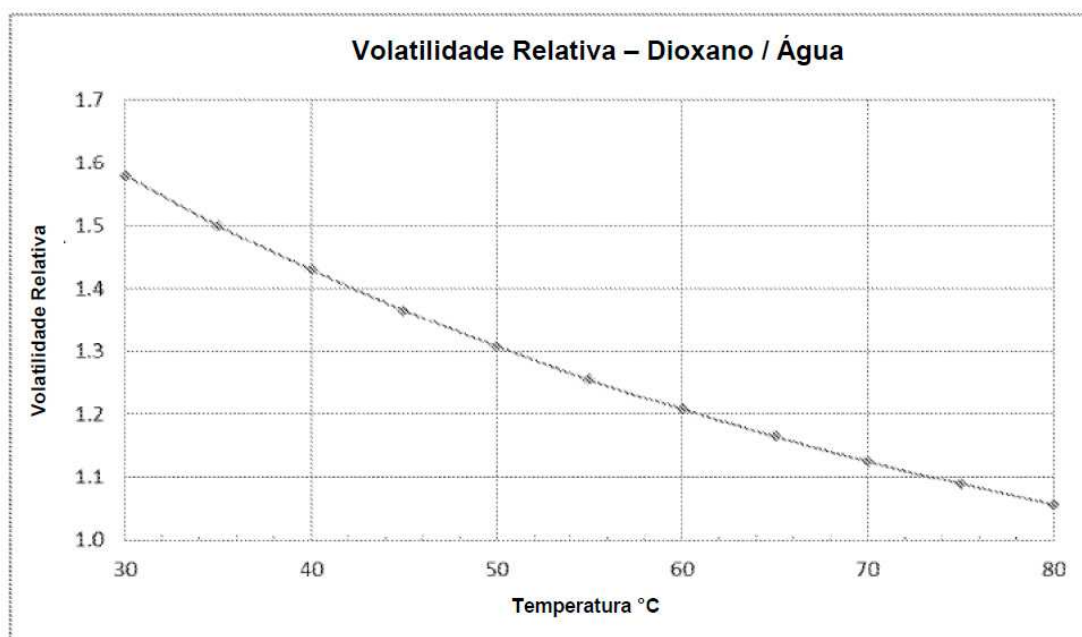


Fig. 7

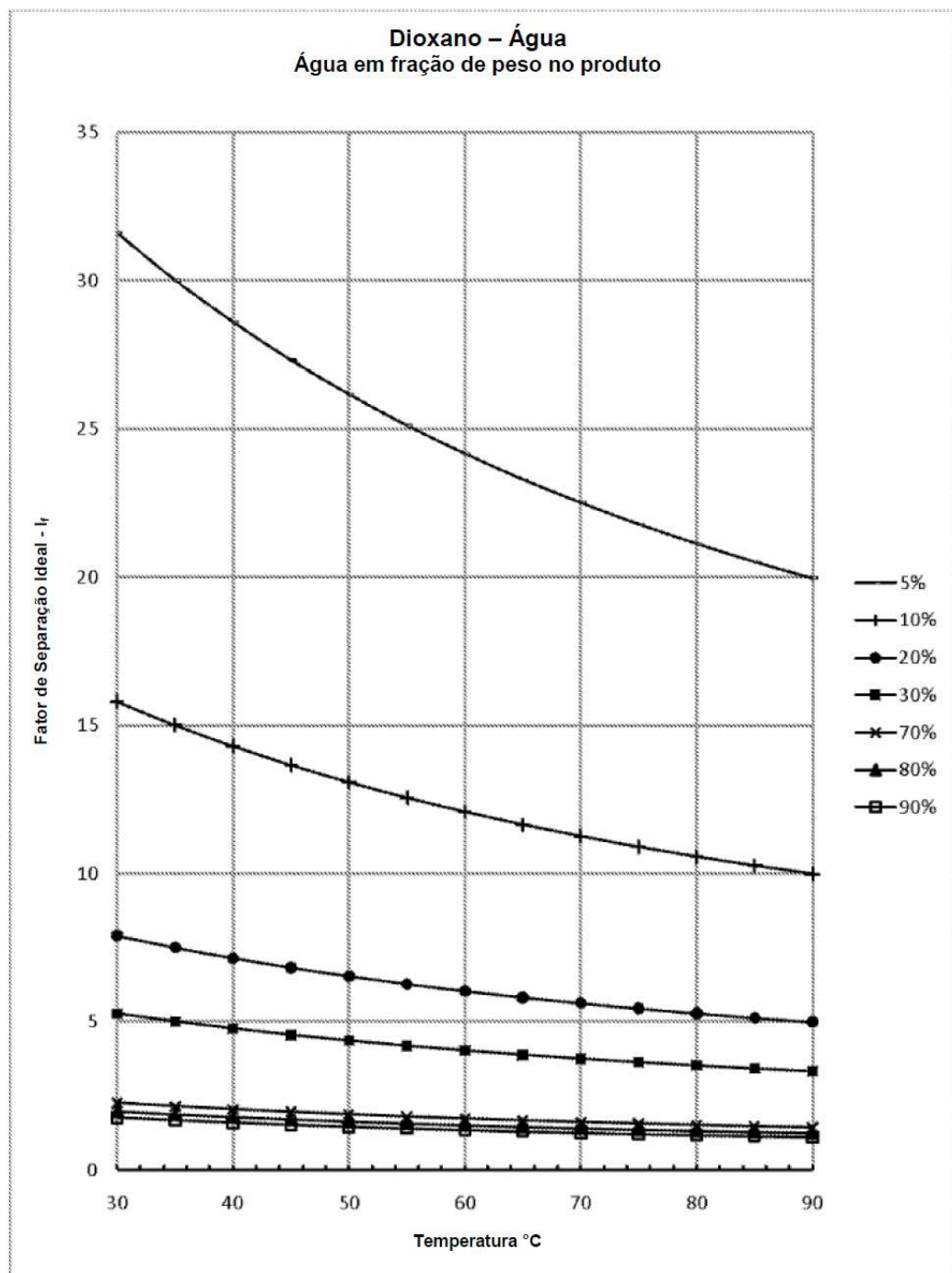


Fig. 8

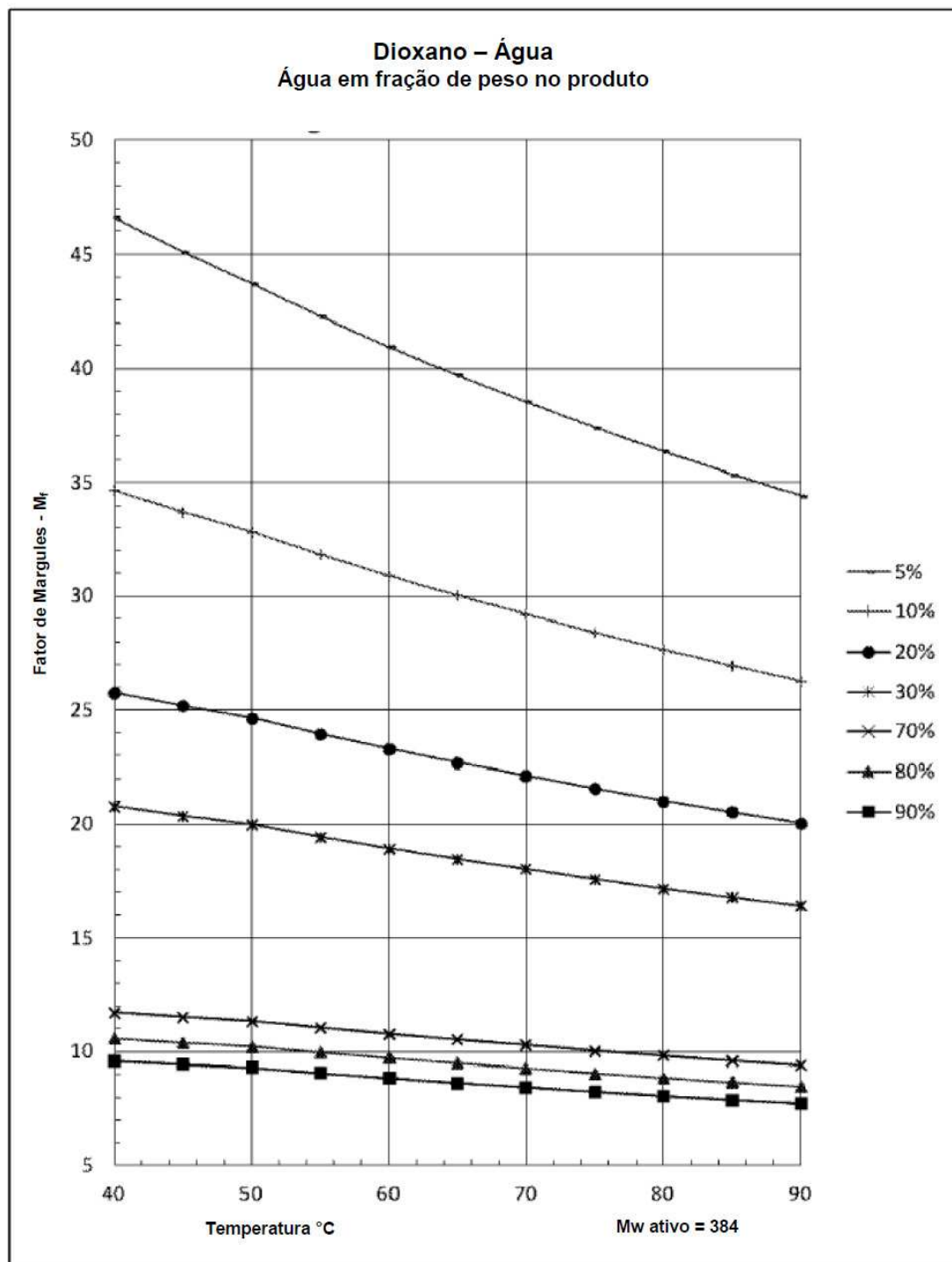


Fig. 9

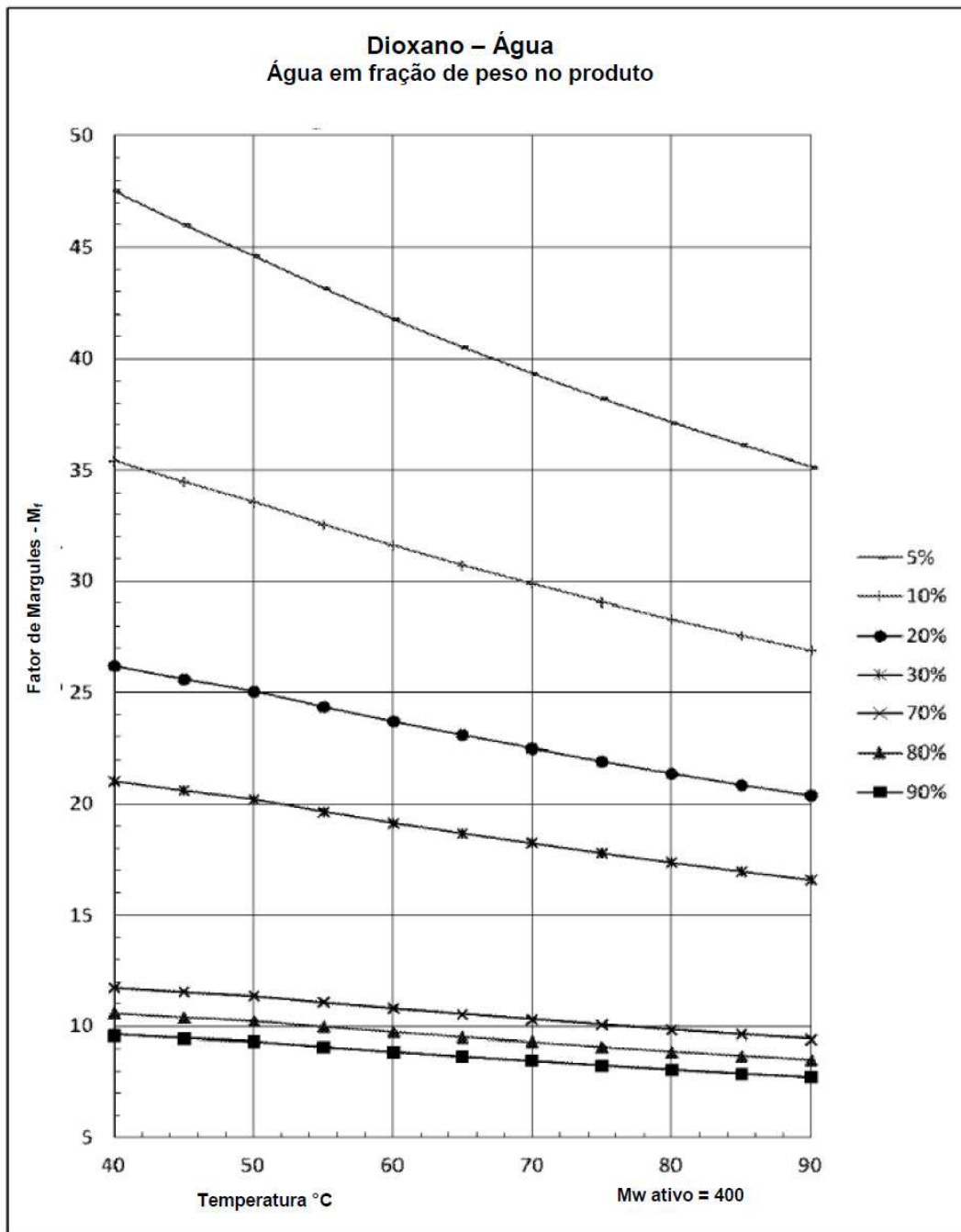


Fig. 10

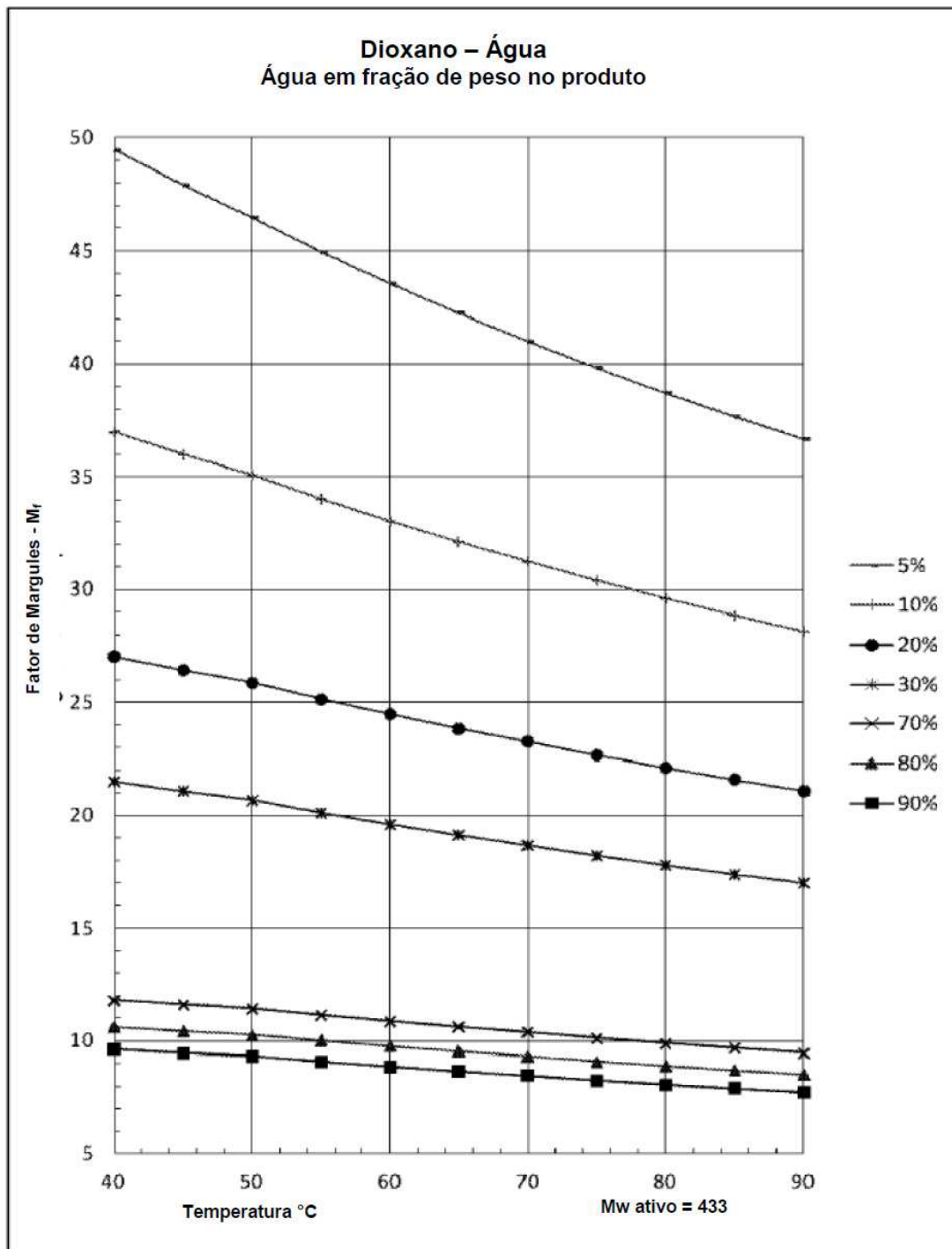


Fig. 11

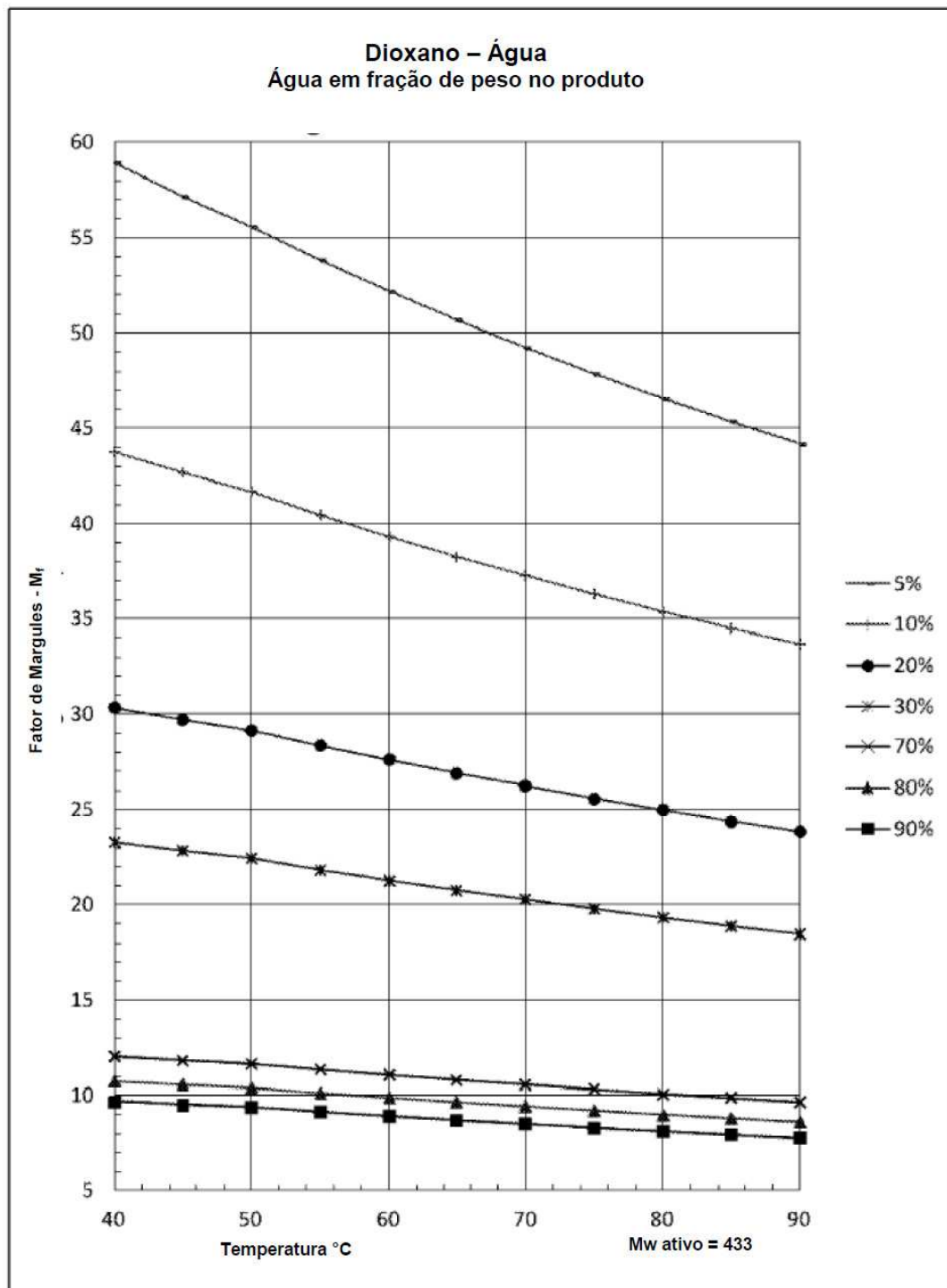


Fig. 12

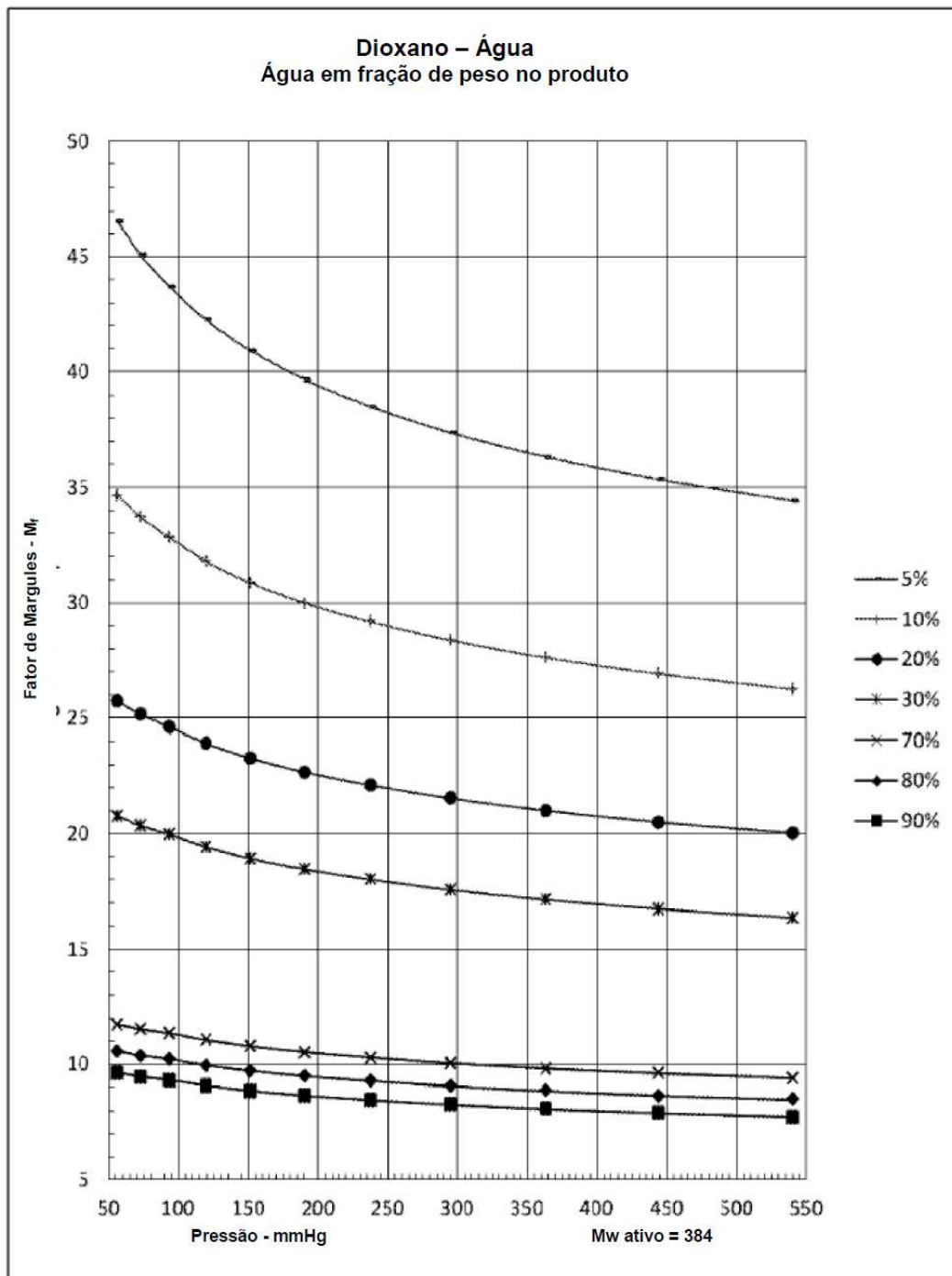


Fig. 13

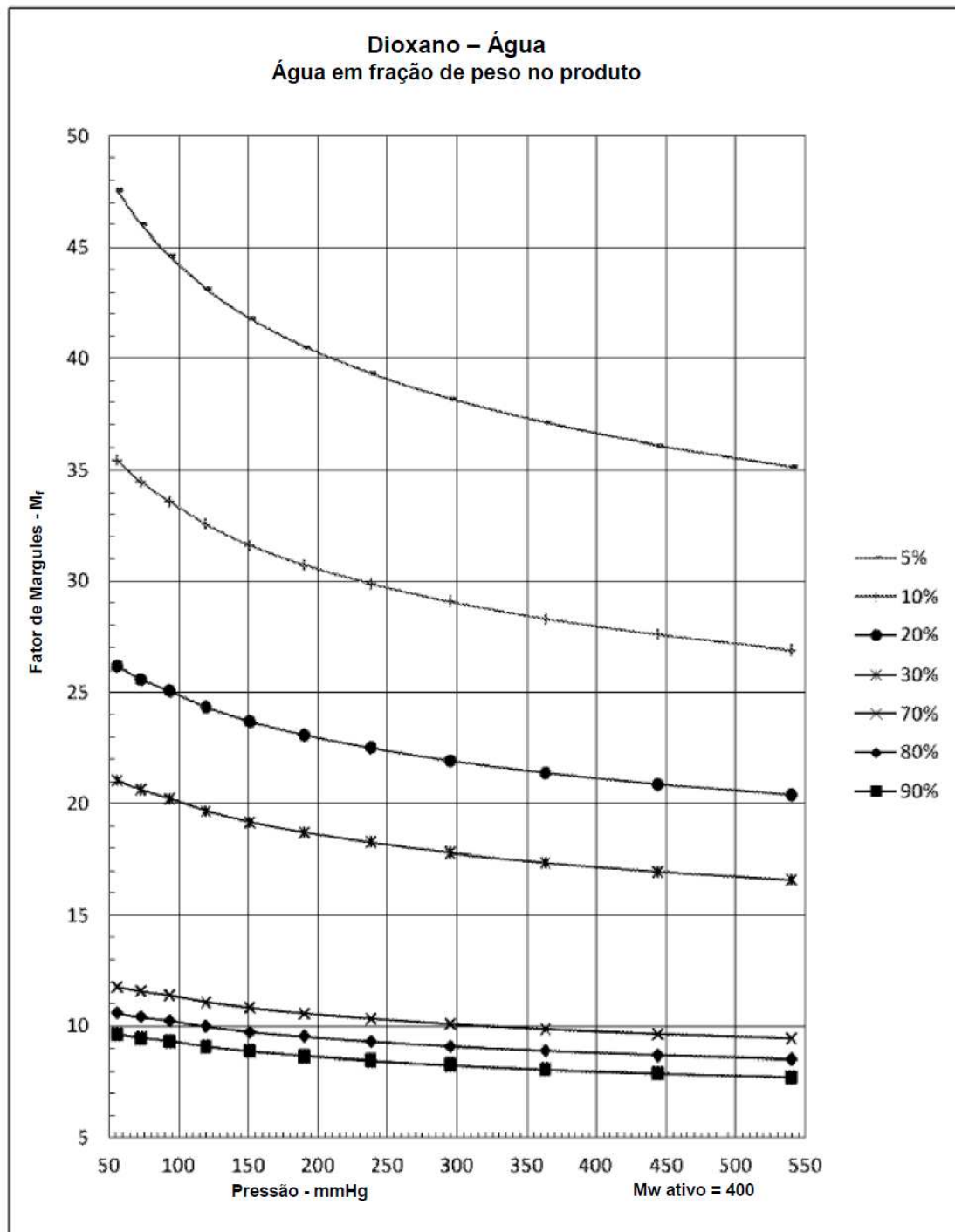


Fig. 14

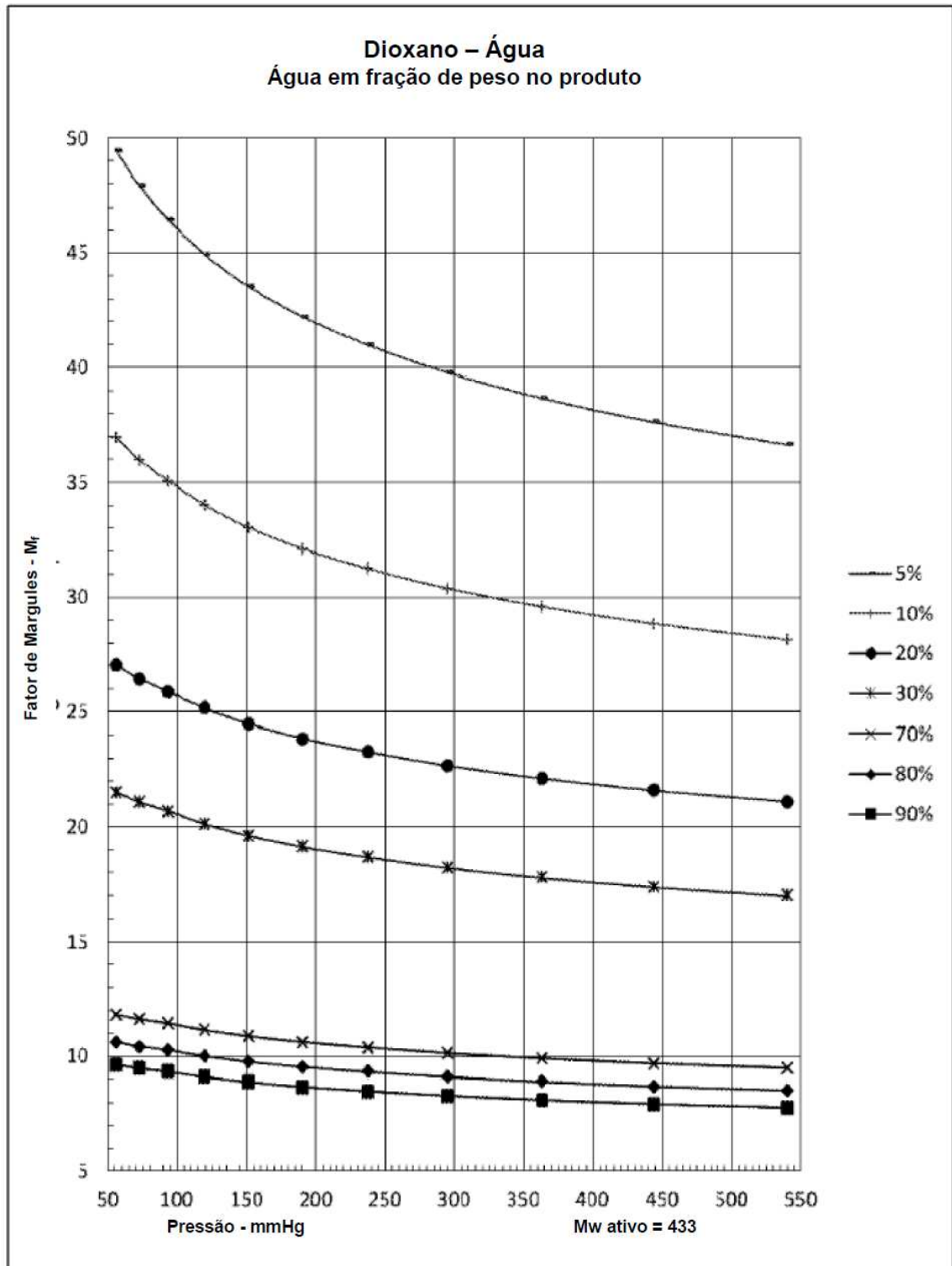


Fig. 15

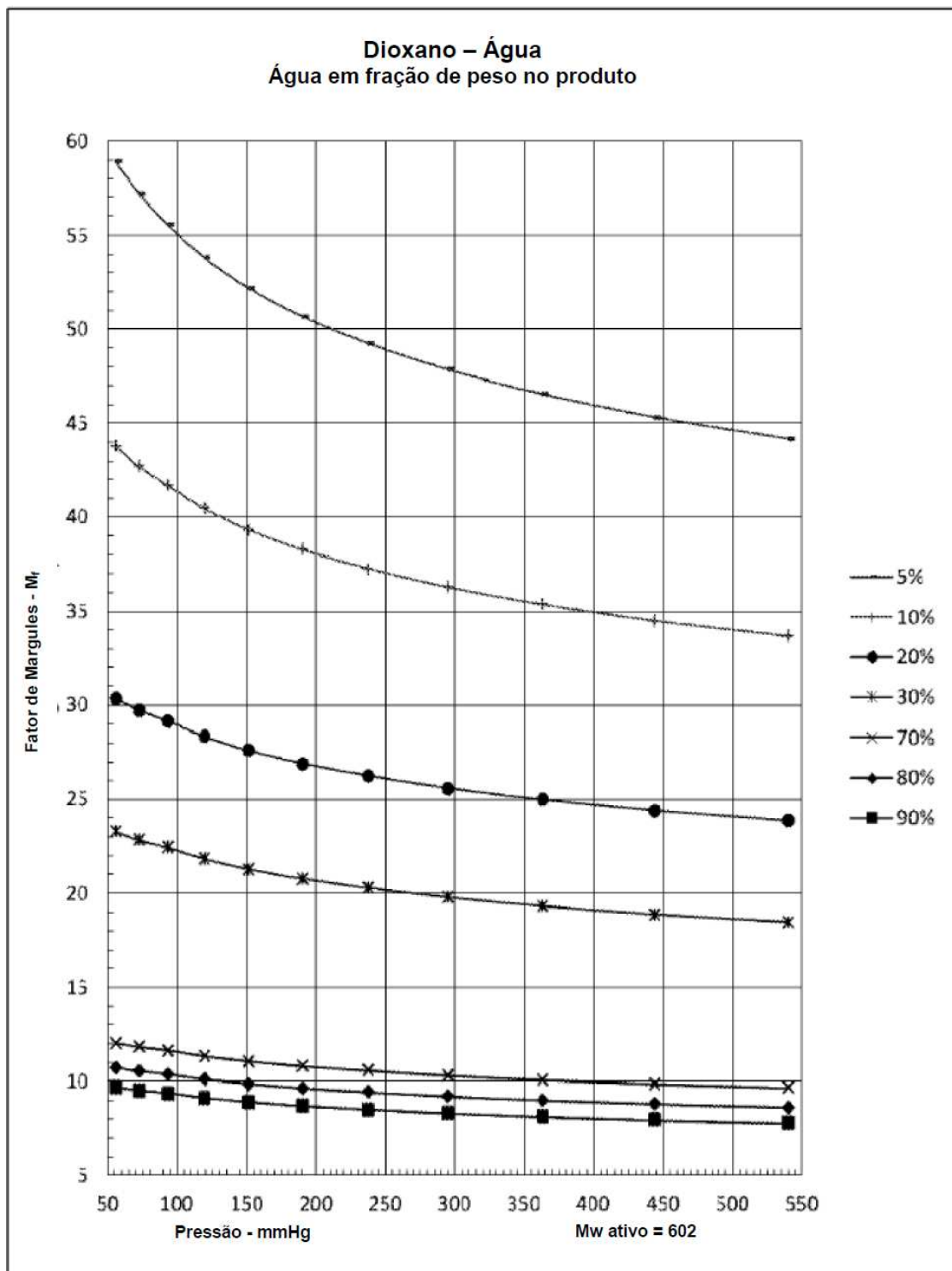


Fig. 16

Ex. #	Comprimento do Tubo pés	AES tipo de cátion / moles EO	Alimentação o As é lb/hr	Alimentação o base 100% ativa lb/hr	Vapor de Injeção lb/hr	Alimentação pelo pré-aquecedor °F	Alimentação pelo pré-aquecedor		jaqueta °F	Vapor do taque de evaporação rápida		Alimentação o ativa %	Produto ativo %	Delta ativo %
1	10+10	Na/3	90	62	42	240	Stm	jaq	242	°F	Torr	69.3	87.1	17.9
2	10+10		90	62	42	262		jaq	263	153	149			
3	10		150	109	75	201	TW	TW	207	156	150	72.8	79.0	6.2
4	10		150	109	75	217			223	154	150			
5	10		150	109	75	183			192	150	148			
6	10	Na/3	100	72	44	206	TW	TW	206	153	149	72.4	80.5	8.0
7	10		100	72	44	221			221	153	150			
8	10		100	72	44	188			189	148	149			
9	10		150	109	75	220			224	165	148			
10	10		150	109	75	204			205	159	151			
11	10	Na/2.5	150	109	75	187	Stm	Stm	190	155	150	79.2	91.1	12.0
12	10		150	119	30	217			241	158	150			
13	10		150	111	30	214			232	165	148			
14	10		150	106	15	240			241	170	150			
15	10		150	106	30	242			241	167	151	70.8	84.7	14.0
16	10	Na/3	150	106	0	242	Stm	Stm	241	154	150			
17	10		150	106	30	241			240	160	150			

Stm = vapor, TW = água temperada, EO = moles de óxido de etileno polimerizados em um mol de álcool graxo

Fig. 17a

Ex. #	Água de alimentação %	Água do produto %	1,4-dioxano de alimentação base 100% ativa ppm	1,4-dioxano do produto base 100% ativa ppm	1,4-dioxano dentro / fora base 100% ativa razão entre ppm e ppm	Vapor de injeção para alimentar a base 100% ativa Razão de massa	Água evaporada da alimentação de base 100% ativa Razão de massa	Vapor de água total para alimentar a base 100% ativa Razão de massa
1	28.7	10.2	82.2	1.8	45.7	0.67	0.26	0.93
2		5.3		0.8	102.8	0.67	0.32	1.00
3	25.5	19.0	67.0	5.0	13.4	0.69	0.09	0.77
4		17.1		3.5	19.1	0.69	0.12	0.81
5		21.7		4.9	13.7	0.69	0.05	0.74
6	26.0	17.8	37.0	5.8	6.4	0.61	0.11	0.72
7		15.0		3.3	11.2	0.61	0.15	0.76
8		21.0		5.6	6.6	0.61	0.07	0.68
9		17.1		2.5	14.8	0.69	0.12	0.81
10		20.0		3.2	11.6	0.69	0.08	0.77
11		22.2		4.6	8.0	0.69	0.05	0.74
12	19.4	7.1	44.5	0.9	49.4	0.25	0.15	0.40
13	23.7	10.1	21.6	1.3	19.8	0.27	0.19	0.46
14	26.2	11.7	83.6	6.6	12.7	0.14	0.20	0.34
15		11.0		3.3	25.3	0.28	0.20	0.49
16		13.2		11.6	7.2	0.00	0.15	0.15
17		10.4		3.1	27.0	0.28	0.20	0.48

Stm = vapor, TW = água temperada, EO = moles de óxido de etileno polimerizado em um mol de álcool graxo

Fig. 17b

