



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) PI 1005664-5 A2



* B R P I 1 0 0 5 6 6 4 A 2 *

(22) Data de Depósito: 07/12/2010
(43) Data da Publicação: 09/04/2013
(RPI 2205)

(51) Int.Cl.:
B01J 8/00
B01J 8/06
G01G 19/387

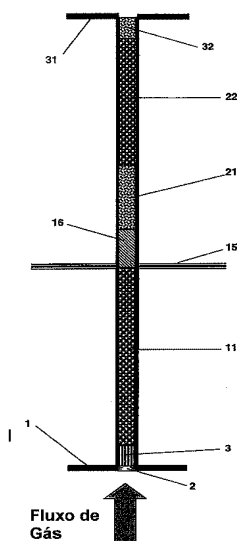
(54) Título: MÉTODO PARA MISTURAR MATERIAIS SÓLIDOS A SEREM COLOCADOS NOS TUBOS DE UM REATOR DE CASCA E TUBO

(30) Prioridade Unionista: 09/12/2009 US 61/283833

(73) Titular(es): Rohm And Haas Company

(72) Inventor(es): Charles Lonzetta, Fernando Antonio Pessoa Cavalcanti, Michael Stanley De Courcy, Peter Klugherz

(57) Resumo: MÉTODO PARA MISTURAR MATERIAIS SÓLIDOS A SEREM COLOCADOS NOS TUBOS DE UM REATOR DE CASCA E TUBO. A presente invenção diz respeito a um método para misturar e carregar material sólido em vasos, tais como dentro dos tubos de reatores de casca e tubo, em uma maneira que maximize a homogeneidade e compatibilidade composicional de quantidades e configurações dos materiais sólidos misturados. Os materiais sólidos compreendem um ou mais materiais catalisadores sólidos, um ou mais materiais inertes sólidos, ou misturas dos mesmos.



“MÉTODO PARA MISTURAR MATERIAIS SÓLIDOS A SEREM COLOCADOS NOS TUBOS DE UM REATOR DE CASCA E TUBO”

Campo da invenção

A presente invenção diz respeito a um método para misturar e
5 carregar material sólido em vasos, tais como nos tubos de reatores de casca e
tubo, em uma maneira que maximiza homogeneidade e compatibilidade
composicional de quantidades e configurações dos materiais sólidos
misturados. Os materiais sólidos compreendem um ou mais materiais
catalisadores sólidos, um ou mais materiais inertes sólidos, ou misturas dos
10 mesmos.

Fundamentos da invenção

Os materiais catalisadores sólidos são usados em uma ampla
variedade de processo de fabricação química e são tipicamente carregados,
vertidos, arranjados, ou de outro modo colocados em vasos de processo para
15 formar um reator tendo uma ou mais zonas de reação. Nas zonas de reação,
reagentes são contatados com os materiais catalisadores, sob condições de
reação adequadas, para produzir produtos desejados. Inicialmente, um reator
novo é carregado com materiais catalisadores frescos, novos, materiais
sólidos inertes, e misturas dos mesmos, em uma maneira controlada
20 predeterminada, para organizar e formar as zonas de reação necessárias para
as reações e produtos desejados.

Depois de um período de operação, que varia dependendo dos
reagentes e condições de operação, a atividade catalítica dos materiais
catalisadores no reator diminui até o ponto que a operação do reator não é
25 mais economicamente eficiente ou praticável. Neste ponto, um ou mais dos
catalisadores “gastos” e outros materiais sólidos devem ser removidos do
reator, e “cargas” novas, frescas de catalisador e outros materiais sólidos deve
ser carregados, vertidos e arranjados no reator para reformar a uma ou mais
zonas de reação.

Por exemplo, trocadores de calor de casca e tubo são habitualmente usados como vasos de processo por conter zonas de reação para realizar certos processos de reação química. Tais reatores de casca e tubo, quando operados em uma escala comercial para realizar reações de oxidação, tipicamente têm um número muito grande de tubos ocos alongados (por exemplo, 3.000 a 30.000) que são no geral paralelos entre si e coletivamente circundados por uma casca. O diâmetro interno de cada tubo é no geral entre 0,75 e 2,0 polegadas, com um comprimento de cerca de 10 a 60 pés, ou mais. Cada um dos tubos está em comunicação fluídica com uma entrada e uma saída para a passagem de reagentes e outros fluidos de processo através dos tubos (isto é, através do “lado de tubo” do vaso reator). O fluido pode ser circulado através do lado da casca do vaso reator para aquecer ou esfriar os tubos e seus conteúdos durante a operação, como desejado. O reator de casca e tubo pode ser verticalmente orientado (isto é, com os tubos orientados verticalmente e os fluidos de reação fluindo para cima, ou para baixo, através do tubo), ou horizontalmente orientado (isto é, com os tubos horizontalmente orientados e os fluidos de reação fluindo horizontalmente através do lado de tubo), dependendo das reações desejadas, do processo global, e do ambiente no qual o reator está situado.

Várias configurações de processo de reação química são também conhecidas na técnica e podem compreender dois ou mais trocadores de calor de casca e tubo em série contendo catalisador, opcionalmente com pontos de adição de alimentação intermediários e/ou trocadores de calor intermediários. Os exemplos de tais sistemas de reator em série, ou “tandem” são descritos, por exemplo, na Patente US Nº 6.639.106 B1 e US 7.038.079. Alternativamente, as configurações de processo que compreendem reatores de casca de reator única (tipo SRS) podem ser utilizadas. Os reatores SRS são bem conhecidos na técnica e são descritos, por exemplo, na Patente US Nº 6.384.274 B1 e US 4.256.783. As configurações de processo que

compreendem reatores únicos em tandem com reatores tipo SIRS também podem ser utilizados sem desviar do espírito da presente invenção.

Quando usados para realizar reações catalíticas, cada um dos tubos de tais reatores de casca e tubo tipicamente contém um ou mais materiais catalisadores sólidos que são arranjados na mesma ordem, padrão ou composição, de tubo para tubo, coletivamente formando deste modo uma ou mais zonas de reação do reator. Um ou mais materiais catalisadores sólidos são tipicamente misturados entre si, com um ou mais materiais inertes sólidos, ou ambos, para se obter uma mistura mais homogênea dos materiais sólidos desejados, assim como para criar misturas de sólidos que variam na atividade catalítica. Além disso, misturas de um ou mais materiais inertes sólidos, sem qualquer um dos materiais catalisadores ativos, podem ser usadas para encher pelo menos uma porção dos tubos do reator para criar zonas inertes a montante, a jusante ou zonas de reação ativas intermediárias contendo um ou mais materiais catalisadores.

Como aqui debatido, os termos “zona” de reação e “estágio” de reação são no geral usados para significar regiões dentro de um vaso de reação onde as reações químicas ocorrem, enquanto “zonas inertes” são regiões em que nenhuma reação química é encorajada ou catalisada. Mais particularmente, o termo “estágio” de reação é usado para descrever uma região em que uma reação química desejada específica é realizada, catalisada ou de outro modo promovida. O termo “zona” de reação, por outro lado, é usado para descrever uma região dentro da qual as condições de reação variam devido a características físicas e operacionais tais como, mas não limitado a, atividade catalítica, temperatura de reação, tempo de residência, etc. Existem múltiplas técnicas para variar cada uma destas características que são no geral conhecidas pelas pessoas de habilidade comum e algumas das quais serão debatidas em mais detalhes a seguir. Também é bem conhecido na técnica que uma ou mais zonas inertes podem ser formadas para vários

propósitos incluindo, mas não limitados a, extinção, pré-aquecimento, esfriamento controlado, manipulação de taxas de reação, etc. Além disso, as zonas inertes podem ser posicionadas a montante, a jusante, ou zonas de reação intermediárias, e zonas inertes podem se situar adjacentes entre si, como desejado pelo técnico no campo.

De acordo com a terminologia precedente, um estágio de reação particular pode compreender uma ou mais zonas de reação. Por exemplo, um processo de reação que envolve apenas um mecanismo de reação química, tal como desidrogenação de etano para formar etileno, seria dito ocorrer em um único estágio de reação em que o material alimentado de etano é convertido diretamente ao produto de etileno. Esta reação é frequentemente realizada na presença de material de catalisador adequada, tal como catalisadores com base em cromo, ou com base em níquel-alumina. O estágio de reação único pode compreender uma única zona de reação, por exemplo, contendo um único material de catalisador (por exemplo, a mesma composição, forma, tamanho, diluição, etc.) e sendo operado sob as mesmas condições de reação (por exemplo, a mesma temperatura ou pressão, ou o mesmo grau de densidade de catalisador, etc.) por todo o seu volume inteiro. Em um tal caso, o estágio de reação e a zona de reação são coexistentes e os termos podem ser legitimamente usados como sinônimos. Alternativamente, o estágio de reação de um processo de desidrogenação de etano pode compreender mais do que uma zona de reação, em cada uma da qual o etano é desidrogenado, mas que difere de outros modos. Por exemplo, uma primeira zona de reação pode ser carregada com 100 % de catalisador com base em cromo, ao passo que uma segunda zona de reação pode conter 100 % de catalisador com base em níquel-alumina, ou ainda uma mistura de catalisador com base em cromo e catalisador com base em níquel-alumina.

Alternativamente, a segunda zona de reação pode conter o

mesmo catalisador com base em cromo como na primeira zona de reação e, ao invés, diferir por ser mantida em uma temperatura de reação diferente, ou alimentada por uma alimentação de reagente adicional. Assim, um processo de desidrogenação para a conversão de etano para etileno é tipicamente descrita como tendo um único estágio de reação que pode incluir uma ou mais zonas de reação, que podem diferir de vários modos, mas não em todos dos quais o mesmo mecanismo de reação química ocorre.

Como um outro exemplo, um processo de reação catalítico de dois estágios para a conversão de propileno para o ácido acrílico compreende um primeiro estágio de reação em que o propileno é convertido para acroleína e um segundo estágio de reação em que a acroleína do primeiro estágio é convertido ainda ao ácido acrílico. Tipicamente, cada estágio de reação contém material catalisador adequado para catalisar a reação desejada nesse ponto, tal como um catalisador com base em molibdênio-bismuto-ferro para a conversão de propileno para acroleína no primeiro estágio de reação, e um catalisador com base em molibdênio-vanádio para a conversão da acroleína do primeiro estágio ao ácido acrílico no segundo estágio de reação. Adicionalmente, como deve agora estar claro, cada um do primeiro e segundo estágios de reação podem compreender uma ou mais zonas de reação diferentes que diferem entre si, dentro de cada estágio, pelo tipo, composição ou concentração de material catalisador, temperatura de reação, etc. Além disso, um tipo de terminologia resumida pode ser usado em que a composição de catalisador presente no primeiro estágio de reação é aludido como catalisador “R1” e a composição de catalisador que é usada no segundo estágio de reação pode ser aludido, similarmente, como catalisador “R2”. Tal terminologia será usada a seguir.

Métodos e aparelhos para a remoção eficiente de catalisador gasto são conhecidos. Melhoras para os métodos e aparelho de remoção continuam a ser desenvolvidos para minimizar o dano aos tubos do vaso

reator e aos próprios materiais sólidos. Ver, por exemplo, os dispositivos e métodos descritos nas Patentes US N^{os} 4.568.029, 4.701.101, 5.222.533, 5.228.484, 6.182.716 e 6.723.171. Um método e aparelho recentemente desenvolvidos para expelir e remover catalisador sólido e outros materiais dos

5 tubos de reatores de casca e tubo são descritos na Publicação do Pedido de Patente Europeu N^o EP1967260 e envolve o uso de um ou mais arpões ocos rotacionalmente montados sobre um transportador movível. O transportador é movido verticalmente, enquanto que os arpões são axialmente rotacionados. O movimento vertical a jusante do transportador insere as extremidades

10 distais das lanças dentro das aberturas dos tubos correspondentes de um reator de vaso de casca e tubo verticalmente orientado. Cada arpão oco tem um uma extremidade distal de ponta dura formada para impactar e desalojar os materiais sólidos durante a rotação do arpão conforme o mesmo é inserido mais no tubo. Uma fonte de vácuo é conectada a cada arpão oco para a

15 remoção dos materiais sólidos desalojados.

Similarmente, vários métodos e aparelhos para carregar materiais catalisadores sólidos e materiais inertes dentro dos reatores de casca e tubo são conhecidos, todos dos quais tendem a envolver e tratar das mesmas etapas e resultados gerais. Por exemplo, uma etapa preliminar importante é a

20 preparação de misturas razoavelmente homogêneas de uma ou mais composições de catalisador sólidas, com ou sem materiais inertes, que são adequados na quantidade e qualidade para formar zonas de reação no vaso reator de casca e tubo. Quanto mais homogênea as misturas sólidas forem, mais compatíveis as zonas de reação formada a partir destas misturas serão

25 em cada tubo do reator. Quanto mais compatíveis as zonas de reação formadas em cada tubo, mais uniforme as condições de reação serão em toda parte de cada zona de reação do reator, garantindo deste modo processos de reação eficientes e prognosticáveis para fabricar produtos de qualidade uniforme. É mencionado que a homogeneidade perfeita ou estatística não

precisa ser obtida. Contanto que a variabilidade de tubo para tubo seja minimizada a um grau razoável, a eficiência global das zonas de reação do reator será obtida e a operação econômica do reator será possível. Naturalmente, quanto mais próximo de perfeitamente homogêneo os materiais sólidos por toda uma zona de reação, de tubo para tubo, mais eficientes e prognosticáveis serão as reações que ocorrem na zona de reação.

Dependendo da reação ou reações particulares, matérias primas, aparelho de processo, produtos desejados e condições de operação, entre outros fatores, um ou mais catalisadores são selecionados tendo propriedades particulares incluindo, mas não limitadas a, composição, tamanho, cor, forma, pureza, atividade catalítica, área de superfície, tolerância à temperatura e integridade mecânica. Materiais catalisadores sólidos podem ser obtidos a partir de processos de fabricação de lote individuais múltiplos e, portanto, enquanto eles têm substancialmente as mesmas propriedades, uma ou mais destas propriedades podem variar dentro de faixas aceitáveis de lote para lote. Assim, é frequentemente vantajoso misturar materiais catalisadores sólidos entre si, e ainda com outros sólidos não catalíticos como já mencionado, para produzir uma mistura mais homogênea de materiais sólidos tendo a combinação desejada de propriedades e tendo cada propriedade até o grau desejado. É mais vantajoso quando tais operações de mistura produzem tais misturas de materiais sólidos eficiente e compativelmente.

Vários dispositivos foram desenvolvidos para realizar mistura razoavelmente homogênea de materiais sólidos. A Patente US Nº 4.285.602 descreve um sistema de mistura de fluxo por gravidade para materiais granulares, tais como resinas termoplásticas granulares (por exemplo, pelotas de polietileno). O sistema mostrado na Patente US Nº 4.285.602 também inclui um coletor de pó e um membro de orifício de saída para remover o pó do sistema. As Patentes US Nºs 4.907.892 e 4.978.227 fornecem divulgações de aparelhos e métodos para misturar material particulado sólido, tal como

grânulos sólidos, usando fluido gasoso pressurizado para arrastar o material e medir a quantidade de material, pela altura ou peso, de modo a ser capaz de equalizar a alimentação fresca e taxas de retirada do vaso principal. A Patente US N° 4.569.597 descreve um aparelho para de modo eficiente e uniforme misturar sólidos, tais como pós ou outros materiais granulares. Este aparelho tem defletores interiores e é girado em torno de um eixo. A Patente US N° 4.553.849 fornece um método e aparelho para misturar materiais particulados sólidos, tais como grânulos de polímero, usando uma pluralidade de condutos e defletores opcionais.

A mistura de outros materiais sólidos, tais como produtos alimentícios, pós de detergente, produtos farmacêuticos e partes metálicas, foi obtida particularmente bem usando métodos e aparelho de pesagem combinatórios. Entretanto, é mencionado que obter a homogeneidade de componente não foi o foco de tais tecnologias e, portanto, não seria esperado de tais tecnologias. No geral, os métodos de pesagem combinatórios envolvem selecionar uma combinação de artigos cujo peso total ou número estão próximos de um valor desejado, e são frequentemente realizados usando algoritmos de computador junto com sensores e programação de malha de retroalimentação. Ver, por exemplo, as Patentes US N°s 4.661.917, 4.858.708, 5.050.064, 5.962.816, assim como dispositivos e processos comercialmente disponíveis da Ishida Scales Manufacturing of Kyoto, Japão e Triangle Package Machinery Company of Chicago, Ilinoís. Tais métodos e aparelho de pesagem combinatórios frequentemente têm meios de vibração para mover os materiais sólidos ao longo do aparelho. As misturas produzidas pelos métodos de pesagem combinatórios são conhecidos por sua compatibilidade de composição com respeito a cada tipo de componente, mas não necessariamente quanto à homogeneidade por toda uma mistura. Por exemplo, onde cada “mistura” de flocos de cereal e passas pode ser razoavelmente esperado conter a mesma porcentagem de cada componente,

de lote para lote, não é necessariamente garantido que os flocos de cereal e passas serão homogeneamente misturados entre si em cada lote de mistura.

A medição precisa e compatível das quantidades das várias misturas de materiais sólidos antes de começar as operações de carregamento facilita o carregamento compatível e sequencial dos materiais sólidos dentro dos tubos de um reator para se obter arranjo uniforme de materiais sólidos nos tubos. Algumas vezes as misturas de materiais sólidos são carregados em vasos de contenção temporários ou recipientes, tais como caixas ou sacos. Isto simplifica e acelera a última etapa de carregar os materiais dentro dos tubos do reator em uma ordem predeterminada e sequencial compatível usando aparelho adaptado para tais propósitos. Na prática, muitos dos aparelhos e métodos anteriormente mencionados para misturar materiais sólidos, incluindo grânulos sólidos, pós e itens alimentícios, são ligados com aparelhos e métodos conhecidos para produzir lotes múltiplos, ou “cargas,” de misturas separadamente embaladas, ou ensacadas, homogêneas de materiais sólidos, cada um tendo a mesma quantidade, para o uso no enchimento dos tubos do reator de acordo com a programação predeterminada.

As misturas homogêneas de materiais sólidos são carregados, vertidos, arranjados, ou de outro modo colocados nos tubos para formar uma ou mais zonas de reação de um vaso de processo. Como já descrito acima, as zonas de reação diferem entre si em uma ou mais características incluindo, mas não limitado à atividade catalítica, temperatura de reação, tempo de residência, etc.

Cada mistura de materiais sólidos deve ser situada similarmente em cada um dos tubos, isto é, as misturas devem ser razoavelmente homogêneas comparadas entre si e ocupar uma região do mesmo volume e posição em cada tubo, em relação aos outros tubos. Claramente, onde misturas de materiais catalisadores sólidos e/ou materiais inertes são usadas para formar as zonas de reação, é imperativo que as

misturas de materiais sólidos sejam tão uniformes e homogêneas quanto possível para garantir atividade catalítica e fluxo de fluido compatível e prognosticável do começo ao fim de cada zona de reação. Em outras palavras, a configuração apropriada de zona(s) de reação requer que as várias misturas de catalisador e/ou materiais inertes sejam fornecidas, e depositadas, em cada um dos tubos nas mesmas quantidades, compativelmente, em ordem predeterminada e sequencial, tendo densidade compatível e razões de recheio, em relação aos outros tubos. Além disso, é crítico que cada tubo, ou outro compartimento contendo zonas de reação, é carregado com materiais sólidos substancialmente na mesma quantidade e arranjo para garantir a formação de zonas de reação e zonas inertes, de volume e forma conhecidos e, deste modo, atividade catalítica e fluxo de fluido compatíveis.

Como é entendido pelas pessoas de habilidade comum na técnica, de modo a se obter desempenho de reator ótimo, não necessário apenas ter misturas uniformes e homogêneas de materiais sólidos, mas também é necessário manter o mesmo arranjo de tubo para tubo colocando-se compatível e uniformemente estas misturas dentro de cada tubo do reator na mesma ordem e altura, de tubo para tubo, para minimizar a variabilidade de tubo para tubo. Uma variável chave que impacta a variabilidade de tubo para tubo é a taxa de carregamento de catalisador que pode ser medido e controlado. Muito esforço e pesquisa têm sido gastos desenvolvendo modos para controlar a taxa de carregamento de catalisador.

Embora, naturalmente, seja possível carregar materiais sólidos, tais como catalisadores e inertes, dentro dos tubos do reator à mão, tal como, por exemplo, vertendo-se o catalisador através de um funil, é preferido utilizar um aparelho de carregamento mecanizado, habitualmente aludido na técnica como um “carregador de catalisador.” Os carregadores de catalisador minimizam a variabilidade de tubo para tubo, e frequentemente também fornecerá um aumento substancial na taxa de carregamento em relação aos

métodos de carregamento manual que encurta o tempo necessário para carregar e rechear todos os tubos em um reator. Os exemplos de carregadores de catalisador adequados incluem o carregador de tubo único descrito na Patente U.S. Nº 5.626.455, que tem um único membro tubular para a liberação de catalisador sólido, e o carregador de tubo múltiplo divulgado na Patente U.S. Nº 4.701.101, que tem membros tubulares múltiplos para a liberação de catalisador sólido aos tubos múltiplos correspondentemente alinhados de um vaso reator. Os carregadores de catalisador de tubo múltiplo tendo compartimentos vibratórios, calhas de transporte, bandejas, etc., tais como aqueles descritos nas Patentes U.S. Nºs 4.402.643, 6.132.157 e 6.170.670, são especialmente úteis, não apenas por causa da sua capacidade para carregar simultaneamente tubos múltiplos, mas também porque a taxa de carregamento de catalisador podem ser ajustadas facilmente mudando-se a frequência de vibração do carregador.

Uma medida bem conhecida de taxa de carregamento de catalisador é a “taxa de queda,” ou “tempo de queda,” do catalisador. A taxa de queda é habitualmente medida em unidades de segundos/litro de catalisador carregado. Como é bem conhecido na técnica, a taxa de carregamento de catalisador ótima é uma que melhor equilibra as metas de competição de: (a) carregar tão rapidamente quanto possível para minimizar a paralisação do reator, e (b) carregar lentamente o bastante para garantir a distribuição uniforme do catalisador dentro dos tubos. Se sólidos particulados são carregados dentro de um tubo muito rapidamente, as partículas podem colidir e tornarem-se alojadas dentro do tubo (habitualmente conhecidos como “formação de ponte”) em uma localização acima do seu ponto de acúmulo pretendido.

A formação de ponte de sólidos particulados nos tubos de reator é tipicamente acompanhado por um vazio correspondente abaixo da “ponte” e resulta em menos catalisador sendo carregado nos tubos do que o

pretendido e / ou mais longo do que os comprimentos de zona esperados. Tal enchimento não uniforme do tubo resultará em densidade de recheio descontrolado, variável ao longo do comprimento do tubo e deve ser evitado. As variações descontroladas na densidade de recheio podem resultar em pontos quentes, variabilidade de tubo para tubo significativa no desempenho, e no geral rendimentos de produto mais baixos. O enchimento não uniforme no geral pode ser detectado através da medição do comprimento de zona real em um dado tubo vs. o comprimento da zona alvo (habitualmente aludida como “medição de interrupção”); no geral um aumento de mais do que cerca de 5 a 10 % de aumento no comprimento de zona vs. o comprimento alvo é indicativo de enchimento não uniforme.

Um outro método comum para detectar o enchimento não uniforme de tubos com materiais sólidos é medir a queda de pressão (dP) de um fluxo de gás de referência conhecido através deste tubo. A Patente U.S. Nº 6.694.802 divulga um exemplo de um dispositivo usado para medir simultaneamente dP através de tubos contendo catalisador múltiplo. Muitos outros dispositivos que operam essencialmente no mesmo princípio são conhecidos. A medição de dP pode ser realizada em qualquer ponto no processo de carregamento para garantir que a densidade de recheio de tubo para tubo esteja dentro de limites aceitáveis. Por exemplo, é comum no carregamento de reatores do tipo SRS para checar dP depois de uma conclusão na colocação do primeiro estágio de reação dentro do reator. Tipicamente, a variação nas medições de dP é considerada excessiva quando um dado tubo é mais do que cerca de 20 % mais alto ou mais baixo do que o valor de queda de pressão medido médio. Tipicamente a queda de pressão de um dado tubo não deve ser maior do que 15 %, por exemplo, não mais do que 10 %, mais alto ou mais baixo do que o valor da queda de pressão medida média.

Adicionalmente, se a medição de dP dos tubos é utilizada, será

reconhecido pelas pessoas de habilidade comum que não é necessário, em todos os casos, medir a queda de pressão em cada tubo. Ao invés, uma amostragem aleatória de tubos frequentemente serão suficientes para propósitos de controle de qualidade. Se uma amostragem aleatória de tubos é usada, não mais do que 25 % dos tubos passam pela medição de dP, tal como por exemplo, não mais do que 10 %, ou não mais do que 5 %, ou ainda não mais do que 1 % dos tubos, passam pela medição de dP.

Em alguns casos, uma queda de pressão mais alta do que a esperada pode resultar do acúmulo de finos, pó, e/ou resíduos de catalisador dentro de um dado tubo, ao invés de formação de ponte de catalisador. Esta situação pode frequentemente ser corrigida soprando-se um volume de gás seco pressurizado (tal como, por exemplo, 100 a 120 psig (690 a 828 kPa manométrico) de ar ou nitrogênio) em uma extremidade do tubo, através dos materiais sólidos recheados no tubo, e fora da extremidade oposta do tubo - ejetando deste modo os particulados não desejados que podem ser de fluxo restrito. O grau de acúmulo de finos de catalisador pode ser frequentemente minimizado utilizando-se carregadores de catalisador vibratório que compreende meios de remoção de poeira, tais como capelas a vácuo, bandejas de peneiramento, e outros (ver, por exemplo, a US6132157, US6170670 e US2006/0243342), que mantém tais pós e finos de entrar nos tubos durante o carregamento dos materiais sólidos. De acordo com o método da presente invenção, meios de remoção de poeira opcionais também podem ser utilizados dentro do sistema de pesagem combinatória para minimizar ainda mais a poeira contida em uma mistura particular de materiais sólidos.

Se indicações de formação de ponte significantes, tais como queda de pressão excessiva ou mais longa do que os comprimentos de zona esperados, são identificadas para um dado tubo, é necessário remover materiais sólidos suficientes (catalisador, inerte, etc.) para eliminar a ponte e depois recolocar estes sólidos removidos com materiais sólidos frescos da

mesma composição. A evitação de formação de ponte totalmente é obviamente preferível ao uso de tais medidas corretivas consumidoras de tempo. É, portanto, o conhecimento da taxa de queda mínima (segundos/litro) que é a chave para a evitação de formação de ponte durante o carregamento de catalisador, visto que taxas de queda mais baixas do que a mínima também evitarão a formação de ponte.

A taxa de queda mais rápida permissível que pode ser usada sem a ocorrência de formação de ponte é dependente de muitos fatores, o mais notavelmente o tamanho da partícula de catalisador em relação ao diâmetro interno do tubo dentro do qual a mesma é carregada, da forma da partícula de catalisador, e uniformidade de partícula para partícula. Outros fatores que podem afetar a taxa de queda permissível incluindo a densidade de partículas de catalisador individuais, o acabamento de superfície (ou aspereza) das partículas de catalisador, a friabilidade das partículas, a tendência das partículas para aglomerar ou auto-aderir, e a tendência das partículas para absorver umidade e intumescer. Estará naturalmente evidente às pessoas de habilidade comum que problemas similares aplicam-se a todas as misturas de materiais sólidos, incluindo catalisadores sólidos, materiais inertes, e misturas dos mesmos, que podem ser carregados dentro dos tubos do reator.

Dadas as muitas variáveis que afetam a taxa de queda mínima, não é surpreendente que uma ampla faixa de taxas de queda foram divulgadas na técnica. Por exemplo, a Publicação de Patente U.S. Nº 2006/0245992 explica que geometrias e tamanhos de sólido particulado diferente requer tempos de queda mínimos diferentes. Em particular, é relatado que esferas de cerâmica de 8 milímetros de diâmetro carregadas dentro dos tubos de 25 mm de diâmetro interno requer uma taxa de queda de não mais curta do que 30 segundos por litro, ao passo que os anéis de catalisador de 8 mm de diâmetro requerem duas vezes o tempo de queda das esferas de cerâmica, ou não mais curta do que 60 segundos por litro. Similarmente, na Patente U.S. Nº

5.626.455, é divulgado que partículas de catalisador de prata de 8 mm (5/16 polegada) de diâmetro x 9,5 mm (3/8 polegada) de comprimento podem ser carregadas dentro dos tubos do reator de óxido de etileno entre ¾" e 2" (19 mm a 51 mm) de diâmetro interno em uma taxa de queda típica de 90 segundos/litro.

Dada esta ampla variação nas taxas de queda, a taxa de queda de sólidos particulados mínima para uma situação de carregamento de catalisador específica é tipicamente determinada empiricamente, em uma base de caso para caso, pela experimentação de tentativa e erro simples, como será descrito em maiores detalhes a seguir de acordo com a presente invenção. Este uso de experimentação é especialmente preferido quando as misturas de catalisador - tais como aquelas produzidas pelo método da presente invenção - estão sendo carregadas, porque as taxas de queda para estas misturas serão mais difíceis de prognosticar por outros meios dadas as interações de partícula para partícula complexas, tais como aquelas que ocorreriam, por exemplo, entre uma mistura de partículas de geometria variável em uma carga de catalisador diluída.

A presente invenção trata dos problemas e exigências descritos acima pela utilização de máquinas de pesagem combinatória para misturar e preparar lotes distintos e separados, ou cargas, de materiais sólidos misturados, cada um dos quais compreende pelo menos um material de catalisador sólido ou material inerte sólido, em quantidades predeterminadas. Os lotes de materiais sólidos misturados são coletados e mais tarde carregados nos tubos de um reator tubular para formar as várias zonas de reação desejadas para realizar as reações químicas desejadas.

Sumário da invenção

A presente invenção fornece um método para misturar e carregar material sólido nos tubos de um reator de casca e tubo. O método envolve identificar uma programação de recheio que lista os tipos e

quantidades de materiais sólidos necessários para formar lotes diferentes de materiais sólidos para arranjar nos tubos e formar regiões desejadas no reator de casca e tubo. Cada um dos lotes compreendem um ou mais materiais selecionados do grupo que consiste de: materiais catalisadores sólidos, materiais inertes sólidos, e misturas dos mesmos. O presente método em seguida requer o uso de uma máquina de pesagem combinatória para produzir os lotes diferentes, e os tipos e quantidades de materiais catalisadores sólidos e materiais inertes sólidos misturados para cada lote de materiais sólidos são selecionados com base na programação de recheio. Cada um dos lotes de materiais sólidos é coletado em uma pluralidade de recipientes, e cada recipiente contém a mesma quantidade e proporção do um ou mais materiais sólidos, onde a quantidade é determinada com base na programação de recheio. Cada uma da dita pluralidade de recipientes compreende um número total de recipientes que é determinado pelo número e tamanho dos tubos do reator de casca e tubo.

Em uma forma de realização particular, o presente método inclui carregar os lotes de materiais sólidos de cada um dos recipientes nos tubos correspondentes do reator de casca e tubo, de acordo com uma ordem predeterminada ditada pela programação de recheio, para formar as regiões desejadas dentro do reator de modo compatível e homogêneo.

Várias formas de realização são possíveis. Por exemplo, a máquina de pesagem combinatória pode compreender meios vibratórios ajustáveis para mudar a taxa na qual os materiais sólidos são movidos através da máquina e misturados entre si. A máquina de pesagem combinatória pode compreender meios de coleta de pó para coletar e remover o pó dos materiais sólidos, prevenindo deste modo acúmulo não desejado de pó nos tubos do reator de casca e tubo.

Os recipientes podem ser sacos e um a máquina de ensacamento pode ser usada com a máquina de pesagem combinatória para

realizar a etapa de coletar cada um dos lotes de materiais sólidos em uma pluralidade de recipientes.

A etapa de carregar os lotes de materiais sólidos de cada um dos ditos recipientes dentro de tubos correspondentes do reator de casca e tubo é realizada usando uma máquina de carregamento de sólidos tendo um ou mais membros tubulares alinhados com tubos correspondentes do reator de casca e tubo.

O método da presente invenção pode ser aplicado ainda para o carregamento de um reator para a oxidação de dois estágios de um alceno para formar um ácido carboxílico insaturado correspondente. Em uma tal forma de realização, uma programação de recheio é selecionada que fornece uma lista de tipos e quantidades de materiais requeridos para realizar a oxidação de dois estágios de um alceno para formar um ácido carboxílico insaturado correspondente, e as regiões desejadas que compreendem um primeiro estágio de reação em que o alceno é convertido a um aldeído insaturado e um segundo estágio de reação em que o aldeído insaturado é convertido ainda ao ácido carboxílico insaturado correspondente. Além disso, o primeiro estágio de reação pode compreender pelo menos um catalisador que compreende um óxido metálico misturado e que é capaz de catalisar a conversão de um alceno para um aldeído insaturado, e o segundo estágio de reação pode compreender pelo menos um catalisador que compreende um óxido metálico misturado e que é capaz de catalisar a conversão de um aldeído insaturado a um ácido carboxílico insaturado. Cada um ou ambos do primeiro e segundo estágios de reação podem compreender uma ou uma pluralidade de zonas de reação.

Breve Descrição dos Desenhos

Um entendimento mais completo da presente invenção será obtido a partir das formas de realização debatidas a seguir e com referência aos desenhos anexos, em que números de referência iguais indicam

características iguais, e em que:

A Figura 1 é uma vista de elevação esquemática de um único tubo de um reator de casca e tubo em que uma programação de recheio de catalisador de 2 estágios, 3 zonas foi criado usando o método da presente invenção;

A Figura 2A é uma vista de elevação esquemática de um único tubo de um reator de casca e tubo em que uma programação de recheio de catalisador de 2 estágios, 4 zonas foi criado usando o método da presente invenção;

A Figura 2B é uma vista plana de topo de um clipe catalisador usado para reter os materiais sólidos no tubo das Figuras 1 e 2A; e

A Figura 3 é uma representação esquemática do sistema de máquina de pesagem combinatória com coletor de pó e opções de ensacadora que é usado de acordo com o método da presente invenção.

Descrição Detalhada da Invenção

O método da presente invenção é adequado para misturar e carregar materiais sólidos em vasos, tais como nos tubos de reatores de casca e tubo, em uma maneira que maximize a homogeneidade e compatibilidade composicional de quantidades e configurações dos materiais sólidos misturados. Os materiais sólidos compreendem um ou mais materiais catalisadores sólidos, um ou mais materiais inertes sólidos, ou misturas dos mesmos.

Mais particularmente, a presente invenção fornece um método para misturar e carregar material sólido dentro dos tubos de um reator de casca e tubo. O método envolve identificar uma programação de recheio que liste os tipos e quantidades de materiais sólidos necessários para formar lotes diferentes de materiais sólidos para arranjar nos tubos e formar regiões desejadas no reator de casca e tubo. Cada um dos lotes compreende um ou mais materiais selecionados do grupo que consiste de: materiais catalisadores

sólidos, materiais inertes sólidos, e misturas dos mesmos. Pode haver um ou mais tipos de materiais catalisadores sólidos, assim como um ou mais tipos de materiais inertes. As regiões desejadas são determinadas com base em quais tipos de produtos são desejados e quais os materiais de partida devam ser usados, que, por sua vez, dita quais as reações químicas devam ser realizadas pelo processo de reação. Todas de tais seleções e decisões concernentes a quais processos, produtos e materiais de partida usar, são bem conhecidos e entendidos pelos técnicos na indústria como pessoas de habilidade comum na técnica que tipicamente exercitam tal julgamento em uma base de rotina diária inicialmente nos estágios de planejamento do processo.

O método de acordo com a presente invenção usa uma máquina de pesagem combinatória para produzir os lotes diferentes, e os tipos e quantidades de materiais catalisadores sólidos e materiais inertes sólidos misturados para cada lote de materiais sólidos são selecionados com base na programação de recheio. Cada um dos lotes de materiais sólidos é coletado em uma pluralidade de recipientes, e cada recipiente contém a mesma quantidade e proporção do um ou mais materiais sólidos, onde a quantidade é determinada com base na programação de recheio. Cada uma da dita pluralidade de recipientes compreende um número total de recipientes que é determinado pelo número e tamanho dos tubos do reator de casca e tubo. Finalmente, o presente método requer carregar os lotes de materiais sólidos de cada um dos recipientes dentro dos tubos correspondentes do reator de casca e tubo, de acordo com uma ordem predeterminada ditada pela programação de recheio, para formar as regiões desejadas dentro do reator de modo compatível e homogêneo.

O método da presente invenção não é limitado ao uso com um processo de reação específico, mas ao invés, pode ser utilizado com qualquer um dos catalisadores particulados sólidos conhecidos e/ou materiais inertes sólidos em numerosos sistemas de reação. Os exemplos convencionais de

catalisadores e seus processos de produção de oxidação associados aos quais o método da presente invenção é aplicável incluem, mas não são limitados a:

(1) um catalisador que compreende prata como um componente essencial e é útil para a produção de óxido de etileno pela oxidação de etileno em uma fase gasosa (por exemplo, JP-A-116743/1988, JP-A-4444/1987, JP-A-3293681/1993, JP-A-510212/1998, e JP-A-84440/1993);

(2) um catalisador que compreende molibdênio, bismuto, e ferro como componentes essenciais, e é útil para a produção de (met)acroleína e ácido (met)acrílico pela oxidação de propileno, isobutileno, terc-butanol, e/ou éter metil terc-butilico em uma fase gasosa (por exemplo, JP-A-13308/1975, JP-A-566341/1989, JP-B-52013/1981, JP-B-23969/1981, e JP-A-76541/1984);

(3) um catalisador que compreende molibdênio e vanádio como componentes essenciais, e é útil para a produção de ácido acrílico pela oxidação de acroleína em uma fase gasosa (por exemplo, JP-B-11371/1974, JP-A-85091/1977, JP-A-279030/1994, e JP-A-299797/1996);

(4) um catalisador que compreende molibdênio e fósforo como componentes essenciais, e é útil para a produção de ácido metacrílico pela oxidação de metacroleína em uma fase gasosa (por exemplo, JP-B-33539/1985, JP-B-26101/1991, e JP-A-12758/1984);

(5) um catalisador que compreende vanádio e titânio como componentes essenciais, e é útil para a produção de anidrido ftálico pela oxidação de o-xileno e/ou naftaleno em uma fase gasosa (por exemplo, JP-B-29056/1995 e JP-B-15176/1983);

(6) um catalisador que compreende molibdênio como um componente essencial, e é útil para a produção de anidrido maleico pela oxidação de benzeno em uma fase gasosa (por exemplo, JP-A-78/1987);

(7) um catalisador que compreende fósforo e vanádio como

componentes essenciais, e é útil para a produção de anidrido maleico pela oxidação de n-butano em uma fase gasosa (por exemplo, JP-A-167711/1998, JP-A-51573/1995, JP-A-115783/1993, e JP-A-35088/ 1975);

5 (8) um catalisador que compreende molibdênio como um componente essencial, e é útil para a produção de propileno, acroleína, e/ou ácido acrílico pela oxidação de propano em uma fase gasosa (por exemplo, JP-A-316023/1997, JP-A-57813/1998, e JP-A-120617/1998);

10 (9) um catalisador que compreende vanádio como um componente essencial, e é útil para a produção de anidrido pirometílico pela oxidação de durenó em uma fase gasosa; e

(10) outro catalisador particulado sólido usado para uma das reações catalíticas de oxidação de fase gasosa pelo recheio em um reator de casca e tubo de leito fixo.

15 Os catalisadores adequados para o uso em conexão com a presente invenção não são especialmente limitados aos catalisadores particulados sólidos acima de (1) a (10) usados para uma reação catalítica de oxidação de fase gasosa, mas outros catalisadores particulados sólidos usados para outras reações tais como, sem limitação, reações de amoxidação, reações de hidrogenação, e reações de desidrogenação também são adequadas de
20 acordo com a presente invenção.

Por exemplo, um catalisador que compreende um metal nobre do Grupo VIII, um componente do Grupo IA e/ou um Grupo IIA como componentes essenciais, e é útil para a desidrogenação oxidativa (ODH) de alcanos a alcenos (ver a Patente U.S. Nº 4.788.371), tais como, por exemplo,
25 a conversão de propano a propileno (ver a Publicação de Patente U.S. Nº US 2008/0177117).

Também, um catalisador que compreende ouro e paládio como componentes essenciais, e é útil para a produção de monômero de acetato de vinila (VAM) pela reação de etileno, oxigênio, e ácido acético na fase gasosa

(por exemplo, ver as Patentes U.S. Nº 5808136, 5859287 e US6013834).

Mais no geral, por exemplo, mas sem limitação, sistemas de reação catalítica em escala comercial, tipo casca e tubo, tipicamente usam catalisadores sólidos particulados e materiais inertes dentro de seus tubos.

5 Embora o uso de misturas de catalisador misturadas pudessem fornecer a oportunidade para produtividade e rendimento de reator melhoradas, tem sido muito difícil na prática obter misturas de homogeneidade suficiente para realizar tais benefícios com sistemas de reação comercial em larga escala. Embora a homogeneidade perfeita não precise ser obtida, como anteriormente
10 entendido na técnica, a homogeneidade substancial é requerida.

A mistura confiável de sólidos é, no geral, muito difícil e métodos conhecidos de misturar materiais tendem a estar em muito aquém das expectativas de produzir as misturas homogêneas desejadas. A mistura homogênea de sólidos particulados é especialmente difícil, ainda mais do que
15 a mistura de sólidos em pó.

É mencionado que os termos “combinação” e “mistura” são aqui usados intercambiavelmente para significar uma quantidade de materiais sólidos que contém mais do que um tipo de materiais sólidos, tal como, dois ou mais catalisadores que diferem em composição, atividade, forma, tamanho,
20 etc., ou pelo menos um catalisador e pelo menos um material inerte, ou dois ou mais materiais inertes que diferem em composição, forma, tamanho, etc. De acordo com a presente invenção, deve ser entendido que o uso da(s) máquina(s) de pesagem combinatória para produzir várias misturas e misturas de materiais sólidos simultaneamente realiza a combinação das quantidades
25 desejadas de cada tipo de material sólido, assim como mistura suficiente dos materiais sólidos sem mistura ou agitação mecânica subsequente dos sólidos depois que eles são combinados.

Os carregadores de catalisador volumosos conhecidos na técnica para carregar materiais catalisadores dentro dos reatores, não são

capazes de combinar confiavelmente misturas de catalisadores sólidos e/ou sólidos inertes para obter zonas de reação homogêneas suficientes dentro dos tubos de reator.

5 A pré-mistura de catalisadores e ou materiais inertes é potencialmente uma melhor solução, mas até agora não se tem contado com meios de mistura mecânica - tais como agitação, tamboração & vibração - que são conhecidos ser insuficientes para se obter misturas verdadeiramente homogêneas com sólidos particulados; adicionalmente, tais meios de mistura mecânica também tendem a danificar / fraturar / esfarelar catalisadores e
10 inertes, que são frequentemente quebradiços e/ou friável, introduzindo finos/pós de catalisador na carga de catalisador e levando a quedas de pressão dentro do sistema de reação.

O catalisador pode ser adquirido a partir de fornecedores comerciais pré-recheados em recipientes, tais como sacos plásticos. Como
15 anteriormente observado, o catalisador que é pré-recheado deste modo permite manuseio mais fácil de catalisador e carregamento mais eficiente de materiais catalisadores dentro de tubos de reator. A variabilidade de peso típica de tais cargas pré-recheadas comercialmente disponíveis é de cerca de $\pm 5\%$, ou grosseiramente ± 120 gramas por peso de carga de 2000 gramas
20 nominais. Isto é um nível indesejavelmente alto de variabilidade de peso e resultará em variações de tubo para tubo altas no comprimento da zona de reação, não uniformidade indesejável das atividades da zona de reação, e por fim desempenho de reator diminuído. Adicionalmente, o processo manual pelo qual tais cargas pré-recheadas são preparadas é consumidora de tempo,
25 requerendo entre 1 e 10 minutos por saco. Isto pode ser um componente de custo significativo do preço de aquisição do catalisador quando dezenas de milhares de sacos de catalisador são requeridos para carregar um reator. Com cuidado adicional, a medição de peso repetitivo, e etapas de ajuste numerosos (adição / remoção de uma porção de catalisador para / do recipiente durante o

enchimento), é possível reduzir a variabilidade de peso para $\pm 2 \%$, ou grosseiramente ± 40 gramas por 2000 gramas de peso de carga; entretanto, isto representa ainda variação de tubo para tubo significativa e o tempo requerido para preparar cada saco é substancialmente aumentado, que resulta em custos de catalisador mais altos que são, naturalmente, passados para o comprador.

Usando-se o sistema de máquina de pesagem combinatória e ensacamento de acordo com o método da presente invenção, é possível obter variabilidade de peso substancialmente mais baixa do que com métodos de ensacamento manuais, por exemplo, não mais do que $\pm 1 \%$ em peso de variabilidade com base no peso total desejado de cada saco. Como detalhado no Exemplo 1, cargas de catalisador de 2000 gramas são produzidas de acordo com o método da presente invenção tendo uma variabilidade de peso dentro de ± 3 gramas, ou de apenas cerca de $\pm 0,2 \%$ de variabilidade de peso. Além disso, o método da presente invenção é capaz de realizar esta tarefa em taxas iguais a ou maiores do que 35 sacos/minuto. Assim, o método da presente invenção fornece um meio extremamente eficaz em custo para a obtenção de sacos de catalisador que são adequados e prontos para carregar dentro do reator de oxidação. Isto é, o método permite a aquisição de materiais catalisadores a granel, que é mais barato do que o catalisador pré-embalado, e, pela utilização do método da presente invenção, milhares de sacos de catalisador com variabilidade de peso extremamente baixa por carga podem ser produzidos de modo rápido e eficaz em custo.

Assim, verificou-se que o uso da máquinas de pesagem combinatórias, tais como aquelas tipicamente usadas na indústria de recheio de alimento, podem ser utilizadas com êxito para produzir tais misturas particuladas sólidas altamente desejáveis substancialmente homogêneas. Adicionalmente, verificou-se que tais misturas podem ser produzidas rápida e eficientemente, e podem ser integradas no processo de manuseio de

catalisador para produzir cargas de catalisador pré-medidas, ensacadas adequadas para o uso com carregadores de catalisador conhecidos.

As tecnologias de mistura anteriormente existentes e usadas não têm realizado misturas suficientemente homogêneas de catalisador sólido e materiais inertes sem também danificar o catalisador ou materiais inertes. Além disso, porque é com base em peso, o método de misturar com máquinas de pesagem combinatórias é substancialmente menos suscetível a erros que resultam da aglomeração de catalisador, atrito de superfície inter-partícula, ou intumescimento de partícula devido à captação de umidade. O resultado líquido deste método é que é agora possível produzir um número infinito de misturas de catalisador particulado para ser usado em programações de recheio otimizadas para sistemas de reação em escala comercial, tais como a produção de (met)acroleína, ácido (met)acrílico, óxido de etileno, óxido de propileno, monômero de acetato de vinila, etc.

Os exemplos de máquinas de pesagem combinatórias que podem ser usados de acordo com o método da presente invenção que inclui máquinas produzidas pela Ishida Co., Ltd de Quioto, Japão; Yamoto Scale Co., Ltd de Akashi, Japão; Package Machinery Co. de Stafford Springs, CT USA; Triangle Package Machinery de Chicago, IL USA; e Hassia-Redatron de Butzback, Alemanha. É vantajoso instalar o sistema de pesagem combinatória em um ambiente controlado em umidade para minimizar o potencial para a absorção de umidade pelas partículas de catalisador, visto que isto pode levar a ganho de peso incremental e adversamente afetar a determinação de pesos nas balanças do sistema.

O método da presente invenção é descrito em mais detalhes abaixo nos exemplos detalhados em que as máquinas de pesagem combinatórias são usadas com êxito para misturar de modo confiável e compatível catalisadores e inertes de tamanhos, geometrias, e densidades de partícula diferentes para se obter misturas substancialmente homogêneas.

EXEMPLOS

Exemplo 1 [exemplo de mistura de lote]

Dez lotes de catalisador de oxidação YX-38.52DU (tipo “R1”), comercialmente disponível da Nippon Kayaku of Japan, foram usados neste exemplo. Cada lote de catalisador compreendeu cerca de 230 kg de grânulos de catalisador e foi contido no seu próprio tambor numerado de modo único. Amostras de aproximadamente 80 gramas foram tiradas de cada tambor (lote) e foram independentemente testados em um sistema de reação em escala de laboratório para determinar a conversão de propileno. Para propósitos de comparação, todas as amostras foram testadas em condições constantes, usando a mesma temperatura de reação, pressão, velocidade espacial, tempo em produção, concentração de propileno, e razão de alimentação de propileno:ar:vapor. Os resultados foram como segue:

TABELA 1A		
Lote de Catalisador #	Peso do Tambor (kg)	Conversão de Propileno
87	230	97,765 %
123	230	97,765 %
70	230	97,764 %
36	230	97,761 %
140	230	97,756 %
18	230	97,756 %
157	230	97,747 %
244	110	97,744 %
175	230	97,744 %
228	230	97,743 %

Para se obter desempenho de catalisador mais uniforme no sistema de reação em escala comercial, estes dez lotes foram misturados entre si usando um sistema de pesagem combinatória de acordo com o método da presente invenção para produzir 2.180 kg de uma mistura de catalisador “R1Z1” homogênea (100 % de grânulos de catalisador) para o uso no primeiro estágio de reação (11) do exemplo de reator em escala comercial ilustrado na Figura 1. Esta mistura de catalisador R1Z1 homogênea teve uma conversão de propileno misturada de 97,755 %. O objetivo desta operação foi para produzir cargas completas de mistura de catalisador com um peso alvo

de 2040,6 gramas/carga e para colocar cada carga assim produzida dentro de um saco de polietileno selado. Neste exemplo, a mistura é realçada ajustando-se o ajuste do sistema para produzir uma meia-carga (1020,3 gramas) por ciclo de balança e para usar 2 ciclos de balança por saco.

5 O sistema de pesagem combinatória usado neste exemplo é mostrado esquematicamente na Figura 3. Este é um pesador Selectacom, Modelo A918H1 RN, em linha com coleta de pó opcional (100), em combinação com uma ensacadora modelo SB62PR vertical forma/enche/sela (f/f/s) (120); ambas as máquinas estão disponíveis da Triangle Package
10 Machinery Company of Chicago, Ilinóis USA e são similares àquelas configuradas e adaptadas para embalar alimentos sólidos, tais como cereais secos. Como montado, o trem de alimentação esquerdo (104, 105, 106) e o trem de alimentação direito (101, 102, 103) continuamente fornecem material para o topo do pesador (100); o pesador (100) está em cima da ensacadora
15 (120) tal que os grânulos de catalisador se movem verticalmente para baixo através do pesador e sai como cargas ensacadas (150a, 150b, 150c) de mistura de catalisador do fundo da ensacadora. O sistema inteiro está configurado para usar um único módulo controlador de computador comum (110). Neste exemplo, o controlador de computador (110) é ajustado para possibilitar a
20 operação no modo de “produto único”.

 Unidades de descarregamento de tambor opcionais (não mostradas) foram utilizadas neste exemplo para transferir tambores de catalisador para dentro de dois silos alimentadores grandes (101, 104) na base do sistema de pesagem combinatória (cinco tambores em cada silo). Para os
25 propósitos de clareza, o material colocado no silo (101) será aludido neste exemplo como “Catalisador R” e o material colocado no silo (104) será aludido como “Catalisador L”.

 Na partida do sistema, o Trem de Alimentação Esquerdo e o Trem de Alimentação Direito operados independentemente em velocidades

suficientes para manter o passo com a taxa de uso das duas correntes de catalisador. Neste caso, transportadores (102, 105) continuamente transferem grânulos de catalisador de cada silo de alimentação grande para dois silos pequenos (103, 106) no topo do sistema. Qualquer pó presente foi continuamente removido dos silos e transportadores via um sistema de aspiração integrado opcional (não mostrado). Os silos menores (103, 106) transferem grânulos de catalisador para dentro de um conjunto de 9 alimentadores vibratórios (121, 122, 123, 124, 125, 126, 127, 128, 129), cada um ajustado independentemente via controlador (110) para operar em amplitude específica. Neste exemplo, os ajustes de amplitude específica foram como segue:

Alimentador	121	122	123	124	---	Média
amplitude	51	54	53	46	---	51
Alimentador	125	126	127	128	129	média
amplitude	50	49	40	43	45	45,4

Estes alimentadores vibratórios liberam grânulos de catalisador em taxas dependentes do seu ajuste de amplitude aos acumuladores (107a, 107b, 107c, 107d, 107e, 107f, 107g, 107h, 107i) com valores de amplitude maiores liberando uma quantidade maior de grânulos de catalisador por unidade de tempo nos acumuladores e ajustes de amplitude menores liberando uma quantidade menor de grânulos de catalisador por unidade de tempo nos acumuladores; neste caso específica, os Alimentadores do lado esquerdo (121, 122, 123, 124) transferem grânulos de Catalisador L em quatro dos acumuladores (107a, 107b, 107c, 107d) e os alimentadores do lado direito (125, 126, 127, 128, 129) transferem grânulos de Catalisador R nos cinco acumuladores remanescentes (107e, 107f, 107g, 107h, 107i). Porque os alimentadores vibratórios foram ajustados na faixa de ajustes de amplitude, ao invés de um ajuste de amplitude único, idêntico, variações de peso foram intencionalmente incorporadas em cada acumulador para realçar a

mistura; através da experimentação com o sistema, nós determinamos que uma variação de apenas cerca de 5 e 10 % nos ajustes de amplitude individuais, em relação ao ajuste médio, é suficiente para fornecer bons resultados. Também deve ser mencionado que a amplitude média dos
5 quatro alimentadores do lado esquerdo (121, 122, 123, 124) deve ser maior do que a amplitude média dos cinco Alimentadores do lado direito (125, 126, 127, 128, 129) para compensar quanto ao número diferente de alimentadores em cada lado.

Depois de ser carregado, cada acumulador depois
10 simultaneamente transferiu seus conteúdos em uma das 9 balanças (108a, 108b, 108c, 108d, 108e, 108f, 108g, 108h, 108i) diretamente abaixo deles, resultando em quatro balanças contendo Catalisador L (108a, 108b, 108c, 108d) e cinco balanças contendo Catalisador R (108e, 108f, 108g, 108h, 108i). Depois de determinar o peso dos grânulos em cada uma das balanças,
15 as balanças soltam o material em 9 dos 18 recipientes (109a, 109b, 109c, 109d, 109e, 109f, 109g, 109h, 109i, 109j, 109k, 109l, 109m, 109n, 109o, 109p, 109q, 109r); estas etapas foram repetidas uma segunda vez para encher os 9 recipientes remanescentes.

O controlador computadorizado (110) depois seleciona um
20 subconjunto ótimo dos 18 pesos individuais, que quando combinados, alcançam a igualdade mais próxima ao peso alvo de 1020,3 gramas. Estes recipientes selecionados depois abrem simultaneamente para liberar no orifício de descarga (115) grânulos suficientes para criar uma meia carga de catalisador; a liberação dos grânulos dos recipientes selecionados no orifício
25 de descarga significa o final de um único ciclo de balança.

Os grânulos de catalisador adicionais depois movidos através dos acumuladores e balanças para reencher os recipientes esvaziados e a etapa de otimização de peso e liberação foi repetida, significando o final de um outro ciclo de balança. Como previamente

estabelecido, o sistema foi configurado neste exemplo para liberar uma meia carga (1020,3 gramas) de mistura de catalisador por ciclo de balança e usar 2 ciclos de balança por saco de mistura de catalisador, produzindo deste modo sacos de mistura de catalisador com um peso de
5 carga alvo de 2040,6 gramas.

Abaixo do pesador (100), a ensacadora vertical f/f/s (120) continuamente puxa película de polietileno de um rolo de abastecimento (não mostrado), dá forma ao mesmo em um cilindro de nove polegadas (22,9 cm) de diâmetro, verticalmente selando o cilindro para formar um tubo, e depois
10 selando o tubo horizontalmente na borda de fundo para formar um saco abaixo do orifício de descarga (115). O controlador 110 foi programado para produzir sacos que foram de 12 polegadas (30,5 cm) no comprimento, suficiente para conter o volume de carga desejado. O saco formado foi depois carregado com a carga de mistura única anteriormente mencionada de
15 catalisador (130), o topo foi selado horizontalmente, o saco acabado de catalisador foi cortado livre (a borda remanescente tornando-se o fundo do saco seguinte) e o saco acabado que sai da ensacadeira em uma correia transportadora (140). Cada saco acabado sucessivo (150a, 150b, 150c) foi visualmente inspecionado e manualmente colocado em um tambor de
20 armazenagem (não mostrado). O sistema continuou a operar desta maneira, produzindo mais de 1050 cargas de catalisador ensacado em uma taxa de cerca de 35 sacos/minuto, até que os silos de alimentação grandes (101, 104) fossem esvaziados.

Conforme esta operação progrediu, 8 sacos acabados foram
25 retirados da correia transportadora em intervalos de tempo de aproximadamente 3,5 minutos para servir como amostras de controle de qualidade. Os conteúdos de cada saco de amostra foram individualmente vertidos em um recipiente tarado e pesados.

Tabela 1B		
Saco #	Peso (gramas)	% de erro do peso
1	2037,55	-0,15
2	2037,35	-0,16
3	2039,25	-0,07
4	2039,40	-0,06
5	2040,90	0,01
6	2039,40	-0,06
7	2037,40	-0,16
8	2039,90	-0,04

A Tabela 1B compara os pesos medidos das amostras com o peso alvo; está evidente a partir destes dados que o método da presente invenção reprodutivelmente fornece cargas de catalisador com variação negligenciável nos pesos.

Embora este exemplo ilustre a mistura de lotes em uma única etapa, é naturalmente possível utilizar este mesmo processo para criar misturas de passagem múltipla em que a primeira mistura é coletada em um recipiente a granel, ao invés de sacos individuais, e depois reciclado de volta para o silo alimentador para ser sucessivamente misturado com material adicional.

Exemplo 2 [uniformidade do exemplo de diluição]

De acordo com o método da presente invenção, uma mistura de catalisador “R2Z1” homogênea (75 % em peso de grânulos de catalisador / 25 % em peso de diluente) foi preparada para o uso no segundo estágio de reação do reator de escala comercial de exemplo. Esta mistura de catalisador R2Z1 deve ser colocada na zona à montante do segundo estágio de reação (21) como ilustrado na Figura 1.

O mesmo sistema de pesagem combinatória descrito no Exemplo 1 e ilustrado na Figura 3 foi mais uma vez usado. O catalisador específico neste exemplo foi T-202.52XS3 (tipo R2) e o diluente foi esferas inertes de 5 mm de diâmetro IB-1000, ambos comercialmente disponíveis da Nippon Kayaku.

O catalisador, o componente majoritário da mistura de catalisador, foi colocado no silo de alimentação grande do lado direito (101) na base do sistema de pesagem combinatória e o diluente, o componente minoritário da mistura de catalisador, foi colocada no silo de alimentação grande do lado esquerdo (104). O controlador computadorizado da balança (110) foi ajustado para permitir a operação no modo de “dois produtos” e a porcentagem alvo de diluente foi ajustada a 25 %. Adicionalmente, os ajustes do sistema foram ajustados para produzir uma carga completa (peso alvo de 566,5 gramas) por ciclo de balança e usando 1 ciclo de balança por saco.

Na partida do sistema, transportadores (102, 105) continuamente transferiram grânulos de catalisador e diluente dos silos grandes para os dois silos menores (103, 106) no topo do sistema. O Trem de Alimentação Esquerdo (104, 105, 106) e o Trem de Alimentação Direito (101, 102, 103) operaram independentemente em velocidades suficientes para manter o paço com a taxa de uso das duas correntes. Qualquer pó presente foi continuamente removido dos silos e transportadores via um sistema de aspiração integrado opcional (não mostrado).

Os silos pequenos (103 & 106) transferiram grânulos de catalisador para dentro de um conjunto de 9 alimentadores vibratórios (121, 122, 123, 124, 125, 126, 127, 128, 129), cada um ajustado independentemente via controlador (110) para operar na amplitude específica. Neste exemplo, os ajustes de amplitude específicos foram como segue:

Alimentador	121	122	123	124	---	Média
amplitude	35	40	44	46	---	41,3
Alimentador	125	126	127	128	129	média
amplitude	36	15	15	25	18	21,8

Estes alimentadores vibratórios liberaram grânulos de catalisador em taxas dependentes do seu ajuste de amplitude aos acumuladores (107a, 107b, 107c, 107d, 107e, 107f, 107g, 107h, 107i); neste caso específico, os Alimentadores do lado esquerdo (121, 122, 123, 124)

transferiram pelotas de diluente dentro de quatro dos acumuladores (107a, 107b, 107b, 107d) e os alimentadores do lado direito (125, 126, 127, 128, 129) transferiram os grânulos de Catalisador para dentro dos cinco acumuladores remanescentes (107e, 107f, 107g, 107h, 107i). Porque os alimentadores vibratórios foram ajustados na faixa de ajustes de amplitude, ao invés de um ajuste de amplitude único, idêntico, variações no peso foram intencionalmente incorporadas em cada acumulador para fornecer uma faixa mais ampla de escolhas de peso para o controlador selecionar, melhorando deste modo a precisão do peso. Através da experimentação com o sistema, nós determinamos que o ajuste da amplitude de um único vibrador dentro dos cinco alimentadores do lado direito a um valor entre 1,5 e 2 vezes o valor médio fornece precisão de peso especialmente boa.

Os acumuladores depois simultaneamente transferiram seus conteúdos dentro de 9 balanças (108a, 108b, 108c, 108d, 108e, 108f, 108g, 108h, 108i) diretamente abaixo deles, resultando em quatro balanças contendo diluente (108a, 108b, 108c, 108d) e cinco balanças contendo catalisador (108e, 108f, 108g, 108h, 108i). Depois de determinar o peso do material particulado em cada uma das balanças, as balanças largaram o material em 9 dos 18 recipientes (109a, 109b, 109c, 109d, 109e, 109f, 109g, 109h, 109i, 109j, 109k, 109l, 109m, 109n, 109o, 109p, 109q, 109r); estas etapas foram repetidas uma segunda vez para encher os 9 recipientes remanescentes.

O controlador computadorizado (110) depois selecionou um subconjunto ótimo dos 18 pesos individuais, que quando combinados, alcança a igualdade mais próxima com o peso alvo de 566,5 gramas de peso de carga total, enquanto simultaneamente fornece a igualdade mais próxima da razão em peso requerida de 424,875 gramas de catalisador e 141,625 gramas de diluente; estes recipientes selecionados depois abriram simultaneamente para liberar no orifício de descarga (115) sólidos particulados suficientes para criar uma única carga de mistura de catalisador. O material particulado adicional

depois movido através dos acumuladores e balanças para reencher os recipientes esvaziados e o ciclo de otimização de peso e liberação foi repetido. Como anteriormente estabelecido, o sistema foi configurado neste exemplo para liberar uma carga completa (566,5 gramas) de mistura de catalisador por ciclo de balança e para usar apenas 1 ciclo de balança por saco de mistura de catalisador.

Abaixo do pesador (100), a ensacadora vertical f/f/s (120) continuamente puxa película de polietileno de um rolo de abastecimento (não mostrado), dá forma ao mesmo em um cilindro de nove polegadas (22,9 cm) de diâmetro, verticalmente levando o cilindro a formar um tubo, e depois selando o tubo horizontalmente na borda de fundo para formar um saco abaixo do orifício de descarga (115). O controlador (110) foi programado para produzir sacos que tiveram 8,5 polegadas (21,6 cm) no comprimento, suficiente para conter o volume de carga desejado. A ensacadora operou como no exemplo anterior, descarregando sacos acabados contendo cargas únicas, completas de mistura de catalisador R2Z1 sobre a correia transportadora. Cada saco acabado foi visualmente inspecionado e manualmente colocados dentro de um tambor de armazenagem. Catalisador e diluente adicionais foram adicionados aos respectivos silos de alimentação grandes como necessário para permitir a operação de longa duração contínua do sistema de pesagem combinatória. O sistema continuou operando desta maneira, a uma taxa de 25 sacos/minuto, até que mais de 26.750 cargas de catalisador R2Z1 tivessem sido produzidas.

Conforme esta operação progrediu, 15 sacos de amostra foram aleatoriamente retiradas da correia transportadora em intervalos de tempo regulares.

Cada amostra (saco não aberto) foi pesada inicialmente para determinar o peso total. O saco foi depois aberto, os conteúdos foram vertidos para fora, e o diluente e o catalisador foram separados à mão. O saco vazio foi

pesado e o peso da carga real foi calculado; o peso da carga calculado foi depois comparado com o peso da carga alvo de 566,5 gramas (“Erro do Peso da Carga”). Finalmente, o catalisador e diluente foram individualmente pesados para determinar a precisão da mistura (“% de Peso real de Catalisador” e “Erro de Mistura”).

TABELA 2								
Saco #	Pesos Medidos (gramas)		Peso da Carga Calculado	Erro do peso de Carga	Pesos Medidos (gramas)		% em peso real de catalisador	Erro de Mistura
	Saco selado (total)	Apenas o saco			catalisador	diluente		
1	576,17	9,79	566,38	-0,02 %	425,98	140,36	75,2 %	0,3 %
2	576,37	9,91	566,46	-0,01 %	423,63	143,15	74,7 %	-0,3 %
3	576,27	9,91	566,36	-0,02 %	425,05	141,72	75,0 %	-0,0 %
4	576,20	9,81	566,39	-0,02 %	424,41	142,20	74,9 %	-0,1 %
5	575,88	9,80	566,08	-0,07 %	426,95	139,30	75,4 %	0,5 %
6	577,22	10,10	567,12	0,11 %	425,33	141,77	75,0 %	0,0 %
7	576,85	10,06	566,79	0,05 %	425,18	141,74	75,0 %	0,0 %
8	577,24	10,20	567,04	0,10 %	424,49	142,70	74,8 %	-0,2 %
9	575,92	10,00	565,92	-0,10 %	424,35	141,96	74,9 %	-0,1 %
10	576,85	9,93	566,92	0,07 %	424,08	142,95	74,8 %	-0,3 %
11	577,20	10,55	566,65	0,03 %	424,97	141,67	75,0 %	0,0 %
12	576,38	10,33	566,05	-0,08 %	424,45	141,69	75,0 %	-0,0 %
13	576,46	10,49	565,97	-0,09 %	424,76	141,38	75,0 %	0,0 %
14	576,75	10,54	566,21	-0,05 %	424,38	142,00	74,9 %	-0,1 %
15	576,80	10,46	566,34	-0,03 %	426,46	140,08	75,3 %	0,4 %

Os dados na Tabela 2 demonstram que os pesos medidos das cargas de amostra quando comparadas com o peso de carga alvo estão dentro da faixa de $\pm 0,11$ %; a Tabela 2 também mostra que o erro de mistura para a mistura de catalisador real quando comparada ao alvo de mistura de catalisador de 75 % não é maior do que cerca de 0,5 %. Está portanto evidente a partir destes dados que o método da presente invenção (a) fornece cargas de catalisador com variação negligenciável nos pesos e (b) produz misturas de catalisador com variação negligenciável na composição.

Exemplo 3 [exemplo de teste de queda]

Como foi anteriormente estabelecido, é recomendável que a taxa de queda dos sólidos particulados mínima para uma situação de carregamento de catalisador específica seja empiricamente determinada, em uma base de caso para caso, através do uso de experimentação simples. Este método simples, iterativo é aludido como um “teste de queda” e pode ser realizado por aqueles de habilidade comum com o benefício desta divulgação.

No caso específico deste exemplo, Um carregador de catalisador de dez tubos, vibratório, do tipo descrito na Patente US Nº 6.132.157 (comercialmente disponível da Cat Tech of Deer Park, TX), foi utilizado para carregar cargas de teste de material (mistura de inertes ou catalisador) em um número ajustado dos dez tubos de reator possíveis. O carregador de catalisador usado neste exemplo é um de vários carregadores idênticos em um ajuste que é rotineiramente usado para carregar catalisador em reatores em escala comercial. O carregador compreende uma bandeja vibratória horizontal com dez linhas paralelas, sequencialmente numeradas. Estas linhas são alinhadas com dez tubos de reator adjacentes durante a operação de carregamento. Para os propósitos deste exemplo, as linhas de carregador de catalisador são sequencialmente numeradas de 1 até 10, com as linhas 1 e 10 sendo as linhas mais externas localizadas na borda da bandeja, e as linhas 5 e 6 sendo as linhas mais internas, localizadas no centro da bandeja.

Estes experimentos foram realizados colocando-se o carregador na placa tubular de um reator de oxidação em escala comercial com o mesmo projeto e tamanho de tubo (25 mm de diâmetro interno) como o reator a ser carregado. A taxa de queda de material (catalisador, inerte e/ou misturas dos mesmos) em cada experiência de teste foi controlada ajustando-se a frequência vibratória do carregador a um ajuste numerado específico usando o controlador digital embutido no carregador. Deste modo, os ajustes exatos para o carregador de catalisador particular em uso pode ser determinado e registrado. Como aqui usado, o termo “tempo de queda” refere-se ao período de tempo decorrido que começa com a primeira partícula que cai da bandeja do carregador de catalisador dentro de um dado tubo de reator e termina quando a última partícula cai da bandeja do carregador de catalisador dentro deste mesmo tubo de reator.

Depois de cada etapa no teste, a “falta” - isto é, a elevação mais no topo do material acumulado no tubo - é manualmente medida para

verificar que a quantidade pretendida de material e a densidade de recheio foram obtidas.

Neste exemplo, oito cargas de 0,48 litro idênticas de mistura de catalisador R2Z1 (preparada como anteriormente descrito no Exemplo 2) foram usadas em quatro quedas de teste consecutivas. O comprimento da zona alvo para cada queda de teste foi de 1000 mm. É desejado que a variabilidade do comprimento da zona de reação média quando comparada com o alvo seja menor do que 3 %. Adicionalmente, é desejado que valores de comprimento de zona de reação de tubo individual não variem mais do que 0,5 % do valor de comprimento da zona de reação média. Os dados destes teste de queda estão resumidos na Tabela 3 abaixo.

Queda de Teste A

Com base na experiência anterior de carregar catalisadores, foi inicialmente suposto que um ajuste de vibração do carregador de catalisador de 40 seria um ponto de partida apropriado para testar. Uma primeira carga de catalisador R2Z1 foi transferida através da Linha 1 do carregador em um tempo total de 56 segundos, que é equivalente a uma taxa de queda de 118 segundos/litro. O comprimento de zona resultante foi determinado ser 968 mm; quando comparado com o comprimento alvo de 1000 mm, isto representou uma variação de comprimento de zona média de -3,2 %.

Queda de Teste B

De modo a reduzir a variação de comprimento de zona média, o ajuste do controlador foi ajustado a 47, que transferiu a carga de catalisador mais rapidamente. Mais particularmente, uma segunda carga de catalisador R2Z1 foi transferida através da Linha 3 do carregador, com o ajuste do controlador em 47, em um tempo total de 39 segundos, que é equivalente a uma taxa de queda de 81 segundos/litro. O comprimento de zona resultante foi determinado ser de 984 mm; quando comparado com o comprimento alvo de 1000 mm, isto representou uma variação de comprimento de zona média

reduzida em -1,6 %.

Queda de Teste C

Em uma tentativa para reduzir ainda mais a variação de comprimento de zona média, o ajuste do controlador foi em seguida ajustado para 48, transferindo deste modo a mistura de catalisador apenas um pouco mais rapidamente. Neste teste, uma terceira e uma quarta carga de catalisador R2Z1 foram simultaneamente transferidas através das Linhas 4 e 5, respectivamente, do carregador em um tempo total de 36 segundos, que é equivalente a um taxa de queda de 75 segundos/litro. O comprimento de zona médio resultante foi determinado ser 981 mm; quando comparado com o comprimento alvo de 1000 mm, isto representou uma variação de comprimento de zona média de -1,9 %. Porque houve agora duas medições de comprimento, também foi possível avaliar a variabilidade de comprimento de zona de tubo individual contra o valor de comprimento de zona médio. Neste caso, a variabilidade individual foi exatamente 0,16 %, que está bem dentro da faixa desejada de não mais do que 0,5 %.

Queda de Teste D

Uma queda de teste final foi realizada, desta vez usando quatro cargas de catalisador R2Z1. O ajuste de controlador de carregador de catalisador foi mantido no ajuste de 48. Cada uma das quatro cargas de teste foram simultaneamente transferidas através das Linhas 6, 7, 9 e 10, respectivamente, do carregador de catalisador em um tempo de 37 segundos, que é equivalente a uma taxa de queda de 77 segundos/litro. O comprimento de zona médio resultante foi determinado ser de 975 mm; quando comparado ao comprimento alvo de 1000 mm, isto representou uma variação de comprimento de zona média de -2,5 %. A variabilidade de tubo individual quando comparada com o comprimento de zona médio foi não maior do que -0,37 %, que está bem dentro da faixa desejada (não maior do que 0,5 %).

Tabela 3

Queda de Teste	Controlador	Tempo de queda medido (s)	Taxa de queda calculada s/litro	Linha de Carregador #	Zona	Comprimento de tubo vs. zona médio	Comprimento de zona médio vs. alvo
A	40	56	118	1	968		
	Comprimento de zona médio do teste A				968		-3,2 %
B	473981			3	984		
	Comprimento de zona médio do teste B				984		-1,6 %
C	48	36	75	4	983	0,6 %	
				5	979	-0,16 %	
Comprimento de zona médio do teste C					981		-1,9 %
D	48	37	77	6	972	-0,37 %	
				7	976	0,12 %	
				9	975	-0,04 %	
				10	978	0,28 %	
	Comprimento de zona médio do teste D					975	

Como um resultado deste método de teste simples, iterativo, foi determinado que uma taxa de queda de 77 segundos/litro foi apropriada para o carregamento uniforme de mistura de catalisador R2Z1 dentro de tubos de 25 mm do reator de casca e tubo comercial. Foi também determinado que esta taxa de queda seria obtida em um ajuste de controlador de carregador de catalisador de 48.

Adicionalmente, os dados individuais deste exemplo ilustra que os carregadores de catalisador vibratório de tubo múltiplo, em que o catalisador é transportado através de uma bandeja e dentro de uma série de tubos adjacentes, também podem experimentar variação na taxa de queda através das linhas da bandeja, com as linhas externas da bandeja tendendo a soltar o catalisador em uma taxa diferente daquela das linhas mais próximas do centro da bandeja.

Exemplo 4 [exemplo de carregamento de catalisador]

Um reator de oxidação de casca de reator único em escala comercial (tipo SRS) deve ser usado para produzir ácido acrílico a partir de propileno. O reator de oxidação SRS específico deste exemplo compreende mais de 25.000 tubos idênticos. A Figura 1 representa um único tubo deste reator, com um diâmetro de 1 polegada (25,4 mm) e um comprimento de 26

pés (7925 mm).

Como é bem conhecido na técnica, dentro de um reator tipo SRS, o propileno é convertido para acroleína em um primeiro estágio de reação, seguido pela conversão da acroleína ao ácido acrílico em um segundo estágio de reação. Neste caso específico, o reator de exemplo é operado em uma configuração de “fluxo ascendente” - isto é, em operação, os reagentes serão introduzidos a partir do fundo de cada tubo e fluem verticalmente para cima; os produtos sairão de cada tubo do reator no topo. No geral, em uma tal configuração de reator, o primeiro estágio de reação (R1) reside entre o placa tubular de fundo (1) e o placa tubular intermediária (15) em cada tubo; o segundo estágio de reação (R2) reside entre o placa tubular intermediária (15) e o placa tubular de topo (31) em cada tubo.

Com base nos estudos de otimização realizados no sistema de reação de planta piloto, uma programação de recheio de catalisador de três zonas de reação foi desenvolvido para o uso neste reator de exemplo (ver a Figura 1). Este programação de recheio de três zonas de catalisador compreende uma única zona de catalisador para o primeiro estágio de reação (R1) e duas zonas de catalisador de atividade diferente para o segundo estágio de reação (R2), com uma zona interestágio que compreende material inerte sólido posicionado entre o primeiro e segundo estágios de reação (R1, R2).

No caso deste exemplo específico, dois fluxos independentemente controlados de sal de esfriamento de nitrato são circulados através da casca do reator para fornecer esfriamento a cada um dos estágios de reação. Na circulação de sal R1, o sal de esfriamento entra na porção inferior da casca do reator em um ponto acima da placa tubular de fundo (1), flui em torno dos tubos e sai na porção central da casca do reator em um ponto abaixo do placa tubular intermediária (15); na circulação do sal R2, o sal de esfriamento entra na posição central da casca do reator em um ponto acima do placa tubular intermediária (15), flui em torno dos tubos e sai

na porção superior da casca de reator em um ponto abaixo da placa tubular de topo (31). Uma tal configuração é aludida como uma circulação de sal de esfriamento em co-corrente.

Dada a sensibilidade do rendimento de ácido acrílico às variações nas condições de processo tais como temperatura e taxa de reação, estará evidente a uma pessoa de habilidade comum na técnica que é necessário que os conteúdos de cada um dos mais de 25.000 tubos dentro deste reator sejam substancialmente similares na quantidade, atividade, e colocação de catalisadores.

As cargas pré-misturadas de material sólido particulado para cada zona dentro do tubo mostrado na Figura 1 são preparadas de acordo com o método da presente invenção, e são colocadas em sacos para facilidade de manuseio, como descrito nos Exemplos 1 e 2. Cada tubo deve ser carregado da seguinte maneira, para se obter a programação de recheio ilustrada na Figura 1:

Começando com tubos vazios, a zona de pré-aquecimento é primeiro montada. Um grampo de catalisador (2) do tipo mostrado na Figura 2b e comercialmente disponível da Deggendorfer Werft and Eisenbau GmbH da Alemanha é primeiro colocado no fundo de cada tubo para conter o catalisador no lugar dentro de cada tubo.

Um carregador de catalisador de tubo múltiplo, vibratório, do tipo descrito na Patente US N° 6.132.157 (comercialmente disponível da Cat Tech of Deer Park, TX), é utilizado para carregar simultaneamente cargas de material (mistura de inertes ou catalisador) em cada um de dez tubos de reator de uma vez. Embora este exemplo focalize na operação de um único carregador de catalisador, estará evidente a uma pessoa de habilidade comum que a tarefa de carregar tubos em um reator grande pode ser realizada mais rapidamente quando carregadores de catalisador múltiplos são utilizados ao mesmo tempo. Embora o número ideal de carregadores que podem ser

operados simultaneamente variará com o tamanho do reator e as dimensões físicas do próprio carregador, é comum que entre cinco e dez carregadores de catalisador sejam operados simultaneamente durante a instalação de catalisador. A taxa de queda de material sólido (mistura de catalisador ou inerte) em cada etapa é controlado ajustando-se a frequência de vibração do carregador ao valor alvo anteriormente determinado identificado no teste de queda. Depois de cada etapa, a “falta” - ou a elevação mais no topo do material acumulado no tubo - é medida para verificar que a quantidade pretendida de material e densidade de recheio tenham sido obtidas. A medição da queda de pressão (“dP”) em uma amostragem aleatória de tubos também pode ser realizada para garantir a uniformidade de tubo para tubo. Se cada uma destas medições indica um erro apreciável no carregamento, a carga não compatível de material pode ser removida e uma nova carga carregada para corrigir o erro.

O carregador de catalisador anteriormente mencionado é usado para colocar uma camada de 218 gramas de material inerte (suportes de leito de catalisador Denstone 57[®] de 6,4 mm de diâmetro, disponíveis da Norton Chemical Process Products Corp., of Akron, Ohio) no topo do grampo (2), para formar a zona de pré-aquecimento (3).

Com a zona de pré-aquecimento (3) no lugar, os componentes do primeiro estágio de reação (R1) são depois carregados. Uma carga de aproximadamente 2040 gramas de mistura de catalisador “R1Z1” é colocada dentro de cada tubo em uma taxa de queda de 65 segundos/litro para formar uma única zona de catalisador (11) dentro do primeiro estágio de reação; esta zona de catalisador ocupa os 3520 mm de comprimento do tubo diretamente acima da zona de pré-aquecimento (3). Neste exemplo específico, a mistura de catalisador R1Z1 compreende 100 % em peso de catalisador YX-38.52 DU, fabricado pela Nippon Kayaku; a preparação de cargas R1Z1 foi anteriormente descrita no Exemplo 1.

Em seguida, usando o carregador de catalisador vibratório, uma carga de 272 gramas de “IS” material inerte é adicionada ao tubo a uma taxa de queda de 167 segundos/litro; este material inerte ocupa os 500 mm de comprimento do tubo diretamente acima da zona de catalisador única (11).

- 5 Neste exemplo específico, o material inerte IS compreende anéis de Raschig de aço inoxidável de 7,5 mm de diâmetro por 6 mm de comprimento.

Em seguida, o segundo estágio de reação (R2) é carregado. Mais uma vez usando o carregador de catalisador vibratório, duas zonas de catalisador (21 e 22) são sequencialmente carregadas em cada tubo para
10 formar o segundo estágio de reação. Uma carga ensacada de aproximadamente 566 gramas de mistura de catalisador “R2Z1” é colocada dentro do carregador de catalisador e transferida para o tubo em uma taxa de queda de 77 segundos/litro para formar a zona de catalisador (21) dentro do segundo estágio de reação; esta zona de catalisador ocupa os 1000 mm de
15 comprimento do tubo diretamente acima do material inerte (16). Uma carga ensacada de aproximadamente 1281 gramas de mistura de catalisador “R2Z2” é depois colocada no carregador de catalisador e transferida para o tubo em uma taxa de queda de 69 segundos/litro para formar a zona de catalisador (22) dentro do segundo estágio de reação; esta zona de catalisador ocupa os 2240
20 mm de comprimento do tubo diretamente acima da zona de catalisador (21). Neste exemplo específico, a mistura de catalisador R2Z1 compreende uma mistura homogênea de 75 % em peso de catalisador T202.52XS3, fabricado pela Nippon Kayaku, e 25 % em peso de diluente 1B-1000 (esferas de 5,2 mm de diâmetro), também disponíveis da Nippon Kayaku; a preparação das
25 cargas de R2Z1 foi anteriormente descrita no Exemplo 2. A mistura de catalisador R2Z2 compreende 100 % em peso de catalisador T202.52XS3, fabricado pela Nippon Kayaku, e foi preparada essencialmente da mesma maneira como usada para preparar cargas de catalisador R1Z1.

Finalmente, cerca de 179 gramas de material inerte (32) são

carregados no topo da zona de catalisador (22) manualmente (embora o carregador de catalisador vibratório anteriormente mencionado possa ser usado se desejado); esta material inerte forma a “zona de esfriamento de saída” e no geral ocupa os 270 mm de comprimento do tubo diretamente
 5 acima da zona de catalisador (22). Neste exemplo específico, o material inerte (32) compreende suportes de leito de catalisador Denstone 57[®] de 6,4 mm de diâmetro, disponíveis da Norton Chemical Process Products Corp., of Akron, Ohio.

Uma medição final de dP em uma amostragem aleatória de
 10 tubos é realizada para garantir a uniformidade de tubo para tubo. A quantidade de material inerte (32) pode ser aumentada ou diminuída, como apropriado, para fornecer um ajuste final para a dP do tubo. O reator re-recheado foi depois colocado em operação comercial produzindo ácido acrílico sob as seguintes condições de operação, por meio das quais foi
 15 demonstrado que o ácido acrílico foi produzido estavelmente, por um tempo longo em rendimento excelente:

Taxa de alimentação de propileno para o reator = 29.000 lb/h (13154 kg/h);

7,3 % de propileno na alimentação;

20 razão de O₂ para propileno de 1,83 na alimentação;

9,7 % de água na alimentação;

pressão de entrada do reator de 19,4 psig (133,86 kPa manométrico);

temperatura do sal R1 de 327,4° C;

25 temperatura do sal R2 de 287,3° C

Em um tempo de 825 horas de tempo em produção (TOS), o rendimento deste reator de oxidação foi de 86,2 % de rendimento de ácido acrílico global em uma conversão de propileno global de 96,7 %. O rendimento de acroleína foi de 1,2 %. A partir destes dados, pode ser

observado que o uso de cargas de catalisador preparadas de acordo com o método da presente invenção produz ácido acrílico em excelente rendimento e alta produtividade.

EXEMPLO 5 [operação de mistura & ensacamento rápida]

5 Com base nos estudos da planta piloto, uma programação de recheio de catalisador de quatro zonas (ver a Figura 2a) foi desenvolvido para o uso em um outro reator comercial tipo SRS para a produção de ácido acrílico a partir de propileno. Como anteriormente descrito, o propileno é convertido para acroleína em um primeiro estágio de reação, seguido pela
10 conversão de acroleína para ácido acrílico em um segundo estágio de reação. A programação de recheio de quatro zonas deste exemplo compreendeu duas zonas de catalisador de atividade diferente para o primeiro estágio de reação, e duas zonas de catalisador de atividade diferente para o segundo estágio de reação. Os catalisadores ACF4 e ACS6, disponíveis da Nippon Shokubai
15 Chemical Limited (NSCL) of Japan foram utilizados neste reator de exemplo.

Neste caso específico, o reator de exemplo compreendeu mais de 25.000 tubos e foi operado em uma configuração de “fluxo descendente” - isto é, em operação, os reagentes serão introduzidos a partir do topo de cada tubo e fluem verticalmente para baixo; os produtos sairão de cada tubo de
20 reator no fundo. No geral, em uma tal configuração de reator, o primeiro estágio de reação (R1) reside entre o placa tubular de topo (201) e o placa tubular intermediária (215) em cada tubo; o segundo estágio de reação (R2) reside entre o placa tubular intermediária (215) e o placa tubular de fundo (231) de cada tubo.

25 No caso deste exemplo específico, dois fluxos independentemente controlados de sal de esfriamento de nitrato são circulados através da casca do reator para fornecer esfriamento a cada um dos estágios de reação. Na circulação do sal R2, o sal de esfriamento entra na porção inferior da casca de reator em um ponto acima da placa tubular de

fundo (231), flui em torno dos tubos e sai na porção central da casca de reator em um ponto abaixo da placa tubular intermediária (215); na circulação do sal R1, o sal de esfriamento entra na porção central da casca de reator em um ponto acima da placa tubular intermediária (215), flui em torno dos tubos e sai na porção superior da casca de reator em um ponto abaixo da placa tubular de topo (201). Uma tal configuração é aludida como uma circulação do sal de esfriamento em contracorrente.

Cada tubo deve ser carregado de acordo com a programação de recheio resumido na Figura 2a e aqui descrito. Um grampo de catalisador (232) do tipo mostrado na Figura 2b e comercialmente disponíveis da Deggendorfer Werft and Eisenbau GmbH da Alemanha é primeiro colocado no fundo de cada tubo para conter o catalisador no lugar dentro de cada tubo. Uma camada de 232 gramas de esferas de cerâmica esféricas de 3/8" (9,5 mm) de diâmetro é depois colocada sobre o topo de grampo (232), formando a zona de esfriamento (233). Em seguida, 1395 gramas de mistura de catalisador R2Z2 (222) é colocada no topo da zona de esfriamento (233). No topo da mistura de catalisador R2Z2 (222) é em seguida colocada uma camada de 616 gramas de mistura de catalisador R2Z1 (221). Em seguida é colocada uma camada de 635 gramas de anéis de Raschig de 1/4" x 1/4" x 0,03" (6,35 mm x 6,35 mm x 0,8 mm) de espessura de parede, formando a zona interestágio (216) para esta programação de recheio particular. Acima da zona de interestágio (216) é colocada uma camada de 986 gramas de mistura de catalisador R1Z2 (212). Finalmente, uma camada de 447 gramas de mistura de catalisador R1Z1 (211) é colocada no topo do catalisador R1Z2 (212) para completar o enchimento do tubo.

De modo a minimizar o tempo de parada associado com o carregamento de catalisador em cada um dos mais de 25.000 tubos neste reator específico, um carregador de catalisador vibratório, de multi-tubo do tipo descrito na Patente US N° 6.132.157 (comercialmente disponível da Cat

Tech of Deer Park, TX), é utilizado para carregar simultaneamente cargas de material (mistura de catalisador ou inertes) em cada um dos dez tubos de reator de uma vez. Para facilitar a operação do carregador de catalisador, as cargas individuais de catalisador, anéis de raschig, e esferas de cerâmica são preparadas de antemão usando o método da presente invenção e são colocados em sacos selados individuais para a facilidade de manuseio. A Tabela 4 resume a atividade envolvida no uso de um sistema de pesagem combinatória de acordo com o método inventivo:

TABELA 4			
Carga	Número de Sacos Produzidos	Peso Médio da Carga	Descrição
R1Z1	26.300	447 gramas	66 % em peso de catalisador ACF4 (NSCL); 34 % em peso de diluente cilíndrico de 1/4" x 3/16" (6,35 mm x 4,8 mm)
R1Z2	25.880	986 gramas	100 % de catalisador ACF4 (NSCL)
Zona de Interestágio	26.000	635 gramas	Anel de aço inoxidável 410 de 1/4" x 1/4" x 0,03" (6,35 mm x 6,35 mm x 0,8 mm) de espessura de parede
R2Z1	26.080	616 gramas	86 % em peso de catalisador ACS6 (NSCL); 14 % em peso de diluente cilíndrico de 1/4" x 3/16" (6,35 mm x 4,8 mm)
R2Z2	26.160	1,395 gramas	100 % de catalisador ACS6 (NSCL)
Esfriamento zona	26.250	232 gramas	Diluente cerâmico esférico de 3/8" (9,5 mm)
TOTAL	156.670	-----	-----

O tempo total para produzir estes mais do que 156.000 sacos foi exatamente 115,5 horas, incluindo o tempo gasto para encher os silos, programar o controlador do sistema, e limpar o sistema entre cargas - resultando em uma velocidade de operação média global para o sistema de mais do que 25 sacos/minuto. A amostragem aleatória indicou que todos os pesos de carga estavam dentro de ± 3 gramas do peso alvo, equivalente a não mais do que ± 1 % em peso de variabilidade com base no peso total desejado de cada saco. Isto demonstra que o número substancial de cargas de catalisador tendo homogeneidade suficiente de quantidade e composição que é necessária para um sistema de reação em escala comercial pode ser rápida e eficientemente produzida usando o método da presente invenção.

Exemplo 6a

O método inventivo pode ser usado para preparar uma mistura de catalisador “híbrido” que compreende 60 % em peso de catalisador ACF7 (disponível da NSCL) e 40 % em peso de catalisador YX-129 (disponível da Nippon Kayaku), ambos os quais são catalisadores adequados para o uso no primeiro estágio de reação de um reator de oxidação de propileno. Uma tal mistura de catalisador “híbrido” seria adequado carregar no primeiro estágio de reação do reator para formar a zona de catalisador única (11), de acordo com a programação de recheio de 3 zonas de reação ilustrado na Figura 1 e debatido acima. Uma tal mistura de catalisador híbrida não é comercialmente disponível, mas pode ser produzida através do uso de um sistema de pesagem combinatória, de acordo com o método da presente invenção. Esta mistura de catalisador híbrida pode ser útil na produção em escala comercial de ácido acrílico a partir de propileno, na primeira zona de reação do reator de oxidação, porque ela pode maximizar as características desejáveis tais como vida de serviço e seletividade de catalisador de um dos catalisadores comerciais, enquanto minimiza características indesejáveis tais como sublimação de molibdênio no outro catalisador comercial. É previsto que misturas similares que variam de cerca de 40 a 75 % em peso de catalisador ACF7 também seria benéficamente utilizadas no primeiro estágio de reação da programação de recheio de 3 zonas de reação ilustrado na Figura 1.

Exemplo 6b

O método inventivo pode ser usado para preparar uma mistura de catalisador “híbrido” que compreende 50 % em peso de catalisador YX-38 (disponível da Nippon Kayaku) e 50 % em peso de catalisador ACF4 (disponível da NSCL), ambos os quais são catalisadores adequados para o uso no primeiro estágio de reação de um reator de oxidação de propileno. Uma tal mistura de catalisador “híbrida” seria adequada para carregar em zona de catalisador única (11) de acordo com a programação de recheio de 3 zonas de

reação ilustrado na Figura 1. Uma tal mistura de catalisador híbrida não é comercialmente disponível, mas pode ser produzidas através do uso de um sistema de pesagem combinatória, de acordo com o método da presente invenção. Esta mistura de catalisador híbrida seria útil na produção em escala comercial do ácido acrílico a partir de propileno visto que a mesma maximiza características desejáveis tais como vida de serviço e seletividade de catalisador de um catalisador comercial, enquanto minimiza as características indesejáveis tais como sublimação de molibdênio no outro catalisador comercial. É previsto que misturas similares variando de cerca de 30 a 70 % em peso de catalisador de YX-38 também seriam benéficamente utilizadas no primeiro estágio de reação da programação de recheio de 3 zonas de reação ilustradas na Figura 1.

REIVINDICAÇÕES

1. Método para misturar materiais sólidos a serem colocados nos tubos de um reator de casca e tubo, caracterizado pelo fato de que compreende:

5 (A) identificar uma programação de recheio que lista os tipos e quantidades de materiais sólidos necessários para formar lotes diferentes de materiais sólidos para arranjar nos tubos e formar regiões desejadas no reator de casca e tubo, em que cada um dos ditos lotes compreende um ou mais materiais selecionados do grupo que consiste de: materiais catalisadores
10 sólidos, materiais inertes sólidos, e misturas dos mesmos;

(B) usar uma máquina de pesagem combinatória para produzir pelo menos um dos lotes diferentes, em que tipos e quantidades de materiais catalisadores sólidos e materiais inertes sólidos misturados para cada lote de materiais sólidos são selecionados com base na programação de recheio;

15 (C) coletar pelo menos um dos lotes de materiais sólidos em uma pluralidade de recipientes, em que cada recipiente da dita pluralidade contém a mesma quantidade e proporção do um ou mais materiais sólidos, a dita quantidade sendo determinada com base na programação de recheio, e cada uma da dita pluralidade compreendendo um número total de recipientes,
20 o dito número total sendo determinado pelo número e tamanho dos tubos do reator de casca e tubo; e

2. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que compreende adicionalmente:

(D) carregar os ditos lotes de materiais sólidos de cada um dos
25 ditos recipientes nos tubos correspondentes do reator de casca e tubo, de acordo com uma ordem predeterminada ditada pela programação de recheio, para formar as ditas regiões desejadas dentro do reator que são compatíveis e homogêneas.

3. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo

fato de que a máquina de pesagem combinatória compreende meios vibratórios ajustáveis para mudar a taxa na qual os materiais sólidos são movidos através da máquina e misturados entre si.

5 4. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a máquina de pesagem combinatória compreende meios de coleta de pó para coletar e remover pó dos materiais sólidos, prevenindo deste modo o acúmulo indesejado de pó nos tubos do reator de casca e tubo.

10 5. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que os recipientes são sacos e uma máquina de ensacar é usada com a máquina de pesagem combinatória para realizar a etapa de coletar cada um dos lotes de materiais sólidos em uma pluralidade de recipientes.

15 6. Método de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que a etapa de carregar os lotes de materiais sólidos de cada um dos ditos recipientes em tubos correspondentes do reator de casca e tubo é realizada usando uma máquina de carregamento de sólidos tendo um ou mais membros tubulares alinhados com tubos correspondentes do reator de casca e tubo.

20 7. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a programação de recheio fornece uma lista de tipos e quantidades de materiais requeridos para realizar a oxidação de dois estágios de um alceno para formar um ácido carboxílico insaturado correspondente, e em que as regiões desejadas compreendem um primeiro estágio de reação em que o alceno é convertido a um aldeído insaturado e um segundo estágio de reação em que o aldeído insaturado é convertido ainda ao ácido carboxílico
25 insaturado correspondente.

8. Método de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que o primeiro estágio de reação compreende pelo menos um catalisador que compreende um óxido metálico misturado e sendo capaz de catalisar a conversão de um alceno para um aldeído insaturado, e o segundo

estágio de reação compreende pelo menos um catalisador que compreende um óxido metálico misturado e sendo capaz de catalisar a conversão de um aldeído insaturado a um ácido carboxílico insaturado.

5 9. Método de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de que o dito primeiro estágio de reação compreende uma pluralidade de zonas de reação.

10 10. Método de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de que o dito segundo estágio de reação compreende uma pluralidade de zonas de reação.

11. Método de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de que o ácido carboxílico insaturado compreende o ácido (met)acrílico.

12. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a programação de recheio fornece uma lista de tipos e quantidades de materiais requeridos para produzir monômero de acetato de vinila a partir de reagentes que compreendem etileno, oxigênio e ácido acético.

13. Método de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo fato de que a dita quantidade de materiais sólidos em cada saco varia de 20 saco para saco em não mais do que $\pm 1\%$ em peso com base no peso total de cada saco.

14. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que os lotes de materiais sólidos são carregados dentro dos tubos do reator de casca e tubo em uma taxa de queda de não mais do que 30 25 segundos por litro.

15. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que pelo menos um dos ditos lotes de materiais sólidos compreende uma mistura de dois ou mais materiais catalisadores sólidos tendo os mesmos componentes essenciais, mas atividade catalítica diferente.

16. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que pelo menos um dos ditos lotes de materiais sólidos compreende uma mistura de pelo menos um material inerte sólido e pelo menos um material de catalisador sólido.

5

17. Método de acordo com a reivindicação 15, caracterizado pelo fato de que os ditos mesmos componentes essenciais dos materiais catalisadores sólidos compreendem molibdênio, bismuto e ferro.

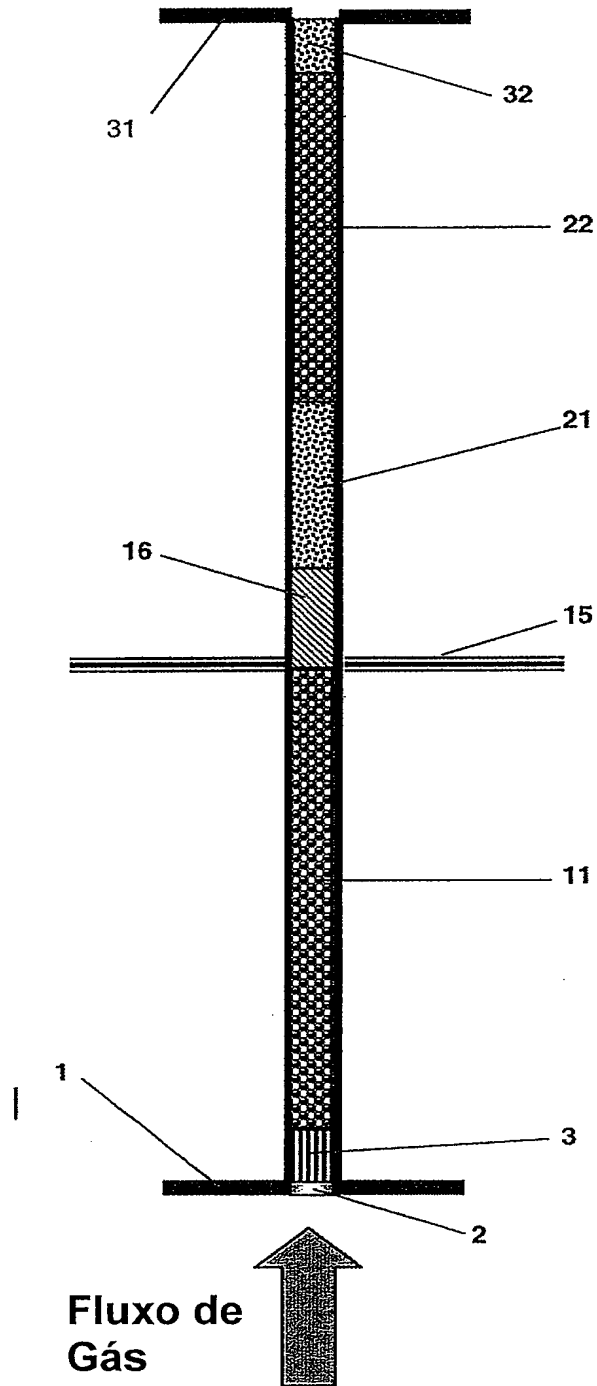


FIGURA 1

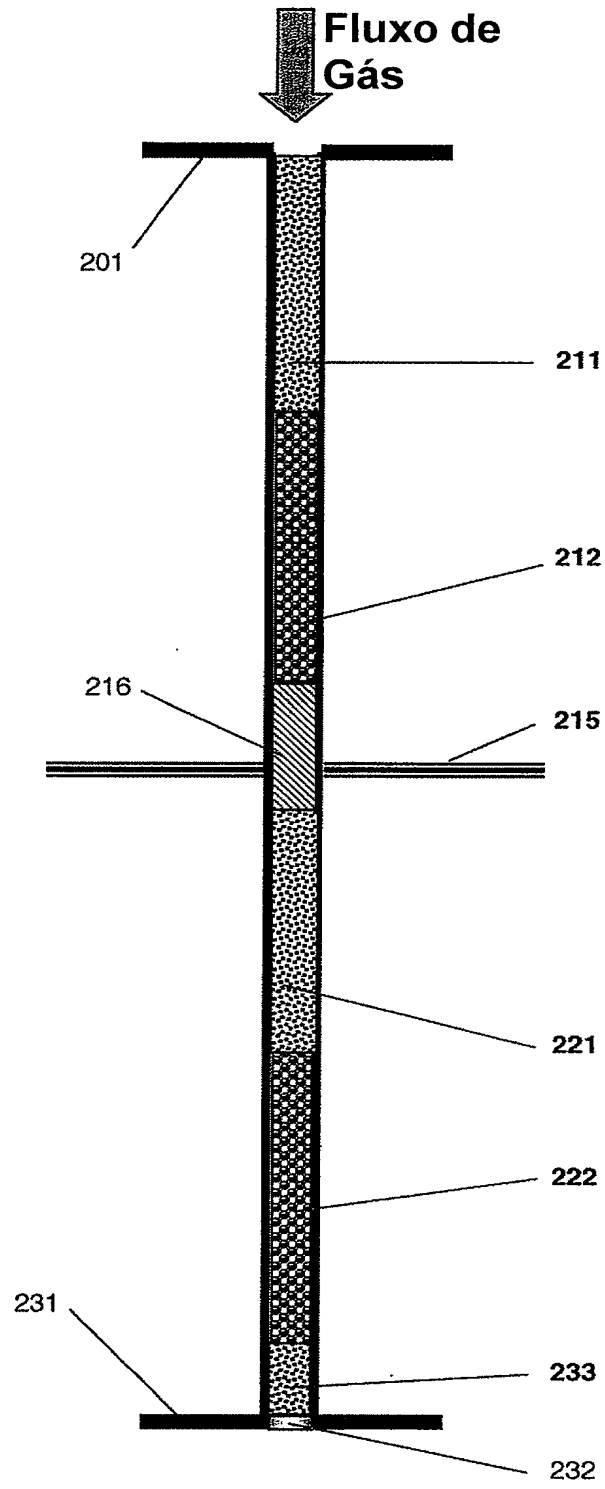


FIGURA 2A

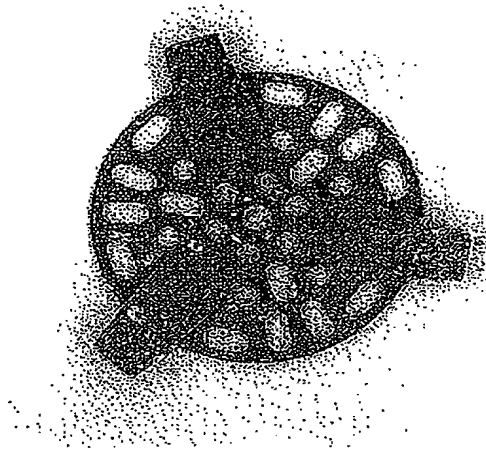
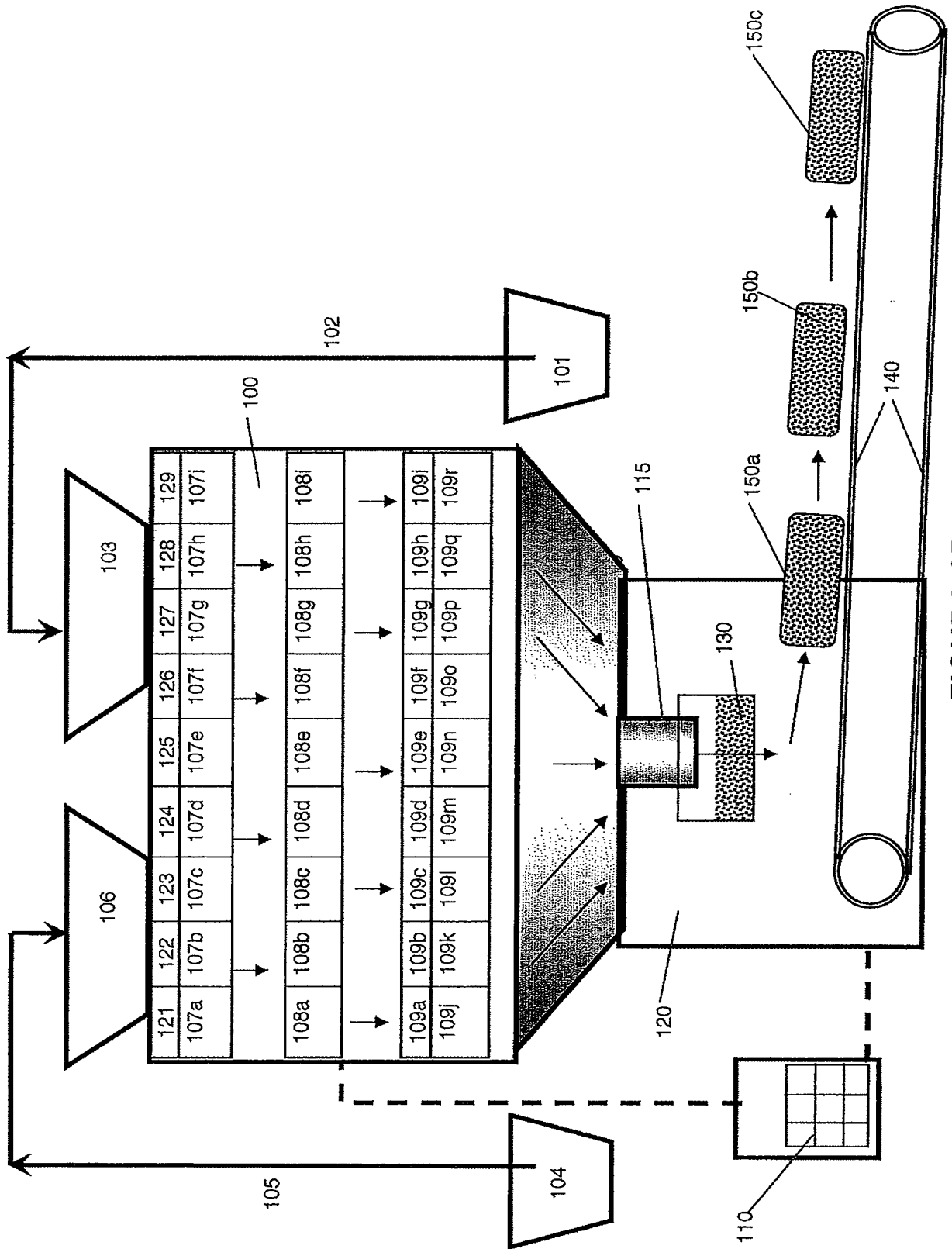


FIGURA 2B



RESUMO

“MÉTODO PARA MISTURAR MATERIAIS SÓLIDOS A SEREM COLOCADOS NOS TUBOS DE UM REATOR DE CASCA E TUBO”

5 A presente invenção diz respeito a um método para misturar e
carregar material sólido em vasos, tais como dentro dos tubos de reatores de
casca e tubo, em uma maneira que maximize a homogeneidade e
compatibilidade composicional de quantidades e configurações dos materiais
sólidos misturados. Os materiais sólidos compreendem um ou mais materiais
catalisadores sólidos, um ou mais materiais inertes sólidos, ou misturas dos
10 mesmos.