



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

(21) PI 0920869-0 A2



(22) Data do Depósito: 25/09/2009

(43) Data da Publicação Nacional: 08/12/2020

(54) Título: REATOR DE VASO DUPLO

(51) Int. Cl.: B01J 19/24; B01J 19/02; B01J 3/00; B29B 17/04.

(30) Prioridade Unionista: 25/09/2008 US 61/100,014.

(71) Depositante(es): BRIAN H. HARRISON; HURDON A. HOOPER.

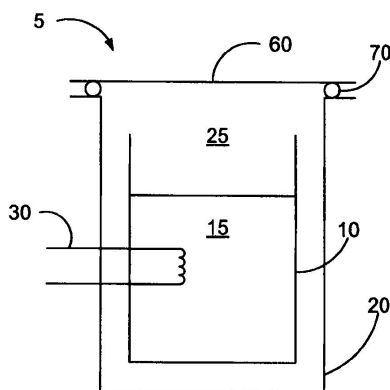
(72) Inventor(es): BRIAN H. HARRISON; HURDON A. HOOPER.

(86) Pedido PCT: PCT CA2009001361 de 25/09/2009

(87) Publicação PCT: WO 2010/034123 de 01/04/2010

(85) Data da Fase Nacional: 25/03/2011

(57) Resumo: REATOR DE VASO DUPLO. A presente invenção refere-se a um reator de vaso duplo e um método para realizar uma reação usando um reator de vaso duplo que são fornecidos usando um gás não condensável para substancialmente isolar o vaso interno do vaso externo durante a reação e limitar o aquecimento do vaso externo quando o vapor do vaso interno condensa na superfície interior do vaso externo. Limitar o aquecimento do vaso externo através da condensação do vapor d'água ou de outro vapor de vaso interno, a temperatura operacional do vaso externo é mantida abaixo de um limiar superior da temperatura operacional de um vedação usada para vedar a porta no vaso externo.



## Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "REATOR DE VASO DUPLO".

### Campo da Invenção

A presente invenção refere-se a um reator para reações de alta  
5 pressão e alta temperatura e mais especificamente a um reator de vaso duplo.

### Antecedentes da Invenção

Muitas reações requerem altas temperaturas e pressões para  
ocorrer e são assim realizadas em um reator. Como resultado, os reatores  
10 normalmente têm um vaso de pressão externa para resistir à pressão no reator. Um reator de vaso duplo tem um vaso interno no qual a reação pode ser realizada. O vaso interno é aquecido a uma temperatura da reação por uma fonte externa ou pela própria reação. O vaso externo é normalmente um vaso de pressão e tem uma espessura relativamente larga conforme  
15 comparado com a parede do vaso interno de forma que o reator possa agir com pressões de reação elevada.

Algumas reações químicas, por exemplo, devulcanização de  
borracha, requer temperaturas tão altas quanto 350°C. Como resultado, uma  
porta no vaso externo que um anel de metal é usado para vedar a porta com  
20 o reator quando na posição fechada. Uma vedação de borracha não pode ser usada, pois as temperaturas altas do reator e especificamente o vaso externo danifica a vedação e pode causa falhas da vedação que é cara e cria problemas de segurança quando a pressão não pode ser mais contida.

Vedações de metal, como os anéis do Instituto Americano do Pe-  
tróleo (API), são caras, podem apenas ser usadas uma vez, e assim aproxima-  
25 mar o custo de execução de uma reação em um reator. Desta forma, os reatores com vasos externos que passam por altas temperaturas operacionais, passam por taxas altas de corrosão nos metais usando no vaso externo e assim requer o uso de metais caros como aço inoxidável ou outra liga metá-  
30 lica equivalente cara na fabricação. Qualquer aumento na temperatura do vaso externo aumenta a taxa de corrosão. Ainda, os revestimentos convencionais, como as pinturas, que podem ser usados para proteger o aço a

temperaturas elevadas são difíceis de encontrar.

A água esfriando a vedação é uma possibilidade, e as vedações da água esfriada estão disponíveis. Entretanto, a água esfriando o grande flange de metal que aloja a vedação resultará na operação do flange em  
5 temperaturas mais baixas e, como consequência, causará uma quantia substancial de condensação dentro dele, e uma transferência de calor nele. Ignorar por um minuto os custos associados com esta perda de aquecimento, pois uma perda de aquecimento limitará essencialmente a temperatura operacional do reator, ou seja, o aquecimento que está sendo adicionado  
10 para aquecer o vaso está sendo perdido através da condensação no flange. Como resultado, a água esfriando a vedação é indesejável.

Então existe uma necessidade de um reator de vaso duplo para uso em reações com uma temperatura de alta reação, tendo um vaso externo adequado para a operação com uma vedação que não metálica e um  
15 método para realizar uma reação em um reator em que o vaso externo do reator não exceda uma temperatura operacional de uma vedação que não é de metal ou que tem uma temperatura operacional menor do que a temperatura da reação.

### Sumário

20 Em uma modalidade ilustrativa, existe um reator químico de vaso duplo previsto compreendendo:

um vaso externo;

uma tampa do reator no vaso externo, a tampa do reator com abertura para acessar o vaso interno;

25 um vaso interno dentro do vaso externo para conter um líquido, o vaso interno na comunicação atmosférica com o vaso externo;

uma fonte de calor para aquecer um líquido no vaso interno;

uma vedação para vedar a tampa do reator com o vaso externo em uma posição fechada;

30 uma tampa do vaso interno para cobrir o vaso interno;

em que durante a operação um gás não condensável é usado para substancialmente isolar o vaso externo do vaso interno.

Em outra modalidade ilustrativa, o reator, conforme descrito acima, também compreende:

uma entrada de gás não condensável para inserir o gás não condensável dentro do vaso externo.

5 Em outra modalidade ilustrativa existe um método de manutenção de outro vaso externo previsto a uma temperatura abaixo da temperatura da reação enquanto realiza uma reação em um reator químico do vaso duplo, o reator químico do vaso duplo com um vaso interno na comunicação atmosférica com o outro vaso e substancialmente separável do vaso exterior.  
10 no. O método compreende as seguintes etapas: adicionar um gás não condensável em um reator; aquecer um líquido no vaso interno para produzir vapor; e substancialmente separar o gás não condensável no vaso externo e o vapor no vaso interno.

Em outra modalidade ilustrativa existe um método previsto para  
15 realizar uma reação química em um reator químico de vaso duplo, o reator químico de vaso duplo com um vaso interno na comunicação atmosférica com o outro vaso externo e substancialmente separável do vaso externo. O método compreende as seguintes etapas: adicionar um gás não condensável em um reator; adicionar um reagente em um líquido no vaso interno;  
20 aquecer um líquido no vaso interno para produzir vapor; e substancialmente separar o gás não condensável no vaso externo e o vapor no vaso interno.

#### Breve Descrição dos Desenhos

A figura 1 é um esquema de um reator do estado da técnica em que o vaso externo tem uma temperatura operacional excedendo a temperatura operacional de uma vedação de borracha;  
25

A figura 2 é um esquema ilustrativo de uma modalidade de um reator químico de vaso duplo; e

A figura 3 é um gráfico ilustrando os resultados do teste para operar uma modalidade do reator em várias pressões iniciais do gás não condensável acima de um limite de temperaturas;  
30

A figura 4 descreve em um esquema uma visão transversal de um vaso interno ilustrativo para uso em um reator de vaso duplo;

A figura 5 descreve em um esquema uma visão transversal ao longo da linha A-A' na figura 4;

A figura 6 descreve em um esquema uma visão ao longo da linha B-B' na figura 4;

5 A figura 7 descreve em um fluxograma um método ilustrativo para manter um vaso externo em uma temperatura abaixo da temperatura de uma reação; e

A figura 8 descreve em um fluxograma um método ilustrativo para manter um vaso externo a uma temperatura abaixo da temperatura de  
10 uma reação.

#### Descrição Detalhada

Um reator de vaso duplo e um método para realizar uma reação usando um reator de vaso duplo são fornecidos usando um gás não condensável para substancialmente isolar o vaso interno do vaso externo durante  
15 reação e limitar o aquecimento do vaso externo quando o vapor d'água do vaso interno condensar na superfície interior do vaso externo. Limitando o aquecimento do vaso externo através da condensação do vapor d'água ou outro vapor do vaso interno, a temperatura operacional do vaso externo é mantida abaixo de um limiar superior da temperatura operacional de uma  
20 vedação não metálica como uma vedação de borracha usada para vedar a porta no vaso externo. A temperatura mais baixa do vaso externo também reduz a corrosão e permite que mais revestimentos convencionais, como pinturas, sejam usados para proteger o material.

Um reator de vaso duplo do estado da técnica é exibido na figura  
25 1 na qual um reator 5 é exibido com um vaso interno 10 dentro de um vaso externo 20. O reator 5 tem uma tampa do reator 60 vedada para o vaso externo 20 usando um anel de metal do API 70. Um ambiente de nitrogênio 25 é estabelecido no reator 5. Um aquecedor 30 aquece um líquido no vaso interno 10 no qual um recipiente de reação pode ser colocado. O aquecimento do vaso interno 10 e o líquido do vaso interno 15 resultam na temperatura elevada do vaso externo 20 (por exemplo, elevará na temperatura até  
30 que esteja na temperatura operacional do vaso interno) e a necessidade de

uma vedação metálica, como a vedação metálica API 70.

A figura 2 é um esquema ilustrativo de uma modalidade de um reator químico de vaso duplo 100 em que durante a operação um gás não condensável é usado para isolar um vaso interno 120 de um vaso externo 110. Este isolamento que resulta no resfriamento do vaso externo 110 será explicado detalhadamente abaixo.

O reator químico 100 tem um vaso interno 120 para conter um líquido 115. O líquido 115 pode ser de um solvente da reação para dissolver um reagente ou suspender um reagente, uma solução para fornecer a transferência de calor para um recipiente da reação 210 sob o aquecimento da solução, ou pode ser um reagente em fase líquida para reagir com um reagente em suspensão ou em um recipiente de reação 210. O líquido pode ser água que forma vapor sob o aquecimento ou outro líquido que forma vapor sob o aquecimento, o líquido 115 pode ser qualquer líquido orgânico ou inorgânico, preferivelmente com um ponto de ebulição acima de aproximadamente 25°C. Para fins desta descrição, o termo vapor d'água será usado para abranger o vapor d'água e o vapor líquido.

Outro vaso externo 110 condensa o vaso interno 120 e junto com uma tampa do reator 140 forma o vaso de pressão para um reator químico 100. O vaso externo é normalmente feito de uma liga metálica resistente a corrosão de uma espessura adequada para resistir às pressões da reação experimentadas durante uma reação química a ser realizada no reator 100. O vaso externo pode ser feito de aço revestido para resistir à corrosão e não tem que ser feito de aço inoxidável caro. Por exemplo, o vaso externo 110 pode ser Monel<sup>®</sup>, Inconel<sup>®</sup> ou Hastelloy<sup>®</sup>. Alguns revestimentos para o vaso externo 110 podem incluir plasma, revestimentos térmicos ou revestimento de soldagem. A tampa do reator 140 pode ser uma tampa automática ou uma tampa manualmente operada vedada para o vaso externo 110 em uma posição fechada por uma vedação 150. A vedação 150 pode ser, por exemplo, mas não limitado, um anel O de borracha ou similares. Conforme será avaliado na técnica, o uso de anéis O depende da temperatura e das químicas para qual eles serão expostos. Para vapor d'água e temperaturas

abaixo de 200°C os anéis O feitos de borracha de etileno propileno dieno classe M (EPDM), borracha de silicone, Kalrex<sup>®</sup>, poliacrilato, Viton<sup>®</sup>, flurosilicone ou Aflaf<sup>®</sup> estão disponíveis. As opções se tornam mais amplas se o vaso externo 110 for mantido abaixo de 100°C durante a reação. Se necessário, o vaso externo 110 pode ser esfriado, assim não atinge acima de uma temperatura predeterminada. Este resfriamento adicional pode ser feito, por exemplo, mas não limitado, pelo resfriamento do ar ou da água.

Uma tampa do vaso interno 125 cobre o vaso interno 120, mas não veda de forma hermética o vaso interno 120 do vaso externo 110. Quando a tampa 125 está no lugar, o vaso interno 120 não é vedado a partir do vaso externo 120 e a pressão entre o vaso interno 120 e o espaço entre o vaso interno 120 e o vaso externo 110 é equilibrada. A tampa 125 pode ter um ou mais furos, ou válvula, por exemplo, mas não limitado, válvulas tipo flapper ou similares que permitem que a pressão no vaso interno 120 e a pressão entre o vaso interno 120 e o vaso externo 110 se equilibrem. Esta configuração também previne ou reduz qualquer dano ao vaso interno 120 se a pressão nele for mudada rapidamente (isto é, o vapor d'água é expelido). Os furos ou válvulas permitem que a pressão entre o vaso interno 120 e o vaso externo 110 se mantenha equilibrada durante a reação.

Uma fonte de calor 130 é usada para aquecer o líquido 115 no vaso interno 120. A fonte de calor 130 pode ser qualquer fonte de calor adequada para aquecer o líquido em um reator. Por exemplo, um aquecedor de imersão na lateral com flanges pode ser usado ou uma abraçadeira pode ser usada, na qual aquece a parte externa do vaso interno 120. Alternadamente, o aquecimento externo do líquido 115 pode ser realizado usando para aquecedores de circulação onde o líquido 115 é bombeado fora do reator 100, aquecido externamente (pela eletricidade, gás, etc.), e então bombeado de volta para dentro do vaso interno 120. Alternadamente, um injetor de vapor para injetar o vapor aquecido pode ser usado conforme descrito na aplicação da patente canadense copendente 2.582.815 que está incorporada aqui por referência.

Conforme será discutido detalhadamente abaixo, o vapor d'água

do líquido 115 no vaso interno 120 condensa no vaso externo 110 durante uma reação esfriando o vaso externo 110. Uma bomba opcional 170 pode ser usada para recircular o líquido que condensa nas paredes do vaso externo 110 usando a tubulação 160.

5 O reator 100 usa um gás não condensável entre os vasos 110 e 120 para limitar a condensação do vapor dentro da parede do vaso externo 110 e através disso limitar o aquecimento do vaso externo 110 pelo vapor e negar o aumento na pressão operacional do reator pela adição de gás não condensável. Os gases não condensáveis são gases que condensarão nas  
10 paredes do vaso externo 110 abaixo sob as condições operacionais (temperatura e pressão) do reator 100. Eles podem ser fornecidos como gás comprimido a temperatura ambiente e incluir, por exemplo, ambos os gases inertes e não inertes e incluir oxigênio, nitrogênio, ar, argônio, metano, etano, etileno, hidrogênio, hélio, monóxido de carbono, óxido nítrico, óxido nitroso,  
15 e combinações das mesmas, etc. para obter isto, o gás não condensável é substancialmente separado durante a operação dentro do espaço entre os vasos interno 120 e externo 110 e o vapor é separado dentro do vaso interno 120, assim reduzindo ou impedindo os efeitos da lei de Dalton. Um exemplo comparativo será usado para ilustrar estes efeitos bem como a separação do  
20 gás não condensável do vapor e da operação do reator 100.

O vaso interno 120 pode ser construído de qualquer material adequado como ligas metálicas resistentes a corrosão e ligas metálicas com um revestimento resistente a corrosão. Ligas metálicas estranhas podem ser usadas na construção do vaso interno 120, pois o vaso interno 120 é muito  
25 mais grosso do que o vaso externo 110 e então mais barato para fabricar. Um exemplo não limitado de ligas metálicas que podem ser usadas na fabricação do vaso interno é aço inoxidável, Inconel<sup>®</sup>, Monel<sup>®</sup>, hastelloy, etc.

#### Exemplos Comparativos

O exemplo comparativo a seguir é ilustrativo e o Requerente não  
30 deseja ser obrigado pela teoria.

Um esquema de um reator duplo que não separa o gás não condensável é mostrado na figura 1. O reator duplo 5 não tem uma tampa e

é usado para ilustrar um dos problemas que foi submetido com o reator de vaso duplo e o método para realizar uma reação conforme descrito neste com referências às figuras 2 e 3. O reator 5 tem água no reator interno e o resíduo do espaço é preenchido pelo nitrogênio pressurizado. Por exemplo, 5 o nitrogênio foi ajustado a uma pressão que criará uma pressão parcial de 1034 kpa (150 psi) quando a água foi aquecida para certa temperatura (por exemplo, 180°C). Quando a água é aquecida para esta temperatura, o vapor cria uma pressão parcial da água de 1034 kpa (150 psi). Usando a lei de Dalton, a pressão no vaso então seria 2068 kpa (300 psi). Pode ser obser- 10 vado neste exemplo que não é desejável adicionar nitrogênio ou outros gases não condensáveis, ao vaso conforme ele aumenta a pressão operacional do vaso e então o custo do vaso como pressões operacionais mais altas requerem metal mais grosso na construção do vaso de pressão externa.

Em um reator conforme descrito neste, por exemplo, com refe- 15 rência a figura 2, o gás não condensável, como o nitrogênio, é adicionado ao reator na figura 2 através de uma entrada 200, por exemplo, de um reservatório de gás não condensável 180 através do uso de uma válvula 190. Será avaliado que o gás não condensável pode ser adicionado ao reator 100 u- 20 sando qualquer método adequado e o projeto do reator não é limitado ao método ou aparelho para entrada de gás não condensável. O gás não condensável pode ser introduzido através de uma série de válvulas (que podem ou não ser controladas por computador), com medidores de pressão para monitorar sua pressão. Introduzir o gás não condensável por controle de 25 computador é o método preferível ao introduzir o gás não condensável durante a reação. O gás não condensável é adicionado, por exemplo, de forma que ele produzirá uma pressão de aproximadamente 1034 kpa (150 psi) quando o nitrogênio foi substancialmente separado no espaço entre o vaso interno 120 e o vaso externo 110. Conforme o líquido 115 é aquecido no va- 30 so interno 120 a um ponto onde o vapor produz uma pressão de 1034 kpa (150 psi) ele desenvolverá uma pressão de vapor no vaso interno 120 e isto impulsiona o gás não condensável do vaso interno 120 ao espaço entre os vasos 120 e 110 (isto é, o vapor substancialmente separa o gás não con-

densável dentro do espaço entre o vaso interno 120 e o vaso externo 110 e o vapor dentro do vaso interno 120). O processo de separação é um processo dinâmico. Conforme o líquido é aquecido, e o vapor é produzido, uma mistura de gás não condensável e fluxo de vapor fora do vaso interno 120 dentro do espaço entre o vaso interno 120 e o externo 110. Entretanto, por causa das paredes do vaso externo 110 ser mais frias do que o vapor, o vapor condensa nelas. Quando o vapor condensa, reduz a pressão entre o vaso interno 120 e o vaso externo 110, e isto faz com que muito mais vapor e nitrogênio vaze para fora do vaso interno 120. Desta forma, o vapor que entra no espaço entre o vaso interno 120 e externo 110 continua a condensar nas paredes resfriadas do reator externo e finalmente compeli a maior parte do gás não condensável dentro do espaço entre os vasos interno 120 e o externo 110 separando o vapor no vaso interno 120 e o gás não condensável no espaço entre os dois vasos 110 e 120. Então, o gás não condensável no espaço entre o vaso interno 120 e o externo 110 age como um isolante entre o vaso interno 120 e o externo 110 limitando a transferência de calor e mantendo o vaso externo 110 mais frio do que o vaso interno 120 sem o vapor condensar continuamente conforme a figura 1. Uma situação é alcançada onde a pressão no espaço entre o vaso interno 120 e o externo 110 é aproximadamente 1034 kpa (150 psi) (principalmente do gás não condensável) e uma pressão igual é observada dentro do vaso interno 120 (principalmente do vapor).

Se necessário, o vaso externo 110 pode ser esfriado usando um dispositivo de resfriamento externo.

A figura 4 descreve em um esquema um vaso interno 400 que pode ser usado como o vaso interno 120 de um reator conforme descrito acima. As figuras 5 e 6 descrevem em cortes transversais esquemáticos do vaso interno 400 juntamente com as linhas A-A' e B-B' respectivamente. O vaso interno 400 tem uma carcaça externa 402 e uma carcaça interna 404. A carcaça interna 404 é coberta por uma tampa 406. A carcaça interna 404 não é vedada pela tampa 406, e o líquido é capaz de passar livremente entre a carcaça interna 404 e a carcaça externa 402. A carcaça interna 404

fornece um recipiente onde as reações podem ocorrer.

5 A carcaça externa 404 é coberta com uma tampa 408. A tampa 408 tem um anel 409 que veda o interior do vaso interno 400; entretanto, a tampa 408 também inclui passagens 412 que permitem que o vapor, gás não condensável, ou uma combinação dos dois passem entre o interior do vaso interno 400 e do exterior do vaso interno. As passagens 412 permitem que o interior do vaso interno esteja a uma pressão semelhante do interior do vaso externo, que é fechada.

10 O vaso interno inclui uma pluralidade de portas 410, 414, 416. As portas 410 podem ser usadas para escape do vapor ou vapor d'água do interior do vaso interno 400 uma vez que a reação estiver concluída. Este escape pode ser usado, por exemplo, para preaquecer outras reações ocorrendo em outros reatores. O escape do vapor através das portas 410 ajuda a esfriar o vaso interior 400 uma vez que a reação estiver concluída. As portas 15 414 podem ser usadas como portas de entrada para preencher o vaso interno com o líquido necessário e possivelmente qualquer outro reagente, necessários para as reações. A porta 416 pode ser usada como uma saída para esvaziar o líquido do interior do vaso interno. A porta 416 também pode ser usada para circular, e possivelmente aquecer, o líquido no interior do vaso interno 400. O líquido poderia, por exemplo, ser circulado da porta 416 e entrar de volta para o vaso interno 400 através de uma das portas 414. 20

Um aquecedor 418 compreendendo uma pluralidade de elementos de aquecimento 420 é suspenso na carcaça interna 404. O aquecedor 418 pode ser fixado ao flange usando, por exemplo, parafusos. O flange 422 25 permite que um cabo elétrico 424 passe através da carcaça externa 402, enquanto mantém a integridade da carcaça externa 402.

O vaso interno 400 pode ser colocado em uma superfície inferior do vaso externo, descrito como 428 na figura 4. O vaso interno pode ser elevado da superfície inferior 428 por uma estrutura de suporte, como por exemplo, pernas de suporte 426. 30

A figura 7 descreve em um fluxograma um método 700 para manter um vaso externo a uma temperatura abaixo de uma temperatura da

reação. O método pode ser usado para manter a temperatura do vaso externo enquanto realiza uma reação em um reator químico duplo. O método começa a adicionar um gás não condensável ao reator do vaso duplo (702). A quantidade de gás não condensável adicionada pode variar dependendo do tipo de controle usado durante a reação. Por exemplo, uma quantidade final de gás não condensável pode ser adicionada no começo, no qual a caixa além da caixa não condensável não precisa ser adicionada durante a reação. Alternadamente uma quantidade inferior de gás não condensável pode ser adicionada inicialmente, e gás não condensável adicional pode ser adicionada inicialmente, e o gás não condensável adicional adicionado durante o processo de reação. Independentemente do tipo de controle usado, uma quantidade inicial de gás não condensável é adicionado ao reator do vaso duplo. Com o gás não condensável adicionado, o líquido no vaso interno é aquecido (704). O aquecimento do líquido aumenta a temperatura do líquido para uma temperatura da reação. O vapor é formado do líquido aquecido. O gás não condensável e o vapor são posicionados de forma que o vapor é substancialmente separado dentro do vaso interno (704). Esta separação do vapor no interior do vaso interno impede que o vapor da condensação na parede do vaso externo, que aumentaria a temperatura do vaso externo.

O vapor é separado como resultado do gás não condensável. A pressão parcial do gás não condensável é mantida acima da pressão parcial do vapor, que em combinação com as passagens entre os vasos interno e externo restringe o vapor de escapar do interior do vaso interno.

A figura 8 descreve em um fluxograma, um método 800 similar ao método 700; entretanto, o método 800 também compreende o monitoramento da temperatura da reação para manter a pressão diferencial entre o gás não condensável e o vapor. O método começa a adicionar uma quantidade inicial de gás não condensável ao reator de vaso duplo (802) e então o aquecimento do líquido (804) até a temperatura da reação. O método monitora a temperatura do líquido (806) e determina se a reação está completa (808). Se a reação estiver completa (Sim a 808) o método finaliza. Se a reação não estiver completa (Não em 808), o método determina uma pressão

parcial do vapor ( $P_v$ ) que resulta da temperatura do líquido (810). Então, o método determina se a pressão parcial do gás não condensável ( $P_{nc}$ ) é menor ou igual ao  $P_v$  mais um diferencial da pressão ( $\Delta_{pres}$ ) que deve ser mantido (812). Se for menor ou igual (Sim em 812) então mais gás não condensável é adicionado ao reator de vaso duplo (814) para restaurar o diferencial da pressão desejada. Assim, o método retorna para monitorar a temperatura do líquido (806). Se  $P_{nc} > P_v + (\Delta_{pres})$  (Não em 812) o método retorna para monitorar a temperatura do líquido (806).

Será avaliado que os métodos acima podem ser usados para realizar várias reações químicas. O vaso interno pode manter os reagentes sólidos ou grandes, enquanto outros reagentes podem ser adicionados ao líquido que é aquecido.

#### Exemplos Experimentais

Uma série de experimentos foi realizada validando o conceito detalhado acima usando um gás não condensável no espaço entre os dois vasos 110 e 120 nisso permitindo que o vaso externo 110 do reator 100 execute a uma temperatura que é muito mais fria do que o vaso interno 120. Os resultados dos experimentos são mostrados na figura 3.

Nos experimentos, um vaso de pressão (vaso externo 110) foi usado, ou seja, 914,4 mm (36 polegadas) de diâmetro e 3048 mm (10 pés) de tamanho, e calculado a 1034 kpa (150 psi). Tem um vaso interno 120 que pode manter aproximadamente 800 L de líquido (neste caso, água). A água é aquecida com um aquecedor de imersão 130. Quaisquer espaços de abertura entre o vaso interno 120 e o externo 110 foram minimizados e duas válvulas tipo flapper instaladas na tampa 140 permitem que a pressão se equilibre entre os vasos 110 e 120.

Na série de experimentos, a água foi aquecida no vaso interno 120 de 25°C para 180°C e mantida assim por uma hora. As pressões pré-ajustadas de nitrogênio foram usadas (por exemplo, 276 kpa (40 psi) a 25°C) e a temperatura da água e pressão foi monitorada no vaso 120 conforme a água foi aquecida a 180°C. Os resultados são mostrados na figura 3 junto com a curva da pressão do vapor para água.

Pode ser observado que as curvas para os experimentos com pressões iniciais até 414 kpa (60 psi) unem com a curva para água, mas a curva para a pressão inicial de 655 kpa (95 psi) não une e é muito maior.

Os dados experimentais foram suplementados com modelagem  
5 de computador. Para a configuração experimental (isto é, volumes dos vasos internos 120 e externo 110 que contém gás não condensável, etc) há um ponto atravessado. Ou seja, em uma pressão inicial de aproximadamente 483 kpa (70 psi) de gás não condensável como o nitrogênio, e no ponto final, ou seja 180°C, todo o nitrogênio que está no vaso interno 120 foi purifi-  
10 cado fora do vaso interno 120 e a pressão de nitrogênio no espaço entre os vasos interno 120 e externo 110 (que agora contém o nitrogênio que estava originalmente neste espaço mais o nitrogênio purificado a partir do reator interno) iguala a pressão do vapor d'água no vaso interno 120. Isto é, o vapor d'água e o nitrogênio foram separados.

15 Deve ser enfatizado que mesmo que o reator foi iniciado com uma pressão de 483 kpa (70 psi) de nitrogênio, a pressão final foi 1034 kpa (150 psi), que também é a pressão do vapor saturada da água a 180°C, e isto significa que não há nitrogênio restante no vaso interno caso contrário (através da lei de Dalton) a pressão seria maior.

20 Para pressões iniciais do gás não condensável acima de 483 kpa (70 psi), não é possível purificar todo o gás não condensável fora do vaso interno 120, porque resultaria em uma pressão entre os vasos 110 e 120 que excedem a pressão do vapor no vaso interno 120. Parte deste "excedente" permanece no vaso interno 120 e resulta em pressões que excedem a pressão do vapor d'água (vide curva de 655 kpa (95 psi)).  
25

Para pressões iniciais do gás não condensável abaixo de 483 kpa (70 psi), não há gás não condensável suficiente para preencher o espaço entre os dois vasos 110 e 120 com gás não condensável a 1034 kpa (150 psi) quando a água é aquecida a 180°C e há o que será designado uma "deficiência" no gás não condensável no espaço entre os vasos 110 e 120. Esta  
30 deficiência é adotada pelo vapor que pode condensar nas paredes do vaso externo 110 se as paredes são mais frias do que a temperatura do vapor.

Quanto maior a deficiência, maior será o fluxo de aquecimento para o reator externo conforme o vapor condensará nele. Por exemplo, durante o curso do experimento, um adicional de 25L de água condensada nas paredes quando a pressão inicial era 55 kpa (8 psi) *versus* 414 kpa (60 psi).

5                    Desta forma para os experimentos usados acima, uma pressão inicial útil é aproximadamente 483 kpa (70 psi). Sob estas condições, e sem qualquer resfriamento no vaso externo 110, o aumento de temperatura do vaso 110 foi limitado a 40°C *versus* 155°C se o gás não condensável não estava lá.

10                    Mesmo que o procedimento descrito acima limitou o aumento de temperatura para aproximadamente 40°C na maior parte do aquecimento que ocorreu vindo do fato que o vapor d'água também é purificado fora do vaso interno 120 junto com o gás não condensável. Isto também pode ser minimizado adicionando o gás não condensável conforme a água é atualmente aquecida (não antes do experimento) assim, por exemplo, uma pressão excedente de gás não condensável de 69 kpa (10 psi) seja mantida (ou seja, 69 kpa (10 psi) acima da pressão do vapor d'água equivalente), e então não é necessário purificar o gás não condensável fora do vaso interno 120 conforme a água é aquecida.

20                    Os processos ilustrativos para realizar uma reação

Tendo uma visão mais abrangente no processo, algumas opções para adicionar o gás não condensável são, mas não limitadas:

1. Iniciar com 1034 kpa (150 psi) e expelir o gás conforme a pressão aumenta.
- 25                    2. Iniciar com pressões em condições ideais ao redor do ponto atravessado.
3. Adicionar o gás não condensável conforme o líquido é aquecido para manter uma pressão excessiva (acima deste vapor d'água).

Nas opções 1 e 2 o gás não condensável é adicionado e o vapor empurra-o para fora do vaso interno 120 no espaço entre o vaso interno 120 e o vaso externo 110. O processo de empurrar o gás não condensável para fora do vaso interno 120 também resulta na transferência de vapor no espa-

ção entre o vaso 110 e 120 seguido pela condensação do vapor d'água dentro do vaso externo 110. Na opção 3, esta transferência é limitada adicionando o gás não condensável conforme necessário. Uma pequena pressão (por exemplo, 69 kpa (10 psi)) do gás não condensável é usada no início do processo no reator 100. Conforme o líquido 115 é aquecido e a pressão do vapor d'água no reator interno aumenta, o gás não condensável é adicionado ao espaço entre os vasos 110 e 120 para manter uma pressão que está acima da pressão do vapor d'água no vaso interno 120. Por exemplo, o excesso de pressão pode ser 69 kpa (10 psi). Desta forma, o gás não condensável é purificado fora do vaso interno 120 e a transferência de calor do vapor d'água que acompanha é minimizada. O 69 kpa (10 psi) é um exemplo do que poderia ser usado para reações de menor pressão (por exemplo, até 1034 kpa (150 psi)), mas esta pressão seria muito maior para operações em altas pressões. Será avaliado que a pressão do vapor do líquido 115 pode ser determinada medindo sua temperatura conforme ela é aquecida e computada sua pressão do vapor.

Em termos de quão bem o vaso interno 120 é vedado, originalmente meia polegada de espaço ao redor do flange do aquecedor de imersão foi fornecido. Isto resultou em um espaço aberto (para o vaso externo 110) de aproximadamente 90 cm<sup>2</sup> (14 in<sup>2</sup>)90 cm<sup>2</sup>. Sob condições de teste equivalentes, este espaço aberto fez com que 12 L adicional de água condense durante o experimento mencionado acima.

Embora os exemplos acima usem uma pressão de 1034 kpa (150 psi), o reator 100 pode operar em pressões muito mais altas de 3447 Kpa (500 psi) ou 6895 Kpa (1000 psi) conforme necessário para realizar uma reação específica. O conceito de separar o gás não condensável do vapor d'água para esfriar o vaso externo 110 também aplica a pressões altas e os exemplos acima são somente ilustrativos e não limitados. A espessura do vaso de pressão aumenta conforme a pressão aumenta. As pressões da reação de até 13790 Mpa (2.000 psi) podem ser realizadas em um reator conforme aqui descrito.

A devulcanização de borracha pode ser realizada em um reator

conforme aqui descrito em uma pressão de reação de não mais de 13790Kpa (2000 psi) e uma temperatura de reação de não mais de 350°C. O vaso externo 110 é mantido frio minimizando o contato térmico entre os dois vasos 110 e 120 e isolando p vaso interno 120 do vaso externo 110 usando o gás não condensável separado e o vapor conforme descrito acima. 5 Pode-se observar alguma transferência de calor através do gás não condensável entre os vasos 110 e 120, e claro que qualquer vapor d'água que condensa no vaso externo 110 transfere calor. A condensação de vapor d'água pode ser reduzida introduzindo o gás não condensável durante a reação e 10 mantendo uma pressão excessiva do gás não condensável acima do vapor d'água conforme descrito na opção 3 acima. Em uma modalidade, o gás não condensável é introduzido pelo controle de computador.

A presente invenção foi descrita com referência a uma pluralidade de modalidades ilustrativas. Entretanto, será evidente às pessoas experientes na invenção que um número de variações e modificações podem ser 15 feitos sem divergir do escopo da invenção conforme definido nas reivindicações.

**REIVINDICAÇÕES**

1. Reator químico de vaso duplo compreendendo:  
um vaso externo;  
um vaso interno dentro do vaso externo para conter um líquido,  
5 o vaso interno em comunicação atmosférica com o vaso externo;  
uma tampa do reator no vaso externo, a tampa do reator com  
abertura para acessar o vaso interno;  
uma fonte de calor para aquecer um líquido no vaso interno;  
uma vedação para vedar a tampa do reator com o vaso externo  
10 em uma posição fechada;  
uma tampa do vaso interno para cobrir o vaso interno;  
em que durante a operação o gás não condensável é usado  
substancialmente para isolar o vaso externo do vaso interno.
2. Reator de acordo com a reivindicação 1, em que o reator tam-  
15 bém compreende:  
uma entrada de gás não condensável para inserir o gás não  
condensável dentro do vaso externo.
3. Reator de acordo com a reivindicação 2, em que o reator tam-  
bém compreende:  
20 um reservatório de gás não condensável na comunicação com a  
entrada do gás não condensável; e  
uma válvula para abertura e fechamento da entrada do gás não  
condensável dentro do vaso externo.
4. Reator de acordo com a reivindicação 1, também compreen-  
25 dendo uma passagem no vaso interno, a tampa do vaso interno ou entre a  
tampa do vaso interno e o vaso interno para trazer o vaso interno para co-  
municação atmosférica com o vaso externo.
5. Reator de acordo com a reivindicação 4, em que a passagem  
compreende uma válvula.
- 30 6. Reator de acordo com a reivindicação 5, em que a válvula é  
uma válvula tipo flapper.
7. Reator de acordo com a reivindicação 1, em que a vedação é:

uma vedação de metal, uma vedação de anel O de borracha ou uma gaxeta composta.

8. Reator de acordo com a reivindicação 1, em que a vedação é uma vedação de anel O de borracha.

5 9. Reator de acordo com a reivindicação 8, em que a vedação do anel O de borracha compreende uma borracha de etileno propileno dieno classe M (EPDM), borracha de silicone, Kalrex<sup>®</sup>, poliacrilato, Viton<sup>®</sup>, flurosilicone ou Aflaf<sup>®</sup>.

10 10. Reator de acordo com a reivindicação 1, em que o vaso externo é mantido a 225°C ou abaixo durante a operação do reator.

11. Reator de acordo com a reivindicação 1, em que o vaso externo é feito a partir de uma liga metálica resistente a corrosão.

15 12. Reator de acordo com a reivindicação 11, em que a ligação metálica resistente à corrosão é de aço inoxidável, Inconel<sup>®</sup>, Monel<sup>®</sup> ou Hastelloy<sup>®</sup>.

13. Reator de acordo com a reivindicação 1, em que o vaso externo é feito de uma liga metálica revestida com um revestimento selecionado do grupo composto de: revestimento de pintura, esmalte, plasma, térmico, galvanizado, metalização e de soldagem.

20 14. Reator de acordo com a reivindicação 1, em que a tampa do vaso interno é separada por uma abertura para permitir que a pressão entre o vaso interno e o vaso externo se equilibre durante a operação do reator.

25 15. Reator de acordo com a reivindicação 1, em que a tampa do vaso interno é separada usando uma válvula tipo flapper para permitir que a pressão entre o vaso interno e o vaso externo se equilibre durante a operação do reator.

30 16. Método de manutenção de um vaso externo a uma temperatura abaixo de uma temperatura da reação ao realizar uma reação em um reator químico de vaso duplo, o reator químico de vaso duplo com um vaso interno em comunicação atmosférica com o vaso externo e substancialmente separável do vaso externo, o método compreendendo as etapas de:

adicionar um gás não condensável ao reator;

aquecer um líquido no vaso interno para produzir um vapor, e substancialmente separar o gás não condensável no vaso externo e o vapor no vaso interno.

5 17. Método de acordo com a reivindicação 16, em que o gás não condensável é mantido a uma pressão relativa à pressão de vapor do líquido no vaso interno conforme o líquido é aquecido.

10 18. Método de acordo com a reivindicação 17, em que o gás não condensável é adicionado ao espaço entre o vaso interno e o vaso externo durante a reação para manter a pressão excessiva relativa à pressão de vapor do líquido separando o gás não condensável no vaso externo e o vapor no vaso interno.

15 19. Método de acordo com a reivindicação 16, em que o gás não condensável é separado no vaso externo e o vapor no vaso interno condensando o vapor no espaço entre o vaso externo e o vaso interno do vaso externo.

20. Método de acordo com a reivindicação 16, em que o gás não condensável é adicionado ao reator antes de aquecer o líquido no vaso interno.

20 21. Método de acordo com a reivindicação 16, em que o gás não condensável é adicionado a uma pressão predeterminada de modo que após substancialmente separar o gás não condensável, este gás está a uma pressão da reação.

25 22. Método de acordo com a reivindicação 16, em que o gás não condensável é um ou uma combinação de oxigênio, nitrogênio, ar, argônio, metano, etano, etileno, hidrogênio, hélio, monóxido de carbono, óxido nítrico ou óxido nítrico.

23. Método de acordo com a reivindicação 16, em que o gás não condensável é o nitrogênio.

30 24. Método para realizar uma reação química em um reator químico de vaso duplo, o reator químico de vaso duplo tendo um vaso interno em comunicação atmosférica com o vaso externo e substancialmente separável do vaso externo, o método compreendendo as seguintes etapas:

adicionar um gás não condensável ao reator;  
adicionar um reagente a um líquido no vaso interno;  
aquecer o líquido no vaso interno para produzir vapor, e  
substancialmente separar o gás não condensável no vaso exter-

5 no e o vapor no vaso interno.

25. Método de acordo com a reivindicação 24, em que a reação química é a desvulcanização de borracha.

26. Método de acordo com a reivindicação 25, em que o gás não condensável é mantido a uma pressão excessiva relativa à pressão do vapor do líquido no vaso interno conforme o líquido é aquecido.

27. Método de acordo com a reivindicação 26, em que o gás não condensável é adicionado ao espaço entre o vaso interno e o vaso externo durante a reação para manter a pressão excessiva relativa à pressão do vapor do líquido relacionado à separação do gás não condensável no vaso externo e do vapor no vaso interno.

15

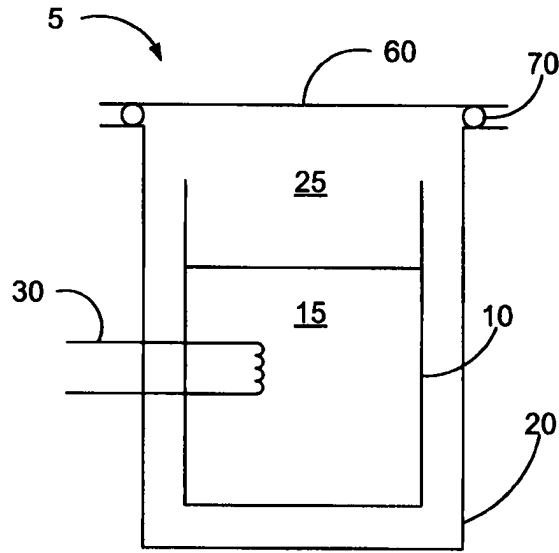


FIG. 1

Estado da técnica

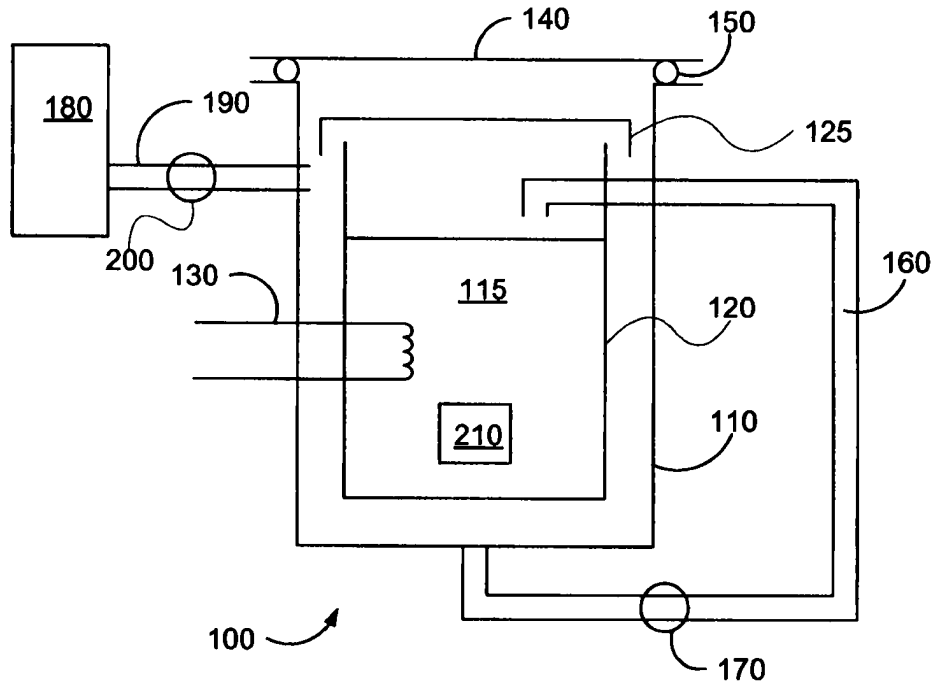


FIG. 2

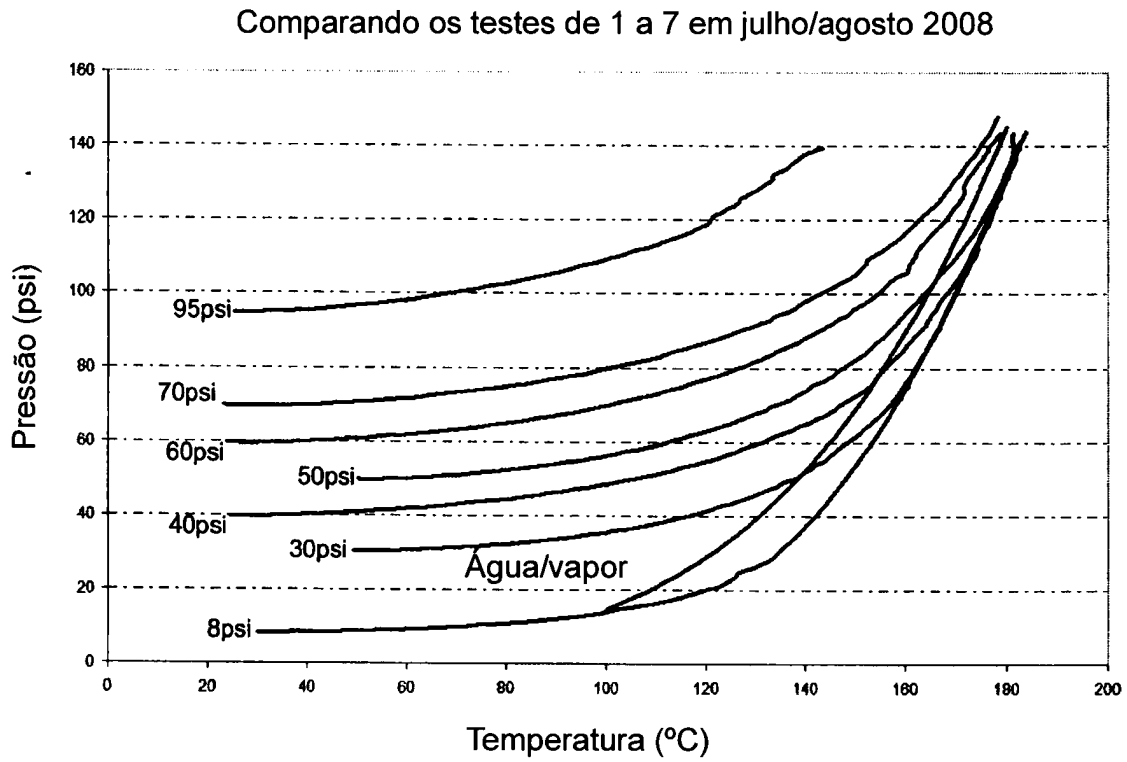


FIG. 3

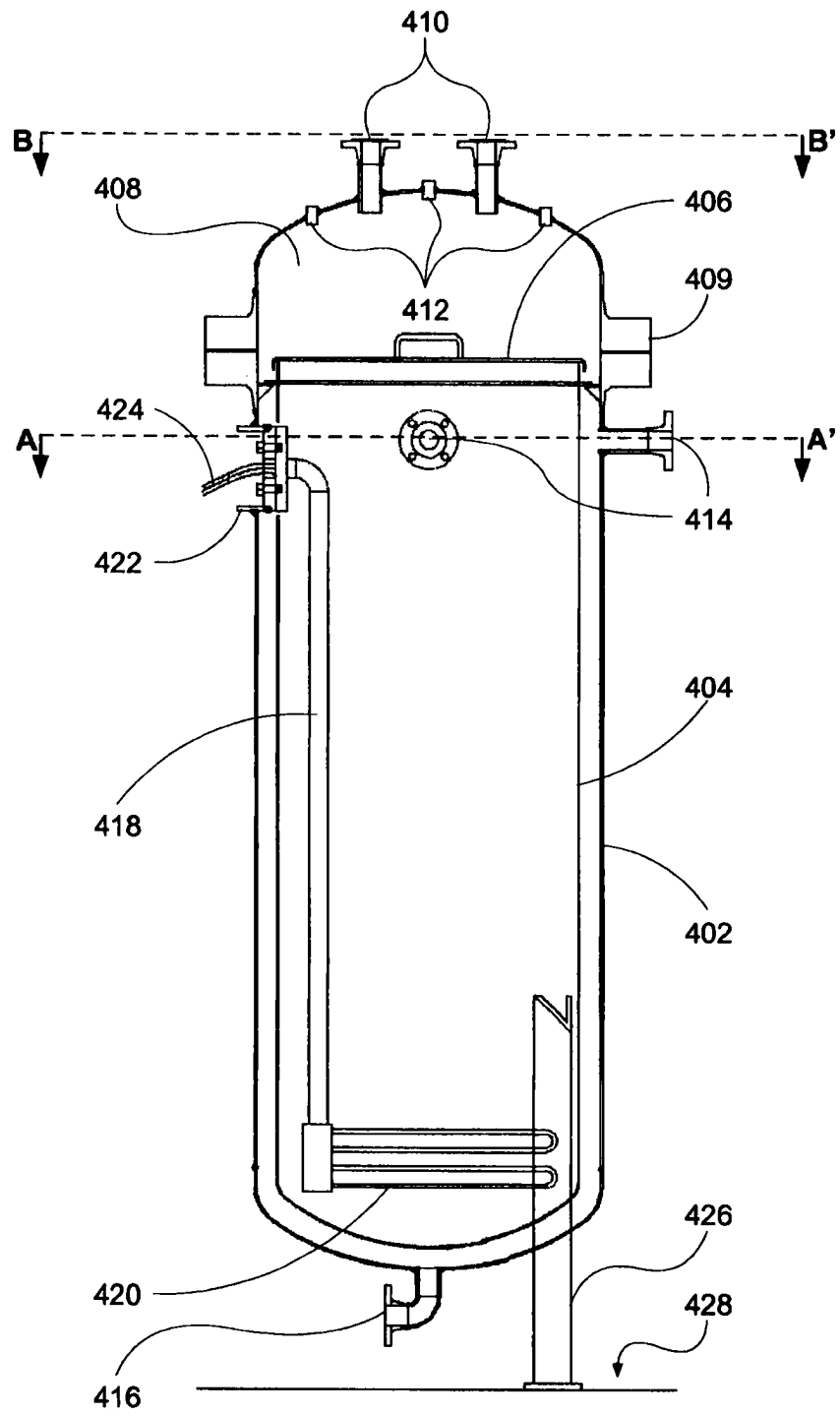


FIG. 4

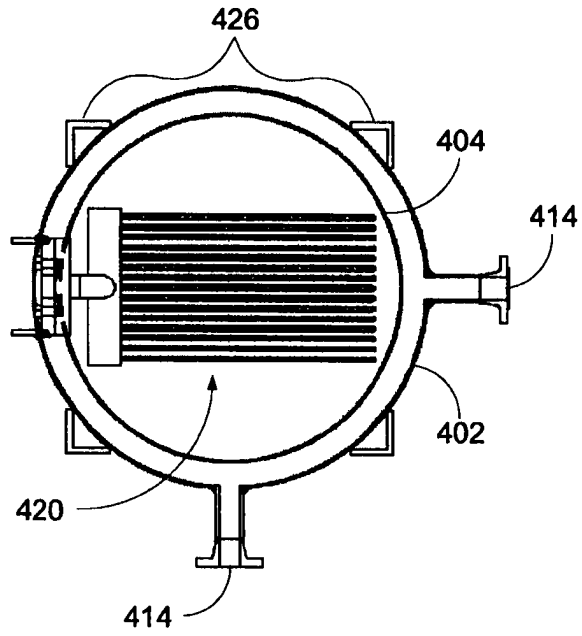


FIG. 5

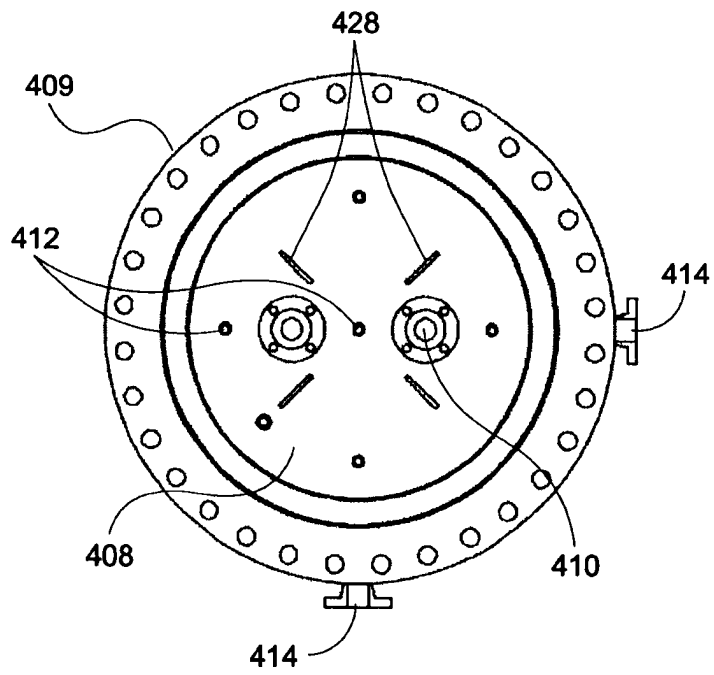


FIG. 6

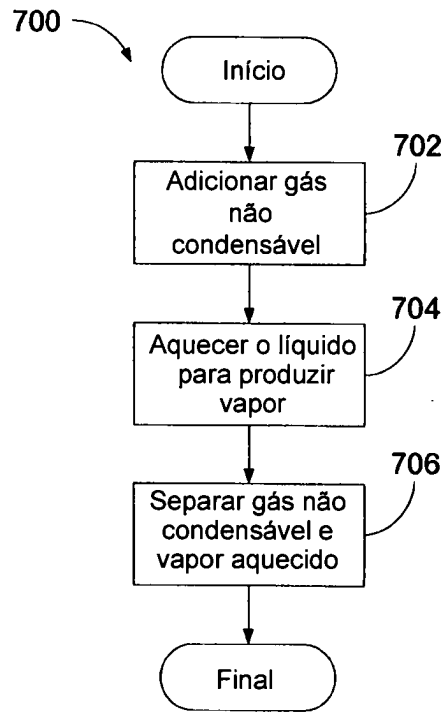


FIG. 7

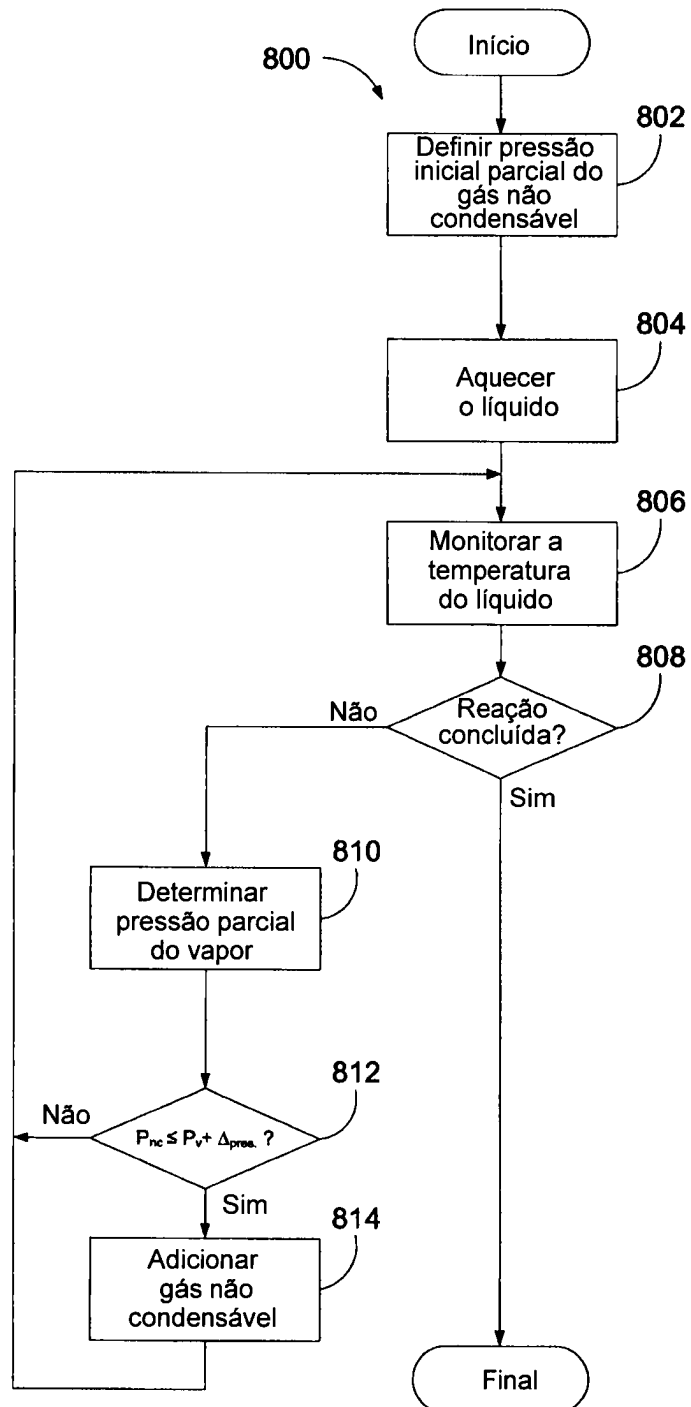


FIG. 8

- novo quadro reivindicatório (total de 27 reivindicações), para processamento na fase nacional brasileira.

•  
-  
-

•

•

•

4