



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2015 00044**

(22) Data de depozit: **22.01.2015**

(41) Data publicării cererii:
30.10.2015 BOPI nr. 10/2015

(71) Solicitant:
• **FITI ALEXANDRU,**
STR. PROF. DR. DIMITRIE GRECESCU
NR. 16, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:
• **FITI ALEXANDRU,**
STR. PROF. DR. DIMITRIE GRECESCU
NR. 16, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;

• **DRAGOESCU MARIUS,** STR. STICLARI
NR. 23BIS, BOLDEȘTI-SCĂENI, PH, RO;
• **DUMITRU NICOLAE,**
STR. RODUL PĂMÂNTULUI NR. 2, BL. P1,
SC. C, AP. 45, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B,
RO;
• **PEREBICEANU ADRIAN,**
ATR. ARGEȘULUI NR. 82, OLTENIȚA, CL,
RO;
• **AXINTE SORIN MIRCEA,**
BD. ION MIHALACHE NR.40, BL.33B,
AP.10, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO

(54) REACTOR INDUSTRIAL CU ÎNCĂLZIRE MIXTĂ ÎN CÂMP DE MICROUNDE

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un reactor chimic industrial, cu încălzire mixtă, bazată atât pe încălzirea prin iradierea cu microunde, cât și pe încălzirea conductivă. Reactorul conform invenției este format din corpul (1) reactorului, de formă cilindrică, prevăzut, la partea superioară, cu un capac (2) ce se montează etanș de corp (1) și de fundul (3) reactorului, pe care sunt prevăzute locașuri pentru montarea unui sistem (4) de iradiere cu microunde, și un ștuț (5) de golire ce are fixat, la capătul exterior, un robinet cu acționare manuală sau electrică, sistemul (4) fiind constituit dintr-o fereastră (6) de cuarț fixată cu o flanșă (7) de adaptare pe care se montează un ghid (8) de undă, în montaj cu un magnetron (9), iar pe capac (2) se montează un sistem de agitare a masei de reacție, constituit dintr-un motor (12) electric, un reductor (13) și un agitator (14), și o gură (15) de vizitare, un ștuț (16) de alimentare, un ștuț (17) pentru alimentare cu gaz inert, un ștuț (18) de alimentare cu solvenți și un sistem (20) tip teacă, pentru un senzor de temperatură. În exterior, pe corpul (1) reactorului, este depus un film (21) de ceramică încălzit prin intermediul unor sisteme de generare a microundelor dispuse circular în jurul corpului (1) reactorului, pe unul sau mai

multe niveluri, fiecare sistem de generare a microundelor fiind constituit dintr-un magnetron (22) cuplat cu un ghid de undă (23).

Revendicări: 5
Figuri: 2

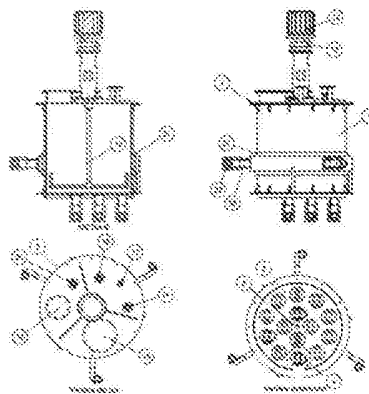


Fig. 1



a 2015 00044
22-01-2015

24

REACTOR INDUSTRIAL CU INCALZIRE MIXTA IN CAMP DE MICROUNDDE

Inventia de fata se refera la un reactor chimic industrial cu incalzire mixta bazata atat pe incalzirea prin iradierea cu microunde cat si incalzirea conductiva, la temperaturi inalte, operat in mod discontinuu pentru diferite procese de solvoliza a materialelor plastice precum si a unor reactii de polimerizare la presiuni de mici.

Este cunoscut faptul ca procesele chimice industriale actuale pentru sunt in general energofage. In cazul incalzirii conventionale utilizand incalzirea cu abur, cu ulei sau electrica, incalzirea masei de reactie presupune transferul termic de la peretele incalzit al reactorului catre intreaga masa. Dezavantajele pe care le prezinta incalzirea conventionala sunt:

- incalzirea se face de la exterior catre interior conducand la aparitia unor gradienti termici care pot conduce la degradari ale constituentilor sau la obtinerea unor produse de reactie diferiti
- durata ridicata a sintezelor chimice, de la cateva ore la 1 – 2 zile
- sunt necesare mai multe echipamente in procesul tehnologic.

Dezavantajele proceselor industriale actuale pot fi rezolvate prin realizarea unui reactor de capacitate industriala incalzit prin iradiere cu microunde, prezentand urmatoarele avantaje:

- incalzirea masei de reactie se produce rapid in intreagul volum
- este necesar un singur echipament
- consumurile energetice sunt reduse (15 – 20%)
- incalzirea este rapida si usor de controlat
- se reduce durata de sinteza in medie cu 1 pana la 2 ordine de marime
- randamentul reactiei este mai ridicat, bazat pe prezenta microundelor in masa de reactie
- reduce aparitia reactiile secundare.

Utilizarea incalzirii cu microunde in sinteza organica este prezenta inca din anul 1986. La nivel de reactor cu microunde pentru cercetare in laborator, volumele amestecului de reactie erau intre 1 – 5 ml, lucrând cu echipamente in modul monomod. Dupa anul 2003 are loc o crestere a volumelor de reactie la 50 pana la 2000 ml, echipamentele putand lucra fie in mod monomod fie in mod multimod. Din perspectiva volumului vasului de reactie (camera de reactie), este cunoscut faptul ca dezvoltarea

tehnologiei microundelor pentru aplicatii industriale necesita o proiectare adecvata in functie de regimul procesului, continuu sau discontinuu.

Cercetarile in domeniu au aratat ca trecerea de la nivel de laborator la nivel industrial privind proiectarea si executia unor camere de reactie de dimensiuni industriale prezinta o serie de inconveniente dintre care, principalele sunt:

- cresterea pierderii de caldura
- adancimea de penetrarea limitata microundelor in material (doar cativa cm pentru frecventa de 2,45 GHz)
- costuri asociate construirii aplicatoarelor.

Studiile efectuate au aratat posibilitatea aplicarii directe a sintezelor asistate de microunde in procesele discontinue la scara industriala, efectuate in vase de reactie deschise sau inchise. Factorul limitativ din considerente de siguranta il constitue presiunea de vapori generata de solventul supraincalzit, datorita formarii punctelor fierbinti in masa de reactie. Pentru utilizarea unor reactoare de dimensiuni industriale, este necesara identificarea si proiectarea unor de sisteme de siguranta mai complexe si expertiza tehnica precum si de proces mai avansate.

Sunt cunoscute reactoare chimice la nivel de laborator cu incalzire in camp de microunde la temperaturi inalte si diferite presiuni, operate continuu sau discontinuu.

Brevetul CN103599742 descrie un reactor cu microunde care functioneaza la presiuni si temperaturi ridicate, iradierea cu microunde facandu-se in aplicator (incinta reactorului) folosind surse de microunde montate radial in peretele camerei de reactie.

Brevetul US 8383053 B2 se refera la un reactor cu microunde in care iradierea cu microunde se face din interiorul aplicatorului, echipat cu sistem de racire care poate fi montat in interiorul sau in exteriorul reactorului. Injectia de microunde se face direct in amestecul de reactie, cu ajutorul unui ghid de unda special.

Brevetul US 8263917 B2 prezinta un sistem de incalzire al unui fluid avand in componenta un generator de microunde si un ghid prin care se propaga energia , trecerea substantei de incalzit facandu-se printr-o serpentina din material care nu absoarbe energia microundelor. Incalzirea se realizeaza prin trecerea unor cantitati mici de sustanta in camp de microunde.

Dezavantajele pe care le prezinta utilizarea unor echipamentele realizate conform specificatiilor tehnice din brevetele mentionate constau in:

- cantitatile mici de substante ce se pot expune iradierii cu microunde
- omogenizarea redusa a materiilor prime in special a reactiilor in care materiile prime sunt in stare solida si lichida, respectiv au vascositati ridicate fie la inceput de proces sau la final de proces
- probleme de neomogenitate a campului de microunde in aplicator (camera de reactie).

Problema tehnica pe care o rezolva inventia de fata consta in realizarea unui reactor chimic industrial compact, de capacitate mare, in care pentru incalzirea masei de reactie utilizeaza incalzirea mixta bazata atat pe incalzirea prin iradierea cu microunde cat si incalzirea conductiva, in vederea solvolizei materialelor plastice la temperaturi ridicate. Incalzirea cu microunde presupune iradierea masei de reactie pe la partea inferioara a aplicatorului, injectia microundelor in camera de reactie se realizeaza prin intermediul unor fante etansate cu ajutorul unor ferestre de cuar. Incalzirea conductiva se realizeaza prin iradierea unui strat de material ceramic susceptibil la microunde depus pe exteriorul peretelui aplicatorului, folosind un ansamblu de magnetron dispuse radial in jurul acestuia.

Camera de reactie conform inventiei presupune un reactor realizat din otel inoxidabil utilizat ca aplicator de microunde. Se da in continuare un exemplu de realizare a reactorului industrial cu incalzire mixta in camp de microunde, in legatura si cu figurile Fig. 1 si Fig. 2 care reprezinta :

- Fig. 1, vedere de ansamblu a reactorului
- Fig. 2, vedere in sectiune longitudinala a sistemului de injectie a microundelor.

Reactorul este format din corpul reactorului 1 de forma cilindrica prevazut la partea superioara cu un capac 2 care se monteaza etans de corp si de fundul reactorului 3. Pe fund sunt prevazute locasuri pentru montarea sistemelor de iradiere cu microunde 4 si stutul de golire 5 care are fixat la

capatul exterior un robinet cu actionare manuala sau electrica. Sistemul de iradiere cu microunde **4** este constituit dintr-o fereastră de cuarț **6** fixata cu o flansa de adaptare **7** pe care se monteaza ghidul de unda **8**, care este in montaj cu un magnetron **9** ce lucreaza la frecventa de 2,45 GHz. Etansarea sistemului de injectie se realizeaza cu ajutorul garniturilor **10** si **11**.

Pe capacul **2** este montat un sistem de agitare a masei de reactie constituit dintr-un motor electric **12**, un reductor **13** si agitator **14**. Sistemul este prevazut sa lucreze la diferite turatii, fiind prevazut cu un convertizor de frecventa. Pe capacul **2** mai sunt prevazute o gura de vizitare **15**, un stut de alimentare **16**, un stut pentru alimentare cu gaz inert **17**, un stut de alimentare cu solventi **18**, un sistem tip teaca **20** pentru senzorul de temperatura.

In exterior, pe corpul reactorului **1** este depus un film de ceramica susceptoare la microunde **21**. Filmul de ceramica **21** este incalzit prin intermediul unor sisteme de generare a microundelor, dispuse circular in jurul corpului reactorului **1**, pe unu sau mai multe nivele. Fiecare sistem de generare a microundelor este constituit dintr-un magnetron **22** cuplat cu un ghid de unda **23**. Partea de comanda se realizeaza prin intermediul unui sistem de operare **24**.

Solutia tehnica conform inventiei referitoare la incalzirea cu microunde a reactorului presupune ca fundul reactorului este prevazut cu locasuri de montare pentru fixarea unor ferestre de cuarț. Suprafata totala a locasurilor de montare pentru ferestrele de cuarț trebuie sa fie intre 15 si 35% din aria fundului reactorului, de preferinta intre 15 – 25%. Locasul de montare pentru fixarea ferestrei de cuarț prezinta o prelucrare care sa asigure o buna etansare. Sistemul de montare si etansare este inovativ si fiabil pentru diferitele tipuri de medii agresive la temperaturi mari. Sistemul cu fereastră de iradiere folosind energia microundelor este constituit din: disc cuarț, elemente etansare, flansa de adaptare. Flansa de adaptare permite fixarea ghidului de unda pe corpul fundului reactorului. Sistemul de incalzire cu microunde presupune utilizarea unor generatoare de microunde care lucreaza pe frecventa de 2.45 GHz. Iradierea masei de reactie din incinta aplicatorului (reactor) se realizeaza prin intermediul unui sistem constituit din: magnetron cuplat cu un variator de putere, ghid de unda, flansa de adaptare, disc de cuarț cu elemente de etansare. Pentru asigurarea temperaturilor de reactie, sistemul de incalzire cu microunde conform inventiei asigura densitati de putere cuprinse intre zeci si mii de W/kg, de preferinta sute de W/kg. Sistemul de microunde este conectat la un sistem de termostatare care poate fi programat manual sau prin intermediul unui

program de operare, in vederea realizarii unui regim izoterm necesar pentru desfasurarea sintezelor stabilite.

In vederea realizarii incalzirii prin convecție, pe peretele exterior al reactorului este depus un strat de material ceramic susceptibil la microunde, zona acoperita avand o pondere din inaltimea reactorului cuprinsa intre 20 si 80 %, de preferinta intre 25 si 55% . Materialele care pot fi utilizate pentru formarea stratului pot fi din categoria ceramicilor rezistente la temperaturi ridicate, exemplificate prin carburi, nitruri sau boruri ale metalelor tranzitionale de preferat a celor din grupa a IV-a (Ti, Zr, Hf). Grosimea depusa de strat susceptor este cuprinsa intre 1 si 10 mm, de preferinta intre 3 si 6 mm. Metodele cunoscute de formare a unui strat de susceptor sunt depunerea chimica de vapori, turnarea, presarea uscata, presarea izostatica, sinterizare directa. In cazul prezentei inventii realizarea stratului susceptor depus se realizeaza de preferinta prin metoda de sinterizare directa.

Stratul de material depus este incalzit prin intermediul unui ansamblu de generare de microunde, dispus circular in jurul reactorului. Ansamblul de generare a microundelor conform inventiei consta dintr-un set de magnetroane care functioneaza pe frecventa de 2.45GHz, care iradiază stratul depus pe peretele exterior al reactorului prin intermediul unor ghiduri de unda. Pozitionarea ghidurilor de unda se face la o distanta de maxim x mm fata de suprafata peretelui reactorului. In functie de inaltimea reactorului se pot folosi intre 1 si 3 nivele de seturi de magnetroane, de preferinta intre unu si doua seturi. Numarul de magnetroane dintr-un set, per nivel, este cuprins intre 3 si 9 magnetroane, de preferinta intre 4 si 6 magnetroane. Fiecare sistem de magnetroane este conectat la un senzor de temperatura cu control de programare a temperaturii. Senzorul este imersat in masa de reactie pentru a avea un control asupra temperaturii sintezei. Programatorul de temperatura permite setarea unei temperaturi constante de lucru, in vederea mentinerii unui regim izoterm.

Pe reactorul realizat conform inventiei este montat un capac. Capacul este prevazut cu o serie de elemente: amestecator, gura de vizita, gura de alimentare materiale solide sub forma de fulgi sau pulverulente, stuturi pentru fittinguri cu utilizari diferite (supapa siguranta, introducere aditivi, gaze inerte, masurarea presiunii). Amestecatorul este actionat de un motor electric cu reductor care asigura gama de turatii necesara diferitelor reactii chimice ce se pot realiza in reactor. Constructiv,

axul amestecatorului asigura posibilitatea montarii diferitelor tipuri de capete de amestecare (tip ancora, elice, ancora cu spargator de val, etc.).

Este cunoscut faptul ca masurarea temperaturii in masa de reactie pentru sisteme incalzite cu microunde se poate face prin intermediul unor dispozitive tip termocuplu, termometru cu infrarosu sau piometru. Reactorul conform inventiei este prevazut cu puncte de masurare a temperaturii in zona inferioara si pe capac, folosind termometre cu termocuplu ecranat.

Pe capac este montat un manometru de presiune pentru a urmari evolutia fazei de vapori in timpul procesului. Pentru siguranta procesului se utilizeaza un senzor de proximitate care este conectat cu capacul de alimentare a reactorului in vederea operarii in conditii de siguranta cu echipamentul. In momentul in care capacul de alimentare este deschis, este deconectata alimentarea de la generatorul de microunda, pornirea accidentala a iradierii nefiind posibila.

Pentru evitarea formarii de atmosfera exploziva in reactor, inainte de inceperea sintezei cat si pe parcursul acesteia, acolo unde se impune, se introduce un gaz inert, de preferinta azot, pentru a dezlocui masa de aer existent in incinta libera si in masa de reactie. Debitul de gaz inert se regleaza in functie de capacitatea reactorului, masa de reactie si cinetica de reactie.

REVENDICARI

1. Reactor chimic industrial pentru temperaturi ridicate caracterizat prin aceea ca incalzirea reactorului este mixta, bazata atat pe incalzirea cu microunde cat si pe incalzirea prin convecție.
2. Reactor conform revendicarii 1 caracterizat prin aceea ca incalzirea cu microunde a masei de reactie se realizeaza prin iradierea la o frecventa de 2,45 GHz, prin ferestre de cuarț montate gaurile tehnologice realizate pe fundul reactorului, etansate prin garnituri rezistente la temperaturi mari si diferiti solventi, suprafata totala a golurilor tehnologice pentru ferestrele de cuarț fiind cuprinsa intre 15 si 35% din aria fundului reactorului, de preferinta intre 20 – 25%.
3. Reactor conform revendicarilor 1 si 2, caracterizat prin aceea ca incalzirea prin convecție se realizeaza prin intermediul unui strat susceptor la microunde depus pe peretele exterior al reactorului, zona acoperita avand o pondere din inaltimea reactorului cuprinsa intre 20 si 80 %, de preferinta intre 25 si 55%, materialul susceptor fiind din categoria borurilor, carburilor sau nitrurilor, de preferinta carburi, cu grosimi de strat susceptor depus cuprinse intre 1 si 10 mm, de preferinta intre 3 si 6 mm, depus prin sinterizare directa.
4. Reactor conform revendicarii 3, caracterizat prin aceea ca incalzirea stratului susceptor se realizeaza cu ajutorul unor seturi de magnetroane dispuse circular pe 1 pana la 3 nivele, de preferinta intre unu si doua seturi, numarul de magnetroane dintr-un set, per nivel, fiind cuprins intre 3 si 9 magnetroane, de preferinta intre 4 si 6 magnetroane, frecventa microundelor fiind de 2.45GHz.
5. Reactorul conform revendicarilor 1, 2, si 3 caracterizat prin aceea ca, masurarea temperaturii se face prin intermediul unor termocuple montate in circuit cu sistemele de magnetroane si progamatoare de temperatura manuala si automata, in vedrea asigurarii regimurilor izoterme necesare desfasurarii diferitelor sinteze chimice.

α2015 00044 --

2 3 -01- 2015

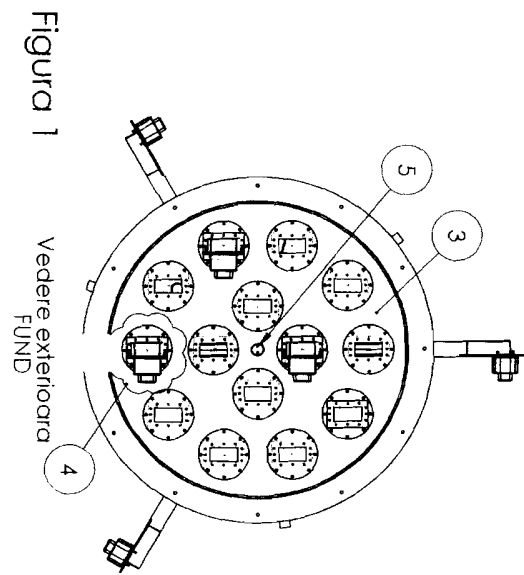
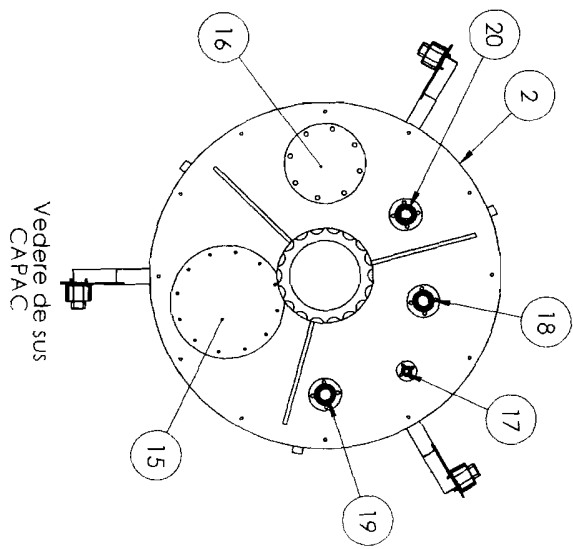
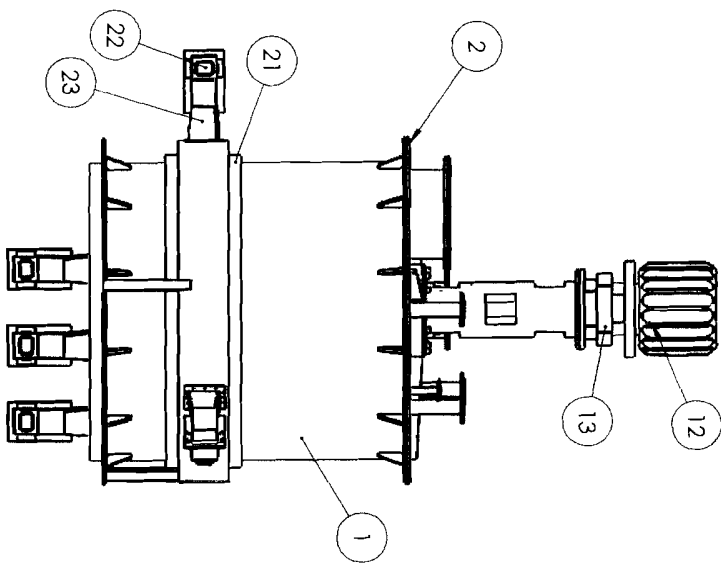
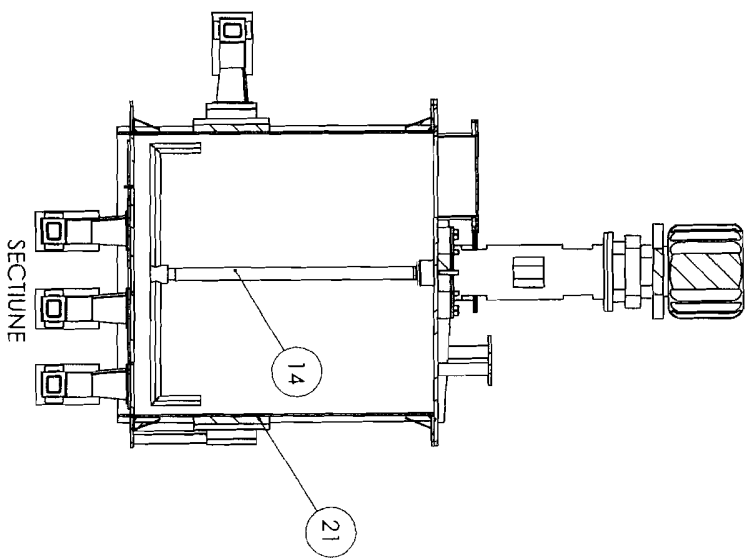


Figura 1

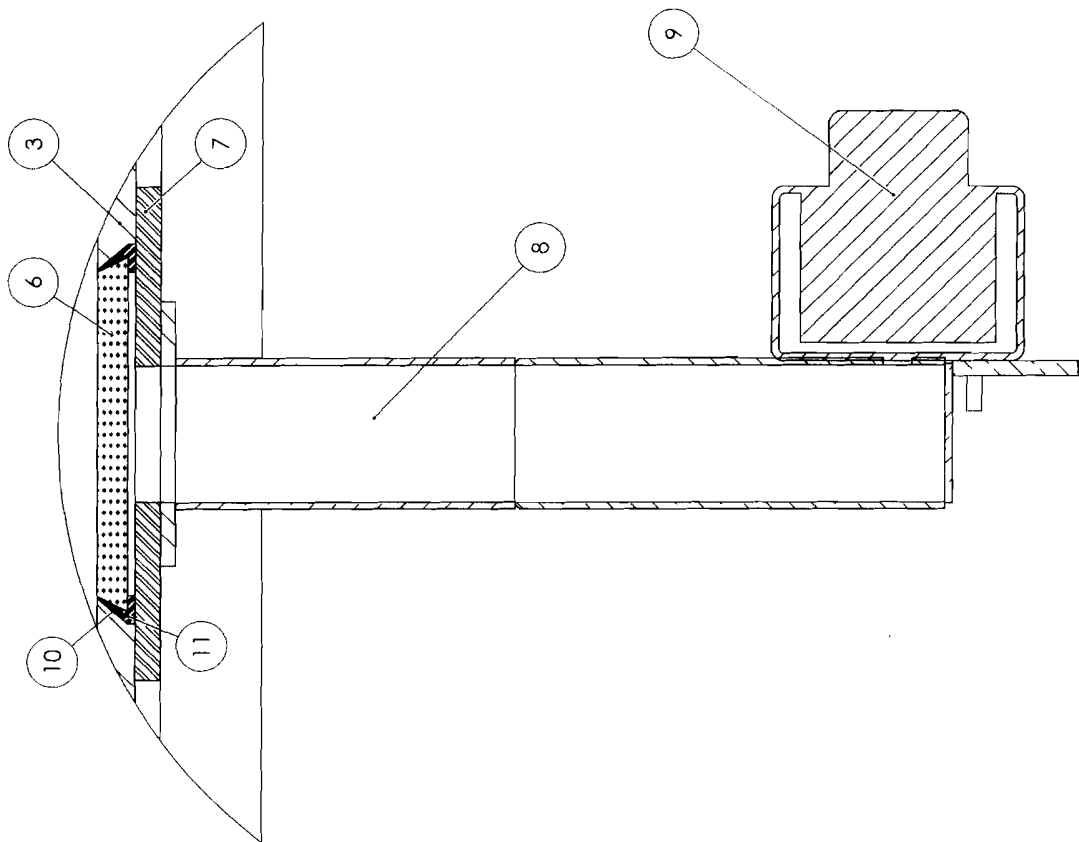


FIGURA 2