

UMA AUTOCLAVE* DE ALTA PRESSÃO, "MADE IN BRAZIL"

Ulf F. Schuchardt, F. A. Pereira Matos

*Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas
Caixa Postal 1170 - CEP 13.100 - Campinas, S. Paulo, Brasil*

Carlos Leal, E. M. A. Peixoto

*Instituto de Química, Universidade de São Paulo
01000 - São Paulo, SP., Brasil*

(Recebido em 21/08/1980)

I - INTRODUÇÃO:

A técnica de alta pressão é pouco usada, em nosso país, devido as dificuldades na aquisição da aparelhagem apropriada. Por outro lado, reações sob altas pressões podem ser muito importantes para reagir gases com líquidos e/ou sólidos. Por exemplo, a liquefação da biomassa através da hidrogenação direta somente é possível aplicando-se gases sob altas pressões.

Construímos duas autoclaves com capacidade de 200 ml que podem ser usadas em temperaturas até 400°C e com pressões até 500 barr. As plantas destes reatores foram fornecidas pelo Max-Planck Institut für Kohlenforschung, Mülheim-Ruhr, Alemanha Ocidental. Estes dois reatores estão em uso no nosso laboratório há mais de um ano, sem apresentarem nenhum problema. Descrevemos, a seguir, os detalhes técnicos e operacionais destes reatores.

II - DESCRIÇÃO TÉCNICA:

A autoclave foi totalmente construída em aço inoxidável 316. A Figura 1 mostra toda a autoclave dimensionada, vista como duas partes, Tampa (A) e Recipiente (B). A vedação entre as partes A e B é feita por contato direto aproveitando um sistema de três diferentes ângulos na superfície de contato. A superfície de contato da parte A começa com um ângulo de 10° que, em seguida, é aumentado para 25°. Na parte B, a superfície interna de contato tem um ângulo constante de 15°. Estas superfícies devem ser bem polidas para permitirem uma perfeita vedação no interior da autoclave.

A Figura 2 mostra a vista de cima da parte A da autoclave mostrando as localizações exatas das três bocas que permitem alimentá-la e controlar a pressão e temperatura no seu interior, por meio de um manômetro e de um termopar. A boca *a* permite a introdução de líquidos, sem que as partes A e B sejam separadas, e é fechada por meio de um parafuso utilizando-se um anel de vedação de cobre. Na boca *b* é colocado um tubo, de aço 316, de 100 mm de comprimento com diâmetro interno de 6 mm e externo de 15 mm, fechado na outra extremidade, que permite a introdução de um termopar. Na boca *c* é colocado um outro tubo, de aço 316, de 50 mm de comprimento com diâmetro interno de 3 mm e externo de 30 mm, que permite colocar na outra extremidade uma válvula de agulha. No meio deste tubo é feito um furo rosqueado onde coloca-se o manôme-

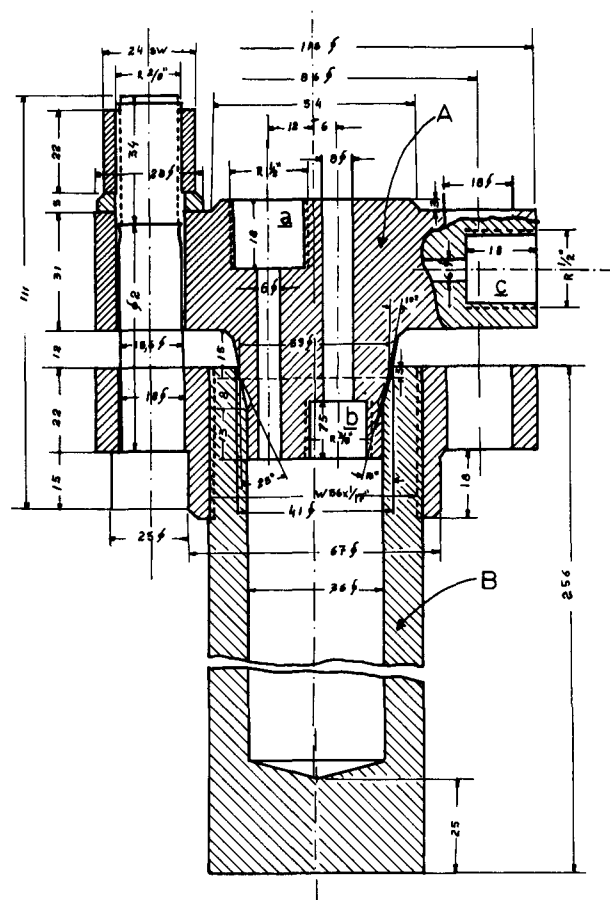


Fig. 1 - Tampa e recipiente da autoclave de alta pressão. Vista frontal com dimensões.

tro. Nesta parte da autoclave é feita a carga e descarga dos gases. Todas as roscas são vedadas com o uso de anéis de cobre.

A Figura 2 mostra também a posição exata dos seis parafusos que mantêm as partes A e B conectadas durante a sua operação. A Figura 3 mostra o dimensionamento dos parafusos, porcas e arruelas, que são usadas na conexão das partes A e B.

A pressão de teste desta autoclave é 600 barr. Acima desta pressão ocorre uma deformação por elongação, dos seis parafusos, deixando os gases escaparem sem destruição do corpo da autoclave. A simples substituição dos parafusos danificados permitirá a reutilização da autoclave.

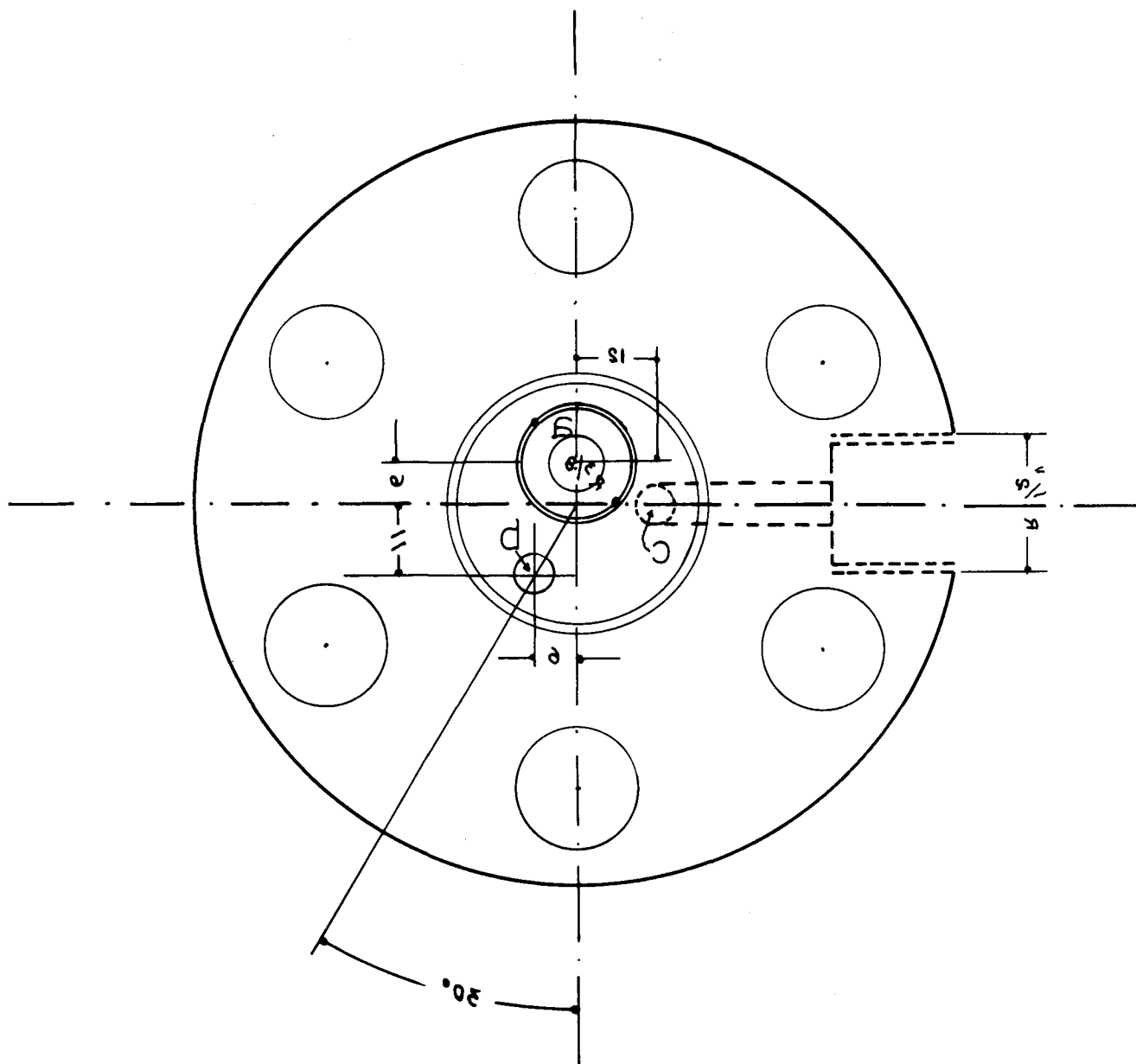


Fig. 2 - Vista superior da tampa da autoclave com a localização exata das bocas de alimentação.

Obs.: Uma das nossas autoclaves tem a parte B feita de uma única peça, enquanto a outra tem a parte superior rosqueada no cilindro do reator. Ambas autoclaves não apresentaram vazamento; assim sendo recomendamos fazer a parte B em duas peças devido à redução nos custos da fabricação.

III - OPERAÇÕES COM A AUTOCLAVE

A autoclave deve ser usada com cuidado para não danificar as superfícies de contato das partes A e B. Após colocar os reagentes sólidos no corpo da parte B, a autoclave é fechada aproximando paralelamente a parte A até um perfeito assentamento na parte B. Os parafusos são colocados e apertados em posições opostas lenta e alternadamente, a fim de evitar o desgaste mecânico, tanto das superfícies

de contato como das roscas dos parafusos. Os reagentes líquidos são colocados usando-se a boca *a* que é posteriormente fechada com um parafuso. Através de um tubo de cobre, conectado no cilindro de gás, introduz-se o gás na válvula de agulha, colocada na extremidade do tubo da boca *c*. A pressão interna da autoclave é lida num manômetro "Record" de 100 mm de diâmetro e é ajustada por meio da válvula de agulha.

A autoclave é colocada em uma manta com resistência elétrica de 1000 watts que encontra-se montada sobre um suporte que permite a agitação mecânica horizontal com uma frequência aproximada de 1 CPS. A temperatura interna da autoclave é medida com um termopar, colocado no interior do tubo da boca *b*, e controlada por meio de um reóstato ligado a resistência elétrica.

Após completada a reação, deixa-se resfriar a autoclave.

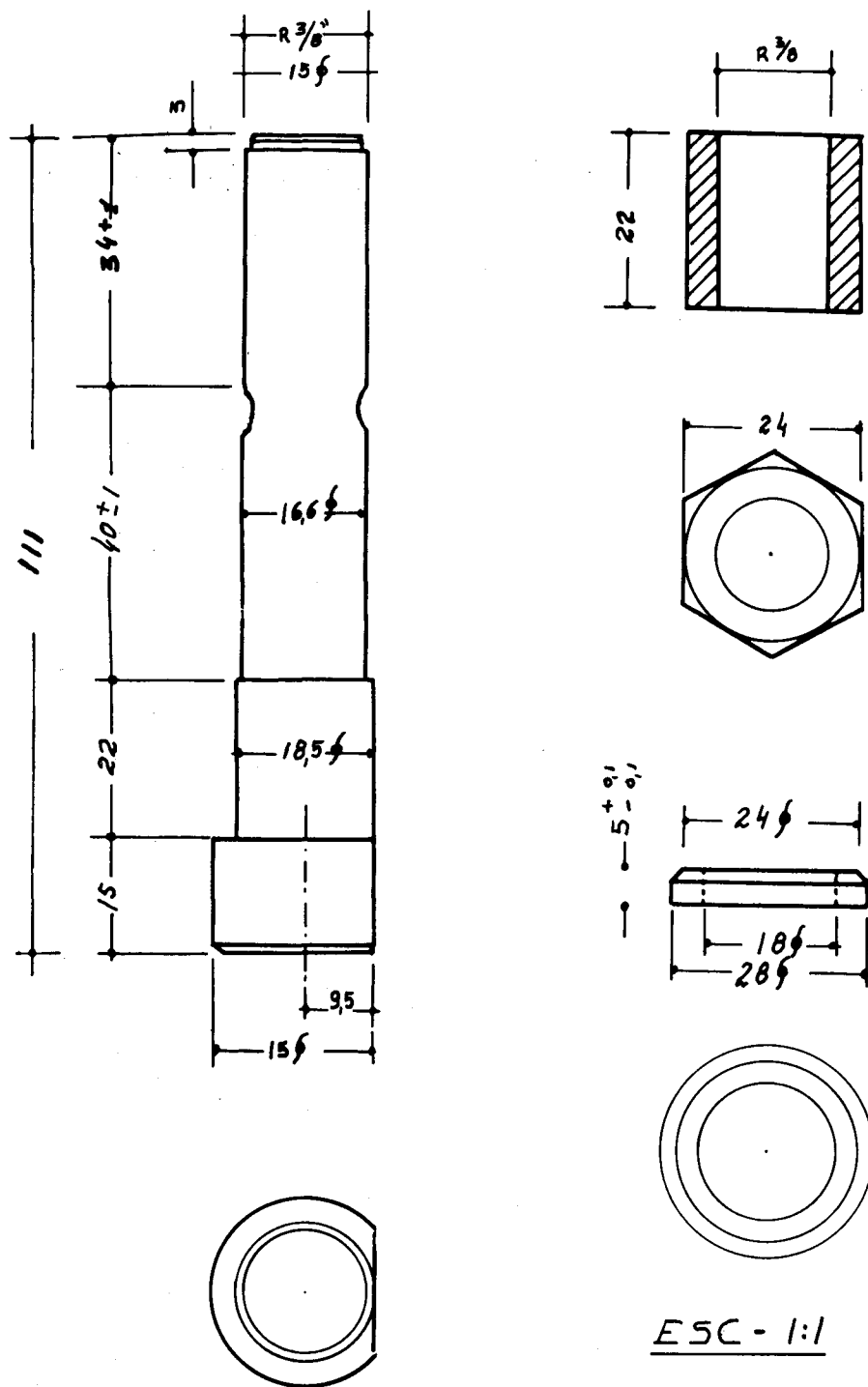


Fig. 3 - Detalhes dos parafusos, porcas e arruelas da autoclave.

Em seguida, recolhemos os gases condensáveis da reação em um "trap" mergulhando em nitrogênio líquido, abrindo lentamente a válvula de agulha. Com a abertura do parafuso da boca *a* retiramos os produtos líquidos da autoclave. Para a retirada dos produtos sólidos desconectamos as partes A e B da autoclave.

Obs.: - Os manômetros de marca "Record", de 100 mm, mostraram em nossas experiências, maior durabilidade.

- As válvulas tipo agulha devem ser polidas internamente, quando apresentarem vazamento, para a remoção de produtos da reação aderidos na superfície da agulha.

- As nossas válvulas tipo agulha apresentam dificuldades na regulação da vazão, mas outros tipos de válvulas apresentaram pouca durabilidade em nossas experiências.
- Os anéis de cobre usados nas diversas conexões da parte A devem ser trocados a cada dez experiências.
- Para maior segurança aconselhamos fazer reações com a autoclave em um compartimento separado do laboratório.

*Trabalho financiado pela FAPESP/UNICAMP.