

Agradecemos: aos professores Jean Marie Bernassau, da Escola Politécnica em Palaiseau; Anita Marsaioli e Aderbal Magalhães, da UNICAMP; Nídia Franca Roque e Luis Carlos Roque, da USP, pelos espectros de RMN<sup>13</sup>C. Ao Dr. Kurt L. Loening, Diretor do "Chemical Abstracts Service", por haver dado nome a III, IV e V com base nas regras de nomenclatura da IUPAC. Ao CNPq pelo financiamento da pesquisa.

## NOTA TÉCNICA

### DISPOSITIVO PARA A INJEÇÃO DE REAGENTES EM AUTOCLAVES DE ALTA PRESSÃO

William G. Dodd

*Departamento de Química, Instituto de Ciências Exatas da UFMG  
Caixa Postal 702 – CEP 30000 – Belo Horizonte (MG), Brasil*

(Recebido em 23/09/82)

## I – INTRODUÇÃO

A introdução de reagentes nas reações a alta pressão em autoclaves é complexa, em virtude da necessidade de vencer a pressão interna. Uma das dificuldades encontradas é dosar a quantidade do reagente, devido a sua retenção nas tubulações e válvulas. Dispositivos para este fim não são encontrados no comércio, em nosso País, e a alternativa é desenvolvê-los com nossos próprios recursos.

Nesta Nota Técnica descrevemos um dispositivo de injeção de reagentes líquidos em autoclaves de alta pressão capaz de operar com líquidos até 250°C e de dosar, com excelente precisão, a quantidade de reagente injetado. O dispositivo foi construído a partir de componentes de baixo custo e de uso corrente na indústria automotiva, podendo operar até pressões de 100 atmosferas. O dispositivo injetor dosador foi usado para introduzir uma solução aquosa de cianeto de sódio quando se efetuou a síntese da N-fenilaminoacetnitrila (produto intermediário na síntese do corante índigo blue) em um reator tipo PARR, série 4500, a 3 atm. e 70°C.

## II – DESCRIÇÃO TÉCNICA

O dispositivo é mostrado esquematicamente na Figura 1. Na entrada da válvula de alívio de gás B, do reator A, é rosqueada a válvula de retenção de pressão C. Esta é mostrada na Figura 2 e descrita em detalhe mais abaixo.

- <sup>1</sup>H. O. House, J. K. Larson e H. C. Muller, *J. Org. Chem.*, **33**, 961 (1968).
- <sup>2</sup>S. Kowai, S. Tanaka e T. Nishiwaski, *Chem. Abst.*, **54**, 24260 a (1960).
- <sup>3</sup>F. J. Quillin and R. Robinson, *J. Chem. Soc.* 1097 (1938).
- <sup>4</sup>Gouvan C. de Magalhães, José A. S. Cabral e Thierry Prangé, *Tetrahedron Lett.*, 4655 (1980).

Um tubo metálico, capaz de resistir a alta pressão, interliga a válvula de retenção C à saída E da bomba injetora H. A bomba H foi obtida de Robert Bosch do Brasil, sendo utilizada industrialmente no teste de bicos injetores de óleo diesel. Esta bomba foi adaptada, removendo-se o manômetro para evitar retenção indevida do reagente. Seu depósito de óleo foi também retirado, adaptando-se em seu lugar uma bureta G, que serve como depósito e medidor da quantidade de reagente injetada. A bureta é interligada à bomba injetora por meio de uma mangueira F, de latex ou plástico.

## III – OPERAÇÃO DO DISPOSITIVO

A operação do dispositivo de injeção de reagente é extremamente simples e prática. Após cuidadosa lavagem e limpeza da bomba e tubulações com solvente apropriado, introduz-se o reagente na bureta. Estando a válvula B de alívio da autoclave fechada, desatarracha-se parcialmente a válvula de retenção C e atua-se a bomba manual, para realizar a purga da bomba e das tubulações. Após assegurar-se que o dispositivo está totalmente purgado, e que não há bolhas de ar retidas nas tubulações, reaperta-se a válvula de retenção C. Estas operações tornam o sistema

pronto para o uso. Para prosseguir basta abrir a válvula de alívio B, marcar o nível inicial do reagente na bureta e atuar a bomba, até que a quantidade de reagente desejada, medida diretamente na bureta, seja introduzida na autoclave.

#### IV – DETALHAMENTO DOS COMPONENTES

A construção da válvula de retenção C é mostrada na Figura 2. A flange J e sua porca de fixação I foram construídas em latão, sendo a flange J soldada ao tubo metálico D. Este é de aço carbono, adequado para altas

pressões e foi obtido comercialmente de Robert Bosch do Brasil, sendo correntemente utilizado em motores diesel para interligar a bomba injetora ao bico injetor do motor.

O corpo O da válvula de retenção foi torneado em aço carbono e a válvula propriamente dita L foi comprada também da firma já citada. A mola N é de fio de aço nº 20, com 6 espirais. As arruelas K e M são de teflon e têm por finalidade vedar o conjunto. A bomba injetora H é de operação manual, foi adquirida do mesmo fornecedor e é do tipo EFEP003B/BR com número de série 9680082000, sendo de uso corrente em testes dos bicos injetores Bosch. A válvula L tem número de série 1418502001.

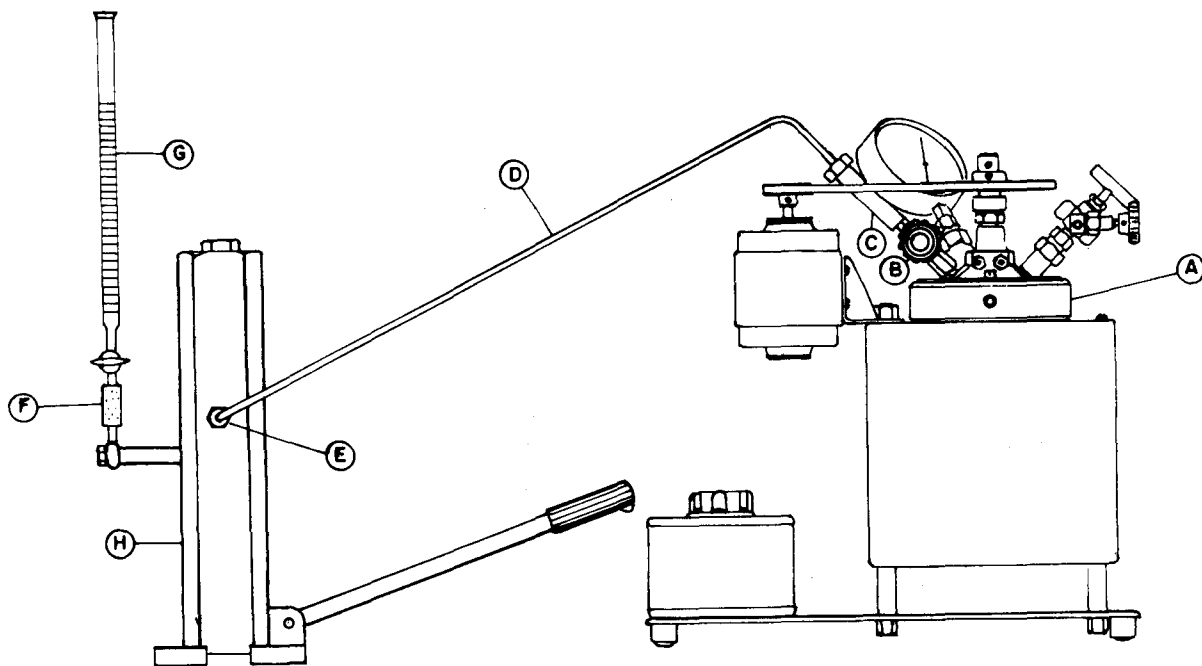


Fig. 1 - Esquema do dispositivo de injeção de reagentes

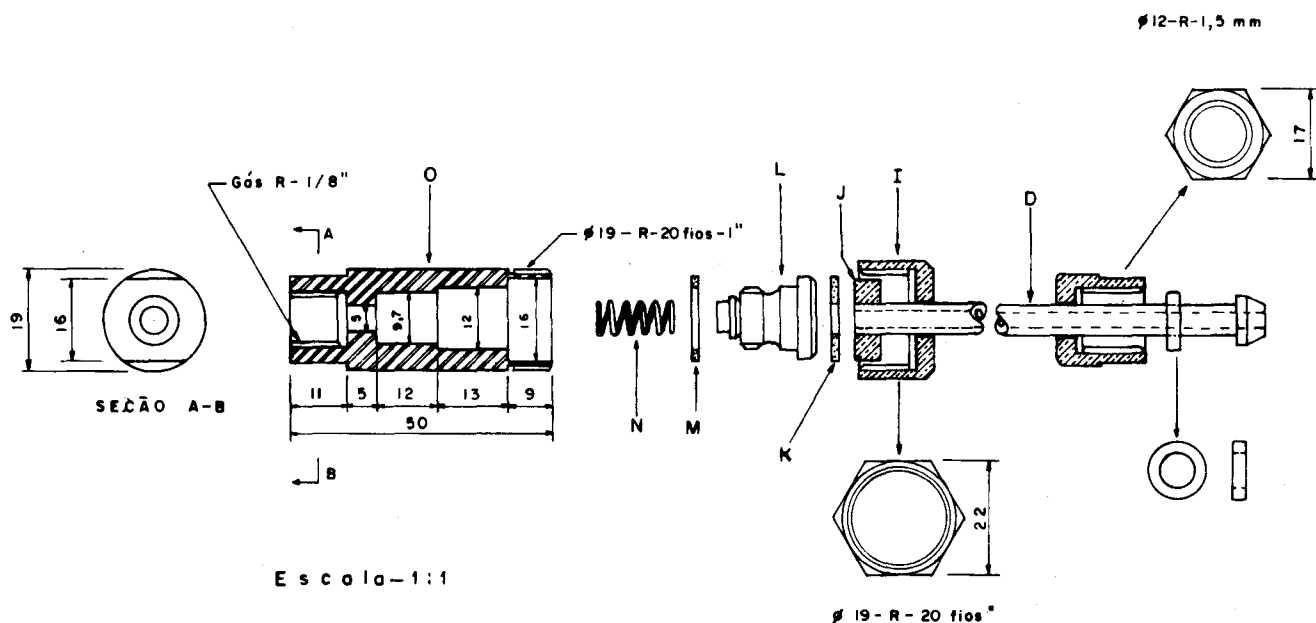


Fig. 2 - Detalhes da válvula de retenção de pressão C