



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2009년05월08일  
(11) 등록번호 10-0896369  
(24) 등록일자 2009년04월28일

(51) Int. Cl.

B01J 8/22 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2003-7013917

(22) 출원일자 2003년10월24일

심사청구일자 2007년03월27일

번역문제출일자 2003년10월24일

(65) 공개번호 10-2004-0015133

(43) 공개일자 2004년02월18일

(86) 국제출원번호 PCT/EP2002/004653

국제출원일자 2002년04월26일

(87) 국제공개번호 WO 2002/087723

국제공개일자 2002년11월07일

(30) 우선권주장

10120801.4 2001년04월27일 독일(DE)

(56) 선행기술조사문헌

US05799877 A1

WO1990008127 A1

전체 청구항 수 : 총 15 항

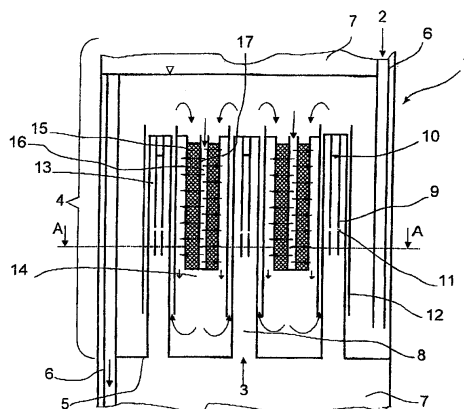
심사관 : 이대원

(54) 기체-액체 반응용 리액터 및 리액터에서 기체-액체 반응을 실행하기 위한 방법

(57) 요약

본 발명은 수직 중축을 구비하고, 리액터(1)의 상부 영역에 있는 액체 또는 액체-고체 공급 유동의 유입구(2)와, 리액터(1)의 하부 영역에 있는 기체 유동의 유입구(3)를 포함하는 기체-액체 또는 기체-액체-고체 반응용 리액터에 관한 것이다. 또한, 리액터는 종방향으로 적층된 적어도 두 개의 챔버(4)를 포함하여, 챔버들(4)은 방수성 바닥(5)을 통해 서로 분리된다. 각 챔버(4)는 각 일류관(6)을 통해 바로 하부에 위치된 챔버(4)와 연결되고, 액체 생성물 흐름이 최하부 챔버(4)의 일류관(6)을 통해 추출된다. 각 챔버(4)의 액체면의 위에 있는 기체실(7)은 액체면의 아래에 있는 기체 배출용 개구를 갖는 기체 분배기(9) 내로 각각 유입되는 하나 이상의 기체 도관(8)을 통해 바로 위에 배치된 각 챔버(4)와 연결된다. 또한, 리액터는 각 기체 분배기(9) 주위에 수직 배치되고 상단부가 액체면의 아래에서 종료되고 하단부가 챔버(4)의 방수성 바닥(5)의 위에서 종료되는 적어도 하나의 안내판(12)을 포함한다. 또한, 안내판은 각 챔버(4)를 복수의 기체 존재 공간(13)과 복수의 기체 부존재 공간(14)으로 분리한다.

대표도 - 도2



(72) 발명자

**바인레베르너**

독일67159프리텔스하임말러-괴스터-슈트라세8

**체너페터**

독일67071루드비히스하펜에리히-캐스트너-  
슈트라세15

---

## 특허청구의 범위

### 청구항 1

수직 정렬된 종축을 구비하고, 리액터(1)의 상부 영역에 있는 액체 또는 액체 및 고체의 혼합물의 공급 유동의 유입구(2)와, 리액터(1)의 하부 영역에 있는 기체 유동의 유입구(3)를 포함하는 기체-액체 반응용 리액터에 있어서,

종방향으로 적층된 적어도 두 개의 챔버(4)를 포함하고,

챔버들(4)은 방수성 바닥(5)에 의해 서로 분리되고,

각 챔버(4)는 각 일류관(6)을 통해 바로 하부에 위치한 챔버(4)와 연결되고, 액체 생성물 흐름이 최하부 챔버(4)의 일류관(6)을 통해 추출되고,

각 챔버(4)의 액체면의 위에 있는 기체실(7)은 액체면의 아래에 있는 기체 배출용 개구(11)를 갖는 기체 분배기(9) 내로 각각 유입되는 하나 이상의 기체 공급 도관(8)을 통해 바로 위에 배치된 각 챔버(4)와 연결되고, 기체 배출용 기체 분배기(9)의 개구(11)는, 챔버(4)의 바닥(5)으로부터 일류관까지 측정된 챔버(4) 내의 액체 높이의 40% 내지 90% 만큼 챔버(4)의 바닥(5)으로부터 이격되고,

챔버에는, 각 기체 분배기(9) 주위에 수직 배치되고 상단부가 액체면의 아래에서 종료되고 하단부가 챔버(4)의 방수성 바닥(5)의 위에서 종료되며 각 챔버(4)를 하나 이상의 기체 존재 공간(13)과 하나 이상의 기체 부존재 공간(14)으로 분리하는 적어도 하나의 안내판(12)이 제공되고,

하나 이상의 챔버(4) 내의 기체 부존재 공간(14)에는, 서로 수직으로 배치되고 측면이 액체 투과성이고 상부가 개방되고 하부가 차단된 하나 이상의 배수 샤프트(16) 및 안내판(12) 영역에 있는 액체 투과성 벽(17)을 포함하는, 측매 충전물을 수용하기 위한 삽입체(15)가 제공되며,

리액터(1)의 하나 이상의 기체 부존재 챔버(4) 내의 기체 부존재 공간(14)에는 고체 측매가 장착되는 것을 특징으로 하는 리액터.

### 청구항 2

제1항에 있어서, 기체 배출용 기체 분배기(9)의 개구(11)는 기체 공급 도관(8)의 상단부의 아래에 배치된 것을 특징으로 하는 리액터.

### 청구항 3

제1항에 있어서, 기체 분배기(9)는 상부가 차단된 후드(10) 형상의 튜브 형태로 형성된 것을 특징으로 하는 리액터.

### 청구항 4

제3항에 있어서, 튜브 형태의 기체 분배기(9)의 후드(10)의 하부는 개방된 것을 특징으로 하는 리액터.

### 청구항 5

제3항에 있어서, 튜브 형태의 기체 분배기(들)(9)의 후드(들)(10)은, 횡단면이 십자형으로 배치되거나, 또는 횡단면이 평행하게 또는 동심적으로 또는 방사상으로 배치된 두 개 이상의 서로 연결된 부분으로 형성된 것을 특징으로 하는 리액터.

### 청구항 6

제1항에 있어서, 기체 배출용 개구(11)의 수 및 크기와 챔버(4) 내의 액체면으로부터의 거리는 기체 분배기(9) 내의 기체 유동의 압력 강하가 0.1 내지 50 밀리바(10 내지 5,000 Pa) 범위에 존재하도록 결정되는 것을 특징으로 하는 리액터.

### 청구항 7

제1항에 있어서, 기체 배출용 개구(11)들은 서로 동일한 높이에 각각 배치되는 것을 특징으로 하는 리액터.

#### 청구항 8

제3항에 있어서, 기체 배출용 개구(11)들은 후드(들)(10)의 하부에 후드(들)(10)의 하단부로부터 1 내지 15cm의 거리에 배치된 것을 특징으로 하는 리액터.

#### 청구항 9

제1항에 있어서, 안내판(들)(12)에 의한 액체 유동이 제한되지 않도록 안내판(들)(12)은 챔버(4)의 액체면 및 바닥에 대해 각각 이격된 것을 특징으로 하는 리액터.

#### 청구항 10

제1항에 있어서, 각각의 기체 분배기(9) 주위에 수직 배치된 적어도 하나의 안내판(12)은 튜브 형태로 형성되는 것을 특징으로 하는 리액터.

#### 청구항 11

제1항에 있어서, 안내판(들)(12) 및 기체 분배기(들)(9)은 기체 부존재 횡단면적이 기체 존재 횡단면적 및 기체 부존재 횡단면적의 총합의 10 내지 80%가 되도록 배치되는 것을 특징으로 하는 리액터.

#### 청구항 12

제1항에 있어서, 방수성 바닥(5), 기체 분배기(9) 또는 안내판(12) 중 어느 하나, 또는 이들의 조합은 열교환판으로 형성되는 것을 특징으로 하는 리액터.

#### 청구항 13

삭제

#### 청구항 14

제1항에 있어서, 배수 샤프트(16) 대신에, 수직 배치되고 상부가 개방되고 하부가 차단된 천공된 도관(18)이 제공되는 것을 특징으로 하는 리액터.

#### 청구항 15

삭제

#### 청구항 16

제1항에 따른 리액터에서 기체-액체 반응을 실행하기 위한 방법에 있어서,

리액터(1) 내의 하나 이상의 기체 부존재 챔버(4) 내에는 현탁된 고체 촉매가 장착되는 것을 특징으로 하는 리액터에서 기체-액체 반응을 실행하기 위한 방법.

#### 청구항 17

제1항에 따른 리액터에서 기체-액체 반응을 실행하기 위한 방법에 있어서,

하나 이상의 기체 부존재 챔버(4) 내에는 이온 교환 수지가 장착되는 것을 특징으로 하는 리액터에서 기체-액체 반응을 실행하기 위한 방법.

#### 청구항 18

삭제

#### 청구항 19

삭제

#### 청구항 20

삭제

## 청구항 21

삭제

## 명세서

### 기술분야

- <1> 본 발명은 기체-액체 또는 기체-액체-고체 반응용 리액터 및 그 사용에 관한 것이다.

### 배경기술

- <2> 다상 반응에서 상의 양호한 혼합은 고 전환율을 위한 전제 조건이다. 이를 위해, 교반 용기가 빈번히 사용된다. 그러나, 교반 용기는 이동식 장치 부품을 필요로 한다는 단점이 있고, 높은 최종 전환이 달성되어야 하고 부산물이 계속적으로 증기로 제거되는 보다 느린 평형 반응의 실행을 위해 매우 큰 교반 용기 체적을 필요로 한다는 단점이 있다. 이와 같은 반응의 실행을 위해, 연속 교반 용기가 공지되어 있지만, 이에 상응하게 많은 개별 장치가 요구된다는 단점을 갖는다.
- <3> 또한, 반응성 증류탑에서 다상 반응을 실행하는 것이 공지되어 있다. 그러나, 여기서는 용기의 액체 보유량이 제한된다. 특히 느리게 진행되는 평형 반응에서는, 용기에 걸친 기체측 압력 강하가 매우 크도록 액체 보유량이 많아야 한다. 그 결과, 탑에서는 복수의 용기에 걸쳐 큰 온도 분포가 매우 다양한 반응 속도에 의해 설정된다. 이는 민감성 생성물의 경우 탑의 하부 구간에서 생성물의 분해 또는 손상을 발생시킬 수 있고, 한편 상부 구간에서는 저온으로 인해 반응을 느려지게 한다.

### 발명의 상세한 설명

- <4> 이에 대해, 본 발명의 목적은 액상 또는 액상-기상의 긴 체류 시간에서도 매우 양호한 혼합으로 인해 열역학적 기체-액체 평형 상태로의 실질적인 접근, 및 혼합과 반응이 이루어진 후 기상 및 액상의 실질적인 분리를 보장하는 기체-액체 또는 기체-액체-고체 반응용 리액터를 제공하는 것이다.
- <5> 또한, 리액터는 하부로부터 상부로 유동하는 기상에 대해 가능한 한 작은 압력 강하에 의해 작동될 수 있어야 한다.
- <6> 해결책은 수직 정렬된 종축을 구비하고, 리액터의 상부 영역에 있는 액체 또는 액체 및 고체의 혼합물의 공급 유동의 유입구와, 리액터의 하부 영역에 있는 기체 유동의 유입구를 포함하는 기체-액체 또는 기체-액체-고체 반응용 리액터를 기초로 한다.
- <7> 본 발명은 종방향으로 적층된 적어도 두 개의 챔버를 포함하며, 챔버들은 방수성 바닥에 의해 서로 분리되며, 각 챔버는 각 일류관을 통해 바로 하부에 위치한 챔버와 연결되고, 액체 생성물 흐름이 최하부 챔버의 일류관을 통해 추출되며, 각 챔버의 액체면의 위에 있는 기체실은 액체면의 아래에 있는 기체 배출용 개구를 갖는 기체 분배기 내로 각각 유입되는 하나 이상의 기체 공급 도관을 통해 바로 위에 배치된 각 챔버와 연결되며, 챔버에는, 각 기체 분배기 주위에 수직 배치되고 상단부가 액체면의 아래에서 종료되고 하단부가 챔버의 방수성 바닥의 위에서 종료되며 각 챔버를 복수의 기체 존재 공간과 복수의 기체 부존재 공간으로 분리하는 적어도 하나의 안내판이 제공되는 것을 특징으로 한다.
- <8> 따라서, 이동식 장치 부품 없고, 액체의 에어리프트(airlift) 순환을 통해, 다상 반응에서의 탁월한 혼합 및 각 챔버 내의 전체 체적에 걸쳐, 즉, 그 횡단면뿐만 아니라 특히 액체 높이에 걸쳐 각각 반응 혼합물의 거의 일정한 조성을 보장하고 동시에 반응이 이루어진 후 액상과 기상간의 간단한 분리를 보장하는 장치가 발견되었다. 기체 분배기와 기체 분배기 주위에 수직 배치된 안내판 또는 안내판들 사이에서 기체 분배기로부터 액체실로의 기체 유출을 통해, 이 액체실 내의 정수압은 기체 부존재 액체실에 비해 감소되며, 이를 통해 운동 에너지로 전환되는 압력 구배가 발생된다. 이 압력 구배는, 기체 존재 공간, 즉, 기체 분배기와 기체 분배기 주위에 배치된 안내판(들) 사이의 공간에서 위로 향하고 안내판(들)의 최상 단부의 위 및 액체면의 아래 영역에서 안내판(들)을 통해 전환되고 안내판(들) 밖의 기체 부존재 액체실을 상부로부터 하부로 관류하고 챔버의 방수성 바닥의 위 및 안내판(들)의 최하 단부 아래에서 하부로부터 상부로 향하는 유동으로 다시 전환되어 루프 이동이 차단되는 유동 형태의 에어리프트 순환을 발생시킨다.

- <9> 본 발명에 따른 리액터는 수직 정렬된 중축을 구비한 장치, 즉, 자체의 상부 영역에 있는 액체 또는 액체 및 고체의 혼합물의 공급 유동의 유입구 및 자체의 하부 영역에 있는 기체 유동-초기 물질 및/또는 불활성 기체의 유입구를 갖는, 즉, 액체 또는 액체-고체 및 기체 유동의 역류 공급을 갖는 직립 장치이다. 이는 특히 연속적인 공정 작동에 적합하다.
- <10> 리액터는 복수의, 특히 2 내지 200개의 챔버, 특히 양호하게는 3 내지 50개의 적층된 챔버로 형성된다.
- <11> 적층된 챔버들은 상응하는 연결부를 갖는 분리된 장치로서 동일하게 형성될 수 있다.
- <12> 리액터의 형상은 빈번히 원통형이지만, 다른 형상, 특히 직육면체 형상도 가능하다.
- <13> 챔버는 방수성 바닥에 의해 서로 분리되며, 각 챔버는 각 일류관을 통해 바로 하부에 위치한 챔버와 연결된다. 여기서 일류관은 예를 들면 튜브 또는 샤프트 형상으로 형성될 수 있고 리액터의 내부뿐만 아니라 외부에도 배치될 수 있다. 특히, 두 개의 연속된 챔버의 일류관은 리액터의 서로 대향하는 측면에 각각 배치될 수 있다. 최하부 챔버에서 그 일류관을 통해 액체 생성물 흐름이 추출된다.
- <14> 각 챔버의 액체면의 위에 있는 기체실은 액체면의 아래에 있는 기체 배출용 개구를 갖는 기체 분배기 내로 각각 유입되는 하나 이상의 기체 공급 도관을 통해 바로 위에 배치된 각 챔버와 연결된다. 원칙적으로, 기체 공급 도관의 수 및 배치와 관련하여 제한은 없다. 단일의 중앙 기체 공급 도관 또는 리액터 횡단면에 걸쳐 분포 배치된 복수의 기체 공급 도관을 제공하는 것도 가능하다. 또한, 챔버당 단일의 기체 분배기 대신에, 하나 이상의 기체 공급 도관을 통해 기체 유입이 각각 이루어지는 복수의 분리된 기체 분배기를 제공하는 것도 가능하다. 리액터의 최하부 챔버의 기체 분배기에서는 기체 유동이 하나 이상의 기체 공급 도관을 통해 리액터의 외부로부터 도입된다.
- <15> 따라서, 하나 이상의 기체 공급 도관을 통해 기체 유입이 이루어지는 단일의 기체 분배기 및 하나 이상의 기체 공급 도관을 통해 기체 공급이 각각 이루어지는 복수의 서로 연결되지 않은 기체 분배기를 제공하는 것도 가능하다.
- <16> 양호한 실시예에서 리액터는, 각 챔버에서 일류관이 기체 유입용 기체 공급 도관(들)의 상단부보다 더 깊게 위치되도록 형성된다. 이 실시예는 기체 공급 도관(들)을 통해 그 아래 위치한 챔버로 액체의 배출을 방지하는 정적 차단을 보장한다.
- <17> 원칙적으로, 사용될 수 있는 본 기체 분배기와 관련하여 제한은 없다. 기체 분배기는 기체 분배기가 배치되어 있는 챔버의 액체면 아래의 바로 아래에 위치한 챔버의 기체실로부터 기체 공급 도관(들)을 통해 공급된 기체를 유출되게 하는 것이 중요하다. 여기서, 양호하게는 기체 유출은 가능한 한 균일하게 이루어져야 한다. 기체 분배기로서, 원칙적으로, 상용화된 기체 주입 장치, 예를 들면, 기체 배출용 개구가 설치되고 예를 들면 수평한, 즉, 챔버의 방수성 바닥에 평행한 평면에 배치될 수 있는 튜브 형태의 기체 분배기가 사용될 수 있다. 또한, 원형 기체 분배기를 제공하는 것도 가능하다. 그러나, 기체 배출용 개구는 항상 챔버의 액체면 아래에, 양호하게는, 액체면에 대해 챔버의 전체적인 액체 높이의 약 10%, 바람직하게는 약 30%, 특히 바람직하게는 약 50% 간격으로 위치되어야 한다. 기체 배출용 개구의 챔버 액체면 아래로의 특히 유리한 침지 깊이는 적어도 50mm이다. 이러한 경우, 오직 기체, 즉, 단일 상만이 기체 유출 개구를 관류한다.
- <18> 양호하게는 기체 분배기의 하단부는 챔버의 바닥으로부터 이격되는데, 즉, 기체 분배기는 액체 내로 완전히 침지되지는 않는다. 그럼에도 불구하고, 에어리프트 효과를 통해 액체의 매우 양호한 혼합이 보장된다.
- <19> 유리하게는, 기체 배출용 기체 분배기의 개구는, 양호하게 챔버의 바닥으로부터 일류관까지 측정된 챔버의 액체 높이의 약 40% 내지 90% 만큼 챔버의 바닥으로부터 이격된다.
- <20> 유리한 실시예에서, 기체 배출용 기체 분배기의 개구는 기체 공급 도관의 상단부의 하부 부분에 배치된다. 이러한 특별히 구성된 실시예를 통해 기체 공급 도관을 통한 액체의 하부로의 유동에 대한 사이폰식(siphoning) 차단 효과가 제공된다.
- <21> 양호한 실시예에서, 기체 분배기(들)는 상부가 차단된 후드 형태로 형성되고 기체 배출용 개구는 그 하부 부분에 구비된다.
- <22> 후드는 기체 유입용 기체 공급 도관(들)을 위한 관통 개구 및 그 하부 부분의 기체 유출 개구를 제외하고 완전히 차단될 수 있다.

- <23> 그러나, 후드의 하부 부분을 개방 형성하는 것도 가능하다.
- <24> 후드의 차단된 상단부는 액체면의 아래에서 종료될 수 있지만, 액체면 위로 기체실 내로 연장될 수도 있다.
- <25> 원칙적으로, 기체 분배기의 후드는 각각의 기하학적 형상을 가질 수 있다. 예를 들면, 기체 분배기의 후드의 횡단면이 양호하게는 십자형으로 배치되고, 그리고/또는 기체 분배기의 후드의 횡단면이 평행이거나 또는 동심성이거나 또는 방사상 배치된 복수의 서로 연결된 부분으로 이루어질 수 있다.
- <26> 기체 배출용 개구는 수, 횡단면 및 챔버의 액체면으로부터의 간격과 관련하여 기체 분배기의 기체 유동의 압력 강하가 0.1 내지 50 밀리바(10 내지 5,000 Pa), 양호하게는 0.5 내지 15 밀리바(10 내지 1,500 Pa) 범위에 존재하도록 형성된다.
- <27> 양호하게는, 기체 분배기용 개구들은 서로 동일한 높이에 배치된다.
- <28> 원칙적으로, 이 개구들은 각각 임의의 기하학적 형상을 가질 수 있는데, 예를 들면, 원형, 삼각형 또는 슬롯형일 수 있다.
- <29> 양호하게는, 개구의 중앙선은 후드의 하단부로부터 1 내지 15cm 거리에 위치된다. 대안으로, 개구 대신에 톱니형 가장자리를 갖는 후드의 하단부를 형성할 수도 있다. 다른 대안으로, 원형 분배기 형태의 후드 하단부를 형성하는 것도 가능하다.
- <30> 개구를 서로 다른 높이에 배치하는 것은 두 개 이상의 부하 영역을 갖는 작동을 위해 유리할 수 있다.
- <31> 기체 배출용 개구의 높이는 리액터에서 실행되는 구체적인 반응에 따른 필요에 따라, 한편으로는 충분한 물질 교환 영역이 구체적인 기체-액체 또는 기체-액체-고체 반응에 대해 적합하고 다른 한편으로는 액체의 에어리프트 순환을 위해 충분한 구동이 제공되도록 선택된다.
- <32> 본 발명에 따른 리액터에서, 각 기체 분배기 주위에는 상단부가 챔버의 액체면의 아래에서 종료되고 챔버의 바닥으로부터 이격되고 각 챔버를 하나 이상의 기체 존재 공간과 하나 이상의 기체 부존재 공간으로 분리하는 적어도 하나의 수직 안내판이 배치된다.
- 양호한 실시예에서, 안내판(들) 및 기체 분배기(들)은 기체 부존재 횡단면적이 기체 존재 횡단면적 및 기체 부존재 횡단면적의 총합의 10 내지 80%가 되도록 배치될 수 있다.
- <33> 양호한 실시예에서, 안내판은 중공의 실린더 형상을 갖는 튜브로 형성될 수 있다. 그러나, 예를 들면 간단한 편평판 형태도 가능하다.
- <34> 안내판에 의한 액체 유동이 실질적으로 제한되지 않도록, 적어도 하나의 안내판은 챔버의 액체면 및 바닥으로부터 이격된다. 따라서, 양호하게는, 액체면 및 챔버의 바닥에 대한 안내판(들)의 간격은 방향 전환 시 액체의 유동 속도가 안내판을 통해 변경되지 않거나 또는 단지 약간 변경되도록 결정된다.
- <35> 원칙적으로, 안내판(들)의 총 높이와 관련하여 제한은 없다. 이는 특히, 충분한 혼합을 고려하여, 챔버당 원하는 체류 시간에 따라 이에 상응하게 치수가 정해질 수 있다.
- <36> 양호한 실시예에서, 방수성 바닥 및/또는 기체 분배기 및/또는 안내판은 열교환판으로 형성된다. 여기서, 열교환판이라는 개념은 공지된 바와 같이 열의 제공 또는 배출을 위해 열교환 수단이 관통할 수 있는 사이 공간을 제한하는 대략 서로 평행하게 배치된 판을 나타낸다.
- <37> 또한, 본 발명의 목적은 하나 이상, 양호하게는 모든 챔버 내의 기체 부존재 공간에, 서로 수직으로, 양호하게는 대칭으로 배치되고 측면이 액체 투과성이고 상부가 개방되고 하부가 차단된 하나 이상의 배수 샤프트 및 안내판 영역에 있는 액체 투과성 벽을 포함하는, 촉매 충전물을 수용하기 위한 삽입체가 제공되는 본 발명에 따른 리액터의 특히 양호한 실시예를 제공하는 것이다. 삽입체가 기체 부존재 공간을 최대한 활용하도록, 즉, 기체 부존재 공간을 가능한 한 완전히 채우도록 삽입체를 형성하는 것이 양호하다. 여기서, 안내판의 수직 팽창과 동일하거나 또는 거의 동일하게 수직 방향으로 삽입체를 팽창시키는 것이 양호하다. 양호하게는, 삽입체는 안내판에 간단히 걸려 고정되고, 필요 시 예를 들면 촉매 충전물의 교환을 위해 꺼낼 수 있도록 형성된다. 배수 샤프트는 촉매 충전을 통해 가능한 한 균일하게 액체를 횡방향으로 분포시키는 기능을 한다. 배수 샤프트는 촉매 충전물을 통한 액체의 바이패스 유동을 방지하도록 하부가 차단되어야 한다. 삽입체는 안내판 영역에 액체 투과성 벽을 포함한다. 따라서, 액체는 촉매 충전물을 관류한 후 안내판을 따라 기체 부존재 공간 내로 하부로 이동될 수 있다. 액체 투과성 벽은 배수 샤프트의 측벽과 같이 예를 들면 체 또는 천공된 판으로 형성될 수 있



다.

- <38> 배수 샤프트 대신에, 수직 배치되고 상부가 개방되고 하부가 차단된 천공된 도관을 제공하는 것도 가능하다. 이 천공된 도관도 배수 샤프트와 동일한 기능을 갖지만, 특히 보다 큰 직경을 갖는 리액터에서 제작 기술상의 장점을 가질 수 있다.
- <39> 양호한 실시예에서, 리액터의 하나 이상, 양호하게는 모든 기체 부존재 챔버 내에 특히 고체 입자의 층 또는 층으로 코팅 배치된 패킹 형태의 층으로서 또는 층으로 코팅된 단일체로서 고체 층이 장착될 수 있다.
- <40> 보다 바람직하게는, 하나 이상, 양호하게는 모든 기체 부존재 챔버 내에 이온 교환 수지가 장착될 수 있다.
- <41> 따라서, 본 발명에 따른 리액터는 기체-액체 또는 기체-액체-고체 반응을 위해 액체의 매우 양호한 혼합 및 기체의 확실한 분리를 보장한다는 장점을 갖는다. 에어리프트 순환 구동을 위해, 원칙적으로 액체면에 대한 침지 높이는 매우 넓은 범위에서 변경 가능한 상태에서, 챔버 액체면의 아래에 있는 기체 분배기로부터의 기체 유출이 필요하기 때문에, 본 발명에 따른 리액터는 특히 침지가 작게 이루어질 때 액체 체류 시간 및 기체층 압력 강하가 더욱 해제되는 장치를 제공한다.
- <42> 본 발명에 따른 리액터는 빈번히 90 내지 99.9%의 전환율이 달성되어야 하는 느린 평형 반응의 실행을 위해 특히 유리하다. 또한, 본 발명에 따른 리액터에 의해, 용기당 액체 보유량에 대한 매우 넓은 범위 및 이에 따라 수 분으로부터 수 시간까지의 매우 넓은 체류 시간 범위가 설정될 수 있다.
- <43> 본 리액터는 오직 물질 교환 영역만이 속도 제한 단계를 나타내는 것은 아닌 기체-액체 또는 기체-액체-고체 반응을 실행하기에 특히 적합하다. 고 전환율이 달성되어야 하는 1차 반응 이상을 갖는 연속 반응, 예를 들면, 이산화탄소를 갖는 프로필렌 산화물로부터 프로필렌 카보네이트로의 전환 및 수소 첨가 반응, 예를 들면 설페트 수소 첨가 반응에 더 적합하다.
- <44> 본 발명에 따른 리액터는, 고 전환율이 달성되어야 하고 증기인 부산물이 불활성 기체 또는 반응물 중 하나에 의해 반응 혼합물로부터 계속적으로 제거되어 반응 평형 상태가 원하는 방향으로 이동되는 평형 반응의 실행을 위해 특히 적합하다. 이에 대한 예가 프탈산 또는 알코올을 갖는 프탈산무수물로부터 양호하게는 가소제로 사용되는 프탈산에스테르로의 에스테르화 반응 또는 아디핀산 또는 알코올을 갖는 아크릴산으로부터 그 에스테르로의 에스테르화 반응과 같은 에스테르화 반응이다. 이러한 모든 반응의 특징은 형성된 물이 반응 평형 상태의 이동을 위해 불활성 기체 또는 양호하게는 역류의 알코올 증기에 의해 반응 혼합물로부터 계속적으로 제거된다는 것이다. 다른 예로는 에스테르 교환 반응, 특히, 저 알코올, 양호하게는 메탄올의 존재하에 아실 말단기를 포함하는 폴리테트라하이드로푸란으로부터 하이드록시 말단기를 포함하는 폴리테트라하이드로푸란으로의 에스테르 교환 반응, 에테르화 반응, 전위, 가수분해 및 반아세탈 형성 반응이 있다.
- <45> 또한, 본 발명에 따른 리액터는 화학적 평형 상태를 더 달성하도록 상류에 설치되어 단상으로 작동되는 리액터, 특히 관형 리액터와 관련되어 유리하게 사용될 수 있다.
- <46> 본 발명은 이하에서 도면 및 실시예에 의해 보다 상세히 설명된다.

## 실시예

- <53> 도면에서 동일한 참조부호는 동일하거나 또는 상응하는 특징을 나타낸다.
- <54> 도1에는 종방향으로 적층된 복수의 리액터(1) 챔버들(4) 중 하나가 도시되며, 액체 또는 액체 및 고체의 혼합물의 공급 유동의 유입구(2)가 리액터(1)의 상부 영역에 구비되고 기체 유동의 유입구(3)가 리액터(1)의 하부 영역에 구비되며, 각각의 챔버(4)에는 바닥(5)과, 예를 들면 리액터(1)의 내부에 도시된 일류관(6)과, 예를 들면 기체 공급 도관(8)을 통해 위에 위치한 챔버(4)와 연결되고 각각의 챔버(4)의 액체면 위에 위치한 기체실(7)이 구비되고, 기체실(7)은 상부에서 차단된 후드(10) 형태이고 하부에 기체 배출용 개구(11)를 갖는 기체 분배기(9) 내로 개방된다. 기체 분배기(9) 주위에는, 액체면 및 챔버(4)의 바닥으로부터 각각 이격되고 챔버(4)를 복수의 기체 존재 공간(13)과 복수의 기체 부존재 공간(14)으로 분리하는 안내판(12)이 배치된다.
- <55> 도1의 종단면도는 도1a에서 선(B-B)으로 도시된 평면에 위치되고, 기체 공급 도관(8) 및 기체 분배기(9) 또는 이 기체 분배기(9)의 세 부분의 배치를 설명한다. 기체는 도관의 상부 영역을 통해 기체 분배기(9) 내로 유입되어, 그 하부 영역에서 개구(11)로부터 유출된다.
- <56> 도1a의 횡단면도에는, 예를 들면 이 경우에는 십자형이고 평행 배치된 부분들로 형성된 기체 분배기(9)의 후드



(10)의 형상이 도시되어 있다.

- <57> 도2는 촉매 충전물용 삽입체를 갖는 본 발명에 따른 리액터의 챔버의 제2 실시예를 통한 중단면도를 도시한다.
- <58> 상기 실시예는 도1에 도시된 변형예를 기초로 하며, 부가적으로 기체 부존재 공간(14)에는 도면에서 교차된 해칭선으로 도시된 촉매 충전물을 수용하기 위한 삽입체(15)가 제공된다. 삽입체(15)는 상부가 개방되고 하부가 차단된 배수 샤프트(16)를 갖고, 액체가 도면에서 수평 화살표로 도시된 횡방향으로 상기 배수 샤프트(16)를 통해 촉매 충전물을 관류한다. 액체는 촉매 충전물을 관류한 후 안내관(12)에 도달되고, 아래로부터 위로 기체 존재 공간(13)을 다시 통과하여 내부 루프 이동을 차단하기 전에, 거기에서 아래로 이동된다.
- <59> 도3에 도시된 실시예는, 배수 샤프트(16) 대신에, 도3a의 횡단면도에서 명확히 알 수 있는 바와 같이 천공된 도관(18)이 제공된다는 점에서 도2에 도시된 실시예와 다르다.
- <60> 도4는 두 개의 적층된 챔버(4)와, 일류관(6)과, 세 개의 서로 연결된 부분으로 형성되고 예를 들면 빗형상으로 된 기체 배출용 개구(11)가 하부 영역에 구비된 기체 분배기(9)와, 안내관(12)을 포함하는 도1에 중단면도로 도시된 리액터(1) 실시예의 3차원 화상을 개략적으로 도시한다.
- <61> 도5는 상부가 차단된 단일 부품형 후드(10) 형태로 형성된 기체 분배기(9) 내로 기체 유동을 공급하기 위한 단일의 기체 공급 도관(8)을 포함하는 본 발명에 따른 리액터 실시예의 챔버(4)를 통한 중단면도를 도시한다.
- <62> 평면(A/A)에서의 횡단면도(도5a)는 후드(10)의 원형 횡단면, 및 기체 분배기(9)의 횡단면에 걸친 기체 배출용 개구(11)의 대칭적 배치를 도시한다.
- <63> 상부가 차단된 단일 부품형 후드를 포함하는 도5에 도시된 실시예는, 도6의 중단면도에 도시된 바와 같이, 촉매 충전물용 삽입체(15)를 통해 개선될 수 있다. 삽입체(15)는 상부가 개방되고 하부가 차단된 배수 도관(18)을 포함하고, 상부가 차단되고 하부가 개방되며 기체 부존재 공간(14)으로부터 액체를 유도하도록 사용되는 도관(19)을 더 포함한다.
- <64> 예
- <65> 1880의 중량 평균 분자량을 갖는 폴리테트라하이드로푸란디아세테이트 3 중량부가 혼합 구간에서 2 중량부 메탄올과 용융 상태로 혼합되어 65℃로 가열되었다. 메탄올 나트륨메톡사이드 용액 300 중량 ppm이 촉매로서 첨가되고, 이 혼합물이 10개의 챔버를 포함하는 본 발명에 따른 리액터의 최상부 챔버 내로 도입되어 반응되었다. 역류에는, 부산물 메틸아세테이트의 제거를 위해, 사용된 폴리테트라하이드로푸란디아세테이트 kg 당 0.3 kg의 메탄올 증기 유동이 최하부 챔버 내로 도입되었다. 여기서, 최상부 챔버에는 이미 약 96%의 전환이 달성되었다.
- <66> 본 발명에 따른 리액터의 하부에 위치한 챔버에서, 관련 에스테르 교환 반응과 동시에 반응 용액으로부터 메틸아세테이트의 제거가 이루어졌다. 액체 반응 생성물은 각 챔버로부터 일류관을 통해 하부에 위치한 각각의 다음 챔버 내로 안내되고, 평균 체류 시간은 각 챔버에서 14분이었다.
- <67> 메틸아세테이트는 최하부 챔버에서 0.1 중량% 이하의 잔여량까지 반응 용액으로부터 제거되었다.
- <68> 반응 용액에 대한 역류에서 증가되는 메탄올 증기는 메틸아세테이트와 함께 챔버간에 보다 더 증가되나, 챔버 내의 액상 메틸아세테이트량은 상부로부터 하부로 그에 상응하게 감소된다.
- <69> 챔버당 체류 시간이 15분일 때 메틸아세테이트량의 감소를 통해, 최하부의 최종 챔버에서 사용된 폴리테트라하이드로푸란디아세테이트의 99.9%의 전환율이 달성되었다.
- <70> 챔버마다 액체의 높이는 각각 25cm이었다. 각 챔버에는 기체 분배기가 배치되었고, 액체면 아래 10cm 이격되어 기체 배출용 개구가 구비되었다. 이러한 적은 수압차로 인해, 각 챔버에서 비등 상태에서의 액체 반응 혼합물의 높이에 걸쳐 단지 약 65 내지 약 68℃의 작은 온도 분포가 발생되었다. 그 결과, 색채 요소가 없게 되어 뛰어난 생성물 품질을 얻게 되었다.
- <71> 각 기체 분배기는, 액체면 및 챔버의 바닥으로부터 이격되고 60:40의 단면적 비율로 기체 존재 공간과 기체 부존재 공간으로 챔버를 분할하는 튜브 내부에 위치되었다. 챔버에서의 양호한 혼합을 통해, 메탄올 증기에서 메틸아세테이트의 농축은 증기-액체-평형 상태의 85 내지 95%를 달성하였다.
- <72> 비교예
- <73> 비교를 위해, 동일한 에스테르 교환 반응이 4단계 연속 교반 용기에서 실행되었다. 이를 위해, 본 발명에 따른

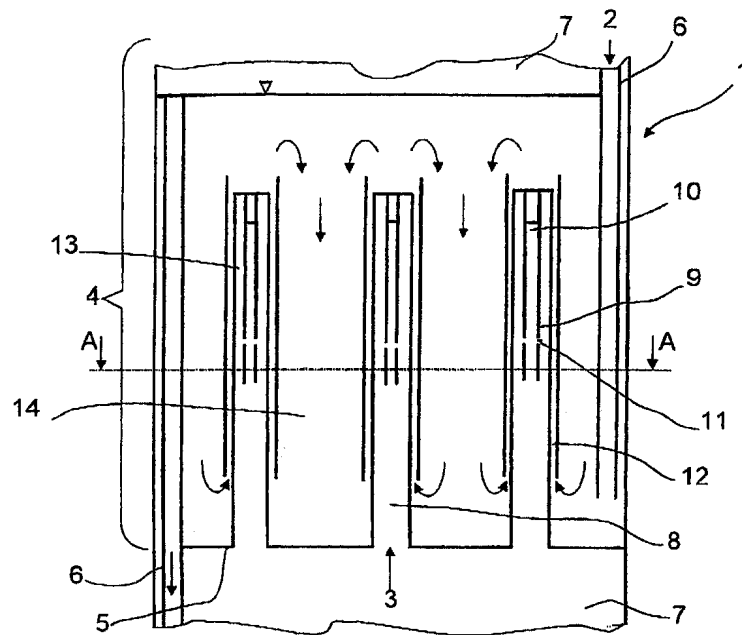
리액터에서의 공정을 위한 2.5시간의 전체 체류 시간에 비해 약 8시간의 평균 체류 시간이 요구되었다. 부산물 메틸아세테이트의 제거를 위해, 사용된 폴리테트라하이드로푸란디아세테이트 kg 당 0.8 내지 0.9 kg의 메탄올 증기량, 즉, 본 발명에 따른 리액터에서의 공정을 위해 요구되는 메탄올 증기량의 대략 세 배가 필요했다.

### 도면의 간단한 설명

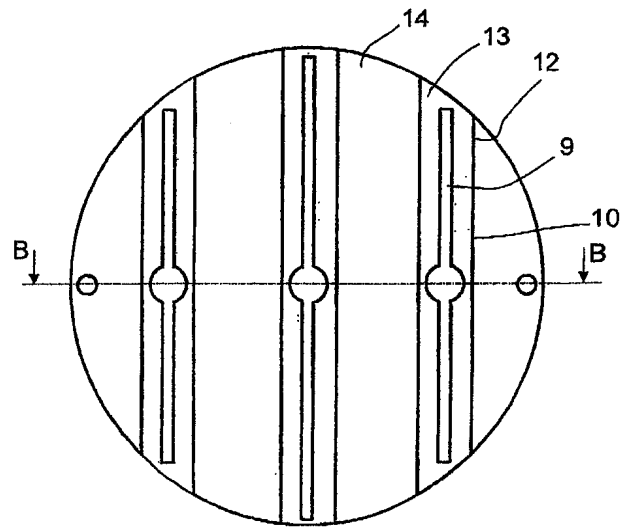
- <47> 도1은 본 발명에 따른 리액터의 챔버의 제1 실시예를 통한 종단면도이고, 도1a는 그 횡단면도이다.
- <48> 도2는 촉매 충전물용 삽입체를 갖는 본 발명에 따른 리액터의 챔버의 제2 실시예를 통한 종단면도이고, 도2a는 그 횡단면도이다.
- <49> 도3은 촉매 충전물용 삽입체를 갖는 챔버의 다른 실시예를 통한 종단면도이고, 도3a는 그 횡단면도이다.
- <50> 도4는 도1에 종단면도로 도시된 실시예의 개략적인 입체적 도면이다.
- <51> 도5는 단일 기체 분배기를 갖는 본 발명에 따른 리액터의 챔버의 다른 실시예를 통한 종단면도이고, 도5a는 그 횡단면도이다.
- <52> 도6은 촉매 충전물용 삽입체를 갖는 본 발명에 따른 리액터의 챔버의 다른 실시예를 통한 종단면도이고, 도6a는 그 횡단면도이다.

### 도면

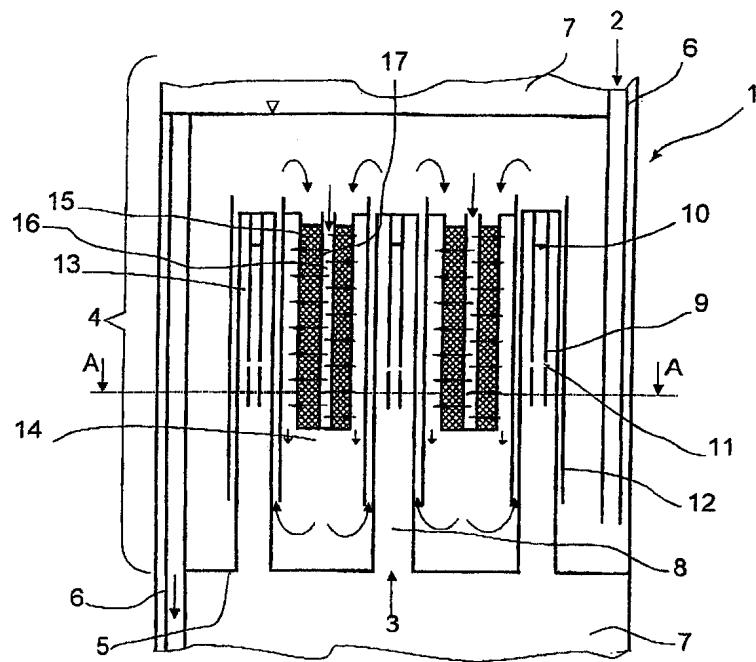
도면1



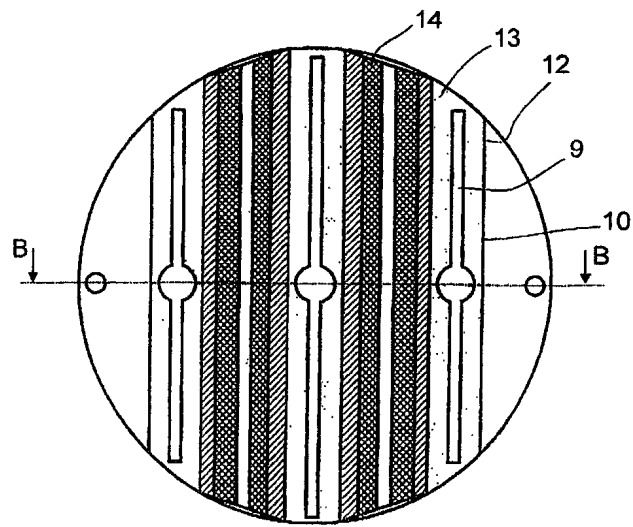
도면1a



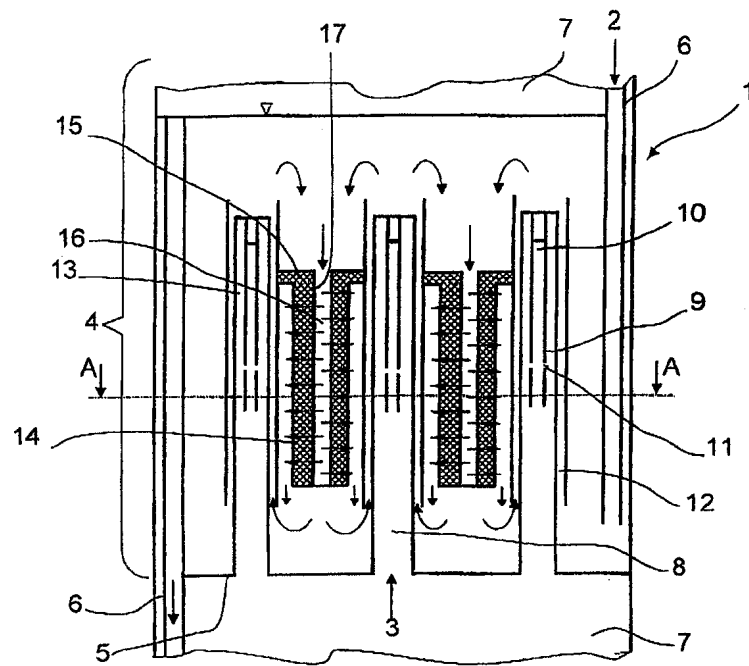
도면2



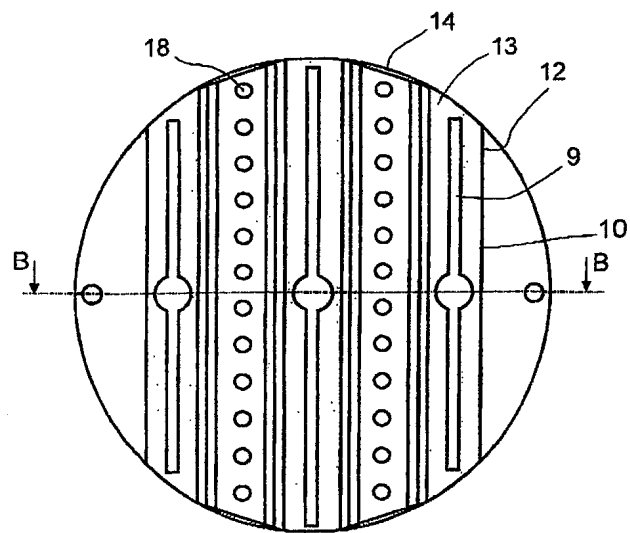
도면2a



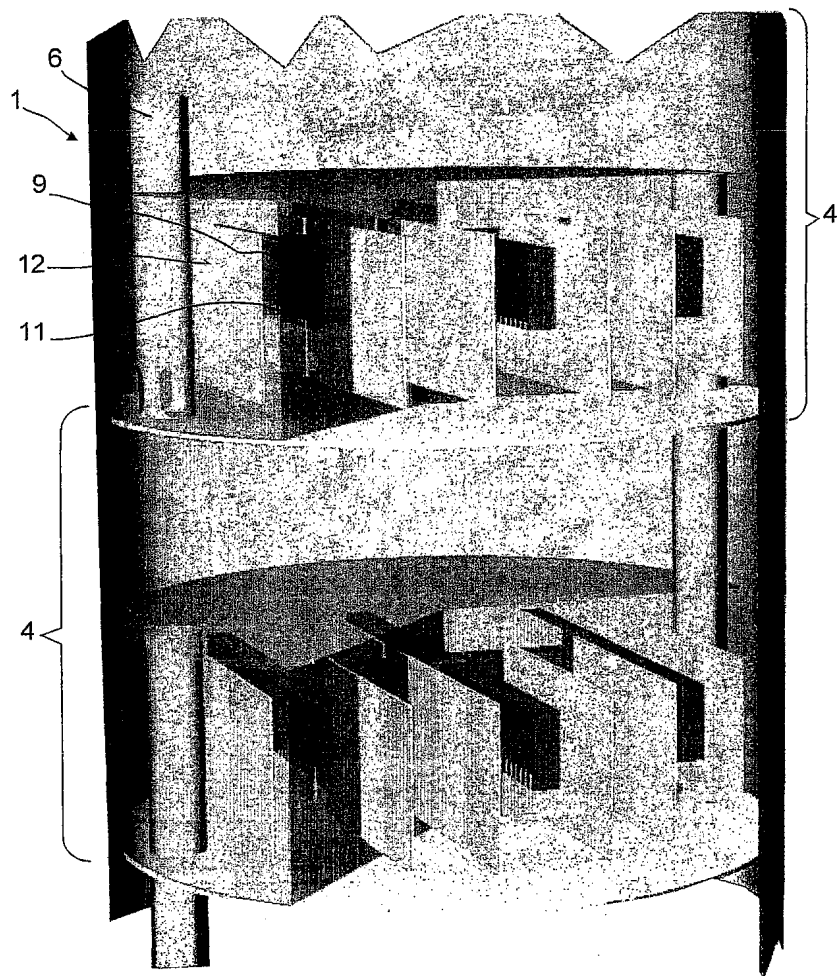
도면3



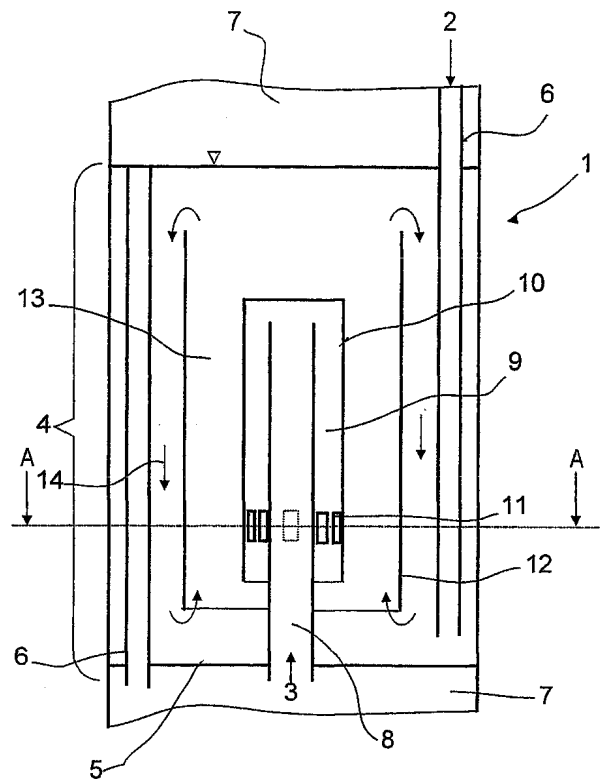
도면3a



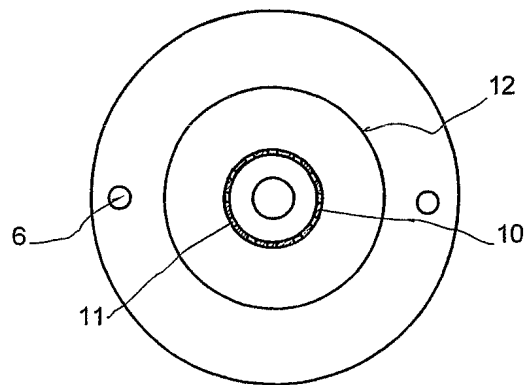
도면4



도면5

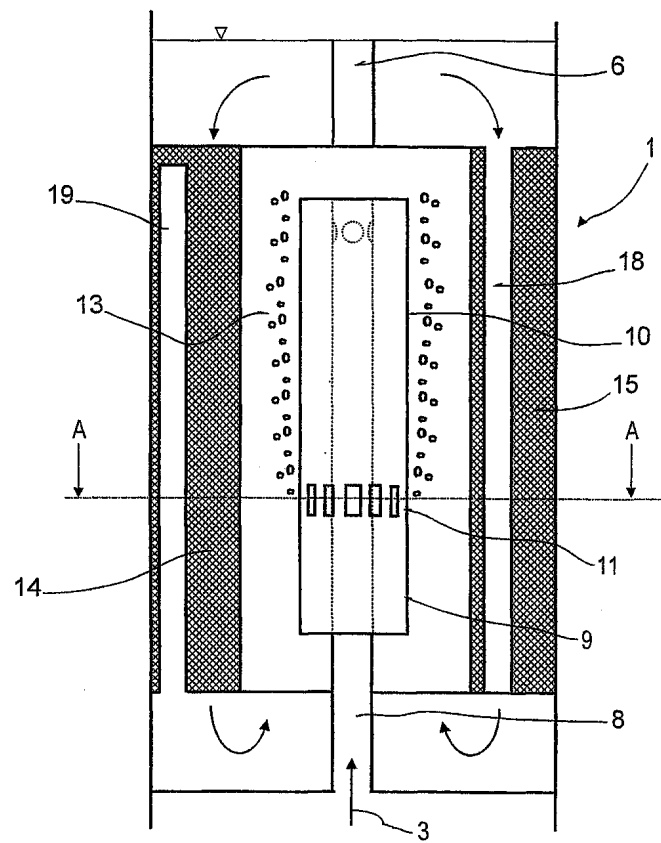


도면5a





도면6



도면6a

