



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑤ Int. Cl.³: B 01 J 10/00

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ **PATENTSCHRIFT** A5

⑪

642 275

⑳ Gesuchsnummer: 6896/79

㉔ Anmeldungsdatum: 25.07.1979

㉓ Priorität(en): 28.07.1978 DE 2833190

㉒ Patent erteilt: 13.04.1984

㉑ Patentschrift
veröffentlicht: 13.04.1984

㉒ Inhaber:
Hoechst Aktiengesellschaft, Frankfurt a.M. 80
(DE)

㉑ Erfinder:
Prof. Dr. Rudolf Steiner, Sulzbach (DE)
Dr. Peter Herbrechtsmeier, Hofheim/Taunus
(DE)

㉒ Vertreter:
Brühwiler & Co., Zürich

㉒ Verfahren zum Durchführen von Gas/Flüssigkeits-Reaktionen in Abstromreaktoren.

㉒ Gas-Flüssigkeits-Reaktionen werden in einem Abstromreaktor durchgeführt. Dabei wird Gas mit einem Blasendurchmesser von 0,1 mm bis 10 mm in die mit einer Leerrohrgeschwindigkeit von 0,14 m/s bis 0,5 m/s abwärts strömende Flüssigkeit eingeleitet. Das Volumenverhältnis Flüssigkeit zu Gas ist grösser 8:1 und die Verweilzeit des Gases beträgt mindestens 6 s/m Reaktorlänge.

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zum Durchführen von Gas/Flüssigkeits-Reaktionen in Abstromreaktoren, dadurch gekennzeichnet, dass man in eine mit einer Leerrohrgeschwindigkeit von 0,14 m/s bis 0,5 m/s abwärtsströmende Flüssigkeit Gas mit einem Blasendurchmesser von 0,1 mm bis 10 mm eingibt, wobei das Volumenverhältnis Flüssigkeit zu Gas grösser als 8:1 ist und die Verweilzeit des Gases mindestens 6 s/m Reaktorlänge beträgt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Leerrohrgeschwindigkeit 0,2 bis 0,5 m/s beträgt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass der Blasendurchmesser 0,1 bis 4 mm beträgt.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zum Durchführen von Gas/Flüssigkeits-Reaktionen in Abstromreaktoren bei hohen Gas/Flüssigkeitsvolumenverhältnissen.

Zu den in der Technik häufig eingesetzten Gas/Flüssigkeits-Reaktoren zählen Blasensäulen, die sich durch eine besonders einfache Konstruktion auszeichnen. In diesen Reaktoren wird das Gas mit Hilfe von Begasungseinrichtungen, wie z.B. Sinterplatten oder Zweistoffdüsen, blasenförmig in der Flüssigkeit verteilt. Bei Abstromführung des Gas/Flüssigkeits-Gemisches ist eine Verlängerung der Verweilzeit möglich. Hierbei wird das Gas am Kolonnenkopf des Reaktors eingegeben und durch die Flüssigkeitsströmung im Gleichstrom mit dieser nach unten geführt. Bei der bekannten Art der Abstromführung des Gas/Flüssigkeits-Gemisches ist die Ausnutzung des Gases oft nicht vollständig genug, so dass eine Rückführung des Gases oder der Flüssigkeit zum Kolonnenkopf notwendig wird. Die Rückführung erfolgt entweder mittels eines äusseren Kreislaufs oder durch eine Schlaufe, wie sie beispielsweise nach DE-AS 1 957 160 bekannt ist. Die Begasung wird üblicherweise so vorgenommen, dass die Flüssigkeit mit hoher Geschwindigkeit an den Gaseintrittsöffnungen vorbeigeführt wird.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, die Begasung der abwärtsströmenden Flüssigkeit so durchzuführen, dass das Gas bei einmaligem Durchgang durch den Reaktor bis zu dem verfahrenstechnisch gewünschten Umsetzungsgrad reagiert.

Die Erfindung, wie sie im Anspruch 1 gekennzeichnet ist, löst die Aufgabe. Bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung sind in den Ansprüchen 2 und 3 angegeben.

Die «Leerrohrgeschwindigkeit» in den Ansprüchen 1 und 2 bedeutet den volumetrischen Durchsatz, bezogen auf den freien Reaktorquerschnitt.

Die durch die Erfindung erreichten Vorteile sind im wesentlichen darin zu sehen, dass sich das Gas bei niedrigen Flüssigkeitgeschwindigkeiten gut über den Säulenquerschnitt verteilen lässt. Es konnte auf Querschnittsverengungen, die zu beträchtlich höheren Flüssigkeitsströmungsgeschwindigkeiten und damit zu höherem Energieverbrauch führen, verzichtet werden. Ein weiterer Vorteil dieser Art der Begasung bei grossem Strömungsquerschnitt liegt darin, dass der Reaktor schon am Ort der Gaszufuhr wegen der dort langsam vorbeiströmenden Flüssigkeit als Reaktionsstrecke mit hoher Gasverweilzeit ausgenutzt werden kann.

Beispiel 1

Am Beispiel der Hydrolyse von Phosgen soll die Wirksamkeit des erfindungsgemässen Verfahrens gezeigt werden.

Der dafür verwendete Kolonnenreaktor bestand aus einer Glassäule von 150 mm Innendurchmesser und 2000 mm Länge, die in einem als Gas-Flüssigkeits-Separator dienenden Behälter abgetaucht war. Das Gas wurde am Kopf des Reaktors über vier radial angeordnete Fritten in Wasser verteilt. Das Gas-Flüssigkeits-Gemisch mit einem Gasphasenanteil von 22 Volumenprozent wurde abwärts zum Reaktorausgang gefördert. Das eingegebene Gas bestand aus 108 l/h COCl_2 und 322 l/h Luft im Normalzustand. Die Blasengrösse war zwischen 4 und 6 mm. Die Leerrohrgeschwindigkeit der Flüssigkeit betrug 23 cm/s das Volumenverhältnis Flüssigkeit zu Gas 34:1 und die mittlere Gasverweilzeit pro m Reaktorlänge 25 s. In dem Gasraum des Gas-Flüssigkeits-Separators lag ein Absolutdruck von 1,2 bar vor. Die Wassertemperatur betrug 23 °C.

Die Phosgen-Eingangskonzentration in Luft von 25 Volumenprozent konnte auf eine Endkonzentration von kleiner 0,1 ppm am Reaktorausgang verringert werden. Auf eine Rückführung des Gases und der Flüssigkeit zum Kolonnenkopf konnte verzichtet werden.

Beispiel 2

Zur Verdeutlichung der guten Gasverteilung und des damit verbundenen guten Gasausnutzungsgrades bei Anwendung des erfindungsgemässen Verfahrens wurde die Absorption nitroser Gase in Wasser in einem Abstromreaktor mit NW 30 und NW 150 unter vergleichsweise analogen Bedingungen bestimmt. Die verwendeten Apparaturen bestanden aus 2000 mm langen Glassäulen mit vier seitlich am Reaktorkopf angebrachten Sinterplatten, deren äussere Begrenzung mit der inneren Rohrwand abgeschlossen, so dass kein Begasungsteil in den Reaktor hineinragte, also keine Querschnittsverengung gegeben war. Das Reaktorrohr wurde in einen unten angesetzten Behälter abgetaucht, der als Gas-Flüssigkeits-Separator diente; die entgaste Flüssigkeit wurde mit einer Pumpe zum Reaktorkopf zurückgeführt.

Versuchsbedingungen

40 Volumendurchsätze (bezogen auf den freien Querschnitt der Abstromsäule)	
Gasphase	0,44 cm ³ /cm ² s bei Normalzustand
45 Flüssigphase (Leitungswasser)	22 cm ³ /cm ² s
Blasengrösse	2–6 mm
Volumenverhältnis Flüssigkeit : Gas	ca. 50:1
50 mittlere Verweilzeit Gas	ca. 40 s/m Reaktorlänge
Absolutdruck im Gasraum des Abtauchbehälters	1,2 bar
Flüssigkeitstemperatur	27 °C
NO _x -Eingangskonz., in Luft	10,7 Vol.-%
55 NO _x -Ausgangskonz.	
NW 30	1500 ppm
NW 150	1500 ppm
60	(Dräger-Röhrchen-Messgenauigkeit)

Dieses Beispiel zeigt, dass die Absorption nitroser Gase in Wasser nach dem erfindungsgemässen Verfahren bei einer Querschnittsvergrösserung um einen Faktor 25 unverändert hoch ist.