



(19) **UA** (11) **74 933** (13) **C2**
(51)МПК

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
УКРАИНЫ

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ УКРАИНЫ

(21), (22) Заявка: 2004032305, 29.08.2002

(24) Дата начала действия патента: 15.02.2006

(30) Приоритет: 29.08.2001 DE 101 42 284.9

(46) Дата публикации: 15.02.2006B01J 8/20
20060101CFI20050919BNUA B01J
8/00 20060101CLI20050919BNUA
B01J 8/06
20060101ALI20050919BNUA B01J
19/00 20060101CLI20050919BNUA
C07F 9/40
20060101ALI20050919BNUA

(86) Заявка PCT:
PCT/EP02/09659, 20020829

(72) Изобретатель:

Клопп Инго, DE,
Богенштеттер Томас, DE,
Франке Дирк, DE,
Мунцингер Манфред, DE

(73) Патентовладелец:

БАСФ АКЦИЕНГЕЗЕЛЛЬШАФТ, DE

(54) Способ проведения твердожидкостной реакции

(57) Реферат:

Изобретение касается способа проведения твердожидкостной реакции, включающей стадии:

а) получения реакционной суспензии, в которой первый реагент находится в суспендированной форме, а второй реагент находится в растворенной форме в суспензионной среде, причем один из продуктов реакции нерастворим в суспензионной среде, б) прохождения реакционной суспензии через продольную реакционную зону таким образом, что число Рейнольдса потока составляет менее 20000 и с)

выделения полученного нерастворимого продукта реакции. Преимущество данного способа заключается в том, что нерастворимый продукт реакции получают в форме, легко поддающейся фильтрованию.

Официальный бюллетень "Промышленная собственность". Книга 1 "Изобретения, полезные модели, топографии интегральных микросхем", 2006, N 2, 15.02.2006. Государственный департамент интеллектуальной собственности Министерства образования и науки Украины.



(19) **UA** (11) **74 933** (13) **C2**
(51) Int. Cl.

MINISTRY OF EDUCATION AND SCIENCE OF
UKRAINE

STATE DEPARTMENT OF INTELLECTUAL
PROPERTY

(12) **DESCRIPTION OF PATENT OF UKRAINE FOR INVENTION**

(21), (22) Application: 2004032305, 29.08.2002

(24) Effective date for property rights: 15.02.2006

(30) Priority: 29.08.2001 DE 101 42 284.9

(46) Publication date: 15.02.2006B01J 8/20
20060101CFI20050919BHUA B01J
8/00 20060101CLI20050919BHUA
B01J 8/06
20060101ALI20050919BHUA B01J
19/00 20060101CLI20050919BHUA
C07F 9/40
20060101ALI20050919BHUA

(86) PCT application:
PCT/EP02/09659, 20020829

(72) Inventor:

Klopp Ingo, DE,
Bogenstatter Thomas, DE,
Franke Dirk, DE,
Munzinger Manfred, DE

(73) Proprietor:

BASF AKTIENGESELLSCHAFT, DE

(54) **method for carrying out a solid-liquid reaction**

(57) Abstract:

A process for carrying out a liquid/solid reaction comprises a) preparing a reaction suspension in which a first reactant is present in suspended form and a second reactant is present in dissolved form in a suspension medium, where one of the reaction products is insoluble in the suspension medium, b) passing the reaction suspension through an elongated reaction zone so that the Reynolds number of the stream is less

than 20,000 and c) separating off the insoluble reaction product formed. The process has the advantage that the insoluble reaction product is obtained in a readily filterable form.

Official bulletin "Industrial property". Book 1 "Inventions, utility models, topographies of integrated circuits", 2006, N 2, 15.02.2006. State Department of Intellectual Property of the Ministry of Education and Science of Ukraine.



(19) **UA** (11) **74 933** (13) **C2**
(51)МПК

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ

(12) ОПИС ВІНАХОДУ ДО ПАТЕНТУ УКРАЇНИ

(21), (22) Дані стосовно заявки:
2004032305, 29.08.2002

(24) Дата набуття чинності: 15.02.2006

(30) Дані стосовно пріоритету відповідно до Паризької
конвенції : 29.08.2001 DE 101 42 284.9

(46) Публікація відомостей про видачу патенту
(деклараційного патенту): 15.02.2006B01J 8/20
20060101CFI20050919BHUA B01J
8/00 20060101CLI20050919BHUA
B01J 8/06
20060101ALI20050919BHUA B01J
19/00 20060101CLI20050919BHUA
C07F 9/40
20060101ALI20050919BHUA

(86) Номер та дата подання міжнародної заявки
відповідно до договору РСТ:
РСТ/EP02/09659, 20020829

(72) Винахідник(и):
Клопп Інго , DE,
Богенштеттер Томас , DE,
Франке Дірк , DE,
Мунцінгер Манфред , DE

(73) Власник(и):
БАСФ АКЦІЕНГЕЗЕЛЛЬШАФТ, DE

(54) СПОСІБ ПРОВЕДЕННЯ ТВЕРДОРІДИННОЇ РЕАКЦІЇ

(57) Реферат:

Винахід стосується способу проведення
твердорідинної реакції, що включає стадії: а)
одержання реакційної суспензії, у якій перший
реагент знаходиться в суспендованій формі, а
другий реагент знаходиться в розчиненій формі в
суспензійному середовищі, причому один із
продуктів реакції нерозчинний у суспензійному

середовищі, б) проходження реакційної суспензії
через подовжену реакційну зону таким чином що
число Рейнольдса потоку становить менше ніж
20000 і с) відділення одержаного нерозчинного
продукту реакції. Перевага даного способу полягає
в тому, що нерозчинний продукт реакції одержують
у формі, яка легко піддається фільтруванню.

Опис винаходу

Даний винахід стосується способу проведення твердо-рідинної реакції, тобто реакції в рідкому середовищі, в якому перший реагент присутній у вигляді часток, твердій формі, а другий реагент присутній у розчиненій формі, і один із продуктів реакції нерозчинний у реакційному середовищі. Вибір придатного реакційного середовища дозволяє проводити таким шляхом численні реакції, наприклад, одержання простих ефірів або складних ефірів за синтезом Вільямсона або одержання змішаних ангідридів кислот шляхом взаємодії солі першої кислоти з галогенангідридом другої кислоти. У цих синтезах як побічний продукт утворюється неорганічна сіль, яка нерозчинна в багатьох органічних розчинниках.

Промислово важливим прикладом є реакція бензоату натрію або бензоату амонію з фосфор(III)хлоридом з одержанням трибензоїлфосфіту і хлориду натрію або хлориду амонію, відповідно. Трибензоїлфосфіт може бути оброблений трисціанометилгексагідротриазином, і продукт реакції може бути прогідролізований до N-фосфометилгліцину, який відомий під назвою гліфосат і є широко використовуваним тотальним гербіцидом. До проведення зазначеної вище подальшої реакції трибензоїлфосфіту, необхідно відокремити всі хлориди натрію або хлориди амонію, що утворилися.

[Bollmacher H. і Satori P. у "Chemiker-Zeitung", 107 (1983), номер 4, стор.121-126], описують одержання трибензоїлфосфіту, де бензоат натрію суспендують у безводному ефірі і змішують з фосфор(Ш)хлоридом. Потім розчинник відганяють у високому вакуумі, а побічні продукти, що утворилися, видаляють обробкою гексаном.

У реакціях описаного типу, у яких один реагент є твердою речовиною, у той час як інший реагент присутній у вигляді розчину в рідкій фазі, реакція відбувається на поверхні або в безпосередній близькості до поверхні твердого реагенту. Нерозчинний продукт реакції утворюється на поверхні твердого реагенту. Однак, точки дотику між попередньо завантаженим твердим реагентом і твердим продуктом реакції, що утворився, є надзвичайно неміцними. Крім того, об'єм твердого реагенту протягом реакції безупинно зменшується, так що наприкінці реакції існує лише незв'язаний агломерат твердого продукту реакції. Твердий продукт реакції, що наростає на поверхні твердого реагенту, часто утворює пористі структури, які також є досить неміцними. Навіть невеликих механічних навантажень достатньо, щоб відокремити твердий продукт реакції від поверхні твердого реагенту або зруйнувати незв'язані агломерати твердого продукту реакції. Інтенсивне перемішування під час проведення реакції приводить до утворення твердих речовин, які є дуже тонкими і, таким чином, погано фільтруються. Ці недоліки стають особливо помітними, коли зростає обсяг завантаження, тому що при великих завантаженнях збільшується стирання, як результат більш високого зсуву в мішалці. Однак, без механічного перемішування тверді речовини будуть осідати на дно реакційної посудини або спливати на поверхню рідини, що приведе до неприйнятного подовження часу реакції через довгий шлях дифузії.

Тому, ціллю даного винаходу є забезпечення способу проведення твердо-рідинної реакції, у якому нерозчинний продукт реакції одержують у формі, яка легко фільтрується.

Було знайдено, що зазначена ціль досягається способом, який включає:

а) одержання реакційної суспензії, у якій перший реагент знаходиться в суспендованій формі, а другий реагент знаходиться в розчиненій формі в суспензійному середовищі, причому один з продуктів реакції нерозчинний у суспензійному середовищі,

б) проходження реакційної суспензії через подовжену реакційну зону, таким чином, що число Рейнольдса потоку становить менше ніж 20000, і

с) відділення одержаного нерозчинного продукту реакції.

Суспензійне середовище вибирають таким чином, щоб воно було інертним по відношенню до реагентів, які застосовують, і продуктів реакції. Перший реагент нерозчинний у суспензійному середовищі, у той час як другий реагент розчинний у суспензійному середовищі. Нерозчинним продуктом реакції може бути цільовий продукт або побічний продукт реакції.

У даному винаході "нерозчинний" означає розчинність менше ніж 1г/100мл і "розчинний" означає розчинність або змішуваність більшу ніж 5г/100мл при відповідній температурі реакції. Потік реакційної суспензії через реакційну зону характеризується числом Рейнольдса меншим, ніж 20000, бажано меншим 10000, особливо бажано меншим 5000, тобто потік власне кажучи ламінарний або слабо турбулентний. Отже, реакційна суспензія проходить через реакційну зону в умовах слабого зсуву. "Подовжена реакційна зона" означає, що відношення довжини до (найбільш широкого) діаметра реакційної зони становить більше ніж 10, переважно більше ніж 25. Поперечний переріз реакційної зони не є критичним, але бажаним, в основному, є круглий поперечний переріз.

З одного боку, спосіб даного винаходу дозволяє уникнути ситуації, коли надмірні механічні навантаження на крихіткі частинки в реакційній суспензії приводять до стирання і небажано дрібної твердої речовини. З іншого боку, ламінарний або слабо турбулентний потік запобігає появі неоднорідностей у реакційній суспензії, наприклад, осадження твердих речовин.

Реакційну суспензію пропускають через подовжену реакційну зону паралельно її подовжньої осі. В загальному, подовжня вісь реакційної зони є переважно вертикальною, тобто реакційну суспензію пропускають через реакційну зону або в напрямку сили тяжіння, або в напрямку протилежному силі тяжіння. Потік проти напрямку сили тяжіння є кращим, якщо одержуваний нерозчинний продукт реакції має більш високу густину, ніж суспензійне середовище, у той час як потік у напрямку сили тяжіння є кращим, якщо одержуваний нерозчинний продукт реакції має більш низьку густину, ніж суспензійне середовище та/або якщо реакція є надзвичайно екзотермічною, що приводить до зменшення густини суспензійного середовища протягом проведення реакції.

При цьому швидкість потоку повинна бути вибрана переважно такою, щоб вона була, принаймні, такою ж, як швидкість з якою часточки одержаного нерозчинного продукту реакції опускаються або спливають, причому вона у свою чергу залежить від різних факторів, таких як, наприклад, в'язкість реакційного середовища.

Перша стадія способу, згідно даному винаходу, являє собою одержання "реакційної суспензії", тобто придатне, підібране суспензійне середовище, перший реагент і другий реагент приводять у контакт, і реагенти гомогенно диспергують у суспензійному середовищі. Вміст твердої речовини в реакційній суспензії звичайно становить від 10 до 50 мас.%. Верхня межа вмісту твердої речовини обмежується лише необхідністю суспензії залишатися легко прокачуваною. З іншого боку, робота із сильно розведеними суспензіями є економічно не вигідною.

При одержанні реакційної суспензії послідовність додавання реагентів у суспензійне середовище сама по собі не є критичною. Однак, у загальному переважно одержувати реакційну суспензію шляхом змішування суспензії першого реагенту в суспензійному середовищі з рідким або розчинним другим реагентом. Таким чином, переважно суспендувати перший реагент у формі часток у суспензійному середовищі і змішувати отриману суспензію з другим реагентом, якщо він рідкий, або з розчином другого реагенту в суспензійному середовищі або в розчиннику, що з ним змішується.

Додавання рідкого або розчиненого другого реагенту переважно виконують шляхом дозування другого реагенту в потік суспензії першого реагенту в протитічній зоні змішування реакційної зони. При цьому час змішування в зоні змішування повинен бути невеликим у порівнянні з часом перебування в реакційній зоні. Час перебування в реакційній зоні переважно, принаймні, у 5 разів, зокрема, принаймні, у 10 разів, особливо переважно, принаймні, у 20 разів перевищує час перебування в зоні змішування. Час перебування в реакційній зоні звичайно становить від 2 хвилин до 6 годин.

Ефективного змішування другого реагенту можна досягнути, наприклад, за допомогою статичних змішувачів елементів, які розташовані безпосередньо по ходу потоку за точкою, у якій дозують другий реагент. Однак, кращий спосіб змішування полягає в пропусканні суспензії через зону змішування при високій швидкості потоку з наступним зменшенням швидкості потоку. Це переважно досягається за допомогою частини зони змішування, що знаходиться по ходу потоку за точкою додавання, яка має більший поперечний переріз, ніж область точки додавання. Через низький статичний тиск, який переважає в області високої швидкості потоку, другий реагент, який додають, відразу ж змішується з протікаючою суспензією. Потім швидкість потоку зменшують для забезпечення умов слабкого зсуву, які застосовують у способі згідно даного винаходу.

Також існує можливість додавання другого реагенту до суспензії першого реагенту у великій кількості точок. Так, наприклад, частина другого реагенту може бути додана в протитічній зоні змішування реакційної зони, а залишок може бути доданий в одній або більше точок у реакційну зону.

Спосіб, відповідно до даного винаходу, може бути проведений адіабатично, тобто власне кажучи без теплообміну з навколишнім середовищем. З іншого боку, існує можливість встановлення відповідних теплообмінних елементів для нагрівання і/або охолодження, наприклад, змійовиків через які протікає агент, що нагріває або охолоджує, і які знаходяться в стінці проточної трубки, що служить реакційною зоною, або розташовані на стінці, таким чином, що тепло проводиться між стінкою і змійовиками. Також можливі внутрішньокорпусні елементи, через які протікає агент, що нагріває або охолоджує, і які розташовані в реакційній зоні, але внаслідок ризику виникнення турбулентності вони не є кращими. Температура реакції значно варіюється в залежності від типу використовуваних реагентів. Загальна нормативна амплітуда становить від -80 до 250°C.

У багатьох випадках бажано розділяти реакційну суспензію на безліч підпотоків, і пропускати підпотоки по паралельних трубках. Паралельні трубки можуть бути оточені теплопередавальним середовищем так, щоб спосіб, згідно з даним винаходом, можна було проводити простим методом у звичайному кожухотрубному теплообміннику.

Профіль потоку, з яким реакційна суспензія переміщається через реакційну зону, є власне кажучи потоком витіснення або параболічним профілем. Існує можливість покращити радіальне змішування суспензії реагенту за допомогою відповідних внутрішньокорпусних елементів у реакційній зоні. Однак, при визначенні форми і розташування внутрішньокорпусних елементів, необхідно застосовувати заходи для того, щоб гарантувати, що на характер низького зсуву протікаючого потоку немає несприятливого впливу.

Отриманий нерозчинний продукт реакції переважно відокремлюють седиментацією або краще фільтруванням. Для цієї цілі, суспензію переважно безпосередньо подають, без проходження через засоби переносу, у засіб фільтрування. Відповідні засоби фільтрування являють собою, наприклад, стрічкові фільтри, ротаційні фільтри, фільтрпреси або центрифуги. Перевага надається безупинно функціонуючим засобам фільтрування, зокрема стрічковим фільтрам.

У способі, згідно з даним винаходом, можливі перші реагенти являють собою, наприклад, солі органічних кислот або кисневмісних неорганічних кислот або алкоголятів; можливі другі реагенти являють собою галогенангідриди неорганічних або органічних кислот і алкілгалогеніди.

Прийнятні солі органічних або кисневмісних неорганічних кислот являють собою солі лужного металу, лужноземельного металу або солі амонію аліфатичних, ароматичних або гетероароматичних карбонових кислот або сульфокислот. Які включають C₁-C₁₈-алканкарбонові кислоти, наприклад, мурашину кислоту, оцтову кислоту або пропіонову кислоту, а також моноциклічні або біциклічні ароматичні карбонові кислоти, кільце(ця) яких можуть містити один або два гетероатома вибраних з азоту, кисню і сірки, і які можуть нести від одного до чотирьох замісників, незалежно вибраних з C₁-C₄-алкілу, C₁-C₄-алкокси, нітро і галогену, наприклад, бензойну кислоту, нафтойну кислоту або піридинкарбонову кислоту.

Прийнятні алкоголяти являють собою солі лужного металу або лужноземельного металу спиртів або фенолів. Такі спирти або феноли включають нерозгалужені або розгалужені C₁-C₁₈-алканоли, наприклад, метиловий спирт або етиловий спирт, а також моноциклічні або біциклічні ароматичні гідроксисполуки, які можуть бути заміщені, як описано вище.

Серед солей лужного металу перевага в основному надається солям натрію і калію. Особлива перевага також надається солям амонію, які можуть бути одержані з аміаку і амінів. Вони включають, наприклад, тетра-C₁-C₁₈-алкіламонієві солі, у яких алкільні радикали можуть бути однаковими або різними.

Прийнятні хлорангідриди неорганічних кислот являють собою, наприклад, фосфор(III)хлорид, фосфор(V)хлорид, хлористий тіоніл або сульфурилхлорид. Прийнятні хлорангідриди органічних кислот являють собою аліфатичні, ароматичні або герероароматичні галогенангідриди, особливо хлориди. Вони включають галогенангідриди C₁-C₁₈-алканкарбонових кислот і сульфокислот, наприклад, ацетилхлорид, пропіонілхлорид або метансульфонілхлорид, а також галогенангідриди моноциклічних або біциклічних ароматичних карбонових кислот або сульфокислот, які можуть бути заміщені, як описано вище, наприклад, бензоїлхлорид, бензолсульфонілхлорид або п-толуолсульфонілхлорид.

Прийнятні алкілгалогеніди являють собою первинні, вторинні або третинні алкілхлориди, броміди або йодиди, які включають нерозгалужені або розгалужені C₁-C₁₈-алкілгалогеніди, такі як метилхлорид, етилхлорид або трет-бутилхлорид.

Прийнятні суспензійні середовища являють собою аліфатичні і ароматичні вуглеводні, такі як гексан, гептан, октан, ізооктан, циклогексан, метилциклогексан, бензол, алкілбензоли, що мають до трьох C₁-C₄-алкільних радикалів в ароматичному ядрі, наприклад, толуол, о-, м- і п-ксилол та їх суміші; галогеновані вуглеводні, зокрема хлоровані вуглеводні, наприклад, дихлорметан, трихлорметан, 1,2-дихлоретан, 1,1,2-трихлоретан, хлорбензол, перхлоретилен, 1,2-дихлорпропан; фторовані вуглеводні, такі як фторбензол або фторалкіл-заміщені бензоли; ефіри, такі як діетиловий ефір, діізопропіловий ефір, діоксан, тетрагідрофуран, диметоксітан, диметиловий ефір діетиленгліколю; кетони, такі як ацетон, циклогексанон, метилізобутилкетон; або естери, такі як етилацетат; органічні нітросполуки, такі як нітрметан або нітробензол.

Суспензійне середовище переважно використовують у практично безводній формі, тобто вміст води в суспензійному середовищі становить переважно менше ніж 0,5мас.%, особливо менше ніж 0,1мас.%.

Далі винахід проілюстрований відповідною супутньою фігурою і прикладами.

На Фіг.1 схематично показано пристрій, який прийнятний для виконання способу згідно з даним винаходом. Елементи, що не є необхідні для розуміння, і які по суті є очевидними, були опущені.

Суспензію твердого реагенту в суспензійному середовищі подають у реакційну зону 1 насосом 2 і лінією 3. Рідкий або розчинений другий реагент подають за допомогою насоса 5, лінії 6 і дозують за допомогою змішувальної форсунки 4. Суспензію, яка виходить з реакційної зони випускають через лінію 7 і направляють до засобу фільтрування.

Приклади:

Приклад 1

Суспензію бензоату амонію в дихлоретані (20мас.%) подавали зі швидкістю 2000г.год⁻¹ до основи вертикальної проточної трубки, що має довжину 150см і діаметр 3см. Одночасно, фосфор(III)хлорид (131,5г.год⁻¹) дозували в суспензію через трійник вверх за течією входу проточної трубки. Суспензія бензоату амонію була попередньо охолоджена до 6-7°C, у той час як фосфор(III)хлорид був кімнатної температури. Реакційну суміш пропускали через трубку в потоці витіснення при числі Рейнольдса менше ніж 2000. Температури становили 31°C в основі (приблизно 5см після додавання фосфор(III)хлориду) і 36°C у суміші, що переливалася зверху. Суміш, яка переливалася зверху, відфільтрували через напірний фільтр. Вміст бензойної кислоти у фільтраті, після гідролізу ацетонітрилом/водою, становив 17,0мас.%, і вміст хлориду становив менше ніж 0,32мас.%. Опір фільтру хлористого амонію становив 3,8.10¹²мПа.с.м⁻².

Приклад 2

Суспензію бензоату амонію в дихлоретані (24,2г у 100мл) подавали зі швидкістю 25,6мл/хв до основи проточної трубки, описаної в Прикладі 1. Одночасно, 20мас.% розчин фосфор(III)хлориду в дихлоретані (7,72мл/хв.) дозували в суспензію через трійник вверх за течією входу проточної трубки.

Реакційну суміш пропускали через трубку в потоці витіснення. Температура, приблизно 5 см після додавання фосфор(III)хлориду, становила 38°C. Суміш, що переливалася зверху, відфільтровували через напірний фільтр. Одержували приблизно 33,3г/хв. фільтрату. Вміст бензойної кислоти у фільтраті після гідролізу ацетонітрилом/водою становив 14,2мас.%. Опір фільтру хлористого амонію становив 4,9.10¹²мПа.с.м⁻².

Порівняльний Приклад 3

3127г 20%-ого розчину бензоату амонію помістили в посудину перемішування, оснащену подвійною лопатевою мішалкою, при 15°C і 226,8г фосфор(III)хлориду додали по краплях протягом 45 хвилин. Швидкість обертання мішалки становила 80об./хв. Суміш перемішували протягом додаткових 40 хвилин при 15-18 °C. Після цього суміш відфільтровували через напірний фільтр. Опір фільтру хлористого амонію становив 2-2,5.10¹³мПа.с.м⁻². Після гідролізу водою/ацетонітрилом, фільтрат містив 17,4мас.% бензойної кислоти.

Формула винаходу

1. Спосіб проведення твердорідинної реакції, що включає стадії:

а) одержання реакційної суспензії, де перший реагент, який вибирають з солей органічних і кисневмісних неорганічних кислот і алкохолів, знаходиться в суспендованій формі, а другий реагент, який вибирають з галогенангідридів неорганічних і органічних кислот і алкілгалогенідів, знаходиться в розчиненій формі в суспензійному середовищі, причому один із продуктів реакції нерозчинний у суспензійному середовищі,

б) проходження реакційної суспензії через подовжену реакційну зону таким чином що число Рейнольдса потоку становить менше ніж 20000 і

в) відділення одержаного нерозчинного продукту реакції.

2. Спосіб за п. 1, який відрізняється тим, що число Рейнольдса потоку становить менше ніж 10000.

3. Спосіб за п. 1 або 2, який відрізняється тим, що подовжня вісь реакційної зони є вертикальною.

4. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, який відрізняється тим, що реакційну суспензію одержують шляхом змішування суспензії першого реагенту в суспензійному середовищі з рідким або розчиненим другим реагентом.

5. Спосіб за п. 4, який відрізняється тим, що час перебування реакційної суспензії в реакційній зоні принаймні у 10 разів перевищує час змішування.

6. Спосіб за п. 4 або 5, який відрізняється тим, що другий реагент дозують у потік суспензії першого реагенту.

7. Спосіб за п. 6, який відрізняється тим, що швидкість потоку суспензії зменшують після того, як до нього був доданий другий реагент.

8. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, який відрізняється тим, що реакційну суспензію розділяють на безліч підпотоків і підпотоки пропускають по паралельних трубках.

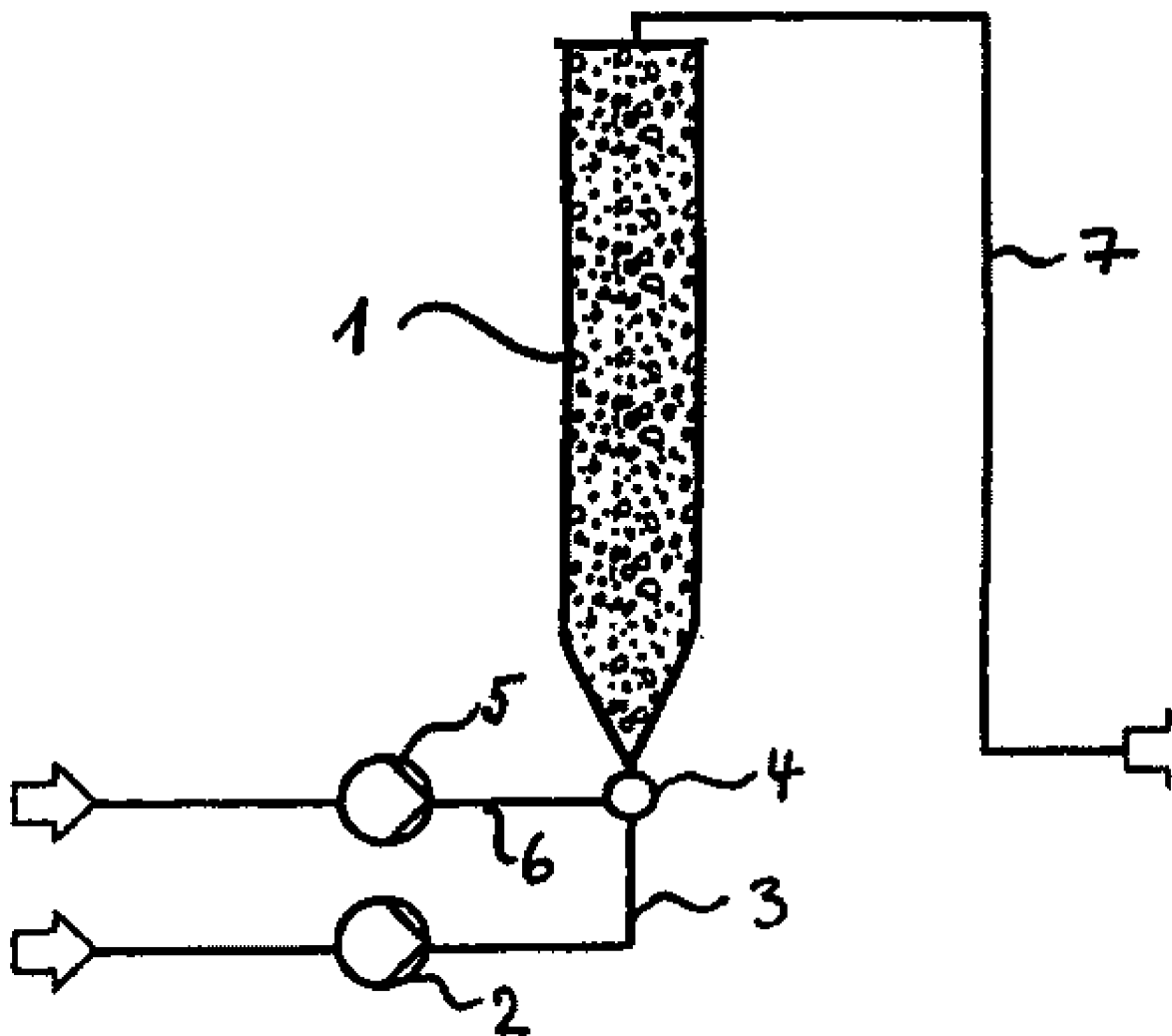
9. Спосіб за п. 8, який відрізняється тим, що використовувати паралельні трубки знаходяться в теплообмінному середовищі.

10. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, який відрізняється тим, що нерозчинний продукт реакції відділяють шляхом фільтрування.

11. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, який відрізняється тим, що суспензійне середовище вибирають з вуглеводнів, галогенованих вуглеводнів, ефірів, кетонів і естерів.

12. Спосіб за п. 11, який відрізняється тим, що суспензійне середовище вибирають з 1,2-дихлоретану, 1,2-дихлорпропану і їх сумішей.

13. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, який відрізняється тим, що перший реагент являє собою сіль лужного металу або амонійну сіль бензойної кислоти, а другий реагент являє собою хлорид фосфору (III).



ФІГ. 1

Офіційний бюлетень "Промислова власність". Книга 1 "Винаходи, корисні моделі, топографії інтегральних мікросхем", 2006, N 2, 15.02.2006. Державний департамент інтелектуальної власності Міністерства освіти і науки України.