



# (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102078789 A

(43) 申请公布日 2011.06.01

(21) 申请号 201010594025.0

(22) 申请日 2010.12.17

(71) 申请人 浙江工业大学

地址 310014 浙江省杭州市下城区朝晖六区

(72) 发明人 陈冰冰 郑三龙 金伟娅 高增梁

杨玉宇 张元平

(74) 专利代理机构 杭州天正专利事务所有限公

司 33201

代理人 王兵 黄美娟

(51) Int. Cl.

B01J 14/00(2006.01)

C07C 245/00(2006.01)

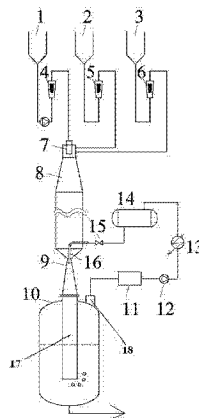
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

## (54) 发明名称

重氮化连续管式反应器

## (57) 摘要

重氮化连续管式反应器,包括储液槽,管式反应器,重氮化盐分离贮罐和循环冷却系统;所有的储液槽均通过一个能将所有反应物料充分混合后送入管式反应器中的混合器与管式反应器连接,每个储液槽与混合器之间均设有流量控制器,混合器与管式反应器密封连接;循环冷却系统包括连接管式反应器的出口与重氮化盐分离贮罐的进液管的急冷器,存储冷却介质的介质贮罐,将冷却介质快速喷入急冷器中的急冷器喷嘴,和与重氮化盐分离贮罐连接、以回收冷却介质、并对回收的冷却介质做降温处理的回收机构,回收机构与介质贮罐连接;冷却介质为低温高压 CO<sub>2</sub>,重氮化盐分离贮罐的顶部设有排气口。本发明具有反应收率高,能源消耗低,通用性强的优点。



1. 重氮化连续管式反应器,包括多个分别存储反应物料的储液槽,进行重氮反应的管式反应器,获取并储存重氮化盐溶液的重氮化盐分离贮罐,和冷却在管式反应器中反应生成的重氮化盐溶液的循环冷却系统;

所有的储液槽均通过一个能将所有反应物料充分混合后送入管式反应器中的混合器与所述的管式反应器连接,每个储液槽与混合器之间均设有流量控制器,所述的混合器与所述的管式反应器密封连接;

其特征在于:所述的循环冷却系统包括连接所述的管式反应器的出口与重氮化盐分离贮罐的进液管的急冷器,存储冷却介质的介质贮罐,将冷却介质快速喷入急冷器中的急冷器喷嘴,和与重氮化盐分离贮罐连接、以回收冷却介质、并对回收的冷却介质做降温处理的回收机构,所述的回收机构与所述的介质贮罐连接;所述的冷却介质为低温高压  $\text{CO}_2$ ,所述的重氮化盐分离贮罐的顶部设有允许  $\text{CO}_2$  溢出的排气口。

2. 如权利要求 1 所述的重氮化连续管式反应器,其特征在于:所述的管式反应器的与所述的混合器连接的上游为一渐扩管,所述的管式反应器与所述的急冷器连接的下游为一渐缩管,所述的上游和下游之间为一柱形管区域。

3. 如权利要求 1 或 2 所述的重氮化连续管式反应器,其特征在于:所述的回收机构包括与所述的重氮化盐分离贮罐的排气口连接、以去除回收的  $\text{CO}_2$  中的携带的水份的气水分离器,将干燥后的  $\text{CO}_2$  做冷却处理的压缩机和冷却器,所述的冷却器与所述的介质贮罐连接。

4. 如权利要求 3 所述的重氮化连续管式反应器,其特征在于:所述的介质贮罐与所述的急冷器喷嘴之间设有节流阀。

5. 如权利要求 4 所述的重氮化连续管式反应器,其特征在于:所述的进液管的入口位于贮罐顶部,进液管的出口靠近贮罐底部,所述的重氮化盐分离贮罐设有将重氮化盐输出的出液管。

6. 如权利要求 5 所述的重氮化连续管式反应器,其特征在于:所述的储液槽有 3 个。

## 重氮化连续管式反应器

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种重氮化连续管式反应器。

### 技术背景

[0002] 重氮化反应是芳香氨基化合物在酸性环境下与亚硝酸作用生成重氮化盐的过程，重氮化盐有极强的化学活性，可发生取代、还原、偶合、水解等反应生成各种类型的化合物，在染料、感光材料、医药和农药等行业应用广泛。

[0003] 重氮化反应是一个要求较苛刻的反应，必须控制反应温度、亚硝酸钠和无机酸的用量，要保证物料良好的混合，而且反应介质具有强腐蚀性，所以重氮化反应对反应器的要求很高。目前，工业上重氮化反应大多数采用搅拌釜间歇生产工艺，反应在低温下进行，反应时间长，效率低。国外出现了部分连续化重氮化反应装置的专利，但大多也基于搅拌釜方式，对反应的产率提升不大，能源消耗反而增大；基于管式反应器技术的重氮化反应装置专利也有报导，但该反应器针对性很强，不具有通用性。

### 发明内容

[0004] 为克服现有技术的缺点，本发明提供了一种反应收率高，能源消耗低，通用性强的重氮化连续管式反应器。

[0005] 重氮化连续管式反应器，包括多个分别存储反应物料的储液槽，进行重氮反应的管式反应器，获取并储存重氮化盐溶液的重氮化盐分离贮罐，和冷却在管式反应器中反应生成的重氮化盐溶液的循环冷却系统；

所有的储液槽均通过一个能将所有反应物料充分混合后送入管式反应器中的混合器与所述的管式反应器连接，每个储液槽与混合器之间均设有流量控制器，所述的混合器与所述的管式反应器密封连接；

其特征在于：所述的循环冷却系统包括连接所述的管式反应器的出口与重氮化盐分离贮罐的进液管的急冷器，存储冷却介质的介质贮罐，将冷却介质快速喷入急冷器中的急冷器喷嘴，和与重氮化盐分离贮罐连接、以回收冷却介质、并对回收的冷却介质做降温处理的回收机构，所述的回收机构与所述的介质贮罐连接；所述的冷却介质为低温高压  $\text{CO}_2$ ，所述的重氮化盐分离贮罐的顶部设有允许  $\text{CO}_2$  溢出的排气口。

[0006] 进一步，所述的管式反应器的与所述的混合器连接的上游为一渐扩管，所述的管式反应器与所述的急冷器连接的下游为一渐缩管，所述的上游和下游之间为一柱形管区域。

[0007] 进一步，所述的回收机构包括与所述的重氮化盐分离贮罐的排气口连接、以去除回收的  $\text{CO}_2$  中的携带的水份的气水分离器，将干燥后的  $\text{CO}_2$  做冷却处理的压缩机和冷却器，所述的冷却器与所述的介质贮罐连接。

[0008] 进一步，所述的介质贮罐与所述的急冷器喷嘴之间设有节流阀。

[0009] 进一步，所述的进液管的入口位于贮罐顶部，进液管的出口靠近贮罐底部，所述的

重氮化盐分离贮罐设有将重氮化盐输出的出液管。

[0010] 进一步,所述的储液槽有 3 个。

[0011] 本发明的技术构思是:用多个储液槽分别储存重氮化反应的各种原料,反应原料通过管道和流量控制器进入混合器,各物料经混合器的充分混合后进入管式反应器充分反应,反应产生高温的重氮化盐溶液流经急冷器喷嘴与循环冷却系统中的低温高压  $\text{CO}_2$  气体喷射混合,重氮化反应产生高温的重氮化盐溶液在急冷器中被  $\text{CO}_2$  气体冷却到常温,重氮化盐溶液和  $\text{CO}_2$  混合物进入重氮化盐分离贮罐,重氮化盐分离贮罐将  $\text{CO}_2$  与重氮化盐溶液分离,重氮化盐溶液留在贮罐中, $\text{CO}_2$  由贮罐顶部的排气口进入气水分离器,气水分离器将  $\text{CO}_2$  中的水分析出,再由  $\text{CO}_2$  压缩机将  $\text{CO}_2$  气体压缩, $\text{CO}_2$  冷却器将压缩  $\text{CO}_2$  气体温度降低,由管道输送到介质贮罐中,低温高压的  $\text{CO}_2$  气体经由节流阀送到急冷器喷嘴,如此形成一个冷却介质的循环。

[0012] 试验时,将供料系统的流量控制器打开调节各反应原料的流量,按工艺所需比例供料,打开循环冷却系统的节流阀,反应物料源源不断进入管式反应器进行重氮化反应,反应生成重氮化盐溶液经冷却进入重氮化盐分离贮罐收集,重氮化盐溶液由出液管定时或自动排出进行后续分析和利用,冷却介质  $\text{CO}_2$  由循环冷却系统重复利用,整个重氮化反应过程连续进行,冷却介质不溶于反应物料,减少了废液的分离和排放,实现了节能减排的效果。

[0013] 本发明的有益效果主要体现在:(1)采用带渐扩管的管式反应器,加快反应物料间的传质和反应速度,提高效率,提高了反应收率,以及提高了重氮化反应的温度,简化了反应装置;(2)采用急冷器快速冷却重氮化反应产生的高温重氮化盐溶液,避免重氮化盐在高温下的分解;(3)采用混合器高速混合反应原料以及采用急冷器喷嘴高速混合重氮化盐溶液和冷却介质  $\text{CO}_2$ ,提高了运行速度和效率,缩短重氮化盐在高温停留时间,减小分解;(4)利用不溶于重氮化盐溶液的  $\text{CO}_2$  作为冷却介质,减少传统冷却剂的添加和分离,实现节能减排的效果;(5)采用循环冷却系统和自动供、排料系统,实现了连续操作功能,降低劳动强度和运行费用,提高了效率。

## 附图说明

[0014] 图 1 是本发明的示意图。

## 具体实施方式

[0015] 参照附图,进一步说明本发明:

重氮化连续管式反应器,包括多个分别存储反应物料的储液槽 1、2、3,进行重氮反应的管式反应器 8,获取并储存重氮化盐溶液的重氮化盐分离贮罐 10,和冷却在管式反应器 8 中反应生成的重氮化盐溶液的循环冷却系统;

所有的储液槽 1、2、3 均通过一个能将所有反应物料充分混合后送入管式反应器 8 中的混合器 7 与所述的管式反应器 8 连接,每个储液槽 1、2、3 与混合器 7 之间均设有流量控制器 4、5、6,所述的混合器 7 与所述的管式反应器 8 密封连接;

所述的循环冷却系统包括连接所述的管式反应器 8 的出口与重氮化盐分离贮罐 10 的进液管 17 的急冷器 9,存储冷却介质的介质贮罐 14,将冷却介质快速喷入急冷器 9 中的急冷器喷嘴 16,和与重氮化盐分离贮罐 10 连接、以回收冷却介质、并对回收的冷却介质做降

温处理的回收机构,所述的回收机构与所述的介质贮罐 14 连接;所述的冷却介质为低温高压  $\text{CO}_2$ ,所述的重氮化盐分离贮罐 10 的顶部设有允许  $\text{CO}_2$  溢出的排气口 18。

[0016] 所述的管式反应器 8 的与所述的混合器 7 连接的上游为一渐扩管,所述的管式反应器 8 与所述的急冷器 9 连接的下游为一渐缩管,所述的上游和下游之间为一柱形管区域。

[0017] 所述的回收机构包括与所述的重氮化盐分离贮罐 10 的排气口 18 连接、以去除回收的  $\text{CO}_2$  中的携带的水份的气水分离器 11,将干燥后的  $\text{CO}_2$  做冷却处理的压缩机 12 和冷却器 13,所述的冷却器 13 与所述的介质贮罐 14 连接。

[0018] 所述的介质贮罐 14 与所述的急冷器喷嘴 16 之间设有节流阀 15。

[0019] 所述的进液管 17 的入口位于贮罐顶部,进液管 17 的出口靠近贮罐底部,所述的重氮化盐分离贮罐 10 设有将重氮化盐输出的出液管。

[0020] 所述的储液槽有 3 个。

[0021] 本发明的技术构思是:用多个储液槽分别储存重氮化反应的各种原料,反应原料通过管道和流量控制器进入混合器 7,各物料经混合器 7 的充分混合后进入管式反应器 8 充分反应,反应产生高温的重氮化盐溶液流经急冷器喷嘴 16 与循环冷却系统中的低温高压  $\text{CO}_2$  气体喷射混合,重氮化反应产生高温的重氮化盐溶液在急冷器 9 中被  $\text{CO}_2$  气体冷却到常温,重氮化盐溶液和  $\text{CO}_2$  混合物进入重氮化盐分离贮罐 10,重氮化盐分离贮罐 10 将  $\text{CO}_2$  与重氮化盐溶液分离,重氮化盐溶液留在贮罐 10 中, $\text{CO}_2$  由贮罐顶部的排气口 18 进入气水分离器 11,气水分离器 11 将  $\text{CO}_2$  中的水分析出,再由  $\text{CO}_2$  压缩机 12 将  $\text{CO}_2$  气体压缩, $\text{CO}_2$  冷却器 13 将压缩  $\text{CO}_2$  气体温度降低,由管道输送到介质贮罐 14 中,低温高压的  $\text{CO}_2$  气体经由节流阀 15 送到急冷器喷嘴 16,如此形成一个冷却介质的循环。

[0022] 试验时,将供料系统的流量控制器打开调节各反应原料的流量,按工艺所需比例供料,打开循环冷却系统的节流阀,反应物料源源不断进入管式反应器进行重氮化反应,反应生成重氮化盐溶液经冷却进入重氮化盐分离贮罐收集,重氮化盐溶液由出液管定时或自动排出进行后续分析和利用,冷却介质  $\text{CO}_2$  由循环冷却系统重复利用,整个重氮化反应过程连续进行,冷却介质不溶于反应物料,减少了废液的分离和排放,实现了节能减排的效果。

[0023] 本说明书实施例所述的内容仅仅是对发明构思的实现形式的列举,本发明的保护范围不应当被视为仅限于实施例所陈述的具体形式,本发明的保护范围也及于本领域技术人员根据本发明构思所能够想到的等同技术手段。

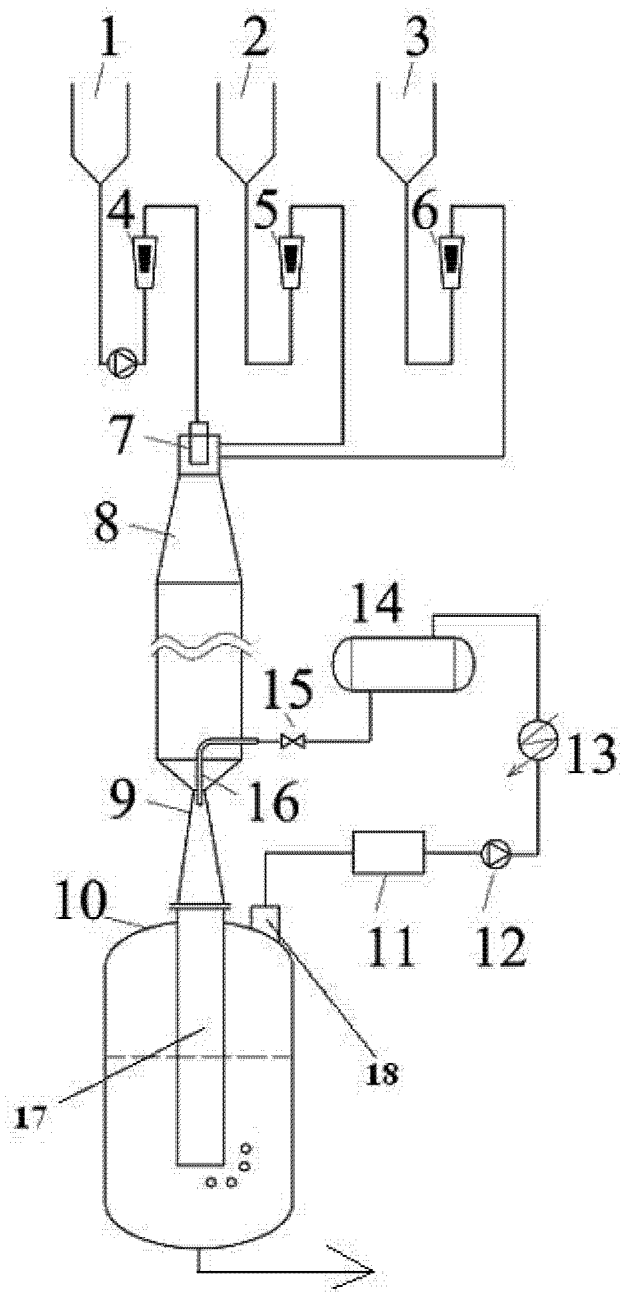


图 1