

PCT
 WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM
 Internationales Büro
 INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE
 INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)



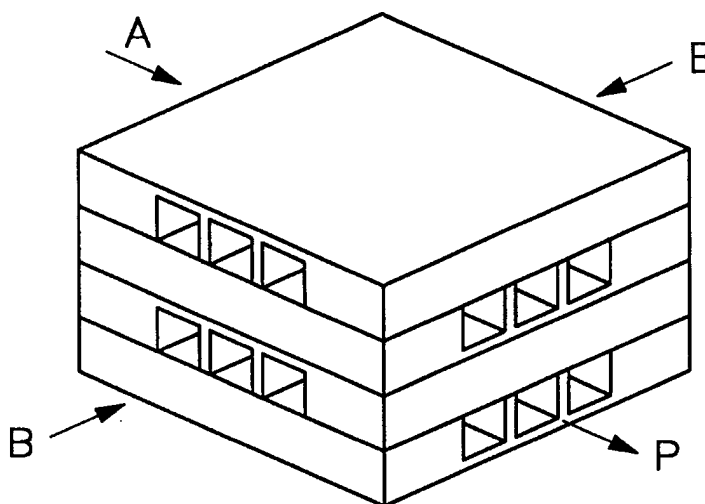
(51) Internationale Patentklassifikation ⁶ : B01F 5/02, 5/04, B01J 19/00, 19/24	A1	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 98/33582 (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 6. August 1998 (06.08.98)
(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP98/00217 (22) Internationales Anmeldedatum: 16. Januar 1998 (16.01.98) (30) Prioritätsdaten: 197 03 779.8 1. Februar 1997 (01.02.97) DE (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): FORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE GMBH [DE/DE]; Weberstrasse 5, D-76133 Karlsruhe (DE). BAYER AG [DE/DE]; D-51368 Leverkusen (DE). (72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): SCHUBERT, Klaus [DE/DE]; Geigersbergstrasse 54, D-76227 Karlsruhe (DE). BIER, Wilhelm [DE/DE]; Grabener Weg 10, D-76344 Eggenstein-Leopoldshafen (DE). LINDER, Gerd [DE/DE]; Stephan-Lochner-Weg 2, D-76149 Karlsruhe (DE). HERRMANN, Erhard [DE/DE]; Felix-von-Roll-Strasse 11D, D-51375 Leverkusen (DE). (74) Anwalt: RÜCKERT, Friedrich; Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Stabsabteilung Patente und Lizenzen, Postfach 3640, D-76021 Karlsruhe (DE).		(81) Bestimmungsstaaten: JP, US, europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE). Veröffentlicht <i>Mit internationalem Recherchenbericht.</i> <i>Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen Frist. Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen eintreffen.</i>

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR PRODUCING A DISPERSED MIXTURE

(54) Bezeichnung: VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR HERSTELLUNG EINES DISPERSEN GEMISCHES

(57) Abstract

The invention relates to a method and a device for producing a dispersed mixture from at least two phases. To do this, the first and the second phase are subdivided into split streams so that the split streams from the first phase are located on a first flat layer and the split streams from the second phase are located on a second flat layer, the split streams of the first phase inside the flat layer being fed onto the split streams of the second phase at an angle in order to bring about a dispersion and mixing process, wherein the flat layers are directly arranged on top of each other, parallel to each other by a device consisting of at least one base unit containing two foils into which a parallel assembly of grooves is inserted on one side of each foil, wherein both foils are configured in the base unit in such a way that the sides of the foils fitted with grooves lie on top of each other and form an angle with each other.



(57) Zusammenfassung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung eines dispersen Gemisches aus mindestens zwei Phasen vorzuschlagen. Die Aufgabe wird gelöst durch ein Verfahren, bei dem sowohl die erste als auch die zweite Phase in Teilströme aufgeteilt werden, so daß die Teilströme der ersten Phase in einer ersten und die Teilströme der zweiten Phase in einer zweiten ebenen Schicht liegen, die Teilströme der ersten Phase innerhalb der ersten ebenen Schicht zur Auslösung eines Dispergier- und Vermischungsvorgangs in einem Winkel auf die Teilströme der zweiten Phase zugeführt werden, wobei die ebenen Schichten parallel und unmittelbar übereinander angeordnet sind und durch eine Vorrichtung bestehend aus mindestens einer Grundeinheit, die zwei Folien umfaßt, in die jeweils auf einer Seite der Folien eine parallele Schar von Nuten eingebracht ist, wobei in der Grundeinheit die zwei Folien in der Weise zusammengesetzt sind, daß die mit Nuten versehenen Seiten der beiden Folien aufeinander liegen und miteinander einen Winkel bilden.

LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidshan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland	ML	Mali	TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	MN	Mongolei	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MR	Mauretanien	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MW	Malawi	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MX	Mexiko	US	Vereinigte Staaten von Amerika
CA	Kanada	IT	Italien	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NL	Niederlande	VN	Vietnam
CG	Kongo	KE	Kenia	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NZ	Neuseeland	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	PL	Polen		
CM	Kamerun	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CN	China	KZ	Kasachstan	RO	Rumänien		
CU	Kuba	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
CZ	Tschechische Republik	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DE	Deutschland	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
DK	Dänemark	LR	Liberia	SG	Singapur		
EE	Estland						

Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung eines dispersen Gemisches

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung eines dispersen Gemisches gemäß Anspruch 1 und Anspruch 2.

Dispergieren ist die Bezeichnung für die Zerteilung und möglichst feine Verteilung eines Stoffes in einem anderen. Die fertige Mischung heißt Dispersion. In einer Dispersion liegen eine oder mehrere dispers verteilte Phasen, die inneren Phasen, in einer kontinuierlichen Phase, der äußeren Phase, vor. Ist die disperse Phase vollständig in der kontinuierlichen Phase löslich, so geht die Dispersion sofort in eine homogene Mischung über. Typische Beispiele von durch Dispergieren hergestellten Dispersionen aus dem Bereich der chemischen Verfahrenstechnik sind

♦ Flüssigkeit-Flüssigkeit-Systeme:

Emulsionen (disperse Phase: Flüssigkeit, kontinuierliche Phase: Flüssigkeit); Beispiele: Öl-in-Wasser-Emulsionen, Wasser-in-Öl-Emulsionen

♦ Gas-Flüssigkeit-Systeme:

- begaste Flüssigkeiten bzw. Schmelzen (disperse Phase: Gas, kontinuierliche Phase: Flüssigkeit), z. B. Schäume
- Nebel (disperse Phase: Flüssigkeit, kontinuierliche Phase: Gas)

♦ Flüssigkeit-Feststoff-Systeme:

Suspensionen (disperse Phase: Feststoff, kontinuierliche Phase: Flüssigkeit), bei denen z. B. die Feststoffphase beim Dispergiervorgang durch Fällung eines übersättigt gelösten Stoffes entsteht.

Dispergieren ist der rein physikalische Vorgang des Zerteilens wie im Fall der Herstellung von Emulsionen; der Dispergiervor-

gang wird z. B. eingesetzt als einleitender Primärdispergierschritt oder als einer Primärdispergierung nachgeschalteter Redispergierschritt bei der Durchführung chemischer Reaktionen in zwei- und mehrphasigen Reaktionssystemen.

Bei der Durchführung chemischer Reaktionen bestimmt das Verhältnis der Geschwindigkeit von Stofftransport zu Kinetik, inwieweit durch Intensivierung des Dispergiervorganges, d. h. durch Vergrößerung der Phasengrenzflächen zwischen den an der Reaktion beteiligten Phasen, der Reaktionsablauf beschleunigt werden kann. So ist bei sehr schnellen chemischen Reaktionen in der Regel der Stofftransport zwischen den an der Reaktion beteiligten Phasen für die Geschwindigkeit der chemischen Umsetzung und damit für die erzielbare Reaktorleistung maßgebend. Dementsprechend besteht eine wesentliche Aufgabe beim Dispergieren darin, möglichst viel Phasengrenzfläche pro Reaktionsvolumen zu erzeugen, d. h. möglichst kleine disperse Partikeln (z. B. Flüssigkeitstropfen, Gasblasen), und den dafür erforderlichen Energieaufwand zu minimieren.

Technische Dispergiervverfahren haben zum Ziel, eine oder mehrere Komponenten gleichmäßig und reproduzierbar in einer kontinuierlichen Phase zu zer- und verteilen. Zielgrößen sind dabei u. a. die reproduzierbare Herstellung von Dispersionen mit definierten Partikelgrößen für die disperse Phase, möglichst kleine Partikeln mit entsprechend großer volumenspezifischer Phasengrenzfläche zwischen disperser und kontinuierlicher Phase sowie enge Partikelgrößenverteilungen. Die zum Dispergieren eingesetzte Dispergiervorrichtung ist so zu gestalten und auszulegen, daß sie die Dispergieraufgabe mit minimalem Energieaufwand, d. h. mit hoher Effizienz, bewältigt.

Gegenwärtig werden zum Dispergieren eine Vielzahl von Dispergierapparate eingesetzt. Prinzipiell zu unterscheiden sind dynamische und statische Dispergierapparate.

Bei dynamischen Dispergierapparaten werden im allgemeinen sowohl die disperse Phase als auch die kontinuierliche Phase in Bewegung versetzt, wobei der Energieeintrag über die turbulente Strömungsenergie der bewegten Phasen erfolgt. Bei statischen Dispergierapparaten wird im allgemeinen nur die disperse Phase in Bewegung versetzt.

Dynamische Dispergierapparate für Flüssigkeit-Flüssigkeit-Systeme sind z. B. Düsen, Düsen kombiniert mit nachgeschalteten Strahldispergatoren, Rührer sowie Rotor-Stator-Systeme, für Gas-Flüssigkeit-Systeme z. B. Injektoren bzw. Ejektoren, Venturidüsen und Rührer sowie für Flüssigkeit-Feststoff-Systeme z. B. Fälldüsen und Rührer.

Statische Dispergierapparate für Flüssigkeit-Flüssigkeit-, Gas-Flüssigkeit- sowie Feststoff-Flüssigkeit-Systeme sind z. B. Einsteckrohre, Siebböden, Lochplatten aus Metall, Gummi oder Kunststoff, wahlweise auch mit pulsierender Platte, Rohrverteillerringe sowie Sinterplatten aus Glas oder Metall; Sinterplatten werden vorzugsweise für Gas-Flüssigkeit-Systeme eingesetzt.

Nachteilig wirkt sich beim Einsatz der bekannten dynamischen Dispergierapparate aus, daß die Zerteilung der dispersen Phase in einem räumlich ausgedehnten turbulenten Scherfeld erfolgt, wobei die Ungleichverteilung der lokalen Energiedissipationsraten zu breiteren Partikelgrößenverteilungen für die disperse Phase führt. Zur Herstellung von Dispersionen mit geringen mittleren Partikelabmessungen für die disperse Phase und entsprechend großer volumenspezifischer Phasengrenzfläche ist ein vergleichsweise großer Energieaufwand erforderlich.

Derzeit verfügbare statische Dispergierapparate verhalten sich gegenüber dynamisch betriebenen Apparaten meist energetisch günstiger, d. h. das Verhältnis von erzeugter volumenspezifischer Phasengrenzfläche zu geleistetem Energieaufwand ist größer. Die mit statischen Apparaten absolut erzielbare vo-

lumenspezifische Phasengrenzfläche ist in der Regel jedoch klein.

Die DE 44 16 343 A1 beschreibt einen statischen Mikrovermischer, der aus einem Stapel von Folien zusammengesetzt ist. In die Folien sind auf einer Seite jeweils parallele Scharen schräger Kanäle eingearbeitet. Die Folien sind in der Weise gestapelt, daß die schrägen Kanäle in jeder zweiten Folie spiegelbildlich zu den Kanälen der beiden benachbarten Folien verlaufen. Die Nuten bilden zusammen mit der glatten Seite einer benachbarten Folie geschlossene Kanäle. Mit dem Mikrovermischer lassen sich Fluide miteinander vermischen. Die Vermischung erfolgt in der Weise, daß die schrägen Kanäle abwechselnd mit jeweils einem Fluid beaufschlagt werden. Beim Austritt der Fluide aus dem Mikrovermischer bilden sich feinste Fluid-Strahlen, die sich vollständig miteinander vermischen. Bei dem Mikrovermischer findet die Vermischung daher außerhalb der Vorrichtung statt.

Gegenstand der DE 44 33 439 A1 ist ein Verfahren zur Durchführung chemischer Reaktionen mittels der Vorrichtung, die in der oben genannten DE 44 16 343 A1 beschrieben ist.

In der DE 39 26 466 A1 ist ein Mikroreaktor beschrieben, in dem die Vermischung von Fluiden innerhalb des Mikroreaktors erfolgen soll. Durch eine in einer Zwischenfolie befindliche querverlaufende Rille, die einen Mischraum bildet, werden zwei Reaktionspartner A und B in Teilströme aufgeteilt. Zwei Fluidströme werden in parallelen Mikrokanälen, die unmittelbar unterhalb bzw. oberhalb der Zwischenfolie verlaufen, geführt und sollen in der querverlaufenden Rille in der Zwischenfolie miteinander vermischt werden. Die Kanäle unterhalb der Zwischenfolie sind zu den Kanälen oberhalb der Zwischenfolie senkrecht angeordnet. Konstruktiv ergibt sich ein Folientriplett bestehend aus einer Folie für A, einer Zwischenfolie mit der querverlaufenden Rille und einer Folie für B. Dieses Triplett kann mehrfach aufeinandergestapelt werden.

Beim bekannten Mikroreaktor strömen die noch unvermischten Fluide durch unterschiedlich lange Kanäle, bis sie auf die querverlaufenden Rillen treffen. Daraus resultiert zumindest eine unvollständige Vermischung innerhalb des Mikroreaktors. Außerdem soll jeweils ein Anteil beider Stoffströme die querverlaufende Rille passieren und innerhalb der Kanäle für den jeweils anderen Stoffstrom weitergeführt werden. Dies würde einen hohen Druckverlust in den betreffenden Anteilen verursachen, weshalb der bekannte Mikroreaktor ohne Modifikation der dargestellten Ausführungsformen nicht einsetzbar ist.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung eines dispersen Gemisches aus mindestens zwei Phasen vorzuschlagen, wobei das Gemisch innerhalb der Vorrichtung erzeugt wird. Bei der Dispergierung der Phasen soll sich ein geringerer Druckabfall einstellen.

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß durch das in Patentanspruch 1 beschriebene Verfahren und die in Patentanspruch 2 beschriebene Vorrichtung gelöst. In den weiteren Patentansprüchen sind bevorzugte Ausgestaltungen der Vorrichtung angegeben.

Beim erfindungsgemäßen Verfahren werden sowohl die erste als auch die zweite Phase in vorzugsweise parallele Teilströme aufgeteilt. Die Teilströme der ersten Phase liegen in einer ersten und die Teilströme der zweiten Phase in einer zweiten ebenen Schicht. Innerhalb der jeweiligen ebenen Schichten werden die Teilströme der ersten Phase in einem Winkel in der Weise gegen die Teilströme der zweiten Phase geführt, daß der Dispergier- und Vermischungsvorgang ausgelöst wird. Die erste und die zweite ebene Schicht sind parallel zueinander angeordnet und grenzen unmittelbar aneinander.

Die Dicke der ebenen Schichten kann weniger als 1000 μm , vorzugsweise weniger als 300 μm betragen.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung ist aus mindestens einer Grundeinheit aufgebaut. Die Grundeinheit besteht aus zwei Folien, in die jeweils auf einer Seite eine Schar paralleler Nuten eingebracht ist. Dies kann z. B. durch Fräsen mit einem Formdiamanten erfolgen, wie es z. B. in der DE 37 09 278 A1 beschrieben ist. Die Zahl der Nuten pro Folie kann prinzipiell unbegrenzt sein; vorzugsweise liegt sie im Bereich zwischen 2 und 300, wobei die Zahl der Nuten in den beiden Folien der Grundeinheiten nicht gleich zu sein braucht.

Die Länge der Nuten in den Folien der erfindungsgemäßen Vorrichtung kann entsprechend dem jeweiligen Einsatzgebiet der Vorrichtung gewählt werden. Im allgemeinen liegen die Längen der Nuten zwischen 2 und 50 mm.

Prinzipiell kann der Querschnitt der Nuten nahezu beliebig, beispielsweise halbrund, dreieckig oder trapezförmig, sein. In einer bevorzugten Ausführungsform sind die Nuten jedoch im Querschnitt annähernd rechteckig. Die Nuten für beide Phasen sind vorzugsweise zwischen 10 und 1000 μm , besonders bevorzugt jedoch zwischen 10 und 300 μm breit und hoch. Vorteilhaft ist es, die Nuten für die disperse Phase möglichst kurz zu halten und innerhalb der angegebenen Bandbreite für die Nutabmessungen größer auszulegen als die Nuten für die kontinuierliche Phase. Die Stegbreite zwischen den Nuten liegt vorzugsweise zwischen 10 und 2000 μm , besonders bevorzugt zwischen 10 und 500 μm .

Die beiden Folien werden in der Weise aufeinandergestapelt, daß die jeweils mit den Nuten versehenen Seiten der Folien aufeinander liegen und die Nuten der oberen und der unteren Folie miteinander einen Winkel, vorzugsweise einen rechten Winkel, miteinander einschließen.

Die Nuten erstrecken sich vorzugsweise über die gesamte Seite der Folien. Werden daher zwei Folien in der angegebenen Weise

aufeinandergesetzt, erscheinen an den Seiten der Grundeinheit zwei Gruppen von Öffnungen, die dem Anfang und dem Ende jeder der beiden Scharen von Nuten entsprechen. Sind die Folien beispielsweise quadratisch und verlaufen die Nuten parallel zu zwei Kanten, wird beim Aufeinandersetzen der Folien in der Weise, daß die Nuten einen rechten Winkel miteinander einschließen, an jeder Seitenfläche der Grundeinheit eine Gruppe von Öffnungen sichtbar. Die Öffnungen an den Seitenflächen der Grundeinheit dienen als Ein- und Austrittsöffnungen für die Phasen bzw. für das disperse Gemisch. Da in der Regel nur eine Austrittsöffnung vorgesehen wird, können die verbleibenden drei Eintrittsöffnungen entsprechend dem vorgegebenen Dispergiervorgang verschaltet werden.

Für technische Dispergiervorgänge werden eine größere Zahl von Grundeinheiten, beispielsweise 50, aufeinandergestapelt. In diesem Fall werden die einander entsprechenden Öffnungen an den Seiten der Vorrichtung zu Ein- und Austrittsöffnungen zusammengeschaltet.

Bei der erfindungsgemäßen Vorrichtung wird jede Phase in eine Vielzahl von Teilströmen aufgeteilt. Die Teilströme verschiedener Phasen werden in einem Winkel, etwa mit 90° , gegeneinander geführt, so daß sich die Teilströme im gemeinsamen Strömungsrandbereich berühren. Hier bilden sich Mikroscherflächen, an denen die disperse Phase umgelenkt und auf die kontinuierliche Phase verteilt wird.

Aufgrund der lokal auf kleinstem Volumen wirkenden Scherkräfte treten im Bereich der Mikroscherflächen zwischen den beiden Phasen große volumenspezifische Energiedissipationsraten auf. Dabei werden Mikrovolumina aus dem einen Strom abgeschert und mit dem anderen Strom mitgerissen. Das den Dispergiervorgang auslösende Schergefälle zwischen der kontinuierlichen und der dispersen Phase ist bei den bevorzugten Abmessungen der Nuten von 10 bis $1000\text{ }\mu\text{m}$ und dem daraus resultierenden hohen Geschwindigkeitsgradienten extrem hoch.

Die Abmessungen der Mikroscherflächen ergeben sich aus den Breiten a und b der Nuten in den beiden Folien der Grundeinheit. Um den Vorteil, den die Mikrostrukturtechnik aufgrund der Abmessungen im Mikrometerbereich bietet, für Dispergier- und Mischvorgänge effektiv nutzen zu können, sollten die Abmessungen der Mikroscherflächen vorzugsweise kleiner als 500 μm sein. Die auf kleinste Mikroschervolumina begrenzte spezifische Energiedissipationsrate ist hierbei größer als bei den bekannten Vorrichtungen.

In dem Fall, daß die beiden Phasen chemisch nicht miteinander reagieren und auch nicht ineinander löslich sind, wird nun aufgrund der Verteilung der Phasen auf eine große Zahl von Teilströmen eine feine Verteilung der dispersen in der kontinuierlichen Phase erzeugt. In dem Fall, daß die beiden Phasen zusätzlich chemisch miteinander reagieren, hat man durch die feine Verteilung der dispersen Phase in der kontinuierlichen Phase optimale Startbedingungen für den Ablauf der chemischen Reaktion geschaffen.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung ist sowohl für Kleinstmengen als auch für technische Durchsätze einsetzbar. Durch Variation der Anzahl der Mikrokanäle können in einem cm^3 des Mikrodispergierapparates einige wenige bis mehrere zehntausend Mikroscherflächen untergebracht werden.

Weitere Vorteile sind die Verbesserung der Ausbeute, der Selektivität und der Produktqualität bei den in der erfindungsgemäßen Vorrichtung durchgeführten chemischen Reaktionen. Mit der Vorrichtung lassen sich wegen der Einstellbarkeit der Partikelgrößenverteilungen Produkte mit neuen Eigenschaftsprofilen gewinnen. Ein weiterer Vorteil ist in den sehr geringen inneren Abmessungen der Vorrichtung zu sehen, da sich damit der Aufwand für die Sicherheit und der Betriebsinhalt der Vorrichtung stark vermindern lassen. Bei nachgeschalteten Mikrowärmetauschern kann Wärme effizient abgeleitet werden.

Neben der effizienten Wärmeabfuhr hat die Einleitung eines zwei- oder mehrphasigen Gemisches in die Mikrokanäle eines angeschlossenen Mikrowärmetauschers den Vorteil, daß aufgrund der geringen Kanalabmessungen große Geschwindigkeitsgradienten und damit große Scherkräfte auftreten, die zu einer Unterdrückung der Koaleszenz sowie zu einer Vergleichmäßigung des Partikelgrößenspektrums führen können.

Als bevorzugte Anwendungsfelder für die Vorrichtung sind zu nennen die Herstellung von Emulsionen in Flüssigkeit-Flüssigkeit-Systemen, darüber hinaus die Herstellung von Dispersionen wie z. B. begaste Flüssigkeiten, Schäume, Nebel und Suspensionen (aus Fällprozessen). An den eigentlichen Dispergierprozeß kann sich dabei eine chemische Reaktion anschließen. Weitere Anwendungsfelder sind das Homogenisieren von Dispersionen mit dem Ziel der Einstellung engerer Partikelgrößenverteilungen, das Redispergieren von Dispersionen, um einer Phasentrennung, z. B. durch Koaleszenz, entgegenzuwirken sowie das homogene Mischen von Flüssigkeiten bzw. Gasen.

Die Erfindung wird im folgenden anhand von Figuren näher erläutert. Es zeigen

Fig. 1 den Aufbau einer Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung;

Fig. 2 eine Mikroscherfläche;

Fig. 3 verschiedene Möglichkeiten der Schaltung;

Fig. 4 die Kombination der erfindungsgemäßen Vorrichtung mit einem Mikrowärmeübertrager;

Fig. 5 eine vergleichende Darstellung mit der erfindungsgemäßen Vorrichtung, einer konventionellen zweistufigen Düse und

mit einer einstufigen Düse mit nachgeschaltetem Strahldispergator;

Fig. 6 die mittlere Tropfengröße in Abhängigkeit vom mittleren dynamischen Druckverlust.

Fig. 1 zeigt schematisch den Aufbau einer Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung. In Fig. 1a und 1b ist jeweils eine quadratische Folie mit im Querschnitt rechteckigen Nuten, die parallel zu zwei Quadratseiten verlaufen, dargestellt. Die beiden Folien werden, wie durch die Pfeile angedeutet, aufeinandergelegt. In Fig. 1c ist ein Stapel von zwei Grundeinheiten dargestellt. Die Nuten bilden in jeder Seitenfläche des Stapels Öffnungen, die als Ein- und Austrittsöffnungen genutzt werden. In der dargestellten Ausführungsform strömt die kontinuierliche Phase A von der Rückseite aus in die Vorrichtung. Die disperse Phase B wird an den beiden dazu senkrechten Seitenflächen eingespeist. Das Produkt P verläßt die Vorrichtung vorne rechts.

In Fig. 2 ist eine Mikroscherfläche schematisch dargestellt. Die Nuten 1 für die disperse Phase B kreuzen die Nuten 2 für die kontinuierliche Phase A. An der Kreuzungsstelle bildet sich die Mikroscherfläche 3, deren Größe durch die Breiten a und b der beiden Nuten gegeben ist.

Fig. 3 zeigt verschiedene Möglichkeiten der Schaltung der Phasen. Die Führung der Phasen A (kontinuierliche Phase) und B (disperse Phase) kann innerhalb der Vorrichtung unterschiedlich gestaltet werden. So kann die Zuführung von A und B gegenüber Fig. 1 vertauscht sein (Fig. 3a). Die Zuführung von B braucht nicht beidseitig, sondern kann auch einseitig erfolgen (Fig. 3b). Eine weitere Verschaltungsmöglichkeit besteht darin, daß A und B von der jeweils gegenüberliegenden Seite zuströmen (Fig. 3c). Die in Fig. 3a bis 3c dargestellten Verschaltungen lassen sich in beliebiger Weise seriell hintereinander anordnen, wenn beispielsweise eine Mehrfachdispergierung

von mehr als 2 Phasen erforderlich ist. Eine serielle Verschaltung mehrerer Vorrichtungen ist auch dann vorteilhaft, wenn für die Dauer einer parallel ablaufenden chemischen Reaktion eine große Phasengrenzfläche aufrechterhalten werden soll, d. h. einer irreversiblen Phasentrennung durch Koaleszenz mittels Redispergierung entgegengewirkt werden muß.

Bei stark exotherm oder endotherm ablaufenden Reaktionen empfiehlt sich die Nachschaltung eines oder mehrerer seriell angeordneter Mikrowärmeübertrager entsprechend Fig. 4. Dafür geeignete Mikrowärmeübertrager sind in der DE 37 09 278 A1 beschrieben. Bei mehreren seriell hintereinander verschalteten Mikrowärmeübertragern kann die volumenspezifische Wärmeaustauschleistung der einzelnen Wärmeübertrager an die jeweilige lokale Wärmeproduktion der chemischen Reaktion angepaßt werden. In der Regel nimmt die Wärmeproduktion längs des Reaktionswegs ab, so daß die volumenspezifische Wärmeaustauschleistung der Mikrowärmetauscher z. B. durch Vergrößern der Mikrokanalabmessungen entsprechend reduziert werden kann. Daraus resultieren deutlich geringere Druckverluste bei der Durchströmung der Nuten. In Fig. 4 sind die kontinuierliche Phase wiederum mit A, die disperse Phase mit B und das Kühl- oder Heizmittel mit D bezeichnet. Die erfindungsgemäße Vorrichtung 4 ist schematisch links dargestellt. Rechts befindet sich ein Mikrowärmeübertrager 5, der von der Vorrichtung 4 durch eine Verteilungszone 6 getrennt ist.

Die Erfindung wird im folgenden anhand eines Beispiels näher erläutert.

Beispiel:

Zur Beurteilung des Dispergierverhaltens des Mikrodispergiapparates bei Flüssigkeit-Flüssigkeit-Systemen wird Paraffinöl W15 (dynamische Viskosität 15 mPas) mit destilliertem Wasser bei 20 °C emulgiert. Zur Stabilisierung der Emulsion wird der Ölphase ein Emulgator zugesetzt (HLB 11.5, 10 Ma.-% bezogen

auf die Ölphase). Die Herstellung der Emulsion erfolgt kontinuierlich, indem Paraffinöl und Wasser getrennt dem Dispergierapparat zugeführt werden. Das Volumenstromverhältnis von Paraffinöl zu Wasser beträgt 30 : 70. Der Emulgierprozeß führt zu einer Öl-in-Wasser-Emulsion. Hauptziel der Untersuchungen war die Minimierung des für die Emulsionsherstellung erforderlichen Energieaufwandes. Eingesetzt wurde ein Mikrodispergierapparat entsprechend Fig. 5a.

Der eingesetzte Mikrodispergierapparat weist folgende Spezifikationen auf:

- Passage A:

33 Metallfolien mit jeweils 77 Mikrokanälen, also insgesamt 2541 Mikrokanäle; Kanalbreite 100 μm , Kanalhöhe 70 μm , Kanallänge 14 mm, Stegbreite zwischen zwei parallelen Mikrokanälen 30 μm

- Passage B:

33 Metallfolien mit jeweils 39 parallelen Mikrokanälen, also insgesamt 1287 Mikrokanäle; Kanalbreite 200 μm , Kanalhöhe 140 μm , Kanallänge 14 mm, Stegbreite zwischen zwei parallelen Mikrokanälen 60 μm

- Anzahl der Mikroscherflächen: 99099
- aktives Bauteilvolumen: 1 cm^3
- Werkstoff: Edelstahl 1.4301.

Um die Leistungsfähigkeit des Mikrodispergierapparates beurteilen zu können, wurden unter gleichen Versuchsbedingungen Emulsionen mittels zweistufiger Düsen (Fig. 5b) bzw. mit einer einstufigen Düse mit nachgeschaltetem Strahldispergator (Fig. 5c) hergestellt.

In den Versuchen 1 bis 4 wurden verschiedene Strömungsführungsvarianten unter Einsatz des Mikrodispergierapparates getestet (Fig. 6):

- 13 -

- Versuch V1: Ölzulauf beidseitig über Passage B, Wasserzulauf einseitig über Passage A
- Versuch V2: Wasserzulauf beidseitig über B, Ölzulauf einseitig über A
- Versuch V3: Ölzulauf beidseitig über A, Wasserzulauf einseitig über B
- Versuch V4: Wasserzulauf beidseitig über A, Ölzulauf einseitig über B

In den Versuchen 5 bis 7 wurden unterschiedliche konventionelle Düsen getestet:

- Versuch V5: zweistufige Düse, Durchmesser 1. Düse: 0,3 mm, Durchm. 2. Düse: 0,4 mm
- Versuch V6: zweistufige Düse, Durchmesser 1. Düse: 0,6 mm, Durchm. 2. Düse: 1,1 mm
- Versuch V7: einstufige Düse mit nachgeschaltetem Strahldispersgator, Düsendurchmesser 0,6 mm, Strahldispersgator mit zwei 0,8 mm-Bohrungen auf dem Umfang:

In Fig. 6 ist der mittels Lichtbeugung ermittelte Medianwert der Tropfengröße (Dimension μm) über dem für den Emulgiervorgang signifikanten mittleren dynamischen Druckverlust P_m (Dimension Pa) aufgetragen. Die in den Mikrokanälen des Mikrodispersgierapparates auftretende Wandreibung bleibt dabei unberücksichtigt. Der mittlere dynamische Druckverlust ergibt sich durch Mittelung über die Volumenströme des Fluids A und B entsprechend

$$P_m = (r/2 u^2)_A * V_A/V_{ges} + (r/2 u^2)_B * V_B/V_{ges}$$

P_m = mittlerer dynamischer Druckverlust

r = Fluiddicke

u = Fluidgeschwindigkeit in den Mikrokanälen

V_A = Volumenstrom des Fluids A

V_B = Volumenstrom des Fluids B

$V_{ges} = V_A + V_B$

Die Auftragung zeigt, daß zur Herstellung einer bestimmten mittleren Tropfengröße bei Einsatz eines Mikrodispergierapparates deutlich geringere dynamische Druckverluste (ca. Faktor 100) erforderlich sind als bei konventionellen Apparaten.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung eines dispersen Gemisches mit mindestens einer ersten und einer zweiten Phase,
 - a) bei dem sowohl die erste als auch die zweite Phase in Teilströme aufgeteilt werden, so daß
 - b) die Teilströme der ersten Phase in einer ersten und die Teilströme der zweiten Phase in einer zweiten ebenen Schicht liegen,
 - c) die Teilströme der ersten Phase innerhalb der ersten ebenen Schicht zur Auslösung eines Dispergier- und Vermischungsvorgangs in einem Winkel auf die Teilströme der zweiten Phase zugeführt werden, wobei
 - d) die ebenen Schichten parallel und unmittelbar übereinander angeordnet sind.
2. Vorrichtung zur Herstellung eines dispersen Gemisches aus mindestens einer ersten und einer zweiten Phase, bestehend aus
 - mindestens einer Grundeinheit, die
 - zwei Folien umfaßt,
 - in die jeweils auf einer Seite der Folien eine parallele Schar von Nuten eingebracht ist,wobei in der Grundeinheit die zwei Folien in der Weise zusammengesetzt sind, daß
 - die mit Nuten versehenen Seiten der beiden Folien aufeinander liegen und
 - miteinander einen Winkel bilden.
3. Vorrichtung gemäß Anspruch 2 mit einem Winkel von 90°.
4. Vorrichtung gemäß Anspruch 3 mit rechteckigen Folien, bei denen die Nuten parallel zu zwei Kanten der Folien verlaufen.
5. Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 2 bis 4 mit Nuten, die zwischen 10 und 1000 μm breit und tief sind.

6. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 2 bis 5, mit einem nachgeschalteten Mikro-Wärmetauscher.

Fig. 1a

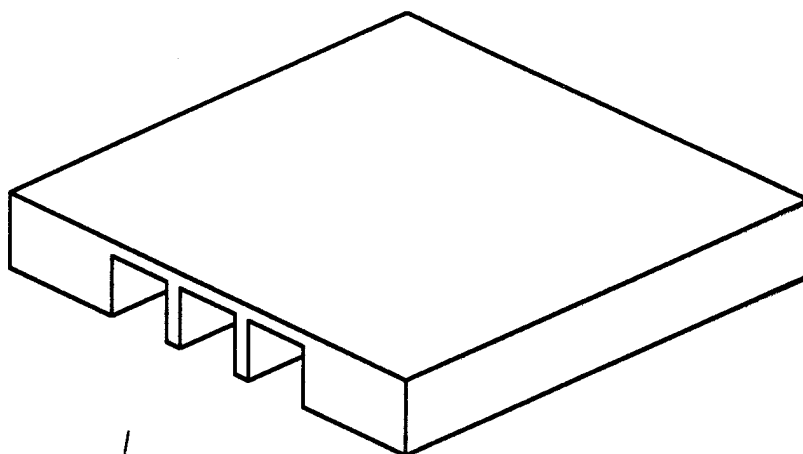


Fig. 1b

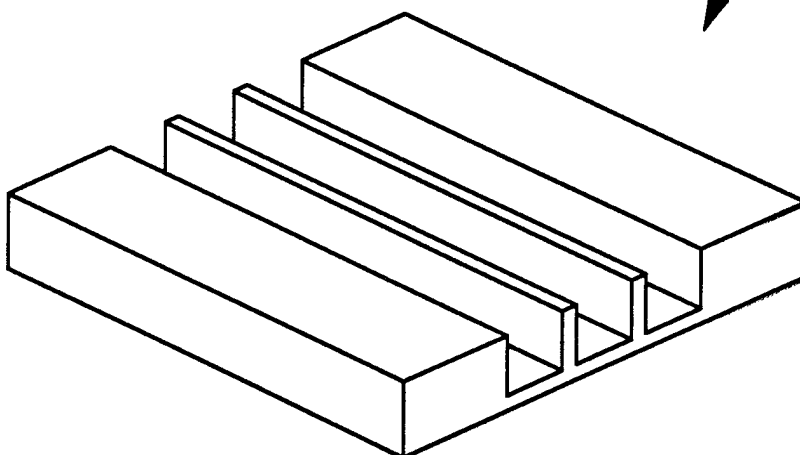


Fig. 1c

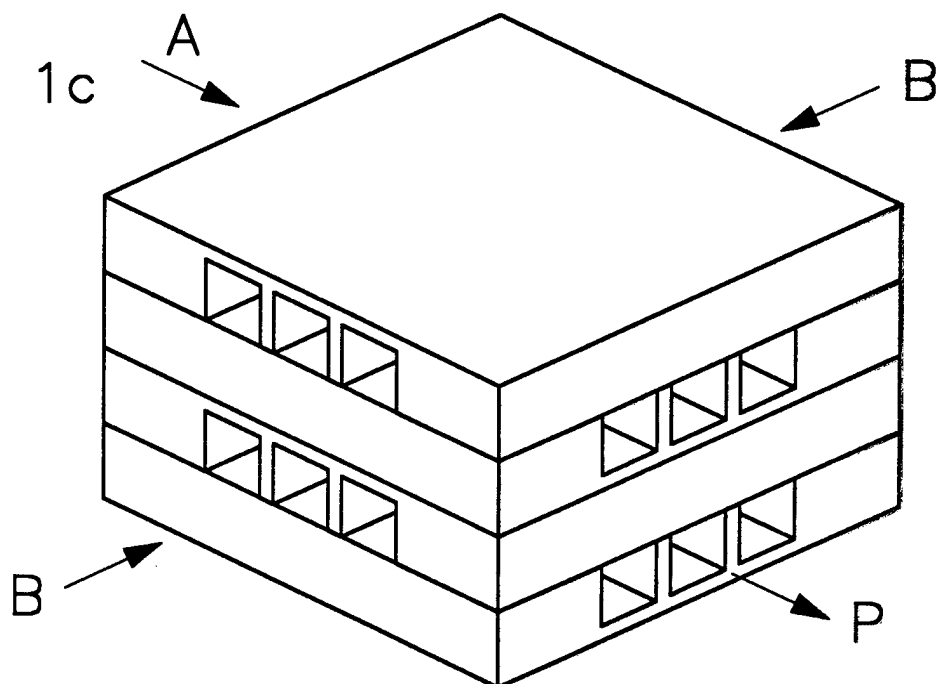


Fig. 2

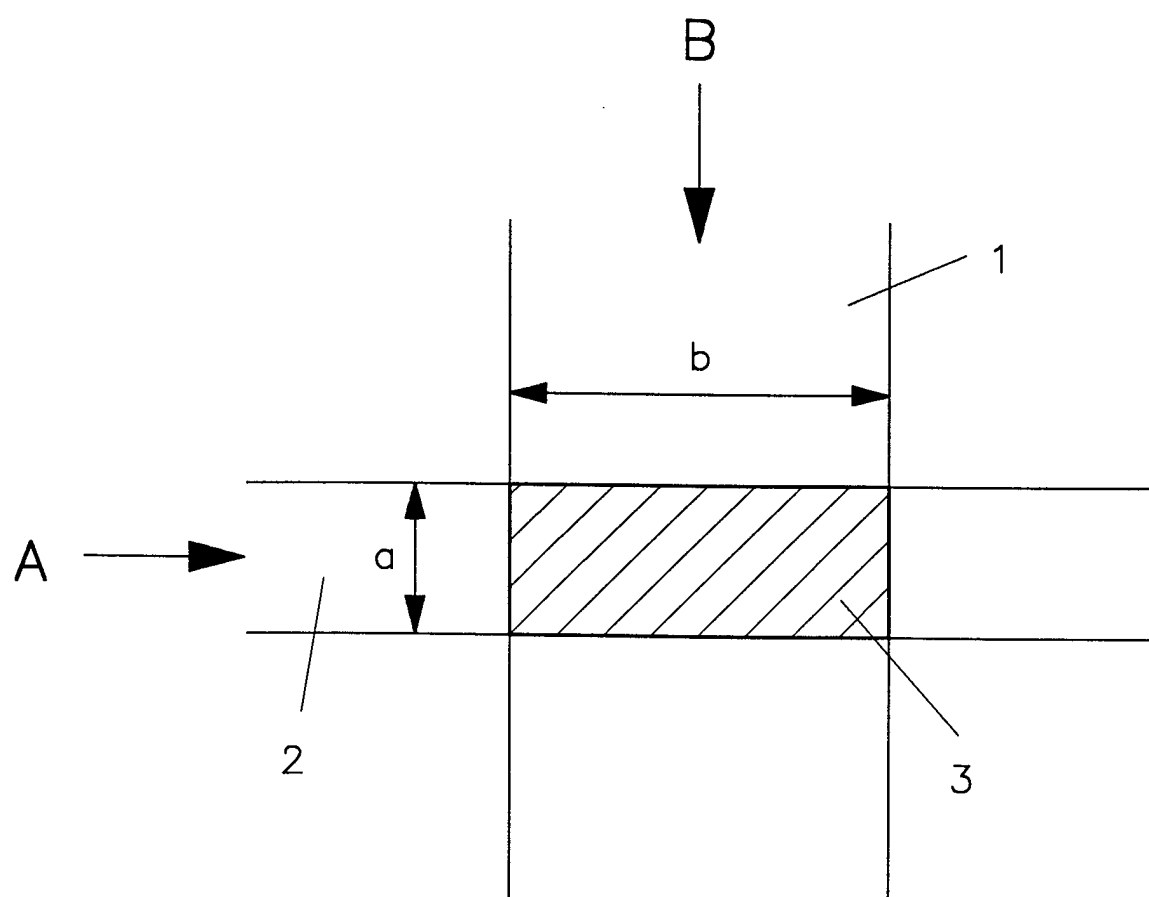


Fig. 3a

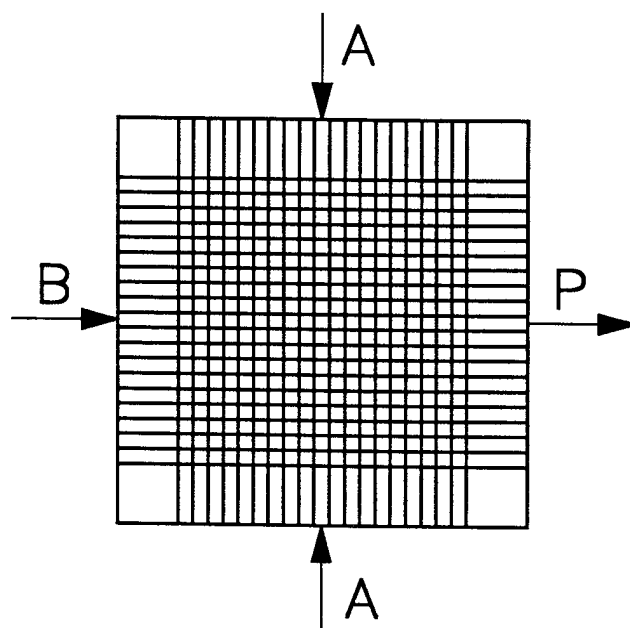


Fig. 3b

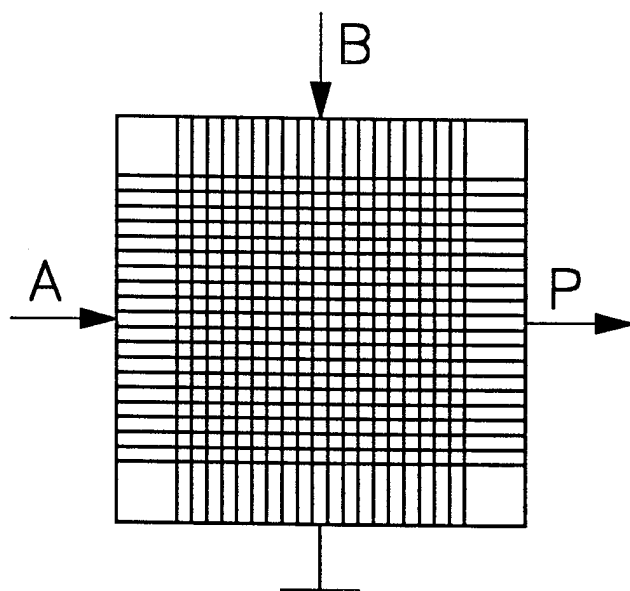


Fig. 3c

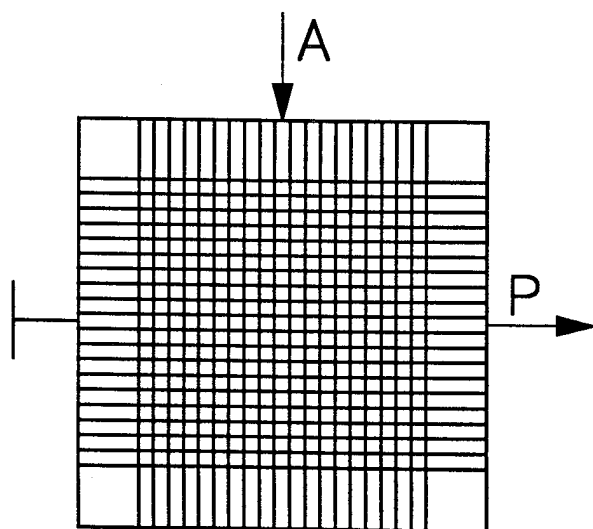


Fig. 4

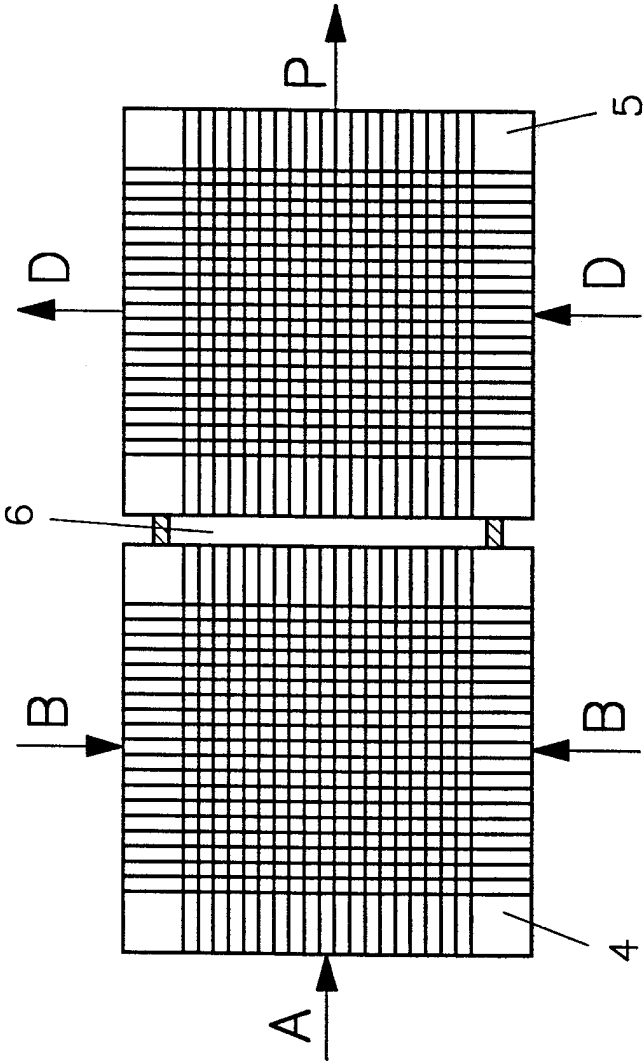


Fig. 5a

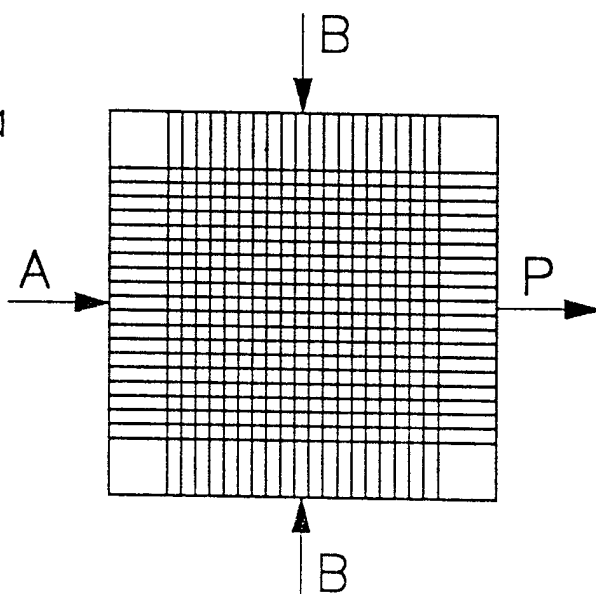


Fig. 5b

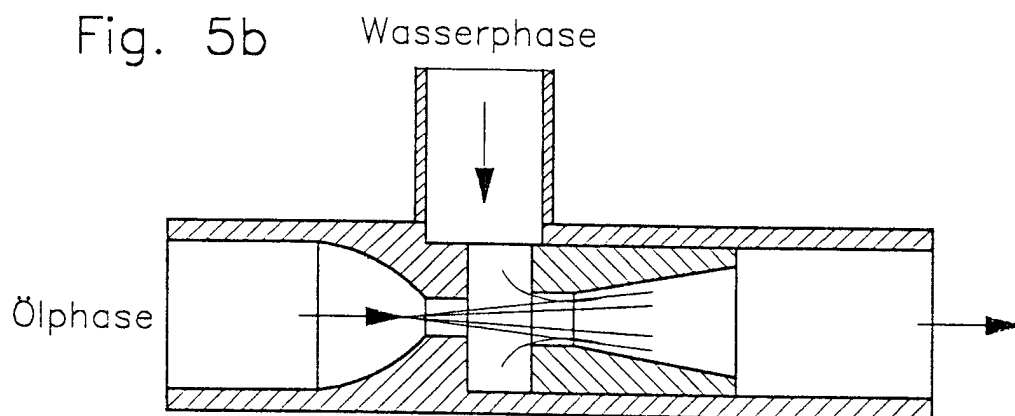


Fig. 5c

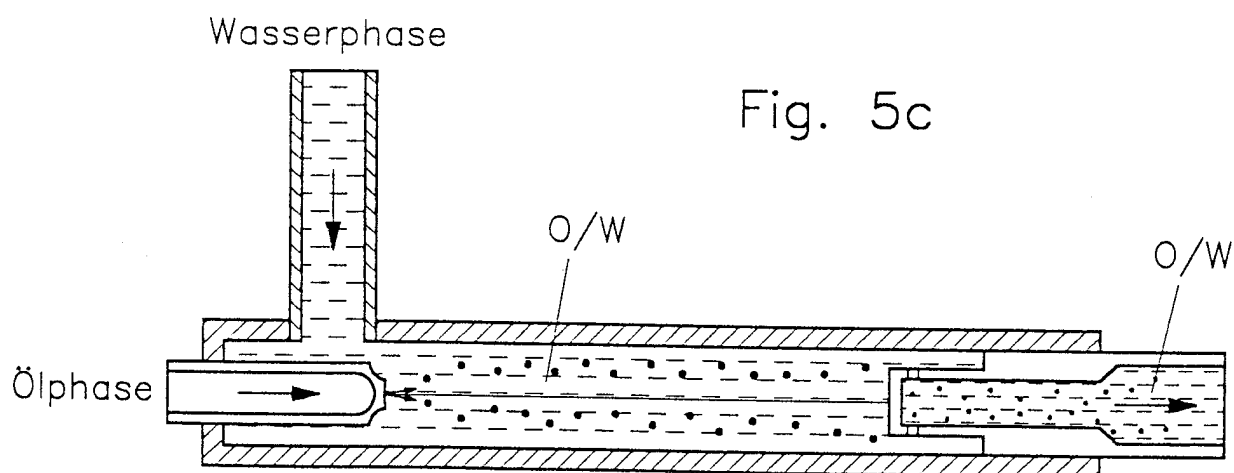
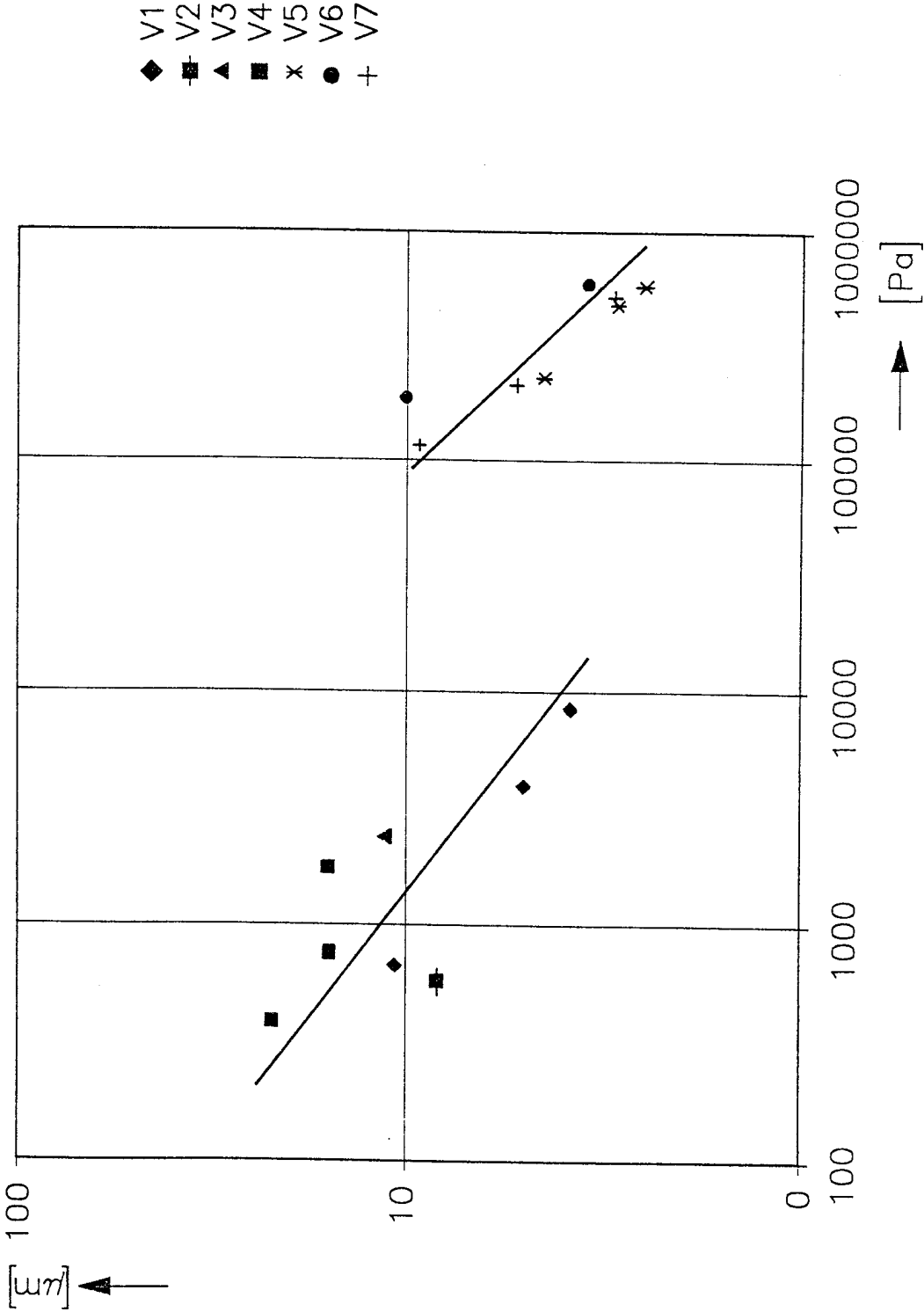


Fig. 6



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 98/00217

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 6 B01F5/02 B01F5/04 B01J19/00 B01J19/24

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 6 B01F B01J

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	GB 2 073 604 A (AKTIEBOLAGET CARL MUNTERS) 21 October 1981 see claim 16; figures ---	1-5
Y	DE 39 26 466 A (MESSERSCHMITT-BÖLKOW-BLOHM GMBH) 14 February 1991 cited in the application see claim 1; figure 1 ---	1-5
A	WO 95 30476 A (BAYER AG, FORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE GMBH) 16 November 1995 see claims 1-7; figures & DE 44 33 439 A cited in the application ---	1-5
A	DE 195 40 292 A (FORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE GMBH) 30 January 1997 see claim 4; figure 1 ---	1-5
	-/--	

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

° Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

20 May 1998

Date of mailing of the international search report

28/05/1998

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Cordero Alvarez, M

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int. l. Application No

PCT/EP 98/00217

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 88 06941 A (KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE GMBH) 22 September 1988 see claims; figures & DE 37 09 278 A cited in the application ---	1-5
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 6, no. 174 (C-123), 8 September 1982 & JP 57 087820 A (TEIJIN LTD), 1 June 1982, see abstract -----	1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 98/00217

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
GB 2073604 A	21-10-1981	SE 432059 B DE 3114195 A FI 811119 A FR 2480135 A JP 1582172 C JP 2005448 B JP 56158134 A SE 8002770 A	19-03-1984 28-01-1982 12-10-1981 16-10-1981 11-10-1990 02-02-1990 05-12-1981 12-10-1981
DE 3926466 A	14-02-1991	NONE	
WO 9530476 A	16-11-1995	DE 4416343 A DE 4433439 A AT 163568 T CA 2189783 A DE 59501565 D WO 9530475 A EP 0758917 A EP 0758918 A ES 2113184 T FI 964483 A JP 9506034 T JP 9512742 T	16-11-1995 21-03-1996 15-03-1998 16-11-1995 09-04-1998 16-11-1995 26-02-1997 26-02-1997 16-04-1998 08-11-1996 17-06-1997 22-12-1997
DE 19540292 A	30-01-1997	WO 9716239 A	09-05-1997
WO 8806941 A	22-09-1988	DE 3709278 A EP 0391895 A JP 3500861 T US 5152060 A US 5249359 A	29-09-1988 17-10-1990 28-02-1991 06-10-1992 05-10-1993

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

In .tionales Aktenzeichen

PCT/EP 98/00217

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 6 B01F5/02 B01F5/04 B01J19/00 B01J19/24

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 6 B01F B01J

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie ^o	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
Y	GB 2 073 604 A (AKTIEBOLAGET CARL MUNTERS) 21.Oktober 1981 siehe Anspruch 16; Abbildungen ---	1-5
Y	DE 39 26 466 A (MESSERSCHMITT-BÖLKOW-BLOHM GMBH) 14.Februar 1991 in der Anmeldung erwähnt siehe Anspruch 1; Abbildung 1 ---	1-5
A	WO 95 30476 A (BAYER AG,FORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE GMBH) 16.November 1995 siehe Ansprüche 1-7; Abbildungen & DE 44 33 439 A in der Anmeldung erwähnt ---	1-5
A	DE 195 40 292 A (FORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE GMBH) 30.Januar 1997 siehe Anspruch 4; Abbildung 1 ---	1-5
-/--		

☒ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

^o Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

20.Mai 1998

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

28/05/1998

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Cordero Alvarez, M

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Patentzeichen
PCT/EP 98/00217

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie ²	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	WO 88 06941 A (KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE GMBH) 22.September 1988 siehe Ansprüche; Abbildungen & DE 37 09 278 A in der Anmeldung erwähnt ---	1-5
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 6, no. 174 (C-123), 8.September 1982 & JP 57 087820 A (TEIJIN LTD), 1.Juni 1982, siehe Zusammenfassung -----	1

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 98/00217

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
GB 2073604 A	21-10-1981	SE 432059 B	19-03-1984
		DE 3114195 A	28-01-1982
		FI 811119 A	12-10-1981
		FR 2480135 A	16-10-1981
		JP 1582172 C	11-10-1990
		JP 2005448 B	02-02-1990
		JP 56158134 A	05-12-1981
		SE 8002770 A	12-10-1981
DE 3926466 A	14-02-1991	KEINE	
WO 9530476 A	16-11-1995	DE 4416343 A	16-11-1995
		DE 4433439 A	21-03-1996
		AT 163568 T	15-03-1998
		CA 2189783 A	16-11-1995
		DE 59501565 D	09-04-1998
		WO 9530475 A	16-11-1995
		EP 0758917 A	26-02-1997
		EP 0758918 A	26-02-1997
		ES 2113184 T	16-04-1998
		FI 964483 A	08-11-1996
		JP 9506034 T	17-06-1997
		JP 9512742 T	22-12-1997
DE 19540292 A	30-01-1997	WO 9716239 A	09-05-1997
WO 8806941 A	22-09-1988	DE 3709278 A	29-09-1988
		EP 0391895 A	17-10-1990
		JP 3500861 T	28-02-1991
		US 5152060 A	06-10-1992
		US 5249359 A	05-10-1993