



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 00803709.4

[45] 授权公告日 2005 年 10 月 12 日

[11] 授权公告号 CN 1222351C

[22] 申请日 2000.2.7 [21] 申请号 00803709.4

[30] 优先权

[32] 1999. 2. 11 [33] DE [31] 19905572.6

[86] 国际申请 PCT/EP2000/000788 2000. 2. 7

[87] 国际公布 WO2000/047314 德 2000. 8. 17

[85] 进入国家阶段日期 2001. 8. 10

[71] 专利权人 拜尔公司

地址 德国莱沃库森

[72] 发明人 W·布罗伊尔 F·海登雷希

G·耶罗明 H·尤达特

审查员 李小南

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

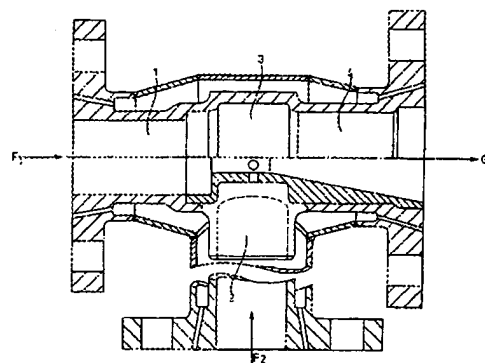
代理人 蔡民军 赵辛

权利要求书 3 页 说明书 6 页 附图 3 页

[54] 发明名称 用于多相气体和液体混合物的混合与反应的装置及其应用

[57] 摘要

本发明涉及一种用于混合和反应多相气体和液体混合物的装置。这种装置使那些不能均匀地混溶的均质液态溶液，与溶解了若干种固体或液体物质，或若干种气体的均质溶液进行充分的接触。本发明还涉及这种装置的使用，以及利用这种装置所生产的碳酸二苯基酯和聚碳酸酯。



1. 一种用于使多相的气体和液体混合物进行混合和反应的装置，在该装置中，非均质的溶液与溶解了两种或两种以上固体或液体物质，或两种或两种以上气体的均质的溶液进行充分的接触，其特征在于，这种装置具有一个作为能让第一溶液进入的，带有圆筒形空间(1)的混合器和反应器的喷嘴式混合器(D)；至少一个向着上述空间(1)呈锥形的圆筒形腔室(3)，在该腔室内，至少两种溶液发生混合和反应；上述圆筒形空间(1)与上述锥形圆筒形空间(2)之间的过渡部分具有尖锐的边缘，一个布置成与上述空间(1)垂直的圆筒形空间(2)，用于让上述第二溶液流入；以及一个用于让混合并反应后的溶液流出上述喷嘴式混合器(D)的空间(4)。

2. 如权利要求1所述的装置，其特征在于，上述空间(4)的横断面沿着流动的方向呈锥形地展宽。

3. 如权利要求1或2权利要求所述的装置，其特征在于，在上述腔室(3)的壁上布置了许多基本上垂直于上述第一溶液的流动方向的孔口(5)，用于让上述第二溶液进入上述腔室(3)内。

4. 如权利要求3所述的装置，其特征在于，上述腔室(3)的内壁上的孔口(5)布置成一排，并且在整个圆周上均匀分布。

5. 如权利要求4所述的装置，其特征在于，上述孔口(5)垂直于上述腔室(3)的纵轴线。

6. 如权利要求4所述的装置，其特征在于，上述孔口(5)与上述腔室(3)的纵轴线成一个角度。

7. 如权利要求1到6中任何一项权利要求所述的装置，其特征在于，在上述气体或液体物质能与液体物质混合的喷嘴式混合器(D)的上游，至少布置了一个带套筒的混合器(M)。

8 如权利要求7所述的装置，其特征在于，上述带套筒的混合器(M)具有一个圆筒形混合空间(6)，上述均质液体通过该混合空间送入，并且围绕着上述混合空间设置了许多对称布置的送料管，以便让上述要被溶解的第二液体或气体流入上述带套筒的混合器(M)内。

9. 如权利要求8所述的装置，其特征在于，上述装置还有用于使上述要混合的成份以脉冲的方式流入的装置。

10. 如权利要求7到9中任何一项权利要求所述的装置，其特征

在于，上述圆筒形混合空间（6）具有一个外部的环形空间（8），并且，上述送料管是在上述反应器壁上的孔（7）。

11. 如权利要求 10 所述的装置，其特征在于，上述在混合空间（6）的壁上的孔（7）排列成孔环。

5 12. 如权利要求 11 所述的装置，其特征在于，在每一个孔环（7A、7B、7C）的整个圆周上，上述孔（7）均匀地分布。

13. 如权利要求 12 所述的装置，其特征在于，在上述各相邻孔环（分别为 7A 与 7B，7B、与 7C）上的孔（7），沿着流动方向互相错开。

10 14. 如权利要求 13 所述的装置，其特征在于，在每一圈孔环（7A、7B、7C）上有 8 个孔（7），并且各相邻孔环（分别为 7A 与 7B，7B、与 7C）上的孔（7）互相错开 45 度角。

15. 如权利要求 8 到 14 中任何一项权利要求所述的装置，其特征在于，上述孔（7）与上述流动方向呈小角度。

15 16. 如权利要求 15 所述的装置，其特征在于，上述角度在 30 度到 60 度的范围内。

17. 如权利要求 16 所述的装置，其特征在于，所述角度为 45 度。

18. 如权利要求 1 到 17 中任何一项权利要求所述的装置，其特征在于，上述换热器（WT）布置在上述喷嘴式混合器（D）的上游和/或下游，而优选方案是布置在带套筒的混合器（M）的上游和/或下游。

19. 按照上述权利要求 1 到 18 中所述的任何一种装置的使用方法，其特征在于，它用于碱性酚盐，双酚盐水溶液，或其他多羟酚盐水溶液与在溶剂中溶解了的固体、液体和/或气体物质混合。

20. 一种通过用界面法由非均质混合物制备的碳酸二苯基酯，它借助于在按照权利要求 1 到 18 中的任何一项权利要求所述的本发明的装置来使酚盐水溶液与溶解在二氯甲烷中的气体或液体碳酰氯混合，其特征在于：残余的苯基哌啶基尿烷的含量非常少，少于 20 ppm。

21. 一种通过用界面法由非均质混合物制备的聚碳酸酯，它借助于在按照权利要求 1 到 18 中的任何一项权利要求所述的本发明的装置来使碱性双酚盐水溶液与溶解在二氯甲烷中的气体或液体碳酰氯混合，其特征在于，它使用结构非常小巧的混合和反应装置。

22. 一种通过用界面法由非均质混合物制备的聚碳酸酯，它借助

于在按照权利要求 1 到 18 中的任何一项权利要求所述的本发明的装置来使碱性双酚盐水溶液与溶解在二氯甲烷中的气体或液体碳酸氯混合，其特征在于，残余的苯基呱派基尿烷的含量非常少，少于 20 ppm.

用于多相气体和液体混合物的混合与反应的装置及其应用

技术领域

- 5 本发明涉及一种用于多相气体和液体混合物的混合与反应的装置，在该装置中，非均质的可混溶液态均质溶液与溶解了若干种固体或液体物质，或若干种气体的均质的溶液进行充分的接触。本发明还涉及上述装置的应用，以及借助于这种装置制备碳酸二苯基酯和聚碳酸酯。

10

背景技术

- 把不可混溶的各均质溶液互相混合在一起，以加速这些溶液中的各种物质之间的反应，是公知的。这种混合是借助于搅拌，机械的混合方式等等来实现的，例如，在欧洲专利文献 EP 0 228 670 A2 中，
15 要求保护它所描述的用于制备二芳基酯的工艺过程。

- 采用搅拌器或其它机械混合器械的一个缺点是，在搅拌罐反应器或反应器中要有搅拌轴的轴承，而在搅拌罐反应器或反应器的外部要有轴的密封盖，这一方面是为了密封，另一方面是为了公知的混合器的清理。因此，在巨大的搅拌罐反应器中，作为轴的密封盖的周的轴
20 承的结构设计是非常复杂的，并且其费用也是相当大的。

- 此外，这种公知的搅拌罐反应器或混合器不能任意增大，因为，在混合的过程中也经常会发生化学反应，所以在混合的过程中，在反应器中会释放出或需要加入混合和/或反应焓。在混合器非常大的情况下，由于当搅拌罐反应器的半径增大时，换热表面与反应器容积的比例减小了，所以，为了使焓向外部发散，或者为了将焓供入反应器
25 内部，就需要附加的换热器。在这样的情况下，搅拌罐反应器的容积由于搅拌罐反应器数量的增加而减小了，或者热量的传播由于在第二阶段的流程中设置了附加的换热器而增强了。

30 发明内容

- 因此，本发明的目的是改进以上所详细描述，用于混合和反应多相气体和液体混合物的公知的装置，提供一种结构简单而且小巧的

混合器，这种混合器免去了轴承和轴的密封盖，以避免以上所说的缺点。此外，混合物的质量还应该有所提高。

5 上述目的可用一个作为反应器的喷嘴式混合器来达到，这种反应器具有一个能让第一溶液进入的圆筒形空间，至少一个向着该空间呈锥形的圆筒形腔室，在该腔室内，至少两种溶液发生混合和反应，一个布置成与上述空间垂直的圆筒形空间用于让上述第二溶液流入，以及一个用于让混合并反应后的溶液流出上述喷嘴式混合器的空间。为了减少压力降，在本发明的另一个实施例中，上述流出空间具有呈锥形地扩大的横断面。

10 令人意外地发现，使用这种按照本发明的装置，几种不能互溶解的单独的均质物质流均指可以密切地互相混合在一起了。在这个过程中，达到了很高的混合程度，结果，这些反应物质就有可能在以后进行快速的反应。此外，按照本发明的设计，还能获得结构简单的小巧的混合器。

15 本发明的另一个教导是，在圆筒形空间与圆锥形腔室之间的过渡部分具有尖锐的边缘。上述第一液体流沿着上述圆锥形空间的方向通过上述圆筒形腔室进入上述喷嘴式混合器，而上述第二液体流则沿着垂直方向进入上述喷嘴式混合器的中央圆筒形腔室。按照本发明的另一个教导，上述第二溶液是通过若干孔口而垂直地进入喷嘴式混合器
20 中的，这些孔口排成一排，并均匀地围绕着上述腔室的内壁周围分布。上述这些孔口最好垂直于上述腔室的纵轴线，或者与其成小的俯冲角。这样混合的强烈程度和反应的速度就显著增加了。

一部分固体、液体和/或气体物质的均质溶液，可以在布置在上述喷嘴式混合器前方的一个或多个带套筒的混合器中制备。每一个待
25 套管的混合器都有一个圆筒形的混合空间，上述均质液体通过该混合空间送入，而围绕着该混合空间对称地布置了许多送料管子，用于将要溶解的第二液体或气体送入该带套筒的混合器内。此外，为了进一步提高混合的程度，还可以设置用于以脉冲送入方式将液体或气体送入带套筒的混合器中的装置。

30 本发明的又一个教导在于上述圆筒形混合空间具有一个外部的环形空间，并且上述送料管子设计成在反应器壁上的孔。反应器壁上的这些孔通常与反应器的流动方向成小的俯冲角。已经证明，45度的角

特别有利。

为了获得高的混合程度，在本发明的又一个实施例中，上述在混合器壁上的这些孔布置成环形，这些孔都布置得很适当，使得它围绕着每一个环的圆周均匀地分布。如果在每一个环上都布置 8 个孔，并且
5 并且在所有情况下，相邻环上的孔沿着流动方向错开 45 度角，就能获得特别充分的混合。

出人意料地，采用所描述的带套筒的混合器，就能够以这样的方式将液体或气体混合在液体中，即，在这种带有喷嘴的混合器中能获得混合程度很高的溶液。

10 按照本发明的又一个教导，为了可靠地保证与混合和反应空间的必要的热交换，换热器可以布置在上述混合和反应装置的上游或下游，以便在混合工艺过程中，和带有焓变化的反应中，维持所需要的混合或反应温度。

如果在生产过程中顺序地沿着流动的方向布置许多按照本发明的
15 混合器，将特别有利。这样，就能可靠地避免流动方向上的分层的非均质混合物。

本发明的又一个教导是将上述装置用于碱性酚盐，双酚盐水溶液，或其他多羟酚盐水溶液与在溶剂中溶解了的固体、液体和/或气体物质混合。

20 本发明的另一种教导涉及一种通过用界面法由非均质混合物制备的碳酸二苯基酯和聚碳酸酯，它借助于按照本发明的装置来使碱性酚盐，双酚盐水溶液，或其他多羟酚盐水溶液与溶解在二氯甲烷中的气体或液体碳酸氯混合，其特征在于：残余的苯基吡啶基尿烷的含量非常少，少于 20ppm。

25 最后，由于极其强烈的混合和反应的结果，使得本发明的反应器的容积要比使用搅拌罐反应器的容积小得多。由于容器体积较小，所以能很快达到静止状态。其结果是，在开始工作之后，能在极短的时间内获得具有所要求的性能和质量的目标产品。再一个结果是，所得到的必须弃置的，不需要的副产品的量相当少。

30 下面，举例详细说明本发明。

为了用普通的混合器制备二苯基碳酸酯和聚碳酸酯，在 30℃ 温度下，以 4,500 kg/h 的流量，使得流过由四个串联起来的，总容积为 23

立方米的搅拌式反应器的碳酸氯和二氯甲烷的含水反应混合物，连续地送入上述第一反应器内。同样，在布置在串联起来的第一个搅拌罐反应器的上游的混合容器中，制备上述酚盐水溶液。

当反应的混合物通过上述串联的四个搅拌罐反应器之后，在一个分离容器内被分离成两相，对有机相进行净化，然后，对溶剂和最后的碳酸二苯基酯进行蒸馏。

所得到的产量为 92%，其副产品的浓度如下表所示：

	苯基吡啶基尿烷	13 ~ 30ppm
	低沸点产品	15 ~ 25ppm
10	高沸点产品	0 ~ 90ppm

为了进行比较，上述反应混合物以同样的流量流过按照本发明的装置，溶解在二氯甲烷中的碳酸氯溶液连续地在带套筒的混合器中制备。含水的酚盐溶液则连续地在一个混合容器中制备。

与二苯基碳酸酯的反应在按照本发明的喷嘴式混合器中进行，而二苯基碳酸酯的加工和制备过程则与利用上述串联的搅拌罐反应器中的工艺过程完全一样。

在这种情况下，所获得的二苯基碳酸酯的产量为 98%。副产品的浓度为：

	苯基吡啶基尿烷	11 ~ 16ppm
20	低沸点产品	10 ~ 25ppm
	高沸点产品	0 ~ 90ppm

在按照本发明制备的二苯基碳酸酯中，苯基吡啶基尿烷的比例能可靠地降低到 20ppm 以下，结果，就能获得品级更高的二苯基碳酸酯。

25 附图说明

下面，根据本发明的一个优选实施例更加详细地说明按照本发明的装置。附图中：

图 1 是表示按照本发明的喷嘴式混合器的断面图；

图 2 是表示按照本发明的一种带套筒的混合器的局部断面图；以及

30 图 3 是表示图 1 和图 2 中示意地表示的混合器的一种优选的结构。

具体实施方式

图 1 表示上述喷嘴式混合器，它的圆筒形中央空间用于混合两种溶液。

图示实施例中的常用的可分成四部分的喷嘴式混合器 D 包括一个圆筒形空间 1，一种第一溶液 F1 进入其中。一种第二溶液 F2 通过圆筒形空间 2 流入中央圆筒形室 3 内。一个锥形空间 4 用作出口。为了增强混合的强度和加快反应速度，上述中央腔室 3 的直径要小于圆筒形空间 1 的直径，并且在空间 1 与腔室 3 之间的过渡部分形成尖锐的边缘。借助于这种喷嘴式混合器 D 的锥形加宽空间，就能够使该系统中保持很低的压力降。

当要使本发明的装置运转时，液体 F1，例如碳酸氯在二氯甲烷中的溶液，经过圆筒形空间 1 后进入中央圆筒形腔室 3，而第二溶液 F2，例如酚盐溶液，则经过垂直于空间 1 的圆筒形空间 2 进入中央圆筒形腔室 3。上述第二溶液是通过孔口 5 进入圆筒形空间 3 内的，并且与从空间 1 进入的，在垂直于其方向流动的溶液混合，并发生反应。在如图所示的优选实施例中，上述孔口 5 的位置在中央腔室的圆筒形套筒上排成一排。混合并反应后的混合物 G 通过锥形空间 4 流出喷嘴式混合器 D。

图 2 表示一个布置在上述喷嘴式混合器 D 上游的圆筒形的带套筒的混合器 M，这种混合器具有圆筒形的混合空间 6，在它的壁上设有许多孔 7，为清楚起见，图中只表示了布置在靠近进口 E1 处的，布置成一个环的孔 7，并加上了标号。

在这个优选实施例的图中，在带套筒的混合器 M 的全长上都布置了许多孔和孔环 7A、7B、7C，并且这些孔都均匀地分布在孔环上。为清楚起见，仍然只在图中表示了左边的三个孔环。每一个孔环 7A、7B、7C 上通常有 8 个孔 7，并且每两个相邻孔环，例如 7A 与 7B，7B 与 7C 之间的孔口分别错开 45 度角。这样，就能在带套筒的混合器 M 的混合空间 6 中获得最佳的混合效果。

在开动按照本发明的装置时，先把第一均质液体，例如二氯甲烷，通过进口 E1 送入带套筒的混合器 M 的反应器空间 6 中。

第二种要混合的成份，例如气体或液体的碳酸氯则通过进口 E2

送入围绕着上述混合空间 6 的环形空间 8 中，并且通常是以脉冲方式通过孔 7 流入上述液体内。如优选实施例所示，孔 7 布置成与液体的流动方向成 45 度角。这样，就能获得液体与气体或另一种液体之间最佳的混合效果。混合后的溶液通过出口 A1 流出带套筒的混合器 M。

5 为了监控碳酰氯的泄漏，还可以从图 1 和图 2 推导出，在整个喷嘴式混合器 D 和带套筒的混合器 M 上设置一个环形空间（图中未示出），在隔离壁 43 环形空间中注入氮气（ N_2 ）。

最后，由图 3 可以看出，按照本发明的装置的混合器的优选结构是，第一换热器 WT1 布置在带套筒的混合器 M 的下游，而第二换热器
10 WT2 则布置在喷嘴式混合器 D 的下游。这样，就能保证以可靠的方式将混合和反应保持在必须的温度下。

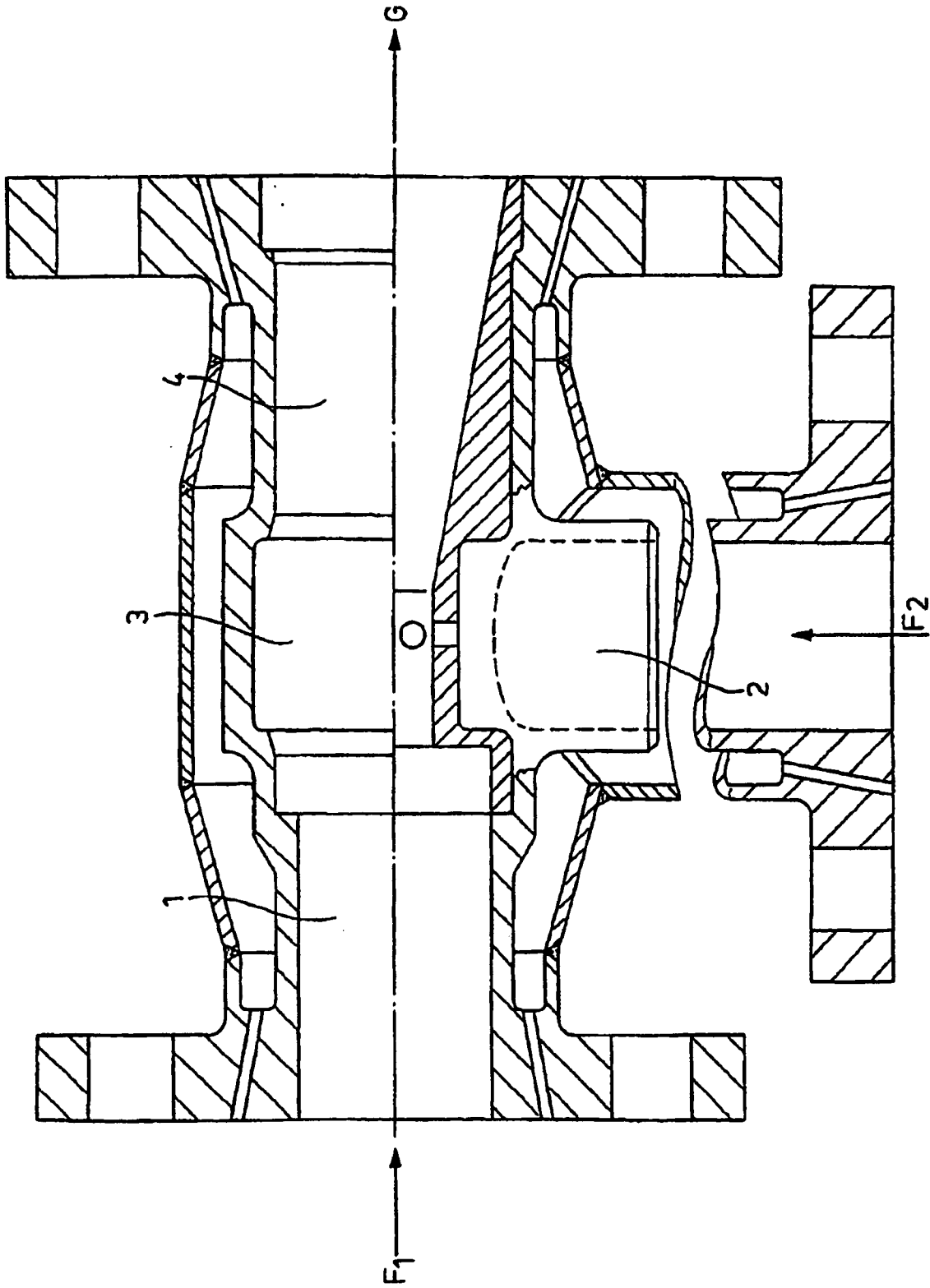


图 1

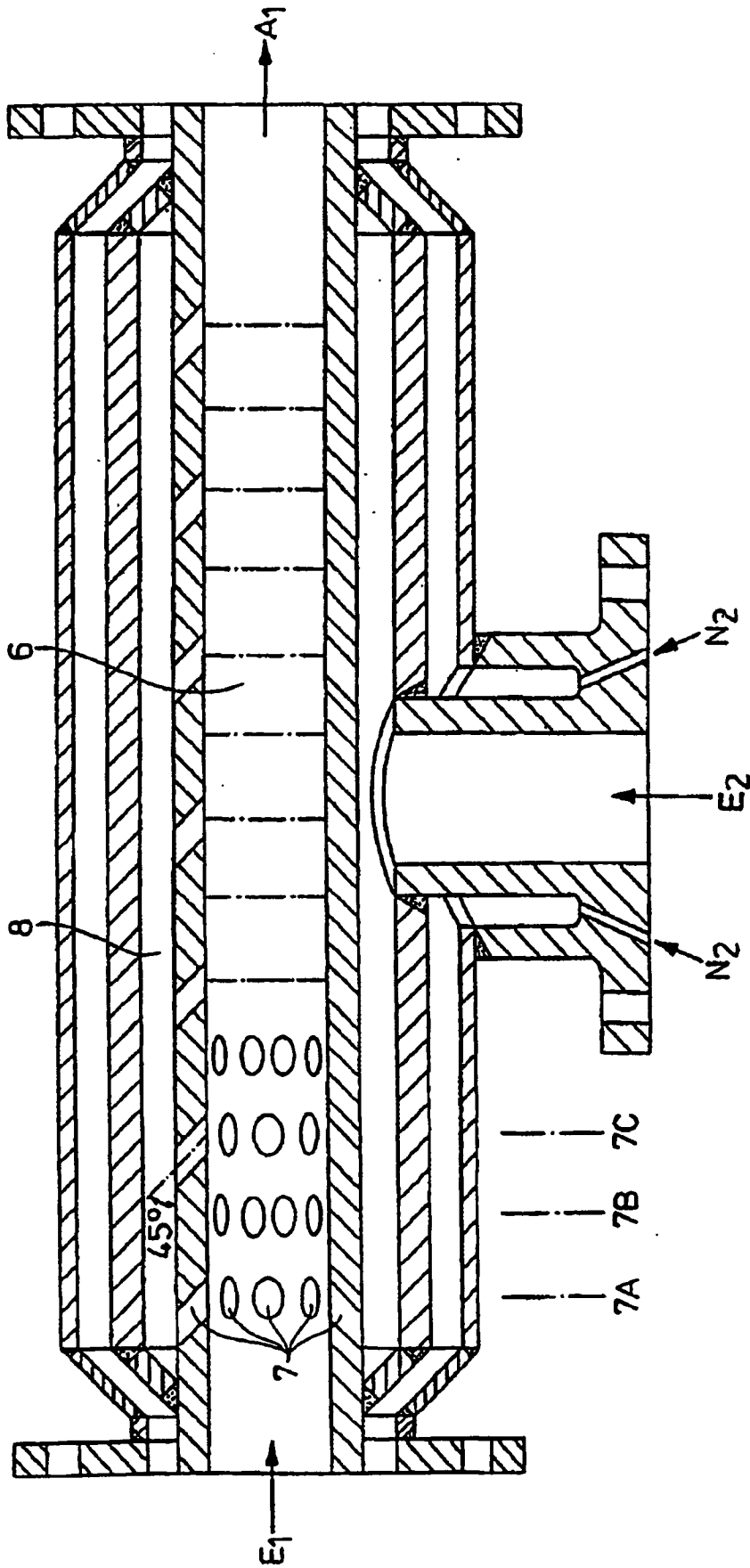


图 2

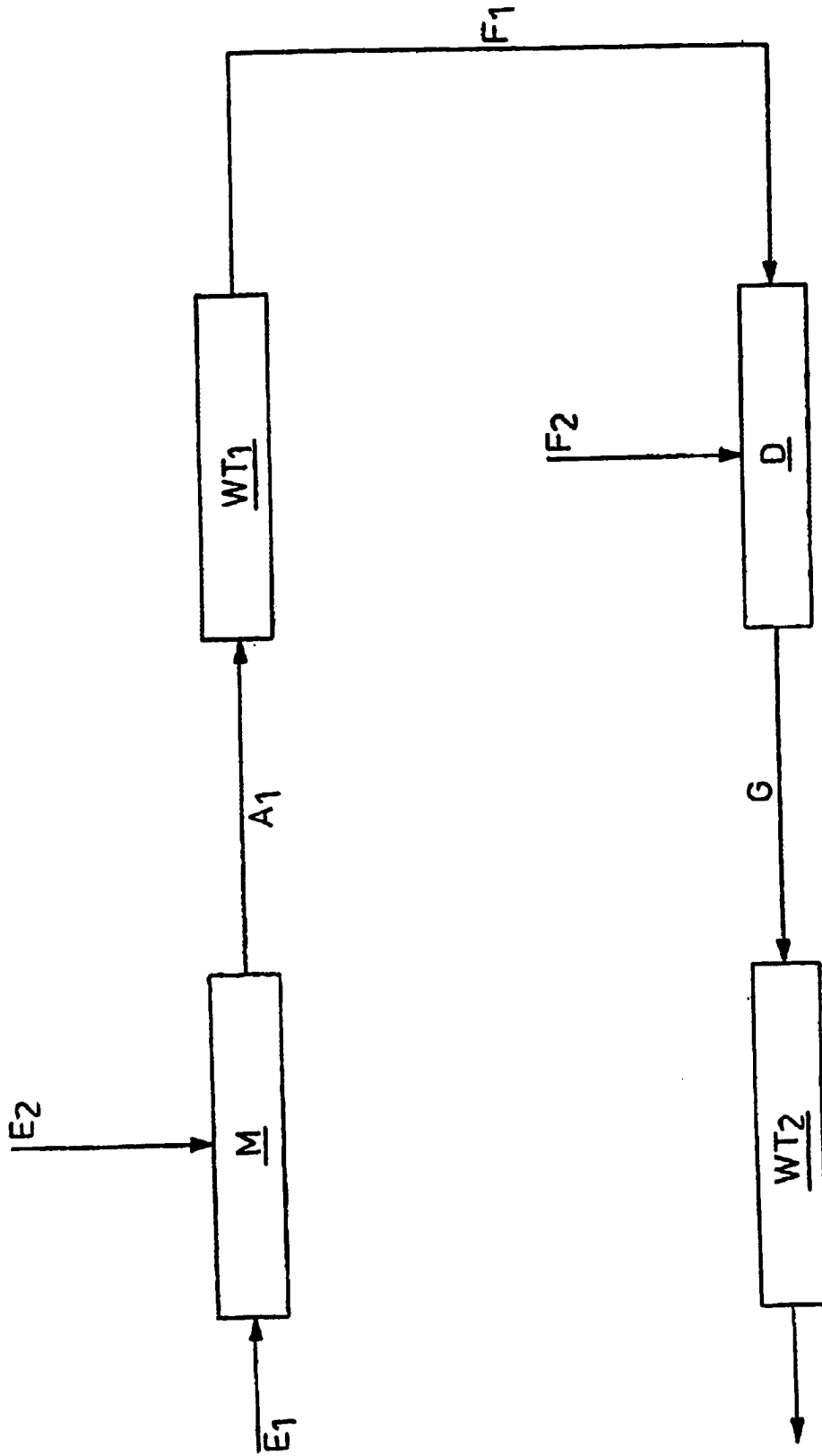


图 3