

**OZET****MODULER REAKTOR**

5 Buluş, bir plaka gövdesine (1) sahip mikroreaktör parçalarından imal edilen ve buradaki mikroreaktör parçasının, bir plaka kenarında, içine bir reaksiyon tüpü (21) yerleştirilen oyuk-şeklinde bir girintiye (22) sahip olduğu ve reaksiyon tüpünün, plaka gövdesinin dış taraflarında bağlantı uçlarına (16) sahip olduğu modüler mikroreaktörlerle, 10 türbülanslı karıştırma için reaksiyon tüpleriyle, reaktörlerin imali için kitlerle ve ayrıca bunların kimyasal reaksiyonları başlatmak için kullanımıyla ilgilidir.

15

20

25

## İSTEMLER

1. Bir plaka gövdesine (1) sahip bir mikroreaktör parçası olup, bu parça, bir plaka kenarında, içine bir reaksiyon tüpü (21) yerleştirilen oyuk-şeklinde bir girintiye (22) sahiptir, ve reaksiyon tüpü, plaka gövdesinin (1) dış taraflarında bağlantı uçlarına (16) sahiptir ve bu durumda, oyuk-şeklindeki girinti bir ısı taşıyıcı vasatın sevk edilmesine veya bir indüksiyon bobininin yerleştirilmesine uygun olup, **karakterize edici özelliği**, plaka gövdesinin (1), en az iki reaksiyon tüpüne (21) sahip olması, bu durumda iki reaksiyon tüpünün plaka gövdesinin dış taraflarındaki bağlantı uçlarının (16), bir bağlantı elemanı (20) yoluyla bağlanmış olmalarıdır.
2. İstem 1'e uygun mikroreaktör parçası olup, **karakterize edici özelliği**, plaka gövdesinin (1) küboid olmasıdır.
3. İstem 1'e veya 2'ye uygun mikroreaktör parçası olup, **karakterize edici özelliği**, plaka gövdesinin (1), opsiyonel olarak kıvrımlı formda ve oyuk-şeklindeki aynı girintinin (22) içinde en az iki reaktör tüpüne (21) sahip olmasıdır.
4. 1'den 3'e kadar olan istemlerden birine uygun mikroreaktör parçası olup, **karakterize edici özelliği**, en az bir bağlantı elemanının (20), bir akışkan giriş ağzına veya akışkan çıkış ağzına (41) sahip olmasıdır.

5. 1'den 4'e kadar olan istemlerden birine uygun mikroreaktör parçası olup, **karakterize edici özelliği**, oyuk-şeklindeki girintinin (22), kıvrımlı formda bir güzergâha sahip olması ve bu güzergâhın kıvrımlı-formdaki bölümleri arasında bölme duvarlarının temin edilmiş olması ve bu durumda bölme duvarlarının, tercihen bir plaka yoluyla, plaka gövdesinin (1) plaka çerçevesiyle birlikte mühürlenmiş olmasıdır.
6. 1'den 5'e kadar olan istemlerden birine uygun mikroreaktör parçası olup, **karakterize edici özelliği**, bir reaksiyon tüpünün bir bağlantı ucunun (16) veya bir bağlantı elemanının (20) bir akışkan giriş ağzının veya akışkan çıkış ağzının, bir akışkan karıştırıcıya sahip olması ve bu akışkan karıştırıcının tercihen bir akış kırıcı, akış hızlandırıcı, karıştırma jetleri veya içeriye girinti yapan bir enjeksiyon iğnesi olmasıdır.
7. 1'den 6'ya kadar olan istemlerden birine uygun mikroreaktör parçası olup, **karakterize edici özelliği**, en az reaksiyon tüpünün 20 mm'ye kadar varan bir iç çapa ve karıştırma elemanı olarak bir çapraz kesit daralmasına (31) sahip olması ve bu durumda, tercihen yuvarlak bir boru olan borunun bir tarafındaki çapraz kesitin en az % 15, tercihen en az % 20 oranında daraltılmış olmasıdır.
8. İstem 7'ye uygun mikroreaktör parçası olup, **karakterize edici özelliği**, az bir tüpün (21) çapraz kesitinin daralmanın karşısında, hatta tercihen daralmaya göre 90° noktasında da genişletilmemiş

olması ve tercihen çapraz kesitin daralmaya göre bir yarım daire oluşturmasıdır.

9. İstem 7'ye veya 8'e uygun mikroreaktör parçası olup, **karakterize edici özelliği**, en az bir tüpün, birden çok çapraz kesit daralmasına (31) sahip olması ve bu durumda, çapraz kesit daralmasının bulunduğu tarafın tercihen dönüşümlü olarak sırayla değişmesi, bu noktada özellikle çapraz kesit daralmalarının spiral formunda olması veya tüp çapraz kesitinde karşılıklı olarak kaydırılmış olması ve/veya çapraz kesit daralmalarının tercihen düz doğru şeklinde, prizma şeklinde, silindir şeklinde veya küre şeklinde olmasıdır.

10. 1'den 9'a kadar olan istemlerden birine uygun en az iki mikroreaktör parçasına sahip mikroreaktör olup, burada farklı mikroreaktör parçalarının reaksiyon tüpleri (21), bağlantı uçları (16) üzerinden bir bağlantı elemanı ("plaka bağlantısı") (8) yoluyla bağlanırlar.

11. İstem 10'a uygun mikroreaktör olup, **karakterize edici özelliği**, bağlantı elemanının (8, 20), reaksiyon akışkanının reaksiyon tüpüne (21) girişi/reaksiyon tüpünden çıkışı için bir giriş ağzı veya çıkış ağzı (12) ve/veya akışkanın girinti kanalına girişi/kanaldan çıkışı için bir giriş ağzı veya çıkış ağzı (36) içermesidir.

12. İstem 10'a veya 11'e uygun mikroreaktör olup, **karakterize edici özelliği**, farklı mikroreaktör parçalarının (1) reaksiyon

tüplerinin (21) fiş bağlantıları (20), borular veya hortumlar yoluyla bağlanmalarıdır.

5 **13.** 10'dan 12'ye kadar olan istemlerden birine uygun bir mikroreaktörü imal etmek için kit olup, 1'den 9'a kadar olan istemlerden birine uygun en az iki mikroreaktör parçası ve mikroreaktör parçalarının reaksiyon tüplerini bağlamak için tercihen bir bağlantı elemanı içerir.

10 **14.** 1'den 9'a kadar olan istemlerden birine uygun bir mikroreaktör parçasının veya 10'dan 12'ye kadar olan istemlerden birine uygun bir mikroreaktörün, reaksiyon tüplerinde iki akışkanı karıştırmak için ve tercihen ilaveten iki akışkan arasında bir kimyasal reaksiyon gerçekleştirmek için kullanımındadır.

15

**15.** İstem 14'e uygun kullanım olup, **karakterize edici özelliği**, en az iki mikroreaktör parçasına sahip bir mikroreaktörün kullanılması ve mikroreaktör parçalarının reaksiyon tüplerinin, tercihen bir ısı taşıyıcı vasat yoluyla, tercihen de oyuk-şeklindeki girintilerde sevk edilen su yoluyla, farklı sıcaklıklara ısıtılması veya soğutulmasıdır.

20

24489

**TARİFNAME****MODULER REAKTOR**

5

Mevcut buluş kimyasal reaksiyonlar için ve kimyasal maddeleri karıştırma amaçlı mikroreaktörlerle ilgilidir.

Minireaktörler veya mikrokariştiriciler, genellikle 0,2 mm ilâ 5 mm aralığında tüp veya kapiler çaplarına sahip olan, ileri derecede minyatürleştirilmiş tüp reaktörlerdir. Kapiler çapın düşük olmasından dolayı, proses malzemelerinin ve sıvılarının reaktör bölgesinde minimal ölçüde hareket ettirilmeleri gerekir.

15 DE 10 2004 038 555 B3'te sunulan buluş, laktik asit üretimi için korozyona dirençli malzemedan imal edilmiş modüler yapıda bir mikroreaktörle ilgilidir. Burada tarif edilen mikro-reaktörün arkasında yatan fikir, endüstriyel ölçekli bir sistemde uygulama için temel oluşturmak üzere modülerleştirme ve minyatürleştirme yaklaşımını

20 kullanarak mikro reaksiyon teknolojisinin simüle edilmesidir. Bu amaçla, plastik (PTFE) malzemedan imal edilmiş borulardan (Çap = 0,7 ilâ 2 mm) oluşan ayrı modüller, aynı şekilde PTFE malzemesinden imal edilmiş plastik bağlantılar yoluyla birleştirilerek bir mikroreaksiyon modülü elde edilir. Burada conta malzemesinin

25 yanında, modüllerin kolayca açılması ve bağlanması da tarif edilmiştir. Bağlantı parçaları doğrusal bağlantı, T-parçası veya çapraz parça bağlantısı şeklinde tasarlanabilir. Girişten önce ve çıkış

noktasına, deliklere (5-800 µm) sahip olan tantal levhacıklar formunda tasarlanmış delikli diskler takılabilir. Reaksiyonun gerçekleştirilmesi için gereken soğutma veya ısıtma bir sıcaklık-kontrollü banyoda yapılabilir. Delikli diskler vasıtasıyla mikrostrüktürler üretilebilir ve bu yolla, mikroreaksiyon teknolojisinde reaksiyon bileşenlerinin ve reaksiyon ürünlerinin karıştırılması bakımından avantajlar elde edilebilir.

DE 44 10 417 A1 patenti, karıştırma elemanlarıyla tasarlanmış, kesikli veya sürekli işletilen bir reaktör içinde toluen, nitrik asit, sülfürik asit ve suyun keyfi bir sırayla reaksiyona sokulmasıyla ilgilidir. Reaksiyon ve karıştırma işlemleri, geri karışma meydana gelmeyecek şekilde tasarlanmalıdır. Bunun için kullanılan karıştırma elemanları, statik mikserler, pompalar, jetler, karıştırıcılar veya bunların kombinasyonları olabilir. Reaktiflerin sürekli karıştırıldığı bir durumda, reaktör içinde delikli levhalar, oluklu levhalar, bölme levhaları, akış kırıcılar, karıştırıcılar veya benzer fikstürler veya elemanlar kullanılabilir. Tüp reaktörler, ayrıca, yeniden dispersiyon için fikstürler, akış kırıcılar, saptırma levhaları, statik mikserler veya karıştırıcılar veya entegre delikler levhalar içerebilir.

WO 2007/032810 A2'de, içine mikrokanallar preslenmiş veya dağlanmış istifli tabakalardan oluşan bir mikroreaktör tarif edilmektedir. Bu kanallar açıktırlar ve farklı sıvı fazları birbiri yanından geçirerek nakletmek ve fazlar arasında bir kütle transferi sağlamak için kullanılırlar.

EP 1738820 A1, içi boş filamentlerden imal edilmiş bir mikroakışkan

sistemiyle ilgilidir. Boş liflerden imal edilmiş uygun bir ağı, ısıtma için bir ısı bloğu yoluyla uygulanır.

5 WO 2007/112945 A'da, ayrı levha parçalarından oluşan ve bu levha parçaları arasında uygun aralık parçaları yoluyla mikrokanalların temin edildiği bir mikroreaktör sistemi tarif edilmektedir.

EP 1520838 A, bir içi boş lifin bir taşıyıcı içindeki oyuklu içine gömüldüğü bir mikroakışkan sistemiyle ilgilidir.

10

DE 3429010 A1, toz formunda inşaat malzemeleri için bir dağıtım cihazıyla ilgilidir. Malzemeleri iyice karıştırmak amacıyla, bunlar, taşınım akışını iyice karıştırmak için örn. prizmatik, eliptik veya yuvarlanmış bölmeler formunda bölmelere sahip olan bir boru içinde 15 sevk edilirler. Bu inşaat malzemesi boruları 50 mm'nin üzerinde bir çapa sahiptirler.

WO 2005/123241 A, optik reaksiyonlar için UV-ışınlanması amacıyla bir ışınlama bölgesinin temin edildiği bir hat sistemiyle ilgilidir. 20 Hatların tipi sayesinde belirli ışınlama miktarları veya süreleri ayarlanabilir. Reaksiyon hatları doğrudan bir plakaya kalıplanmış kanallardan oluşur.

JP 03014803 A (özet), kimyasal reaksiyonları başlatmak için çeşitli 25 çözeltilerin iyice karıştırılmasına yarayan bir Venturi mikseriyle ilgilidir. Venturi mikseri sıvıların içeri girişi için daraltılmış bir orta bölgeye sahiptir.

WO 2005/032708 A2, tabakalı yapıda bir mikrokanal aparatıyla ilgilidir. Aparat, işlevsel bir aparat elde etmek için birden çok tabakanın birleştirilmesiyle oluşturulmuştur.

- 5 Mevcut buluşun temelinde yatan amaç, bir reaksiyon konseptinin basit bir şekilde yeniden modellenmesi için iyileştirilmiş modüler reaktörleri ve onların parçalarını kullanıma sunmaktır.

Mevcut buluşun bir birinci yapısı, bir plaka gövdesine sahip bir  
10 mikroreaktör parçasıyla ilgili olup, bu parça, plakanın bir yanında, içine bir reaksiyon tüpü yerleştirilen oyuk-şeklinde bir girintiye sahiptir ve reaksiyon tüpü plaka gövdesinin dış taraflarında bağlantı uçlarına sahiptir ve bu durumda oyuk-şeklindeki girinti bir ısı taşıyıcı vasatın sevk edilmesine veya bir indüksiyon bobininin  
15 yerleştirilmesine uygun olup, karakterize edici özelliği, plaka gövdesinin (1) en az iki reaksiyon tüpüne (21) sahip olması, bu durumda iki reaksiyon tüpünün plaka gövdesinin dış taraflarındaki bağlantı uçlarının (16) bir bağlantı elemanı (20) yoluyla bağlanmış olmalarıdır. Bu gibi parçaların önemli uygulama alanlarından biri, bu  
20 parçalardan oluşan mikroreaktörlerin modüler konstrüksiyonudur. Plaka gövdeleri çelik, paslanmaz çelik, seramik, sinterli metaller, alüminyum, plastik malzemeler ve demirsiz ağır metaller gibi katı malzemelerden imal edilebilir. Tercihen, mikroreaktör parçası veya plaka gövdesi küboid şeklindedir.

25

Girintiler, özellikle, soğutma veya ısıtma sıvıları gibi ısı taşıyıcı vasatların sevk edilmesi için kullanılırken, reaksiyon tüpünde reaktan maddeler birbiriyle karıştırılır. Tercihen, girinti, reaksiyon tüpü

etrafında bir kanal oluşturur. Bu uzunlamasına kanalda reaksiyon tüpü boyunca soğutma veya ısıtma sıvısı gibi bir ısı taşıyıcı vasat sevk edilebilir. Isı taşıyıcı vasat bir plaka gövdesinden başka bir modülün veya mikroreaktör parçasının başka bir plaka gövdesine içten veya dıştan sevk edilebilir. Plakaların düzenlenmesi reaksiyon gereklerine göre yapılır. Reaksiyon ünitesinin bütünü vidalama veya başka sıkıştırma mekanizmaları yoluyla tespit edilebilir ve oyuk-şeklindeki girinti tarafında sızdırmaz kapatılabilir. Girintiler frezelenmiş oyuklar şeklinde, sinterleme yoluyla, döküm veya mekanik işleme (frezeleme, tornalama, matkapla delme) yoluyla imal edilebilir. Plaka gövdeleri gerekli şartlara uyarlanmış herhangi bir uzunlukta olabilir. Bunların birden çok ayrı plakanın flanşlar ve contalar yoluyla birleştirilmesi yoluyla oluşturulmaları da mümkündür.

15 Mevcut buluşa göre bir reaksiyon tüpü, içinden bir vasat akarken içinde bir reaksiyon gerçekleşebilen bir tüptür. Tüpün kendisi sızdırmaz özelliktedir ve tüpün iç boşluğunda vasatı sevk etme amacını güder. Dolayısıyla tüp duvarı içinden - özellikle de örn. içinde bir ısı taşıyıcı vasat sevk edilen oyuk-şeklindeki girintiye doğru kütle transferi gerçekleşmemelidir.

Bir veya birden çok mikroreaktör parçasının birleştirilmesinden oluşan bir mikroreaktör, tüp reaktörü veya tüp-çevrim reaktörü olarak sonsuz yapıda oluşturulabileceği gibi, mikroreaktör parçalarının modüler tarzda istiflenmesi yoluyla da yapılandırılabilir. İstifli yapılandırma durumunda, ısı taşıyıcı vasatı sevk etmeye yarayan girinti bitişik mikroreaktör parçalarının plakaları yoluyla sızdırmaz kapatılabilir.

Tercihen reaksiyon tüpü, plaka gövdesinin dış tarafında bulunan ve tercihen girintiyi de kapatan bir conta elemanında sonlanır. Ayrıca plaka gövdelerinin üst tarafında veya alt tarafında bir conta bulunabilir, böylece plakalar modüler bir konstrüksiyon elde etmek ve aynı zamanda girintileri sızdırmaz kapatmak için başka plakalara bağlanabilir. Dolayısıyla plaka tarafındaki girinti tercihen başka bir plaka tarafından sızdırmaz kapatılır. Bu başka plaka ise bir yandan başka bir mikroreaktör parçasının plaka gövdesi olabileceği gibi, reaktör tüpsüz bir yalıtım plakası veya basitçe bir ince sızdırmazlık plakası da olabilir.

Tercihen plaka gövdesinin plaka çerçevesi boyunca bir conta, tercihen bir plastik conta yerleştirilir. Bu conta, örn. plaka çerçevesinde daha iyi bir montaj için bir girintiye yerleştirilebilir. Keza oyuk-şeklindeki girintilerin oluşturduğu çeşitli kanalların karşılıklı olarak ilave contalarla sızdırmaz kapatılması da mümkün olup, bu durumda, belirli bir plastik contadan feragat ederek, kanalları veya kanallar arasındaki kırımları bir sızdırmazlık plakasıyla sıkı temas yoluyla sızdırmaz kapatmak da mümkündür.

Tercih edilen bir başka yapıda, plaka gövdesinde, bir plakayı veya başka mikroreaktör parçalarını bir plaka kenarına veya bir tespit elemanının adaptörlerine tespit etmek için tespit elemanları, tercihen bağlama çubukları için çentikler bulunur. Tespit elemanı, ayrı mikroreaktör parçalarını birbirine tespit etmek amacıyla, bağlama çubuklarıyla birbirine bağlanan ve kilitleme kısıklarıyla tespit edilen tespit kelepçelerinden oluşabilir. Mikroreaktör parçalarının yan taraflarında düzenlenmiş bağlama çubukları için, tercihen plaka

gövdelerine çentikler açılır. Bunlar plaka gövdelerinin karşılıklı olarak kaymalarını da önlerler.

Plaka gövdesi en az iki reaktör tüpüne sahiptir. Bu en az iki reaksiyon  
5 tüpü, opsiyonel olarak kıvrımlı formda olan, oyuk-şeklindeki aynı  
girintinin içinde bulunabilir. Başka tercihli yapılarda, bir mikroreaktör  
parçasının oyuk-şeklindeki girintilerine en az 3, en az 4, en az 5 veya  
en az 6 reaksiyon tüpünün yerleştirilmesi de mümkün olabilir. Bu  
durumda, örneğin çeşitli reaksiyon tüplerinin bağlantı uçları,  
10 uygulamaya bağlı olarak çeşitli tiplerde, opsiyonel olarak da modüler  
reaksiyon tüplerini birbirine basitçe bağlayabilmek için plaka  
gövdesinin bir dış tarafında sonlanabilir. Bir mikroreaktör parçasının  
bu gibi reaksiyon tüpleri birbirine bağlanabilir veya reaksiyon tüpleri  
başka mikroreaktör parçalarının reaksiyon tüplerine de bağlanabilir  
15 ("plaka bağlantısı"). Özel bir yapıda, mikroreaktör parçasının içinde  
iki reaksiyon tüpünün plaka gövdesinin dış taraflarındaki bağlantı  
uçları bir bağlantı elemanı ("tüp bağlayıcı") yoluyla bağlanırlar.  
Ayrıca, bir mikroreaktör parçasının içindeki ayrı tüpler arasındaki  
veya mikroreaktör parçaları arasındaki bağlantı elemanları, reaksiyon  
20 akışkanlarını reaksiyon tüplerinin içine vermek veya bunlardan dışarı  
boşaltmak için bir akışkan giriş ağzına veya akışkan çıkış ağzına da  
sahip olabilir.

Tercihen, oyuk-şeklindeki girinti kıvrımlı formda bir güzergâha  
25 sahiptir. Bir ısı taşıyıcı vasatın sürekli akışını güvenceye almak için,  
güzergâhın kıvrımlı-formdaki bölümleri arasında bölme duvarları  
temin edilebilir. Bölme duvarları, plaka gövdesinin plaka çerçevesiyle  
birlikte tercihen bir plaka yoluyla sızdırmaz kapatılır. Bunun üzerine

reaksiyon tüpleri oyuk-şeklindeki girintilerin içine sokulabilirler ve örn. reaksiyon tüpünün bir U-kıvrımı örneğin bir kıvrım lupunun içine yerleştiğinde ve reaksiyon tüplerinin bağlantı uçları karşı tarafta plaka gövdesinin dış tarafındaki bir kıvrım lupunda sonlandığında, tüpler, U-formunda yerleştirilirler. Bir yapıya göre bir plaka gövdesinde arzu edilen sayıda çok reaksiyon tüpü temin edilebilir ve bunlar, hep birlikte, oyuk-şeklindeki girinti içinde sevk edilebilen bir ısı vasatı yoluyla ısıtılabilir veya soğutulabilir. Bu durumda, modüler reaktör konstrüksiyonuna göre, her mikoreaktör parçası için diğer mikoreaktör parçalarının sıcaklık kademelerinden farklı olan bir sıcaklık kademesi ayarlanabilir.

Tercihen bir reaksiyon tüpünün bir bağlantı ucu veya bir bağlantı elemanının bir akışkan giriş ağzı veya akışkan çıkış ağzı bir akışkan karıştırıcıya sahiptir. Bir akışkan karıştırıcı örn. bir akış kırıcı, akış hızlandırıcı, karıştırma jetleri veya içeriye girinti yapan bir enjeksiyon iğnesi veya bir karıştırma lansıdır. Dışarıya doğru yönlendirilen ve bağlantı elemanının içine girinti yapan tüplerin ucuna, tüpün ucunu delikli disk formunda örten karıştırma jetleri takılabilir. Karıştırma jetlerine deliklerin eklenmesi yoluyla, sıvının dışarıya çıkış hızı, örn. karşı taraftan giriş yapan ve içeriye karıştırılacak olan akışkanın akış olarak ideal karıştırılmasını sağlayacak şekilde ayarlanabilir. İki akışkanın ilk karıştırılması ve birleştirilmesinden sonra, reaktörün bir sonraki tüpüne girişten önce tekrar karıştırma için başka bir karıştırma jeti entegre edilmiş olabilir. Karıştırma jetleri örn. altın, platin, yüksek nitelikli çelik, demirsiz ağır metaller, plastik, seramik, sinterli malzeme gibi malzemelerden imal edilebilir. Bir karıştırma jetinin yerine, alternatif sıvı karıştırıcı olarak bir gözenekli sinterlenmiş metal

de kullanılabilir. Karıştırma jeti olarak da bir gözenekli sinterlenmiş metal kullanılabilir. Genel olarak, akışkan karıştırıcı, akışkanları olabildiğince türbülanslı bir şekilde besleme veya iki akışkanı olabildiğince tam birleştirme amacını güder ve bu durumda ayrışmaya 5 neden olabilecek laminar akışlar kırılır.

Gazların gazlarla veya sıvılarla karıştırılmaları da mümkündür. Aynı zamanda bağlantı elemanı, hem ısı değiştirici hem de eşzamanlı statik mikser olarak tasarlanabilir. Tercihen akışkan karıştırıcı, örneğin 10 birden çok deliğe sahip bir enjeksiyon lansının takılması veya farklı noktalarda tüplerin veya bağlantı elemanlarının içine girinti yapan çeşitli uzunluklara sahip birden çok enjeksiyon lansının kullanılması yoluyla birden çok karıştırma bölgesine sahip olur. Bu şekilde dağınık bir karıştırma sayesinde, karıştırma sırasında "hot spots" denilen 15 kızgın noktaların oluşması önlenir (Losey et al., Ind. Eng. Chem. Res., 40 (2001): 2555-2562).

Başka bir yapıya göre, bir reaksiyon tüpünün içine veya bir bağlantı ucuna, tercihen bir termostatla, optik sensörle veya kırılma indisi 20 sensörü ile birlikte, hatta tercihen bir ölçüm prizmasıyla birlikte bir sensörün, özellikle bir sıcaklık sensörünün takılması da mümkündür.

Bunun yanında, bir bağlantı bloğunun, reaksiyonları izlemek, kontrol etmek ve düzenlemek için hat-içi ölçüm cihazları entegre edilecek 25 şekilde tasarlanması da mümkündür (örn. GC, HPLC, NIR, DSC, viskozite ölçüm cihazları, pH ölçüm cihazları, sıcaklık ve basınç ölçüm cihazları, akış hızı ölçüm cihazları, kırılma indisi, hat-içi refraktometre vs. için bağlantı).

Katalitik olarak geniş yüzeylerde de reaksiyonların gerçekleştirilebilmesi için, tüplere, bağlantı elemanlarına veya tüplerin bağlantı uçlarındaki bağlantı parçalarına katalizörler de (örn. bir kafese eklenmiş olarak) entegre edilmiş olabilir.

5

İlaveten, bir tüpün bağlantı ucundaki bir bağlantı elemanı, basınç tahliyesi için acil tahliye delikleri veya güvenlik diskleri gibi bir yüksek basınç regülatörü takılabilecek şekilde de tasarlanmış olabilir. Dolayısıyla mevcut buluşa göre, bir reaksiyon tüpünün bir bağlantı ucunun bir yüksek basınç regülatörüne, tercihen bir yüksek basınç valfine, bir güvenlik diskine veya tıpayaya bağlanması tercih edilir. Bir başka buluş özelliği itibariyle, mevcut buluş, karıştırma elemanı olarak çapraz kesit daralmasına sahip bir reaksiyon tüpüyle ilgili olup, buradaki çapraz kesit, tüpün, tercihen de yuvarlak tüpün (sadece) bir tarafında en az % 15, tercihen en az % 20 oranında daraltılmıştır. Reaksiyon tüpü, ayrıca tercihen, tüp çapraz kesitinde örn. en az % 15, tercihen en az % 20 oranında çapraz kesit genişlemelerine de sahiptir. Çapraz kesit daralmalarının ve genişlemelerinin tercihen düzenli dönüşümlü olmaları öngörülmüştür. Çapraz kesit daralmasının tüp çapraz kesitinin sadece bir tarafında olması ve dolayısıyla çapraz kesitin asimetrik daraltılmış olması özellikle avantajlıdır. Böyle bir asimetrik daralma durumunda akışkan akımında bir sapma meydana gelir ve bu da özellikle verimli bir karışmaya yol açar. Bu durumda, özellikle örneğin emülsiyonları veya dispersiyonları oluşturan, kendi içlerinde karıştırılabilir olmayan akışkanların karıştırılması durumunda bir akış sapması meydana gelir ve aksi halde muhtemelen birbirinden ayrılmış olabilecek iki akışkanın iyice karışması söz konusu olur. Neticede en az bir reaksiyon tüpü, avantajlı bir şekilde,

25

tüp ıęını boyunca tp apraz kesitinin bir tarafında, tercihen tp bkme yoluyla oluřturulan ve apraz kesit alanının en az % 15'i, tercihen en az % 20'si lsnde olan apraz kesit daralmalarına sahiptir. Tp buna ek olarak, tercihen, apraz kesit daralmalarına  
5 ilaveten trblanslı akıřı destekleyen apraz kesit geniřlemelerine de sahiptir.

Tercihen, en az bir tpn apraz kesiti daralmanın karřısında ve/veya daralmaya gre 90° noktasında geniřletilmez veya tpn apraz kesitine gre % 10'u ařan oranda geniřletilmez. rneęin, apraz kesit,  
10 daralma noktasında bir yarım daire oluřturabilir.

Tercihen en az bir reaksiyon tp birden ok apraz kesit daralmasına sahiptir. Bu durumda, tp apraz kesitindeki apraz kesit daralmasının bulunduęu taraf dnřml olarak sırayla deęiřebilir. apraz kesit  
15 daralmaları tp eksenine gre keyfi bir aıyla, rneęin tp eksenine gre 0-180°, zellikle 90° aı yapacak řekilde oluřturulmuř olabilir. apraz kesit daralmaları istenen her geometride, rn. kama řeklinde, dz doęru řeklinde, prizma řeklinde, silindir řeklinde veya kre řeklinde olabilir. Dnřml bir daralma sayesinde, akıřkan  
20 karıřımında zellikle trblanslı bir akıř ve sirklasyon meydana gelir. Neticede apraz kesit daralmaları reaksiyon tpn spiral formunda da izleyebilir ve hatta, rneęin apraz kesit daralmalarının tp apraz kesitinde karřılıklı olarak kaydırılmalı dzenlenmesi suretiyle birbirlerine karřı da ynlendirilebilir. apraz kesit  
25 daralmaları, avantajlı bir řekilde, rneęin tpn kama řeklinde, dz doęru řeklinde, prizma řeklinde, silindir řeklinde veya kre řeklinde bir cisimle ezilmesi yoluyla oluřturulur.

Ayrıca, tüp uzunluğunun en az % 10'unun, tercihen % 10'u ilâ % 90'ının, özellikle % 15'i ilâ % 70'inin çapraz kesit daralmalarına sahip olması tercih edilir. Daralmalar doğrudan birbirine bağlanabilir veya daraltılmamış, hatta tercihen genişletilmemiş tüp segmentleriyle  
5 birbirinden ayrılmış olabilir. Bu tüp segmentleri, daraltılmış bir segmentle aşağı yukarı en azından eşit uzunluğa, daraltılmış bir segmentin en azından üç kat veya en azından veya en fazla dört kat uzunluğuna sahip olabilir.

10 Kendi başlarına veya mikroreaktör parçasındaki reaksiyon tüpleri, yukarıda genel olarak tarif edildiği gibi çelikten, yüksek kaliteli çelikten, seramikten, sinterli metallere, alüminyumdan, plastikten, demirsiz ağır metallere, soy metallere imal edilebilir. Tercih edilen tüp malzemeleri; tüm demirler, demir alaşımları, krom-nikel  
15 çelikler, nikel çelikler (örn. Hastelloy alaşımları), titanyum, tantal, silisyum karbür, cam, seramik, altın, platin ve hatta plastik malzemelerdir. Tercih edilen yapılardaki tüp çapraz kesitleri, yuvarlak veya eliptik, bir daire segmenti formunda, kare, dikdörtgen veya çokgen, özellikle beşgen, altıgen, yedigen, sekizgendir. Tüp çapraz  
20 kesitleri simetrik olabilir, örn. bir veya en az 2, 3 veya en az 4 ayna düzlemi dolayında olmak üzere tekli ayna simetrisine veya çoklu ayna simetrisine sahip olabilir. Tercih edilen yapılarda, bu tüp çapraz kesitleri, tüpün iç çapraz kesitini yansıtır. Tüpün dış formu opsiyonel olarak başka forma veya iç çapraz kesitle aynı forma sahip  
25 olabilir. Tüpler düz olabilir, farklı paternlere göre bükülmüş olabilir veya içeride kılavuzlanan akımı, tüp içindeki vasatların akış saptırmaları yoluyla karışmasını sağlayacak şekilde etkileyen belirli çapraz kesit daralmalarına sahip olabilir. Tüpteki daralmalar arzu

edilen herhangi bir paternde (tekrarlayan paternler de dahil) oluşturulmuş olabilir. Bu nokta, reaktanların karıştırılması için fikstürler içeren bilindik tüp reaktörlere nazaran belirleyici bir avantaj oluşturur. Plastik tüplerde uygun tüp sıkışmasını elde etmek için, örn. 5 dışarıdan sıkma elemanları takılmış olabilir. Dolayısıyla rijit malzemelerin yanında esnek hortum malzemesi de kullanılabilir. Tercih edilen yapılarda mikroreaktör parçasının taşıyıcı malzemeleri, demir, demir alaşımları, krom ve krom-nikel çelikleri, nikel çelikleri (Hastelloy alaşımları), titanyum, tantal, silisyum karbür, cam, seramik, 10 altın, platin, plastik veya başka alt-grup metalleri ve geçiş metalleri, ayrıca bunların karışımları arasından seçilir.

Buluşa uygun reaktörün tüpleri veya buluşa uygun tüpler, örn. ayrılmış formda olmak üzere yığın malzeme olarak da (örn. Şekil 15 15g'de gösterildiği gibi) temin edilebilir ve neticede reaksiyon tüpleri ancak bu tip ayrı bileşenlerin bağlanması yoluyla ortaya çıkabilir veya reaksiyon tüpleri yığın malzemenin işlenmesiyle (örn. matkapla delinmesiyle) oluşturulabilir.

20 Tercihen reaksiyon tüpleri 0,05 mm ilâ 1 mm ölçüsünde iç çapa sahip kapiler borulardır veya en az 1 mm ilâ örneğin 20 mm'ye kadar, 15 mm'ye kadar, 10 mm'ye kadar, 8 mm'ye kadar veya 5 mm'ye kadar varan imal edilebilir aralıklarda çaplara sahip olan başka tüplerdir. Reaksiyon tüpleri dışarıdan oyuk-şeklindeki girintinin içine 25 oturtulabilir. Bu reaksiyon tüpleri tercihen mikroreaktör parçasında kullanılır.

Reaksiyon tüpleri, mikroreaktör aksamına örneğin dalgalı veya

kıvrımlı tarzda, ayrıca karışmayı destekleyici çeşitli saptırıcılarla birlikte dişli, testere-dişli veya dikdörtgen formunda (Şekil 16a-f) gömülmüş olabilir. Reaksiyon tüpleri mikroreaktör parçasının oyuk-şeklindeki girintilerine sokulur ve oyuk-şeklindeki bu girinti içinde bir ısı taşıyıcı vasatı sevk etmek veya başka ısıtma malzemelerini, örneğin 5 tüpün indüktif olarak ısıtılması için bir indüksiyon bobinini içine almak için uygundur. İndüksiyon bobinli yapı özellikle tercih edilir, çünkü böylece seçili tüplerde veya tüp segmentlerinde bilhassa yüksek sıcaklıklar ayarlanabilir. Bunun için, örn. yüksek frekanslı bobin gibi 10 tercihen tüpün etrafına sarılarak tertip edilmiş sıradan bir indüksiyon bobini kullanılabilir.

Mevcut buluş, bir başka özelliği itibariyle, her biri yukarıda tarif edilen gibi bir plaka gövdesine sahip en az iki mikroreaktör parçası 15 içeren bir mikroreaktörle ilgili olup, burada farklı mikroreaktör parçalarının reaksiyon tüpleri bağlantı uçları üzerinden bir bağlantı elemanı ("plaka bağlantısı") yoluyla bağlanmışlardır.

Bağlantı elemanları, tercihen, reaktör parçalarının dış tarafına modüler 20 olarak basitçe takılabilen bağlantı bloklarıdır. Mikroreaktör parçalarının girintilerine, reaksiyon ürünlerini sevk etmek için tüpler yerleştirilir. Bir uçta, mahfaza plakası içinden geçirilerek, içinden reaksiyon tüplerinin itilebilmesine olanak veren ve contalar yoluyla örn. bağlantı blokları formundaki reaksiyon tüpü bağlantı 25 elemanlarının içine uzanan geçitler konumlandırılmıştır. Bağlantı elemanları sadece saptırıcı ve bir sonraki tüpe bağlantı olarak işlev görebileceği gibi, bunun dışında besleme noktaları, karıştırma noktaları veya ürün çekme noktaları olarak da tasarlanabilir. Bu

düzenleme sayesinde, reaksiyon tüpleri, reaksiyona ve reaksiyon zamanı gereklerine bağlı olarak uyarlanmış bağlantı bloklarıyla veya uygun tüp bağlantılarıyla baypas edilebilir ve böylece sistemin esnekliği ve modülerliği artırılır. Bağlantı elemanlarının malzemeleri şunlar olabilir: Çelik, yüksek kaliteli çelik, seramik, sinterli metaller, 5 alüminyum, plastikler, demirsiz ağır metaller, soy metaller. Bağlantı elemanları, ayrıca, soğutma veya ısıtma vasatlarını beslemek veya tahliye etmek için oyuk-şeklindeki girintilerin içinde deliklere sahip olabilir.

10

Mikroreaktör, buluşa uygun mikroreaktör parçalarından en az iki veya daha fazla sayıda içerir.

Bir mikroreaktör parçasının reaksiyon tüpü, tercihen tüm mikroreaktör parçalarının reaksiyon tüpleri, ikisi de ilgili reaktör bloğunun plaka gövdesinin bir dış tarafında sonlanan en az iki bağlantı ucuna sahiptir. 15 Plaka gövdesinin aynı dış tarafında sonlanan bu bağlantı uçları, özellikle yukarıda sözü edilen, plaka gövdesine tam-oturacak şekilde eklenebilen bağlantı blokları gibi bağlantı elemanları yoluyla olmak üzere, birbirine modüler olarak basitçe bağlanabilir. 20

Başka yapılarda, reaksiyon tüpleri, opsiyonel olarak reaksiyon akışkanının reaksiyon tüpüne girişi/reaksiyon tüpünden çıkışı için bir giriş ağzı veya çıkış ağzı ve/veya akışkanın, oyuk-şeklindeki girintinin 25 oluşturduğu bir kanala girişi/kanaldan çıkışı için bir giriş ağzı veya çıkış ağzı içeren bir bağlantı elemanı yoluyla birbirine bağlanabilir. Genel olarak, farklı mikroreaktör parçalarının reaksiyon tüpleri fiş bağlantıları, borular veya hortumlar yoluyla bağlanmış olabilir.

Buluşa uygun modüler mikroreaktör, girintiler içinde sevk edilen ısı taşıyıcı vasat yoluyla farklı şekillerde ısıtıldıklarında veya soğutulduklarında çeşitli sıralarla farklı sıcaklık kademelerini temsil edebilen çeşitli mikroreaktör parçalarını yerleştirmeye olanak verir. Dolayısıyla, ayrı mikroreaktör parçaları arasında termal bir yalıtım elemanının temin edilmesi tercih edilir. Böyle bir termal yalıtım elemanı, örneğin yalıtım malzemesinden veya bir aralık elde etmek için iki plaka arasına sıkıştırılan ayrı ayrı yalıtım gövdelerinden hazırlanmış bir plaka olabilir.

Mevcut buluş, bir başka özelliği itibariyle, yukarıda tanımlanan gibi en az iki mikroreaktör parçası ve mikroreaktör parçalarının reaksiyon tüplerini bağlamak için tercihen bir bağlantı elemanı içeren bir mikroreaktörü imal etmeye yönelik bir kitle ilgilidir. Mevcut buluş, aynı zamanda, mikroreaktör parçalarının birleştirilmesi ve opsiyonel olarak reaksiyon tüplerinin bağlanması suretiyle bir mikroreaktörün imal edilmesine yönelik bir yöntemle de ilgilidir. Söz konusu kit, tek tek mikroreaktör parçalarını konumlandırmak için örneğin özellikle tespit kelepçeleri, bağlama çubukları ve kilitleme kısıkaçları gibi tespit elemanları da içerir. Bunlara ek olarak, oyuk-şeklindeki girintilerin içinden akıtılacak sıcaklık kontrolü vasatlarını bağlamak için ayrı hortumlar da temin edilebilir.

Mevcut buluşun bir başka özelliği, yukarıda tarif edilen gibi bir mikroreaktör parçasının, reaksiyon tüpünün veya mikroreaktörün, reaksiyon tüplerinde iki akışkanı karıştırmak için kullanımıyla ilgilidir. Yukarıda önceden açıklanmış olduğu gibi, buluşa uygun reaksiyon tüplerinin, bir yandan tüplerin içinden geçen akışın

türbülansını artırmak, diğer yandan sıvıları asimetrik olarak saptırmak amacıyla, örneğin bükümler yoluyla oluşturulmuş çentikler gibi çapraz kesit daralmalarıyla birlikte kullanılması özellikle avantajlıdır. Dolayısıyla, akışkanların bir emülsiyon veya dispersiyon 5 oluşturmaları ve örn. başka şekillerde fiziki olarak karıştırılabilir olmamaları özellikle tercih edilir. Başka bir yapıya göre, her iki akışkan arasında bir kimyasal reaksiyona yol açmak için, karıştırmanın buluşa uygun mikroreaktör parçaları, reaksiyon tüpleri veya reaktörler kullanılarak yapılması tercih edilir. Pek tabii ki ikiden 10 fazla akışkan da kullanılabilir; örneğin mikroreaktöre göre ilk önce iki akışkan karıştırılabilir, başka bir giriş ağzıyla bir üçüncü akışkan eklenerek iyice karıştırılabilir vs. Akışkan olarak reaktanlar, hatta bunun yanında reaksiyon sonlandırıcılar kullanılabilir. Tercihen en az iki mikroreaktör parçasına sahip bir mikroreaktör kullanılır ve 15 mikroreaktör parçalarının reaksiyon tüpleri, tercihen bir ısı taşıyıcı vasat, tercihen de oyuk-şeklindeki girintiler içinde sevk edilen su yoluyla farklı sıcaklıklara kadar ısıtılır veya soğutulur.

Isı taşıyıcılar, örneğin ısıtma veya soğutma akışkanlarıdır ve örn. sıvılardan, buhardan veya gazlardan oluşabilir. Isı taşıyıcı reaksiyon 20 tüpleri içinde akan akışkana veya reaksiyon karışımına eşyönlü akışta, karşı akışta, çapraz akışta yönlendirilebilir. Isı taşıyıcı ayrı ayrı her bir plaka gövdesine beslenebilir ve oradan uzaklaştırılabilir veya seri ya da paralel bağlanabilir.

25 Kombine edilebilir veya alternatif ilave yapılarda, oyuk-şeklindeki girintinin içine, tüpü veya tüp segmentlerini ısıtmak için bir veya birden çok indüksiyon bobini sokulur. İndüktif ısıtmayla 200°C ilâ 600°C aralığında veya bunun üzerinde sıcaklıklar mümkündür.

Dolayısıyla, bu, yüksek sıcaklık reaksiyonları için özellikle tercih edilir. İndüktif ısıtma için, indüksiyon bobinlerinden ayrı olarak, tercihen oyuk-şeklindeki girintiler de sudan arındırılmıştır. Tüple aralarında bir boşluğun olması durumunda, girintiler, gazla  
5 doldurulabilir veya havasız bırakılabilir ya da indüksiyon bobinlerine ve reaksiyon tüplerine tam oturacak şekilde yaslanabilir.

İki akışkanın bir karıştırma noktasında, bunların farklı hızlarla karıştırılmaları, tercihen en az 2-kat, tercihen en az 3-kat, özellikle en  
10 az 4-kat ölçüsünde hız farklarıyla karıştırılmaları tercih edilir. Böylece iki akışkanın birbirine difüzyonu gerçekleşir ve bu da neticede verimli bir karışmaya yol açar.

Ayrıca, iki akışkanın karıştırma noktasında  $140^{\circ}$  ilâ  $220^{\circ}$ , tercihen  
15  $160^{\circ}$  ilâ  $200^{\circ}$  aralığındaki açılarla, özellikle tercihen  $180^{\circ}$  açıda birbiriyle buluşmaları da tercih edilir. Bu, iki akışkanın yukarıda bahsedilen difüzyonunu destekler. Akışkanların sonraki akışı, örneğin karıştırılacak olan iki akışkanın giriş tüplerine  $90^{\circ}$  kaydırmalı olarak devam ettirilebilir. Örneğin, önceden mikroreaktör parçasındaki bir  
20 reaksiyon tüpünden geçişini tamamlayan bir akışkan bir reaksiyon tüpü üzerinden beslenebilir ve bir ikinci akışkan bağlantı elemanındaki bir giriş ağzından beslenebilir. Daha sonra karışım, mikroreaktör parçasındaki bir başka reaksiyon tüpüne yönlendirilir. İki akışkanın karışım konumundaki hızı, bir karıştırma jetinin basıncı ve çapraz  
25 kesiti yoluyla, tercihen belirli sayıda delik içeren bir delikli plakanın seçimi yoluyla ayarlanabilir. Örneğin sabit delik çaplarında belirli sayıda delikle ayarlanmış belirli kümülatif delik çapraz kesitlerine sahip olan spesifik prefabrike delikli plakalar sayesinde, mevcut

buluşa uygun bir modüler mikroreaktör belirli uygulamalar ve akış hızları için ayarlanabilir.

Mikroreaktörün tüpleri yüksek basınçlı reaksiyonlar için de uygunluk gösterir ve örneğin bir akışkanın giriş basıncı en az 1 bar, en az 5 bar, tercihen en az 8 bar, özellikle tercihen en az 10 bar olabilir. Ancak örnek olarak verilen bu basınçlar kısıtlayıcı olarak alınmamalı, sadece tercihli örnekler olarak kabul edilmelidir. Akışkanın giriş basıncı pek tabii ki tüplerin veya akış kırıncıların geometrisine ve sayısına göre (türbülanslı girdaplı akışlar için) ve onunla bağlantılı basınç kaybına göre seçilebilir. Tercihen, reaktörün basınç kaybını uygulayabilen (0-160 bar) uygun bir taşıma besleme aracı (volümetrik veya kütle ilişkili) kullanılır.

Tercihen reaksiyon tüplerinin içinde sevk edilen akışkanlardan biri bir sıvıdır; reaksiyon tüpünde birinci akışkanla karıştırılan bir ikinci akışkan bir sıvı, bir gaz veya bir süperkritik akışkandır. Mevcut buluşa göre çeşitli akışkanların her türlü kombinasyonu mümkündür, örneğin sıvı-sıvı karışımları, gaz-sıvı karışımları, gaz-süperkritik akışkan karışımları veya sıvı-süperkritik akışkan karışımları katılabilir veya karıştırılabilir. Keza sıvıların, gazların veya süperkritik akışkanların vorteksli veya akışkanlaştırılmış katı partiküllerle karıştırılması da mümkündür. Akışkanlaştırılmış katı partiküller, örneğin, kimyasal reaksiyon için kullanılan katalizör partikülleridir.

Mevcut buluş ilaveten aşağıda sıralanan şekiller ve örnekler yoluyla daha ayrıntılı olarak açıklanmıştır, ancak buluşun sadece bu örneklerle kısıtlanmış olmadığı akılda tutulmalıdır.

Şekillerde gösterilenler şunlardır:

- 5 Şekil 1 Bağlantı elemanları yoluyla birleştirilmiş birden çok mikroyeaktör parçasından oluşan bir mikroyeaktörün üç-boyutlu bir görünüşüdür;
- Şekil 2 Reaktörün bir yandan görünüşüdür;
- Şekil 3 Reaktörün ön görünüşünde çeşitli bağlantı fiş elemanları içinden alınmış bir kesittir;
- 10 Şekil 4 Reaksiyon tüpleriyle birlikte tek tek girintilerin görülebildiği bir reaktörden alınan bir çapraz kesittir;
- Şekil 5a Bir plaka yüzündeki girintilerin ve reaksiyon tüplerinin gösterildiği bir mikroyeaktör parçasının üstten görünüşüdür;
- 15 Şekil 5b Bir mikroyeaktör parçasının üstten görünüşüne ait bir alternatif önden görünüşdür;
- Şekil 6 Bir bağlantı elemanına sahip olan bir reaksiyon tüpünün bağlantısı içinden alınan bir kesitin yandan görünüşüdür;
- 20 Şekil 7a, b, c Çapraz kesit daralmalarına ve çapraz kesit genişlemelerine sahip reaksiyon tüpleridir;
- Şekil 8 Bir reaksiyon tüpünün tek-tarafli bir çapraz kesit daralmasıdır;

- Şekil 9 Bir bağlantı elemanının içinden bir çapraz kesitin üstten görünüşü olup, buradaki bağlantı elemanı ilave bir akışkan giriş ağzına veya akışkan çıkış ağzına sahiptir;
- 5 Şekil 10 Reaksiyon tüpünün içine girinti yapan birden çok deliği bulunan bir karıştırma lansına sahip bir bağlantı parçasıdır;
- 10 Şekil 11 a) bir bağlantı fiş elemanıdır, b) ilave bir akışkan giriş ağzına veya çıkış ağzına sahip bir bağlantı fiş elemanıdır ve c) yan yana duran reaksiyon tüpleri için iki giriş veya çıkış ağzına sahip olan, tüp bağlayıcısı olmayan bir bağlantı bloğudur;
- Şekil 12 Bir taşıma veya montaj fikstürünün üzerine takılmış bir mikroreaktörün önden ve yandan görünüşüdür;
- 15 Şekil 13 Reaksiyon tüplerinin belirli bir bağlantı düzenine sahip olduğu bir mikroreaktörün önden görünüşü olup, verilen rakamlar Şekil 2 ve 3'te referans yapılan konumları temel almaktadır ve
- 20 Şekil 14 Bir farklı uzunluklarda karıştırma lansları içeren bir karıştırma lansında kullanım için karıştırma elemanı olarak bir delikli disk, a) çapraz kesit üstten görünüşüdür, b) kesit yandan görünüşüdür.
- Şekil 15 Çeşitli tüp veya tüp çapraz kesiti formlarıdır, özellikle (a) daire, (b) daire segmenti, (c) kare, (d) dikdörtgen, (e) dikdörtgen, (f) sekizgen formlarıdır. Şekil 15g'de dairesel

iç çapraz kesite ve dikdörtgen bir dış çapraz kesite sahip bir şekillendirilmiş tüpün ayrılabilir bir yapısı gösterilmiştir.

5 Şekil 16 Bir mikroreaktör parçasına dönebilecek çeşitli tüp formları, özellikle (a) sarmal, (b) serpantin, (c) çentikli, (d) testere dişli, (e) açılır veya (f) dikdörtgen formunda tüp büküm formlarıdır.

Şekil 17 İndüktif tüp ısıtma için sarımlı spirale (1) sahip bir reaksiyon tüpüdür (2).

## 10 Örnekler:

### Örnek 1: Konstrüksiyon tanımı

Mikroreaktör modüller bir konstrüksiyonla karakterize olup, böylece kalma süresi vs. gibi parametreler çok çeşitli reaksiyonlara uyarlanabilir.

15

Bir modül plakası veya bir mikroreaktör parçası (1), reaksiyon tüplerinin (21) girintiler (22) içinde kılavuzlandığı bir plaka gövdesinden meydana gelir. Reaksiyon tüpleri (21) U-formunda fikstürler (24) yoluyla girintilerin (22) içinde stabilize edilir. Tüpler ön 20 tarafta reaksiyon vasatlarıyla beslenir. Plaka gövdesindeki (1) girintiler, reaksiyon için gereken sıcaklıkları ayarlamak amacıyla soğutma veya ısıtma sıvısı için kılavuz işlevi görür. Mikroreaktör bir ısı değiştirici olarak tasarlanmıştır ve soğutma ya da ısıtma operasyonu hem eşyönlü akımla, hem de karşı yönlü akımla icra 25 edilebilir. Isıtma vasatları için besleme (9, 10) plaka gövdesinin sol ve

sağ tarafından yapılır. Bağlantılar, delikler girintinin en yüksek noktasında bulunacak şekilde ve böylece varolan havanın kaçabilmesine olanak verecek şekilde tasarlanabilir. On tarafa esnek konumlandırılabilen tüp bağlayıcılar (20) takılır. Tüp kelepçelerinin (8) kullanımı yoluyla tüp uzunluğu reaksiyon için spesifik olarak uyarlanabilir. Tüp kelepçeleri (8) aynı zamanda ayrı modüller arasında bağlantı işlevi de görür.

Mikroreaktör, örneğin birden çok reaktanın, örn.,

- 10 1. reaksiyon vasatlarının reaksiyon sıcaklığına kadar ısıtılması (1. Modül)
  2. vasatların reaksiyonu (2. - 4. Modül)
  3. çözeltinin seyreltilmesi ve reaksiyonun durdurulması (5. Modül)
- 15 gibi birden çok adımda reaksiyonu için temin edilebilir.

Bu durumda her bir reaksiyon tüpü segmenti veya mikroreaktör parçası ayrı modülleri temsil eder.

1 - 4 modülleri aynı sıcaklık seviyesinde çalıştıklarından dolayı aynı işlevsel düzlemde bulunurlar. Başka bir sıcaklık seviyesi söz konusu olduğunda 5. modül doğrudan 4. modüle bitişmez. Bunlar bir ara mesafe parçası (3) ve yalıtım plakası (2) yoluyla konum olarak birbirinden ayrılabilir.

Reaktörün Şekil 1'e uygun özel yapısında, örneğin kapak modülü (2) veya yalıtım gövdesi (3) yoluyla birbirinden ayrılacak ayrı mikroreaktör parçalarının (1) veya modüllerinin konstrüksiyonu örnek mahiyetinde gösterilmektedir. Tek tek mikroreaktör parçaları ve plaka-yalıtım gövdeleri, bağlama çubukları (5) ve kilitleme kısıkaçları (6) yoluyla tespit edilen tespit kelepçeleri (4) vasıtasıyla tutulur. Reaktörün altında forklift ataşmanı (7) formunda bir ayak bulunur. Ayrı mikroreaktör parçaları bağlantı elemanları ("plaka bağlayıcılar") (8) yoluyla bağlanır. Bir plaka gövdesi içindeki ayrı reaksiyon tüpleri örneğin bağlantı blokları (20) formunda tüp bağlantı elemanları yoluyla bağlanır. Ayrı ayrı plakalar soğutma vasatı giriş akımları veya çıkış akımları (9) ya da ısıtma vasatı giriş akımları veya çıkış akımları (10) içerebilir. Isı taşıyıcı vasat olarak bu soğutma ajanları veya ısıtma ajanları plakaların içinden girintilerde (22) kılavuzlanır.

15

Mikroreaktörde, örneğin bir A akışkanı için bir giriş (11), bir B akışkanı için bir giriş (12), bir A/B karışımı için bir çıkış (13), bir C reaksiyon akışkanı için bir giriş (14), başka bir plakada A/B reaksiyon karışımı için bir besleme hattı (15); alternatif olarak bir A/B/C karışımı için bir çıkış (burada: serbest bağlantı ucu 16), başka bir plakada A/B/C karışımı için bir besleme hattı (17), D reaksiyon vasatı için bir besleme hattı (18) ve bir ürün boşaltma hattı (19) gibi birden çok reaksiyon vasatı girişi ve besleme hattı bulunabilir.

Şekil 2'de, altı farklı plaka gövdesi (1) içeren bu reaktör için C kesitinin (Şekil 3) ve B kesitinin (Şekil 4) çizilerek belirtildiği bir şematik yandan görünüşü verilmiştir.

25

Şekil 3'te, plakaların tüplerini bağlamak için çeşitli bağlantı

elemanlarından (boru bağlayıcı) (20) alınan bir kesit gösterilmiştir. Burada ayrı plakalar plaka bağlayıcılar (8) yoluyla bağlanmışlardır.

Şekil 4'e göre, beş farklı plakadan oluşan bir reaktörden alınan ve reaksiyon tüplerinin (21) oyuk-şeklindeki girintilere (22) nasıl gömülmüş olduklarını grafik olarak gösteren bir çapraz kesit gösterilmiştir. Buradaki ayrı plakalar contalar (23) yoluyla sızdırmaz kapatılabilir.

Şekil 5a'da görüldüğü üzere, girintiler içindeki tek tek tüpler fikstürler (24) yoluyla saptanabilir. Tek tek plakaları bağlama çubukları (5) yoluyla tespit etmek için, bunları saptamaya yönelik çentikler (25) temin edilmiştir. Şekil 5b'de, ilaveten, modülün bir besleme/boşaltma noktası (11), modülün bir giriş noktası (12), bir boşaltma noktası (13), bir karıştırma girişi (13b) ve bir besleme/boşaltma noktası (11b) gösterilmiştir. Ayrıca bir ısı taşıyıcı vasat besleme hattı (22b) veya ısı taşıyıcı vasat boşaltma hattı (22a) çizilmiştir.

Şekil 6'da, bir plaka gövdesine (1) takılı durumdaki bir bağlantı elemanından alınan bir çapraz kesitin yandan görünüşü gösterilmiştir. Burada, tüp (21) için, derinlerde başka bir tüpe çıkabilecek bir bağlantı elemanı temin edilmiştir. Buradaki durumda bağlantı elemanı, plakanın (21) reaksiyon tüpü içine uzanan bir tüpe (27) sahip olan bir bağlantı bloğu (26) olarak gösterilmiştir. Bu tüp (27) bir dağıtma elemanı (30) yoluyla mühürlenmiştir. Dağıtma elemanı (30) içinde delikler temin edilmiş olup, böylece farklı yönlerden (açılardan) gelen akışkanlar reaksiyona beslenebilir. Ayrı bağlantı noktaları, çekme contası (28) veya baskı contası (29) olarak tasarlanabilecek contalar (28, 29) yoluyla mühürlenir.

Şekil 7a'da, çapraz kesit daralmalarına (31) veya çapraz kesit genişlemelerine (32) sahip bir reaksiyon tüpü (21) gösterilmektedir. Bunlar, tercihen, örn. 50 mm'lik düzenli aralıklarla (a) düzenlenmiştir;

5 Şekil 7b'de, yuvarlak veya küre şeklinde çapraz kesit daralmalarına sahip bir reaksiyon tüpü gösterilmektedir ve Şekil 7c'de, yuvarlak çapraz kesit genişlemeleri ve reaksiyon tüpünün çapraz kesitine eğimli açı yapan eğik çapraz kesit daralmalarına sahip bir reaksiyon tüpü gösterilmektedir.

10

Şekil 8'de, bir i iç çapına (örn. 5 mm), bir a dış çapına (örn. 6 mm) sahip bir çapraz kesit daralmasından alınan bir çapraz kesit ve çapraz kesit daralması (b) (örn. 1,51 mm) gösterilmektedir. Bir çapraz kesit daralması için pek tabii ki başka ölçüler de öngörülmüş olabilir.

15

Şekil 9'da, tüpleri (21) bağlayan bir bağlantı elemanı (20) gösterilmektedir. Burada ilaveten bir giriş ve bir çıkış noktası (34) temin edilmiştir. Tüpler (21) ve giriş noktası (34), delikli diskler şeklinde tasarlanmış olan karıştırma jetleri (33) yoluyla ortak bir

20 kanala, oradan, yanda bulunan bir tüpün (35) giriş noktasına ulaşır.

Şekil 10'a göre, bir bağlantı bloğu elemanı (37) üzerindeki bir giriş borusunun (41) üzerinde bir enjeksiyon lansının (43) gösterildiği bir giriş noktası (40) gösterilmiş olup, bu enjeksiyon lansı bir merkezleme

25 parçası (43b) yoluyla kapatılmıştır ve çeşitli delikler yoluyla tüpün (21) içine çıkar. Birden çok deliğini kullanımı sayesinde, içeriye alınan akışkan çeşitli noktalarda tüpün (21) içine sürekli olarak sevk edilir. Tüp (21) doğrudan bir başka bağlantı tüpüne (42) bağlanır. Isı

taşıyıcı vasat içeren girintiler (22) bir bağlantı noktası (36) üzerinden bitişik tüplere bağlanabilir veya vasat içeriye alınabilir ya da dışarıya verilebilir. Tüp (21) bir kovan (39) ve bir vida somunu (38) yoluyla tespit edilir.

5

Şekil 11’de, bir yandan, tüpler (21) arasında basit fiş bağlantısı a) olarak tasarlanmış olan çeşitli fiş elemanları a), b), c) gösterilmiştir. Yapı b)'ye göre, fiş elemanında (20) ilaveten bir akışkan giriş ve çıkış noktası bulunur. Şekil 11’deki c) yapısına göre, fiş elemanı (20b) bağlantı elemanı olarak değil, iki komşu tüp için giriş ve çıkış olarak tasarlanmıştır.

10

Şekil 12’de, Şekil 1’de gösterilen mikroreaktörün bir önden ve yandan görünüşü gösterilmektedir.

15

Şekil 13’te, özel olarak bağlanmış bir reaktörün çizimde resmedilmiş 1-70 konumlarını içeren bir önden görünüşü verilmektedir. Buradaki konum 1’e göre, bir akışkanın (A) akışkan girişi (Şekil 1’de 11) gösterilmiştir. Konum 2’ye göre akışkan (B) beslenir. Konum 3’teki 20 tüp akışkan A/B karışımını ısıtmaya yarar. Konum 4, A/B boşaltımını, konum 5 ise reaksiyon vasatı-C girişini göstermektedir. 6-12 konumları C akışkanını ısıtmaya yarayan tüpleri gösterir. Dolayısıyla alttan birinci modül A/B ve C’nin paralel olarak ısıtılmasına yarar. C akışkanı konum 12’den konum 13’e ikinci modüle sevk edilir. Konum 25 14’te A/B akışkan karışımı ikinci modüle beslenir. Konum 15-49’daki tüpler A/B/C kimyasal reaksiyonuna hizmet eder. Konum 50’de D akışkanı beslenir. Konum 51-59’daki tüpler reaksiyona veya D akışkanının bir reaksiyon sonlandırıcı olması durumunda bir

reaksiyonun sonlandırılmasına ve sıcaklık kontrolüne yarar. Konum 60 ürün akışını gösterir. 61-68 konumlarına göre ısıtma vasatı beslenir veya uzaklaştırılır ve 68 ve 70 konumlarına göre soğutma vasatı beslenir veya uzaklaştırılır.

5

Şekil 14’te, delikli disk formundaki bir karıştırma jeti içinden ileriye uzanan dört farklı enjeksiyon iğnesi formunda bir karıştırma lansları gösterilmektedir. Enjeksiyon iğnelerinin farklı aralıklarla (b1, b2, b3) kademeli olarak kaydırılması yoluyla farklı karıştırma bölgeleri kontrol edilebilir.

10

## **Örnek 2: Operasyon**

### **Besleme**

Şekil 13’e göre bağlanmış bir mikroreaktördeki bir reaksiyon için, gereken kimyasallar pompalar yoluyla 1. modülde temin edilmiş olan besleme noktalarına veya karıştırma noktalarına taşınırlar ve buralardan da mikroreaktörün içine ulaşırlar.

15

### **Besleme noktaları:**

Akışkan A	Konum 1
Akışkan B	Konum 2 (Karıştırma noktası)
Akışkan C	Konum 5
Akışkan D	Konum 50 (Karıştırma noktası)

Soğutma/Isıtma vasatıyla besleme pompalar vasıtasıyla yapılır ve vasat uzun tarafta bir  $\frac{3}{4}$  inç Swagelok vida bağlantısı içinden giriş yapar ve karşı taraftan çıkar (Konum 61-70). 1-4 modülleri aynı

20

sıcaklık seviyesinde çalıştırıldıklarından dolayı, ısıtma sıvısı için ortak bir besleme hattı yoluyla beslenirler. Şayet sıcaklık seviyesi farklıysa beşinci modüldeki besleme ayrı bir hat üzerinden yapılır.

### **Karıştırma**

- 5 Reaktanlar bir karşı akış mikseri içinde karıştırılır ve burada reaktanlar belirgin ölçüde daha yüksek hızlarla birbirine çarpar. Hız artışı karıştırma levhacıkları yoluyla elde edilir. Karıştırılan reaktanlar başka bir karıştırma levhacığı yoluyla reaksiyon tüpüne geri beslenir.
- 10 Karıştırma noktaları aşağıdaki konumlarda bulunur:

Karıştırma noktası 1	Konum 2
Karıştırma noktası 2	Konum 14
Karıştırma noktası 3	Konum 50

### **Reaksiyon**

- Karıştırma konum 14'te başlatılır ve bu konumda C akışkanı bir karşı akış mikseri yoluyla A/B akışkan karışımına eklenir. Gereken kalma süresi tüplerin veya modüllerin sayısı yoluyla ayarlanabilir.
- 15

### **Seyreltme**

Konum 50'de D akışkanının eklenmesi suretiyle, reaksiyon seyreltme ve sıcaklık değişikliği yoluyla kesintiye uğratılır. İki akış yine bir karşı akış mikseri içinde karıştırılır.

- 20 **Urün çıkışı**

Urün konum 60'ta yaklaşık 40°C sıcaklık ile dışarıya çıkar.

Aparatı açmadan önce reaksiyon odaları veya soğutma devresi mutlaka boşaltılmış olmalıdır. Aparatı açmak için kilitleme kısıkaçları  
5 çözülür ve bunlarla bağlama çubuklarının vidaları sökülür. Ardından bağlama çubukları ve tespit kelepçeleri reaktörden uzaklaştırılabilir. Bu noktada reaktör tek tek modüllerin çıkarılması suretiyle açılabilir.

Kurulum için reaktör modüllerinin tekrar doğru bir şekilde üst üste  
10 konulmaları ve modüllerin hizalı ve sızdırmaz konumlandırılmış olduklarının kontrol edilmesi gerekir.

Ardından bağlama çubukları, tespit kelepçeleri ve kilitleme kısıkaçları reaktöre bağlanır ve bağlama çubukları kilitleme kısıkaçları vasıtasıyla ön-gerdirilir ve sonra kilit çevrilir.

### 15 **Örnek 3: Operasyon değerleri**

Takip eden örnekte belirli akış oranları ve basınç oranları aşağıdaki Tablo 1'de belirtile parametre değerlerine atıfla örnek mahiyetinde verilecektir. Buluşa göre tasarlanmış olan mikroreaktör çap (2)'ye sahip reaksiyon tüpleriyle donatılmış ve buna uygun kütle akış  
20 hızlarıyla (1) çalıştırılmıştır. Spesifik yüzey/hacim oranı (3) reaktör tasarımı ve geometrisi temelinde hesaplanmıştır.

**Tablo 1: Parametre**

1	<b>Akış oranı [kg/saat]</b>	<b>0,1</b>	<b>1</b>	<b>8</b>
2	<b>Tüp iç çapı [mm]</b>	<b>1</b>	<b>3</b>	<b>5,00</b>
3	<b>Yüzey/Hacim [m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>]</b>	<b>4000</b>	<b>1333,33</b>	<b>800,00</b>
	<b>Boş tüp hızı [m/s]</b>			
4	Akışkan A	0,40	0,44	1,27
5	Akışkan B	0,03	0,04	0,11
6	Karışım 1	0,43	0,48	1,38
7	Akışkan C	0,29	0,32	0,93
8	Karışım 2	0,72	0,80	2,31
9	Akışkan D	0,35	0,39	1,13
10	Urün	1,07	1,19	3,44
	<b>Jetteki hız [v2/v1]</b>			
11	Akışkan A		4,50	
12	Akışkan B		75,00	
13	Karışım 1		4,50	
14	Akışkan C		7,20	
15	Karışım 2		4,50	
16	Akışkan D		7,20	
17	Urün		4,50	
	<b>Hacim akışı / Yüzey [1/hm<sup>2</sup>]</b>			
18	Akışkan A	257	771	1286
19	Karışım 1	280	841	1402
20	Akışkan C	38	113	189
21	Karışım 2	29	88	147
22	Urün	140	419	699

	<b>Reynold sayısı</b>			
23	Akışkan A	1326	4421	21221
24	Karışım 1	88	293	1407
25	Akışkan C	265	884	4244
26	Karışım 2	221	735	3529
27	Urün	414	1381	6629

	<b>Toplam basınç kaybı [bar]</b>	<b>33,0</b>	<b>4,5</b>	<b>13,73</b>
28	<b>Basınç kaybı oranı [%]</b>			
29	Akışkan A	0	1	2
30	Karışım 1	4	4	4
31	Akışkan C	3	3	3
32	Karışım 2	70	69	68
33	Urün	23	23	23
34	<b>Nusselt sayısı</b>			
35	Akışkan A	1,5	22,8	101,00
36	Karışım 1	25,0	33,6	44,84
37	Akışkan C	5,9	6,2	37,44
38	Karışım 2	16,5	17,3	50,17
39	Urün	12,1	14,1	89,86

A akışkanı mikroreaktöre konum 1'de basınçlı pompa yoluyla beslenmiş ve birinci reaksiyon tüplerinde bir v1(4) boş tüp hızıyla konum 2'ye (karıştırma noktası) taşınmıştır.

A akışkanıyla B akışkanı karıştırılmadan önce, A akışkanı bir karıştırma jeti yoluyla akış hızı ayarlaması için beslenmiştir.

Karıştırma jeti yoluyla ayarlanan  $v_2/v_1$  hız oranı aşağıda (11) gösterilen gibi değerlere sahiptir. Konum 2’de (karıştırma noktası) B akışkanı bir boş tüp hızıyla (5) beslenmiştir. Birinci boş tüp hızını artırmak için B akışkanı da aynı şekilde bir karıştırma jeti yoluyla beslenmiştir. Karıştırma jeti yoluyla ayarlanan  $v_2/v_1$  hız oranı aşağıda (12) gösterilen gibi değerler almıştır. Elde edilen karışım (1) bir boş tüp hızıyla (6) bağlantı parçaları üzerinden ileriye taşınmış ve akışkan hızını artırmak için karıştırma jeti yoluyla beslenmiştir. Karıştırma jetiyle ayarlanan  $v_2/v_1$  hız oranı aşağıda (13) verilen değerleri almıştır.

C akışkanı reaktörün 5 konumunda bir boş tüp hızıyla (7) sıcaklık kontrolüne beslenmiş ve akışkan karışımının (1) (A akışkanından ve B akışkanından oluşur) yoğun karıştırılması için karıştırma noktası (2) - konum 14’e sevk edilmiştir. Birinci boş tüp hızını artırmak için C akışkanı da aynı şekilde bir karıştırma jeti yoluyla beslenmiştir. Karıştırma jeti yoluyla ayarlanan  $v_2/v_1$  hız oranı aşağıda (14) gösterilen değerleri almıştır. Elde edilen karışım (2) bir boş tüp hızıyla (8) ileriye taşınmış ve akışkan hızını artırmak için bir karıştırma jeti yoluyla beslenmiştir. Karıştırma jeti yoluyla ayarlanan  $v_2/v_1$  hız oranı aşağıda (15) gösterilen değerleri almıştır. Elde edilen karışım (2) kesin ayarlanmış bir kalma süresi geçtikten ve reaksiyon tamamlandıktan sonra konum 50’den önce düzenlenmiş reaktör konumlarından sıcaklık kontrolü yapılarak alınmış ve karıştırma noktası (3) – konum 50’ye beslenmiştir. Reaktörün 50 konumunda, D akışkanı, akışkan karışımının (2) (A akışkanından, B akışkanından ve C akışkanından oluşur) yoğun karıştırılması için bir boş tüp hızıyla (9) karıştırma

noktası (3)'e beslenmiştir. Birinci boş tüp hızını (9) artırmak için D akışkanı da aynı şekilde bir karıştırma jeti yoluyla beslenmiştir. Karıştırma jeti yoluyla ayarlanan  $v_2/v_1$  hız oranı aşağıda (16) gösterilen değerleri almıştır. Elde edilen ürün akışkanı bir boş tüp hızıyla (10) ileriye taşınmış ve akışkan hızını artırmak için bir karıştırma jeti yoluyla beslenmiştir. Karıştırma jeti yoluyla ayarlanan  $v_2/v_1$  hız oranı aşağıda (16) gösterilen değerleri almıştır. Elde edilen ürün başka bir karıştırma jeti yoluyla hız ayarlamasına (17) sevk edilmiş, kesin ayarlanmış bir kalma süresi geçtikten sonra sıcaklık kontrolü veya ısı uzaklaştırması altında son reaktör konumundan alınmış ve müteakip işleme beslenmiştir.

Tek tek akışkanların, karışımların ve ürünlerin proses parametreleri olarak hacim akışı / yüzey değerleri aşağıda örnek olarak (18 - 22) için gösterilmiştir.

15

Tüp akışlarından kaynaklanan ve (23-25) için gösterilen Reynold sayıları 80 ilâ 22.000 aralığında bulunmaktadır.

Reaktör bölgesi üzerindeki toplam basınç kaybı, akış oranının bir fonksiyonu olarak 4 bar ilâ 33 bar aralığında değişmekte olup, toplam basınç kaybına katkı yapan münferit akışkan ve karışım basınç kayıpları toplam basınç kaybının % 1 ilâ % 70'i kadar olabilir.

Isı transfer süreçleri yoluyla hesaplanan Nusselt sayıları akışkana ve karışıma, ayrıca ürüne bağlı olarak 1-200 aralığında bulunur.

25

**Ornek 4: Nitrotoluen üretimi**

Saf toluen (Kaynama noktası 111°C, Yoğunluk = 0,87 g/ml) mikoreaktöre (toluen saklama kabı) yüklenir. Stabilize nitrik asit (ağırlıkça % 65 oranlı konsantre nitrik asit, Yoğunluk = 1,40 g/ml) ve  
5 bunun yanında sülfürik asit (ağırlıkça % 95-98 oranlı konsantre sülfürik asit, Yoğunluk = 1,84 g/ml) nitratlama asidi üretimi için ayrı tampon kapları içinde hazırlanır. Nitrotoluenin kendini elde etme reaksiyonu buluşa uygun mikoreaktörde gerçekleştirilir ve bu sırada reaksiyon başlangıç maddeleri önceden hazırlanmış saklama  
10 kaplarından nitrojen yüksek basıncı altında tek tek besleme hatları yoluyla mikoreaktöre beslenir.

Nitrotoluen üretme amaçlı reaksiyon akışı, Şekil 1’de gösterildiği gibi modüler tasarlanmış olan ve bir reaksiyon bölgesi ve onun aşağı  
15 akışında bir kalma süresi ve soğutma (sıcaklık kontrolü) bölgesi olmak üzere temelde iki bölge içeren bir mikoreaktör içinde gerçekleşir.

Mikoreaktörün reaksiyon bölgelerinin sıcaklığı, reaksiyon tüpleri  
20 içinden sevk edilen reaktanların yaklaşık 5-10°C’de tutulmaları sağlanacak şekilde kontrol edilir.

Bu, tercihen, reaksiyon tüplerine bir soğutma sıvısının (soğutma yağları veya başka ısı transfer vasatları) uygulanması suretiyle tüp dış  
25 tarafından kontrol edilen dolaylı ısı uzaklaştırma yoluyla gerçekleşir.

Aşağı akış konumlu kalma süresi ve proses soğutma bölgesinde reaksiyon karışımı yaklaşık 2°C - 6°'ye kadar sıcaklık kontrolüne tabi tutulabilir veya soğutulabilir.

### **Reaksiyon kontrolü:**

- 5 Soğuk sıcaklık kontrolüne tabi tutulan mikroreaktör parçasında toluen karıştırma işlemi ve ayrıca nitratlama asidi (nitrik asit ve sülfürik asit) üretimi gerçekleştirilir.

Mikroreaktörün nitratlama asidi üretimi için kullanılan reaksiyon bölümü, proses teknolojisi bakımından nitratlama asidinin sıcaklığı  
10 5°C'yi aşmayacak şekilde tasarlanmalıdır. Bu nedenle, ilk önce ayrı bir mikroreaktör bölümünde, konsantre nitrik asit, Şekil 6, Şekil 10 ve Şekil 9'da gösterilen gibi bir jet enjeksiyon ve karıştırma sistemi yoluyla konsantre sülfürik asitle karıştırılır ve karıştırma işlemi esnasında derhal Şekil 9, konum 35'deki tüplerin içinde soğutulur.

15

Reaktanların (nitratlama asidi ve toluen) ilaveten karıştırılması suretiyle, Şekil 7a, 7b ve 8'de gösterilenler gibi buluşa uygun çapraz kesit daralmalarına sahip olan tüplerin içinde nitratlama reaksiyonu başlatılır. Sürekli karıştırma, ayrıca enerji besleme ve uzaklaştırma  
20 etkisi altında gerçekleşen nitratlama reaksiyonu, reaksiyonun yukarı akışında reaktanları karıştırma aşaması ve ayrıca reaksiyonun aşağı akışında bekletme ve reaksiyonu sonlandırma aşaması, Şekil 15a-g ve 16a-f'de gösterilen çapraz kesit formlarına sahip mikroreaktörler içinde de icra edilebilir.

25

Mikroreaktör-reaksiyon bölgesinin soğutulması veya sıcaklık

kontrolü, amaca uygun olarak, reaksiyonun ürününün 5-10°C sıcaklığını aşmaması temin edilecek şekilde tasarlanır. Aşırı reaksiyon sıcaklıklarında bir NO<sub>2</sub>-gelişimi başlar ve bunun mutlaka önlenmesi gerekir. Reaksiyonun sıcaklık kontrolü (ısı uzaklaştırma veya ısı besleme), Şekil 1'de olduğu gibi 9, 10 konumlarındaki bağlantılar yoluyla gerçekleştirilir.

Mikroreaktör içine Şekil 1, konum 11'de beslenen toluen, mikroreaktöre eklenmiş olan nitratlama asidiyle (nitrik asit ve sülfürik asit) Şekil 5a'da gösterilen gibi kapiler borular ve reaksiyon tüplerinde reaksiyona girerek 2-nitrotoluen (orto-nitrotoluen), 3-nitrotoluen (meta-nitrotoluen), 4-nitrotoluen (para-nitrotoluen), 2,4 dinitrotoluen ve su bileşenlerinden oluşan bir madde karışımı oluşturur.

Literatürden bilindiği üzere, asıl nitratlayıcı ajanlar (NO<sub>2</sub><sup>+</sup>) sülfürik asit varlığında nitrik asitten oluşur. Yan reaksiyon olarak izomer 2-nitrotoluen ürünü de ortaya çıkar (Römp Chemie Lexikon, Thieme Yayınevi Stuttgart; 10. Baskı; 1996).

Aromatik nitrotoluenler benzen halkasındaki bir metil grubu ve bir nitro grubu sübstituentleriyle karakterizedirler. Sübstituentlerin farklı konumlanmaları neticesinde üç yapısal izomerin oluşturduğu bir karışım elde edilir. Yapısal izomerler toluenin nitratlanması sırasında karışım olarak ortaya çıkarlar. Ancak metil grubunun yönetici özelliklerinden dolayı 3-nitrotoluenin içeriği düşük olur. Toluenin nitrik asitle elektrofil aromatik sübstitüsyonu durumunda, ikincil sübstitüetin yönetiminde metil grubunun indüktif etkisinin belirleyici olduğu literatürden bilinmektedir. Ana ürün olarak yaklaşık % 65

oranında 2-nitrotoluen (orto-nitrotoluen), yaklaşık % 30 oranında 4-nitrotoluen (para-nitrotoluen) ve % 5 oranıyla 3-nitrotoluen (meta-nitrotoluen) oluşur (Beyer/Walter: Lehrbuch der Organischen Chemie, 19. Baskı, S. Hirzel Yayınevi, Stuttgart 1981)



Reaktanlar modüler konstrüksiyonlu mikroreaktörün (Şekil 1) reaksiyon yolundan geçirildikten sonra, karışım, mikroreaktörün sıradaki bağlı bölgesinde (Şekil 13, Konum 69 - 70) bulunan bağlantı  
10 (Şekil 1, Konum 9) yoluyla soğutulur. Duruma göre su eklemek suretiyle (Şekil 1, Konum 18) reaksiyon durdurulabilir ve böylece dönüşüm oranı etki altına alınabilir. Mikroreaktör içindeki reaksiyon tamamlandıktan sonra veya opsiyonel olarak durdurulduktan sonra, asidik olarak tepkime veren reaksiyon karışımı sürekli olarak  
15 çekilebilir (Şekil 1, Konum 19), izole edilebilir ve saflaştırılabilir.

Nötrleştirme işlemi, bağlantılı bir aparat içinde kesikli olarak haricen veya mikroreaktör sistemine bütünleşik kesintisiz çalıştırılan bir statik mikser yoluyla yapılabilir.

20

Reaksiyon karışımı uzaklaştırıldıktan sonra buna soğuk su ( $+2^{\circ}C$ ) eklenir ve sikloheksan (kaynama noktası  $80^{\circ}C$ , yoğunluk =  $0,78$  g/ml) katıldıktan sonra çalkalanır. Organik faz sırayla soğuk suyla ve

doymuş sodyum-hidrojen karbonat çözeltisiyle yıkanır. Sodyum-hidrojen karbonat muamelesinden sonra tekrar soğuk suyla yıkama yapılır ve bir filtrasyon adımına tabi tutulmadan önce sodyum sülfat üzerinde kurutulur ve kullanılan çözücü örn. döner evaporatörde distile edilerek ayrılır. Yağlı bakiye ilaveten distile edilebilir ve neticede 100 ve 130 °C arasında bir kaynama aralığında hedeflene ürün çekilebilir. Kristalize distilat gerektiğinde kristalleştirilebilir ve 4-nitrotoluen (para-nitrotoluen) ürünü elde etmek için metil alkol içinde yeniden kristalize edilebilir. Katı distilasyon bakiyesi etil alkolden yeniden kristalize edilebilir ve 2,4 dinitro-toluen ürün verimi belirlenebilir. Ürünün tam olarak ayrılmadığı noktada reaksiyonun 2-nitrotoluen (orto-nitrotoluen) verimi ifade edilemez.

15

20

25

## **TARİFNAME İÇERİSİNDE ATIF YAPILAN REFERANSLAR**

Başvuru sahibi tarafından atıf yapılan referanslara ilişkin bu liste, yalnızca okuyucunun yardımı içindir ve Avrupa Patent Belgesinin bir kısmını oluşturmaz. Her ne kadar referansların derlenmesine büyük önem verilmiş olsa da, hatalar veya eksiklikler engellenememektedir ve EPO bu bağlamda hiçbir sorumluluk kabul etmemektedir.

### **Tarifname içerisinde atıfta bulunulan patent dökümanları:**

- DE 102004038555 B3 [0003]
- DE 4410417 A1 [0004]
- WO 2007032810 A2 [0005]
- EP 1738820 A1 [0006]
- WO 2007112945 A [0007]
- EP 1520838 A [0008]
- DE 3429010 A1 [0009]
- WO 2005123241 A [0010]
- JP 03014803 A [0011]
- WO 2005032708 A2 [0012]

### **Tarifnamede belirtilen patentleştirilmemiş literatür:**

- **LOSEY et al.** Ind. Eng. Chem. Res., 2001, vol. 40,2555-2562 [0024]
- **BEYER/WALTER.** Lehrbuch der Organischen Chemie. Hirzel Verlag, 1981 [0103]
- **Römpp Chemie Lexikon.** Thieme Verlag, 1996 [0102]