

DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK  
AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

# PATENTSCHRIFT 151 114

## Ausschließungspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

				Int. Cl. <sup>3</sup>	
(11)	151 114	(44)	08.10.81	3(51)	B 01 J 19/08 C 07 C 139/04
(21)	AP B 01 J / 221 828	(22)	13.06.80		
(31)	P2924427.7	(32)	16.06.79	(33)	DE

---

(71) siehe (73)

(72) Ramloch, Herbert, Dr.; Schadow, Ernst, Dr. Dipl.-Ing.;  
Marx, Raimund, DE

(73) Hoechst AG, Frankfurt, DE

(74) Internationales Patentbüro Berlin, 1020 Berlin,  
Wallstraße 23/24

---

(54) Verwendung einer Begasungseinrichtung bei photochemischen  
Gas-Flüssig-Reaktionen

---

(57) Die Erfindung bezieht sich auf das Gebiet der Photochemie. Ziel und Aufgabe sind es, eine Begasungseinrichtung mit verringertem technischem Aufwand effektiver zu gestalten, d.h., bei optimaler Ausnutzung des UV-Lichts einen verbesserten Stoffübergang und -austausch zu gewährleisten. Dies wird erfindungswesentlich dadurch erreicht, daß die Begasungseinrichtung aus einem Gasleitungsrohr und einem aufgesetzten Mischbecher besteht, in dessen Boden eine Anzahl Ansaugöffnungen angebracht sind.

Berlin, den 6. 10. 1980

57 508 16

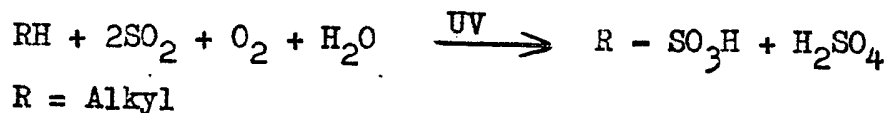
221828 -1

Verwendung einer Begasungseinrichtung bei photochemischen Gas-Flüssig-Reaktionen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung einer speziellen Ausführungsform einer Begasungseinrichtung bei photochemischen Gas-Flüssig-Reaktionen, insbesondere beim Sulfoxydationsverfahren zur Herstellung von sekundären Alkylsulfonsäuren aus geradkettigen Paraffin-Kohlenwasserstoffen in Gegenwart von Wasser durch Einstrahlen von UV-Licht.

Aus der Reaktionssummengleichung des Sulfoxydationsverfahrens



ist ersichtlich, daß 4 Reaktionskomponenten, nämlich n-Paraffine, Wasser, Schwefeldioxid und Sauerstoff an dieser Reaktion beteiligt sind. Bei der bevorzugten Reaktionstemperatur von 30 bis 40 °C sind die n-Paraffinkohlenwasserstoffgemische und Wasser flüssig, Schwefeldioxid und Sauerstoff sind gasförmig. Das Reaktionsgefäß zur Durchführung der Sulfoxydation muß also ein Gasblasen-Flüssigkeits-Reaktor sein. Um zu guten Umsetzungen zu kommen, ist es wichtig, eine feine Verteilung des Gases in der Flüssigkeit herbeizuführen und durch besondere Strömungsverhältnisse für eine gute Vermischung der Reaktionskomponenten in der Reaktionszone und Abtransport der Reaktionsprodukte aus der Reaktionszone zu sorgen.

6. 10. 1980

57 508 16

### Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Das Sulfoxydationsverfahren nach obiger Reaktionsgleichung läuft aber nur dann ab, wenn UV-Licht eingestrahlt wird. Bei dieser photochemischen Gas-Flüssig-Reaktion muß also dafür gesorgt werden, daß das über eine Quecksilber-Hochdruck-Quarzglas-Tauchlampe eingestrahlte UV-Licht optimal genutzt wird. Durch das Lambertsche Gesetz ist bekannt, daß die Strahlung in der Reaktionslösung nicht linear mit der Entfernung abnimmt, sondern eine exponentielle Schwächung erfährt. Weiterhin ist bekannt, daß die Eindringtiefe der Strahlung abhängig ist von der Wellenlänge, und zwar in der Weise, daß die Reichweite des UV-Lichtes der Tauchlampe von der längerwelligen Strahlung hin zur kürzerwelligen Strahlung abnimmt. Es ist also besonders wichtig, im Bereich der größten Bestrahlungsdichte, d. h. in der Nähe der Außenfläche der Tauchlampe, einen besonders guten Stoffaustausch zu erreichen.

Bei allen bekannten Verfahren der Sulfoxydation führt man die Flüssigkeit und das Gas im Kreis. Dabei kann man zwei verschiedene Arten der Stoffzuführung in den Reaktor und deren Vermischung unterscheiden.

Nach der einen Verfahrensweise werden das  $\text{SO}_2\text{-O}_2$ -Gasgemisch und das Paraffin-Wasser-Gemisch dem Reaktor getrennt zugeführt. Das Gasgemisch wird dabei mit Hilfe einer Frittenplatte oder einer ring- oder tellerförmigen Gasbrause, die jeweils unterhalb der UV-Tauchlampe angebracht ist, der Reaktionszone in verteilter Form zugeführt. Die Bewegung innerhalb des Reaktors wird durch die jeweilige Geschwindigkeit, mit der die Kreisflüssigkeit und das Kreisgas durch den Reaktor geführt werden, erzeugt. Die Geschwindigkeit der Flüssigkeit ist vor allem durch die erforderliche Verweil-

6. 10. 1980

57 508 16

zeit in den nachgeschalteten Abscheidern zur Gewinnung der wäßrigen Unterphase, in der die erzeugten Alkansulfonsäuren und die Schwefelsäure enthalten sind, bestimmt. Die Geschwindigkeit des Gases ist abhängig vom Gasvordruck. Besonders bei der Verwendung von porösen Platten ist aber bei diesem Verfahren ein erheblicher Strömungswiderstand bereits innerhalb dieser Platten zu überwinden.

Nach einer anderen Verfahrensweise spritzt man die Reaktionskomponenten mit Hilfe eines oder mehrerer Hydroinjektoren in den Reaktor ein (DOS 2 444 895). Entsprechend dem Vordruck der Flüssigkeit wird das Gas durch die Scherkräfte der Flüssigkeit fein verteilt und dem gesamten Reaktorinhalt eine Bewegung aufgezwungen. Diese Bewegung kann entsprechend der Anordnung der bzw. des Injektors in Längsrichtung zur UV-Tauchlampe verlaufen, oder die Reaktionskomponenten werden radial um die Lampe geführt. Die höchste Ausbeute wurde dabei mit 3 Injektoren erzielt, die längs der Vertikalwandung eines Einlampenreaktors in regelmäßigen Abständen voneinander angebracht sind, also eine Eindüsung in tangentialer Richtung bewirken und dabei dem gesamten Reaktorinhalt eine Radialbewegung um die Lampe herum aufzwingen. Bei der Verwendung von nur einem Hydroinjektor in einem Einlampenreaktor sinkt die Ausbeute auf unter 50 % der Ausbeute, die für einen Einlampenreaktor mit 3 Injektoren angegeben wird. Es ist offensichtlich, daß dieses System bei Viellampenreaktoren, wie sie zur Produktion von Alkansulfonsäure im industriellen Maßstab Verwendung finden, nur mit erheblichem technischem Aufwand angewendet werden kann.

#### Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung ist es, eine spezifische Begasungseinrichtung bei photochemischen Gas-Flüssig-Reaktionen

6. 10. 1980

57 508 16

anzuwenden, die hocheffektiv ist und insbesondere einen verringerten technischen Aufwand aufweist.

#### Darlegung des Wesens der Erfindung

Nach dieser Zielstellung ist es die Aufgabe der Erfindung, eine Begasungseinrichtung derart zu gestalten, daß der Stoffaustausch im Bereich der größten Bestrahlungsdichte am besten ist, d. h., daß bei optimaler Ausnutzung des UV-Lichtes die Stoffübergänge verbessert sind.

Diese Aufgabenstellung wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß die Begasungseinrichtung aus einem Gasleitungsrohr und einem aufgesetzten Mischbecher besteht, in dessen Boden 3 bis 12 Ansaugöffnungen angeordnet sind. Erfindungsgemäß wird diese Begasungseinrichtung bei der Sulfoxydation von n-Paraffinen unter Einwirkung von UV-Licht eingesetzt.

#### Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachstehend an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden, wobei auf die zugehörige Zeichnung verwiesen wird, die eine Ausführungsform der Begasungseinrichtung darstellt.

Die Zeichnung zeigt die Begasungseinrichtung im Längsschnitt mit hier 4 Ansaugöffnungen 3. Diese Ansaugöffnungen, die rund sind, haben einen Durchmesser, der etwa dem 1/4- bis 2fachen inneren Durchmesser des Gasleitungsrohres 1 entspricht. Der Winkel zwischen den Ansaugöffnungen und dem Gaseinleitungsrohr beträgt  $30^{\circ}$  bis  $90^{\circ}$ . Der Innendurchmesser des Mischbechers 2 beträgt etwa 1/8 bis 1/2 des Durchmessers des äußeren Hüllrohrs der UV-Tauchlampe. Das Verhältnis von Höhe und innerem Durchmesser des Mischbechers beträgt ca. 1 : 1 bis 3 : 1. Der innere Querschnitt

6. 10. 1980

57 508 16

des Gaseinleitungsrohres 1 ist kreisrund bis sternförmig ausgestaltet. Die Länge des Gaseinleitungsrohrs ist un-kritisch, doch muß das Gaseinleitungsrohr so lang sein, daß ein ausreichender Abstand der Ansaugöffnungen vom Reaktorboden oder - bei einem Viellampenreaktor - von einem gemeinsamen Gaszuführungsrohr gewährleistet ist, damit die Flüssigphase vor dem Gasstrom ungehindert durch die Ansaug-öffnungen angesaugt werden kann. Als Material, aus dem diese Begasungseinrichtungen bestehen, eignet sich beim Einsatz bei der Sulfoxydation besonders glasfaserverstärk-tes Polytetrafluorethylen.

Diese Begasungsvorrichtungen werden in dem Reaktor unterhalb der UV-Tauchlampe montiert, und zwar pro Tauchlampe eine Düse, wobei diese Düsen in einem Viellampenreaktor pro Tauchlampenreihe jeweils auf einem gemeinsamen Gaszuführungsrohr montiert sein können. Die Begasungsdichte für eine ausreichende Gasfeinverteilung und besonders günstige Strömungsverhältnisse entlang der Längsrichtung der Lampe beträgt etwa 50 bis 500, vorzugsweise 200 bis 500 m<sup>3</sup>.sec. Zu beachten ist dabei, daß der Vordruck des Gases auch vom Flüssigkeitsstand über der Düse abhängig ist.

Das Gasgemisch tritt mit hoher Geschwindigkeit aus dem engen Teil der Düse in die trichterförmige Erweiterung aus, dadurch wird dort durch die seitlichen Öffnungen Flüssig-keit angesaugt. Durch die Scherkräfte der angesaugten Flüssigkeit wird das Gasgemisch fein verteilt. Den Trichter der Düse verläßt ein Flüssigkeits-Gas-Strahl, der der gesamten Reaktionsflüssigkeit innerhalb des Reaktors eine Bewegung nach dem Prinzip einer Mammutpumpe aufzwingt. Durch die Bauweise dieser Begasungseinrichtung ist gewähr-leistet, daß der Stoffaustausch im Nahbereich des äußeren

6. 10. 1980  
57 508 16

Lampenhüllrohrs, also im Bereich der größten Bestrahlungsdichte, am besten ist und daß in diesem Bereich die Konzentration der Gasblasen am größten ist und die Geschwindigkeit des Stofftransports am höchsten ist. Man erhält mit dieser Begasungseinrichtung auf einfache Weise eine hohe Ausbeute an Alkansulfonsäuren, bedingt durch eine verbesserte Nutzung des eingestrahnten UV-Lichts und durch verbesserte Stoffübergänge. Dies gilt sowohl bei der Anwendung in einem Einlampenreaktor als auch in einem Viellampenreaktor.

Die beschriebene Begasungseinrichtung eignet sich für alle Gas-Flüssig-Reaktionen, vorzugsweise aber für die Herstellung sek.-Alkansulfonate durch Sulfoxydation. Hierbei werden n-Paraffinkohlenwasserstoffe oder deren Gemische mit 8 bis 30 C-Atomen, bevorzugt 10 bis 18 C-Atomen, eingesetzt sowie ein  $\text{SO}_2\text{-O}_2$ -Gasgemisch in einem molaren Verhältnis von ca. 2 : 1, also dem stöchiometrischen Verhältnis oder vorzugsweise mit einem  $\text{SO}_2$ -Überschuß bis zu einem Molverhältnis von etwa 3 : 1. Die Reaktionstemperatur beträgt 20 bis 40 °C, vorzugsweise 30 bis 38 °C. Im Reaktor wird ein Druck bis etwa 1 barü, vorzugsweise 0,08 bis 0,25 barü, gehalten. Die Reaktionsflüssigkeit wird am Reaktorboden entnommen, über die Abscheideeinrichtung geführt, und dort wird die Unterphase, die die produzierten Alkansulfonsäuren und die Schwefelsäure neben Paraffin und Wasser enthält, abgetrennt. Die Oberphase, die Paraffinphase, wird gekühlt und dann nach Auffrischung mit Paraffin und Wasser am Kopf des Reaktors wieder zurückgeführt. Die Entnahme des ebenfalls im Kreis geführten  $\text{SO}_2\text{-O}_2$ -Gasgemisches erfolgt aus der Gaszone im oberen Bereich des Reaktors. Nach der Auffrischung mit  $\text{SO}_2$  und  $\text{O}_2$  wird das Gasgemisch in einem Kompressor auf den gewünschten Vordruck komprimiert und über die beschriebene Begasungseinrichtung in den Reaktor eingebracht.

6. 10. 1980

57 508 16

Beispiel

Das verwendete Reaktionsgemisch war ein handelsüblicher Schnitt aus n-Paraffinen mit 12 bis 18 C-Atomen. 4 m<sup>3</sup>/h Flüssigkeit wurden unten aus dem Reaktor entnommen, über das Abscheidesystem geführt und nach Auffrischung mit Paraffin und Wasser über den Kopf des Reaktors zurückgepumpt. Der Reaktor war zu ca. 5/6 seines Volumens mit Flüssigkeit und zu ca. 1/6 darüber mit Gas gefüllt. Der Druck im Gasraum des Reaktoroberteiles betrug 0,13 bar. Die Reaktionstemperatur ist durch Kühlen der Kreisflüssigkeit bei 31 bis 33 °C gehalten worden. Die Einstrahlung von UV-Licht erfolgte durch eine Quecksilber-Hochdruck-Tauchlampe mit einer Stromaufnahme von 3,84 KW. Der Durchmesser ihres äußeren Quarzhüllenrohres betrug 120 mm. Diese UV-Lampe erzeugte einen Strahlungsfluß von 545 Watt im Bereich der Wellenlängen von 248 bis 400 nm. 33 m<sup>3</sup>/h SO<sub>2</sub>-O<sub>2</sub>-Gasgemisch einer molaren Zusammensetzung von 2,2 : 1 wurde durch eine Begasungseinrichtung, wie oben beschrieben, mit einem Vordruck von 1,1 bar in den Reaktor eingesprüht. Diese Vorrichtung war im unteren Reaktorboden, genau unterhalb der UV-Lampe, befestigt und hatte folgende Abmessungen: Die Gasaustrittsöffnung hatte eine lichte Weite von 7 mm, die symmetrisch angeordneten 4 Ansaugöffnungen eine lichte Weite von jeweils 10 mm, der Innendurchmesser des Mischbechers betrug 35 mm, die Begasungseinrichtung war insgesamt 110 mm und der Mischbecher ab Gasaustrittsöffnung 50 mm hoch. Pro Stunde wurden so 76 Alkylsulfonsäure-Äquivalente erzeugt. Das molare Verhältnis von Mono- zu Disulfonsäure lag bei ca. 9 : 1.

Arbeitet man in dem gleichen Reaktor und unter den gleichen Bedingungen, wie oben angegeben, jedoch mit einer bei der Sulfoxydation bisher benutzten Lochbrause mit einem Durchmesser von 180 mm, die auf ihrer Oberfläche Bohrungen

6. 10. 1980

57 508 16

mit einer Lochweite von ca. 0,8 bis 1,5 mm aufweist, und führt durch diese Lochbrause  $75 \text{ m}^3/\text{h}$  eines  $\text{SO}_2\text{-O}_2$  Gasgemisches der molaren Zusammensetzung 2,2 : 1 in den Reaktor ein, so erhält man pro Stunde nur 52 Alkansulfonsäure-Äquivalente.

221828 -9-

6. 10. 1980

57 508 16

Erfindungsanspruch

1. Verwendung einer Begasungseinrichtung bei photochemischen Gas-Flüssigkeits-Reaktionen, bei denen spezifische Gemische in den Einflußbereich einer UV-Strahlungsquelle bewegt werden, z. B. zum Zwecke einer Sulfoxydation, gekennzeichnet dadurch, daß die Begasungseinrichtung aus einem Gasleitungsrohr (1) und einem aufgesetzten Mischbecher (2) besteht, in dessen Boden 3 bis 12 Ansaugöffnungen (3) angeordnet sind.
2. Verwendung einer Begasungseinrichtung nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß sie bei der Sulfoxydation von n-Paraffinen unter Einwirkung von UV-Licht eingesetzt wird.

Hierzu: 1 Blatt Zeichnung

