



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 97109965.0

[43]公开日 1998年9月2日

[11] 公开号 CN 1191770A

[22]申请日 97.2.28

[71]申请人 陶氏化学公司

地址 美国密执安

[72]发明人 罗伯特·佩奇·希尔图姆

戴维·L·特伦特

谢里尔·A·蒂托维佐约

保罗·A·吉利斯

[74]专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标

事务所

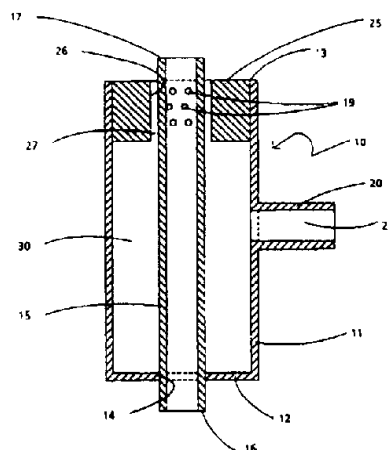
代理人 郑修哲

权利要求书 3 页 说明书 22 页 附图页数 6 页

[54]发明名称 剪切混合装置及其应用

[57]摘要

本发明的剪切混合装置和与其对应的方法，用来可控制地、经济地在液体中产生例如平均直径小于 0.5 毫米的小气泡，从而在通过改善质量转移而得益的应用中，改善该气体往液体中的质量转移（在相同的环境下与传统的大气泡发生器所达到的质量转移相比较），包括将在压力下的气体经一个或多个喷嘴注入液体中，该液体的流动速度足以引起形成于该喷嘴的气泡细分以达到预想的小气泡尺寸。



权 利 要 求 书

1. 一种剪切混合装置,包括:

至少一根输送第一待混合流体的管道,该管道的第一端打开,接收待混合的第一流体,第二端关闭,在靠近其关闭的第二端处有一个或多个小孔,通过该小孔,由开口的第一端接受的流体被排出管道;

一个混合器,它一般围绕着一个或多个上述管道,并有一个封闭的第一端,该第一端上有相应的一个或多个小孔,其中穿过相应的一个或多个管道;该混合器还有一个第二端,该第二端与每个上述管道限定了一个阻力喷嘴,一个相应的空间,该空间由混合器封闭并限定在上述混合器封闭的第一端和第二端之间,各所说管道上的小孔基本上被置于与该给定管道相联系的阻力喷嘴处;

一个提供第二流体的管道,该管道与由混合器封闭的空间通连,以便向其提供第二流体,该第二流体通过一个或多个在混合器第二端的阻力喷嘴,并以某种剪切方式与由位于各阻力喷嘴处的小孔所提供的第一流体混合。

2. 一种剪切混合装置,包括:

提供待混合的第一流体的一个或多个管道,在各管道的一段长度上有一个或多个小孔;

一个混合器,它具有一个第一端和一个第二端,并在其第一端和第二端之间有一个通常封闭的空间,流体供应管道与该空间通连,混合器的第一端和第二端各有一个相应的开口,以便使带孔管道从其中穿过,这样,提供第一种待混合流体的管道上的孔与空间通连。

3. 一种剪切混合装置,包括一个空心的气体和液体接收部件,一个气泡发生部件和一个任选的手柄,气体和液体接收部件与气泡发生部件连接并通连。

4. 根据权利要求3的装置,其特征在于:气体和液体接收部件包括:

一个中央管道,它具有开口的入口端,用来接收其中的液体,还有一个出口端与气泡发生部件通连;

一个气体接收室,它一般围绕着中央管道并与中央管道分开,从而形成一个通道,使气流通过到达气泡发生部件,它至少包括一个接收气体的通道,以便接收流过的气体并经通道使之与气泡发生部件通连,气体接收室的一端气密地连接在中央管道上,其连接点离中央管道的输入端较近,离输出端较远。

5. 根据权利要求 4 的装置,其特征在于:气泡发生部件包括一个基板,该基板在靠近中央管道输出端处与中央管道气密地连接;一个气体和液体分配室,用来容纳和分配分别来自气体接收室和中央管道的气体和液体,该分配室气密地连接在基板上;一个盖板,它与气体和液体分配室气密地连接,气体和液体分配室有一个中心漏斗状的流体减压室,该减压室与基板、盖板一起将气泡发生部件分成上部的液体减压腔和下部的液体减压腔;漏斗状的流体减压室具有一个空心杆,该空心杆通常气密地固定在中央管道的靠近出口端处和一个从上述空心杆朝外伸出的圆形延伸部分,该空心杆中有一组与液体减压腔通连的小孔和一组与气体减压腔通连的液体通道,这些小孔与流体通道通连,以便混合通过的气体和液体。

6. 根据权利要求 5 的装置,其特征在于:流体通道由流体分流调节器相互分开,该流体分流调节器设置在从空心杆朝外伸出的圆形延伸部分内。

7. 一种在液体中产生气泡的方法,包括:

a. 将气体置于压力下,当气体通过分隔气体与液体的零件或元件上的至少一个孔而被导入液体中时,该压力足以形成气泡;

b. 使液体流过小孔,所选择的流速 8 产生的 Weger 数超过该气体和液体的临界 Weger 数,以便在液体中产生直径小于 0.1 毫米的气泡。

8. 根据权利要求 7 的方法,其特征在于:液体是一种低氯的次氯酸、一种次氯酸盐或溶于水的氯的水溶液,而气体包括一个不饱和有机化合物,该化合物在与一种或多种这些液体成份混合的条件下,可以发生反应生成包括链烯氯代醇的反应产物。

9. 根据权利要求 8 的方法,其特征在于:该不饱和有机化合物从丙烯、丁烯和烯丙基氯中选择。

10. 根据权利要求 9 的方法,其特征在于:该不饱和有机化合物是丙烯或

烯丙基氯。

11. 根据权利要求 10 的方法,其特征在于:该不饱和有机化合物是丙烯,而由其形成的链烯氯代醇为丙烯氯乙醇。

12. 一种在液体中产生直径小于约 0.1mm 的气泡的方法,该方法包括采用权利要求 1 的装置,将该气体导入一个剪切区域,该剪切区域是由液体流过该装置的一个阻力喷嘴而建立起来的,液体以这样的方法流动,即在通过阻力喷嘴上建立小于 49,000 帕的压力差,而气体的流动速度足以在管道和相对应的阻力喷嘴之间建立小于 35,000 帕的压力差。

13. 在适合于形成链烯氯代醇的条件下,在一个返混式的反应器中,通过将气态的不饱和有机化合物与液态的低氯化合物、次氯酸水溶液混合而产生链烯氯代醇,在这些方法中,进行的改进包括:以平均直径小于 0.1 毫米的小气泡的形式,向液态的次氯酸溶液中提供不饱和有机化合物,通过这种方法,增加气态的不饱和有机化合物往次氯酸溶液中的质量转移。

说明书

剪切混合装置及其应用

本发明一般涉及一种用于各种操作的剪切混合装置。本发明特别涉及一种剪切混合装置，该装置产生很小的气泡，并且该装置向液体介质提供气体。本发明还特别涉及这样一种装置及其应用，该装置用于在如化学或生物反应中增强反应气体的质量转移。氧气即为此反应气体中的一种。

在“很小的气泡进行质量转移—通气的最佳气泡尺寸”，化学工程科学，第33卷，1415—1423页（1978）中 M.Motarjemi 和 G.J.Jameson 讲授到，气泡被频繁地用于质量转移的目的，特别是在氧气溶于水的系统中。他们在1422页建议，需要研究出一种实用的新方法制造“大量的、很小的、直径小于1 mm的气泡” G.J.Jameson 在“气泡运动”，Trans IChemE, Vol.71, Part A 第587-594(1993年1月)中，回顾了 John Davidson 在研究气泡和气-液两相流体中的贡献。在第592页中，他讨论了通过减小喷雾器平均孔径来产生小气泡所存在的问题。其中包括经喷雾器后压力下降的显著增加和像池塘污水中固体物质可能堵塞喷孔的问题。在第593页，他讨论了气泡的合并，并提到：对气泡施加一个力，将其快速从喷嘴上移走，以防止合并。可以施加这种力的方法包括在喷嘴上横向流过一种液体或将振动施加到喷嘴上或喷嘴中的气体上。

本发明的第一方案是提供了一种剪切混合装置，该装置能够产生直径小于1毫米的气泡，同时，在将传统的气泡发生装置上减小喷雾器平均孔径的方面，不会发生 Jameson 所提到的那些问题，本发明的装置包括：

至少一根输送第一待混合流体的管道，该管道的第一端打开，接受待混合的第一流体，第二端关闭，在靠近其关闭的第二端处有一个或多个小孔，通过该小孔，由开口的第一端接收的流体被排出管道；

一个混合器，它一般围绕着一个或多个这种管道，并有一个封闭的第一端，该第一端限定了相应的一个或多个小孔，其中通过相应的一个或多个

管道；该混合器还有一个第二端，该第二端与每个管道限定了一个阻力喷嘴，一个相对的空间，该空间由混合器封闭并限定在混合器封闭的第一端和第二端之间，各管道上的小孔基本上被置于与该给定管道相联系的阻力喷嘴处；

一个提供第二流体的管道，该管道与由混合器封闭的空间通连，以便向其提供第二流体，该第二流体通过一个或多个在混合器第二端的阻力喷嘴，并以一种剪切的方式与由位于各阻力喷嘴处的小孔所提供的第一流体混合。

本发明的第二方案涉及一种剪切混合装置，它包括：

提供待混合的第一流体的一个或多个管道，在各管道的一段长度上限定一个或多个小孔；

一个混合器，它具有一个第一端和一个第二端，并在其第一端和第二端之间限定了一个一般为封闭的空间，流体供应管道与该空间通连，混合器的第一端和第二端各在其中限定了一个相应的开口，以便使带孔管道从其中穿过，这样，提供第一种待混合流体的管道上的孔与空间通连。

本发明的第三方案涉及第三个、与剪切混合装置相关的实施例，它包括一个空心的气体和液体接收部件，一个气泡发生部件和一个任选的手柄，气体和液体接收部件与气泡发生部件连接并通连。

该第三实施例的气体 and 液体接收部件最好包括：

一个中央管道，它具有开口的入口端，用来接收进入其中的液体，还有一个出口端与气泡发生部件通连；

一个气体接收室，它一般围绕着中央管道并与中央管道分开，从而限定了一个通道，使气体流过到达气泡发生部件，它至少包括一个接收气体的通道，以便接收流过的气体并经通道使通道与气泡发生部件通连，气体接收室的一端气密地连接在中央管道上，其连接点离中央管道的输入端较近，离输出端较远。

第三剪切-混合装置中的气泡发生部件最好包括一个基板，该基板在靠近中央管道输出端处与中央管道气密地连接；一个气体和液体分配室，用来容纳和分配分别来自气体接收室和中央管道的气体和液体，该分配室气

密地连接在基板上；一个盖板，它与气体和液体分配室气密地连接，气体和液体分配室有一个中心漏斗状的流体减压室，它与基板、盖板将气泡发生部件分成上部的液体减压腔和下部的液体减压腔；漏斗状的流体减压室具有一个空心杆，该空心杆通常气密地固定在中央管道的靠近出口端处和一个从所说空心杆朝外伸出的圆形延伸部分，该空心杆中限定了一组与液体减压腔通连的小孔和一组与液体减压腔通连的流体通道，这些小孔与流体通道通连，以便混合通过的气体和液体。流体通道最好由流体分流调节器相互分开，该流体分流调节器被设置在从空心杆朝外伸出的圆形延伸部分内。

本发明的第四方案涉及一种在液体中产生气泡的方法，气泡的平均直径小于 0.5 毫米，特别的小于 0.1 毫米，该方法包括：

a. 将气体置于压力之下，当气体通过分隔气体与液体的零件或元件上的至少一个孔而被导入液体中时，该压力足以形成气泡；

b. 使液体流过小孔，所选择的流速产生的 Weber 数超过该气体和液体的临界 Weber 数，以达到理想的气泡直径。

图 1 是一个根据本发明第一实施例及上述的第一方案的剪切混合装置轴向示意剖视图。

图 2 是一个根据本发明的另一个剪切混合装置的轴向示意剖视图，其以上述的第二方案为特征。

图 3 是本发明的剪切混合装置第三实施例的轴向示意剖视图。

图 4 是图 3 所示装置的顶视图。

图 5 是表 I 中的数据的数据的曲线图。表 I 是例 2 中氧气转移试验结果的汇编。垂直轴代表 KLa_{20} ，水平轴代表每分钟以标准升 (SLM) 计的气体流量。

图 6 是一个曲线示意图，图示使用传统的剪切混合技术，为达到给定的气泡直径而产生的压力下降或能量消耗（以千帕计）。

参考附图，图 1、2 和 3 提供了代表本发明的三个相关装置的示意图。图 4 是图 3 所示装置的另一个视图。各装置都没按比例画，并且其特征如装置的尺寸、位置和数量仅为示意，并不限于如图所示。

图 1 画出了一个以参考数 10 表示的剪切混合装置。装置 10 包括一个空

心混合器 11，一个输送第一待混合流体的管道 15，一个提供第二流体的管道 20，该管道 20 包含通道 21 和孔塞 25。

混合器 11 有第一端 12 和远离该第一端的第二端 13。混合器 11 包围了在其第一和第二端 12 和 13 之间的空间 30。第二端 13 中有一个小孔 14。混合器 11 适当的形状（为了观察，忽略第二流体供给管道 20）是一个空心的正圆筒体，其一端开口（第二端 13），与开口端对置的一端（第一端 12）封闭，保留一个小孔。当混合器是这样的形状而且仅有管道 15 时，小孔 14 和管道 15 最好与混合器的轴线共轴。当至少有两个管道 15 时，小孔 14 的数量增加，与管道 15 的数量相配。

孔塞 25 被固定在混合器 11 中，并靠近其第二端 13。当孔塞 25 被这样固定时，理想的是在其中限定了至少一个小孔或喷嘴 26。当只有一个管道 15 时，小孔 26 最好与混合器的轴线共轴。当至少有两个管道 15 时，每个小孔 26 最好与相应的管道 15 共轴。

管道 15 有第一端 16 和远离第一端 16 的第二端 17。第一端 16 开口并最好与第一运动流体源（没有显示）相连。第二端 17 是封闭的或被盖着的，以防止第一运动流体经此端流出。管道 15 穿过并固定在混合器 11 的第一端 12 的小孔 14 中。最好以这样的方法将管道 15 固定在小孔 14 中，即在管道 15 通过小孔 14 的地方，提供充分防漏、最好是气密的密封。管道 15 还穿过孔塞 25 的小孔 26。这样，管道 15 和孔塞 25 共同形成了相对于空间 30 的阻力喷嘴 27，其形状为靠近第二端 17、沿管道 15 的长度限定的一个细窄的环形空间，管道 15 中还有一组小孔 19。每个小孔 19 与阻力喷嘴 27 通连。当按本发明的第四方案进行操作时，小孔 19 的数量、尺寸、间隔和位置足以提供小气泡。

在混合器 11 的第一端 12 和第二端 13 之间的中间点上，第二流体供给管道 20 有效地与混合器 11 连接。这样，第二管道 20 有效地与混合器 11 连接。这样，第二管道 20 的通道 21 与空间 30 通连。理想的是以同样的方法让一个或多个附加的流体供给管道有效地连接在混合器 11 上，以便将附加的流体（气体或液体、最好是液体）提供给混合器 11，使它们与来自一个管道 15 或多个管道 15 的一种气体（可以是单种类的气体或各气体的混

合物) 或多种气体混合。

现参考图 2, 其中绘出了根据本发明的第二方案的剪切混合装置, 由参考数 40 表示。装置 40 包括一个空心混合器 41、一个带孔管道 50 和一个包含通道 61 的流体供给管道 60。

混合器 41 有第一端 42 和远离第一端 42 的第二端 43。混合器 41 包围其第一端和第二端 42 和 43 之间的空间。在第一端 42 中有小孔 44。第二端 43 中有小孔 45。每个小孔 44 最好与对置的小孔 45 共轴。混合器 41 的适当的形状 (为观察的目的, 忽略流体供给管道 60) 是一个空心的正圆筒体, 它的两端均被封闭, 只保留小孔 44 和 45。当混合器是这样的形状时, 每个管道 50 最好是直的, 与一双对置的小孔 44 和 45 共轴。

管道 50 有第一端 51 和远离第一端 51 的第二端 52。管道 50 穿过并固定在混合器 41 的小孔 44 和 45 中。最好以这样的方式将管道 50 固定在小孔 44 和 45 中, 即在管道穿过小孔 44 和 45 的地方提供防漏的、最好是气密的密封。因为第一端 42 和第二端 43 是相互分隔的, 从而混合器 41 包围了管道 50 的一段长度。在这段所说的长度中, 管道 50 有一组小孔 54。每个小孔 54 与空间 55 通连。当按照本发明的第四方案进行操作时, 小孔 19 的数量、尺寸、间隔和位置足以提供小气泡。

在混合器 11 的第一端 42 和第二端 43 之间的中间点上, 流体供给管道 60 有效地与混合器 41 连接。这样管道 60 的通道 61 与空间 55 通连。理想的是以同样的方法让一个或多个附加流体供给管道有效地与混合器 11 连接, 以便将附加流体供给混合器 11。

经有效地连接第一管道 15 的第一端 16, 在压力下的第一运动流体, 最好为气体, 如空气或氧气, 从一个流体源 (没有显示) 流入装置 10 的管道 15 中 (如图 1 所示)。如果需要, 该第一运动流体经管道 15 的小孔 19 进入阻力喷嘴 27 中。经有效地连接流体供给管道 20, 第二运动流体, 最好为液体, 如水或盐水, 从一个流体源 (没有显示) 流入通道 21 中。第二运动流体从通道 21 流入空间 30 中。当空间 30 中充满了第二运动流体时, 该流体流入并通过阻力喷嘴 27。阻力喷嘴 27 的横截面积小于空间 30 的横截面积, 所以第二运动流体通过喷嘴 27 的速度大于它通过通道 21 和空间 30

的速度。流过小孔 19 的第一运动流体的压力足以完全防止第二运动流体由小孔 19 进入管道 15。当第一流体是气体，而第二流体是液体时，该压力同样足以产生气泡。可以相信通过喷嘴 27 的第二运动流体的流动强到了足以克服气体和液体之间的面张力，从而迫使气泡破裂成小气泡。如果两种运动流体都是气体或液体，可以相信装置 10 有利于混合该运动流体。如果第二运动流体是液体，第一运动流体是可溶于该液体的气体，可以相信装置 10 促进了可溶气体往液体中的弥散。

图 2 所示的装置 40，适宜地将第一种运动流体与第二种运动流体混合，其中第一种流体最好为液体并流过带孔管道 50，而第二种流体最好为气体，并流过流体供给管道 60 的通道 61。在涉及装置 10 时所说明的气体和液体同样也可以用于装置 40。通过有效地连接管道 50 的第一通道 51，可让第一运动流体从流体源（没有显示）流入管道 50。由于横截面积没有改变，当第一运动流体流过管道 50 时，流速没有显著的变化。通过有效连接流体供给管道 60，可让第二运动流体从流体源（没有显示）流入通道 61。第二运动流体从通道 61 流入空间 55，并从此经孔 54 进入管道 50。第二运动流体的压力足以产生气泡并完全防止第一运动流体进入空间 55。像装置 10 那样，液体运动流体的流速最好足以引起气泡再细分，这些气泡是在气态的运动流体通过该装置时与液态的运动流体接触时产生的。另外，装置 40 可用于与装置 10 相同的目的。

图 3 图示了一个涉及本发明的剪切混合装置的第三实施例，由参考数 100 表示。装置 100 包括一个空心的气体和液体接收部件 110，一个气泡发生部件 140 和一个任选的手柄 190。手柄 190 有利于将装置 100 安装到容器上（没有显示），这些容器如聚合反应器或生物反应器。

接收部件 110 包括一个中央管道 111 和气体接收室 120。中央管道 111 有一个开口端 112 和一个出口端 113，该出口端 113 远离第一端 112，并与气泡发生部件 140 通连。中央管道 111 中限定了一个适于输送液体的轴向通道 114。气体接收室 120 最好由一个单独的结构件构成，或如图 3 所示，其包括一个环形的气体接收室 121 和环形的气体输送室 123。气体接收室 121 中至少有一个气体接收通道 122。通道 122 中最好有内螺纹，以

利于气密地与气源（没有显示）连接。气体接收室 121 包围空腔 124，该空腔 124 与气体接收通道 122 通连。环形的气体输送室 123 至少有一个直的部分与中央管道 111 结合，形成窄长的环形空间 126，以便将气体从气体接收室 121 送到气泡发生部件 140。室 123 的第一端 125 插入空间 124 中，第二端 127 远离第一端 125。室 123 最好在靠近第二端 127 处有外螺纹。环形空间 126 同样与空间 124 通连，这样进入通道 122 的第一运动流体（最好是气体）能流入空间 124，并随后通过环形空间 126。接收部件 110 的零件以适当的固定方法，如用角焊缝 115 相互有效地连接。

气泡发生部件 140 包括基板 141，气体和液体分配室 150 和盖板 180。基板 141 中有一组小孔 142。基板 141 中还有一个环形密封室 145，可容纳密封件 146。密封件 146 可为一个 O 形圈，在基板 141 和室 150 之间提供气密的密封。基板 141 中最好还有一个中央或轴向小孔 149。小孔 149 中最好有内螺纹，这样当气泡发生部件 140 和接收部件如图 3 所示那样装配时，室 123 的端部 127 可拧到小孔 149 中。

分配室 150 包括一个有效结合的外壁 151 和中央流体减压室 160。室 160 最好为漏斗形（通常包括一个空心的平截头圆锥体元件和一个从该元件的小端延伸的管或空心杆），并带有空心杆 170 和一个从杆 170 向着盖板 180 的圆形延伸部分 161。该圆形延伸部分 161 最好从其有效的连接处向着外壁 151 延伸，该有效的连接最好为连续的角焊缝或其它令人满意的连接方法。空心杆 170 中有一个内环形空间 171。该环形空间 171 可容纳一个通常为 O 形圈的密封件 172，以便当杆 170 滑动地固定在中央管道 111 的靠近其第二端 113 的直线段部分上时，提供气密的和液密的密封。

圆形向外延伸部分 161 中有一组小孔 162。延伸部分 161 中还有一组流体通道 163。每个流体通道 163 都由流体分流调节器 164（如图 4 所示）分隔开。延伸部分 161 中还有一组小孔 165。小孔 165 通过流体分流调节器 164（见图 4）并最好有内螺纹。

外壁 151 和中央流体减压室 160 的有效组合就包围为一个空间 143。空间 143 与小孔 162 通连，而且当装置 100 如图 3 那样装配时，它还与细长的环形空间 126 通连。

外壁 151 在法兰 152 处终止。法兰 152 与向外伸出的圆形延伸部分 161 分开。法兰 152 中有一组小孔 154。小孔 154 最好有内螺纹并对准基板 141 上相应的小孔 142。外壁 151 通过适当的固定装置如有帽螺钉 144 与基板 141 有效地连接。

盖板 180 中有一组小孔 181。小孔 181 最好轴向对准外缘 161 上相应的小孔 165。通过固定装置 183 如通过小孔 181 和 165 有效连接的螺钉，将盖板固定在分配室 150 上。盖板 180 中最好有一个中央轴向流体分流调节器 185。当装置 100 如图 3 那样安装时，该分流调节器 185 的形状最好为一个圆锥，其顶点向着并对准中央管道 111 的轴线。

装配后，盖板 180 和中央流体减压室 160 限定了一个空心的流体分配空间 158。盖板 180 和减压室 160 还包围了流体通道 163。当装置 100 如图 3 所示那样安装时，分配空间 158 与流体通道 163 及中央管道 111 通连。

当采用手柄 190 时，盖板 180 还有一个中心孔 188。孔 188 有内螺纹并容纳一个有外螺纹的手柄，以便于装配。

图 4 显示了一个分配室 150 的顶视图。小孔 162 对准流体通道 163。流体通道 163 由流体分流调节器 164 分开，形状如锯齿。

装置 100 将第二运动流体（最好是液体）从流体源（没有显示）通过中央管道 111 送入分配空间 158，并随后送入流体通道 163。同时，装置 100 将第一运动流体（最好为气体）从流体源（没有显示）通过通道 122、腔 124、环形通道 126 送入室 143，并从该室经小孔 162 被排出。描述装置 10 和 40 的流体和设备也完全可以用于装置 100。

运动流体的速度或线性的（相对于体积而言）流体速率要根据不同装置如装置 10、装置 40、装置 100 或它们的变型来选择，以便达到一个超过临界 Weber 数的 Weber 数，使进入装置的气态和液态的流体产生理想的气泡直径或尺寸，如下所述。熟练的技工可以不经过实验就选择好合适的装置并确定令人满意的操作条件。熟练的技工还可以不经过实验并且不超出本发明的本质和范围，而对所描述的装置作适当的修动。

在本发明范围内的装置，如图 1、2、3 中所描绘的那些装置，通常有很广泛的应用。直观的、非限制性的用途包括：在处理废水的生物反应器

中提高氧气或空气往水中的转移，改善在聚合反应的一个或多个阶段中氧激活的聚合抑制剂的性能，总之，改善至少一种气体在液体中的可溶性。基于这一点来说，本发明的一个具有商业意义的应用，是用溶解方法或界面方法生产聚碳酸酯，其中气态的碳酸衍生物如碳酸氯与二羟基化合物如芳香族二羟基化合物双对羟基苯基丙烷（通常称为“双酚-A”）在包含双酚-A和碳酸氯的同系物溶液中反应（溶解方法），或在一个两相系统中，其中双酚-A溶于或悬浮于一种有机碱的水溶液和有机溶剂（如亚甲氯）中，并且还可溶解碳酸氯和双酚-A反应产物聚碳酸酯（界面方法）。各种间歇或连续的单元运行工艺和配置，包括活塞式或连续式的搅拌槽反应器，都已在已有技术例如在美国专利 4,737,573 和 4,939,230 和各种在此引用的参考书中有过描述。熟悉聚碳酸酯技术的人会认识到本发明的剪切混合装置将可以适当并称心地用于很多这样的工艺过程，以改善建立在其中的流动系统，而且对于那些将碳酸氯吹成气泡通入亚甲氯有机溶剂中的工艺方法来说，该装置将有利地改善碳酸氯在亚甲氯中的弥散。

在进一步广泛的方面，熟悉本领域的人会明白，本发明在设备和方法两方面都可以用来减少反应时间，这样，对于任何由质量转移限制动态快速反应气-液反应系统来说，在需要生产预定量的产品的条件下，就减少了所需的反应容器的数量和尺寸（相应地减少了生产该产品的费用），或就已有的反应器和工艺方法可潜在地增加生产。以下将了解到，很多氧化和水合过程都属于这种类型。

例如，生产苯乙烷过酸和过 t-丁基酸氧化工艺过程有很长的反应时间（大约为 1 到 4 小时，见“氧化丙烯”，Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, 第三版, 第 19 卷, 257-261 页(1982))并可能需要大量的反应容器，而苯乙烷过酸和过 t-丁基酸是一方面生产氧化丙烯和苯乙烯另一方面生产氧化丙烯和叔丁基乙醇的著名商业工艺过程的中间产物。在这方面，通常在有百分之 10 - 30 的叔丁基乙醇的情况下，由液态的异丁烷空气氧化物在温度为 95 至 150 摄氏度、压力为 2075 至 5535 千帕的条件下，制备过 t-丁基酸，将百分之 20-30 的异丁烷转化，其中百分之 60-80 转化成 TBHP，百分之 20-40 转化成 TBA。未反应的异丁烷和一部分的生产出的

TBA 从产品流中分离出来,回收到形成过氧化氢物的反应器,见美国专利 4,128,587。苯乙烷过酸也可由一种液态的氧化物,在此情况下是苯乙烷的空气或氧气的氧化物,在 140 至 150 摄氏度及 30 至 30 psia(206-275 千帕的绝压力)的条件下来制备。据报道在 2 至 2.5 小时的反应时间内,过氧化氢物的转化率为百分之 10 到 15,见美国专利 3,351,635;3,459,810 和 4,066,706。

另外一个商业上重要的应用涉及到经对应的烯烃氯代醇来制造环氧衍生物,例如,通过烯丙基氯来制造表氯醇,通过氯丁醇来制造环氧丁烷,通过丙氯仲醇来制造氧化丙烯。这样,在广泛的意义上,为发明能使生产环氧衍生物的工艺过程更有效,或者如上所述,更广泛地有利于其它两相、气-液反应工艺,在这些工艺中,改善气体向液体中的质量转移可得到一些好处。

特别考虑通过烯烃氯代醇中间物制造环氧衍生物的生产,这通常是通过形成烯烃氯代醇,并随后在环氧化步骤中,使该氯代醇与含水的碱金属氢氧化物接触,以形成包含至少一种环氧衍生物的盐的水溶液。本发明的装置和方法(如下将要说明)特别适合于帮助和改善烯烃氯代醇的形成。

在此,形成烯烃氯代醇最好通过将至少一种不饱和的有机化合物与一种低氯的次氯酸水溶液(HOCl)接触,以形成一种包括至少一种烯烃氯代醇的有机产物水溶液。该“不饱和的有机化合物”包含 2 到 10 个碳原子,较好包含 2 到 8 个碳原子,最好包含 2 到 6 个碳原子。该有机化合物选自包含替代的和非替代的链烯族,可能是链状的、分枝状的或环状的,最好是链状的。合适的链烯包括戊烯、丙二烯、丁二烯、异戊二烯、烯丙醇、肉桂醇、丙烯醛、异亚丙基丙酮、乙酸烯丙酯、烯丙基醚、氯乙烯、烯丙基溴、2-甲基丙烯醇、丙烯、丁烯、乙烯、苯乙烯、己烯、烯丙基氯和其同系物和类似物。丙烯、丁烯、乙烯、苯乙烯、己烯、烯丙基氯为较好的链烯,更好为丙烯、丁烯和烯丙基氯,最好为丙烯。链烯最好为非替代的,但也可以是惰性地替代的。“惰性地”意味着链烯被任何不会干涉氯代醇或环氧化物的形成的基团所替代。惰性的替代物包括氯、氟、苯基等。对于在此所总结的这种类型的环氧化工艺过程和相应的氯代醇的形成步骤的更详细描述,可在共同转让的美国专利 5,486,627 和 5,532,389 中发现(这些文献包括进了本文的参考资料中)。

虽然该方法和专利的优选实施例包含使用低氯的 HOCl 水溶液,熟悉本领域的人员将很容易认识到该方法还适用于采用次氯酸盐溶液,特别是在有化学计算量的氯化物存在的情况下,同时该方法还用于将氯气部分或全部溶解到水中。

为了得到最佳结果,通常加入足够数量的有机化合物,使有机化合物与低氯 HOCl 的摩尔率大于 0.8。为了确保低氯 HOCl 完全反应,所提供的有机化合物的数量至少要达到化学计算量。较好的是提供 0 到 25 个摩尔百分数的过量有机化合物,更好的是将 0-10 个摩尔百分数的过量有机化合物供入反应器中。随后可回收未反应的有机化合物,使其与 HOCl 接触。当提供了超过反应所需量的有机化合物时,一个熟练的技工完全可以采用各种方法,回收未反应的有机化合物。

导入的低氯 HOCl 溶液的重量浓度通常为 1.0% 到大约 10%、较好为 2% 到 7%,最好是使 HOCl 在水中的重量约为 7%。这样,在所需要的水和副产品的形成之间建立了平衡。令人惊奇的是,使用本发明的剪切混合装置,可以在形成不溶有机物——一种大大增加副产品生成的条件之前,使得进行该工艺过程时的浓度比不用本发明的剪切混合装置时要高百分之 20。当然,以较高的 HOCl 浓度进行操作,对于减小与本工艺有关设备的尺寸和费用来说是理想的。

可将有机化合物以任何足以形成氯代醇的方法与 HOCl 溶液接触。通常是将有机化合物和 HOCl 以某种方法导入到一个反应器中,使反应器中所有的反应产物有最大的均匀度。HOCl 与有机化合物的接触最好发生在连续或半连续的反应器中。在连续的反应器如连续的管式反应器中,同时进行反应物的导入和产物的排出。相反,一个半连续反应器的例子可能是这样的一个反应器,即已有规定数量的有机化合物放在该反应器中,然后将 HOCl 溶液连续地供入反应器,生产出氯代醇产品累积在反应器中。最好是在连续反应器如活塞式反应器或返混式反应器中混合时发生接触。在活塞式反应器中反应物从一端导入而产品从另一端排出,且沿该反应器有一点返混,连续的管式反应器就是一例。返混式的反应器中反应物完全与导入材料混合,使得在整个反应容器中产品和反应物浓度均匀。连续流动搅拌反应槽(CSTR)即

为这种类型的连续反应器的一例。

温度、压力条件和反应时间都不严格。任何可使 HOCl 与有机化合物反应的条件都是适用的。导入反应器的 HOCl 溶液的温度大约为 30-60 °C, 最好为 40 °C。HOCl/有机化合物合适的反应温度至少为 40 °C, 因为较低的温度需要冷冻或其它冷却。更好是使反应温度至少为 60 °C。反应温度小于 100 °C 为好, 更好是小于 90 °C (以避免反应器中水和有机化合物的蒸发), 更好是小于 80 °C (以避免在此温度以上不良地增加副产品的形成)。

采用活塞式反应器时, 通过一个垂直于 HOCl 溶液流向的管, 将链烯气体导入 HOCl 溶液中。在这方面, 本发明的剪切混合装置是这种设计的, 即液体表面速度至少为约 15 英尺/秒(4.6 米/秒), 较好为约 22 英尺/秒(6.7 米/秒), 更好为至少约 30 英尺/秒(9.1 米/秒), 并且小于约 100 英尺/秒(30.5 米/秒), 最好小于约 50 英尺/秒(15.2 米/秒)。当导入液流中时, 气体表面速度至少约 3 英尺/秒(0.9 米/秒), 更好至少约 6 英尺/秒(1.8 米/秒), 并且小于约 30 英尺/秒(9.1 米/秒), 最好小于约 20 英尺/秒(6.1 米/秒)。液体表面速度与气体表面速度的比至少为 1.0, 最好至少约为 1.5, 并且小于 10 左右, 最好小于 8。为满足这些条件, 当气体的体积一般大于液体的体积时, 可能需要多个本发明的剪切混合装置。当采用多个装置时, 在装置之间提供足够的空间, 这样在导入额外的有机化合物到液体流中之前, 就至少有百分之 80, 最好至少百分之 90 的有机物进行了反应。

以 CSTR 作为反应器, 通过利用回收线路, 可用较高的液体体积流量, 该回收线路从反应器中移走液体, 使液体通过混合装置而回到反应容器中。在这样的作业中, 新的 HOCl 溶液或者在本发明的剪切混合器之前与回收流混合, 或者通过一条独立线路被导入 CSTR 容器中。该 CSTR 容器任选地附带有辅助的常规混合装置, 例如常规的机械搅拌器, 以保持反应物和产物在容器中的均匀分布。在这种特殊情况下, 本发明剪切混合装置的设计是这样的, 即液体表面速度至少为约 15 英尺/秒(4.6 米/秒), 较好为约 22 英尺/秒(6.7 米/秒), 更好为至少约 30 英尺/秒(9.1 米/秒), 并且小于约 100 英尺/秒(30.5 米/秒), 最好小于约 50 英尺/秒(15.2 米/秒)。当导入液流中时, 气体的表面速度至少约 3 英尺/秒(0.9 米/秒), 更好至少约 6 英尺/秒(1.8 米/秒), 并且小于约 30 英尺/秒

(9.1 米/秒),最好小于约 20 英尺/秒(6.1 米/秒)。液体表面速度与气体表面速度的比至少为 1.0,最好至少约为 1.5,并且小于 10 左右,最好小于 8。虽然一般只需一台本发明的装置来满足这些需要,根据反应器的几何形状和所使用的剪切混合装置的尺寸,可考虑采用更多的装置。

在大多数采用 CSTR 的优选实施例中,CSTR 等温作业,而活塞式反应器一般绝热地作业。因此,反应热被便利地从 CSTR 中除掉,例如通过循环热交换器和/或反应器外套来除热。为了使外部对反应器的加热或冷却减到最小,反应热最好与供原料的供入温度相配合,这样反应热将供入温度提高到理想的反应温度。使温度配合是本领域内的已有技术。例如,一摩尔的 HOCl 供入浓度(约百分之 5 重量浓度的 HOCl)与丙烯绝热地反应提高温度约 55 °C。因此,如果反应温度约 90 °C 是理想的,则供入温度应为约 35 °C。供入温度与反应温度的差距较小则需要冷却,而该差距较大则需要加热。以任何本领域的已有技术,如带外套的反应容器、反应器中可浸入液体的盘管或一个外部回路中的热交换器,都可实现对温度的控制。

合适的压力至少约为大气压(约 101 千帕),最好至少约为 2 个大气压(202.6 千帕)。较高的压力增强有机化合物往 HOCl 溶液的质量转移,增大了整个反应的速率。合适的压力小于约 150psig(1037 千帕),更好是小于约 100psig(691 千帕),因为较低的压力需求减小了反应器的制造成本和将气体导入反应器的能量消耗。

氯代醇形成步骤的反应时间,由以下因素决定:所用的反应物、反应温度、预想的转化程度、通过本发明的剪切混合装置的液体与气体的体积比、过量的有机化合物、反应器的压力、HOCl 供入料中氯化物的含量,以及 HOCl 的供入浓度。在本领域有经验的人可以确定 HOCl 与有机化合物反应所需的足够的时间。例如,当将丙烯作为 CSTR 中的有机化合物时,在上述的最佳条件下,可很理想地将反应时间减小到约为两分钟,更好可减小到约为 1 分钟。合适的反应时间小于 10 分钟,更好是小于约 5 分钟,以便减小生产预定数量产品所需的容器尺寸。烯丙基氯的反应比丙烯的反应更快,从而反应时间更短,而丁烯或己烯的反就比丙烯的反应慢,需要更长的反应时间。

HOCl 在 CSTR 中的转化至少约为 90 摩尔百分数,最好大于 98 摩尔百分数。这样在反应器中,被从已反应 HOCl 溶液中的水所稀释的 HOCl 的浓度,不超过重量浓度 0.2%,最好小于重量浓度 0.1%。较低的转化程度导致从氯代醇,如丙烯氯乙醇 (PCH) 的氧化中产生较高的氯化酮,如一氯丙酮 (MCA),和其它非所要求的副产品。在 CSTR 中合适的转化率小于约 99.8 摩尔百分数;较高的转化率虽然是可能的,但需要更长的停留时间,从而需要更大的设备来生产预定数量的产品。

与本发明介绍中所提及的 Motarjemi 和 Jameson 所发现及表达的要求一致,本发明的应用特征涉及到在液体中产生小气泡。在很多应用场合气泡的平均直径小于 0.5 毫米,本发明的装置和方法的独特之处在于,可以为各种应用经济地产生这样尺寸的气泡,并且在其它的一些应用场合,气泡的平均直径还可以小于 0.1 毫米。属于本发明范围内的装置特别适用于本发明的方法特征。该方法包括两个独立的动作,用于将气体与流动的液体接触。一个动作是将气体置于压力下,在经过一个分隔气体和液体的元件上至少一个小孔,将该气体导入液体、最好是流动的液体中时,该压力足以产生气泡。另一个动作是根据该气体和液体的物理性质,使流动液体通过小孔,其线性流动速率产生的 Weber 数足以超过理想气泡尺寸的临界 Weber 数。实际上,该流速促使刚在小孔产生的气泡细分。细分有效地导致产生具有理想直径的更小的气泡。

这样,本发明的方法能有效地控制在液体中产生的气泡的尺寸。装置 10、40、100 和它们的变型都以该方法应用。气泡尺寸的控制,反过来又导致了以决定可达到的质量转移的表面面积的方法,来控制气体向液体中的质量转移。

一个叫 Weber 的无量纲数,被用来预测气泡尺寸与流动液体之间的关系。G.J.Jameson 在"气泡运动",第 588 页中提到了由 D.A.Lewis 和 J.F.Davidson 所著的文章"在剪切流中的气泡分裂", Trans. IChemE.第 60 卷,283-291 页(1982)。Jameson 说 Lewis 和 Davidson 采用"临界 Weber 数"或 Wecrit,来描述试图分裂或细分气泡的力与表面张力的临界比值,该表面张力试图保持给定气泡的尺寸,或者,如果它足够大,使气泡恢复更大的尺

寸。超过临界的 Weber 数使得气泡分裂。

本发明利用流体流过小孔产生的应力场来控制气泡的尺寸,气泡最初是从小孔中产生的。如果流动的流体有足够的速度,应力场将大到足以超过临界的 Weber 数,气泡将细分。气泡的细分将不断进行直至产生的气泡的尺寸满足该临界 Weber 数为止。Weber 数由以下等式定义:

$$We=r*u^2*dm /s$$

其中:

r=液体的密度

u=应力场中流体的速度

dm =气泡直径

s=各相之间的表面张力

本发明既可以应用于聚合液体如清水,也可应用于非聚合液体如从某些工业工艺过程中生产的盐废水(具有 0.9%重量以上的氯化钠的废水在出版物中报告为非聚合的),还可应用于单体流,该单体流依例如氢键等因素,既可以是聚合的,也可以是非聚合的。这里所说的"聚合",意思是气泡一旦产生,就趋向于相对迅速地合并成较大的气泡。这里所说的"非聚合",意思是气泡一旦产生,就趋向于保持其各自的尺寸。

单体流或供入流中适合于带有一种阻聚剂,该阻聚剂被气体活化。气体可以是一种聚合反应的反应物,在该反应中气体往液体中有效的质量转移是所期望的。在另外一个实施例中,该气体是可溶于该液体的。

在实际应用中,例如上述的向含盐废水(例如,工业工艺过程的废水中氯化钠含量约为百分之3的重量浓度或更大)通气时,加强氧气向含盐废水中的质量转移,增大了生化反应的速率。换句话说,随着质量转移的改善,氧气的利用率增加了。本发明的方法和装置,通过比传统的气泡发生器产生更小的气泡,有效地改善了质量转移。

该改进是通过消耗能量而产生应力场而发生的。能量的消耗与通过混合管的压力下降和液体速度的平方成正比的。一个相对于气泡尺寸而减小能量输出量的实用点发生在 50 到 70 千帕的范围内,如图 6 所示。虽然质量转移的表面积随着能量消耗的增加而增加,能量的成本将超过由质量转移而获

得的利益。一个决定能量成本变为不经济的转折点(对应地,即决定什么气泡尺寸—尽管通过本发明在技术上是可实现的,并且无论是否以平均直径 0.5 毫米或更小为特征—可以经济地实现)将依所选择的最终应用而变化。换句话说,像增进氧-激活阻聚剂的效率这样的最终应用允许比废水处理消耗更大的能量。然而,通常相信本发明的方法和装置,可以为给定的应用以可控制和经济的方式产生比至今为止已有装置所能产生的更小的气泡,而且本发明的方法和装置可以独特地产生非常小的气泡,其尺寸为平均气泡直径 0.5 毫米或更小,特别是小于 0.1 毫米或更小,虽然如上所述,在应用中产生这样小的气泡可能在经济上不是合算的。

下面进一步说明了,但不是限制了本发明的范围。除非另加说明,所有的分数和百分数都以重量为基础。

实施例 1

根据本发明的工艺过程在一个 6 英寸乘 6 英寸(15.2 厘米乘 15.2 厘米)的横截面,高 36 英寸(91.4 厘米)的矩形聚丙烯箱子内进行。将 10% 的重量百分浓度的 NaCl 水溶液装入该箱子,达到 29.7 英寸(75.4 厘米)高。该箱子顶端开口,温度为 68 华氏度($^{\circ}\text{F}$),即 20 摄氏度($^{\circ}\text{C}$)。

在此实施例中所采用的两相混合装置类似于图 1 所示的那种装置。它包括一个 3/8 英寸(0.9 厘米)外径(OD)的不锈钢内空气管道(15),该管道一端封闭,且在距该封闭端 3/8 英寸(0.9 厘米)处以 120° 的间隔角度钻了三个 1/64 英寸(0.04 厘米)的小孔。该两相混合器的外部包括一个 3/8 英寸(0.9 厘米)的 PVC 管接套,该管接套被机加工出 0.423 英寸(1.1 厘米)的内径(ID)。该装置的其余部分包括一个 1/2 英寸(1.3 厘米)的 PVC 三通管,一个 1/2 英寸(1.3 厘米)的不锈钢外螺纹管拧在 3/8 英寸(0.9 厘米)的管材连接件上,该连接件被钻孔以通过 3/8 英寸(0.9 厘米)的管,以及两个 1/2 英寸(1.3 厘米)到 3/8 英寸(0.9 厘米)的管衬套。一个管衬套与三通管的一个开口端相连,而 3/8 英寸(0.9 厘米)的管接套与该管衬套相连。对着管连接件的管与三通的另一个开口端以及 3/8 英寸(0.9 厘米)的被插入并通过管材连接件的管相连,封闭的端使管的头部刚好经过管接套的端部,使得三个 1/64 英寸(0.04 厘米)的孔正好在管接套中。

该两相混合装置与利用第二管衬套与一个 1/2 英寸(1.3 厘米)的内管螺纹接口在箱子底部中央连接,这样混合器垂直向上向箱中排放。March TE-5C-MD 离心泵的排出管与三通管的余下口相连。该泵的吸管与箱子底部的一个 1/2 英寸(1.3 厘米)的内管螺纹接口连接。一个 Wallace and Tiernan model 5120M12333XXL Varea-Meter 型的流量计被设置在排出管中以测量液体的流速。一个空气供给管与 3/8 英寸(0.9 厘米)管相连,空气流速由带 Matheson 综合流量控制器 model 8274 的 Matheson 质量流速转换器测量。

液体的流速为每分钟 1.75 加仑(GPM)(每秒 11×10^{-5} 立方米),而空气的流速为每分钟 1.235 标准升(SLM,标准条件是 0 摄氏度和 760 毫米汞柱)。以这样的流速,箱中充满了小气泡,外观为乳白色,几乎不透明。

从该箱子的顶部悬挂一块 1/8 英寸(0.3 厘米)厚的黑色橡胶板,且该板向下延伸进入箱中的液面下约一又二分之一英尺(0.46 米)处。该板离箱子的前壁几个毫米(mm),创造了一个背景,使得可以在该浅视场区域观察各个气泡。用一个带微摄附件的摄像机对箱子的丙烯壁内的一个小的区域进行录像。将一个 1mm 的栅格透明地粘贴在箱子上并也被录像,以便标定微摄附件的放大率。

用带有 Jog/Shuttle 功能的录像机(VCR)观看该录像带,这样可以分析每一帧录像。用一个毫米标尺对录像机屏幕上的每一帧录像所显示的气泡进行测量。也以这种方法对表示 1mm 栅格的每一帧录像进行观察,同时在同一个屏幕上测量各个分格。这样证实了放大率为 60 比 1(测量的 1.0mm=实际尺寸 0.0154mm)。

在一帧中观察到二十个尺寸在 0 到 0.046mm 范围内的气泡、十个尺寸在 0.047 到 0.154mm 范围内的气泡,四个尺寸在 0.155 到 0.231mm 范围内的气泡,三个尺寸在 0.232 到 0.384mm 范围内的气泡。可以测量到的最小气泡为 0.0154mm,而在此帧中观察到的最大气泡为 0.385mm。

实施例 2

根据美国土木工程协会(American Society of Civil Engineers)(ASCE)清洁水非稳定状态方法—"一个测量氧向清洁水中转移的标准" Amer. Soc. of Civil Eng., New York, N.Y.(1984),在一个设计用于盐废水、结构如图 2 所

示的装置那样的剪切混合装置上进行氧转移试验。试验结果和与已知的商业上可获得的大气泡喷洒器的对比数据如表 I 所示:

表 I

试验号	喷雾器 类型	空气流速 (SLM/SCFM)	水流速 (每分钟升/ 每分钟加仑)	KL a20 (L/小时)	SAE* (1b 氧 HP/小时)
1	大气泡 喷洒器**	50.9/1.7	0	1.6	1.7
2	剪切混合器	22.4/0.75	49.2/13	3.3	2.6
3	剪切混合器	38.9/1.3	49.2/13	5.1	2.5
4	剪切混合器	50.9/1.7	49.2/13	6.2	2.5
5	剪切混合器	53.9/1.8	49.2/13	6.3	2.5
6	剪切混合器	101.8/3.4	49.2/13	9.7	1.8
7	剪切混合器 (5%的盐)	53.9/1.8	49.2/13	15.4	5.7

* SAE=每马力动力每小时的以磅计的氧气标准通气效率。

** 非本发明的实例。

为了在剪切混合装置与大气泡喷洒器之间进行直接对比的目的,采用了 alpha 值(定义为两个试验系统的 K_{La20} 值的比)。在这种情况下,标准的或参考的状态是试验 1,是以大气泡喷洒器(CBD)用于清水。采用试验 1 和 4,在清水中, $\alpha = K_{La20}$ 剪切混合器(试验 4)/ K_{La20} CBD(试验 1)=3.9。采用试验 1 和 7,在 5%的盐水中, $\alpha = K_{La20}$ 剪切混合器(试验 7)/ K_{La20} CBD(试验 1)=9.6。

表 I 中的数据显示本发明相对于传统的大气泡喷洒器的有效性。大于单位值(1.0)的 alpha 值表明剪切混合装置相对于大气泡喷洒器进行质量转移更有效。可以相信质量转移增加,至少部分地是由于增加了表面积而引起的。表面积的增加主要是因为剪切混合器的平均气泡尺寸小于一般的大气泡喷洒器的气泡尺寸。盐试验溶液(试验 7)的 alpha 值提示相对于大气泡喷

洒器在清水中(试验1)的质量转移的改善至少是部分地由于液体的非聚合性质。换句话说,气泡一旦形成,就趋向于维持其个体,而不是与其它的气泡合并或聚合。

实施例3—安装在单体工艺过程中的气体/液体剪切混合器的概述。

为了在一个十阶段反应器的前七个阶段中消除自由基聚合物的形成,安装了七台本发明的气/液剪切混合器,每一台在一个阶段中,以改善空气在反应混合物中的弥散。除了在第一管道50中仅有一个小孔/喷嘴54外,该剪切混合器类似于图2所示的装置(装置40)。空气中的氧气激活了系统中的自由基抑制剂。在安装这些剪切混合器之前,聚合物存在于阶段1到10中,而且经每八小时过滤收集聚合物大约为0.5立方英尺(0.014立方米)。该气/液剪切混合器以11.5SLM的空气流速和每分钟1.0加仑(6.3×10^{-5} 立方米/秒)的溶剂流速进行作业。剪切混合器的喷嘴直径(以每个单个喷嘴54的直径为基准)为3/16英寸(0.5厘米),而喷嘴的长度(从每个混合器的单喷嘴54到管道50的第二、输出端52)为1英寸(2.5厘米)。空气和溶剂在给定的反应器之外混合并通过一个倾斜管被输送到位于反应器中的剪切混合器。由于安装了剪切混合器,在前面的七个阶段中消除了聚合物,而且聚合物的形成已被减少到每8个小时0.25立方英尺(0.007立方米)。

虽然在本实施例中混合器只有一个形成气泡的小孔,更多的小孔将会加强其性能。熟练的技工可不经试验便容易地确定还需要增加多少小孔才适合他们的应用。

实施例4

一个气/液剪切混合器被安装在一个2000加仑(56.6方立米)的容器中,该容器被用来从一种易受到自由基聚合的有机化合物中由空气提出水。空气中的氧气激活了系统中的自由基抑制剂。该气/液剪切混合器(与图3中所采用的类似)以每分钟4.0标准立方英尺(SCFM)(119.7SLM)的空气流速和每分钟50加仑(0.19立方米/分)回收单体的流速进行作业。该剪切混合器的内部直径为1英寸(2.4厘米),长度约为4英尺(1.2米)。最初一批在有机单体中含有重量约2%的水,在十二个小时内气提至少于百分之0.0500。气提条件是80毫米汞柱的绝对压力和60℃。在以该方法进行的气提的四个批量中,

没有形成任何聚合物。

实施例 5

一个直径 0.6 米高 4.57 米的容器中有高 4.27 米的液体,其中充满了来自工业废水处理设备的已驯化 (acclimated) 的激活污泥。总的悬浮固体 (TSS) 为 2600 毫克/升。 0.086 立方米的液面上的空间以由 Brooks Instrument Mass Controller(model 5851 I)测量出的 5SLM 的氮气来清洁。液体以 0.19 立方米/小时供入,并且停留时间为 6.3 小时。该液体是从工业氧化烃工厂出来的废水,其盐浓度为 70 克/升(约 7% 的重量百分浓度)。作用物的浓度为 150 毫克/升。该系统用喷嘴直径为 0.005 米的大气泡喷洒器通入 1.14SLPM 的氧气,正如 Brooks Instrument Mass Controller(model 5851 I) 所测,并且让它达到稳定 1 小时。如 Ingold Electronics Inc.Do Sensor/Transmitter(model 4300)所测,溶解的氧气浓度为 0.1 毫克/升,如 Teledyne Analytic Instruments Model TAI 322 多通道氧气监视系统所测,在出口处的氧气为 15.9%,所产生的计算氧气转移效率是 23%。在此,突然将该氧气流导向至一台代表本发明的如图 2 所示的剪切混合装置中,保持氧气的流量与其它参数不变。出口处的氧气浓度立即开始下降而生成物计算的氧气转移效率开始增加。7 分钟之后,转移效率为 50%,出口处的氧气浓度为 10.2%。13 分钟之后,转移效率为 70%,出口处的氧气浓度为 6.4%。52 分钟之后,转移效率为 90%,出口处的氧气浓度为 2.2%,并建立了新的稳定状态值。在此之后,溶解的氧气开始迅速上升到 5 毫升/升的稳定状态值。

实施例 6-8

实施例 6-8 和比较实验 A 和 B 在一个 30 升、垂直安装的圆筒形 CSTR 中进行,该 CSTR 装备有四个垂直的挡板和一个带有一个或两个叶轮的搅拌器。比较实验 A 和 B 采用的下部叶轮是一个 5 英寸直径的 Chemineer™ CD-6,而上部叶轮是 5 英寸直径的 Chemineer™ A-315。实施例 6-8 仅采用 Chemineer™ A-315 叶轮。

实施例 6-8 中,HOCl 水溶液被连续地加到叶轮的附近。液体从 CSTR 的底部泵出并经回收线路返回到 CSTR 中,该回收线路与本发明的 0.295 英寸内径的剪切混合装置(结构如图 2 所示)相连,该混合装置是装在容

器的外壁上的,回收线还从剪切混合装置经过容器壁延伸到刚好在叶轮底部之下的一点上。通过内径为 0.295 英寸的管,链烯气体垂直于液体流进入混合装置。以与供入速度相同的速度连续地将产出物从容器中移走,以保持 CSTR 中液面恒定。

实验 A 和 B 中,HOCl 水溶液被连续地加到下部叶轮的底部附近。链烯气体通过一个由 1/4 英寸直径的管构成的 4 英寸直径的喷洒环,被加到下部叶轮的下面。在喷洒环上间隔均匀分布着 12 个 1/32 英寸的孔。通过一个底部的泵不断地将产品从容器中移走,以保持 CSTR 中液面恒定。

实施例 6—用本发明的剪切混合装置生产丙烯氯乙醇。

上述的 CSTR 在 50 psig 的压力、69 °C 的条件作业,并且有一个速度为每分钟 400 转(rpm)的搅拌器。一种 5.8%重量百分浓度的 HOCl 溶液以 255 磅/小时的流量,与水以 215 磅/小时的流量一同加入。液体通过混合器以 3200 磅/小时的流量回收,液体的表面速度为 31 英尺/秒。丙烯气体通过混合器以 12.5 磅/小时的流量加入,气体的表面速度为 10 英尺/秒,液体对气体的表面速度之比为 3.1。产品以 483 磅/小时的流量连续地从 CSTR 的底部移走。反应时间 2 分钟,HOCl 的转化率为 99%,以丙烯为基准的丙烯氯乙醇的产出率为 98%。

对比试验 A—用传统的气体喷洒器生产丙烯氯乙醇。

CSTR 在 50 psig 的压力、71 °C 的条件作业,搅拌器转速为每分钟 560 转(rpm)。一种 5.65%重量百分浓度的 HOCl 溶液以 115 磅/小时的流量,与水以 63 磅/小时的流量一同加入。新的丙烯通过喷洒环以 4.7 磅/小时的流量与从反应器液面上空间回收的流量为 10 磅/小时的丙烯一同加入。产品以 183 磅/小时的流量连续的移走。反应时间为 12 分钟,HOCl 的转化率为 99.8%,以丙烯为基准的丙烯氯乙醇的产出率为 97.5%。

实施例 7—用本发明的剪切混合装置生产丁烯氯乙醇

用速率为 8.1 磅/小时的丁烯气体重复实施例 6 的作业程序。反应条件包括 20 psig 的压力/66 °C,单叶轮的搅拌器转速 400rpm。供入的液体是流量为 150 磅/小时的 5.6%重量百分浓度的 HOCl 溶液和流量为 168 磅/小时的水。液体通过剪切混合装置以 3400 磅/小时的流量回收,其表面速度为 31.9

英尺/秒。气体的表面速度为 11.8 英尺/秒,液体对气体的表面速度之比为 2.7。产品以 326 磅/小时的流量被连续地从 CSTR 中移走。反应时间为 3 分钟,HOCl 的转化率为 99.8%,以丁烯为基准的丁烯氯乙醇的产出率为 94.9%。

对比实验 B—用传统的气体喷洒器生产丁烯氯乙醇

依对比实验 B 的操作程序,丁烯以气体的形式按 4.7 磅/小时的供入量供入喷洒环。反应条件包括 20 psig 的压力,52 ℃,搅拌器转速 550rpm。供入的液体是流量为 95.5 磅/小时的 4.9%重量百分浓度的 HOCl 溶液和流量为 57.5 磅/小时的水。产品以 158 磅/小时的流量被连续地移走。反应时间为 15 分钟,HOCl 的转化率为 99.5%,以丁烯为基准的丁烯氯乙醇的产出率为 94.2%。

实施例 8—用本发明的剪切混合装置生产己烯氯乙醇

依实施例 6 的操作程序,用 7.2 磅/小时的 1-己烯代替丙烯。反应条件包括 3.8 psig 的压力,78 ℃,搅拌器转速 450rpm。供入的液体是 2.14%重量百分浓度的 HOCl 溶液。液体通过剪切混合装置以 3080 磅/小时的流量回收,其表面速度为 29 英尺/秒。气体的表面速度为 29 英尺/秒,液体对气体的表面速度之比为 1.0。产品以 166 磅/小时的流量被连续地移走。反应时间为 14.4 分钟,HOCl 的转化率为 100%,以己烯为基准的己烯氯乙醇的产出率为 88.2%。

说明书附图

图 1

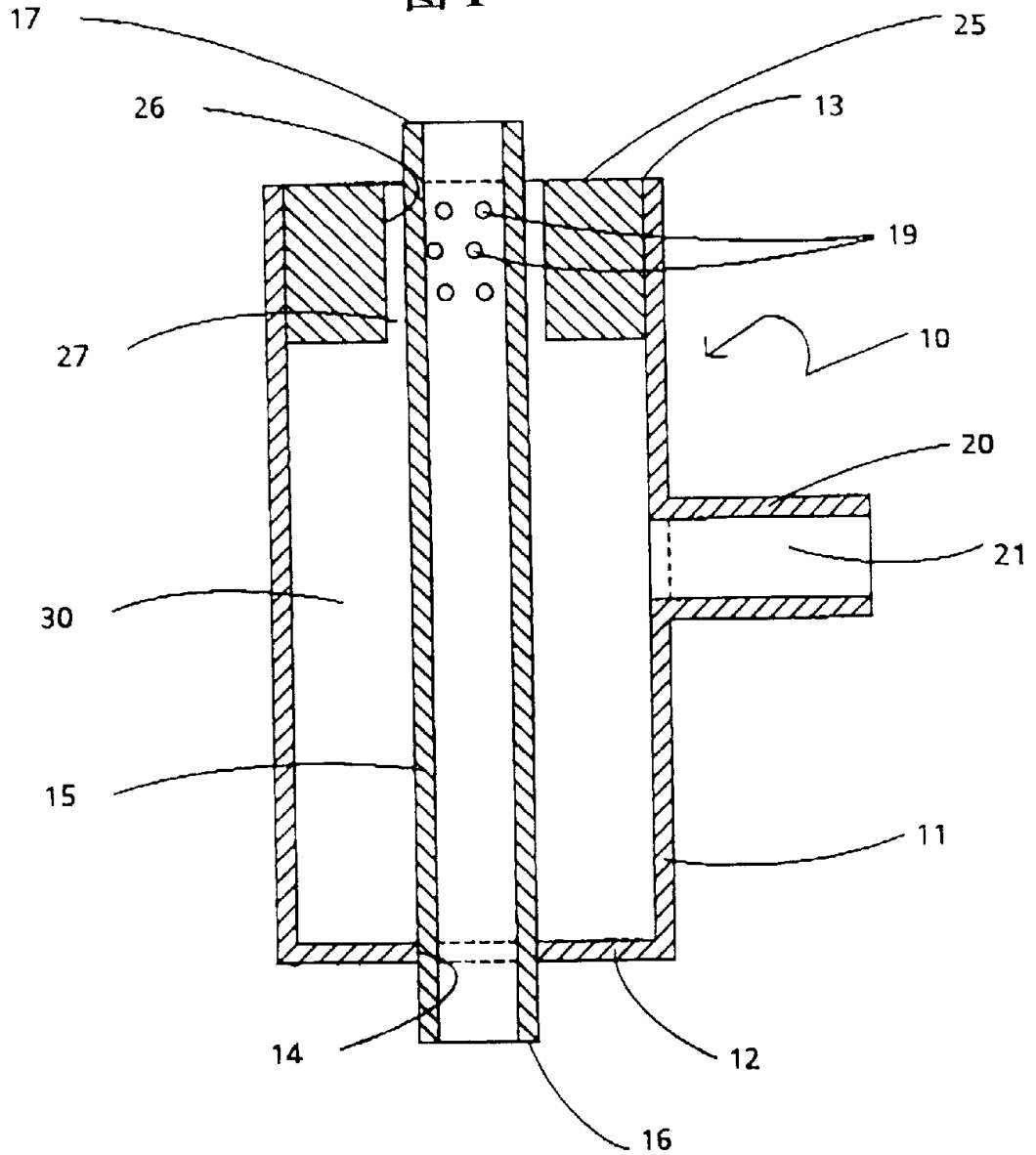


图 2

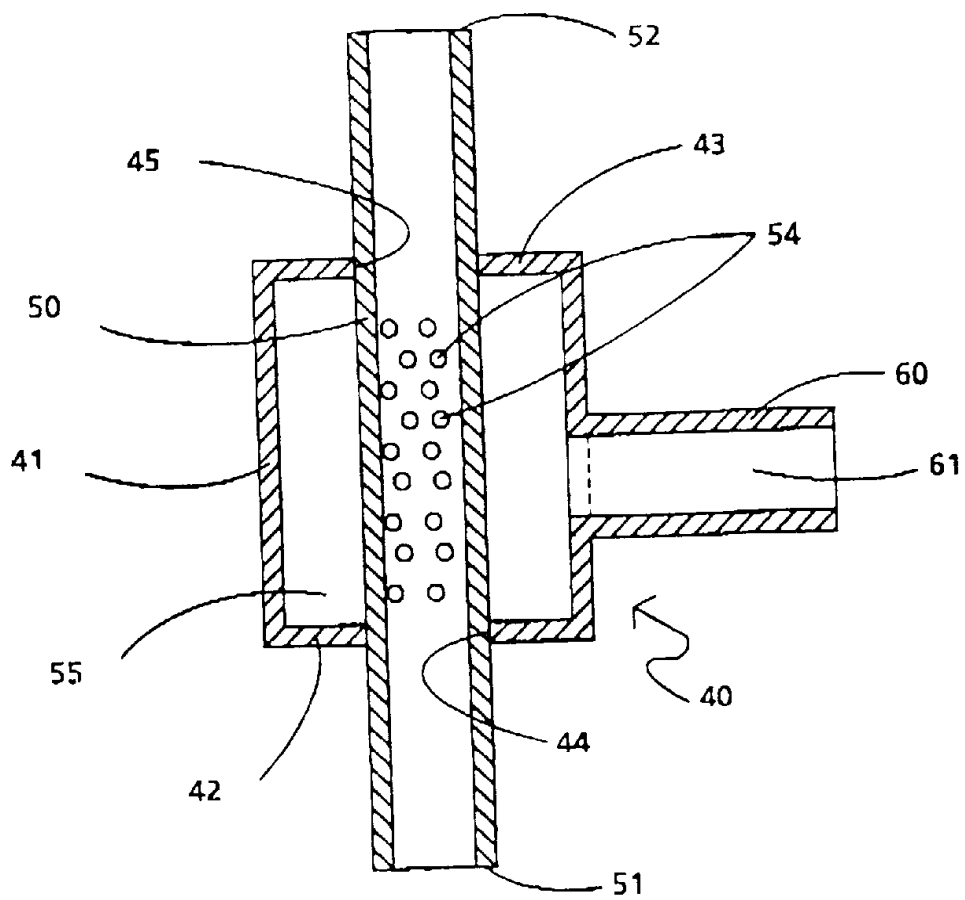


图 3

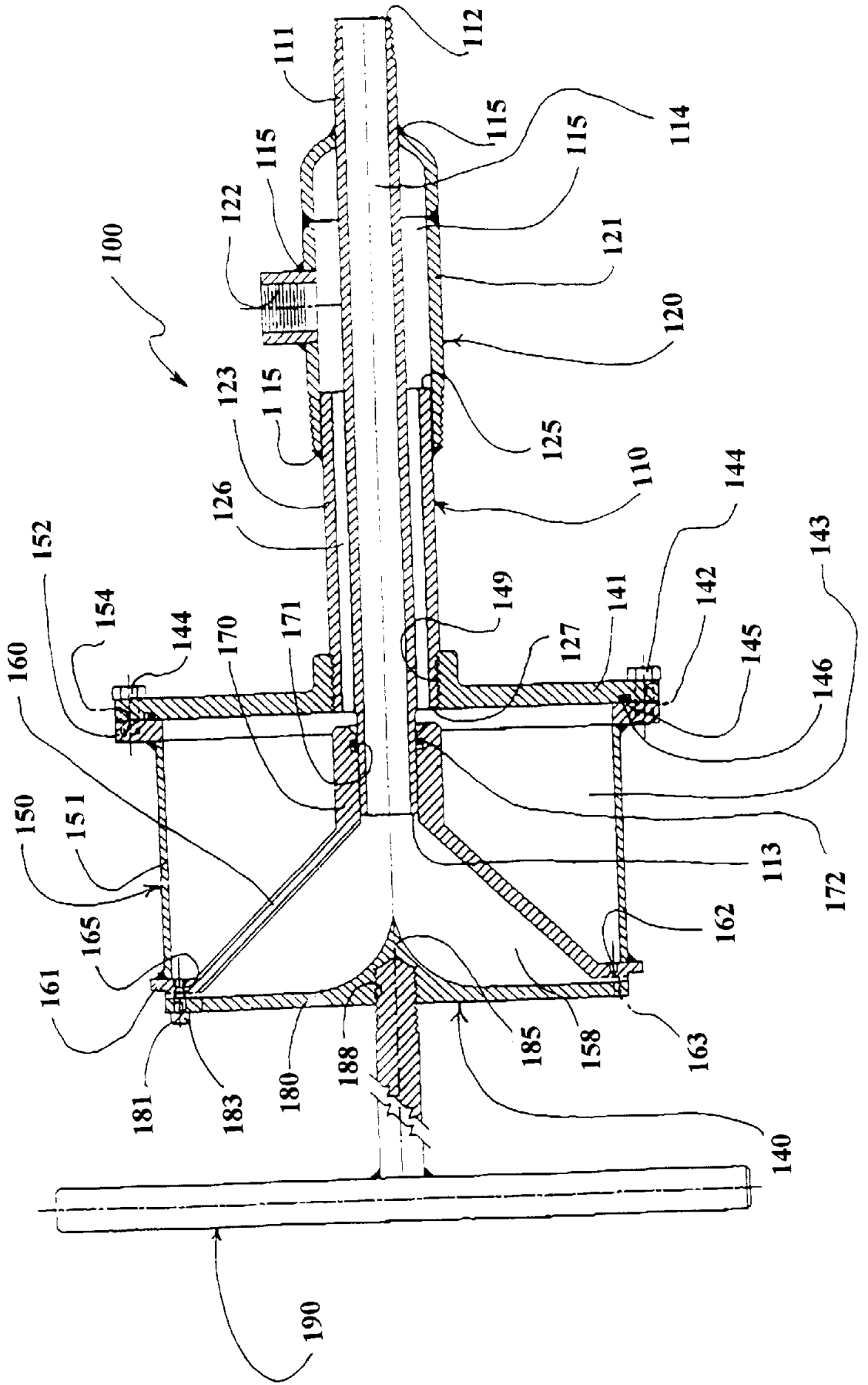


图 4

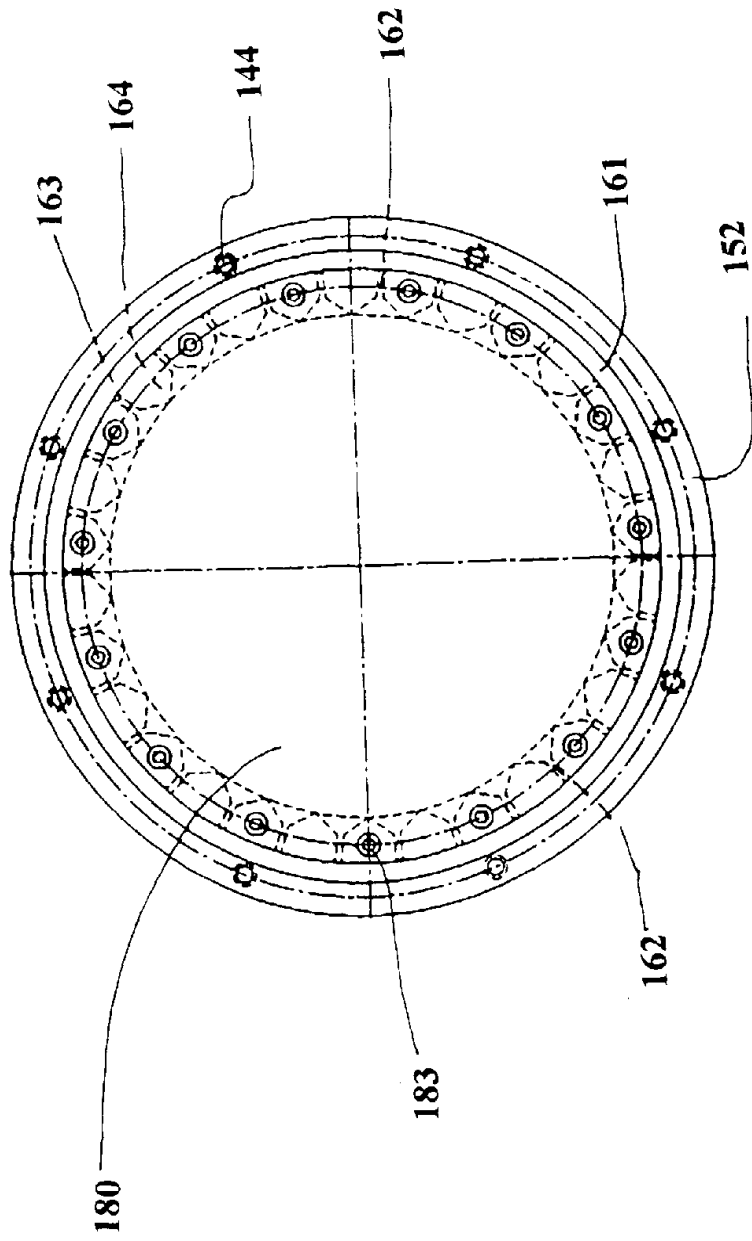


图 5

k_{La} 与气体流量的关系 @ 13 GPM - 剪切混合器

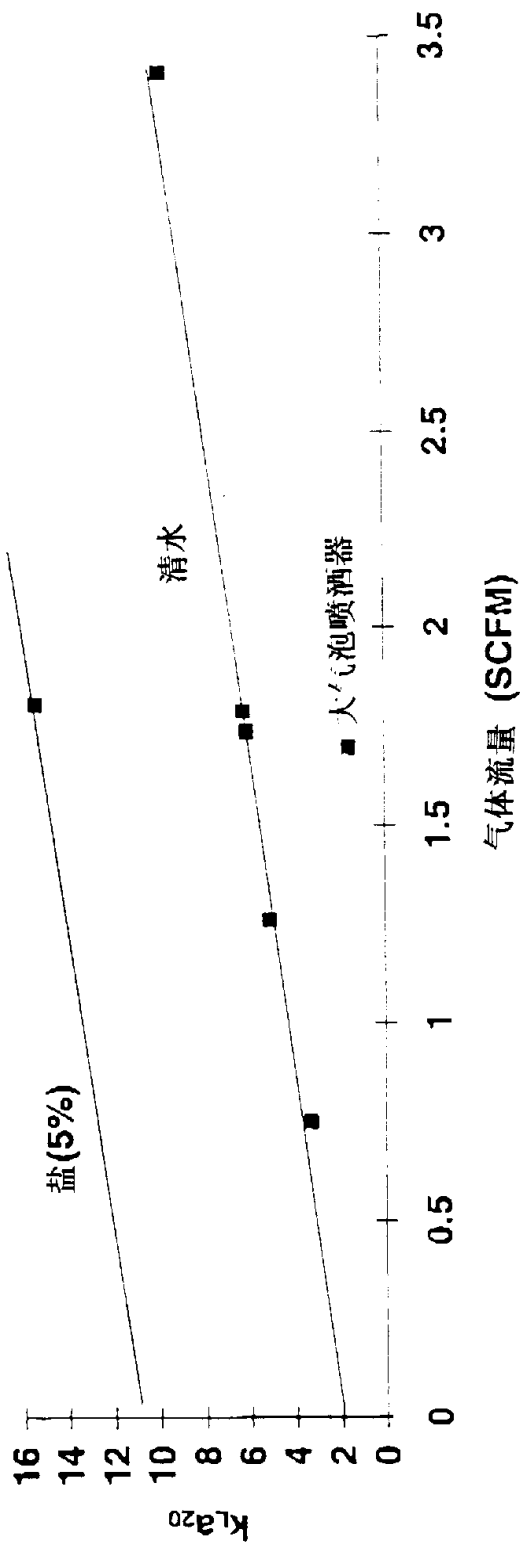


图 6
气泡直径与压力差关系

