



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 114959752 B

(45) 授权公告日 2024. 02. 13

(21) 申请号 202210474044.2

G25B 3/11 (2021.01)

(22) 申请日 2022.04.29

G25B 3/03 (2021.01)

G25B 3/20 (2021.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 114959752 A

(56) 对比文件

(43) 申请公布日 2022.08.30

US 2022090275 A1, 2022.03.24

CN 104947138 A, 2015.09.30

(73) 专利权人 浙江工业大学

CN 110697953 A, 2020.01.17

CN 114277388 A, 2022.04.05

地址 310014 浙江省杭州市拱墅区潮王路
18号

DE 2658382 A1, 1978.06.29

(72) 发明人 褚有群 唐浩 柳鑫雨 赵岚军

CN 1756860 A, 2006.04.05

周伟涛 刘鑫

US 5486272 A, 1996.01.23

(74) 专利代理机构 杭州天正专利事务所有限公

US 2022064807 A1, 2022.03.03

司 33201

CN 212152452 U, 2020.12.15

专利代理师 崔国艳

US 4834858 A, 1989.05.30

CN 107840416 A, 2018.03.27

(51) Int. Cl.

审查员 李丽

G25B 9/00 (2021.01)

G25B 3/09 (2021.01)

权利要求书2页 说明书10页 附图2页

(54) 发明名称

电化学反应器、系统及在电解合成2,6-二氯
苯甲腈中的应用

(57) 摘要

本发明公开了一种电化学反应器,包括阳极
反应组件和可转动地穿设于阳极反应组件中的
阴极反应组件;阳极反应组件包括阳极管、第
一端部封闭组件和第二端部封闭组件,阳极管、第
二端部封闭组件的管壁上设有阳极接线口、阴极
接线口;第一、第二端部封闭组件分别密封设置
于阳极反应组件的第一、第二端口处;阴极反应
组件包括顺次连通的进液管、阴极管组和出液
管;本发明还包括系统及在电解合成2,6-二氯苯
甲腈中的应用,包括以下步骤:将原始电解液加
热至40~50℃后输入动态管式电化学反应器中;
控制电化学反应器各参数后进行电解后旋蒸、萃
取除盐,旋蒸后即得到2,6-二氯苯甲腈。本发明
的有益效果是:电极表面不会成膜、电解效率高、
能耗低、副反应少。



1. 电化学反应器,其特征在於:包括阳极反应组件和阴极反应组件;所述阳极反应组件包括阳极管、第一端部封闭组件和第二端部封闭组件,所述阳极管具有互通的第一端口和第二端口,并在所述阳极管的管壁上设有阳极接线口;所述第一端部封闭组件和第二端部封闭组件分别密封设置于所述第一端口和第二端口处,且所述第二端部封闭组件的管壁上设有阴极接线口;所述阴极反应组件可转动地穿设于所述阳极反应组件中,包括进液管、出液管和阴极管组,所述进液管可转动地穿设于所述第一端部封闭组件中,所述出液管可转动地穿设于所述第二端部密封组件中,其中所述进液管的内端部、所述出液管的内端部分别与所述阴极管组的两端部固定连接;所述进液管的外端部与驱动机构相连接,用于驱动所述阴极管组、所述出液管同步旋转;所述出液管的管壁通过电刷与所述阴极接线口的内端接触;

所述阴极管组包括多根阴极管以及设置于阴极管端部的扰流叶轮组件,所述阴极管顺次连接成一直管状结构;所述直管状结构的左端通过所述扰流叶轮组件与所述进液管的内端部相连接;所述直管状结构的右端直接与所述出液管的内端部连接,或者,所述直管状结构的右端通过所述扰流叶轮组件与所述出液管的内端部连接;所述阴极管组还包括至少一对反流叶轮组件,相邻两所述阴极管的端部通过反向固连的两套所述反流叶轮组件顺次连接成直管状结构。

2. 如权利要求1所述的电化学反应器,其特征在於:

所述第一端部封闭组件包括第一端盖、第一端板、第一轴承以及第一密封环;

所述第一端盖内设有用于支撑所述进液管的第一轴承;所述第一端盖的内端口通过夹套或者法兰与所述阳极管的第一端口固定连接,所述第一端盖的外端口固装所述第一端板;

所述进液管穿设于所述第一端盖和第一轴承中,并且所述进液管与所述第一端盖转动配合;所述进液管的内端部通过所述扰流叶轮组件与所述直管状结构的左端部固定连接;

所述进液管的内端部与所述第一端盖之间设有第一密封环,用于防止电解液流入所述第一端部封闭组件内。

3. 如权利要求2所述的电化学反应器,其特征在於:

所述第二端部封闭组件包括第二端盖、第二端板、第二轴承以及第二密封环;

所述第二端盖内设有用于支撑所述进液管的第二轴承;所述第二端盖的管壁上设有阴极接线口;所述第二端盖的内端口通过夹套或者法兰与所述阳极管的第二端口固定连接,所述第二端盖的外端口固装所述第二端板;

所述出液管穿设于所述第二端盖和第二轴承中,并且所述出液管与所述第二端盖转动配合;所述出液管的内端部通过所述扰流叶轮组件与所述直管状结构的右部固定连接;

所述出液管的内端部与所述第二端盖之间设有第二密封环,用于防止电解液流入所述第二端部封闭组件内。

4. 一种根据权利要求3所述电化学反应器构建的系统,其特征在於:包括驱动机构以及通过连通管路顺次连通的贮液槽、循环槽、磁力循环泵、三通阀、流量计、所述电化学反应器和缓冲器,所述的贮液槽的出液口与所述的循环槽顶部进液口管路连通,所述电化学反应器的出液管与所述循环槽的顶部进液口之间设置有缓冲器,所述循环槽的底部出液口与所述磁力循环泵的进液口管路连通;所述磁力循环泵的出液口与三通阀的一端管路连通,三

通阀的另一端与所述流量计的进液管口管路连通,所述流量计出液管口与所述电化学反应器的进液管管路连通,所述三通阀的剩余端配装控制阀门,用于进行放液;所述电化学反应器的出液管与所述循环槽的顶部进液口管道连接;所述电化学反应器的外部设有驱动机构,且所述驱动机构的动力输出端与所述进液管相连接,用于驱动所述整个阴极反应组件转动;所述电化学反应器的阳极接线口、所述阴极接线口通过导线与电源的正极、负极电连接。

5. 一种利用权利要求4所述系统在电解合成2,6-二氯苯甲腈中的应用,其特征在于,所述应用包括以下步骤:

1) 将原始电解液加热至40~50℃,其中所述的原始电解液为2,6-二氯苯甲醛、碘化钾、乙酸铵、碳酸钠溶于无水乙醇配置成混合溶液;

2) 将步骤1)得到的加热后的原始电解液输入电化学反应器中;

3) 控制电化学反应器温度为30~70℃,阴极反应组件转速为600~1400rpm,电流密度为500~1500A/m²,对电化学反应器中的原始电解液进行通电电解,直至原始电解液的电解时间满足以下公式时,反应结束,得到最终的电解完成液:

$$t=0.3063m/I \quad (1)$$

式中t为电解时间(h);m为2,6-二氯苯甲醛投料质量(g);I为实际电解时通入的电流(A);

4) 将步骤3)获得的电解完成液取出后,经旋蒸、萃取除盐,旋蒸后即得到2,6-二氯苯甲腈。

6. 如权利要求5所述的应用,其特征在于:所述电化学反应器中电流密度与管道长度关系遵循如下公式:

$$L^* \equiv \pi r_1 J_{s,c} L / (2zFN) \quad (2)$$

式中L*为无量纲电极长度;r₁为阳极管内壁半径(m);J_{s,c}为管式反应器阴极的电流密度(A/m²);L为管式反应器长度(m);z为转移电子数;F为法拉第常数;N为电解液体积流速(m³/s)。

7. 如权利要求6所述的应用,其特征在于:步骤1)的原始电解液中,乙酸铵与2,6-二氯苯甲醛的投料摩尔比为1:0.5~3,碳酸钠与2,6-二氯苯甲醛的投料摩尔比为1:0~2,碘化钾与2,6-二氯苯甲醛的投料摩尔比为1:0.15~6,乙醇溶液的体积与2,6-二氯苯甲醛的物质的量比例为1.25ml:1mmol。

电化学反应器、系统及在电解合成2,6-二氯苯甲腈中的应用

技术领域

[0001] 本发明涉及一种电化学反应器、系统及在电解合成2,6-二氯苯甲腈中的应用。

背景技术

[0002] 2,6-二氯苯甲腈又名敌草腈,是一种重要的合成转化前体,其已被广泛用于农业化学品、药物化学品和功能材料化学品中间体的合成,是新型农药苯甲酰胺、2,6-二氟苯胺、草可乐、除虫脲和氟虫脲的重要中间体。2,6-二氯苯甲腈还可用作植物芽前除草剂,它具有对植物有毒害浓度低,防除杂草面广,药效高,毒性低等特点。这使得2,6-二氯苯甲腈的需求量不断攀升。

[0003] 电化学反应器作为有机电化学合成装置的核心,按照反应器结构可分为三类:箱式电化学反应器、压滤机式电化学反应器、特殊结构的电化学反应器。其中箱式和压滤机式电化学反应器是结构最简单、应用范围最为广泛的电化学反应器,但是这两种反应器都存在各自的缺点。箱式电化学反应器和压滤机式电化学反应器的时间-空间产率都较低,无法适应大规模连续生产,而且箱式电化学反应器无法适用于要求严格控制传质过程的生产。因此为了适用不同的电化学合成的工艺要求,电化学工作者设计了一系列的特殊结构的电化学反应器,如毛细间隙、固定床、流化床、SPE电化学反应器等来满足不同的反应要求。电化学反应器具有多功能性、无污染或少污染性、易于控制的特点,可以在较温和的条件下合成目标产物,被广泛用于污水处理(如CN109153546A和CN109071279A)和一些电化学生物(如CN113322477A)。

[0004] 目前为止,合成2,6-二氯苯甲腈最广泛的方法是有机合成法,而目前少数使用有机电化学合成技术(如[1]CGütz,Stenglein A,Waldvogel S R.Highly Modular Flow Cell for Electroorganic Synthesis[J].Org.Process Res.Dev.2017.)。相较于目前普遍使用的有机合成法,电化学合成法反应条件温和和污染少。但现有的板框电化学反应器普遍存在时空产率低、副反应多、产品纯度低的缺点。因此开发一种新型的电化学反应器对工业生产尤为重要。

发明内容

[0005] 为了解决板框槽存在的物质在电极表面成膜、能耗高、副反应多且产品纯度低等问题,本发明提供了一种不会在电极表面成膜、可以提高电解效率、能耗低且副反应少的电化学反应器、电反应系统及应用。

[0006] 为解决上述技术问题,本发明采用如下技术方案:

[0007] 一种电化学反应器,其特征在于:包括阳极反应组件和阴极反应组件;所述阳极反应组件包括阳极管、第一端部封闭组件和第二端部封闭组件,所述阳极管具有互通的第一端口和第二端口,并在所述阳极管的管壁上设有阳极接线口;所述第一端部封闭组件和第二端部封闭组件分别密封设置于所述第一端口和第二端口处,且所述第二端部封闭组件的管壁上设有阴极接线口;所述阴极反应组件可转动地穿设于所述阳极反应组件中,包括进

液管、出液管和阴极管组,所述进液管可转动地穿设于所述第一端部封闭组件中,所述出液管可转动地穿设于所述第二端部密封组件中,其中所述进液管的内端部、所述出液管的内端部分别与所述阴极管组的两端部固定连接;所述进液管的外端部与驱动机构相连接,用于驱动所述阴极管组、所述出液管同步旋转;所述出液管的管壁通过电刷与所述阴极接线口的内端接触。

[0008] 作为优选,所述阴极管组包括至少一根阴极管,所述阴极管与叶轮顺次连接成一直管状结构;所述直管状结构的左端与所述进液管的内端部相连接;所述直管状结构的右端直接与所述出液管的内端部连接。

[0009] 作为优选,所述阴极管组包括至少一根阴极管以及设置于阴极管端部的扰流叶轮组件,所述阴极管顺次连接成一直管状结构;所述直管状结构的左端通过所述扰流叶轮组件与所述进液管的内端部相连接;所述直管状结构的右端直接与所述出液管的内端部连接,或者,所述直管状结构的右端通过所述扰流叶轮组件与所述出液管的内端部连接。

[0010] 作为优选,所述阴极管组还包括至少一对反流叶轮组件,相邻两所述阴极管的端部通过反向固连的两套所述反流叶轮组件顺次连接成直管状结构。

[0011] 作为优选,所述进液管的内端部、所述出液管的内端部通过卡槽与所述扰流叶轮组件的转轴连接。

[0012] 作为优选,所述第一端部封闭组件包括第一端盖、第一端板、第一轴承以及第一密封环;

[0013] 所述第一端盖内设有用于支撑所述进液管的第一轴承;所述第一端盖的内端口通过夹套或者法兰与所述阳极管的第一端口固定连接,所述第一端盖的外端口固装所述第一端板;

[0014] 所述进液管穿设于所述第一端盖和第一轴承中,并且所述进液管与所述第一端盖转动配合;所述进液管的内端部通过所述扰流叶轮组件与所述直管状结构的左端部固定连接;

[0015] 所述进液管的内端部与所述第一端盖之间设有第一密封环,用于防止电解液流入所述第一端部封闭组件内。

[0016] 作为优选,所述第二端部封闭组件包括第二端盖、第二端板、第二轴承以及第二密封环;

[0017] 所述第二端盖内设有用于支撑所述进液管的第二轴承;所述第二端盖的管壁上设有阴极接线口;所述第二端盖的内端口通过夹套或者法兰与所述阳极管的第二端口固定连接,所述第二端盖的外端口固装所述第二端板;

[0018] 所述出液管穿设于所述第二端盖和第二轴承中,并且所述出液管与所述第二端盖转动配合;所述出液管的内端部通过所述扰流叶轮组件与所述直管状结构的右端部固定连接;

[0019] 所述出液管的内端部与所述第二端盖之间设有第二密封环,用于防止电解液流入所述第二端部封闭组件内。

[0020] 作为优选,所述直管状结构为阴极管和叶轮的总长、长度在0.5-1.0m,最优长度为0.8m;所述的叶轮为半闭式,叶轮总数在0-4个,叶轮的轴向长度在8-13mm;两侧扰流叶轮的叶片数为6片,中部返混叶轮的叶片数为9片,最优叶轮总数为4个,扰流叶轮2个、返混叶轮2

个,叶轮轴向长度为10mm;所述扰流叶轮组件的叶片高度在0.5-1.5mm;所述进液管和所述出液管的孔径0.25-1.5mm;所述扰流叶轮组件和所述反流叶轮组件中的叶轮均为实心的,并与所述阴极管属于同种金属。所述扰流叶轮组件、所述反流叶轮组件均与所述阴极管的端部通过焊接连接在一起。

[0021] 作为优选,所述第一端盖、所述第二端盖的内端口设有供所述阳极管的端部插入的防漏凹槽,使得所述第一端盖、所述第二端盖与所述阳极管密封配合。

[0022] 作为优选,所述的阴极管和所述的阳极管的管内间距在2-3.5mm,最优管内间距为3mm。

[0023] 作为优选,所述电化学反应器是圆柱体,但不仅限于圆柱体,也可以是球体等形状,同时可以更改柱状电极为网状等形状。

[0024] 作为优选,本发明所述阴极为空心圆管,既作为电极又通过叶轮转动起到分流、反混作用。

[0025] 作为优选,所述阴极管、所述阳极管的材质为铅、石墨、钛基涂层材料;所述钛基涂层材料选用钛基钎铍涂层。

[0026] 作为优选,所述阴极管的材质为石墨,所述阳极管的材质为钛基钎铍图层材料。

[0027] 作为优选,所述阴极管即石墨管的壁厚在2-3mm,最优壁厚为2.2mm;所述阳极管壁厚在3-4mm,最优壁厚为3.5mm。

[0028] 作为优选,所述直管状结构为阴极管和叶轮长度总和,总长为0.8m,叶轮的轴向长度为10mm,叶片的高度为1mm,两侧扰流叶轮数为2,中部返混叶轮数为2,两侧扰流叶轮据中部返混叶轮为76cm。

[0029] 作为优选,所述进液管和所述出液管的孔径1mm。

[0030] 一种根据本发明所述电化学反应器构建的电反应系统,其特征在于:包括驱动机构以及通过连通管路顺次连通的贮液槽、循环槽、磁力循环泵、三通阀、流量计、所述电化学反应器、缓冲器和电源,所述的贮液槽的出液口与所述的循环槽顶部进液口管路连通,所述循环槽的底部出液口与所述磁力循环泵的进液口管路连通;所述磁力循环泵的出液口与三通阀的一端管路连通,三通阀的另一端与所述流量计的进液管口管路连通,所述流量计出液管口与所述电化学反应器的进液管管路连通,所述三通阀的剩余端配装控制阀门,用于进行放液;所述电化学反应器的出液管与所述循环槽的顶部进液口管道连接;所述阳极管一侧设有驱动机构,且所述驱动机构的动力输出端与所述进液管相连接,用于驱动所述整个阴极反应组件转动;所述电化学反应器的阳极接线口、所述阴极接线口通过导线与电源的正极、负极电连接。

[0031] 作为优选,所述驱动机构包括电机和履带,所述电机设置于所述阳极管的外侧,所述电机的动力输出端安装输出齿轮,所述进液管落于所述阳极反应组件之外的管壁上环设齿形套,所述输出齿轮通过履带与所述齿形套啮合,用于驱动所述进液管带动整个阴极反应组件绕自身中心轴周向旋转。

[0032] 作为优选,所述贮液槽与所述循环槽垂直放置,所述电化学反应器与所述循环槽平行放置且所述电化学反应器的高度要低于所述循环槽高度,并且所述贮液槽、所述电化学反应器、所述循环槽之间的管路均采用耐强酸的PVC管或者硅胶管连接。

[0033] 作为优选,所述电化学反应器的出液管与所述循环槽的顶部进液口之间设置有缓

冲器,以降低溶液流速,有利于气体分离。

[0034] 一种本发明所述的电化学反应器的应用,其步骤为:

[0035] 1) 将原始电解液加热至40~50℃,其中所述的原始电解液为2,6-二氯苯甲醛、碘化钾、乙酸铵、碳酸钠溶于无水乙醇配置成混合溶液;

[0036] 2) 将步骤1)得到的加热后的原始电解液输入电化学反应器中;

[0037] 3) 控制电化学反应器温度为40~55℃,阴极反应组件转速为800~1000rpm,电流密度为700~900A/m²,对电化学反应器中的原始电解液进行通电电解,直至原始电解液的电解时间满足以下公式时,反应结束,得到最终的电解完成液:

$$[0038] \quad t = 0.3063m/I \quad (1)$$

[0039] 式中t为电解时间(h);m为2,6-二氯苯甲醛投料质量(g);I为实际电解时通入的电流(A);

[0040] 4) 将步骤3)获得的电解完成液取出后,经旋蒸、萃取除盐,旋蒸后即得到2,6-二氯苯甲腈。

[0041] 作为优选,所述电化学反应器中电流密度与管道长度关系遵循如下公式:

$$[0042] \quad L^* \equiv \pi r_1 J_{s,c} L / (2zFN) \quad (2)$$

[0043] 式中L*为无量纲电极长度;r₁为阳极管内壁半径(m);J_{s,c}为管式反应器阴极的电流密度(A/m²);L为管式反应器长度(m);z为转移电子数;F为法拉第常数;N为电解液体积流速(m³/s)。

[0044] 作为优选,步骤1)的原始电解液中,乙酸铵与2,6-二氯苯甲醛的投料摩尔比为1:0.5~3,碳酸钠与2,6-二氯苯甲醛的投料摩尔比为1:0~2,碘化钾与2,6-二氯苯甲醛的投料摩尔比为1:0.15~6,乙醇溶液的体积与2,6-二氯苯甲醛的物质的量比例为1.25ml:1mmol。

[0045] 作为优选,步骤3)中,电解温度为45℃,内管转速位900rpm,阴极电流密度为850A/m²。

[0046] 作为优选,步骤4)中,在电解槽设计过程中,为控制管式反应器内溶液的欧姆降,需要对电解槽的流速、电极间隙、溶液流速进行设计,通过计算电解槽的长度在0.5-1.0m。

[0047] 本发明适用范围包括但不限于上述反应。

[0048] 本发明的有益效果在于:

[0049] (1) 本发明的电化学反应器,为动态管式电化学反应器,旋转阴极管增大扰流,减少了产物在电极表面的附着。

[0050] (2) 本发明的电化学反应器,叶轮设计,可以增加液体的流动,减少电解过程中副反应的发生。

[0051] (3) 本发明的电化学反应器,通过调节管内叶轮的数目能使溶液反混,使溶液的浓度均一。

[0052] (4) 本发明的电化学反应器,通过调节阴极管的转速,解决了以母液套用的方式电解合成2,6-二氯苯甲腈的过程中因碘的过电解和碘单质在电极上成膜导致的短路及槽压过高的问题。

附图说明

- [0053] 图1是本发明具体实施方式采用的电化学反应器的示意图(箭头代表液体流动方向)。
- [0054] 图2a是本发明具体实施方式采用的电化学反应器的结构示意图。
- [0055] 图2b是本发明具体实施方式采用的电化学反应器的剖视图。
- [0056] 图3是实施例8的气相色谱图。
- [0057] 图4是本发明的CFD模拟图。

具体实施方式

[0058] 以下结合附图对本发明实施例的具体实施方式进行详细说明。应当理解的是,此处所描述的具体实施方式仅用于说明和解释本发明实施例,并不用于限制本发明实施例。

[0059] 需要说明的是,在不冲突的情况下,本发明中的实施例及实施例中的特征可以相互组合。

[0060] 下面将参考附图并结合示例性实施例来详细说明本发明。

[0061] 一种电化学反应器6,包括阳极反应组件和阴极反应组件;所述阳极反应组件包括阳极管13、第一端部封闭组件和第二端部封闭组件,所述阳极管13具有互通的第一端口和第二端口,并在所述阳极管13的管壁上设有阳极接线口12;所述第一端部封闭组件和第二端部封闭组件分别密封设置于所述第一端口和第二端口处,且所述第二端部封闭组件的管壁上设有阴极接线口15;所述阴极反应组件可转动地穿设于所述阳极反应组件中,包括进液管9、出液管16和阴极管组,所述进液管9可转动地穿设于所述第一端部封闭组件中,所述出液管16可转动地穿设于所述第二端部密封组件中,其中所述进液管9的内端部、所述出液管16的内端部分别与所述阴极管组的两端部固定连接;所述进液管9的外端部与驱动机构7相连接,用于驱动所述阴极管组、所述出液管同步旋转;所述出液管16的管壁通过电刷22与所述阴极接线口15的内端接触。

[0062] 在一种实施例中,所述阴极管组包括多根阴极管20,所述阴极管20顺次连接成一直管状结构;所述直管状结构的左端与所述进液管9的内端部相连接;所述直管状结构的右端直接与所述出液管16的内端部连接。

[0063] 在一种实施例中,所述阴极管组包括两根阴极管20以及设置于阴极管端部的扰流叶轮组件19,所述阴极管20顺次连接成一直管状结构;所述直管状结构的左端通过一套所述扰流叶轮组件19与所述进液管的内端部相连接;所述直管状结构的右端直接与所述出液管的内端部连接。

[0064] 在一种实施例中,所述直管状结构的右端通过另一套所述扰流叶轮组件19与所述出液管16的内端部连接。

[0065] 在一种实施例中,所述阴极管组还包括一对反流叶轮组件21,两根所述阴极管20的端部通过反向固连的两套所述反流叶轮组件21顺次连接成直管状结构。

[0066] 在一种实施例中,所述进液管9的内端部、所述出液管16的内端部通过卡槽各连接一套所述扰流叶轮组件19。

[0067] 在一种实施例中,所述第一端部封闭组件包括第一端盖10、第一端板11、第一轴承17以及第一密封环18;

[0068] 所述第一端板11内设有用于支撑所述进液管的第一轴承17;所述第一端盖的内端口通过夹套或者法兰与所述阳极管的第一端口固定连接,所述第一端盖的外端口固装所述第一端板;

[0069] 所述进液管9穿设于所述第一端盖10和第一轴承17中,并且所述进液管与所述第一端盖转动配合;所述进液管9的内端部通过一套所述扰流叶轮组件19与所述直管状结构的其中一端部固定连接;

[0070] 所述进液管9的内端部与所述第一端盖10之间设有第一密封环18,用于防止电解液流入所述第一端部封闭组件内。

[0071] 在一种实施例中,所述第二端部封闭组件包括第二端盖10、第二端板14、第二轴承17以及第二密封环18;

[0072] 所述第二端板14内设有用于支撑所述进液管的第二轴承17;所述第二端板14的管壁上设有阴极接线口15;所述第二端板14的内端口通过夹套或者法兰与所述阳极管13的第二端口密封固定连接,所述第二端板14的外端口固装所述第二端盖10;

[0073] 所述出液管16穿设于所述第二端盖10和第二轴承17中,并且所述出液管16与所述第二轴承17转动配合;所述出液管16的内端部通过另一套所述扰流叶轮组件19与所述直管状结构的另一端部固定连接;

[0074] 所述出液管16的内端部与所述第二端板14之间设有第二密封环18,用于防止电解液流入所述第二端部封闭组件内。

[0075] 在一种实施例中,所述第一轴承17和所述第二轴承17均为滚珠球轴承,所述滚珠球轴承的内圈内固定插接所述进液管或所述出液管固定,所述滚珠球轴承的外圈与所述第一端盖或者所述第二端盖固定连接,从而实现所述进液管、所述出液管与所述第一端盖、所述第二端盖之间的转动配合。

[0076] 在一种实施例中,所述直管状结构的长度在0.5-1.0m;所述叶轮总数在0-4个,叶轮的轴向长度在8-13mm,所述扰流叶轮组件的叶片高度在0.5-1.5mm;所述进液管9和所述出液管16的孔径0.5-1.5mm;所述扰流叶轮组件19和所述反流叶轮组件21中的叶轮均为实心的,并与所述阴极管16属于同种金属。所述扰流叶轮组件19、所述反流叶轮组件21均与所述阴极管16的端部通过焊接连接在一起。

[0077] 在一种实施例中,所述第一端板11、所述第二端板14的内端口设有供所述阳极管13的端部插入的防漏凹槽,使得所述第一端板11、所述第二端板14与所述阳极管密封配合,防止漏液。

[0078] 在一种实施例中,所述阴极管20和所述阳极管13的管内间距在1-3mm。

[0079] 在一种实施例中,所述电化学反应器6是中空的圆柱体,但不仅限于圆柱体,也可以是中空的球体等形状,同时可以更改柱状电极为网状等形状。

[0080] 在一种实施例中,本发明所述阴极管20为空心圆管,既作为电极又通过叶轮转动起到分流、反混作用。

[0081] 在一种实施例中,所述阴极管20、所述阳极管13的材质为铅、石墨、钛基涂层材料;其中所述钛基涂层材料选用钛基钎铌涂层。

[0082] 在一种实施例中,所述阴极管20的材质为石墨,所述阳极管13的材质为钛基钎铌涂层材料。

[0083] 在一种实施例中,所述阴极管20即石墨管的管壁厚度为2-4mm;所述阳极管13的管壁厚度为2-5mm。

[0084] 在一种实施例中,所述阴极管20包括阴极管道和叶轮,总长为1m、叶轮的轴向长度10mm、叶片的高度在1mm、叶轮总数为4个、扰流叶轮距返混叶轮96cm。

[0085] 在一种实施例中,所述进液管9和所述出液管16的孔径1mm。

[0086] 在一种实施例中,一种根据本发明所述电化学反应器构建的电反应系统,包括驱动机构7以及通过连通管路顺次连通的贮液槽1、循环槽2、磁力循环泵3、三通阀4、流量计5、所述电化学反应器6、缓冲器8,所述的贮液槽1的出液口与所述的循环槽2顶部进液口管路连通,所述循环槽2的底部出液口与所述磁力循环泵3的进液口管路连通;所述磁力循环泵3的出液口与三通阀4的一端管路连通,三通阀4的另一端与所述流量计5的进液管口管路连通,所述流量计5的出液管口与所述电化学反应器6的进液管9管路连通,所述三通阀4的剩余端配装控制阀门,用于进行放液;所述电化学反应器6的出液管16与所述循环槽2的顶部进液口管道连接;所述电化学反应器6的外部设有驱动机构7,且所述驱动机构7的动力输出端与所述进液管9相连接,用于驱动所述整个阴极反应组件绕自身中心轴周向转动;所述电化学反应器6的阳极接线口13、所述阴极接线口15通过导线与电源的正极、负极电连接,用于对电化学反应器内的电解液进行电解。

[0087] 在一种实施例中,所述驱动机构7包括电机和履带,所述电机设置于所述阳极管的外侧,所述电机的动力输出端安装输出齿轮,所述进液管落于所述阳极反应组件之外的管壁上环设齿形套,所述输出齿轮通过履带与所述齿形套啮合,用于驱动所述进液管带动整个阴极反应组件绕自身中心轴周向旋转。

[0088] 在一种实施例中,所述贮液槽1与所述循环槽2垂直放置,所述电化学反应器6与所述循环槽2平行放置,且所述动态管式电化学反应器6的高度要低于所述循环槽2高度,并且所述贮液槽1、所述电化学反应器6、所述循环槽2之间的管路均采用耐强酸的PVC管或者硅胶管连接。

[0089] 在一种实施例中,所述电化学反应器6的出液管16与所述循环槽2的顶部进液口之间设置有缓冲器8,以降低溶液流速,有利于气体分离。

[0090] 实施例1

[0091] 将2,6-二氯苯甲醛0.7g、乙酸铵0.462g、碘化钾0.0996g,加入50ml无水乙醇超声溶解,配置成原始电解液,阴极材质为石墨,阳极为钛基涂钌铱电极。无叶轮;管道长度0.5m、电解液温度控制在40℃、阴极管转速800rpm、电流密度为800A/m²、电解通电量为理论电量的100%。电解开始时,将配好的原始电解液由贮液槽进料至循环槽,经磁力循环泵使原始电解液形成循环的闭合回路,温度计示数稳定在40℃时开始通电电解。电解结束后,反应溶液旋蒸旋干溶剂后,再加入1,2-二氯乙烷、亚硫酸氢钠、水搅拌混合,分液后除去水层,再将剩余有机溶液旋蒸旋干溶剂后既得到2,6-二氯苯甲醛的转化率为52.7%,2,6-二氯苯甲腈的收率为33.5%。

[0092] 实施例2

[0093] 电解装置、电解方法、通入电量、叶轮数目、原始电解液初始组成及质量同实施例1;阴极管加叶轮总长度0.8m电解温度45℃、阴极管转速900rpm、电流密度800A/m²;电解结束后,反应溶液旋蒸旋干溶剂后,再加入1,2-二氯乙烷、亚硫酸氢钠、水搅拌混合,分液后除

去水层,再将剩余有机溶液旋蒸旋干溶剂后既得到2,6-二氯苯甲醛的转化率为67.4%,2,6-二氯苯甲腈的收率为42.6%。

[0094] 实施例3

[0095] 电解装置、电解方法、通入电量、叶轮数目、原始电解液初始组成及质量同实施例1;管道长度1.0m、电解温度50℃、阴极管转速1000rpm、电流密度900A/m²;电解结束后,反应溶液旋蒸旋干溶剂后,再加入1,2-二氯乙烷、亚硫酸氢钠、水搅拌混合,分液后除去水层,再将剩余有机溶液旋蒸旋干溶剂后既得到2,6-二氯苯甲醛的转化率为69.7%,2,6-二氯苯甲腈的收率为38.2%。

[0096] 实施例4

[0097] 电解装置、电解方法、通入电量、原始电解液初始组成及质量同实施例1;两侧扰流叶轮数为2、阴极管加叶轮总长度0.5m、电解温度40℃、阴极管转速800rpm、电流密度700A/m²;电解结束后,反应溶液旋蒸旋干溶剂后,再加入1,2-二氯乙烷、亚硫酸氢钠、水搅拌混合,分液后除去水层,再将剩余有机溶液旋蒸旋干溶剂后既得到2,6-二氯苯甲醛的转化率为78.6%,2,6-二氯苯甲腈的收率为61.4%。

[0098] 实施例5

[0099] 电解装置、电解方法、通入电量、叶轮数目、原始电解液初始组成及质量同实施例4;阴极管加叶轮总长度0.8m、电解温度45℃、阴极管转速900rpm、电流密度750A/m²;电解结束后,反应溶液旋蒸旋干溶剂后,再加入1,2-二氯乙烷、亚硫酸氢钠、水搅拌混合,分液后除去水层,再将剩余有机溶液旋蒸旋干溶剂后既得到2,6-二氯苯甲醛的转化率为87.6%,2,6-二氯苯甲腈的收率为69.7%。

[0100] 实施例6

[0101] 电解装置、电解方法、通入电量、叶轮数目、原始电解液初始组成及质量同实施例4;阴极管加叶轮总长度1.0m、电解温度55℃、阴极管转速1000rpm、电流密度900A/m²;电解结束后,反应溶液旋蒸旋干溶剂后,再加入1,2-二氯乙烷、亚硫酸氢钠、水搅拌混合,分液后除去水层,再将剩余有机溶液旋蒸旋干溶剂后既得到2,6-二氯苯甲醛的转化率为84.5%,2,6-二氯苯甲腈的收率为65.5%。

[0102] 实施例7

[0103] 电解装置、电解方法、通入电量、原始电解液初始组成及质量同实施例4;两侧扰流叶轮数为2和中部返混叶轮数为2、阴极管加叶轮总长度0.5m、电解温度55℃、阴极管转速900rpm、电流密度800A/m²;电解结束后,反应溶液旋蒸旋干溶剂后,再加入1,2-二氯乙烷、亚硫酸氢钠、水搅拌混合,分液后除去水层,再将剩余有机溶液旋蒸旋干溶剂后既得到2,6-二氯苯甲醛的转化率为89.7%,2,6-二氯苯甲腈的收率为82.7%。

[0104] 实施例8

[0105] 电解装置、电解方法、通入电量、叶轮数、原始电解液初始组成及质量同实施例7;阴极管加叶轮总长度0.8m、电解温度45℃、阴极管转速900rpm、电流密度850A/m²;电解结束后,反应溶液旋蒸旋干溶剂后,再加入1,2-二氯乙烷、亚硫酸氢钠、水搅拌混合,分液后除去水层,再将剩余有机溶液旋蒸旋干溶剂后既得到2,6-二氯苯甲醛的转化率为98.2%,2,6-二氯苯甲腈的收率为90.5%。

[0106] 实施例9

[0107] 电解装置、电解方法、通入电量、叶轮数、原始电解液初始组成及质量同实施例7；阴极管加叶轮总长度1.0m、电解温度40℃、阴极管转速1000rpm、电流密度900A/m²；电解结束后，反应溶液旋蒸旋干溶剂后，再加入1,2-二氯乙烷、亚硫酸氢钠、水搅拌混合，分液后除去水层，再将剩余有机溶液旋蒸旋干溶剂后既得到2,6-二氯苯甲醛的转化率为97.8%，2,6-二氯苯甲腈的收率为87.7%。

[0108] 对比实施例1

[0109] 电解装置、电解方法、通入电量、原始电解液初始组成及质量同实施例4；两侧扰流叶轮数为2和中部返混叶轮数为2、阴极管加叶轮总长度2m、电解温度60℃、阴极管转速1000rpm、电流密度1200A/m²；电解结束后，反应溶液旋蒸旋干溶剂后，再加入1,2-二氯乙烷、亚硫酸氢钠、水搅拌混合，分液后除去水层，再将剩余有机溶液旋蒸旋干溶剂后既得到2,6-二氯苯甲醛的转化率为93.3%，2,6-二氯苯甲腈的收率为59.7%。

[0110] 对比实施例2

[0111] 电解装置、电解方法、通入电量、电解液初始组成及质量同实施例4；两侧叶轮数为2和中部叶轮数为2、阴极管加叶轮总长度1m、电解温度80℃、阴极管转速1000rpm、电流密度1200A/m²；电解结束后，反应溶液旋蒸旋干溶剂后，再加入1,2-二氯乙烷、亚硫酸氢钠、水搅拌混合，分液后除去水层，再将剩余有机溶液旋蒸旋干溶剂后既得到2,6-二氯苯甲醛的转化率为69.3%，2,6-二氯苯甲腈的收率为38.4%。

[0112] 对比实施例3

[0113] 电解装置、电解方法、通入电量、电解液初始组成及质量同实施例4；两侧叶轮数为2和中部叶轮数为2、管道长度1m、电解温度60℃、阴极管转速1600rpm、电流密度1200A/m²；电解结束后，反应溶液旋蒸旋干溶剂后，再加入1,2-二氯乙烷、亚硫酸氢钠、水搅拌混合，分液后除去水层，再将剩余有机溶液旋蒸旋干溶剂后既得到2,6-二氯苯甲醛的转化率为71.7%，2,6-二氯苯甲腈的收率为47.4%。

[0114] 对比实施例4

[0115] 电解装置、电解方法、通入电量、电解液初始组成及质量同实施例4；两侧扰流叶轮数为2和中部返混叶轮数为2、管道长度1m、电解温度60℃、阴极转速1000rpm、电流密度1600A/m²；电解结束后，反应溶液旋蒸旋干溶剂后，再加入1,2-二氯乙烷、亚硫酸氢钠、水搅拌混合，分液后除去水层，再将剩余有机溶液旋蒸旋干溶剂后既得到2,6-二氯苯甲醛的转化率为96.7%，2,6-二氯苯甲腈的收率为39.1%。

[0116] 对比实施例5

[0117] 电解装置、电解方法、通入电量、电解液初始组成及质量同实施例4；两侧扰流叶轮数为2和中部返混叶轮数为4、管道长度1m、电解温度60℃、阴极转速1000rpm、电流密度1200A/m²；电解结束后，反应溶液旋蒸旋干溶剂后，再加入1,2-二氯乙烷、亚硫酸氢钠、水搅拌混合，分液后除去水层，再将剩余有机溶液旋蒸旋干溶剂后既得到2,6-二氯苯甲醛的转化率为94.5%，2,6-二氯苯甲腈的收率为62.7%。

[0118] 本发明所述的系统不仅限于在电解合成2,6-二氯苯甲腈中的应用。

[0119] 在本发明的描述中，需要理解的是，术语“中心”、“纵向”、“横向”、“长度”、“宽度”、“厚度”、“上”、“下”、“前”、“后”、“左”、“右”、“竖直”、“水平”、“顶”、“底”“内”、“外”、“顺时针”、“逆时针”、“轴向”、“径向”、“周向”等指示的方位或位置关系为基于附图所示的方位或

位置关系,仅是为了便于描述本发明和简化描述,而不是指示或暗示所指的装置或元件必须具有特定的方位、以特定的方位构造和操作,因此不能理解为对本发明的限制。

[0120] 此外,术语“第一”、“第二”仅用于描述目的,而不能理解为指示或暗示相对重要性或者隐含指明所指示的技术特征的数量。由此,限定有“第一”、“第二”的特征可以明示或者隐含地包括至少一个该特征。在本发明的描述中,“多个”的含义是至少两个,例如两个,三个等,除非另有明确具体的限定。

[0121] 在本发明中,除非另有明确的规定和限定,术语“安装”、“相连”、“连接”、“固定”等术语应做广义理解,例如,可以是固定连接,也可以是可拆卸连接,或成一体;可以是机械连接,也可以是电连接或彼此可通讯;可以是直接相连,也可以通过中间媒介间接相连,可以是两个元件内部的连通或两个元件的相互作用关系,除非另有明确的限定。对于本领域的普通技术人员而言,可以根据具体情况理解上述术语在本发明中的具体含义。

[0122] 在本发明中,除非另有明确的规定和限定,第一特征在第二特征“上”或“下”可以是第一和第二特征直接接触,或第一和第二特征通过中间媒介间接接触。而且,第一特征在第二特征“之上”、“上方”和“上面”可是第一特征在第二特征正上方或斜上方,或仅仅表示第一特征水平高度高于第二特征。第一特征在第二特征“之下”、“下方”和“下面”可以是第一特征在第二特征正下方或斜下方,或仅仅表示第一特征水平高度小于第二特征。

[0123] 在本说明书的描述中,参考术语“一个实施例”、“一些实施例”、“示例”、“具体示例”、或“一些示例”等的描述意指结合该实施例或示例描述的具体特征、结构、材料或者特点包含于本发明的至少一个实施例或示例中。在本说明书中,对上述术语的示意性表述不必针对的是相同的实施例或示例。而且,描述的具体特征、结构、材料或者特点可以在任一个或多个实施例或示例中以合适的方式结合。此外,在不相互矛盾的情况下,本领域的技术人员可以将本说明书中描述的不同实施例或示例以及不同实施例或示例的特征进行结合和组合。

[0124] 尽管上面已经示出和描述了本发明的实施例,可以理解的是,上述实施例是示例性的,不能理解为对本发明的限制,本领域的普通技术人员在本发明的范围内可以对上述实施例进行变化、修改、替换和变型。

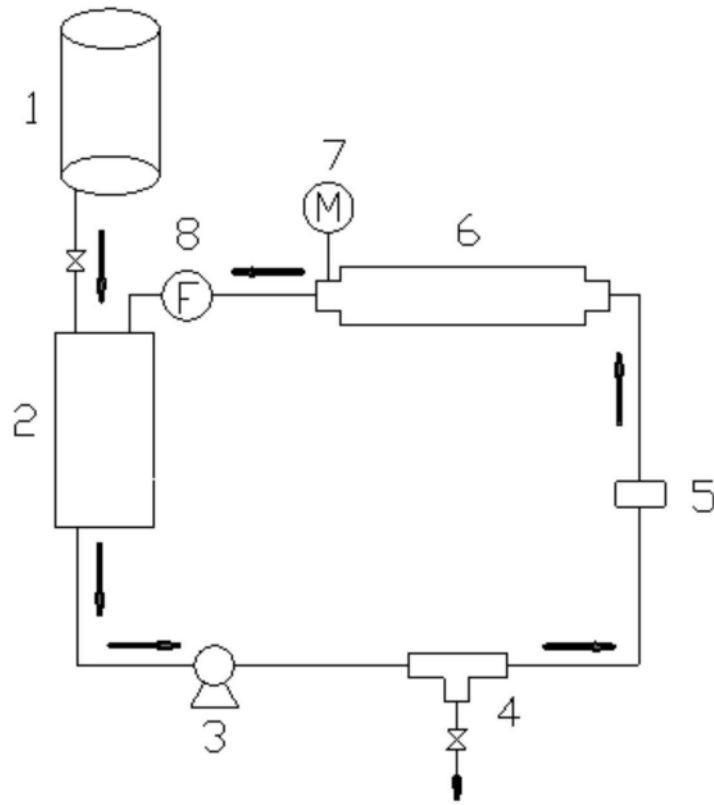


图1

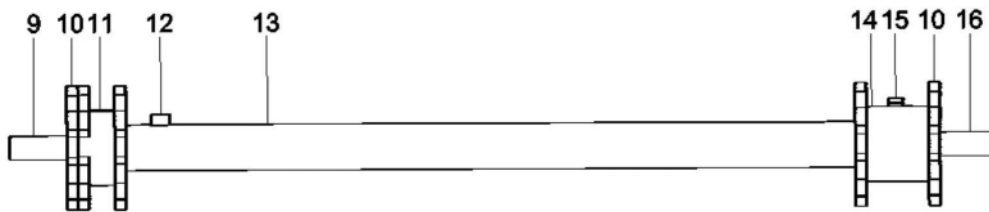


图2a

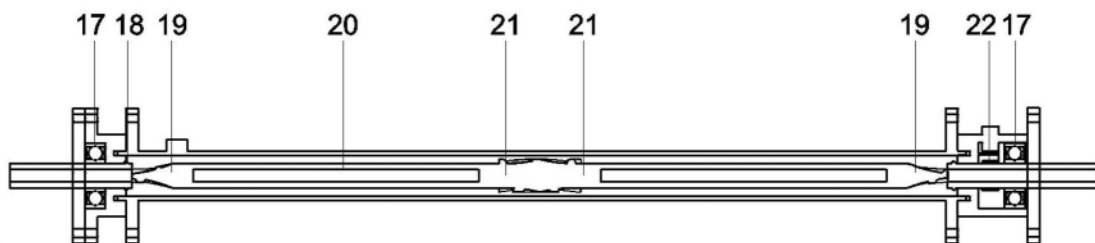


图2b

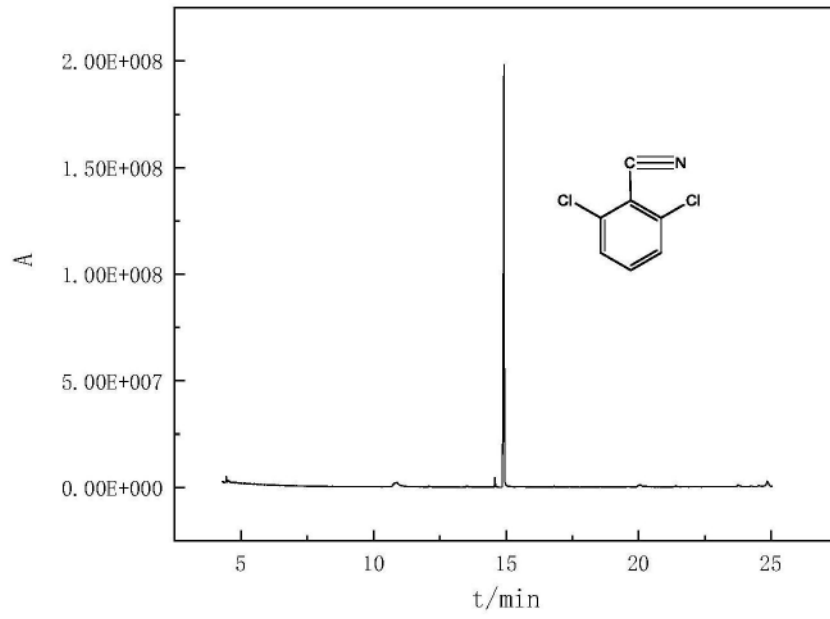


图3

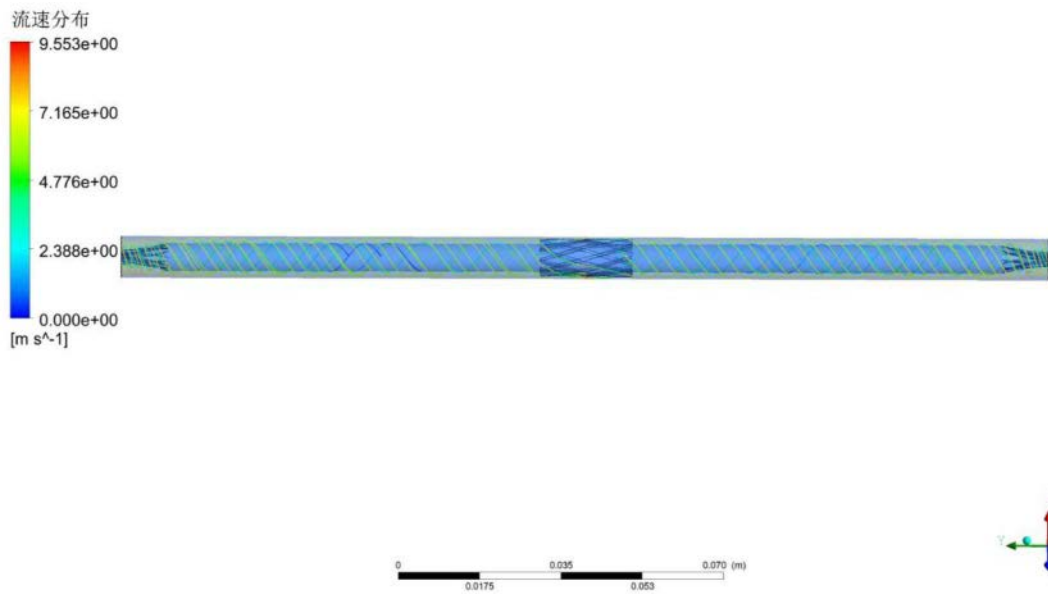


图4