

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 1 296 753 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Patenterteilung:
10.03.2004 Patentblatt 2004/11

(51) Int Cl.7: **B01F 5/04**, B29B 7/32,
B01F 5/02

(21) Anmeldenummer: **01960430.5**

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP2001/007502

(22) Anmeldetag: **29.06.2001**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 2002/002217 (10.01.2002 Gazette 2002/02)

(54) **VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR VERRINGERUNG VON NEBENPRODUKTEN BEI DER
VERMISCHUNG VON EDUKTSTRÖMEN**

METHOD AND DEVICE FOR REDUCING BYPRODUCTS IN THE MIXTURE OF EDUCT STREAMS

PROCEDE ET DISPOSITIF POUR REDUIRE LE NOMBRE DE PRODUITS SECONDAIRES LORS
DU MELANGE DE COURANTS D'EDUIT

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE TR**

• **PENZEL, Ulrich**
01945 Tettau (DE)

(30) Priorität: **03.07.2000 DE 10032269**

(74) Vertreter: **Isenbruck, Günter, Dr.**
Isenbruck, Bösl, Hörschler, Wichmann, Huhn,
Patentanwälte
Theodor-Heuss-Anlage 12
68165 Mannheim (DE)

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
02.04.2003 Patentblatt 2003/14

(73) Patentinhaber: **BASF AKTIENGESELLSCHAFT**
67056 Ludwigshafen (DE)

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 471 268 GB-A- 1 060 540
US-A- 4 915 509 US-A- 5 117 048

(72) Erfinder:
• **WÖLFERT, Andreas**
74906 Bad Rappenau (DE)

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

EP 1 296 753 B1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Verringerung der Nebenproduktbildung bei der Vermischung mindestens zweier Eduktströme beispielsweise bei der Herstellung organischer Mono- oder Polyisocyanate durch Mischung von Mono- oder Polyaminen mit Phosgen bei erhöhten Temperaturen.

[0002] Bei einer Vermischung von Amin und Phosgen beispielsweise um zwei Edukte zu nennen, kann es bei der Umsetzung des Amins - welches in einem organischen Lösungsmittel gelöst vorliegt - kann es anstelle von Isocyanat auch zur Bildung von Zwischenprodukten, so zum Beispiel dem unerwünschten Nebenprodukt Harnstoff kommen. Diese Nebenprodukte finden sich als Feststoffablagerung an der Wand des Reaktionsbehältnisses wieder. Die Nebenproduktbildung kann vor allem dann auftreten, wenn es zu Rückströmungen in der Mischeinrichtung kommt, da produktreiches Fluid mit eduktreichem Fluid in Kontakt gerät. Eine Möglichkeit, die unerwünschte Nebenproduktbildung zu vermeiden liegt darin, bei der Umsetzung des Amins einen möglichst hohen Phosgenmengenüberschuß einzustellen. Wegen der hohen Toxizität des Phosgens ist jedoch die Einstellung eines Phosgenüberschusses bei der Umsetzung höchst unerwünscht.

[0003] Ablagerungen oder bei höheren Mischtemperaturen mögliches Anbacken von Reaktanden an den Mischraumflächen lassen sich durch eine starke Verdünnung der Reaktanden vermeiden. Die starke Verdünnung der Reaktanden wiederum verursacht höhere Aufbereitungskosten für das Produkt in dessen nächstfolgender Verfahrensstufe und stellt daher nur eine unzureichende Alternative dar. Bei der Mischung zweier oder mehrerer Komponenten in flüssiger Phase sind ferner die sich einstellenden Druckverluste in der Mischeinrichtung von Belang, die die einzusetzende Vermischungsenergie durch Erhöhung turbulenter Diffusionsvorgänge nicht unerheblich beeinflussen.

[0004] Daher sind Vermischungseinrichtungen zur Vermischung von Eduktströmen bekannt geworden, die sich in Mischeinrichtungen mit unbewegten und solche mit bewegten Komponenten unterteilen lassen. Mischeinrichtungen mit bewegten Teilen sind beispielsweise aus DE-AS-2 153 268 oder US-3,947,484 oder als Mischeinrichtungen mit Rotor- und Statorscheiben aus EP-0 291 819 B1, DE-37 17 057 C2 und US-4,915,509 bekannt geworden. Wird eine hochtoxische Substanz, wie beispielsweise Phosgen verarbeitet, so stellen die Lagerungsstellen bewegter Komponenten derartiger Mischer eine potentielle Austrittsquelle des Phosgens in die Umgebung und damit ein hohes Sicherheitsrisiko dar.

[0005] Die Gefahrenquellen vermeiden Vermischungseinrichtungen ohne Beteiligung bewegter Komponenten. Eine statische Mischvorrichtung stellt beispielsweise die aus EP-0 322 647 B1 bekannte

Ringlochdüse dar. Bei Verwendung einer Ringlochdüse als statische Mischeinrichtung wird einer der beiden Eduktströme eingeschnürt. Der andere Eduktstrom wird in Form einer Vielzahl kleiner Strahlen, die durch die ringförmig angeordneten Löcher erzeugt werden, in den eingeschnürten Strahl eingeleitet. Der Hauptnachteil bei der Verwendung einer Ringdüse ist jedoch der Umstand, daß bereits Feststoffablagerungen in einzelnen Löchern zu einem geringeren Durchfluß führen können. Der über eine Regelung eingestellte, über alle Löcher der Ringdüse abfließende Gesamtvolumenstrom bleibt konstant, da nun die übrigen Löcher stärker belastet sind. Das Nachlassen des Durchflusses fördert jedoch die weitere Feststoffablagerung, so daß es generell früher dazu kommt, daß ein Einzelnes aus einer Vielzahl von Löchern verstopft.

[0006] DE-OS 29 50 216 bezieht sich auf eine Alternative zu einer Ringlochdüse, nämlich eine zylindrische Mischkammer, in die fächerartige Spritzstrahlen eingeleitet werden. Aufgrund der hohen Vordrücke, die für das Verfahren erforderlich sind, sowie erfahrungsgemäß auftretender Verstopfungen, die durch Anwachsen und Aufbau der flüssigen Phasen an den Wänden der Mischkammer auftreten können, ist diese Vorgehensweise unbefriedigend.

[0007] US 3,507,626 bezieht sich auf eine Venturi-Mischeinrichtung. Diese Mischeinrichtung ist speziell zum Mischen von Phosgen mit Amin ausgelegt zur Produktion von Isocyanaten mit einem ersten und einem zweiten Einlass sowie einem Auslaß. Ein erster Leitungsabschnitt umfasst eine Venturi-Sektion mit einem konvergierenden Abschnitt, einer engen Stelle und einem divergierenden Abschnitt. Ein zweiter Leitungsabschnitt ist coaxial im ersten Leitungsabschnitt aufgenommen und fungiert als erster Einlass. Der zweite Leitungsabschnitt umfasst eine Anschrägung, welche zum konvergierenden Abschnitt korrespondiert. Der zweite Leitungsabschnitt mündet in eine Mischkammer, die sich um die Venturi-Sektion des ersten Leitungsabschnittes erstreckt. Die Mischeinrichtung sichert das Mischen und verhindert das Verstopfen durch die Bildung von Nebenprodukten. Eine Rückströmung des Gemisches durch die Öffnung des Inneren der kegelförmig konfigurierten Röhre wird dadurch verhindert, dass der Bereich zwischen dessen Außenseite und der Wandung möglichst gering bemessen wird. Ein Zuwachsen der zwischen dem axial verschiebbar konfigurierten kegelförmigen Dom und der Austrittsöffnung des kegelförmig konfigurierten Röhrenkörpers wird dadurch vermieden, dass je nach Anlagerung von Edukt an der Austrittsstelle der innerhalb des kegelförmig konfigurierten Röhrenkörpers verschiebbare stangenförmige Abschnitt, der mit einem Gewinde versehen ist, in axiale Richtung verschoben werden kann. Dadurch können die Austrittöffnungen zwischen dem kegelförmigen Element und der Austrittsöffnung annähernd konstant gehalten werden. Mit dieser Konfiguration einer Mischeinrichtung sind hingegen lediglich Eindüsungswinkel von 45° in Bezug

auf den koaxialen Spalt zwischen Außenfläche des röhrenförmigen Körpers und der Wandung des Rohrabchnittes möglich.

[0008] DE AS 17 92 660 B2 bezieht sich auf ein Verfahren und eine Vorrichtung zum Mischen und Umsetzen eines Amins mit Phosgen zu einem Isocyanat. Bei diesem Verfahren werden Amin und Phosgen koaxial geführt und miteinander gemischt, wobei die beiden Ströme von Amin und Phosgen ring- bzw. kegelförmig ausgebildet sind, einander spitzwinklig an einer Kreuzungs- und Mischungsstelle schneiden und unmittelbar vor, an und nach dieser Kreuzungsstelle bei Eintritt in einen erweiterten Reaktionsraum beschleunigt werden. Ein Eindüsungsspalt ist durch einen innerhalb eines Rohrs geführten, in axiale Richtung verstellbaren Konus begrenzt. Je nach Anstellung des Konus an den Auslauf des Rohres stellen sich größere oder kleinere Spaltweiten am Eintrittsspalt ein. Je nach Grad des Zuwachsens der spaltförmig konfigurierten Öffnung kann mit dieser Vorrichtung eine Anpassung der Spaltweite abhängig von deren Zuwachsen vorgenommen werden. Unter Berücksichtigung des axialen Stellweges der den kegelförmigen Körper in axiale Richtung verstellenden Spindel lassen sich in Bezug auf die spaltförmig oder ringspaltförmig ausgebildeten Austrittsöffnungen maximale Eindüsungswinkel von 45° bis 60° erzielen.

[0009] Sich möglicherweise an den Rändern der Mischkammer anlagernde Feststoffe lassen sich mit Reinigungsdornen entfernen, die an der Einleitungsstelle beweglich eingebaut werden können. EP-0 830 894 A1 offenbart eine solche Lösung. Mittels des Reinigungsdornes, welcher ein bewegliches Bauteil darstellt, wird versucht, eine Einleitungsstelle ablagerungsfrei zu halten, wobei - wenn das hochgiftige Phosgen eines der Edukte ist - ein hohes Sicherheitsrisiko, wie oben bereits erwähnt, durch die Ausbildung einer neuen potentiellen Phosgenaustrittsstelle geschaffen wird. Mittels der Lösung läßt sich zwar eine Ablagerung von Feststoffen aus der Mischkammer mittels des Reinigungsdornes vornehmen, dies wird jedoch erkauft durch die Ausbildung einer Gefahrenstelle in Gestalt der Lagerungsstelle des beweglichen Reinigungsdornes.

[0010] Angesichts des aufgezeigten Standes der Technik liegt der Erfindung die Aufgabe zugrunde, ein Mischungsverfahren mit unbewegten Komponenten verfügbar zu machen, mit welchem sich organische Mono- oder Polyisocyanate kontinuierlich und ablagerungsfrei unter Vermeidung der Bildung von Nebenprodukten herstellen lassen.

[0011] Erfindungsgemäß wird bei einem Verfahren zur Mischung von Eduktströmen, um einen Produktstrom zu erzeugen, eine Mischkonfiguration mit einer Anzahl von Eduktzuführstellen eingesetzt, bei der ein Überschußkomponentenstrom in zwei Edukteilströme aufgespalten wird, die dem Mischraum im Ansaugbereich einer zu mischenden Unterschußkomponente zugeführt werden.

[0012] Durch die Aufteilung des Überschußkompo-

nentenstromes in zwei dem Mischraum getrennt zuführbare Edukteilströme, wird die Mischdauer der Überschußstrommoleküle durch Verkürzung der Querdiffusionswege mit der Unterschußkomponente verkürzt; auch die Querdiffusion des Überschußkomponentenstromes in die Überschußkomponentenströme verkürzt sich drastisch, so daß sich ein schneller ablaufender Mischvorgang unter Vermeidung von Nebenproduktbildung und Anlagerungen erzielen läßt. Durch die Eindüsung der Überschußkomponente gezielt in den Ansaugbereich eines in die Stirnseite des Mischraumes eintretenden Freistrahles der Unterschußkomponente, läßt sich die Unterschußkomponente im Mischraum durch die Überschußkomponentenströme ummanteln, so daß in den Wandbereichen des Mischraumes die Überschußkomponente auch im Überschuß vorliegt und keine Ablagerungen an den Wänden durch Nebenproduktbildung möglich sind.

[0013] In weiterer Ausgestaltung des der Erfindung zugrunde liegenden Verfahrens zur Mischung zweier Eduktströme, läßt sich das Aufteilungsverhältnis des Überschußkomponentenstromes, zugeführt über zwei separate Zuleitungen auf 1 : 1 festlegen, so daß dem Mischraum die Teileduktströme als ein innerer bzw. ein äußerer Ringstrahl zuführbar sind. Das Aufteilungsverhältnis der Edukteilströme der Überschußkomponente läßt sich daneben auch in weiten Grenzen variieren, so lassen sich die Massenstromverhältnisse von innerem Teil Eduktstrom zu äußerem Teil Eduktstrom zwischen 0,01 und 1 oder auch zwischen 100 und 1 variieren, um den Mischvorgang je nach gewählten Überschuß- bzw. Unterschußkomponente zu beeinflussen.

[0014] Beim erfindungsgemäß vorgeschlagenen Mischungsverfahren lassen sich die getrennt zuführbaren Teileduktströme dem Mischraum in einen sich von 1° bis 179° erstreckenden Winkelbereich zuführen. Um eine möglichst ausgeprägte Querdiffusion zwischen Überschuß- und Unterschußkomponente herbeizuführen, erfolgt die Zufuhr der Teileduktströme bevorzugt unter einem Winkel von 90° bezogen auf die an der Stirnseite des Mischraumes austretende Unterschußkomponente. Zur Vergrößerung des Durchsatzes lassen sich bei dem erfindungsgemäß vorgeschlagenen Verfahren der innere Radius der innen den Mischraum begrenzenden Wand und der äußere Radius der außen den Mischraum begrenzenden Wand, so einstellen, daß sich eine vergrößerte innere Durchtrittsfläche für die Vermischung und den sich an diese anschließenden Produktaustrag einstellt unter Konstanthaltung der Durchtrittsgeschwindigkeit und der Ringspaltweite zwischen den den Mischraum begrenzenden Flächen.

[0015] Beim vorgeschlagenen erfindungsgemäßen Verfahren zur Vermischung zweier Eduktströme läßt sich eine Beschleunigung der sich einstellenden Vermischung durch den Einbau drallerzeugender Elemente beispielsweise in die Zuleitung der Teilströme der Überschußkomponenten in den Mischraum erzielen. Ein ge-

eignetes ein drallerzeugendes Element wäre beispielsweise ein in die Zuleitung eingelassenes spiralförmig verdilltes Band oder dergleichen.

[0016] Mit einer erfindungsgemäß weiterhin vorgeschlagenen Mischeinrichtung zur Mischung von Eduktströmen, lassen sich Produktströme erzeugen, wobei die Mischeinrichtung mit einer Anzahl von Eduktzuführstellen versehen ist und die die Edukteintragsstellen als auch der Mischraum als Ringspalte ausgebildet sind und an der Stirnseite des Mischraumes die Eintragsstelle für einen der Eduktströme liegt. Der Mischraum selbst kann als Ringspalt ausgebildet sein, der eine justierbare Spaltweite zwischen seinen Begrenzungsflächen aufweist. Die Eintragsstellen der Eduktströme, die in den Mischraum münden, können vorzugsweise ebenfalls als radial verlaufende Spalte ausgebildet sein, wobei die Länge des Mischraumes vorzugsweise zwischen 7 und 10 Spaltweiten liegt.

[0017] Anhand der Zeichnung läßt sich die Erfindung eingehender erläutern.
Es zeigt:

Figur 1 eine Y-förmige Mischeinrichtung,

Figur 2 eine T-förmig ausgebildete Mischkonfiguration,

Figur 3 einen Ringspaltmischraum mit radialen Einleitungsöffnungen für Überschußkomponententeilströme und

Figur 4 eine in einer Zuleitung für den Mischraum angeordnetes drallformiges Element.

[0018] In der Ausführungsvariante einer Mischeinrichtung gemäß Fig. 1 ist eine Y-förmige Mischeinrichtung dargestellt.

[0019] Die Y-förmige Mischkonfiguration 16 gemäß Fig. 1 zeigt die beiden den Mischraum 12 mit jeweiligen Überschußkomponententeilströmen beaufschlagenden Zuleitungen. In die Zuleitungen treten Teileduktströme an den Eintragsstellen 17, 18 ein. Die Zuleitungen sind an ihrer jeweiligen Mündung 22 mit dem Mischraum 12 verbunden. In den aus Fig. 1 in seiner Konfiguration nicht näher hervorgehenden Mischraum 12 tritt ferner an der Stirnseite des Mischraumes 12 die Unterschußkomponente 5 - beispielsweise durch einen axialen Ringspalt strömendes Amin - in den Mischraum 12 ein. An den Mischraum 12 der Y-förmigen Mischkonfiguration 16 schließt sich ein Fortsatz des Mischraumes 12 in einer bestimmten Länge 14 an. An den Fortsatz 14 des Mischraumes 12 schließt sich die Förderstrecke für den Produktstrom 10 an, der die Y-förmige Mischkonfiguration am Produktaustrag 19 verläßt.

[0020] Fig. 2 zeigt eine T-förmig ausgebildete Mischkonfiguration.

[0021] Auch bei dieser Mischkonfiguration treten die Eduktteilströme - etwa Phosgen - an den Produktein-

tragsstellen 17, 18 in die Zuleitungen zum hier nicht näher dargestellten Mischraum 12 ein. An der Stirnseite des Mischraumes 12 befindet sich ein als axialer Ringspalt ausgebildete Zuleitung für eine Unterschußkomponente im dargestellten Beispiel für Amin, welches in Dichlorbenzol in flüssiger Phase gelöst ist. Die beiden Eduktteilströme treten im dargestellten Ausführungsbeispiel gemäß Fig. 2 unter 90° bezogen auf die Achse des sich nach unten erstreckenden Mischraumes 12 entlang seines Fortsatzes 14 in den Mischraum ein und rufen eine sich durch die extrem kurzen Querdiffusionswege schnell einstellende Vermischungsreaktion hervor. Das sich einstellende Gemisch, das Produkt 19, strömt in Richtung der sich nach unten erstreckenden Mischraumlänge 14 in Richtung des Produktaustrages 19, wo das Produkt 10 die dargestellte T-förmige Mischkonfiguration 15 verläßt.

[0022] Die beiden Zuleitungen, die die Teileduktströme etwa Phosgen - über die Produkteintragsstellen 17 und 18 der Zuleitungen in Richtung der Mündungen 22 fördern, können mit drallerzeugenden Komponenten, wie beispielsweise spiralförmig sich erstreckende Einbauten versehen sein. Die drallerzeugenden Komponenten beschleunigen eine sich einstellende Vermischungsreaktion der beiden Eduktströme der Überschußkomponente mit der an der Stirnseite des Mischraumes 12 eintretenden Unterschußkomponente beispielsweise desamins.

[0023] Fig. 3 zeigt eine Ringspaltmischkammer mit radialen Einleitungsöffnungen für Überschußkomponententeilströme.

[0024] In der Konfiguration gemäß Fig. 3 befindet sich in der stirnseitigen Fläche 9 des Mischraumes 12 ein als axialer Ringspalt ausgebildete Öffnung 8 durch welche eine Unterschußkomponente 5 in den Mischraum 12 eintritt. Die Unterschußkomponente 5 tritt im wesentlichen als ein Freistrah aus der Öffnung 8 aus und erzeugt beim Austreten als Freistrah aus der Stirnseite 9 einen äußeren Ansaugbereich 3 sowie einen inneren Ansaugbereich 4. In Bezug auf die Symmetrielinie 11 der Mischvorrichtung ist mit dem inneren Ansaugbereich 4 der näher zur Symmetrielinie 11 liegende Ansaugbereich des Mischraumes 12 bezeichnet, während mit dem äußeren Ansaugbereich 3 der weiter von der Symmetrielinie 11 entfernt liegende Ansaugbereich des Mischraumes 12 gekennzeichnet ist. Im in Fig. 3 wiedergegebenen Ausführungsbeispiel treten die Teileduktströme 1 und 2 des Phosgens - jeder Überschußkomponente - als innerer Ringstrahl 1 bzw. als äußerer Ringstrahl 2 in einem vorzugsweisen 90° betragenden Winkel in den Mischraum 12 an der Stirnseite 9 ein. Die Stirnseite 9 des Mischraumes 12 muß keine ebene Fläche sein, sie kann abschnittsweise konisch, konkav oder konvex gekrümmt sein. Die der Stirnseite 9 gegenüberliegenden Kanten 23, der die Mischraumlänge 14 begrenzenden Flächen ist vorzugsweise abgerundet, daß sich keine Verwirbelungen und Totzonen zu Beginn des Mischraumes 12 bilden. Die

den Mischraum 12 in axialer Richtung 14 begrenzenden Seitenflächen 6 und 7 sind idealer Weise als Zylinderwandungen ausgeführt. Sie können jedoch auch abschnittsweise als Konus oder als konkave oder konvexe Erweiterung oder Verengung verlaufen. Mit einer derartigen Formgebung, der die Mischraumlänge 14 begrenzenden Wände, läßt sich ein kontinuierlicher Übergang der äußeren Begrenzungsfläche 7 auf das an die Mischeinrichtung angeschlossene Rohrsystem erreichen.

[0025] Beim im Mischraum 12 eintretenden Zusammentreffen der aus der Ringspaltöffnung 8 austretenden Unterschußkomponente 5, sowie der des inneren Ringstrahles 1 der Überschußkomponente und des äußeren Ringstrahles 2 der Überschußkomponente, tritt eine extrem schnell ablaufende Querdiffusion der Moleküle der Überschußkomponente Phosgen mit denen der Unterschußkomponente Amin ein. Der als Freistrahle aus dem Ringspalt 8 austretende Strahl der Unterschußkomponente 5 wird innerhalb des äußeren Ansaugbereiches 3 und des inneren Ansaugbereiches 4 von den Überschußkomponententeilströmen 1 und 2 ummantelt, so daß an den Mischraum 12 begrenzenden Wänden 6 und 7 ein Überschuß an Überschußkomponente vorliegt, so daß sich dort auch in den Unterdruckbereichen 3 und 4 keine Anlagerungen bilden können.

[0026] Mit dem erfindungsgemäß vorgeschlagenen Verfahren zur Mischung von Eduktströmen, die sich beispielsweise zur Phosgenisierung von Aminen oder zur Fällung von Vitaminen nutzen lassen, wird der Überschußkomponentenstrom in zwei Teil-Eduktströme 1, 2 aufgespalten. Die Teil-Eduktströme, 1, 2 der Überschußkomponente werden mit einer zu diesen Teil-Eduktströmen beispielsweise senkrecht eingedüsten Unterschußkomponente in einem ringspaltförmigen Mischraum 12 gemischt. Vorzugsweise werden die Teil-Eduktströme 1, 2 der Überschußkomponente in den Ansaugbereichen 3, 4 des als Freistrahle aus einer Düse austretenden Unterschußkomponentenstromes 5 gemischt. Durch das nichtparallel erfolgende Eindüsen von Unterschußkomponente 5 als Freistrahle und den Teil-Eduktströmen 1, 2 beispielsweise in einem Winkel von 90° zur Eindüsenrichtung der Unterschußkomponente in den Mischraum 12, der ringspaltförmig ausgebildet ist, läßt sich eine effiziente Verwirbelung eine Vermeidung eines laminaren Strömungszustandes durch den Mischraum 12 erzielen. Durch die nichtparallele Eindüsen in beliebigen Winkeln von 0° bis 180° lassen sich Querdiffusions- und Queraustauschvorgänge in den Teil-Eduktströmen 1,2 mit dem in Längsrichtung des Mischraumes 12 eingedüsten Unterschußkomponentenstrom 5 erzielen, die einer Vermischung höchst dienlich sind.

[0027] Im dargestellten Ausführungsbeispiel sind die Zuführöffnungen für den inneren Ringstrahl 1, den äußeren Ringstrahl 2 sowie für die Unterschußkomponente an der Stirnseite 9 jeweils als Ringspalte ausgebildet. Alternativ könnten sie durch eine Reihe eng nebeneinanderliegende Bohrungen ausgeführt sein. Auch die

Orientierung der Öffnungen in Bezug auf den Mischraum 12 - hier als 90° gewinkelt zueinander ausgeführt - könnten unter Verwendung anderer Winkel dargestellt werden, die Eintrittsöffnungen der Überschußkomponenten in Bezug auf den Freistrahle der Unterschußkomponente 8 könnten im Winkelbereich von 1 bis 179° zueinanderliegend ausgeführt sein. Mit geeigneter Wahl der Eintragsstellen, d. h. die Mündungen 22 der Zuleitungen in den Mischraum 12 gemäß der Fig. 1 und 2, ist dafür zu sorgen, daß möglichst keine Rückströmung in der Mischeinrichtung auftreten, dadurch daß Rückströmen in der Mischeinrichtung produktreiches Fluid mit eduktreichem Fluid wieder in Kontakt kommt, wodurch die Gefahr der Nebenproduktbildung, wie zum Beispiel der Harnstoffe entsteht. Wird die innere Begrenzungsfläche 24 eines innenliegenden zylinderförmigen Elementes 6 bei Vergrößerung des Durchsatzes durch die vorgeschlagene Mischeinrichtung als ein seinen Radius vergrößernder Kern ausgestaltet, läßt sich der Durchsatz vergrößern, wobei die gewünschte vergrößerte Durchtrittsfläche der Mischeinrichtung eine konstant gehaltene Durchtrittsgeschwindigkeit ermöglicht, sowie eine konstant beizubehaltende Spaltweite erlaubt. Da der Querdiffusionsweg und aufgrund der gleichen Geschwindigkeitsgradienten die turbulente Querdiffusion konstant bleibt, ergeben sich bei konstanten Durchtrittsgeschwindigkeiten, etwa 10 m/s, durch die Mischeinrichtung gemäß der vorliegenden Erfindung konstante Mischzeiten bei konstantem spezifischen Leistungseintrag in die Mischeinrichtung.

[0028] Somit ist das erfindungsgemäß vorgeschlagene Verfahren in weiten Bereichen unabhängig von der durchgesetzten Menge, so daß mit dem erfindungsgemäßen Verfahren auch den Anforderungen der Scale-up-Fähigkeit in ausreichendem Maße Rechnung getragen worden ist. Der sich von der Stirnseite 9 des Mischraumes 12 aus erstreckende Länge 14 des Mischraumes, beträgt minimal ½ Spaltweiten und maximal 200 Spaltenweiten 13, wobei die Länge des sich an die Stirnseite 9 anschließenden Mischraumes vorzugsweise zwischen 3 bis 10 Spaltweiten 13 zu wählen ist. An die Mischraumlänge 14 schließt sich wie in Fig. 1 und 2 dargestellt der Produktaustrag 19 an, durch welchen das Produkt 10 die erfindungsgemäße Mischkonfiguration verläßt, um weitere Verfahrensschritte zu durchlaufen.

[0029] Ein Mischvorgang ist im nachfolgenden Beispiel wiedergegeben: etwa 420 kg/h, 2,4-Toluylendiamin (TDA) werden als Lösung in 2450 kg/h o-Dichlorbenzol (ODB) vorgemischt und zusammen mit 8100 kg/h einer 65%-igen Phosgenlösung in der in Figur 3 dargestellten Mischeinrichtung eingeleitet. Im dargestellten Beispiel stellt das Phosgen die Überschußkomponente dar, während das im Dichlorbenzol gelöste TDA die Unterschußkomponente 5 ist. Die Phosgenlösungsströme können im Verhältnis von 1 : 1 in die Zuleitungen an den Edukteintragsstellen aufgeteilt werden, wobei der Eintrittsdurchmesser der Mischeinrichtung sowie die Spaltweite zwischen den den Mischraum begrenzenden Flä-

chen so gewählt sind, daß sich eine mittlere Eintrittsgeschwindigkeit der Überschusskomponente Phosgen und der Unterschusskomponente Amin von etwa 10 m/s sowie eine Austrittsgeschwindigkeit des Produktstromes 19 von etwa 10 m/s einstellt. Nach Klarphosgenieren und destillativer Aufbereitung ergab sich eine Produktausbeute von etwa 97 %.

[0030] Fig. 4 zeigt ein in einer Zuleitung des Mischraumes 12 angeordnetes drallförderndes Element.

[0031] Beim erfindungsgemäßen Verfahren zur Mischung von Eduktströmen ist es möglich, in den Zuleitungen 20 die mit ihren Mündungen 22 jeweils in den Mischraum 12 münden drallerzeugende Elemente 21 einzubauen. Beim Austritt aus der Mündung 22 in den Mischraum 12 kann beim Vermischungsvorgang die beim Abbau des Dralls im Mischraum 12 freiwerdende Mischenergie zur Beschleunigung des Vermischungsvorganges Verwendung finden. Als drallerzeugendes Element 21 ließe sich beispielsweise ein gewundenes Band oder eine Spirale in die Zuleitung 20 integrieren. Die Verwendung eines spiralförmigen Elementes hätte gleichzeitig den Vorteil, mit dieser den inneren Zylinder 6, welcher der Symmetrielinie 11 der Mischeinrichtung am nächsten liegt zu fixieren.

Bezugszeichenliste

[0032]

- | | | |
|----|---|----|
| 1 | innerer Ringstrahl (Überschusskomponente) | 30 |
| 2 | äußerer Ringstrahl (Überschusskomponente) | |
| 3 | äußerer Ansaugbereich | |
| 4 | innerer Ansaugbereich | |
| 5 | Unterschusskomponente | |
| 6 | innerer Zylinder | 35 |
| 7 | äußerer Zylinder | |
| 8 | axiale Ringspaltöffnung | |
| 9 | Mischraumstirnseite | |
| 10 | Produktstrom | 40 |
| 11 | Symmetrielinie | |
| 12 | Mischraum | |
| 13 | Mischraumweite | |
| 14 | Mischraumlänge | |
| 15 | T-Konfiguration | 45 |
| 16 | Y-Konfiguration | |
| 17 | Edukteintrag | |
| 18 | Edukteintrag | |
| 19 | Produktaustrag | |
| 20 | Zuleitung | 50 |
| 21 | Drallelement | |
| 22 | Mündung | |
| 23 | Kante | |
| 24 | Wand | 55 |

Patentansprüche

1. Verfahren zur Mischung von Eduktströmen enthal-

tend einen Strom einer Unterschusskomponente und einen Strom einer Überschusskomponente mit nachfolgenden Verfahrensschritten:

- dem Aufteilen des Stromes der Überschusskomponente in mindestens zwei Teil-Eduktströme (1,2),
- dem nichtparallelen Eindüsen der Teil-Eduktströme (1,2) in einem Ansaugbereich der Unterschusskomponente (5) unter Mischen der Teil-Eduktströme der Überschusskomponente (1,2) und der Unterschusskomponente (5) in einem ringförmigen Mischraum (12).

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** mindestens ein Teil-Eduktstrom der Überschusskomponente (1) von innen und mindestens ein Teil-Eduktstrom der Überschusskomponente (2) von außen in den ringförmigen Mischraum (12) eingedüst wird.

3. Verfahren gemäß Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Aufteilungsverhältnis der Teil-Eduktströme (1,2) zwischen 0,01 und 100 zu 1 liegt.

4. Verfahren gemäß Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** dem ringförmigen Mischraum (12) die Teil-Eduktströme (1,2) in einem Winkelbereich zwischen 1° und 179° in Bezug auf den Freistrah der Unterschusskomponente (5) zugeführt werden.

5. Verfahren gemäß Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Winkel 90° beträgt.

6. Einrichtung zur Mischung von mindestens zwei Teil-Eduktströmen (1, 2) mit einem weiteren Eduktstrom als Unterschusskomponente (5), mit der ein Produktstrom (10) erzeugt wird und die Mischeinrichtung mit einer Anzahl von Edukteintragstellen versehen ist, wobei die Eintragung der Edukte in einen als Ringspalt ausgebildeten Mischraum (12) erfolgt, an dessen Stirnseite (9) eine Eintragsstelle (8) des weiteren Eduktstromes liegt und der mindestens zwei weitere Eintragsstellen aufweist, die ein zu dem weiteren Eduktstrom nichtparalleles Eindüsen der mindestens zwei Teil-Eduktströme (1, 2) erlauben.

7. Einrichtung gemäß Anspruch 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** der als Ringspalt ausgebildete Mischraum (12) durch eine äußere Mantelfläche (6) eines inneren Zylinders und eine innere Mantelfläche (7) eines äußeren Zylinders, der eine gemeinsame Symmetrieachse (11) mit dem inneren Zylinder besitzt, begrenzt wird, wobei die Mantelflächen (6, 7) zylindrisch oder abschnittsweise auch konisch, konkav oder konvex verlaufen.

8. Einrichtung gemäß Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** der als Ringspalt ausgebildete Mischraum (12) eine Spaltweite (13) zwischen den Mantelflächen (6, 7) aufweist, wobei die Länge (14) des Mischraumes (12) zwischen einer halben Spaltweite (13) und 200 Spaltweiten (13) liegt.
9. Mischeinrichtung gemäß Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Länge (14) des Mischraumes (12) zwischen 3 und 10 Spaltweiten (13) liegt.
10. Verwendung des Verfahrens gemäß einem der Ansprüche 1 bis 5 zur Herstellung von Isocyanaten.

Claims

1. A process for mixing feed streams comprising one stream of a deficiency component and a stream of an excess component, which comprises the following process steps:
- dividing the stream of the excess component into at least two feed substreams (1, 2),
 - injecting the feed substreams (1, 2) in a non-parallel fashion into the deficiency component (5) in an intake region with mixing of the feed substreams of the excess component (1, 2) and the deficiency component (5) in an annular mixing zone (12).
2. A process as claimed in claim 1, wherein at least one feed substream of the excess component (1) is injected from the inside into the annular mixing zone (12) and at least one feed substream of the excess component (2) is injected from the outside into the annular mixing zone (12).
3. A process as claimed in claim 1, wherein the split ratio of the feed substreams (1, 2) is 0.01-100:1.
4. A process as claimed in claim 1, wherein the feed substreams (1, 2) are fed into the annular mixing zone (12) at an angle in the range from 1° to 179° relative to the free jet of the deficiency component (5).
5. A process as claimed in claim 4, wherein the angle is 90°.
6. An apparatus for mixing at least two feed substreams (1, 2) with a further feed stream as deficiency component (5) to produce a product stream (10), where the mixing apparatus is provided with a number of inlets and the feed streams are introduced into a mixing zone (12) which is configured as an annular gap and whose end face (9) has an inlet (8) for the further feed stream and which has

at least two further inlets which allow injection of the at least two feed substreams (1, 2) in a direction which is not parallel to the further feed stream.

7. An apparatus as claimed in claim 6, wherein the mixing zone (12) configured as an annular gap is bounded by an outer surface (6) of an inner cylinder and an inner surface (7) of an outer cylinder which is coaxial (11) with the inner cylinder, with the surfaces (6, 7) being cylindrical or also conical, concave or convex in sections.
8. An apparatus as claimed in claim 7, wherein the mixing zone (12) configured as an annular gap has a gap width (13) between the surfaces (6, 7), with the length (14) of the mixing zone (12) being in the range from half a gap width (13) to 200 gap widths (13).
9. A mixing apparatus as claimed in claim 8, wherein the length (14) of the mixing zone (12) is in the range from 3 to 10 gap widths (13).
10. The use of the process as claimed in any of claims 1 to 5 for preparing isocyanates.

Revendications

1. Procédé pour le mélange de courants d'éduits contenant un courant de composant en quantité insuffisante et un courant de composant en quantité excessive, comprenant les étapes opératoires ci-après :
- la répartition du courant du composant en quantité excessive en au moins deux courants d'éduits partiels (1, 2) ;
 - l'injection non parallèle des courants d'éduits partiels (1, 2) dans une zone d'aspiration du composant en quantité insuffisante (5) par mélange des courants d'éduits partiels du composant en quantité excessive (1, 2) et du composant en quantité insuffisante (5) dans une chambre de mélange annulaire (12).
2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce qu'on** injecte, au moins un courant d'éduit partiel du composant en quantité excessive (1) depuis l'intérieur et au moins un courant d'éduit partiel du composant en quantité excessive (2) depuis l'extérieur dans la chambre de mélange annulaire (12).
3. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** le rapport de répartition des courants d'éduits partiels (1, 2) se situe entre 0,01 et 100 par rapport à 1.

4. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce qu'on** alimente la chambre de mélange annulaire (12) avec les courants d'éduits partiels (1, 2) dans une plage angulaire entre 1° et 179° par rapport au jet libre du composant en quantité insuffisante (5). 5

5. Procédé selon la revendication 4, **caractérisé en ce que** l'angle s'élève à 90°.

6. Dispositif pour le mélange d'au moins deux courants d'éduits partiels (1, 2) avec un courant d'éduit supplémentaire à titre de composant en quantité insuffisante (5), avec lequel on obtient un courant de produit (10), le dispositif de mélange étant muni d'un certain nombre d'endroits d'entrée d'éduits, l'introduction des éduits ayant lieu dans une chambre de mélange (12) réalisée sous la forme d'une fente annulaire, chambre sur le côté frontal (9) de laquelle est disposé un endroit d'entrée (8) du courant d'éduit supplémentaire et qui présente au moins deux endroits d'entrée supplémentaires qui permettent de procéder à une injection, non parallèle au courant d'éduit supplémentaire, desdits au moins deux courants d'éduits partiels (1, 2). 10
15
20
25

7. Dispositif selon la revendication 6, **caractérisé en ce que** la chambre de mélange (12) réalisée sous la forme d'une fente annulaire est délimitée par une surface latérale externe (6) d'un cylindre interne et par une surface latérale interne (7) d'un cylindre externe qui possède un axe de symétrie commun (11) avec le cylindre interne, les surfaces latérales (6, 7) s'étendant sous forme cylindrique, ou également par sections, sous forme conique, sous forme concave ou sous forme convexe. 30
35

8. Dispositif selon la revendication 7, **caractérisé en ce que** la chambre de mélange (12) réalisée sous la forme d'une fente annulaire présente une largeur de fente (13) entre les surfaces latérales (6, 7), la longueur (14) de la chambre de mélange (12) se situant entre une demi-largeur de fente (13) et 200 largeurs de fentes (13). 40

9. Dispositif de mélange selon la revendication 8, **caractérisé en ce que** la longueur (14) de la chambre de mélange (12) se situe entre 3 et 10 largeurs de fentes (13). 45

10. Utilisation du procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5 pour la préparation d'isocyanates. 50

55

FIG.1

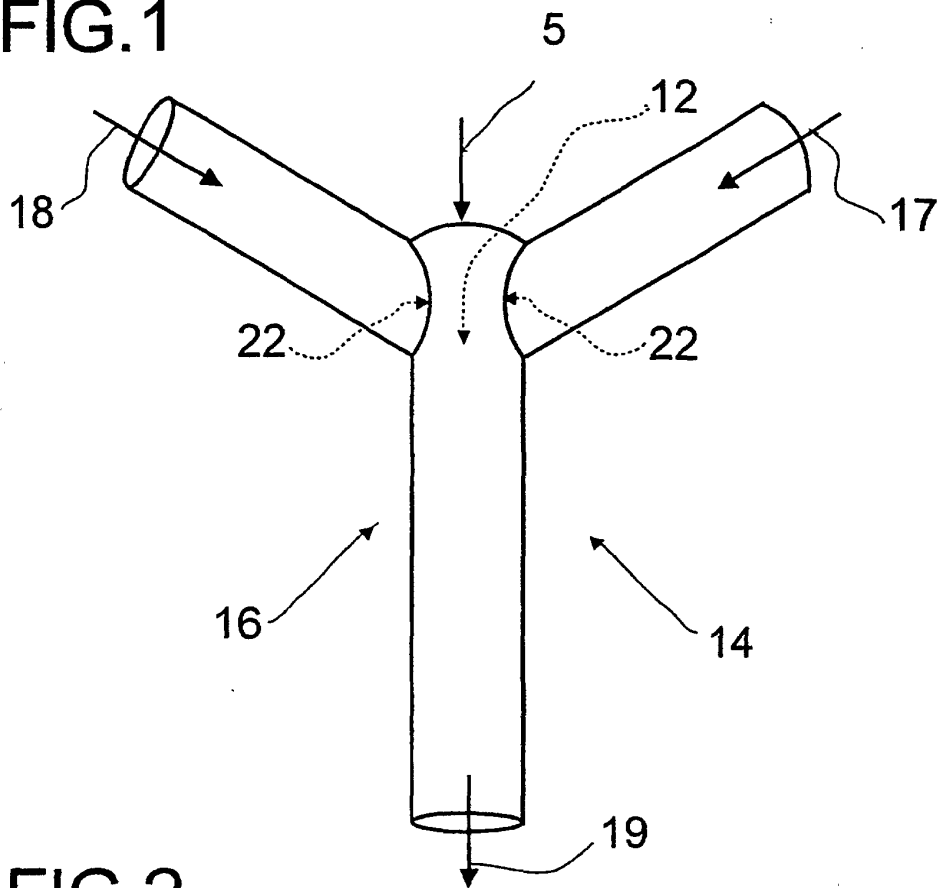


FIG.2

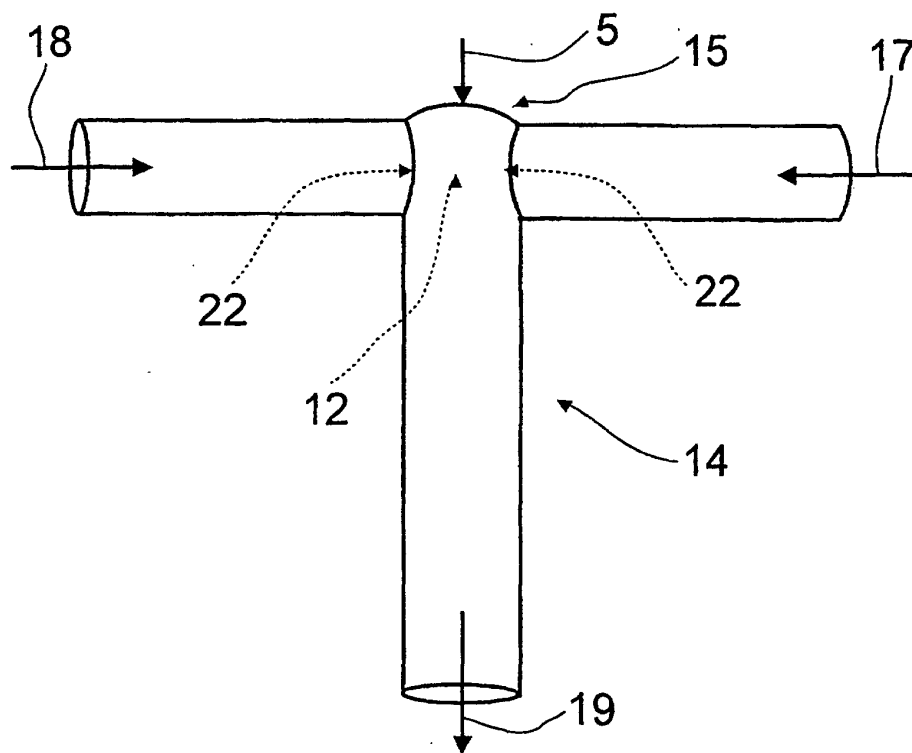


FIG.3

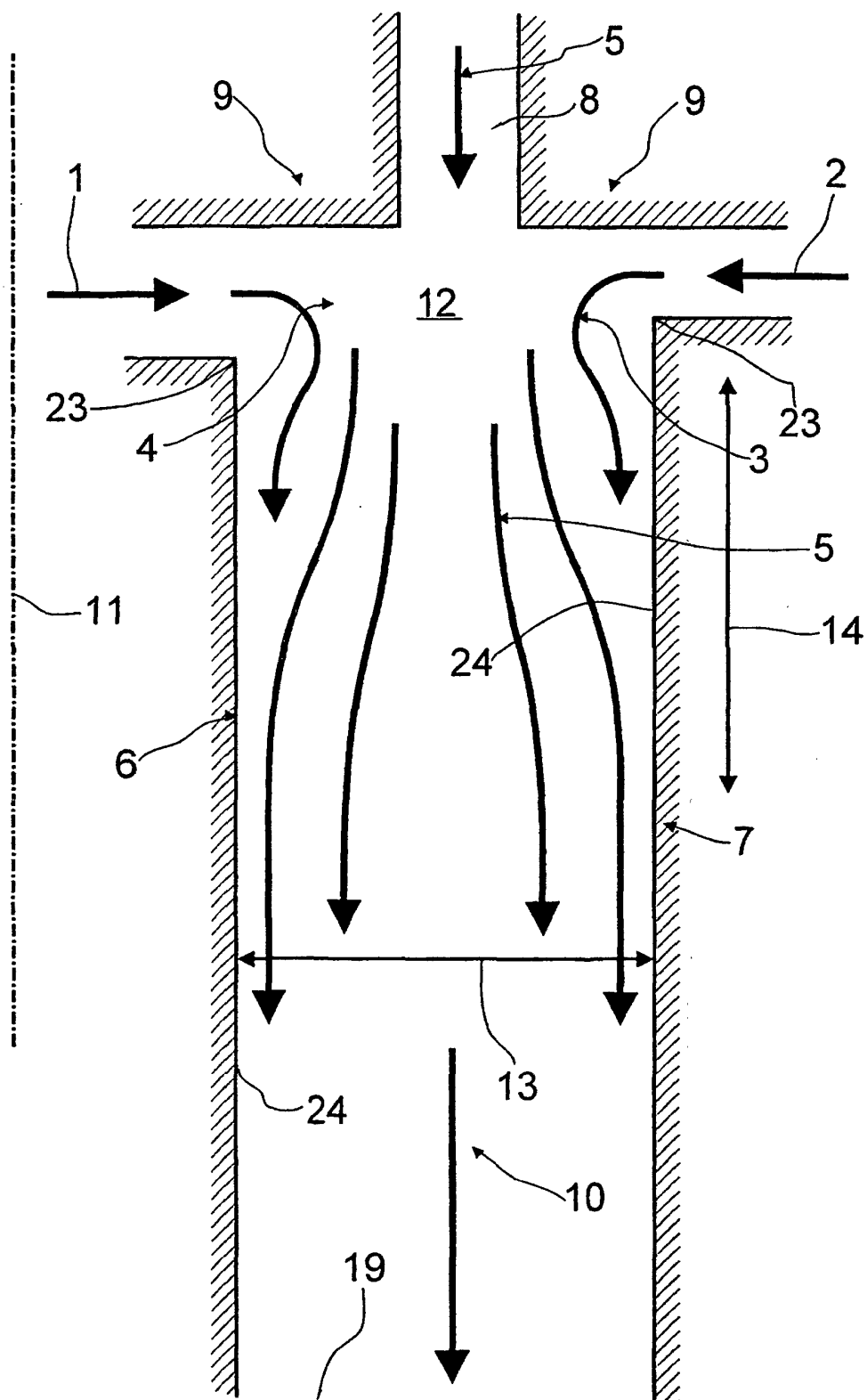


FIG.4

