

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
25. Oktober 2007 (25.10.2007)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
**WO 2007/118788 A1**

(51) Internationale Patentklassifikation:  
*B01J 4/00* (2006.01) *B01J 8/00* (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2007/053200

(22) Internationales Anmeldedatum:  
3. April 2007 (03.04.2007)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:  
06112482.2 11. April 2006 (11.04.2006) EP

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): **BASF Aktiengesellschaft** [DE/DE]; 67056 Ludwigshafen (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **FISCHER, Wolfgang** [DE/DE]; Stefan-Zweig-Str. 12, 69190 Walldorf (DE). **BARDON, Rainer** [DE/DE]; Deidesheimer Str. 3, 67125 Dannstadt-Schauernheim (DE). **DEARMITT, Chris** [SE/DE]; Q7, 17A, 68161 Mannheim (DE).

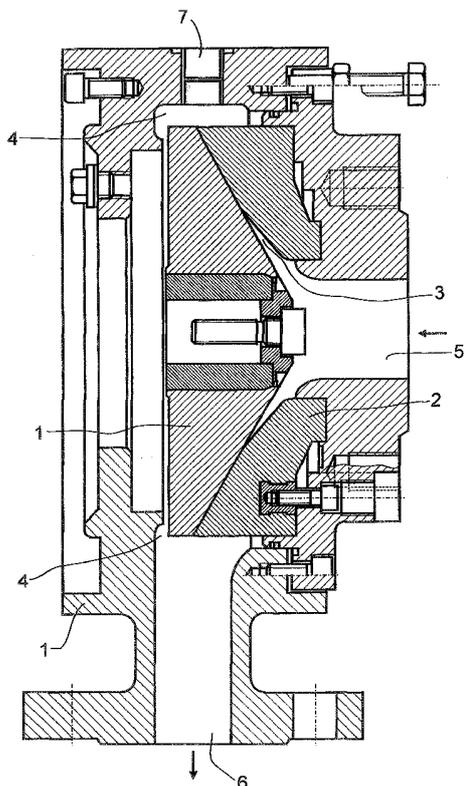
(74) **Anwalt: ISENBRUCK, Günter**; ISENBRUCK BÖSL HÖRSCHLER WICHMANN HUHN, Theodor-Heuss Anlage 12, 68165 Mannheim (DE).

(81) **Bestimmungsstaaten** (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) **Title:** CONTINUOUS PROCESS FOR PERFORMING A CHEMICAL REACTION IN WHICH A GASEOUS PHASE IS ADDED TO A CHARGE STREAM COMPRISING ONE OR MORE SOLID PHASES WHICH HAVE BEEN DISSOLVED OR DISPERSED IN WATER

(54) **Bezeichnung:** KONTINUIERLICHES VERFAHREN ZUR DURCHFÜHRUNG EINER CHEMISCHEN REAKTION, BEI DER EINEM EINSATZSTROM, ENTHALTEND EINE ODER MEHRERE FESTE, IN WASSER GELÖSTE ODER DISPERGIERTE PHASEN, EINE GASFÖRMIGE PHASE ZUGEGBEN WIRD



(57) **Abstract:** Proposed is a continuous process for performing a chemical reaction in which a gaseous phase is added to a charge stream comprising one or more solid phases which have been dissolved or dispersed in water, which is characterized in that - a rotor/stator apparatus is used, which has a rotor (1) and a stator (2) which, with their surfaces facing one another, form a shear zone (3) which is adjoined by a mixing zone (4) having an orifice (7) leading to the exterior, a feed being connected upstream of the shear zone (3) and an outlet being connected downstream of the mixing zone (4), - the charge stream comprising one or more solid phases dissolved or dispersed in water is added to the rotor/stator apparatus via the feed (5) into the shear zone (3), - in the shear zone (3), an elevated pressure of at least 1 bar is built up, - the gaseous phase is introduced into the mixing zone (4) via its external orifice and mixed into the charge stream under the elevated pressure of at least 1 bar built up in the shear zone (3) or with a further pressure increase to obtain a reaction mixture, said mixture being fed via the outlet (6) to a holding zone in which the reaction takes place and downstream of which is connected a pressure regulation valve, by means of which the pressure in the mixing zone (4) is regulated.

(57) **Zusammenfassung:** Vorgesprochen wird ein kontinuierliches Verfahren zur Durchführung einer chemischen Reaktion, bei der einem Einsatzstrom, enthaltend eine oder mehrere feste, in Wasser gelöste oder dispergierte Phasen, eine gasförmige Phase zugegeben wird, das dadurch gekennzeichnet ist, dass - eine Rotor/Stator-Vorrichtung eingesetzt wird, mit einem Rotor (1) und einem Stator (2), die mit ihren einander zugekehrten Oberflächen eine Scherzone (3) ausbilden, an die sich

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 2007/118788 A1



LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

MT, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

**(84) Bestimmungsstaaten** (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC,

**Veröffentlicht:**

— mit internationalem Recherchenbericht

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

---

eine Mischzone (4) mit einer Öffnung (7) der Mischzone (4) nach außen anschließt, wobei der Scherzone (3) eine Zuführung vorgeschaltet und der Mischzone (4) ein Auslass nachgeschaltet ist, - der Einsatzstrom, enthaltend eine oder mehrere feste, in Wasser gelöste oder dispergierte Phasen, der Rotor/Stator-Vorrichtung über die Zuführung (5) in die Scherzone (3) zugegeben, - in der Scherzone (3) ein Überdruck von mindestens 1 bar aufgebaut wird, - in die Mischzone (4) über deren Öffnung nach außen die gasförmige Phase in den Einsatzstrom unter dem in der Scherzone (3) aufgebauten Überdruck von mindestens 1 bar oder unter weiterer Druckerhöhung eingemischt wird, unter Erhalt eines Reaktionsgemisches, - das über den Auslass (6) einer Verweilzeitzone zugeführt wird, in der die Reaktion stattfindet und - der ein Druckregelventil nachgeschaltet ist, über das der Druck in der Mischzone (4) geregelt wird.

Kontinuierliches Verfahren zur Durchführung einer chemischen Reaktion, bei der einem Einsatzstrom, enthaltend eine oder mehrere feste, in Wasser gelöste oder dispergierte Phasen, eine gasförmige Phase zugegeben wird

## 5 Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein kontinuierliches Verfahren zur Durchführung einer chemischen Reaktion, bei der einem Einsatzstrom, enthaltend eine oder mehrere feste in Wasser gelöste oder dispergierte Phasen, eine gasförmige Phase zugegeben wird.

10

Zahlreiche chemische Reaktionen beruhen auf der Umsetzung einer oder mehrerer fester, in Wasser dispergierter oder gelöster Phasen, mit einer gasförmigen Phase. Hierbei muss die gasförmige Phase optimal in die eine oder mehrere feste Phasen enthaltende wässrige Phase eingemischt werden.

15

Für die kontinuierliche Dispergierung von Feststoffen in Flüssigkeiten sind zahlreiche Mischapparaturen bekannt, zum Beispiel die Mischapparaturen der Firmen IKA, Lipp Mischtechnik oder der Firma Buckau-Wolf. Viele Ausführungen der Mischapparaturen dieser Firmen sind nicht in der Lage, Drücke von über 1 bar aufzubauen. Dies wird in der Regel bei Bedarf durch nachgeschaltete Pumpen erreicht, was einen erheblichen zusätzlichen technischen Aufwand bedeutet.

20

Für die Zugabe von Gasen in Flüssigkeiten werden häufig Rührkessel eingesetzt, mit speziellen Gaseinlasssystemen zum Einperlen der Gase oder mit Rohrsystemen, bei denen statische Mischer dem Ort der Gaszugabe nachgeschaltet sind. Um die Löslichkeit der Gase in der wässrigen Phase zu verbessern, muss unter Druck gearbeitet werden, was zu technisch aufwändigen Lösungen zwingt, insbesondere wenn gleichzeitig Feststoffe zugegeben werden müssen.

25

Es war dem gegenüber Aufgabe der Erfindung, ein technisches einfaches Verfahren zur Herstellung eines Reaktionsgemisches und einer anschließenden Reaktion zur Verfügung zu stellen, bei dem zu einem Einsatzstrom, enthaltend eine oder mehrere feste, in Wasser gelöste oder dispergierte Phasen, eine gasförmige Phase zugegeben und eine ausgezeichnete Phasendurchmischung gewährleistet wird.

30

Die Aufgabe wird gelöst durch ein kontinuierliches Verfahren zur Durchführung einer chemischen Reaktion, bei der einem Einsatzstrom, enthaltend eine oder mehrere feste, in Wasser gelöste oder dispergierte Phasen, eine gasförmige Phase zugegeben wird, das dadurch gekennzeichnet ist, dass

35

eine Rotor/Stator-Vorrichtung eingesetzt wird, mit einem Rotor und einem Stator, die mit ihren einander zugekehrten Oberflächen eine Scherzone ausbilden, an die sich eine Mischzone mit einer Öffnung der Mischzone nach außen anschließt, wobei der Scherzone eine Zuführung vorgeschaltet und der Mischzone ein Auslass nachgeschaltet ist,

5 der Einsatzstrom, enthaltend eine oder mehrere feste, in Wasser gelöste oder dispergierte Phasen, der Rotor/Stator-Vorrichtung über die Zuführung in die Scherzone zugegeben,

in der Scherzone ein Überdruck von mindestens 1 bar aufgebaut wird,

10 in die Mischzone über deren Öffnung nach außen die gasförmige Phase in den Einsatzstrom unter dem in der Scherzone aufgebauten Überdruck von mindestens 1 bar oder unter weiterer Druckerhöhung eingemischt wird, unter Erhalt eines Reaktionsgemisches,

das über den Auslass einer Verweilzeitzone zugeführt wird, in der die Reaktion stattfindet und

15 der ein Druckregelventil nachgeschaltet ist, über das der Druck in der Mischzone geregelt wird.

Für das erfindungsgemäße Verfahren können allgemein Vorrichtungen eingesetzt werden, womit in einer Scherzone, der Einsatzstrom, enthaltend eine oder mehrere feste, in Wasser gelöste oder dispergierte Phasen, auf einen Überdruck von mindestens 1 bar gebracht werden und in einer sich daran anschließenden Mischzone unter dem zuvor in der Scherzone aufgebauten Überdruck oder unter weiterer Druckerhöhung eine gasförmige Phase zugegeben werden kann, wobei die Löslichkeit des Gases in

20 der flüssigen Phase deutlich erhöht wird, eine ausgezeichnete Durchmischung und kurze Reaktionszeiten erreicht werden.

Vorteilhaft kann eine Rotor/Stator-Vorrichtung eingesetzt werden, wie sie zum Dispergieren, Verteilen und Homogenisieren in DE 197 20 959 beschrieben und unter der

30 Bezeichnung Suprator® bekannt ist: Rotor und Stator bilden zwischen den einander zugeordneten Oberflächen einen konischen Scherspalt aus, dessen Weite durch die axiale Verschiebung von Rotor und/oder Stator eingestellt werden kann und an den sich ein Ringraum anschließt.

35 Die Vorrichtung hat einen axialen Zuführstutzen für die Zuführung des zu behandelnden Gemisches zum Scherspalt und einen radialen Auslassstutzen für die Abführung desselben aus dem Ringraum.

Bedingt durch die konische Geometrie von Rotor und Stator, können über diese Vorrichtung durch die Pumpwirkung Überdrücke von über 1 bar aufgebaut werden.

40

Diese Rotor/Stator-Vorrichtung wird vorteilhaft zur Herstellung von Gemischen, ausgehend von einer wässrigen, eine oder mehrere feste Phasen, enthaltenden Phase und einer gasförmigen Phase genutzt, indem als Zuführung für die wässrige, eine oder mehrere feste Phasen enthaltende Phase der axiale Zuführungsstutzen und als Zuführung für die gasförmige Phase die als Entleerstutzen vorgesehene Öffnung des Ringraums um Rotor und Stator nach außen genutzt wird. Im Ringraum erfolgt eine homogene Einmischung der gasförmigen Phase in die eine oder mehrere feste Phasen enthaltende wässrige Phase unter einem Überdruck von mindestens 1 bar.

Der Einsatzstrom, enthaltend eine oder mehrere feste, in Wasser gelöste oder dispergierte Phasen, kann vorteilhaft über einen Pulvervorsatz an der Eingangsseite des Rotor/Stator-Apparates, wie er beispielsweise unter dem Namen Vortex® von der Firma Buckau-Wolf angeboten wird, dem axialen Zuführstutzen zugeführt werden.

Die optimale Einmischung der gasförmigen Phase in den eine oder mehrere feste, in Wasser gelöste oder dispergierte Phasen enthaltenden Einsatzstrom erfolgt dadurch, dass das den Scherspalt verlassende Material durch die Zentrifugalkräfte in den Ringraum geschleudert wird, in den das einzumischende Gas dosiert wird. Über ein der Rotor/Stator-Vorrichtung nachgeschaltetes Druckregelventil wird der gewünschte Überdruck im Ringraum eingestellt, wodurch die Löslichkeit des Gases in der flüssigen Phase deutlich erhöht wird und somit kurze Reaktionszeiten erreicht werden können.

Das Reaktionsgemisch aus dem Einsatzstrom und der gasförmigen Phase verlässt die Rotor/Stator-Vorrichtung über den radialen Auslassstutzen und tritt in eine Verweilzeit-Zone ein, in der die chemische Reaktion stattfindet und der das Druckregelventil nachgeschaltet ist.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform kann die Rotor/Stator-Vorrichtung, in der im Einsatzstrom, enthaltend eine oder mehrere feste, in Wasser gelöste oder dispergierte Phasen, ein Überdruck von mindestens 1 bar aufgebaut wird, ein Werkzeug enthalten, das bevorzugt auf dem Rotor und/oder dem Stator jeweils einen Zahnkranz aufweist, wobei zwischen den einander zugewandten Zahnkranzen durch die Spalte zwischen den Zähnen der Zahnkranze die Scherzone ausgebildet wird. Im Ringraum um Rotor und Stator erfolgt eine homogene Einmischung der gasförmigen Phase in die eine oder mehrere feste Phasen enthaltende wässrige Phase unter einem Überdruck von mindestens 1 bar.

In einer weiteren Ausführungsform kann als Rotor/Stator-Vorrichtung ein Propellersystem eingesetzt werden mit einem Stator und einem Rotor mit zwei oder mehreren Flü-

gelpaaren, wobei die Scherzone der Bereich zwischen den Flügelpaaren des Rotors und dem Stator ist, in dem ein Druck von mindestens 1 bar aufgebaut wird und an den sich ein weiterer Bereich zwischen mindestens einem Flügelpaar des Rotors und dem Stator als Mischzone anschließt und wobei die einander zugewandten Oberflächen von Stator und Flügelpaaren des Rotors bevorzugt strukturiert sind. Derartige Apparate sind beispielsweise dem Namen Reflector® der Firma Lipp Mischtechnik GmbH bekannt.

Das Reaktionsgemisch aus dem Einsatzstrom und der gasförmigen Phase verlässt die Rotor/Stator-Vorrichtung über den radialen Auslassstutzen und tritt in eine Verweilzeitzone ein, in der die chemische Reaktion stattfindet und der das Druckregelventil nachgeschaltet ist.

Diese Verweilzeit-Zone kann als Rohrreaktor ausgebildet sein.

Es ist auch möglich, die Verweilzeit-Zone durch eine Kombination von Rohrreaktor und Rührkessel auszubilden.

Dem Druckregelventil kann ein Apparat zur Abtrennung von Feststoffen aus dem Reaktionsgemisch nachgeschaltet werden.

Der Einsatzstrom, enthaltend eine oder mehrere feste, in Wasser gelöste oder dispergierte Phasen kann zusätzlich eine oder mehrere organische Phasen enthalten.

Bevorzugt kann der Einsatzstrom ein in Wasser gelöstes oder dispergiertes Magnesiumsalz enthalten und die gasförmige Phase, die dem Einsatzstrom zugegeben wird, gasförmiges Kohlendioxid.

Durch das erfindungsgemäße Verfahren wird eine deutlich verbesserte Löslichkeit einer gasförmigen Phase in einem wässrigen, eine oder mehrere feste Phasen enthaltenden Einsatzstrom gewährleistet und damit eine verbesserte Reaktionsgeschwindigkeit des danach hergestellten Reaktionsgemisches.

Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht die Herstellung von Gemischen aus Gas, Wasser und einem oder mehreren Feststoffen, unter Verwendung eines einzigen, relativ kleinen Apparates, der Rotor/Stator-Vorrichtung. So wird kein Düsen- oder Frittensystem benötigt, das durch Feststoffe leicht verstopft werden kann.

Es wird eine optimale, homogene und schnelle Vermischung der Reaktionspartner erreicht und dadurch eine schnelle Reaktion und somit geringe Verweilzeiten sowie kleinere, kostengünstigere Apparate ermöglicht.

5 Durch das erfindungsgemäße Verfahren können in wirtschaftlicher Weise hohe Umsätze bei der Durchführung von chemischen Reaktionen, bei der einem Einsatzstrom, enthaltend eine oder mehrere feste, in Wasser gelöste oder dispergierte Phasen, eine gasförmige Phase zugegeben wird, von über 90 % oder auch von über 95 % erreicht werden.

10

Die Erfindung wird im Folgenden anhand einer Zeichnung sowie von Ausführungsbeispielen näher erläutert.

15 Die einzige Figur zeigt die schematische Darstellung einer bevorzugten Ausführungsform einer Rotor/Stator-Vorrichtung zum Einsatz im erfindungsgemäßen Verfahren.

Die Rotor/Stator-Vorrichtung umfasst einen Rotor 1 und einen Stator 2 mit einander zugewandten, konischen Oberflächen, die einen Scherspalt 3 ausbilden. Dem Scherspalt 3 ist ein axialer Zuführstutzen 5 vorgeschaltet, ein radialer Auslassstutzen 6 nachgeschaltet und er ist von einem Ringraum 4 umschlossen. Der Ringraum 4 weist eine Öffnung 7 nach außen auf.

20

#### Ausführungsbeispiel 1

25 Es wurde zunächst in einem Suprator-Vortex®S 200-Apparat der Firma Buckau-Wolf ein wässriger Einsatzstrom, enthaltend eine feste Phase erzeugt, in dem über den tangentialen Anschluss des Apparates 2,2 m<sup>3</sup>/h VE-Wasser zugegeben und von oben über eine Dosierbandwaage 17,6 kg/h Mg(OH)<sub>2</sub>(Magnefin®H-10 der Firma Martinswerk GmbH) zudosiert wurde. Dieser wässrige Einsatzstrom wurde über den axialen

30 Zuführstutzen von einer Rotor/Stator-Vorrichtung, wie sie in DE 197 20 959 beschrieben und unter dem Handelsnamen Suprator® bekannt ist und der mit Kammerwerkzeugen bestehend aus Zahnkränzen auf dem Rotor und dem Stator ausgerüstet war, angesaugt.

35 Über die obere Öffnung des Ringraumes, der als Entleerstutzen vorgesehen ist, wurden 29 kg/h gasförmiges Kohlendioxid in den Ringraum dosiert, wobei im Ringraum eine optimale Durchmischung mit dem wässrigen, Magnesiumhydroxid enthaltenden Einsatzstrom, erfolgte.

Im Ringraum wurde ein Überdruck von 1,5 bar mittels eines Druckregelventils eingestellt, das am Ende einer Verweilzeitstrecke angeordnet war, die sich an den radialen Auslassstutzen der Rotor/Stator-Vorrichtung anschloss.

- 5 Das Reaktionsgemisch wurde über einen unten am Ringraum angeordneten radialen Auslassstutzen in eine Verweilzeitstrecke eingeleitet, gebildet aus einem hydraulisch geführten 0,3 m<sup>3</sup>-Rührkessel, dem ein 4 Meter langes DN 200-Rohr nachgeschaltet war und an den sich das Druckregelventil anschloss.
- 10 Nach dem Druckregelventil war ein Probenahmeventil angebracht.

Über das Probenahmeventil wurde eine klare Lösung von Mg(HCO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> entnommen, die noch 0,10 g/l ungelöste Magnesiumsalze enthielt.

- 15 Der Umsatz des eingesetzten Magnesiumhydroxids betrug somit 98,8 %.

#### Ausführungsbeispiel 2

- Es wurde wie zu Ausführungsbeispiel 1 beschrieben verfahren, jedoch wurde die Verweilzeitstrecke wie folgt modifiziert: es wurde kein Rührreaktor eingesetzt und das 4 Meter lange DN 200-Rohr wurde durch ein 10 Meter langes DN 150-Rohr ersetzt.

- An der Probenahmestelle wurde eine klare Lösung erhalten, die noch 0,9 g/l ungelöste Magnesiumsalze enthielt, entsprechend einem Umsatz von 98,9 % an eingesetztem Magnesiumhydroxid.

#### Ausführungsbeispiel 3

- Die Versuchsdurchführung entsprach dem ersten Ausführungsbeispiel, mit folgender Modifizierung der Verweilzeit-Zone: es wurde kein Rührreaktor eingesetzt, jedoch ein 5 Meter langes DN 200-Rohr, in dem in der Mitte ein statischer Mischer zur Verhinderung der Sedimentation von Feststoffen eingebaut war.

- An der Probenahmestelle wurde eine klare Lösung von Mg(HCO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> erhalten, die noch 0,12 g/l ungelöste Magnesiumsalze enthielt, entsprechend einem Umsatz an Magnesiumhydroxid von 98,5 %.

Vergleichsbeispiel 1

Es wurde entsprechend dem Ausführungsbeispiel 1 verfahren, jedoch erfolgte die Zugabe des Kohlendioxids nicht in die Rotor/Stator-Vorrichtung, sondern in den 0,3 m<sup>3</sup>-  
5 Rührkessel durch Einperlen über ein perforiertes Rohr, das am Boden des Rührkessels angebracht war.

An der Probenahmestelle wurde eine leicht trübe Lösung erhalten, die noch 1,8 g/l ungelöste Magnesiumsalze enthielt, entsprechend einem Umsatz von 77,5 %, bezogen  
10 auf das eingesetzte Magnesiumhydroxid.

Vergleichsbeispiel 2

Es wurde wie zu Vergleichsbeispiel 1 verfahren, jedoch erfolgte die Zugabe des Kohlendioxids in den 0,3 m<sup>3</sup>-Rührkessel über eine im Boden angebrachte Fritte.  
15

An der Probenahmestelle wurde eine leicht trübe Lösung erhalten, die noch 2,1 g/l ungelöste Magnesiumsalze enthielt, entsprechend einem Umsatz des eingesetzten Magnesiumhydroxids von 73,8 %.

## Patentansprüche

1. Kontinuierliches Verfahren zur Durchführung einer chemischen Reaktion, bei der einem Einsatzstrom, enthaltend eine oder mehrere feste, in Wasser gelöste oder dispergierte Phasen, eine gasförmige Phase zugegeben wird, dadurch gekennzeichnet, dass
- 5
- eine Rotor/Stator-Vorrichtung eingesetzt wird, mit einem Rotor (1) und einem Stator (2), die mit ihren einander zugekehrten Oberflächen eine Scherzone (3) ausbilden, an die sich eine Mischzone (4) mit einer Öffnung (7) der Mischzone (4) nach außen anschließt, wobei der Scherzone (3) eine Zuführung vorgeschaltet und der Mischzone (4) ein Auslass nachgeschaltet ist,
  - 10
  - der Einsatzstrom, enthaltend eine oder mehrere feste, in Wasser gelöste oder dispergierte Phasen, der Rotor/Stator-Vorrichtung über die Zuführung (5) in die Scherzone (3) zugegeben,
  - 15
  - in der Scherzone (3) ein Überdruck von mindestens 1 bar aufgebaut wird,
  - 20
  - in die Mischzone (4) über deren Öffnung nach außen die gasförmige Phase in den Einsatzstrom unter dem in der Scherzone (3) aufgebauten Überdruck von mindestens 1 bar oder unter weiterer Druckerhöhung eingemischt wird, unter Erhalt eines Reaktionsgemisches,
  - 25
  - das über den Auslass (6) einer Verweilzeitzone zugeführt wird, in der die Reaktion stattfindet und
  - 30
  - der ein Druckregelventil nachgeschaltet ist, über das der Druck in der Mischzone (4) geregelt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Scherzone (3) durch einen konischen Scherspalt mit durch axiale Verschiebung von Rotor (1) und Stator (2) einstellbarer Spaltweite, die Mischzone (4) durch einen Ringraum, die Zuführung (5) als axialer Stutzen und der Auslass (6) als radialer Stutzen ausgebildet ist.
- 35
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Rotor/Stator-Vorrichtung ein Werkzeug enthält, das bevorzugt auf dem Rotor und dem Stator
- 40

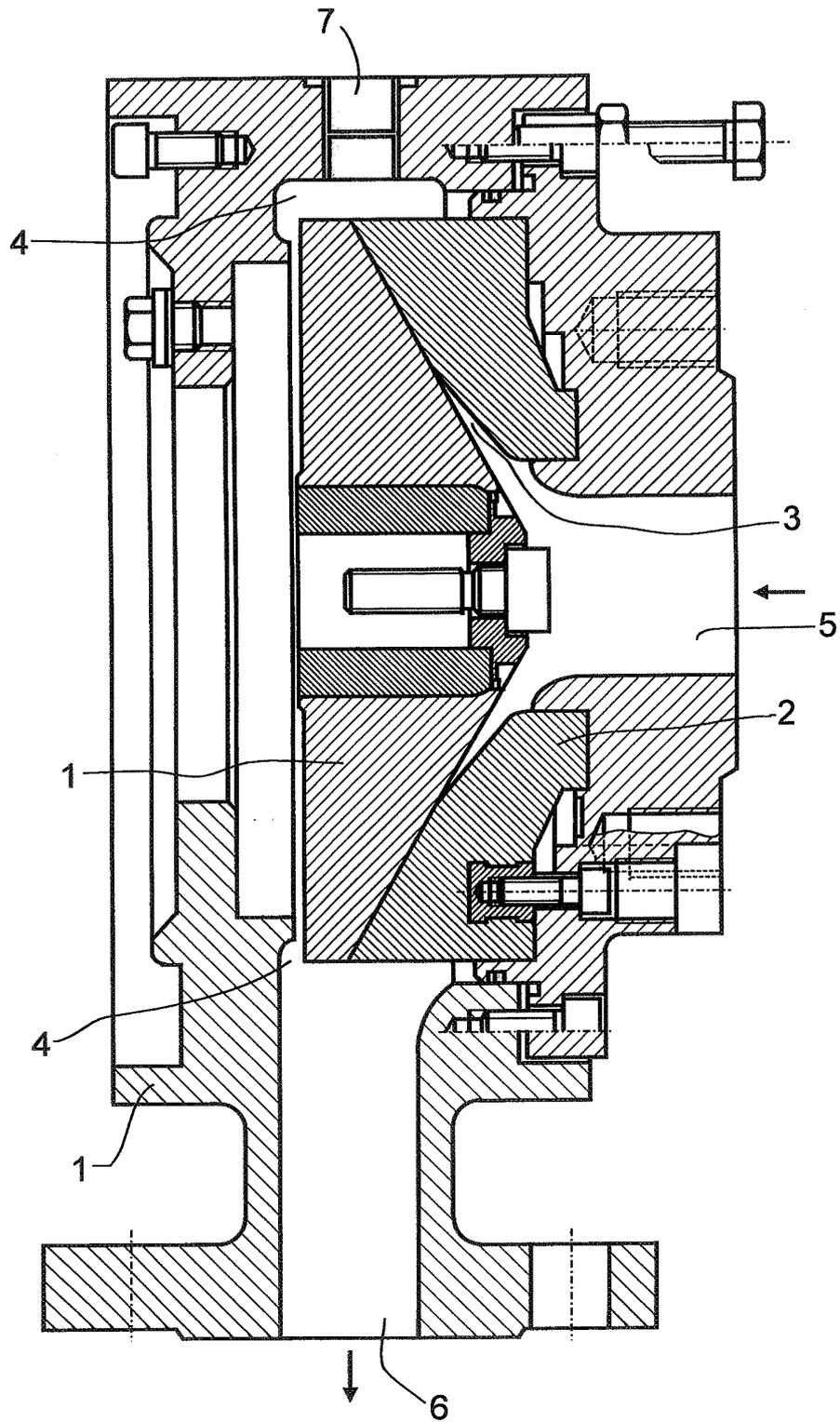
jeweils mindestens einen Zahnkranz aufweist und dass die Scherzone (3) als Spalte zwischen den Zahnkränzen des Rotors und des Stators ausgebildet ist, an die sich ein Ringraum anschließt, in den die gasförmige Phase unter einem Überdruck von mindestens 1 bar eingemischt wird.

5

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Rotor/Stator-Vorrichtung ein Propellersystem mit einem Stator und einem Rotor mit zwei oder mehreren Flügelpaaren ist, wobei die Scherzone (3) der Bereich zwischen den Flügelpaaren des Rotors und dem Stator ist, in dem ein Druck von mindestens 1 bar aufgebaut wird und an den sich ein weiterer Bereich zwischen mindestens einem Flügelpaar des Rotors und dem Stator als Mischzone (4) anschließt und wobei die einander zugewandten Oberflächen von Stator und Flügelpaaren des Rotors bevorzugt strukturiert sind.
- 10 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass der Einsatzstrom zusätzlich eine oder mehrere organische Phasen enthält.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Zugabe des Einsatzstromes über einen Pulvervorsatz der Rotor/Stator-Vorrichtung erfolgt.
- 20 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet dass die Verweilzeit-Zone ein Rohrreaktor ist.
- 25 8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Verweilzeit-Zone zusätzlich einen Rührkessel umfasst.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass dem Druckregelventil ein Apparat zur Abtrennung von Feststoffen nachgeschaltet ist.
- 30 10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass der Einsatzstrom als feste Phase ein Magnesiumsalz und dass die gasförmige Phase Kohlendioxid enthält.

FIG.1

1/1



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2007/053200

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
 INV. B01J4/00 B01J8/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

B01J

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	DE 197 20 959 A1 (DORR OLIVER DEUTSCHLAND [DE]) 19 November 1998 (1998-11-19) cited in the application the whole document	1-10
A	DE 101 31 606 A1 (WERNERT & CO OHG H [DE] WERNERT & CO OHG H [DE]; SACHTLEBEN CHEMIE GMB) 14 March 2002 (2002-03-14) paragraphs [0004], [0005], [0007] - [0010]	1-10
A,P	WO 2006/087279 A (BASF AG [DE]; GUENTHERBERG NORBERT [DE]; FISCHER WOLFGANG [DE]; RADULL) 24 August 2006 (2006-08-24) the whole document	1-10

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

## \* Special categories of cited documents:

\*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

\*E\* earlier document but published on or after the international filing date

\*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

\*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

\*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

\*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

\*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

\*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

\*&\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

19 July 2007

Date of mailing of the international search report

01/08/2007

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
 NL - 2280 HV Rijswijk  
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
 Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Buesing, Guenter

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2007/053200

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 19720959	A1	19-11-1998	NONE	
DE 10131606	A1	14-03-2002	NONE	
WO 2006087279	A	24-08-2006	DE 102005006765 A1	17-08-2006

**INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT**

Internationales Aktenzeichen  
PCT/EP2007/053200

<b>A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES</b> INV. B01J4/00 B01J8/00		
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC		
<b>B. RESEARCHIERTE GEBIETE</b> Recherchiertes Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole ) B01J		
Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen		
Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe) EPO-Internal		
<b>C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN</b>		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	DE 197 20 959 A1 (DORR OLIVER DEUTSCHLAND [DE]) 19. November 1998 (1998-11-19) in der Anmeldung erwähnt das ganze Dokument	1-10
A	DE 101 31 606 A1 (WERNERT & CO OHG H [DE] WERNERT & CO OHG H [DE]; SACHTLIBEN CHEMIE GMB) 14. März 2002 (2002-03-14) Absätze [0004], [0005], [0007] - [0010]	1-10
A,P	WO 2006/087279 A (BASF AG [DE]; GUENTHERBERG NORBERT [DE]; FISCHER WOLFGANG [DE]; RADULL) 24. August 2006 (2006-08-24) das ganze Dokument	1-10
<input type="checkbox"/> Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen <input checked="" type="checkbox"/> Siehe Anhang Patentfamilie		
* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen : *A* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist *E* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist *L* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt) *O* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht *P* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist *T* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist *X* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden *Y* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist *&* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche 19. Juli 2007		Absenddatum des internationalen Recherchenberichts 01/08/2007
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5318 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Bevollmächtigter Bediensteter Buesing, Guenter

**INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT**

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2007/053200

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
DE 19720959	A1	19-11-1998	KEINE
DE 10131606	A1	14-03-2002	KEINE
WO 2006087279	A	24-08-2006	DE 102005006765 A1 17-08-2006