

(12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织
国际局

(43) 国际公布日
2020 年 1 月 30 日 (30.01.2020)



(10) 国际公布号
WO 2020/019542 A1

- (51) 国际专利分类号:
B01D 9/02 (2006.01) **B01D 1/00** (2006.01)
- (21) 国际申请号: PCT/CN2018/111214
- (22) 国际申请日: 2018 年 10 月 22 日 (22.10.2018)
- (25) 申请语言: 中文
- (26) 公布语言: 中文
- (30) 优先权:
201810827841.8 2018 年 7 月 25 日 (25.07.2018) CN
- (71) 申请人: 江苏新宏大集团有限公司 (JIANGSU NEW HONDA GROUP) [CN/CN]; 中国江苏省兴化市戴南镇科技园区创业大道 1 号, Jiangsu 225721 (CN)。
- (72) 发明人: 陈爱民 (CHEN, Aimin); 中国江苏省兴化戴南镇科技园区创业大道 1 号, Jiangsu 225721 (CN)。 沈梅和 (SHEN, Meihe); 中国江苏省兴化戴南镇科技园区创业大道 1 号, Jiangsu 225721 (CN)。

- (74) 代理人: 南京瑞弘专利商标事务所 (普通合伙) (NANJING RUIHONG PATENT & TRADEMARK AGENCY (ORDINARY PARTNERSHIP)); 中国江苏省南京市玄武区龙蟠路 155 号 3 幢 411 室, Jiangsu 210000 (CN)。
- (81) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW。
- (84) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG,

(54) Title: VERTICAL VACUUM CRYSTALLIZING APPARATUS

(54) 发明名称: 一种立式真空结晶装置

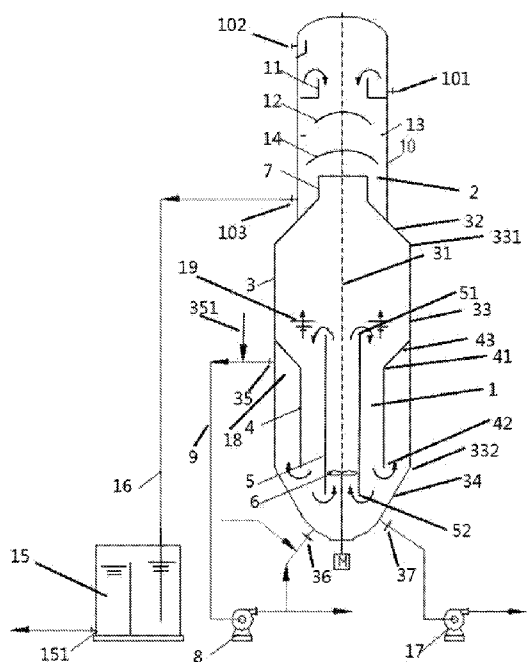


图 1

(57) Abstract: The present invention provides a vertical vacuum crystallizing apparatus, comprising a crystallizing part and a condensing part. The crystallizing part is located below the condensing part. The crystallizing part comprises crystallizing section cylinder body, an outer flow guide cylinder, a central flow guide cylinder, a bottom stirrer, a secondary steam rising cylinder, a circulating pump, an inner circulating channel, and an outer circulating channel. The condensing part comprises a condensing section cylinder body as well as an overflow dam, a first water barrier cap, a liquid diverting ring, and a second water barrier cap which are disposed within the condensing section cylinder body in sequence from top to bottom. The advantages of the present invention are that: no heat exchanger is needed; the problems of serious scaling on an inner surface and scale cleaning do not exist; and because the vacuum operation pressure is close to the steam partial pressure of a solution, the operation is stable. The crystallizing part and the condensing part are combined to form one apparatus, such that a secondary steam flow path is shortened, and the seal point leakage caused by the increase of pipe connections are removed. The inner circulating channel removes a high saturation area in the crystallizing part, such that the saturations at different positions are even and low. The outer circulating channel removes excessive fine crystals and elutriates products with narrow particle size.



CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU,
IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT,
RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI,
CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

根据细则4.17的声明：

- 发明人资格(细则4.17(iv))

本国际公布：

- 包括国际检索报告(条约第21条(3))。

distribution.

(57) 摘要：本发明提供一种立式真空结晶装置，包括结晶部和冷凝部，结晶部位于冷凝部下方，结晶部包括结晶段筒体、外导流筒、中心导流筒、底搅拌器、二次蒸汽上升筒、循环泵、内循环通道和外循环通道；冷凝部包括冷凝段筒体以及冷凝段筒体内部由上至下依次设置的溢流堰、第一挡水帽、折液环和第二挡水帽；本发明的优点是：不需换热器，不存在内表面严重结垢，及结垢清理问题；真空操作压力与溶液蒸汽分压相近，操作比较稳定。结晶部与冷凝部组合成一台设备，缩短二次蒸汽流路，消除了因管道连接而增加的密封点泄漏。内循环通道消除结晶部内高饱和度区域，各处饱和度比较均匀且较低，外循环通道消除了过量的细晶，同时淘洗出粒度分布很窄的产品。

说明书

一种立式真空结晶装置

技术领域

本发明涉及化工分离领域，具体涉及一种立式真空结晶装置。

背景技术

结晶是指固体以晶体状态从气体、液体或熔融物中析出的过程，此过程是由热力学和动力学因素决定的，溶质要从溶液中析出，必须不断从外部获得能量，使溶液中溶液不断蒸发，使其达到饱和和过饱和，溶液未达到饱和时（处于稳定区），溶质不会产生结晶，当溶液处于溶解度曲线和超溶解度曲线之间时（介稳区），此时溶质结晶和溶解处于动态平衡，溶质不会自发成核析出，若有晶核进入就能长出晶体，此阶段极易受外界影响，即有无晶种、晶种大小、多少、有无搅拌、振动及杂质等因素，晶体的成长应控制在此区域内进行。溶液进入过饱和区（不稳定区）后，则会自发产生较多晶核。晶核的形成分为两类，无晶体存在的初级成核和有晶体存在的二次成核，在工业结晶过程中，通常控制二次成核，即流体的剪应力成核和接触成核，也就是选择合适的搅拌型式和转速。

根据化工单元操作普遍扩散理论分析，晶体的成长与以下因素有关：

（1）晶体成长的推动力是溶液的过饱和浓度差和传递速度，过饱和溶液中的溶质扩散到晶核附近的相对静止液层，并穿过相对静止溶液层到达晶体表面嵌入晶面，使其晶体长大，并放出结晶热，热量再依靠扩散传递到溶液中。

（2）溶液的温度，在相同的时间和相同的过饱和浓度差条件下，温度越高，溶液粘度越低，溶液的扩散速度越快，晶体的成长速度也快，越容易得到粒径

较大的晶体。

(3) 循环溶液流量，当蒸发量一定时，循环溶液的流量和溶液的过饱和度成反比函数关系，而循环流量又确定了蒸发结晶器各部位的流速大小，流速大易引起晶体之间、晶体与器壁之间碰撞加剧，致使晶体破碎成二次晶核的可能性增大，对产品粒径影响也很大；流速小，不利于晶体的生长，因此要有适当的循环流量。

(4) 晶浆浓度，在其它条件一定的前提下，晶浆浓度高则蒸发结晶器内晶体保有量多，晶体停留时间增长，有利于溶液过饱和度的消除和晶体成长，但晶浆浓度过高，晶体之间、晶体与器壁之间碰撞机率增多，晶体被破碎成二次晶核的机率也多，对晶体成长也不利，所以应当控制适当的晶体浓度，一般固液比控制在 20%。

(5) 细晶消除，晶浆中细微结晶太多，过分消化了溶液过饱和度，影响其它晶体的生长，也不利于后续工序的分离，且商业用途太小，需要注入消晶水，溶解细微晶体，以控制粒数密度，产生较粗晶体产品。

目前应用较多的结晶方法是采用强制外循环，料液自循环管下部加入，与离开结晶室底部的晶浆混合后，由泵送往加热室。晶浆在加热室内升温(通常为 2~6℃)，但不发生蒸发。热晶浆进入结晶室后沸腾，使溶液达到过饱和状态，于是部分溶质沉积在悬浮晶粒表面上，使晶体长大。作为产品的晶浆从循环管上部排出。强制循环蒸发结晶器生产能力大，但由于该结晶器内部无搅拌装置，使得浆料的混合度变差，导致产品的粒度分布较宽；而且由于该设备中存在外循环冷却，所以其冷却管会比较容易结垢。

发明内容

为解决上述问题，本发明提出了一种立式真空结晶装置。

本发明的技术方案是：一种立式真空结晶装置，其特征在于包括：结晶部和冷凝部；

所述结晶部包括结晶段筒体、外导流筒、中心导流筒、底搅拌器、二次蒸汽上升筒、循环泵、内循环通道和外循环通道；

所述结晶段筒体是具有中心轴的轴对称结构，包括依次相连的锥台形上部、直筒形中部以及锥形底部，所述直筒形中部包括上端和下端，所述锥台形上部的大圆底面与所述上端相连，所述锥形底部的底面与所述下端相连，所述直筒形中部的中间位置开设有澄清溶液引出口，所述锥形底部上以所述中心轴为对称轴，对称地开设有入料口和出料口；

所述外导流筒包括相对的第一端和第二端，所述外导流筒位于所述结晶段筒体的内部，且所述第一端通过变径与所述直筒形中部固定连接，所述变径与所述直筒形中部交接处位于所述澄清溶液引出口的上方，所述第二端与所述直筒形中部的下端在同一水平线上，所述外导流筒以所述中心轴轴对称；

所述中心导流筒包括相对的第三端和第四端，所述中心导流筒位于所述外导流筒的内部，且所述第三端所在的水平面高于所述外导流筒与所述直筒形中部相交的位置，所述第三端正部的液面为蒸发界面，所述第四端在水平面的高度低于所述第二端在水平面的高度，所述中心导流筒以所述中心轴轴对称；

所述底搅拌器位于所述第四端的内部；

所述二次蒸汽上升筒为圆柱形结构且与所述锥台形上部的顶端相连且以所述中心轴轴对称；

所述循环泵位于所述结晶段筒体的外侧，且通过管道与所述入料口和所述澄清溶液引出口相连；

所述中心导流筒的筒内、以及所述外导流筒与所述中心导流筒之间的通道形成所述内循环通道；

所述外导流筒与所述圆柱形中部之间的通道为澄清区，所述内循环通道、所述澄清区、所述循环泵及所述管道形成所述外循环通道；

所述冷凝部包括冷凝段筒体以及所述冷凝段筒体内部由上至下依次设置的溢流堰、第一挡水帽、折液环和第二挡水帽，所述冷凝段筒体、所述溢流堰、所述第一挡水帽、所述折液环以及所述第二挡水帽均以所述中心轴轴对称，所述冷凝部位于所述结晶部的上方，且所述冷凝段筒体底端罩住所述第二蒸汽上升筒固定连接于所述锥台形上部的外侧，所述溢流堰的下边沿与所述冷凝段筒体密封连接，所述溢流堰的上边沿直径小于等于所述第一挡水帽的挡水宽度，所述折液环位于所述第一挡水帽和所述第二挡水帽之间，且所述折液环的外边沿固定在所述冷凝段筒体上，所述折液环的内径小于等于所述第一挡水帽的挡水宽度，且小于等于所述第二挡水帽的挡水宽度，所述冷凝段筒体在所述溢流堰位置设有冷却液注入口。

优选地，所述底搅拌器为推进式搅拌器，用以将所述中心导流筒内的混合溶液推进到所述中心导流筒上部的所述蒸发界面使内循环通道内的内循环效率提高。

优选地，所述冷凝段筒体的上部开设有不凝气体引出口，所述不凝气体引出口位于所述溢流堰的上方，用以将二次蒸汽中的不凝气排出所述冷凝段筒体。

优选地，所述澄清溶液引出口外侧的管道上接有消细晶水管道，用以将消细晶水与结晶溶液混合，消除结晶溶液中的细晶。

优选地，所述冷凝段筒体下部开设冷却冷凝混合液引出口，所述冷却冷

凝混合液引出口的距地高度小于所述二次蒸汽上升筒出汽端的距地高度。

优选地，所述冷凝部还包括液封槽和大气腿，所述大气腿的一端与所述冷却凝混合液引出口相连，所述大气腿的另一端接入所述液封槽，用以将所述冷凝段筒体内的冷却凝混合液成功引出至所述液封槽内，所述大气腿内充满液体且所述大气腿内液柱的距地高度在 10~20 米之间，用以使冷却凝混合液依靠液柱重力自动进入所述液封槽。

优选地，所述液封槽底部开设有冷却液去加热口，所述冷却液去加热口通过循环管道与所述冷却液注入口相连。

优选地，所述外导流筒的筒径是所述中心导流筒筒径的两倍，用以给所述外循环通道提供充足空间，以消除过量的细晶和淘洗产品的粒度。

优选地，所述结晶部还包括产品料浆泵，所述产品料浆泵通过管道与所述出料口相连，用以将所述结晶部产生的结晶引出。

优选地，所述立式真空结晶装置为多级串联架构，相邻两个立式真空结晶装置的其中之一的循环泵的出口端同时与相邻两个立式真空结晶装置的其中之一的入料口相连。

与现有技术相比，本发明的一种立式真空结晶装置主体设备简单，不需换热器，不存在内表面严重结垢，及结垢清理问题，从而影响生产能力；真空操作压力与溶液蒸汽分压相近，操作比较稳定。结晶部与冷凝部组合成一台设备，区别于其它形式的结晶蒸发器和冷凝器是分开的，其主要优点是：不需要用管道将二次蒸汽从结晶部引入冷凝部，缩短二次蒸汽流路，消除了因管道阻力导致二次蒸汽过热，而增加冷却液量；消除了因管道连接而增加的密封点泄漏，而增加真空系统的抽气量；同时也降低了溶液与真空相平衡的蒸发温度，提高了溶

液的蒸发量，节约了动力能耗，同时节约了设备投资。本发明的内循环通道消除结晶器内高饱和度区域，结晶器内各处饱和度比较均匀，而且较低，提高了蒸发强度，强化了结晶器的生产能力，推进式搅拌器应用，提高了内循环效率，降低了晶体与桨叶碰撞破碎成核几率，搅拌器采用变频调速，更有助于调整生产负荷；外循环通道消除了过量的细晶，以及产品粒度的淘洗，保证能生产粒度分布很窄的产品。

附图说明

图 1 为本发明的一种立式真空结晶装置的整体结构示意图。

具体实施方式

为使对本发明的目的、构造、特征、及其功能有进一步的了解，兹配合实施例详细说明如下。

请参阅图 1，图 1 为本发明的一种立式真空结晶装置整体结构示意图，如图 1 所示，本发明一实施例的立式真空结晶装置，包括结晶部 1 和冷凝部 2。

结晶部 1 包括结晶段筒体 3、外导流筒 4、中心导流筒 5、底搅拌器 6、二次蒸汽上升筒 7、循环泵 8、内循环通道和外循环通道。

结晶段筒体 3 是具有中心轴 31 的轴对称结构，包括依次相连的锥台形上部 32、直筒形中部 33 以及锥形底部 34，直筒形中部 33 包括上端 331 和下端 332，锥台形上部 32 的大圆底面与上端 331 相连，锥形底部 34 的底面与下端 332 相连，直筒形中部 33 的中间位置开设有澄清溶液引出口 35，锥形底部 34 上以中心轴 31 为对称轴，对称地开设有入料口 36 和出料口 37。锥台形上部 32 用于二次蒸汽集中，锥形底部 34 更有利于结晶部 1 内产生的结晶形成的晶浆集中，便于引出。

外导流筒 4 包括相对的第一端 41 和第二端 42，外导流筒 4 位于结晶段筒体

3 的内部，且第一端 41 通过变径 43 与直筒形中部 33 固定连接，变径 43 与直筒形中部 33 交接处位于澄清溶液引出口 35 的上方，第二端 42 与下端 332 在同一水平线上，外导流筒 4 以中心轴 31 轴对称。

中心导流筒 5 包括相对的第三端 51 和第四端 52，中心导流筒 5 位于外导流筒 4 的内部，且第三端 51 所在的水平面高于外导流筒 4 与直筒形中部 33 相交的位置，第三端 51 上部的液面为蒸发界面 19，第四端 52 在水平面的高度低于第二端 42 在水平面的高度，中心导流筒 5 以中心轴 31 轴对称。底搅拌器 6 位于第四端 52 的内部。

二次蒸汽上升筒 7 为圆柱形结构且与锥台形上部 32 的顶端相连且以中心轴 31 轴对称。

循环泵 8 位于结晶段筒体 3 的外侧，且通过管道 9 与入料口 36 和澄清溶液引出口 35 相连。

中心导流筒 5 的筒内、以及外导流筒 4 与中心导流筒 5 之间的通道形成内循环通道。内循环效率高，可使晶浆密度保持在 30~40% 水平，并可以消除高饱和度区域，结晶器内各处饱和度比较均匀，而且较低，因而强化了结晶器的生产能力。

外导流筒 4 与圆柱形中部 33 之间的通道为澄清区 18，内循环通道、澄清区 18、循环泵 8 及管道 9 形成外循环通道。外循环通道用于消除过量的细晶，以及产品粒度的淘洗，保证了能生产粒度分布较窄的结晶产品，可充分满足客户对产品粒度的要求。

冷凝部 2 包括冷凝段筒体 10 以及冷凝段筒体 10 内部由上至下依次设置的溢流堰 11、第一挡水帽 12、折液环 13 和第二挡水帽 14，冷凝段筒体 10、溢流

堰 11、第一挡水帽 12、折液环 13 以及第二挡水帽 14 均以中心轴 31 轴对称，冷凝部 2 位于结晶部 1 的上方，且冷凝段筒体 10 底端罩住第二蒸汽上升筒 7 固定连接于锥台形上部 32 的外侧，溢流堰 11 的下边沿与冷凝段筒体 10 密封连接，溢流堰 11 的上边沿直径小于等于第一挡水帽 12 的挡水宽度，折液环 13 位于第一挡水帽 12 和第二挡水帽 14 之间，且折液环 13 的外边沿固定在冷凝段筒体 10 上，折液环 13 的内径小于等于第一挡水帽 12 的挡水宽度，且小于等于第二挡水帽 14 的挡水宽度，冷凝段筒体 10 在溢流堰 11 位置设有冷却液注入口 101。

优选地，底搅拌器 6 为推进式搅拌器，用以将中心导流筒 5 内的混合溶液推进到中心导流筒 5 上部的蒸发界面 19 使内循环通道内的内循环效率提高。

优选地，冷凝段筒体 10 的上部开设有不凝气体引出口 102，不凝气体引出口 102 位于溢流堰 11 的上方，用以将二次蒸汽中的不凝气排出所述冷凝段筒体 10。

优选地，澄清溶液引出口 35 外侧的管道上接有消细晶水管道 351，用以将消细晶水与结晶溶液混合，消除结晶溶液中的细晶。

优选地，冷凝段筒体 10 下部开设有冷却冷凝混合液引出口 103，冷却冷凝混合液引出口 103 的距地高度小于二次蒸汽上升筒 7 出汽端的距地高度。

优选地，冷凝部 2 还包括液封槽 15 和大气腿 16，大气腿 16 的一端与冷却冷凝混合液引出口 103 相连，大气腿 16 的另一端接入液封槽 15，用以将冷凝段筒体 10 内的冷却冷凝混合液成功引出至液封槽 15 内，大气腿 16 内充满液体且大气腿 16 内液柱的距地高度在 10~20 米之间，用以使冷却冷凝混合液依靠液柱重力自动进入所述液封槽 15。

优选地，液封槽 15 底部开设有冷却液去加热口 151，冷却液去加热口 151

通过循环管道与冷却液注入口 101 相连。

优选地，外导流筒 4 的筒径是中心导流筒 5 筒径的两倍，用以给外循环通道提供充足空间，以消除过量的细晶和淘洗产品的粒度。

优选地，结晶部 1 还包括产品料浆泵 17，产品料浆泵 17 通过管道与出料口 37 相连，用以将结晶部 1 产生的结晶引出。

优选地，立式真空结晶装置为多级串联架构，相邻两个立式真空结晶装置的其中之一的循环泵 8 的出口端同时与相邻两个立式真空结晶装置的其中之一的入料口 36 相连。

本发明适用于物质溶解度随温度变化较大的冷却结晶，如氯化钾、硫酸铵等溶液的结晶，前工段预热到一定温度的溶液（如 90℃氯化钾溶液）与消除细晶外循环液在循环泵 8 出口混合后，进入结晶部 1 的中心导流筒 5 和结晶部 1 内悬浮液一起由推进式搅拌器推进到中心导流筒 5 的第三端 51 上部的蒸发界面 19，在真空作用下，溶液（水）闪急蒸发，吸收溶液中热量，降低了溶液中温度，使溶液达到一定饱和度，溶质扩散到晶体表面，晶体长大，大颗粒晶体沿着中心导流筒 5 和外导流筒 4 沉降至结晶部 1 的锥形底部 34 晶浆区，通过产品料浆泵 17 采出送入下一段，小颗粒随溶液在内循环通道内继续循环长大，进入外循环的澄清区 18 的溶液，溢流入外循环通道的管道 9，夹带的微细晶体在管道 9 中被消晶水溶解，溶液通过循环泵 8 的输送下，大部分进入结晶部 1 参加循环，其余部分进入下一段，以保证本结晶器的操作液位。

蒸发界面 19 产生的二次蒸汽，在上升过程中分离出雾滴，通过二次蒸汽上升筒 7，进入冷凝部 2，溢流堰 11 上溢流而下的冷却液经过第一挡水帽 12、折液环 13、第二挡水帽 14 形成三道冷却液幕（水帘），二次蒸汽与三道冷凝夜幕

(水帘)充分接触冷凝后,未被冷凝的不凝气,从顶部不凝气体引出口 102 引出,分离所携带的液滴后,进入真空系统,排入大气。冷却液可以是料浆分离后的低温母液,多级串联结晶的末效立式真空结晶装置因蒸发温度较低,二次蒸汽余热回收价值不大,常用循环水冷却。冷却液与二次蒸汽冷凝后的混合液通过冷却冷凝混合液引出口 103 溢流入大气腿 16,进入液封槽 15,通过循环管道送上一段作冷却液,或用于配制溶液。

本发明是利用真空降低溶液中溶液的蒸汽分压,使溶液蒸发并带走热量,实质上是同时依靠浓缩与冷却两种效应产生饱和度,使溶质晶体成核、生长。其相较于其它强迫外循环的结晶器(如 FC、OLS0 型结晶器)的优点为:主体设备简单,不需换热器,不存在内表面严重结垢,及结垢清理问题,从而影响生产能力;真空操作压力与溶液蒸汽分压相近,操作比较稳定。

本发明将结晶部 1 与冷凝部 2 组合成一台设备,区别与其它形式的结晶部 1 与冷凝部 2 是分开的,其主要优点:不需要用管道将二次蒸汽从结晶部引入冷凝部,缩短二次蒸汽流路,消除了因管道阻力导致二次蒸汽过热,而增加冷却液量;消除了因管道连接而增加的密封点泄漏,而增加真空系统的抽气量;同时也降低了溶液与真空相平衡的蒸发温度,提高了溶液的蒸发量,节约了动力能耗。节约了设备投资,即:节约了结晶部 1 与冷凝部 2 的管道;节约了冷凝部 2 安装支撑材料;节约设备安装的空间。

本发明的结晶部内设中心导流筒 5、底搅拌器 6 和外导流筒 4,形成了内循环通道,其优点主要为:消除结晶部 1 内高饱和度区域,结晶部 1 内各处饱和度比较均匀,而且较低(过冷度能控制在 $<1^{\circ}\text{C}$),提高了蒸发强度,强化了结晶部 1 的生产能力;推进式搅拌器应用,提高了内循环效率,降低了晶体与推进

式搅拌器桨叶碰撞破碎成核几率。推进式搅拌器采用变频调速，更有助于调整生产负荷。

本发明的外循环通道的设置优点：消除了过量的细晶，以及产品粒度的淘洗，保证能生产粒度分布很窄的产品，能生产粒度达 600~1200 μm 大粒径产品，充分满足用户对产品结晶不同粒度分布的要求。选用大流量低扬程的轴流泵作为循环泵 8，有效提高了外循环量，更有助于晶体粒度的淘洗和晶体保有量的控制。相对于混合悬浮混合取出（MSMPR）结晶器，能使结晶部 1 的有效体积降低 30%以上，节省设备的投资。

本发明的适用性广，可用于绝热冷却法、蒸发法、直接接触法、及反应法等多种结晶，更适于大规模工业结晶生产。

本发明已由上述相关实施例加以描述，然而上述实施例仅为实施本发明的范例。必需指出的是，已揭露的实施例并未限制本发明的范围。相反地，在不脱离本发明的精神和范围内所作的更动与润饰，均属本发明的专利保护范围。

权利要求书

1. 一种立式真空结晶装置，其特征在于包括：结晶部和冷凝部；

所述结晶部包括结晶段筒体、外导流筒、中心导流筒、底搅拌器、二次蒸汽上升筒、循环泵、内循环通道和外循环通道；

所述结晶段筒体是具有中心轴的轴对称结构，包括依次相连的锥台形上部、直筒形中部以及锥形底部，所述直筒形中部包括上端和下端，所述锥台形上部的大圆底面与所述上端相连，所述锥形底部的底面与所述下端相连，所述直筒形中部的中间位置开设有澄清溶液引出口，所述锥形底部上以所述中心轴为对称轴，对称地开设有入料口和出料口；

所述外导流筒包括相对的第一端和第二端，所述外导流筒位于所述结晶段筒体的内部，且所述第一端通过变径与所述直筒形中部固定连接，所述变径与所述直筒形中部交接处位于所述澄清溶液引出口的上方，所述第二端与所述直筒形中部的下端在同一水平线上，所述外导流筒以所述中心轴轴对称；

所述中心导流筒包括相对的第三端和第四端，所述中心导流筒位于所述外导流筒的内部，且所述第三端所在的水平面高于所述外导流筒与所述直筒形中部相交的位置，所述第三端正部的液面为蒸发界面，所述第四端在水平面的高度低于所述第二端在水平面的高度，所述中心导流筒以所述中心轴轴对称；

所述底搅拌器位于所述第四端的内部；

所述二次蒸汽上升筒为圆柱形结构且与所述锥台形上部的顶端相连且以所述中心轴轴对称；

所述循环泵位于所述结晶段筒体的外侧，且通过管道与所述入料口和所述澄清溶液引出口相连；

所述中心导流筒的筒内、以及所述外导流筒与所述中心导流筒之间的通道形成所述内循环通道；

所述外导流筒与所述圆柱形中部之间的通道为澄清区，所述内循环通道、所述澄清区、所述循环泵及所述管道形成所述外循环通道；

所述冷凝部包括冷凝段筒体以及所述冷凝段筒体内部由上至下依次设置的溢流堰、第一挡水帽、折液环和第二挡水帽，所述冷凝段筒体、所述溢流堰、所述第一挡水帽、所述折液环以及所述第二挡水帽均以所述中心轴轴对称，所述冷凝部位于所述结晶部的上方，且所述冷凝段筒体底端罩住所述第二蒸汽上升筒固定连接于所述锥台形上部的外侧，所述溢流堰的下边沿与所述冷凝段筒体密封连接，所述溢流堰的上边沿直径小于等于所述第一挡水帽的挡水宽度，所述折液环位于所述第一挡水帽和所述第二挡水帽之间，且所述折液环的外边沿固定在所述冷凝段筒体上，所述折液环的内径小于等于所述第一挡水帽的挡水宽度，且小于等于所述第二挡水帽的挡水宽度，所述冷凝段筒体在所述溢流堰位置设有冷却液注入口。

2. 如权利要求 1 所述的立式真空结晶装置，其特征在于所述底搅拌器为推进式搅拌器，用以将所述中心导流筒内的混合溶液推进到所述中心导流筒上部的所述蒸发界面使内循环通道内的内循环效率提高。

3. 如权利要求 1 所述的立式真空结晶装置，其特征在于所述冷凝段筒体的上部开设有不凝气体引出口，所述不凝气体引出口位于所述溢流堰的上方，用以将二次蒸汽中的不凝气排出所述冷凝段筒体。

4. 如权利要求 1 所述的立式真空结晶装置，其特征在于所述澄清溶液引出口外侧的管道上接有消细晶水管道，用以将消细晶水与结晶溶液混合，消除结晶溶液中的细晶。

5. 如权利要求 1 所述的立式真空结晶装置, 其特征在于所述冷凝段筒体下部开设有冷却冷凝混合液引出口, 所述冷却冷凝混合液引出口的距地高度小于所述二次蒸汽上升筒出汽端的距地高度。

6. 如权利要求 5 所述的立式真空结晶装置, 其特征在于所述冷凝部还包括液封槽和大气腿, 所述大气腿的一端与所述冷却冷凝混合液引出口相连, 所述大气腿的另一端接入所述液封槽, 用以将所述冷凝段筒体内的冷却冷凝混合液成功引出至所述液封槽内, 所述大气腿内充满液体且所述大气腿内液柱的距地高度在 10~20 米之间, 用以使冷却冷凝混合液依靠液柱重力自动进入所述液封槽。

7. 如权利要求 6 所述的立式真空结晶装置, 其特征在于所述液封槽底部开设有冷却液去加热口, 所述冷却液去加热口通过循环管道与所述冷却液注入口相连。

8. 如权利要求 1 所述的立式真空结晶装置, 其特征在于所述外导流筒的筒径是所述中心导流筒筒径的两倍, 用以给所述外循环通道提供充足空间, 以消除过量的细晶和淘洗产品的粒度。

9. 如权利要求 1 所述的立式真空结晶装置, 其特征在于所述结晶部还包括产品料浆泵, 所述产品料浆泵通过管道与所述出料口相连, 用以将所述结晶部产生的结晶引出。

10. 如权利要求 1 所述的立式真空结晶装置, 其特征在于所述立式真空结晶装置为多级串联架构, 相邻两个立式真空结晶装置的其中之一的循环泵的出口端同时与相邻两个立式真空结晶装置的其中之一的入料口相连。

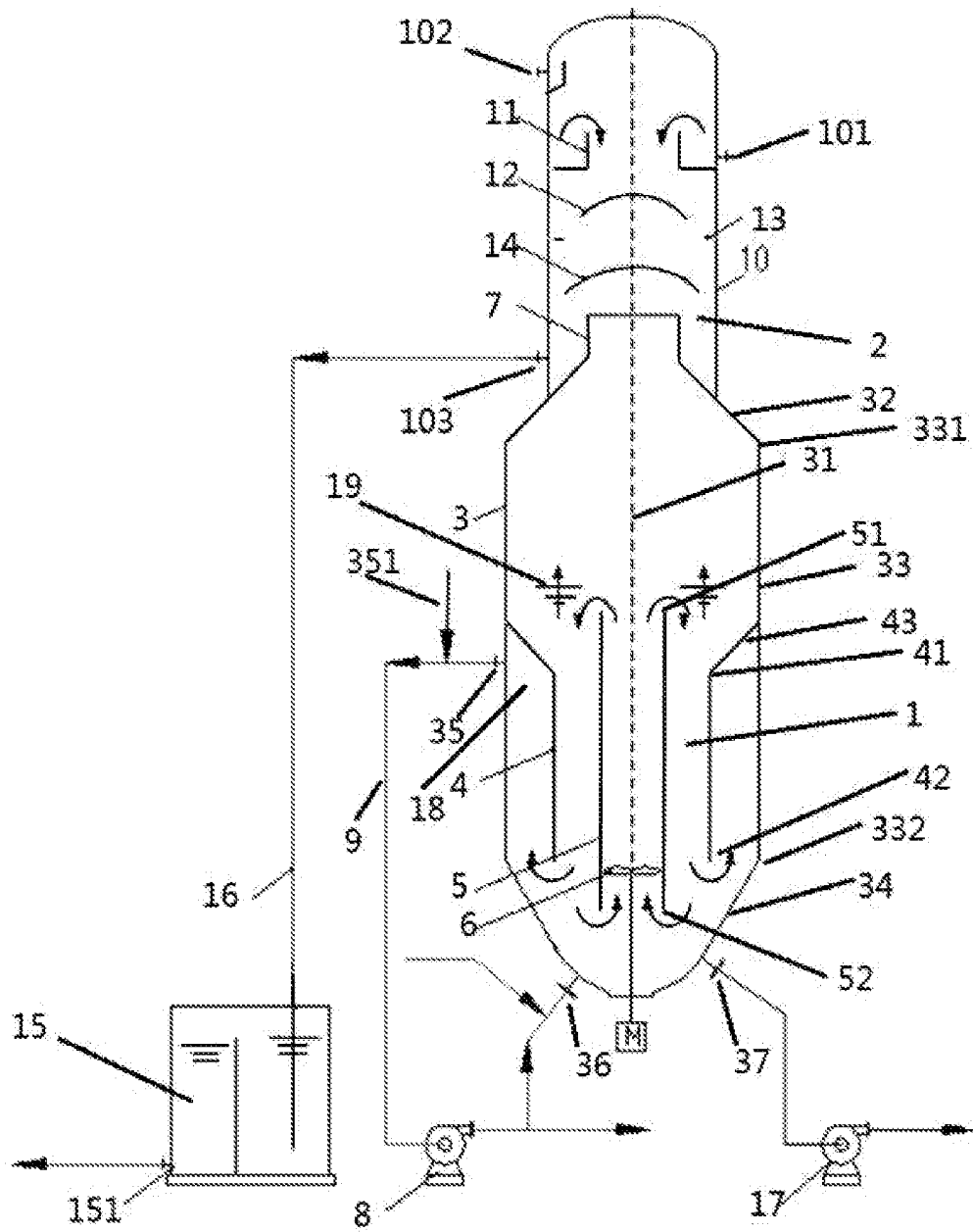


图 1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2018/111214

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

B01D 9/02(2006.01)i; B01D 1/00(2006.01)i

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)

B01D9; B01D1

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 practicable, search terms used)

CNABS; CNTXT; CNKI; VEN; SIPOABS; 读秀, DUXIU; USTXT; ISI Web of Science: 真空, 结晶, 冷凝, 循环, 挡水, 挡液, 折流, 挡板, 溢流, 冷却, 搅拌, 同心, 同轴, 导流, vacuum, crystallization, condense, guid, baffle, circulate, stir, concentric

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	CN 203763891 U (CHENGDU SHENLAN HIGH TECHNOLOGY DEVELOPMENT CO., LTD.) 13 August 2014 (2014-08-13) description, paragraphs 0013-0015, and figures 1-3	1-10
A	US 2011061205 A1 (GEA MESSO GMBH) 17 March 2011 (2011-03-17) entire 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 application or patent 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

14 March 2019

Date of mailing of the international search report

27 March 2019

Name and mailing address of the ISA/CN

State Intellectual Property Office of the P. R. China
No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao Haidian District, Beijing
100088
China

Authorized officer

Facsimile No. (86-10)62019451

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/CN2018/111214

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)		Publication date (day/month/year)
CN	203763891	U	13 August 2014	None		
US	2011061205	A1	17 March 2011	JP	5683459 B2	11 March 2015
				DE	102008029050 A1	24 December 2009
				WO	2009153199 A1	23 December 2009
				US	8486158 B2	16 July 2013
				JP	2011524804 A	08 September 2011

国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2018/111214

A. 主题的分类 B01D 9/02 (2006.01) i; B01D 1/00 (2006.01) i 按照国际专利分类 (IPC) 或者同时按照国家分类和 IPC 两种分类											
B. 检索领域 检索的最低限度文献 (标明分类系统和分类号) B01D9; B01D1 包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献 在国际检索时查阅的电子数据库 (数据库的名称, 和使用的检索词 (如使用)) CNABS; CNTXT; CNKI; VEN; SIPOABS; 读秀; USTXT; ISI Web of Science; 真空, 结晶, 冷凝, 循环, 挡水, 挡液, 折流, 挡板, 溢流, 冷却, 搅拌, 同心, 同轴, 导流, vacuum, crystallization, condense, guid, baffle, circulate, stir, concentric											
C. 相关文件 <table border="1"> <thead> <tr> <th>类 型*</th> <th>引用文件, 必要时, 指明相关段落</th> <th>相关的权利要求</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>X</td> <td>CN 203763891 U (成都深蓝高新技术发展有限公司) 2014年 8月 13日 (2014 - 08 - 13) 说明书第0013-0015段, 附图1-3</td> <td>1-10</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>US 2011061205 A1 (GEA MESSO GMBH) 2011年 3月 17日 (2011 - 03 - 17) 全文</td> <td>1-10</td> </tr> </tbody> </table>			类 型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求	X	CN 203763891 U (成都深蓝高新技术发展有限公司) 2014年 8月 13日 (2014 - 08 - 13) 说明书第0013-0015段, 附图1-3	1-10	A	US 2011061205 A1 (GEA MESSO GMBH) 2011年 3月 17日 (2011 - 03 - 17) 全文	1-10
类 型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求									
X	CN 203763891 U (成都深蓝高新技术发展有限公司) 2014年 8月 13日 (2014 - 08 - 13) 说明书第0013-0015段, 附图1-3	1-10									
A	US 2011061205 A1 (GEA MESSO GMBH) 2011年 3月 17日 (2011 - 03 - 17) 全文	1-10									
☐ 其余文件在C栏的续页中列出。 ☒ 见同族专利附件。											
* 引用文件的具体类型: “A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件 “E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利 “L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件 (如具体说明的) “O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件 “P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件 “T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件 “X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性 “Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性 “&” 同族专利的文件											
国际检索实际完成的日期 2019年 3月 14日		国际检索报告邮寄日期 2019年 3月 27日									
ISA/CN的名称和邮寄地址 中国国家知识产权局 (ISA/CN) 中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088 传真号 (86-10)62019451		授权官员 徐燕 电话号码 86-(0512)-88997624									

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2018/111214

检索报告引用的专利文件			公布日 (年/月/日)	同族专利	公布日 (年/月/日)
CN	203763891	U	2014年 8月 13日	无	
US	2011061205	A1	2011年 3月 17日	JP	5683459 B2 2015年 3月 11日
				DE	102008029050 A1 2009年 12月 24日
				WO	2009153199 A1 2009年 12月 23日
				US	8486158 B2 2013年 7月 16日
				JP	2011524804 A 2011年 9月 8日