

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl<sup>7</sup>

C01C 1/248

B01D 29/11



# [12] 发明专利说明书

专利号 ZL 02811609.7

[45] 授权公告日 2005 年 8 月 17 日

[11] 授权公告号 CN 1214979C

[22] 申请日 2002.4.5 [21] 申请号 02811609.7

[30] 优先权

[32] 2001.4.9 [33] EP [31] 01201312.4

[86] 国际申请 PCT/NL2002/000222 2002.4.5

[87] 国际公布 WO2002/081374 英 2002.10.17

[85] 进入国家阶段日期 2003.12.9

[71] 专利权人 DSM IP 财产有限公司

地址 荷兰海尔伦

[72] 发明人 N·A·鲁曼斯 - V·D·安克

A·O·米坦滋维 B·R·科尔勒

L·奥尔德范

审查员 王 静

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

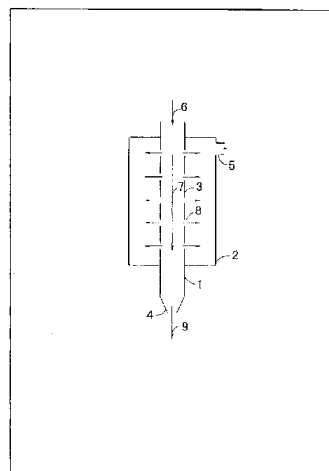
代理人 赵苏林 郭广迅

权利要求书 2 页 说明书 8 页 附图 1 页

[54] 发明名称 筛分在悬浮液中存在的硫酸铵晶体的方法

[57] 摘要

本发明涉及一种使用筛网筛分硫酸铵晶体的方法，该方法包括将原料悬浮液加到筛网上，所述原料悬浮液含有在硫酸铵溶液中的硫酸铵晶体，筛分硫酸铵晶体，和在所述筛分期间将筛网的两侧都保持浸入液体中。



ISSN 1008-4274

1. 一种使用筛网筛分硫酸铵晶体的方法，该方法包括：  
将原料悬浮液加到筛网上，所述原料悬浮液含有在硫酸铵溶液中的硫酸铵晶体，  
5 筛分硫酸铵晶体，和  
在所述筛分期间将筛网的两侧都保持浸入液体中。
2. 根据权利要求1的方法，其中该方法包括  
从筛网排出渗透物悬浮液，所述渗透物悬浮液含有已经通过筛网  
开孔输送的硫酸铵晶体和硫酸铵溶液，和  
10 从筛网排出产品悬浮液，所述产品悬浮液含有未通过筛网开孔输  
送的硫酸铵晶体和硫酸铵溶液。
3. 根据权利要求2的方法，其中使用一种筛分装置，所述筛分装  
置包括第一室、第二室和筛网，筛网形成在第一室和第二室之间的分  
隔，和其中该方法包括：  
15 将原料悬浮液加入到第一室中，  
从第二室排出渗透物悬浮液，和  
从第一室排出产品悬浮液。
4. 根据权利要求1-3中任一项的方法，其中该方法包括控制进入  
第一室的原料悬浮液的流速，离开第二室的渗透物悬浮液的流速和/或  
20 离开第一室的产品悬浮液的流速，从而使筛网的两侧都保持浸入液体  
中。
5. 根据权利要求1-3中任一项的方法，其中加入筛网的原料悬浮  
液含有小于25体积%的硫酸铵晶体。
6. 根据权利要求2-3中任一项的方法，其中从筛网排出的产品悬  
25 浮液含有小于50体积%的硫酸铵晶体。
7. 根据权利要求1-3中任一项的方法，其中在加入原料悬浮液的  
筛网一侧上，悬浮液的输送沿着与筛网平行的方向进行。
8. 根据权利要求7的方法，其中在加入原料悬浮液的筛网一侧上  
悬浮液的输送以至少0.01米/秒的速率沿着与筛网平行的方向进行。
- 30 9. 根据权利要求1-3中任一项的方法，其中该方法包括用机械装  
置从筛网擦除硫酸铵晶体。
10. 根据权利要求9的方法，其中使用一种筛分装置，所述筛分

装置包括第一室、第二室和筛网，该筛网形成在第一室和第二室之间的分隔，和其中所述机械装置位于第一室的内侧。

11. 根据权利要求 10 的方法，其中至少部分第一室的壁形成圆筒，所述壁的圆筒部分包括至少部分筛网，其中机械装置位于第一室的内侧，和其中所述机械装置可以绕着与圆筒纵轴平行的轴旋转。

12. 根据权利要求 1-3 中任一项的方法，其中原料悬浮液含有能渗透通过筛网开孔的细晶体以及不能渗透通过筛网开孔的粗晶体，和其中该方法包括从所述粗晶体中至少部分分离出所述细晶体。

## 筛分在悬浮液中存在的硫酸铵晶体的方法

5 本发明涉及一种用筛网筛分硫酸铵晶体的方法，所述方法包括将原料悬浮液加到筛网上，所述原料悬浮液含有在硫酸铵溶液中的所述硫酸铵晶体，并将硫酸铵晶体筛分。

筛分硫酸铵晶体的方法描述在 JP-A-3150217 和 JP-A-426512 中。在公知的方法中，将来自结晶器并含有硫酸铵溶液和硫酸铵晶体的悬浮液送到筛网上。使用筛网将悬浮液分离成粗晶体级分和细晶体  
10 级分。细晶体级分被循环到结晶器中，粗晶体级分经干燥得到硫酸铵产品晶体。

公知方法的缺点是它们对硫酸铵晶体堵塞筛网开孔的现象是敏感的，导致分离不太有效。

本发明的目的是提供一种能防止开孔的堵塞或至少将堵塞减少到  
15 相当程度的方法。

该目的根据本发明通过在筛分期间将筛网的两侧都保持浸入液体中来实现。

根据本发明，将待筛分的含有硫酸铵晶体的原料悬浮液加到筛网上。根据本发明进行的筛分得到可以从筛网取出的渗透物悬浮液和产品  
20 悬浮液。渗透物悬浮液含有已经通过筛网开孔输送的硫酸铵晶体和已经通过筛网开孔输送的硫酸铵溶液。产品悬浮液含有未通过筛网开孔输送的硫酸铵晶体和未通过筛网开孔输送的硫酸铵溶液。

根据本发明，筛网的两侧都保持浸入在液体中。在这里，“筛网的两侧都保持浸入在液体中”是指已加入原料悬浮液的筛网一侧以及  
25 排出渗透物悬浮液的筛网一侧都保持浸入液体中。由于所述的浸泡方式，防止了筛网与空气的接触和特别是筛网开孔与空气的接触。虽然不希望受任何科学理论的限制，但据信这样能防止或至少减少硫酸铵从硫酸铵溶液中结晶出现象，进而减少了筛网开孔的堵塞。用于保持浸泡筛网两侧的液体优选是硫酸铵溶液和/或含有在硫酸铵溶液  
30 中的硫酸铵晶体的悬浮液。

可以通过任何适宜的方法将筛网的两侧都保持浸入液体中，优选通过选择和/或控制原料悬浮液的流速、渗透物悬浮液的流速和/或产

品悬浮液的流速，从而将筛网的两侧都保持浸入液体中。这可以通过任何合适的方法来进行，例如使用具有适宜尺寸的入口和出口，使用溢流或使用一个或多个调节阀。

5 优选使用一种筛分装置，它包括第一室、第二室和筛网，筛网形成在第一室和第二室之间的分隔，其中该方法包括将原料悬浮液加入到第一室中，从第二室排出渗透物悬浮液，和从第一室排出产品悬浮液。当使用这种筛分装置时，筛网的两侧都能以有效的方式浸入液体中。筛网可以以任何合适的方式分隔第一室和第二室。筛分装置可以包括外壳，筛网将该外壳分成第一室和第二室。所述装置还可以包括  
10 内容器和外容器，内容器是例如管，所述内容器的壁包括筛网，其中包含筛网的所述内容器的壁部分被外容器包围。优选，内容器的一端、特别是管的一端延伸出外容器的壁。

优选的是，加入筛网的原料悬浮液含有小于 50 体积%、更优选小于 40 体积%、特别是小于 30 体积%、更特别是小于 25 体积%的硫酸铵  
15 晶体，相对于原料悬浮液的体积而言。当使用上述筛分装置时，加入第一室的原料悬浮液优选含有小于 50 体积%、更优选小于 40 体积%、特别是小于 30 体积%、更特别是小于 25 体积%的硫酸铵晶体，相对于原料悬浮液的体积而言。降低晶体在原料悬浮液中的百分比的优点在于该悬浮液的输送得到促进和较高比例的细晶体可以被分离，且筛网  
20 不会变干。对于晶体在原料悬浮液中的百分比没有特别的下限。一般来说，晶体在加入筛网的原料悬浮液中的百分比高于 0.1 体积%，优选高于 0.5 体积%，更优选高于 1 体积%，特别是高于 2 体积%，相对于原料悬浮液的体积而言。

优选，从筛网取出的产品悬浮液含有小于 70 体积%、更优选小于  
25 60 体积%、特别是小于 50 体积%、更特别是小于 40 体积%的硫酸铵晶体，相对于产品悬浮液的体积而言。当使用上述筛分装置时，从第二室排出的产品悬浮液优选含有小于 70 体积%、更优选小于 60 体积%、特别是小于 50 体积%、更特别是小于 40 体积%的硫酸铵晶体，相对于产品悬浮液的体积而言。降低晶体在产品悬浮液中的百分比的优点在于产品悬浮液的输送得到促进。  
30

在硫酸铵水溶液中的硫酸铵浓度不限于一个具体值。一般来说，硫酸铵溶液含有至少 1 重量%的溶解的硫酸铵，优选至少 5 重量%，更

优选至少 10 重量%，特别是至少 20 重量%，更特别是至少 30 重量%，相对于硫酸铵溶液的重量而言。一般来说，硫酸铵的浓度小于 60 重量%，优选小于 50 重量%，更优选小于 45 重量%，相对于硫酸铵溶液的重量而言。

- 5 优选的是，在加入原料悬浮液的筛网一侧上，悬浮液的输送沿着基本上与筛网平行的方向进行。当使用上述筛分装置时，在第一室中悬浮液的输送优选沿着基本上与筛网平行的方向进行。这种操作的优点是进一步减少了硫酸铵晶体堵塞开孔的现象。优选的是，在加入原料悬浮液的筛网一侧上，悬浮液的输送（当使用上述筛分装置时，在
- 10 第一室中）以至少 0.01 米/秒的速率沿着与筛网平行的方向进行，更优选至少 0.05 米/秒，特别是至少 0.1 米/秒，更特别是至少 0.25 米/秒。增加流速有助于从筛网上排出硫酸铵晶体。

- 优选的是，该方法包括用机械装置从筛网擦除硫酸铵晶体，优选在加入原料悬浮液的筛网一侧进行。这进一步促进了从筛网排出硫酸
- 15 铵晶体。合适的机械装置包括例如刮擦装置、搅拌器、旋转螺杆。当使用上述筛分装置时，机械装置优选位于第一室的内侧。在优选的实施
- 20 方案中，至少部分第一室的壁形成圆筒，所述圆筒部分包括至少部分筛网，其中机械装置位于第一室的内侧，和其中所述机械装置（例如刮擦装置、搅拌器、螺杆）可以绕着与圆筒纵轴平行的轴旋转。可以有利地使用 Russel Eco Self Cleaning Filter<sup>®</sup>。

- 筛分过程包括将具有足够小尺寸的硫酸铵晶体输送通过筛网的开孔。能渗透过筛网开孔的硫酸铵晶体，即具有足够小到渗透过筛网开孔的尺寸的硫酸铵晶体，可以称为细晶体和/或小于预定尺寸的晶体。不能渗透过筛网开孔的硫酸铵晶体，即其尺寸使得不能渗透过筛网开
- 25 孔的硫酸铵晶体，可以称为粗晶体和/或大于预定尺寸的晶体。当将含有细晶体和粗晶体的原料悬浮液加入到筛网上时，通过筛分将至少部分细晶体与粗晶体分离开。

- 筛网开孔的尺寸没有限制到特定的值或限制到任何形状。筛网开孔的尺寸优选使得能通过它们渗透直径为 0.05mm、更优选至少
- 30 0.1mm、特别是至少 0.2mm、更特别是至少 0.5mm 的晶体。筛网开孔的直径优选至少是 0.05mm，更优选 0.1mm，特别是 0.2mm，更特别是 0.5mm。优选的是，筛网开孔的尺寸使得不能通过它们渗透直径为

10mm、更优选 5mm、最优选 2mm 的晶体。

优选的是，原料悬浮液来自结晶器。优选的是，将至少部分渗透物悬浮液加入到结晶器中。

5 任选地，来自渗透物悬浮液和/或产品悬浮液的硫酸铵溶液（例如经过过滤分离的）加入到原料悬浮液中和/或加入第一室中，优选经由原料悬浮液。这种操作的优点是硫酸铵晶体在原料悬浮液中的浓度得到降低。

#### 附图简述

10 图 1 是本发明优选实施方案的示意图。

#### 优选实施方案的描述

在该优选实施方案中，使用的装置（见图1）包括内管 1（第一室）和外管 2（第二室）。在外管 2 中，有出口 5。筛网 3 位于内管 1 的壁上。狭缝 4 位于该装置的底部。内管 1 和外管 2 的结合点用不透液体的密封剂来密封。原料悬浮液 6 经由顶部进入内管 1。悬浮液 7 然后沿着筛网 3 流动。细硫酸铵晶体和硫酸铵溶液 8 通过开孔进入外管 2，并通过出口 5 离开外管 2。离开出口 5 的物流是渗透物悬浮液。产品悬浮液 9 经由底部离开内管 1。该装置可以处于垂直位置，但不是必要的。

20 本发明通过以下实施例说明，但不限于此。

#### 实施例 I

19 重量%硫酸铵晶体在硫酸铵水溶液中的原料悬浮液（43 重量%硫酸铵溶解在水中）作为连续相，并用图 1 所示的装置筛分。内管 1 是 25mm 内径的金属管。在该管的壁上有长度为 20cm 的四排 1.4mm 宽和 5cm 长的狭缝。这些狭缝相隔大约 1mm。这些狭缝的纵向与内管的纵向平行。调节阀用于位于内管底部的狭缝。外管 2 的内径约为 30cm。原料悬浮液经由内管从顶部以  $3\text{m}^3/\text{小时}$  的流速供应。控制该料流，使得产品悬浮液的流速等于渗透物悬浮液的流速。提取原料悬浮液和产品悬浮液的样品。如下分析这些样品。

30 1、用“Büchner 漏斗”过滤样品。

2、所得的晶体用由 36.2 重量%甲醇、54.5 重量%水和 9.3 重量%溶解的硫酸铵组成的洗液洗涤。

3、晶体用甲醇洗涤两次。

4、晶体用二乙醚洗涤。

5、晶体于 40℃ 干燥。

5 表 1 显示了硫酸铵晶体在原料悬浮液中的粒度分布和硫酸铵晶体在产品悬浮液中的粒度分布。通过本发明方法，直径小于 1.25mm 的晶体的量降低了 37%。

#### 实施例 II

10 重复实施例 I 描述的工序。在这种情况下，原料悬浮液含有 4 重量%的硫酸铵晶体。

结果见表 1。直径小于 1.25mm 的晶体的量降低了 52%。

#### 实施例 III

15 重复实施例 I 描述的工序。待筛分的硫酸铵悬浮液含有 8.5 重量%的硫酸铵晶体。在通过过滤除去固体时，将渗透物悬浮液加入硫酸铵悬浮液中，从而得到含有 4.3 重量%硫酸铵晶体的原料悬浮液。原料悬浮液的流速是 1.9m<sup>3</sup>/h。控制该料流，使得产品悬浮液的流速等于渗透物悬浮液的流速。

结果见表 1。直径小于 1.25mm 的粒子的量降低了 50%。

20 实施例 I-III 可以在不出现筛网开孔堵塞或仅仅少量出现的情况下连续进行。当重复实施例 I-III 但差别是筛网的两侧不都浸入液体（作为对比实验）时，该过程必须中断，因为筛网上出现堵塞和结晶。

#### 实施例 IV

25 6.5 重量%硫酸铵晶体在硫酸铵溶液中的原料悬浮液（其中 43 重量%硫酸铵溶解在水中）作为连续相，并用图 1 所示的装置筛分，但在这种情况下使用搅拌器，它是螺杆。内管 1 是 107mm 内径的金属管。在该管的壁上有总长度为 37.2cm 的 1.4mm 宽的狭缝。这些狭缝相隔大约 1mm。这些狭缝的纵向与内管的纵向平行。外管 2 的内径约为 17cm。原料悬浮液经由内管从顶部以 23m<sup>3</sup>/小时的流速供应。控制该料流，使得产品悬浮液的流速等于渗透物悬浮液的流速。提取渗透物悬浮液和产品悬浮液的样品。如下分析这些样品。

30

1、用“Büchner 漏斗”过滤样品。

2、所得的晶体用由 36.2 重量%甲醇、54.5 重量%水和 9.3 重量%溶解的硫酸铵组成的洗液洗涤。

3、晶体用甲醇洗涤两次。

4、晶体于 40℃干燥。

5 5、晶体的粒度分布用筛分析法测定。

表 2 显示了硫酸铵晶体在渗透物悬浮液中的粒度分布和硫酸铵晶体在产品悬浮液中的粒度分布。表 3 显示了晶体在原料和产品悬浮液中的总浓度以及与各料流一起流动的细粒的质量流速。通过本发明方法，直径小于 1.4mm 的晶体的量降低了 49%。

10

#### 实施例 V

重复实施例 IV 描述的工序。在这种情况下，原料悬浮液含有 5.4 重量%的硫酸铵晶体，而狭缝的开孔达到 0.5mm。进料流量达到 21m<sup>3</sup>/h。控制该料流，使得产品悬浮液的流速等于渗透物悬浮液的流速。

15 结果见表 2 和 3。直径小于 0.5mm 的晶体的量降低了 60%。

#### 实施例 VI

重复实施例 IV 描述的工序。待筛分的硫酸铵悬浮液含有 26 重量%的硫酸铵晶体。原料悬浮液的流速是 14m<sup>3</sup>/h，狭缝的开孔是 0.5mm。

20 控制该料流，使得产品悬浮液的流速是渗透物悬浮液流速的 1.5 倍。

结果见表 2 和 3。直径小于 0.5mm 的粒子的量降低了 39%。

表1

粒度, d (mm)	实施例 I 原料悬浮液% 重量, 相对于 总固体重量	实施例 I 产品悬浮液% 重量, 相对于 总固体重量	实施例 II 原料悬浮液% 重量, 相对于 总固体重量	实施例 II 产品悬浮液% 重量, 相对于 总固体重量	实施例 III 原料悬浮液% 重量, 相对于 总固体重量	实施例 III 产品悬浮液% 重量, 相对于 总固体重量
d > 3.35	6.82	6.09	2.19	4.06	3.6	4.7
2.0 < d < 3.35	61.96	65.43	48.19	57.4	20.6	28.4
1.7 < d < 2.0	17.04	17.05	22.26	21.05	19.2	24.4
1.4 < d < 1.7	7.25	6.72	11.62	9.24	21.5	25.2
1.25 < d < 1.4	2.3	1.83	4.27	2.76	7	5.3
0.8 < d < 1.25	3.28	2.12	7.19	3.69	18.3	9.9
0.4 < d < 0.8	1.18	0.64	3.63	1.55	6.7	3.7
d < 0.4	0.17	0.12	0.65	0.25	1.1	0.4
d < 1.25 mm	4.6	2.9	11.5	5.5	28.1	14.0
%重量固体, 相 对于液体和固 体的总和	19	40	4	8	4	7

表2

粒度, d (mm)	实施例 IV 渗透物悬浮液 %重量, 相对于 总固体重量	实施例 IV 产品悬浮液 %重量, 相对于 总固体重量	实施例 V 渗透物悬浮液 %重量, 相对于 总固体重量	实施例 V 产品悬浮液 %重量, 相对于 总固体重量	实施例 VI 渗透物悬浮液 %重量, 相对于 总固体重量	实施例 VI 产品悬浮液 %重量, 相对于 总固体重量
d>1.7	0.72	13.69	0	0.28	0.01	17.77
d<1.7	99.28	86.31	100	99.72	99.99	82.23
d<1.12	59.55	38.35	99.6	62.49	99.93	55.2
d<0.8	34.52	20.67	97.89	33.83	99.34	38.07
d<0.6	20.53	12.52	85.15	19.03	91.18	25.56
d<0.425	11.39	7.3	50.4	9.76	60.95	13.75
d<0.2	2.8	1.82	11.97	2.35	18.06	2.83

表3

%重量固体, 相 对于液体和固 体的总和	实施例 IV 原料悬浮液	实施例 IV 产品悬浮液	实施例 V 原料悬浮液	实施例 V 产品悬浮液	实施例 VI 原料悬浮液	实施例 VI 产品悬浮液
细粒的质量流 速 kg/h	1642	844	343	139	1386	846
	6.5	8.2	5.4	7.4	26	38

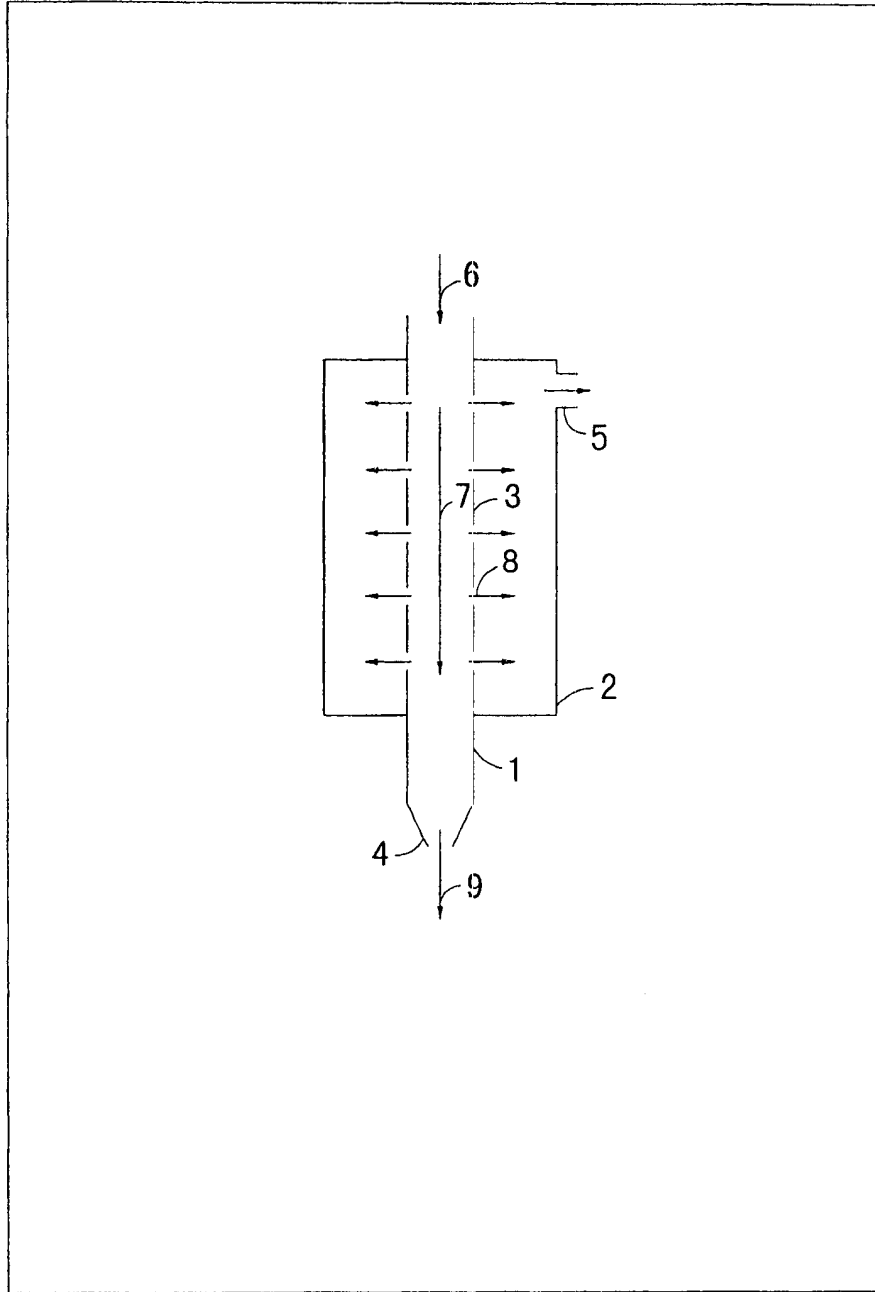


图 1