



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 00815767.7

[45] 授权公告日 2007 年 3 月 14 日

[11] 授权公告号 CN 1304098C

[22] 申请日 2000.11.15 [21] 申请号 00815767.7

[30] 优先权

[32] 1999.11.16 [33] GB [31] 9927011.8

[86] 国际申请 PCT/GB2000/004350 2000.11.15

[87] 国际公布 WO2001/036078 英 2001.5.25

[85] 进入国家阶段日期 2002.5.16

[73] 专利权人 葛兰素集团有限公司

地址 英国米德尔塞克斯

[72] 发明人 马赞·尼古拉

[56] 参考文献

US5770559A 1998.6.23

WO9858722A1 1998.12.30

US5481058A 1996.1.2

WO9629998A1 1996.10.3

US3932943A 1976.1.20

审查员 代玲莉

[74] 专利代理机构 永新专利商标代理有限公司

代理人 于 辉

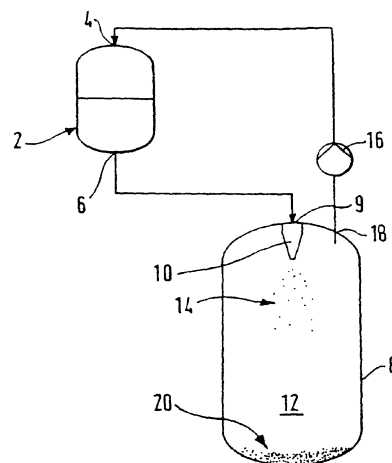
权利要求书 3 页 说明书 12 页 附图 1 页

[54] 发明名称

颗粒的制备方法

[57] 摘要

本发明公开了一种制备物质颗粒的方法，所述物质选自调味品、香料、颜料、染料、生物活性化合物或塑料。所述方法包括：将物质或其调配物（可以包括所述物质与第二种溶剂）与包括 $C_1 \sim C_4$ 氟代烃、尤其是四氟乙烷的第一种溶剂接触；然后使生成的混合物进行分离，例如让混合物以细雾状（14）从第一个容器（2）的高压环境喷入第二个容器（8）的低压环境，因此至少使部分物质与第一种溶剂分离，并形成所述物质的颗粒（20）。



1、一种制备物质颗粒的方法，包括：

- (1) 配制一个所述物质溶解于第二种溶剂的调配物，所述第二种溶剂包括有机溶剂，使所述的调配物与第一种溶剂在一个在线混合器中接触，将由在线混合器制备的混合物从压力为 P_1 的第一区送到压力为 P_2 的第二区，其中 P_1 高于 P_2 ，由此通过第二种溶剂向第一种溶剂的物质转移而将所述的第二种溶剂与所述物质分离，并且所述物质以固体颗粒的形式由溶剂中沉淀出来；或
- (2) 将所述物质与第一种溶剂接触而形成所述物质在第一种溶剂中的溶液或浆液形式的混合物，将所述混合物经过一个分离工序，以使至少部分所述物质从第一种溶剂中分离出来，所述分离工序包括将所述的混合物从压力为 P_1 的第一区送至压力为 P_2 的第二区，其中 P_1 高于 P_2 ，由此，所述的第一种溶剂从所述的物质中蒸发，而所述的物质形成固体颗粒；

其中，在 (1) 和 (2) 中，与所述调配物或所述物质接触的所述第一种溶剂是液态的 $C_1 \sim C_4$ 氟代烃，所述 $C_1 \sim C_4$ 氟代烃只包括一个或多个碳原子、氟原子和氢原子，并且具有 $-50^\circ\text{C} \sim 20^\circ\text{C}$ 的沸点。

2、一种如权利要求 1 所述的方法，其中，所述氟代烃是 $C_1 \sim C_3$ 氟代烃。

3、一种如权利要求 1 所述的方法，其中，所述氟代烃是四氟乙烷。

4、一种如权利要求 3 所述的方法，其中，所述氟代烃是 1,1,1,2-四

氟乙烷。

5、一种如权利要求 1 所述的方法，其中，所述第一种溶剂包含共溶剂，所述的共溶剂选自 C₂-C₆ 烃类、二甲醚、甲基乙基醚和二乙醚。

6、一种如权利要求 5 的方法，其中，所述共溶剂与所述 C₁~C₄ 氟代烃形成共沸物。

7、一种如权利要求 1 所述的方法，其中，在(1)中，所述调配物含有的第二种溶剂是有机溶剂。

8、一种如权利要求 1 所述的方法，其中，所述分离工序包括使在(2)中所得的混合物形成液滴的步骤。

9、一种如权利要求 1 所述的方法，其中，所述分离工序包括使在所述第二区的混合物形成液滴的步骤。

10、一种如权利要求 1 所述的方法，其中，所述混合物喷雾进入第二区。

11、一种如权利要求 10 所述的方法，其中，将热量施加到第二区或施加到使所述混合物喷入第二区的喷嘴处，以便促进第一种溶剂蒸发。

12、一种如权利要求 1 所述的方法，其中在(2)中，所述物质在所述第一种溶剂中的溶解度小于 20 重量%。

13、一种如权利要求 1 所述的方法，其中，所述物质选自调味品、香料、塑料、颜料、染料和生物活性物质。

14、一种如权利要求 1 所述的方法，其中，所述物质是合成或半合成药物的活性组分。

15、一种如权利要求 1 所述的方法，其中所述的在线混合器包括两个同轴管的结构，其中所述的调配物经其中的一个管加入而所述的第一种溶剂经另外一个管加入。

颗粒的制备方法

本发明涉及颗粒的制备，尤其是涉及但不仅仅是可控尺寸和/或规定晶形的颗粒的制备。

许多行业要求其固体颗粒原料满足严格的尺寸和形状方面的规格。有些要求非常细小的颗粒或晶粒，其尺寸和形状范围有精确的限定。

在食品行业中，获得非常细小、尺寸分布很窄的固体粒子粉料是有利的，以便在其所制备的食品中使食用香料更均匀地分布。

与染料或颜料染色有关的行业，需要细小、均匀、精确的颗粒物质，以便在悬浮液或溶液中使这样的染料和颜料更好、更均匀地分布于涂料、油墨和纺织印染介质中。

塑料工业也需要各种聚合材料如聚苯乙烯、聚氯乙烯、聚丙烯酰胺等非常细小的颗粒。

同质多晶现象是指尽管结晶材料的化学性质难以相互区分，但却以各种形式或结构存在。这种结晶类型或结构可能对材料的性质有影响。由此看来，除了控制原料的颗粒尺寸（目），某些行业要求结晶形状非常确定，以严格排除尺寸类似的其他形状的结晶。

化学和医药工业在很宽的应用范围内对小颗粒有特别需求。例如，小颗粒尺寸的原料组分或中间体在促进其溶解、提高化学反应性和容易干燥方面具有优势。

尤其是医药工业，在药品制剂中特别需要采用可控尺寸的颗粒。有几种方法可用于控制药物释放系统。颗粒尺寸和结晶类型是影响药物摄取性能和效率的重要性质，无论它制成片剂、粉末或悬浮液。微晶小颗粒由于其表面积大，会比大颗粒吸收得更快，因此会更迅速生

效。反之亦然。因此，可以通过在药品制造时控制颗粒尺寸来控制有效成分的释放速度。

在通过皮肤给药的情况下控制颗粒尺寸也是重要的，例如，用作治疗扭伤、肌肉劳损和加速康复的止痛剂和血管舒张药，如辣椒提取物。栓剂的效率取决于有效药物通过直肠粘膜的渗透，其已被证明是用药的重要方式。包含或浸透药物有效成分的“膏药（skin-patches）”具有明显优势的看法，近年来日益流行。激素取代疗法膏药和尼古丁膏药是目前广泛使用的、通过表皮补给疗效分子的有效方法。

在某些希望延长药物释放的应用中，例如在某些普通的冷制剂中，采用不同尺寸颗粒的混合物，可以在延长的时间内保持疗效。

传统上，为使固体材料颗粒尺寸变小，固体材料的研磨或粉碎被认为是合适方法。微粉化又改善了这一技术，产生更微小的颗粒。

不幸的是，采用各种类型的机械粉碎、研磨、微粉化或磨碎使固体变成粉末，都会导致结晶型式的破坏，和不可避免的固体温升造成的热能粉末。这可能（最好）对药物学活性组分没有影响。但是，在某些情况下会造成含活性组分制剂药效的降低。

把液氮或固体二氧化碳引到磨制物表面的方法，如大家都知道的“冷冻研磨”等方法，使热量几乎一产生就予以脱除，可以减轻和避免这种温升。但即便是这样的工艺也不可能不破坏材料结晶形式而完成。

从化合物溶液制备微小颗粒的其他方法是“喷雾干燥”。这种工艺作为生产咖啡提取液的水溶性固体小颗粒（称作速溶咖啡）的方法已广泛应用 40 余年。

按照这一技术，一种含有该化合物的热（往往过热）的水溶液，通过“喷雾器”或锐孔（orifice）高速喷入一个大室，目的是生成非常细小的液滴。这些液滴在重力影响下降落，同时遭遇从室的基部喷入而螺旋上升的温热干燥空气流。当温热空气向上通过该室时遇到逆流

下降的溶液液滴，互相换热，使液滴干燥。生成的干燥粉末从该室的底部获得，以便进一步加工。

该工艺的缺点是不能广泛应用于某些化合物例如药物有效成分小颗粒的一般制备。因为喷入溶液带来的热量可能造成药物有效成分的分解。暴露于空气中又会导致某些组分的氧化。另外，希望采用该法加工的所有组分都需要制备成水溶液，对某些不易溶解的组分就非常困难。再加上该制剂的热雾化并迅速干燥会使颗粒产生静电，这就增加了着火的危险和引起颗粒吸湿。

近年来，一种使用超临界二氧化碳流体作为溶剂、类似于喷雾干燥的技术，已经在许多行业中倍受关注。

这种技术依赖于二氧化碳奇妙的性质（处于 31℃ 临界温度之上时）和在非常高的压力下（100~400 巴）“溶解”某些药物和其他物质例如香精油、香料和调味品。采用这种程序生产微小颗粒时，将一种溶质（例如药物有效成分）置于能够承受超过 300~500 巴压力的室内。这个室及其内容物一般加热到 30~40℃，溶质在 100~400 巴压力下接触并经受二氧化碳流。某些溶质“溶解”于超临界流体中。

如果使超临界溶液进入压力保持在较低水平或甚至常压的第二个室内，则二氧化碳的溶解性降低或消失，非常细小的颗粒溶质形成雾。有时可能得到这种雾，从而制成非常细小的溶质制剂。

这种方法的主要缺点是它的费用，各种室、泵、喷嘴、换热器等都必须承受非常高的压力且在压力下工作，因此投资非常高。

另外，二氧化碳是一种酸性气体，在有水存在时会使溶质 pH 值下降到不能接受的低水平。

本发明的目的是解决与固体颗粒生产相关的问题。

本发明所提供的制备物质颗粒的方法包括：使所述物质或含有所述物质的调配物与包含 C₁~C₄ 氟代烃（hydrofluorocarbon）的第一种溶剂接触，然后生成的混合物到分离工序，使至少某些所述物质从第

一种溶剂中分离出来。

所述 $C_1 \sim C_4$ 氟代烃中优选不含有氯原子。优选其只包括一个或多个碳、氟和氢原子。所述氟代烃优选为 $C_1 \sim C_3$ 、更优选为 $C_1 \sim C_2$ 氟代烃，尤其优选为 C_2 氟代烃。

所述氟代烃可以包括最多 10 个、优选最多 8 个、更优选最多 6 个、尤其优选最多 4 个氟原子。所述氟代烃优选至少包括 2 个、更优选至少 3 个氟原子。

所述氟代烃优选脂肪族，优选饱和烃。

所述氟代烃常压沸点可以在低于 20°C ，优选低于 10°C ，更优选低于 0°C ，特别优选低于 -10°C 。其沸点可以高于 -90°C ，优选高于 -70°C ，更优选高于 -50°C 。

优选的氟代烃是四氟乙烷，尤其优选 1,1,1,2-四氟乙烷（即所谓的 HFC 134A）。HFC 134A 的常压沸点在 -26°C ， 20°C 的蒸气压为 5 巴（表压）。它无论对酸还是对碱都是化学惰性的，不可燃、无毒，且不消耗臭氧。HFC 134A 粘度非常低（0.22 厘泊），因此可以在高速下泵送高度紊流，和适度应用压力使其通过非常小的锐孔转向。这种气态溶剂很容易再压缩变回液态，通过再循环实际上完全回收利用。

虽然在某些应用中可以使用基本上纯的 HFC 134A，但由于它是非常不良的溶剂，因此可以与少量其他共溶剂混合使用以调节其溶解性。

这样，所述第一种溶剂可以包括共溶剂，共溶剂也可以、但并非优选地采用此处所述类型的氟代烃。所述共溶剂要适当选择，以影响 $C_1 \sim C_4$ 氟代烃的沸点和/或对所述物质以及包含所述物质的调配物的溶解性。

共溶剂可以选自 $C_2 \sim C_6$ 烃类，可以是脂环族或者脂肪族。优选链烷烃或环烷烃，例如乙烷、正丙烷、异丙烷、正丁烷或异丁烷。

共溶剂也可以选自烃类醚，特别是二烷基醚，例如二甲醚、甲基乙基醚或二乙醚。

共溶剂也可以是具有极性的烃类，例如介电常数大于 5 的烃类。适宜的介电性烃类共溶剂包括醇类，例如甲醇、乙醇和异丁醇，以及酮类，例如丙酮。

适宜的所述第一种溶剂包括作为主要部分的 $C_1 \sim C_4$ 氟代烃。在所述第一种溶剂中，优选至少 90wt%、更优选至少 93wt%、特别优选至少 97wt% 由所述 $C_1 \sim C_4$ 氟代烃构成。其余部分可以是上述一种或多种共溶剂。当所述第一种溶剂包括共溶剂时，可以含有 1~50wt%、优选 2~30wt%、更优选 2~20wt% 共溶剂。

优选共溶剂与 $C_1 \sim C_4$ 氟代烃形成共沸物，以致在第一种溶剂中的比例保持恒定，即使第一种溶剂重复蒸馏多次。

当该法使用一种包括所述物质的调配物时，所述调配物可以是溶液。这种溶液可以是真正的溶液或胶体溶液。胶体溶液可以是溶胶、乳液、凝胶或其他胶体物质。

所述调配物可以适当含有第二种溶剂，包括有机溶剂。优选所述物质溶解于该第二种溶剂。

适宜的第二种溶剂包括醇类、尤其是脂肪醇，例如甲醇、乙醇、1-丙醇或 2-丙醇；酮类，尤其是脂肪族酮，优选二烷基酮，例如丙酮或甲基异丁基酮；有机酸，优选醋酸；酰胺，例如 N,N' -二烷基酰胺或烷基酰胺；羧酸衍生物，例如酸酐，象醋酸酐；氰化物衍生物，例如氰化氢或任何烷基氰化物；氨；含硫的分子；醋酸酯，优选醋酸甲酯、醋酸乙酯和醋酸丁酯；醚类，优选二甲醚和二乙醚；链烷烃或链烷烃衍生物，优选二氯甲烷和二氯乙烷；四氢呋喃；甲苯、己烷、庚烷和石油醚混合物。

第二种溶剂可以由上述两种或多种物质以任何比例联合使用。

优选第二种溶剂和第一种溶剂混溶。

也可以包括分离过程，使生成的混合物从压力 P_1 的第一区到压力为 P_2 的第二区，其中 P_1 高于 P_2 。

所述物质或调配物与第一种溶剂的接触可以在搅拌室中实现，或优选使包括所述物质的调配物于在线机械的或静态的混合器中接触。适宜的在线混合器包括两个同轴管结构，调配物通过一个管进入，第一种溶剂通过另一个管进入。适宜地，调配物通过外管进入，而第一种溶剂通过内管进入。在线混合器出口端可以设计成使调配物和第一种溶剂有效接触。

可以采用混合物引入第二个室的方法来控制生成颗粒物质的颗粒尺寸。

优选混合物通过例如喷嘴或雾化器喷入第二区。混合物可以通过细小的喷嘴喷入，在第二区产生小液滴雾。可以用产生液滴的尺寸来控制所产生颗粒的尺寸。

优选第二区包括压力为 P_2 的室。在这种情况下，混合物适于引入该室的上半部。

将生成的混合物喷入与第一区相比压力降低的第二区，使 $C_1 \sim C_4$ 氟代烃蒸发，因此至少使某些物质与 $C_1 \sim C_4$ 氟代烃分离。

如果所述物质在包括第二种溶剂的调配物中，则第二种溶剂适于采用第一种溶剂的方法与所述物质分离。优选 $C_1 \sim C_4$ 氟代烃在第二种溶剂中有效传质。因此，当 $C_1 \sim C_4$ 氟代烃与所述物质分离的同时，第二种溶剂也与组分分离。这样所述物质从溶液中沉淀出来形成固体颗粒。

适宜地，第一种溶剂大部分蒸发。优选在分离过程中第一种溶剂基本全部与所述物质分离。如果所述物质在调配物中，适宜地，在分离过程中，第二种溶剂大部分、优选基本全部与所述物质分离。

第一种溶剂蒸发时，可以通过向第二区或喷嘴供热（相当于第一种溶剂的蒸发潜热）促进蒸发。

适宜地，所述物质颗粒收集在第二区室的底部。

蒸发的第一种溶剂优选通过第一个出口从第二区脱除。如果第二

区包括一个室，则第一个出口适于置于朝向该室的顶部。

如果所述物质在包括第二种溶剂的调配物中，则第二种溶剂适于经与第一种溶剂同样的出口从第二区中脱除。或者，第二种溶剂可以从与第一种溶剂不同的出口离开第二区。

所述物质可以不溶于或者微溶于第一种溶剂。所述物质在第一种溶剂中的溶解度优选低于 20% (m/m)，更优选低于 10% (m/m)，尤其优选低于 5% (m/m)，最优选低于 2% (m/m)。物质在第一种溶剂中的溶解度优选仅达到 1%，更优选仅达到 0.5%，特别是仅达到 0.3%，最优选仅达到 0.1%。

如果所述物质仅贫溶于第二种溶剂和/或第一种溶剂，那么喷入第二区的混合物每一个液滴都仅包括有限量的物质。因此，从每一个液滴沉淀出来的物质颗粒都将是小尺寸的。

通过进一步供应第一种溶剂洗涤分出的物质，随后干燥，可以提供颗粒尺寸范围非常窄的、具有特定的形态上分离的结构和形状的、结晶粉末形式的物质。

所述工艺可以广泛应用于制备含有多种不同物质的颗粒。所述物质优选自调味品、香料、塑料、颜料、染料和生物活性化合物例如药品、合成或半合成的药物和农药。

所述工艺方法也可以做到从结晶产品和洗涤产物中简单、有效和完全脱除回收、循环再利用所有氟代烃和/或所述第一种溶剂的共溶剂。另外，原来用于溶解物质的第二种溶剂也可以从获得结晶的澄清液、滤液和洗涤液中全部回收并继续使用。物质的分离可以通过一步或多步接触和分离来进行。各种改变物理参数的方法，例如改变温度、透明度 (sheer)、第一种溶剂的数量、溶质/溶剂的相对浓度、溶剂混合物的相对组成以及第二种溶剂与第一种溶剂之比，都可以在任何一种或所有步骤中任选使用。

按照本发明可以生产小到 2 μ m 的颗粒。但是，通过改变和控制以

下参数，可以影响按照本发明方法生产的颗粒的尺寸，从而获得任何所希望尺寸的颗粒，例如：

- 1、调配物中物质的浓度；
- 2、第一种溶剂的组成；
- 3、所述物质或调配物与第一种溶剂之比；
- 4、第一种溶剂的蒸发速度；
- 5、温度；
- 6、第一区和第二区之间的压差；
- 7、液体流速；
- 8、喷嘴和雾化器的设计以及室的形状。

控制下列参数也会影响结晶类型、尺寸和均匀度：

- 1、温度；
- 4、搅拌方法和效率；
- 5、调配物中所述物质的浓度；
- 6、共溶剂类型和浓度；
- 7、流速；
- 8、流量比。

本发明能以有利的方式生产控制晶癖（crystal habit）的颗粒。本发明也提供了一种生产小颗粒的方法。

本发明也延伸到以所述方法制备物质颗粒。这种颗粒可以包括痕量残留的第一种溶剂。这样，本发明就进一步延伸到如上所述包括痕量所述第一种溶剂的物质颗粒。

现在通过实施例参照下列附图对本发明加以说明：

图 1 是实施本发明的设施的第一种实施方案的示意图；

图 2 是实施本发明的设施的第二种实施方案的示意图。

图 1 表示上端具有入口 4、下端具有出口 6 的第一个容器。在出口 6 上方适当地放置过滤栅板（未示出）。容器 2 也配备有马达驱动的搅

拌器（未示出），或其他适宜的搅拌设施。

第一个容器 2 的出口连接到第二个容器 8 的入口 9，入口 9 配备有喷嘴 10。

压缩机 16 的安装是以其入口连接到第二个容器 8 的出口 18，出口 18 位于第二个容器 8 的顶部。压缩机 16 的出口连接到第一个容器 2 的入口 4。

整个设备通过管道、压力和温度表、流量和压力控制阀以及冷凝器的网络连接，可以方便地选择、保持设施每一部分的最佳关键参数流量、温度和压力。

图 1 设施可以用于制备物质小颗粒。为此，物质送入容器 2 与 HFC 混合制成溶液或浆液。然后过滤混合物，使其通过出口 6 离开容器 2。再通过喷嘴 10 以液滴细雾形式（一般以附图标记 14 表示）喷入第二个容器 8 的室 12。

由于第二个容器 8 降压的结果，HFC 从每个液滴蒸发，留下沉淀的物质细粒（一般以附图标记 20 表示），落到容器 8 底部被收集。

蒸发的 HFC 从第二个容器 8 经出口 18 脱除并压缩循环。

该工艺可以半连续进行，或并入备用容器成为完全连续的过程。

任选通过容器 8 的器壁传热或喷嘴 10 向容器 8 供热。或者，可以引入微波能或直接再注入一小股过热气流到室中加热室 12。适宜的热气流很容易从压缩机出口获得。

容器 2 和 8 都配备夹套以控制温度。

图 2 表示第一个容器 102 通过压缩机 106 和在线混合器 108 与第二个容器 104 连接。

图 2 设施操作时，HFC 计量进入第一个容器 102。然后在压缩机 106 帮助下通过蒸发连续循环。在这方面，液化的 HFC 通过在线混合器 108 的喷嘴 100 进入容器 104，并通过容器 104 的出口 112 返回容器 102，构成连续循环。

包括制成小颗粒的物质与有机溶剂的调配物溶液通过泵 114 送入在线混合器 108。HFC 和调配物在在线混合器 108 中的接触，就发生在即将通过喷嘴 100 排出之前。发现 HFC 对有机溶剂高度亲和。因此当两种物质接触时，立即发生调配物中有机溶剂与 HFC 传质。

混合物通过喷嘴 100 以液滴细雾形式（一般以附图标记 118 表示）喷入容器 104 的室 116。在进入室 116 的降压环境时，HFC 和有机溶剂蒸发，而物质从溶液中沉淀出来。

物质颗粒收集在过滤器 120 中，而 HFC/有机溶剂通过过滤器。

如上所述，HFC 循环，而有机溶剂收集在容器 102 中。

运转结束时，可以维持预定时间的 HFC 循环，以有效洗涤所收集的固体，脱除调配物携带的任何有机溶剂微量污染物。

下面所述实施例 1 和 2 采用的设备和工艺分别是基于图 1 和 2 的实施方案。

实施例 1

苯乙酸（10 g）送入配备有搅拌器和连接到底部出口的玻璃烧结物的第一个容器。

保持第一个容器下部出口关闭，再将 1,1,1,2-四氟乙烷（2 kg）注入第一个容器。然后搅拌形成的浆液使苯乙酸溶解在四氟乙烷中。

气体压缩机入口装配在第二个（蒸发）容器上，其出口通过冷却换热器装配在储存四氟乙烷的容器上。启动气体压缩机。

苯乙酸在四氟乙烷中的混合物通过限流设施，例如小孔喷嘴，从第一个容器流到第二个容器。控制第一、第二个容器每一个的溶液流量和温度，使第一个容器的压力保持在大约 6 巴（表压），第二个容器的压力保持在大约 0.75 巴（表压）。

小孔喷嘴使苯乙酸和四氟乙烷混合物以细雾状喷入第二个容器。由于混合物是从压力较高的第一区到压力较低的第二区，液态四氟乙

烷的蒸发使苯乙酸小颗粒落入第二个容器底部被收集。

实施例 2

第一个 5L 不锈钢容器通过气体压缩机连接到液/液混合流动室。第二个 5L 不锈钢容器在出口处装配一层烧结玻璃构成的过滤器元件连接。该容器入口连接到液/液混合流动室。

氟代烃 134A (HFC) (2 kg) 注入第一个容器。启动压缩机, 使 HFC 连续循环。HFC 循环速度保持在 300 g/min。

在第三个容器中制备月桂酸 (50 g) 溶解在丙酮 (1 L) 中的溶液。采用齿轮泵以 30 mL/min 速度将月桂酸溶液送入混合室。

在离开混合室时, HFC 接触月桂酸溶液。该混合物通过混合室喷入第二个容器。在接触月桂酸溶液时, 通过传质将丙酮转移到 HFC 中。在进入第二个容器时 (比第一个容器压力低), HFC 和丙酮混合物蒸发, 产生月桂酸小颗粒, 落入第二个容器底部被收集。

整个试验中, 温度、压力和流量等关键参数保持恒定。

在整批月桂酸溶液计量进入第二个容器之后再继续通入 HFC 5 分钟。然后通过分流将 HFC 回收入储气钢瓶。丙酮单独回收。卸下设备, 回收已以干燥、尺寸均匀的颗粒收集在第二个容器底部的月桂酸。

读者应注意与本申请相关说明书同时或事先立卷的、和与该说明书一起公开备查的所有报告和文献, 此处均已作为参考文献。

说明书中披露的所有特点 (包括权利要求书、摘要和附图), 和/或披露的任何方法或工艺的所有步骤, 可以任意组合, 除非这些特点和步骤至少某些互相排斥。

该说明书中披露的每个技术特征 (包括权利要求书、摘要和附图), 都可以被可以起到同样、等同或类似作用的其他技术特征所代替, 除非另外特别说明。这样, 除特别说明外, 所披露的每个技术特征都只是一系列等同或类似技术特征的一个例子。

本发明不限于前述实施方案的细节。本发明可以扩展到说明书中所披露技术特征（包括权利要求书、摘要和附图）中任一新特征或其任一新组合，或者所披露的方法或工艺中任一新步骤或其新组合。

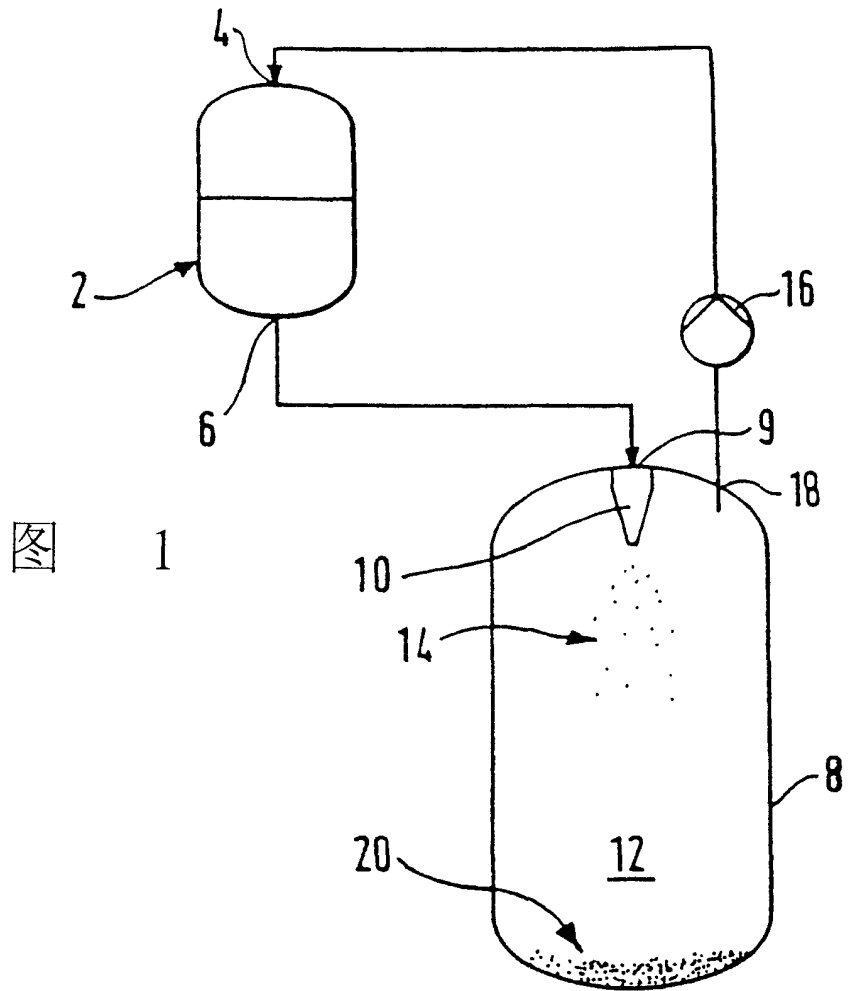


图 1

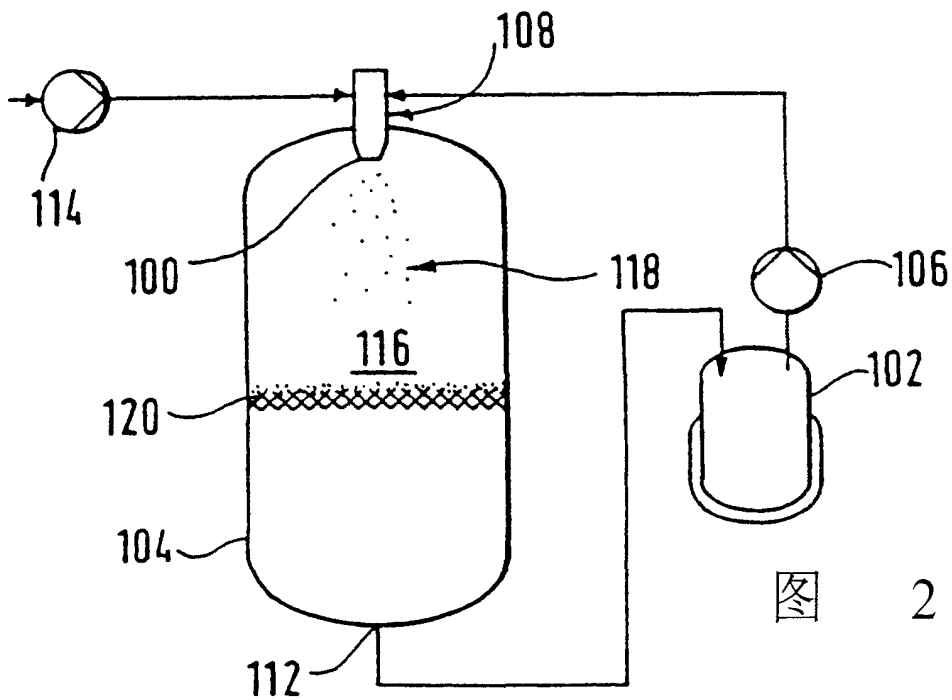


图 2