



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 115043763 B

(45) 授权公告日 2024. 04. 05

(21) 申请号 202210669121.X

B01D 9/02 (2006.01)

(22) 申请日 2022.06.14

B01J 19/18 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 115043763 A

(56) 对比文件

CN 108939599 A, 2018.12.07

CN 109384696 A, 2019.02.26

(43) 申请公布日 2022.09.13

CN 104744326 A, 2015.07.01

(73) 专利权人 天津大学

CN 102188940 A, 2011.09.21

地址 300000 天津市南开区卫津路92号

CN 115043763 A, 2022.09.13

(72) 发明人 龚俊波 汤伟伟 侯宝红 吴送姑
尹秋响 王静康

CN 113117612 A, 2021.07.16

宙查员 靳贝贝

(74) 专利代理机构 天津企兴智财知识产权代理有限公司 12226

专利代理师 石倩倩

(51) Int.Cl.

C07C 319/28 (2006.01)

C07C 323/58 (2006.01)

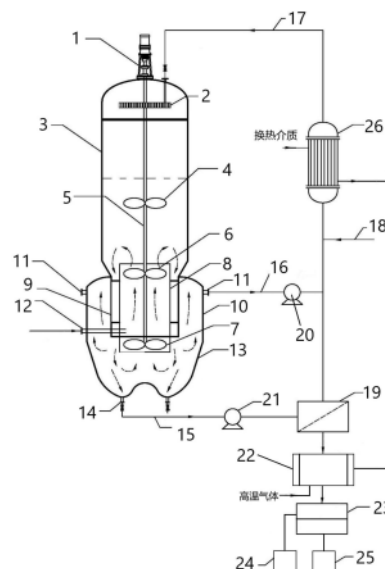
权利要求书3页 说明书13页 附图2页

(54) 发明名称

一种DL-蛋氨酸的气液连续结晶方法

(57) 摘要

本发明提供了DL-蛋氨酸的气液连续结晶方法,所述气液连续结晶方法包括:在压力为0.3~0.6MPa条件下,将浓度为10~15wt%的蛋氨酸钾水溶液进入气液两相连续反应结晶系统装置进行连续结晶,得到DL-蛋氨酸;气液两相连续反应结晶系统装置包括反应结晶装置、固液分离装置和换热装置。本发明采用特定的气液两相连续反应结晶系统装置用于DL-蛋氨酸晶体的制备,得到DL-蛋氨酸晶体的收率不低于70%,产品颗粒平均粒度在200~400 μm,形貌较为规整。



1. 一种DL-蛋氨酸的气液连续结晶方法,其特征在于,所述气液连续结晶方法包括:在加压和常压条件下,将蛋氨酸钾水溶液进入气液两相连续反应结晶系统装置进行连续结晶,得到DL-蛋氨酸;

所述气液两相连续反应结晶系统装置包括反应结晶装置、固液分离装置和换热装置;

所述反应结晶单元包括由上至下依次对接的直筒壳体和缩径筒体,所述直筒壳体具有底部敞口端,所述直筒壳体的底部敞口端的至少部分伸入所述缩径筒体内并与所述缩径筒体连通,所述直筒壳体与所述缩径筒体之间形成环形空腔,气液反应后得到的晶浆悬浮液在所述缩径筒体内沉降,晶浆悬浮液中的大颗粒沉积至所述缩径筒体底部,晶浆悬浮液中的小颗粒形成清液进入所述环形空腔;

所述缩径筒体的底部设置有出料口,所述环形空腔对应的壳壁处设置有循环出口,所述直筒壳体顶部设置有进液口,所述出料口、循环出口和进液口分别引出排料管路、循环管路和进液管路,所述排料管路与所述循环管路合并为一路后接入所述进液管路,所述缩径筒体底部沉积的大颗粒以及所述环形空腔内的小颗粒清液分别由出料口和循环出口排出进入所述排料管路和循环管路;

所述排料管路上设置有固液分离装置,所述进液管路上设置有换热装置,大颗粒经所述排料管路进入固液分离装置,得到的分离清液与循环管路排出的小颗粒清液混合后由所述进液管路进入所述换热装置,换热后由所述进液口进入所述反应结晶单元内;

所述底部敞口端的内腔中设置有导流筒,所述直筒壳体内设置有贯穿所述导流筒的搅拌装置,所述搅拌装置包括若干搅拌桨,至少一个所述搅拌桨位于所述导流筒内部;

所述直筒壳体包括由上至下依次对接的上直筒段、中直筒段和下直筒段,所述上直筒段的直径大于所述下直筒段的直径,所述中直筒段为倒锥形结构,所述中直筒段的大端面对接所述上直筒段的下沿,所述中直筒段的小端面对接所述下直筒段的上沿;

所述上直筒段的内腔中设置有第一搅拌桨,所述导流筒内腔的上部和下部分别设置有第二搅拌桨和第三搅拌桨,所述第一搅拌桨、第二搅拌桨和第三搅拌桨由上至下依次间隔固定于同一根搅拌轴上,所述搅拌轴由所述直筒壳体的顶部伸出后连接电机,所述电机用于带动所述搅拌轴旋转;

所述缩径筒体包括由上至下依次对接的底部直筒段和底部缩径段,所述下直筒段位于所述底部直筒段内部,并与所述底部直筒段同轴设置;

所述底部缩径段包括两个沉降腔,两个所述沉降腔之间的壳壁由外向内突出,从而形成具有W形底部结构的底部缩径段;

所述缩径筒体外壁开设有进气口,进气管穿过所述进气口伸入所述导流筒内部。

2. 根据权利要求1所述的气液连续结晶方法,其特征在于,所述循环管路上还设置有循环泵。

3. 根据权利要求1所述的气液连续结晶方法,其特征在于,所述排料管路上设置有排料泵。

4. 根据权利要求1所述的气液连续结晶方法,其特征在于,所述进液管路上接入进液支管,通过所述进液支管向所述进液管路内通入新鲜的原料液,由所述循环管路和所述排料管路输出的清液与新鲜的原料液混合后进入所述换热装置。

5. 根据权利要求1所述的气液连续结晶方法,其特征在于,所述直筒壳体的内腔上部设

置有液体分布装置,清液与新鲜的原料液经换热后由进液口通入直筒壳体,经所述液体分布装置分散为液滴并与气体连续相接触混合。

6.根据权利要求1所述的气液连续结晶方法,其特征在于,所述固液分离装置的固相出口依次连接干燥装置和分级装置。

7.根据权利要求6所述的气液连续结晶方法,其特征在于,所述干燥装置的壳体外周设置有夹套,所述换热装置的换热介质出口接入所述夹套,原料液在所述换热装置内与换热介质换热,原料液换热降温后进入所述反应结晶装置,换热介质换热升温后进入所述夹套内。

8.根据权利要求6所述的气液连续结晶方法,其特征在于,所述干燥装置内设置有搅拌器,所述干燥装置的壳体外壁开设进气口,通过所述进气口向所述干燥装置内通入高温气体;所述分级装置内设置有筛网,所述筛网上层的壳壁处外接第一储罐,所述筛网下层的壳壁处外接第二储罐,所述筛网对成品进行筛分,根据成品粒径不同落入第一储罐或第二储罐内。

9.根据权利要求1所述的气液连续结晶方法,其特征在于,所述上直筒段的直径为所述下直筒段直径的1.2~1.5倍;

所述上直筒段的高度为所述上直筒段直径的2~5倍;

所述下直筒段的高度为所述下直筒段直径的0.5~1.5倍。

10.根据权利要求1所述的气液连续结晶方法,其特征在于,所述导流筒位于所述下直筒段内部,并与所述下直筒段同轴设置;所述下直筒段和所述导流筒形成气液反应结晶生长区,在气液反应结晶生长区内,气体反应物和液体反应物充分混合形成晶浆悬浮液,在所述搅拌桨的作用下,晶浆悬浮液在所述导流筒和所述下直筒段之间的环形空腔内循环流动。

11.根据权利要求1所述的气液连续结晶方法,其特征在于,所述导流筒的高度为所述导流筒直径的0.2~2倍;

所述导流筒的直径为所述下直筒段直径的0.5~0.9倍。

12.根据权利要求1所述的气液连续结晶方法,其特征在于,所述导流筒的高度大于所述下直筒段的高度,所述导流筒的上沿高于所述下直筒段的上沿,所述导流筒的下沿低于所述下直筒段的下沿。

13.根据权利要求1所述的气液连续结晶方法,其特征在于,所述导流筒外壁与所述下直筒段内壁之间设置有固定件,所述固定件用于将所述导流筒固定于所述下直筒段的内腔。

14.根据权利要求1所述的气液连续结晶方法,其特征在于,通过所述直筒壳体顶部的进液口向直筒壳体内注入液体反应物,直至没过所述第一搅拌桨,所述第一搅拌桨、第二搅拌桨和第三搅拌桨均位于液面以下,所述第一搅拌桨与液面之间的垂直距离为0.5~1.5m。

15.根据权利要求1所述的气液连续结晶方法,其特征在于,所述进气管的轴线与所述导流筒外壁相切,所述进气管的出口端位于所述第二搅拌桨和所述第三搅拌桨之间,并靠近所述第三搅拌桨。

16.根据权利要求14所述的气液连续结晶方法,其特征在于,每一所述沉降腔的底部均设置一所述出料口,所述底部缩径段的底部设置有两个所述出料口,两个所述出料口之间

的距离为所述下直筒段直径的0.4~0.6倍；

所述底部直筒段的直径为所述下直筒段直径的1.1~1.5倍；

所述底部直筒段的高度为所述下直筒段高度的0.9~1.1倍；

所述底部直筒段的外壁上部设置有至少一个所述循环出口；

所述底部缩径段的高度为所述下直筒段直径的0.5~0.9倍。

17. 根据权利要求1-16任一项所述的气液连续结晶方法,其特征在于,所述连续结晶方法包括:

(1) 压力0.3-0.6MPa条件下,含有质量浓度为10-15%的蛋氨酸钾水溶液从进液口处的气体分布器进入直筒壳体内, CO_2 气体反应物由进气管进入导流筒内, CO_2 气体反应物与蛋氨酸钾水溶液在下直筒段区域逆流接触混合并反应0.5-3h;

(2) 在上直筒段上层的 CO_2 气体与新鲜进料的蛋氨酸钾水溶液再次接触反应,通过液体分散相与气体连续相接触增大接触气液接触面积,促进反应转化效率,并在第二搅拌桨的作用下达到充分混合,搅拌转速20~200rpm;

(3) CO_2 气体反应物与蛋氨酸钾水溶液反应生成的晶浆悬浮液中的反应物晶体在气液反应结晶生长区内成核生长,晶浆悬浮液进入直径逐渐缩小的底部缩径段,晶浆悬浮液中的大颗粒沉降并粒度分级,含大颗粒的晶浆悬浮液由底部缩径段的底部出料口排出进入固液分离装置,经分离后的大颗粒依次进行干燥装置和分级装置,经干燥分级后得到不同粒径大小的晶体成品;

(4) 分离得到的分离清液进入排料管路,与循环管路内的小颗粒清液混合通入进液管路,通过进料支路向进液管路内注入新鲜的原料液,分离清液、小颗粒清液和新鲜原料液混合后进入换热装置,经换热后由进液口注入反应结晶装置内,换热器温度0~40℃。

一种DL-蛋氨酸的气液连续结晶方法

技术领域

[0001] 本发明属于结晶技术领域,涉及一种DL-蛋氨酸的气液连续结晶方法。

背景技术

[0002] 气、液两相反应结晶是化工、制药、轻工等工业生产常用的生产技术,气液两相反应结晶包含了气液两相反应过程、结晶过程,气体反应物与液体反应物(溶质及溶剂)在气液界面发生接触,形成固体颗粒,同时可能形成液体产物,整个过程复杂。

[0003] 当前已公开的技术,气、液两相反应结晶是在带搅拌的反应釜内操作,是将气体直接通入反应釜底部,气体在反应釜内在搅拌器作用下,与液体混合接触进行反应,该过程是间歇操作。该生产过程存在以下几种缺点:(1) 气体分布不均匀,搅拌反应釜内通气的位置气液反应充分,而距离进气口较远的区域因缺少足够的气体,导致反应不充分,整个反应釜内反应不均,晶体粒度分布、产品纯度均不理想;(2) 晶体停留时间不相同,浆液首先与气液反应生成的晶体,与接近反应终点生成的晶体,其停留时间是不同的,造成晶体大小不均匀;(3) 由于是间歇操作,生产过程需要定期停下来排出晶体,劳动强度大,而且反应釜是非稳态操作,不利于控制产品品质,每批次产品不完全一样;(4) 气相阻力大,由于将气体通入反应釜底部,需要克服液位阻力,气体阻力大,能耗高;(5) 吸收不完全,在搅拌器和气体鼓泡的双重作用下,液面波动大,从而气体的停留时间并不完全一样,容易造成吸收不完全。

[0004] CN213286877U公开了一种气液两相连续反应结晶装置,包括结晶器、处于结晶器底部的晶体排出段、连接在晶体排出段的排出泵,结晶器上设有反应尾气排气口,所述结晶装置还包括喷射反应器、循环泵、原料液接口,所述喷射反应器设置在结晶器的顶部,所述循环泵的入口连接在结晶器下部,所述循环泵的出口连接在喷射反应器的上部,所述喷射反应器、原料液接口均与结晶器内部连通,所述喷射反应器的顶部设有原料气接口,所述喷射反应器伸出结晶器顶部,且伸出结晶器顶部的长度为0.5~6m。

[0005] CN113117612A公开了一种用于气液连续反应结晶的装置,包括反应器和分离器两部分,反应器的内部设有气体分布器、导流筒、推进式搅拌器、折流挡板、循环液出口管;气体反应物进料管进入反应器的内部和气体分布器相连,气体分布器位于导流筒的正上方,推进式搅拌器的叶片位于导流筒的内部,导流筒的正下方为折流挡板,推进式搅拌桨用于在导流筒中心位置将液体引向下方,折流挡板用于将液体从导流筒的外部折返回反应器上部进入导流筒,从而形成一个反应器内循环,反应器和分离器之间的物料交换形成一个外循环。

[0006] CN102188940A公开了一种气、液双相反应结晶装置,包括高温反应结晶器和与其连通的高温晶浆分离器以及冷却系统,还包括低温反应结晶器、低温晶浆分离器,高温晶浆分离器与低温反应结晶器通过管路连接,低温反应结晶器的上部与低温晶浆分离器通过管路连接,低温晶浆分离器的底部通过管路与高温反应结晶器的上部连接,低温反应结晶器内接有一气相反应提升段,低温反应结晶器的底部与气相反应提升段的底端连通,低温反应结晶器和高温反应结晶器的下部分别与原料气体的管道连接,气相反应提升段底端与原料

料气体的管道连接,低温晶浆分离器与原料液体管道连接。

[0007] 气液连续反应结晶包含气液传质、化学反应、结晶等多种化工过程,更易造成体系过饱和度分布不均匀、二次成核严重、晶体细小、设备结垢严重致使过程难以长时稳定运行等难题。

发明内容

[0008] 针对现有技术存在的不足,本发明的目的在于提供一种DL-蛋氨酸的气液连续结晶方法,其采用气液两相连续反应结晶系统装置,通过结晶装置的特定构型与工艺流程操作,控制气-液两相的接触形式,促进其反应转化效率,实现结晶装置内过饱和度场分布均匀,有效调控DL-蛋氨酸晶体成核与生长;通过流场设计改善晶浆循环方式,实现晶体粒度分级,从而改善气液连续反应结晶过程的产品粒度小、晶体破碎严重、易发泡、设备结垢、运行周期短等问题,提高气液连续结晶过程稳定运行周期,结合固液分离和母液循环,可实现气液连续反应结晶操作,获得大颗粒DL-蛋氨酸晶体产品。

[0009] 为达此目的,本发明采用以下技术方案:

[0010] 本发明提供了一种DL-蛋氨酸的气液连续结晶方法,在加压和常压条件下,将蛋氨酸钾水溶液进入气液两相连续反应结晶系统装置进行连续结晶,得到DL-蛋氨酸;

[0011] 所述气液两相连续反应结晶系统装置包括反应结晶装置、固液分离装置和换热装置;

[0012] 所述反应结晶单元包括由上至下依次对接的直筒壳体和缩径筒体,所述直筒壳体具有底部敞口端,所述直筒壳体的底部敞口端的至少部分伸入所述缩径筒体内并与所述缩径筒体连通,所述直筒壳体与所述缩径筒体之间形成环形空腔,气液反应后得到的晶浆悬浮液在所述缩径筒体内沉降,晶浆悬浮液中的大颗粒沉积至所述缩径筒体底部,晶浆悬浮液中的小颗粒形成清液进入所述环形空腔;

[0013] 所述缩径筒体的底部设置有出料口,所述环形空腔对应的壳壁处设置有循环出口,所述直筒壳体顶部设置有进液口,所述出料口、循环出口和进液口分别引出排料管路、循环管路和进液管路,所述排料管路与所述循环管路合并为一路后接入所述进液管路,所述缩径筒体底部沉积的大颗粒以及所述环形空腔内的小颗粒清液分别由出料口和循环出口排出进入所述排料管路和循环管路;

[0014] 所述排料管路上设置有固液分离装置,所述进液管路上设置有换热装置,大颗粒经所述排料管路进入固液分离装置,得到的分离清液与循环管路排出的小颗粒清液混合后由所述进液管路进入所述换热装置,换热后由所述进液口进入所述反应结晶单元内。

[0015] 针对现有气液连续反应结晶普遍存在的晶体颗粒小、设备易结垢难以长时稳定运行的问题,本发明提供了一种气液两相连续反应结晶系统装置,通过结晶装置的特定构型与工艺流程操作,控制气-液两相的接触形式,促进其反应转化效率,实现结晶装置内过饱和度场分布均匀,有效调控晶体成核与生长;通过流场设计改善晶浆循环方式,实现晶体粒度分级,从而改善气液连续反应结晶过程的产品粒度小、晶体破碎严重、易发泡、设备结垢、运行周期短等问题,提高气液连续结晶过程稳定运行周期,结合固液分离和母液循环,可实现气液连续反应结晶操作,获得大颗粒晶体产品。

[0016] 采用本发明提供的气液两相连续反应结晶系统装置进行气液连续反应结晶,无需

增加多余的沉降储罐和动力设置,同时以气体作为反应物,避免了连续结晶生产中产生的大量废固和废液,节能环保,生态友好,是一种典型的绿色清洁生产工艺。

[0017] 作为本发明一种优选的技术方案,所述循环管路上还设置有循环泵。

[0018] 所述排料管路上设置有排料泵。

[0019] 所述进液管路上接入进液支管,通过所述进液支管向所述进液管路内通入新鲜的原料液,由所述循环管路和所述排料管路输出的清液与新鲜的原料液混合后进入所述换热装置。

[0020] 所述直筒壳体的内腔上部设置有液体分布装置,清液与新鲜的原料液经换热后由进液口通入直筒壳体,经所述液体分布装置分散为液滴并与气体连续相接触混合。

[0021] 本发明在直筒壳体上部设置液体分布装置,液体进料经过液体分布装置均匀分散在气相中,进行充分接触混合后进入气液两相反应区,在搅拌桨的机械搅拌和晶浆的重力作用下,混合均匀的晶浆悬浮液导入底部气液反应结晶生长区继续进行结晶生长。

[0022] 作为本发明一种优选的技术方案,所述固液分离装置的固相出口依次连接干燥装置和分级装置。

[0023] 所述干燥装置的壳体外周设置有夹套,所述换热装置的换热介质出口接入所述夹套,原料液在所述换热装置内与换热介质换热,原料液换热降温后进入所述反应结晶装置,换热介质换热升温后进入所述夹套内。

[0024] 所述干燥装置内设置有搅拌器,所述干燥装置的壳体外壁开设进气口,通过所述进气口向所述干燥装置内通入高温气体。

[0025] 在本发明中,使用高温气体与固相反应物在搅拌的作用下进行传热传质,有利于提升干燥效率和干燥效果,对固相反应物的干燥强度可通过变化热媒温度、流量和搅拌转速进行调整,。本发明在通过气体热源传热的同时,同时,利用了换热装置产生的换热介质作为液体热源,更好地利用了换热介质的热量,通过气体热源和液体热源相互配合,提高了换热效率,缩短了干燥时间。此外,本发明限定的搅拌器设定有两种旋转方向,即正转和反转,在固相反应物干燥时搅拌器正转搅拌,物料向上翻转扰动以确保干燥效果,干燥后的固相反应物出料时搅拌器反转搅拌,可使固相反应物随着搅拌器的转动向下推移,确保全部出料,干燥装置内无残留。

[0026] 本发明中,高温气体可选为氮气,但不限于氮气,满足工艺要求的其他干燥气体亦可用于本发明中。

[0027] 所述分级装置内设置有筛网,所述筛网上层的壳壁处外接第一储罐,所述筛网下层的壳壁处外接第二储罐,所述筛网对成品进行筛分,根据成品粒径不同落入第一储罐或第二储罐内。

[0028] 作为本发明一种优选的技术方案,所述底部敞口端的内腔中设置有导流筒,所述直筒壳体内设置有贯穿所述导流筒的搅拌装置,所述搅拌装置包括若干搅拌桨,至少一个所述搅拌桨位于所述导流筒内部;所述缩径筒体外壁开设有进气口,进气管穿过所述进气口伸入所述导流筒内部。

[0029] 本发明提供的独特结晶装置构型和流程操作,适宜的气体反应物和液体反应物进料口位置、变换的气液连续-分散相接触混合、导流筒内外独特的晶浆循环方式、结晶装置内多次粒度沉降分级作用,增大了气液混合接触面积,提高了气液两相反应传质效率和混

合均匀,保证了最终结晶产品粒度大,改善了气液连续反应结晶过程的产品粒度小、结晶装置内壁结垢严重、管路堵塞、运行周期短等的问题。

[0030] 作为本发明一种优选的技术方案,所述直筒壳体包括由上至下依次对接的上直筒段、中直筒段和下直筒段,所述上直筒段的直径大于所述下直筒段的直径,所述中直筒段为倒锥形结构,所述中直筒段的大端面对接所述上直筒段的下沿,所述中直筒段的小端面对接所述下直筒段的上沿。

[0031] 所述上直筒段的直径为所述下直筒段直径的1.2~1.5倍,例如可以是1.2倍、1.25倍、1.3倍、1.35倍、1.4倍、1.45倍或1.5倍,但并不仅限于所列举的数值,该数值范围内其他未列举的数值同样适用。

[0032] 本发明限定了上直筒段的直径为下直筒段直径的1.2~1.5倍,上直筒段直径增大,有利于气液接触混合,减轻由于气体扰动引起发泡现象,降低气体物料夹带引起的结晶装置内壁物料结垢问题。

[0033] 所述上直筒段的高度为所述上直筒段直径的2~5倍,例如可以是2倍、2.5倍、3倍、3.5倍、4倍、4.5倍或5倍,但并不仅限于所列举的数值,该数值范围内其他未列举的数值同样适用。

[0034] 所述下直筒段的高度为所述下直筒段直径的0.5~1.5倍,例如可以是0.5倍、0.6倍、0.7倍、0.8倍、0.9倍、1.0倍、1.1倍、1.2倍、1.3倍、1.4倍或1.5倍,但并不仅限于所列举的数值,该数值范围内其他未列举的数值同样适用。

[0035] 作为本发明一种优选的技术方案,所述导流筒位于所述下直筒段内部,并与所述下直筒段同轴设置;所述下直筒段和所述导流筒形成气液反应结晶生长区,在气液反应结晶生长区内,气体反应物和液体反应物充分混合形成晶浆悬浮液,在所述搅拌桨的作用下,晶浆悬浮液在所述导流筒和所述下直筒段之间的环形空腔内循环流动。

[0036] 本发明公开的气液两相连续反应结晶系统装置,上直筒段内设有气液接触反应混合区,气体反应物经进气管通入导流筒内腔中形成连续液相,连续液相与分散后的液相反反应物在气液反应结晶生长区内充分混合接触,增大了气液反应接触面积和转化率,降低了气液两相混合不均引起的爆发成核。

[0037] 本发明中,上直筒段、导流筒以及搅拌桨的结构设计,促成了晶浆悬浮液的内循环,晶浆悬浮液在导流筒内向下运动,在导流筒外向上运动,增大了小粒径颗粒循环的时间,从而保证了小颗粒晶体具有足够时间生长。

[0038] 所述导流筒的高度为所述导流筒直径的0.2~2倍,例如可以是0.2倍、0.3倍、0.4倍、0.5倍、0.6倍、0.7倍、0.8倍、0.9倍、1.0倍、1.1倍、1.2倍、1.3倍、1.4倍、1.5倍、1.6倍、1.7倍、1.8倍、1.9倍或2.0倍,但并不仅限于所列举的数值,该数值范围内其他未列举的数值同样适用。

[0039] 所述导流筒的直径为所述下直筒段直径的0.5~0.9倍,例如可以是0.5倍、0.55倍、0.6倍、0.65倍、0.7倍、0.75倍、0.8倍、0.85倍或0.9倍,但并不仅限于所列举的数值,该数值范围内其他未列举的数值同样适用。

[0040] 所述导流筒的高度大于所述下直筒段的高度,所述导流筒的上沿高于所述下直筒段的上沿,所述导流筒的下沿低于所述下直筒段的下沿。

[0041] 所述导流筒外壁与所述下直筒段内壁之间设置有固定件,所述固定件用于将所述

导流筒固定于所述下直筒段的内腔。

[0042] 作为本发明一种优选的技术方案,所述上直筒段的内腔中设置有第一搅拌桨,所述导流筒内腔的上部和下部分别设置有第二搅拌桨和第三搅拌桨,所述第一搅拌桨、第二搅拌桨和第三搅拌桨由上至下依次间隔固定于同一根搅拌轴上,所述搅拌轴由所述直筒壳体的顶部伸出后连接电机,所述电机用于带动所述搅拌轴旋转。

[0043] 本发明在结晶装置内设置多个搅拌桨确保了气液固多相间接触混合均匀,同时降低了晶体碰撞引起的二次成核速率,有效降低初级和二次爆发成核,结合上直筒段变径段设计,可显著减轻雾沫夹带引起的结晶装置内部壁面结垢现象,从而延长气液两相连续反应结晶系统装置运行周期,该结晶装置还可通过引入分离和母液循环系统实现气液连续反应结晶操作。

[0044] 在本发明中,搅拌装置的搅拌轴从结晶装置的顶部深入到结晶装置的导流筒内部,搅拌装置配有3~4个搅拌桨,优选为螺旋搅拌桨。其中,一个搅拌桨(第一搅拌桨)位于导流筒的上方,另外两个搅拌桨(第二搅拌桨和第三搅拌桨)设置在导流筒内部,第二搅拌桨位于导流筒上部,第三搅拌桨位于导流筒下部,通过三组搅拌桨的机械搅拌保证气-液和液-固两相间充分混合;搅拌装置的转速优选设定为20~300rpm,在搅拌作用下,进料气体反应物与溶液充分接触、高效混合,传质、传热均匀,料液过饱和度均匀,避免因局部过饱和度过高而造成爆发成核。

[0045] 通过所述直筒壳体顶部的进液口向直筒壳体内注入液体反应物,直至没过所述第一搅拌桨,所述第一搅拌桨、第二搅拌桨和第三搅拌桨均位于液面以下,所述第一搅拌桨与液面之间的垂直距离为0.5~1.5m,例如可以是0.5倍、0.6倍、0.7倍、0.8倍、0.9倍、1.0倍、1.1倍、1.2倍、1.3倍、1.4倍或1.5倍,但并不仅限于所列举的数值,该数值范围内其他未列举的数值同样适用。

[0046] 所述进气管的轴线与所述导流筒外壁相切,所述进气管的出口端位于所述第二搅拌桨和所述第三搅拌桨之间,并靠近所述第三搅拌桨。

[0047] 作为本发明一种优选的技术方案,所述缩径筒体包括由上至下依次对接的底部直筒段和底部缩径段,所述下直筒段位于所述底部直筒段内部,并与所述底部直筒段同轴设置。

[0048] 底部直筒段和下直筒段之间形成的环形空腔为晶浆澄清区,由于没有搅拌作用,物料扰动较小,颗粒沉降、粒度分级明显,含小颗粒的清液从晶浆澄清区上部的循环出口引出,进入外部换热装置,该股物料具有晶浆密度低、固体粒子粒径小的特点,不会堵塞外部换热装置的管路,解决了现有技术的大颗粒高晶浆密度悬浮液进入换热装置引发的管路堵塞问题。底部缩径段内腔为粒度分级区,可实现颗粒多次沉降、粒度分级,增大了最终产品的粒径,制备出大颗粒且粒径均匀、外观形貌好的晶体。

[0049] 所述底部缩径段的直径由上至下逐渐减小,所述底部缩径段的底部具有至少两个沉降腔,所述沉降腔的壳壁由内向外突出,相邻两个所述沉降腔之间的壳壁由外向内突出,所述沉降腔的底部开设有出料口。

[0050] 本发明提供的结晶装置设有粒度分级区用于颗粒沉降,保证了最终产品粒度大:在下直筒段下沿附近,不同粒径颗粒的沉降速度不同,并在清液循环流股的引出作用下,含较小颗粒的晶浆向上进入下直筒段外部的晶浆澄清区,而大颗粒的晶浆向下进入下部的粒

度分级区;由于结晶装置下部粒度分级区的底部缩径段的直径逐渐变小,流速逐渐增加,在颗粒沉降作用下粒度继续分级,小颗粒的晶体被第三搅拌桨吸入导流筒内继续循环和结晶生长,只有大颗粒的晶浆悬浮可以从底部缩径段的底部出料口排出,从而增大最终产品的晶体粒度。

[0051] 作为本发明一种优选的技术方案,所述底部缩径段包括两个沉降腔,两个所述沉降腔之间的壳壁由外向内突出,从而形成具有W形底部结构的底部缩径段。

[0052] 本发明提供的气液两相连续反应结晶系统装置内部根据反应进程可以分为四个区域,具体如下:

[0053] (1) 上直筒段内腔是气液两相反应区,内配有1~2层搅拌桨,增大气液两相接触面积,确保其充分混合;

[0054] (2) 下直筒段和导流筒内腔是气液反应结晶生长区,在高效螺旋搅拌桨和导流筒作用下,实现气液充分混合,晶浆悬浮液在导流筒内向下运动,导流筒外向上运动,实现晶浆均匀混合;

[0055] (3) 下直筒段与底部直筒段之间的环形空腔为晶浆澄清区由于颗粒沉降,下直筒段与底部直筒段之间会形成晶浆澄清区;

[0056] (4) 导流筒底部下沿到底部缩径段之间的区域为颗粒沉降粒度分级区。

[0057] 本发明提供的结晶装置结合了塔式气液反应器与DTB结晶装置优势与创新设计,实现结晶装置内气-液-固三相间的有效接触混合,粒度分级,避免爆发成核,从而实现制备大颗粒晶体产品。

[0058] 每一所述沉降腔的底部均设置一所述出料口,所述底部缩径段的底部设置有两个所述出料口,两个所述出料口之间的距离为所述下直筒段直径的0.4~0.6倍,例如可以是0.4倍、0.42倍、0.44倍、0.46倍、0.48倍、0.5倍、0.52倍、0.54倍、0.56倍、0.58倍或0.6倍,但并不仅限于所列举的数值,该数值范围内其他未列举的数值同样适用。

[0059] 作为本发明一种优选的技术方案,所述底部直筒段的直径为所述下直筒段直径的1.1~1.5倍,例如可以是1.1倍、1.15倍、1.2倍、1.25倍、1.3倍、1.35倍、1.4倍、1.45倍或1.5倍,但并不仅限于所列举的数值,该数值范围内其他未列举的数值同样适用。

[0060] 所述底部直筒段的高度为所述下直筒段高度的0.9~1.1倍,例如可以是0.9倍、0.92倍、0.94倍、0.96倍、0.98倍、1倍、1.02倍、1.04倍、1.06倍、1.08倍或1.1倍,但并不仅限于所列举的数值,该数值范围内其他未列举的数值同样适用。

[0061] 所述底部直筒段的外壁上部设置有至少一个所述循环出口。

[0062] 所述底部缩径段的高度为所述下直筒段直径的0.5~0.9倍,例如可以是0.5倍、0.55倍、0.6倍、0.65倍、0.7倍、0.75倍、0.8倍、0.85倍或0.9倍,但并不仅限于所列举的数值,该数值范围内其他未列举的数值同样适用。

[0063] 本发明的DL-蛋氨酸的气液两相连续反应结晶系统装置的连续结晶方法具体操作步骤如下:

[0064] (1) 压力0.3-0.6MPa条件下,含有质量浓度为10-15%的蛋氨酸钾水溶液从进液口处的气体分布器进入直筒壳体内,CO₂气体反应物由进气管进入导流筒内,CO₂气体反应物与蛋氨酸钾水溶液在下直筒段区域逆流接触混合并反应0.5-3h;

[0065] (2) 在上直筒段上层的CO₂气体与新鲜进料的蛋氨酸钾水溶液再次接触反应,通过

液体分散相与气体连续相接触增大接触气液接触面积,促进反应转化效率,并在第二搅拌桨的作用下达到充分混合,搅拌转速20~200rpm;

[0066] (3) CO₂气体反应物与蛋氨酸钾水溶液反应生成的晶浆悬浮液中的反应物晶体在气液反应结晶生长区内成核生长,晶浆悬浮液进入直径逐渐缩小的底部缩径段,晶浆悬浮液中的大颗粒沉降并粒度分级,含大颗粒的晶浆悬浮液由底部缩径段的底部出料口排出进入固液分离装置,经分离后的大颗粒依次进行干燥装置和分级装置,经干燥分级后得到不同粒径大小的晶体成品;

[0067] (4) 分离得到的分离清液进入排料管路,与循环管路内的小颗粒清液混合通入进液管路,通过进料支路向进液管路内注入新鲜的原料液,分离清液、小颗粒清液和新鲜原料液混合后进入换热装置,经换热后由进液口注入反应结晶装置内,换热器温度0~40℃。

[0068] DL-蛋氨酸气液连续反应结晶的过程收率75%,产品颗粒平均粒度在200-400μm,形貌较为规整(如图2所示)。

[0069] 所述系统是指设备系统、装置系统或生产装置。

[0070] 本发明所述的数值范围不仅包括上述例举的点值,还包括没有例举出的上述数值范围之间的任意的点值,限于篇幅及出于简明的考虑,本发明不再穷尽列举所述范围包括的具体点值。

[0071] 与现有技术相比,本发明的有益效果为:

[0072] (1) 针对现有气液连续反应结晶普遍存在的晶体颗粒小、设备易结垢难以长时稳定运行的问题,本发明提供了一种气液两相连续反应结晶系统装置,通过结晶装置的特定构型与工艺流程操作,控制气-液两相的接触形式,促进其反应转化效率,实现结晶装置内过饱和度场分布均匀,有效调控晶体成核与生长;通过流场设计改善晶浆循环方式,实现晶体粒度分级,从而改善气液连续反应结晶过程的产品粒度小、晶体破碎严重、易发泡、设备结垢、运行周期短等问题,提高气液连续结晶过程稳定运行周期,结合固液分离和母液循环,可实现气液连续反应结晶操作,获得大颗粒晶体产品。

[0073] (2) 采用本发明提供的气液两相连续反应结晶系统装置进行气液连续反应结晶,无需增加多余的沉降储罐和动力设置,同时以气体作为反应物,避免了连续结晶生产中产生的大量废固和废液,节能环保,生态友好,是一种典型的绿色清洁生产工艺。

[0074] (3) 将该气液两相连续反应结晶系统装置用于DL-蛋氨酸的制备过程中,DL-蛋氨酸晶体的收率不低于70%,产品颗粒平均粒度在200-400μm,形貌较为规整。

附图说明

[0075] 图1为本发明一个具体实施方式提供的气液两相连续反应结晶系统装置的结构示意图;

[0076] 图2为本发明应用例制备得到的DL-蛋氨酸的电镜照片。

[0077] 其中,1-电机;2-液体分布装置;3-上直筒段;4-第一搅拌桨;5-搅拌轴;6-第二搅拌桨;7-第三搅拌桨;8-导流筒,9-下直筒段;10-底部直筒段;11-循环出口;12-进气口;13-底部缩径段;14-出料口;15-排料管路;16-循环管路;17-进液管路;18-进液支管;19-固液分离装置;20-循环泵;21-排料泵;22-干燥装置;23-分级装置;24-第一储罐;25-第二储罐;26-换热装置。

具体实施方式

[0078] 需要理解的是,在本发明的描述中,术语“中心”、“纵向”、“横向”、“上”、“下”、“前”、“后”、“左”、“右”、“竖直”、“水平”、“顶”、“底”、“内”、“外”等指示的方位或位置关系为基于附图所示的方位或位置关系,仅是为了便于描述本发明和简化描述,而不是指示或暗示所指的装置或元件必须具有特定的方位、以特定的方位构造和操作,因此不能理解为对本发明的限制。此外,术语“第一”、“第二”等仅用于描述目的,而不能理解为指示或暗示相对重要性或者隐含指明所指示的技术特征的数量。由此,限定有“第一”、“第二”等的特征可以明示或者隐含地包括一个或者更多个该特征。在本发明的描述中,除非另有说明,“多个”的含义是两个或两个以上。

[0079] 需要说明的是,在本发明的描述中,除非另有明确的规定和限定,术语“设置”、“相连”、“连接”应做广义理解,例如,可以是固定连接,也可以是可拆卸连接,或一体连接;可以是机械连接,也可以是电连接;可以是直接相连,也可以通过中间媒介间接相连,可以是两个元件内部的连通。对于本领域的普通技术人员而言,可以通过具体情况理解上述术语在本发明中的具体含义。

[0080] 本领域技术人员理应了解的是,本发明中必然包括用于实现工艺完整的必要管线、常规阀门和通用泵设备,但以上内容不属于本发明的主要创新点,本领域技术人员可以基于工艺流程和设备结构选型可以自行增设布局,本发明对此不做特殊要求和具体限定。

[0081] 下面结合附图并通过具体实施方式来进一步说明本发明的技术方案。

[0082] 在一个具体实施方式中,本发明提供了一种气液两相连续反应结晶系统装置,如图1所示,所述气液两相连续反应结晶系统装置包括反应结晶装置、固液分离装置19和换热装置26;

[0083] 所述反应结晶单元包括由上至下依次对接的直筒壳体和缩径筒体,所述直筒壳体具有底部敞口端,所述直筒壳体的底部敞口端的至少部分伸入所述缩径筒体内并与所述缩径筒体连通,所述直筒壳体与所述缩径筒体之间形成环形空腔,气液反应后得到的晶浆悬浮液在所述缩径筒体内沉降,晶浆悬浮液中的大颗粒沉积至所述缩径筒体底部,晶浆悬浮液中的小颗粒形成清液进入所述环形空腔;

[0084] 所述缩径筒体的底部设置有出料口14,所述环形空腔对应的壳壁处设置有循环出口11,所述直筒壳体顶部设置有进液口,所述出料口14、循环出口11和进液口分别引出排料管路15、循环管路16和进液管路17,所述排料管路15与所述循环管路16合并为一落后接入所述进液管路17,所述缩径筒体底部沉积的大颗粒以及所述环形空腔内的小颗粒清液分别由出料口14和循环出口11排出进入所述排料管路15和循环管路16;

[0085] 所述排料管路15上设置有固液分离装置19,所述进液管路17上设置有换热装置26,大颗粒经所述排料管路15进入固液分离装置19,得到的分离清液与循环管路16排出的小颗粒清液混合后由所述进液管路17进入所述换热装置26,换热后由所述进液口进入所述反应结晶单元内。

[0086] 针对现有气液连续反应结晶普遍存在的晶体颗粒小、设备易结垢难以长时稳定运行的问题,本发明提供了一种气液两相连续反应结晶系统装置,通过结晶装置的特定构型与工艺流程操作,控制气-液两相的接触形式,促进其反应转化效率,实现结晶装置内过饱和度场分布均匀,有效调控晶体成核与生长;通过流场设计改善晶浆循环方式,实现晶体粒

度分级,从而改善气液连续反应结晶过程的产品粒度小、晶体破碎严重、易发泡、设备结垢、运行周期短等问题,提高气液连续结晶过程稳定运行周期,结合固液分离和母液循环,可实现气液连续反应结晶操作,获得大颗粒晶体产品。

[0087] 采用本发明提供的气液两相连续反应结晶系统装置进行气液连续反应结晶,无需增加多余的沉降储罐和动力设置,同时以气体作为反应物,避免了连续结晶生产中产生的大量废固和废液,节能环保,生态友好,是一种典型的绿色清洁生产工艺。

[0088] 进一步地,所述循环管路16上还设置有循环泵20。

[0089] 所述排料管路上设置有排料泵21。

[0090] 所述进液管路17上接入进液支管18,通过所述进液支管18向所述进液管路17内通入新鲜的原料液,由所述循环管路16和所述排料管路15输出的清液与新鲜的原料液混合后进入所述换热装置26。

[0091] 所述直筒壳体的内腔上部设置有液体分布装置2,清液与新鲜的原料液经换热后由进液口通入直筒壳体,经所述液体分布装置2分散为液滴并与气体连续相接触混合。

[0092] 本发明在直筒壳体上部设置液体分布装置2,液体进料经过液体分布装置2均匀分散在气相中,进行充分接触混合后进入气液两相反应区,在搅拌桨的机械搅拌和晶浆的重力作用下,混合均匀的晶浆悬浮液导入底部气液反应结晶生长区继续进行结晶生长。

[0093] 进一步地,所述固液分离装置19的固相出口依次连接干燥装置22和分级装置23。

[0094] 所述干燥装置22的壳体外周设置有夹套,所述换热装置26的换热介质出口接入所述夹套,原料液在所述换热装置26内与换热介质换热,原料液换热降温后进入所述反应结晶装置,换热介质换热升温后进入所述夹套内。

[0095] 所述干燥装置22内设置有搅拌器,所述干燥装置22的壳体外壁开设进气口12,通过所述进气口12向所述干燥装置22内通入高温气体。

[0096] 在本发明中,使用高温气体与固相反应物在搅拌的作用下进行传热传质,有利于提升干燥效率和干燥效果,对固相反应物的干燥强度可通过变化热媒温度、流量和搅拌转速进行调整,。本发明在通过气体热源传热的时候,同时,利用了换热装置26产生的换热介质作为液体热源,更好地利用了换热介质的热量,通过气体热源和液体热源相互配合,提高了换热效率,缩短了干燥时间。此外,本发明限定的搅拌器设定有两种旋转方向,即正转和反转,在固相反应物干燥时搅拌器正转搅拌,物料向上翻转扰动以确保干燥效果,干燥后的固相反应物出料时搅拌器反转搅拌,可使固相反应物随着搅拌器的转动向下推移,确保全部出料,干燥装置22内无残留。

[0097] 本发明中,高温气体可选为氮气,但不限于氮气,满足工艺要求的其他干燥气体亦可用于本发明中。

[0098] 所述分级装置23内设置有筛网,所述筛网上层的壳壁处外接第一储罐24,所述筛网下层的壳壁处外接第二储罐25,所述筛网对成品进行筛分,根据成品粒径不同落入第一储罐24或第二储罐25内。

[0099] 进一步地,所述底部敞口端的内腔中设置有导流筒8,所述直筒壳体内设置有贯穿所述导流筒8的搅拌装置,所述搅拌装置包括若干搅拌桨,至少一个所述搅拌桨位于所述导流筒8内部;所述缩径筒体外壁开设有进气口12,进气管穿过所述进气口12伸入所述导流筒8内部。

[0100] 本发明提供的独特结晶装置构型和流程操作,适宜的气体反应物和液体反应物进料口位置、变换的气液连续-分散相接触混合、导流筒8内外独特的晶浆循环方式、结晶装置内多次粒度沉降分级作用,增大了气液混合接触面积,提高了气液两相反应传质效率和混合均匀,保证了最终结晶产品粒度大,改善了气液连续反应结晶过程的产品粒度小、结晶装置内壁结垢严重、管路堵塞、运行周期短等问题。

[0101] 进一步地,所述直筒壳体包括由上至下依次对接的上直筒段3、中直筒段和下直筒段9,所述上直筒段3的直径大于所述下直筒段9的直径,所述中直筒段为倒锥形结构,所述中直筒段的大端面对接所述上直筒段3的下沿,所述中直筒段的小端面对接所述下直筒段9的上沿。

[0102] 所述上直筒段3的直径为所述下直筒段9直径的1.2~1.5倍。

[0103] 本发明限定了上直筒段3的直径为下直筒段9直径的1.2~1.5倍,上直筒段3直径增大,有利于气液接触混合,减轻由于气体扰动引起发泡现象,降低气体物料夹带引起的结晶装置内壁物料结垢问题。

[0104] 所述上直筒段3的高度为所述上直筒段3直径的2~5倍。

[0105] 所述下直筒段9的高度为所述下直筒段9直径的0.5~1.5倍。

[0106] 进一步地,所述导流筒8位于所述下直筒段9内部,并与所述下直筒段9同轴设置;所述下直筒段9和所述导流筒8形成气液反应结晶生长区,在气液反应结晶生长区内,气体反应物和液体反应物充分混合形成晶浆悬浮液,在所述搅拌桨的作用下,晶浆悬浮液在所述导流筒8和所述下直筒段9之间的环形空腔内循环流动。

[0107] 本发明公开的气液两相连续反应结晶系统装置,上直筒段3内设有气液接触反应混合区,气体反应物经进气管通入导流筒8内腔中形成连续液相,连续液相与分散后的液相反应物在气液反应结晶生长区内充分混合接触,增大了气液反应接触面积和转化率,降低了气液两相混合不均引起的爆发成核。

[0108] 本发明中,上直筒段3、导流筒8以及搅拌桨的结构设计,促成了晶浆悬浮液的内循环,晶浆悬浮液在导流筒8内向下运动,在导流筒8外向上运动,增大了小粒径颗粒循环的时间,从而保证了小颗粒晶体具有足够时间生长。

[0109] 所述导流筒8的高度为所述导流筒8直径的0.2~2倍。

[0110] 所述导流筒8的直径为所述下直筒段9直径的0.5~0.9倍。

[0111] 所述导流筒8的高度大于所述下直筒段9的高度,所述导流筒8的上沿高于所述下直筒段9的上沿,所述导流筒8的下沿低于所述下直筒段9的下沿。

[0112] 所述导流筒8外壁与所述下直筒段9内壁之间设置有固定件,所述固定件用于将所述导流筒8固定于所述下直筒段9的内腔。

[0113] 进一步地,所述上直筒段3的内腔中设置有第一搅拌桨4,所述导流筒8内腔的上部和下部分别设置有第二搅拌桨6和第三搅拌桨7,所述第一搅拌桨4、第二搅拌桨6和第三搅拌桨7由上至下依次间隔固定于同一根搅拌轴5上,所述搅拌轴5由所述直筒壳体的顶部伸出后连接电机1,所述电机1用于带动所述搅拌轴5旋转。

[0114] 本发明在结晶装置内设置多个搅拌桨确保了气液固多相间接触混合均匀,同时降低了晶体碰撞引起的二次成核速率,有效降低初级和二次爆发成核,结合上直筒段3变径段设计,可显著减轻雾沫夹带引起的结晶装置内部壁面结垢现象,从而延长气液两相连续反

应结晶系统装置运行周期,该结晶装置还可通过引入分离和母液循环系统实现气液连续反应结晶操作。

[0115] 在本发明中,搅拌装置的搅拌轴5从结晶装置的顶部深入到结晶装置的导流筒8内部,搅拌装置配有3~4个搅拌桨,优选为螺旋搅拌桨。其中,一个搅拌桨(第一搅拌桨4)位于导流筒8的上方,另外两个搅拌桨(第二搅拌桨6和第三搅拌桨7)设置在导流筒8内部,第二搅拌桨6位于导流筒8上部,第三搅拌桨7位于导流筒8下部,通过三组搅拌桨的机械搅拌保证气-液和液-固两相间充分混合;搅拌装置的转速优选设定为20~300rpm,在搅拌作用下,进料气体反应物与溶液充分接触、高效混合,传质、传热均匀,料液过饱和度均匀,避免因局部过饱和度太高而造成爆发成核。

[0116] 通过所述直筒壳体顶部的进液口向直筒壳体内注入液体反应物,直至没过所述第一搅拌桨4,所述第一搅拌桨4、第二搅拌桨6和第三搅拌桨7均位于液面以下,所述第一搅拌桨4与液面之间的垂直距离为0.5~1.5m。

[0117] 所述进气管的轴线与所述导流筒8外壁相切,所述进气管的出口端位于所述第二搅拌桨6和所述第三搅拌桨7之间,并靠近所述第三搅拌桨7。

[0118] 进一步地,所述缩径筒体包括由上至下依次对接的底部直筒段10和底部缩径段13,所述下直筒段9位于所述底部直筒段10内部,并与所述底部直筒段10同轴设置。

[0119] 底部直筒段10和下直筒段9之间形成的环形空腔为晶浆澄清区,由于没有搅拌作用,物料扰动较小,颗粒沉降、粒度分级明显,含小颗粒的清液从晶浆澄清区上部的循环出口11引出,进入外部换热装置26,该股物料具有晶浆密度低、固体粒子粒径小的特点,不会堵塞外部换热装置26的管路,解决了现有技术的大颗粒高晶浆密度悬浮液进入换热装置26引发的管路堵塞问题。底部缩径段13内腔为粒度分级区,可实现颗粒多次沉降、粒度分级,增大了最终产品的粒径,制备出大颗粒且粒径均匀、外观形貌好的晶体。

[0120] 所述底部缩径段13的直径由上至下逐渐减小,所述底部缩径段13的底部具有至少两个沉降腔,所述沉降腔的壳壁由内向外突出,相邻两个所述沉降腔之间的壳壁由外向内突出,所述沉降腔的底部开设有出料口14。

[0121] 本发明提供的结晶装置设有粒度分级区用于颗粒沉降,保证了最终产品粒度大:在下直筒段9下沿附近,不同粒径颗粒的沉降速度不同,并在清液循环流股的引出作用下,含较小颗粒的晶浆向上进入下直筒段9外部的晶浆澄清区,而大颗粒的晶浆向下进入下部的粒度分级区;由于结晶装置下部粒度分级区的底部缩径段13的直径逐渐变小,流速逐渐增加,在颗粒沉降作用下粒度继续分级,小颗粒的晶体被第三搅拌桨7吸入导流筒8内继续循环和结晶生长,只有大颗粒的晶浆悬浮可以从底部缩径段13的底部出料口14排出,从而增大最终产品的晶体粒度。

[0122] 进一步地,所述底部缩径段13包括两个沉降腔,两个所述沉降腔之间的壳壁由外向内突出,从而形成具有W形底部结构的底部缩径段13。

[0123] 本发明提供的气液两相连续反应结晶系统装置内部根据反应进程可以分为四个区域,具体如下:

[0124] (1) 上直筒段3内腔是气液两相反应区,内配有1~2层搅拌桨,增大气液两相接触面积,确保其充分混合;

[0125] (2) 下直筒段9和导流筒8内腔是气液反应结晶生长区,在高效螺旋搅拌桨和导流

筒8作用下,实现气液充分混合,晶浆悬浮液在导流筒8内向下运动,导流筒8外向上运动,实现晶浆均匀混合;

[0126] (3) 下直筒段9与底部直筒段10之间的环形空腔为晶浆澄清区由于颗粒沉降,下直筒段9与底部直筒段10之间会形成晶浆澄清区;

[0127] (4) 导流筒8底部下沿到底部缩径段13之间的区域为颗粒沉降粒度分级区。

[0128] 本发明提供的结晶装置结合了塔式气液反应器与DTB结晶装置优势与创新设计,实现结晶装置内气-液-固三相间的有效接触混合,粒度分级,避免爆发成核,从而实现制备大颗粒晶体产品。

[0129] 每一所述沉降腔的底部均设置一所述出料口14,所述底部缩径段13的底部设置有两个所述出料口14,两个所述出料口14之间的距离为所述下直筒段9直径的0.4~0.6倍。

[0130] 进一步地,所述底部直筒段10的直径为所述下直筒段9直径的1.1~1.5倍。

[0131] 所述底部直筒段10的高度为所述下直筒段9高度的0.9~1.1倍。

[0132] 所述底部直筒段10的外壁上部设置有至少一个所述循环出口11。

[0133] 所述底部缩径段13的高度为所述下直筒段9直径的0.5~0.9倍。

[0134] 在另一个具体实施方式中,本发明的气液两相连续反应结晶系统装置的连续结晶方法具体操作步骤如下:

[0135] (1) 气液两相连续反应结晶系统装置在常压或加压条件下,将气体反应物由进气管送入导流筒8中,液体反应物由顶部的进液口通入并经过液体分布装置2均匀分散形成液体分散相,在第一搅拌桨4的机械搅拌作用下,气体均匀分散在液体分散相中充分接触并发生反应,产生过饱和度形成晶核;

[0136] (2) 混合均匀的晶浆悬浮液在重力作用下进入下直筒段9内,在第二搅拌桨6、第三搅拌桨7和导流筒8之间形成气液反应结晶生长区,晶浆悬浮液中的晶体在气液反应结晶生长区内继续成核生长,晶浆悬浮液在导流筒8内由下向上循环,导流筒8外由上向下循环,形成良好的混合效果;

[0137] (3) 晶浆悬浮液在重力作用下继续向下进入缩径筒体,由于缩径筒体内没有搅拌作用,晶浆悬浮液的扰动较小,颗粒沉降、粒度分级明显,含小颗粒的清液从晶浆澄清区上部的循环出口11引出进入循环管路16;

[0138] (4) 含大颗粒的晶浆悬浮液由底部缩径段13的底部出料口14排出进入固液分离装置19,经分离后的大颗粒依次进行干燥装置22和分级装置23,经干燥分级后得到不同粒径大小的晶体成品;分离得到的分离清液进入排料管路15,与循环管路16内的小颗粒清液混合通入进液管路17,通过进料支路向进液管路17内注入新鲜的原料液,分离清液、小颗粒清液和新鲜原料液混合后进入换热装置26,经换热后由进液口注入反应结晶装置内。

[0139] 应用例

[0140] 本应用例提供了一种用于生产DL-蛋氨酸的气液连续反应结晶工艺,具体的工艺过程包括如下步骤:

[0141] 压力0.3~0.6MPa条件下,含有质量浓度为10~15%的蛋氨酸钾水溶液从进液口处的气体分布器进入直筒壳体内,CO₂气体反应物由进气管进入导流筒8内,CO₂气体反应物与蛋氨酸钾水溶液在下直筒段9区域逆流接触混合并发生反应,由于导流筒8和机械搅拌的作用,两股物料混合均匀,充分反应0.5-3h,产生过饱和度均一,晶体有良好的环境和足够

时间长大；

[0142] 在上直筒段3上层的CO₂气体与新鲜进料的蛋氨酸钾水溶液再次接触反应,通过液体分散相与气体连续相接触增大接触气液接触面积,促进反应转化效率,并在第二搅拌桨6的作用下达到充分混合,搅拌转速20~200rpm;

[0143] CO₂气体反应物与蛋氨酸钾水溶液反应生成的晶浆悬浮液中的反应物晶体在气液反应结晶生长区内成核生长,晶浆悬浮液进入直径逐渐缩小的底部缩径段13,晶浆悬浮液中的大颗粒沉降并粒度分级,含大颗粒的晶浆悬浮液由底部缩径段13的底部出料口14排出进入固液分离装置19,经分离后的大颗粒依次进行干燥装置22和分级装置23,经干燥分级后得到不同粒径大小的晶体成品;分离得到的分离清液进入排料管路15,与循环管路16内的小颗粒清液混合通入进液管路17,通过进料支路向进液管路17内注入新鲜的原料液,分离清液、小颗粒清液和新鲜原料液混合后进入换热装置26,经换热后由进液口注入反应结晶装置内,换热器温度0~40℃。

[0144] 具体应用例如下:

[0145] 应用例

[0146] 本应用例提供了一种用于生产DL-蛋氨酸的气液连续反应结晶工艺,具体的工艺过程包括如下步骤:

[0147] 压力0.3~0.6MPa条件下,含有质量浓度为15%的蛋氨酸钾水溶液从进液口处的气体分布器进入直筒壳体内,CO₂气体反应物由进气管进入导流筒8内,CO₂气体反应物与蛋氨酸钾水溶液在下直筒段9区域逆流接触混合并发生反应,由于导流筒8和机械搅拌的作用,两股物料混合均匀,充分反应3h,产生过饱和度均一,晶体有良好的环境和足够时间长大;

[0148] 在上直筒段3上层的CO₂气体与新鲜进料的蛋氨酸钾水溶液再次接触反应,通过液体分散相与气体连续相接触增大接触气液接触面积,促进反应转化效率,并在第二搅拌桨6的作用下达到充分混合,搅拌转速100rpm;

[0149] CO₂气体反应物与蛋氨酸钾水溶液反应生成的晶浆悬浮液中的反应物晶体在气液反应结晶生长区内成核生长,晶浆悬浮液进入直径逐渐缩小的底部缩径段13,晶浆悬浮液中的大颗粒沉降并粒度分级,含大颗粒的晶浆悬浮液由底部缩径段13的底部出料口14排出进入固液分离装置19,经分离后的大颗粒依次进行干燥装置22和分级装置23,经干燥分级后得到不同粒径大小的晶体成品;分离得到的分离清液进入排料管路15,与循环管路16内的小颗粒清液混合通入进液管路17,通过进料支路向进液管路17内注入新鲜的原料液,分离清液、小颗粒清液和新鲜原料液混合后进入换热装置26,经换热后由进液口注入反应结晶装置内,换热器温度20℃。

[0150] DL-蛋氨酸气液连续反应结晶的过程收率75%,产品颗粒平均粒度在200-400μm,形貌较为规整(如图2所示)。

[0151] 申请人声明,以上所述仅为本发明的具体实施方式,但本发明的保护范围并不局限于此,所属技术领域的技术人员应该明了,任何属于本技术领域的技术人员在本发明揭露的技术范围内,可轻易想到的变化或替换,均落在本发明的保护范围和公开范围之内。

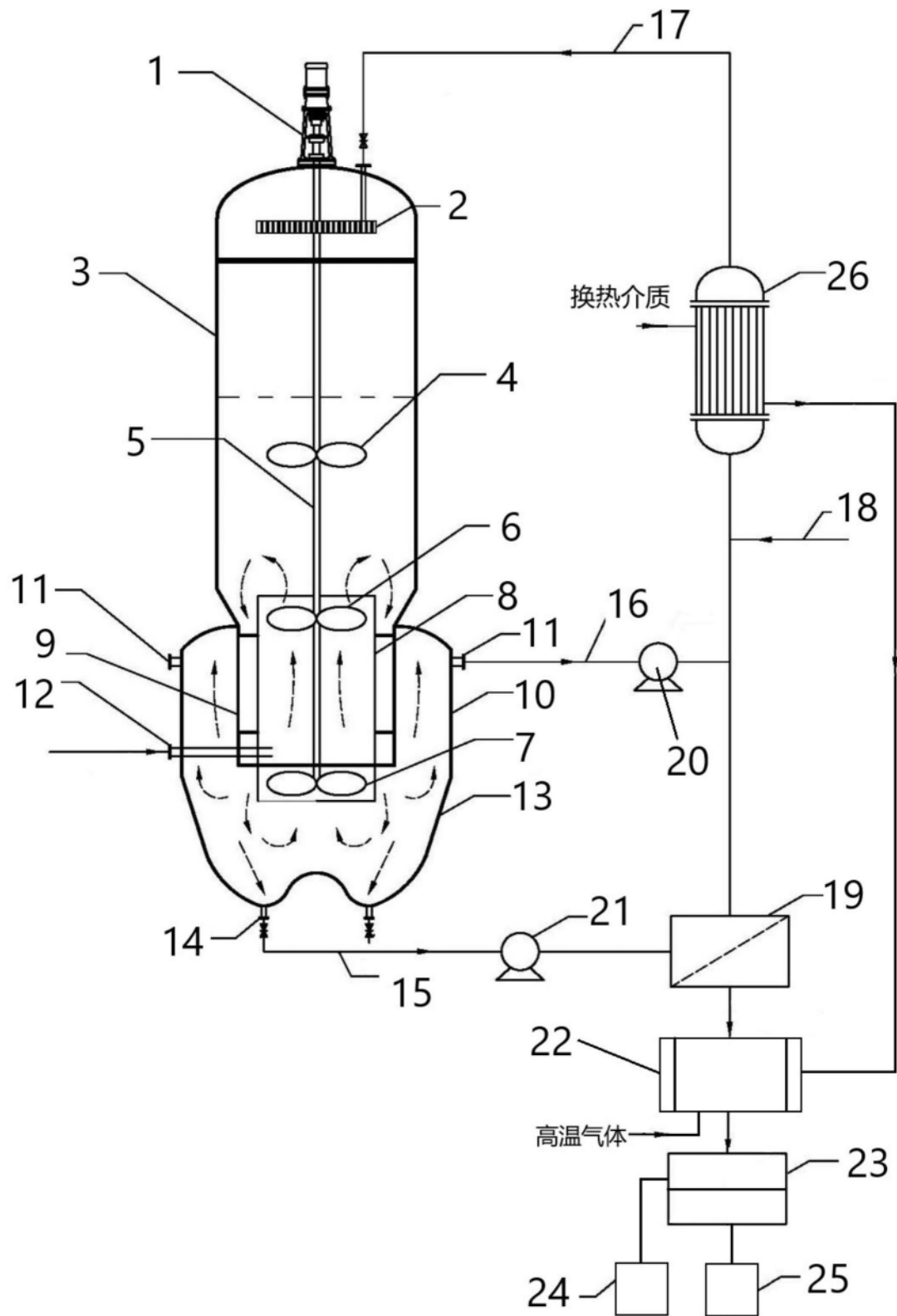


图1

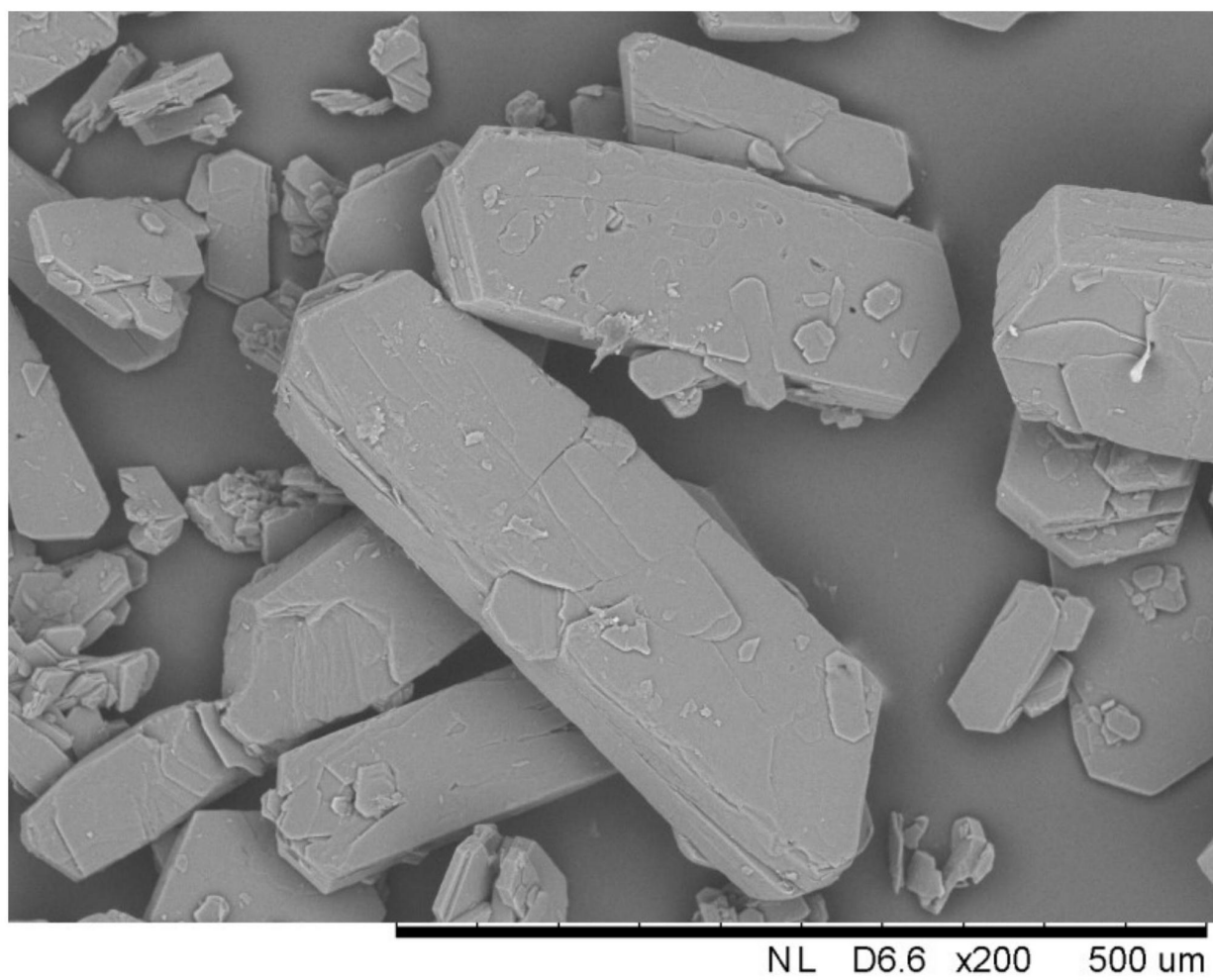


图2