



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111437788 B

(45) 授权公告日 2024. 11. 19

(21) 申请号 202010388156.7

B01J 4/00 (2006.01)

(22) 申请日 2020.05.09

B01J 19/00 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 111437788 A

(56) 对比文件

CN 212246192 U, 2020.12.29

CN 205056018 U, 2016.03.02

(43) 申请公布日 2020.07.24

CN 211159831 U, 2020.08.04

CN 212237291 U, 2020.12.29

(73) 专利权人 威士达半导体科技(张家港)有限公司

审查员 丁燕

地址 215634 江苏省苏州市张家港保税区
港澳路15号(威士达)

(72) 发明人 蒋瑞阳 崔庆珑

(74) 专利代理机构 苏州启华专利代理事务所
(普通合伙) 32357

专利代理师 徐伟华

(51) Int. Cl.

B01J 19/18 (2006.01)

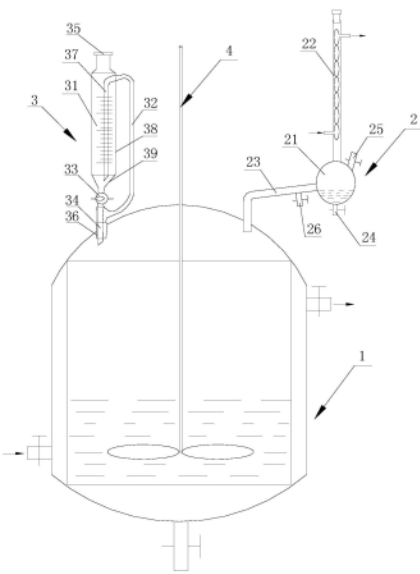
权利要求书1页 说明书4页 附图2页

(54) 发明名称

一种高温恒压反应釜系统

(57) 摘要

本发明公开了一种高温恒压反应釜系统,包括反应釜、水浴锅、搅拌器、油水分离器及恒压滴液漏斗,油水分离器包括圆底烧瓶、冷凝管及导流管,冷凝管连接在圆底烧瓶的上端部上,导流管的一端连接至圆底烧瓶上、另一端延伸至反应釜内,圆底烧瓶的底端部设置有排液口,圆底烧瓶的中上部还安装有补液管,补液管的下端所在面高于导流管的上端所在面,导流管的底表面上连接有带溢流阀的溢流管,溢流管的管径不小于补液管的管径。该系统结构简单,通过在圆底烧瓶上设置补液管,同时在导流管设置溢流管,能够确保在反应过程中,油水分离器不会占用反应釜内的溶剂,不会对反应过程中的固含量造成影响,从而确保了所制胶黏剂的性能。



1. 一种高温恒压反应釜系统,包括反应釜、水浴锅、搅拌器、油水分离器及恒压滴液漏斗,其特征在于,所述油水分离器包括圆底烧瓶、冷凝管及导流管,所述冷凝管连接在所述圆底烧瓶的上端部上,所述导流管的一端连接至所述圆底烧瓶上、另一端延伸至反应釜内,所述圆底烧瓶的底端部设置有排液口,所述圆底烧瓶的中上部还安装有补液管,所述补液管的下端所在面高于所述导流管的上端所在面,所述导流管的底表面上连接有带溢流阀的溢流管,所述溢流管的管径不小于补液管的管径,所述导流管由上至下包括直管部与弯管部,所述直管部连接至圆底烧瓶上,所述弯管部伸入反应釜内,所述溢流管设置在所述导流管的直管部上,所述直管部的轴心线与圆底烧瓶的竖直中心线间的夹角控制在 75° - 85° 间,所述恒压滴液漏斗包括漏斗本体和恒压管,漏斗本体的中下部设置有旋塞,所述旋塞将漏斗本体分隔成漏斗上部与漏斗下部,恒压管连通漏斗上部与漏斗下部,漏斗上部的顶端开设有补液口,所述漏斗本体内还设置有液封管,所述液封管的上端与所述恒压管的上端口相连通,所述液封管的下端为自由端,漏斗上部由上至下包括筒形部与锥状部,液封管的下端伸入锥状部内。

2. 根据权利要求1所述的高温恒压反应釜系统,其特征在于,所述导流管连接在圆底烧瓶侧部的 $1/3$ - $2/3$ 高度处。

3. 根据权利要求1所述的高温恒压反应釜系统,其特征在于,所述补液管与导流管不在同一侧设置。

4. 根据权利要求1所述的高温恒压反应釜系统,其特征在于,所述补液管的安装位置不低于圆底烧瓶的 $1/3$ 高度处。

5. 根据权利要求1所述的高温恒压反应釜系统,其特征在于,所述液封管的轴心线距离漏斗本体上靠近恒压管侧的内侧壁的间距为 1 - 3cm 。

6. 根据权利要求1所述的高温恒压反应釜系统,其特征在于,所述液封管的下端端口为椭圆形斜切口,所述斜切口朝向恒压管侧设置。

7. 根据权利要求1所述的高温恒压反应釜系统,其特征在于,所述液封管的下端距离锥状部的上端面 1.8 - 2.5cm 。

一种高温恒压反应釜系统

技术领域

[0001] 本发明涉及化工实验仪器技术领域,具体涉及一种高温恒压反应釜系统。

背景技术

[0002] 实验室常用的反应釜系统,包括反应釜、水浴锅、搅拌器、油水分离器及恒压滴液漏斗等,参见图1所示,其中反应釜中的溶剂在加热条件下,汽化成蒸汽从反应釜内上升到油水分离器中的冷凝管处,冷凝管内通冷水把溶剂蒸汽凝化成液态,并沿着油水分离器的内壁回流到反应釜内,通过热交换把反应釜内过量的热能释放出去以达到反应釜内的溶剂维持在一定的温度范围内进行反应,该反应釜中的溶剂在使用前可能已经吸收了一部分水分,该水分属于杂质,它的存在对后面产品的质量、性能产生了不可预测的影响,故在反应的过程中需要把它除去,油水分离器的作用就在此,因水的比重比溶剂大,所以在油水分离器内沉在底部,当反应结束排出即可;反应过程中制得的胶黏剂是需要一定的反应固含量的,在这个固含量下聚合得到的胶黏剂具有一定范围的粘度,在相同配方下一般固含量越高胶黏剂的粘度就越大,因油水分离器的内积比较大,在反应的过程中,有一部分溶剂会首先经冷凝管冷却后充满烧瓶,待烧瓶内收集到的溶剂液面高于导流口时才会回到反应釜内,这时真正参加反应釜内聚合反应的溶剂含量要比理论的少,固含量则会比理论的要高的多,从而导致胶黏剂的粘度也会比理论值偏大,影响胶黏剂的性能;另外,常规的,在反应结束后,把烧瓶内的水分除去,剩下的溶剂补回到反应釜内,使胶水偏大的固含量回到理论的量上去,再搅拌后下料,但如果除水不尽的溶剂补回到胶黏剂中又会引起胶黏剂的不良性能。

[0003] 另外,恒压滴液漏斗是化工实验过程中经常用到的一种实现滴加液体反应物或反应物溶液的玻璃设备。通过滴液漏斗可逐步将液体物料滴加到反应釜中,满足化学反应的需要。常见的滴液漏斗,参见图1所示,漏斗内的料液滴加至反应釜中,在加热条件下与反应釜中的溶剂进行反应,当漏斗本体31内的料液滴加完后再进行补液,补液前,因上述反应是在高温条件下进行的,当漏斗内料液滴加完后,残留在滴液管34内的料液因含有引发剂会在高温下进行聚合反应,产生胶状物粘附在滴液管34内壁上,当补液完成后继续滴加料液时,因新补充的料液温度相对滴液管34的温度较低,导致粘附在滴液管34出口处的胶状物固化堵塞滴液管34,同时在补液过程中,大量的溶剂蒸汽经恒压管32从补液口35溢流出去,损耗较大。

[0004] 如何解决上述技术问题,是本领域技术人员致力于解决的问题。

发明内容

[0005] 本发明的目的是克服现有技术的不足,提供一种高温恒压反应釜系统。

[0006] 为达到上述目的,本发明采用的技术方案是:一种高温恒压反应釜系统,包括反应釜、水浴锅、搅拌器、油水分离器及恒压滴液漏斗,所述油水分离器包括圆底烧瓶、冷凝管及导流管,所述冷凝管连接在所述圆底烧瓶的上端部上,所述导流管的一端连接至所述圆底

烧瓶上、另一端延伸至反应釜内,所述圆底烧瓶的底端部设置有排液口,所述圆底烧瓶的中上部还安装有补液管,所述补液管的下端所在面高于所述导流管的上端所在面,所述导流管的底表面上连接有带溢流阀的溢流管,所述溢流管的管径不小于补液管的管径。

[0007] 优选地,所述导流管由上至下包括直管部与弯管部,所述直管部连接至圆底烧瓶上,所述弯管部伸入反应釜内,所述溢流管设置在所述导流管的直管部上,所述直管部的轴心线与圆底烧瓶的竖直中心线间的夹角控制在 75° - 85° 间。

[0008] 优选地,所述导流管连接在圆底烧瓶侧部的1/3-2/3高度处。

[0009] 作为一种具体的实施方式,所述补液管与导流管不在同一侧设置。

[0010] 优选地,所述补液管的安装位置不低于圆底烧瓶的1/3高度处。

[0011] 优选地,所述恒压滴液漏斗包括漏斗本体和恒压管,漏斗本体的中下部设置有旋塞,旋塞将漏斗本体分隔成漏斗上部与漏斗下部,恒压管连通漏斗上部与漏斗下部,漏斗上部的顶端开设有补液口,所述漏斗本体内还设置有液封管,所述液封管的上端与所述恒压管的上端口相连通,所述液封管的下端为自由端,漏斗上部由上至下包括筒形部与锥状部,液封管的下端伸入锥状部内。

[0012] 作为一种具体的实施方式,所述液封管的轴心线距离漏斗本体上靠近恒压管侧的内侧壁的间距为1-3cm。

[0013] 作为一种具体的实施方式,所述液封管的下端端口为椭圆形斜切口,所述斜切口朝向恒压管侧设置。

[0014] 作为一种具体的实施方式,所述液封管的下端距离锥状部的上端面1.8-2.5cm。

[0015] 由于上述技术方案的运用,本发明与现有技术相比具有下列优点:本发明的高温恒压反应釜系统,其采用的油水分离器,通过在圆底烧瓶上安装补液管,并在导流管上设置排液口,在反应初始时,从补液管中补加溶剂,至导流管上的溢流管有溢流即可停止补液,这样确保在反应过程中,油水分离器中未占用反应釜内的溶剂,确保反应时的固含量与实际称量的固含量一致,反应制得的胶黏剂的粘度也会在理论范围内,同时在补加溶剂的时候,打开溢流阀,能够确保不会多补而流到反应釜内引起反应物固含量减少的情况,而反应结束后,圆底烧瓶内的油水不需要再补回到反应釜内,从而有效避免了油水分离不尽导致胶黏剂性能不良的情况。而这里所采用的恒压滴液漏斗,其通过在漏斗本体内设置与恒压管相连通的液封管,当漏斗本体内的料液滴加完毕后,反应釜中的溶剂蒸汽从恒压管、液封管回流至滴液管的底端,将残留在滴液管内壁上的料液冲洗到反应釜中,确保残留的料液不会与溶剂蒸汽发生聚合反应造成后续发生滴液管堵塞的情况;同时在补液时,当料液超过液封管的下端面时,液封管内的溶剂蒸汽不再溢出,大大减少了溶剂的损耗。

附图说明

[0016] 图1为现有技术中高温恒压反应釜系统的结构示意图;

[0017] 图2为本发明所述的高温恒压反应釜系统的结构示意图;

[0018] 其中:1、反应釜;2、油水分离器;3、恒压滴液漏斗;21、圆底烧瓶;22、冷凝管;23、导流管;24、排液口;25、补液管;26、溢流管;31、漏斗本体;32、恒压管;33、旋塞;34、滴液管;35、补液口;36、磨接口;37、液封管;38、筒形部;39、锥状部;4、搅拌器。

具体实施方式

[0019] 下面结合附图及具体实施例来对本发明的技术方案作进一步的阐述。

[0020] 一种高温恒压反应釜系统,包括反应釜1、水浴锅(图中未示出)、搅拌器4、油水分离器2及恒压滴液漏斗3,参见图2所示。

[0021] 这里,油水分离器2包括圆底烧瓶21、冷凝管22及导流管23,参见图2所示,冷凝管22连接在圆底烧瓶21的上端部上,导流管23的一端连接至圆底烧瓶21上、另一端延伸至反应釜1内,圆底烧瓶21的底端部设置有排液口24,圆底烧瓶21的中上部还安装有补液管25,补液管25的下端所在面高于导流管23的上端所在面,导流管23的底表面上连接有带溢流阀的溢流管26,溢流管26的管径不小于补液管25的管径。

[0022] 在制备胶黏剂的过程中,通常需要在高温下进行,反应釜1中的溶剂在高温下汽化成蒸汽,从导流管23中到达油水分离器2中,并在冷凝管22处被冷凝成液体流入圆底烧瓶21内,只有当圆底烧瓶21内收集的溶剂液面高于导流管23的位置时才会回流至反应釜1中继续进行反应,从而导致实际参与反应的溶剂量减少,增加了反应液中的固含量,从而导致制备得到的胶黏剂的粘度偏大,而通过在圆底烧瓶21上安装补液管25,同时在导流管23的底表面上设置溢流管26,在反应初始时,从补液管25中补加溶剂,打开溢流管26上的溢流阀,补液至溢流管26有溢流即可停止补液,关闭溢流阀,这样,在整个反应过程中,经冷凝管22冷凝后的溶剂全部回流到了反应釜1中,油水分离器2内未占用反应釜1中的溶剂,确保反应液中的固含量与实际称取的固含量一致,反应制得的胶黏剂的粘度也会在理论范围内。这里的冷凝管22采用了下进上出的方式通冷水。溢流管26的管径设置时需比补液管25的管径大,如溢流管26的管径小于补液管25的管径时,容易导致溢流时,因溢流管26管径小,来不及溢流导致部分液体流入反应釜1内,增加了反应釜1中的溶剂量。

[0023] 另外在反应结束后,圆底烧瓶21内的油水不需要再补回到反应釜1内,从而有效避免了油水分离不尽导致胶黏剂性能不良的情况发生。

[0024] 这里,导流管23由上至下包括直管部与弯管部,直管部连接至圆底烧瓶21上,弯管部伸入反应釜1内,溢流管26设置在导流管23的直管部上,直管部的轴心线与圆底烧瓶21的竖直中心线间的夹角控制在 75° - 85° 间,如直管部的轴心线与圆底烧瓶21的竖直中心线间的夹角过大或过小,均会使在溢流时,因导流管23的直管部较短,导致溢流管26来不及溢流,部分补液会流入反应釜1中,从而增加了溶剂含量,缩小了固含量,导致胶黏剂的粘度偏小。

[0025] 另外,这里导流管23连接在圆底烧瓶21侧部的1/3-2/3高度处,如导流管23的设置位置太高,则会增加补液的用量,而如设置位置太低,则不利于控制溢流速度,容易造成补液进入反应釜1内,导致反应液中的固含量减小。

[0026] 这里,补液管25与导流管23不在同一侧设置。如将补液管25与导流管23设置在同一侧,容易导致补液时,补液还未达到导流管23所在位置时,就可能有补液直接流入导流管23内发生溢流,不利于补液操作,另外补液时,不能对准操作人员,以防对操作人员造成伤害。

[0027] 这里,补液管25的安装位置不低于圆底烧瓶21的1/3高度处,该设置位置,有利于进行补液操作。

[0028] 本例中的恒压滴液漏斗3,包括漏斗本体31和恒压管32,该漏斗本体31的中下部设

置有旋塞33,旋塞33将漏斗本体31分隔成漏斗上部与漏斗下部,恒压管32连通漏斗上部与漏斗下部,漏斗上部的顶端开设有补液口35。这里,漏斗本体31内还设置有液封管37,液封管37的上端与恒压管32的上端口相连通,液封管37的下端为自由端,漏斗上部由上至下包括筒形部38与锥状部39,液封管37的下端伸入锥状部39内,在筒形部38处设置有刻度,参见图2所示。

[0029] 漏斗下部设置有磨接口36,磨接口36内设置有滴液管34,滴液管34与漏斗上部内腔相通,滴液管34的下端插入反应釜1内。

[0030] 具体的,漏斗本体31内的料液滴加到反应釜1中与反应釜1中的溶剂在高温下进行反应,当漏斗本体31内的料液滴加完毕后,滴液管34的内壁上残留有料液,因上述反应是在高温下进行,反应釜1中的溶剂在高温下形成溶剂蒸汽,从磨接口36、恒压管32进入到液封管37内,而后在液封管37中冷凝,经旋塞33滴入滴液管34中与滴液管34内壁上的料液反应后滴入反应釜1中,循环的溶剂蒸汽不停的冲洗滴液管34,把附着在滴液管34内壁上的料液冲洗到反应釜1中,使得滴液管34内壁上的残留料液不易发生聚合反应,经多次循环冲洗后,关闭旋塞33,打开补液口35进行补液,当料液液面高度高于液封管37的底端所在面时,溶剂蒸汽无法再进入到漏斗本体31中,进而不会有溶剂蒸汽再从补液口35中溢流出去,大大减少了溶剂的损耗。

[0031] 为了减少溶剂蒸汽的溢流,这里,液封管37的下端延伸至锥状部39内且液封管37的下端距离锥状部39的上端面1.8-2.5cm,同时,该液封管37的下端端口设置呈了椭圆形斜切口,且该斜切口朝向恒压管32侧设置,液封管37的轴心线距离漏斗本体31上靠近恒压管32侧的内侧壁的间距为1-3cm,参见图2所示。能够在补液初期,给液封管37出口溢流的溶剂蒸汽造成一定的阻力,减缓溶剂蒸汽的溢流速度,从而降低溶剂蒸汽的溢流量。

[0032] 整个高温恒压反应釜1系统,通过对油水分离器2及恒压滴液漏斗3的改进,均是为了确保反应过程不受其他因素的影响,使实验数据更具参考价值。

[0033] 上述实施例只为说明本发明的技术构思及特点,其目的在于让熟悉此项技术的人士能够了解本发明的内容并据以实施,并不能以此限制本发明的保护范围。凡根据本发明精神实质所作的等效变化或修饰,都应涵盖在本发明的保护范围之内。

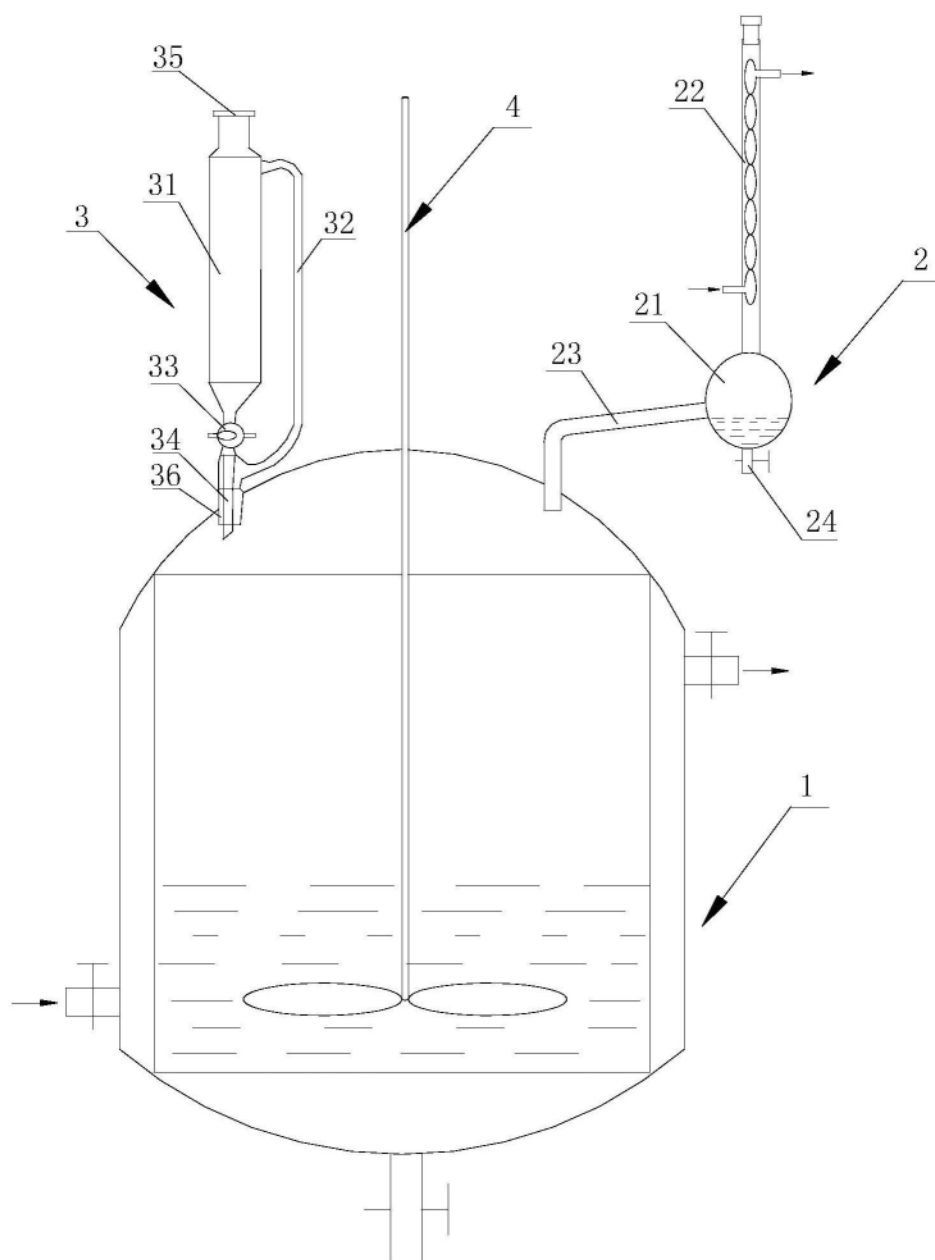


图1

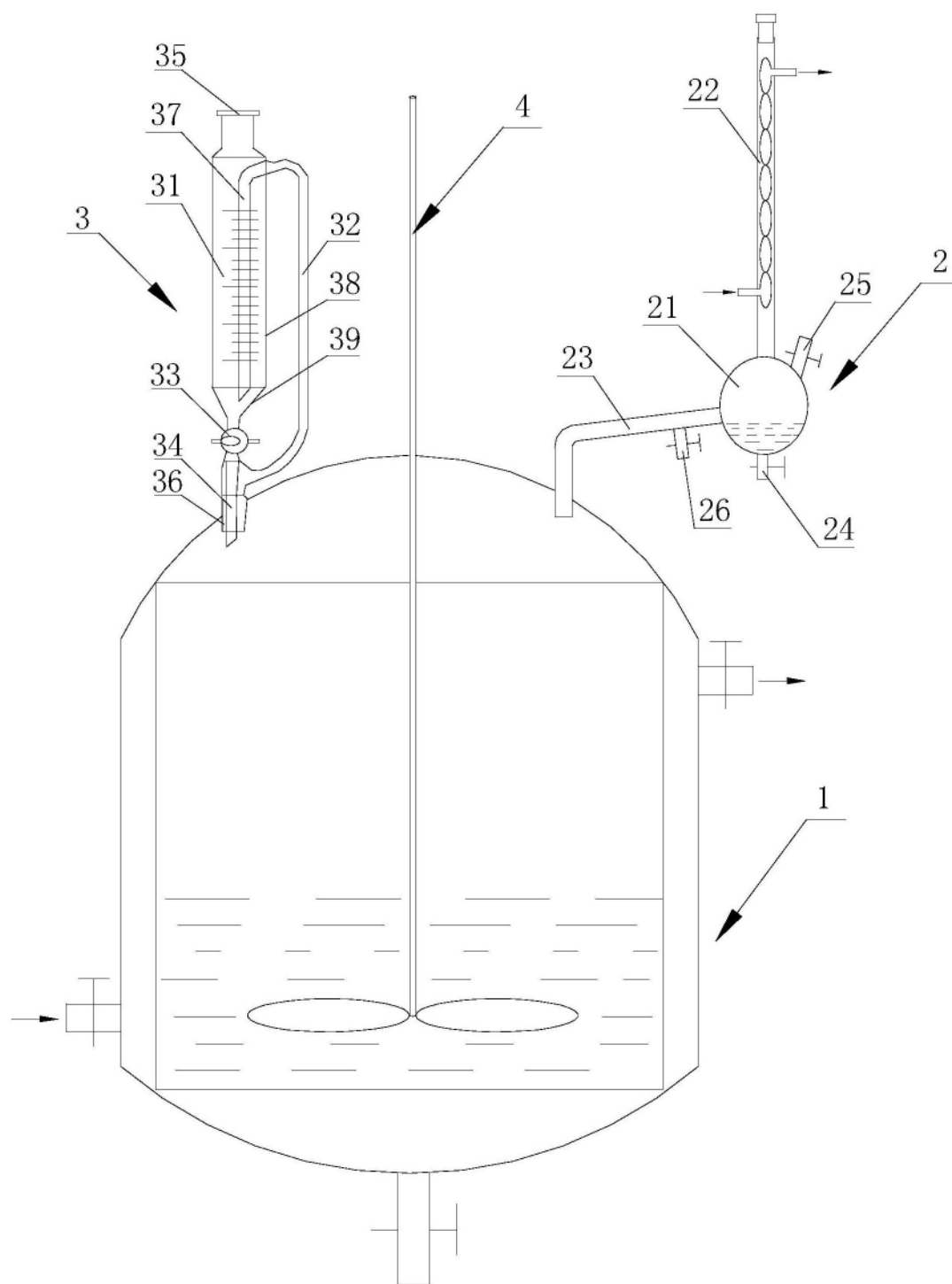


图2