

Miprowa® 用于
优化热传递的
矩形通道

微反应技术的机遇与挑战

专用化学和制药工艺的过程强化——当前，流程工业面临的挑战之一是产品越来越多地从大宗商品向客户定制化产品转变。模块化连续微反应技术，能够帮助企业适应未来的转变趋势。从批次间歇式到基于微/毫反应器的连续流动方式，流程工艺技术制造的这种范式转变有着巨大的优势，并且已经在工业规模中初见成效。

文 / Joachim Heck, Anne Kaaden

流动化学或者微反应技术（MRT）在许多流程工艺工程应用方面拥有巨大优势。MRT 用连续工艺取代非连续的间歇工艺，使化学反应发生在尺寸大幅减小的结构中。MRT 的主要组件包括具有高效率

的混合器和高传热速率的换热器，在这基础之上还具有诸如过滤器、传感器、阀门、泵和分析仪等基础构件。在微反应技术的帮助下，复杂或高难度的化学反应可以得到精确控制，从而提高化工生产的安全性。此外还可以节约生产场地，从而节省投资并提高运行效率。微结构模块的一个特殊优点来自于高面容比所带来的卓越

传热和传质特性。

MRT 技术的发展

微反应技术的起源可以追溯到 1995 年，时任德国美因茨微技术研究所的 Wolfgang Ehrfeld 教授提出了一个问题：“既然‘微’的概念为微电子领域带来了巨大的性能提升和创新，为何不能将其用于流程工艺技术领域？”于

PROCESS-Tip

* 更多信息请扫描二维码：



chem.vogel.com.cn

* 反馈编码：A181039

本文作者 Joachim Heck 博士系 Ehrfeld Mikrotechnik 公司总经理，Anne Kaaden 系 Ehrfeld 公司大客户经理。

是他邀请了化学、制药和汽车制造行业的代表组成了一个行业联盟,探讨微加工技术的潜力。气相法生产氢氰酸的安氏反应(Andrussow reaction)是其中的一个实例,相较于当时的现有技术,采用微通道的混合器获得了显著的收率。从那时起,Ehrfeld教授成为了微反应技术的先驱。

1997年,首届国际微反应技术大会(IMRET)在德国法兰克福召开。随着IMRET会议的召开,化学工程领域开始了一波以微反应技术作为重要内容的过程强化研究热潮。许多公司和研究所都认识到微反应技术及相关过程强化技术所带来的巨大优势,众多的实验室和化学品及制药生产工厂因此而开始尝试采用MRT。直到今天,第14届IMRET也于2017年在北京召开。

MRT 的效益

流动化学创立了一个新型流程工艺环境,更好的工艺控制和反应体积的急剧微型化是MRT的核心要素。MTR拥有更好的混合效率及卓越的温度控制,在整个反应范围内几乎测不到温度梯度,这种条件在传统的间歇式反应器中几乎不可能获得。其另一个优势是,反应参数可以更好地被采用,从而获得更高的纯度、收率和选择性。流动化学工艺的较小反应器体积,也使得物理工艺条件可以在同步的安全和完全受控的部件内扩展至更高或更低的温度或压力。

微/毫反应器连续化运行的最重要优势有以下几点:

- 超快混合;
- 高效换热;
- 缩短停留时间;

• 由于系统惯性小,易于过程控制;

• 极小的滞留体积带来的高操作可靠性;

• 开发时间短。

特别是在有爆炸性或有毒物质快速、强放热反应的情况下,连续流动反应器的这些特性更加明显。因为高风险,这些流程经常无法在间歇反应器中进行。

该技术带来的经济优势有以下几点:

- 提高收率;
- 降低副产物比例;
- 改进产品质量;
- 可持续的工厂安全;
- 降低能耗、降低碳排放。

应用领域

目前,微/毫反应器技术平台的建立在世界市场范围内拥有巨大的潜力,许多著名的化学和制药企业都开始尝试应用该技术(主要是在R&D阶段)。一旦“从间歇到连续(Batch-to-Conti)”范式转变的第一个障碍被克服,第二个障碍便是如何将该技术完整部署到生产中。不幸的是,目前生产设施的缺乏或没有被提及,也为企业决策者增加了障碍。有

吸引力的高潜力细分领域包括过氧化、磺化、乙氧基化、氢化、锂化、臭氧化以及AI/APIs的生产,而这仅仅是一小部分。因此,巨大的优势和潜力驱动着企业对内部产品组合进行筛选,并从中受益。

从实验室到生产

微米级别的通道尺寸可能会导致堵塞,难以满足生产企业对设备的坚固耐用性要求,仅能够有相对较小的产量,因而并不适合规模化生产。想要放大到适应规模化生产,需要相应地将通道尺寸放大到毫米级,并保留微反应技术在换热性能和混合速度方面的优越特性。Ehrfeld Mikrotechnik公司为此推出了一个集成化的工艺放大概念。现在,通道几何尺寸和结构从微米向毫米的转变工作已经在实验室进行,即通道几何尺寸与后续的生产工厂相匹配。采用这种方法在实验室确定的生产率、收率、工艺参数和产品质量,可以被直接转移至具有相同通道几何尺寸的反应器中。尽管中试规模之中的放大步骤被省略,但诸如结垢、清洗工艺和使用寿命等生产中实际原材料质量的中试测试必不可缺。

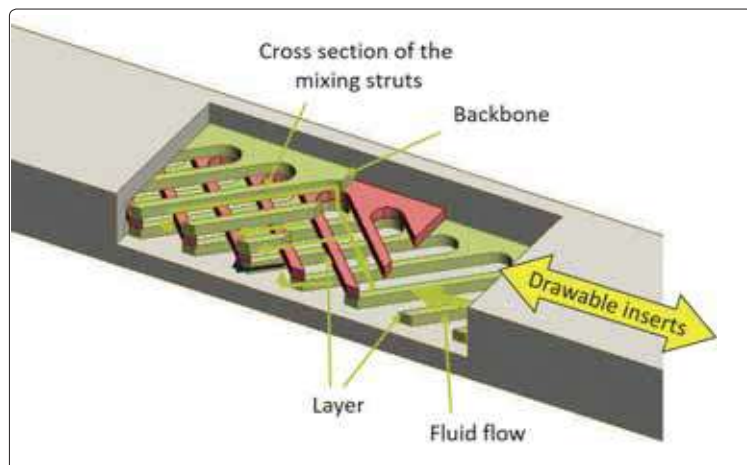


图1 Miprowa® 矩形通道原理图,在每一个通道内部有三层静态混合插件

从实验室到生产的下一步工作，便是以“数值放大”的方式在管束式反应器/换热器的基础上进行，通过在反应器内部平行连接通道形成通道束，从而增加产量，这种集成化的工艺放大概念有助于非常快速地转向生产。

Miprowa® 技术

在 Miprowa® 技术中，反应器的构造类似于一个管束式换热器，其中圆形管道被矩形管道所替代。与标准的 25.4 mm 直径管道相比，矩形通道的面容比增加了 6 倍，相应地改善了换热能力。通道内部的静态混合插件确保了高效的混合和换热能力。对液相介质系统可产生约 $2\,200\text{ W/m}^2\text{K}$ 的换热系数。采用 Miprowa® 技术的可行性研究在提高收率和产品质量方面效果非常显著。在中试规模的验证阶段，采用了稍微放大的、与后续生产规模相符的通道尺寸，反应器获得了与实验室同样的收率和产品质量。另外采用生产级原材料，并对反应器的污染和堵塞特性进行调查，腐蚀性测试显示，采用一种抗腐蚀的哈氏合金材料来作为反应器材料，可以达到抗腐蚀要求。

实际运行

创建于 1990 年的绍兴东湖高科股份有限公司是一家位于上海附近的农业化学品生产商，其产品不仅销售于国内市场，并且出口到 20 多个国家，其中包括美国和欧洲。2002 年，该公司即获得“浙江省高科技企业”称号。

在过去的十多年里，绍兴东湖高科一直在寻找具备发展前景的新技术，以替代其 20 多个传统间歇式反应釜。在行业准



图 2 绍兴东湖高科现场垂直安装的 Miprowa® 生产级反应器（左）

则、环保法规、政府补贴和安全生产条例的驱动之下，他们为实现强放热烷基化反应而评估了流控技术市场。与其它企业一样，绍兴东湖高科注意到了 Ehrfeld Mikrotechnik 公司的 Miprowa® 技术，Ehrfeld 公司是位于德国的一家开发流动化学反应器的企业。在深入调研了 Miprowa® 基于接口模块的集成化放大理念之后，他们决定采用 Ehrfeld 公司的技术。这种理念使得从实验室到生产规模的工艺放大，能够使用相同的通道几何结构，并且反应器采用了不锈钢或哈氏合金等坚固耐用的金属材质。德国制造的 7.5 m 长、重量超过 5 t 的 Miprowa® 生产级反应器在开车调试仅一周后，即能开始生产出合格产品。

超越预期的体验

在连续运行 6 个月后，出于管控目的，反应器被拆开进行检测，对反应器从内至外的检测结果显示，没有发现任何污染和堵塞，表明反应器运行状态理想，反应工艺转化率和选择性也很理想，几乎无副产物的产生。检查完成后，反应器重新开车、连续稳定运行至今。

绍兴东湖高科有限公司目前



图 3 连接有外部温控介质的 7.5m 高 Miprowa® 生产级反应器顶端

正在其产品组合中筛选合适、有前景的反应，以期将其转变成采用毫米级反应器的连续流程工艺管理，并于 2017 年再次购买了两套同样的反应器以进一步增加生产能力。

结语

有了成功的案例，向市场推出流动化学/MRT 之路上的最后障碍已经被克服。目前所有人都能看到，一个具有数千吨年生产能力的可参照项目正在以工业生产规模连续和成功地运行，这为将 MRT 建立一个有价值的流程工艺技术而铺平了道路。现在，是化学和制药行业的决策者们接过接力棒，并在流程工艺技术领域开拓创新的时候了！