

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

65944

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12c,2

Zgłoszono: 24.VIII.1968 (P 128 779)

MKP B01d 9/00

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 30.XII.1972

CZYTELNIA

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórca wynalazku: Jerzy Synowiec

Właściciel patentu: Instytut Chemii Nieorganicznej, Gliwice (Polska)

Ciągły sposób wydzielania krystalicznych soli z roztworów wodnych i urządzenie do wykonania tego sposobu

1

Przedmiotem wynalazku jest ciągły sposób kontrolowanego wydzielania kryształów z wodnych roztworów soli, zwłaszcza nieorganicznych, nadający się także do selektywnej krystalizacji oraz urządzenie, czyli krystalizator, do stosowania tego sposobu.

Krystalizacja polega na osiągnięciu przesyconia roztworu, wytworzeniu zarodków krystalicznych oraz ich wzroście do pożądanych wymiarów. Współcześnie dąży się do kontrolowanego przebiegu krystalizacji, by otrzymać produkt o wymaganej wielkości kryształów. Przesycenie roztworu osiąga się najczęściej przez jego oziębienie na drodze chłodzenia przeponowego za pomocą cieczy chłodzącej albo adiabaticznego odparowania części rozpuszczalnika pod zmniejszonym ciśnieniem, nie mówiąc o prymitywnym sposobie polegającym na pozostawieniu cieczy w zbiornikach poddawanych naturalnemu stygnięciu. Wzrost kryształów reguluje się przez dobór właściwych warunków hydrodynamicznych i odpowiedniego czasu krystalizacji.

Znane jest chłodzenie cieczy przez rozpylenie w wieżach, przez które przepływa powietrze. Ten sposób chłodzenia jest stosowany do chłodzenia wody obiegowej w różnych procesach przemysłowych. Wykorzystuje się tu równocześnie efekt chłodzenia drogą konwekcji jak i odparowania. Znany jest z opisów patentowych NRF nr 899034 i polskiego nr 39363 sposób krystalizacji soli polegający na tym, że roztwór rozpyla się i przepuszcza przezeń w przeciwnym kierunku powietrze a następnie roztwór ten, ozię-

2

biony i zatężony przez odparowanie jest wprowadzany do roztworu przesyconego, do którego można również wprowadzić roztwór surowy. Wytrącają się kryształy, przy czym roztwór nasycony końcowy (po krystalizacji) jest ponownie rozpylany.

Sposób według wynalazku polega na tym, że roztwór nasycony końcowy poddawany jest ciągłej dwójakiej cyrkulacji, przy czym oprócz cyrkulacji mającej na celu rozpylanie, która ma według wynalazku natężenie 10—20 razy większe niż natężenie dopływu surowego roztworu, roztwór końcowy jest również poddawany drugiej cyrkulacji, polegającej na tłoczeniu go z powrotem do roztworu przesyconego. Natężenie tej cyrkulacji jest 50—100 razy większe niż natężenie dopływu roztworu surowego. Roztwór powracający do zbiornika po rozpyleniu jest nieco chłodniejszy, a ponadto bardziej stężony, dzięki odparowaniu części wody. Wobec tego jest on przesycony w górnej strefie zbiornika krystalizatora. Roztwór ten miesza się z świeżym roztworem zasilającym i jest pompowany do dolnej części zbiornika, aby wywołać w nim prąd wznoszący się, który utrzymuje kryształy w zawieszeniu, co gwarantuje ich równomierny wzrost. Drobne kryształy zostają unoszone, a duże kryształy zbierają się w dolnej strefie zbiornika, skąd odbiera się je w sposób ciągły wraz z cieczą w ilości wymaganej do zachowania stałego poziomu w zbiorniku. Po oddzieleniu kryształów ług macierzysty może być użyty do ponownego przygotowania roztworu zasilającego.

Zaletą sposobu według wynalazku w stosunku do sposobów znanych, polega na zmniejszonym zapotrzebowaniu energii niezbędnej do utrzymania ruchu oraz na wymaganiu dla tego sposobu uproszczonym rozwiązaniu urządzenia. Zapotrzebowanie wody chłodzącej lub pary grzejnej jest zbędne. Przewaga ta występuje szczególnie dobitnie, gdy krystalizator służy do wydzielania jednego ze składników rozpuszczonego minerału pochodzącego z ługowania złoża lub z solanek naturalnych w miejscach oddległych od przemysłu, trudnych do zaopatrzenia w wodę, parę itp.

Znane są urządzenia do krystalizacji składające się z wieży chłodzącej, w której roztwór jest rozpylany w strumieniu przepływającego powietrza oraz ze zbiornika w którym miesza się opadający roztwór z roztworem surowym oraz posiadające komory w których następuje wzrost kryształów oraz wyposażone w pompy.

Urządzenie do stosowania sposobu według wynalazku, czyli krystalizator, w dolnej części wieży chłodzącej posiada zbiornik będący misą zbiorczą w której następuje mieszanie roztworu rozpylonego, surowego i końcowego. Poniżej misy znajduje się zbiornik będący komorą wzrostu kryształów, z której roztwór końcowy może cyrkulować swobodnie do misy zbiorczej. Przewód ssący jednej z pomp jest wyprowadzony z górnej strefy komory wzrostu kryształów a przewód tłoczny prowadzi na szczyt wieży chłodzącej, natomiast przewód ssący drugiej z pomp jest wyprowadzony z dolnej części misy zbiorczej a przewód tłoczny prowadzi do dolnej części komory wzrostu kryształów.

Przykład wykonania urządzenia według wynalazku jest przedstawiony na rysunku schematycznym w pionowym przekroju osiowym.

Wieża 1 jest ustawiona nad zbiornikiem 2. Przewód 3 stanowi doprowadzenie cieczy zasilającej do misy 4 zbiorczej, w górnej strefie zbiornika 2, w której to ciecz zasilająca ma możliwość mieszania się z cieczą spływającą z wieży 1. Z misy 4 pompa 5 tłoczy roztwór przesycony do strefy wzrostu kryształów w dolnej części tegoż zbiornika. Pompa 6 tłoczy z górnej części zbiornika 2 klarowny, nasycony roztwór na szczyt wieży do rozpylaczy 7. Króciec spustowy 8 znajduje się w dolnej strefie zbiornika 2. Na zewnątrz opisanego wyżej urządzenia znajdują się wentylatory 9 do tłoczenia powietrza z otoczenia poprzez wieżę, a w górnej części wieży 1 jest łapacz kropel. Dla uniknięcia nadmiernego wypadania zarodników okazało się szczególnie korzystne ograniczenie mieszania się roztworów: przesyconego, spływającego z wieży 1, z nasyconym znajdującym się w zbiorniku 2. Mieszanie roztworów ograniczono przez zainstalowanie misy zbiorczej 4.

Przykład wykonania sposobu według wynalazku dotyczy rozdziálu chlorku potasowego i sodowego.

2 m³/godz. roztworu nasyconego w 90—95% KCl i NaCl o temperaturze około 36°C, uzyskanego przez podziemne ługowanie pokładów sylwinitu, wprowa-

dzono do górnej strefy zbiornika krystalizatora zawierającego 9 m³ roztworu.

Z górnej strefy tegoż zbiornika pompowano około 30 m³/godz. roztworu na szczyt wieży chłodniczej. Przez wieżę tłoczone powietrze o temperaturze otoczenia wynoszącej według wskazań termometru suchego od 14 do 31°C, a termometru wilgotnego od 9,2 do 21,5°C. Temperatura cieczy w zbiorniku wynosiła średnio od 18 do 24°C. Drugą pompą przetłaczano z misy zbiorczej zainstalowanej w górnej strefie zbiornika około 150 m³/godz. roztworu przesyconego do dolnej strefy tego samego zbiornika, przy czym odbierano w sposób ciągły z dolnego króćca roztwór wraz z kryształami. Po oddzieleniu ługu macierzystego otrzymano około 50 kg/godz. stałego, grubokrystalicznego chlorku potasowego, który po przemyciu i wysuszeniu dawał produkt o zawartości około 99% KCl i 0,5% NaCl. Średnią wielkość otrzymywanych kryształów mogła być zmieniana w szerokich granicach od około 0,3 do około 2 mm, przez zmianę natężenia przepływu roztworu zasilającego i czasu przebywania kryształów w krystalizatorze.

Zastrzeżenia patentowe

1. Ciągły sposób wydzielania krystalicznych soli z wodnych roztworów z zawracaniem ługu pokrywającego, polegający na tym, że przez rozpylony roztwór przepływa w przeciwnym kierunku do roztworu przesyconego, do którego jest również wprowadzany roztwór surowy nasycony w temperaturze wyższej od temperatury otoczenia wskazywanej przez wilgotny termometr, **znamienny tym**, że roztwór końcowy poddawany jest ciągłej, dwukierunkowej cyrkulacji przy czym cyrkulacja mająca na celu rozpylenie posiada natężenie 10—20 razy większe niż natężenie dopływu surowego roztworu, a druga cyrkulacja polega na tłoczeniu roztworu z powrotem do roztworu przesyconego i ma natężenie 50—100 razy większe niż natężenie dopływu roztworu surowego.

2. Urządzenie do wykonania sposobu według zastrz. 1, składające się z wieży chłodzącej służącej do rozpylania roztworu w strumieniu przepływającego powietrza oraz zbiornika, w którym miesza się opadający roztwór rozpylony z roztworem surowym i komory wzrostu kryształów oraz zaopatrzone w pompy, **znamiennie tym**, że w dolnej części wieży chłodzącej znajduje się zbiornik, który stanowi misę zbiorczą, a poniżej misy znajduje się zbiornik będący komorą wzrostu kryształów, z której roztwór końcowy może swobodnie cyrkulować z powrotem do misy zbiorczej, przy czym przewód ssący jednej z pomp jest wyprowadzony z górnej strefy komory wzrostu kryształów, a przewód tłoczny prowadzi na szczyt wieży chłodzącej, natomiast przewód ssący drugiej z pomp jest wyprowadzony z dolnej części misy zbiorczej, a przewód tłoczny prowadzi do dolnej części komory wzrostu kryształów.

