



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 45374

Kl. 12 c, 2

Instytut Chemii Ogólnej *)

BOLD 9/02

Warszawa, Polska

Sposób krystalizacji ciągłej w niskich temperaturach

Patent trwa od dnia 23 grudnia 1959 r.

Do rozdzielania lub oczyszczania produktów chemicznych stosuje się często krystalizację przez schładzanie roztworów nasyconych. Gdy taką krystalizację trzeba prowadzić w sposób ciągły, w szerszym zakresie temperatur, stosuje się zwykle długie krystalizatory poziome lub baterię krystalizatorów pracujących szeregowo, w których wytworzone kryształy przesuwane są wraz z nasyconym roztworem w kierunku niższych temperatur, a odbiór brei krystalizacyjnej do aparatów filtracyjnych następuje z tej części krystalizatora w której panuje najniższa temperatura. Jest to słuszne przy prowadzeniu krystalizacji w temperaturach wyższych od 0°C .

Jeżeli konieczne jest schładzanie brei krystalizacyjnej do temperatury poniżej 0°C wówczas postępowanie takie posiada szereg następujących wad, które znacznie zwiększają

koszt tego procesu i zmniejszają jego skuteczność. Utrzymywanie aparatu filtracyjnego w temperaturze równej końcowej najniższej temperaturze krystalizacji jest trudne i kosztowne. Jeśli wydzielone kryształy trzeba przemyć, wówczas należy również odpowiednio schłodzić ciecz przemywającą. Im w niższej temperaturze prowadzi się proces krystalizacji, tym zwykle większe są jej wahania w aparacie filtracyjnym, które prowadzą do zatykania tkaniny filtracyjnej, a więc tym częstsze i trudniejsze do usunięcia są zakłócenia ruchu.

Gdy lóg pokrystaliczny jest drugim produktem handlowym procesu, wówczas pogorszenie się jego składu, towarzyszące zwykle zakłóceniom ruchu, nie tylko zmniejsza wydajność kryształów pierwszego produktu, lecz również obniża wartość drugiego produktu.

Duża lepkość lugu pokrystalicznego w niskich temperaturach utrudnia jego usunięcie z kryształów. Dla uniknięcia tego korzystnie jest prowadzić odwirowywanie kryształów lub

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest prof. Aleksander Plić.

odsączanie na nuczycie w temperaturze wyższej niż końcowe stadium krystalizacji, wykorzystując zmniejszenie lepkości cieczy otaczającej kryształy.

W niskich temperaturach pogarszają się właściwości wytrzymałościowe tworzyw metalicznych używanych zwykle do budowy bębnowirówki. Konieczność użycia dodatkowych aparatów poza wymiennikami ciepła do wykorzystania frygorii zawartych w kryształach i ługu pokrystalicznym zmniejsza skuteczność takiej regeneracji.

Sposób według wynalazku usuwa omówione wyżej wady dzięki temu, że kryształy wydzielające się z nasyconego roztworu podczas jego przepływu w krystalizatorze lub baterii krystalizatorów przesuwają się bezprzeponowo wewnątrz tego krystalizatora lub baterii krystalizatorów w kierunku wyższych temperatur w przeciwnym kierunku do kierunku ruchu roztworu nasyconego i przesyła je wraz z częścią roztworu idącego do krystalizacji do aparatów filtracyjnych, w temperaturze zbliżonej do temperatury początkowej krystalizacji, zaś ług pokrystaliczny separuje w drugim końcu krystalizatora w temperaturze najniższej procesu krystalizacji tylko od reszty kryształów, które pozostawia się w krystalizatorze. Separację tę można prowadzić różnymi sposobami, najkorzystniej przez dekantację. Zimny ług pokrystaliczny zawraca się przez przestrzeń krystalizatora, oddzieloną przeponą od brei krystalicznej, najlepiej przez wydrążone części mieszadła, w kierunku zgodnym z ruchem kryształów i odbiera o temperaturze zbliżonej do początkowej temperatury krystalizacji. Przesączone z aparatu filtracyjnego o skądzie i temperaturze zbliżonej do cieczy surowej zawraca się do przedniej części krystalizatora lub do pierwszego krystalizatora w baterii.

W tym przypadku przerzucenie pewnej ilości kryształów z bębna wirówki do przesączonego, który nie jest ługiem pokrystalicznym, nie obniża wydajności procesu i nie zmienia składu ługu pokrystalicznego.

Duża ilość kryształów w miejscu dopływu świeżej cieczy do krystalizatora przeciwdziała powstawaniu zbyt dużej ilości nowych zarodków krystalizacji i umożliwia otrzymywanie równomiernego i dobrze wykształconego kryształu. Jest to dodatkowy czynnik wpływający na wysoką czystość otrzymywanych kryształów obok takich, jak filtracja w temperaturze wyższej, a więc filtracja cieczy o mniejszej lepkości i bogatszej w składnik krystalizujący.

Odbiór brei krystalicznej na wirówkę można przeprowadzić nawet w temperaturach nieco wyższych od temperatury nasycenia cieczy surowej produktem bez wpływu na wydajność krystalizacji.

Zakłócenia ruchu w aparacie filtracyjnym są rzadsze, trwają krócej i na ogół nie wstrzymują procesu krystalizacji, gdyż w tym przypadku ług pokrystaliczny bez przerwy odpływa z krystalizatora, a ten ostatni może pracować prawidłowo ze wzrastającą w tym okresie ilością kryształu.

Sposób według wynalazku umożliwia regenerację znacznej części frygorii zawartych w kryształach i ługu pokrystalicznym, umożliwia uzyskiwanie kryształów o większej czystości i z większą wydajnością, ułatwia obsługę krystalizatora oraz umożliwia lepszą ciągłość procesu, zwiększając jego ogólną sprawność.

Na rysunku objaśniono bliżej istotę wynalazku na przykładzie urządzenia do krystalizacji, stanowiącego cylindryczny krystalizator, nieco pochylony. Ciecz surową chłodzi się do temperatury t_1 równej lub nieco wyższej od temperatury nasycenia t_2 i wprowadza przewodem 1 do niższego końca cylindrycznego krystalizatora, zaopatrzonego w mieszadło. Wprowadzana ciecz surowa, dzięki słupowi h cieczy posuwa się w krystalizatorze w kierunku do odpływu 2. W czasie schładzania cieczy w krystalizatorze do końcowej najniższej temperatury t_3 , powstające i wzrastające kryształy przesuwają się w kierunku przeciwnym do przepływu cieczy, to jest w kierunku wyższych temperatur i są odbierane na wirówkę pompą 10 o temperaturze bliskiej temperaturze początkowej t_1 . Krystalizator jest oziębiany z zewnątrz przeponowo medium chłodzącym wprowadzanym przewodem 5. Odpływ medium chłodzącego z płaszcza chłodzącego krystalizatora znajduje się w przeciwnym jego końcu w punkcie 6. Krystalizacja wydzielanej substancji odbywa się na przestrzeni od temperatury t_2 do najniższej temperatury t_3 . Powstające i rosnące kryształy, dzięki pochyleniu dna krystalizatora i konstrukcji mieszadła, umożliwiającą przesuwanie kryształów, posuwają się w kierunku wyższych temperatur z szybkością większą w stosunku do cieczy krystalizującej przepływającej w odwrotnym kierunku. Breja kryształów o temperaturze zbliżonej do t_1 jest usuwana z krystalizatora w punkcie 7 i przesyłana do wirówki 8 lub nuczycie. Odwirowana lub odsączona ciecz wraca do

krystalizatora przewodem 1. Wyczerpana ciecz pokrystaliczna wypływa z krystalizatora w punkcie 2 i wchodzi w punkcie 3 do wału z podwójnymi ściankami, a przepływając wzdłuż wału do wyjścia w punkcie 4 oziębia od wewnątrz ciecz krystalizującą. Krystalizator podzielony jest na szereg części tarczami 9, umocowanymi w mieszadle i nie dochodzącymi do bocznej ścianki krystalizatora. Tarcze te przeciwdziałają konwekcji podłużnej wewnątrz krystalizatora.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób krystalizacji ciągłej w niskich temperaturach, znamienny tym, że do krystalizatora lub baterii krystalizatorów doprowadza się roztwór nasycony o temperaturze równej lub wyższej niż temperatura nasycenia wydzielanego składnika i podczas przepływu tego roztworu ku wyjściu z krystalizatora sztucznie oziębia do temperatury

krystalizacji, przy czym wydzielone kryształy przesuwają się w odwrotnym kierunku niż przepływ cieczy z szybkością większą w stosunku do tej cieczy i ciągle usuwa z krystalizatora z częścią cieczy wchodzącej do niego, przy czym tę ciecz po oddzieleniu od kryształów w wirówce lub na nocy zwraca się do krystalizatora.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że ług pokrystaliczny oddziela się od resztek kryształów przez dekantację.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że wyczerpany ług pokrystaliczny po wyjściu z krystalizatora kieruje się do oziębiania cieczy krystalizującej za pomocą urządzenia wymiennikowego, umieszczonego wewnątrz krystalizatora.

Instytut Chemii Ogólnej

Zastępca: mgr inż. Antoni Sentek,
rzecznik patentowy

