

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 137 015

Patent dodatkowy
do patentu —

Zgłoszono: 82 06 09 /P. 236863/

Pierwszeństwo —

Zgłoszenie ogłoszono: 84 08 13

Opis patentowy opublikowano: 1987 10 31

CZYTELNIA

Urzedu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Int. Cl.³ B 01 D 17/02

Twórcy wynalazku: Wojciech Lasek, Zenon Gruszecki, Krzysztof Kozak,
Petronela Kowalczyk

Uprawniony z patentu: Zakłady Azotowe "PUŁAWY", Puławy /Polska/

SPOSÓB SEPARACJI ROZTWORÓW POKRYSTALIZACYJNYCH OD OLEISTEJ FAZY ORGANICZNEJ ORAZ URZĄDZENIE DO SEPARACJI ROZTWORÓW POKRYSTALIZACYJNYCH OD OLEISTEJ FAZY ORGANICZNEJ

Przedmiotem wynalazku jest sposób separacji roztworów pokryształizacyjnych od oleistej fazy organicznej, powstających przy otrzymywaniu kryształów substancji krystalicznych z ich roztworów oraz urządzenie do separacji roztworów pokryształizacyjnych od oleistej fazy organicznej.

Większość dotychczas znanych metod separacji roztworów pokryształizacyjnych od oleistej fazy organicznej polega na uśrednianiu stężeń poszczególnych strumieni w mieszalnikach, doprowadzeniu ich do optymalnej temperatury dla rozdzielenia faz i ich rozdzieleniu w urządzeniach do separacji. Gromadząca się na powierzchni cieczy oleista faza organiczna jest usuwana okresowo przy użyciu zgarbiaka lub sposobem przelewowym poprzez kontrolowane podnoszenie poziomu cieczy w urządzeniu do separacji, a roztwór pokryształizacyjny stanowiący warstwę nieorganiczną odprowadzany jest w sposób ciągły lub periodycznie najczęściej przelewem odpowiednio usytuowanym poniżej warstwy oleistej.

Podstawową wadą dotychczas stosowanych sposobów separacji jest niska sprawność rozdzielenia oleistej fazy organicznej od roztworu pokryształizacyjnego. Istnieją dwie przyczyny tego stanu rzeczy, a mianowicie: stosunkowo duża rozpuszczalność składników organicznych oleistej fazy organicznej w roztworach pokryształizacyjnych o niskiej zawartości rozpuszczonej substancji krystalicznej: porywanie kropli oleistej fazy organicznej przez roztwór pokryształizacyjny wskutek występowania zawieszonych w masie roztworu spowodowanych kształtem i budową urządzenia do separacji.

Skutkiem tych niedogodności jest niska sprawność procesu separacji, prowadząca do podwyższenia zawartości zarówno składników organicznych oleistej fazy organicznej jak i oleistej fazy organicznej w wodnej postaci w gromadzącym się w przestrzeni magazynowej roztworze pokryształizacyjnym, co w końcowym efekcie wpływa ujemnie na wydajność

procesu krystalizacyjnego oraz jakoś otrzymywanego krystalicznego produktu, przejawiając się pogorszeniem charakterystyki granulometrycznej oraz znacznym obniżeniem czystości kryształów substancji krystalicznej. Niezależnie od tego, oleista faza organiczna zanieczyszczona jest dużą ilością roztworu substancji krystalicznej, co poważnie utrudnia dalszy jej przerób.

Sposób separacji według wynalazku prowadzony jest dwustopniowo z mieszaniny roztworu pokryształizacyjnego z oleistą fazą organiczną o stężeniu substancji krystalicznej w roztworze bliskim stężeniu nasycenia w temperaturze separacji, korzystnie niższym do 2 % wagowych od stężenia nasycenia. Wysokie stężenie substancji krystalicznej w roztworze obniża znacznie rozpuszczalność składników organicznych oleistej fazy organicznej w roztworze pokryształizacyjnym, co korzystnie wpływa na wydajność i jakoś otrzymywanego krystalicznego produktu, jak również wydawnie zwiększa sprawność procesu separacji poprzez zwiększenie różnicy gęstości obu faz oraz skrócenie czasu rozdzielu oleistej fazy organicznej.

Mieszaninę poddaje się rozdzielaniu zasadniczemu wykorzystując różnicę gęstości obu faz, podczas którego następuje zgrubne wytworzenie dwóch warstw - organicznej i nieorganicznej, przy czym każda z nich charakteryzuje się znacznym nadmiarem jednej z rozdzielanych faz. Wytworzoną warstwę organiczną stanowiącą dyspersję wodnego roztworu substancji krystalicznej w oleistej fazie organicznej, poddaje się rozdzielaniu dokładnemu wykorzystując różnicę gęstości obu faz w celu całkowitego rozwarstwienia na dwie tworzące ją fazy. Korzystnie warstwa dyspersji poddawana rozdzielaniu dokładnemu osiąga w segmencie rozdzielania zasadniczego grubość co najmniej 300 mm.

Podczas rozdzielania dokładnego następuje rozwarstwienie dyspersji na oleistą fazę organiczną oraz roztwór substancji krystalicznej. Korzystnie proces rozwarstwiania prowadzi się w warunkach przepływu dyspersji przez szereg komór lub kanałów w tym segmencie. Przepływ znacznie przyspiesza i ułatwia koalescencję kropeł oleistej fazy organicznej, a tym samym rozdział obu faz, jak również umożliwia ciągły odbiór oleistej fazy organicznej. Istotne jest, aby rozdzielanie dokładne trwało dłużej niż 1 godzinę.

W sposobie według wynalazku ruch rozdzielanej mieszaniny w segmencie rozdzielania zasadniczego w kierunku wpływów faz jest stopniowo malejący. Ma to na celu wytłumienie zawirowań obniżających skuteczność separacji oraz ukierunkowanie ruchu faz w kierunku wpływów z tego segmentu. Korzystnie jeżeli na granicy strefy rozdzielu faz ze strefą dokładnego odstawaniania, roztwór substancji krystalicznej osiąga prędkość liniową mniejszą niż 1,5 mm/sek.

Urządzenie do separacji roztworów pokryształizacyjnych od oleistej fazy organicznej charakteryzuje się tym, że przestrzeń rozdzielająca jest podzielona na segment rozdzielania zasadniczego oraz segment rozdzielania dokładnego. Ma to na celu zgrubne wytworzenie dwóch warstw, przy czym każda z nich charakteryzuje się znacznym nadmiarem jednej z rozdzielanych faz, oraz wyeliminowanie z procesu dalszego oczyszczania obu warstw możliwości ponownego zmieszania się już odstanych faz na skutek dużych zawirowań bądź przypadkowych zakłóceń w procesie.

W urządzeniu do separacji według wynalazku segment rozdzielania zasadniczego posiada strefę rozdzielu faz, strefę dokładnego odstawaniania roztworu substancji krystalicznej oraz strefę zgrubnego odstawaniania oleistej fazy organicznej. Dokonanie takiego podziału prowadzi do zwiększenia stężenia oleistej fazy organicznej w warstwie dyspersji przepływającej do segmentu rozdzielania dokładnego oraz wydawnie poprawia stopień oczyszczenia zgrubnie wytworzonej warstwy roztworu substancji krystalicznej.

Dodatkowo w celu niedopuszczenia do przenoszenia się dużych zawirowań ze strefy rozdzielu faz do strefy dokładnego odstawaniania roztworu substancji krystalicznej, jak również w celu przyspieszenia koalescencji małych kropełek fazy organicznej w większe, na granicy strefy rozdzielu faz ze strefą dokładnego odstawaniania roztworu substancji krystalicznej umieszczona jest przegroda, poprzez którą może następować ruch cieczy.

Urządzenie do separacji według wynalazku jest uwidocznione na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia schematycznie urządzenia w przekroju podłużnym a fig. 2 - widok urządzenia z góry.

Urządzenie do separacji w przykładzie wykonania stanowi zbiornik, który jest podzielony zespołem przegród i ścian na elementy funkcjonalne i konstrukcyjne stanowiące przestrzeń mieszalnikową 1, pionową szczelinę wlotową 2, wylot uśrednionego roztworu 3, strefę rozdziału faz 4, segment rozdzielania zasadniczego 5, przestrzeń rozdzielającą 6, strefę wstępnego odstawiania oleistej fazy organicznej 8, segment rozdzielania dokładnego oleistej fazy organicznej 10, strefę dokładnego odstawiania roztworu substancji krystalicznej 15 i przestrzeń magazynową 17.

Segment rozdzielania dokładnego oleistej fazy organicznej 10 wyposażony jest w kanały 11 posadowione kaskadowo na ukośnie usytuowanej płycie 7, przy czym wewnętrzne ściany kanałów posiadają przelewy 12 a ściana zewnętrzna skrajnego kanału przylegającego do strefy wstępnego odstawiania oleistej fazy organicznej 8 wyposażona jest w zespół rur 9 doprowadzających oleistą fazę organiczną do segmentu dokładnego rozdzielania 10, natomiast ostatni w kolejności kanał posiada króciec 13 służący do odprowadzania oczyszczonej oleistej fazy organicznej na zewnątrz urządzenia.

Urządzenie do separacji posiada zabudowaną w segmencie rozdzielania zasadniczego 5 przegrodę 14 wykonaną w formie kratownicy, usytuowaną poziomo, która przechodzi przez dolną część strefy rozdziału faz 4 i przez przestrzeń rozdzielającą 6 dzieląc ją na strefę wstępnego odstawiania oleistej fazy organicznej 8 oraz na strefę dokładnego odstawiania roztworu substancji krystalicznej 15, przy czym przegroda 14 z jednej strony połączona jest z ukośną ścianą wylotu roztworu uśrednionego 3 a z drugiej strony ze ścianą pionowej szczeliny wypływowej 16. Sposób separacji roztworów pokrywających od oleistej fazy organicznej w urządzeniu ilustruje poniższy przykład.

W przestrzeni mieszalnikowej 1 następuje wyrównanie stężenia siarczanu amonu w roztworach pokrywających, tworzących wraz z oleistą fazą organiczną mieszaninę do separacji tak, aby stężenie soli w roztworze wynosiło 46 % wagowych w temperaturze mieszaniny równej $61,5^{\circ}\text{C}$, czyli o 1 % wag. mniej niż wynosi stężenie nasycenia w tej temperaturze. Uzyskana mieszanina, w której po trwającym dobie teście rozwarstwiania w temperaturze $61,5^{\circ}\text{C}$ stwierdza się 1,8 % wag. oleistej fazy organicznej przepływa poprzez pionową szczelinę wlotową 2 i łagodnie rozeszerzając się wylot roztworu uśrednionego 3 do strefy rozdziału faz w segmencie rozdzielania zasadniczego 5 przestrzeni rozdzielającej 6 urządzenia do separacji. Kropelki oleistej fazy organicznej podążają wzdłuż nachylonej łagodnie do poziomu płyty 7 ku strefie wstępnego odstawiania oleistej fazy organicznej 8.

Grubość warstwy dyspersji zgromadzonej w strefie zgrubnego odstawiania jest utrzymywana na poziomie 400 mm za pomocą zespołu rur 9 zaopatrzonych w zawory, poprzez które dyspersja przedostaje się do segmentu rozdzielania dokładnego oleistej fazy organicznej 10. Przepływając wzdłuż kanałów 11 i poprzez przelewy 12 oleista faza organiczna ulega dokładnemu oczyszczeniu, po czym przez króciec 13 odprowadzana jest poza urządzenie separujące. W próbce oleistej fazy organicznej odprowadzanej przez króciec 13 po trwającym dobie teście rozwarstwiania w temperaturze właściwej dla odprowadzanej oleistej fazy organicznej nie stwierdza się obecności roztworu siarczanu amonu. Gromadzący się na dnie kanałów 11 roztwór siarczanu amonu jest zawracany ponownie do procesu separacji.

W dolnej części strefy rozdziału faz 4 znajduje się przegroda 14 wykonana w formie kraty, której w kanałach prędkość liniowa roztworu siarczanu amonu wynosi około 1 mm/sek. Roztwór wypływający zza przegrody 14 trafia do strefy dokładnego odstawiania roztworu siarczanu amonu 15, skąd oczyszczony przedostaje się poprzez pionową szczelinę wypływową 16 do przestrzeni magazynowej 17.

W próbce cieczy pobranej z tej przestrzeni, po trwającym dobie teście rozwarstwiania w temperaturze właściwej dla oczyszczonego roztworu siarczanu amonu, nie stwierdza się obecności oleistej fazy organicznej. Dla porównania - prowadzenie procesu

separacji znanymi metodami, w urządzeniach do separacji według znanych konstrukcji, prowadzi do otrzymania oleistej fazy organicznej, w której po trwającym dobie teście rozwarstwiania w temperaturze właściwej dla oleistej fazy organicznej, stwierdza się obecność średnio 40 % wag. roztworu siarczanu amonu, a w próbce oczyszczonego siarczanu amonu po analogicznym teście rozwarstwiania, zawartość oleistej fazy organicznej utrzymuje się na poziomie średnio 0,9 % wag.

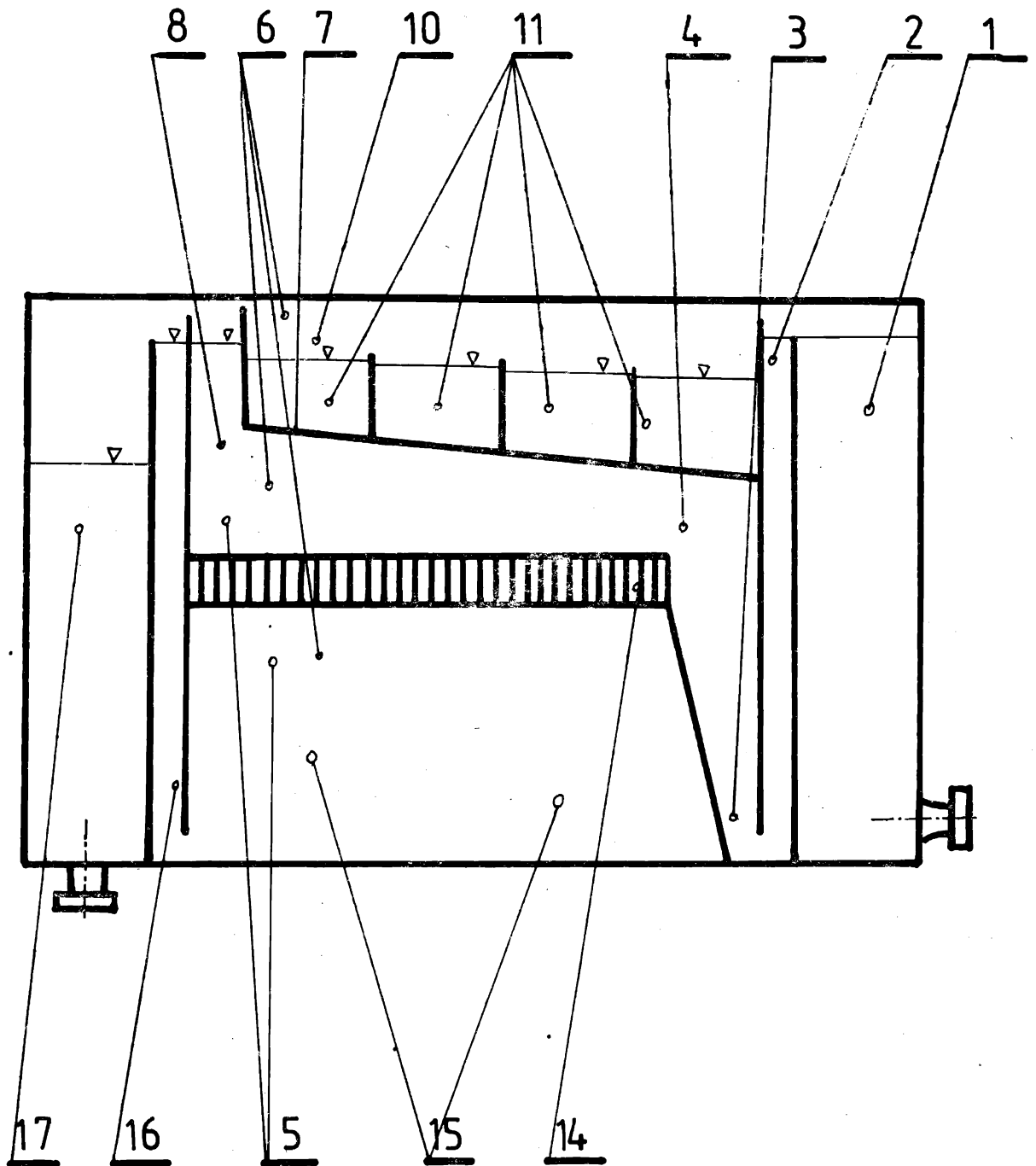
Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e

1. Sposób separacji roztworów pokryształizacyjnych od oleistej fazy organicznej, prowadzony w wielokomorowych urządzeniach do separacji z ciągłym odprowadzaniem co najmniej jednej z rozdzielanych faz, z n a m i e n n y t y m, że separację prowadzi się dwuetapowo z mieszaniny roztworu pokryształizacyjnego z oleistą fazą organiczną o stężeniu substancji krystalicznej w roztworze bliskim stężeniu nasycenia w temperaturze separacji, korzystnie niższym do 2 % wagowych od stężenia nasycenia, przy czym w pierwszym etapie mieszaninę poddaje się rozdziałowi zasadniczemu na warstwę organiczną i warstwę nieorganiczną, przy czym warstwę organiczną stanowiącą dyspersję roztworu substancji krystalicznej w oleistej fazie organicznej o grubości korzystnie większej niż 300 mm poddaje się rozdziałowi dokładnemu.

2. Sposób separacji według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że podczas rozdzielania dokładnego dyspersję roztworu substancji krystalicznej przeprowadza się przez szereg komór lub kanałów w czasie dłuższym niż 1 godzina.

3. Sposób separacji według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że podczas rozdzielania zasadniczego stosuje się ruch mieszaniny w kierunku wpływów faz stopniowo malejący i na granicy strefy rozdziału faz ze strefą dokładnego odstawania roztworu substancji krystalicznej osiąga prędkość korzystnie mniejszą niż 1,5 mm/sek.

4. Urządzenie do separacji roztworów pokryształizacyjnych od oleistej fazy organicznej złożone z przestrzeni mieszalnikowej, przestrzeni rozdzielającej i przestrzeni magazynowej, z n a m i e n n e t y m, że przestrzeń rozdzielająca /6/ składa się z segmentu rozdzielania zasadniczego /5/ oraz segmentu rozdzielania dokładnego oleistej fazy organicznej /10/, przy czym segment rozdzielania zasadniczego /5/ jest konstrukcyjnie podzielony na strefę rozdziału faz /4/, strefę wstępnego odstawania oleistej fazy organicznej /8/ oraz strefę dokładnego odstawania roztworu substancji krystalicznej /15/ a na granicy strefy rozdziału faz /4/ ze strefą dokładnego odstawania roztworu substancji krystalicznej /15/ umieszczona jest przegroda /14/.

*Fig. 1*

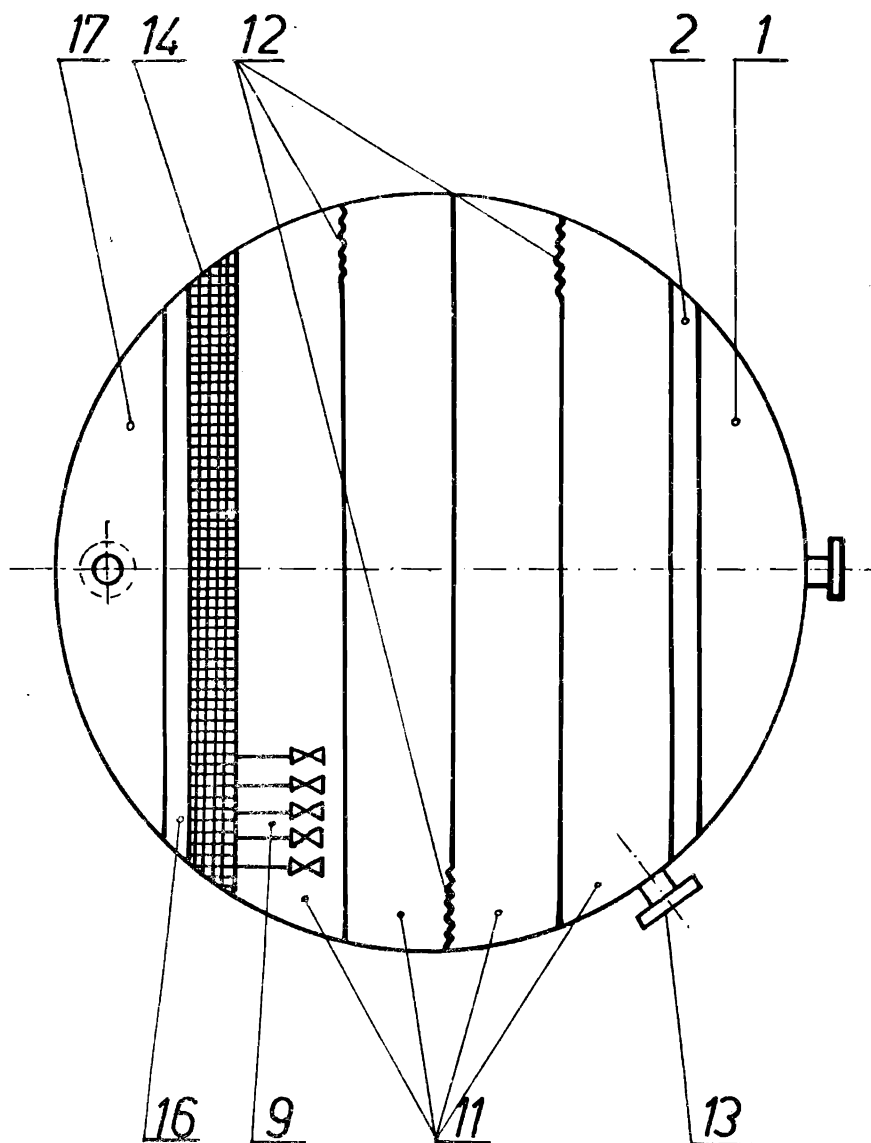


Fig. 2.