

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

72449

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 10.02.1971 (P. 146123)

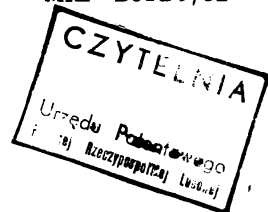
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 09.12.1974

Kl. 12c, 2

MKP B01d 9/02



Twórcy wynalazku: Jerzy Synowiec, Bogusław Grzelak
Uprawniony z patentu tymczasowego: Instytut Chemii Nieorganicznej,
Gliwice, (Polska)

Sposób ciągłej krystalizacji soli i urządzenie do stosowania tego sposobu

Przedmiotem wynalazku jest sposób ciągłej krystalizacji soli i urządzenie do stosowania tego sposobu.

Intensywny rozwój techniki wydzielania fazy stałej z roztworów drogą krystalizacji zdąża do kontrolowanego prowadzenia procesu dla otrzymania w miarę jednorodnych i określonej wielkości kryształów. Zadania te są realizowane wielu sposobami przy użyciu różnorodnie skonstruowanych aparatów.

Poważną grupę stanowią procesy krystalizacji próżniowej, w których schłodzenie i przesylenie roztworu osiąga się drogą adiabaticznego odparowania części rozpuszczalnika. W celu ułatwienia dyfuzyjnej wymiany masy i stworzenia najlepszych warunków dla szybkiego wzrostu kryształów utrzymuje się je zawieszone w ługu macierzystym przy równoczesnej intensywnej cyrkulacji zawiesiny. W najnowszych rozwiązaniach osiąga się to przez zabudowę w krystalizatorze centralnie usytuowanego dyfuzora z mieszadłem śmigłowym. Dla zwiększenia jednorodności odbieranych kryształów podłącza się często specjalne separatory do właściwego krystalizatora.

Rozwiązania te stwarzają szereg trudności konstrukcyjnych i ruchowych, zwłaszcza przy aparatach o dużych zdolnościach produkcyjnych. Szczególne trudności występują przy montażu mieszadeł szybkoobrotowych dużej mocy, które przy kilkumetrowej długości wału wymagają bardzo precyzyjnego wyważenia i solidnego łożyskowania przy równoczesnej dużej szczelności aparatu, który ma pracować w układzie próżniowym.

Próby wprowadzenia wału mieszadła przez dno krystalizatora wykazały również mankamenty wywołane stałymi przeciekami roztworu. Poza tym intensywność cyrkulacji wywołanej mieszadłem mechanicznym zmienia się wraz ze zmianą gęstości tworzącej się zawiesiny. Wydzielenie separatora kryształów poza obręb krystalizatora właściwego prowadzi niejednokrotnie do trudności w odbiorze kryształów na skutek możliwości zatykania się otworu wylotowego zbyt gęstą pulpą krystaliczną.

Celem wynalazku było opracowanie takiego sposobu krystalizacji soli i urządzenia do tego celu służącego, aby zapewnić tworzenie jednorodnych kryształów, bez zaburzeń występujących przy użyciu dotychczasowych urządzeń.

Cel wynalazku zrealizowano przez zastąpienie mieszadła mechanicznego strumienicą cieczową do wywołania intensywnej cyrkulacji pulpy w środkowej części krystalizatora, sprzyjającej szybkiej likwidacji przesylenia

i dyfuzyjnej wymianie masy, oraz stworzenie warunków dla separacji ziaren w dolnej części krystalizatora, przez odpowiednie ukształtowanie jego płaszcza oraz styczne wprowadzenie dodatkowej strugi recyrkulowanej cieczy, która unosi drobniejsze kryształy i umożliwia ich dalszy wzrost, a równocześnie spulchnia złoże i eliminuje trudności przy odbiorze krystalicznego produktu.

Urządzenie do stosowania sposobu według wynalazku czyli krystalizator próżniowy strumienicą cieczową przedstawiono na rysunku schematycznym w pionowym przekroju osiowym. Korpus urządzenia 1 składa się z części górnej cylindrycznej oraz z części dolnej stożkowej o tak dobranej zbieżności, że wysokość części stożkowej uwarunkowana zastosowaniem strumienicy cieczowej i osiągnięciem właściwego efektu rozdzielczego ziarn, powinna być około dwukrotnie większa od wysokości części cylindrycznej.

Rura dyfuzorowa 2 i przegroda opadowa 3 zakończona tacą zbiorczą 4 oddzielają przestrzeń cyrkulacji wstępującej A i zstępującej B od przestrzeni w której ma miejsce klarowanie się roztworu recyrkulowanego C i separacja ziaren D.

Urządzenie wyposażone jest w pompę 5, która pobiera prawie klarowny ług macierzysty z pierścienia przelewowego 6 i tłoczy do dyszy 7 umieszczonej pod rurą dyfuzorową 2 oraz do usytuowanego stycznie króćca 8 w stożkowym dnie krystalizatora. Regulując zaworem 9 natężenie przepływu recyrkulowanego roztworu oraz jego rozdział na strumienicę cieczową i stożek dolny zmienia się intensywność wewnętrznej cyrkulacji pulpy oraz stopień separacji kryształów w krystalizatorze, zależnie od pożądanego wymiaru końcowego ziaren. Z pulpy krystalicznej unoszonej na powierzchnię zwierciadła roztworu w tacy zbiorczej 4 odparowuje pod wpływem próżni część rozpuszczalnika (w większości przypadków wodą), dzięki czemu zostaje roztwór schłodzony i minimalnie przesycony. Obecność kryształów w roztworze przeciwdziała powstawaniu nadmiernej liczby zarodników, gdyż powstałe przesyconie zostaje szybko zlikwidowane na powierzchniach kryształów powodując ich wzrost. Z opadających do dolnej części stożka mieszaniny kryształów zostają mniejsze ziarna ponownie zawrócone do strefy recyrkulacyjnej, na skutek zmiennej prędkości unoszenia, spowodowanej zmianą przekroju poprzecznego aparatu i dodatkowym doprowadzeniem pewnej części roztworu z przewodu tłocznego pompy do bocznika 8. Odbiór kryształów o właściwym wymiarze odbywa się w sposób okresowy lub ciągły króćcem spustowym 10 usytuowanym w dnie krystalizatora. Zasilanie krystalizatora świeżym roztworem odbywa się ze zbiornika pośredniego wprost do przewodu ssącego pompy 11. Nadmiar roztworu odprowadzany jest z krystalizatora przelewem 12 do ponownego przygotowania roztworu zasilającego. Opary rozpuszczalnika uchodzą króćcem 13 do układu kondensującego – próżniowego.

Konstrukcja opisanego krystalizatora próżniowego jest bardzo prosta. Nie posiada on elementów ruchomych, a całość może być wykonana z dowolnego tworzywa metalicznego ewentualnie chroniona gumą lub inną wykładziną chemoodporną, dzięki czemu aparat może znaleźć zastosowanie do procesów krystalizacji z dowolnie agresywnych roztworów.

P r z y k ł a d. W instalacji modelowej ($V = 0,5 \text{ m}^3$) wykonanej wg powyższego opisu prowadzono krystalizację kilku soli nieorganicznych. Zależnie od własności soli i założonych warunków prowadzenia procesu otrzymywano produkty krystaliczne o średnim wymiarze ziarn w granicach od 0,2 do 0,6 mm. Tak np. zasilając instalację roztworem chlorku potasowego nasyconym w temperaturze 70°C i utrzymując w aparacie próżnię rzędu 96% otrzymano:

natężenie zasilania	wydajność kryształów	średni wymiar kryształów
1 roztworu/h	kg/h	mm
30	3,6	0,57
60	7,2	0,45
120	14,4	0,28

Jednorodność odbieranego produktu była duża, bo 40 do 60% całkowitej masy kryształów mieściła się w jednej klasie standardowego kompletu sit. Pod względem pokroju większość kryształów przypominała ziarenka ryżu.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób ciągłej krystalizacji soli z ich roztworów drogą adiabatycznego odparowywania części rozpuszczalnika, znamienny tym, że do procesu krystalizacji i klasyfikacji soli zastosowano podwójną cyrkulację zawiesiny, przy czym obieg cyrkulacji wewnętrznej obejmującej strefy A i B zapewnia strumienica cieczowa (2, 7),

natomiast cyrkulacja klasyfikująca w strefie D spowodowana jest stycznym doprowadzeniem strumienia cieczy przez bocznik (8).

2. Urządzenie do stosowania sposobu według zastrz. 1, zawierające przegrodę opadową, tacę zbiorczą i rurę dyfuzorową, znamienne tym, że składa się ze zbiornika cylindrycznego i stożkowego stanowiących współdziałającą całość, zachowując stosunek wysokości części cylindrycznej do stożkowej około 1:2, przy czym w dolnej części zbiornika stożkowego pod rurą dyfuzorową (2) znajduje się dysza (7) i bocznik (8) połączone z pompą obiegową (5) za pośrednictwem zaworu (9).

