



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

229414

(11)

(B1)

(22) Prihlásené 19 04 82
(21) (PV 2787-82)

(51) Int. Cl.³

B 01 D 9/02

(40) Zverejnené 15 09 83

(45) Vydané 15 04 86

(75)
Autor vynálezu

ŽIAK JOZEF ing., PRIEVIDZA, VAJDA JOZEF ing., STRÁŽSKE,
PAĽO ONDREJ ing., HUMENNÉ

(54) Zariadenie na uskutočňovanie kryštalizácie

1

Vynález rieši technologicky a ekonomicky nenáročné zariadenie na uskutočňovanie kontinuálnej kryštalizácie pevných látok z roztokov, alebo na kontinuálne delenie zmesí frakčnou kryštalizáciou, ktoré zabezpečuje stabilitu a dlhodobú prevádzkovateľnosť výrobného zariadenia.

V procesoch izolácie produktov z reakčných roztokov sa ako jednotková operácia častokrát používa kryštalizácia alebo frakčná kryštalizácia. V závislosti od zloženia roztokov používaných v procese izolácie, ako aj v závislosti od požiadaviek na granulometrické zloženie výsledného kryštalického produktu, prípadne i ďalšie fyzikálno-chemické vlastnosti produktu, sa proces kryštalizácie uskutočňuje rôznymi spôsobmi. Na možnosť kontinualizácie procesu kryštalizácie značne vplyva schopnosť izolovanej látky vytvárať kryštály vhodného granulometrického zloženia, pričom je známe, že na veľkosť získavaných kryštálov vplyva okrem podmienok kryštalizácie i prítomnosť prímiesí v kryštalizačných roztokoch.

Pomerne jednoduchá je situácia v tom prípade, keď získavaný produkt je prakticky chemickým individuom. V takomto prípade vhodnou voľbou podmienok kryštalizácie možno proces kontinualizovať bez väčších problémov. Už použitie klasifikačného kryštalizátora dáva dobré výsledky, takže nie sú potrebné úpravy dostupných technologických zariadení.

Pomerne veľké, prakticky doteraz neriešiteľné sú problémy s kontinualizáciou zariadenia na izoláciu produktu, ktorý je zmesou viacerých zložiek vytvárajúcich za podmienok kryštalizácie kryštály s rôznymi najmä fyzikálnymi vlastnosťami. Ide hlavne o izoláciu takých produktov, u ktorých je podstatný rozdiel v granulometrickom zložení, najmä v priemere získaných kryštálov.

Typickým príkladom takéhoto systému je priemyselná výroba pentaerytritolu kondenzáciou formaldehydu a acetaldehydu v alkalickom prostredí. Podľa druhu použitého alkalického katalyzátora a v závislosti od podmienok reakcie vzniká okrem monopentaerytritolu, ktorý je hlavným produktom, ešte značné množstvo vyšších derivátov pentaerytritolu a vedľajších reakčných produktov (Berlow E., Bart R. H., Snow J. E.: The Pentaerytritol, Reinhold Publ. Corp., New York 1964). Zatiaľ čo väčšinu vedľajších produktov možno odstrániť na základe ich dobrej rozpustnosti vo vode vyššie deriváty pentaerytritolu, najmä dipentaerytritol a tripentaerytritol vypadávajú v procese kryštalizácie súčasne s hlavným produktom. Rozdiel vo veľkosti kryštálov monopentaerytritolu a dipentaerytritolu je veľký a využíva sa na vzájomné oddeľovanie týchto produktov (Nem. pat. 706 617).

Pri doteraz používanom zariadení na uskutočňovanie kryštalizácie týchto produktov sa uskutočňuje odber suspenzie kryštálov z kryštalizáta iba jedným odberovým prvkom vyústeným v spodnej časti kryštalizátora. Pri tomto usporiadaní dochádza i napriek intenzívnemu miešaniu k rozvrstveniu kryštálov pozdĺž kryštalizátora, pričom rozvrstvenie je závislé od priemeru vzniklých kryštálov.

Keďže vyššie deriváty pentaerytritolu vytvárajú častice s minimálnym priemerom, hromadia sa tieto postupne v kryštalizátore. Ich obsah narastá, až dosiahne takú hodnotu, že sa prakticky znemožní činnosť následných jednotkových operácií, najmä odstreďovania alebo filtrácie kryštalického produktu, premývania filtračného koláča, sušenia finálneho produktu a pod.

Aby sa predišlo uvedeným problémom, využíva sa na izoláciu produktu diskontinuálne pracujúce zariadenie. Diskontinualizáciou procesu sa však uvedené nedostatky odstránia iba čiastočne, pretože pri použití diskontinuálneho zariadenia dochádza k podstatným výkyvom v kvalite produktu získavaného v jednotlivých izolačných cykloch ale aj zloženie produktu izolovaného v priebehu jedného cyklu nie je rovnaké. Výkyvy v zložení produktu a teda v jeho kvalitatívnych parametroch nepriaznivo vplyvajú na spracovateľské vlastnosti finálneho produktu.

Uvedené nedostatky odstraňuje zariadenie na uskutočňovanie kryštalizácie, najmä kontinuálnej frakčnej kryštalizácie podľa vynálezu s deleným odberom kryštálov, pozostávajúce najmenej z jedného kryštalizátora a pomocných zariadení, ktorého podstata spočíva v tom, že odberové prvky sú na kryštalizátore situované najmenej v dvoch rôznych úrovniach vzhľadom na vertikálnu os kryštalizátora, s výhodou v hornej a spodnej tretine kryštalizátora.

Výhodou riešenia podľa predkladaného vynálezu je, že jednoduchou konštrukčnou úpravou možno realizovať kryštalizátor vhodný aj pre kontinuálny delený odber kryštálov s dobrým technickým účinkom. Možnosť kontinualizácie procesu kryštalizácie a tým i následných jednotkových operácií izolácie kryštalických produktov sa kladne prejaví v stabilizácii celého výrobného zariadenia a akostných parametrov finálneho výrobku.

Zariadenie umožňuje kontinuálnu kryštalizáciu produktov obsahujúcich zložky so značným rozdielom v priemere kryštálov, ako aj kontinuálne delenie zmesi produktov frakčnou kryštalizáciou. Zariadenie pozostáva minimálne z jedného kryštalizátora, spravidla so zabudovaným adaptérom upravujúcim hydraulické pomery v kryštalizátore opatreného vhodným miešacím zariadením.

Na miešanie obsahu kryštalizátora možno napríklad použiť klasický spôsob miešania zabudovaním miešadla do kryštalizátora, alebo použiť na miešanie nútenú cirkuláciu obsahu kryštalizátora zabudovaním cirkulačného okruhu s cirkulačným miešadlom. V prípade miešania klasickým spôsobom je prívod čerstvého roztoku alebo prúd suspenzie z predchádzajúceho kryštalizátora vyústený priamo do kryštalizátora. Pri cirkulačnom miešaní je prívod týchto médií vyústený spravidla do cirkulačného potrubia.

Na chladenie roztoku v kryštalizátore možno využiť konvenčný systém, a to použitím duplikátora alebo chladiaceho hada. Účelnejšie je však využitie chladenia odparovaním používaného rozpúšťadla za zníženého tlaku, prípadne kombinácie dvoch postupov.

Zariadenie podľa predkladaného vynálezu je charakterizované tým, že kontinuálny odber suspenzie aspoň u jedného z kryštalizátorov použitých na izoláciu produktu sa uskutočňuje najmenej pomocou dvoch odberových prvkov situovaných v rôznych výškach kryštalizátora pričom vstup aspoň jedného z odberových prvkov je v hornej polovici kryštalizátora, s výhodou v jeho hornej tretine. V prípade frakčnej kryštalizácie sa delený odber suspenzie z kryštalizátora uskutočňuje iba v tom kryštalizátore, v ktorom kryštalický produkt tvorí zmes najmenej dvoch zložiek.

Vyústenie odberových prvkov môže byť do spoločnej odberovej predlohy, prípadne každý z odberových prvkov môže byť vyústený samostatne. Odtah suspenzie z kryštalizátorov je zabezpečený ich napojením na vakuový alebo pretlakový systém, pričom tlakové pomery sú diferencované tak, aby zabezpečovali kontinuálny odber suspenzie všetkými odberovými prvkami. Toto možno dosiahnuť napojením kryštalizátorov a odberových predlôh na rôzne zdroje tlaku, prípadne napojenia na jeden zdroj je potrebné upraviť tlakové pomery, napríklad vhodnou voľbou regulačných prvkov.

Zariadenie na uskutočňovanie kryštalizácie zobrazené na priloženom obrázke pozostáva z miešaného kryštalizátora 1 a ďalších pomocných zariadení. Použiť možno ľubovoľný typ kryštalizátora, u ktorého pomer jeho základných rozmerov (dĺžky a šírky) je väčší ako 1. Do kryštalizátora 1 sa roztok privádza vstupným potrubím 2, ktorého vyústenie môže byť podľa druhu miešania kryštalizátora buď priamo do kryštalizátora 1 alebo do cirkulačného okruhu 4.

Miešanie kryštalizátora môže zabezpečovať bežný typ kotvového alebo vrtulového miešadla 3 v závislosti od viskozity kryštalizačného roztoku, alebo je miešanie zabezpečené cirkuláciou roztoku cirkulačným potrubím 4. Chladenie kryštalizátora sa môže uskutočňovať pomocou duplikátora 5, vstavaného chladiaceho systému alebo odparovaním časti rozpúšťadla za zníženého tlaku.

Nepretržité prevádzkovanie zariadenia podľa tohoto vynálezu umožňuje riešenie odberových prvkov 6 a 7. Tieto sú umiestnené v dvoch rôznych úrovniach vzhľadom na vertikálnu os kryštalizátora. Navrhované riešenie odberových prvkov zabráňuje hromadeniu jemných kryštalických podielov v kryštalizátore a zabezpečuje tak možnosť dlhodobého kontinuálneho prevádzkovania zariadenia. Vyústenie odberových prvkov môže byť buď jednotlivo do rôznych odberových predlôh 8, 9 alebo spoločne do jednej odberovej predlohy. Kontinuálny odber suspenzie z kryštalizátora sa zabezpečuje zapojením zariadenia na regulovaný vakuový alebo pretlakový systém.

Ďalej uvedené príklady dávajú lepší obraz o popisovanom zariadení a jeho funkcii, nevyčerpávajú však všetky možnosti, najmä konštrukčného napojenia pomocných zariadení.

P r í k l a d 1

Suspenzia vzniknutá ochladením vodného roztoku, obsahujúceho 27,3 % hmot. monopentaerytritolu, 2,8 % hmot. dipentaerytritolu a malé množstvo vedľajších produktov z kondenzácie formaldehydu a acetaldehydu v alkalickom prostredí, na teplotu 50 °C sa z prvého kryštalického stupňa privádza kontinuálne v množstve 3 600 kg.h⁻¹ do kontinuálne pracujúceho kryštalizátora 1. Vstup suspenzie 2 je vyústený do cirkulačného obvodu 4.

Miešanie kryštalizátora 1 je zabezpečené miešadlom 3 alebo pomocou cirkulačného čerpadla cirkulačným obvodom 4. Obsah kryštalizátora sa chladí na teplotu 25 až 30 °C odparovaním vody z nastrekovanej suroviny za zníženého tlaku v kombinácii s chladením pomocou teplozmenného systému 5. Odber suspenzie z kryštalizátora 1 sa uskutočňuje kontinuálne

pomocou dvoch odberových prvkov 6 a 7, ktoré sú vyústené do odberových predlžh 8, 9. Kontinuálny odber suspenzie a chladenie obsahu kryštalizátora je zabezpečený napojením zariadenia na vákuový systém pomocou potrubí 10, 11.

Nasávacia časť odberového prvku 6 je umiestnená v hornej tretine kryštalizátora 1 a nasávacia časť odberového prvku 7 je v spodnej časti kryštalizátora 1. Pomer množstva suspenzie odoberanej z oboch vynášacích potrubí je 1:9.

Po homogenizácii, filtrácii a vysušení sa získa produkt s obsahom 85 až 87,5 % hmot. monopentaerytritolu a 9,5 až 11,5 % hmot. dipentaerytritolu v množstve 800 kg.h^{-1} .

P r í k l a d 2

Za podmienok uvedených v príklade 1 sa použije iba jednostupňový odťah suspenzie kryštálov z kryštalizátora 1 pomocou odberového prvku 7. Za týchto podmienok sa získa produkt, ktorý na začiatku kryštalizácie obsahuje iba 5,5 % hmot. dipentaerytritolu a jeho koncentrácia vo výslednom produkte sa s dobou kryštalizácie mení iba pomaly. Zbytok dipentaerytritolu sa postupne hromadí v kryštalizátore a negatívne vplýva na možnosť kontinuálneho prevádzkovania zariadenia.

P r í k l a d 3

V prvom stupni frakčnej kryštalizácie sa zo suspenzie vzniknutej ochladením roztoku rovnakého zloženia ako v príklade 1 na teplotu 40 až 45 °C oddelí kryštalická fáza, čím sa získa prakticky čistý monopentaerytritol v množstve 400 kg.h^{-1} .

Matečný lúh získaný v prvom stupni frakčnej kryštalizácie sa privádza do kontinuálne pracujúceho kryštalizátora 1 s upravenými odberovými prvkami podľa tohoto vynálezu, pričom kryštalizácia sa uskutočňuje rovnako ako v príklade 1. Na výstupe sa získa 400 kg.h^{-1} produktu s obsahom 18 až 20 % hmot. dipentaerytritolu a zloženie produktu ani zloženie suspenzie v druhom kryštalizačnom stupni sa v závislosti na čase nemení.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Zariadenie na uskutočňovanie kryštalizácie, najmä kontinuálnej frakčnej kryštalizácie, s deleným odberom kryštálov, pozostávajúce najmenej z jedného kryštalizátora a pomocných zariadení, vyznačujúca sa tým, že odberové prvky (6, 7) sú na kryštalizátore situované najmenej v dvoch rôznych úrovniach vzhľadom na vertikálnu os kryštalizátora, s výhodou v hornej a spodnej tretine kryštalizátora.

