



(19) **UA** (11) **79 628** (13) **C2**  
(51)МПК

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ  
УКРАИНЫ

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ УКРАИНЫ

(21), (22) Заявка: а200502038, 16.07.2003

(24) Дата начала действия патента: 10.07.2007

(30) Приоритет: 08.08.2002 US 60/402,020

(46) Дата публикации: 10.07.2007C01D 3/00  
20070101CFI20070115RMUA

(86) Заявка РСТ:  
РСТ/EP03/07692, 20030716

(72) Изобретатель:

Майер Матео Йозеф Жак, NL,  
Гертман Роберт Михал, NL,  
Деммер Рене Лодевейк Мария, NL

(73) Патентовладелец:

АКЦО НОБЕЛЬ Н.В., NL

(54) СПОСОБ ВЫПАРНОЙ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ СОЛЕВЫХ КОМПОЗИЦИЙ И ИХ ПРИМЕНЕНИЕ В ПРОЦЕССАХ ЭЛЕКТРОЛИЗА

(57) Реферат:

Способ выпарной кристаллизации для получения солевых композиций включает стадию, на которой получают маточный раствор, который содержит эффективное количество ингибитора роста кристаллов, включающий по меньшей мере один сахарид или производное сахара, для получения соли высокой чистоты. Соль может быть промыта уменьшенным количеством промывной воды, и в то же время содержать меньшие количества K, Br, SO<sub>4</sub> и/или Ca. Влажная

соль может быть получена частичной сушкой указанных кристаллов соли. Полученную соль применяют в процессах электролиза и в целях потребления.

Официальный бюлетень "Промышленная собственность". Книга 1 "Изобретения, полезные модели, топографии интегральных микросхем", 2007, N 10, 10.07.2007. Государственный департамент интеллектуальной собственности Министерства образования и науки Украины.



(19) **UA** (11) **79 628** (13) **C2**  
(51) Int. Cl.

MINISTRY OF EDUCATION AND SCIENCE OF  
UKRAINE

STATE DEPARTMENT OF INTELLECTUAL  
PROPERTY

(12) **DESCRIPTION OF PATENT OF UKRAINE FOR INVENTION**

(21), (22) Application: a200502038, 16.07.2003

(24) Effective date for property rights: 10.07.2007

(30) Priority: 08.08.2002 US 60/402,020

(46) Publication date: 10.07.2007C01D 3/00  
20070101CFI20070115RMUA

(86) PCT application:  
PCT/EP03/07692, 20030716

(72) Inventor:

Mayer Mateo Jozef Jacques, NL,  
Geertman Robert Michael, NL,  
Demmer Rene Lodewijk Maria, NL

(73) Proprietor:

AKZO NOBEL N.V., NL

(54) **evaporative crystallisation process for obtaining salt compositions and use thereof in electrolysis processes**

(57) Abstract:

The invention relates to an evaporative crystallisation process to make salt compositions which includes a step wherein a mother liquor containing an effective amount of a crystal growth comprising at least one saccharide or saccharide derivative is formed, to form high-purity salt. The salt can be washed with a reduced amount of washing water while still containing lower amounts of K, Br, SO<sub>4</sub> and/or Ca.

The high-purity salt can be obtained after drying of the salt crystals formed. A wet salt can be obtained by partially drying said salt crystals.

Official bulletin "Industrial property". Book 1 "Inventions, utility models, topographies of integrated circuits", 2007, N 10, 10.07.2007. State Department of Intellectual Property of the Ministry of Education and Science of Ukraine.



(19) **UA** (11) **79 628** (13) **C2**  
(51)МПК

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ

(12) ОПИС ВІНАХОДУ ДО ПАТЕНТУ УКРАЇНИ

(21), (22) Дані стосовно заявки:  
а200502038, 16.07.2003

(24) Дата набуття чинності: 10.07.2007

(30) Дані стосовно пріоритету відповідно до Паризької  
конвенції : 08.08.2002 US 60/402,020

(46) Публікація відомостей про видачу патенту  
(деклараційного патенту): 10.07.2007C01D 3/00  
20070101CFI20070115RMUA

(86) Номер та дата подання міжнародної заявки  
відповідно до договору РСТ:  
РСТ/EP03/07692, 20030716

(72) Винахідник(и):

Майєр Матео Йозеф Жак, NL,  
Гертман Роберт Міхал, NL,  
Деммер Рене Лодевейк Марія, NL

(73) Власник(и):

АКЦО НОБЕЛЬ Н.В., NL

(54) СПОСІБ ВИПАРНОЇ КРИСТАЛІЗАЦІЇ ДЛЯ ОДЕРЖАННЯ СОЛЬОВИХ КОМПОЗИЦІЙ ТА ЇХ  
ЗАСТОСУВАННЯ В ПРОЦЕСАХ ЕЛЕКТРОЛІЗУ

(57) Реферат:

Спосіб випарної кристалізації для одержання  
сольових композицій включає стадію, на якій  
отримують маточний розчин, що містить ефективну  
кількість інгібітору росту кристалів, який  
включає щонайменше один сахарид або похідне  
сахариду, для одержання солі високої чистоти.

Сіль може бути промита зменшеною кількістю  
промивної води, і в той же час містити менші  
кількості K, Br, SO<sub>4</sub> і/або Ca. Волога сіль може  
бути одержана частковим сушінням вказаних  
кристалів солі. Одержану сіль застосовують в  
процесах електролізу та для цілей споживання.

## Опис винаходу

Даний винахід відноситься до способу отримання солі (хлориду натрію) високої чистоти, а також до застосування отриманої високочистої солі для виготовлення розсолу, розчину вказаної солі у воді, для операцій електролізу, де процес електролізу переважно використовує мембранні осередки.

Сіль і волога сіль давно відомі. Звичайним способом виготовлення вказаної солі є випарна кристалізація розсолу з подальшими стадіями промивання і сушіння. Вказаний розсіл звичайно отримують розчиненням природного джерела NaCl у воді. Розсіл буде містити також K, Br, SO<sub>4</sub> і/або Ca, групи, які звичайно присутні в джерелі NaCl. Недоліком звичайного способу є те, що сіль, яка отримується, має дефекти кристалічної решітки і містить включення, тобто невеликі кармани маточного розчину від процесу випарної кристалізації (присутні в порожнинах кристалів солі). Через ці дефекти і включення (волога) сіль, а також розсіл, що отримується з неї, забруднені сполуками, присутніми в маточному розчині. Зокрема, кількість K, Br, SO<sub>4</sub> і/або Ca, що вносяться, досить велика. До цього часу для зниження концентрації забруднень застосовували додаткові стадії промивання і сушіння, такі як енергоємні стадії центрифугування. Особливо, якщо отримуваний з солі або вологої солі розсіл повинен використовуватися в сучасних мембранних електролітичних осередках, відомо, що вказані забруднення приводять до менш економічних операцій електролізу. Нарешті, коли сіль або волога сіль містить більше забруднень, збільшиться виведення відходів електролітичних виробництв.

З цих причин існує потреба в поліпшеній солі і вологій солі, що має більш низький рівень забруднень, яка може бути отримана більш економічно і може бути використана для виготовлення розсолу для процесів електролізу.

Мета даного винаходу - запропонувати спосіб випарної кристалізації для отримання високочистих сольових композицій, який включає стадію, де утворюється маточний розчин, що містить інгібітор росту кристалів, який є ефективним, промислово привабливим і, переважно, харчової чистоти. Далі, метою даного винаходу є поліпшення властивостей вільної текучості солі, що отримується таким чином.

Автори несподівано виявили, що сольові композиції можуть бути отримані із зниженим рівнем K, Br, SO<sub>4</sub> і/або Ca і при використанні меншої кількості промивної води або промивного розсолу при операціях промивання. Це означає, що зростає енергетична ефективність процесу виробництва солі. Спосіб отримання таких високочистих сольових композицій характеризується тим, що під час випарної кристалізації для утворення кристалів солі маточний розчин містить ефективну кількість інгібітору росту кристалів, що включає, щонайменше, один сахарид або похідне сахариду. Вказана сіль може бути промита меншою кількістю промивної води, і в той же час містить менші кількості K, Br, SO<sub>4</sub> і/або Ca. Після сушіння отримують поліпшену сольову композицію. Вологу сіль можна отримати, опустивши стадію сушіння, або тільки частковим сушінням кристалів солі.

У доповнення, було виявлено, що при використанні інгібітору росту кристалів, що включає сахарид або похідне сахариду, згідно з даним винаходом в процесі отримання високочистих сольових композицій властивості вільної текучості кристалів солі можуть бути поліпшені за рахунок зміни форми кристалів.

Далі було виявлено, що розподіл розміру кристалів може регулюватися шляхом використання в процесі отримання інгібітору росту кристалів згідно з винаходом.

Термін "високочиста сіль", як він використаний в описі, призначений для позначення солі, яка кристалізована з розсолу з використанням інгібітору росту кристалів, в якій вміст K і/або Br, і/або SO<sub>4</sub>, і/або Ca, щонайменше, на 5% нижчий, ніж у випадку солі, кристалізованої з вказаного маточного розчину, без використання інгібітору росту кристалів. Відповідно, під "ефективною кількістю інгібітору росту кристалів" мається на увазі, що інгібітор росту кристалів згідно з даним винаходом присутній в маточному розчині в такій кількості, що вміст K і/або Br, і/або SO<sub>4</sub>, і/або Ca в кристалізованій з нього солі, щонайменше, на 5% нижчий, ніж у випадку солі, кристалізованої з вказаного маточного розчину без використання вказаного інгібітору росту кристалів.

Інгібітор росту кристалів згідно з винаходом включає, щонайменше, один сахарид або похідне сахариду. Мається на увазі, що термін "сахарид", як він використаний в описі, включає моносахариди (тобто вуглеводи, які звичайно мають 3-9 атомів вуглецю) і олігосахариди. Термін "олігосахариди" відноситься до вуглеводів, що мають 2-20 моносахаридних ланок. Переважно, в способі за винаходом застосовують моносахариди або олігосахариди, що включають 2-10 моносахаридних ланок. "Вуглеводи" використані в своєму звичайному значенні для позначення продуктів формули C<sub>x</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>y</sub>.

У способі згідно з даним винаходом можуть бути використані також похідні сахаридів. Модифіковані (дериватизовані) сахариди переважно вибирають з групи, що складається з дегідратизованих сахаридів, етерифікованих сахаридів, сахаридів, які несуть одну або декілька фосфатних груп, одну або декілька фосфонатних груп, одну або декілька фосфіногруп, одну або декілька сульфатних груп, одну або декілька сульфонатних груп, одну або декілька аміногруп, солей лужних, лужноземельних або перехідних металів модифікованих сахаридів, і солей лужних, лужноземельних або перехідних металів сахаридів. Більш переважно сахариди вибирають з групи, що складається з дегідратизованих сахаридів, етерифікованих сахаридів, і солей лужних або лужноземельних металів (модифікованих) сахаридів. Ще більш переважно модифікований сахарид є етерифікованим сахаридом. Але найбільш переважно інгібітор росту кристалів згідно з винаходом включає немодифікований сахарид.

Прийнятними моносахаридами є, наприклад, глюкоза, фруктоза, галактоза, маноза, арабіноза, ксилоза, ліксоза, рибоза і їх похідні. Прийнятними олігосахаридами є, наприклад, сахароза, лактоза, мальтоза,

рафіноза, інулін і їх похідні. Сахариди, які можуть бути використані згідно з винаходом, включають також (частково) окислені сахариди і їх похідні. Приклади переважних окислених (модифікованих) сахаридів включають галактарову кислоту, глюконову кислоту, манонову кислоту і їх похідні. У переважному здійсненні як інгібітор росту кристалів використовують розчин, що містить, щонайменше, один сахарид або похідне сахариду, у воді. Наприклад, для цієї мети може бути використаний апельсиновий сік.

(Модифіковані) сахариди можуть бути у відкритій формі або в формі  $\alpha$ - або  $\beta$ -кільця. Якщо кільце є відкритим, (модифікований) сахарид є кетоном або альдегідом, який звичайно називається, відповідно, кетозою і альдозою.

Можливо також використати в способі отримання високочистих сольових композицій згідно з винаходом інгібітор росту кристалів, що включає, щонайменше, один металевий комплекс сахариду або похідне сахариду, визначеного вище. Переважно застосовують комплекси кальцію і/або заліза. Якщо як метал використовують залізо, з успіхом можуть бути використані і дво- і тривалентні іони (феро- і фери-іони, відповідно). Кальцій переважний в його +2 стані. Комплекси металів, які можуть бути використані згідно з винаходом, можуть бути одноядерними або двоядерними. У останньому випадку два іони металу зв'язуються в комплекс двома молекулами (модифікованого) сахариду. Поліядерні комплекси метал- (модифікований) сахарид також можуть бути використані. Якщо як метал використовують залізо, часто утворюються двоядерні комплекси. Звичайно оксогрупа або гідроксильна група утворюють місток між двома центрами заліза.

Використання інгібіторів росту кристалів, що включають, щонайменше, один сахарид або похідне сахариду, у випарному способі отримання сольових композицій має декілька переваг. По-перше, застосування (модифікованих) сахаридів відкриває можливість виготовлення інгібіторів росту кристалів харчової чистоти. (Модифіковані) сахариди звичайно недорогі і легко доступні, що робить їх привабливими для промисловості. Далі, вони не містять ніяких груп  $\text{CH}_2$  або  $\text{CH}_3$ . Відомо, що присутність таких груп приводить до утворення небажаних хлороформу і/або інших хлорованих органічних сполук при операціях електролізу. Далі, інгібітори росту кристалів, що включають, щонайменше, один сахарид або похідне сахариду, згідно з винаходом можуть бути використані в порівняно низьких кількостях.

Встановлено, що (модифіковані) сахариди так само ефективні як інгібітор утворення накипу  $\text{CaCO}_3$  харчової чистоти в процесі отримання солі при концентраціях звичайно нижчих за 5-10ч/млн.

Зазначимо, що термін "сіль", як він використаний в даному описі, означає всі типи солі, у яких більш ніж 25%мас. складає  $\text{NaCl}$ . Переважно, така сіль містить більше за 50%мас.  $\text{NaCl}$ . Більш переважно сіль містить більше за 75%мас.  $\text{NaCl}$ , тоді як сіль, що містить більше за 90%мас.  $\text{NaCl}$  є найбільш переважною. Сіль може бути садною морською сіллю (сіллю, отриманою випаровуванням води з розсолу з використанням сонячного тепла), кам'яною сіллю і/або підземним сольовим відкладенням. Переважно вона є підземним сольовим відкладенням, що розробляється за допомогою видобутку розчиненням.

Термін "волога сіль" використаний для позначення хлориду натрію, що містить значну кількість води. Більш конкретно, це сіль, яка містить воду, яка більш ніж на 50%мас. складається з  $\text{NaCl}$ . Переважно така сіль містить більше за 90%мас.  $\text{NaCl}$ . Більш переважно сіль містить більше за 92%мас.  $\text{NaCl}$ , тоді як сіль по суті з  $\text{NaCl}$  і води є найбільш переважною. Волога сіль буде містити більше за 0,5, переважно більше за 1,0, більш переважно більше за 1,5%мас. води. Переважно, вона містить менше за 10мас.%, більш переважно менше за 4мас.% і найбільш переважно менше за 4мас.% води. Звичайно сіль буде містити 2-3%мас. води. Всі масові проценти подані з розрахунку на масу всієї композиції. Вказану вологу сіль можна висушити звичайними способами для отримання висушеної солі.

Коли в процесі випарної кристалізації згідно з даним винаходом використовують інгібітор росту кристалів, що включає, щонайменше, один сахарид або похідне сахариду, переважно утворюється високочиста сіль, яка має об'ємну густину, що перевищує 0,7г/куб.см. Переважно, отримана високочиста сіль має об'ємну густину нижчу за 2,5г/куб.см, більш переважно нижчу за 2,0г/куб.см. У залежності від використовованого (модифікованого) сахариду і умов використовованого способу може бути отримана високочиста сіль, що включає переважно кристали октаедричної форми, тобто сіль, в якій-кристали мають (111) грань. Вказана октаедрична сіль має зменшене число включень і менше оклюдованого маточного розчину в порівнянні з кубічними кристалами, утвореними за відсутності інгібітору росту кристалів. Завдяки зниженому числу дефектів решіток і меншій кількості оклюдованого маточного розчину концентрації  $\text{K}$ ,  $\text{Br}$ ,  $\text{SO}_4$  і/або  $\text{Ca}$  знижувалися переважно більш ніж на 5%, більш переважно більш ніж на 10%, ще більш переважно більш ніж на 15% і найбільш переважно більш ніж на 20% в порівнянні з концентраціями в солі, отриманій з такого ж розчину солі при таких же умовах, але без додання інгібітору росту кристалів. Було також виявлено, що промивання октаедричних кристалів солі було більш ефективним, ніж промивання кубічних кристалів солі, так що кількість промивної води може бути зменшена. У результаті під час стадії промивання розчиняється менше солі, збільшуючи і швидкість отримання солі, і енергетичну ефективність процесу. Вказана високочиста октаедрична сіль виходить в процесі випарної кристалізації згідно з даним винаходом, коли в маточному розчині присутня достатня кількість прийнятного інгібітору росту кристалів, що включає, щонайменше, один (модифікований) сахарид. Достатня кількість прийнятного інгібітору росту кристалів присутня, якщо будь-які кристали з (111) гранню виявляються в одному з двох наступних тестів. У першому тесті, певну кількість інгібітору росту кристалів додають в 1000-мл скляну хімічну склянку, яка обладнана магнітною мішалкою і містить 450мл демінералізованої води і 150г високочистої  $\text{NaCl}$  (фармацевтичної чистоти). Склянку накривають скляною пластинкою, але накривають так, щоб газова фаза всередині склянки знаходилася в прямому необмеженому контакті з повітрям. Склянку потім нагрівають до умов утворення флегми (біля 110 °C). Підведення тепла вибирають так, щоб протягом періоду від 15 до 60 хвилин кристалізувалось біля 2-10г солі. Кристали відділяють від маточного розчину,

наприклад, центрифугуванням, і сушать. У даному тесті, рівень сушіння не є критичним доти, поки кристали не розчиняються (повторно) або змінюються, наприклад, під впливом механічних сил. Якщо аналіз за допомогою (оптичної) мікроскопії показує кристали з (111) гранями, була використана достатня кількість інгібітору росту кристалів. Однак було виявлено, що для деяких (модифікованих) сахаридів необхідні неприйнятно великі завантаження вказаних (модифікованих) сахаридів для отримання кристалів октаедричної форми.

Інший тест, який може бути використаний для визначення того, чи присутня достатня кількість інгібітору росту кристалів для отримання високочистої октаедричної солі під час випарної кристалізації, є наступним. У вимірній посудині біля 200мл насиченого розчину солі з температурою 60°C перемішують магнітною мішалкою.

Потім до насиченого розчину солі додають кількість інгібітору росту кристалів згідно з винаходом і розчиняють. Розчин вміщують у витяжну шафу і після охолодження до 20 °C і 2 діб випаровування води при 20°C кристали аналізують. Якщо аналіз методом (оптичної) мікроскопії показував кристали з (111) гранями, то була використана достатня кількість інгібітору росту кристалів.

Переважаю, кількість інгібітору росту кристалів, присутнього в маточному розчині процесу випарної кристалізації, складає менше за 50000мг/кг маточного розчину. Переважаю використовують менше 20000мг/кг, більш переважно менше 5000мг/кг, ще більш переважно менше 1500мг/кг, і найбільш переважно менше 300мг/кг маточного розчину. Звичайно використовують більше за 10мг, переважно більше за 12,5мг, і найбільш переважно більше за 14мг інгібітору росту кристалів на 1кг маточного розчину процесу випарної кристалізації. При таких концентраціях інгібітору росту кристалів, в залежності від умов процесу, високочиста сіль може утворитися, наприклад, в формі кубічної солі або сферичній солі, і, переважно, в формі октаедричної солі.

Встановлено, що інгібітор росту кристалів згідно з винаходом працює як антипіпінний агент вже при концентраціях настільки низьких як приблизно 10мг, переважно 25мг, найбільш переважно 50мг на 1кг маточного розчину. Більш того при концентраціях вище ніж приблизно 1500мг/кг маточного розчину інгібітор росту кристалів згідно з винаходом працює як некорозійний агент.

(Вологу) високочисту сіль згідно з даним винаходом переважно використовують для отримання розсолу для процесів електролізу і найбільш переважно для сучасних мембранних електролітичних процесів. Високочиста сіль, отримана описаним вище чином, може також використовуватися для цілей споживання. Вона, наприклад, придатна як столова сіль. При останньому застосуванні, зручно мати кристали з хорошою текучістю. Тому іншою метою винаходу було поліпшення властивостей вільної текучості високочистої солі.

Автори виявили, що застосування у випарному процесі інгібітору росту кристалів, що включає, щонайменше, один сахарид або похідне сахариду, не тільки дає в результаті сіль поліпшеної чистоти, але в залежності від вибору (модифікованого) сахариду і умов процесу можна також змінити форму кристалів. Виявилось, що сферичні кристали замість октаедричних можуть бути отримані шляхом застосування у випарному процесі вмісного (модифікований) сахарид інгібітору росту кристалів, як він визначений вище, і, наприклад, більш високої температури процесу. Сферичні кристали можуть бути також отримані при використанні менших кількостей вмісного (модифікований) сахарид інгібітору росту кристалів, ніж ті кількості, які дають кристали октаедричної форми.

Згідно з незв'язувальною теорією механізм утворення сферичних кристалів є наступним. При звичайних умовах процесу, іншими словами, без додання інгібітору росту кристалів, октаедричні кристалічні грані, тобто (111) грані, будуть рости з більшою швидкістю, ніж кубічні кристалічні грані. Отже, будуть утворюватися кристали кубічної форми. Однак якщо інгібувати росту вказаних октаедричних граней, наприклад, доданням інгібітору росту кристалів згідно з даним винаходом, форма кристалів буде змінюватися з кубічною на октаедричну. Якщо ріст (111) граней просто загальмувати (знижити), замість того, щоб інгібувати, буде виникати перехідна ситуація, в якій сіль не буде ні кубічною, ні октаедричною. У вказаній перехідній ситуації кристали є приблизно сферичними.

Завдяки вказаній приблизно сферичній формі кристалів взаємний тісний контакт між гранями частинок солі зменшується, і це в свою чергу приводить до чудової текучості. Сферична високочиста сіль згідно з винаходом є тому особливо відповідною для споживчих цілей.

Переважаю вона використовується як столова сіль.

Зазначено, що відомо, що додання певних хімікатів до маточного розчину у випарному процесі може впливати на форму кристалів солі і на утворення включень в солі. Повідомлялося, наприклад, що хлорид свинцю, хлорид кадмію і сульфат марганцю при доданні до кристалічної маси, що випаровується, знижують число порожнин і, отже, число включень і кількість оклюдованого маточного розчину. Однак, такі хімікати є небажаними. Вони можуть не тільки негативно впливати на операції електролізу, вони можуть також потрапити в столову сіль, що виробляється з використанням тієї ж установки, що, як правило, є небажаним.

[Патенти JP-A-01-145319 і JP-A-01145320] описують, відповідно, застосування гексаметафосфату натрію і поліакрилату в процесі випарної кристалізації для виготовлення сухої поліедричної солі з поліпшеною текучістю, що може використовуватися для поліпшення збуту продукту, для якого призначена суха сіль. Відомо, що вказана суха сіль містить менше 0,5% води.

[Патент US 5021079] стосується отримання хлориду натрію в плоскій тетраедричній кристалічній формі шляхом обробки водного розчину хлориду натрію розчином конкретного залізовмісного каталізатора. Розчин каталізатора отримували доданням хлориду заліза до водного розчину, отриманого обробкою кристобаліту водною мінеральною кислотою. Розчин додатково містить сахарид, такий як сахароза, і біхромат натрію або подібне. Немає вказівки на те, що розчин каталізатора може бути застосований для виготовлення (вологої) солі із зниженим рівнем K, Br, SO<sub>4</sub> і/або Ca більш економічним шляхом.

Було також виявлено, що шляхом додання інгібітору росту кристалів згідно з винаходом до маточного

розчину під час процесу отримання солі можна впливати на розподіл розмірів кристала. Виявилося, що ключове значення для визначення розподілу розмірів кристалів має спосіб, яким відмірюють інгібітор росту кристалів під час виробничого процесу. Було знайдено, що, коли інгібітор росту кристалів додають до маточного розчину порціями, може бути отримана збільшена кількість дрібних кристалів і збільшена кількість великих кристалів. Розподіл розмірів кристалів може бути визначений при аналізі за допомогою оптичної мікроскопії. Також спостерігалось, що підвищення кількостей інгібітору росту кристалів в маточному розчині приводить до утворення більш дрібних кристалів. Переважно діаметр кристалів d50, тобто діаметр, при якому 50%мас. кристалів мають більш великий діаметр кристала, а 50%мас. кристалів мають менший діаметр, може бути здвигнутий більш ніж на 10% в порівнянні з розміром кристалів, вирощених у відсутності інгібітору росту кристалів тільки зміною кількості інгібітору росту кристалів в маточному розчині.

#### Експериментальна частина

Для отримання октаедричної солі під час випарної кристалізації була використана наступна методика. У вимірній посудині біля 200мл насиченого розчину солі з температурою 60°C перемішували магнітною мішалкою. Потім до насиченого розчину солі додавали 30мг d (+)-сахарози і розчиняли її. Розчин вміщували у витяжну шафу і після охолодження до 20°C і 2 діб випаровування води при 20°C вивчали кристали методом оптичної мікроскопії. Було знайдено, що утворилися кристали NaCl з (111) гранями.

Оскільки не потрібно якого-небудь очищення, отримана таким чином волога сіль найбільш підходить для використання в процесах електролізу. Це особливо важливе для операцій електролізу, де застосовують мембранні осередки. Більш того було знайдено, що волога сіль може бути піддана додатковій стадії сушіння для отримання відомої високочистої сухої солі. Така високочиста суха сіль може бути використана, наприклад, як сіль фармацевтичної міри чистоти.

У іншому експерименті у випарному процесі до маточного розчину додавали 100ч/млн апельсинового соку. Експеримент проводили, як описано вище, і отримані кристали солі досліджували методом оптичної мікроскопії.

Було знайдено, що були отримані переважно сферичні кристали солі.

### Формула винаходу

1. Спосіб випарної кристалізації для одержання сольових композицій, що включає стадію, де утворюється маточний розчин, який містить ефективну кількість інгібітору росту кристалів, що включає щонайменше один сахарид або похідне сахариду, і де ефективна кількість інгібітору росту кристалів складає менше за 50000 мг на 1 кг маточного розчину, з утворенням октаедричної або сферичної високочистої солі, в якій вміст K і/або Br, і/або SO<sub>4</sub>, і/або Ca щонайменше на 5% нижчий, ніж в солі, кристалізованій з того ж маточного розчину, але без використання інгібітору росту кристалів.

2. Спосіб за п. 1, що додатково включає стадію промивання кристалізованої солі.

3. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, що додатково включає стадію сушіння солі так, що отримують сіль або вологу сіль.

4. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, в якому сахарид або похідне сахариду присутні в своїй нативній формі або в окисненій формі.

5. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, в якому похідне сахариду вибирають з групи, що складається з дегідратованих сахаридів, етерифікованих сахаридів, сахаридів, які несуть одну або декілька фосфатних груп, одну або декілька фосфонатних груп, одну або декілька фосфіногруп, одну або декілька сульфатних груп, одну або декілька сульфонатних груп і/або одну або декілька аміногруп, солей лужних, лужноземельних або перехідних металів модифікованих сахаридів і солей лужних, лужноземельних або перехідних металів сахаридів.

6. Спосіб за п. 4, в якому інгібітор росту кристалів включає сіль Ca і/або Fe сахариду або похідне сахариду.

7. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, в якому інгібітор росту кристалів включає щонайменше один (модифікований) сахарид, вибраний з групи, що складається з глюкози, фруктози, галактози, манози, арабінози, ксилози, ліксози, рибози, сахарози, лактози, мальтози, рафінози, інуліну, галактарової кислоти, глюконової кислоти, манової кислоти і їх похідних.

8. Застосування розсолу, отриманого з солі, отриманої в результаті здійснення способу за будь-яким з попередніх пунктів, в процесах електролізу.

9. Застосування розсолу за п. 8 в мембранному електролізному осередку.

10. Застосування солі, отриманої в результаті здійснення способу за будь-яким з пп. 1-7, для цілей споживання.

Офіційний бюлетень "Промислова власність". Книга 1 "Винаходи, корисні моделі, топографії інтегральних мікросхем", 2007, N 10, 10.07.2007. Державний департамент інтелектуальної власності Міністерства освіти і науки України.