



**Wirtschaftspatent**

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

**214 767**

Int.Cl.<sup>3</sup> 3(51) B 01 D 9/02

**AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN**

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP B 01 D/ 2495 335

(22) 05.04.83

(44) 24.10.84

(71) VEB KOMBINAT KALI, DB FORSCHUNG, SONDRERSHAUSEN, DD

(72) BUECHNER, REINHARD, DIPL.-ING., DOERING, GUENTER, DIPL.-CHEM., TIMAEUS, EKKEHARD, DIPL.-ING., DD;

(54) **VORRICHTUNG ZUR KRISTALLISATION ANORGANISCHER SALZE DURCH TIEFKUEHLEN**

(57) Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Kristallisation anorganischer Salze aus ihren Lösungen durch direkten Wärmeübergang mit einem organischen Wärmezwischenträger, ohne daß dieser seinen Aggregatzustand ändert. Ziel und Aufgabe der Erfindung bestehen darin, durch zweckentsprechende apparative Gestaltung die Voraussetzungen zur großtechnischen Nutzung des direkten Wärmeüberganges zur Kristallisation anorganischer Salze durch Tiefkühlen zu schaffen. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß zum ersten eine Vorrichtung zur Gegenstromwärmeübertragung entwickelt wurde, die für den Mehrphasenwärmeaustausch zwischen Salzlösung und organischem Wärmezwischenträger geeignet ist, zum anderen wird diese Vorrichtung mit anderen Apparaten verbunden, in denen die Prozeßstufen Klärung, Kristallisation und Tiefkühlung ablaufen. Die Gesamtanlage bewirkt u. a. eine höhere Wertstoffgewinnung und einen geringen spezifischen Wärmeverbrauch.

Titel der Erfindung

Vorrichtung zur Kristallisation anorganischer Salze  
durch Tiefkühlen

5 Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Kristalli-  
sation anorganischer Salze aus ihren Lösungen durch  
direkten Wärmeübergang mit einem organischen Wärme-  
zwischensträger, ohne daß dieser seinen Aggregatzustand  
10 ändert.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Die indirekte Kühlung von Salzlösungen auf Temperaturen  
unterhalb der Sättigungsgrenzen führt zu apparativen  
15 Schwierigkeiten wegen der Bildung von Ansätzen an den  
Übertragungsflächen der Wärmeübertragungsvorrichtungen.  
Bei bekannten Kühlerkonstruktionen, die unter anderen  
von Serowy beschrieben wurden, wird der auskristalli-  
sierte Feststoff durch Kratzeinrichtungen abgeschabt.  
20 Die dafür verwendeten Vorrichtungen sind instand-  
haltungsaufwendig und sichern trotzdem keine gute Wärme-  
übertragung. Aus diesem Grunde sind Verfahren und Vor-  
richtungen bekannt geworden, die den Wärmeübergang an  
festen Wänden vermeiden und die Kühlung durch Verdampfen  
25 von anorganischen oder organischen Flüssigkeiten bei  
direkter Wärmeübertragung vorsehen. Seit langem wurden  
Vakuumkühlanlagen nach diesem Prinzip unter Ausnutzung

der Verdampfungswärme des Wassers, wie sie von Autenrieth ( Winnacker-Kühler, Chemische Technologie, Band 1, München 1970 ) beschrieben wurden, angewendet. Bei tiefen Temperaturen werden die Drücke immer geringer und bei  $P = 610 \text{ Pa}$  erreicht man das Eisgebiet des Wassers und muß mit Reifansätzen rechnen. Mit der Temperatur von  $0^\circ$  ist die Grenze der technischen Realisierbarkeit erreicht. Andere Kühlverfahren, wie im DD-WP 46 843 dargestellt, erreichen die Kühlung durch die Verdampfung von fein verteilten, meist anorganischen, Hilfsstoffen, die mit der Salzlösung nicht mischbar sind.

Die Dämpfe der organischen Hilfsstoffe sind häufig toxisch und/oder explosionsgefährlich oder teuer, wie zum Beispiel die Fluorkohlenwasserstoffe.

Allen Vorrichtungen, die mit der Verdampfung zum Zwecke der Kühlung arbeiten, ist der Nachteil gemeinsam, daß die Verdampfung nahezu isotherm verläuft. Das ist energetisch ungünstig und erfordert zur Minderung dieses Nachteils eine große Anzahl von Apparaten in Kaskadenschaltung.

Desweiteren wurden bereits Verfahren beschrieben, die für die Wärmeübertragung einen flüssigen Wärmezwischenträger benutzen, ohne daß dieser dabei seinen Aggregatzustand ändert.

Diese Verfahren stellen einen wesentlichen Fortschritt dar, sind jedoch ohne die besondere Berücksichtigung technologischer und apparativer Bedingungen nicht wirtschaftlich im großtechnischen Maßstab einsetzbar. So wurde bereits in der CS-PS 98 465 vorgeschlagen, Kalziumnitrat-tetrahydrat aus einer Lösung durch Verrühren mit kaltem Benzin auszufrieren, wobei das Benzin und die Lösung im wesentlichen im Gleichstrom geführt werden.

Im DD-WP 62 848 wurde die vorteilhafte Gegenstromführung der Medien angegeben, ohne auf die apparative Lösung des Problems näher einzugehen. Es wurde weiterhin in der FR-PS 1 560 568 vorgeschlagen, den Wärmezwischenträger durch Öffnungen einzuführen, die in der Seitenwand einer Kolonne angebracht sind. Es ist leicht einzusehen, daß

bei großen Kolonnendurchmessern diese Methode nicht praktikabel ist, da der zur Verfügung stehende Kolonnenumfang mit dem Kolonnendurchmesser nur linear wächst, während die Menge des zu verteilenden Wärmezwischenträgers quadratisch ansteigt. An gleicher Stelle wurde zur Realisierung einer betriebssicheren Fahrweise empfohlen, verschiedene Materialien, wie zum Beispiel Teflon, Polyäthylen, PVC und andere, die für die Kristalle eine geringe Adhäsion besitzen, als Konstruktionsmaterialien einzusetzen. Das ist in der Großtechnik nicht möglich. Die als energetisch besonders vorteilhaft hervorgehobene geringe Differenz zwischen den Temperaturen der Lösung und des Wärmezwischenträgers von  $\leq 5$  K ist ohne konstruktive Vorkehrungen an dem Tauschapparat ebenfalls großtechnisch nicht realisierbar.

Allen bisherigen Vorschlägen ist gemeinsam, daß es nicht gelingt, die zwei Grundparameter Durchsatz, der den Durchmesser des Apparates bestimmt und Wärmeübertragung beziehungsweise energetischer Wirkungsgrad, der die Länge des Apparates festlegt, mit den entsprechenden Bedingungen für die Kristallisation wie Keimbildung und Kornwachstum in Übereinstimmung zu bringen. In der CS-PS 98 465 wird zur Sicherung der Kristallgröße ein Kristaller mit Umlauf der Lösung angewendet, der energetisch ungünstig ist. Ebenfalls energetisch nachteilig ist eine Kristallisationsrückführung zur heißen Lösung, wie sie von Letan (Ind. Engng. Chem., Washington 1973, S. 300 ff.) vorgeschlagen wurde.

### 30 Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, die Mängel bekannter Verfahren zu beseitigen und die Voraussetzungen zur großtechnischen Nutzung des direkten Wärmeüberganges zur Kristallisation anorganischer Salze durch Tiefkühlen zu schaffen.

### Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die technische Aufgabe zugrunde, durch eine zweckentsprechende apparative Gestaltung die Kri-

stallisation anorganischer Salze durch Tiefkühlen nach dem Prinzip des direkten Wärmeüberganges mittels eines Wärmezwischenträgers mit hohem Effekt im großtechnischen Maßstab zu ermöglichen.

5 Es wurde gefunden, daß die zur Wärmeübertragung und Kristallisation benutzte Flüssig-/Flüssig-Sprühkolonne besonders geeignet ist, wenn folgende apparative Merkmale berücksichtigt werden :

- 10 - Die Flüssig-/Flüssig-Sprühkolonne besteht aus drei Sektionen, der eigentlichen säulenförmigen Wärmeübertragungssektion, deren Längen/Durchmesser Verhältnis gleich oder größer 5 ist und den oben und unten anschließenden Sumpfsektionen und deren Durchmesser gegenüber der Wärmeübertragungssektion vergrößert sind und die zur Wärmeübertragungssektion hin konischen Übergangsstücke besitzen.
- 15 - Die Einführung des Wärmezwischenträgers in der Sumpfsektion erfolgt durch gesonderte Verteilereinrichtungen, die dem thermodynamisch günstigen Volumenstrom entsprechend der Wasserwertgleichheit von Wärmezwischenträger und Lösung angepaßt sind. Das entspricht einem Volumenverhältnis von 1 Teil Lösung und 2 bis 3 Teilen Wärmezwischenträger.
- 20 - Zur Verminderung der Rückvermischung und für bessere Bedingungen zur Wärmeübertragung befinden sich in der säulenförmigen Wärmeübertragungssektion trichterförmige Einbauten zur Neuverteilung der dispersen und kontinuierlichen Phase, die den größten Teil des Querschnittes abdecken und zwischen Säulenwand und Trichteraußenkante einen Ringspalt für eine Phase freilassen sowie einen weiteren Durchlaß für die zweite Phase aufweisen. Unterstützt wird die Wirkung der Trichter durch vertikale Schwingungen geringer Frequenz und Amplitude.
- 25 - Die Trichter weisen ebenso wie die Innenflächen der gesamten Sprühkolonne einen Überzug aus einem hydrophoben, oleophilen Material auf. Dadurch wird eine Benetzung mit der kristallisierenden Lösung verhindert, die
- 30
- 35

Bildung von Inkrustationen durch Salz ausgeschlossen und ein störungsfreier Betrieb gesichert.

- 5 - Die Neigung der Trichter und des konusförmigen Kolonnenbodens in der Sumpfsektion ist so steil anzuordnen, daß das Kristallisat leicht abrutscht und sich nicht ablagern kann. Gegen die Horizontale ist ein Winkel von gleich oder größer  $45^{\circ}$  zu wählen.

- 10 - Der Abzug der abgekühlten Lösung und des Kristallisates ist so vorzunehmen, daß die Trennschicht zwischen dem koaleszierten Wärmezwiscenträger und der Lösung im Bereich des Kolonnenkopfes verbleibt.

Das geschieht durch eine Regelung des Ablaufes am Sumpf der Kolonne, während für den Ablauf des Wärmezwiscenträgers keine gesonderte Vorrichtung notwendig und ein freier Auslauf ausreichend ist. Grundlage für die  
15 Regelung des Ablaufes ist die Erfassung der Trennschicht über die Dichtedifferenz oder die Leitfähigkeitsänderung an der Trennschicht.

- 20 - Der ordnungsgemäße Betrieb der Sprühkolonne, charakterisiert durch das Aufsteigen des spezifisch leichteren Wärmezwiscenträgers im Gegenstrom zu der zu kühlenden Lösung, wird durch eine Flutpunktüberwachung, die sich in der Sumpfsektion unterhalb des Wärmezwiscenträgereintrittes befindet, kontrolliert. Die Flutpunktüberwachung  
25 erfaßt den nicht nach oben steigenden Wärmezwiscenträger und vermindert über einen Eingriff den Zulauf des Wärmezwiscenträgers und/oder der zu kühlenden Lösung und/oder den Auslauf aus dem Sumpf der Kolonne.

- 30 - Durch unvollständige Phasentrennung am Kolonnenkopf oder durch Fehlen beim An- und Abfahren des Prozesses kann Lösung durch den Wärmezwiscenträgerablauf in der Kopfsektion die Kolonne verlassen. Dieser Lösungsteil muß aus dem Wärmezwiscenträgerkreislauf entfernt  
35 werden und darf auf keinen Fall gemeinsam mit dem Wärmezwiscenträger in die Förderpumpe des Säulenzulaufes gelangen, da dort eine Emulsionsbildung erfolgt. Deshalb wird der Wärmezwiscenträger im Vor-

ratstank soweit oberhalb des Tankbodens abgezogen,  
daß ein Zulauf von Lösung ausgeschlossen wird. Die  
Trennschicht zwischen Wärmezwiscenträger und Lösung  
wird durch Messung kontrolliert. Für diese Lösung ist  
5 ein Bodenablaß vorgesehen.

Es ist besonders vorteilhaft, wenn die oben beschriebene  
Flüssig-Flüssig-Sprühkolonne durch nachfolgende weitere  
Einrichtungen ergänzt wird. Dazu wird der Kolonne mit  
ihren strömungs- und wärmetechnisch determinierten Ab-  
10 messungen erfindungsgemäß eine Kristallisationsstufe  
zugefügt, in der die Nachkristallisation ohne weitere  
Kühlung, jedoch bei erhöhter Trübedichte erfolgt.

Die Kristallisationsstufe ist ganz auf die speziellen  
Bedingungen der Kristallisation ausgelegt, und die Trübe-  
15 dichte wird durch eine Feststoffrückführung aus dem nach-  
geschalteten Klärer eingestellt.

Die aus dem Auslauf am Sumpf der Kolonne ablaufende ge-  
kühlte Lösung und das Kristallisat enthalten noch An-  
teile an Wärmezwiscenträgern, die zwar gering sind und  
20 die Flutpunktüberwachung nicht ansprechen lassen, aber  
aus Gründen der Ökonomie, des Umweltschutzes und anderen  
Faktoren abzutrennen sind.

Erfindungsgemäß wird die Kolonne hauptsächlich den wärme-  
technischen Bedingungen angepaßt, ein ungehinderter Aus-  
25 trag des Kristallisates angestrebt, eine Ölabscheidung  
außerhalb der Kolonne vorgenommen und auf eine zusätz-  
liche Erweiterung der Sumpfsektion verzichtet. Zweck-  
mäßigerweise wird der für die Kristallisatabtrennung  
notwendige Klärer so ausgelegt und ausgerüstet, daß die  
30 eingedickte Kristallisatsuspension, die geklärte Lösung  
und der Wärmezwiscenträger den Klärer getrennt ver-  
lassen. Das wird durch eine Kastenrinne oder Tauchwand  
erreicht, die die auf dem Klärer schwimmende Wärme-  
zwiscenträgerschicht vom Auslauf der Lösung fernhält.

35 Die Leistung des Klärers kann durch den bekannten La-  
melleneinbau gesteigert werden, wobei die Lamellen  
hydrophobe oleophile Oberflächen aufweisen und die

Koaleszenz der feinen Wärmezwischenträgertropfen beschleunigen.

Erfindungsgemäß kann das Tiefkühlen der Lösung mit großem energetischen Effekt mit einer Kälte- und Wärmerückgewinnung betrieben werden. Dazu wird die abgekühlte und geklärte Lösung in Wärmeübertragern beliebiger Bauart gegenüber dem Wärmezwischenträger im Gegenstrom geführt; die Lösung erwärmt sich, eine Ansatzbildung durch Kristallisation tritt nicht auf, und der Wärmezwischenträger wird vor Eintritt in den Verdampfer der Kälteanlage vorgekühlt. Dadurch kann die erforderliche Kälteleistung erheblich gesenkt werden. Die durch den Kälteprozeß freigesetzte Kondensationswärme wird zweckmäßigerweise zur weiteren Vorwärmung der ursprünglich gekühlten Lösung im Verflüssiger benutzt.

#### Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachfolgend an einem Ausführungsbeispiel und anhand von 3 Zeichnungen näher erläutert werden, wobei

Figur 1: die schematische Darstellung der Flüssig-Flüssig-Sprühkolonne

Figur 2: das technologische Schema der Vorrichtung zur Kristallisation und

Figur 3: die trichterförmigen Einbauten in der Sprühkolonne

enthalten.

In einer Flüssig-Flüssig-Sprühkolonne werden  $110 \text{ m}^3$  Salzlösung/h mit den Gehalten von 90 g KCl/l; 125 g  $\text{MgCl}_2$ /l; 90 g  $\text{MgSO}_4$ /l; 115 g NaCl/l; 865 g/l  $\text{H}_2\text{O}$ ; Dichte  $1,285 \text{ g/cm}^3$  von  $30^\circ\text{C}$  auf  $0^\circ\text{C}$  abgekühlt. Dabei entstehen 7,1 t Salz entsprechend den Gleichgewichtsbedingungen. Entgegen dem Lösungsstrom steigen  $300 \text{ m}^3$  Dieselöl als Wärmezwischenträger in Tropfenform von den Einspeisestellen in der Sumpfsektion 3 durch die Wärmeübertragungssektion 1 zum Kopf der Kolonne. Dabei wärmt sich das Öl

von  $-13^{\circ}\text{C}$  auf  $17^{\circ}\text{C}$  auf.

Die dazu verwendete Kolonne ist in Figur 1 schematisch dargestellt und hat folgende Abmessungen :

Kolonnendurchmesser 2800 mm, Erweiterung der Kopf- und Sumpfsektion 2; 3 auf 4200 mm Durchmesser durch schlanke Übergangsstücke 4; 5 mit einem Winkel von  $60^{\circ}$ . Der

zylindrische Teil der Kopf- und Sumpfsektion 2; 3 ist jeweils 4000 mm lang, die eigentliche Wärmeübertragungssektion 1 ist 15000 mm lang. Innerhalb der Wärmeüber-

tragungssektion 1 befinden sich drei trichterförmige Einbauten 7 entsprechend Figur 3 in einem Abstand von 4000 mm voneinander. Der größte Durchmesser der Trichter beträgt 2760 mm, der kleinste Durchmesser am Ölaustritt 416 mm, der Kegelwinkel  $60^{\circ}$ . Die vertikale Schwingung

hat eine Amplitude von 20 mm bei einer Frequenz von 0,33 Schwingungen/s. Die Innenflächen der Säule 1 bis 6 und die Trichter 7 wurden mit Epoxidharz behandelt, um eine Ablagerung von Salz zu verhindern. Für die Trichterfassung 8 wird eine Differenzdruckmessung am Kopf der Kolonne eingesetzt. Der vertikale Abstand der Meßstellen beträgt 1000 mm. Über einen Vergleich mit einem vorgegebenen Sollwert, in diesem Falle der Mittelwert der entsprechenden Druckdifferenzen der reinen Lösung und des reinen Öles, in Höhe von 1000 mm Wassersäule wird der Abzug der abgekühlten Lösung 13 zusammen mit dem Kristallisat geregelt 9 vorgenommen.

Die Flutpunktüberwachung 11 erfolgt ebenso wie die Trennschichterfassung über eine Differenzdruckmessung. Sinkt der Differenzdruck durch Anwesenheit des spezifisch leichten Öles im Bereich der Sumpfsektion und unterhalb der Öleinspeisung auf einen niedrigen Wert ab, der sich deutlich von dem entsprechenden durch die Lösung und das Kristallisat hervorgerufenen Differenzdruck unterscheidet, so werden der Ölzulauf und der Lösungszulauf 12 geschlossen.

Der Ablauf des Öles 10 aus der Kopfsektion der Kolonne 2 führt direkt in den Ölvorratstank 16, der einen Durchmesser von 8000 mm hat und in dem sich mitgeführte Lösung absetzen kann. Der Ölabzug 18 der Pumpe liegt 1000 mm über dem Boden, so daß ein ausreichend großer Sumpf zur Verfügung steht. Die Höhe der Lösungsschicht 17 über dem Boden wird durch Differenzdruckmessung festgestellt. Bei der Kühlung der Salzlösung der oben aufgeführten Zusammensetzung fällt ein Kristallisat an, das neben KCl auch  $\text{MgSO}_4$  enthält. Die KCl-Kristallisation erfolgt fast vollständig bis zum Sättigungswert. Bei der  $\text{MgSO}_4$ -Kristallisation, häufig als Schönit, wird nur etwa  $\frac{1}{3}$  der Wertstoffmenge durch Kristallisation in der Kolonne gewonnen. Die Nachbehandlung in einem  $40 \text{ m}^3$ -Rührkristallisator 20, dem aus dem nachfolgenden Klärer  $15 \text{ m}^3$  Suspension/h mit einem Feststoffgehalt von 450 g/l zugeführt werden, baut die  $\text{MgSO}_4$ -Übersättigung weitgehend ab. Die gekühlte Lösung und das Kristallisat werden zur Abtrennung von Ölresten sowie zur Eindickung der Suspension und zur Gewinnung der feststofffreien gekühlten Lösung einem Horizontalklärer 22 von 5000 mm Breite und 20000 mm Länge zugeführt.

Der Feststoff wird kontinuierlich durch eine Schnecke zu einem zentralen Auslauf geräumt und von dort teilweise zum Kristallisator 20 zurückgeführt. Die geklärte Lösung 23 läuft an der dem Zulauf gegenüberliegenden Stirnwand frei ab. Das sich ansammelnde Öl 26 schwimmt auf der Lösung in Richtung Auslauf 24 und wird durch eine eintauchende, querliegende Kastenrinne 25 vom Format  $200 \times 300 \text{ mm}$  aufgenommen. Die Einlaufkante liegt kurz oberhalb des Horizontes der geklärten Lösung.

Zur Verminderung der Kälteleistung des Kühlaggregates 30 wird die tiefe Temperatur der gekühlten feststofffreien Lösung zur Vorkühlung des Öles 32 ausgenutzt. Dazu werden Rohrbündelwärmeübertrager mit einer Fläche von jeweils  $496 \text{ m}^2$  eingesetzt. In diesen wird das Öl von  $17^\circ \text{C}$  auf  $7^\circ \text{C}$  gekühlt und die Lösung von  $1^\circ \text{C}$  auf  $12^\circ \text{C}$  erwärmt. Die weitere Vorwärmung 31 der Lösung auf  $25^\circ \text{C}$  erfolgt.

durch Nutzung der Kondensationswärme des Kältemaschinen-  
prozesses als Wärmerückgewinnung.

## Erfindungsanspruch

1. Vorrichtung zur Kristallisation anorganischer Salze durch Tiefkühlen gekennzeichnet dadurch, daß eine Kolonne entsprechend Figur 1 zur Gegenstromwärmeübertragung mittels einer Mehrphasenströmung zwischen einer anorganischen Salzlösung und dem gekühlten organischen Wärmezwiscenträger und der damit verbundenen Kristallisation der anorganischen Salze infolge temperaturbedingter Löslichkeitserniedrigung benutzt wird, bestehend aus einer Wärmeübertragungssektion (1) mit einem Längen/Durchmesser Verhältnis gleich oder größer als 5 an die sich oben und unten über konische Übergangsstücke Sumpfsektionen (2) und (3) anschließen, die mindestens eine 1,5fache Fläche gegenüber der Wärmeübertragungssektion aufweisen und dem Salzlösungseintritt beziehungsweise den Austritt des Wärmezwiscenträgers sowie den Wärmezwiscenträgereintritt beziehungsweise den Austritt der Salzlösungs-Suspension dienen, und mit einem Rührkessel oder Schlaufenreaktor (20) zum Abbau der Restübersättigung der aus der Kolonne austretenden gekühlten Lösung bei erhöhter Trübedichte, einem Klärapparat (22) zur Dreiphasentrennung von Wärmezwiscenträgerresten, auskristallisiertem Salz und Mutterlösung, einem Vorratstank (16) zur Aufnahme des Wärmezwiscenträgers mit einer Abzugsstelle (18) oberhalb einer Absetzzone für mitgerissene Salzlösung, einem Wärmeübertrager (32) zur Vorkühlung des Wärmezwiscenträgers durch die kalte Mutterlösung und einer Kälteerzeugungsanlage (29, 30 und 31) zur Restkühlung des Wärmezwiscenträgers auf die Einsatztemperatur so zusammengeschaltet werden, wie es in Figur 2 dargestellt ist.
2. Vorrichtung zur Kristallisation anorganischer Salze durch Tiefkühlen nach Punkt 1 gekennzeichnet dadurch, daß zur Intensivierung der Wärmeübertragung die Wärmeübertragungssektion (1) mit trichterförmigen

Einbauten (7) gemäß Figur 3 zur Neuverteilung der dispersen in der kontinuierlichen Phase ausgerüstet wird, wobei die Neigung der Trichter gegenüber der Horizontalen einen Winkel gleich oder größer  $45^{\circ}$  bilden, und der Einbau so vorgenommen wird, daß zwischen Trichteraußenkante und Mantelfläche der Kolonne ein Ringspalt (14) verbleibt, durch den das kristallisierte Salz in die untere Sumpfsektion (3) tritt, während die Neuverteilung des Wärmezwichenträgers durch Freistrahlauflösung nach dem Durchtritt durch die kleine Trichteröffnung (15) erfolgt, die mit einer Haube überdeckt ist.

3. Vorrichtung zur Kristallisation anorganischer Salze durch Tiefkühlen nach Punkt 1 und 2 gekennzeichnet dadurch, daß die Wirkung der trichterförmigen Einbauten durch vertikale Schwingungen geringer Frequenz und Amplitude verstärkt wird.

4. Vorrichtung zur Kristallisation anorganischer Salze durch Tiefkühlen nach Punkt 1 bis 3 gekennzeichnet dadurch, daß die Innenflächen der Kolonne und die Flächen der trichterförmigen Einbauten einen Überzug aus hydrophoben, olephilen Material besitzen.

5. Vorrichtung zur Kristallisation anorganischer Salze durch Tiefkühlen nach Punkt 1 gekennzeichnet dadurch, daß die Kolonne in der oberen Sumpfsektion mit einer Einrichtung zur Erfassung der Trennschicht zwischen Salzlösung und Wärmezwichenträger ausgerüstet ist, die auf der Basis der Dichte- oder Leitfähigkeitsänderung arbeitet, und der Abzug der Salzlösungssuspension aus der unteren Sumpfsektion in Abhängigkeit vom Stand der Trennschicht im oberen Sumpf geregelt wird.

6. Vorrichtung zur Kristallisation anorganischer Salze durch Tiefkühlen nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die Kolonne in der unteren Sumpfsektion mit einer Einrichtung zur Flutpunktüberwachung unterhalb des Wärmezwiscenträgereintrittes ausgerüstet ist, die auf der Basis der Dichte- oder Leitfähigkeitsänderung arbeitet und beim Fluten den Zulauf des Wärmezwiscenträgers und/oder der zu kühlenden Lösung und/oder den Ablauf aus der unteren Sumpfsektion vermindert.

Hierzu 2 Blatt Zeichnung

Fig. 1

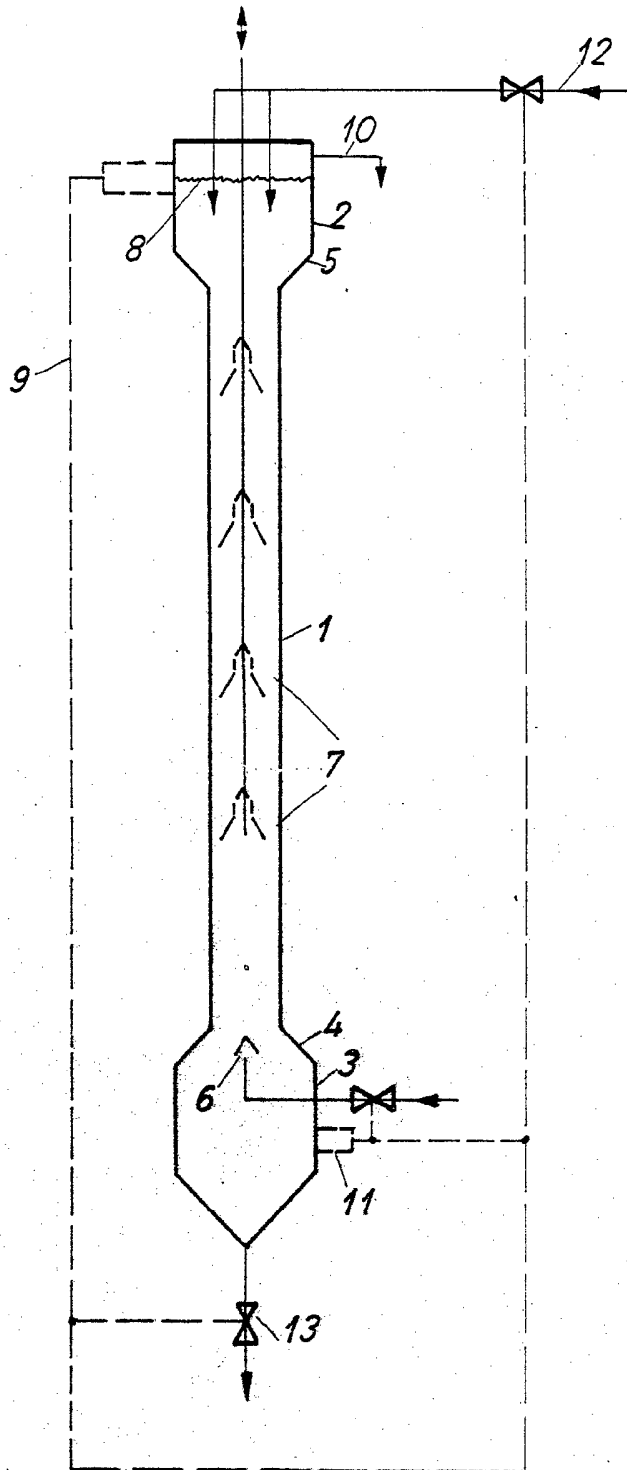


Fig. 3

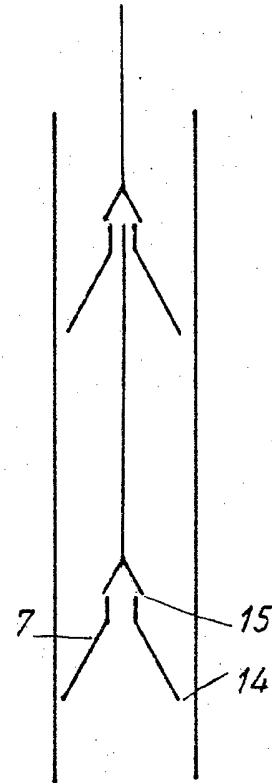


Fig. 2

