

ÖZET**KÜRE-ŞEKLİ KRİSTALLERİN ÜRETİMİNE YÖNELİK BİR SÜREKSİZ
KRİSTALİZASYON ÜNİTESİ**

5

Mevcut buluş küre-şekilli kristallerin üretilmesi için, iç yüzeyi sert bir malzemeden, konik ya da kubbe tabanlı (12) oval ya da dairesel bir profile sahip, uzunluğunun çoğu boyunca solüsyonun ve/veya solüsyon ve kristal süspansiyonunun soğutulması için bir çoğaltıcı (4) ve de hız kontrolünü ve dolayısıyla sert bir malzemeden yapılmış 2 tampon (5) içeren aracın iç yüzeyi ile birlikte karıştırıcının mekanik hareketinin araç içerisindeki kristallerin yuvarlaklığı üzerindeki etki oranını sağlayan bir sürücüyü (9) sahip, sert bir malzemeden yapılmış yüksek-hızlı bir karıştırıcı (8) ile donatılmış metalik bir silindirik araçtan meydana gelen ve öte yandan aracın, üstünde yer alan ve sirkülasyon boru hattının (11) 1 bağımsız devresinin ısıtılmış solüsyonun ve/veya ısıtılmış solüsyon ve kristal süspansiyonunun açık bir rotora sahip sirkülasyonlu en az 1 santrifüj pompası (2) vasıtasıyla ve en az 1 borulu bir ısı eşanjörü (3) içerisinde girişi için dışarıdan kendisine bağlandığı 1 delik (10) ile sağlandığı ve çoğaltıcı (4) ile birlikte kristal süspansiyonun soğuma eğrisi civarındaki kontrollü periyodik sıcaklık değişimlerini sağlarken bir yandan da bir ara-bağlantı boru hattının (13) aracın kristalizörünün (1) sirkülasyon boru hattının (11) bir devresine bağlanan tabanına (12) bağlandığı bir kristalizör (1) içeren süreksiz bir

10

15

20

kristalizasyon ünitesini tanıtmaktadır.

İSTEMLER

1. Bir süreksiz kristalizasyon ünitesi içerisinde amonyum perkloratın küre-şekli kristallerinin üretimine yönelik bir yöntem olup, aşağıdakileri içermektedir

5

- en az 120 HB, tercihen en az 200 HB oranında bir sertliğe sahip olan bir malzemeden yapılmış iç yüzeyi ile bir metalik silindirik araçtan meydana gelen bir kristalizör (1), burada silindirik araç, uzunluğu boyunca solüsyonun ve/veya solüsyon ve kristallerin süspansiyonunun soğutulması için bir çifte soğutma ceketini (4) ve en az 120 HB, tercihen en az 200 HB oranında bir sertliğe sahip olan bir malzemeden yapılmış bir yüksek-hızlı karıştırıcı (8) ile donatılan bir konik ya da kubbe tabanlı (12) oval ya da dairesel bir enine kesite sahiptir, burada yüksek-hızlı karıştırıcı (8), hız kontrolünü ve dolayısıyla en az 120 HB, tercihen en az 200 HB oranında bir sertliğe sahip olan bir malzemeden yapılmış en az 2 tampon (5) içeren aracın iç yüzeyi ile birlikte araç içerisinde kristallerin yuvarlaklığı üzerinde karıştırıcının mekanik hareketinin etki oranını sağlayan bir sürücüyü (9) sahiptir,
- bir sirkülasyon devresi (11) ; ve
- kristalizörün (1) tabanına (12) ve sirkülasyon devresinin (11) en az bir koluna bağlanan bir ara bağlantı (13) boru hattı;

20

burada özelliği aracın, üst kısmında sirkülasyon devresinin (11) en az 1 bağımsız kolu ile donatılan en az 1 delik (10) içermesi, söz konusu sirkülasyon devresinin, en az 1 sirkülasyon pompası (2) aracılığıyla ve çifte soğutma ceketini (4) ile birlikte, soğuma eğrisi etrafında kristal süspansiyonun sıcaklıklarının kontrollü periyodik değişikliklerinin sağlanması amacıyla bir ısıtılmış solüsyonun ve/veya solüsyon ve kristallerin ısıtılmış süspansiyonunun girişi için en az 1 ısı eşanjörü (3) ile söz konusu deliğe (10) dışarıdan bağlanmasıdır.

25

2. İstem 1'e göre bir yöntem olup, **özelliliği** sirkülasyon devre koluna (11) bağlanmadan önce ara bağlantı boru hattının (13), daha sonra işlenmek üzere kristalleri tahliye etmek için, tercihen otomatik bir durdurma valfine (7) sahip bir dallanma borusuna (6) sahip bir dallanma elemanını (14) içermesi ile karakterize edilir.

30

3. İstem 2'ye göre bir yöntem olup, **özelliliği** dallanma elemanının (14), bir T-parça olması ile ve durdurma valfinin (7) bir valf, musluklu valf, kanatlı valf ya da sürgülü valf olması ile

karakterize edilir.

4. İstem 1'e göre bir yöntem olup, **özelliği** malzemenin paslanmaz çelik, emaye metal ya da cam olması ile karakterize edilir.

5

5. İstem 1'e göre bir yöntem olup, **özelliği** eşanjörün (eşanjörlerin) bir boru şeklinde ısı eşanjörü (eşanjörleri) olması ile karakterize edilir.

10

6. İstem 1'e göre bir yöntem olup, **özelliği** sirkülasyon pompasının (pompalarının) aynı malzemeden bir açık rotorlu bir santrifüjlü pompa(lar) olması ile karakterize edilir.

7. İstem 1'e göre bir yöntem olup, **özelliği** küre-şekilli kristallerin yaklaşık 100 mikrometre ile yaklaşık 300 mikrometre arasında, tercihen yaklaşık 200 mikrometrelik orta büyüklükte bir boyutta kristaller olması ile karakterize edilir.

15

TARİFNAME**KÜRE-ŞEKİLLİ KRİSTALLERİN ÜRETİMİNE YÖNELİK BİR SÜREKSİZ
KRİSTALİZASYON ÜNİTESİ**

5

Teknik alan

Buluş orta-boyutlu, küre-şekilli kristallerin, tercihen amonyum perklorat kristallerinin (APC) üretilmesi için kullanılacak süreksiz bir kristalizasyon ünitesi ile ilgilidir.

10

Önceki teknik

Önceki teknikte küre-şekilli kristallerin üretilmesi için çeşitli yöntemler açıklanmıştır. Hem teoride hem de pratikte, küçük kristallerin büyük kristallere göre daha yüksek bir çözünürlük sergilediği ve dikdörtgen bir kristal yüzeyin küre-şekilli bir yüzeye göre daha kolay bir şekilde çözüldüğü bilinmektedir. Sıcaklığın doymuş solüsyon sıcaklığı etrafında periyodik olarak dalgalanacağı şekilde gerçekleştirilen kristalizasyon bu olguya dayalıdır. Böylece kristal çekirdekleri, küçük kristaller ve dikdörtgen kristal yüzeyler daha kolay çözünmekte ve öte yandan büyük kristaller öncelikli bir büyüme sergilemektedir. Bu şekilde, kaba-taneli bir ürün üretilmektedir.

20

Küre-şekilli kristallerin üretilmesi için kullanılan bu yöntemin bir örneği karışmış küçük kristaller olmadan kaba-taneli bir ürün elde etmek üzere kullanılan bir kristalizasyon sürecini açıklayan 105232 sayılı CS patent dokümanıdır (Nyvlt, J., 15 Nisan 1962 tarihinde yayınlanmıştır). Bu yöntem, doymuş solüsyonun denge eğrisi etrafında niceliklerden birinin (sıcaklık, basınç, çözücü hacmi) periyodik bir değişime maruz bırakıldığı ana sıvı içerisindeki kristal süspansiyona dayalıdır.

25

112280 sayılı CS patent dokümanı (Nyvlt, J., Horáček S., 15 Nisan 1964 tarihinde yayınlanmıştır) yuvarlak kristallerin üretilmesi için kullanılan bir kristalizasyon süreci ile alakalıdır. Patentli kristalizasyon yöntemi, doymuş solüsyon sıcaklığı etrafındaki sıcaklık dalgalanmasının kristallerin yuvarlaklaşmasına sebep olduğu genel prensibine dayalıdır. Bu da, bir tanesi doyma sıcaklığının üzerinde olan ve diğeri de doyma sıcaklığının altında olan, bir cihazın iki parçası arasında yer alan bir solüsyon içerisindeki kristallerin süspansiyonunun

30

sirkülasyonu ile elde edilmektedir.

Yukarıda bahsedilen sürece dayalı olarak 112306 sayılı Çekoslovak patentinde (Nyvlt, J., ve diğ., 15 Nisan 1964 tarihinde yayınlanmıştır) bir kristalizör patent altına alınmıştır. Bu, konik bir taban bölümüne sahip genel olarak dairesel profilli bir cihaz olarak tasarlanmaktadır. Kristalizör, arasında kristalleşen bileşiğin süspansiyonunun dolaştığı bir ayırma sahip iki bölüme ayrılmaktadır. Sirkülasyon, karıştırıcılar ve her iki bölümün de parçası olan halka şeklindeki statik boru plakalarının faaliyeti ile sağlanmaktadır. Boru plakaları aynı zamanda ısı eşanjörlerinin işlevini de yerine getirmektedir. Tercihe bağlı bir parça ise çift eşanjördür. Isı eşanjörlerinin uygun bir bağlantısı ise her iki kristalizör bölümündeki sıcaklıkların, dolaşan karışımın periyodik olarak dalgalanacağı şekilde farklı olacağı bir durumu elde etmek üzere kullanılmaktadır.

3.599.701 sayılı US Patent dokümanı (Mollerstedt ve diğ. , 17 Ağustos 1971 tarihinde verilmiştir) partikül boyutunun sınırlı dağılımı ile yuvarlak kristallerin bir üretilme süreci ile alakalıdır. Bu süreç iki ana süreçten meydana gelmektedir. Bunlardan ilki çözünme ve diğeri ise halen süspansiyon (kristaller ve ana sıvı) bunların arasında dolaşırken kristalizasyondur. Çözünme, sadece kristallerin bir bölümünü (öncelikle en küçük ve en dikdörtgen olanlarını) çözecek bir miktarda suyun süspansiyona girişiyle elde edilmektedir. Kristalizasyon, süspansiyondan suyun bir bölümünü çıkaran hava kabarcığı yöntemi ile gerçekleştirilmektedir. Kabarcıktanma, tüm süspansiyonun kuvvetli bir şekilde çalkalanması ile beraber, kristallerin karşılıklı mekanik etkileşimi ile de ayrıca desteklenen küre-şekilli kristallerin daha da büyümesini sağlamaktadır. Süspansiyonun bir kısmı ürünün (kristallerin) ayrılması için kristalizörden çıkarılmaktadır. Üretim süreklidir.

Küre-şekilli kristallerin başka bir üretim yöntemi ise yüksek hızlı bir karıştırıcı ile kristalizasyon süreci esnasında oluşturulan kristallerin “dövülmesi” işlemine dayalıdır. Bu yöntem, ürünün daha sonra işlenmesi esnasında gerçekleşen bir dizi problemle (zayıf filtrasyon kabiliyeti, ürünün sinterlemesi, toz oluşumu) ilintili olan çok küçük partiküller üretmektedir. Yüksek hızlı bir karıştırıcı ile dövülme vasıtasıyla gerçekleştirilen kristalizasyon işlemi esnasında, tercihen kristal kenarlar dövülmektedir. Ancak bu yöntem kullanıldığı zaman, istenmeyen çok küçük partiküller de (kırıklar) oluşmaktadır.

Küre-şekilli amonyum perklorat kristalleri 3,383,180 sayılı US patent dokümanında (Kralik ve

diğ. , 14 Mayıs 1968 tarihinde verilmiştir) açıklanmaktadır ve roket yakıtı üretimi için uygun olan düşük katkı maddeleri içeriği ile birlikte büyük amonyum perklorat-APC kristallerinin (200 ila 1000 mikrometre) bir üretim süreci ile alakalıdır. Sıcak bir çözünme aracında (yaklaşık 80°C), neredeyse doymuş olan APC solüsyonu hazırlanmaktadır. Bu, atık ana sıvı içerisindeki ham APC ve kristalizörden sağlanan ana sıvı içerisindeki APC süspansiyonunun çözünmesi ile hazırlanmaktadır. Ortaya çıkan solüsyon kristalizöre (kristalizör ile çözünme aracı arasındaki sirkülasyon devresine) beslenmektedir. Kristalizör ana sıvı içerisindeki APC kristallerinin sıcak süspansiyonunu içermektedir. Azaltılmış basıncın faaliyeti vasıtasıyla su buharlaşmakta ve kristaller büyümektedir. Gömülü ara bölümler ve bir boru içerisine kurulmuş düşük-hızlı bir karıştırıcı ile beraber kristalizörün tasarımı süspansiyonun aksel akışını sağlamaktadır. İkinci sirkülasyon devresinin alttan bağlı olduğu, kristalizörün dar bir boru (“bacak”) şeklindeki taban bölümü, (büyük kristallerin düştüğü, küçük olanların ise yukarı taşındığı) bir kristal seperatörü işlevine sahiptir. Kristalizörün üçüncü sirkülasyon devresi kristallerin daha küçük bir boyuta öğütüldüğü (yarı-çapın yüz kata kadar düşürülmesi) bir öğütücü işlevi gören bir cihaz (ör. Koloidal bir öğütücü ya da dişli pompa) içerisinden ilerlemektedir; bu şekilde hem yeni çekirdekler olarak hareket edecek partiküller hem de çözünmeleri sırasında ana sıvının doymunluğunu kontrol etme sürecinde yer alan partiküller üretilmektedir. Ürün, kristalizörün taban kısmından, sürecin başlangıcına geri dönen ana sıvıdan APC kristallerinin ayrıldığı seperatöre gönderilmektedir. Bu işlem sürekli.

Aynı yazarın 3,498,759 sayılı başka bir US patent dokümanı (Kralik ve diğ. , 3 Mart 1970 tarihinde verilmiştir) yuvarlak amonyum perklorat kristallerinin –APC (yaklaşık 200 mikrometre) bir üretim süreci ile alakalıdır. Süreç, aralarında ana sıvı içerisindeki APC kristallerinin süspansiyonunun dolaştığı iki ana bölüme sahiptir. Bunlardan ilki “çözünme alanıdır”. Bu, ısı girişi ve de “doymamış” bir solüsyonun (yük) kristal çözünmesine sebebiyet verdiği bir karıştırmalı araçtır. Diğer ise suyun buharlaştığı ve bunu takiben azaltılmış bir basınca dayalı olarak kristallerin büyüdüğü kristalizördür. Kristalizör huni şeklinde bir üst bölüm (burada, çözünme alanından süspansiyon sağlanmakta ve buharlaşma gerçekleşmektedir) ve bir alt bölümden (burası kristallerin büyüdüğü ve süspansiyonun tekrar çözünme alanına yönlendirildiği yerdir) oluşmaktadır. Ürün, kristalizörün taban kısmından, sürecin başlangıcına geri dönen ana sıvıdan APC kristallerinin ayrıldığı seperatöre gönderilmektedir. Bu işlem sürekli.

3,222,231 sayılı US Patent dokümanı (Markels ve diğ., 7 Aralık 1965 tarihinde verilmiştir)

yuvarlak APC kristallerinin üretilmesi için yüksek-frekanslı akustik vibrasyon işlemini kullanmaktadır. Kristalizasyon, karıştırılmış ve sıcak olan doygun bir amonyum perklorat-APC solüsyonunun yavaş soğutulmasına dayalı olarak gerçekleşmektedir. Eş zamanlı olarak hareket eden yüksek-frekanslı akustik vibrasyonlar, oluşan APC kristallerinin küre-şekilli bir karaktere sahip olmasını sağlamaktadır. Koşullara bağlı olarak (özellikle de kristalizasyon oranı), yaklaşık 5 ila yaklaşık 350 mikrometre arasındaki boyutlara sahip olan kristaller elde edilebilmektedir.

Yukarıda bahsedilen önceki tekniğe ait yöntemler, küçük ila orta arasında bir boyuta ve aynı zamanda küre ila yuvarlak arasında bir şekle sahip olacak biçimde yukarıda bahsedilen yöntemlerin avantajlarından faydalanan özel bir kristalizasyon cihazına dayalı bir teknoloji kullanmak suretiyle kristaller üretme konusunda bir ihtiyaç bulunduğunu ortaya koymaktadır.

Bu cihazın, özellikle katı roket yakıtının geri dönüşümünden elde edilen amonyum perkloratın-APC şeklen küre ila yuvarlak arasında, orta-boyutlu kristallerinin üretilmesi için kullanılması tercih edilebilir olacaktır.

Böylece, bu amaç doğrultusunda, yakıttan APC'nin geri dönüştürülmesi işlemi kristalizasyon ünitesinin tamamen yeni bir tasarımı ve yapısına dayalı olmalıdır.

Buluşun kısa açıklaması

Önceki teknikten kaynaklanan yukarıda bahsedilen gereksinimler, bu boyutların piyasada en çok talep edilen boyutlar olmasından ötürü küçük ila orta-boyutlu, küre-şeklinde kristaller elde etmek üzere kısmen yukarıda bahsedilen bulgulara dayalı olan, mevcut buluşa göre süresiz bir kristalizasyon ünitesi içerisinde amonyum perkloratın küre-şekilli kristallerinin üretilmesi için kullanılacak bir yöntemin sağlanması ile karşılanmaktadır.

Kristalizasyon cihazı mekanik uygulamayı – mekanik çarpışmayı, yani kristallerin “dövülmesini” sağlayan yüksek-hızlı bir karıştırıcı ile donatılmış, özel olarak tasarlanan metalik bir kristalizörden oluşmaktadır. Daha sonra ortaya çıkan küçük partikülleri; çekirdeklerin, küçük kristallerin, oluşan kırıkların ve/veya kristal kenarların çözünmesini sağlayan bir borulu ısı eşanjörü içerisinden yönlendirmek üzere sirkülasyon pompaları kullanılmakta ve daha sonra bunlara yuvarlak şeklini veren kristalizör bölümüne geri gönderilmektedir.

Bir süreksiz kristalizasyon ünitesi içerisinde amonyum perkloratın küre-şekilli kristallerinin üretimine yönelik bir yöntem olup, aşağıdakileri içermektedir

- en az 120 HB, tercihen en az 200 HB oranında bir sertliğe sahip olan bir malzemeden
- 5 yapılmış iç yüzeyi ile bir metalik silindirik araçtan meydana gelen bir kristalizör (1), burada silindirik araç, uzunluğu boyunca solüsyonun ve/veya solüsyon ve kristallerin süspansiyonunun soğutulması için bir çifte soğutma ceket (4) ve en az 120 HB, tercihen en az 200 HB oranında bir sertliğe sahip olan bir malzemeden yapılmış bir yüksek-hızlı karıştırıcı (8) ile donatılan bir
- 10 konik ya da kubbe tabanlı (12) oval ya da dairesel bir enine kesite sahiptir, burada yüksek-hızlı karıştırıcı (8), hız kontrolünü ve dolayısıyla en az 120 HB, tercihen en az 200 HB oranında bir sertliğe sahip olan bir malzemeden yapılmış en az 2 tampon (5) içeren aracın iç yüzeyi ile birlikte araç içerisinde kristallerin yuvarlaklığı üzerinde karıştırıcının mekanik hareketinin etki oranını sağlayan bir sürücüyü (9) sahiptir,
- bir sirkülasyon devresi (11) ; ve
- 15 - kristalizörün (1) tabanına (12) ve sirkülasyon devresinin (11) en az bir koluna bağlanan bir ara bağlantı (13) boru hattı;

burada özelliği aracın, üst kısımda sirkülasyon devresinin (11) en az 1 bağımsız kolu ile donatılan en az 1 delik (10) içermesi, söz konusu sirkülasyon devresinin, en az 1 sirkülasyon

20 pompası (2) aracılığıyla ve çifte soğutma ceket (4) ile birlikte, soğuma eğrisi etrafında kristal süspansiyonun sıcaklıklarının kontrollü periyodik değişikliklerinin sağlanması amacıyla bir ısıtılmış solüsyonun ve/veya solüsyon ve kristallerin ısıtılmış süspansiyonunun girişi için en az 1 ısı eşanjörü (3) ile söz konusu deliğe (10) dışarıdan bağlanmasıdır.

25 Kristal süspansiyonun daha sonra işlenmek üzere kristalizörden tahliyesi için, ara bağlantı devresi, tercihen sirkülasyon devre koluna yapılan bağlantı hattından önce, örneğin tercihen otomatik bir valf, musluklu valf, kanatlı valf ya da sürgülü valf şeklindeki durdurma valflerini barındıran müteakip bir dalla beraber T-parça olabilecek bir dallanma elemanını içermektedir.

30 Yukarıda bahsedilen kristalizasyon ünitesinin kullanılmasıyla örneğin, genel kristalizasyon koşulları altında keskin kenarlara sahip kristalleri oluşturan amonyum perklorat kristalleri gibi yuvarlak kristaller hazırlanmıştır.

Buluşa göre bütün kristalizasyon ünitesi süreksiz bir rejimde çalışmaktadır.

Mevcut buluşa göre olan bu cihazın ve uygun bir parametre ayarının kullanılmasıyla piyasada en çok talep edilen kristaller olan yaklaşık 100 ila yaklaşık 300 mikrometre arasında, tercihen yaklaşık 200 mikrometre boyutundaki küçük ila orta büyüklükte küre-şekilli ürünler elde edilmektedir. Bu cihazda üretilen kristaller ayrıca tercih edilen çok sınırlı bir partikül boyut dağılımı sergilemektedir.

Bu kristaller tercihen amonyum perkloratın (APC) küre-şekilli kristalleridir.

Kristalizasyon cihazı, karıştırıcı bıçaklarına vurarak ve aynı zamanda sert bir malzemeden imal edilmiş kristalizör duvarlarına vurarak ve ayrıca kristallerin birbirine vurmasıyla dövülme işlemi uygulanırken kristallerin “dövülmesini” ve dolayısıyla da karıştırıcının doygun solüsyon ve kristal karışımı içerisindeki araçta yer alan kristallerin yuvarlaklığı üzerindeki mekanik etkisinin oranını sağlayan hız kontrol kabiliyetine sahip yüksek hızlı bir karıştırıcı ile donatılan metalik bir kristalizör içeren özel olarak tasarlanmış süreksiz bir kristalizasyon ünitesinden meydana gelmektedir.

Kristaller üzerindeki mekanik etki oranının, yani kristalin “dövülmesinin” etkinliğini arttırmak üzere, kristalizör kendi içerisinde yüksek hızlı karıştırıcı ve kristalizör duvarlarının iç yüzeyiyle aynı sertlikle bir malzemeden imal edilmiş en az 2 tampon içermektedir.

Şayet bu tamponların sayısı daha yüksek olursa, bu da mevcut buluşun kapsamı dahilinde olan başka bir tasarım versiyonu olur.

Sert metal olarak tercihen paslanmaz çelik, emaye metal ya da cam kullanılabilirken mevcut buluşa göre bu malzemelerin Brinell sertlik değerlerinin en az 120 HB, tercihen en az 200 HB seviyesinde olması gerekmektedir.

Kristalizör, çoğaltıcı bir araç olarak yüzeyinin neredeyse tüm uzunluğu boyunca dışarıdan soğutulmaktadır.

Kristal karışımı (kristal dövülme işlemi de sağlayacak şekilde) en az bir sirkülasyon pompasının kullanımıyla, bir yandan da ısıyı tedarik eden en az bir ısı eşanjörünün, tercihen boru şeklinde bir ısı eşanjörünün içerisinde dolaştırılmaktadır.

Sirkülasyon pompası olarak, tercihen yukarıda bahsedildiği şekilde sert bir malzemeden imal edilmiş açık bir rotora sahip bir santrifüjlü pompa kullanılabilir.

- 5 Böylece süspansiyon içerisindeki kristal karışımı (öncelikli olarak daha büyük ve yuvarlak kristallerin büyümesini sağlamak üzere) periyodik olarak sıcaklık salınımına maruz bırakılmaktadır. Sıcaklığın salınım yaptığı değer kristalizasyon esnasına düşmektedir (böylece, kristalizasyon çözünürlüğün bir sıcaklık azalımı ile yönlendirilmektedir/sağlanmaktadır).
- 10 Mevcut buluşa göre kristalizasyon ünitesi yuvarlık kristallerin üretim teknolojisine dair aşağıdakiler gibi önemli yaratıcı unsurları sağlamaktadır:
 - istenmeyen ufak partiküllerin meydana gelmesini engellemek;
 - kristalizasyon parametrelerinin mükemmel kontrolü ve dolayısıyla ortalama boyutun ve
 - 15 partikül boyut dağılım aralığının daha kolay ayarlanması;
 - kristalizasyonun mükemmel tekrarlanabilirliği;
 - aynı anda çeşitli şekillerde uygulanan (karıştırıcı, pompa, kristalizör duvarları ve tamponlar) mekanik işlem prensibinin – kristal “dövülme” sürecinin etkin bir şekilde gerçekleştirilmesi.
- 20 Özellikle “dövülme” yoğunluğu seçilen malzemelerin sertliği, karıştırıcı bıçaklarının sayısı, sirkülasyon pompasının rotor tipi ve sirkülasyon devrelerinin sayısı faktörlerinden etkilenebilmektedir. “Dövülme” yoğunluğu karıştırıcı hızı ve/veya pompa rotorunun rotasyon hızında yapılan değişikliklerle kontrol edilebilir.
- 25 Mevcut buluşa göre kristalizasyon ünitesi aslında kanıtlanabilir şekilde orta-boyutlu, yüksek kaliteli kristallerin oluşmasına olanak tanıyacak şekilde her iki yuvarlama prensibini (mekanik uygulama - dövülme ve çözünme) bir araya getirerek yuvarlak kristaller üretme kabiliyetine sahiptir.
- 30 Mevcut buluşa göre kristalizasyon ünitesi soğutma oranını ve ısıtma oranını (eşanjör girişi ve çıkışındaki sıcaklık farkını) kontrol etme kabiliyetini sergilediği için süreç kolaylıkla ve tam olarak kontrol edilebilmektedir.

Bu kristalizasyon ünitesi sayesinde boyutlarından bağımsız olarak tüm kristaller “yuvarlama

sürecinin” tüm döngülerinden geçmektedir.

Mevcut buluşa göre kristalizasyon ünitesi kristallerin, yüzler ila binler arasındaki siparişlere göre yapılan rejim ayarları (soğutma oranı ve sirkülasyon hacim akışı) doğrultusunda herhangi bir
5 sayıdaki “yuvarlama (çözünme) döngüsünden) geçmesine olanak tanımaktadır.

Mevcut buluşa göre kristalizasyon ünitesinin başka bir avantajı ise ünitenin piyasada bulunabilen, seri olarak üretilmiş “konvansiyonel” cihazlardan meydana gelmiş olması ve ayrıca tüm kristalizörün de basit bir tasarıma sahip olması, yani tüm ünitesinin satın alma maliyetlerinin
10 çok yüksek olmamasıdır.

Kristalizasyon ünitesi yük açısından süresizdir ki bu da üniteyi küçük çaplı üretim için de uygun hale getirmektedir.

15 Bu buluşla sağlanan başka bir avantaj ise soğutma vasıtasıyla dağıtılmış kristalizasyon sürecinin aynı zamanda buharlaşmanın aksine kristaller için bir saflaştırma süreci olmasıdır ki bu da yüksek kalitede (safılıkta) kristallerin elde edilmesini sağlar.

Böylece, mevcut buluşa göre kristalizasyon ünitesi yeterli saflıkta, uygun boyutta ve şekilde arzu
20 edilen kristalleri üretmektedir.

Şekillerin Kısa Açıklaması

25 Şekil 1 – mevcut buluşa göre bir sirkülasyon devresine sahip kristalizasyon ünitesinin şematik bir çizimidir.

Şekil 2 - mevcut buluşa göre iki sirkülasyon devresine sahip kristalizasyon ünitesinin şematik bir çizimidir.

30 Şekil 3 – mevcut buluşa göre kristalizasyon ünitesi tarafından üretilen yuvarlak amonyum perklorat kristallerini göstermektedir.

Örnekler

Örnek 1

Küre-şekilli amonyum perklorat kristallerinin üretilmesi için emaye metalden yapılmış, iç yüzeyi parlatılmış paslanmaz çelikten, konik ya da kubbe tabanlı (12) oval ya da dairesel bir profile sahip, uzunluğunun çoğu boyunca solüsyonun ve/veya solüsyon ve kristal süspansiyonunun soğutulması için bir çifte soğutma ceketli (4) ve de hız kontrolünü ve dolayısıyla parlatılmış paslanmaz çelikten imal edilmiş 2 tampon (5) içeren aracın iç yüzeyi ile birlikte karıştırıcının mekanik hareketinin araç içerisindeki kristallerin yuvarlaklığı üzerindeki etki oranını sağlayan bir sürücüye (9) sahip, paslanmaz çelikten yapılmış yüksek-hızlı bir karıştırıcı (8) ile donatılmış metalik bir silindirik araçtan meydana gelen ve öte yandan aracın, üstünde yer alan ve sirkülasyon boru hattının (11) 1 bağımsız devresinin ısıtılmış solüsyonun ve/veya ısıtılmış solüsyon ve kristal süspansiyonunun açık bir rotora sahip sirkülasyonlu bir santrifüj pompası (2) vasıtasıyla ve boru şeklinde bir ısı eşanjörü (3) içerisinden girişi için dışarıdan kendisine bağlandığı 1 delik (10) ile sağlandığı ve çifte soğutma ceketli (4) ile birlikte kristal süspansiyonun soğuma eğrisi civarındaki kontrollü periyodik sıcaklık değişimlerini sağlarken bir yandan da bir ara-bağlantı boru hattının (13) Şekil 1’de gösterildiği üzere aracın kristalizörünün (1) sirkülasyon boru hattının (11) bir devresine bağlanan tabanına (12) bağlandığı bir kristalizör (1) içeren süreksiz bir kristalizasyon ünitesi kullanılmıştır.

Ham madde kaba-taneli amonyum perklorattır (APC). Soğutucu difüzörlerle donatılmış plastik bir kristalizör içerisinde gerçekleştirilen süreksiz kristalizasyon esnasında üretilmiştir. APC kristalleri bir proses filtre üzerinde ana sıvıdan (ML) ayrılmış ve proses basınçlı havayla kurutulmuştur. Kristallerin nem içeriği ağırlık olarak %5-10 aralığında değişmektedir. Ayrıca APC solüsyonunun hazırlanması için aşağıda belirtilen kristalizasyon işleminden sonra filtrasyon ile ayrılan ML kullanılmıştır.

700 ila 1200 kg kaba taneli APC, tercihen boru şeklinde bir ısı eşanjörü kullanılarak 50-90°C’ye kadar buharla ısıtılan 3500 ila 4500 kg ML içerisindeki bir proses filtre üzerinde çözdürülmüştür. Bu sayede 40-60°C aralığındaki sıcaklıklarda doygunluğa ulaşan bir APC solüsyonu üretilmiş ve daha sonra tekrar plastik tanka pompalanmıştır.

Kristalizasyon, bir versiyonu şematik olarak Şekil 1’de gösterilen mevcut buluşa göre kristalizasyon ünitesinin bir parçası olarak yukarıda açıklanan kristalizörün içerisinde gerçekleştirilmiştir.

APC solüsyonu plastik tanktan 900-1200 kg miktarında kristalizöre pompalanmıştır. Solüsyon, kristalizörde ortaya çıkan sıcaklığın 35-65°C aralığında değişeceği şekilde boru şeklinde ısı eşanjörleri içerisinde gerektiği kadar ısıtılmıştır. Kristalizörün (1) doldurulmasından sonra pompa (2) APC solüsyonunun 30-100 m³/h seviyesindeki toplam akışını sağlayacak şekilde başlatılmış ve daha sonra APC süspansiyonu tüm kristalizasyon süreci boyunca eşanjörden (3) geçirilmiştir.

Daha sonra, karıştırıcı (8), motorunun (9) hızı bir frekans değiştirici ile birlikte 60-240 rpm (dds) değerine ayarlanacak şekilde çalıştırılmıştır. Karıştırma işlemi ayrıca kristalizasyon süresi boyunca devam etmiştir.

Daha sonra, ilk aşamada solüsyonun 40-80 °C/sa oranında ilk kristalizasyon sıcaklığına soğutulduğu APC solüsyonunun soğutulması işlemi takip etmiştir. İlk kristalizasyon sıcaklığı 30-55°C aralığındadır. Soğutma oranı bu sıcaklıktan 2-15°C/sa seviyesine düşürülmüştür ve aynı anda giriş ve çıkış yapan APC solüsyon sıcaklıkları arasında 0.2-3.5°C'lik bir farklı sağlayacak şekilde solüsyonun ısıtılması ve daha sonra eşanjör (3) içerisindeki APC'nin süspansiyonu başlatılmıştır. Isıtma için buhar, su ya da başka bir ısı-taşıyıcı ortam kullanılabilir.

Elde edilen sıcaklık 10-25°C olduğunda kristalizasyon işlemi tamamlanmıştır. Bu sıcaklıkta solüsyonun eşanjör (3) vasıtasıyla ısıtılma işlemi durdurulmuş ve sirkülasyon pompaları (2) ve de karıştırıcı (8) kapatılmıştır.

Süspansiyon daha sonra uygun bir pompa ile ara-bağlantı boru hattı (13), T-parça (14) ve bir kapatma valfi olan otomatik durdurma valfleri (7) ve proses filtresi üzerinde daha sonra işlenmek üzere dallanma borusu (6) vasıtasıyla pompalanmıştır. Burada ML, APC kristallerinden ayrıştırılmıştır. Daha sonra kristaller (atık suyla birlikte toplam ağırlığa göre) ağırlık olarak %90-98 değerine varıncaya kadar proses basınç filtresi ile kurutulmuştur.

Elektanalizine göre partikül boyut dağılımı tablo 1'de sunulan aralıklarda olan APC kristalleri yukarıda bahsedilen yöntemle hazırlanmıştır.

Tablo 1 – Elde edilen APC kristallerinin elektanalizi

Tablo 1

Kırılma	0-100 µm	100-150 µm	150-180 µm	180-300 µm	> 300 µm
Ağırlıkça %	3-10	4-19	12-35	40-75	0-6

APC kristallerinin boyut ve şekilleri Şekil 3'te gösterilmektedir.

Örnek 2

5

Örnek 1'de kullanılanla aynı süreksiz kristalizasyon ünitesi kullanılmıştır ancak bu, ısıtılmış solüsyonun ya da solüsyon ve kristallerin ısıtılmış süspansiyonunun Şekil 2'de gösterildiği üzere sirkülasyon pompalarının (2, 2') kullanılmasıyla ve ısı eşanjörleri (3, 3') içerisinde giriş için 2 sirkülasyon ünitesi (11, 11') içermektedir.

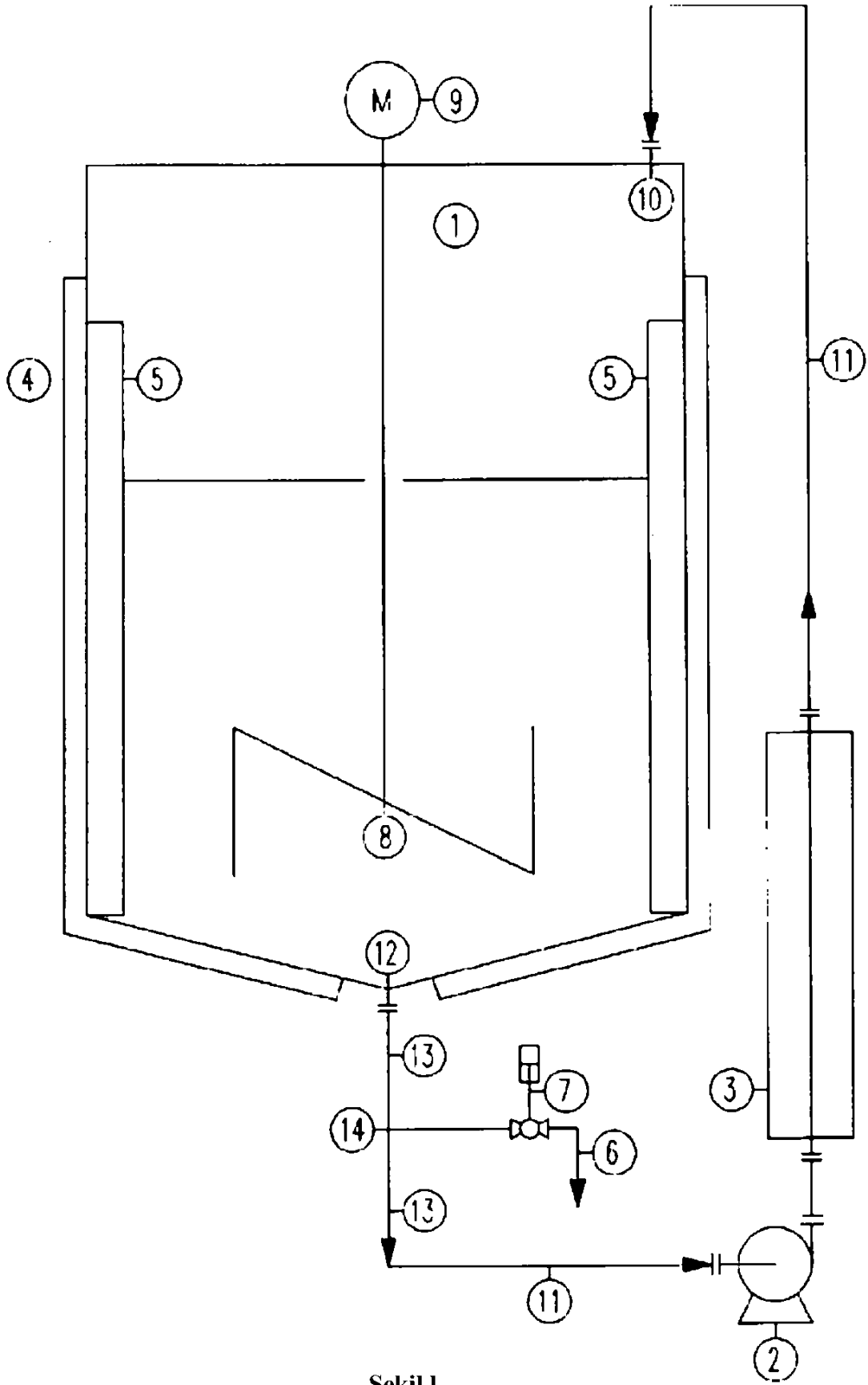
10

Unitenin bu düzenlemesi aynı soğutma oranında kristalizasyon döngülerinin sayısının artırılmasını ve/veya sirkülasyon devre dallarındaki akış oranının azaltılmasını mümkün kılmıştır.

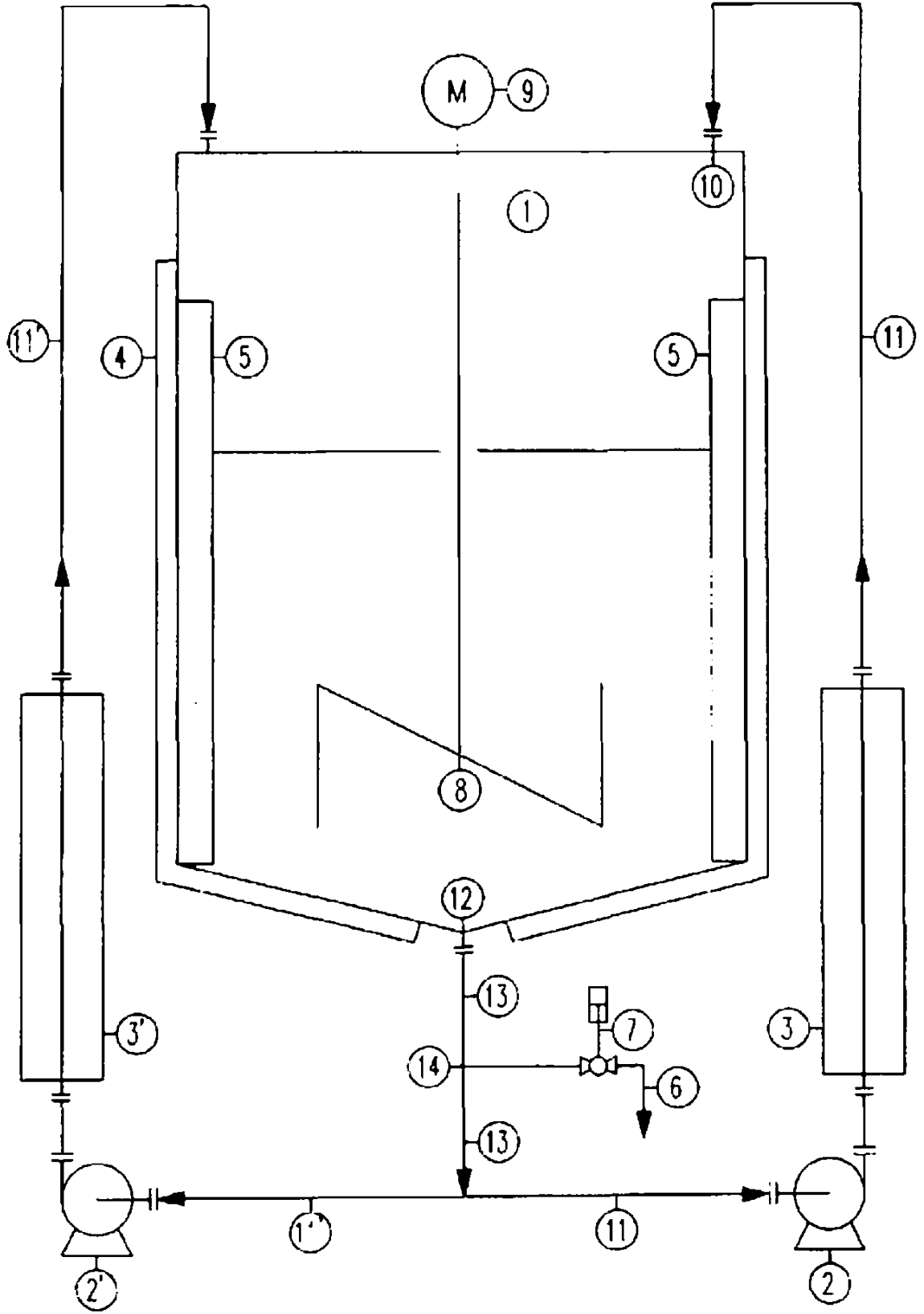
Genel APC kristal üretim süreci Örnek 1'deki ile aynıdır.

15

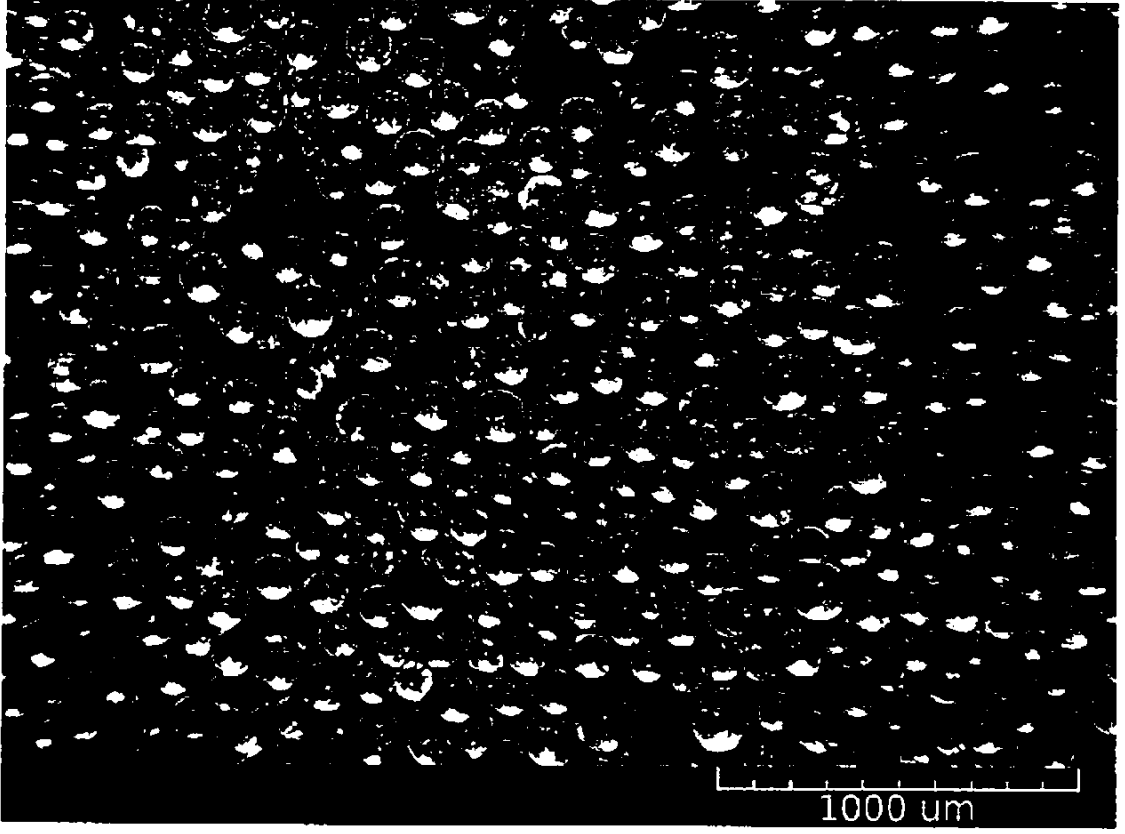
Elde edilen kristaller daha yuvarlak bir şekle sahip olmuştur; aksi takdirde ise Örnek 1'deki ile mukayese edildiğinde aynı saflığı ve partikül dağılımını sergilemiştir.



Şekil 1



Şekil 2



Şekil 3