



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

206 117

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 20 08 79
(21) PV 5658-79

(51) Int. Cl.³ B 01 D 9/02

(40) Zveřejněno 29 08 80
(45) Vydáno 01 10 83

(75)
Autor vynálezu

VRÁNA MILAN dr., NOVÁK JIŘÍ ing., HOLÉCI IVAN ing., KOTLÁN JOSEF ing.,
JANIŠ JOSEF ing., PARDUBICE

(54)

Způsob krystalizace anorganických a organických látek snadno
tvořících inkrustace

1

Vynález se týká způsobu provedení krystalizace z roztoků anorganických a organických látek, snadno tvořících inkrustace.

Krystalizace z roztoků je významným fyzikálně chemickým procesem pro přípravu řady anorganických a organických látek v čistém stavu. Ke krystalizaci dochází buď ochlazením roztoku nasyceného při vyšší teplotě nebo odpařováním rozpouštědla z nasyceného roztoku. Zředěnější roztoky připravené při anorganické nebo organické syntéze se často nejprve zahušťují na vyšší koncentraci při vyšší teplotě a takto získaný nasycený roztok se postupně ochladí ke krystalizaci. Tento postup se používá pro krystalizaci některých významných anorganických i organických chemikálií jako jsou dusičnany sodný a draselný, některé fosforečnany, chloridy a sírany, kyselina benzoová, citro nová nebo šťavelová.

Velké potíže při krystalizaci těchto látek způsobuje narůstání krystalů na chladících plochách, míchanadle a stěnách nádoby. Tyto inkrustace významně zhoršují výměnu tepla při krystalizaci, prodlužují dobu krystalizace, snižují výkon kontinuálních krystalizátorů a vytě-
žek z násového krystalizátoru.

Snahy po zabránění tvorbě inkrustací vedly k návrhům krystalizátorů a rychlým pohybem suspenze v pracovním objemu krystalizátoru. Požadavek udržování homogenní suspenze v násového nebo kontinuálním míchaném krystalizátorů je velmi obtížně splnitelný u nádob

většího objemu. Vyžaduje vysoký příkon elektrické energie na jednotku objemu míchané suspenze, zvláště v případě krystalizace látek o větším rozměru krystalu jako 0,1 mm. U kontinuálních krystalizátorů odpařovacího a chladicího typu je charakteristická vysoká rychlost cirkulace suspenze v poměru k nátoku čerstvého nasyceného roztoku. Krystalizátory jsou náročné na přesnost provedení, vnitřní plochy musí být opracovány leštěním nebo upraveny hladkým nátěrem. Tvrdé krystaly v suspenzi způsobují rychlé mechanické opotřebení výměníků tepla, čerpadel, armatur, míchadel a vestavby.

Jiným způsobem omezování tvorby inkrustací je provádění krystalizace při velmi nízkých hodnotách přesycení. Dosahuje se toho u násadových krystalizátorů velmi pomalým chlazením nebo pomalým odpařováním rozpouštědla ve fázi zahájení krystalizace s postupným zrychlováním podle předem vypočteného programu. Tento postup je snadněji realizovatelný v laboratorních než v provozních podmínkách velkých krystalizátorů.

Žádný z dosud výše uvedených způsobů není schopen zajistit spolehlivý provoz bez postupného narůstání krystalů na stěnách a chladicích plochách nádoby. V praxi je nutné počítat se ztrátovými časy na čištění ploch vyvářením s rozpouštědlem nebo zředěným roztokem.

Výše uvedené nedostatky odstraňuje způsob krystalizace anorganických a organických látek snadno tvořících inkrustace, z jejich nasycených roztoků podle vynálezu, jehož podstatou je, že krystalovaný roztok se chladí chladicím médiem upravované teploty tak, aby rozdíl mezi teplotou násady a teplotou chladicího média nebyl vyšší jak 5 až 35 °C v závislosti na šíři metastabilní oblasti krystalující látky a byl udržován konstantní nebo postupně se zvyšující po celý časový interval krystalizace rozhodující pro tvorbu krystalu a možnost tvorby inkrustací na stěnách nádoby a na plochách výměny tepla.

Postup podle vynálezu se vyznačuje jednoduchostí provedení, úplným odstraněním potíží s inkrustacemi, nízkou pořizovací hodnotou zařízení, nízkými náklady na energie, malou náročností na obsluhu a možností úplné automatizace provozu. Není problémem provádět krystalizaci tímto způsobem i v krystalizátorech velkého objemu a v několika krystalizátorech vedle sebe. Odstranění inkrustací umožňuje dosažení vysokého výkonu na jednotku objemu násadového krystalizátoru. Výhody postupu jsou znázorněny na typickém příkladu krystalizace dusičnanu sodného.

Příklad

Do násadového krystalizátoru objemu 7,5 m³, zhotoveného z nerezavějící oceli, vybaveného míchadlem, s celkovou teplosměnnou plochou 37,5 m² je nasazeno 7 960 kg vodného roztoku s obsahem 50 až 55 % dusičnanu sodného. Za neustálého míchání a doplňování čerstvým roztokem (celkem je doplněno 2 475 kg roztoku) na plný stav hladiny v krystalizátoru je roztok během 1,5 až 2 hodin zahuštěn na koncentraci 67,5 % při teplotě 119 °C. Chlazení je zahájeno napouštěním předeřháté vody do všech hadů a je automaticky řízeno tak, aby v případě krystalizace dusičnanu sodného rozdíl mezi teplotou velkou rychlostí cirkulující chladicí vody a suspenze v krystalizátoru nebyl vyšší jak 25 °C. Po dosažení teploty násady 50 °C pokračuje chlazení přímým chlazením studenou vodou z vodovodního řádu. Doba chlazení násady 1,5 až 2,5 hodin. Krystalický dusičnan sodný o střední velikosti krystalů 0,5 až 0,6 mm

je izolován na kontinuální odstředivce. Matečný roztok je vrácen zpět do zásobníku a mísí se s čerstvým roztokem nasazovaným do krystalizátoru. Výtěžek z 1. násady činí 3 až 3,5 t krystalického dusičnanu sodného s obsahem min. 99,4 % NaNO_3 . Celková doba operace 4,5 až 6 hodin včetně filtrace. Plochy výměny tepla jsou čisté, bez inkrustací. Ulpělé krystaly, nebo zbytek, který nebyl vypuštěn na odstředivku se rozpustí při načerpání další násady.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob krystalizace anorganických a organických látek snadno tvořících inkrustace, z jejich nasycených roztoků, vyznačující se tím, že krystalovaný roztok se chladí chladícím médiem upravované teploty tak, aby rozdíl mezi teplotou násady a teplotou chladícího média nebyl vyšší jak 5 až 35 °C v závislosti na šíři metastabilní oblasti krystalující látky a byl udržován konstantní nebo postupně se zvyšující po celý časový interval krystalizace rozhodující pro tvorbu krystalu a možnost tvorby inkrustací na stěnách nádoby a na plochách výměny tepla.