



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY

A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

238 956

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 30 11 82
(21) PV 8579-82

(51) Int. Cl.³

B 01 D 9/00

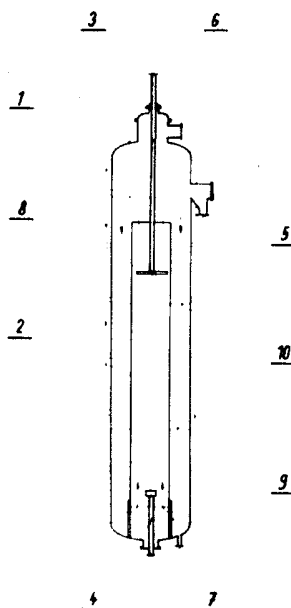
(40) Zveřejněno 15 05 85
(45) Vydáno 01 07 87

(75)
Autor vynálezu

KULLA ŠTEFAN ing., ŽILINA,
VALLOVÁ HELENA ing., BYTČA,
SÖHNEL OTAKAR ing.CSc.,
HODEK VLADIMÍR ing., ÚSTÍ NAD LABEM

(54) Vakuový odpařovací krystalizátor

Cílem řešení bylo vyvinout konstrukci krystalizátoru s dlouhodobým provozem. Tato podmínka se splní tak, že válcovité těleso krystalizátoru se opatří vnitřní vestavbou ve tvaru souose umístěného válce. Do této vestavby se zespodu zaústí přívod čerstvého roztoku a do horní poloviny vestavby se zaústí přívod nosného plynu. Nosný plyn napomáhá cirkulaci suspenze. Krystalizátor je vhodný zejména pro separaci kaprolaktamu z trichloretylénu.



238 956

Vynález se týká vakuového odpařovacího krystalizátoru s cirkulací suspenze.

Vakuové odpařovací krystalizátory s cirkulací suspenze v celém objemu krystalizátoru patří v současnosti mezi nejprogresivnější zařízení sloužící k vylučování pevných látek z jejich roztoků.

Cílem každého konstrukčního řešení krystalizačního zařízení je zabezpečit dlouhodobý bezporuchový provoz, výrobu krystalického produktu o poměrně úzkém granulometrickém složení s průměrnou velikostí zrna obvykle nad 1 mm při vysokém měrném výkonu krystalizačního zařízení.

Splnit uvedené cíle je náročný úkol. Moderní krystalizátory musí totiž úspěšně řešit řadu víceméně protichůdných požadavků spojených s průběhem procesu krystalizace jako je do-

sahování potřebného přesycení roztoku, zvládnutí tvorby krystalizačního zárodků, potlačení tendence pevné látky vylučovat se na stěnách zařízení a zabezpečení výroby rovnoměrného a hrubozrnného produktu.

U moderních krystalizačních zařízení jsou výše uvedené požadavky řešeny používáním aparátů s nákladnou úpravou vnitřního povrchu se složitou konstrukcí zabezpečující separaci přebytečné části drobných krystalů a klasifikaci odváděného produktu. Krystalizátory jsou vybavovány výkonnými čerpadly nebo míchadly s vysokou spotřebou energie a případně jsou zařazovány do okruhu cirkulace suspenze tepelné výměníky.

Znamé typy vakuových odpařovacích krystalizátorů jsou proto konstrukčně značně složitými zařízeními s vysokými nároky na materiálové provedení, vysokou spotřebou energie, značně citlivé na výkyvy technologických parametrů a poměrně náročné na obsluhu. Přes ekonomickou, energetickou a konstrukční náročnost je z důvodů inkrustací vnitřního povrchu a mechanických poruch omezen kontinuální provoz těchto zařízení na 1 až 3 měsíce. Stejně tak omezený je i rozsah použití těchto krystalizátorů v technologické praxi. Nelze je použít ke zpracování roztoků o vysoké viskozitě a v případech vysoké závislosti bodu varu roztoku na obsahu látky v roztoku.

Podstatně výhodnějším se jeví vakuový odpařovací krystalizátor s cirkulací suspenze podle předkládaného vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že je tvořen vertikální válcovou nádobou s vnitřní souosou válcovou vestavbou, do které

je zaústěn přívod pracovního roztoku a ve kterém jsou prostředky pro přívod a rozptýlení nosného plynu, přičemž vertikální válcová nádoba je opatřena hrdlem pro odvod plynné fáze, hrdlem pro odvod suspenze vyrobeného krystalu a hrdlem pro odvod části matečného roztoku s tím, že funkce obou hrdel je zaměnitelná v závislosti od toho, zda specifická hmotnost krystalů je nižší nebo vyšší než specifická hmotnost matečného roztoku a na svém povrchu je vertikální válcová nádoba opatřena prostředky na temperaci. Vakuový odpařovací krystalizátor s vnitřní vestavbou ve tvaru souose umístěného válce má plochu průřezu rovnu 0,05 až 0,9, s výhodou 0,5 násobku plochy průřezu vertikální válcové nádoby, přičemž horní hrana vnitřní souosé válcové vestavby je uspořádána 0,2 až 2 m, s výhodou 1,2 m pod úrovní hrdla pro odvod suspenze vyrobeného krystalu a prostředky pro rozptýlení nosného plynu vyúsťují nejméně 0,2 m pod úrovní horní hrany vnitřní souosé válcové vestavby. Prostředky na temperaci jsou po výšce vertikální válcové nádoby krystalizátoru rozděleny na samostatně regulovatelné sekce.

Protože krystalizátor podle vynálezu neobsahuje žádné mechanicky pohyblivé součástky, je potlačena možnost sekundární nukleace, takže odpadá nutnost náročného konstrukčního řešení separace nadbytečné části drobných krystalů.

Ukončením horní hrany vestavby cca 1,2 m pod hladinou suspenze v krystalizátoru, volbou plochy jeho průřezu oproti celkové ploše průřezu krystalizátoru v poměru cca 1 : 2, účelným zaústěním vstupu nenasyceného pracovního roztoku do spodní části vnitřní vestavby krystalizátoru a konstrukčním zabezpečením míšení vstupního pracovního roztoku s cirkulující suspenzí, například uvedením vstupního pracovního roztoku do rotace nebo jeho míšení s cirkulující suspenzí pomocí difuzoru, se zabezpečí v krystalizátoru vytvoření prostoru, ve kterém

dochází k rozpouštění části krystalů. To jednak vede k další eliminaci některých z už vytvořených krystalických zárodků a jednak to ovlivňuje tvar vyráběného krystalu. Jeho tvar se blíží k izometrickému, tzv. zakulacenému s optimálními fyzikálně-mechanickými vlastnostmi.

Měněním hloubky ponoru ústí prostředku pro rozptýlování nosného plynu umožňuje měnit intenzitu cirkulace suspenze a to energeticky mimořádně nenáročným způsobem, který využívá přirozeného proudění látek o rozdílné zdánlivé specifické hmotnosti. Přívod jemně rozptýleného nosného plynu do celého průřezu vnitřní vestavby krystalizátoru zabezpečuje kromě toho vytvoření mimořádně velkého styčného povrchu plynné a kapalné fáze, což významně zvyšuje intenzitu a účinnost odpařování těkavých složek přítomných v roztoku suspenze. Tato skutečnost způsobuje vytváření přesyceného roztoku ve velkém objemu hmoty suspenze, čímž je výrazně potlačena tendence pevné látky vylučovat se na stěnách zařízení a na aktivních teplosměnných plochách v podobě inkrustací.

Aby se odstranil vnější zdroj inkrustací na stěnách vlastního tělesa krystalizátoru nežádoucím přestupem tepla přes vlastní stěnu krystalizátoru, navrhuje se opatřit válcový povrch krystalizátoru prostředkami temperace, například elektrickými ohřevnými pásy, případně teplosměnnými hady, duplikovými plášti atd. Protože se jinak chová ta část povrchu krystalizátoru, která je ve styku se suspenzí než ta část, která je ve styku s plynnou fází, navrhuje se rozčlenit prostředky temperace do samostatných částí po výšce tělesa krystalizátoru. Podle zpracovávaného materiálu a podle ročních období je nutno jednou chladit, jindy zase ohřívat.

Je pochopitelné, že konstrukční detaily krystalizátoru podle vynálezu se liší podle toho jaká látka je zpracovávána. Tak například v případě výroby krystalů o specifické hmotnosti nižší než je specifická hmotnost matečného roztoku, slouží k odvodu suspenze vyrobeného krystalu hrdlo, otvor, resp. přepad umístěný nad horní hranou vnitřní vestavby, zatímco při výrobě krystalů o specifické hmotnosti vyšší než je specifická hmotnost matečného roztoku slouží totéž hrdlo k odvodu části matečného roztoku, zatímco odtahu suspenze vyrobeného krystalu slouží výstupní otvor u dna krystalizátoru. Tento otvor v předchozí variantě sloužil k odtahu části matečného roztoku.

Vakuový odpařovací krystalizátor podle vynálezu je možno použít k úspěšné krystalizaci celého řadu organických i anorganických látek jako je například 6-kaprolaktam z jeho roztoku v trichlórtylenu, benzenu, toulenu i vody. Lze ho rovněž použít k řešení problémů krystalizace spojené s chemickou reakcí jako například k výrobě krystalického síranu amonného z kyselých síranových louhů odpadajících při výrobě metylmetakrylátu nebo z kyseliny laktamsírové.

Vakuový odpařovací krystalizátor podle vynálezu lze rovněž použít na separaci pevných látek z roztoků o vysoké viskozitě a i v případech zpracování látek se značnou závislostí bodu varu roztoku na obsahu látky v roztoku.

Na přiloženém obrázku je schematicky znázorněn vakuový odpařovací krystalizátor podle vynálezu, který je v dalším popsán spolu s objasněním jeho funkce.

Vnější plášť 1 vakuového odpařovacího krystalizátoru je navržen jako válcová stojatá nádoba s klenutými dny a s vnitřní

souosou válcovou vestavbou 2, která rozděluje příčný průřez krystalizátoru na dvě samostatné části, u dna a u hladiny vzájemně propojené k umožnění cirkulace suspenze. Vnitřní souosá válcová vestavba 2 je opřena o dno vnějšího pláště 1 nosnými patkami 9 a její poloha je vzhledem k vnějšímu plášti 1 zajištěna po výšce několika radiálními výztuhami 10.

Čerstvý nenasycený roztok je přiváděn do spodní části vnitřní souosé válcové vestavby 2 vstupním hrdlem 4, u kterého dochází k promísení čerstvého nenasyceného roztoku s cirkulující suspenzí, resp. kde dochází k rozpouštění částí krystalů, a tím k pozitivnímu ovlivňování tvaru vyráběného krystalu.

Nosný plyn je prostředkem 3 pro rozptýlení nosného plynu, tj. systémem plošně uspořádaných soustředných kružnic vytvořených z jemně děrovaných trubek, přiváděn do horní části vnitřní souosé válcové vestavby 2. Jemným rozptýlením nosného, resp. inertního plynu po celém průřezu vnitřní souosé válcové vestavby 2 se vytvoří velký styčný povrch pro odpařování rozpouštědla a současně se snížením zdánlivé měrné hmotnosti rozptýleným plynem vytvoří hnací síla cirkulace suspenze. Nosný plyn je spolu s odpařeným rozpouštědlem odváděn z krystalizátoru hrdlem 6. Vakuový odpařovací krystalizátor je dále opatřen hrdlem 5 pro odvod produkční suspenze a hrdlem 7 pro odvod části matečného roztoku.

Vnější plášť 1 krystalizátoru je opatřen prostředky 8 na temperaci, tj. teplosměnné hady, které jsou po výšce rozděleny na samostatně regulovatelné sekce.

Tak například vakuový odpařovací krystalizátor podle vynálezu pro krystalizaci 4850 kg/h kaprolaktamu z trichlorety-

lénu, by měl mít průměr vnějšího pláště 3000 mm, celkovou výšku 17000 mm, pracovní objem 100 m³, optimální pracovní teplotu 25 až 35 °C, pracovní tlak 6 kPa, konstrukční materiál: 17 348, nosný plyn: dusík v množství 20 Nm³/h.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

238 958

1. Vakuový odpařovací krystalizátor s cirkulací suspenze, vyznačený tím, že je tvořen vertikální válcovou nádobou s vnitřní souosou válcovou vestavbou (2), do které je zaústěn přívod pracovního roztoku a ve kterém jsou prostředky (3) pro přívod a rozptýlení nosného plynu, přičemž vertikální válcová nádoba je opatřena hrdlem (6) pro odvod plynné fáze, hrdlem (5) pro odvod suspenze vyrobených krystalů nebo pro odvod části matečného roztoku a hrdlem (7) pro odvod části matečného roztoku nebo pro odvod suspenze vyrobených krystalů a na svém povrchu je vertikální válcová nádoba opatřena prostředky (8) na temperaci.

2. Vakuový odpařovací krystalizátor podle bodu 1, vyznačený tím, že vnitřní vestavba ve tvaru souose umístěného válce má plochu průřezu rovnu 0,05 až 0,9, s výhodou 0,5 násobku plochy průřezu vertikální válcové nádoby, přičemž horní hrana vnitřní souosé válcové vestavby (2) je uspořádána 0,2 až 2 m, s výhodou 1,2 m pod úrovní hrdla (5) pro odvod suspenze vyrobeného krystalu a prostředky (3) pro rozptýlení nosného plynu vyúsťují nejméně 0,2 m pod úrovní horní hrany vnitřní souosé válcové vestavby (2).

3. Vakuový odpařovací krystalizátor podle bodu 1, vyznačený tím, že prostředky (8) na temperaci jsou po výšce vertikální válcové nádoby rozděleny na samostatně regulovatelné sekce.

1 výkres

