



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

215450

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 26 02 81

(21) (PV 1407-81)

(40) Zveřejněno 15 09 81

(45) Vydáno **01 01 85**

(51) Int. Cl.³
B 01 D 9/00

(75)

Autor vynálezu

ŽÁČEK STANISLAV ing. CSc., NÝVLT JAROSLAV ing. DrSc.,
SKŘIVÁNEK JAROSLAV prof. ing. DrSc., Praha

(54) Způsob úpravy distribuce velikostí krystalů

Vynález spadá do oboru krystalizačních procesů a řeší problém separovatelnosti krystalických produktů ze suspenze. Řešení spočívá v úpravě distribuce velikostí krystalů produktu, která se provede rozpuštěním jemnozrnných podílů po skončení krystalizačního procesu a vyloučením hmoty takto přešlé do roztoku na hrubozrnných podílech. Tato úprava se může provést buď provedením teplotního cyklu, při němž se suspenze krystalů ohřeje o teplotní diferenci odpovídající rekrystalizačnímu kvocientu v rozmezí 0,70 až 1,25 a poté se ochladí rovnovážným způsobem na původní teplotu, nebo přidáním rozpouštědla v množství potřebném pro rozpuštění jemnozrnných frakcí a následujícím odpařením rozpouštědla rovnovážným způsobem až do složení výchozího systému.

Vynález se týká způsobu úpravy distribuce velikostí krystalů produktu v suspenzi.

Oddělování krystalických produktů z jejich suspenze, ať už prováděné filtrací nebo odstředováním, závisí značně na charakteristikách vyloučené tuhé fáze. Je obecně známo (J. W. Mullin: *Crystallization*, Butterworths, London 1972), že separace krystalů je snadnější u produktů s velkou střední velikostí částic a úzkou distribucí velikostí. Praktické zkušenosti ukazují, že o snadnosti separace rozhoduje především distribuce velikostí částic: je-li distribuce široká, krystaly příslušející k jemnozrnným frakcím mohou separaci značně zpomalovat.

Vzhledem k tomu, že při krystalizaci z roztoků probíhá vždy současně nukleace, tj. tvorba nových krystalových zárodků, a růst krystalů, představuje produkt krystalizace téměř vždy směs částic všech velikostí od nejmenších do největších. Úzkou distribucí velikostí poskytují pouze klasifikační krystalizátory anebo diskontinuální krystalizátory v případě, že výchozí roztok byl naočkován dostatečným množstvím násady a chlazen nebo odpařován podle odpovídajícího programu (J. Nývlt: *Industrial Crystallisation from Solutions*, Butterworths, London 1971). Obě uvedené výjimky jsou však ekonomicky náročné a proto se v převážné většině případů používají krystalizátory s promíchávanou suspenzí a s odběrem produktu s širokou distribucí velikostí částic, nejčastěji v diskontinuální operaci.

Výše uvedený problém řeší předložený způsob úpravy distribuce velikostí krystalů produktu v suspenzi, jehož podstata spočívá v tom, že se jemnozrnné krystaly po skončení krystalizačního procesu rozpustí a hmota takto přešlá do roztoku se vyloučí na hrubozrnných podílech. Při způsobu podle vynálezu se postupuje tak, že se suspenze krystalů ohřeje o teplotní diferencii odpovídající rekrystalizačnímu kvocientu v rozmezí 0,70 až 1,25, a potom se systém rovnovážným způsobem ochladí na konečnou teplotu. Podle vynálezu lze alternativně postupovat i tak, že se k suspenzi přidá rozpouštědlo v množství potřebném pro rozpuštění jemnozrnných frakcí, které se potom rovnovážným způsobem odpaří až do složení výchozího systému.

Způsob podle tohoto vynálezu zužuje distribuci velikostí krystalů zejména v oblasti drobných částic a tak zlepšuje separovatelnost produktu ze suspenze. Princip postupu spočívá v rozpuštění drobných částic po skončení vlastního krystalizačního procesu a v přednostním vyloučení takto rozpuštěné hmoty na přítomných větších krystalech. K rozpuštění drobných částic se na konci krystalizačního procesu provede jeden teplotní cyklus, spočívající v jednorázovém ohřevu a pozvolném ochlazení suspenze na konečnou teplotu. Amplituda teplotního cyklu se volí tak, aby odpovídala rekrystalizačnímu kvocientu v rozmezí 0,70 až 1,25. Rekrystalizační kvocient zde představuje poměr m_1/m_2 , kde m_1 je hmotnost látky, která se rozpustí změnou teploty o ΔT , a která je dána součinem teplotní

diference ΔT a teplotního koeficientu dané látky, a m_2 je hmotnost krystalů, které je zapotřebí rozpustit pro úplné vymizení nežádoucích jemnozrnných podílů. V půlperiodě ohřevu se rozpustí převážná část krystalů nejmenších rozměrů a tím i vymizí ze systému. V půlperiodě chlazení se pak hmota rozpuštěných částic vyloučí na větších krystalech, které se v půlperiodě ohřevu rozpustily pouze částečně. To znamená, že ze systému částic o výchozí distribuci velikostí prakticky vymizí krystaly drobné a naopak dojde k dalšímu zvětšení hrubozrnnějších frakcí, což má za následek snadnější separovatelnost krystalů a rovněž zvýšení jejich čistoty.

Rozpuštění jemnozrnných podílů lze dosáhnout nejen popsáním teplotním cyklem, ale i přísadou rozpouštědla nebo přehřátím matečného roztoku. V případě přidavku rozpouštědla se však sníží výtěžek krystalizace a nedojde ke zvětšení krystalů v hrubozrnnějších frakcích, pokud by ovšem přidané rozpouštědlo nebylo opět kontrolovaně odpařeno.

Výhody způsobu podle vynálezu jsou dále ilustrovány několika příklady jeho provedení.

Příklad 1

Do roztoku síranu draselného nasyceného při 20 °C byla vnesena stejná množství (7,50 g) krystalů o dvou rozdílných velikostech (frakce 0,2 až 0,3 mm a frakce 0,5 až 0,6 mm). Suspenze byla ohřata rychlostí zhruba 30 K/h na teplotu 28 °C. Tato teplota byla udržována 10 min a poté byl systém rovnovážným způsobem ochlazen na původní teplotu, při které byl udržován dalších 10 min. Po skončení pokusu byl produkt filtrován a vysušen a na síť o velikosti ok 0,4 mm byly zjištěny hmotnosti obou frakcí. Nadsítný podíl činil 14,2 g, což odpovídá úbytku jemnozrnné frakce z původních 50 na 5,3 %. Použité teplotní diferencii a dosažené změně v zastoupení obou frakcí odpovídá hodnota rekrystalizačního kvocientu 1,08.

Příklad 2

Po krystalizaci síranu hlinito-draselného byla získána suspenze o teplotě 20 °C, obsahující zhruba 15 kg krystalů o distribuci velikostí, která je uvedena v tabulce 1. Za stálého míchání suspenze byla teplota suspenze během 17 min zvýšena na 25 °C a při této teplotě ponechána dalších 10 min. Potom bylo započato s chlazením tak, aby teplota suspenze opět klesla na 20 °C (za 45 min). Výsledná distribuce velikostí krystalů stanovená síťováním separovaných a vysušených krystalů je uvedena v tabulce 1. Ze srovnání výchozí a konečné distribuce velikostí krystalů vyplývá, že došlo k podstatnému zvětšení krystalů ve frakcích nad 0,20 mm a k praktickému vymizení krystalů o velikostech pod 0,20 mm. Hodnota rekrystalizačního kvocientu odpovídající použité teplotní diferencii a dosažené změně v distribuci velikostí krystalů síranu hlinito-draselného je 0,70.

Tabulka 1

Velikost krystalů (mm)	Zastoupení frakce	
	v pův. vzorku (%)	po rekrystalizaci (%)
0,75	2,55	2,51
0,50	6,33	13,90
0,40	10,22	21,58
0,30	17,55	24,59
0,20	23,76	26,72
0,08	34,58	10,03
0,08	5,02	0,69

Příklad 3

Obdobným způsobem jako v příkladu 2 byl proveden teplotní cyklus pro suspenzi krystalů síranu hlinito-draselného o distribuci velikosti částic, která je uvedena v tabulce 2, s tím rozdílem,

že amplituda teplotního cyklu byla 8 °C. Výsledná distribuce velikosti krystalů po rekrystalizaci je rovněž uvedena v tabulce 2. Hodnota rekrystalizačního kvocientu pro tento případ je 1,02.

Tabulka 2

Velikost krystalů (mm)	Zastoupení frakce	
	v pův. vzorku (%)	po rekrystalizaci (%)
0,60	5,26	7,71
0,50	7,89	13,44
0,40	15,79	22,40
0,30	21,71	23,23
0,20	24,68	23,71
0,08	19,73	9,24
0,08	4,93	0,26

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob úpravy distribuce velikostí krystalů produktu v suspenzi, vyznačený tím, že se jemnozrné podíly po skončení krystalizačního procesu rozpustí a hmota takto přešlá do roztoku se vyloučí na hrubozrnných podílech.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se suspenze krystalů ohřeje o teplotní diferenci odpovídající rekrystalizačnímu kvocientu v rozmezí

0,70 až 1,25 a poté se systém rovnovážným způsobem ochladí na konečnou teplotu.

3. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se k suspenzi přidá rozpouštědlo v množství potřebném pro rozpuštění jemnozrnných frakcí, které se potom rovnovážným způsobem odpaří až do složení výchozího systému.