

(12) Ausschließungspatent

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2 Patentgesetz

## PATENTSCHRIFT

(19) DD (11) 281 702 A7

5(51) B 01 D 9/02

## PATENTAMT der DDR

(21) AP B 01 D / 308 814 4

(22) 09.11.87

(45) 22.08.90

(71) TH „Carl Schorlemmer“, Leuna – Merseburg, Otto-Nuschke-Straße, Merseburg, 4200, DD

(72) Brendler, Lutz, Dr.-Ing.; Wille, Uwe, Dr.-Ing.; Kohl, Ewald, Dr.-Ing.; Kupfer, Jürgen, Dipl.-Ing.; Schütze, Gerhard, DD

(73) siehe (71)

(54) Verfahren und Vorrichtung zur Beurteilung der Fraktionierbarkeit von Stoffgemischen

(55) Kristallisierbarkeit; Testung;  
 Handkristallisiereinrichtung; Aufschmelzeinrichtung;  
 Abpreßeinrichtung; Kristallisationsvorgang;  
 Produktqualität; Temperierung  
 (57) Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren und eine  
 Vorrichtung zur Beurteilung der Fraktionierbarkeit von  
 Stoffgemischen durch Kristallisation, anwendbar in  
 Industrie- und Forschungslabors für eine schnelle,  
 ökonomische und zuverlässige Testung der  
 Kristallisierbarkeit im Handbetrieb. Kernstück der Erfindung  
 ist eine temperierbare Handkristallisiereinrichtung mit  
 drehbarer Kristallisierwalze, die in eine temperierbare,  
 rechteckige Aufschmelzeinrichtung niedriger Höhe mit  
 Seitbordführung, in die das zu testende Stoffgemisch  
 eingebracht und temperiert ist, getaucht und abgerollt und  
 anschließend in einer in gleicher Weise aufgebauten und  
 temperierten nachgeordneten Abpreßeinrichtung  
 aufgedrückt und abgerollt wird, wobei der Gesamtorgang  
 mehrfach wiederholt wird zur Intensivierung des  
 Kristallisationsvorganges und zur Erhöhung der  
 Produktqualität. Die Temperierung erfolgt mittels  
 Thermostatiereinrichtung. Die erfindungsgemäße  
 Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens ist in Fig. 1  
 dargestellt. Fig. 1

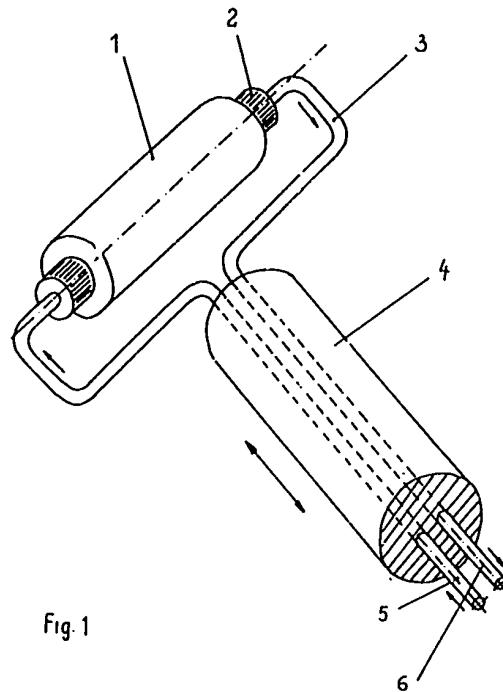


Fig. 1

**Patentansprüche:**

1. Verfahren zur Beurteilung der Fraktionierbarkeit von Stoffgemischen mit einem Walzenkristallisator, bestehend aus einer temperierbaren Schmelzwanne für die Aufnahme des zu fraktionierenden Stoffgemisches und einer temperierbaren drehbaren Walze, die in das Stoffgemisch der Schmelzwanne eintaucht, wobei auf der Walze eine Kristallproduktsschicht gebildet wird, gekennzeichnet dadurch, daß eine temperierbare, flache und rechteckige Aufschmelzeinrichtung mit einem Stoffgemisch in fester oder flüssiger Form gefüllt und dieses aufgeschmolzen wird, wobei seine Temperatur etwas oberhalb der Liquidustemperatur eingeregelt wird, daß eine temperierbare Kristallisierwalze einer Handkristallisiereinrichtung auf eine Temperatur unterhalb der Liquidustemperatur eingeregelt wird und in das temperierte Stoffgemisch in der Aufschmelzeinrichtung getaucht und mehrmals in Längsrichtung der Aufschmelzeinrichtung abgerollt wird, wobei die Kristallisierwalze mehrfach um ihre Längsachse gedreht wird, daß die Handkristallisiereinrichtung mit ihrer Kristallisierwalze aus dem Feststoffgemisch der Aufschmelzeinrichtung entnommen wird und die Kristallisierwalze auf einer mit Filterpapier belegten, nachgeordneten, auf eine mittlere Temperatur oberhalb der Liquidustemperatur einregulierten, temperierbaren Abpreßeinrichtung aufgedrückt und mehrfach abgerollt wird und daß die Kristalle von der Kristallisierwalze der Handkristallisiereinrichtung mechanisch abgestreift werden.
2. Verfahren zur Beurteilung der Fraktionierbarkeit von Stoffgemischen nach Anspruch 1, gekennzeichnet dadurch, daß die Handkristallisiereinrichtung mit ihrer Kristallisierwalze nacheinander wiederholt in das Stoffgemisch der Aufschmelzeinrichtung getaucht, abgerollt und auf der nachgeschalteten Abpreßeinrichtung aufgedrückt und wiederholt abgerollt wird.
3. Verfahren zur Beurteilung der Fraktionierbarkeit von Stoffgemischen nach den Ansprüchen 1 und 2, gekennzeichnet dadurch, daß zum Temperieren der Aufschmelz- und Abpreßeinrichtung und der Kristallisierwalze der Handkristallisiereinrichtung auf Temperaturen oberhalb bzw. unterhalb der Liquidustemperatur jeweils ein Thermo- oder Kryostat und eine elektrische Zusatzheizung angeschlossen wird oder daß zum gleichzeitigen Temperieren von Aufschmelz-, Abpreßeinrichtung und Kristallisierwalze jeweils der Außen- bzw. Innenkreislauf eines Thermo- oder Kryostaten und jeweils eine elektrische Zusatzheizung angeschlossen wird.
4. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach den Ansprüchen 1 bis 3, gekennzeichnet dadurch, daß die nacheinander angeordneten Aufschmelz- und Abpreßeinrichtungen (7.1, 7.2) jeweils aus einem rechteckigen Behälter niedriger Höhe mit oben abgewinkelten Seitborden (8) mit Zahnstangenprofil auf den oberen Flächen der abgewinkelten Seitbordteile bestehen, daß im unteren Teil der Einrichtungen (7.1, 7.2) jeweils in einem Material hoher Wärmeleitfähigkeit ein Rohrheizkörper (9) mit dem Einlaßstutzen (10) und dem Auslaßstutzen (11) an der Frontseite angeordnet ist, daß zwischen den Windungen des Rohrheizkörpers (9) zusätzliche elektrische Heizeinrichtungen (12) eingebracht sind, daß die Handkristallisiereinrichtung aus einem oben gebogenen Hohlrohrbügel (3) mit langgestreckter Zuführung (5) und Abführung (6) besteht, der drehbar dicht mit der Kristallisierwalze (1) mit abgesetzten mit einem Zahnprofil versehenen Auflageseinrichtungen (2) gekoppelt ist und im langgestreckten Zu- und Abführungsteil einen Handisolierschutzgriff (4) aufweist.
5. Vorrichtung nach Anspruch 4, gekennzeichnet dadurch, daß die Höhe der Seitbordteile (8) mittels Teleskop- oder Federeinrichtung (13) variier- und arretierbar angeordnet ist.

Hierzu 2 Seiten Zeichnungen

**Anwendungsgebiet der Erfindung**

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens zur Beurteilung der Fraktionierbarkeit von Stoffgemischen durch Kristallisation in Industrie- und Forschungslabors, anwendbar in der chemischen, pharmazeutischen und Lebensmittelindustrie sowie in anderen mit Kristallisationsvorgängen befaßten Zweigen.

## Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Es ist bekannt, daß zur kontinuierlichen Kristallisation von Stoffgemischen unterschiedlicher Art Walzen- oder Trommelkristallisatoren eingesetzt werden, die in der Regel aus einem Grundkörper für die Aufnahme einer beheizbaren Schmelzwanne, einer temperierbaren Walze, konstruktiven Vorrichtungen verschiedenster Art zum Abschaben der Kristalle von der Walze sowie peripheren Einrichtungen zur Schmelzungtaufgabe, dem Eintrag von Inhibitoren, zusätzlichen Hilfsanpreßwalzen, Vibratoren u.ä. bestehen.

So wird in der SU-OS 1.294.363 eine Vorrichtung vorgeschlagen, wo durch eine exzentrische Aufhängung der Kristallisierwalze gegenüber der Schmelzwanne eine Veränderung der Spaltweite zwischen Walze und Wannenboden hervorgerufen wird, mit Folgerungen auf eine automatische Korrektur der Schmelzsicht auf der Walze. In der SU-OS 1.122.333 erfolgt diese Beeinflussung der Schmelzsicht durch eine zusätzliche profilierte Anpreßwalze bzw. in der SU-OS 1.122.332 wird zur Verbesserung der Produktqualität die Eingabe von Inhibitoren und Einpressen derselben auf die Walze vorgeschlagen.

Zum Einbringen der Inhibitoren werden verschiedene Vorrichtungen, u. a. auch Düsen (SU-OS 1.085.612) eingesetzt. Anpreßwalzen, in der Regel im Durchmesser wesentlich kleiner als die eigentliche Kristallisierwalze, werden sowohl innerhalb der Schmelzwanne (SU-OS 1.087.148, 806.054) als auch außerhalb derselben (SU-OS 1.122.333, 1.122.332) angeordnet.

Zur Abtrennung des Kristallates von der Kristallisierwalze sind kammartige Abstreifmesser (SU-OS 971.396) starr angeordnet bzw. auch hydromechanisch bewegliche Vorrichtungen (SU-OS 965.449) oder auch sogenannte zusätzliche Messerwellen (SU-OS 780.847) und vibrierende Messer (SU-OS 656.636) bekannt, weiterhin wird vorgeschlagen, statt Abstreifmessern Vibratoren (SU-OS 912.194, 980.748) und Endlosband um die Kristallisierwalze (SU-OS 939.030) zu verwenden.

Zur Temperierung des Schmelzunges werden sowohl Vorrichtungen mit unterschiedlichen Wärmeübertragerkonstruktionen in der Schmelzwanne (SU-OS 741.902, 625.731), (SU-OS 1.044.304, SU-OS 1.018.675) als auch eine thermische Vorbehandlung derselben bereits außerhalb der Wanne (SU-OS 674.755) vorgeschlagen.

Nachteilig ist, daß diese bekannten technischen Lösungen technisch aufwendig sind und deshalb insbesondere für eine schnelle und sichere Beurteilung der Fraktionierbarkeit von Teststoffgemischen durch Kristallisation im industriellen und Forschungslaborebereich nicht geeignet erscheinen.

## Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist die Schaffung eines Verfahrens und einer Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens für eine schnelle, ökonomische und zuverlässige Beurteilung der Fraktionierbarkeit von Stoffgemischen durch Kristallisation.

## Wesen der Erfindung

Der Erfindung liegt die technische Aufgabe zu Grunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens zu schaffen, das es gestattet, in einfachster Form im Handbetrieb billig, sicher, zuverlässig und schnell Aussagen über die Fraktionierbarkeit von Stoffgemischen durch Kristallisation zu treffen.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dahingehend gelöst, daß eine temperierbare, flache und rechteckige Aufschmelzeinrichtung mit dem zu untersuchenden Stoffgemisch in der jeweils vorliegenden festen oder flüssigen Form gefüllt und aufgeschmolzen wird, wobei eine Temperatur etwas oberhalb der Liquidustemperatur eingeregelt und gehalten wird. Gleichzeitig wird eine temperierbare Kristallisierwalze einer Handkristallisiereinrichtung auf eine Temperatur unterhalb der Liquidustemperatur eingeregelt, in das temperierte Stoffgemisch der Aufschmelzeinrichtung getaucht und mehrmals in Längsrichtung dieser Einrichtung unter Aufdruck abgerollt, wobei die Kristallisierwalze mehrfach um ihre Längsachse gedreht wird. Anschließend wird die Kristallisierwalze der Handkristallisiereinrichtung aus dem Stoffgemisch der Aufschmelzeinrichtung entnommen und auf einer der Aufschmelzeinrichtung nachgeordneten, auf eine Temperatur oberhalb der Liquidustemperatur eingeregelter, mit Filterpapier belegten temperierbaren Abpreßeinrichtung aufgedrückt und mehrmals abgerollt. Der Vorgang des Eintauchens in die Aufschmelzeinrichtung, Heraushebens aus dieser sowie des Aufdrückens und Abrollens auf dem Filterpapier der Abpreßeinrichtung wird erfindungsgemäß mehrfach wiederholt. Das Aufdrücken der Kristallisierwalze beim Abrollvorgang in der Aufschmelzeinrichtung beeinflußt die Spaltweite zwischen Walze und Boden der Aufschmelzeinrichtung und erhöht den Turbulenzgrad im Spalt, was mit einer Verbesserung des Stoffüberganges verbunden ist. Zum anderen bewirkt das Aufdrücken der Kristallisierwalze in der Abpreßeinrichtung eine Verdichtung des Kristallbettes auf der Walze bei gleichzeitiger Verminderung des Verunreinigungsgrades durch intensives Abtrennen der vorwiegend Verunreinigungen enthaltenden Flüssigkeitsschicht.

Das Abstreifen der Kristalle von der Walze erfolgt in üblicher Weise mechanisch.

Zur Temperierung der Aufschmelz-, Abpreßeinrichtung und der Kristallisierwalze wird der Außen- bzw. Innenkreislauf eines Thermo- bzw. Kryostaten und eine leicht regelbare elektrische Zusatzheizung verwendet.

Die nacheinander angeordneten Aufschmelz- und Abpreßeinrichtungen bestehen jeweils aus einem flachen, rechteckigem Behälter mit aufgesetzten und oben abgewinkelten Seitborden mit einem jeweils horizontalen, oben auf den abgewinkelten Bordteilen aufgebrachtem Zahnstangenprofil. Die Seitbordteile sind dabei mittels Teleskop- oder Federeinrichtung in der Höhe verstell- und arretierbar.

Im unteren Teil der Einrichtungen ist jeweils in einem Material hoher Wärmeleitfähigkeit ein Rohrheizkörper mit Ein- und Auslaßstutzen schlängelförmig angeordnet, wobei zur Feinregelung der Temperatur zwischen den Windungen zusätzlich elektrische Heizeinrichtungen eingebracht sind.

Die Handkristallisiereinrichtung besteht aus einem gebogenen Hohlrohrbügel mit langgestreckter Zu- und Abführung, die durch einen Isolierhandschutzgriff geführt sind.

Der Hohlrohrbügel ist drehbar dicht mit einer Kristallisierwalze mit abgesetzter, an den Seitenflächen der Walze anschließenden, mit einem Zahnprofil versehenen Auflageeinrichtung gekoppelt, wobei das Profil mit dem Zahnstangenprofil der abgewinkelten oberen Seitbordteile der Aufschmelz- bzw. Abpreßeinrichtung abgestimmt ist.

### Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachstehend an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden, und zwar zeigen

**Fig.1:** eine Darstellung der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens zur Beurteilung der Fraktionierbarkeit von Stoffgemischen in Form einer temperierbaren Handkristallisiereinrichtung und

**Fig.2:** eine Darstellung der Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens in Form der Aufschmelz- bzw. Abpreßeinrichtung.

Eingesetzt wird die Vorrichtung zur Trennung eines Phenol/Naphtosalol-Gemisches mit einem Anfangsphenolgehalt von 40 Ma.-%. Nach dem Einfüllen des Stoffgemisches in die Aufschmelzeinrichtung 7.1 erfolgt das Aufschmelzen und die Einregelung der Temperatur des Stoffgemisches auf 65°C mittels Temperierflüssigkeit aus einem Thermostatenkreislauf über die Rohrschlaufe 9 der Einrichtung 7.1 und die elektrische Heizeinrichtung 12. Dabei wird die Zirkulation des Heizmediums über die Stutzen 10, 11 realisiert. Gleichzeitig wird über den gleichen Thermostaten die Kristallisierwalze 1 der Handkristallisiereinrichtung über die Stutzen 5, 6 und den Hohlrohrbügel 3 auf eine Temperatur von 25°C eingeregelt. Der Hohlrohrbügel 3 ist mit der Kristallisierwalze 1 über die seitlich angeordneten, abgesetzten und mit einem Zahnprofil ausgestatteten Auflageeinrichtungen 2 drehbar und abgedichtet gekoppelt. Über den Isolierhandschutzgriff 4, durch den die Längsrohre des Hohlrohrbügels 3 geführt sind, wird die Handkristallisiereinrichtung aufgenommen und mit der Walze 1 in das temperierte Phenol/Naphtosalol-Gemisch der Aufschmelzeinrichtung 7.1 getaucht, wobei die Zahnflanken der Auflageeinrichtungen 2 in das Zahnstangenprofil des abgewinkelten Seitbordes 8 der Aufschmelzeinrichtung 7.1 eingreifen und eine kraft- und formschlüssige Bindung beim mehrmaligen Abrollvorgang in dieser gewährleisten. Die Höhe der Seitborde 8 ist über eine Federeinrichtung 13 mit Arretierung so eingestellt, daß im Spalt zwischen Kristallisierwalze 1 und Boden der Aufschmelzeinrichtung 7.1 ein hoher Turbulenzgrad zur Intensivierung des Stoffüberganges gewährleistet ist. Nach der Entnahme aus der Aufschmelzeinrichtung 7.1 wird die Kristallisierwalze 1 auf eine nachgeordnete Abpreßeinrichtung 7.2, die in gleicher Weise wie die Aufschmelzeinrichtung 7.1 aufgebaut ist und temperiert, sowie zusätzlich mit Filterpapier belegt ist, aufgedrückt und abgerollt. Die verstellbare Seitbordhöhe garantiert ein intensives Abpressen durch das Abrollen der Kristallisierwalze 1 auf dem auf dem Boden der Abpreßeinrichtung 7.2 ausgelegten Filterpapier. Der Vorgang des Eintauchens der Kristallisierwalze 1 in die Aufschmelzeinrichtung 7.1, das Herausheben, Abdrücken und Abrollen auf der Abpreßeinrichtung 7.2 wird fünfmal wiederholt, anschließend werden die Kristalle von der verchromten Kristallisierwalze 1 mechanisch abgestreift. Nach der einmaligen Durchführung des Vorganges betrug die Kristallkonzentration auf der Kristallisierwalze 1 75% und nach der fünfmaligen Durchführung 99,5 Ma.-% Naphtosalol.

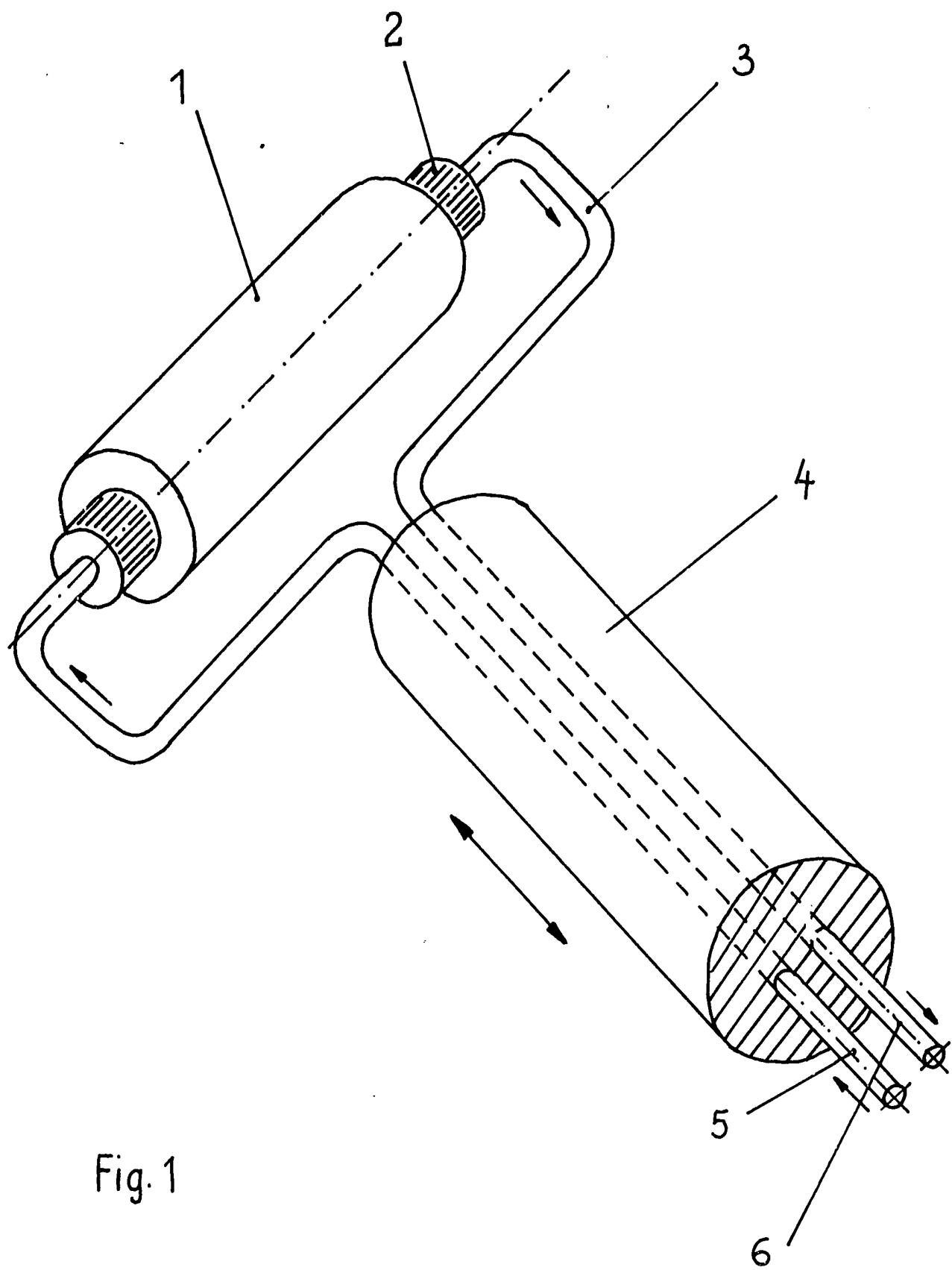


Fig. 1

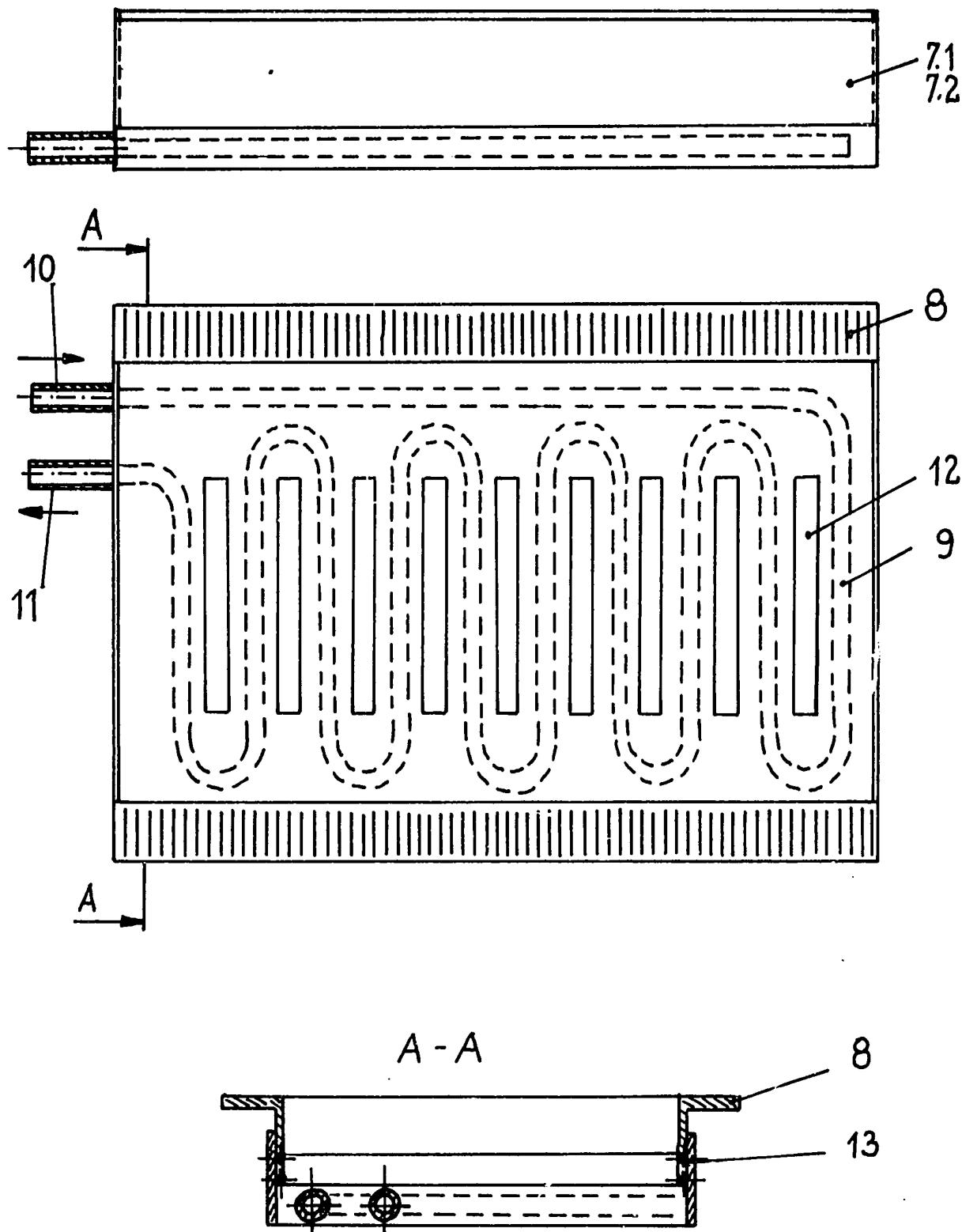


Fig. 2