



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0613978-7 B1

(22) Data do Depósito: 26/07/2006

(45) Data de Concessão: 28/03/2017



(54) Título: MÉTODO E DISPOSITIVO PARA PURIFICAR MISTURAS DE COMPOSTO OU PRODUTOS BRUTOS ORGÂNICOS DE ALTA FUSÃO POR MEIOS DE CRISTALIZAÇÃO DE CAMADA FRACIONÁRIA

(51) Int.Cl.: B01D 9/00; A23L 33/11

(30) Prioridade Unionista: 26/07/2005 CH 1254/05

(73) Titular(es): SULZER CHEMTECH AG. CONSULTEC COMERCIAL E PARTICIPAÇÕES LTDA.

(72) Inventor(es): RODOLFO ROHR; ALI NIKZAD; ANDRZEJ KUSZLIK

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para
**"MÉTODO E DISPOSITIVO PARA PURIFICAR MISTURAS DE
COMPOSTO OU PRODUTOS BRUTOS ORGÂNICOS DE ALTA
FUSÃO POR MEIOS DE CRISTALIZAÇÃO DE CAMADA
FRACIONÁRIA".**

CAMPO DA INVENÇÃO

[001] A presente invenção se refere a um método e um dispositivo para purificar preferivelmente misturas de composto ou produtos brutos orgânicos de alta fusão por meios de cristalização de camada fracionária de misturas de solvente.

ESTADO DA TÉCNICA

[002] A purificação de compostos orgânicos por meios de cristalização fracionária em superfícies trocadoras de calor verticais - seja em um cristalizador estático ou em um cristalizador de película de queda dinâmico - foi aplicada durante várias décadas na indústria para obter compostos orgânicos em uma escala industrial com um grau alto de pureza. Uma vantagem de cristalização fracionária é que o uso de um solvente geralmente pode ser dispensado. Uma mistura pré-purificada, já contendo o composto desejado em uma concentração alta, é muito freqüentemente empregada para cristalização fracionada.

[003] O uso de solventes na cristalização de camada fracionária é, portanto, indesejável porque a eficiência do processo sofreria. Em particular, o equilíbrio de energia é muito mais desfavorável porque mais energia é requerida para aquecer e resfriar a mistura. Além disso, há um risco que o produto purificado ainda é contaminado com sinais do solvente empregado. A purificação de compostos orgânicos de fusão relativamente alta, que funde em mais que aproximadamente 100 °C, de solventes nunca foi antes considerada em processos de escala industrial porque neste caso o solvente evaporaria pelo menos parcialmente. Por causa da evaporação do solvente, a composição e

conseqüentemente as propriedades de separação da mistura variam. Porém, um risco de segurança alto devido ao aumento associado em pressão surgiria evaporando-se os solventes além das emissões indesejáveis. Caso contrário, um custo do projeto muito alto seria incorrido se os cristalizadores tiveram que ser projetados e construídos para operação em tais pressões altas. Além disso, uma atualização de usinas existentes não seria possível.

[004] U.S. 3.621.664 (Saxer) também descreve um método e dispositivo para a separação de substâncias de uma mistura líquida. O dispositivo consiste em um cristalizador com dispositivos para formar uma película líquida em superfícies de resfriamento que podem ser aquecidas ou resfriadas por meios de um meio de transferência de calor. Este método é adequado para cristalizar o composto requerido da fusão ou de uma solução que contém o composto desejado.

[005] WO 00/45928 descreve um método e um dispositivo para purificar compostos por meios de cristalização. Durante a cristalização, uma fusão ou uma mistura que contém essencialmente o composto requerido e impurezas é cristalizada em superfícies de resfriamento. Uma quantidade suficiente de um solvente é adicionada à fusão para pelo menos um composto que tende a precipitação ser mantido na solução. O solvente é adicionado diretamente através de um ponto de conexão ao cristalizador. Entretanto, WO 00/45928 indica que tão pouco solvente quanto possível deveria ser adicionado à fusão.

[006] A cristalização de soluções pode apenas ser aplicada nos dispositivos de cristalização da técnica anterior se as temperaturas empregadas durante o processo de cristalização estiverem muito mais baixas do que os pontos de ebulição dos solventes empregados. De outra maneira, a evaporação indesejável do solvente já ocorre durante a cristalização e até mesmo durante a fusão dos cristais. Gradientes de concentração indesejada são produzidos na mistura de solução

devido à evaporação do solvente, que tem um efeito perturbador na cristalização uniforme. Pode também ser o caso em que ao cristalizar compostos que se fundem em temperaturas mais altas, a pressão de vapor do solvente empregado já é relativamente alta, de forma que a concentração dos compostos dissolvidos aumente devido à evaporação do solvente sem ebulição pronunciada.

[007] A U.S. 4.420.427 descreve um método para obter esteróis ou misturas de esterol de frações não saponificadas de extratos de origem vegetal, particularmente de compostos neutros de sabão bruto do processo de sulfato-celulose. No método descrito, a fração de esterol é dissolvida em uma mistura de álcool/ água com aquecimento, em seguida resfriada com a precipitação de sitosterol. Isto corresponde a uma cristalização de suspensão clássica. O sitosterol precipitado é filtrado e os compostos de não esterol são eluídos com acetona ou uma mistura de acetona/metanol. U.S. 4.420.427 também descreve que uma mistura de sitosterol é obtida empregando-se metanol como o solvente, cuja mistura tem a seguinte composição aproximada: campesterol (4-5%), β -sitosterol (65-75%) e α -sitosterol (15-25%). Esta mistura pode, em seguida, ser separada, por exemplo, por cristalização fracionária (suspensão) de forma que α -sitosterol puro seja obtido. Se β -sitosterol puro é obtido, o uso de metil etil cetona e água é recomendado como o solvente. A desvantagem do método, entretanto, é que é difícil livrar os cristais completamente do licor-mãe adesivo por filtração ou centrifugação. Além disso, o manuseio do resíduo, transporte dos sólidos e de muitas partes em movimento é tecnicamente muito cara.

[008] A U.S. 6.344.573 descreve um método para obter fitosterol bruto no qual a matéria-prima é primeiro saponificada e a fração não saponificada, que contém todo o fitosterol, é em seguida removida da matriz de sabão por evaporação e destilação em alto vácuo. A partir

disto, uma mistura é obtida com um teor de conteúdo de esterol de aproximadamente 50%. Para satisfazer para as exigências das indústrias farmacêuticas e alimentícias, o fitosterol bruto deve ser também concentrado e purificado. Os métodos atualmente empregados são cristalização de suspensão e extração de solventes adequados seguidos por separação de fase por meios de filtração / centrifugação ou extração com fluidos supercríticos.

[009] As U.S. 6.344.573 e U.S. 4.420.427 são incorporados neste pedido por referência.

[0010] A extração com solventes é complexa, desde que os solventes disponíveis não sejam suficientemente seletivos, assim uma mistura de vários solventes deve ser empregada. Isto requer a recuperação de solvente extensiva.

OBJETIVO DA INVENÇÃO

[0011] Com base neste estado da técnica, o objetivo da invenção é propor um método e dispositivo, que sejam adequados para purificar misturas/compostos de fusão relativamente alta, tais como esteróis animais e vegetais, de solventes. Um outro objetivo, em particular, é propor um método e dispositivo que sejam adequados para purificar misturas de produto bruto de alta fusão ou compostos degradáveis (sensíveis à temperatura) ou aqueles, que tendem a cristalizar-se em formas de cristal desfavoráveis. Ainda outro objetivo é fornecer um método e dispositivo para obter e purificar esteróis animais e vegetais com um ponto de fusão relativamente alto.

DESCRIÇÃO

[0012] O objetivo é alcançado de acordo com a invenção por um método com as seguintes etapas de método:

- dissolver o produto bruto em um solvente ou mistura de solvente para preparação de uma mistura de solução de uma composição desejada,

- trazer a mistura de solução em contato com as primeiras superfícies trocadoras de calor e permiti-la resfriar lentamente de forma que uma camada de cristal seja formada com o composto desejado nas primeiras superfícies de resfriamento, e

- condensar o solvente de evaporação durante os processos de dissolução e cristalização e retorná-lo às misturas de solução originais. O método de acordo com a invenção tem a vantagem que compostos de alta fusão tais como esteróis que não podem ser cristalizados a partir de sua fusão, podem ser purificados por meio de cristalização de camada fracionária. Cristalização de suspensão distinta, o uso de filtros e centrífugas pode ser dispensado. Pela condensação de líquido evaporado é possível empregar cristalizadores convencionais, desde que eles não precisem ser projetados para pressão alta. Pelo uso de condensadores, o aumento de pressão pode ser mantido baixo durante a operação. O referido aumento de pressão pode ser mantido sob 10 KPa (100 mbar) e preferivelmente abaixo de 5 KPa (50 mbar), valores que são aceitáveis para tipos convencionais de cristalizadores de camada. Por causa da condensação imediata do solvente de evaporação e seu retorno à mistura, a composição da mistura é mantida durante a cristalização e isto não dá origem a qualquer gradiente de concentração perturbador / indesejável. Uma outra vantagem é que compostos, que não podem ser cristalizados a partir da fusão, ou cristalizar em formas de cristal desfavoráveis ou pode tender à degradação térmica, podem ser purificado por este método. O método pode, da mesma forma, ter a vantagem que compostos de fusão relativamente alta com um ponto de fusão de 80 graus Celsius ou mais alto, podem da mesma forma ser purificados. O método é, portanto, da mesma forma adequado para cristalizar compostos de soluções que contêm um excesso (em termos de peso) de solvente .

[0013] O solvente empregado pode ter um ponto de ebulição que é mais baixo ou mais alto que o ponto de fusão do composto desejado. Preferivelmente, um solvente de baixa ebulição é empregado, em particular um solvente com um ponto de ebulição que é mais baixo que o ponto de fusão do composto desejado. Isto tem a vantagem que o resíduo de solvente pode ser removido mais facilmente dos cristais que no caso de solventes de alta ebulição. Por causa da condensação simultânea do solvente, pelo menos durante o processo de cristalização, a composição original da mistura pode ser mantida. Neste contexto, é apropriado pesar as quantidades da mistura bruta adicionada e do solvente adicionado, ou determiná-las por outros meios, por exemplo, medindo-se os níveis de enchimento ou medindo-se e integrando-se as taxas de fluxo durante a transferência para o recipiente receptor .

[0014] O solvente ou mistura de solvente é preferivelmente recebido em uma temperatura predeterminada, a mistura bruta aquecida e fundida, se necessário, em seguida introduzida no solvente recebido ou mistura de solvente por um método adequado. De tal maneira, uma evaporação muito súbita e forte do solvente pode ser prevenida se o ponto de ebulição do solvente empregado for mais baixo que o ponto de solidificação do produto bruto ou mistura de composto a ser purificado. O solvente ou mistura de solvente é vantajosamente agitado ou forçado-circulado (por exemplo, bombeando-se ao redor) durante a dissolução da mistura bruta. Isto pode ajudar a prevenir o superaquecimento local e ebulição excessiva do solvente recebido. Solvente que evapora no recipiente receptor é preferivelmente condensado e retornado para ele. Isto permite as relações de concentração ser mantidas largamente constantes.

[0015] De acordo com um método preferido, mistura turbulenta, particularmente na redondeza da parede, é induzida por ebulição de

solvente controlada. Isto significa que uma quantidade suficiente de energia térmica é fornecida à mistura de solução para obter uma ebulição leve e borbulhamento diretamente às paredes. Tal operação acelera consideravelmente a dissolução de compostos fundidos que floculam quando introduzidos no solvente que ferve em temperatura mais baixa que o ponto de solidificação desse composto fundido. O meio de transferência de calor é preferivelmente guiado na camisa de aquecimento do receptor de uma tal maneira que a diminuição de sua temperatura ao passar através da camisa compensa a variação no ponto de ebulição do solvente, que varia localmente de acordo com a profundidade abaixo da superfície líquida. Portanto, energia térmica suficiente é fornecida para a mistura de solução para obter um gradiente de temperatura na camisa de aquecimento compensar com precisão a dependência de pressão do ponto de ebulição do solvente. A vantagem disto é que a ebulição uniforme ocorre ao longo da parede aquecida inteira. Ao mesmo tempo, o líquido pode ser circulado para ajudar na mistura de solvente e produto bruto a ser dissolvido.

[0016] A camada de cristal é vantajosamente exsudada depois que o resíduo não cristalizado (solução residual) é drenado, e os cristais restantes são também purificados (isto é, recristalizado) em estágios adicionais. Desta maneira, produtos finais de qualquer nível de pureza podem ser obtidos. De acordo com um método preferido, a camada de cristal do primeiro estágio de cristalização é separada das superfícies de cristalização (primeiras superfícies trocadoras de calor) no primeiro estágio de cristalização, a camada de cristal é separada das superfícies de cristalização (primeiras superfícies trocadoras de calor) guiando-se o solvente sobre ele em vez de por fusão. A quantidade de solvente é preferivelmente determinada principalmente, por exemplo, pesando-se de forma que finalmente a mistura tenha a composição requerida para o próximo estágio de cristalização. É

concebível realizar vários primeiros estágios de cristalização, coletar o cristalizado suado e purificá-lo em um segundo estágio de cristalização depois que uma quantidade suficiente foi acumulada (também aplica-se a mais que dois estágios).

[0017] Preferivelmente, uma fração exsudada do segundo estágio de cristalização é armazenada intermediariamente e depois misturada com solvente e produto bruto frescos e purificada em um novo primeiro estágio de cristalização. Dependendo da pureza desejada do produto final, o cristalizado (cristais) é preferivelmente misturado com uma quantidade adequada de solvente de forma que uma mistura de uma composição adequada para a próxima cristalização seja produzida, cuja mistura é, em seguida, purificada em um outro (segundo) estágio de cristalização.

[0018] Uma variante preferida providencia que vapor ou água de resfriamento seja conduzido através das superfícies trocadoras de calor por um circuito de aquecimento por calor/resfriamento primário, que é conectado às superfícies trocadoras de calor primárias. A vantagem disto é que processos de cristalização, exsudação e fusão sejam realizados com um e o mesmo meio (circuito secundário) e são capazes de ocorrer muito mais rapidamente porque o meio de transferência de calor já é fornecido em temperaturas adequadas.

[0019] Uma possível aplicação do método de acordo com a invenção é a purificação de misturas contendo fitosteróis. Compostos desejados, que devem ser obtidos em um grau alto de pureza incluem, por exemplo, beta-sitosterol, estanol, fitostanol, seus derivados, particularmente seus derivados de éster ou esteróis de origem animal. Os compostos indesejáveis (impurezas) a ser separados da mistura composta bruta incluem, nestes exemplos, campestanos, sitostanos, campestanonas, sitostanonas, álcoois graxos, alfa-esteróis, ácidos graxos e outros componentes, particularmente componentes

cromatogênicos. A purificação de misturas de esterol brutas e a recuperação de colesterol, sitosterol, campesterol, estigmasterol, avenasterol ou esterol de brassica, ou dois ou mais dos compostos supracitados de uma mistura contendo outros (indesejáveis) compostos, é da mesma forma um outro objetivo independente da invenção neste pedido.

[0020] Etanol e / ou propanol é /são preferido(s) como solvente para purificar misturas de fitosterol ou esterol. A vantagem destes solventes é que eles podem da mesma forma ser empregados em processos subseqüentes e não têm, portanto, um efeito perturbador sobre as etapas de método subseqüentes. Vantajosamente, o solvente contido na camada de cristal é removido por evaporação antes da fusão dos cristais. Desta maneira, é possível obter produtos quase sem solvente.

[0021] Um outro objetivo desta invenção é um dispositivo, que um receptor e um tanque de armazenagem de solvente são fornecidos, em que o primeiro recipiente para o produto bruto é conectado ao receptor por um tubo de alimentação, o tanque de armazenagem de solvente é conectado por tubos ao receptor e ao cristalizador, o cristalizador é conectado às segundas superfícies trocadoras de calor (condensador) e um condensador é fornecido no ou sobre o receptor. O cristalizador inventivo tem a vantagem que compostos que anteriormente não puderam ser cristalizados a partir da fusão, ou cristalizarem em formas de cristal desfavoráveis, podem ser purificados agora por meio de cristalização de camada em superfícies de troca de calor. A faixa de aplicação do dispositivo de cristalização é ampliada consideravelmente desde que da mesma forma os solventes de ebulição baixa possam ser empregados. As segundas superfícies trocadoras de calor servem para condensar qualquer evaporação de solvente durante a cristalização e retorna-lo ao cristalizador.

[0022] As segundas superfícies trocadoras de calor são organizadas vantajosamente no cristalizador. Tal disposição é particularmente adequada para cristalizadores estáticos. Neste caso, as segundas superfícies trocadoras de calor podem ser fornecidas na cabeça do cristalizador estático acima das primeiras superfícies trocadoras de calor. As segundas superfícies trocadoras de calor prolongam-se preferivelmente essencialmente ao longo da área de corte transversal inteira do cristalizador de forma que os gradientes de concentração na solução criada por evaporação do solvente são evitados desde que o solvente condensado seja distribuído uniformemente sobre a superfície da solução empregada. Entretanto, é da mesma forma concebível ligar um condensador externo ao cristalizador.

[0023] As segundas superfícies trocadoras de calor, particularmente aquelas para cristalizadores dinâmicos, são fornecidas fora do cristalizador. A vantagem disto é que a mistura uniforme ocorre fora do cristalizador circulando-se a solução. Uma disposição das segundas superfícies trocadoras de calor fora do cristalizador é ideal para cristalizadores dinâmicos. O solvente de evaporação pode, portanto, ser retornado diretamente no reservatório do cristalizador dinâmico.

[0024] Um condensador, da mesma forma, é vantajosamente fornecido no recipiente receptor. Isto permite o solvente de evaporação ser retornado ao dissolver uns compostos fundidos. Um condensador é, da mesma forma, adequadamente fornecido no tanque de armazenagem de solvente. Este condensador permite o solvente evaporar ainda durante a condensação ou fusão dos cristais a ser recuperados.

[0025] Uma modalidade particularmente preferida proporciona que um circuito de resfriamento/aquecimento primário é conectado às

primeiras superfícies trocadoras de calor, cujo circuito tem uma primeira e uma segunda unidade de aquecimento / resfriamento. A provisão de duas ou mais unidades de aquecimento / resfriamento separadas têm a vantagem que os processos de cristalização, exsudação e fusão podem ser acelerados substancialmente quando os meios de transferência de calor já estão presentes em temperaturas requeridas para esses processos. As unidades de aquecimento / resfriamento podem da mesma forma ser combinadas com recipientes de armazenagem de meio de transferência de calor adequados de forma que haja um depósito suficiente de meio de transferência de calor em cada temperatura e nenhum pico de carga do processo seja, portanto, imposto às unidades de aquecimento/resfriamento primárias.

[0026] O circuito de resfriamento/aquecimento primário é vantajosamente fornecido com três unidades de energia, isto é, uma primeira unidade de energia para produzir água resfriada de uma primeira temperatura baixa, uma segunda unidade de energia para produzir água de resfriamento de uma segunda temperatura média, e uma terceira unidade de energia para produzir vapor de uma terceira temperatura alta.

[0027] O objetivo desta invenção é um método, que pode ser empregado para purificar misturas de composto com um ponto de alta fusão tais como beta-sitosterol, estanol, fitostanol, seus derivados, particularmente seus derivados de éster, ou esteróis de origem animal. Nestes exemplos, os pontos de solidificação dos compostos a ser purificados são preferivelmente mais altos que os pontos de ebulição dos solventes empregados.

[0028] Um outro objetivo desta invenção é um dispositivo, que é caracterizado pelo fato de que um recipiente receptor é fornecido, o qual é equipado com um envoltório de aquecimento pelo menos parcialmente incluindo o corpo do recipiente, de forma que o líquido

recebido no recipiente durante operação possa ser aquecido, e de que um condensador é fornecido no ou sobre o receptor para condensação do solvente de evaporação. A vantagem deste dispositivo é que os compostos de fusão mais alta podem ser dissolvidos sem o uso de um agitador gerando-se um grau necessário de agitação líquida por ebulição controlada. Além disso, o solvente pode ser forçado-circulado, como anteriormente descrito em mais detalhes acima.

[0029] A invenção é descrita em mais detalhes no seguinte com referência às figuras que mostram uma modalidade exemplar. Nas figuras, os mesmos números de referência são empregados para as mesmas partes.

[0030] A figura 1 mostra um diagrama explicativo de uma primeira modalidade de um dispositivo de cristalização com um cristalizador estático;

a figura 2 mostra parte do dispositivo de cristalização na figura1 em uma escala aumentada;

a figura3 mostra o dispositivo de cristalização, como mostrado na figura2, porém com um cristalizador de película de queda dinâmico em vez de um cristalizador estático;

a figura 4 mostra um primeiro exemplo de um cristalizador com bobina de resfriamento organizado na região superior do espaço de cristalização;

a figura 5 mostra um segundo exemplo exemplar de um cristalizador com um trocador de calor de placa organizado na região superior do espaço de cristalização em vez da bobina;

a figura 6 mostra uma terceira modalidade exemplar de um cristalizador com um trocador de calor externo (condensador) organizado no topo do cristalizador;

a figura 7 mostra esquematicamente um exemplo de um receptor que tem um envoltório de aquecimento e um condensador,

em que o receptor do produto bruto é introduzido e dissolvido em um solvente recebido;

a figura 8 mostra o receptor na figura 7 com envoltório de aquecimento por calor; e

a figura 9 mostra o receptor na figura 7 durante a operação.

[0031] A modalidade exemplar de um dispositivo de cristalização 11, mostrado na figura 1, tem um assim chamado cristalizador estático 13 com as primeiras superfícies trocadoras de calor 17 organizadas no espaço de cristalização 15, através do qual o meio de transferência de calor em superfícies flui durante a operação. Superfícies trocadoras de calor 17 são conectadas por tubos 19, 21 em um circuito de resfriamento/aquecimento primário 23. O circuito de resfriamento/aquecimento 23 tem três unidades de energia, isto é, uma primeira unidade 25 para água resfriada, uma segunda unidade de energia para água de resfriamento de uma temperatura média, e uma terceira unidade de energia para vapor. As três unidades de energia são conectadas por linhas 26, 28, 30 e 19 em superfícies trocadoras de calor 17. As linhas individuais 26, 28 e 30 podem ser interrompidas por meios das válvulas 31, 33, 35 de forma que o meio de transferência de calor de temperatura exigida, de uma unidade de energia particular, possa sempre ser alimentado nas superfícies trocadoras de calor. Uma bomba 37 conectada à linha 21 é empregada para carregar o meio de transferência de calor através das linhas 19, 21, 26, 28 e 30. Uma linha de passagem 39, com a válvula 41, permite o meio de transferência de calor de retorno ser misturado com o meio de transferência de calor vindo da primeira, segunda ou terceira unidades de energia 25, 27, 29. De uma tal maneira, qualquer temperatura do meio que flui ao cristalizador pode ser produzida, variando entre as temperaturas do meio de transferência de calor da unidade de energia mais fria e a mais quente. Para este propósito, um

circuito de controle é fornecido compreendendo válvulas de controle / mistura 41 e 43 e uma medida de temperatura 45.

[0032] Segundas superfícies trocadoras de calor 45 são fornecidas na parte superior do espaço de cristalização 15. Estas segundas superfícies trocadoras de calor 45 são conectadas a um segundo (secundário) circuito de resfriamento 49 (não mostrado em maior detalhe nas figuras). A energia de resfriamento aqui pode, por exemplo, ser obtida de um das unidades de energia supracitadas - para água de resfriamento ou resfriada.

[0033] Cristalizador 13 é conectado pela linha 51 a um tanque de armazenagem de solvente 53. O tanque de armazenagem de solvente 53 serve para receber um solvente ou uma mistura de solvente que pode ser alimentado por uma linha de fornecimento 55. Um condensador 47 é fornecido no tanque de solvente para condensar o vapor de solvente que escapa do tanque de solvente 53 ou do cristalizador.

[0034] O tanque de armazenagem de solvente 53 é conectado pela linha 59 a um recipiente receptor 61. O recipiente receptor 61 tem uma linha de fornecimento 63, que é conectada a um tanque de produto bruto 65. Uma bomba de alimentação 67 carrega o produto bruto do tanque de produto bruto 65 no recipiente receptor 61 durante a operação. A linha de fornecimento 63 entra na linha de circulação da solução 71, ou no recipiente receptor 61 no topo.

[0035] O receptor 61 é conectado por uma linha de carga elevada 67 ao cristalizador 13. Uma bomba 69, conectada à linha 67, em seguida serve para carregar a mistura recebida no cristalizador 13. A linha de carga elevada 67 entra no cristalizador 13 em sua parte superior, onde a mistura recebida pode ser distribuída uniformemente sobre as superfícies de resfriamento por distribuidores adequados (para uma descrição mais detalhada vide abaixo). A linha 67 tem uma

ramificação lateral, a linha de circulação da solução 71 que é conectada ao recipiente receptor 61. A mistura recebida pode ser transferida para o cristalizador 13 abrindo-se a válvula 75 e fechando-se a 73, ou pode ser bombeado ao redor quando a válvula 75 for fechada e válvula 73 for aberta. O bombeamento ao redor pode acelerar a dissolução do produto bruto.

[0036] Cristalizador 13 é conectado por um cabeçote 77 e uma linha 79 para recipiente receptor 61. Adicionalmente, o cabeçote 77 é conectado pelas válvulas 80, 81 e linhas 83, 84 aos tanques 85 e 87, respectivamente. Aqui, o tanque 85 serve para receber o resíduo de cristalização (solução residual), e tanque 87 serve para receber o produto final. Durante a operação, o resíduo pode ser bombeado (por bomba 89) de tanque 85 para outra unidade de separação, preferivelmente destilação, donde o solvente recuperado é retornado para o tanque de solvente 53.

[0037] O cabeçote 77 pode ser interrompido por uma válvula de interrupção 91. O líquido pode ser drenado a partir do cristalizador 13 no receptor 61 ou nos tanques 85, 87, de acordo com a posição das válvulas 80, 81 ou 93, respectivamente.

[0038] Na modalidade exemplar mostrada, um tanque intermediário 95 é da mesma forma fornecido. O tanque intermediário 95 é da mesma forma conectado ao cabeçote 77 (linha 98, válvula 99) e é da mesma forma conectado pela linha 100 e válvula 101 ao recipiente receptor.

[0039] Uma linha de transbordamento 103, que é conectada ao cristalizador justamente acima das superfícies trocadoras de calor 17, conecta o espaço de cristalização 15 à linha 79. A mistura pode drenar a partir do cristalizador 13 no receptor 61 através da linha de transbordamento 103.

[0040] O sistema de tubulação, que permite os tanques individuais

ser cobertos e estimulados com uma atmosfera de gás inerte, é denotado por número de referência 155.

[0041] A modalidade exemplar mostrada na figura 3 difere-se do dispositivo mostrado nas figuras 1 e 2 em que em vez de um cristalizador 13 estático, um cristalizador de película de queda 14 é fornecido. O cristalizador de película de queda tem, de um certo modo da técnica anterior, uma linha de circulação de produto 107 com bomba 109 para carregar a mistura a ser cristalizada no circuito do recipiente 111 ao cabeçote 113 do cristalizador. O condensador 47 é fornecido fora do cristalizador 14 e o ponto de conexão 11 do condensador 47 é conectado diretamente ao recipiente do cristalizador de película de queda.

[0042] Projetos diferentes de cristalizadores estáticos 13 são mostrados nas figuras 4 a 6, cujos cristalizadores têm as segundas superfícies trocadoras de calor 47a, 47b e 47c respectivamente, em disposições diferentes, acima das primeiras superfícies trocadoras de calor. Superfícies trocadoras de calor 47a e 47b podem, por exemplo, ser projetadas como feixe de tubo 47a e feixe de placa 47b, que são organizadas no cristalizador acima das primeiras superfícies trocadoras de calor 17. Entretanto, é da mesma forma concebível fornecer um condensador externo 47c, que pode ser rebordado ao cristalizador e projetado, por exemplo, como um trocador de calor de tubo & casca.

[0043] Os cristalizadores estáticos empregados em uma modalidade do dispositivo de cristalização de acordo com a invenção são caracterizados pelo fato de que distribuidores líquidos 117 são fornecidos diretamente acima das primeiras superfícies trocadoras de calor 17. Distribuidores líquidos 117 servem para distribuir o solvente ou mistura aquecida uniformemente sobre as primeiras superfícies trocadoras de calor, desse modo permitindo a camada de cristal

aderente ser removida das superfícies de cristalização dissolvendo-se, sem resultar no superaquecimento.

[0044] O recipiente receptor 61 mostrado nas figuras 7 a 9 é equipado com um condensador 119 que serve para condensar o solvente de evaporação durante a dissolução do produto bruto introduzido. O condensador 119 é fornecido com tubos de conexão 121 através dos quais um meio de resfriamento ou refrigerante pode ser circulado.

[0045] Uma linha de circulação 123 e um tubo de distribuição 125 permitem a mistura líquida ser bombeada ao redor durante a operação, especialmente durante a operação de dissolução. O tubo de distribuição 125 tem uma pluralidade de aberturas 127 direcionadas para baixo ou para o lado através das quais a solução circulada é distribuída dentro do recipiente receptor 61. Tubo de distribuição 125 prolonga uma distância curta da base 126 do receptor de forma que a mistura líquida possa ser movida, particularmente no reservatório do tanque.

[0046] Um outro aspecto particular do receptor 61 é que é equipado com um envoltório de aquecimento 129. A energia térmica pode ser fornecida ao receptor 61 de uma maneira controlada por meios da camisa de aquecimento 129. A camisa de aquecimento 129 é projetada preferivelmente como uma camisa dupla 131 através da qual um meio de transferência de calor é circulado. Na base 126, a camisa dupla tem uma ou mais abertura(s) de entrada 131 para alimentar um meio de transferência de calor, e na região periférica superior tem uma ou mais abertura(s) de saída 133 para descarregar o meio de transferência de calor. A energia de aquecimento é fornecida circulando-se um meio de transferência de calor da base ao topo na camisa de aquecimento de forma que o solvente ferva ligeiramente nas paredes do recipiente (borbulhamento; vide figura 8). O

borbulhamento que é induzido por que a leve ebulição é suficiente para gerar uma agitação turbulenta acelera a dissolução da mistura a ser purificada, e especialmente os flocos de produto bruto que podem ser criados durante a operação de dissolução que tende a degradar-se para a base do recipiente. figura 9 mostra como o solvente de evaporação é condensado no condensador 119 e goteja outra vez no volume do líquido.

[0047] O receptor pode ter as seguintes características:

- A camisa pode ser aquecida por meios de vapor ou um meio de transferência de calor líquido.
- A camisa pode ser do tipo convencional (parede dupla) ou de um tipo de placa modelada ou camisa ondeada.
- É importante ter como uniforme uma distribuição de temperatura quando possível na parede interna do recipiente receptor quando o solvente estiver fervendo para obter um borbulhamento uniforme sobre as partes umedecidas inteiras das paredes do recipiente. O uso de vapor quente é vantajoso porque distribui uniformemente ao longo da camisa. Adequadamente, nenhuma precaução especial, tal como placas guias, etc., é requerida na camisa.
- Quando um meio de transferência de calor líquido for empregado, deve ser conduzido ao longo da superfície da parede. Isto é obtido por meios de placas defletoras adequadamente projetadas ou medidas similares.
- A vantagem do meio de transferência de calor líquido é: o ponto de ebulição do solvente (que é dependente de pressão) aumenta na direção da superfície até a base do tanque devido a fato que a pressão hidrostática sobe quando a profundidade aumenta. O meio de transferência de calor é, portanto, vantajosamente alimentado na camisa na base do recipiente e é descarregado no topo. Sua

temperatura cai porque o meio de transferência de calor produz energia de aquecimento ao solvente de ebulição (ao contrário deste vapor condensa em todos os lugares na mesma temperatura); o rendimento da massa do meio de transferência de calor pode ser fixado de forma que sua temperatura diminua pela mesma quantidade (em seu modo da abertura à saída da camisa de calor) como o ponto de ebulição do solvente da base do tanque à sua superfície; isto garante que a entrada de calor extremamente uniforme e assim um borbulhamento muito uniforme sejam alcançados sobre a superfície de parede aquecida inteira.

DESCRIÇÃO GERAL DO MÉTODO :

I. PREPARAÇÃO

[0048] A mistura bruta a ser purificada é mantida líquida no tanque T-2 em uma temperatura acima do ponto de solidificação. Temperaturas acima do ponto de solidificação, preferivelmente aproximadamente 10 a 15 °C acima do ponto de solidificação, são adequadas.

[0049] No tanque T-1 o solvente, etanol, por exemplo, é mantido em uma temperatura adequada para recebimento subsequente da mistura a ser cristalizada (vide abaixo, II.2.). O etanol pode ser retornado parcialmente ou completamente de um processo de recuperação. Tanque T-1 é equipado no topo com superfícies de resfriamento (condensador) que são resfriadas com água resfriada ou de resfriamento e impedir o solvente de evaporar do tanque.

II. RECEBIMENTO DO SOLVENTE

[0050] Uma quantidade adequada do solvente (medido, por exemplo, enchendo-se a medida de nível no tanque T-3 ou no tanque T-1, ou pesando-se em tanques T-1 e/ou T-3, ou por medida de fluxo) é transferida no tanque T-3. Dependendo da disposição dos tanques, a transferência pode ocorrer por gravidade (abertura da válvula de dreno

no T-1) ou por meios de uma bomba (não mostrada).

[0051] O solvente é circulado com a bomba P-3 no circuito curto (válvula 75 fechado, válvula 73 aberta). A mistura bruta é adicionada agora ao solvente com bomba P-2. A taxa de fluxo através da P-2 é escolhida de forma que haja nenhuma evaporação súbita do solvente circulado. Com o condensador ligado (por exemplo, resfriando com água de resfriamento), evaporação do solvente do tanque é impedida. O fluxo de solvente condensado da mesma forma reduz a ebulição na superfície da mistura de solvente no tanque T-3. A quantidade de mistura bruta adicionada é medida e controlada por meios adequados (vide 1 acima) - preenchendo-se a medida de nível, ou pesando-se no tanque T-3 e / ou T-2, ou medindo-se e totalizando-se o fluxo da mistura bruta.

III. CRISTALIZAÇÃO

[0052] A solução recebida é bombeada no cristalizador com bomba P-3. Um cristalizador estático ou dinâmico (por exemplo, película de queda) pode ser empregado para cristalização. O cristalizador preferido da substância a ser purificado é obtido por diminuição programada da temperatura no cristalizador (circuito de resfriamento/aquecimento com meio de transferência de calor moderado). As superfícies de resfriamento (opcionais) na seção superior do cristalizador (por exemplo, resfriamento por água de resfriamento) impedem o vapor de solvente de escapar por condensação e retornar o solvente condensado ao cristalizador. A cristalização é terminada depois que uma quantidade prescrita da substância empregada cristalizou-se. Esta quantidade pode ser monitorada por métodos convencionais durante a cristalização, por exemplo, medida de nível no tanque coletor de um cristalizador de película de queda ou por cristalização com uma regulação de temperatura definida dentro de um período definido de tempo.

IV. DRENAGEM DA CONDENSAÇÃO E SOLUÇÃO RESIDUAL

[0053] A solução residual não cristalizada, que contém impurezas concentradas (substâncias indesejadas), é drenada no tanque T-5.

[0054] A massa de cristal é exsudada no cristalizador por aquecimento lento (regulação de temperatura controlada). A fração exsudada pode, em seguida, continuar a drenagem no tanque T-5. A quantidade exsudada é determinada pesando-se no tanque T-5 ou no cristalizador (cada dispositivo sendo instalado em células de pesagem) ou por medida de nível no tanque T-5. O segundo corte da fração exsudada é drenada no tanque T-3 (as frações exsudadas são sempre drenadas por gravidade), onde é adicionada à mistura empregada para cristalização no próximo ciclo de cristalização. Se a fração cristalizada for recristalizada para outra purificação (em um estágio de cristalização adicional), o segundo corte da fração exsudada é alimentado no tanque intermediário T-4, onde é armazenado intermediariamente. Entretanto, a fração exsudada pode apenas em um corte, de acordo com o comportamento de separação da mistura purificada, e esta fração pode ser adicionada à solução residual no tanque T-5 ou drenada no tanque T-3 ou T-4, dependendo da composição da solução residual.

[0055] O escapamento descontrolado do solvente é impedido resfriando-se as superfícies de condensação na seção superior do cristalizador.

[0056] A solução residual rica em solvente no tanque T-5 pode ser alimentada em um processo adequado para recuperação do solvente parcial ou completa.

V. FUSÃO DOS CRISTAIS

[0057] A temperatura é aumentada agora para fundir os cristais.

[0058] Se a fração cristalizada for anteriormente o produto final purificado, a temperatura é aumentada para um valor adequado no

qual a evaporação controlada (isto é, não muito súbita) do solvente ainda presente na massa de cristal é alcançada. O resfriamento nas superfícies de condensação no cristalizador é desligado. O solvente evaporado é alimentado através de um tubo 51 para o tanque de solvente T-1 e é condensado no condensador fornecido no tanque. A evaporação do solvente no cristalizador pode, por exemplo, ser monitorada por medida de temperatura no espaço de produto do cristalizador. Uma elevação significativa da temperatura dentro do cristalizador é uma indicação que todo o solvente foi evaporado. A temperatura do portador de calor é em seguida aumentada para um valor adequado acima do ponto de fusão do produto livre de solvente para fundir os cristais restantes. A massa fundida é, em seguida, drenada no tanque T-6 como o produto final.

[0059] Se a fração cristalizada for recristalizada em um outro estágio de cristalização, uma quantidade estabelecida de solvente é transferida para T-3 durante a exsudação. O cristalizado suado pode ser fundido como descrito acima, mas os cristais podem da mesma forma ser dissolvidos pelo método descrito no seguinte. A temperatura no cristalizador é mantida em um valor adequado no qual nenhuma evaporação significativa do solvente, especialmente nenhuma ebulição, ocorre, por uma escolha adequada de temperatura do meio de transferência de calor. As válvulas de drenagem do cristalizador para T-3 são abertas. O solvente é bombeado de T-3 para o cristalizador com bomba P-3 e é guiado, preferivelmente pulverizado, nos cristais. Os dispositivos de pulverização deveriam garantir a distribuição do solvente pulverizado sobre a área de corte transversal inteira do cristalizador ocupada pelos cristais. Por exemplo, os distribuidores líquidos podem ser empregados tais como aqueles já conhecidos nas colunas de destilação. Os cristais são, em seguida, dissolvidos pelo pulverizado sobre o solvente. A massa líquida continuamente drena do

cristalizador para T-3 contanto que a bomba P-3 permaneça ligada. A fusão dos cristais pode ocorrer, por exemplo, pesando-se o cristalizador ou tanque T-3 (instalação em células de pesagem) ou enchendo-se a medida de nível em T-3. Uma indicação de dissolução completa dos cristais pode, por exemplo, seja a obtenção de um valor definido da quantidade medida (peso ou nível) ou que esta quantidade permanece em um nível que não varia mais durante um tempo definido. Porém, é da mesma forma concebível realizar a fusão durante um tempo adequadamente dimensionado, definido sem monitoramento de nível ou peso em parâmetros definidos (taxa de fluxo do solvente circulado com P-3, temperatura).

[0060] Assim que a camada de cristal foi dissolvida, a bomba P-3 é desligada. No receptor T-3 há uma nova solução pronta para (re) cristalização no próximo estágio de cristalização. A quantidade estabelecida de solvente que foi recebido durante a condensação em T-3 é escolhida de forma que depois que os cristais são dissolvidos, a solução pronta para a (re) cristalização subsequente representa a proporção desejada do solvente. Ao longo do processo de dissolução, o escapamento do vapor de solvente é prevenido por condensação nas superfícies de resfriamento na seção superior do cristalizador.

VI. (RE-) CRISTALIZAÇÃO NO PRÓXIMO ESTÁGIO

[0061] A mistura no receptor T-3, que contém uma concentração mais alta do composto desejado que a mistura inicial, é agora bombeada no cristalizador com a bomba P-3. A cristalização é realizada de uma maneira similar ao estágio anterior (vide III.1.). Durante a cristalização, a fração exsudada armazenada intermediariamente no tanque intermediário T-4 é drenada ou bombeada do estágio anterior em T-3 (bomba não mostrada aqui). Uma quantidade de solvente adequada é transferida do tanque de solvente T-1 para T-3 e uma quantidade adequada da mistura bruta

sou adicionado de T-2 (vide II.1. e 2.). Aqui "adequado" significa que a quantidade de mistura de tanque intermediário T-4, a quantidade de solvente do tanque de solvente T-1, a quantidade da mistura bruta de T-2 e a quantidade de solução não cristalizada deste estágio (vide abaixo), se necessário com o primeiro corte da fração exsudada deste estágio, retornam uma massa e teor de solvente da mistura adequado para o processo de cristalização subsequente, depois que todas estas quantidades são misturadas juntas.

VII. DRENAGEM DA CONDENSAÇÃO E SOLUÇÃO RESIDUAL

[0062] A solução residual não cristalizada do segundo estágio é drenada no tanque T-3. O primeiro corte da fração exsudada é adicionado a esta solução residual se necessário. Ambas as etapas são realizadas como descrito em IV, a não ser que a solução residual e, se necessário, a primeira parte da fração exsudada, são alimentadas em T-3 em vez de T-5. Uma segunda parte da fração exsudada é intermediariamente armazenada, se necessário, no tanque intermediário T-4 e é adicionada imediatamente antes, durante ou imediatamente depois da dissolução dos cristais para o estágio de alimentação no ciclo de cristalização subsequente (o estágio com a mistura bruta, vide acima no ponto V 3.).

VIII. FUSÃO DOS CRISTAIS

[0063] A fusão dos cristais é realizada como descrito em V.2.

[0064] Se um outro estágio de (re)cristalização é fornecido, a fusão, como descrito em V 1., e todas as outras etapas de processo são realizadas correspondentemente como descrito em VI a VIII.

[0065] A solução é misturada abaixo sob as seguintes condições:

- Operação quase sem pressão - a pressão é igual à pressão da medida de funcionamento do cristalizador e é, então, menor que 10 KPa (100 mbars), preferivelmente menor que 5 KPa (50 mbars), por exemplo, quando um cristalizador estático é utilizado.

- O ponto de ebulição do solvente (na pressão de funcionamento) pode estar muito baixo do ponto de solidificação da mistura bruta a ser dissolvida. Por exemplo, se o sitosterol é purificado com etanol como o solvente, o ponto de ebulição do etanol é aproximadamente 78 - 80°C, e os pontos de solidificação das frações de produto a ser dissolvidas é aproximadamente 90 - 110°C.

- O uso de agitadores é largamente dispensado porque eles contêm partes mecanicamente movidas e estão mais propensos à falhas do que outros componentes do sistema (os selos do cabo de agitador são considerados como pontos fracos particulares).

Processo da dissolução do produto bruto ou mistura de composto a ser purificado

- O solvente é primeiro aquecido no tanque quase em sua temperatura de ebulição. O calor é, em seguida, fornecido de uma maneira controlada no tanque para permitir a ebulição suave do solvente.

- O solvente com ebulição suave é circulado com bomba 69. O produto bruto fundido, essencialmente sem solvente é, em seguida, dosado.

- O produto bruto dissolve parcialmente mas tende a flocular-se devido ao resfriamento rápido em contato com o solvente, particularmente se seu ponto de solidificação estiver acima do ponto de ebulição do solvente. Os flocos afundam e tendem a acumular-se em regiões do tanque perto da base e aderem parcialmente à base e parede do tanque.

- Durante a ebulição suave, borbulhas do vapor de solvente formam-se nas paredes internas aquecidas pela camisa do receptor; estas bolhas causam mistura e movimento turbulento local na redondeza da base e parede do solvente, isto é, perto de todas as superfícies aquecidas pela camisa no tanque, como um resultado do

qual os flocos de produto são dissolvidos muito rapidamente; isto é particularmente importante na seção inferior / na base do tanque porque os flocos tendem a acumular-se lá.

- O solvente de ebulição é condensado nas superfícies de resfriamento na seção superior do tanque e é retornado para o volume de líquido.

- Por causa da circulação simultânea da solução com a bomba, duas coisas são obtidas:

- a) Homogeneização das concentrações em todo o volume da solução:

- b) Evitação de acumulações de flocos em pilhas ou pedaços devido à manutenção do movimento do conteúdo do tanque

- O aquecimento é, em seguida, desligado de forma que a ebulição interrompa e a solução seja, em seguida, bombeada para o cristalizador.

CONTROLE DE FORNECIMENTO DE ENERGIA DURANTE A EBULIÇÃO

[0066] Se o vapor for empregado, o fluxo de vapor pode ser medido e fixado, por exemplo, para uma quantidade predeterminada por uma válvula controladora ou pode ser regulado em um valor de fluxo definido.

[0067] No caso de um meio de transferência de calor líquido, a temperatura de alimentação para a camisa pode ser fixada em um valor predeterminado; as temperaturas de retorno e fornecimento do meio de transferência de calor para/da camisa podem, da mesma forma ser medidas, e a temperatura de alimentação pode, em seguida, ser regulada de forma que uma diferença de temperatura predeterminada seja mantida entre o fornecimento e retorno do meio de transferência de calor.

[0068] Álcoois (metanol, etanol; n-propanol, isopropanol, butanol

ou outros álcoois de valor mais alto) e cetonas (por exemplo, metil etil cetona freqüentemente empregada na indústria) e misturas destes são preferivelmente empregados como solventes para esteróis de purificação.

VANTAGENS DO MÉTODO DE ACORDO COM A INVENÇÃO:

[0069] Método de acordo com a invenção fornece a possibilidade de eficazmente purificar misturas de matéria-prima bruta que tendem a cristalizar-se em uma estrutura de cristal desfavorável ou tendem a decomposição térmica durante a purificação sem solvente através da cristalização.

[0070] Operação sem pressão do sistema, ou operação do sistema em baixas pressões, é possível devido ao uso de superfícies de resfriamento adequadas em pontos adequados no sistema. Isto não permite os cristalizadores convencionais adequados para uma pressão de funcionamento superior a ser empregada (classificação favorável de acordo com os regulamentos do recipiente de pressão aplicável). Cristalizadores convencionais, que são equipados com superfícies de resfriamento adicionais, podem ser empregados até mesmo quando a temperatura de ebulição do solvente estiver abaixo da temperatura de fusão do produto sem solvente.

[0071] As etapas de centrifugação ou filtração caras e lavagem subsequente do cristalizado filtrado ou centrifugado por solvente adicional (quantidades) são evitadas pela aplicação de cristalização de camada.

[0072] O método novo está bem adaptado para obter, por exemplo, fitosterol em uma qualidade, que satisfaz as exigências da indústria farmacêutica e alimentícia. Matérias-primas brutas preferidas para o método de purificação de acordo com a invenção são concentrados de fitosterol, que são obtidos como subprodutos no processo de alimentos, celulose ou similares. Fitosterol é um termo

coletivo para esteróis vegetais e relaciona tanto os esteróis quanto os estanóis. O último é a contraparte reduzida dos esteróis vegetais, que ocorre menos freqüentemente na natureza. Os esteróis vegetais mais comuns são sitosterol, campesterol, estigmasterol, avenasterol e brassicasterol. Além disso, o método de acordo com a invenção pode, da mesma forma, ser empregado para purificar esteróis de origem animal, tal como colesterol.

[0073] O dispositivo de acordo com a invenção é geralmente da mesma forma (ou "particularmente") adequado para purificar compostos com um ponto de fusão > 100 graus Celsius. Um produto bruto a ser purificado, da mesma forma quando fundido, pode ser rapidamente dissolvido através do uso de um recipiente receptor que pode ser aquecido sob condições controladas, sem dispositivos de agitação especiais (agitadores) a ser requeridos. A solução pode, da mesma forma, ser bombeada simultaneamente ao redor. O uso de um condensador no receptor permite os compostos de alta fusão ser dissolvidos em um solvente de baixa ebulição e ser subsequenteemente cristalizados fora desse solvente.

EXEMPLO 1

[0074] Em um dispositivo de cristalização piloto, a solução seguinte foi preparada - mistura de Esterol bruta, seca: 9240 g

- Solvente: Etanol: 45,300 g

- Solução Total: 54,540 g

[0075] A solução a 78°C foi alimentado em um cristalizador estático piloto que foi pré-resfriado a 72°C. Depois disso, a temperatura do meio de transferência de calor foi diminuída temperatura para 30°C dentro de 6 horas e foi sustentada nesse valor por 1 hora. Em seguida, a solução residual foi drenada durante 2 horas. A fração exsudada foi coletada durante 1,5 hora, a temperatura foi aumentada para 78°C durante esse tempo.

[0076] As frações de produto tiveram as seguintes figuras:

Fração	Entrada	Resíduo	Exsudado	Cristais (equilibrados)
Massa total	54,540	42,630	1,870	10,000
Massa de solvente	45,300	37,490	1,355	6,455
Massa seca	9,200	5140	515	3,545
Teor de esteróis	50,5%	25,5%		86,5%

EXEMPLO 2

[0077] A fração de cristal do exemplo 1 foi diluída através da adição do solvente para obter uma relação de solvente / massa seca de aproximadamente 10:1. A solução, desse modo, preparada estando a 78°C foi alimentada no cristalizador piloto que foi pre-resfriado a 76°C. Depois disso, a temperatura do meio de transferência de calor foi diminuída para 36°C dentro de 7 horas e foi sustentada nesse valor por 1 hora. A solução residual foi drenada durante 1,5 hora, a fração exsudada foi coletada durante 1,5 hora, e a temperatura foi aumentada para 77°C durante a exsudação. As frações de produto produziram as figuras seguintes

Fração	Entrada	Resíduo	Exsudado	Cristais (equilibrados)
Massa total	38,800	34,015	720	4,065
Massa de solvente	35,265	33,040	545	1,680
Massa seca	3,535	975	175	2,385
Teor de esteróis	86,5%	59,7%		99,2%

11 Dispositivo de cristalização

13 Cristalizador estático

14 Cristalizador dinâmico

15	Espaço de cristalização
17	Primeira superfície trocadora de calor
19,21	Tubos
23	Superfícies de resfriamento/aquecedor
25,27,29	Unidades de alimentação para o meio de transferência de calor
26,28,30	Tubos
31	Válvula
33	Válvula
35	Válvula
39	Tubo de passagem
41	Válvula do tubo de passagem
43	Válvula de Controle
45	Medida de temperatura
47	Segunda superfície trocadora de calor
49	Segundo circuito de resfriamento
51	Tubo entre cristizador e tanque de solvente
53	Tanque de armazenagem de solvente
55	Tubo de fornecimento
57	Condensador
59	Tubo de conexão
61	Recipiente Receptor
63	Tubo de fornecimento
65	Tanque de produto bruto
67	Tubo de alimentação
69	Bomba
71	Tubo entre o tubo de alimentação e recipiente receptor
73,75	Válvulas
77	Tubo coletor
80,81	Válvulas

83,84	Tubos
85	Tanque para resíduo
87	Tanque para produto final
89	Bomba
91	Válvula de interrupção
93	Válvula para desativar o tubo 79
95	Tanque intermediário
98	Tubo
99	Válvula
100	Tubo
101	Válvula
103	Tubo de transbordamento
105	Sistema de Tubo
107	Bomba de circulação
109	Bomba
111	Recipiente do cristalizador dinâmico
113	Cabeça do cristalizador dinâmico
115	Ponto de conexão do condensador no cristalizador dinâmico
117	
119	Condensador no receptor
121	Tubos de conexão do condensador para um refrigerante
123	Tubos para circulação da mistura líquida no receptor
125	Tubo de distribuição
126	Base do receptor
127	Aberturas do tubo de distribuição
129	Envoltório de aquecimento
131	Primeira conexão para o meio de transferência de calor
133	Segunda conexão para o meio de transferência de calor

REIVINDICAÇÕES

1. Método para purificar um produto bruto orgânico de alta fusão ou mistura de composto, apresentando um ponto de fusão de 80°C ou superior, por meio de cristalização de camada fracionária, o referido método sendo caracterizado pelo fato de que apresenta as seguintes etapas:

- dissolver o produto bruto de alta fusão ou mistura de composto em um solvente ou mistura de solvente para produzir uma mistura de solução de uma composição desejada,

- trazer a mistura de solução em contato com as primeiras superfícies trocadoras de calor de um cristalizador e permiti-las resfriar lentamente de forma que uma camada de cristal seja formada com o composto desejado nas primeiras superfícies trocadoras de calor, e

- condensar o solvente evaporador durante a cristalização da camada fracionária e retornando-a ao cristalizador.

2. Método, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o produto bruto orgânico de alta fusão ou mistura de composto é fundido antes de dissolvê-lo.

3. Método, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que o produto bruto orgânico de alta fusão ou mistura de composto é dissolvido em um excesso de solvente ou mistura de solvente.

4. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que o produto bruto orgânico de alta fusão ou mistura de composto é dissolvido em um solvente ou mistura de solvente com um ponto de ebulição que é inferior ao ponto de fusão do composto desejado.

5. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que o produto bruto orgânico de alta fusão ou mistura de composto é dissolvido em um

solvente ou mistura de solvente com um ponto de ebulição que é superior ao ponto de fusão do composto desejado.

6. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que a proporção do produto bruto orgânico de alta fusão ou mistura de composto em peso na mistura é inferior a 50%, preferivelmente inferior a 35%, e em preferência particular inferior a 25%.

7. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que as quantidades do produto bruto orgânico de alta fusão ou mistura de composto adicionado e do solvente ou mistura do solvente adicionado são pesadas ou de outra maneira determinadas, por exemplo, enchendo-se a medida do nível.

8. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que o solvente ou mistura de solvente é recebido a uma temperatura predeterminada, e sendo que o produto bruto orgânico de alta fusão ou mistura de composto é aquecido e fundido e é, em seguida, introduzido no solvente ou mistura de solvente.

9. Método, de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de que o solvente ou mistura de solvente é agitado durante a dissolução da produto bruto orgânico de alta fusão ou mistura de composto ou bombeado ao redor.

10. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, caracterizado pelo fato de que o composto desejado contido no produto bruto orgânico de alta fusão ou mistura de composto apresenta um ponto de fusão de $> 80^{\circ}\text{C}$, preferivelmente, $> 100^{\circ}\text{C}$.

11. Método de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de que o meio de

transferência de calor é guiado na camisa de aquecimento de um vaso receptor de forma que a queda na temperatura do meio de transferência de calor corresponda essencialmente à variação no ponto de ebulição local do solvente ou da mistura de solvente no vaso receptor, que é dependente da pressão hidrostática da coluna líquida.

12. Método, de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pelo fato de que o líquido é circulado para ajudar na mistura do solvente e do produto bruto orgânico de alta fusão ou mistura de composto a ser dissolvido.

13. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 12, caracterizado pelo fato de que depois da cristalização da camada fracionária, um resíduo não cristalizado da cristalização da camada fracionária é drenado e o solvente contido no resíduo não cristalizado é recuperado, por exemplo, por destilação, e alimentado ao tanque de armazenagem do solvente.

14. Método, de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo fato de que depois de drenar o resíduo não cristalizado a camada de cristal é exsudada e o cristalizado restante é purificado em um estágio de recristalização subsequente.

15. Método, de acordo com a reivindicação 14, caracterizado pelo fato de que a camada de cristal formada nas primeiras superfícies trocadoras de calor é dissolvida ou separada das primeiras superfícies trocadoras de calor guiando-se solvente acima das mesmas.

16. Método, de acordo com a reivindicação 14 ou 15, caracterizado pelo fato de que a fração exsudada do estágio de recristalização subsequente é armazenada intermediariamente e depois misturada junto com produto bruto orgânico de alta fusão ou mistura de composto e com o solvente ou mistura de solvente e purificada em um novo estágio de cristalização fracionário.

17. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 16, caracterizado pelo fato de que - dependendo da pureza desejada do produto final - o cristalizado do estágio de cristalização fracionário é misturado com uma quantidade adequada de solvente, de forma que uma mistura de uma composição adequada para uma cristalização subsequente seja produzida, cuja mistura é, em seguida, purificada na cristalização subsequente.

18. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 17, caracterizado pelo fato de que água de resfriamento ou vapor de água pode ser alimentado através das primeiras superfícies trocadoras de calor por um circuito de resfriamento/aquecimento primário que é conectado às primeiras superfícies trocadoras de calor.

19. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 18, caracterizado pelo fato de que a mistura a ser purificada contém fitosteróis.

20. Método, de acordo com a reivindicação 19, caracterizado pelo fato de que metanol e/ou etanol e/ou propanol e/ou metil etil cetona é/são empregados como um solvente.

21. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 20, caracterizado pelo fato de que o produto bruto orgânico de alta fusão ou mistura de composto a ser purificado contém esterol, fitosterol, beta-sitosterol, estanol fitostanol, seus derivados, particularmente seus derivados de éster, ou esteróis de origem animal, como os compostos desejáveis, e campestanos, sitostanos, campestanonos, sitostanonos, álcoois graxos, alfa esteróis, ácidos graxos e outros componentes, particularmente componentes cromatogênicos, como compostos indesejáveis.

22. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 21, caracterizado pelo fato de que a purificação do

produto bruto orgânico de alta fusão ou mistura de composto das misturas de esterol brutas inclui a recuperação de colesterol, sitosterol, camosterol, estigmasterol, avenasterol ou esterol de brassica, ou dois ou mais dos compostos supracitados de uma mistura contendo compostos adicionais indesejáveis.

23. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 22, caracterizado pelo fato de que o solvente contido na camada de cristal é removido por evaporação antes da fusão dos cristais.

24. Método, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 23, caracterizado pelo fato de que a camada de cristal é sujeita a fusão fracionária após a cristalização da camada fracionária.

25. Método, de acordo com a reivindicação 24, caracterizado pelo fato de que a dissolução do produto bruto orgânico de alta fusão ou mistura de composto ocorre por ebulição controlada do solvente, se necessário com circulação simultânea do solvente.

26. Dispositivo para purificar produto bruto orgânico de alta fusão ou mistura de composto, apresentando um ponto de fusão de 80°C ou superior, por cristalização em camada fracionada com:

- um cristalizador (13, 14) com primeiras superfícies trocadoras de calor através das quais um meio de transferência de calor é capaz de fluir ou circular,

- pelo menos um primeiro tanque para receber o produto bruto orgânico de alta fusão ou mistura de composto (65)

- pelo menos um segundo tanque (87) para armazenar o produto final ou frações de produto, e

- tubos (67, 77, 84) para alimentar um produto bruto orgânico de alta fusão ou mistura de composto ao cristalizador (13, 14) e para transferir o produto purificado para o segundo tanque,

o dito dispositivo sendo caracterizado pelo fato de que:

- um vaso receptor (61) e um tanque de armazenagem de solvente (53) são fornecidos,

- o primeiro tanque (65) para o produto bruto orgânico de alta fusão é conectado ao vaso receptor (61) por um tubo de fornecimento (63), e

- o tanque de armazenagem de solvente (53) é conectado por tubos (59, 51) ao vaso receptor (61) por um lado e ao cristalizador (13, 14) por outro

- o cristalizador é conectado à segunda superfície trocadora de calor (47) para condensar o solvente que evapora durante a cristalização e para retorná-lo ao cristalizador e

- um condensador (119) é conectado ao vaso receptor (61).

27. Dispositivo, de acordo com a reivindicação 26, caracterizado pelo fato de que as segundas superfícies trocadoras de calor (47) são organizadas no cristalizador.

28. Dispositivo, de acordo com reivindicação 26 ou 27, caracterizado pelo fato de que as segundas superfícies trocadoras de calor (47), particularmente no caso de cristalizadores dinâmicos, são fornecidas fora do cristalizador.

29. Dispositivo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 26 a 28, caracterizado pelo fato de que o vaso receptor (61) apresenta uma camisa de aquecimento (129).

30. Dispositivo, de acordo com a reivindicação 29, caracterizado pelo fato de que a camisa de aquecimento (29) envolve pelo menos parcialmente o vaso receptor, de forma que líquido recebido no vaso receptor possa ser aquecido durante a operação.

31. Dispositivo, de acordo com a reivindicação 29 ou 30, caracterizado pelo fato de que a camisa de aquecimento (129) apresenta uma primeira conexão (131) na base (126) e uma segunda

conexão (133) na região periférica superior para circular um meio de transferência de calor.

32. Dispositivo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 26 a 31, caracterizado pelo fato de que um condensador (57) é fornecido no tanque de armazenagem de solvente (53).

33. Dispositivo de acordo com qualquer uma das reivindicações 26 a 32, caracterizado pelo fato de que um circuito de resfriamento/aquecimento primário é conectado à primeira superfície trocadora de calor (17), cujo circuito apresenta pelo menos uma primeira e uma segunda unidade de aquecimento/refrigeração (25, 27, 29).

34. Dispositivo, de acordo com a reivindicação 33, caracterizado pelo fato de que uma primeira unidade de fornecimento de energia (25) fornece água resfriada de uma primeira temperatura baixa, uma segunda unidade de fornecimento de energia (27) fornece água de resfriamento de uma segunda temperatura média, e uma terceira unidade de fornecimento de energia (29) fornece vapor de uma terceira temperatura alta.

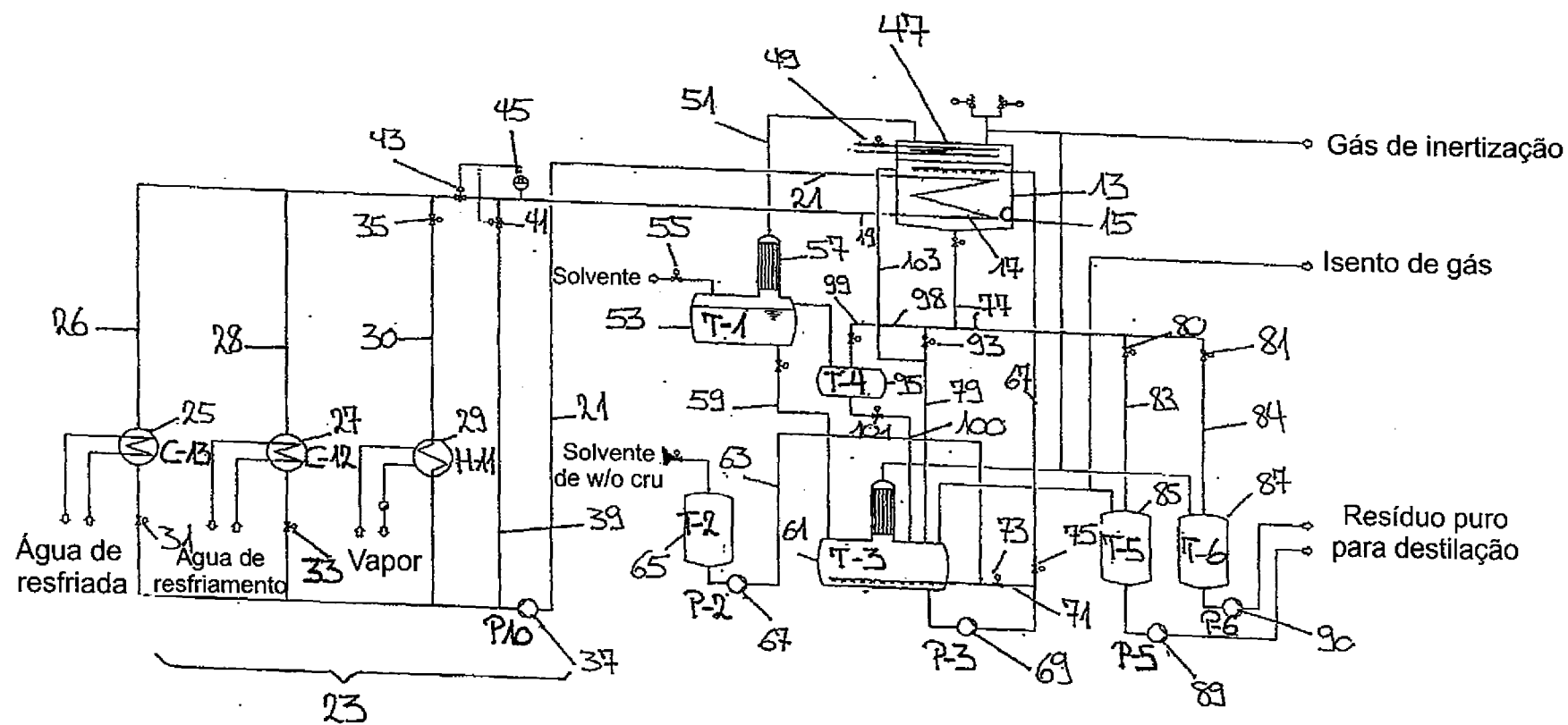
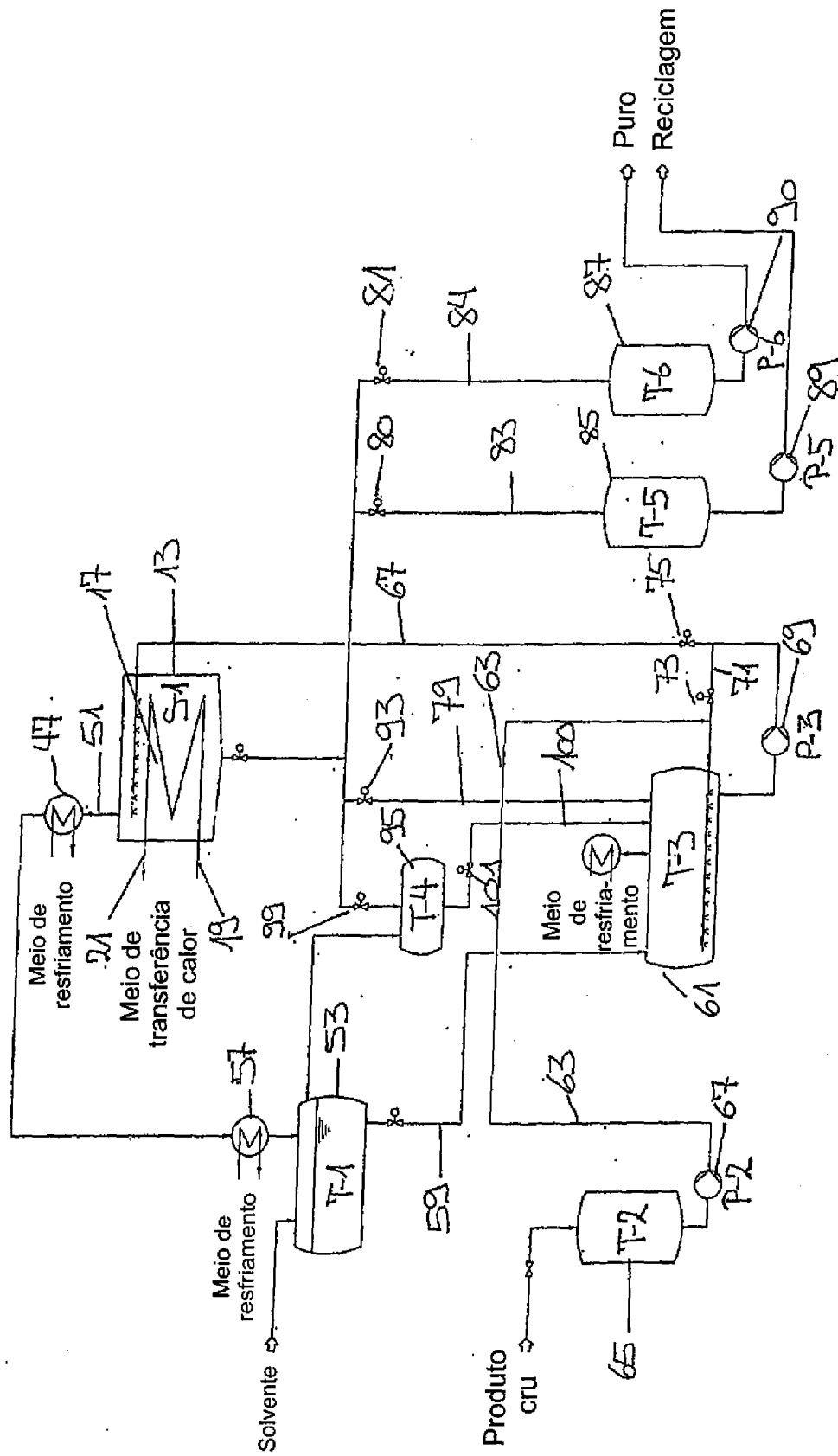


FIG 1



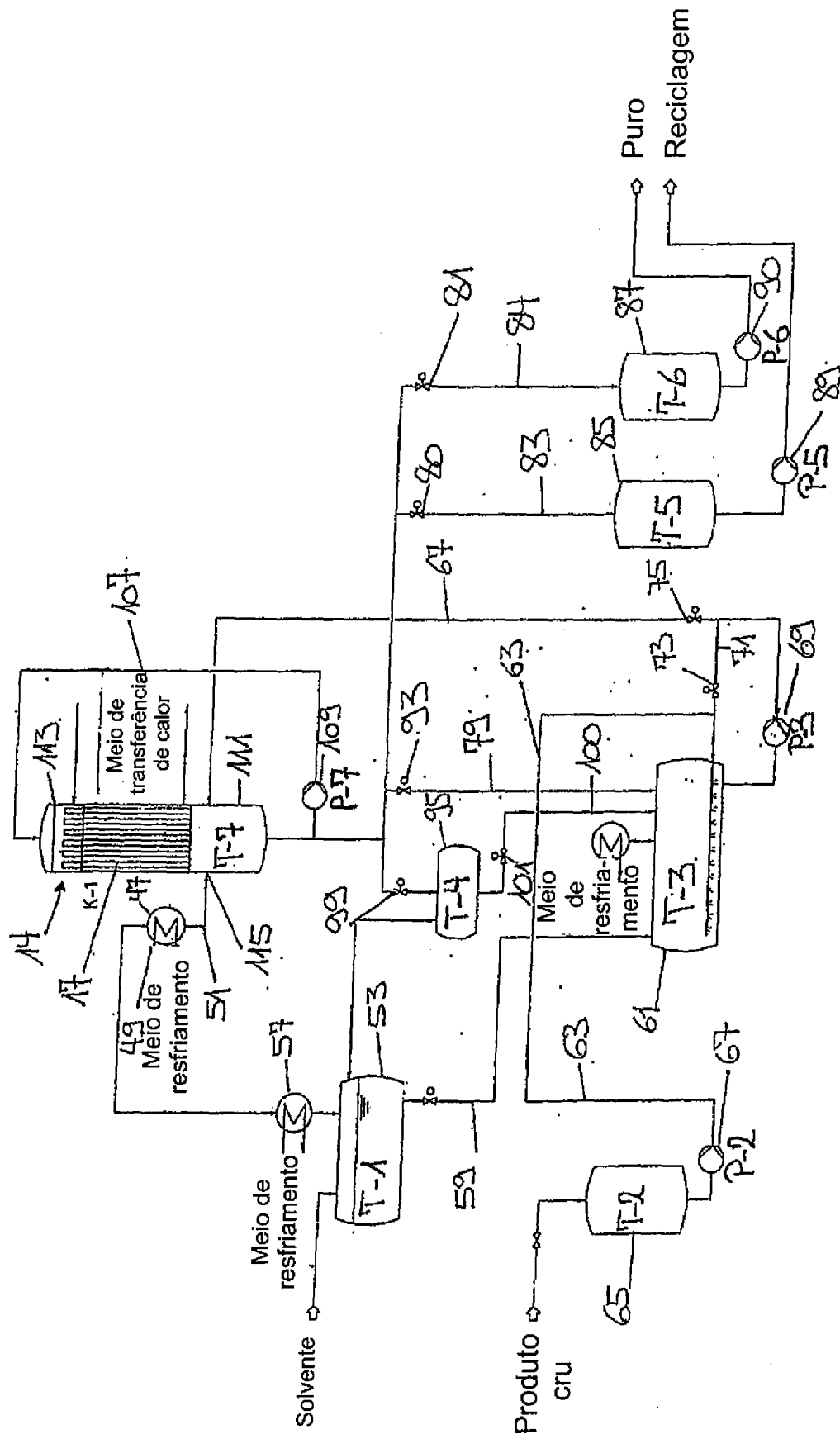
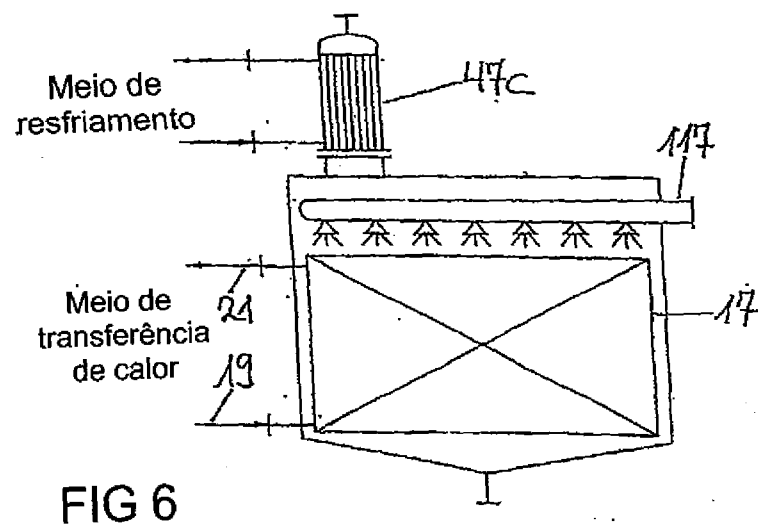
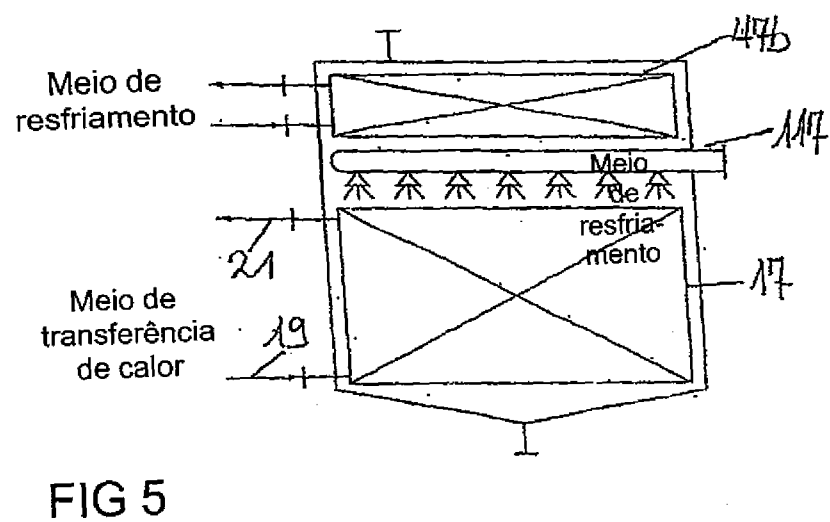
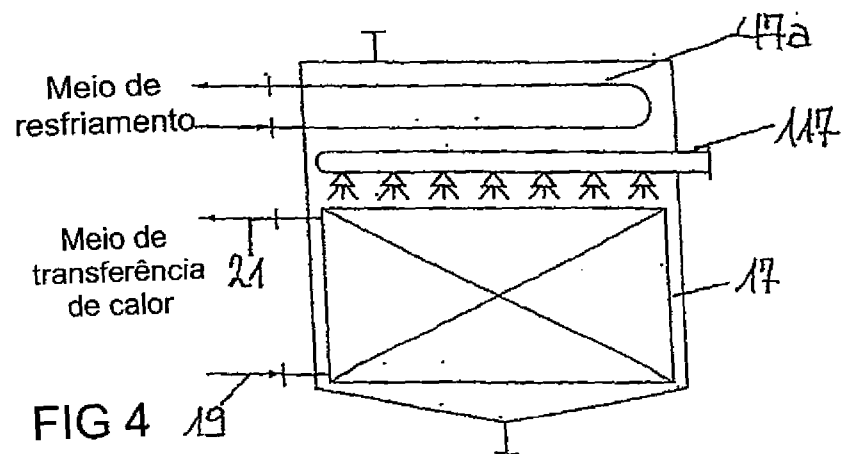


FIG 3



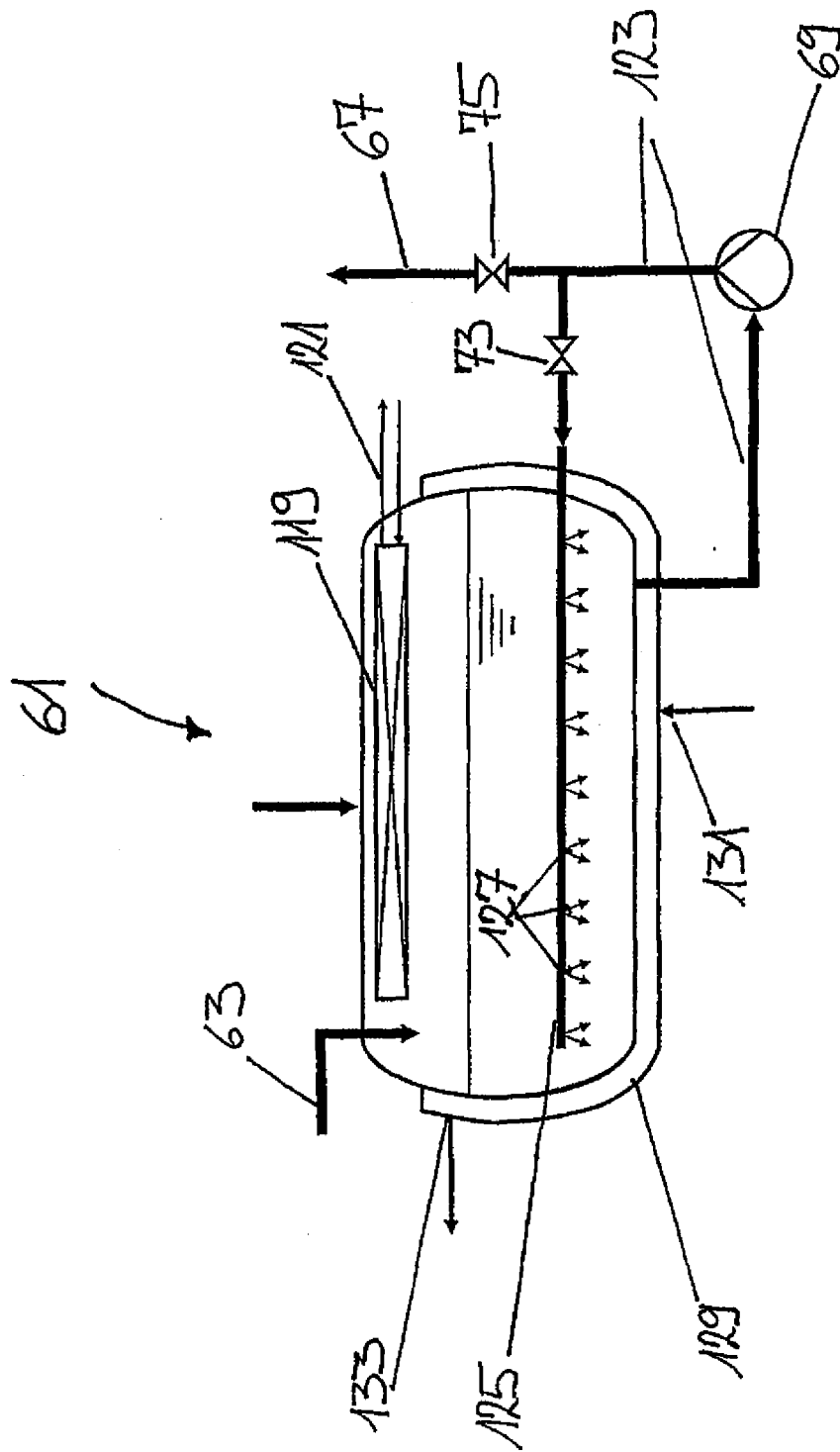


FIG. 7

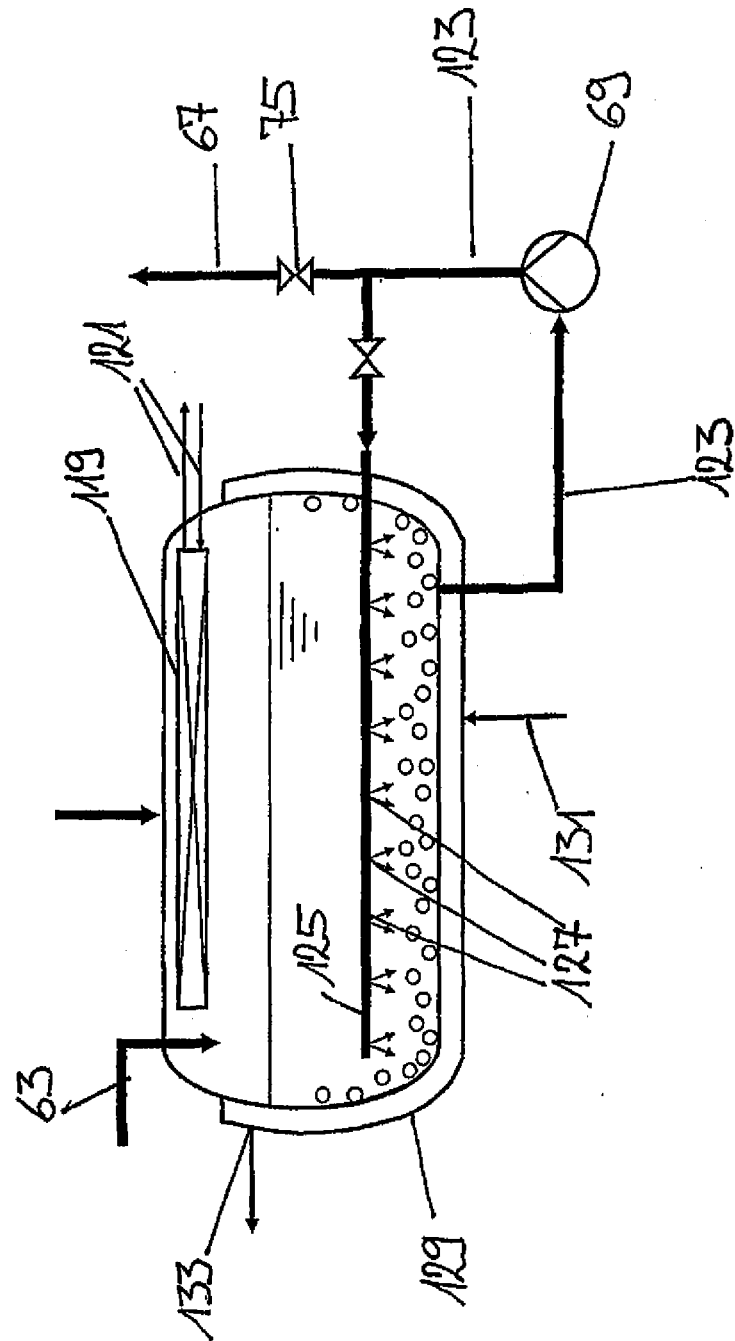


FIG. 8

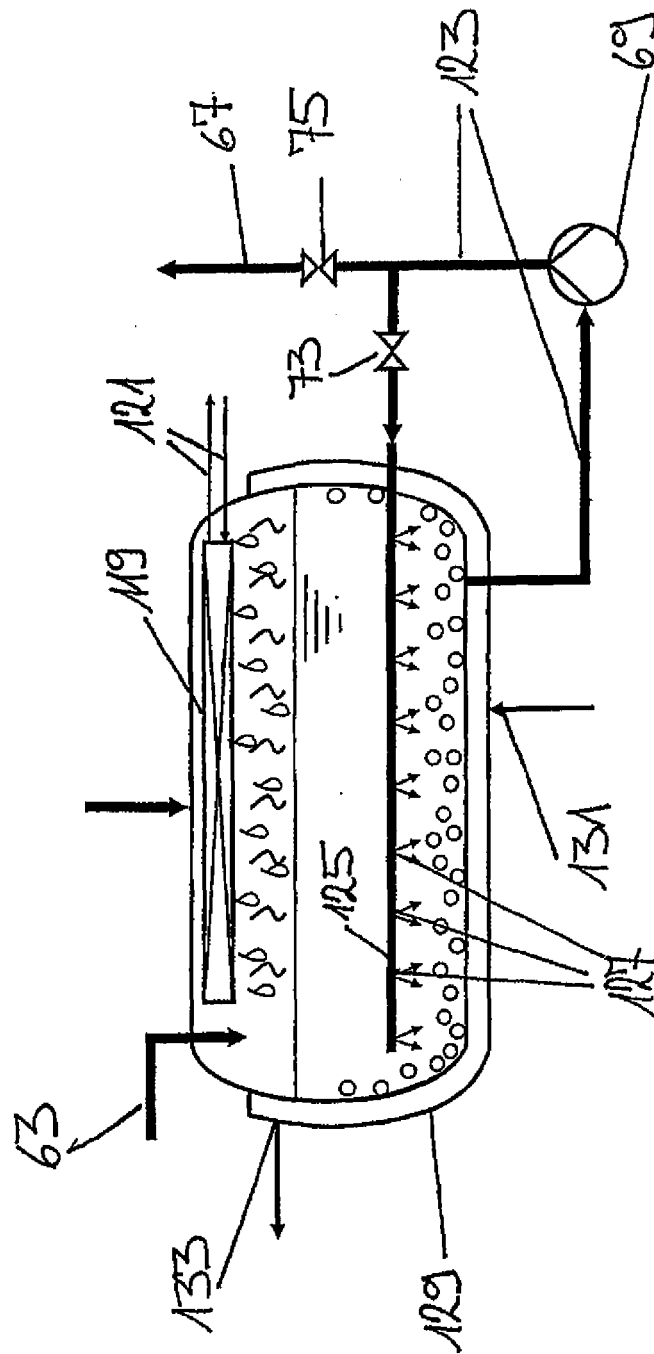


FIG 9