



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 204 551

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 22 02 79
(21) PV 1183-79

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³ B 01 D 9/02

(40) Zveřejněno 31 07 80
(45) Vydáno 01 06 83

(75)
Autor vynálezu

VEVERKA FRANTIŠEK RNDr., ŽELEZNICE a
NÝVL JAROSLAV ing. DrSc., ÚSTÍ NAD LABEM

(54)

Způsob provádění diskontinuální krystalizace

1

Vynález se týká způsobu provádění diskontinuální krystalizace.

Diskontinuální chlazení, resp. odpařování nasyceného roztoku je nejběžnější způsob provádění krystalizace. Jestliže kvalita produktu není vyhovující (malá střední velikost produktu), mohou vznikat potíže při separaci produktu, resp. může dojít ke spékání krystalů. Proto se provádí očkování nasyceného roztoku. Očkováním malým množstvím krystalů se sníží šířka metastabilní oblasti látky, čímž se zmenší množství vznikajících nukleačních zárodků v krystalizátoru a tím se zlepší kvalita produktu - větší střední velikost krystalů.

Obvyklé provedení je takové, že se nasycený roztok očkuje částí produkovaných krystalů z předchozí šarže. Toto řešení je vyhovující v případě, že látka má malou šířku metastabilní oblasti. Látka s velkou šířkou metastabilní oblasti může i v tomto provedení dávat velice jemnozrnný produkt. V tomto případě je třeba očkovat nasycený roztok takovým množstvím krystalů, aby při dané rychlosti sycení roztoku nedocházelo k tvorbě nukleačních zárodků v krystalizátoru. Toto ovšem předpokládá, že se velká část separovaných krystalů vrací do krystalizátoru. Tento fakt je nepříjemný zejména z hlediska obsluhy krystalizátoru, ne-

boť vracení pevné fáze zpět do krystalizátoru nemusí být jednoduché.

Podstatně výhodnějším se v takových případech jeví způsob provádění diskontinuální krystalizace podle předkládaného vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že k méně než 1/2 produkční suspenze se připustí čerstvý roztok, za míchání se provede krystalizace, načež se více než 1/2 produkční suspenze oddělí a ke zbytku, tj. méně než 1/2 produkční suspenze se opětovně připustí čerstvý roztok.

Způsobem podle vynálezu lze bez podstatného snížení výkonu zařízení zlepšit výrazně kvalitu produktu - je hrubezrný.

Předkládaný způsob je zvláště výhodný u látek s velkou šířkou metastabilní oblasti. V krystalizátoru je možné ponechat dostatečné množství krystalové plochy takové, aby při dané rychlosti syčení výchozího roztoku nedocházelo k nukleaci. Pro střední velikost krystalů za tohoto předpokladu platí:

$$\bar{L}_{n+1} = \bar{L}_n \sqrt{\frac{m}{m_0}} \quad /1/$$

$\bar{L}_n$ střední velikost krystalů z n-té šarže (m)

$\bar{L}_{n+1}$ střední velikost krystalů z n + 1-ní šarže (m)

m množství vyloučené pevné fáze z přidaného nasyceného roztoku (kg)

m_0 množství pevné fáze z předešlé šarže (kg)

Množství vyloučené pevné fáze z přidaného nasyceného roztoku je dáno vztahem:

$$m = m_s \frac{w_N - w_K}{w_N + 1} \quad /2/$$

kde

m_s množství přidaného nasyceného roztoku (kg)

w_N koncentrace přidaného roztoku (kg/kg₀)

w_K koncentrace matečného louhu na konci šarže (kg/kg₀)

Množství pevné fáze z předešlé šarže je dáno vztahem:

$$m_0 = p \cdot m \quad /3/$$

$$p = Z/m_s$$

/4/

kde

p poměr mezi zbytkem suspenze krystalů z předešlé šarže a množstvím nasyceného roztoku přidaného do krystalizátoru

Z zbytek suspenze z předešlé šarže (kg)

m množství vyloučení pevné fáze z přidaného roztoku (kg)

m_0 množství pevné fáze z předešlé šarže (kg)

Ze vztahů /1/, /2/, /3/, /4/ je patrné, že pro daný poměr mezi zbytkem produkční suspenze v krystalizátoru a množstvím přidaného nasyceného roztoku už po několika šaržích buď dojde k nukleaci v krystalizátoru nebo se střední velikost krystalů ustálí na určité hodnotě při konstantní rychlosti sycení roztoku. To znamená, že po několika šaržích se v sítové analýze produktu objeví dva extrémy (vznikly nové nukleační zárodky) a nebo je v ní jediný extrém. Střední velikost krystalů se ustálila na určité hodnotě a ta představuje střední velikost hrubozrnného produktu. V prvním případě zvětšíme množství produkční suspenze, které ponecháme v krystalizátoru a znovu po určitém počtu šarží provedeme síťovou analýzu produktu. Tímto způsobem určíme takový poměr mezi přidaným roztokem a zbytkem produkční suspenze z předešlé šarže, aby nedocházelo k nukleaci v krystalizátoru a produkt byl hrubozrnný.

Uvedeného způsobu lze využít hlavně pro krystalizaci látek s širokou šířkou metastabilní oblasti (chlorid nikelnatý šestivodý, borax, kyselina citronová, hydrofosforečnan amonný, dihydrofosforečnan draselný atd.).

Příklad

Chlorid nikelnatý šestivodý se vyráběl krystalizací v míchaném chlazeném krystalizátoru. Provádělo se očkování 1/4 produkční suspenze. To znamená, že 1/4 produkční suspenze se ponechala v krystalizátoru a k ní se přidal výchozí čerstvý roztok. Po 6 až 7 šaržích se střední velikost krystalů ustálila na hodnotě 6 až 7 mm a výkon zařízení byl 700 až 800 kg ze šarže. Krystalizace probíhala reprodukovatelným způsobem.

Při očkování chlazeného roztoku pevnou fází za jinak stejných podmínek probíhala krystalizace nereprodukovatelným způsobem. Buď byla produkce krystalizátoru nízká (400 až 500 kg) a střední velikost krystalů 4 mm nebo byla produkce vyšší (1000 až 1100 kg), ale střední velikost krystalů byla nižší než 1 mm. Docházelo ke spékání produktu a jeho tvrdnutí.

PŘEDMĚT

VYNÁLEZU

Způsob provádění diskontinuální krystalizace vyznačený tím, že k méně než $1/2$ produkční suspenze se připustí čerstvý roztok, za míchání se provede krystalizace, načež se více než $1/2$ produkční suspenze oddělí a ke zbytku, tj. méně než $1/2$ produkční suspenze se opětovně připustí čerstvý roztok.