

CAVELIER

ABOGADOS

EDIFICIO SISKI
CARRERA 4 No. 72 - 35
BOGOTÁ 8, COLOMBIA

WEB SITE: www.cavelier.com
E-MAIL: cavelier@abogados.com

63
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
Radicación: 01042218 00000001
Fecha (RAD): 2001-07-17 16:52:16 Folios: 39
Trámite: 002 PATENTES D 1 REGISTRO 329 COPIAS
Dependencia: 2000 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

Señora Jefe de la
DIVISION DE NUEVAS CREACIONES
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
E. S. D.

Referencia : Expediente No. 01.042.218

Solicitante : BASF AKTIENGESSELLSCHAFT

Asunto : Solicitud de patente para: "APARATOS PARA
LA PREPARACIÓN DE CRISTALES"

Fecha de solicitud : 25 de Mayo de 2001

TRAMITE 002 EVENTO 001 ACTUACION 329

1. Yo, Emilio FERRERO, obrando como apoderado de la solicitante en el asunto de la referencia, atentamente, presento con este escrito la copia certificada de la solicitud de patente Alemana No. 100 26 619.3 de 29 de mayo de 2000 con su respectiva traducción de su descripción y reivindicaciones de la cual se reivindica prioridad en esta solicitud de patente.

2. Ruego a la Señora Jefe se sirva aceptar este escrito con sus anexos, y se continúe con el trámite de la solicitud.

Bogotá, 17 JUL. 2001
Señora Jefe,



EMILIO FERRERO
T.P.A. No. 31.929

173 COLO: 00361-801-188-0
RCB/mrh/Id-2652

NIT. 860.041.367-3



**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

Aktenzeichen: 100 26 619.3
Anmeldetag: 29. Mai 2000
Anmelder/Inhaber: BASF Aktiengesellschaft,
Ludwigshafen/DE
Bezeichnung: Vorrichtung zur Herstellung von Kristallen
IPC: B 01 D, C 01 C, C 07 C

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 31. Mai 2001
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Hiebinger

BASF Aktiengesellschaft

29. Mai 2000
B00/0108 IB/Ar/zzk/hd

5

Vorrichtung zur Herstellung von Kristallen

10

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung und ein Verfahren zur Kristallisation von Stoffen sowie eine so hergestellte Kristallfraktion.

- 15 Die Kristallisation von Stoffen aus Lösungen ist ein thermisches Trennverfahren. Eine Lösung mit molekulardisperser Verteilung eines oder mehrerer Feststoffe in einem Lösungsmittel wird durch ein meist mehrstufiges Eindampfen von Lösungsmittel vorkonzentriert. Die vorkonzentrierte Lösung muß dann übersättigt werden, damit sich Kristalle bilden und wachsen können. Beim Abbau dieser
- 20 Übersättigung fällt der überschüssige Feststoff als mechanisch von der Restlösung abtrennbarer Bodenkörper aus. Aus der ursprünglichen Lösung wird also der gelöste Stoff abgetrennt. Wird eine bestimmte Korngrößenverteilung des Kristallisats gewünscht, so sind Übersättigungsgrad, Keimbildung und Kristallwachstum im dann entsprechend zu gestaltenden klassierenden
- 25 Kristallisator durch Anpassung der Betriebsparameter wie Kühl- bzw. Abdampfgeschwindigkeit, Strömungsführung usw. zu kontrollieren.

- Die treibende Kraft bei der Kristallisation ist der Unterschied der Konzentration des gelösten Stoffes in der übersättigten und der gerade gesättigten Lösung, d.h.
- 30 die Störung des Lösungsgleichgewichts. Die vorkonzentrierte Lösung muß also
-

zunächst gesättigt und dann über die Sättigung hinaus übersättigt werden. Die Übersättigung wird in der Praxis auf drei Arten erreicht:

- 5 - Bei großer Temperaturabhängigkeit der Löslichkeit wird die Übersättigung durch einfaches Abkühlen der gesättigten Lösung durch Oberflächenkühlung erreicht (Kühlungskristallisation);
- liegt nur eine geringfügige Temperaturabhängigkeit der Löslichkeit vor, so wird die Lösung durch Abdampfen von Lösungsmittel übersättigt (Verdampfungskristallisation);
- 10 - hängt die Löslichkeit merklich von der Temperatur ab oder ist die Lösung thermisch schonend zu behandeln, so werden Lösungskühlung und Lösungsmittelverdampfung kombiniert (Vakuumkristallisation).

In der Regel verläuft der Übersättigungsabbau in zwei simultan ablaufenden
15 Schritten: Im ersten Schritt werden Kristallkeime gebildet, im zweiten Schritt wachsen jene Kristallkeime, die eine kritische Mindestgröße übertreffen, durch Aufnahme von Feststoff aus der übersättigten Lösung zu möglichst grobem Produktkristallit an. Die Keimbildungsgeschwindigkeit wächst mit steigender Übersättigung; in der Regel ist nach Überschreiten einer bestimmten
20 Übersättigung eine spontane Bildung vieler kleiner Keime zu beobachten. Dieser Effekt macht sich in der Bildung von sogenannten „Feinkristallschauern“ bemerkbar. Zur notwendigen Kontrolle der Keimbildung im Kristallisator gilt es, insbesondere Feinanteile getrennt abzuziehen und entsprechend Feinkristallit wieder aufzulösen. Die klassierende Kristallitentnahme und Feinkornauflösung
25 wird in „A. Mersmann, W.F. Beer und D. Seifert, Chem. Ing. Tech. 50 (1978) 2, 65-76, Verlag Chemie, Weinheim“ beschrieben. Bei andauernder Übersättigung wachsen die in der Lösung vorgelegten Impfkristalle und/oder die gebildeten Keime zu größeren Kristallen heran. Dabei übersättigt sich die entsprechende Lösung wieder. Auf die Übersättigung der Lösung folgt als eigentliche
30 Kristallisation der Übersättigungsabbau bis zum Wiedererreichen eines

67

- 3 -

bestimmten Sättigungsgrades, bei dem die Bildung von „Feinkristallisationschauern“ ausgelöst wird.

- Ziel eines Kristallisationsvorganges ist in der Regel, ein kristallines, verkaufsfähiges Produkt einheitlicher Qualität herzustellen, wobei das Produkt diese Qualität insbesondere durch die Kristallgrößenverteilung erhält. Die Kristallgrößenverteilung hat Einfluß auf die Abtrennbarkeit der Restlösung, auf die Lagerfähigkeit der Kristalle, auf den Staubanteil, auf das Lösungsverhalten, auf die Streu- bzw. Rieselfähigkeit usw.. Die einheitliche Qualität des Produktes wird durch die zeitliche Fluktuation der Korngrößenverteilung der Kristalle beeinträchtigt - diese Fluktuation ist bedingt durch die periodisch anfallenden „Feinkristallischer“. Diese Feinkristallischer verursachen letztendlich Produkt uneinheitlicher Qualität mit einem hohen feinkristallinen Anteil. Die feinkristallinen Anteile verursachen erhebliche Probleme bei der Aufarbeitung - feinkristalline Anteile lassen sich beispielsweise schlecht abzentrifugieren. Vorstehende Probleme treten auch bei den Kristallisatoren auf, die eine Feinkornauflösung aufweisen - auch bei solchen Kristallisatoren wird eine periodische Fluktuation der Korngrößenverteilung beobachtet.
- Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist, eine Vorrichtung bereitzustellen, mit der kontinuierlich Kristallisiert erzeugt werden kann, das über die Zeit geringe Schwankungen der Korngrößenverteilung aufweist. Dabei soll insbesondere eine Reduzierung der Intensität der Feinsalzschauer erzielt werden. Die Vorrichtung soll die Durchführung eines effektiven und wirtschaftlichen Kristallisationsverfahrens gewährleisten.

Die Erfindung geht aus von einer Vorrichtung zur Kristallisation von Stoffen aus diese Stoffe enthaltenden Lösungen oder Dispersionen in einem eine Klassierzone enthaltenden Kristallisator aufweisend,

a) ein inneres und ein äußeres Kreislaufsystem, wobei das innere Kreislaufsystem sich in dem Kristallisator befindet, der Einlaß des äußeren Kreislaufsystems mit dem inneren Kreislaufsystem über die Klassierzone verbunden ist, das äußere Kreislaufsystem sich außerhalb des Kristallisators befindet, der Auslaß des äußeren Kreislaufsystems mit dem inneren Kreislaufsystem des Kristallisators verbunden ist und in dem äußeren Kreislaufsystem vor seinem Auslaß eine Einrichtung zur Auflösung von Kristallen angeordnet ist,

b) einen Zufluß für Lösung und/oder Dispersion, der sich an dem Kristallisator oder an dem äußeren Kreislaufsystem befindet und

c) einen Abfluß für Dispersionen, der an dem Kristallisator oder an dem äußeren Kreislaufsystem angeordnet ist.

15

Die erfindungsgemäße Vorrichtung ist dadurch gekennzeichnet, daß zusätzlich eine das äußere und innere Kreislaufsystem miteinander verbindende Leitung zur (Rück)führung von Dispersion und/oder eine Leitung zur (Rück)führung von Dispersion vorhanden ist, bei der sowohl ihr Eingang als auch ihr Ausgang mit dem inneren Kreislaufsystem verbunden ist.

20

Als Stoffe sollen chemische Verbindungen und Elemente verstanden werden, die kristallisierbar sind. Meist liegt in den diese Stoffe enthaltenen Lösungen oder Dispersionen nur jeweils ein Stoff vor - es werden somit nur Kristalle eines einzigen Stoffes erzeugt. Als Dispersionen sollen insbesondere Flüssigkeiten verstanden werden, die (feinverteilt) Kristalle enthalten. Häufig liegt die Dispersion als Suspension vor. Mit dem inneren Kreislaufsystem ist das durch den Kristallisator fließende Strömungssystem gemeint, das aus mehreren Teilströmen bestehen kann. Das innere Kreislaufsystem wird durch die Abmessungen - Form des Kristallisators - und durch die eine Bewegung verursachenden Einrichtungen, wie Pumpen oder Propeller, maßgeblich bestimmt. Das außerhalb des

25
30

Kristallisators befindliche äußere Kreislaufsystem enthält bevorzugt entsprechende Verbindungsleitungen, bevorzugt Rohre, wobei in den Verbindungsleitungen eine Einrichtung zur Auflösung von Kristallen zwischengeschaltet ist. Die Klassierzone ist bevorzugt so in dem Kristallisator angeordnet, daß beim Betrieb des Kristallisators bevorzugt kleine Kristalle in die Klassierzone eingetragen werden. Die Leitungen der Vorrichtung sind meist als Rohre ausgebildet. Als Einrichtungen zur Auflösung von Kristallen eignen sich alle Einrichtungen, mit denen die Kristalle der Dispersionen gelöst werden können. In der Regel verursacht die Einrichtung zur Auflösung von Kristallen eine

5 Temperaturänderung der Dispersion. Als Einrichtungen zur Auflösung von Kristallen sollen nur solche Einrichtungen verstanden werden, die ausgehend von dem in die Einrichtung eingeführten Dispersionsstrom, mindestens 5 Gew.%, bevorzugt mindestens 60 Gew.%, des in der Dispersion in Form von Kristallen vorliegenden Feststoffs auflösen.

15

Die erfindungsgemäße Vorrichtung ermöglicht eine Kristallisation, die sich durch eine enge Korngrößenverteilung der erzeugten Kristalle auszeichnet. Das Ausbleiben von „Feinkristallschauern“ wird beim Betrieb zumindest weitgehend gewährleistet. Die erhaltenen Dispersionen lassen sich leichter aufarbeiten - die

20 Zentrifugation der Kristalle gestaltet sich leichter und die bei der Aufarbeitung erhaltenen Kristallfraktionen weisen eine einheitliche Qualität auf.

25

Meist ist der Kristallisator als DTB-Kristallisator (draft-tube-baffled) oder als Fließbettkristallisator, bevorzugt als Oslo-Kristallisator, ausgebildet.

In einer bevorzugten Ausführungsform hat die erfindungsgemäße Vorrichtung die Besonderheit, daß zusätzlich eine das äußere und innere Kreislaufsystem miteinander verbindende Leitung zur (Rück)führung von Dispersion und/oder eine Leitung zur (Rück)führung von Dispersion vorhanden ist, bei der sowohl ihr

30 Eingang als auch ihr Ausgang mit dem inneren Kreislaufsystem verbunden ist, wobei beide Leitungen keine Einrichtung zur Auflösung von Kristallen aufweisen.

Meist liegt die Einrichtung zur Auflösung von Kristallen als Wärmetauscher oder gegebenenfalls als Reaktor zur Durchführung von exothermen Reaktionen vor. Dabei erfolgt die Auflösung der Kristalle entsprechend durch Erwärmen der
5 Dispersion. Bevorzugt sind die Leitungen mit Pumpen zur Beförderung von Dispersion und Lösung ausgestattet. Ebenso weist in der Regel das äußere Kreislaufsystem Pumpen zur Beförderung der Dispersion bzw. der Lösung auf.

10 In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung liegt die Klassierzone als Sedimentationszone vor. Die Kristalle werden dort aufgrund ihres unterschiedlichen Sedimentationsverhaltens klassiert, so daß bevorzugt kleinere Kristalle aus dem Kristallisator in das äußere Kreislaufsystem gelangen.

15 Die Erfindung betrifft außerdem ein Verfahren zur Kristallisation von Stoffen aus diese Stoffe enthaltenen Lösungen oder Dispersionen in einer ein inneres und äußeres Kreislaufsystem aufweisenden Vorrichtung, wobei

20 i) das innere Kreislaufsystem sich in einem eine Klassierzone enthaltenden Kristallisator befindet und dieser eine Kristalle der Stoffe aufweisende Dispersion aufweist, die durch das innere Kreislaufsystem bewegt wird,

25 ii) ein Teilstrom der Dispersion aus dem Kristallisator über die Klassierzone in das äußere Kreislaufsystem befördert wird,

iii) in dem äußeren Kreislaufsystem mittels einer Einrichtung zur Auflösung von Kristallen in dieser Dispersion enthaltende Kristalle aufgelöst werden,

- iv) die Dispersion oder die durch vollständige Auflösung der Kristalle aus der Dispersion entstandene Lösung nachfolgend in das innere Kreislaufsystem des Kristallisators zurückgeführt wird,
- 5 v) eine die Stoffe enthaltende Lösung und/oder Dispersion dem Kristallisor und/oder dem äußeren Kreislaufsystem zugeführt wird und
- 10 vi) eine Kristalle der Stoffe aufweisende Dispersion dem äußeren Kreislaufsystem und/oder dem Kristallisor entnommen wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß dem inneren Kreislaufsystem ein Teilstrom der Kristalle aufweisenden Dispersion entnommen und dem äußeren Kreislaufsystem zugeführt wird und/oder dem inneren

15 Kreislaufsystem ein Teilstrom der Kristalle aufweisenden Dispersion entnommen und dem inneren Kreislaufsystem wieder zugeführt wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren gewährleistet, daß der „Volumenstrom über die Feinkornauflösung“ und die Klassierwirkung dieses Kreislaufes unabhängig

20 voneinander eingestellt sind.

Die zeitlichen Schwankungen der Korngrößenverteilung (das „Schwingen bzw. das Fluktuieren“ der Korngrößenverteilung), insbesondere verursacht durch die „Feinkornschauber“, werden durch das erfindungsgemäße Verfahren signifikant

25 verringert.

In einer bevorzugten Ausführungsform hat das erfindungsgemäße Verfahren die Besonderheit, daß dem inneren Kreislaufsystem ein Teilstrom der Kristalle aufweisenden Dispersion entnommen und dem äußeren Kreislaufsystem zugeführt

30 wird und/oder dem inneren Kreislaufsystem ein Teilstrom der Kristalle aufweisenden Dispersion entnommen und dem inneren Kreislaufsystem wieder

zugeführt wird, ohne daß dabei jeweils die Kristalle der Dispersion in einem wesentlichen Maße gelöst werden.

Unter „in einem wesentlichen Maße gelöst werden“ soll verstanden werden, daß
5 mindestens 10 Gew.-%, bevorzugt 30 Gew.-% des in der Dispersion in Form von Kristallen vorliegenden Feststoffes gelöst werden.

Die Klassierung der Kristalle erfolgt bevorzugt aufgrund des unterschiedlichen Sedimentationsverhaltens der Kristalle.

10

In der Dispersion enthaltende Kristalle werden in der Regel durch Erwärmung der Dispersion gelöst. In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung sind die zu kristallisierenden Stoffe Ammoniumsulfat oder Adipinsäure. Als flüssige Komponente der Dispersion bzw. als Lösungsmittel für die Kristalle wird
15 bevorzugt Wasser eingesetzt. Die Löslichkeit der Stoffe in der entsprechenden Flüssigkeit steigt in der Regel mit der Temperatur der Lösung bzw. Dispersion.

Meist wird die dem äußeren Kreislaufsystem und/oder dem Kristallisator entnommene, Kristalle der Stoffe aufweisende Dispersion aufgearbeitet und die
20 Kristalle der Stoffe dabei in reiner Form gewonnen. Die dabei erhaltenen Kristallfraktionen weisen in der Regel einen geringen Feinkornanteil auf und besitzen eine enge Korngrößenverteilung. Diese Eigenschaften begünstigen eine einheitliche Qualität der Kristallfraktionen.

25 Die Erfindung betrifft außerdem eine Kristallfraktion, die, wie vorstehend erläutert, herstellbar ist.

Die anliegende Zeichnung zeigt:

30 - in Fig. 1 Schemata von Vorrichtungen zur Kristallisation von Stoffen nach dem Stand der Technik – Fig. 1a zeigt ein Schema eines entsprechenden DTB-

- Kristallisators; Fig. 1b zeigt ein Schema eines entsprechenden Oslo-Kristallisators,
- in Fig. 2 und Fig. 3 Schemata von erfindungsgemäßen Vorrichtungen zur Kristallisation (Fig. 2a und Fig. 3a zeigen entsprechende DTB-Kristallisatoren; Fig. 2b und Fig. 3b zeigen entsprechende Oslo-Kristallisatoren),
 - in Fig. 4 ein Schema einer erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Kristallisation einschließlich der Anordnung von Einrichtungen zur Aufarbeitung der Dispersion und
 - in Fig. 5 ein Diagramm, in der die mittlere Korngröße L in Abhängigkeit von der Zeit t aufgetragen ist; es liegen verschiedene Volumenströme für die (Rück)führung V_r/t und für das äußere Kreislaufsystems V_a/t zugrunde.

Die in den Figuren 1 bis 3 schematisch dargestellten Vorrichtungen zur Kristallisation weisen alle ein inneres Kreislaufsystem 1, ein äußeres Kreislaufsystem 2, eine Klassierzone 3, einen Zufluß 4, einen Abfluß 5, einen im äußeren Kreislaufsystem angeordneten Wärmetauscher 6 und eine zur Beförderung der Dispersion vorgesehene, im äußeren Kreislaufsystem angeordnete Pumpe 7 auf. Im Gegensatz zu den Vorrichtungen nach dem Stand der Technik gemäß Fig. 1 weisen die erfindungsgemäßen Vorrichtungen gemäß Fig. 2 und Fig. 3 jedoch noch Leitungen 8 zur (Rück)führung der Dispersion auf. An diesen Leitungen 8 zur (Rück)führung sind jeweils Pumpen 9 zur Beförderung von Dispersion angeordnet.

Die Dispersion kann an jeder beliebigen Stelle des Kristallisators entnommen werden, bevorzugt jedoch im Bodenbereich. Die Dispersion, die in der Klassierzone 3 anfällt, kann über eine beliebige Anzahl von Stutzen in das äußere Kreislaufsystem 2 geführt werden. In der Regel sind dafür ein bis drei Stutzen vorgesehen.

In Fig. 4 ist neben der Vorrichtung zur Kristallisation außerdem noch schematisch eine Anordnung zur Aufarbeitung der Dispersion aufgezeigt. Die Dispersion wird

aus der Vorrichtung zur Kristallisation in einen Eindicker 10 geführt. In diesem sedimentieren die Kristalle und der Flüssigkeitsüberstand wird abgeführt. Die sich am Boden des Eindickers ansammelnden Kristalle werden in eine Zentrifuge 11 überführt und in dieser von weiterer Flüssigkeit befreit. Letztendlich erfolgt die Trocknung der aus der Zentrifuge herausgenommenen Kristalle in einem Trockner 12. Aus dem Trockner 12 wird die Kristallfraktionen 13 zur nachfolgenden Konfektionierung ausgeführt.

Wie vorstehend erläutert, zeigen Fig. 2 und Fig. 3 erfindungsgemäße Möglichkeiten für die (Rück)führung der Dispersion auf. Alternativ zu der Anordnung in Fig. 2, in der die Leitung 8 für die (Rück)führung vor der Pumpe 7 in das äußere Kreislaufsystem 2 mündet, kann die Leitung 8 für die (Rück)führung auch zwischen der Pumpe 7 und dem Wärmetauscher 6 und alternativ außerdem hinter dem Wärmeaustauscher 6 in das äußere Kreislaufsystem 2 münden. Hinsichtlich der in Fig. 3 schematisch gezeigten Anordnung ist zu bemerken, daß die (Rück)führung der Dispersion einmal über die Leitung 8 und über eine Pumpe 9 erfolgen kann - die (Rück)führung kann jedoch auch über eine Pumpe und ein zusätzliches Zerkleinerungsorgan, wie eine Mühle, erfolgen.

Im folgenden soll die Erfindung anhand eines Beispiels zusätzlich näher erläutert werden.

Beispiel

Zunächst wurde ein Vergleichsversuch nach dem Stand der Technik durchgeführt (Stoffsystem: Ammoniumsulfat/Wasser), wobei eine Anlage eingesetzt wurde, die schematisch in Fig. 1a aufgezeigt ist. Als Produkt des entsprechenden Verfahrens wurde ein Kristallinat mit einer periodisch fluktuierenden Korngrößenverteilung erhalten - die Korngrößenverteilung zeigt über die Zeit ein „schwingendes Verhalten“ (siehe entsprechender Kurvenverlauf in Fig. 5). Als wesentlicher Grund für das „schwingende Verhalten“ könnte eine zu effiziente Feinkorn-

auflösung im Wärmetauscher angesehen werden. Das „schwingende Verhalten“ könnte dann folgendermaßen erklärt werden:

- 5 - Zu einem Zeitpunkt „t“ sei der Feinkornanteil im Kristallisator hoch. Dieses Feinkorn wird über die Klassierzone des Kristallisators in den Wärmetauscher gepumpt (für den Fall einer effizienten Feinkornauflösung dort vollständig aufgelöst);
- daraus resultiert eine Reduzierung des Feinkornanteils im Kristallisator und damit eine Reduzierung der Kristalloberfläche (damit ist die Summe der
10 Oberflächen aller in der Suspension enthaltenen Kristalle gemeint), auf der die Übersättigung durch Kristallwachstum abgebaut wird. Eine Reduzierung der Kristalloberfläche hat deshalb ein Anstieg der Übersättigung zur Folge;
- die Übersättigung steigt bis zu einem kritischen Wert, bei dem kleine Abriebsfragmente (kleiner 50 µm) zum Wachstum aktiviert werden;
- 15 - durch das Wachstum dieser Fragmente steigt die Kristalloberfläche im Kristallisator wieder zügig an und die Übersättigung wird damit entsprechend schnell abgebaut. Die große Anzahl wachsender („kleiner“) Kristalle äußert sich als Feinkristallschauer;
- dieses Feinkorn wird nun mit der Zeit wieder im Wärmetauscher aufgelöst,
20 und der Zyklus beginnt von neuem.

Um die zeitliche Fluktuation der Korngrößenverteilung zu verhindern, wurde erfindungsgemäß ein Versuch in einer Anlage durchgeführt, die schematisch in Fig. 2a aufgezeigt ist (Stoffsystem: Ammoniumsulfat/Wasser). Dabei wurde aus
25 dem inneren Kreislaufsystem 1 über eine Leitung 8 für die (Rück)führung Dispersion in das äußere Kreislaufsystem 2 vor die Pumpe 7 befördert. Dadurch wurde in das äußere Kreislaufsystem zusätzliches Kristallisat, insbesondere auch Kristallisat von größerer Korngröße, in den Wärmetauscher 6 geführt. Die Auflösungskapazität des Wärmetauschers wurde durch die Zuführung dieses
30 Kristallisats überfordert, wodurch eine effiziente Auflösung von Feinkorn in dem

Wärmetauscher 8 verhindert wurde. Dabei lagen folgende Betriebsbedingungen vor:

- Volumenstrom V_p/t über das äußere Kreislaufsystem 2 690 m³/h
- Zulauf (in die Vorrichtung) 50 m³/h
- Produktionsmenge (Kristalle, die mit der Anlage gemäß Fig. 4 aufgearbeitet worden sind; Sedimentieren, Zentrifugieren, Trocknen) 9 t/h.

- 10 In Fig. 5 ist das Ergebnis des Versuchs dargestellt. Es zeigt sich, daß bei einem hohen Volumenstrom V_p/t der (Rück)führung die zeitliche Fluktuation der Korngrößenverteilung weitestgehend verhindert werden kann. Im Gegensatz dazu führt der Verzicht auf eine (Rück)führung - Vergleichsversuch ($V_p/t = 0$) - zu einer starken Fluktuation der mittleren Korngröße L über die Zeit. Die
- 15 erfindungsgemäße (Rück)führung von Dispersion gewährleistet somit eine einheitliche Qualität des Produktes sowie die Unterbindung der Feinkornschaumer, was zu einer leichteren Aufarbeitung führt. Außerdem war es möglich, den Gehalt an Ammoniumsulfat im Zulauf so stark zu erhöhen, daß eine Produktionsmenge von 11 t/h erreicht wurde, ohne daß damit eine merklich Verschlechterung der
- 20 Produktqualität einherging. Bei gleicher Erhöhung des Ammoniumsulfatgehalts im Zulauf würde bei dem vorstehend genannten Verfahren nach dem Stand der Technik eine starke Zunahme der Intensität der Feinkornschaumer resultieren, so daß dann die Aufarbeitung in erheblichem Maße erschwert würde (Probleme u.a. beim Zentrifugieren und Trocknen). Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht
- 25 somit auch eine Steigerung der Produktionsmenge.

BASF Aktiengesellschaft

29. Mai 2000
B00/0108 IB/Ar/zzk/hd

5

Patentansprüche

1. Vorrichtung zur Kristallisation von Stoffen aus diese Stoffe enthaltenden
10 Lösungen oder Dispersionen in einem eine Klassierzone (3) enthaltenden
Kristallisator aufweisend,
- a) ein inneres und ein äußeres Kreislaufsystem (1;2), wobei das innere Kreis-
laufsystem (1) sich in dem Kristallisator befindet, der Einlaß des äußeren
15 Kreislaufsystems (2) mit dem inneren Kreislaufsystem (1) über die
Klassierzone (3) verbunden ist, das äußere Kreislaufsystem (2) sich
außerhalb des Kristallisators befindet, der Auslaß des äußeren
Kreislaufsystems (2) mit dem inneren Kreislaufsystem (1) des Kristal-
lisors verbunden ist und in dem äußeren Kreislaufsystem (2) vor seinem
20 Auslaß eine Einrichtung zur Auflösung von Kristallen angeordnet ist,
- b) einen Zufluß (4) für Lösung und/oder Dispersion, der sich an dem Kristal-
lisor oder an dem äußeren Kreislaufsystem (2) befindet und
- 25 c) einen Abfluß (5) für Dispersionen, der an dem Kristallisator oder an dem
äußeren Kreislaufsystem (2) angeordnet ist,
- dadurch gekennzeichnet, daß zusätzlich eine das äußere und innere
Kreislaufsystem (1;2) miteinander verbindende Leitung (8) zur
30 (Rück)führung von Dispersion und/oder eine Leitung (8) zur (Rück)führung

von Dispersion vorhanden ist, bei der sowohl ihr Eingang als auch ihr Ausgang mit dem inneren Kreislaufsystem (1) verbunden ist.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Kristallisator
5 als DTB-Kristallisator oder als Fließbettkristallisator, bevorzugt als Oslo-Kristallisator, ausgebildet ist.
3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Einrichtung zur Auflösung von Kristallen als Wärmetauscher (6) vorliegt.
10
4. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Leitungen mit Pumpen (9) zur Beförderung von Dispersion oder Lösung durch die Leitungen (8) ausgestattet sind.
- 15 5. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Klassierzone (3) als Sedimentationszone vorliegt.
6. Verfahren zur Kristallisation von Stoffen aus diese Stoffe enthaltenden Lösungen oder Dispersionen in einer ein inneres und äußeres Kreislaufsystem aufweisenden Vorrichtung, wobei
20
 - i) das innere Kreislaufsystem sich in einem eine Klassierzone enthaltenden Kristallisator befindet und dieser eine Kristalle der Stoffe aufweisende Dispersion aufweist, die durch das innere Kreislaufsystem bewegt wird,
25
 - ii) ein Teilstrom der Dispersion aus dem Kristallisator über die Klassierzone in das äußere Kreislaufsystem befördert wird,

- iii) in dem äußeren Kreislaufsystem mittels einer Einrichtung zur Auflösung von Kristallen in dieser Dispersion enthaltende Kristalle aufgelöst werden,
- 5 iv) die Dispersion oder die durch vollständige Auflösung der Kristalle aus der Dispersion entstandene Lösung nachfolgend in das innere Kreislaufsystem des Kristallisators zurückgeführt wird,
- 10 v) eine die Stoffe enthaltende Lösung und/oder Dispersion dem Kristallisator und/oder dem äußeren Kreislaufsystem zugeführt wird und
- 15 vi) eine Kristalle der Stoffe aufweisende Dispersion dem äußeren Kreislaufsystem und/oder dem Kristallisator entnommen wird,
- 20 vii) dadurch gekennzeichnet, daß dem inneren Kreislaufsystem ein Teilstrom der Kristalle aufweisenden Dispersion entnommen und dem äußeren Kreislaufsystem zugeführt wird und/oder dem inneren Kreislaufsystem ein Teilstrom der Kristalle aufweisenden Dispersion entnommen und dem inneren Kreislaufsystem wieder zugeführt wird.
- 25 7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß in der Dispersion enthaltene Kristalle durch Erwärmung der Dispersion gelöst werden.
8. Verfahren nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß die zu kristallisierenden Stoffe Ammoniumsulfat oder Adipinsäure sind.
- 30 9. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die dem äußeren Kreislaufsystem und/oder dem Kristallisator entnommene,

Kristalle der Stoffe aufweisende Dispersion, aufgearbeitet wird und die Kristalle der Stoffe dabei in reiner Form gewonnen werden.

- 5 10. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß dem inneren Kreislaufsystem ein Teilstrom der Kristalle aufweisenden Dispersion entnommen und dem äußeren Kreislaufsystem zugeführt wird und/oder dem inneren Kreislaufsystem ein Teilstrom der Kristalle aufweisenden Dispersion entnommen und dem inneren Kreislaufsystem wieder zugeführt wird, ohne daß dabei jeweils die Kristalle der Dispersion in
- 10 einem wesentlichen Maße gelöst werden
11. Kristallfraktion (13), die gemäß dem Verfahren nach Anspruch 9 hergestellt worden ist.

BASF Aktiengesellschaft

29. Mai 2000
B00/0108 IB/Ar/zzk/hd**Zusammenfassung**

5

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung und ein Verfahren zur Kristallisation von Stoffen aus diese Stoffe enthaltenden Lösungen oder Dispersionen in einem eine Klassierzone (3) enthaltenden Kristallisator aufweisend,

10

a) ein inneres und ein äußeres Kreislaufsystem (1;2), wobei das innere Kreislaufsystem (1) sich in dem Kristallisator befindet, der Einlaß des äußeren Kreislaufsystems (2) mit dem inneren Kreislaufsystem (1) über die Klassierzone (3) verbunden ist, das äußere Kreislaufsystem (2) sich außerhalb des Kristallisators befindet, der Auslaß des äußeren Kreislaufsystems (2) mit dem inneren Kreislaufsystem (1) des Kristallisators verbunden ist und in dem äußeren Kreislaufsystem (2) vor seinem Auslaß eine Einrichtung zur Auflösung von Kristallen angeordnet ist,

15

20

b) einen Zufluß (4) für Lösung und/oder Dispersion, der sich an dem Kristallisator oder an dem äußeren Kreislaufsystem befindet und

c) einen Abfluß (5) für Dispersionen, der an dem Kristallisator oder an dem äußeren Kreislaufsystem angeordnet ist.

25

Die erfindungsgemäße Vorrichtung hat die Besonderheit, daß zusätzlich eine das äußere und innere Kreislaufsystem (1;2) miteinander verbindende Leitung (8) zur (Rück)führung von Dispersion und/oder eine Leitung (8) zur (Rück)führung von Dispersion vorhanden ist, bei der sowohl ihr Eingang als auch ihr Ausgang mit dem inneren Kreislaufsystem (1) verbunden ist.

30

(Figur 4)

82

Fig. 4

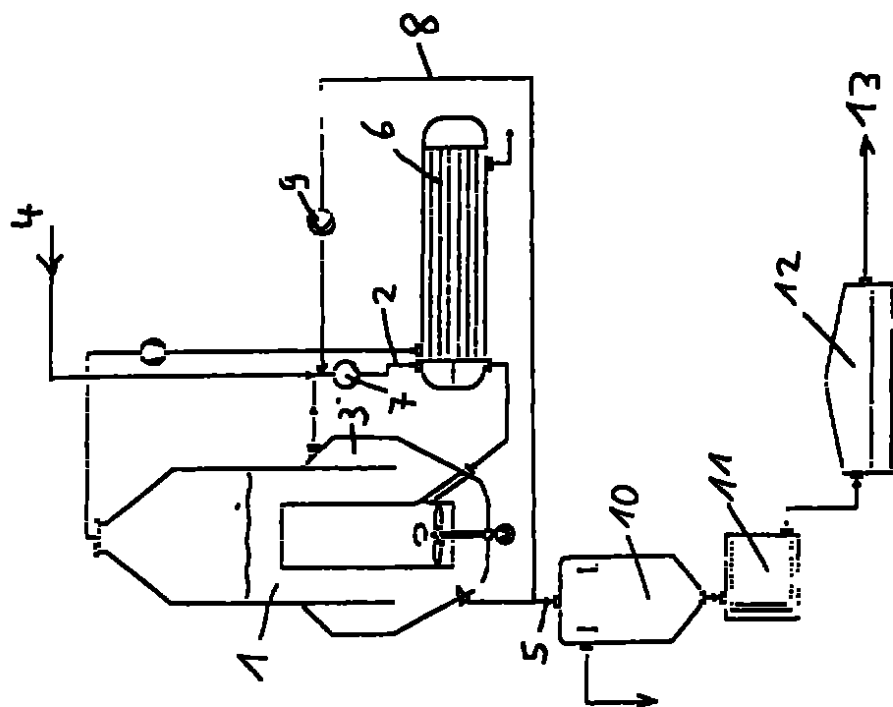


Fig. 4

82

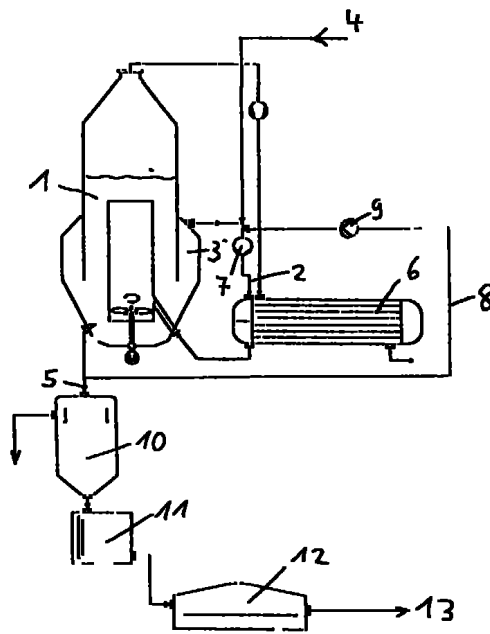


Fig. 1

Fig. 1a

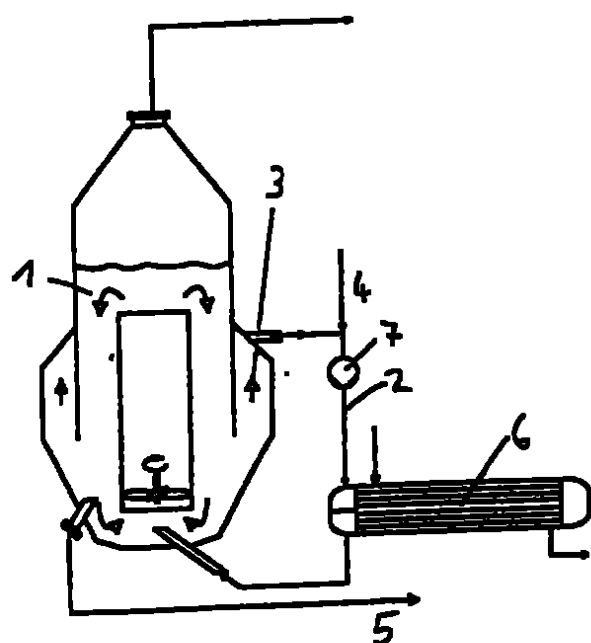


Fig. 1b

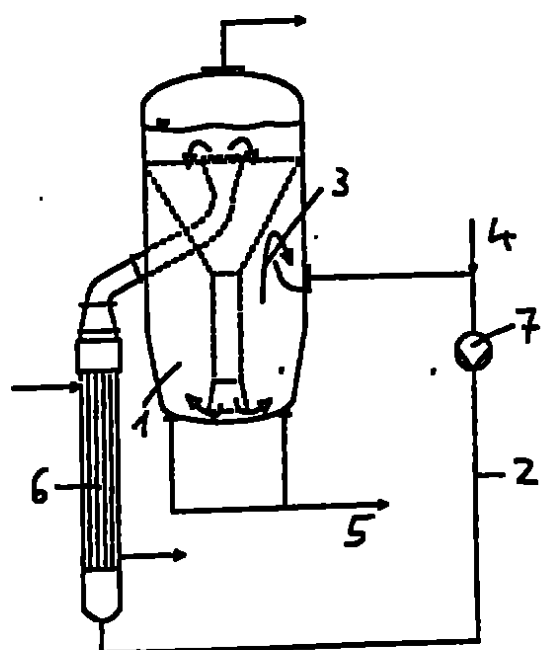


Fig. 2

84

Fig. 2a

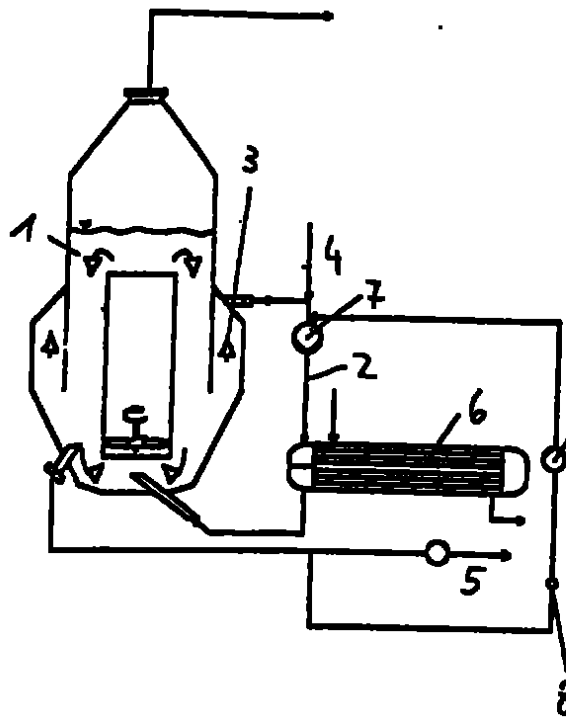


Fig. 2b

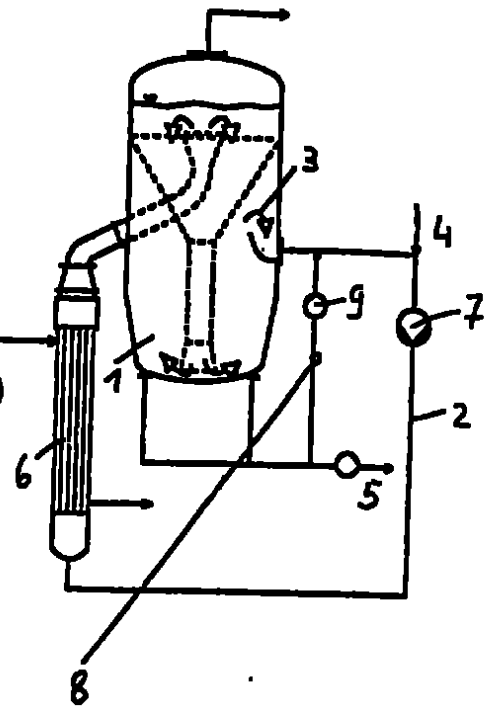


Fig. 3

Fig. 3a

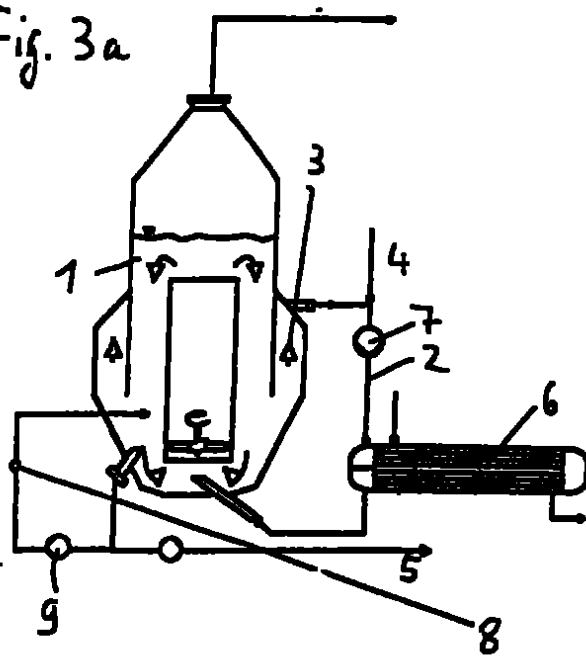


Fig. 3b

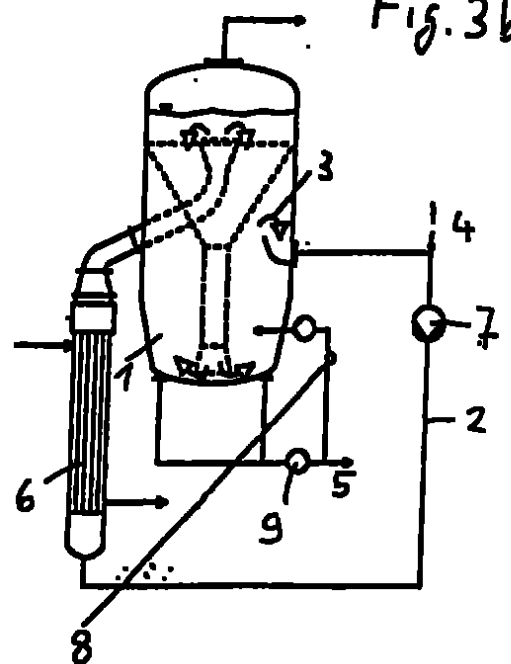


Fig. 4

85

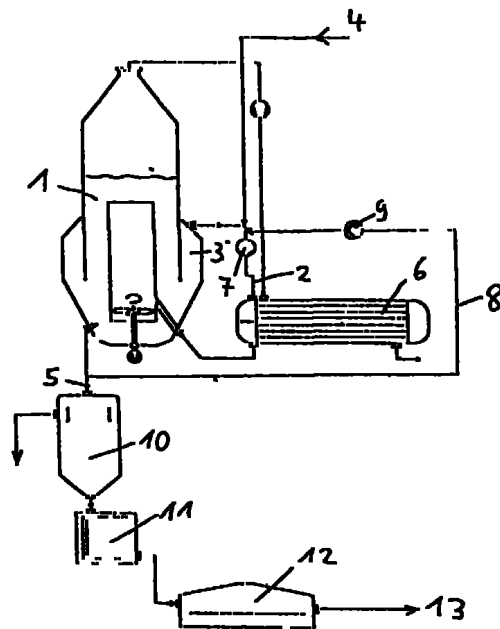
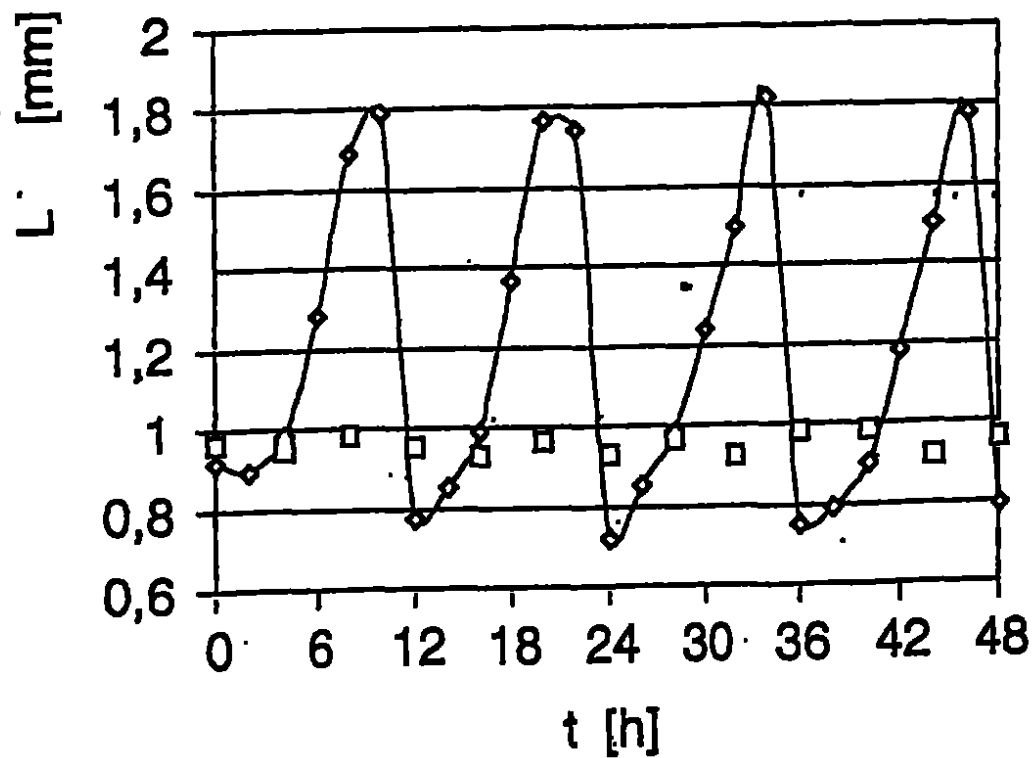


Fig. 5

86

	$\frac{V_b}{t}$	ρ_s	$\frac{V_u}{t}$
◇	0 m ³ /h	1380 kg/m ³	690 m ³ /h
□	30 m ³ /h	1370 kg/m ³	690 m ³ /h



APARATOS PARA LA PREPARACION DE CRISTALES

La presente invención se relaciona con un aparato y un proceso para cristalizar sustancias y con una fracción de cristal preparada así.

La cristalización de sustancias provenientes de soluciones es un proceso de separación térmico. Una solución de una dispersión molecular de uno o más sólidos en un solvente es preconcentrado generalmente mediante evaporación multietapa del solvente. La solución preconcentrada debe entonces ser supersaturada de tal forma que los cristales pueden formarse y crecer. Cuando esta supersaturación se elimina, el exceso de sólido se precipita como sedimento, el cual se puede separar mecánicamente de la solución de residuo. De esta manera, la sustancia disuelta se separa de la solución original. Si se desea una distribución de tamaño de partícula específica de los cristales el grado de saturación, la nucleación y el crecimiento de los cristales debe entonces ser controlado, en el cristalizador de clasificación el cual entonces tiene que ser diseñado apropiadamente, al adaptar los parámetros de operación

tal como enfriamiento e índice de evaporación, flujo, etc.

La fuerza de manejo en la cristalización es la diferencia entre la concentración de la sustancia disuelta en la solución supersaturada y aquella en la solución recién saturada, es decir, la disturbancia del equilibrio de solución. La solución preconcentrada debe de esta manera ser saturada primero y luego supersaturada más allá del punto de saturación. La supersaturación se logra en la práctica de tres maneras:

-En el caso de dependencia de altas temperaturas de la solubilidad la supersaturación se logra al enfriar simplemente la solución saturada mediante enfriamiento de superficie (cristalización de enfriamiento);

-Si existe solo una ligera dependencia a la temperatura de la solubilidad, la solución se supersaturar al evaporar el solvente (cristalización evaporativa);

-Si la solubilidad depende en gran proporción de la temperatura o si la solución tiene que ser tratada de una manera térmicamente suave, el enfriamiento de la solución y la evaporación del solvente se combinan (cristalización por vacío).

Como regla, la eliminación de la supersaturación tiene lugar en dos etapas simultáneas: En la primer etapa, se toman los núcleos de cristal; En la segunda etapa, aquellos núcleos de cristal que son más grandes que son mayores que un tamaño mínimo crítico crecen en cristales de producto muy burdo al tomar sólido de la solución supersaturada. El índice de nucleación se incrementa con el incremento de la supersaturación; como regla, la formación espontánea de núcleos muy pequeños es observable después de que se ha excedido una supersaturación específica. Este efecto es evidente en la formación de riegos de cristales finos. Para el control necesario de la nucleación en el cristalizador, la ayuda es remover en particular fracciones finas separadamente y de acuerdo con esto redissolver^t cristales finos. La remoción de cristales mediante la clasificación y la disolución de las partículas finas se describe en A. Mersman, W. F. Beer and D. Seifert, Chem. Ing. Tech. 50 (1978) 2, 65-76; Verlag Chemie, Weinheim. Con su supersaturación persistente, los cristales semillas inicialmente tomados en la solución y/o los núcleos formados crecen volviéndose cristales más grandes. La correspondiente solución se supersatura de nuevo. La

supersaturación de la solución es seguida mediante la iluminación de la supersaturación como la cristalización de ese momento hasta que se alcanza un grado específico de saturación de nuevo en donde se dispara la formación de riegos de cristales finos.

El objeto de un proceso de cristalización es una regla para preparar un producto cristalino, vendible de calidad uniforme, el producto adquiere esta calidad en particular a través de la distribución de tamaño de cristal. La distribución del tamaño del cristal influencia la separabilidad de la solución residual, la vida negra de los cristales, la formación de polvo, el comportamiento de la disolución, la roseabilidad o fluibilidad, etc. La calidad uniforme del producto se afecta adversamente por la fluctuación de la distribución del tamaño de partícula de los cristales como una función del tiempo - esta fluctuación es debida a las lluvias de cristales finos periódicas. Estas lluvias de cristales finos dan como resultado finalmente un producto de calidad no uniforme que tiene una fracción grande finamente cristalina. Las fracciones finamente cristalinas originan considerables problemas durante el trabajo - las fracciones finamente cristalinas son, por

ejemplo, difíciles de separar mediante centrifugación. Los problemas anteriores también ocurren en los cristalizadores que comprenden disolución de partículas finas - una fluctuación periódica de una distribución de tamaño de partícula también se observa en tales cristalizadores.

Es un objeto de la presente invención proporcionar un aparato por medio del cual los cristales que tienen fluctuaciones pequeñas en la distribución del tamaño de partícula como una función del tiempo se pueden producir continuamente. En particular, una reducción de la intensidad de las lluvias de sales finas se debe lograr. El aparato debe asegurar que se lleva a cabo un proceso de cristalización efectiva y económicamente.

Nosotros hemos encontrado que este objeto se logra mediante un aparato para cristalizar sustancias provenientes de soluciones o dispersiones que contienen estas sustancias, en un cristizador que contiene una zona de clasificación, que comprende.

a) Un sistema de circulación interior y una exterior, el sistema de circulación interior esta presente en el

cristalizador, la entrada del sistema de circulación interior esta presente en el cristalizador, la entrada del sistema de circulación exterior esta conectada al sistema de circulación interior por vía de una zona de clasificación, el sistema de circulación exterior esta presente hacia fuera del cristalizador, la salida del sistema de circulación exterior esta conectada al sistema de circulación interior del cristalizador, y los medios para disolver los cristales están dispuestos en el sistema de circulación exterior, antes de su salida;

b) Un flujo hacia el interior para la solución y/o dispersión, cuyo flujo hacia el interior esta presente sobre el cristalizador o sobre el sistema de circulación exterior, y

c) Un flujo hacia fuera para las dispersiones, cuyo flujo hacia fuera esta dispuesto sobre el cristalizador o sobre el sistema de circulación exterior.

En el aparato novedoso una línea que conecta los sistemas de circulación exterior e interior uno al otro y esta destinado a transportar (reciclar) la dispersión y/o una línea para transportar (reciclar) la dispersión están

adicionalmente presentes, en las cuales tanto su entrada como su salida están conectadas a un sistema de circulación interior.

Las sustancias se deben entender por que significan compuestos químicos y elementos que pueden ser cristalizados. En general, solo una sustancia esta presente en cada una de las soluciones o dispersiones que contienen estas sustancias - así, solo los cristales de una sustancia simple son producidos. Las dispersiones deben ser entendidas por significar en particular líquidos que contienen (finamente distribuidos) cristales. Frecuentemente, la dispersión esta presente en la forma de una suspensión. El sistema de circulación interior significa el sistema de flujo que fluye a través del cristizador que puede consistir de una pluralidad de corrientes parciales. El sistema de circulación interior esta decisivamente determinado por las dimensiones - forma de cristizador - y por los medios que originan un movimiento, tales como bombas o propulsores. El sistema de circulación exterior presente afuera del cristizador contiene preferiblemente líneas de conexión correspondientes, preferiblemente tubos, unos medios para disolver cristales son instalados en las

líneas de conexión. La zona de clasificación esta preferiblemente dispuesta en un cristalizador de tal forma que, durante la operación del cristalizador, son preferiblemente introducidos pequeños cristales dentro de la zona de clasificación. Las líneas del aparato están generalmente en la forma de tubos. Los medios adecuados para disolver cristales son todos los medios por medio de los cuales los cristales de la dispersión pueden ser disueltos. Como regla, los medios para disolver cristales originan un cambio de temperatura en la dispersión. Los medios para disolver cristales deben ser entendidos por significar solo aquellos medios que disuelven al menos 5, preferiblemente 60% en peso de los sólidos presentes en la dispersión en la forma de cristales, iniciando desde la corriente de dispersión introducida en los medios.

El aparato novedoso permite una cristalización que se distingue por una distribución de tamaño de partícula estrecha de los cristales producidos. La ausencia de lluvias de cristales finos es al menos sustancialmente asegurada durante la operación. La dispersión obtenida puede ser mas fácilmente trabajada - la centrifugación de los cristales es más fácil y las fracciones de

cristales obtenidas durante el trabajo son de calidad uniforme.

En general, el cristalizador esta en la forma de un cristalizador de DTB (corriente de aire-tubo-desviado) o en la forma de un cristalizador de derecho fluidizado, preferiblemente en la forma de un cristalizador Oslo.

En una modalidad preferida, el aparato novedoso tiene la característica especial de que una línea conecta al exterior y los sistemas de circulación interior uno al otro y dependen transportar (reciclar) dispersión y/o una línea para transportar (reciclar) dispersión están adicionalmente presentes, en las cuales tanto su entrada como su salida están conectadas al sistema de circulación interior, ninguna de las líneas tiene ningún medio para disolver cristales.

En general, los medios para disolver cristales están presentes en la forma de un intercambiador de calor o, si se requiere, en la forma de un reactor para llevar a cabo reacciones exotérmicas. Los cristales están disueltos de acuerdo con estos al calentar la dispersión. Preferiblemente, las líneas están equipadas con bombas

para transportar la dispersión y la solución. Como regla, el sistema de circulación exterior también tiene bombas para transportar la dispersión o la solución.

En una modalidad preferida de la invención, la zona de clasificación está presente en la forma de una zona de sedimentación. Allí, los cristales están clasificados sobre la base de sus diferentes comportamientos de sedimentación, de tal forma que los cristales más pequeños pasan preferiblemente desde el cristizador hasta el sistema de circulación.

La presente invención también se relaciona con un proceso para cristalizar sustancias provenientes de soluciones o dispersiones que contienen estas sustancias, en un aparato que tiene un sistema de circulación interior y uno exterior,

i) El sistema de circulación interior esta presente en el cristizador que contiene una zona de clasificación y dicho cristizador contiene una dispersión que comprende cristales de las sustancias y es movido a través del sistema de circulación interior,

ii) Una corriente parcial de la dispersión es transportada desde el cristalizador por vía de la zona de clasificación hacia dentro del sistema de circulación exterior,

iii) Los cristales contenidos en esta dispersión están disueltos en el sistema de circulación exterior mediante unos medios para disolver cristales,

iv) La dispersión de la solución formada por medio de disolución completa de los cristales de la dispersión que esta subsecuentemente reciclada al sistema de circulación interior del cristalizador,

v) Una solución y/o dispersión que contiene las sustancias que están siendo alimentadas al cristalizador y/o al sistema de circulación exterior y

vi) Una dispersión que comprende cristales de las sustancias que están siendo removidas desde el sistema de circulación exterior y/o desde el cristalizador.

En el proceso novedoso, una corriente parcial de la dispersión que comprende cristales es removida desde el

sistema de circulación interior y se alimenta al sistema de circulación exterior y/o una corriente parcial de la dispersión que comprende cristales es removida desde el sistema de circulación interior y se recicla al sistema de circulación interior.

El proceso novedoso asegura que el flujo de volumen sobre la resolución de partícula fina y efecto de clasificación de esta circulación se establecen independientemente uno del otro.

Las fluctuaciones de distribución del tamaño de partícula como función del tiempo (la oscilación o fluctuación de distribución del tamaño de partícula), en particular debido a las lluvias de partículas finas, se reducen significativamente mediante el proceso novedoso.

En una modalidad preferida, el proceso novedoso tiene la característica particular de que una corriente parcial de la dispersión que comprende cristales es removida del sistema de circulación interior y se alimenta al sistema de circulación exterior y/o una corriente parcial de la dispersión que comprende cristales es removida del sistema de circulación interior

y es reciclada al sistema de circulación interior, sin los cristales de la dispersión que son disueltos en grado sustancial en cada caso.

El ser disueltos en un grado sustancial se debe entender por que $\frac{1}{10}$ significa que al menos 10 preferiblemente 30, % en peso del sólido presente en la forma de cristales en la dispersión se disuelvan.

La clasificación de los cristales se efectúa preferiblemente sobre la base de diferente comportamiento sedimentación de los cristales.

Los cristales contenidos en la dispersión son como regla disueltas mediante calentamiento de la dispersión. En la modalidad preferida de la invención, las sustancias hacer cristalizadas con sulfato de amonio y ácido adípico. El agua se utiliza preferiblemente como un líquido componente de la dispersión o como un solvente para los cristales. La solubilidad de las sustancias en el líquido correspondiente generalmente se incrementa con la temperatura de la solución o dispersión.

En general, la dispersión removida del sistema de circulación exterior y/o del cristalizador que comprende cristales de las sustancias es trabajada y los cristales de la sustancia son así obtenidos en forma pura. Las fracciones de cristales resultantes generalmente tienen una fracción de partícula fina pequeña y poseen una distribución de tamaño de partícula estrecha. Estas propiedades favorecen una calidad uniforme de las fracciones de cristales.

La presente invención también se relaciona con una fracción de cristal que se puede preparar como se explico anteriormente.

En los dibujos anexos:

-La figura 1 muestra diagramas de aparatos para cristalizar sus partes de acuerdo con la técnica anterior
- la figura 1a muestra un diagrama de un cristalizador de DTB correspondiente; La figura 1b muestra un diagrama de un cristalizador Oslo correspondiente,

- La Figura 2 y la figura 3 muestran diagramas de aparatos novedosos para cristalización (la figura 2a y la figura 3a muestran cristalizadores DTB correspondientes;

La figura 2b y la figura 3b muestran cristalizadores Oslo correspondientes),

- La figura 4 muestra un diagrama de un aparato novedoso para cristalización que incluye la disposición de los medios para trabajar la dispersión,

- La figura 5 muestra una gráfica en la cual el tamaño de partícula medio L es dibujado como una función del tiempo t ; varios flujos de volumen para transportar (reciclacia) V_b/t y para el sistema de circulación exterior V_u/t se toman como base.

Los aparatos para cristalización que son mostrados esquemáticamente en las figuras 1 a 3 tienen todos un sistema de circulación interior 1, un sistema de circulación exterior 2, una zona' de clasificación 3, un flujo hacia adentro 4, un flujo hacia afuera 5, un intercambiador de calor 6 dispuestos en el sistema de circulación exterior y una bomba 7 destinada al transporte de la dispersión y expuesta en el sistema de circulación exterior. Como contraste a los aparatos de la técnica anterior de acuerdo con la figura 1, los aparatos novedosos de acuerdo a la figura 2, y la figura 3, sin embargo, también tiene líneas 8 para transportar

(reciclar) la dispersión. En cada caso, las bombas 9 para transportar la dispersión están dispuestas en estas líneas 8.

La dispersión se puede mover en cualquier punto deseado del cristizador, pero preferiblemente en la región de fondo. La dispersión obtenida en la zona de clasificación 3 puede ser alimentada por medio de cualquier número deseado de piezas de conexión dentro del sistema de circulación externo 2. Como una regla, desde una a tres piezas de colección se suministran para este propósito.

Adicionalmente al aparato para cristalización, figura 4 la figura también muestra esquemáticamente una disposición para trabajar la dispersión. La dispersión es pasada desde el aparato para cristalización hacia un espesador 10. En este, los cristales se asientan y el líquido sobrenadante es removido. Los cristales recolectados en el fondo del espesador son transferidos a una centrifuga 11 y liberados allí del líquido adicional. Finalmente, los cristales son removidos de la centrifuga y son secados en un secador 12. Las fracciones de cristal

13 son descargadas desde el secador 12 a un procedimiento de acabado corriente abajo.

Como se explico anteriormente, las figuras 2 y 3 muestran las posibilidades novedosas para transportar (reciclar) la dispersión. Como una alternativa a la disposición en la figura 2, en la cual la línea 8 para el transporte (reciclado) ingresa al sistema de circulación externo 2 antes de la bomba 7, la línea 8 para el transporte (reciclado) también puede ingresar al sistema de circulación externa 2 entre la bomba 7 y el intercambiador de calor 6 y alternativamente más aún por detrás del intercambiador de calor 6. Con respecto a la disposición mostrada esquemáticamente en la figura 3, debe notarse que el transporte (reciclado) de la dispersión puede ser efectuado sobre una vía de mano por un lado por medio de la línea 8 y por medio de una bomba 9, pero el transporte (reciclado) también puede ser efectuado a través de una bomba y un elemento de comunión adicional, tal como un molino.

La invención también se explica adicionalmente más adelante con referencia a un ejemplo.

Ejemplo

Primero, un experimento comparativo de acuerdo con el usado en la técnica fue llevado a cabo (sistema: sulfato de amonio/agua), una planta mostrada esquemáticamente en la figura 1a es la usada. Los cristales tienen un tamaño de partícula periódicamente fluctuante en distribución en que fueron obtenidos como el producto del proceso correspondiente, la distribución tamaño de partícula exhibe un comportamiento oscilante como una función del tiempo (ver curva correspondiente en la figura 5). Una disolución de partículas finas excesivamente eficiente en el intercambiador del calor pudiera verse como una razón principal para el comportamiento oscilante. El comportamiento oscilante también puede ser explicado como sigue:

- Se supone que la fracción de partícula fina en el cristalizador es alta en el momento t . Esas partículas finas son bombeadas por medio de la zona de clasificación del cristalizador hacia el intercambiador de calor (en el caso de disolución de partículas finas eficientes, ellos son completamente disueltos allí);

-Este resultado en la reducción en la fracción de partículas finas en el cristalizador y por lo tanto una breve reducción del área de superficie de cristal (esto significa la suma de las áreas de superficie en todos los cristales contenidos en la suspensión) sobre la cual la sobresaturación es eliminada por el crecimiento del cristal. Una reducción en el área de superficie de cristal resulta por lo tanto en un incremento en el grado de sobresaturación;

- El grado de sobresaturación se incrementa hasta un valor crítico en el cual fragmentos cortados en pequeños (más pequeños de 50 μm) son activados a crecer;

- Como un resultado del crecimiento de estos fragmentos, el área de superficie de cristal en el cristalizador se incrementa rápidamente nuevamente y el grado de sobresaturación es eliminado de acuerdo a lo anterior también rápidamente. El número grande de cristales en crecimiento (pequeño) se manifiesta en sí mismo como un mostrador de cristal fino;

- Estas partículas finas son ahora disueltas nuevamente en el intercambiador de calor durante el curso del tiempo, y el ciclo se inicia nuevamente.

Para impedir la fluctuación de la distribución de tamaño de partícula como una función del tiempo, de acuerdo con la invención un experimento fue llevado a cabo en una planta mostrada esquemáticamente en la figura 2a (sistema: sulfato de amoníaco/agua). La dispersión fue transportada desde el sistema de circulación interior de interno 1 por medio de la línea 8 para el transporte (el reciclado) dentro del sistema de circulación externo 2 antes de la bomba 7. Consecuentemente, cristales adicionales, en particular cristales que tienen un tamaño de partícula grande, fueron transportados dentro del sistema de circulación externo y dentro del intercambiador de calor 6. La capacidad de disolución del intercambiador de calor fue sobreestimada por la alimentación en estos cristales, con el resultado de que la disolución eficiente de partículas finas en el intercambiador de calor 8 se impidió. Las siguientes condiciones de operación estuvieron presentes:

- Velocidad de flujo de volumen V_0/t sobre el sistema de circulación externo 2 690 m³/h
- Alimentación (dentro del aparato) 50 m³/h

- Velocidad de producción (cristales que han sido trabajados usando la planta de acuerdo con la figura 4; sedimentación, centrifugación, secado) 9 t/h.

La figura 5 muestra el resultado del experimento. Se encuentra que, a una velocidad de flujo de volumen alta V_b/t del transporte (reciclado), la fluctuación de la distribución de tamaño de partículas como una función del tiempo puede ser impedida sustancialmente. En contraste, dispensar con transporte (reciclado) - experimento comparativo ($V_b/t = 0$) - lleva a una fluctuación considerable del tamaño de partícula medio L sobre el tiempo. El transporte novedoso para este (reciclado) de la dispersión por lo tanto asegura una calidad uniforme del producto y la supresión del rociado de partícula fina, lo que lleva a una trabajabilidad más fácil. Más aún, era posible incrementar el contenido de sulfato de amonio en la alimentación a tal grado que una velocidad de producción de 11 t/h fue lograda sin resultar en una deterioración marcada en la calidad del producto. Con el mismo incremento en el contenido de sulfato de amonio en la alimentación, el proceso anteriormente mencionado de acuerdo con el estado de la técnica resultaría en un incremento considerable de la intensidad de

lluvias de cristales finos, de manera que su maniobrabilidad sería entonces mucho más difícil (problemas, entre otros, con el centrifugado y secado). El proceso novedoso permite así un incremento en la velocidad de producción.

REIVINDICACIONES

1. Un Aparato para cristalizar sustancias a partir de soluciones o dispersiones que contienen estas sustancias, en un cristalizador que contiene una zona de clasificación (3), comprende

a). Un sistema de circulación interno y uno externo (1; 2), el sistema de circulación interno (1) esta presente en el cristalizador, la entrada del sistema de circulación externo (2) esta conectada al sistema de circulación interno (1) por medio de la zona de clasificación (3), el sistema de circulación externo (2) está presente por fuera del cristalizador, en la salida del sistema de circulación externo (2) está conectado al sistema de circulación interno (1) del cristalizador, y un medio para disolver cristales está dispuesto en el sistema de circulación externo (2), antes de su salida,

b) un flujo hacia adentro (4) para la solución y/o dispersión, dicho flujo hacia adentro está presente en el cristalizador o sobre el sistema de circulación externa (2),

c) un flujo hacia fuera (5) para las dispersiones, dicho flujo hacia afuera está dispuesto en el cristalizador o sobre el sistema de circulación externo (2),

En donde una línea (8) que conecta los sistemas de circulación externo e interno (1; 2) uno con el otro y que tiene el propósito de transportar (reciclar) la dispersión y/o una línea (8) para transportar (reciclar) la dispersión esta adicionalmente presente, en la cual tanto su entrada como su salida están conectadas al sistema de circulación interno (1).

2. Un aparato de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el cristalizador está en la forma de un cristalizado DTB o en la forma de un cristalizador de lecho civilizado, preferiblemente en la forma de un cristalizador Oslo.

3. Un aparato de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, en donde los medios para disolver los cristales está presente en la forma de un intercambiador de calor (6).

|||

4. Un aparato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, donde las líneas están equipadas con bombas (9) para transportar la dispersión o la solución dentro de las líneas (8).

5. Un aparato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde la zona de clasificación (3) está presente en la forma de una zona de sedimentación.

6. Un proceso para cristalizar sustancias a partir de soluciones o dispersiones que contienen estas sustancias, en un aparato que tiene un sistema de circulación interno y uno externo,

- i) El sistema de circulación interno está presente en un cristizador que contiene una zona de clasificación y dicho clasificador contiene una dispersión que comprende cristales de la sustancia y es movido a través del sistema de circulación interno,

- ii) un flujo o corriente en parte de la dispersión es transportada desde el cristalizador por medio de la zona de clasificación hacia el sistema de circulación externo,
- iii) los cristales contenidos en esta dispersión son disueltos en el sistema de circulación externo por un medio para disolver cristales,
- iv) la dispersión o la solución formada por la disolución completa de los cristales a partir de la dispersión es subsecuentemente reciclada al sistema de circulación interno del cristalizador,
- v) una solución y/o dispersión que contienen las sustancias están alimentadas en el cristalizador y/o en el sistema de circulación externo y
- vi) una dispersión que comprende cristales de las sustancias que van a ser removidas desde el sistema de circulación externo y/o desde el cristalizador,

vii) en donde una corriente parte de la dispersión que comprende cristales es removida del sistema de circulación interno y es alimentada al sistema de circulación externo y/o una corriente en parte de la dispersión que comprende cristales es removida del sistema de circulación interno y es reciclada al sistema de circulación interno

7. Un proceso según la reivindicación 6, en donde los cristales contenidos en la dispersión son disueltos por medio de calentar dispersión.

8. Un proceso según las reivindicaciones 6 o 7, en donde la sustancia a ser cristalizada es el sulfato de amonio o el ácido adípico.

9. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones 6 a 8, en donde la dispersión removida desde el sistema de circulación externo y/o desde el cristizador y que comprende cristales de las sustancias se trabaja y los cristales de las sustancias son por lo tanto tenidos en forma pura.

10. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 6 a 9, en donde una corriente en parte de la dispersión que comprende cristales es removida del sistema de circulación interno y es alimentada al sistema de circulación externo y/o una corriente en parte de la dispersión que comprende los cristales es removida del sistema de circulación interno y es reciclada al sistema de circulación interno, sin que los cristales de la dispersión sean disueltos hasta un grado sustancial en cada caso.

11. Una fracción de cristal (13) que ha sido preparada por un proceso según la reivindicación 9.

RESUMEN

Un Aparato y un proceso para cristalizar sustancias a partir de soluciones o dispersiones que contienen estas sustancias, en un cristalizador que contiene una zona de clasificación (3), comprende

- a) un sistema de circulación interno y uno externo (1; 2) el sistema de circulación interno (1) esta presente en el cristalizador, la entrada del sistema de circulación externo (2) está conectada al sistema de circulación interno (1) por medio de la zona de clasificación (3), el sistema de circulación externo, está presente por fuera del cristalizador, la salida del sistema de circulación externo (2) está conectada al sistema de circulación interno (1) del cristalizador, y un medio para disolver cristales está dispuesto en el sistema de circulación externo (2), antes de su salida,
- b) un flujo hacia adentro (4) para la solución y/o dispersión, dicho flujo hacia adentro está

presente en el cristalizador o sobre el sistema de circulación externo,

- c) un flujo hacia fuera (5) para las dispersiones, dicho flujo hacia fuera está dispuesto sobre el cristalizador o sobre el sistema de circulación externo.

El aparato novedoso tiene una característica especial en que una línea (8) que conecta los sistemas de circulación externo e interno (1; 2) uno con el otro y tiene propósito de transportar (reciclar) la dispersión y/o una línea (8) para transportar (reciclar) la dispersión están presentes adicionalmente, en la cual ambas de sus entradas y sus salidas están conectadas al sistema de circulación interna (1).

FIG.1A

FIG.1B

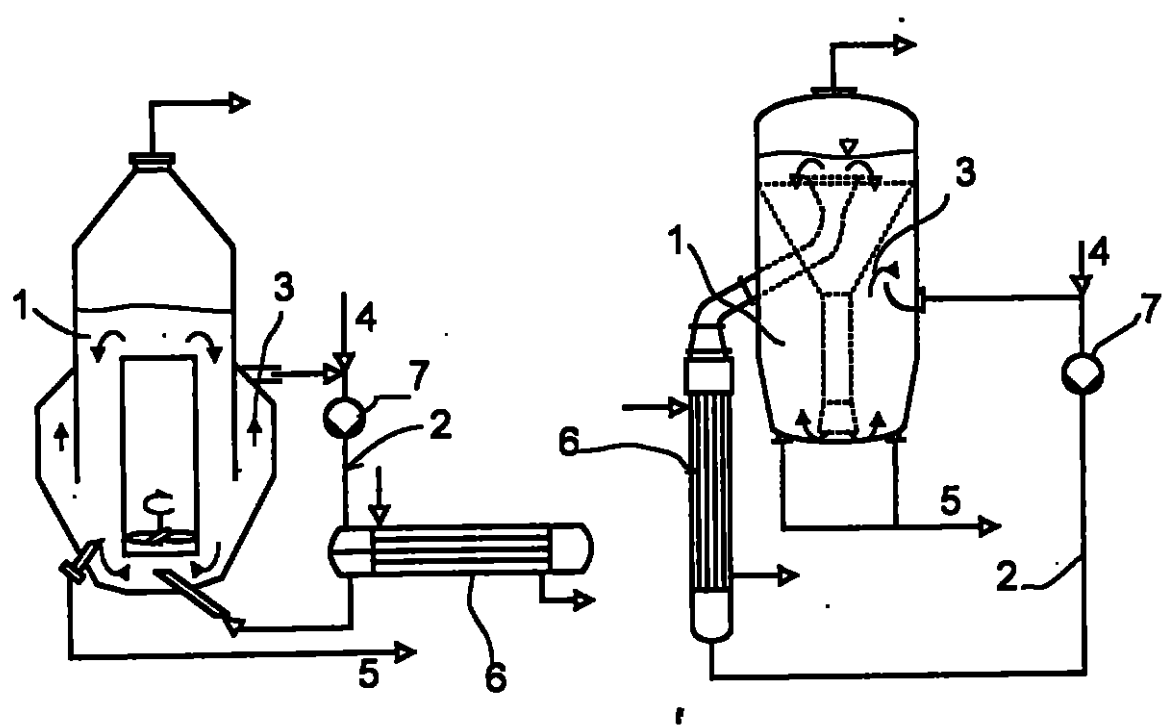


FIG.2A

FIG.2B

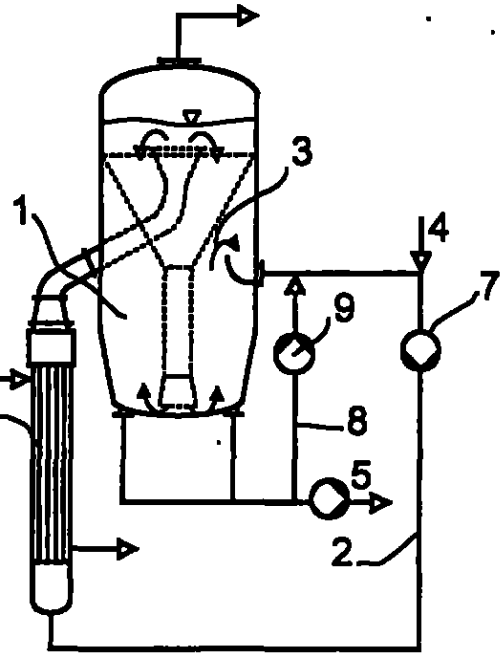
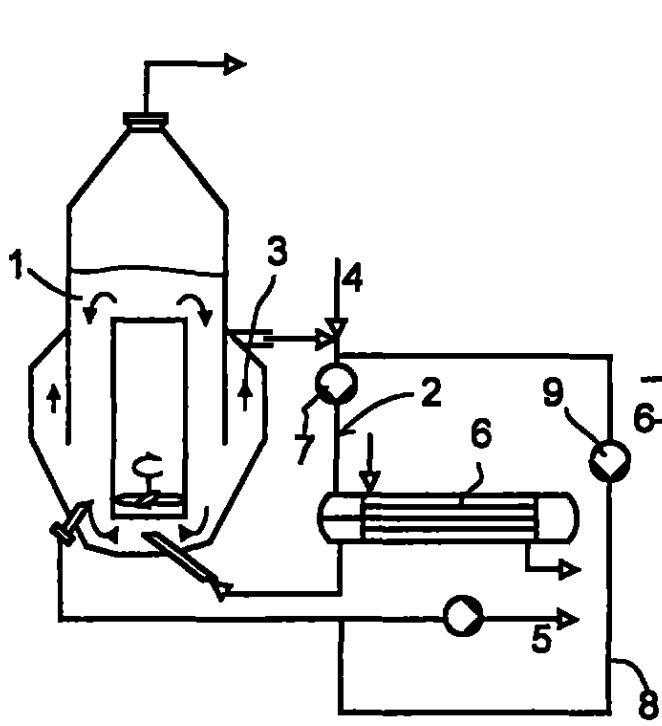


FIG.3A

FIG.3B

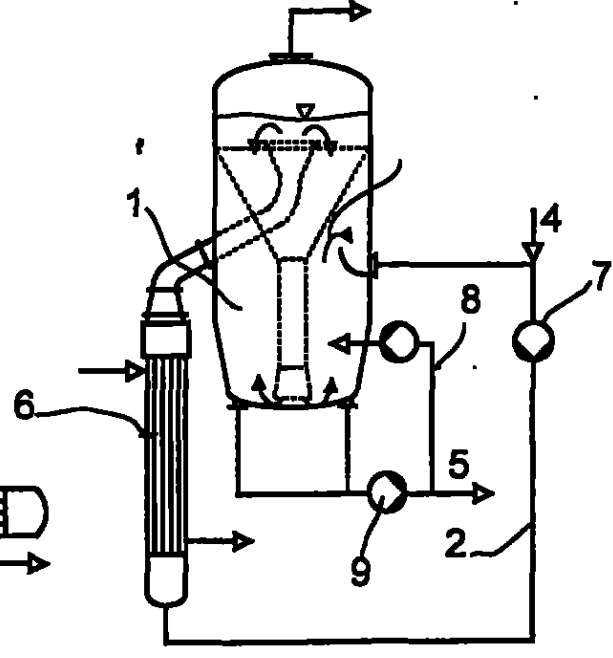
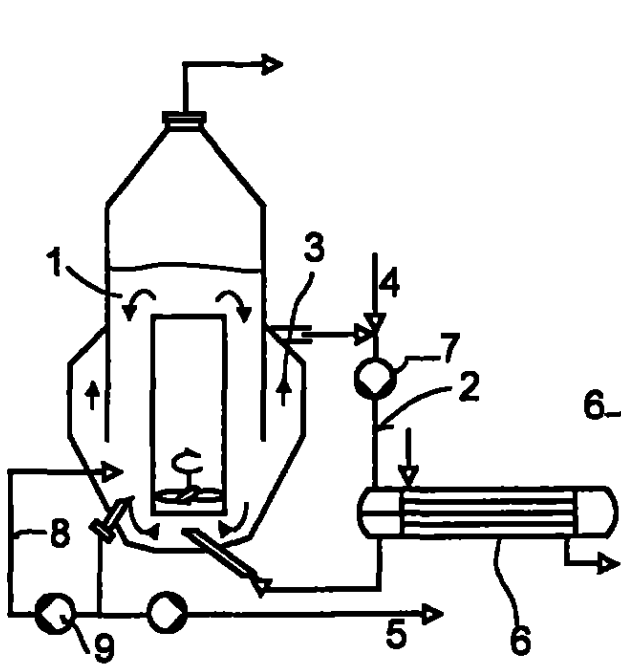


FIG.4

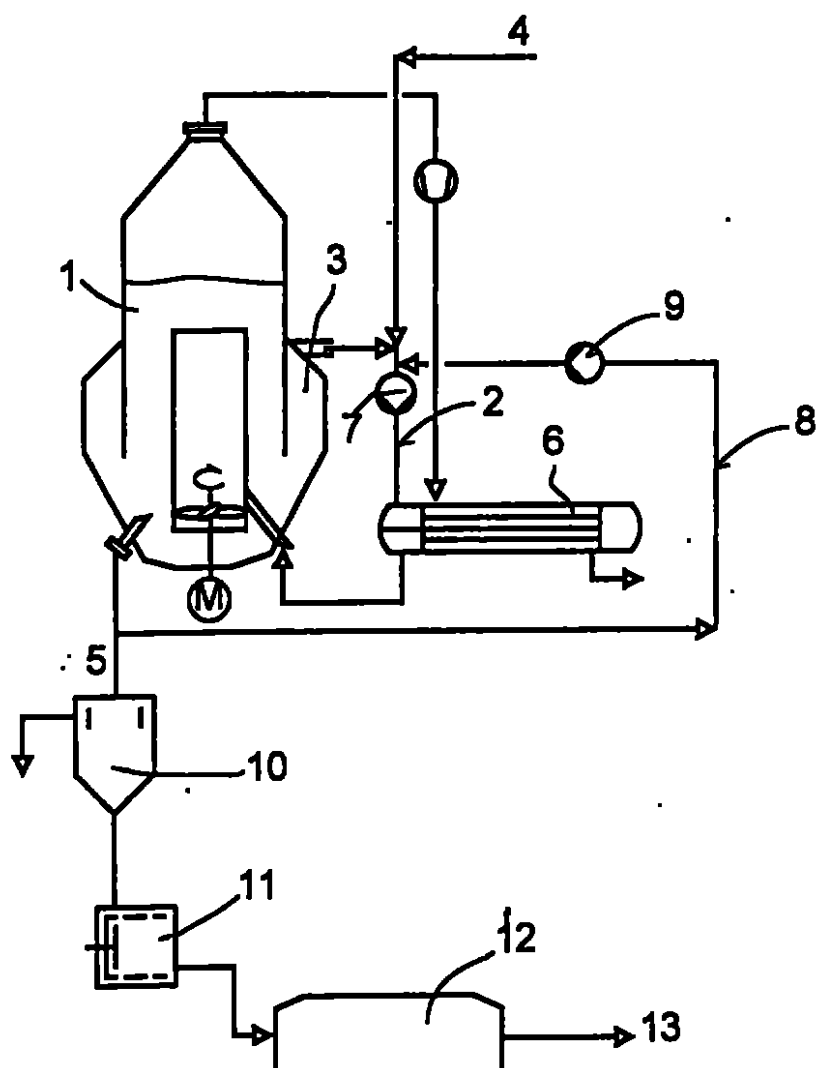


FIG.5

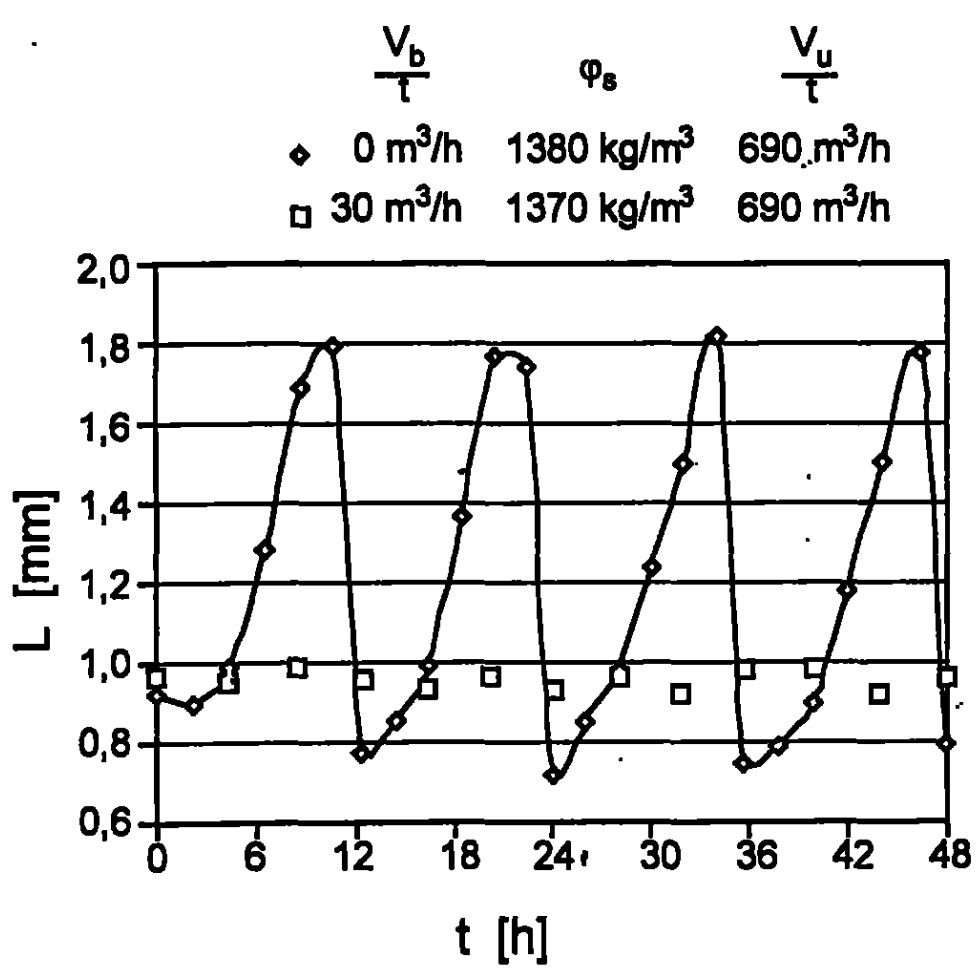


FIG.4

