

192357



950 . 192357.

EN LA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

- 1 SEP. 1950

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de A.S. NORDUCO, entidad noruega, establecida en Solligatan, 7, Calo, Noruega, por:

" UN APARATO PARA LA CRISTALIZACION Y SEPARACION EN FORMA CONCENTRADA DE SUSTANCIAS LIGERAMENTE SOLUBLES DESDE CANTIDADES RELATIVAMENTE GRANDES DE LIQUIDO ".-

El invento se refiere a un aparato y a un procedimiento para cristalizar y separar en forma concentrada sustancias ligeramente solubles desde cantidades relativamente grandes de líquido, y es especialmente aplicable a la producción de potasio desde agua de mar, en forma de una sal de una amina aromá-



192357

tica secundaria muy nitrada, tal como dipicrilamina.-

La recuperación de sustancias desde cantidades relativamente grandes de líquido en el cual estas sustancias están presentes en bajas concentraciones, ha tropezado hasta ahora con muchas dificultades de índole técnica.- Para la producción en escala industrial se requiere un gran aparato y los gastos son proporcionalmente elevados.- Además, debe consumirse mucha energía en el accionamiento de bombas y filtros.- Estos hechos han imposibilitado la separación en forma remunerativa de diversos componentes valiosos del agua de mar.-

En la producción de potasio desde el agua de mar en forma de una sal de una amina aromática secundaria muy nitrada, las dificultades inherentes al tratamiento de enormes cantidades de agua se aumentan todavía por el hecho de que, al añadir una sal soluble de, por ejemplo, dipicrilamina en las concentraciones usuales en la química analítica la sal potásica precipita desde el agua de mar en una forma cristalizada extremadamente fina, de modo que el empleo de espesadores tropieza con dificultades siendo necesaria una costosa filtración de toda la cantidad de líquido.-

Estas objeciones quedan reducidas a un mínimo cuando se aplica el aparato y el procedimiento según el presente invento.-

El aparato del invento consiste principalmente en una cámara de cristalización y en un depósito de sedimentación.- La cámara de cristalización está abierta en la parte superior y desemboca aquí en el centro del fondo del depósito de sedimen



1950

192357

tación.- Este fondo tiene una superficie de al menos varias veces la superficie de la sección horizontal de la cámara de cristalización.- La parte inferior de la cámara de cristalización esta provista de un medio divisor para suministrar el líquido desde el cual debe separarse la sustancia a cristalizar y, si se desea, de medios para la aportación de un agente de precipitación.- En el fondo de la cámara de cristalización se dispone una salida para retirar el producto cristalizado.- El borde superior del depósito de sedimentación está provisto de un rebosadero circular.- El depósito de sedimentación está provisto además de brazos rotativos de rastrillo que llevan rascadores dispuestos de modo que barran el precipitado que se ha depositado sobre el fondo del depósito hacia un espacio anular que rodea la cámara de cristalización y que desemboca en su parte inferior.-

En los dibujos se ilustra un aparato correspondiente a la descripción que antecede.-

La figura 1 es una sección vertical a través del centro del aparato.-

La figura 2 es una vista desde abajo de los medios divisores, dada por la línea II-II.-

La figura 3 es una vista en planta fragmentaria del aparato representado en la figura 1.-

La cámara de cristalización está señalada con 1, el depósito de sedimentación con 2.- Cerca del fondo de la primera se encuentra el medio divisor 3.- La salida del fondo está señalada con 4.- La salida está provista de una válvula



192357

29.- El depósito de sedimentación está provisto de un conduc-
to periférico 5 para retirar líquido clarificado que rebosa so-
bre una presa 20, siendo el agua clarificada descargada final-
mente por la salida 6.- El depósito de sedimentación está
5 provisto además de brazos radiales de rastrillo 7.- Cada bra-
zo de rastrillo consiste en una viga 21 que se extiende desde
una cabeza 22 hasta la pared periférica 23 del aparato.- Di-
cha cabeza 22 está soportada en forma rotativa por un pedestal
8.- La viga está provista en su extremidad exterior de una
10 rueda de tracción rotativa 24 destinada a ser impulsada mecá-
nicamente por medio de un motor eléctrico 25 y un reductor de
velocidad apropiado 26.- La rueda de tracción 24 descansa so-
bre una vía adecuada 27 soportada por el borde superior de la
pared periférica 23.- El funcionamiento del motor 25 hará
15 que la viga 21 se desplace en torno del depósito de sedimenta-
ción.- Colgando de la viga 21 hay un armazón 28 que lleva en
su extremidad inferior una serie de rascadores 9, con preferen-
cia del tipo Dorr, bien conocido.- Aunque se indican dos bra-
zos de rastrillo, puede ser suficiente uno solo; también puede
20 disponerse un número de brazos de rastrillo mayor de dos.- Los
rascadores 9 barren el sedimento hacia el espacio anular 10,
que desemboca a través de la abertura circunferencial 11 dentro
de la parte inferior de dicha cámara de cristalización 1.-

La cámara de cristalización es normalmente cilíndri-
ca.- Son posibles dos desviaciones diferentes de esta forma.-
25 En primer lugar, la sección horizontal de la cámara de crista-
lización puede ser algo elíptica o poligonal, en lugar de cir-

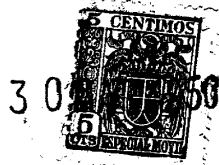


MAR. 1950

192357

cular.- En segundo lugar, el diámetro puede aumentar hacia la parte superior, en cuyo caso la cámara de cristalización tiene la forma, por ejemplo, de un cono truncado con un pequeño ángulo vertical.- Como norma, es indeseable un ángulo vertical mayor de 60°, aunque este valor puede ser rebasado en ciertas condiciones.- Además, la sección vertical a través del centro de la cámara de cristalización no es necesariamente una figura rectilínea; en esta sección, las paredes de la cámara pueden mostrar curvas.- Por consiguiente, la cámara de cristalización puede tener la forma de una hipérbola, estando el foco de la hipérbola fuera de la cámara de cristalización y aproximadamente al mismo nivel que el fondo de esta cámara.- Finalmente, la línea recta o la curva que las paredes muestran en dicha sección vertical pueden ser una línea o curva quebrada.-

Los medios divisores para suministrar el líquido desde el cual debe ser separada la sustancia a cristalizar, pueden consistir en tubos, distribuidos con cierta regularidad sobre el fondo de la cámara de cristalización, por ejemplo, como se indica en la figura 2.- El líquido a distribuir entra por los tubos 12 dentro de un tubo circular 13 al cual los tubos divisores 14 se unen con sus extremos abiertos.- Los extremos de los tubos divisores que señalan hacia el centro están cerrados.- Los tubos divisores 14 tienen aberturas que con preferencia están distribuidas lo mas regularmente posible sobre el área del fondo de la cámara.- Por consiguiente, las aberturas de los tubos están dispuestas mas cerca entre sí a medida que es mayor la distancia entre los tubos, como se ve claramente



192357

en la figura 2.- El objeto de la distribución regular de las aberturas sobre el fondo es el de mantener la proporción de flujo ascendente del líquido, cuyo flujo es determinado suministrando líquido a los medios divisores, uniforme sobre toda la sección horizontal.- Las aberturas se disponen con preferencia en la parte de los tubos que mira hacia abajo, ya que de este modo se fragmentan las acumulaciones de cristales bajo los tubos, y las aberturas no pueden atascarse por cristales si se interrumpe la alimentación de líquido.- Cerca de la salida para los cristales, que, con preferencia, está en el centro, las aberturas de suministro de líquido pueden disponerse a mayores distancias, o incluso pueden ser omitidas, para favorecer la sedimentación en esta región especial.- Pueden existir medios divisores separados para suministrar el agente precipitante.-

En lugar de tubos con aberturas, pueden usarse otras construcciones apropiadas, tales como chapas perforadas.-

El fondo de la cámara de cristalización puede ser plano.- Sin embargo, si el diámetro es bastante grande, se recomienda dar al fondo la forma de un cono invertido formándose de este modo un colector, lo que facilita la extracción del producto depositado.- Si se desea, pueden disponerse rasadores sobre el fondo de la cámara.-

El depósito de sedimentación muestra una gran similitud con los espesadores de Dorr que también están provistos de brazos de rastrillo.- La forma apropiada es la circular, en vista de la rotación de los brazos de rastrillo.- Como norma,



el depósito y la cámara estarán montados concéntricamente.- El fondo del depósito de sedimentación puede ser plano, aunque se prefiere un fondo que se incline ligeramente hacia el centro, mostrando así una forma cónica.-

5 El aparato según se representa en los dibujos puede modificarse en varias otras formas.- Así, puede hacerse una disposición diferente de la cámara de cristalización y del depósito de sedimentación entre sí.- En lugar de estar en la parte superior de la cámara de cristalización, el depósito de
10 sedimentación puede rodear en mayor o menor medida la cámara de cristalización.- El borde superior de la pared de la cámara de cristalización incluso puede sobresalir por encima del nivel del líquido en el depósito de sedimentación.- En lugar de concéntrica la disposición, puede ser excéntrica.-

15 Puede ser deseable dividir la cámara de cristalización por tabiques verticales de modo que se favorezca el carácter laminar del flujo ascendente.- Dichos tabiques pueden ser cilíndricos y concéntricos a la pared de la cámara de cristalización.- Tal disposición se indica en 19 en la figura 1.- Los
20 tabiques puede disponerse también radialmente.- La pared 30 de la cámara de cristalización está conectada para su soporte con la pared 31 del espacio anular 10 y los tabiques 19 están conectados para su soporte con la pared 30.- Las conexiones no se representan.- Los tabiques no deben sobresalir por debajo de la abertura 11 en la pared de la cámara de cristalización.-
25

Se han representado y descrito ciertas realizaciones específicas de los brazos de rastrillo y de las disposiciones



192357

motrices para las partes móviles, pero ha de entenderse que estos elementos no forman parte del invento y pueden ser alterados a voluntad.-

5 El aparato descrito representa las máximas ventajas si el líquido del cual debe ser separada la sustancia a cristalizar es suministrado en 3 en proporción tal que se forme un flujo ascendente que sea lo bastante fuerte para mantener en suspensión una cantidad de cristales que, calculada por la unidad de volumen de líquido en la cámara de cristalización, es
10 un múltiplo de la cantidad de sustancia que puede cristalizar por volumen-unidad desde el líquido en la cámara de cristalización.- De este modo, puede mantenerse fácilmente en suspensión una cantidad relativamente grande de cristales.- Los cristales en suspensión aumentan de tamaño por ulterior cristalización y sirven así como cristales-semillas.- Una parte de
15 esta cantidad, cuya parte consiste en los cristales mas pequeños, circulará sucesivamente a través de la cámara de cristalización, el depósito de sedimentación y el espacio anular 10.- En el depósito de sedimentación, los cristales se depositan y
20 son barridos por los rascadores hacia el espacio anular 10.- Una papilla relativamente concentrada de los cristales sedimentados desciende por el espacio anular 10 para volver a llegar a la cámara de cristalización 1.- La circulación por el espacio anular es un resultado de la diferencia de peso específico.-
25 El peso específico de la papilla concentrada en el espacio anular 10 es mayor que el peso específico de la suspensión en la cámara de cristalización 1.-



AR. 1950

192357

Grandes cantidades de cristales-semilla en suspensión favorecen en gran medida la proporción de cristalización y el crecimiento de los cristales separados.- En la cámara de cristalización, además, se efectúa una clasificación por el flujo ascendente.- Los cristales mas pequeños son elevados con mas facilidad, los mayores sedimentan cerca de la salida.- Los mas pequeños se mantienen en circulación hasta que su tamaño es tal que pertenecen a la fracción media, cuya fracción está todavía en suspensión, pero no circula por los diversos espacios.-

Después de otro aumento en tamaño, estos cristales sedimentarán a su vez.- Finalmente, son arrastrados como papilla al fondo de la cámara de cristalización a través de una válvula 29 que puede ser abierta continua o intermitentemente.- El agente de precipitación puede añadirse al líquido, del cual debe separarse la sustancia a cristalizar, antes de que dicho líquido entre en el medio divisor, con tal de que no haya peligro de formación excesiva de núcleos de incrustación de cristales en los medios divisores.- Sin embargo, para evitar el peligro, se recomienda el uso de medios divisores separados para el agente precipitante y el líquido.-

El líquido desde el cual han sedimentado los cristales rebosa en 5 y es arrastrado por 6.-

La cantidad de cristales que se mantiene en suspensión en la cámara de cristalización, por litro de líquido, y la proporción del flujo ascendente, pueden variarse dentro de límites relativamente amplios.-

Los valores para las condiciones mas favorables dependen



1950

192357

den de las propiedades de la sustancia a cristalizar.- En cada caso pueden determinarse experimentalmente las condiciones más favorables.-

Al cristalizar dipicrilaminato potásico desde agua de mar, los valores convenientes para la cantidad de cristales semilla a mantener en suspensión en la cámara de cristalización están entre 40 y 200 kgs/m³ .- Se prefieren cantidades desde 50 a 150 kgs/m³, por ejemplo, de 100 kgs/m³ .- Proporciones adecuadas de flujo en la cristalización de dipicrilaminato potásico se encuentran entre 10 y 50 m/h, de las cuales se prefieren proporciones de 20 a 30 m/h.- Estas proporciones se calculan para una sección en la cual no hay presentes cristales.- A proporciones de aproximadamente 25 a 50 m/h, pueden mantenerse en suspensión cristales de un tamaño de aproximadamente 600 a 800 mu.-

La altura elegida para la cámara de cristalización depende de la proporción de flujo.- Si se desea hacer que la cristalización tenga lugar prácticamente por completo en la cámara de cristalización, lo cual será el caso por lo general, la cámara debe ser más alta a medida que es mayor el flujo ascendente.- Para proporciones de flujo desde 10 a 50 m/h y aproximadamente 100 kgs/m³ de cristales en suspensión y tamaños de cristales de 100-1000 mu., las alturas convenientes quedan entre 1,5 y 5 m.-

El diámetro del aparato es determinado por la capacidad deseada.- Por ejemplo, la cámara de cristalización puede tener un diámetro de 5 m., al paso que el diámetro de la cámara



192357

de sedimentación es de 15 m.- Con estas dimensiones y una proporción de flujo ascendente de 30 a 40 m/h, en la cámara de cristalización, la capacidad del aparato asciende a unos 600-800 m³/h y la producción varía desde 2.100 a 2.700 kgs. de dipicrilaminato potásico por hora.-

El aparato y el procedimiento del invento pueden ser variados todavía en otras formas.- Por ejemplo, puede ser deseable mantener la supersaturación de la sustancia a cristalizar a un bajo valor, lo cual puede efectuarse por la adición de tal cantidad de agente precipitante en el fondo de la cámara de cristalización que no sea suficiente para efectuar la precipitación completa de la sustancia a separar.- En este caso, el agente de precipitación puede añadirse a alturas diferentes en la cámara de cristalización, lo cual da como resultado una precipitación en varias fases,-en la cual las diversas fases están situadas a niveles diferentes en la cámara de cristalización.- Como alternativa, el agente de precipitación puede añadirse parcialmente en el fondo de la cámara de cristalización, omitiéndose ulteriores adiciones del agente a niveles mas altos, y siendo el líquido que rebosa del depósito de sedimentación suministrado a la cámara de cristalización, o a un segundo aparato como se ha descrito, en cuya segunda cámara de cristalización se añade otra cantidad de agente de precipitación.-

El invento puede aplicarse también en aquellos casos en que no se hace uso de un agente de precipitación, sino que la supersaturación de la sustancia a cristalizar se efectúa de otro modo, tal como por enfriamiento de la solución.-



R. 1950

192357

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Holanda con fecha 31 de Marzo de 1.949, bajo el número 145.721, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto-Ley sobre Propiedad Industrial.-

- N O T A -

5 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención, en España, por VEINTE años, son los siguientes:

10 19.- Un aparato para cristalizar y separar en forma concentrada sustancias ligeramente solubles desde cantidades relativamente grandes de líquido, que comprende una cámara de cristalización y un depósito de sedimentación, desembocando la cámara de cristalización con la extremidad superior abierta en el centro del fondo del depósito de sedimentación, cuyo fondo
15 tiene una superficie que es al menos varias veces mayor que la superficie de la sección horizontal de la cámara de cristalización, disponiéndose medios divisores en la cámara de cristalización cerca del fondo para suministrar el líquido del cual ha de separarse la sustancia a cristalizar y, si se desea, para
20 suministrar un agente de precipitación, y disponiéndose en el fondo de la cámara de cristalización una salida para el produc-



192357

to cristalizado, estando el depósito de sedimentación provisto de un rebosadero circular en el borde superior, y de brazos de rastrillo rotativos que tienen rascadores dispuestos de tal modo que barran el precipitado que se ha depositado sobre el fondo hacia un espacio anular que rodea la cámara de cristalización y desemboca en su parte inferior.-

29.- Un procedimiento para cristalizar y separar en forma concentrada sustancias ligeramente solubles desde cantidades relativamente grandes de líquido, caracterizado porque el líquido desde el cual ha de separarse la sustancia a cristalizar y, si se desea, el agente precipitante, son suministrados a un aparato según se reivindica en el punto 19.-

39.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 29, caracterizado porque el líquido desde el cual ha de separarse la sustancia a cristalizar es suministrado en tal proporción que se forma un flujo ascendente lo bastante fuerte para mantener en suspensión en la cámara de cristalización una cantidad de cristales que, calculada por unidad de volumen del líquido en la cámara de cristalización, es un múltiplo de la cantidad de sustancia que puede cristalizar desde la unidad de volumen del líquido en la cámara de cristalización.-

49.- Un procedimiento según se reivindica en los puntos 29 o 39, caracterizado porque el líquido es agua de mar, la sustancia a cristalizar es potasio que es cristalizado en forma de una sal de una amina aromática secundaria muy nitrada.-

59.- Un procedimiento para la cristalización de potasio desde agua de mar en forma de una sal potásica de una



1950

192357

amina aromática secundaria muy nitrada, que comprende hacer
fluir el agua de mar hacia arriba y en forma virtualmente uni-
forme sobre toda la sección horizontal de la misma a través de
una zona de cristalización en la cual está en suspensión una
5 cantidad de la sal potásica a precipitar, siendo la proporción
de flujo del agua de mar introducida suficiente para mantener
una parte sustancial de la sal potásica cristalizada presente
en suspensión, añadir una sal soluble de una amina aromática
secundaria muy nitrada, continuar dicho flujo a una zona de se-
10 dimentación para efectuar el depósito de cristales que han sido
llevados allí por dicho flujo, devolver dichos cristales depo-
sitados a la parte inferior de la zona de cristalización para
el crecimiento de los cristales y separar los cristales depo-
sitados en la zona de cristalización de dicha zona de crista-
15 lización.-

69.- Un procedimiento para la cristalización de po-
tasio desde agua de mar en forma de una sal potásica de una
amina aromática secundaria muy nitrada, que comprende hacer
fluir el agua de mar hacia arriba y esencialmente de modo uni-
20 forme sobre toda la sección horizontal de la misma a través de
una zona de cristalización en la cual está en suspensión una
cantidad de la sal potásica a precipitar, siendo la proporción
de flujo del agua de mar introducida suficiente para mantener
una parte sustancial de la sal potásica cristalizada presente
25 en suspensión, añadir una sal soluble de una amina aromática
secundaria muy nitrada, continuar dicho flujo hacia una zona de
sedimentación para efectuar el depósito de los cristales que

4
MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL



P. 1950

192357

to cristalizado, estando el depósito de sedimentación provisto de un rebosadero circular en el borde superior, y de brazos de rastrillo rotativos que tienen rascadores dispuestos de tal modo que barran el precipitado que se ha depositado sobre el fondo hacia un espacio anular que rodea la cámara de cristalización y desemboca en su parte inferior.-

29.- Un aparato para la cristalización y separación en forma concentrada de sustancias ligeramente solubles desde cantidades relativamente grandes de líquido.-

10 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, ilustrado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.-

La presente Memoria consta de trece hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.-

Madrid, 1 SEP. 1950

P. A.

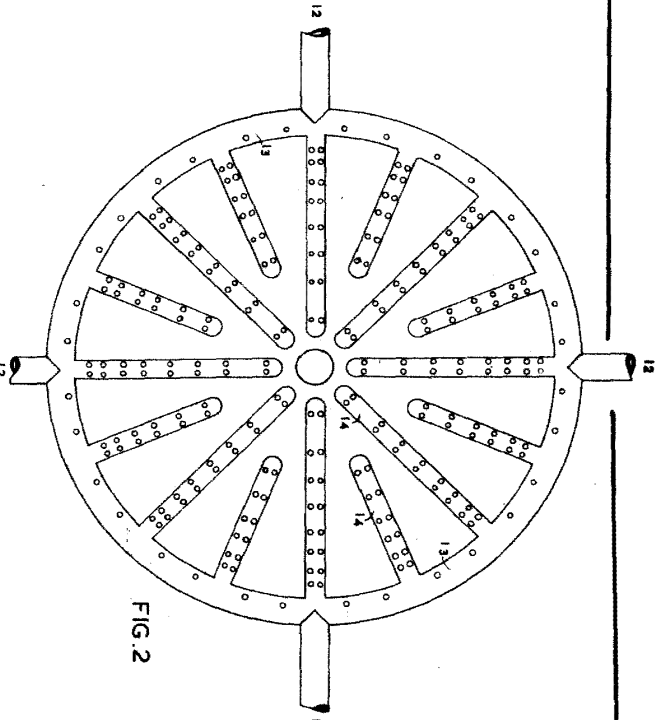
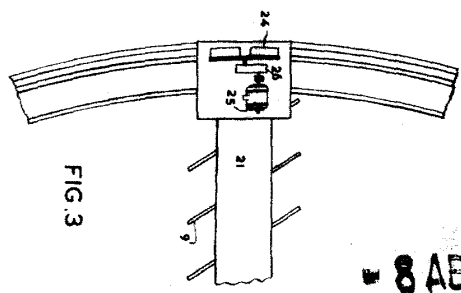
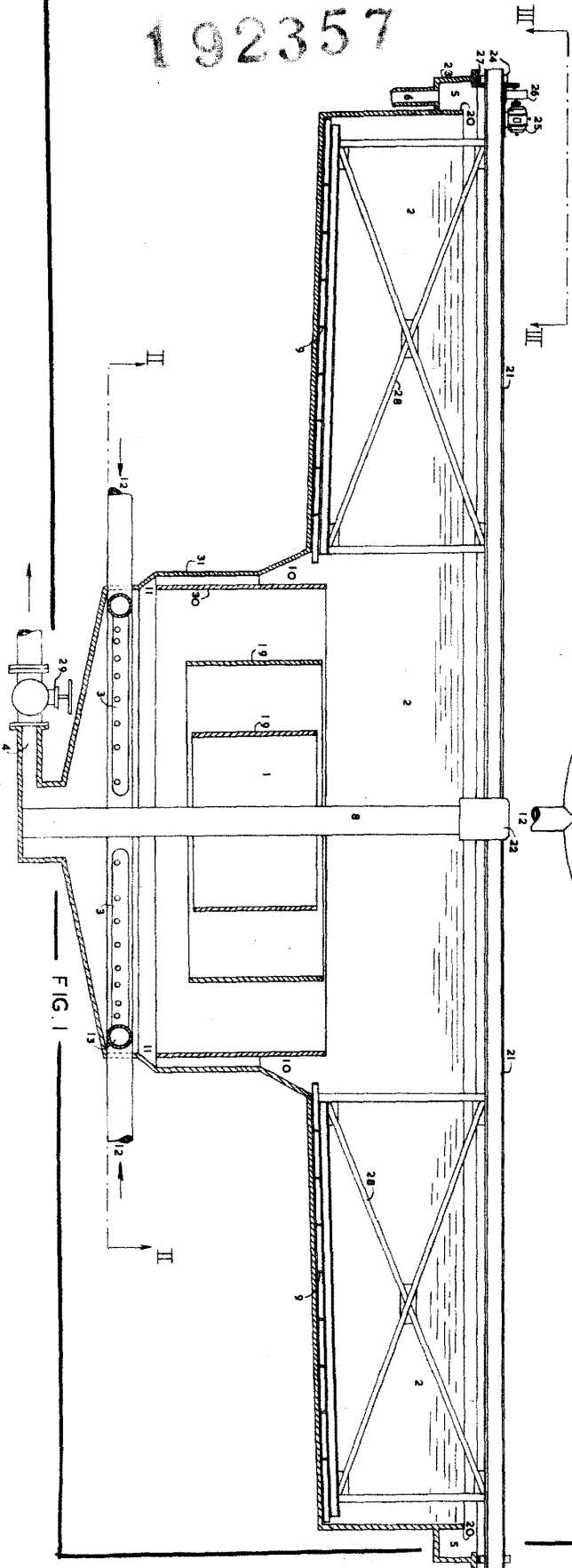
Alberto de Elzaburu

Por Poder

Erde

64638p

192357



P. A.
 Alberto de Ebanuru
 Por Poder
E. Vila