

P.- 23.356

A 4542



280368

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 METALLGESELLSCHAFT AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, establecida en Reuterweg 14, Frankfurt (Main), República Federal Alemana, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE CRISTALES GRUESOS DESDE SU SOLUCION SATURADA"

=====

En el enfriamiento de una solución saturada de una sustancia sólida cristalizable se producen, según el grado y la velocidad del enfriamiento, cristales de tamaños distintos. Para producir cristales grandes, se enfría la solución saturada únicamente hasta la zona de la saturación metaestable, en la que no se forman gérmenes de cristales, o bien se forman tan sólo muy pocos, mientras que las sustancias sólidas de la solución se depositan sobre los cristales ya existentes en la solución, los cuales
5
10
crecen con ello de la manera correspondiente. Este culti-

280368 29



vo de cristales ha sido descrito en la patente alemana número 1.036.814. Esta instalación cristalizadora comprende un recipiente cilíndrico, en el que se ha formado una zona de vaporización y una zona de cristalización, y ésta
5 equipado con medios, mediante los cuales es mantenida en circulación a través de la zona de vaporización y de la zona de cristalización, la solución desde la que se trata de obtener cristales uniformes y gruesos. Al mismo tiempo se han previsto alimentaciones y derivaciones, a través de las cuales se introducen las soluciones calientes
10 de partida en el recipiente provisto de un fondo cónico y se extraen del proceso de cristalización la solución enfriada, los caldos producidos por auto-evaporación, así como los cristales precipitados.

15 En el recipiente han sido previstas inserciones coaxiales de forma de embudo. Estas se disponen a cierta distancia de la pared del recipiente que sirve como vaporizador y cristizador. Asimismo posee el dispositivo una tubería anular, que a partir del nivel del líquido en
20 el vaporizador y por fuera del mismo, está conducida primeramente hacia abajo y después hacia arriba, desembocando en las proximidades por encima de las inserciones del vaporizador. El punto más bajo de la tubería se encuentra de 10 a 20 veces la altura de elevación por debajo del nivel del líquido, habiéndose dispuesto en la parte inferior
25 de la tubería una alimentación de aire, de modo que la recirculación de la solución a través de la tubería, se lleva a cabo de acuerdo con el principio conocido del sifón de aire mezclado.

30 El cuello de embudo de la inserción dispuesta en el

280368

29 ABR 1964



vaporizador, desemboca en el fondo cónico, en las proximidades de por encima del dispositivo de extracción para el cristalizado. La solución saturada, de la que se desean obtener los cristales, llena el recipiente hasta un poco por debajo del borde superior del embudo.

A la salida desde la tubería anular de la corriente de solución, conducida en ciclo a través del recipiente y de la tubería anular, y hasta su incidencia sobre el nivel de líquido dentro de la inserción de forma de embudo, tiene lugar un enfriamiento de la corriente, debido a una evaporación parcial. Esta evaporación se gobierna de tal modo, que resulte un descenso de la temperatura que permanezca en la zona de la saturación metaestable de la solución.

El líquido evaporado durante el enfriamiento, se compensa por la cantidad correspondiente de solución saturada, que es alimentada a través de la tubería anular. La cantidad de líquido hecho recircular en la tubería anular, asciende a un múltiplo, convenientemente a dos a tres veces, de la solución saturada nuevamente agregada.

En la inserción de forma de embudo fluye la solución hacia abajo, pasando desde el cuello del embudo a la cámara anular comprendida entre el embudo y el recipiente. Llega así a la zona de cristalización que se ha formado en el fondo cónico del recipiente. En esta zona tiene lugar la precipitación de sales sobre los cristales existentes, los cuales crecen de la manera correspondiente. Desde la zona de cristalización es hecha seguir la solución, bien sea agregando solución nueva y calentándola correspondientemente, hasta la zona de vaporización, y/o a una fase de cris-

280368

29 A



talización conectada a continuación, que trabaja de acuerdo con el mismo principio.

La velocidad del líquido ascendente en la cámara anular comprendida entre la inserción de forma de embudo y la pared del recipiente, disminuye en la zona del fondo cónico. Mediante la regulación correspondiente de la cantidad de líquido hecha circular en la tubería anular, resultan relaciones de flujo en la cámara anular, a las que los cristales grandes se depositan sobre el fondo, mientras que los cristales más pequeños, cuya velocidad de descenso es menor que la velocidad de l líquido ascendente, permanecen en suspensión. Siguen creciendo en la solución sobresaturada, hasta alcanzar el tamaño y peso precisos para su sedimentación. Los cristales sedimentados son extraídos periódica o continuamente a través de la esclusa de salida, dispuesta en la parte más baja del fondo cónico. Al retirar los cristales de la parte más baja del recipiente, se extrae con ellos también algo de solución, que todavía se encuentra en el estado de saturación metaestable. Con ello se pueden formar precipitaciones cristalinas en el dispositivo de extracción que dan motivo a interrupciones del servicio. También ocurre que el grano de cristal grueso, que se obtiene por este procedimiento, contiene todavía cierta proporción de grano medio, fino y finísimo, lo que en muchos casos es indeseable y molesto cuando se emplean estos cristalizados. Por ello se ha tratado ya repetidas veces de gobernar la cristalización de tal modo, que a ser posible se obtenga únicamente un grano grueso de tamaño de grano unitario. Ahora bien, estos ensayos no han llegado a un término que satisfaga en todo respecto.

280368

29



De acuerdo con el invento, se encuentra remedio para ello, por el hecho de que la zona de cristalización, a la que llega la solución procedente de la zona de vaporización, se elige de una sección tan grande y de tal altura, que resulte posible una sedimentación buena de los
5 cristales contenidos en la solución. En la acumulación de cristales que se ha formado por la sedimentación en el fondo del recipiente de tratamiento, se introduce aire u otro gas apropiado en una cantidad tal, que únicamente el
10 grano grueso permanecen en dicha acumulación, mientras que el grano más fino se mantiene en suspensión en la solución. Asimismo se crea en la parte alta del recipiente una zona de clarificación, ramificando la tubería, a través de la cual la solución vuelve a abandonar el recipien-
15 te, un trozo suficiente por debajo del nivel de líquido. El grano fino recibe de este modo una ocasión todavía mejor para crecer, realizándose la clasificación del grano de cristal, especialmente la del grano grueso en el fondo de la zona de cristalización, independientemente de la
20 velocidad de flujo reinante en la cámara anular, la cámara colectora para los cristales gruesos se encuentra por debajo de la cámara anular. La solución que fluye hacia abajo en la inserción cónica, es desviada todavía en la zona de la cámara anular cónica, por medio de una superficie
25 de guía, convexa hacia arriba. La corriente no llegará a la cámara colectora de cristales, de modo que en ésta no pueden producirse fenómenos de sobresaturación, que pudieran molestar la extracción del cristalizado generado del recipiente de tratamiento, debido a la formación
30 de depósitos sobre los órganos de extracción. Por lo demás

280368



pueden utilizarse para el procedimiento según el invento, la inserción de forma de embudo descrita y la tubería anular, asimismo descrita. La circulación de la solución puede conseguirse, no obstante, también por medio de una bomba impulsada por vía mecánica. La tubería anular puede entonces ser elegida correspondientemente más corta. También en el procedimiento de acuerdo con el invento, se puede trabajar en varias fases y en el vacío, aprovechando eventualmente el calor del caldo.

5

10 De acuerdo con otra realización del invento, se puede acelerar y mejorar todavía la obtención del grano grueso, por el hecho de que el líquido que contiene grano fino es calentado en alrededor de 0,1 a 0,28°C, en su circulación a través de la cristalización y/o en su camino a la fase siguiente de cristalización, mediante vapor que convenientemente se emplea de manera directa, por ejemplo inyectándose. Es conveniente que el calentamiento tenga lugar, por ejemplo, durante el paso del líquido desde la sedimentación a la vaporización, inmediatamente después o antes de agregarse la solución nueva a la solución en circulación, de modo que se disponga todavía de un trayecto determinado, para que se disuelva la sal fina. La solución en circulación, que debe ser enfriada, no llega a ser distribuida en estado sobresaturado sobre el nivel de líquido en la parte superior de la inserción de forma de embudo, sino que se halla tan sólo saturada o ligeramente subsaturada. También se puede eliminar asimismo la sal fina de la solución que se retira del aparato junto con la sal a extraer y que es conducida al aparato segundo o siguientes, provocando también allí un ligero calentamiento de

15

20

25

30

280366



0,1 a 0,2°C., por ejemplo mediante vapor inyectado. Como en la mayoría de los casos el vapor que se produce durante la distensión en el recipiente de cristalización, es empleado para fines de precalentamiento de por lo menos las
5 fases más calientes, resulta que el calor del vapor inyectado, es vuelto a recuperar totalmente en estas fases.

Esta medida de eliminación del grado fino mediante recalentamiento de toda la corriente de lejía en 0,1 a
10 0,2°C, para eliminar los inevitables gérmenes que se producen en el servicio práctico, puede realizarse, por consiguiente, sin gastos de explotación adicionales para las fases de recuperación de calor. Con ello el invento es superior a cualquier procedimiento en el que los gérmenes
15 de cristales se extraen de la solución mediante la introducción de una cantidad determinada de agua. Esta medida falla económicamente, ya que casi en toda la industria de las sales se dispone de valiosas aguas madres, mediante las cuales se compensa la pérdida de agua producida por
20 el enfriamiento.

El dibujo, en el que el dispositivo de acuerdo con el invento ha sido representado esquemáticamente y en sección vertical a manera de ejemplo, servirá para seguir explicando el invento.

25 En el dispositivo de cristalización de acuerdo con el invento, posee el recipiente cristalizador una parte superior cilíndrica 1, una pieza intermedia cónica 2 y una parte de fondo cilíndrica 3. La parte 1 forma la cámara de vaporización. En su tapa abombada se ha dispuesto
30 un tubo de empalme 9, al que se puede conectar una tubería de vacío y de caldo (no dibujada). La sección cónica 2 con-

280368



tiene sustancialmente la zona de cristalización. La parte cilíndrica de fondo 3, comprende una zona de sedimentación para los cristales que se obtienenl

5 En el recipiente de cristalización se ha previsto, coaxialmente, una inserción de forma de embudo 10, 11. El borde superior del embudo se encuentra en la cámara de vaporización 1. El cuello 11 del embudo llega por abajo hasta la parte inferior de la zona de cristalización, desembocando a poca distancia por encima de una superficie de
10 guía 12, convexa hacia arriba, dispuesta aproximadamente en el límite superior de la zona de sedimentación y coaxial asimismo con el recipiente de cristalización. De la cámara anular formada por la inserción a manera de embudo, 10, 11 y la pared del recipiente, y que representa la
15 zona de cristalización, parte hacia afuera el tubo 13. A este tubo sigue la tubería anular 5 con la bomba de hélice 6, comunicando la zona de cristalización con el tubo 8, que desemboca por encima de la abertura superior del embudo.

20 Desde la zona de cristalización, de un nivel más alto con relación al tubo 13, conduce hacia afuera el tubo 16, a través del cual se extrae solución del recipiente de cristalización para, eventualmente, conducirla a una fase de cristalización siguiente.

25 En la parte inferior de la zona de sedimentación, convenientemente cerca del fondo 4 de la parte de fondo 3, se ha dispuesto un dispositivo distribuidor de aire, por ejemplo, un anillo distribuidor 14, con el tubo de conexión 10. Los cristales sedimentados son aspirados por
30 ejemplo, mediante un elevador conocido de gas apresión y

280368

29



líquido (bomba Hammut), no dibujado, a través de la tubería 15 del fondo 4 de la zona de sedimentación, y conducidos a una centrífuga, un filtro o dispositivo similar (no dibujado), para extraer la solución adherida a los cristales o bien se hacen pasar a una fase de cristalización siguiente, en calidad de cristales de siembra. Ahora bien, los cristales sedimentados pueden ser extraídos también a través de una esclusa de salida, dispuesta en el fondo 4.

Durante el servicio, el recipiente de cristalización se encuentra lleno con solución saturada hasta la altura de la desembocadura del tubo 16.

Con ayuda de la bomba 6 es hecha circular la solución desde la zona de cristalización, a través del tubo 13, de la tubería anular 5 y del tubo 8, para llegar a la zona de vaporización. La solución que sale del tubo 8 es evaporada y enfriada parcialmente al distenderse en el vacío, tal como ya ha sido indicado. Al mezclarse esta solución con la solución restante en la inserción de forma de embudo, se enfría y sobresatura toda la solución en la zona metaestable.

La corriente, que bajo la influencia de la circulación de líquido en la inserción de forma de tubo 10, 11 conduce hacia abajo, es desviada hacia arriba en la zona de cristalización por la superficie de guía 12. En la misma medida en que disminuye el líquido en la instalación debido a la evaporación, y eventualmente, a la extracción a través de la tubería 16, se alimenta nueva solución saturada a la tubería 5, a través de la tubería 7.

Como la solución que se encuentra en la inserción de forma de tubo y en la zona de cristalización, se halla,



en estado metaestable, resulta que en estas partes del recipiente de cristalización es donde principalmente tiene lugar el crecimiento de los cristales, formándose aquí únicamente muy pocos gérmenes nuevos de cristales. En la

5 sección creciente hacia arriba de la zona de cristalización, son mantenidos en suspensión los cristales pequeños, mientras que disminuye la velocidad de la corriente. Los cristales grandes, cuya velocidad de sedimentación es mayor que la velocidad máxima de la corriente en la zona de

10 cristalización, se depositan en la zona de sedimentación. El aire que, procedente del distribuidor 14, asciende en la zona de sedimentación, provoca un empuje ascensional de los cristales pequeños que llegan a esta zona, de modo que únicamente una fracción estrechamente limitada de

15 tamaños de grano de los cristales más grandes, es la que llega a sedimentar. A través de la tubería 15 se aspira del fondo de la zona de cristalización, una fracción de cristales grandes uniformes, mientras que los cristales más pequeños son mantenidos en suspensión para seguir creciendo hasta ser capaces de sedimentarse.

20

Entre las desembocaduras de los tubos 13 y 16 se ajusta convenientemente una diferencia de altura. La capa de líquido intermedia, actúa como zona de clarificación, pobre en corriente. Si se desea que la solución en circulación se caliente todavía en alrededor de 0,1 a 0,2°C.

25 antes de penetrar en la zona de vaporización procedente del tubo 8, entonces se puede por ejemplo, introducir vapor en la cantidad precisa en el punto 18 del tubo 5. En algunos casos se puede prescindir entonces más o menos de la

30 zona de clarificación 17 y/o se puede elegir más pequeña

la zona de sedimentación 3.

280368



Esta solicitud que es divisional de la Núm. 277.181 y corresponde a la presentada en la República Federal Alemana con fecha 7 de Julio de 1961, bajo el Núm. N 49.595 IVC/120 y con fecha 2 de Marzo de 1962, bajo el Núm. N 51987 IVC/120, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

- N O T A -

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

15

1º.- Un procedimiento para la obtención de cristales de grano grueso con un dispositivo de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, de la patente 277.181 de la que esta es divisional, caracterizado porque la solución conducida hacia abajo por la inserción de forma de embudo, es desviada hacia arriba a cierta distancia por encima de los cristales que se encuentran en la zona de sedimentación.

20

2º.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque en el fondo del recipiente de cristalización, los cristales separados son retirados del recipiente de cristalización por un agente de transporte gaseoso, por ejemplo, aire a través de una conducción que va hacia arriba.

25

30

3º.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindi-

280368



5 ciones 1 o 2, caracterizado porque el líquido mantenido en el ciclo a través del recipiente de cristalización, es calentado por vapor, convenientemente bajo vapor directo, en 0,1 a 0,2°C, de modo que el grano de tamaño deficiente producido por la disolución de los gérmenes sea eliminado.

10 4º.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque también la lejía retirada con los cristalizados a extraer del aparato, es calentada en 0,1 a 0,2°C por medio de vapor inyectado.

5º.- Un procedimiento para la obtención de cristales gruesos desde su solución saturada.

15 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y con los fines que se han especificado.

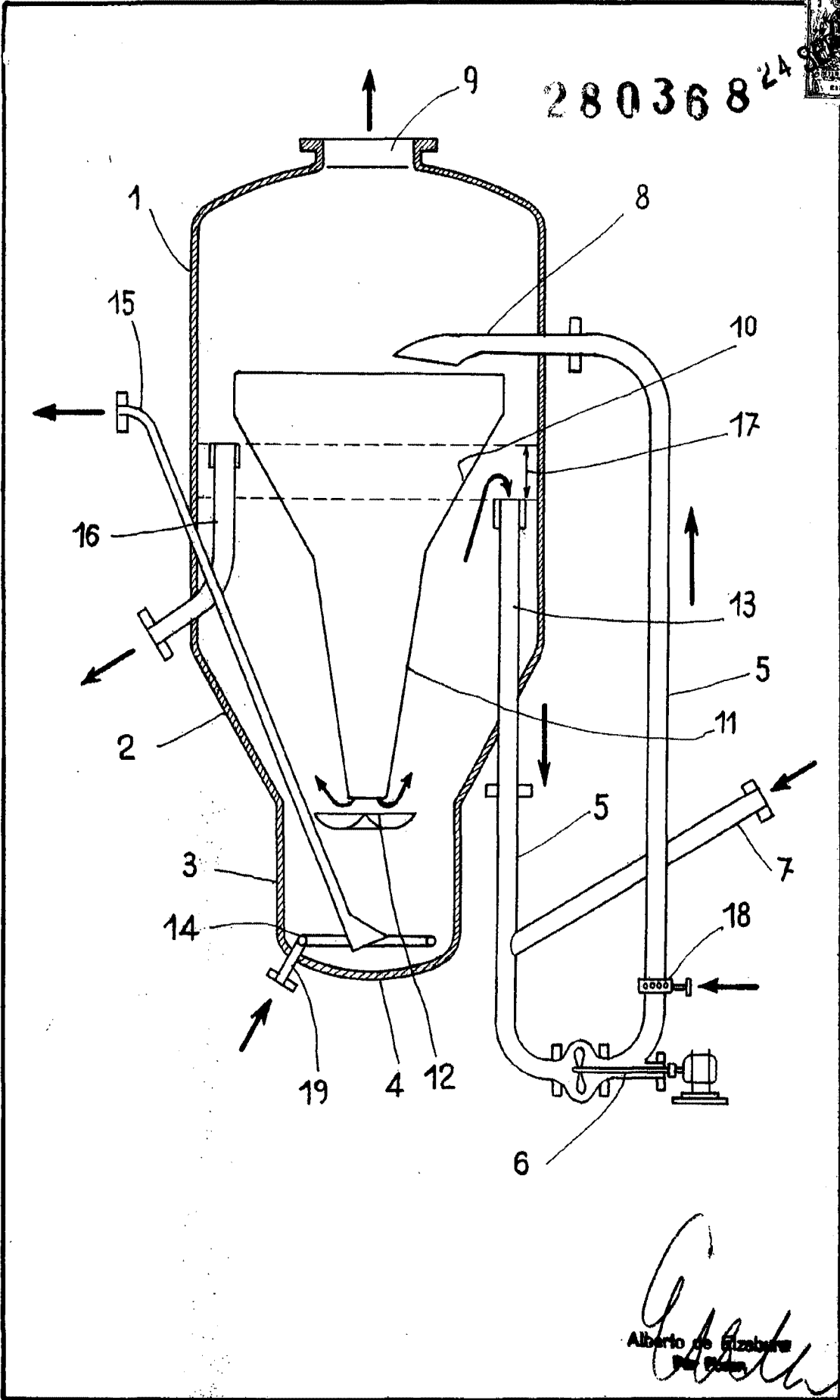
Esta Memoria consta de doce hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 28 de Julio de 1902

P.º

Ministerio de Hacienda
Por Poderes

280368 24



Alberto de Gizebre
Pat. 280368