

351087



PATENTE DE INVENCION

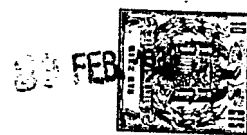
que por veinte años, para España y sus Posesiones, se solicita a favor de la Firma WINTERSHALL AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en KASSEL (ALEMANIA), y la Firma ESCHER WYSS G. m.b.H., entidad alemana, residente en RAVENSBURG (ALEMANIA), por:

" PROCEDIMIENTO Y INSTALACION PARA LA OBTENCION Y EL SECADO DE SALES DE GRANO GRUESO MEDIANTE CRISTALIZACION EN CONTRAFLUJO EN FASES MULTIPLES."

Memoria Descriptiva

5 Por la patente alemana 1.107.200 se ha llegado a conocer un procedimiento para la obtención de sales en cristales gruesos por refrigeración al vacío de una solución en varias fases mediante clasificación constante y el enriquecimiento de cristales en los espacios de vaporización, que está caracterizado por el hecho de que las sales separadas por cristalización en una fase son conducidas cada vez a la fase precedente más caliente y extraídas de la primera fase en que es introducida la solución, y que para el transporte de los cristales es utilizada

10 una cantidad de solución que procede de la fase inmediata más



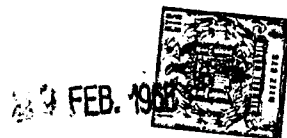
caliente.

Para la realización de este procedimiento es conocida una instalación constituida por fases de vaporización graduadas en altura correspondientes a las depresiones en las sendas fases y a la altura de aspiración resultante, con conductos ascendentes. Dicha instalación está caracterizada por el hecho de que los conductos ascendentes (3) que sirven para el suministro de la solución que se ha de refrigerar están dotados de una estrangulación (4) y una base cónica (6) que comunica, a través de un conducto (7) que desemboca en un tubo (8) y está dotado de una válvula de aire (10) generalmente conocida para el retorno de la suspensión de cristales y mediante un conducto (5) para la solución que se ha de seguir refrigerando en la próxima fase, con la fase precedente.

Según este procedimiento conocido con la instalación, utilizada para la realización del mismo, puede producirse de una lejía silvínica de la composición KCl 247, NaCl 205, MgCl<sub>2</sub> 5, H<sub>2</sub>O 787 (g/l 94°C) una sal de abono potásico de alto porcentaje con 95% de KCl y con 5% de NaCl, con valor característico de tamaño de grano de 0,87 m/m, que tiene la siguiente composición:

	más de	1 m/m	15,0%
	0,75 hasta	1 m/m	40,0%
	0,5	" 0,75 m/m	33,0%
	0,4	" 0,5 "	7,0%
35	0,3	" 0,4 "	3,5%
	0,2	" 0,3 "	1,0%
	0,1	" 0,2 "	0,5%

Ahora se ha encontrado un procedimiento para la obtención de sales de grano grueso mediante cristalización en contraflujo en varias fases que, en comparación con este estado de técnica conocido anteriormente, permite producir un cristalizado mucho más grueso del tamaño de grano de, al menos, 80% o, preferentemente, 90% mayor de 1 m/m, con un valor característico de tama-



45      ño de grano (según Rosin - Hammler) de  $d' = 1,5 \text{ m/m}$ , siendo el coeficiente de concentración  $n = 5$  hasta 7.

Tal sal de grano grueso, redondo y uniforme representa un considerable progreso técnico.

50      El procedimiento según la invención ofrece además la ventaja de que <sup>con</sup> la instalación para su realización, independiente de la cantidad de material tratado, es posible un control completamente automático desde un puesto de mando central.

55      El procedimiento para la obtención de sales de cristales gruesos en contraflujo puede ser realizado por refrigeración al vacío de una solución en varias fases con clasificación constante de tal manera que los cristales de sal clasificados en cada fase y evacuados de la misma son conducidos a la fase precedente más caliente y extraídos de la primera fase en que es introducida la solución caliente. Este procedimiento está caracterizado por el hecho de que la solución saturada de calor entra tangencialmente por el mayor diámetro de un doble cono que forma la base de un cristalizador, subiendo en movimiento de remolino por un tramo elutriador que penetra en el doble cono, llegando a la parte inferior del espacio cristalizador y cónico, mezclándose con la solución ya enfriada existente en el cristalizador

60      en que son introducidos además los cristales de sal extraídos de la fase inmediata más fría con solución transportadora procedente del cristalizador más caliente, siendo aspirada esta mezcla a través de orificios de aspiración hacia el flujo transportador puesto en circulación por los órganos de circulación, llegando a la superficie, siendo vaporizada, enfriada, creciendo la sal separada por cristalización hasta los cristales de sal existentes en el flujo transportador puesto en circulación por los elementos de circulación, siendo acumulada en el espacio de cristalización una concentración de sustancias sólidas en la medida deseada en el margen entre 5 y 40% en peso aproximadamente

65      preferentemente de 5 hasta 30% en peso, mediante ajuste de una

70

75



determinada velocidad de flujo entrante en el tramo elutriador, sumergiéndose los cristales de sal, cuya velocidad de inmersión es mayor que la velocidad del flujo entrante en el tramo elutriador, en el doble cono, siendo arrastrados por la solución transportadora y conducidos mediante una bomba a la próxima fase más caliente y evacuados en la fase de calor máximo, saliendo la solución refrigerada y libre de sustancias solidas del cristalizador a través de un tubo vertedero a la fase inmediata más fría.

El procedimiento según la invención está caracterizado además por el hecho de que la velocidad del flujo entrante en el tramo elutriador de cada cristalizador es variada independientemente de la cantidad de solución pasada de tal manera que una trampilla de control montada en la parte superior cónica del tramo elutriador es abierta o cerrada desde el exterior mediante cilindros de ajuste, accionados en particular neumaticamente, de modo que una cantidad parcial de la solución es desviada del tramo elutriador, siendo ajustada así una concentración de sustancia solida en el cristalizador a un volumen de aproximadamente 5 hasta 40% en peso, preferentemente, de aproximadamente 5 hasta 30% en peso, y que son evacuados cristales de sal que corresponden a una determinada velocidad de inmersión con un tamaño de grano que va en aumento desde las fases más frías hasta las fases más calientes.

Además el procedimiento según la invención está caracterizado por el hecho de que, por mantenerse la concentración de sustancias sólidas entre 5 y 40% en peso aproximadamente, preferentemente, entre 5 y 30% en peso que es medida continuamente y ajustada mediante un regulador que actua sobre las trampillas de control, a un valor de concentración teórico libremente elegible (% en peso de sustancia solida), es producido en cada cristalizador un tamaño de grano determinado que va en aumento desde la fase más fría hasta la fase más caliente y que la solución



110 mantenida en ciclo por los elementos de circulación en el espacio cristalizador guarda tal proporción con la cantidad pasada que se alcanza una temperatura mezcladora que está solo por aproximadamente 0,5 hasta 2°C por encima de la temperatura de salida de la solución de cada cristalizador, y que una cantidad  
115 del cristalizado de grano grueso extraído de la fase de máximo calor es retornado a la última fase más fría para la producción de un depósito de sustancia sólida de granulado grueso.

La instalación para la realización del procedimiento de la cristalización en contraflujo en varias fases mediante refrigeración de una solución al vacío según la invención está caracterizada por el hecho de que el cristalizador (1) tiene una campana de buzo (2) generalmente conocida, estando dispuesto en el  
120 espacio anular formado por dichas partes un vertedero (12). En el centro de la campana de buzo se encuentra un tubo de guía central (3) que está dividido por el tabique (4) en dos mitades iguales, bifurcándose en la parte inferior en dos tubos separados para el alojamiento de dos órganos de circulación (5), estando practicados en el lado de aspiración de los órganos de  
125 circulación orificios de aspiración (6), y que a la parte inferior cónica del cristalizador (1) se acopla un tramo elutriador cónico (7) dentro de un canal elutriador (8) que desemboca en el doble cono (9) del cristalizador, que forma la base del mismo.

Además esta instalación está caracterizada por el hecho de  
135 que el tramo elutriador (7) se ensancha en la parte superior (10), encontrándose en dicha parte la trampilla de control (11).

La instalación para la realización del procedimiento según invención está ilustrada a título de ejemplo en la fig. 1. Esta instalación de refrigeración al vacío para la cristalización en  
140 contraflujo consta de numerosas fases de cristalización, en especial de 4 hasta 10 fases dispuestas consecutivamente a diferentes alturas. En fig. 2 está ilustrada la trampilla de control



(11) que se encuentra en la parte superior (10) del tramo elutriador cónico (7).

145 El procedimiento según la invención de la cristalización en contraflujo en varias fases por refrigeración de una solución al vacío permite con la instalación para su realización producir de una lejía silvínica conocida, por ejemplo, a escala técnica, y en un método de fabricación continuo con control completamente auto-  
150 mático de la concentración de sustancias sólidas desde un puesto de mando central, un producto de cristalización redondo uniforme del siguiente tamaño de grano:

	m/m	%
	1,6 hasta 2,0	22,5
155	1,0 hasta 1,6	65,5
	0,8 hasta 1	8,0
	0,5 hasta 0,8	4,0

El valor característico de tamaño de grano  $d'$  es de 1,5 m/m, siendo el coeficiente de concentración  $n = 5,23$ . Este cristaliza-  
160 do representa en relación con todos los cristalizados producidos hasta el presente de instalaciones de refrigeración al vacío en flujo continuo o respectivamente, en contraflujo de soluciones salinas, debido al considerable aumento del granulado y a la sorprendente uniformidad de la esfericidad del grano cristalino, un progreso técnico importante que no se alcanzó hasta el presente en la --  
165 técnica de la producción de cristales salinos.

Con el procedimiento según la invención y la instalación para su realización es posible producir de soluciones de las más --  
diferentes sustancias, como por ejemplo de soluciones de cloruro  
170 sódico y sulfato amónico o de soluciones de otras sales, en especial además sales de abono de lejías de sales de roca de la industria de potasa que son producidas igualmente en cristales gruesos y con espectro de grano estrecho.

Además se ha encontrado un procedimiento que está caracterizado por el hecho de que la sal húmeda caliente extraída es libe-  
175



rada sobre un filtro o en una centrifuga de la solución adherente, siendo eliminada la humedad restante en un secador, preferentemente, en un secador de capas de remolino, con aire caliente, en especial, desde 30 hasta 80°C aproximadamente.

180 Sales húmedas son calentados hasta el presente en secadores, como tambores secadores, con gases calientes que tienen por ejemplo en cristalizados de sales potásicas una temperatura de 600 hasta 800°C aproximadamente. Estas altas temperaturas de los gases secadores son necesarias, porque la sal húmeda separada de  
185 la lejía madre, tiene una humedad de 6 hasta 10% aproximadamente. Un reducido contenido de humedad no puede ser conseguido con cristalizados del margen de grano conocido hasta el presente, que prácticamente es inferior a 0,5 m/m.

La sal caliente producida ofrece, debido a su estructura de  
190 cristal de grano grueso que con la cantidad principal de, por ejemplo, 80 hasta 90°C es de más de 1 m/m, la ventaja de que con filtros o centrifugas conocidos se obtiene una sal separada, en especial una sal centrifugada, con una humedad restante prácticamente inferior al 1%. Esto resulta además por el hecho de que este  
195 cristalizado es extraído de la fase de máximo calor de la instalación según el procedimiento de la invención.

El procedimiento según la invención ofrece así pues la considerable ventaja técnica de que el aire caliente es ya suficiente para la eliminación de la humedad restante del cristalizado, con  
200 el fin de obtener en los secadores un producto seco. Gracias al procedimiento según la invención son reducidos así pues los gastos de secado y pueden emplearse secadores de una dimensión mucho más reducida, en especial los conocidos secadores de aire caliente, de modo que son ahorrados incluso gastos de inversión. Tales secadores de aire caliente, conforme el estado de la técnica, adecuados  
205 para la realización del procedimiento según la invención, dejan pasar el aire caliente por la sal húmeda desde abajo, para separar en una capa de remolino la humedad restante.



Por el procedimiento según invención es pues posible secar  
210 con aire caliente sal húmeda caliente de un cristalizado de cris-  
tales gruesos, como de sales potásicas para abonos, de una manera  
sencilla. Tales sales cuya solubilidad es ampliamente independien-  
te de la temperatura, pueden llegar a cristalizarse solo, cuando  
la solución es concentrada, es decir, que es extraído el disolven-  
215 te completa o parcialmente por vaporización.

Se ha encontrado ahora la aplicación del procedimiento y de  
la instalación de la invención a la cristalización por vaporización  
en varias fases, en especial en 3 hasta 6 fases, en que una can-  
tidad de solución que corresponde aproximadamente a la cantidad  
220 tratada por ahora, es extraída del espacio anular entre el crista-  
lizador (1) y la campana de buzo (2) de la primera fase, siendo  
conducida mediante una bomba (13) a través de un cambiador térmico  
(14) que es calentado con vapor nuevo, siendo introducida por  
los puntos (15) nuevamente a través de la parte inferior del tubo  
225 guía (3) central que se bifurca en dos tubos separados, siendo ex-  
traída de cada uno del segundo y los siguientes cristalizadores de  
igual modo una cantidad de solución conducida a través de una bom-  
ba (13) y un cambiador térmico (14) e introducida de nuevo de igual  
modo en los puntos (15) efectuándose el caldeo de los cambiadores  
230 térmicos (14) de estas fases con los vapores de cada una de las  
fases anteriores. Este método operativo es ilustrado en el esque-  
ma de proceso de fig. 3.

Descrita suficientemente la naturaleza y alcance de la presen-  
te invención, se hace constar que en la misma, podrán ser varia-  
235 bles los materiales, dimensiones y en general aquellos otros deta-  
lles accesorios o secundarios que no alteren, cambien ni modifiquen  
la esencialidad propuesta.

Los términos en que queda redactada esta memoria son ciertos  
y fiel reflejo del objeto descrito, debiéndose tomar en un senti-  
240 do más amplio y nunca en forma limitativa.

REIVINDICACIONES



Se reivindica como de la propia y nueva invención la propiedad y explotación exclusivas de:

- 245 1a.- Procedimiento y instalación para la obtención y el secado de sales de grano grueso mediante cristalización en contraflujo en fases múltiples mediante refrigeración al vacío de una solución con constante clasificación de tal manera que los cristales de sal clasificados y evacuados en cada fase son conducidos a la fase más caliente precedente y extraídos de la primera fase en que es introducida la solución caliente, ascendiendo la solución saturada de calor y entrando tangencialmente por el mayor diámetro de un doble cono que forma la base de un cristizador, llegando a la parte inferior del espacio cristizador cónico, mezclándose con la solución existente en el cristizador y ya refrigerada, en que son introducidos incluso los cristales de sal extraídos de la fase inmediata más fría, con solución de transporte --
- 250 procedente del cristizador más caliente, llegando a la superficie, siendo vaporizados, enfriados, incrementándose la sal separada por cristalización hasta el tamaño de los cristales de sal existentes en el flujo transportador puesto en ciclo por los elementos de circulación, sumergiéndose los cristales de sal cuya velocidad de inmersión es mayor que la velocidad del flujo entrante en el tramo elutriador, en el doble cono, siendo arrastrados por la solución de transporte y conducidos mediante una bomba a la fase inmediata más caliente y extraídos en la fase de máximo calor, saliendo la solución libre de sustancia sólida y refrigerada del cristizador a través de un tubo vertedero a la fase inmediata más fría, caracterizados porque:
- 255 a) la solución asciende, después de su entrada en el doble cono en movimiento de remolino dentro de un tramo elutriador que penetra en el interior del doble cono;
- 260 b) la mezcla de las soluciones es aspirada a través de orificios de aspiración hacia el flujo de transporte de los elementos de circulación;
- 265
- 270

29 FEB.



- 275 c) en el espacio de cristalización es formada en el tramo elutriador la deseada concentración de sustancias sólidas entre 5 y 40% en peso aproximadamente preferentemente entre 5 y 30% en peso, mediante ajuste de una velocidad de flujo entrante determinada.
- 280 2a.- Procedimiento y instalación para la obtención y el secado de sales de grano grueso mediante cristalización en contraflujo en fases múltiples, según reivindicación 1a, caracterizado por que la velocidad del flujo entrante en el tramo elutriador de cada cristizador es variable, independientemente de la cantidad de solución pasada, de tal manera que una trampilla de control, montada en la parte cónica superior del tramo elutriador, es abierta o cerrada desde el exterior por cilindros de ajuste, accionados en especial neumáticamente, de modo que una cantidad parcial de la solución se desvía del tramo elutriador, ajustándose de este modo la concentración de sustancias sólidas en el cristizador a un valor entre 5 y 40% en peso aproximadamente, preferentemente 285 entre 5 y 30% en peso, siendo evacuados cristales salinos que corresponden a una determinada velocidad de inmersión con un tamaño de grano que va en aumento a partir de las fases más frías hacia las fases de mayor temperatura.
- 290 3a.- Procedimiento y instalación para la obtención y el secado de sales de grano grueso mediante cristalización en contraflujo en fases múltiples, según las reivindicaciones 1a y 2a, caracterizado porque manteniéndose una concentración de sustancias sólidas entre 5 y 40% en peso aproximadamente preferentemente entre 5 y 30% en peso, que, medida continuamente y ajustada mediante un regulador que actúa sobre la trampilla de control, a un valor 295 teórico libremente elegible (% en peso de sustancia sólida), se produce en cada cristizador un tamaño de grano determinado que va en aumento a partir de la fase más fría hasta la fase de mayor temperatura.
- 300 4a.- Procedimiento y instalación para la obtención y el secado de sales de grano grueso mediante cristalización en contraflujo.
- 305



310 en fases múltiples, según las reivindicaciones 1ª hasta 3ª, caracterizado porque la solución mantenida en ciclo por los órganos de circulación en el espacio de cristalización esta en tal proporción a la cantidad pasada que se alcanza una temperatura de mezcla que estriba solo aproximadamente 0,5 hasta 2°C por encima de la temperatura de salida de la solución de cada cristizador.

315 5ª.- Procedimiento y instalación para la obtención y el secado de sales de grano grueso mediante cristalización en contraflujo en fases múltiples, según las reivindicaciones 1ª hasta 4ª, caracterizado porque una cantidad parcial del cristalizado de grano grueso extraído de la fase de máximo calor es retornada a la última fase de temperatura mínima para la formación de un depósito de sustancia sólida de granulado grueso.

320 6ª.- Procedimiento y instalación para la obtención y el secado de sales de grano grueso mediante cristalización en contraflujo en fases múltiples, según reivindicación 1ª hasta 5ª, caracterizada en que la instalación comprende un cristizador dotado de una campana de buzo en que el espacio anular formado por dichas partes tiene un vertedero, encontrándose en el centro de la campana de buzo un tubo guía central, estando practicados en el lado de aspiración de los órganos de circulación orificios de aspiración, caracterizado porque el tubo guía central está  
325 dividido por un tabique en dos mitades iguales, bifurcándose estas en la parte inferior en dos tubos separados para alojar dos órganos de circulación, acoplándose a la parte cónica inferior del cristizador un tramo elutriador cónico dentro de un canal que desemboca en el doble cono del cristizador que forma la  
330 base del mismo.

7ª.- Procedimiento y instalación para la obtención y el secado de sales de grano grueso mediante cristalización en contraflujo en fases múltiples, según reivindicación 6ª, caracterizado porque el tramo elutriador cónico se ensancha en su parte superior,



- 340 encontrándose en dicha parte la trampilla de control.
- 8a.- Procedimiento y instalación para la obtención y el secado de sales de grano grueso mediante cristalización en contraflujo en fases múltiples, según las reivindicaciones 1a hasta 7a, caracterizado porque la sal extraída en estado húmedo y caliente
- 345 es liberada de la solución adherente mediante un filtro o una centrífuga o análogo, siendo eliminada la humedad restante en un secador, preferentemente, un secador de capa de remolino, con aire caliente, en especial de una temperatura de 30 hasta 80°C aproximadamente.
- 350 9a.- Procedimiento y instalación para la obtención y el secado de sales de grano grueso mediante cristalización en contraflujo en fases múltiples, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque en aplicación del procedimiento y de la instalación para la obtención de sales de cristales gruesos mediante
- 355 refrigeración al vacío de una solución en varias fases en contraflujo y constante clasificación para la cristalización por vaporización en varias fases, en especial 3 hasta 6 fases, una cantidad de solución que corresponde aproximadamente a la cantidad pasada por unidad de tiempo, es extraída del espacio anular
- 360 entre el cristizador y la campana de buzo de la primera fase, siendo conducida por una bomba a través de un cambiador térmico, caldeado con vapor nuevo, e introducida por unos puntos determinados nuevamente en la parte inferior del tubo-guía que se bifurca en dos tubos separados, siendo extraída de igual
- 365 manera del segundo como de los siguientes cristalizadores una cantidad de solución conducida a través de una bomba y un cambiador térmico e introducida nuevamente por el mismo punto, efectuándose el calentamiento de los cambiadores térmicos de estas fases cada vez con los vapores procedentes de las fase anterior.
- 370 10a.- " PROCEDIMIENTO Y INSTALACION PARA LA OBTENCION Y EL SECA-  
DO DE SALES DE GRANO GUESO MEDIANTE CRISTALIZACION EN CONTRA

29 FEB 1968

FLUJO EN FASES MÚLTIPLES."

Consta la presente memoria descriptiva de trece hojas numeradas y mecanografiadas por una sola cara a las que se les acompañan dos planos para su mejor comprensión.

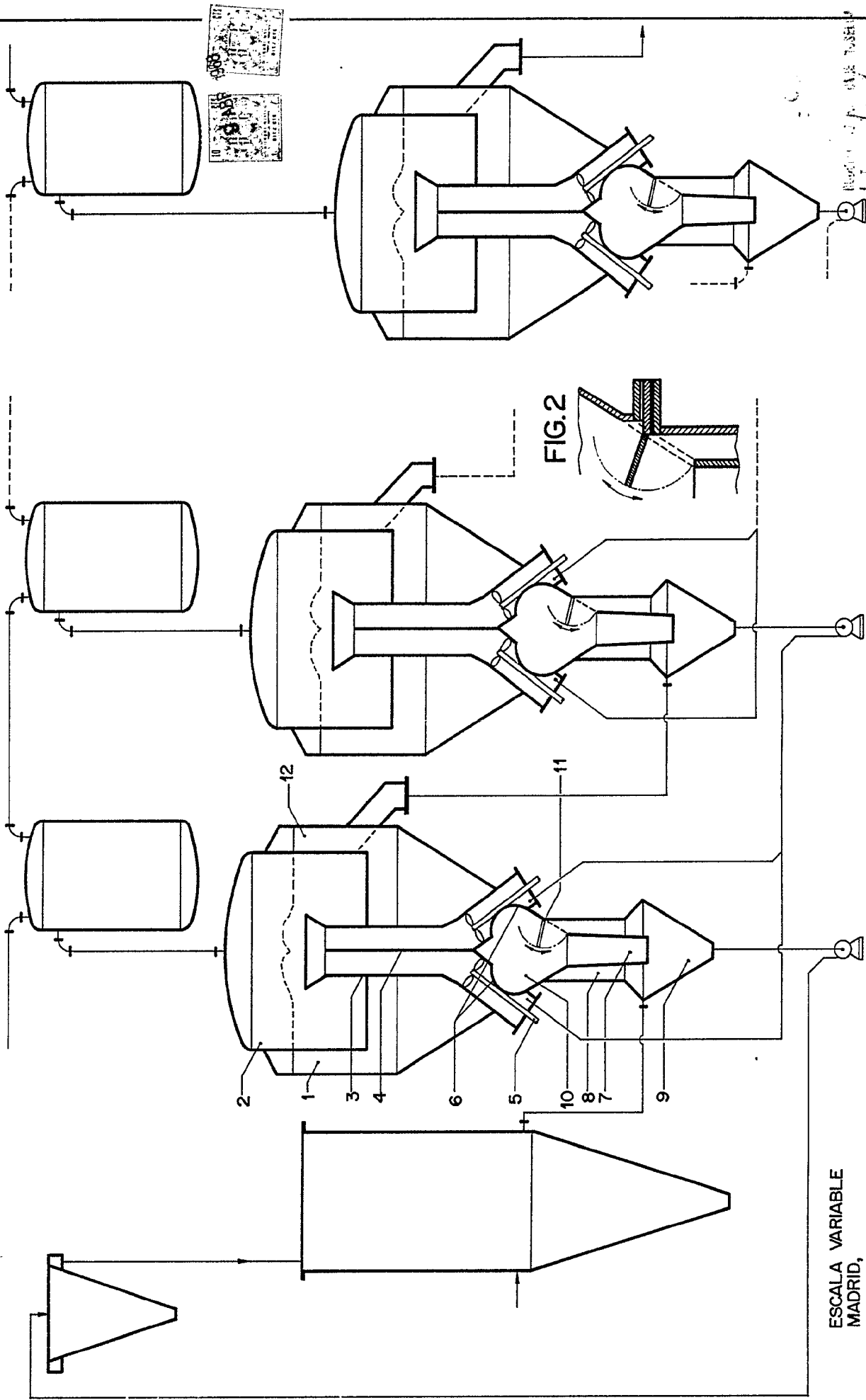
MADRID, 29 DE FEBRERO DE 1.968.-

RODOLFO DE LA TORRE ROSALES  
F.P.

Emilio García Arceaga

351687

FIG. 1



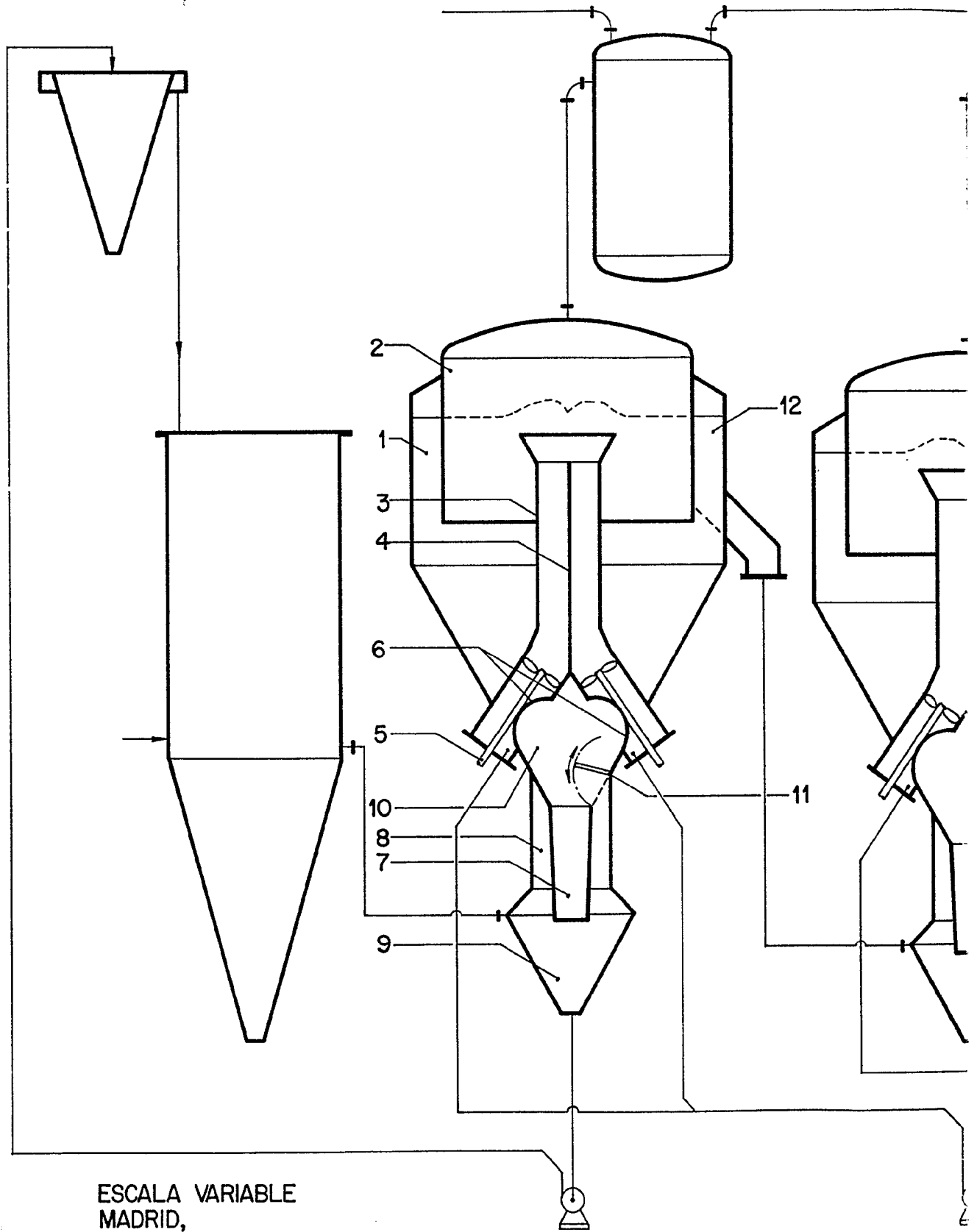
ESCALA VARIABLE  
MADRID,

Escalera Variable  
Madrid  
Wintershall A.G.  
Fischer Wyss G.m.b.H.

WINTERSHALL A.G.  
ESCHER WYSS G.m.b.H.

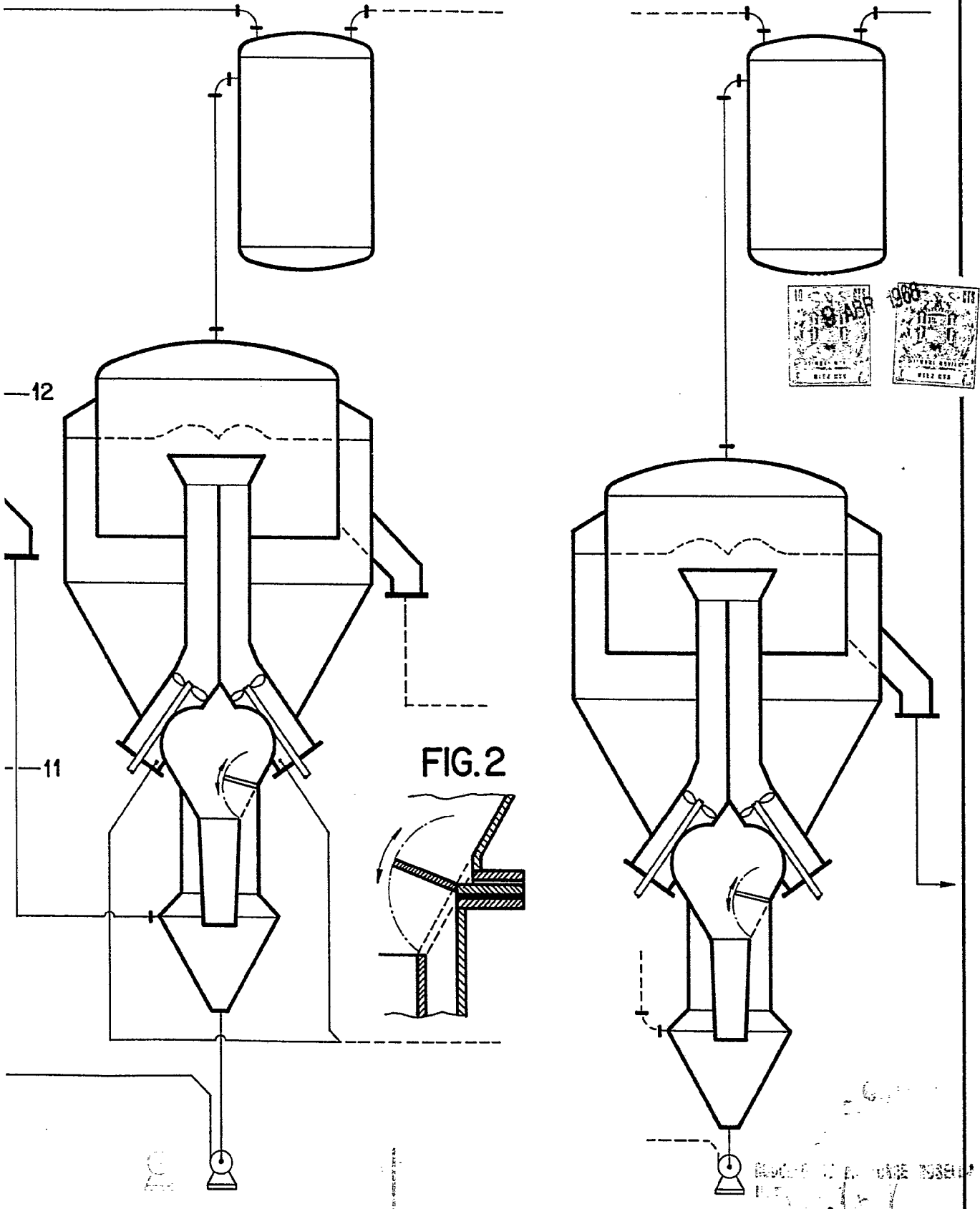
351007

FIG. 1



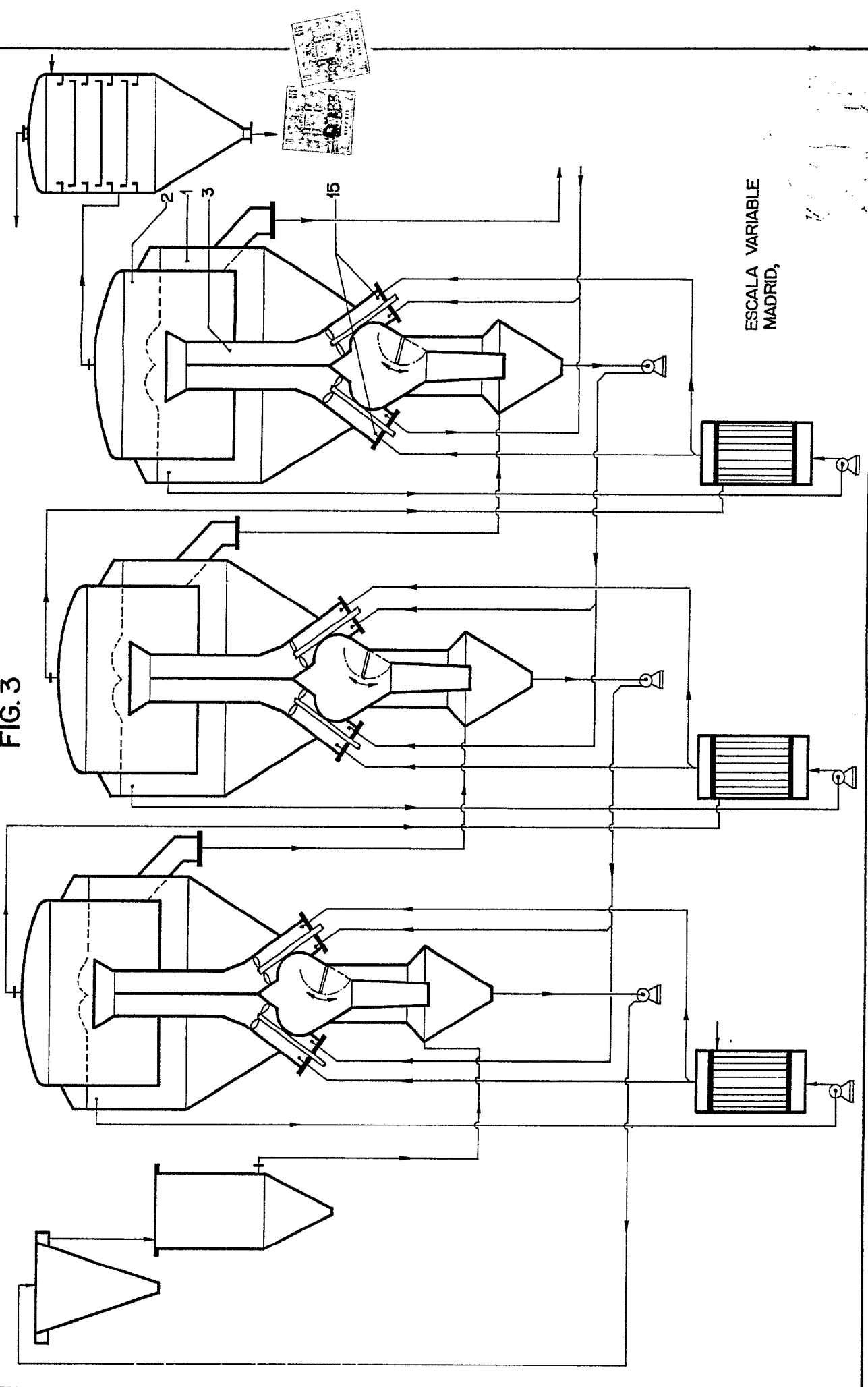
ESCALA VARIABLE  
MADRID,

FIG. 1



REPRODUCED BY THE ROYAL  
INSTITUTION OF TECHNOLOGY  
LONDON

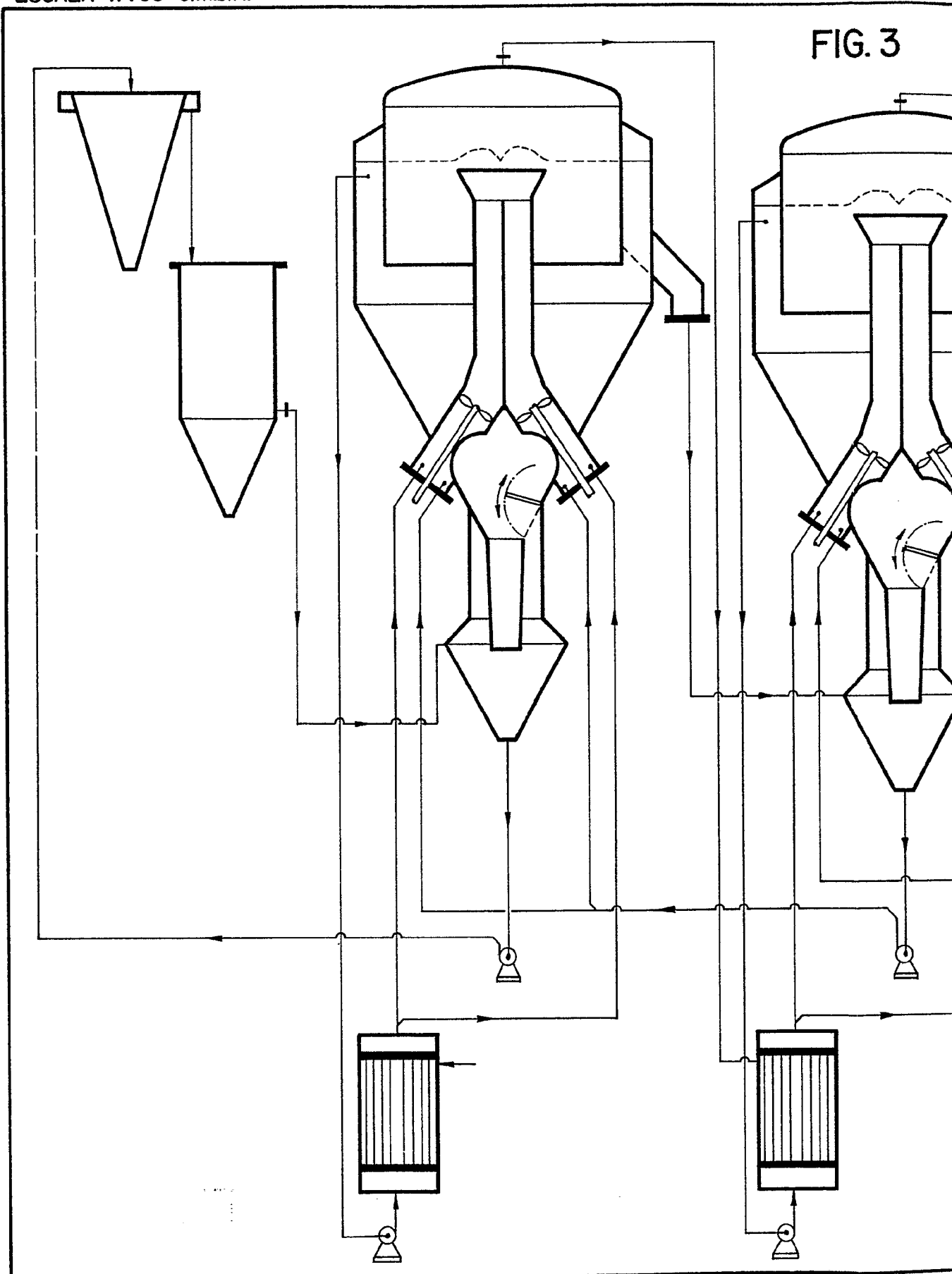
FIG. 3



ESCALA VARIABLE  
MADRID,

WINTERSHALL A.G.  
ESCHER WYSS G.m.b.H.

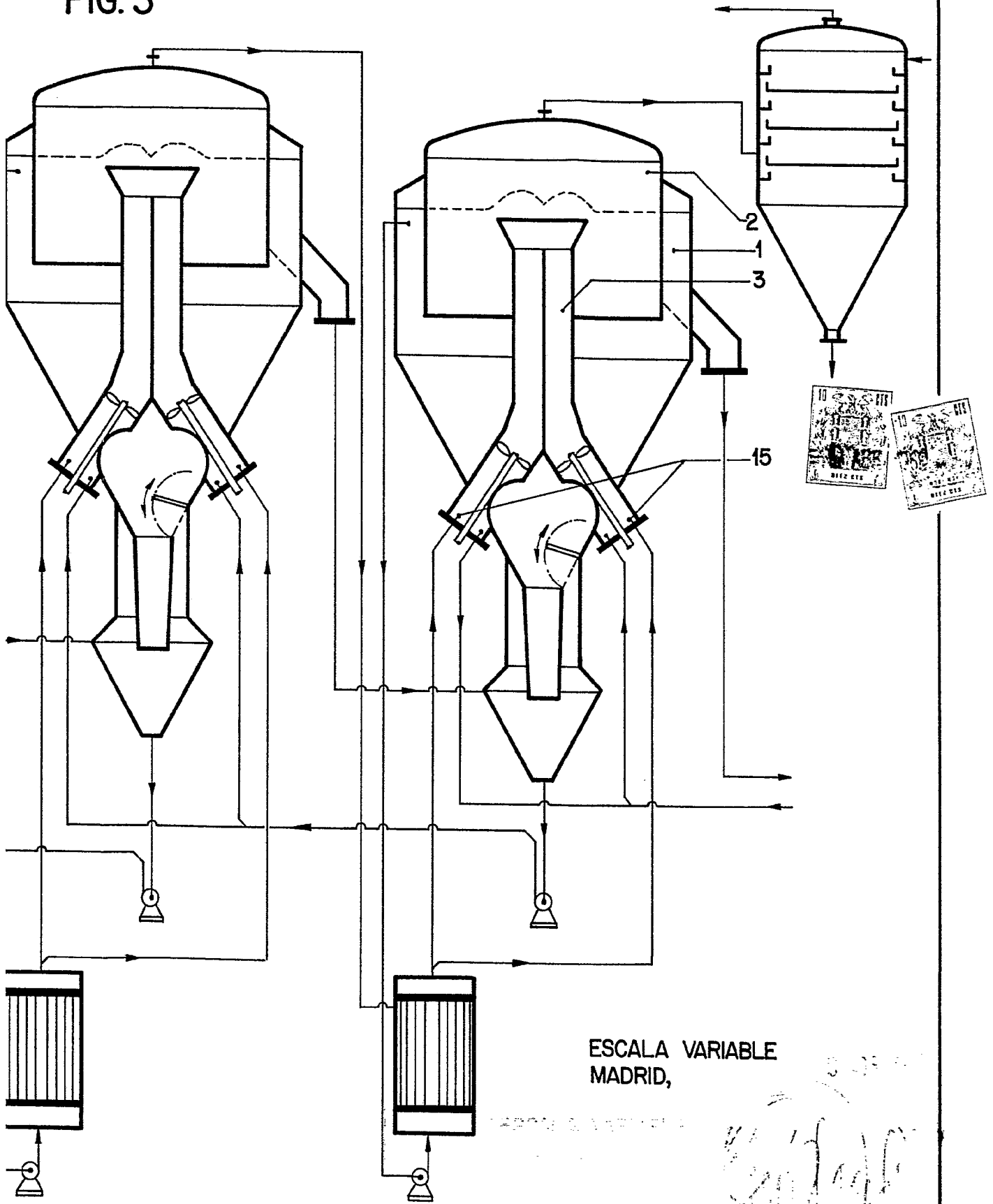
FIG. 3



351087

HOJA 2-2 HOJAS

FIG. 3



ESCALA VARIABLE  
MADRID,

LABORATORIO DE INVESTIGACIONES

Handwritten notes and signatures in the bottom right corner.