



ESPAÑA

26 MAYO 1978

CONCEDIDA

PATENTE DE INVENCION

19 ES	11 21	NUMERO 464.409	10 A1
	22	FECHA DE PRESENTACION 23-11-1977	

Concedida en el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

20 JUL. 1978

50 PRIORIDADES:		
51 NUMERO	52 FECHA	53 PAIS
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL B01D	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
64 TITULO DE LA INVENCION "UN PROCEDIMIENTO PARA LA CRISTALIZACION CONTINUA DE UNA SOLUCION DE AL MENOS UN MATERIAL CRISTALIZABLE"		
71 SOLICITANTE (S) INSTITUTT FOR ATOMENERGI (Norwegian pat. appln. 76.1805)		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE P.O. -Box 40, 2007 Kjeller, Noruega		
72 INVENTOR (ES) Tore Bernhard Müller		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE DON ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ (P.-67.512)		

jga

**POOR
QUALITY**

El presente invento se refiere a un procedimiento para cristalización continua, en el que se utilizan al menos dos etapas de cristalización.

5 Se utilizan en cierto número de industrias cristalizadores de etapas múltiples continuas y se usan, entre otras aplicaciones, en la precipitación de hidróxido de aluminio durante la fabricación de óxido de aluminio. Un cristizador moderno para la precipitación de $Al(OH)_3$ en el proceso Bayer tiene usualmente diez o más depósitos en serie. Los cristales y el licor residual fluyen de un depósito al siguiente sin ordenación alguna de cristales. Se clasifica la corriente que abandona el último depósito. La fracción grosera de cristales constituye el producto, mientras se hace regresar una suspensión de los cristales más finos al primer depósito de la serie para una doble finalidad, es decir para proporcionar primeramente gérmenes para la cristalización en el primer depósito y para aumentar el tamaño de cristales producto. La precipitación en los depósitos se efectúa manteniendo el licor sobresaturado con enfriamiento sucesivo de los depósitos de la serie.

Entre las desventajas de dicha disposición se pueden mencionar que

- 25 a) la separación después del último depósito se complica y encarece,
- b) la distribución por tamaños de cristales en el producto no es la deseada y puede dar lugar a dificultades en la ulterior manipulación del producto, y
- 30 c) la disposición es sensible contra las inesta-

bilidades del proceso.

Se conocen de la bibliografía de patentes algunas realizaciones de cristalizadores que superan al menos parcialmente estas desventajas.

5 Así, la patente norteamericana 3.607.113 se refiere a un cristalizador de etapas o fases múltiples continuas para hidróxido de aluminio. Estas etapas estén conectadas en serie de manera que se hace pasar una corriente líquida que contiene sólo cristales finos desde una etapa
10 a la siguiente. La descarga de la última etapa se hace pasar a un depósito de separación que tiene dos salidas. La primera descarga cristales exentos de líquido para tratamiento ulterior y la segunda descarga cristales y algo de líquido. Este último es hecho recircular a la primera etapa
15 de la serie.

Además de ello, el contenido de cada etapa se hace circular periódicamente a través de un ciclón u otro tipo de separador. Aquí se separan las partículas más gruesas y se hace regresar la corriente restante a la citada
20 etapa. Sólo se hace circular una etapa de cada vez y esto se inicia cuando los cristales constituyen el 50% del volumen de la suspensión.

El principio de la construcción no es ni a contra corriente ni a favor de corriente para las partículas
25 más gruesas/más finas. Los cristales más finos no se excluyen completamente del producto debido a que un ciclón no puede eliminar todos los cristales finos de los gruesos. El proceso es sólo parcialmente continuo. No se dice si se pueden compensar las inestabilidades del proceso y, si es
30 así, de qué modo.

De la publicación alemana DAS 1.107.200 se conoce una cristalización de etapas múltiples para la fabricación de sal en grano grueso por enfriamiento en vacío. Según dicha publicación, se usa cristalización en contracorriente y se transportan líquido y cristales más finos en sentido opuesto al de los cristales más gruesos. La contracorriente tiene lugar por el hecho de tener cada etapa un tubo de clasificación.

La corriente de líquido total del proceso debe fluir hacia arriba a través del tubo de clasificación de cada etapa. Con ello está predeterminado el flujo pasante total de cada una de las etapas simples de la serie y no se puede utilizar para fines de ajuste. Como los cristales finos no pueden ser tampoco hechos regresar a la etapa precedente de la serie como cristales finos, no es posible obtener una distribución definida de las partículas finas entre las etapas. Así, no es posible obtener un producto que tenga una distribución elegida de tamaños de producto.

Según la citada publicación alemana, es ventajoso dejar que se separen cristales más finos del líquido que se descarga de la última etapa y mezclarlos en la alimentación de la primera etapa. A medida que se toma el producto de esta etapa, existe la posibilidad de que el producto contenga cristales finos.

También se conoce de la patente alemana 888.090 la cristalización continua de múltiples etapas. Dicha patente se refiere a un procedimiento y a un aparato para la concentración continua de cristales de hielo. El aparato consiste en un cierto número de etapas y los cristales más gruesos se hacen pasar en contracorriente a la solución y

a los cristales finos. Esto se consigue haciendo pasar una corriente de suspensión desde cada etapa a una centrífuga de clasificación asociada u otro separador en el que los cristales gruesos se hacen pasar a la etapa precedente, mientras que el líquido y los cristales finos se devuelven a la etapa de la que proceden. El tamaño de cristales no se puede ajustar durante el funcionamiento del aparato. Además, se hace pasar de una etapa a la siguiente una corriente principal de líquido correspondiente a la corriente de alimentación y cristales mezclados. Con dicho aparato, se evita que los cristales finos sigan a los cristales producto.

Sin embargo, en el procedimiento de la citada patente, es posible controlar el tiempo de permanencia en cada etapa sólo para los cristales gruesos y no para los finos. El cristizador está construido así debido a que las partículas gruesas llevan con ellas relativamente menos líquido que las partículas finas. El único requisito para la distribución del tamaño de cristales en el producto es que los cristales tienen que ser tan grandes como sea posible.

El presente invento se refiere a un procedimiento para la cristalización continua a partir de una solución de al menos un material cristalizabile, en el que la solución es alimentada a la primera de una serie de etapas de cristalización con cristalización parcial en cada etapa, siendo sometida la suspensión parcialmente cristalizada a clasificación en cada etapa, siendo hecha pasar la suspensión desde la última etapa a un separador que separa y devuelve una corriente de cristales restante a la última etapa y descargándose la solución restante del separador y siendo tomados de la primera etapa los cristales producto.

La mejora que caracteriza el procedimiento según el presente invento es que los cristales parcialmente desarrollados se hacen circular en circuitos constituidos por dos o más etapas de cristalización subsiguientes de la serie y mediante sus conductos de conexión, con lo que una corriente de suspensión parcialmente cristalizada, después de la separación de una fracción gruesa por clasificación, es hecha pasar desde una etapa a la siguiente de la serie, mientras que una corriente de suspensión de retorno se hace pasar en contracorriente en la serie desde una etapa a la precedente sin clasificación y una suspensión de cristales producto es tomada de la primera etapa a través de una columna de elutriación (tubo de clasificación hidráulica) en contracorriente con la alimentación entrante que devuelve a la primera etapa cristales parcialmente desarrollados.

Además, según una realización adicional del invento, la alimentación que llega a la primera etapa que puede alimentar parcialmente en el fondo de la columna de elutriación a través de un conducto bifurcado. De este modo los cristales producto procedentes de la primera etapa serán principalmente mayores que un tamaño de partículas específico que se puede ajustar independientemente de todas las otras actuaciones de control.

Según el invento, también el nivel de la primera etapa se puede utilizar para controlar la corriente de alimentación a través del conducto bifurcado por medio de unos medios de control. Como tales medios de control se puede utilizar una bomba o una válvula.

Además, según el invento, una parte de la suspensión de cristales producto procedentes de la columna de

elutriación se puede hacer pasar a través de unos medios de control adicionales (bomba o válvula) de nuevo a la primera etapa. De este modo la descarga de cristales producto de la primera etapa se puede ajustar independientemente de la clasificación en la columna de elutriación.

Además, según el invento, la corriente de suspensión parcialmente cristalizada entre dos etapas se puede conectar hidráulicamente mediante una válvula con la corriente de suspensión de retorno entre estas mismas dos etapas.

Además, según el invento, el nivel de líquido en una etapa puede controlar unos terceros medios de control (bomba o válvula) para la corriente de suspensión parcialmente cristalizada en la etapa.

Además, según el invento, la corriente de suspensión parcialmente cristalizada procedente de la última etapa puede controlar la corriente de solución restante procedente del separador simultáneamente con la corriente de cristales restantes que es mantenida inalterada.

Según el invento, la clasificación después de una etapa se puede realizar en un dispositivo que retiene cristales que superan una velocidad lineal elegida para la suspensión de suspensión parcialmente cristalizada en el dispositivo, y la velocidad lineal elegida se puede controlar por medio de una bomba variable en la corriente de suspensión parcialmente cristalizada.

La clasificación de los cristales en la corriente de suspensión parcialmente cristalizada se puede regular así independientemente de todas las otras actuaciones de control.

Además, según el invento, la clasificación se puede realizar por el hecho de estar la etapa formada como un depósito que comprende una cámara de clasificación anular por la que debe pasar la suspensión parcialmente cristalizada para llegar a la etapa siguiente.

Según el invento, la corriente de suspensión de retorno se puede controlar por medio de unos cuartos medios de control (bomba o válvula).

Así, la corriente de suspensión de retorno se puede controlar independientemente de todas las otras actuaciones de control.

Según una característica más del invento, un dispositivo mecánico o electrónico puede coordinar el mando de los medios de actuación para la alimentación que entra en el fondo de la columna de elutriación, la corriente de suspensión de cristales producto que regresa a la primera etapa, la corriente de suspensión parcialmente cristalizada y la corriente de suspensión de retorno de modo que a los cristales producto se les dé una distribución de tamaño de partículas predeterminada y/o que los cristales de cada etapa representen un área de superficie determinada.

El tamaño medio de los cristales producto, su distribución en torno al tamaño medio y su tamaño mínimo se pueden así regular dentro de ciertos límites independientemente de otras acciones de regulación.

Comparado con procedimientos anteriores para la cristalización continua en una o más etapas, el procedimiento según el presente invento ofrece las siguientes ventajas:

A. El tiempo de permanencia para cristales por encima de un tamaño de producto mínimo se puede en principio variar ili-

mitadamente para un volumen de cristalizador dado. Para un régimen de producción dado, se permite una reducción del volumen de cristalizador.

5 B. Una distribución mejorada de tamaños de cristales en el producto se obtiene por:

I) No hay cristales menores que un tamaño mínimo elegido.

10

II) El tamaño de los cristales expresado como peso medio se puede seleccionar dentro de ambos límites.

III) La dispersión en torno al tamaño medio se puede elegir dentro de límites específicos.

15

C. El funcionamiento se puede hacer estable sin ningún grado sustancial de influencia sobre la distribución de cristales producto.

D. Son superfluos separadores especiales para separar cristales finos y gruesos.

20

Todos los procedimientos continuos para la recristalización desde una solución se pueden realizar en principio por medio del procedimiento según el presente invento. Esto se aplica independientemente de si la sobresaturación se crea por enfriamiento, evaporación, salificación, reacción, o combinación química de estos.

25

Asímismo, la cristalización que ha sido realizada hasta ahora en una sola etapa se puede mejorar de más de una manera por el hecho de realizarse mediante el procedimiento según el presente invento, pero el mayor provecho técnico y económico se conseguirá presumiblemente en relación con procesos de cristalización que tengan que realizarse en un cierto número de etapas. Un ejemplo es la precipitación de

30

Al (OH)₃ en el proceso Bayer para la preparación de óxido de aluminio. Aquí la eficacia de la precipitación de material cristalizabile es baja y los cristales producto tienden a ser demasiado finos.

5 El invento se describirá a continuación más detalladamente con referencia a los dibujos, en los cuales:

La figura 1 es un esquema que ilustra los principios del cristalizador utilizado en el procedimiento según el presente invento;

10 La figura 2 muestra una disposición para la conexión de las etapas en el cristalizador que se utiliza;

La figura 3 muestra una disposición para el suministro de la alimentación y para la descarga de cristales producto en un cristalizador utilizado en el procedimiento del presente invento;

15 La figura 4 muestra un esquema de principio para un cristalizador de múltiples etapas anteriormente conocido con clasificación y recirculación externa; y

20 La figura 5 muestra la distribución por tamaños de cristales expresada en peso en el producto para ejemplos concretos A1, A2, A3 y F3.

25 En la figura 1 se muestra un cristalizador con tres etapas 1, 2 y 3. La conexión entre las etapas 2 y 3 está mostrada interrumpida. Ello indica que el cristalizador utilizado en el procedimiento de la presente solicitud puede comprender más etapas. Como se ha mencionado anteriormente, el modo en que se produce la sobresaturación carece de importancia. La sobresaturación se puede conseguir, por ejemplo, mediante enfriamiento. No se han indicado en la figura disposiciones de enfriamiento, pero el enfriamiento

se puede realizar, por ejemplo, disponiendo las respectivas etapas con mantas de enfriamiento o serpentines de enfriamiento o conduciendo la alimentación a los respectivos depósitos a enfriar en un intercambiador de calor.

5 Se pueden utilizar medios correspondientes para el posible suministro de calor cuando se crea la sobresaturación por evaporación.

Cada etapa tiene una disposición para la circulación interna. En la figura esto se muestra como bombas neumáticas a presión 24, 25 y 26, respectivamente. El aire a presión es suministrado a través de un conducto que tiene su salida inmediatamente debajo de la abertura inferior al tubo en la respectiva bomba neumática a presión. La circulación interna puede ser proporcionada alternativamente por medio de agitadores mecánicos.

15 Cada etapa tiene un conducto de rebose 4, 5 y 6, respectivamente. Cada etapa, con excepción de la primera, tiene también un conducto de flujo inferior 7 y 8, respectivamente. Cada etapa está provista además de una disposición para la clasificación del rebose. Las disposiciones de clasificación para los reboses están mostradas en la figura como cámaras anulares 9, 10 y 11, respectivamente, pero también se pueden utilizar otras disposiciones, como por ejemplo hidrociclones. Las dimensiones de la cámara anular determinan la velocidad lineal del líquido para un caudal volumétrico dado y determinan con ello el tamaño de los cristales que no siguen la fracción fina.

20 La etapa 1 tiene, en lugar de un conducto de flujo inferior, una columna de elutriación 12 que está en un distribuidor 20 de líquido el cual está conectado a un fil-

30

tro 13 a través del conducto 21. Para un caudal volumétrico dado en adelante a través de la columna de elutriación, el diámetro de la columna de elutriación está determinado por el tamaño mínimo aceptable de cristales en el producto. El filtro 13 puede ser sustituido por otro aparato apropiado para la separación de material sólido de un líquido, por ejemplo una centrífuga. Los cristales producto que son separados del filtrado están indicados por una flecha 22, mientras que 23 señala el conducto de retorno para el filtrado.

La solución que ha de ser cristalizada se suministra a través de un conducto 14 con conductos bifurcados 18 y 19, respectivamente.

El rebose procedente de la última etapa se hace pasar a un depósito de separación 15 que tiene una caja de rebose 16 para el licor consumido y un conducto de recirculación 17. En lugar de un depósito de sedimentación para la separación se puede utilizar un hidrociclón o un filtro.

Durante el funcionamiento, el cristizador es alimentado con alimentación a través del conducto 14. La mayor parte es suministrada a través del conducto bifurcado 19 y el distribuidor de líquido 12 en la etapa 1. Desde el fondo de la etapa 1 los cristales de tamaño aceptable se hunden como producto en la columna de elutriación. Para mantener un nivel constante en la etapa 1, una parte de la alimentación se puede hacer pasar directamente a la etapa 1 a través del conducto bifurcado 18 sin interferencia con la velocidad de líquido en la columna de elutriación 12. Todas las etapas contienen una suspensión mezclada, de manera que la suspensión contiene tanto partículas gruesas como partículas finas.

La corriente principal procedente de cada etapa abandonará la etapa a través de los conductos de rebose 4, 5 y 6, respectivamente. Antes de que la suspensión alcance el conducto de rebose, tiene que pasar a través de la cámara anular 9, 10 u 11, respectivamente. En la cámara anular la suspensión es clasificada por el hecho de que tiene que pasar a través de la cámara a una velocidad dada. Los cristales más gruesos abandona la etapa en una corriente lateral a través de un conducto de flujo inferior 7 u 8 o, para la etapa 1, a través de la columna de elutriación 12, seguida por el distribuidor de líquido 20 y el conducto 21 hasta el filtro 13, en el que los cristales producto que abandona el aparato a través del conducto 22 son separados del licor que los acompaña, el cual es hecho regresar a través del conducto de retorno y es introducido de nuevo en la etapa 1 a través del conducto bifurcado 19.

Desde la etapa 1 de alimentación al depósito de separación 15 hay una corriente de líquido neta, así como cristales más finos, mientras que los cristales más gruesos suspendidos en el líquido pueden ser transportados solamente en sentido opuesto.

El licor consumido abandona la última etapa a través de la salida 6, se separa de los cristales que lo acompañan en un depósito de sedimentación 15 y fluye como descarga a través de la caja de rebose 16. Los cristales separados están en forma de mezcla con el líquido hecho pasar de nuevo a la última etapa a través del conducto de retorno 17.

Las corrientes entre las etapas en 4, 5, 7 y 8 son para cumplir cierto número de funciones independientes:

- son para proporcionar una clasificación específica del rebose desde cada etapa.
- son para proporcionar una recirculación específica desde cada etapa y, con ello, condiciones de circulación específicas.
- son para mantener el nivel constante en los depósitos de etapa bajo todas las circunstancias.

En la figura 2 se muestra una disposición que satisface todas estas finalidades. En la figura están mostradas las conexiones entre dos etapas subsiguientes arbitrarias, en este caso entre las etapas 1 y 2. En la figura están también mostrados el rebose 4 y el conducto de flujo inferior 8. Una bomba ajustable 27 proporciona una corriente de recirculación controlada desde la etapa 2 a la etapa 1. Otra bomba ajustable 28 proporciona una corriente de rebose específica desde la etapa 1. Esta corriente se divide en dos partes, de las cuales la primera se hace pasar a la etapa 1 a través de la válvula de control 29, mientras que la segunda se hace regresar a través de la válvula 30 a la etapa 1. La válvula de control está gobernada por un detector de nivel (no mostrado) en la etapa 2. Las variaciones de las corrientes a o fuera de la etapa 2 serán compensadas con ello por la corriente principal a través de la válvula de control 29.

Así, el control del nivel tendrá un efecto despreciable sobre el transporte de cristales entre las etapas.

La disposición para el suministro de alimentación y descarga de cristales producto desde la etapa 1 se muestra en la figura 3.

Una bomba ajustable 33 proporciona una corriente

de retorno controlada de suspensión que contiene cristales producto y solución de alimentación desde el conducto 21 en retorno a la etapa 1. Mediante una válvula de compuerta 34 en el conducto 21, la corriente principal de suspensión con cristales producto se hace pasar al filtro 13, siendo sustituida la válvula de compuerta por otro tipo de válvula. La bomba ajustable 35 del conducto bifurcado 19 da un caudal volumétrico controlado de alimentación a través de la columna de elutriación 12, cuando está inalterada la corriente a través del conducto bifurcado 31. Mediante el uso coordinado de las bombas ajustables 33 y 35, respectivamente, la clasificación en la columna de elutriación y la corriente principal de cristales producto hacia el filtro se pueden controlar independientemente una de otra.

La válvula de control 32 del conducto bifurcado 18 para la alimentación a la etapa 1 se puede controlar mediante un detector de nivel (no mostrado) en la etapa 1. El control de nivel de la etapa 1 se puede efectuar así sin interferencia con la clasificación de cristales producto o su descarga al filtro.

Algunos ejemplos numéricos ilustran el proceso según el invento en relación con procesos de cristalización anteriormente conocidos. Tales ejemplos numéricos se deben basar necesariamente en simplificaciones sustanciales, debido a que las condiciones del proceso están descritas por ecuaciones diferenciales simultáneas, no lineales, que se deben resolver numéricamente. Los siguientes cálculos están limitados a la distribución de tamaños de cristales en cada etapa y en el producto. Las soluciones son analíticas y han sido encontradas por medio de un ordenador programado.

En primer lugar se considerarán los cristalizadores con recirculación de suspensión de cristales. El producto contiene exclusivamente cristales más grandes que un tamaño específico. La distribución por tamaños en el producto es la misma que la distribución por tamaños de los cristales de la etapa de descarga preparada para convertirse en el producto, con la excepción de un factor de concentración constante (es decir de clasificación ideal). Además, se postulan las siguientes condiciones:

- 10 - funcionamiento en estado estacionario.
- sobresaturación creada sin cambio de volumen (por ejemplo mediante enfriamiento).
- la proporción en volumen de los cristales es despreciable.
- 15 - todas las etapas cristalizadoras tienen la misma densidad de germen constante.
- el volumen total es igual para todos los cristalizadores.
- la producción de masa total es igual para todos los cristalizadores en cuestión y está igualmente distribuida para todas las etapas.
- 20 - el cristal de producto más fino es igual al tamaño de referencia (véase lo siguiente).

De cristalizadores convencionales con los cuales es natural efectuar una comparación, se considerará un tipo esquematizado en la figura 4. En los Ejemplos sólo se ha considerado el aparato usual en las etapas 1 y 2.

Como referencia para los cálculos, se ha seleccionado el cristalizador usual de la primera etapa con recirculación del 20% del caudal. Como tamaño de referencia se

seleccionó el tamaño hasta el cual se desarrolló el germen cristalino durante el tiempo total de permanencia del líquido en el cristalizador de referencia. El área de referencia es la superficie total de cristales en el cristalizador de referencia.

5

Mediante el cálculo de un cristalizador utilizado en el procedimiento del invento se debe representar de una manera especial la extracción de cristales producto. El transporte está representado por una corriente de volumen ficticia multiplicada por la distribución por tamaños de los cristales producto en la etapa de descarga. La corriente de volumen se elige de manera que los cristales producto tengan aproximadamente el mismo tiempo de permanencia en ambas etapas.

10

15

La clasificación en la corriente principal de suspensión parcialmente cristalizada desde la primera etapa se supone que es la ideal.

Los cálculos se han efectuado en base a la siguiente situaciones:

$$\frac{d}{d\lambda} f_i(\lambda) = n\alpha_i \left\{ \sum [\nu(\lambda)f(\lambda)]_{in,i} - \sum [\nu(\lambda)f(\lambda)]_{out,i} \right\}; i=1,2$$

$$\lambda = L/L^0$$

$$\alpha_i = A_i/A^0$$

$$\nu(\lambda) = \dot{V}(\lambda)/\dot{V}_f$$

$$A_i = k_a \int_0^{\infty} \lambda^2 f_i(\lambda) \lambda d\lambda$$

$$\bar{\lambda}_w = \frac{\int_{\lambda_p}^{\infty} \lambda^4 f_p(\lambda) d\lambda}{\int_{\lambda_p}^{\infty} \lambda^3 f_p(\lambda) d\lambda}$$

$$C.V. = 100\% (\bar{\lambda}_{0,16} - \bar{\lambda}_{0,84}) / 2\lambda_{0,50}$$

donde λ_x está definido por la ecuación

$$\int_{\lambda_x}^{\infty} \lambda^3 f_p(\lambda) d\lambda = x \int_{\lambda_p}^{\infty} \lambda^3 f_p(\lambda) d\lambda$$

$$w(\lambda) = \lambda^3 f_p(\lambda) \int_{\lambda_p}^{\infty} \lambda^3 f_p(\lambda) d\lambda$$

Los símbolos tienen los siguientes significados:

A_i - área superficial total de cristales en la etapa número i con relación al volumen del depósito.

5 A^0 - superficie de referencia con respecto al volumen del depósito.

C.V. - coeficiente de irregularidad (dispersión).

$f(\lambda)$ - densidad numérica con tamaño de cristales sin dimensión como argumento.

10 f_p - densidad numérica en suspensión con cristales producto.

i - número de etapas

k_a - factor de área.

15 L - dimensión característica de cristal (por ejemplo diámetro)

L^0 - tamaño de referencia

n - número de etapas en el cristalizador

$\dot{V}(\lambda)$ - corriente de suspensión de cristales con densidad numérica $f(\lambda)$.

20 \dot{V}_f - corriente de alimentación

w - distribución normalizada en peso

$\bar{\lambda}_w$ - tamaño medio del cristal calculado en base al peso.

25 Los resultados de los cálculos están mostrados en la siguiente Tabla I. La figura 5 muestra la distribución por tamaños de cristales en el producto para los Ejemplos A1, A2, A3 y F3.

30 Los Ejemplos A1, A2, A3 y B1, B2 y B3 muestran que con la misma recirculación un procedimiento según el invento da una superficie de cristales más de tres veces

mayor. Superficies de cristales mayor significa menor velocidad de crecimiento, es decir, menor sobresaturación, o sea, mayor eficacia para la precipitación.

5 El Ejemplo A3 da tamaño medio mayor que para A1 y A2. El Ejemplo K3 tiene, por el contrario, aproximadamente el mismo tamaño medio y coeficiente de irregularidad, es decir, de dispersión, que A2, mientras que la superficie de cristales es cerca de cuatro veces mayor.

10 Si se toma el punto de partida en el Ejemplo 3, los Ejemplos C3 y D3 mostrarán el modo en que el tamaño medio del producto puede ser disminuido o aumentado, mientras la dispersión está inalterada. Los Ejemplos E3 y F3 demuestran que el tamaño medio puede ser mantenido inalterado mientras la dispersión está independientemente especificada del tamaño medio. Los límites para tales variaciones se extienden aumentado el número de etapas en el cristalizador.

15 Los Ejemplos G3 y H3 muestran el modo en que se puede reducir la superficie de cristales total sin influir sobre la distribución en tamaños del producto en ningún grado importante. La reducción porcentual es 19 y 28, respectivamente. La reducción adicional para el ejemplo F3 está en el gasto de dispersión algo mayor. Los Ejemplos I3 y J3 muestran correspondientemente el aumento del área de 60 y 68%, respectivamente. Tales alteraciones en la superficie de los cristales influirán sobre la formación de gérmenes y con ello en la estabilidad del cristalizador.

Tabla I. Superficie de cristales, tamaño medio y dispersión para diferentes cristalizadores

Identificación	Convencional										K3					
	A1	B1	A2	B2	A3	B3	C3	D3	E3	F3		G3	H3	I3	J3	
Número de tapas	1	1	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
Recirculación (%)	20	50	20	50	20	50	500	10	43,5	103	19,5	25	20,5	17	150	20
Corriente producto (%)	-	-	-	-	20	20	20	20	20	20	30	30	10	10	10	20
Cristal más grande en rebose	-	-	-	-	1,0	1,0	0,84	1,18	0,01	4,0	0,5	0,5	1,5	1,5	0,7	0,7
Superficie de cristales en etapa 1	1,0	0,86	0,64	0,56	4,02	4,93	4,94	3,43	4,69	3,74	2,70	2,88	7,97	7,68	6,46	6,46
Superficie de cristales en etapa 2	-	-	1,11	0,96	2,49	1,30	1,22	4,25	0,97	3,51	2,53	1,83	2,44	3,24	0,52	0,52
Superficie media	1,0	0,86	0,88	0,76	3,25	3,11	3,08	3,84	2,83	3,63	2,62	2,35	5,21	5,46	3,49	3,49
Tamaño medio - 50% en peso	3,42	3,19	2,91	2,71	4,53	3,63	3,70	5,31	4,54	4,53	4,53	4,52	4,54	4,53	2,88	2,88
Coef. de irregularidad (%)	49,6	49,1	44,1	43,2	44,3	42,2	44,3	44,3	55,4	18,5	44,7	49,4	43,9	39,7	44,2	44,2

(Todos los tamaños y superficies están referidos a los valores de referencia.)

1) Definición: $(L_{0,16} - L_{0,84})/2 \cdot L_{0,50}$, en donde el 16 por ciento en peso de los cristales son mayores que $L_{0,16}$.

En un segundo caso también se realizaron otros ensayos comparativos, con diseños de procesos diferentes, cuyos resultados se desprenden de los apartados 2 y 3, respectivamente.

5 2. PRECIPITACION DE ALUMINA EN EL PROCESO BAYER

Simulación de precipitación continua para diferentes diseños de proceso, basados en condiciones para la instalación de alúmina Baton Rouge (lápiz de labios), de Kaiser Aluminium & Chemical Corp. (K.M. Reese; W.H. Cundiff, 1955)

10 I. & E.C. 47, Nº 9).

Base:

Licor impregnante: Al_2O_3 : 112 g/l (alimentación a la primera etapa de precipitación)

Relación en peso de Al_2O_3/Na_2O : 1,10

15 Temperatura: 72° centígrados

Licor consumido: Relación en peso de Al_2O_3/Na_2O : 0,56
(después de la última etapa de precipitación).

3 etapas de precipitación. Los resultados aparecen en la Tabla 2.

20

Precipitadores simulados:

Tipo A: Corriente usual del mismo sentido con un caudal de recirculación volumétrica de 10 pct.

25

Tipo B: Contracorriente sin clasificación de producto o circulación interna de cristales (cantidades despreciables de cristales en rebose).

Tipo C: Contracorriente con clasificación de producto y circulación interna de cristales.

Tabla 2

Tipo	A	B	G
Aparato:			
5 Reducción de volumen, pct (%)	-	68	82
Economía de calor:			
Temperatura de licor consumido, centígrados	58	64	65
Producto:			
Tamaño promediado en masa, μm	72 ¹⁾	105	55
10 Partícula mínima, μm	30	0	44
Des. cuadrático medio, μm	19	43	10
Pct en peso - malla 325 (44 μm)	10	4,2	0
Area superficial, m^2/kg^2)	38	28	47

15 1) 50 por ciento en peso de malla 200 (75 μm).

2) Partículas puramente esféricas

3. PRECIPITACION RAPIDA

20 Simulación de un proceso de precipitación continuo artificial en diferentes configuraciones de aparato. Cantidades de sobresaturación a 0,1 pte o menos de la disminución de concentración a través del cristalizador.

Base:

Concentración de soluto en alimentación: 50 g/l

Concentración de soluto en efluente: 1 g/l

25 3 etapas de precipitación. Los resultados aparecen en la Tabla 3.

Precipitadores simulados:

Tipo A: Paso único sin ninguna clasificación.

30 Tipo B: Corriente del mismo sentido usual con el 20 pct en volumen de recirculación comparada con el caudal y

clasificación de producto.

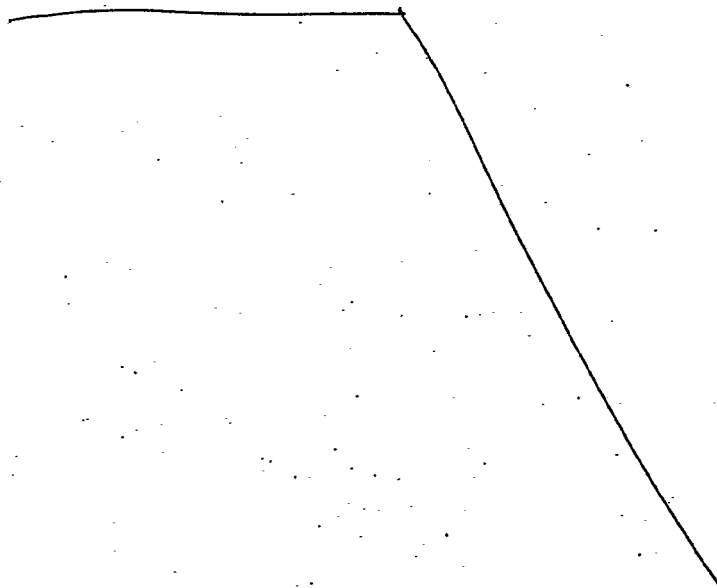
Tipo C: Contracorriente sin clasificación de producto o circulación interna de cristales.

5 Tipo C: Contracorriente con clasificación de producto y circulación interna de cristales.

Tabla 3

Tipo	A	B	C	D
Aparato:				
10 Reducción en volumen, ptc.	-	0,6	- 4,2	9,7
Producto:				
Tamaño promediado en masa, μm	75	46	77	59
Partícula más pequeña, μm	0	30	0	44
Des. cuadrático medio, μm	38	14	31	5
15 Pct. en peso - malla 325 ₁)	21	55	13	0
Area superficial, m^2/kg	44	58	38	51

1) partículas puramente esféricas.



REIVINDICACIONES

5 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 que se recogen en las reivindicaciones siguientes.

10 14.- Un procedimiento para la cristalización continua de una solución de al menos un material cristalizable, en el que la solución es alimentada a la primera de una serie de etapas de cristalización con cristalización parcial en cada etapa, la suspensión parcialmente cristalizada es sometida a clasificación entre cada etapa, la suspensión procedente de la última etapa es hecha pasar a un separador
15 que separa y hace regresar una corriente de cristales restante a la última etapa y la solución restante procedente del separador es descargada y los cristales producto tomados de la primera etapa, caracterizado porque cristales parcialmente desarrollados son hechos recircular en circuitos constituidos por dos o más etapas de cristalización subsiguientes de la serie y por sus conductos de conexión, con lo que una corriente de suspensión parcialmente cristalizada, después de la separación de una fracción gruesa por clasificación, es hecha pasar desde una etapa a la siguiente etapa de
20 la serie, mientras que una corriente de suspensión de retorno es hecha pasar en contracorriente en la serie desde una etapa a la etapa precedente sin clasificación y una suspensión de cristales producto es tomada de la primera etapa a través de una columna de elutriación (tubo de clasificación
25 hidráulica) en contracorriente con la alimentación entrante
30

que toma cristales parcialmente desarrollados devolviéndolos a la primera etapa.

5 2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la alimentación que llega a la primera etapa es parcialmente alimentada en el fondo de la columna de elutriación y parcialmente a través de un conducto bifurcado.

10 3ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la alimentación que entra en la primera etapa es parcialmente alimentada en el fondo de la columna de elutriación y parcialmente a través de un conducto bifurcado, controlando el nivel de la primera etapa la corriente de alimentación a través del conducto bifurcado por medio de unos medios de control.

15 4ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque una parte de la suspensión de cristales producto procedente de la columna de elutriación es hecha pasar a través de otros medios de control en retorno a la primera etapa.

20 5ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la corriente de suspensión parcialmente cristalizada entre dos etapas está conectada hidráulicamente a través de una válvula con la corriente de suspensión de retorno entre estas mismas dos etapas.

25 6ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el nivel de líquido en la etapa controla unos terceros medios de control para la corriente de suspensión parcialmente cristalizada en la etapa.

30 7ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la corriente de suspensión parcialmente

cristalizada procedente de la última etapa controla la corriente de solución restante procedente del separador simultáneamente con la corriente de cristales restante que está siendo mantenida inalterada.

5 8ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la clasificación después de una etapa se realiza en un dispositivo que retiene cristales que superan una velocidad lineal elegida para la suspensión de suspensión parcialmente cristalizada del dispositivo y porque la velocidad lineal seleccionada es controlada por medio de una bomba ajustable en la corriente de suspensión parcialmente cristalizada, estando formada dicha etapa como un depósito que comprende una cámara de clasificación anular por la que debe pasar la suspensión parcialmente cristalizada para llegar a la etapa siguiente.

10

15

9ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se controla la corriente de suspensión de retorno por medio de unos cuartos medios de control.

20 10ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado por un dispositivo mecánico o electrónico que coordina el gobierno de los medios de actuación (control) para la alimentación que llega al fondo de la columna de elutriación, la corriente de suspensión de cristales producto en retorno a la primera etapa, la corriente de suspensión parcialmente cristalizada y la corriente de suspensión de retorno de manera que a los cristales producido se les da una distribución por tamaños de partículas predeterminada y que los cristales de cada etapa representen también opcionalmente un área superficial determinada.

25

30

11ª.- "UN PROCEDIMIENTO PARA LA CRISTALIZACION CONTINUA DE UNA SOLUCION DE AL MENOS UN MATERIAL CRISTALIZABLE"

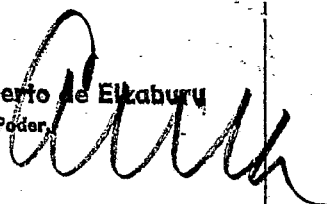
Tal y como se ha descrito en la memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

Esta memoria consta de veintisiete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 31.DIC.1977

P.A.

Alberto de Elkaburu
For Peder



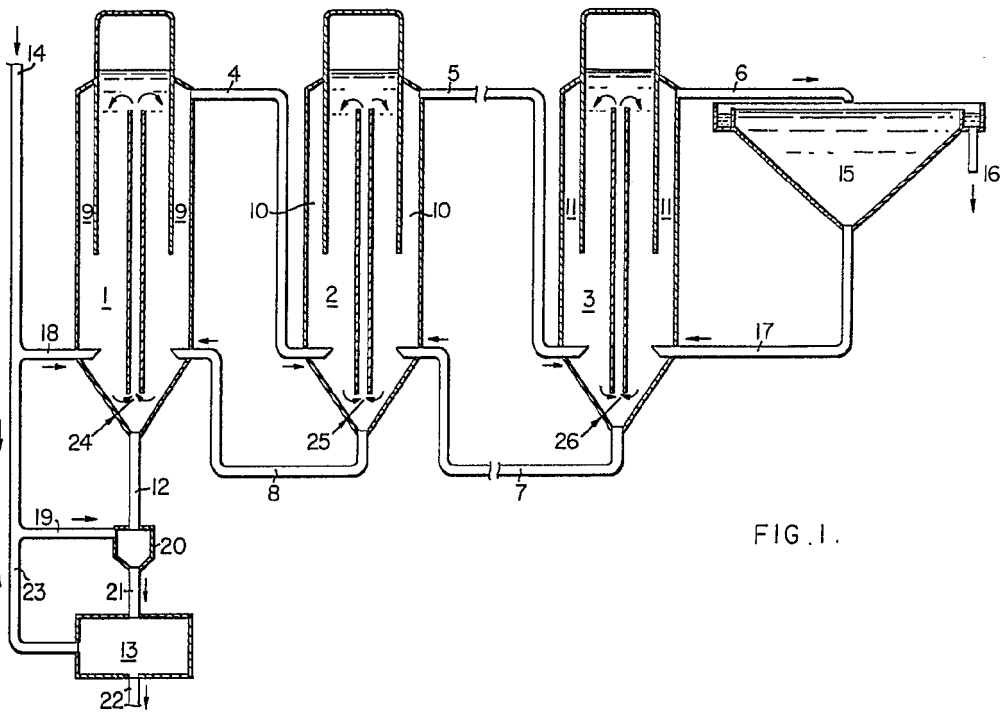


FIG. 1.

Albergo e Elaburj
Por Poder,

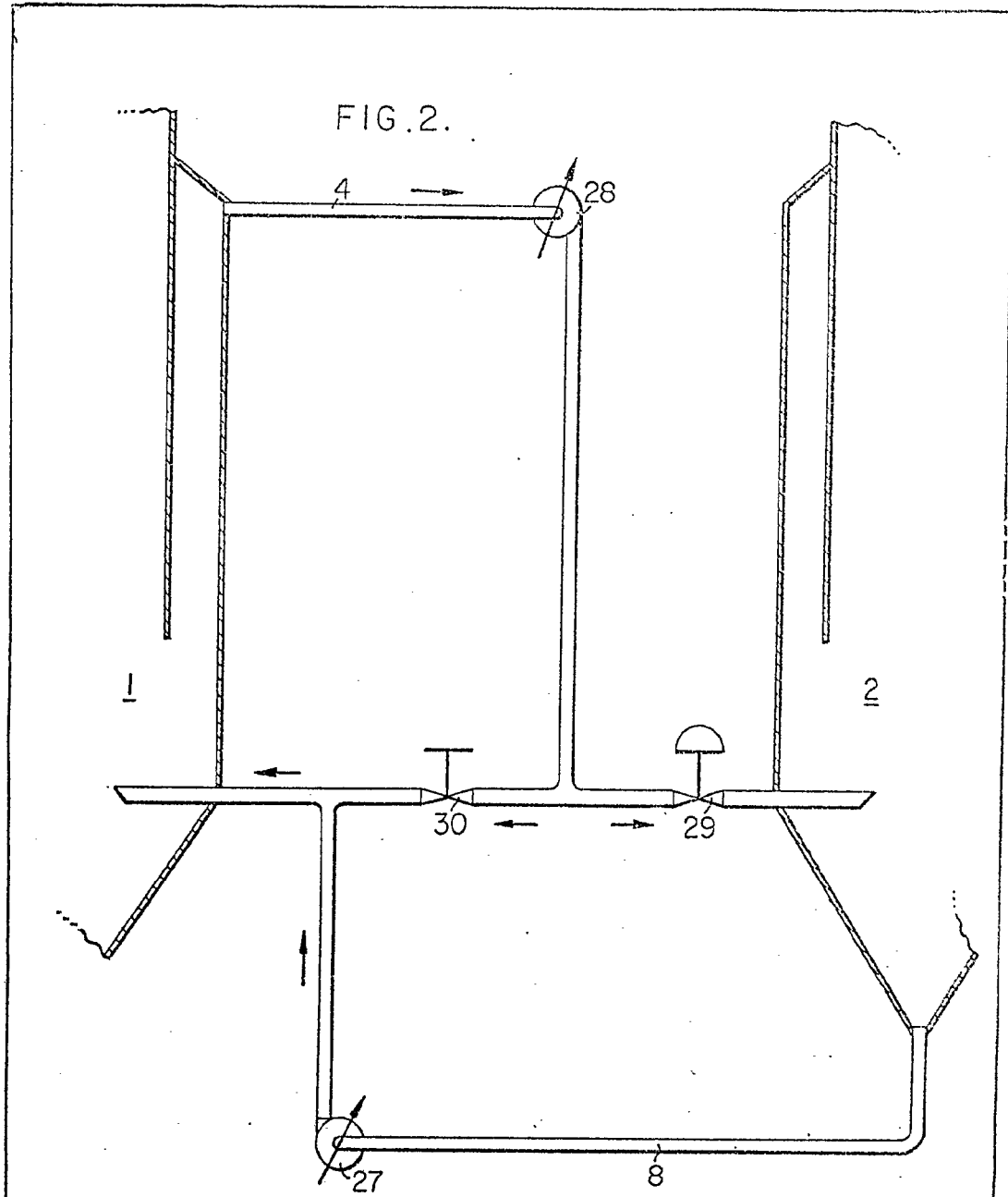
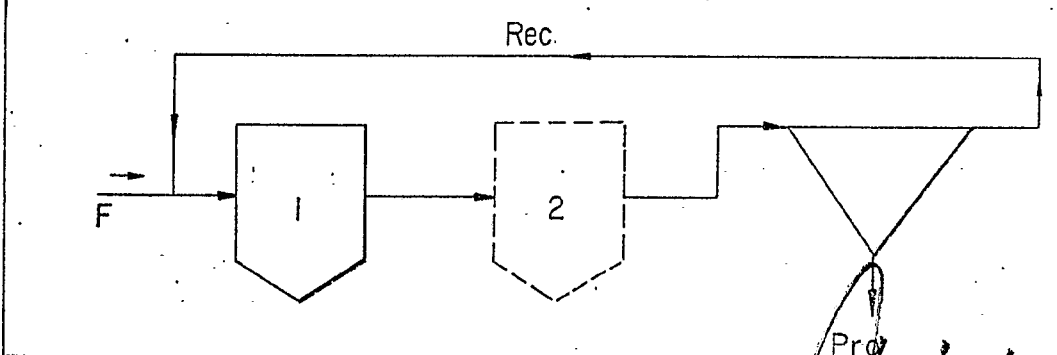


FIG. 4.



Proy
Alberto de Sisti
Por Poder.

