

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 388 363**

51 Int. Cl.:  
**B01D 9/00** (2006.01)  
**B01D 9/02** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **08806054 .6**  
96 Fecha de presentación: **23.06.2008**  
97 Número de publicación de la solicitud: **2164588**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **24.03.2010**

54 Título: **Aparato de cristalización de circulación forzada**

30 Prioridad:  
**09.07.2007 FR 0756346**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**11.10.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**11.10.2012**

73 Titular/es:  
**CRYSTAL-EVAP CONSULT  
53 RUE VICTOR HUGO  
91210 DRAVEIL, FR**

72 Inventor/es:  
**MALFAND, Michel**

74 Agente/Representante:  
**Sugrañes Moliné, Pedro**

ES 2 388 363 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Aparato de cristalización de circulación forzada

5 La presente invención se refiere a un aparato de cristalización del soluto contenido en una disolución que va a tratarse.

Se admite generalmente que los aparatos de cristalización conocidos son de tres tipos.

10 Se trata en primer lugar de los aparatos de cristalización denominados de circulación forzada que comprenden una cámara destinada a contener la disolución que va a tratarse y un circuito externo a esta cámara para hacer que dicha disolución circule, por el efecto de una bomba de circulación, desde una salida situada en posición inferior de dicha cámara hasta una entrada situada en posición superior de esta última, pasando por un intercambiador de calor para crear un estado de sobresaturación en el interior de la disolución; con este tipo de aparatos se obtienen  
15 cristales de tamaño mediano (habitualmente de 250 - 400  $\mu\text{m}$ ) con una dispersión bastante grande de la granulometría.

Se trata a continuación de los aparatos de cristalización de tipo Oslo que comprenden una cámara destinada a recibir la disolución que va a tratarse y en la que esta disolución se hace circular de la parte superior a la parte inferior a través de un tubo central que desciende, antes de subir en la cámara alrededor de este tubo y de extraerse, en forma relativamente clara, es decir, poco cargada de cristales, por un circuito externo a la cámara que devuelve esta disolución a la parte superior de la cámara tras el paso por un intercambiador de calor para crear un estado de sobresaturación; los cristales obtenidos con este tipo de aparatos son relativamente grandes (habitualmente de 1,5 - 2 mm) con una distribución media de la granulometría.

25 Se trata por último de los aparatos de cristalización denominados de chicana y tubo de aspiración (DTB), en los que la disolución que va a tratarse se hace circular, por el efecto de un agitador que crea un movimiento ascendente, de abajo arriba a través un tubo central y después de arriba abajo alrededor de este tubo, antes de llegar a una zona en calma en la que la disolución está poco cargada de cristales y de la que se extrae esta última, antes de volverse a calentar para disolver los cristales más finos (productos finos) y después se reintroduce en la base del aparato; los cristales obtenidos son relativamente grandes (habitualmente de 1 - 2 mm) debido a la eliminación de los productos finos, aunque con una distribución relativamente grande debido a la destrucción mecánica de los cristales por el agitador; además, la puesta en práctica de este agitador presenta diversos inconvenientes, tales como la dificultad de colocación, problema de estanqueidad, necesidad de una vigilancia para detectar un eventual bloqueo.

30 Como se habrá comprendido, los aparatos existentes descritos anteriormente presentan dificultades de diseño y de utilización y/o insuficiencias en cuanto a granulometría y a distribución de esta última.

40 El objetivo de la presente invención es proponer un aparato de cristalización de diseño sencillo y que permita obtener cristales cuya granulometría pueda regularse a voluntad, con una dispersión estrecha de la granulometría.

Para ello, el aparato según la invención comprende:

- 45 - una primera y una segunda cámaras destinadas a recibir dicha disolución que va a tratarse,
- medios para mantener al menos una parte de esta disolución en un estado de sobresaturación para inducir en ella la formación de partículas cristalinas del soluto,
- 50 - medios para garantizar una circulación de dicha disolución de la primera cámara a la segunda cámara para mantener en suspensión dichas partículas cristalinas,
- medios para aislar, en el interior de la segunda cámara, en al menos una zona en calma en comunicación con esta última, una parte de la disolución destinada a estar presente en esta segunda cámara,
- 55 - un primer circuito para extraer selectivamente de dicha zona en calma, una primera corriente de líquido que comprende partículas cristalinas de soluto de menor dimensión y para hacer recircular esta primera corriente en la primera cámara, y
- 60 - un segundo circuito para extraer selectivamente de la segunda cámara, una segunda corriente de líquido que comprende partículas cristalinas de soluto de mayor dimensión, y para llevar esta segunda corriente a la primera cámara, desembocando el extremo aguas abajo del primer circuito en el segundo circuito con objeto de que las corrientes de líquido primera y segunda se hagan fluir en el mismo sentido en dicho segundo circuito.

65 Los medios para garantizar la circulación de la disolución de la primera cámara a la segunda cámara comprenden una bomba de circulación dispuesta en el primer circuito.

Se comprenderá fácilmente que el segundo circuito, es decir, el seguido por la corriente líquida que contiene las partículas cristalinas (cristales) más grandes, no necesita la puesta en práctica de una bomba de circulación dado que esta corriente será arrastrada hacia la primera cámara por el efecto de la primera corriente que circula en el primer circuito.

Debido a la ausencia de esta bomba, los cristales grandes no se someterán a ninguna sollicitación mecánica que los reduzca a cristales más finos, de manera que es posible obtener cristales relativamente grandes con una distribución estrecha de la granulometría.

Según un modo de realización, la parte de extremo aguas abajo del primer circuito está dispuesta de manera sensiblemente concéntrica en el segundo circuito; esta disposición conduce a una aspiración y por tanto a un arrastre de la corriente que comprende los cristales grandes, con un mínimo de turbulencia, lo que elimina el riesgo de destrucción de estos cristales grandes.

Los medios para mantener la disolución en un estado de sobresaturación comprenden preferiblemente un dispositivo de recalentamiento de la primera corriente de líquido, dispuesto en dicho primer circuito, y una salida de vapor, prevista en la segunda cámara; en este caso, el dispositivo de recalentamiento puede comprender un intercambiador de calor indirecto que comprende un circuito para un fluido caloportador y un circuito para un fluido que va a recalentarse, constituyendo este último circuito una parte de dicho primer circuito.

Debe observarse que cuando el aparato según la invención está destinado a la cristalización de un soluto contenido en una disolución que comprende una mezcla que es el sitio de una reacción exotérmica, los medios para mantener la disolución en un estado de sobresaturación comprenden el calor desprendido por esta reacción; a modo de ejemplo de una disolución de este tipo, puede citarse una mezcla de ácido sulfúrico y de amoníaco para la obtención de sulfato de amonio.

Como se sabe, la formación de cristales del soluto es la consecuencia de la desaturación resultante o bien del depósito de soluto sobre cristales existentes lo que conduce a cristales grandes, o bien de la formación de nuevos cristales de soluto (simientes) de granulometría pequeña (productos finos).

Se comprenderá fácilmente que si se desean cristales grandes de soluto, conviene en todo lo posible evitar la formación de productos finos o eliminarlos.

Por tanto, según un modo de realización particular, el aparato según la invención puede comprender un tercer circuito para eliminar partículas cristalinas de una granulometría dada, preferiblemente las más pequeñas entre las partículas cristalinas presentes en la primera corriente de líquido o en la zona en calma o en una de las zonas en calma de la segunda cámara.

Este tercer circuito puede comprender un separador sólido-líquido dispuesto en el primer circuito, para formar una tercera corriente de líquido que contiene dichas partículas cristalinas de granulometría dada, y medios de calentamiento de esta tercera corriente para disolver dichas partículas cristalinas, terminándose este tercer circuito en el primer circuito.

Según una variante, dicho tercer circuito nace en la zona en calma o en una de las zonas en calma de la segunda cámara para extraer de ella dichas partículas cristalinas de granulometría dada en forma de una corriente de líquido, comprende medios de calentamiento de esta corriente para disolver dichas partículas cristalinas y se termina en el primer circuito.

Según un modo de realización, el aparato según la invención está caracterizado porque la segunda cámara comprende una pared lateral cilíndrica sensiblemente vertical y está cerrada por una pared de extremo superior y una pared de extremo inferior, porque la primera cámara comprende una parte tubular que se extiende de manera sensiblemente concéntrica en el interior de la segunda cámara atravesando la pared de extremo inferior de esta última, y porque dichos medios para aislar al menos una parte de la disolución en la segunda cámara comprenden una división que nace en la pared lateral cilíndrica de la segunda cámara a lo largo de al menos una parte de esta última, se extiende de manera sensiblemente radial hacia el interior de esta cámara, a continuación se prolonga en dirección de la primera cámara de manera sensiblemente paralela a la parte tubular de esta última, para definir de este modo dicha zona en calma con dicha pared lateral cilíndrica.

En el marco del modo de realización anterior, el segundo circuito comprende un conducto que nace en la segunda cámara en la proximidad de la zona en la que la pared de extremo inferior de esta segunda cámara se atraviesa por la parte tubular de la primera cámara, terminándose dicho segundo circuito en esta última; en este mismo aparato, la primera cámara comprende en su parte inferior una zona destinada a recibir dichas partículas cristalinas de mayor dimensión, estando dotada esta zona de una salida para estas partículas.

## ES 2 388 363 T3

La invención va a describirse ahora de manera más detallada en referencia a un modo de realización particular dado únicamente a modo de ilustración y representado en el dibujo adjunto en el que:

5 - la figura 1 es una sección vertical esquemática del aparato de cristalización, y

- la figura 2 es una sección transversal según la línea II-II de la figura 1.

Las figuras mencionadas muestran un aparato de cristalización que comprende una cámara 1 superior que corona una cámara 2 inferior.

10 La cámara 1 superior comprende una parte 3 inferior troncocónica cuya base superior grande está unida a una pared 4 cilíndrica vertical cerrada por su extremo superior por una superficie 5 de extremo superior dotada de una salida 5a de vapor.

15 La cámara 2 inferior comprende por su parte una pared 6 lateral sensiblemente vertical y cilíndrica terminada por su base mediante una parte 7 troncocónica cuya base inferior pequeña se prolonga hacia abajo mediante una parte 8 cilíndrica cerrada por su parte inferior y dotada, en la proximidad de este cierre, de una salida 9 de líquido muy cargado de cristales grandes.

20 La superficie 6 está unida por su parte superior a la base pequeña de la parte 3 troncocónica, antes de prolongarse mediante una superficie 6a troncocónica cuya base pequeña se termina mediante un tubo 10 vertical dispuesto de manera sensiblemente concéntrica en el interior de la cámara 1.

25 La altura de este tubo 10 se elige para que su extremo superior esté situado a cierta distancia por debajo del nivel de la disolución destinada a tratarse en el aparato.

Por otro lado, una división 11 cilíndrica se dispone de manera concéntrica en la cámara 1 y alrededor del tubo 10; esta división 11 está unida por su borde 12 periférico superior a la pared 4 lateral mediante una superficie 13 inclinada ascendente.

30 Debe observarse que el borde 14 periférico inferior de la división 11 está a una distancia suficiente del extremo inferior de la cámara 1 para que la zona 15 definida entre dicha división 11, la pared 4 lateral y la superficie 13 inclinada sea una zona en calma no perturbada por las turbulencias que existen en el exterior de esta misma zona 15.

35 La pared 4 lateral está dotada, al nivel de la zona 15, de una salida 16 del líquido unida a la aspiración 17 de una bomba 18 cuya descarga 19 se comunica con la entrada del circuito de fluido que va a recalentarse de un intercambiador 20 de calor indirecto, cuyo circuito de fluido caloportador (vapor de agua, por ejemplo) comprende una llegada 21 y una salida 22.

40 La salida del circuito de fluido recalentado del intercambiador 20 está unida a una tubería 23 destinada a llevar el fluido recalentado procedente del intercambiador 20 a la cámara 2.

45 Según una característica esencial de la invención, la parte 3 troncocónica está dotada de una salida 24 que se comunica con el interior de la cámara 2 por un conducto 25.

La tubería 23 desemboca en el conducto 25 con objeto de que su extremo 26 aguas abajo se disponga de manera concéntrica en este conducto 25 y que el flujo del fluido en este último se realice hacia la cámara 2.

50 El aparato descrito de este modo se completa mediante una llegada 27 de disolución que va a tratarse, estando ésta situada aguas arriba del intercambiador 20.

El funcionamiento de este aparato es el siguiente.

55 La disolución que va a tratarse, es decir de la que se desea cristalizar el soluto, se introduce en el aparato por la llegada 27 para alcanzar el nivel deseado en la cámara 1, estando la bomba 18 en funcionamiento; la concentración de soluto de esta disolución dependerá evidentemente de la naturaleza del soluto y se elige para que dicha disolución esté próxima a la saturación.

60 Evidentemente, el nivel en la cámara 1 ahora es sensiblemente constante durante todo el tiempo que duran las operaciones de cristalización regulando por ejemplo el caudal de disolución nueva que se lleva por la llegada 27 o extrayendo aguas madre en cualquier punto de la instalación.

65 El intercambiador 20 de calor se pone en funcionamiento por su parte en cuanto se alcanza el nivel. Este intercambiador se regula para evaporar suficiente líquido con el fin de lograr la sobresaturación de al menos una

parte de la disolución; cuando es apropiado, esta evaporación puede facilitarse conectando la salida 5a de vapor a una fuente de vacío.

5 En estas condiciones, existe formación de simientes o, si ya están presentes cristales pequeños en la disolución, crecimiento de estos últimos.

10 La velocidad de flujo en las cámaras 1 y 2 se regula, por medio de la bomba 18 que es preferiblemente de caudal variable, para que los cristales y simientes formados se mantengan en suspensión y que solo las simientes y los cristales que tengan una granulometría igual o inferior a un valor umbral se lleven hasta la salida 16 a partir de la que se evacuan de la zona 15.

De hecho, en esta zona, las partículas cristalinas se distribuyen según un gradiente de la granulometría, situándose las partículas más finas en la parte más alta.

15 El líquido claro, es decir, relativamente poco cargado de partículas finas, procedente de la salida 16 se lleva a continuación por el efecto de la bomba 18 al intercambiador 20 en el que se lleva a una temperatura apropiada antes de introducirse en la cámara 1 a través de los elementos 23, 25 y 26.

20 Durante su desplazamiento en la cámara 2, el tubo 10, la cámara 1 y la zona 15, y después su retorno hacia la cámara 2, las simientes y las partículas cristalinas crecen y efectúan este ciclo hasta alcanzar un tamaño suficiente a partir del cual las partículas cristalinas grandes formadas de este modo se agrupan en la base de la cámara 1 a partir de la cual se evacuan por la salida 24 hacia la cámara 2 por el efecto de aspiración/arrastre del líquido que fluye en el extremo 26 aguas abajo del tubo 23.

25 Debe observarse que las dimensiones relativas de los conductos 23, 24, 26 son tales que los cristales pueden evacuarse sin dificultad de la cámara 1.

30 Dado que estas partículas cristalinas grandes no están sometidas a ninguna sollicitación mecánica, no experimentan ninguna rotura/desintegración y se agrupan enteras en la parte 8 cilíndrica de la que se extraen por la salida 9.

Según otra característica de la invención, si se desean partículas cristalinas de granulometría aún más elevada, se prevé un separador 28 sólido-líquido entre la salida 16 y la aspiración 17 de la bomba 18.

35 La fracción de líquido menos cargada de partículas cristalinas sigue su recorrido hasta la bomba 18.

40 En cuanto a la fracción del líquido más cargada de partículas cristalinas (que suele representar aproximadamente de 1/10 a 1/15 del líquido que entra en el separador), se lleva mediante una bomba 29 de circulación a un intercambiador 30 de calor en el que se lleva a una temperatura suficiente para disolver dichas partículas cristalinas, antes de llevarse por el conducto 31 a la tubería 23.

45 En estas condiciones, durante la desaturación, el soluto se deposita no en los cristales más finos (productos finos), sino en partículas cristalinas más grandes, lo que conduce a la obtención final de cristales grandes.

Según una variante, se omite el separador 28 y la aspiración de la bomba 29 se conecta directamente a la zona 15 en calma, preferiblemente a distancia de la salida 16.

50 Según otra variante, sería posible prever al menos otro circuito externo a las cámaras 1 y 2, de la misma estructura que el circuito 16-17-18-19-20-23-26 pero que nazca en otro punto de la zona 15 en calma y que se termine en un circuito idéntico al circuito 24-25 que nace por su parte en la base de la cámara 1 a distancia de la salida 24.

Las ventajas de la presente invención son múltiples:

- posibilidad de obtener una distribución estrecha de la granulometría de los cristales,
- 55 - posibilidad de modificar a voluntad el tamaño de los cristales jugando con la eliminación de los productos finos, conduciendo la ausencia de una eliminación de este tipo a cristales más pequeños que los obtenidos por la eliminación de los productos finos,
- en caso de formación de bloques de soluto en la superficie interna de la pared 4 lateral cilíndrica de la cámara 2 superior, estos bloques cuando se desprenden no pueden caer en la parte 8 cilíndrica inferior de la cámara 1 inferior y bloquear la extracción de los cristales,
- 60 - la tecnología según la invención puede utilizarse para capacidades pequeñas y grandes,

## ES 2 388 363 T3

- facilidad de extrapolación a partir de ensayos piloto, dado que la circulación del líquido y de las partículas cristalinas es “casi lineal” en ausencia de agitador (como en el caso del DTB),
- 5 - posibilidad de utilizar el aparato o bien como un cristizador de circulación forzada (ausencia de destrucción de los productos finos), o bien como un cristizador del tipo DTB (con destrucción de los productos finos) con obtención de cristales de gran tamaño,
- 10 - el aparato puede utilizarse como un reactor-cristalizador (caso en el que la disolución es una mezcla de reacción cuyo producto debe cristalizarse), como un separador-cristalizador (caso en el que se busca una purificación) o como un simple cristizador (caso en el que se busca un soluto en forma de cristales).

**REIVINDICACIONES**

1. Aparato de cristalización del soluto contenido en una disolución que va a tratarse caracterizado porque comprende:
  - 5 - unas cámaras (2, 1) primera y segunda destinadas a recibir dicha disolución que va a tratarse,
  - medios (20) para mantener al menos una parte de esta disolución en un estado de sobresaturación para inducir en ella la formación de partículas cristalinas del soluto,
  - 10 - medios para garantizar una circulación de dicha disolución de la primera cámara a la segunda cámara para mantener en suspensión dichas partículas cristalinas,
  - medios (11, 13) para aislar, en el interior de la segunda cámara, en al menos una zona (15) en calma en comunicación con esta última, una parte de la disolución destinada a estar presente en esta segunda cámara,
  - 15 - un primer circuito (16, 17, 18, 19, 20, 23, 26, 25) para extraer selectivamente de dicha zona en calma, una primera corriente de líquido que comprende partículas cristalinas de soluto de menor dimensión y para hacer recircular esta primera corriente en la primera cámara, y
  - 20 - un segundo circuito (24, 25) para extraer selectivamente de la segunda cámara, una segunda corriente de líquido que comprende partículas cristalinas de soluto de mayor dimensión, y para llevar esta segunda corriente a la primera cámara,
  - 25 desembocando el extremo (26) aguas abajo del primer circuito en el segundo circuito con objeto de que las corrientes de líquido primera y segunda se hagan fluir en el mismo sentido en dicho segundo circuito, y comprendiendo dichos medios para garantizar la circulación de la disolución de la primera cámara a la segunda cámara una bomba (18) de circulación dispuesta en el primer circuito.
  - 30
2. Aparato según la reivindicación 1, caracterizado porque la parte de extremo (26) aguas abajo del primer circuito está dispuesta aproximadamente concéntricamente en el segundo circuito.
3. Aparato según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque los medios para mantener la disolución en un estado de sobresaturación comprenden un dispositivo de recalentamiento de la primera corriente de líquido, dispuesto en dicho primer circuito, y una salida (5a) de vapor, prevista en la segunda cámara.
- 35
4. Aparato según la reivindicación 3, caracterizado porque el dispositivo de recalentamiento comprende un intercambiador (20) de calor indirecto que comprende un circuito para un fluido (21, 22) caloportador y un circuito para un fluido que va a recalentarse, constituyendo este último circuito una parte de dicho primer circuito.
- 40
5. Aparato según la reivindicación 3, para la cristalización de un soluto contenido en una disolución que comprende una mezcla que es el sitio de una reacción exotérmica, caracterizado porque los medios para mantener la disolución en un estado de sobresaturación comprenden el calor desprendido por esta reacción.
- 45
6. Aparato según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque comprende un tercer circuito para eliminar partículas cristalinas de una granulometría dada, preferiblemente las más pequeñas, entre las partículas cristalinas presentes en la primera corriente de líquido o en la zona en calma o una de las zonas en calma de la segunda cámara.
- 50
7. Aparato según la reivindicación 6, caracterizado porque dicho tercer circuito comprende un separador (28) sólido-líquido dispuesto en el primer circuito, para formar una tercera corriente de líquido que contiene dichas partículas cristalinas de granulometría dada, y medios (30) de calentamiento de esta tercera corriente para disolver dichas partículas cristalinas, terminándose este tercer circuito en el primer circuito.
- 55
8. Aparato según la reivindicación 6, caracterizado porque dicho tercer circuito nace en la zona en calma o en una de las zonas en calma de la segunda cámara para extraer de ella dichas partículas cristalinas de granulometría dada en forma de una corriente de líquido, comprende medios de calentamiento de esta corriente para disolver dichas partículas cristalinas y se termina en el primer circuito.
- 60
9. Aparato según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque la segunda cámara (1) comprende una pared (4) lateral cilíndrica sensiblemente vertical y está cerrada por una pared (5) de extremo superior y una pared (6a) de extremo inferior, porque la primera cámara (2) comprende una parte
- 65

- 5 (10) tubular que se extiende de manera sensiblemente concéntrica en el interior de la segunda cámara atravesando la pared (6a) de extremo inferior de esta última, y porque dichos medios para aislar al menos una parte de la disolución en la segunda cámara comprenden una división (11, 13) que nace en la pared (4) lateral cilíndrica de la segunda cámara a lo largo de al menos una parte de esta última, se extiende de manera sensiblemente radial hacia el interior de esta cámara, a continuación se prolonga en dirección de la primera cámara de manera sensiblemente paralela a la parte (10) tubular de esta última, para definir de este modo dicha zona en calma con dicha pared lateral cilíndrica.
- 10 10. Aparato según la reivindicación 9, caracterizado porque el segundo circuito comprende un conducto (24, 25) que nace en la segunda cámara (1) en la proximidad de la zona en la que la pared (6a) de extremo inferior de esta segunda cámara se atraviesa por la parte (10) tubular de la primera cámara (2), terminándose dicho segundo circuito en esta última.
- 15 11. Aparato según la reivindicación 9 ó 10, caracterizado porque la primera cámara comprende en su parte inferior una zona (8) destinada a recibir dichas partículas cristalinas de mayor dimensión, estando dotada esta zona de una salida (9) para estas partículas.

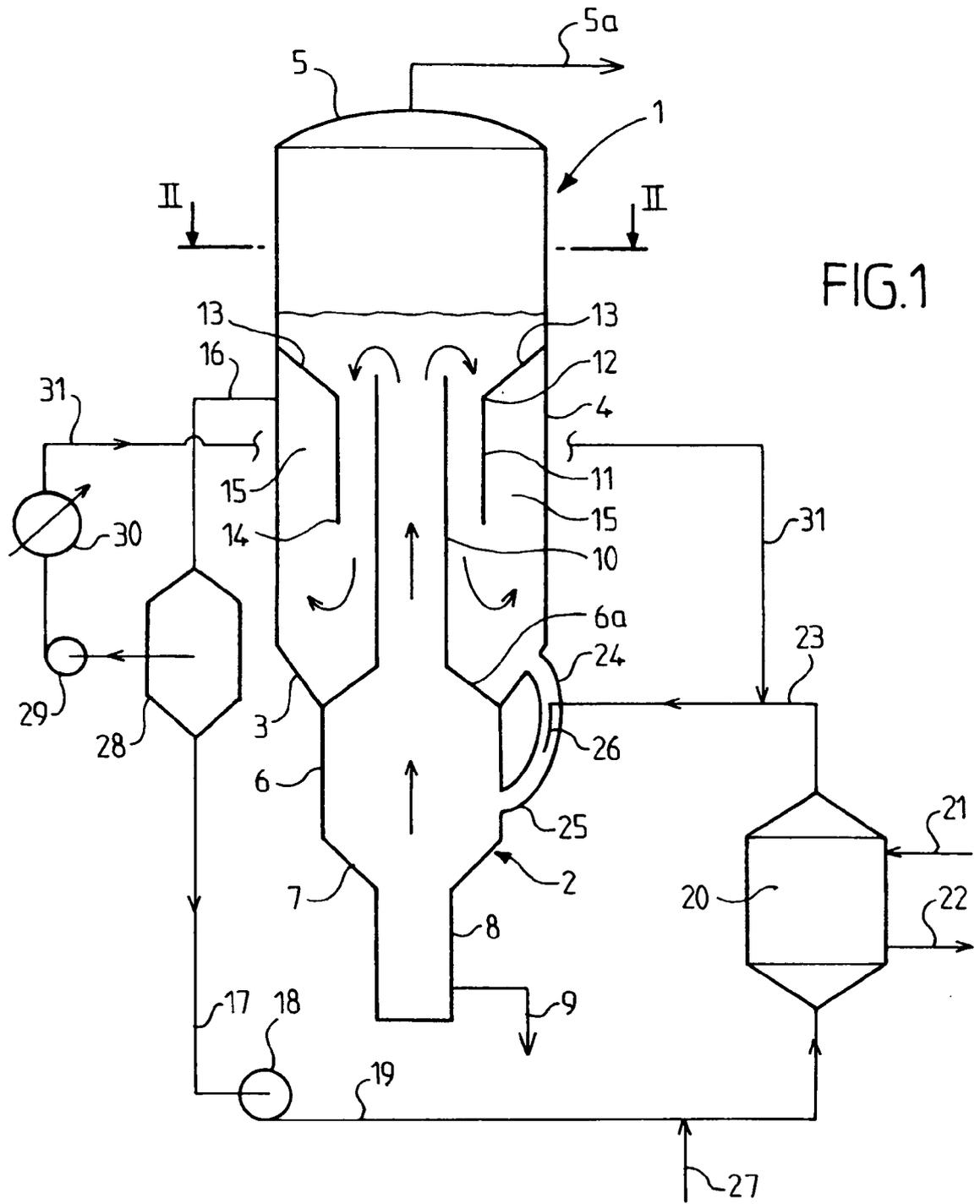


FIG. 1

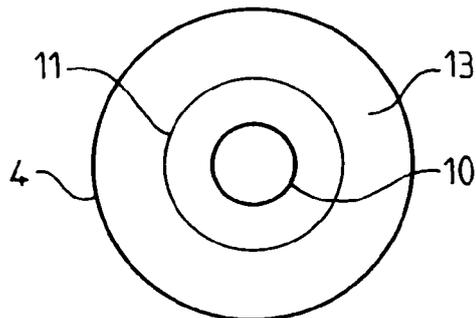


FIG. 2