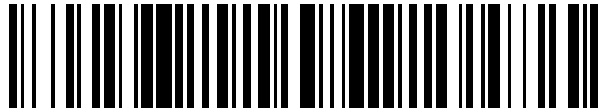


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 454 868**

51 Int. Cl.:

**B01D 9/00**

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.03.2012 E 12162017 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.02.2014 EP 2505243**

54 Título: **Aparato de cristalización**

30 Prioridad:

**31.03.2011 GB 201105421**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**11.04.2014**

73 Titular/es:

**HAIFA CHEMICALS LTD (100.0%)**

**Haifa Bay P.O. Box 10809**

**26120 Haifa, IL**

72 Inventor/es:

**MIZRAHI, YOSEF**

74 Agente/Representante:

**LAZCANO GAINZA, Jesús**

**ES 2 454 868 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

## 5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a un reactor químico de múltiples funciones, particularmente, la presente invención es acerca de una unidad de cristalización trifásica para proporcionar cristales altamente uniformes.

## 10 Antecedentes de la invención

Descripción de la técnica anterior

15 Los métodos y aparatos para la cristalización de las sales de la solución son bien conocidos en la industria de procesos químicos y han sido el objeto de varias patentes. Bennett y otros en la patente de Estados Unidos 3,873,275 y en la patente de Estados Unidos 3,961,904 describen varias configuraciones del cristizador, cada una que implementa un recipiente agitado de tubo de aspiración deflectado (DTB) para mejorar el tamaño del cristal. El cristizador de DTB inventado por Bennett y otros se ha implementado comercialmente en numerosas plantas industriales para la cristalización controlada de varias sales. Este cristizador de DTB esencialmente forma un sistema bifásico, una fase líquida, una solución saturada y una fase sólida, que son los cristales.

20 Se describieron los métodos para la producción de una sal (denominada como MY) y un ácido (denominado como HX) de una sal (denominada como MX) y un ácido (denominado como HY) en una reacción de doble descomposición I (ver a continuación). Más particularmente la producción de nitrato de potasio a partir de KCl y ácido nítrico, mediante la extracción por disolvente se ha aplicado en varias plantas de producción y se ha descrito en varias descripciones: patente de Estados Unidos 2,894,813 de Baniel y otros; patente de Estados Unidos 4,364,914 y patente de Estados Unidos 4,378,342 por Manor y otros; y patente de Estados Unidos 4,668,495 de Portela y otros. En términos generalizados, las reacciones que tienen lugar en tales plantas de producción es como sigue:



35 En la técnica anterior, las reacciones (I) y (II) se llevan a cabo en uno o varios recipientes agitados en serie. Los reactivos se mezclan con un disolvente y un poco de solución acuosa reciclada, que producen una corriente trifásica que está alimentando a un decantador para la separación del disolvente cargado; el licor madre; y el producto. El régimen hidrodinámico en estos recipientes agitados está mal definido y se controla lejos de las condiciones hidrodinámicas clásicas necesarias para la cristalización adecuada, por consiguiente los cristales de producto son pequeños y mal definidos.

40 Un método para la cristalización de acuerdo con el cual el enfriamiento de una solución saturada se lleva a cabo directamente empleando un líquido volátil se describió en la patente de Estados Unidos 4,452,621 de Patrick y otros

Breve descripción de los dibujos

45 La Fig. 1 es una vista en sección transversal esquemática de un aparato de cristalización de la invención.

Descripción de la invención

50 De acuerdo con la presente invención, un método y aparato para la cristalización de una sal a partir de un sistema trifásico que cuenta con una combinación de una fase acuosa, una fase disolvente y la fase sólida, los cristales. El sistema de la presente invención emplea e integra el método cristizador de DTB inventado por Bennett y otros referido anteriormente, en un nuevo y único aparato para llevar a cabo de forma simultánea: reacción; cristalización; extracción por disolvente, decantación y transferencia de calor directa.

55 La presente invención se refiere a un aparato novedoso que cuenta con una combinación única del cristizador de DTB clásico y un decantador trifásico que permiten llevar a cabo la reacción de extracción por disolvente para la producción de cristales grandes, bien definidos. El aparato de acuerdo con la invención implementa un diseño de cristizador unitario para llevar a cabo, simultáneamente, las siguientes operaciones de unidad:

- (1) Una reacción de doble descomposición (I) MX y MY que son sales, HX y HY que son ácidos.  
 (2) Extracción por disolvente del ácido HX producido en la reacción (I) por y el disolvente orgánico parcialmente inmiscible, (II)  
 5 (3) Disolución del reactivo, MX, y cristalización del producto, MY, en condiciones hidrodinámicas de un cristizador de tubo de aspiración deflectado clásico (DTB), para producir cristales que tienen  $D_{50}$  típicamente en el intervalo de 350 a 550 micrones.  
 (4) Eliminación del calor de la reacción y/o calor de la cristalización por el disolvente mencionado en (3) aplicando de este modo los principios de cristalización por enfriamiento directo (DCC).  
 10 (5) Decantación y separación de líquido-líquido-sólido que produce al menos tres corrientes de salida separadas: disolvente cargado, licor madre, y lechada de los cristales de producto.

La presente invención se refiere a un aparato y método novedoso para llevar a cabo de forma simultánea: reacción; cristalización; extracción por disolvente; decantación y enfriamiento directo. El aparato, representado en la Figura 1, cuenta con tres secciones distintas que tienen diferentes funciones y regímenes de flujo:

- La sección inferior **10**, es un cristizador, que incluye un tubo de aspiración (DT) **12**, una hélice coaxialmente giratoria **14**; varios tubos de alimentación **16**, y un deflector cilíndrico (CB) **18**. Cuenta con un régimen de flujo similar a un cristizador de DTB convencional.
- La sección superior **24** que incluye un decantador, que cuenta con un régimen de flujo similar a un decantador convencional. Tiene un diámetro más grande que la sección inferior, y está diseñado para realizar la decantación por gravedad para separar la fase orgánica ligera de las fases acuosa y de cristales.
- Una sección intermedia, de transición **26**, que hace coincidir los dos regímenes de flujo diferentes. Esta incluye un deflector vertical coaxial (CVB) **28** el papel del cual es reducir drásticamente la perturbación del flujo que viene desde abajo, y subsecuentemente su efecto sobre el régimen de flujo gravitacional del decantador, mientras que al mismo tiempo permite el flujo bidireccional entre las dos secciones. Se puede ajustar la separación entre el CVB **28** y la parte superior del DTB. El flujo entre la sección superior y la inferior se controla por el CVB **28**. El CVB separa el flujo de descarga del DT en dos corrientes: una primera descende de nuevo hacia la sección del DT, y la segunda asciende, hasta el decantador. La relación de separación se controla modificando la separación entre el CVB **28** y la parte superior del DT **12**. Esta separación se ajusta moviendo el CVB hacia arriba y hacia abajo en consecuencia, como se muestra por la flecha de doble cabeza **34**.

La sección inferior tiene un régimen hidrodinámico similar al cristizador de DTB convencional. Los reactivos se alimentan a través de los tubos de alimentación **16** preferentemente pero sin limitarse a, la parte inferior del DT **12**. Uno o más tubos de alimentación usados para cada reactivo: - el disolvente; el ácido, HX, la lechada de sal MX, y cualquier corriente reciclada, como el licor madre están alimentando al DT **12**. La mezcla: cristales, licor madre y disolvente, se hacen circular hacia arriba a través del DT **12**. La geometría de esta sección está dictada por consideraciones de diseño del cristizador de DTB bien establecidas, para fluidificar los cristales que mantienen una baja condición de supersaturación que evita la nucleación secundaria.

Adicionalmente, de acuerdo con el método de la presente invención, la geometría de la sección inferior lleva a cabo el requisito de mezclar el disolvente orgánico en régimen hidrodinámico controlado para alcanzar la dispersión bien definida, preferentemente de a/a (aceite en agua), sin limitarse a, tomando en consideración y optimizando la transferencia de masa y los requisitos de desacoplamiento de fase rápido y completo.

La lechada con los cristales gruesos se descargan a través de una salida **38** en la parte inferior, mientras que la salmuera con cristales finos se extraen a través del CB en la misma forma que en un cristizador de DTB convencional. El arreglo general sin embargo se diferencia de un decantador convencional. La alimentación fluye hacia arriba, las fases pesadas separadas (salmuera y cristales) fluyen hacia abajo. La fase ligera separada en la parte superior de la sección superior se descarga sobre un rebosadero de desbordamiento nivelado convencional **42**. El disolvente pobre se alimenta a través de uno o varios tubos de alimentación tal como el tubo de alimentación **16**, en la sección inferior. Se calcula después a través del DT preferentemente como una dispersión de a/a. Una fracción de la dispersión, como la controlada por el CVB **28** fluye hasta el decantador. En el decantador la dispersión se desacopla produciendo una capa de disolvente cargado clara que flota por encima y sobre el rebosadero **42** en la parte superior, mientras que la fase acuosa y los cristales descienden por la gravitación regresando a la sección inferior. El motor **48** acciona la hélice **14** del eje giratorio **50**. En otras modalidades el motor se puede localizar por debajo del cristizador, el torque proporcionado por un eje que conecta el motor a la hélice.

El aparato y los métodos de la presente invención se pueden usar para mejorar la cristalización de una variedad de

5 aplicaciones de procesos de extracción por disolvente y cristalización sin limitarse a la reacción de doble descomposición mencionada anteriormente combinada con la extracción por disolvente de uno de los productos. El aparato novedoso se puede aplicar para implementar simultáneamente todas o algunas operaciones de unidades de (1) a (5) resumidas anteriormente. El aparato de la presente invención se puede aplicar para la cristalización de enfriamiento directa de una sal a partir de una solución saturada que usa un disolvente parcialmente inmiscible para la eliminación de calor, como, sin limitarse a, la cristalización de nitrato de potasio a partir de la solución rica en nitrato de potasio mediante la cristalización de enfriamiento directa con un disolvente inerte, parcialmente inmiscible como, sin limitarse a, una parafina molecular alta. En un aspecto adicional de la invención, el aparato de acuerdo con la presente invención se puede aplicar para la implementación de cualquier reacción, combinada con la cristalización y extracción por disolvente que usa cualquier disolvente parcialmente inmiscible para impulsar el proceso de reacción-cristalización. Ejemplos de tales disolventes son las parafinas, hidrocarburos, alcoholes, cetonas, éteres, ésteres, intercambiador de iones catiónicos líquido o intercambiador de iones aniónicos líquido o una mezcla de ellos.

10 De acuerdo con la presente invención varias diferentes características estructurales de arreglo de deflectores internos son aplicables, para realizar el método novedoso y único de esta invención.

#### Ejemplos de procesos reales

20 Ejemplo 1: Se llevó a cabo la fabricación a escala piloto usando un reactor en lo que constituye una modalidad de la presente invención para la producción de nitrato de potasio. El proceso de acuerdo con la presente invención se aplicó para llevar a cabo la reacción, extracción por disolvente, y cristalización de nitrato de potasio, simultáneamente en el mismo reactor.

25 El cloruro de potasio, ácido nítrico al 60% y disolvente pobre alimentaron al DT. El cristizador tenía un DT de diámetro de 650 mm con una turbina a dos aguas que gira a 160 RPM.

El cristizador funciona de forma continua en estado estacionario durante 24 horas, produciendo cristales de nitrato de potasio con D50 de 390 micrones.

30 Como una comparación, los cristales de unos reactores mezclados en serie convencionales que funcionan en la misma composición y temperatura de flujo tenían un D50 de 280 micrones.

35 Ejemplo 2: Un reactor fabricado de acuerdo con la presente invención, se aplicó a una escala industrial para la producción de nitrato de potasio. El proceso de acuerdo con la presente invención se llevó a cabo para implementar una reacción, la extracción por disolvente, y la cristalización obteniendo al mismo tiempo nitrato de potasio. El cloruro de potasio, ácido nítrico al 60% y disolvente pobre alimentaron al DT. El cristizador tenía un DT de diámetro de 1850 mm con una turbina a dos aguas que gira de 55 a 65 RPM.

40 El cristizador funcionó de forma continua en estado estacionario durante 24 horas produciendo cristales de nitrato de potasio con D50 de 450 micrones.

45 Ejemplo 3: Un reactor fabricado de acuerdo con la presente invención, se aplicó a una escala industrial para la cristalización por enfriamiento de nitrato de potasio a partir de una salmuera rica en nitrato de potasio. La salmuera, la fase pesada, se mezcló en el reactor con un disolvente frío, la fase ligera, produciendo cristales de nitrato de potasio con D50 de 520 micrones.

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Un aparato de reacción - cristalización para llevar a cabo la reacción y/o extracción por disolvente y/o cristalización de sales solubles, dicho aparato que comprende:
- 10 • una sección superior que tiene una parte superior y un decantador, dicho decantador que comprende
- un recipiente vertical que tiene un rebosadero horizontal en la parte superior de dicha sección superior;
  - una salida en la parte superior de dicha sección superior para eliminar una fase ligera en la parte superior del decantador;
- 15 • una sección inferior, que incluye un cristizador, que incluye:
- tubo de aspiración coaxial
  - al menos un tubo de alimentación;
  - un agitador localizado dentro del dicho tubo de alimentación
  - al menos una salida en la parte inferior para la eliminación de la lechada del cristal; el aparato que está **caracterizado por** que comprende
- 20 • una sección intermedia intercalada entre la sección inferior y la sección superior de manera que las secciones están en comunicación de fluidos, y que incluye al menos un deflector vertical coaxial, habiendo una separación entre el tubo de aspiración y el deflector vertical coaxial, el aparato que se adapta de manera que, en uso, la separación es ajustable moviendo dicho deflector vertical hacia arriba y hacia abajo.
- 25 2. Un proceso para producir cristales usando el aparato como en la reivindicación 1, en donde al menos dos fases líquidas y al menos una fase sólida se mezclan para formar una mezcla para llevar a cabo: una reacción y una extracción por disolvente, para formar al menos una fase de cristal, una fase pesada y una fase ligera, el proceso que comprende:
- 30 • extraer una porción de la fase ligera a partir de la mezcla;
- descargar desde la sección superior al menos una porción de la fase ligera, y
  - descargar desde la sección inferior, los cristales formados en el aparato; y una porción de dicha fase pesada.
- 35 3. Un proceso como en la reivindicación 2, en donde el calor de reacción, calor de cristalización, y el calor de enfriamiento se elimina mediante la fase ligera, dicho proceso que comprende:
- mezclar al menos dos fases, una ligera y la otra pesada; en donde la temperatura de la fase ligera es más baja que la temperatura de dicha fase pesada;
  - formar al menos una fase de cristal sólida y dos fases líquidas;
  - descargar una porción de la fase ligera que está en la sección superior, y
  - descargar los cristales y una porción de dicha fase pesada que están en la sección inferior.
- 40

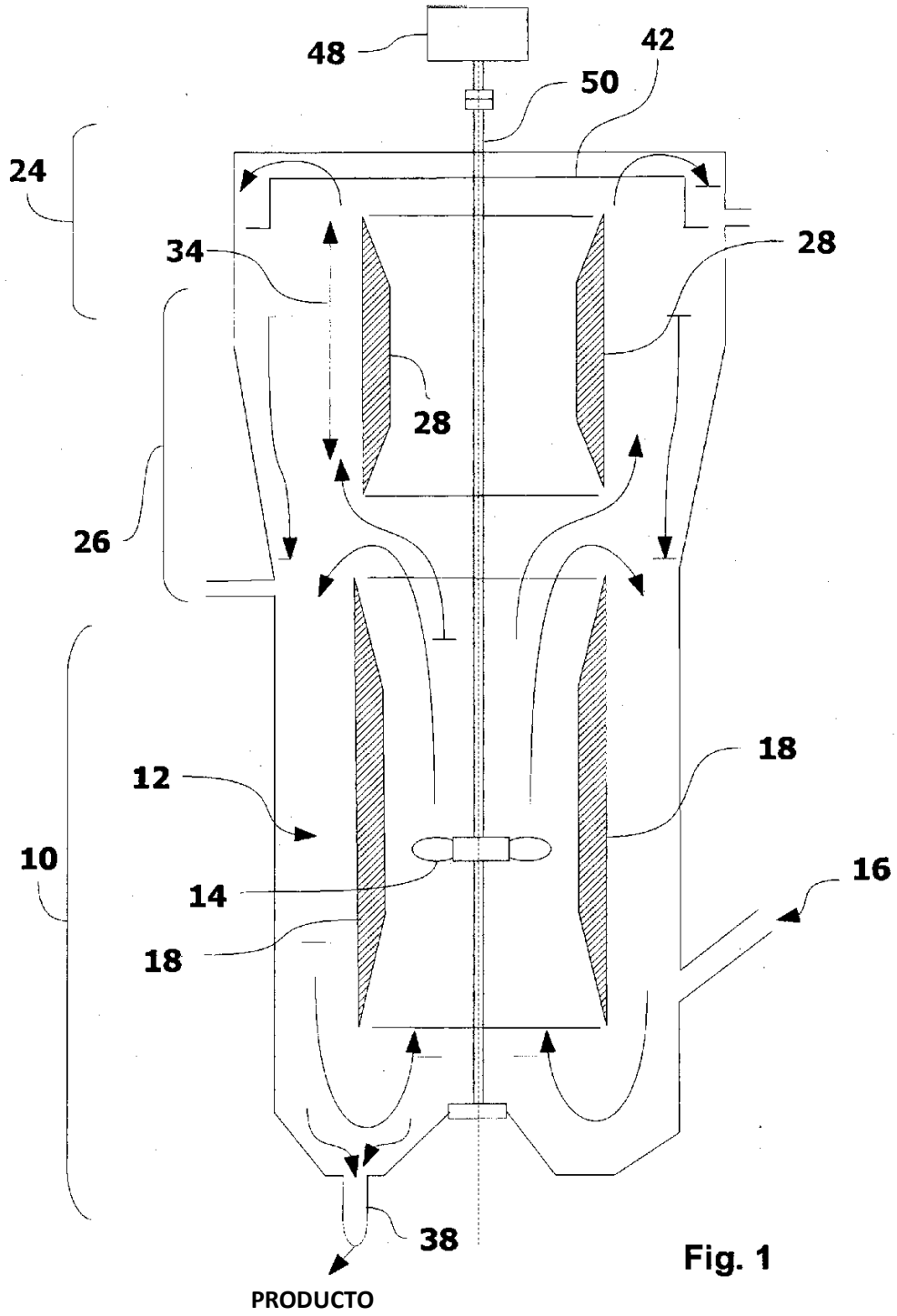


Fig. 1