

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 609 477**

51 Int. Cl.:

C01C 1/248 (2006.01)

B01D 9/00 (2006.01)

C05C 3/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.11.2013 PCT/EP2013/075087**

87 Fecha y número de publicación internacional: **12.06.2014 WO14086676**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.11.2013 E 13799026 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.10.2016 EP 2928828**

54 Título: **Procedimiento y aparato para producir cristales de sulfato de amonio**

30 Prioridad:

06.12.2012 EP 12195812

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

20.04.2017

73 Titular/es:

**CAP III B.V. (100.0%)
Poststraat 1
6135 KR Sittard, NL**

72 Inventor/es:

**TINGE, JOHAN THOMAS;
EKKELENKAMP, GEERT;
DEBEIJ, JOHANNES ELISABETH PIERRE;
GEERTMAN, ROBERT y
YSACKER VAN, PETER**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 609 477 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

Procedimiento y aparato para producir cristales de sulfato de amonio

5 La invención se refiere a un procedimiento para preparar cristales de sulfato de amonio.

10 El sulfato de amonio es útil como fertilizante, por ejemplo, para su uso en agricultura, horticultura o silvicultura. A menudo se aplica como material cristalino. Los cristales de sulfato de amonio para este uso se clasifican de acuerdo con el tamaño de cristal. En general, los cristales grandes son más fáciles de manipular. Además, los cristales de una distribución de tamaño determinada, de un tamaño de cristal promedio relativamente grande, pueden usarse en combinaciones fertilizantes comercialmente valiosas y son, por tanto, económicamente más valiosos que los cristales pequeños. Sin embargo, es deseable producir sulfato de amonio de diferentes grados, para diferentes aplicaciones.

15 Los cristales de sulfato de amonio pueden obtenerse sometiendo una solución de sulfato de amonio a cristalización y sometiendo la suspensión resultante de cristales de sulfato de amonio a una etapa de clasificación por tamaño. Los cristales grandes se desean generalmente como producto para un uso adicional, en concreto para su uso como fertilizante.

20 La cristalización por evaporación normalmente implica aporte térmico para evaporar el disolvente y concentrar la solución restante. Con la finalidad de reducir el consumo de vapor necesario para la cristalización evaporativa en la producción de cristales de cloruro de sodio a partir de soluciones acuosas de cloruro de sodio, por ejemplo, una serie de cristalizadores están, en general, integrados con respecto al aporte térmico (véase, por ejemplo, el documento de I. Kristjansson, *Geothermics*, 21 (1992); págs. 765-771). Esto comúnmente se realiza por circulación de vapor a una temperatura alta al primer cristizador en una serie. El vapor resultante de temperatura inferior se utiliza para calentar el siguiente cristizador y así sucesivamente. Esto significa que una serie de cristalizadores funciona a temperaturas descendentes. El tamaño y las condiciones de los cristalizadores se optimizan para esta disposición de calentamiento. El documento GB748572 describe un procedimiento para la evaporación en múltiples fases de líquidos que depositan sal a fin de evitar incrustaciones. Sin embargo, no se describe ningún producto específico aparte de la solución de sal o celulosa/aguas de desecho.

30 El documento US 3,530,924 describe un procedimiento de cristalización llevado a cabo en una pluralidad de unidades sucesivas que incluyen una cámara de cristalización vertical que se comunica al extremo inferior de la misma con una cámara de separación vertical, en la que una suspensión de cristales en una solución cristalizable se introduce en la cámara de cristalización de cada unidad mientras un fluido se introduce en dirección ascendente a través de la cámara de separación para fluir desde ahí a la cámara de cristalización de manera que los cristales que crecen en esta última y los cristales nuevos que se forman en su interior descenderán a la cámara de separación en contracorriente al fluido que asciende en su interior.

40 El documento W02009/077346 describe un procedimiento para separar partículas finas de sulfato de amonio de una suspensión de cristales del tamaño deseado mediante el uso de un espesante de lavado. La solución de la que se separan los cristales se usa en el espesante de lavado.

45 Durante el funcionamiento convencional de un cristizador evaporativo, las impurezas llegan a concentrarse en la solución. Por consiguiente, se emplea una purga, mediante la que la solución, continua o periódicamente, se descarga del cristizador. En una serie convencional de secciones de cristalización, cada sección de cristalización funciona en la misma concentración de impurezas. Puesto que las impurezas de los cristales producidos es proporcional a las purzas de la solución en la que crecen, los cristales de producto de cada sección de cristalización de la serie contienen el mismo nivel de impurezas.

50 El documento DE4314281C1 describe una evaporación en múltiples fases de soluciones acuosas de sulfato de amonio a partir de la producción de caprolactama que implica recirculación de las aguas madre.

55 Sin embargo, es deseable producir mayores grados de pureza del producto cristalino para diferentes aplicaciones. El producto de mayor pureza es más valioso económicamente. Los presentes inventores han descubierto un método de aumentar la pureza de la mayoría de los cristales producidos por una sección de cristalización. De una forma más específica, han descubierto que al introducir un sistema en donde la solución de sulfato de amonio se purga de una sección de cristalización de la serie a otra sección de cristalización en serie, puede reducirse la concentración media de impurezas en la serie de secciones de cristalización. Además, el sistema de purga puede disponerse de manera que la pureza de los cristales producto de todas excepto una de las secciones de cristalización es mucho más elevada que la de la técnica anterior. Una ventaja adicional de la invención es que el rendimiento de cristalización de cristales de sulfato de amonio con una pureza elevada es mayor que el de la técnica anterior. Y además, las ventajas mencionadas anteriormente pueden combinarse.

60 Por consiguiente, la presente invención proporciona un procedimiento continuo para producir cristales de sulfato de amonio, en donde dicho procedimiento comprende:

- 5 i) alimentar a una serie de secciones de cristalización, secciones de cristalización que están integradas térmicamente en serie, una solución de sulfato de amonio;
 ii) cristalizar cristales de sulfato de amonio a partir de dicha solución de sulfato de amonio;
 iii) purgar una fracción de la solución de sulfato de amonio desde cada una de dichas secciones de cristalización;
 iv) descargar cristales de sulfato de amonio desde cada sección de cristalización, caracterizado por que:

una fracción de dicha solución de sulfato de amonio se purga desde al menos una sección de cristalización hasta al menos otra sección de cristalización.

10 La presente invención además proporciona un aparato adecuado para producir cristales de sulfato de amonio, que comprende:

- 15 i) una serie de secciones de cristalización de capacidad de producción de cristales de sulfato de amonio fundamentalmente igual, que se configuran para integrarse térmicamente con respecto al vapor;
 ii) un sistema de suministro de vapor que integra las secciones de cristalización en serie;
 iii) una alimentación de solución de sulfato de amonio; y
 iv) un sistema de eliminación de cristales de sulfato de amonio; caracterizado por que,
 20 al menos una sección de cristalización se conecta mediante una línea de purga a otra sección de cristalización de la serie.

Como se usa en el presente documento, los cristales de sulfato de amonio incluyen impurezas que pueden estar presentes, tal como saben los expertos en la materia.

25 Una sección de cristalización comprende todo el equipo necesario para aceptar una solución de sulfato de amonio y descargar cristales de sulfato de amonio. En su forma más sencilla esto implica un cristizador y una unidad de separación.

30 Una serie de secciones de cristalización, secciones de cristalización que están integradas térmicamente en serie, significa que se aplica calor a la sección de cristalización en un extremo de la serie; el calor después se transfiere, directa o indirectamente, a la siguiente sección de cristalización de la serie; y así sucesivamente hasta la última sección de cristalización de la serie. De esta manera, una única fuente de calor externa se usa para calentar todas las unidades de cristalización de la serie, pero se aplica directamente solo a la primera.

35 Por purga de una fracción de la solución de sulfato de amonio se entiende que una fracción de la solución de sulfato de amonio se descarga de la sección de cristalización. La finalidad de la purga es reducir el contenido de impurezas en la solución de sulfato de amonio, reduciendo también de este modo el contenido de impurezas del sulfato de amonio cristalizado.

40 Una solución de sulfato de amonio consiste únicamente en disolvente, impurezas y sulfato de amonio (puro). Los cristales de sulfato de amonio consisten únicamente en impurezas y sulfato de amonio (puro).

45 El factor de separación es la razón entre la cantidad de impurezas en la solución de sulfato de amonio (aguas madre) y la cantidad de impurezas incorporadas en los cristales de sulfato de amonio formados a partir de dicha solución. Ambas se miden sobre una base de masas. El factor de separación, S, se define como:

$$S = [(m_{imp}^{solución}) / (m_{imp}^{solución} + m_{am}^{solución})] / [(m_{imp}^{cristales}) / (m_{imp}^{cristales} + m_{am}^{cristales})]$$

donde

- 50 $m_{imp}^{solución}$ = masa de impurezas en un 1 kg de solución de sulfato de amonio
 $m_{am}^{solución}$ = masa de sulfato de amonio puro en una solución de 1 kg de solución de sulfato de amonio
 $m_{imp}^{cristales}$ = masa de impurezas en 1 kg de cristales de sulfato de amonio
 $m_{am}^{cristales}$ = masa de sulfato de amonio puro en 1 kg de cristales de sulfato de amonio

55 Por ejemplo, para un sistema con un factor de separación de 1000, el contenido de impurezas de los cristales es un 0,1 % el del contenido de impurezas de la solución desde la que se forman los cristales. Durante la cristalización evaporativa, el contenido de impurezas de la solución por lo tanto aumenta. La purga se usa para descargar la solución con un contenido elevado de impurezas. La purga puede ser continua o intermitente.

60 El aparato de la presente invención comprende secciones de cristalización que se configuran para integrarse térmicamente con respecto al vapor. Por esto se entiende que el vapor es la fuente de calor y que la serie de secciones de cristalización comprende la tubería necesaria, que puede transferirse calor mediante la entrada de vapor a la primera sección de cristalización de la serie, y transferirse calor a través de la serie, como se ha descrito

anteriormente. La temperatura de las sucesivas secciones de cristalización de la serie es por lo tanto sucesivamente inferior. Por consiguiente, hay una dirección de temperatura descendente de suministro de vapor, desde la primera sección de cristalización hasta la última sección de cristalización de la serie.

5 La purga de la solución de sulfato de amonio según la presente invención es normalmente a la siguiente sección de cristalización de la serie. Esto sucede con la excepción de que la purga de la sección final de cristalización se descarga de la serie.

10 Como se usa en el presente documento, el término de capacidad de producción de cristales de sulfato de amonio sustancialmente igual implica que la capacidad de producción normalmente se desvía en menos de un 10 % entre las secciones de cristalización. Preferentemente, es menos de un 5 %; más preferentemente menos de un 2 %. La capacidad de producción se mide normalmente como masa de producto producido en unidad de tiempo. Por ejemplo, en kg por hora o kilotonnes por año (kta).

15 El factor de concentración es la razón entre las corrientes de líquido que entran en la sección de cristalización y las corrientes de líquido que salen de la sección de cristalización. El factor de concentración se define como masa de solución de sulfato de amonio que entra en la unidad de cristalización/masa de solución de sulfato de amonio que sale de la sección de cristalización. Por ejemplo, en caso de alimentación de una solución nueva de sulfato de amonio que entra en la sección de cristalización A equivale a x kg/s; la alimentación de solución de sulfato de amonio purgado de otra sección de cristalización y que entra en la sección de cristalización A equivale a y kg/s, y la purga de la solución de sulfato de amonio que sale de la sección de cristalización A equivale a z kg/s, entonces el factor de concentración pasa a ser $(x+y)/z$.

20 Normalmente, las secciones de cristalización se integran térmicamente por medio de vapor. El vapor es de fácil acceso como fuente de calor en las instalaciones de producción química.

Normalmente, una fracción de dicha solución de sulfato de amonio se purga de cada sección de cristalización de la serie hasta la siguiente unidad de cristalización de la serie, como se define por la temperatura descendente de suministro de vapor, con la excepción de que la purga de la sección final de cristalización de la serie se descarga de la serie. De tal modo que se evita el aumento de impurezas en cada una de las secciones de cristalización, excepto en la sección final de cristalización de la serie. Normalmente, la concentración de impurezas en cada una de las secciones de cristalización será inferior que en el sistema sin acoplamiento de purga de la técnica anterior, excepto en la sección final de cristalización, donde se concentrarán las impurezas.

35 Un sistema en donde la solución de sulfato de amonio se purga hasta la siguiente sección de cristalización de la serie significa que las impurezas se concentran en la última sección de cristalización de la serie. Por consiguiente, los cristales producidos pueden procesarse adicionalmente como un producto particularmente puro y como un producto menos puro. O los productos pueden combinarse para producir un producto que sea, en promedio, más puro que un sistema sin acoplamiento de purga.

40 Para cualquier serie dada de secciones de cristalización, se prefiere que las secciones de cristalización sean cada una del mismo tamaño y tipo, debido a costes de inversión inferiores. Normalmente, cada sección de cristalización tiene una capacidad de producción sustancialmente igual de cristales de sulfato de amonio. La capacidad de producción es importante porque el vapor usado de un efecto es usado para el siguiente efecto, como describe Kristjansson en Geothermics 21 (1992) 765-771.

Una ventaja adicional de tener una capacidad de producción sustancialmente igual es que el equipo puede normalizarse. El cristizador y las unidades de separación, por ejemplo, centrifugas y filtros, son preferentemente cada uno respectivamente del mismo tipo.

50 En principio, cualquier número de secciones de cristalización puede usarse en la serie. Sin embargo, normalmente, la serie comprende de dos a cuatro secciones de cristalización. Normalmente, cada sección de cristalización comprende un cristizador de tipo Oslo. Los cristizadores de tipo Oslo son particularmente adecuados para la presente invención porque son capaces de producir cristales con un mayor diámetro mediano medio. Esto es en general deseable para cristales de sulfato de amonio.

La temperatura de funcionamiento de la primera sección de cristalización se determina por la temperatura del vapor disponible. La temperatura de la última sección de cristalización se determina en general por la temperatura del medio de refrigeración disponible. El número total de secciones de cristalización se determina por la diferencia de temperatura entre la primera y la última sección, como describe Kristjansson en Geothermics 21 (1992) 765-771.

60 Por consiguiente, normalmente, la temperatura de vapor que entra en la primera sección de cristalización es de 80 °C a 160 °C. Preferentemente, es de 100°C a 140 °C, por ejemplo, 120°C.

65 Normalmente, la temperatura de vapor que sale de la última sección de cristalización de la serie es de 40 °C a 60 °C. Preferentemente, es de 45 °C a 55°C, por ejemplo, 50 °C.

Normalmente, la capacidad de producción de cristales de sulfato de amonio de cada sección de cristalización está en la escala de miles de toneladas por año (kilotones por año; kta). Preferentemente, es de 10 kta a 200 kta. Más preferentemente, la capacidad de producción de cada sección de cristalización es de 30 kta a 150 kta.

5 Como se ha mencionado anteriormente, los cristales de mayor tamaño son los que se prefieren porque tienen un mayor valor económico. Normalmente, el diámetro mediano medio de cristales producidos es mayor de 0,8 mm. Preferentemente, el diámetro mediano medio de los cristales de sulfato de amonio descargados es de 1,0 mm a 4,0 mm.

10 La solución de sulfato de amonio es normalmente una solución acuosa. También puede contener impurezas. Las impurezas normales surgen a partir del procedimiento por el que se produce la solución de sulfato de amonio. Preferentemente, la solución de sulfato de amonio se produce a partir de un procedimiento para producir ϵ -caprolactama o acrilonitrilo. Por consiguiente, las impurezas presentes son normalmente aquellas producidas comúnmente en tales reacciones y/o ya disponibles en sus materias primas.

15 La caída de temperatura de vapor aplicado a cada sección de cristalización está determinado por el punto de ebullición de la solución de sulfato de amonio en cada sección de cristalización. Un efecto adicional e inesperado de la presente invención es que la menor concentración de impurezas provoca que el punto de ebullición de la solución de sulfato de amonio descienda. Por consiguiente, se necesita transferir menos calor a la sección de cristalización para evaporar una cantidad dada de disolvente. En otras palabras, menos energía, por ejemplo, vapor, es necesaria para producir un determinado volumen de cristales. O se puede utilizar vapor con una temperatura de entrada inferior.

20 En el aparato de la presente invención, normalmente, cada sección de cristalización está conectada por una línea de purga a la siguiente sección de cristalización de la serie, como se define por la temperatura descendente de suministro de vapor, a excepción de que la purga de la sección de cristalización final se descargue de la serie.

25 Normalmente, cada sección de cristalización comprende un cristalizador evaporativo y un equipo de separación sólido-líquido. El cristalizador puede ser de cualquier tipo adecuado. Sin embargo, preferentemente, cada cristalizador es un cristalizador de tipo Oslo. El equipo de separación sólido-líquido significa cualquier equipo adecuado para separar cristales de sulfato de amonio de una solución que comprende sulfato de amonio. Puede incluir un filtro continuo, una centrífuga, un decantador, una columna de elutriación, una columna de recogida de sal o una combinación de las mismas. Por ejemplo, puede comprender una columna de recogida de sal en combinación con una columna de elutriación y una centrífuga. Normalmente, después de dejar la sección de cristalización, los cristales de sulfato de amonio resultantes se descargan en una sección de secado. Los cristales de cada sección de cristalización pueden combinarse o bien antes o bien después del secado.

30 El aparato de la presente invención es normalmente una planta de cristalización de sulfato de amonio. Normalmente, tal planta está integrada con otra planta química. Por ejemplo, una planta de producción de caprolactama o ciclohexanona oxima. La capacidad de la planta de cristalización de sulfato de amonio se selecciona normalmente basándose en el volumen de la solución de sulfato de amonio descargada de otra planta química. Además, el tamaño de la sección de cristalización se selecciona basándose en condiciones óptimas. Normalmente, la capacidad de producción de cristales de sulfato de amonio de cada sección de cristalización es de 30 kta a 150 kta.

35 La presente invención se explicará más completamente con referencia a los siguientes dibujos.

40 La Figura 1 describe una realización de la técnica anterior, en donde cuatro secciones de cristalización se disponen en paralelo en vista de la alimentación de solución de sulfato de amonio. La Figura 2 describe una realización de la presente invención, en donde las líneas de purga se adaptan para descargar una fracción de solución de sulfato de amonio de secciones de cristalización.

45 La Figura 1 describe una realización de la técnica anterior. Las cuatro secciones de cristalización, (1), (2), (3), (4), que comprende cada una un cristalizador de igual tamaño, se disponen en paralelo con respecto a la alimentación de la solución de sulfato de amonio. Una solución de sulfato de amonio pasa a través de una línea de alimentación (5) en cada sección de cristalización, en donde se produce la cristalización para formar una suspensión de cristales de sulfato de amonio en una solución de sulfato de amonio. El vapor se alimenta a la sección de cristalización (1), a través de la línea (6), donde se usa para evaporar el disolvente de la solución de sulfato de amonio, ayudando de este modo a la cristalización. El vapor no está en contacto directamente con la solución de sulfato de amonio sino que transfiere calor indirectamente a la misma a través de una unidad de intercambio de calor. Una corriente de vapor que comprende disolvente se forma en la sección de cristalización (1) y se descarga a través de una línea (7) a la sección de cristalización (2), donde se usa para evaporar el disolvente, análogo al proceso de la sección de cristalización (1). La corriente de vapor que comprende disolvente formada en la sección de cristalización (2) se descarga a través de una línea (8) a la sección de cristalización (3), donde se usa para evaporar el disolvente análogo al proceso de la sección de cristalización (1). La corriente de vapor que comprende disolvente formada en la sección de cristalización (3) se descarga a través de una línea (9) a la sección de cristalización (4), donde se usa para evaporar el disolvente análogo al proceso de la sección de cristalización (1). La corriente de vapor que comprende disolvente formada en la sección de cristalización (4) se descarga a través de una línea (10). Los cristales de sulfato de amonio se descargan de la

sección de cristalización (1) a través de una línea (11) para procesamiento adicional. Una fracción de solución de sulfato de amonio que comprende impurezas se purga a través de una línea (12). Los cristales de sulfato de amonio se descargan de la sección de cristalización (2) a través de una línea (13) para procesamiento adicional. Una fracción de solución de sulfato de amonio que comprende impurezas se purga a través de una línea (14). Los cristales de sulfato de amonio se descargan de la sección de cristalización (3) a través de una línea (15) para procesamiento adicional. Una fracción de solución de sulfato de amonio que comprende impurezas se purga a través de una línea (16). Los cristales de sulfato de amonio se descargan de la sección de cristalización (4) a través de una línea (17) para procesamiento adicional. Una fracción de solución de sulfato de amonio que comprende impurezas se purga a través de una línea (18). Opcionalmente, los cristales de sulfato de amonio de las líneas (11), (13), (15) y (17) se combinan, o bien antes o bien después de cualquier etapa de procesamiento adicional. Las soluciones de sulfato de amonio purgadas a través de las líneas (12), (14), (16) y (18) se tratan como residuos y se someten a procesamientos adicionales. Opcionalmente, estas soluciones de sulfato de amonio se combinan.

La Figura 2 describe una realización de la presente invención. El sistema es esencialmente el mismo que el de la Figura 1. Específicamente, la sección de cristalización (1); la alimentación de la solución de sulfato de amonio (5); el sistema de vapor (6), (7), (8), (9), (10); las cuatro líneas a través de las que los cristales de sulfato de amonio se descargan de las secciones de cristalización (11), (13), (15), (17); y la línea de purga (18) son idénticas a las de la Figura 1. Las líneas de purga (12), (14) y (16) se adaptan para descargar una fracción de la solución de sulfato de amonio de las secciones de cristalización (1), (2) y (3), respectivamente a las secciones de cristalización (2), (3) y (4), respectivamente. Las secciones de cristalización (2), (3) y (4) se adaptan para recibir una purga de solución de sulfato de amonio. Por consiguiente, una fracción de la solución de sulfato de amonio se purga de una sección de cristalización (1) a través de la línea (12) en la sección de cristalización (2); una fracción de la solución de sulfato de amonio se purga de la sección de cristalización (2) a través de la línea (14) en la sección de cristalización (3); y una fracción de la solución de sulfato de amonio se purga de la sección de cristalización (3) a través de la línea (16) en la sección de cristalización (4).

La invención se ilustra en los siguientes ejemplos, aunque no pretende limitarse a ellos.

Los ejemplos se basan en un cálculo sencillo que usa parámetros aproximados. Los parámetros de entrada son representativos de los datos de funcionamiento de la planta de cristalización de sulfato de amonio. Estos parámetros son la capacidad de producción total del sistema, el rendimiento objetivo de la cristalización y el factor de separación (una característica del sistema de cristal). El factor de separación y la razón de producción total de cristales de sulfato de amonio son cada uno respectivamente iguales para cada uno de los siguientes ejemplos, como se discute con más detalle a continuación. En los ejemplos, todas las alimentaciones nuevas y todas las corrientes de purga de soluciones de sulfato de amonio, incluyendo cualquier impureza, no contienen sólidos.

Ejemplo comparativo

En este ejemplo comparativo, se usa un sistema de cristalización de sulfato de amonio paralelo sustancialmente como se describe en la Figura 1. Una lejía de sulfato de amonio acuosa que contiene en base seca el 0,05 % en peso de impurezas ($= (\text{peso de impurezas en lejía}) / ((\text{peso de impurezas en lejía}) + (\text{peso de sulfato de amonio puro en lejía}))$) se cristaliza mediante cristalización evaporativa en un conjunto de cuatro secciones de cristalización de la misma capacidad, dispuestas en serie. La razón total de producción de cristales de sulfato de amonio es 100 kta (en base seca: es decir, impurezas y sulfato de amonio puro). Por consiguiente, 25 kta de cristales de sulfato de amonio se producen por sección de cristalización. La purga total que comprende las corrientes (12), (14), (16) y (18) es 2 kta (en base seca: es decir, impurezas y sulfato de amonio puro). Esto implica que la alimentación nueva total que comprende la corriente (5) sea 102 kta (en base seca: es decir, impurezas y sulfato de amonio puro)).

Así, el rendimiento total de los cristales de sulfato de amonio es aproximadamente un 98,0 % en peso (100 kta de cristales de sulfato de amonio dividido entre 102 kta de alimentación nueva).

Por consiguiente, la alimentación por sección de cristalización es en base seca de 25,5 kta (sulfato de amonio puro e impurezas) y la purga por sección de cristalización es en base seca de 0,5 kta (sulfato de amonio puro e impurezas). El factor de concentración de las impurezas en cada sección de cristalización es de 51 (25,5 kta de alimentación nueva por purga de 0,5 kta), y la concentración de impurezas en la corriente de purga de cada sección de cristalización es en base seca aproximadamente un 2,4 % en peso y, por tanto, los cristales de sulfato de amonio en las corrientes (11), (13), (15) y (17) contienen aproximadamente un 0,0024 % en peso de impurezas.

Ejemplo 1

En el Ejemplo 1 se usa un sistema de suspensión acoplado sustancialmente como se ha descrito en la Figura 2. La alimentación nueva que comprende la corriente (5) es 102 kta (en base seca: es decir, impurezas y sulfato de amonio puro), el índice de producción total de cristales de sulfato de amonio en las corrientes (11), (13), (15) y (17) es 100 kta (en base seca: es decir, impurezas y sulfato de amonio puro) y la purga total, en la corriente (18) es 2 kta (en base seca: es decir, impurezas y sulfato de amonio puro). El sistema funciona sustancialmente como se ha descrito en el Ejemplo comparativo, excepto que se controla la cantidad de purga de una sección de cristalización a la siguiente,

puesto que son las tasas de alimentación nueva a cada sección de cristalización (descritas en la Tabla 1, a continuación). Aquí, al contrario del Ejemplo comparativo, las tasas de alimentación para las diferentes secciones de cristalización no son iguales.

5 Tabla 1 (todas las cifras son en base seca)

N.º de sección de cristalización	1	2	3	4
Alimentación nueva (kta)	32	32	32	6
Impurezas en alimentación nueva (% en peso)	0,05	0,05	0,05	0,05
Purga de la sección de cristalización previa (kta)	0	7	14	21
Impurezas en la purga de la sección de cristalización previa (% en peso)	0	0,23	0,23	0,23
Alimentación nueva (kta),	32	39	46	27
Impurezas en alimentación total (% en peso)	0,05	0,082	0,104	0,188
Purga (kta)	7	14	21	2
Factor de concentración	4,6	2,8	2,2	13,5
Impurezas en la sección de cristalización de purga (% en peso)	0,23	0,23	0,23	2,5
Impurezas en cristales de sulfato de amonio (% en peso)	0,00023	0,00023	0,00023	0,0025

La alimentación total se define como la suma de alimentación nueva y la purga de la sección de cristalización previa.

- 10 La tercera sección de cristalización sirve aquí de ejemplo, además, los resultados para las otras secciones de cristalización se pueden obtener de forma similar. En la tercera sección de cristalización se presenta una alimentación nueva que comprende 32 kta en base seca (un 99,95 % en peso de sulfato de amonio y un 0,05 % en peso de impurezas) y una purga de la segunda sección de cristalización de 14 kta en base seca (aproximadamente un 99,77 % en peso de sulfato de amonio y aproximadamente un 0,23 % en peso de impurezas). La cantidad total de impurezas cargadas en el tercer cristizador es aproximadamente ((32 kta por 0,05 % en peso + 14 kta por 0,23 % en peso) 0,048 kta. La concentración media de impurezas de la alimentación total es en base seca ((32 kta por 0,05 % en peso + 14 kta por 0,23 % en peso) / (32 kta + 14 kta)) 0,104 % en peso. La purga de la tercera sección de cristalización comprende en base seca 21 kta (sulfato de amonio e impurezas). El factor de concentración es (siendo la alimentación total la suma de alimentación nueva y la purga de la segunda sección de cristalización dividida entre la purga de la tercera sección de cristalización; es decir, 46 kta dividido entre 21 kta) aproximadamente 2,2. La tasa de producción total de la tercera sección de cristalización es 25 kta de cristales de sulfato de amonio (en base seca: es decir, impurezas y sulfato de amonio puro).
- 15
- 20

- 25 Las concentraciones de impurezas en la purga de la tercera cristalización y en los cristales de sulfato de amonio producidos se obtienen simplemente de la siguiente ecuación de equilibrio de masas:

$$\text{imp}^{3\text{DENTRO}} = \text{purga}^{3\text{fuera}} * \text{imp}^{3\text{purga}} + \text{cristal}^{3\text{fuera}} * \text{imp}^{3\text{cristal}}$$

donde

- 30 $\text{imp}^{3\text{DENTRO}}$ = cantidad total de impurezas cargadas en el tercer cristizador (kta)
 $\text{purga}^{3\text{fuera}}$ = purga en base seca del tercer cristizador (kta)
 $\text{imp}^{3\text{purga}}$ = concentración de impurezas en la purga del tercer cristizador (% en peso)
 $\text{cristal}^{3\text{fuera}}$ = producción de cristales de sulfato de amonio en el tercer cristizador (kta)
 35 $\text{imp}^{3\text{cristal}}$ = concentración de impurezas en cristales de sulfato de amonio producidos en el tercer cristizador (% en peso), lo que equivale (($\text{imp}^{3\text{purga}}$)/factor de separación) que es ($\text{imp}^{3\text{purga}}$)/1000.

Después de la sustitución, se deduce que la concentración de impurezas en la purga de la tercera sección de cristalización es en base de peso seco aproximadamente un 0,23 % en peso)

- 40 El factor de separación es 1000, es decir, la concentración de impurezas en los cristales de sulfato de amonio producidos en la tercera sección de cristalización es (0,23 % en peso/1000) lo que equivale a un 0,00023 % en peso.

- 45 Como se deduce de los resultados anteriores, el % en peso de las impurezas en los cristales de sulfato de amonio producidos en las secciones de cristalización (1), (2) y (3) del Ejemplo 1 es sustancialmente inferior que en los cristales

de sulfato de amonio producidos en las secciones de cristalización (1), (2) y (3) del Ejemplo comparativo (0,00023 % en peso frente al 0,0024 % en peso). El % en peso de impurezas de los cristales de sulfato de amonio producidos en la sección de cristalización (4) del Ejemplo 1 es solo un pequeño porcentaje más alto que el % en peso de impurezas de los cristales de sulfato de amonio producidos en la sección de cristalización (4) del Ejemplo comparativo (0,0025 % en peso frente al 0,0024 % en peso).

Además, si los cristales de sulfato de amonio producidos en las secciones de cristalización (1), (2), (3) y (4) en el Ejemplo 1 se mezclan, el % en peso medio de las impurezas de los cristales de sulfato de amonio combinados es entonces aproximadamente un 0,0008 % en peso, que es sustancialmente inferior al % en peso medio de las impurezas de los cristales de sulfato de amonio combinados en el Ejemplo comparativo (siendo 0,0024 % en peso).

La comparación de los resultados del Ejemplo 1 con los del Ejemplo comparativo claramente muestra que el sistema de purga de la presente invención reduce el contenido medio de impurezas en el sulfato de amonio cristalino producido, mientras que el rendimiento de los cristales de sulfato de amonio permanece invariable.

Ejemplo 2

En el Ejemplo 2 se usa un sistema de suspensión acoplado sustancialmente como se ha descrito en la Figura 2. La tasa de producción total de cristales de sulfato de amonio en las corrientes (11), (13), (15) y (17) es 100 kta (en base seca: es decir, impurezas y sulfato de amonio puro). El contenido medio de impurezas de cristales de sulfato de amonio producidos en las secciones de cristalización (1), (2), (3) y (4) es aproximadamente un 0,0024 % en peso, lo que es igual al contenido medio de impurezas de cristales de sulfato de amonio producidos en las secciones de cristalización (1), (2), (3) y (4) en el Ejemplo comparativo. El sistema funciona sustancialmente como se describe en el Ejemplo comparativo, excepto que se controla la cantidad de purga de una sección de cristalización a la siguiente, como se controlaron las tasas de alimentación nueva a cada sección de cristalización (como se describe en la Tabla 2, a continuación). Aquí, al contrario del Ejemplo comparativo, las tasas de alimentación para las diferentes secciones de cristalización no son iguales.

Los resultados obtenidos se proporcionan en la Tabla 2.

Tabla 2

N.º de sección de cristalización	1	2	3	4
Alimentación nueva (kta)	33,5	33,5	33,5	0,02
Impurezas en alimentación nueva (% en peso)	0,05	0,05	0,05	0,05
Purga de la sección de cristalización previa (kta)	0	8,5	17	25,5
Impurezas en la purga de la sección de cristalización previa (% en peso)	0	0,20	0,20	0,20
Alimentación nueva (kta),	33,5	42	50,5	25,52
Impurezas en alimentación total (% en peso)	0,05	0,080	0,099	0,196
Purga (kta)	8,5	17	25,5	0,52
Factor de concentración	3,9	2,5	2,0	49
Impurezas en la sección de cristalización de la purga (% en peso)	0,20	0,20	0,20	9,1
Impurezas en cristales de sulfato de amonio (% en peso)	0,00020	0,00020	0,00020	0,0091

La alimentación total se define como la suma de alimentación nueva y la purga de la sección de cristalización previa.

Como puede deducirse de los resultados anteriores, el % en peso de impurezas en los cristales de sulfato de amonio producidos en las secciones de cristalización (1), (2) y (3) del Ejemplo 2 es sustancialmente más inferior que el de los cristales de sulfato de amonio producidos en las secciones de cristalización (1), (2) y (3) del Ejemplo comparativo (0,00020 % en peso frente al 0,0024 % en peso). El % en peso de impurezas de cristales de sulfato de amonio producidos en la sección de cristalización (4) del Ejemplo 2 es mayor que el % en peso de impurezas de cristales de sulfato de amonio producidos en la sección de cristalización (4) del Ejemplo comparativo (0,0091 % en peso frente al 0,0024 % en peso). El % en peso medio de impurezas de los cristales de sulfato de amonio combinados producidos en las secciones de cristalización (1), (2), (3) y (4) en el Ejemplo 2 es aproximadamente 0,0024 % en peso.

En el Ejemplo 2, la purga de la sección de cristalización (4) es solo 0,52 kta (en base seca: es decir, impurezas y sulfato de amonio puro). Esto quiere decir que la alimentación nueva total en base seca a todas las secciones de cristalización es (suma de la cantidad total de cristales de sulfato de amonio producidos en base seca y la purga de la sección de

cristalización (4) en base seca) solo 100,52 kta. Es decir, el rendimiento total de los cristales de sulfato de amonio es tan alto como (100 kta dividido entre 100,52 kta) un 99,5 % en peso.

5 La comparación de los resultados del Ejemplo 2 con aquellos del Ejemplo comparativo muestra claramente que el sistema de purga de la presente invención aumenta el rendimiento total de los cristales de sulfato de amonio, mientras que el contenido medio de impurezas en los cristales de sulfato de amonio producidos permanece invariable.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento continuo para producir cristales de sulfato de amonio, en donde dicho procedimiento comprende:
 - 5 i) alimentar a una serie de secciones de cristalización, secciones de cristalización que están integradas térmicamente en serie, una solución de sulfato de amonio;
 - ii) cristalizar cristales de sulfato de amonio a partir de dicha solución de sulfato de amonio;
 - iii) purgar una fracción de la solución de sulfato de amonio de cada una de dichas secciones de cristalización; y
 - 10 iv) descargar cristales de sulfato de amonio desde cada sección de cristalización, caracterizado por que:
 - una fracción de dicha solución de sulfato de amonio se purga desde al menos una sección de cristalización hasta al menos otra sección de cristalización.
- 15 2. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde las secciones de cristalización se integran térmicamente por medio de vapor.
3. Un procedimiento según la reivindicación 2, en donde una fracción de dicha solución de sulfato de amonio se purga de cada sección de cristalización de la serie a la siguiente unidad de cristalización de la serie, definida por la temperatura descendente del suministro de vapor, con la excepción de que la purga de la sección de cristalización final de la serie se descarga desde la serie.
 - 20 4. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde cada sección de cristalización tiene sustancialmente la misma capacidad de producción de cristales de sulfato de amonio.
- 25 5. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde la serie comprende de dos a cuatro secciones de cristalización.
6. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde cada sección de cristalización comprende un cristizador de tipo Oslo.
 - 30 7. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde la temperatura del vapor que entra en la primera sección de cristalización de la serie es de 80 °C a 160 °C.
- 35 8. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en donde la temperatura del vapor que sale de la última sección de cristalización de la serie es de 40 °C a 60 °C.
9. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde la capacidad de producción de cristales de sulfato de amonio de cada sección de cristalización es de 30 kta a 150 kta.
- 40 10. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en donde el diámetro mediano medio de los cristales de sulfato de amonio descargados es de 1,0 mm a 4,0 mm.
11. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en donde la solución de sulfato de amonio se produce a partir de un procedimiento para producir ε-caprolactama o acrilonitrilo.
 - 45 12. Aparato adecuado para producir cristales de sulfato de amonio, que comprende:
 - i) una serie de secciones de cristalización de sustancialmente la misma capacidad de producción de cristales de sulfato de amonio,
 - 50 que se configuran para integrarse térmicamente con respecto al vapor;
 - ii) un sistema de suministro de vapor que integra las secciones de cristalización en serie;
 - iii) una alimentación de solución de sulfato de amonio; y
 - iv) un sistema de eliminación de cristales de sulfato de amonio;
 - caracterizado por que,**
 - 55 **al menos una sección de cristalización está conectada mediante una línea de purga a otra sección de cristalización de la serie.**
 13. Aparato según la reivindicación 12, en donde cada sección de cristalización está conectada por una línea de purga a la siguiente sección de cristalización de la serie, definida por la temperatura descendente del suministro de vapor, con la excepción de que la purga de la sección de cristalización final se descarga desde la serie.
 - 60 14. Aparato según la reivindicación 12 o reivindicación 13, en donde cada sección de cristalización comprende un cristizador evaporativo y un equipo de separación sólido-líquido.
 - 65 15. Aparato según una cualquiera de las reivindicaciones 12 a 14, en donde la capacidad de producción de cristales de sulfato de amonio de cada sección de cristalización es de 30 kta a 150 kta.

FIG. 1.

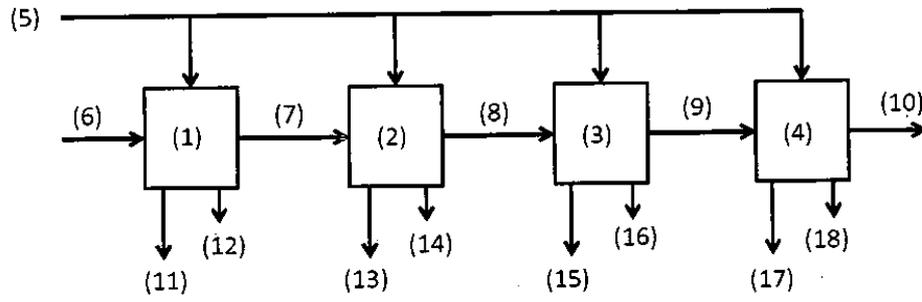


FIG. 2.

