



F1000091937B

**(B) (11) KUULUTUSJULKAISU  
UTLAGGNINGSSKRIFT**

91937

(15) Patentti myönnetty  
Patent beviljat 18 08 1994

(51) Kv.1k.5 - Int.cl.5

B 01D 9/02

SUOMI-FINLAND

(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus  
Patent- och registerstyrelsen

(21) Patentihakemus - Patentansökning	893601
(22) Hakemispäivä - Ansökningsdag	27.07.89
(24) Alkupäivä - Löpdag	27.07.89
(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig	30.01.90
(44) Nähtäväsipanon ja kuul.julkaisun pvm. - Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad	31.05.94
(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet	
	29.07.88 FR 8810402 P

(71) Hakija - Sökande

1. Solvay &amp; Cie, 33, Rue du Prince Albert, 1050 Bruxelles, Belgium, (BE)

(72) Keksijä - Uppfinnare

1. Ninane, Léon, Rue Laennec, 1, 54110 Dombasle-sur-Meurthe, France, (FR)  
2. Detry, Leopold, Villa les Dragons, Avenue du Docteur Bernard Gaudeul, 58, 64100 Bayonne, France, (FR)

(74) Asiamies - Ombud: Oy Kolster Ab

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning

Menetelmä ja laite epäorgaanisen aineen kiteyttämiseksi ja näin saadut natriumkloridikiteet  
Förfarande och anordning för kristallisering av ett oorganiskt ämne och sålunda erhållna  
natriumkloridkristaller

(56) Viitejulkaisut - Anförda publikationer

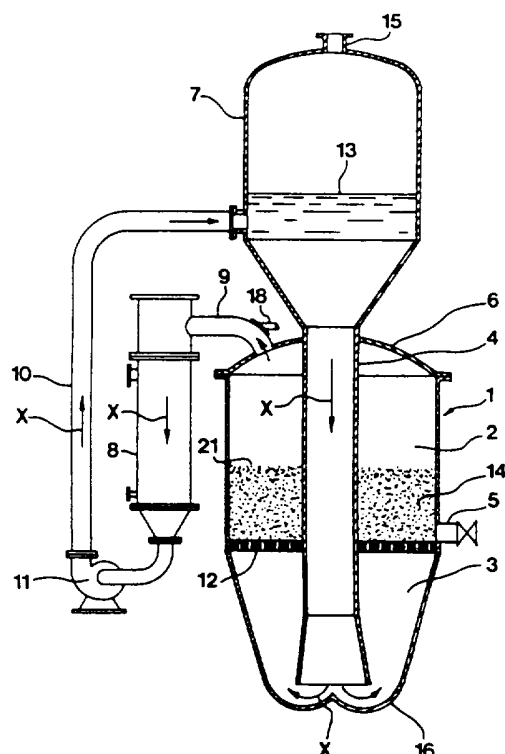
US A 3514263 (B 01d 9/00), US A 3800026 (B 01D 11/02), US A 3628917 (B 01d 9/02)

(57) Tiivistelmä - Sammandrag

Keksintö koskee menetelmää ja laitteistoa epäorgaanisen aineen kiteyttämiseksi, jolloin kyseisen aineen ylikyllästetty liuos pannaan kiertämään reaktioastiassa (2), jossa on leijupeti (14), liuoksen kuljettua levittimen (12) läpi, jonka lämpötila pidetään sellaisena, että kyllästetyn liuoksen konsentraatio on pienempi tai yhtäsuuri kuin vastaava kyllästyskonsentraatio. Keksintö kuvaa soveltamista natriumkloridin kiteyttämiseen.

Uppfinningen avser ett förfarande och en anordning för kristallisation av en oorganisk substans, varvid en övermättad lösning av den ifrågavarande substansen tvingas cirkulera i ett reaktionskärl (2) med svävbädd (14) efter att lösningen gått genom en distributionsanordning (12), i vilken upprätthålls en temperatur, vid vilken koncentrationen hos den mättade lösningen är lägre eller lika stor som den motsvarande mättnads-koncentrationen.

Uppfinningen har applicerats på kristallisationen av natriumklorid.



Menetelmä ja laite epäorgaanisen aineen kiteyttämiseksi ja näin saadut natriumkloridikiteet

5 Keksintö koskee menetelmää epäorgaanisen aineen kiteyttämiseksi käyttämällä kidekerrosta, jonka läpi kulkee kiteytettävän aineen ylikyllästetty liuos.

10 Kiteytyslaite OSLO on hyvin tunnettu laite epäorgaanisten aineiden kiteyttämiseksi (British Chemical Engineering, August 1971, Vol. 16, No 8, sivut 681-685; The Chemical Engineer, July/August 1974, sivut 443-445; GB-patenttijulkaisu GB-A-418349). Tämä tunnettu laite koostuu pystysuorasta lieriömäisestä säiliöstä ja pystysuorasta putkesta, joka on asennettu säiliöön akselin suuntaisesti ja joka aukeaa aivan lähelle säiliön pohjaa; koh-  
15 tisuora rengasmainen kammio rajoittuu näin aksiaaliputken ja säiliön lieriönmuotoisen seinän väliin. Tätä tunnettua laitetta käytettäessä rengasmaiseen kammioon laitetaan kidekerros, jonka läpi kulkee halutun kiteytettävän aineen ylikyllästetty liuos (esimerkiksi natriumkloridin ylikyl-  
20 lästetty vesiliuos). Tämä liuos pannaan laitteeseen aksiaaliputken kautta siten, että se tunkeutuu säteittäisesti rengasmaiseen kammioon läheltä sen pohjaa ja aikaansaa kidekerroksen pyörimisen, jolloin tapahtuu säiliön seinämää pitkin nouseva liike ja aksiaaliputkea pitkin las-  
25 keva liike.

Tässä tunnetussa laitteessa pyritään valmistamaan pallomaisia säännöllisiä kiderakeita, joiden keskimääräistä halkaisijaa voitaisiin säädellä valitsemalla sopivan kokoinen laite ja sopivat koeolosuhteet. Käytännössä  
30 kuitenkin tämä tunnettu laite soveltuu huonosti suurten pallomaisten rakeiden valmistukseen, mikä johtuu nimenomaan kidekerroksessa syntyvästä hiertymisestä ja pyörimisestä, joka kiteisiin kohdistuu. Erityisesti natriumkloridin tapauksessa laiteella ei voi valmistaa 2 tai 3 mm  
35 suurempia pallomaisia rakeita. Toisaalta hiertymisilmiö

aiheuttaa hiukkasten muodostumista, jotka kulkeutuvat kidekerroksesta kiteytysemäliuoksen mukana ja jotka on erotettava emäliuoksesta, ennen kuin sitä voidaan kierrättää uudelleen laitteessa.

5 Keksinnön tarkoitus on poistaa tämä hankaluus ja kehittää uusi menetelmä, jolla voidaan toisaalta kiteyttää pallomaisia ja halkaisijaltaan suurempia rakeita ja toisaalta vähentää hiukkasten muodostumista.

10 Tämän takia keksintö koskee menetelmää epäorgaanisen aineen kiteyttämiseksi, jossa kidekerroksen läpi kulkee kiteytettävän aineen ylikyllästetty liuos ja kidekerros pidetään leijuvana johdattamalla ylikyllästetty liuos levittimen läpi, joka asetetaan kidekerroksen alle ja jota pidetään lämpötilassa, jossa ylikyllästetyn liuoksen konsentraatio on korkeintaan yhtä suuri kuin kyllästetyn liuoksen konsentraatio.

Keksinnön mukaisessa menetelmässä kerroksen kiteet toimivat epäorgaanisen aineen kideymppinä pienentämällä ylikyllästetyn liuoksen kyllästystä. Yleensä tarkoitus on  
20 kiteyttää epäorgaanisesta aineesta pieniä säännöllisiä kiteitä.

Ylikyllästetyn liuoksen kyllästysaste riippuu monista tekijöistä, etenkin epäorgaanisen aineen luonteesta, sen lämpötilasta ja mahdollisista kiinteistä tai liuenneista epäpuhtauksista. Käytännössä kaikkien muiden tekijöiden ollessa samoja halutaan saada aikaan maksimaalinen ylikyllästysaste, jota kuitenkin on rajoitettava niin, että vältetään kiteytyslaitteen seinämällä tapahtuva tahaton kiteytyminen kidekerroksen yläpuolella sekä liuoksessa tapahtuvien primäärysten ja sekundäärysten ymppeyskiteiden muodostuminen.

Tapa, jolla saadaan aikaan ylikyllästetty liuos, ei ole kriittinen. Ylikyllästetty liuos voidaan aikaansaada esimerkiksi muuttamalla lämpötilaa tai haihduttamalla osittain kiteytettävän aineen valmiiksi kyllästettyä liuosta.

Liuoksen liuotin ei ole kriittinen, ja yleensä käytetään mieluiten vettä.

Ylikyllästetyn liuoksen lämpötila ei ole kriittinen. Käytännössä on kuitenkin havaittu, että kerroksen  
5 kiteiden koon kasvunopeus on sitä vastoin suurempi, kun liuoksen lämpötila on korkeampi. Kuitenkin on edullista, että liuoksen lämpötila pysyy sen kiehumislämpötilan alapuolella, joka vallitsee kiteytyskammiossa olevassa paineessa. Esimerkiksi tapauksessa, jossa menetelmää sovelletaan natriumkloridin kiteyttämiseksi, voidaan edullisesti  
10 käyttää natriumkloridin vesiliuoksia, joiden ylikyllästysaste on 0,3 - 0,5 g/kg 50 - 110 °C lämpötilassa. Ylikyllästysaste ilmaisee epäorgaanisen aineen ylimäärän kyl-  
lästettyyn liuokseen verrattuna.

15 Keksinnön mukaisesti kidekerros on leijupeti yleisesti hyväksytyn määritelmän mukaisesti (Givaudon, Massot ja Bensimon - "Précis de génie chimique" - osa 1 -Berger-Levrault, Nancy - 1960, sivut 353-370). Leijupedin aikaansaamiseksi johdetaan ylikyllästetty liuosvirta levittimeen, joka on asennettu kidekerroksen alle tavanomaisella tekniikalla, jota käytetään leijupetien reaktioastioissa. Levitin on leijupetireaktioastioiden oleellinen osa. Sen tarkoituksena on jakaa liuosvirta säikeiksi, mieluiten yhdensuuntaisiksi ja pystysuoriksi, jolloin aiheutetaan toisaalta tietty kuormitushäviö, jota säätelevät kerroksen mitat, kerroksen muodostavien partikkeleiden ja liuoksen luonne (Ind. Eng. Chem. Fundam. - 1980 - 19-G.P. Agarwal ja työtoverit - "Fluid mechanical description of fluidized beds. Experimental investigation of convective instabilities in bounded beds" - sivut 59-66; John  
20 H. Perry - Chemical Engineers' Handbook, 4. painos -1963-McGraw-Hill book company - sivut 20.43-20.46). Se voi olla esimerkiksi vaakasuora levy, joka on jaettu tasaisesti lävistettyihin aukkoihin, vaakasuora ritilä tai ristikko tai kohtisuorista suuttimista koottu liitos.  
25  
30  
35

Keksinnön mukaisesti levitintä pidetään tasaisessa lämpötilassa, jotta ylikyllästetyn liuoksen konsentraatio on korkeintaan yhtä suuri kuin kyllästetyn liuoksen konsentraatio. Toisin sanoen keksinnön mukaisessa menetelmäsä levittimen lämpötila on erilainen kuin ylikyllästetyn liuoksen lämpötila levittimen ylävirran puolella ja se on valittu niin, että mainitun ylikyllästetyn liuoksen konsentraatio on pienempi tai korkeintaan yhtä suuri kuin suuttimen lämpötilassa olevan stabiilin kyllästetyn liuoksen konsentraatio (samalle epäorgaaniselle aineelle ja samalle liuottimelle kuin ylikyllästetyssä liuoksessa). Tällä tavoin vältetään epäorgaanisen aineen kiteytyminen levittimen pinnalle. Levittimen lämpötilan valinta on kriittinen ja riippuu halutusta kiteytettävästä aineesta, liuoksen liuottimesta ja ylikyllästysasteesta. Sen vuoksi sellaisessa tapauksessa, jossa aineen liukoisuus kasvaa lämpötilan noustessa (esimerkiksi natrium- tai kaliumkloridin vesiliuos) lämpötilan on oltava korkeampi kuin ylikyllästetyn liuoksen lämpötila. Sellaisessa tapauksessa, jossa aineen liukoisuus on kääntäen verrannollinen lämpötilaan (esimerkiksi natriumkarbonaattimonohydraatin vesiliuos), lämpötilan on oltava alempi kuin ylikyllästetyn liuoksen lämpötila. Levittimen lämpötilan valintaan vaikuttaa toisaalta se, että on tarpeen välttää ylikyllästetyn liuoksen joutumista liian suuren lämpötilaeron kohteeksi sen joutuessa levittimeen, jolloin tapahtuisi liian suuri kyllästysasteen lasku. Levittimen lämpötilaa tulisi siten säädellä niin, että liuosvirrassa tapahtuu levittimessä niin pieni lämpötilan muutos, että ylikyllästystila ei häviä täydellisesti liuoksesta. Käytännössä levittimen lämpötila pitäisi määrittää kussakin erikoistapauksessa etenkin liuoksen ylikyllästysasteen ja halutun tuottoisuuden funktiona. Sen valinta riippuu lisäksi eri tekijöistä, kuten levittimen lämmönsiirtymiskertoimesta, liuoksen virtausnopeudesta ja lämpötilasta sekä sen ominaislämmös-

tä. Levittimen optimaalisen lämpötilan määrittäminen voidaan tehdä vaikeuksitta kussakin erikoistapauksessa laskemalla ja kokemuksen avulla.

5 Kidekerroksen päältä otetaan talteen kyllästetty emäliuos. Se voidaan kierrättää uudelleen prosessissa, kun se on saatettu ylikyllästystilaan. Tässä mielessä eräässä keksinnön menetelmän erityisessä toteuttamistavassa kidekerroksen päältä talteen otettua emäliuosta lämmitetään ja siihen lisätään sama määrä epäorgaanista ainetta kuin kidekerroksesta on kiteytynyt, sitten saatu seos 10 jäähdytetään ylikyllästetyn liuoksen aikaansaamiseksi. Tämä menetelmän toteuttamistapa soveltuu erityisesti epäorgaanisille aineille, joiden liukoisuus liuottimeen on suoraan verrannollinen lämpötilaan. Emäliuosta on lämmitettävä riittävästi, jotta kaikki edellä mainitusta lisä- 15 tystä epäorgaanisesta aineesta liukenisi siihen. Seoksen jäähdytys voidaan suorittaa kierrättämällä sitä lauhduttimessa tai panemalla se haihduttimeen sen osittaiseksi haihduttamiseksi. Kun jäähdytys suoritetaan haihduttimella, on hyvä lisätä emäliuosta liuottimen tilalle, joka on 20 haihtunut haihduttimessa.

Eräässä toisessa keksinnön mukaisessa erityisessä toteuttamistavassa, jota sovelletaan erityisesti epäorgaanisiin aineisiin, joiden liukoisuus liuottimeen on kääntäen verrannollinen lämpötilaan, kidekerroksen päältä kerättyä emäliuosta jäähdytetään, siihen lisätään sama määrä epäorgaanista ainetta, joka on kiteytynyt, sitten sitä lämmitetään ylikyllästetyn liuoksen aikaansaamiseksi. 25

Keksintö koskee myös laitteistoa epäorgaanisen aineen kiteyttämiseksi keksinnön mukaisella menetelmällä, 30 laitteisto koostuu pystysuorasta putkimaisesta säiliöstä, pystysuorasta putkesta, joka on asetettu säiliön sisään akselin suuntaisesti ja joka avautuu säiliön pohjan lähellä niin, että se erottaa säiliöstä renkaanmuotoisen kam- 35 mion, ja putki on liitetty yläreunastaan kiteytettävän

aineen ylikyllästetyn liuoksen syöttölaitteeseen; levitin jakaa renkaanmuotoisen kammion ylikyllästetyn liuoksen sisemmäksi syöttökammioksi ja ulommaksi kiteytyskammioksi, johon kuuluu nesteytyskerroksen reaktioastia ja termostaatiilla varustettu levitin.

Keksinnön mukaisessa laitteistossa termostaatin tarkoitus on pitää levitin tasaisessa lämpötilassa, joka määräytyy kyseisen ylikyllästetyn liuoksen lämpötilan mukaan, jolloin estetään epäorgaanisen aineen spontaani kiteytyminen levittimessä. Termostaatiilla voidaan siis läm-  
10 lämmittää tai jäähdyttää levitintä sen mukaan, onko laitteistolla tarkoitus käsitellä epäorgaanisten aineiden ylikyllästettyjä liuoksia, joiden liukoisuus on lämpötilan nouseva vai laskeva funktio.

Eräässä keksinnön mukaisessa edullisessa laitteiston toteuttamistavassa levittimen muodostavat pystysuorat tai viistot suuttimet, joita yhdistää kaksi vaakasuoraa levyä, joiden läpi nämä suuttimet kulkevat, levyt yhdistävät pystysuoran putken ja putkimaisen säiliön seinämän  
20 erottamaan kammion, joka on yhdistetty jäähdytys- tai lämmitysnestelähteeseen (esimerkiksi vesi tai vesihöyry), johon kuuluu termostaatti.

Keksinnön mukaisessa menetelmässä ja laitteistossa leijupeti toimii kaksitahoisesti. Toisaalta se toimii kiteytysnesteinä; toisaalta siinä tapahtuu kiteiden rae-  
25 koon mukaista lajittelua, jolloin raekooltaan samankokoiset kiteet jakaantuvat pedissä kerroksiksi tai kerrostumiksi.

Keksinnön mukaisella menetelmällä ja laitteistolla voidaan kiteyttää epäorgaaninen aine lähes pallonmuotoi-  
30 siksi säännöllisiksi rakeiksi. Ne ovat yleensä yhtenäisiä palloja, mikä tarkoittaa sitä, että ne ovat epäorgaanisen aineen yksittäisiä rakeita, eivät kasautumia. Keksinnön mukainen menetelmä ja laitteisto soveltuu erityisen edul-  
35 lisesti natriumkloridikiteiden valmistamiseksi yhtenäisinä

pallonmuotoisina rakeina, joiden halkaisija on suurempi kuin 3 mm, esimerkiksi 3 - 30 mm. Natriumkloridikiteet, joiden halkaisija on 1 - 10 mm, soveltuvat edullisesti suolan tuottamiseen epäsäännöllisinä rakeina ja ulkonäöltään läpikuultavina ja lasimaisina tekniikalla, joka on kuvattu asiakirjassa EP-A-162490 (SOLVAY & Cie).

Keksinnön erikoisuudet ja yksityiskohdat käyvät ilmi seuraavasta kuvauksesta ja liitteinä olevista piirroksista, joihin siinä viitataan.

10 Kuvio 1 esittää pystysuoran poikkileikkauksen keksinnön mukaisen laitteiston eräästä toteutuksesta;

Kuvio 2 esittää suurennoksena yksityiskohdan kuvan 1 laitteistosta;

15 Kuviot 3 ja 4 ovat mittakaavassa 1/1 olevia valokuvavedoksia natriumkloridirakeista, joita on valmistettu keksinnön mukaisella menetelmällä.

Kuvion 1 esittämä laitteisto on "OSLO"-tyyppinen kiteytyslaitteisto, jota on muunneltu keksinnön mukaisesti. Se koostuu pystysuorasta putkimaisesta säiliöstä 1, jonka sisällä oleva kohtisuora putki 4, jonka yläosa on levennetty, on asennettu akselin suuntaisesti. Putki 4 erottaa siten säiliöstä 1 renkaanmuotoisen kammion, joka koostuu ylemmästä lieriövyöhykkeestä 2 ja alemmasta kartionmuotoisesta vyöhykkeestä 3, jonka pohja 16 muistuttaa kartion keskiakselin ympärillä olevaa rengaspintaa. Säiliö on suljettu kannella 6, jonka läpi kulkee putki 4, joka avautuu haihdutuskammioon 7. Ylemmän kerroksen 2 pinnan ja haihdutuskammion 7 välille on asennettu lämmitin 8 putkien 1 ja 10 ja kiertopumpun 11 välityksellä.

30 Keksinnön mukaisesti ylemmän vyöhykkeen 2 on tarkoitus sisältää kidekerroksen 14 ja sitä tulisi käyttää leijupedin reaktioastiana. Tässä mielessä sen erottaa alemmasta vyöhykkeestä 3 leijupedin reaktioastian levitin 12. Kuvan 1 laitteistossa ylempi renkaanmuotoinen vyöhyke 35 2 muodostuu kiteytyskammioista ja alempi renkaanmuotoinen



vyöhyke 3 toimii halutun kiteytettävän epäorgaanisen aineen ylikyllästetyn liuoksen syöttökammiona.

Kuvion 1 esittämä laitteisto sopii etenkin natriumkloridin kiteyttämiseksi pallonmuotoisina rakeina. Tässä tapauksessa laitteisto on täynnä natriumkloridin vesiliuosta pintaan 13 asti haihdutuskammiossa 7 siten, että kiteytyskammio 2 on täynnä liuosta. Se sisältää lisäksi natriumkloridin kidekerroksen 14, joka on levittimen 12 päällä.

Laitteiston toimiessa natriumkloridin vesiliuosta kierrätetään nuolten X suuntaisesti pumpun 11 avulla. Tullessaan kammioista 2 putken 9 kautta natriumkloridin kyllästetty liuos kulkee lämmittimeen 8, joka nostaa sen lämpötilaa, sitten se kulkee haihdutuskammioon 7, jossa sitä osittain höyrystetään haihduttimella, jolloin tapahtuu liuoksen jäähtymistä ja ylikyllästymistä. Vapautunut vesihöyry poistetaan haihdutuskammion päällä olevan aukon 15 kautta. Ylikyllästetty vesiliuos laskeutuu kohtisuoraan putkeen 4, kulkee säteittäisesti kammioon 3 rengasmaista pohjaa 16 pitkin, kulkee levittimeen 12 ja tunkeutuu kidekerrokseen 14, jonka se nesteyttää keksinnön mukaisesti. Liuoksen kyllästysaste laskee vähitellen, kun se kulkee leijupedin 14 läpi, jonka kiteet kasvavat sen seurauksena ja jotka jakautuvat vaakasuoriin kerroksiin tai kerrostumiin niiden raekoon mukaisesti. Raekooltaan suurimmat fraktiot etenevät kerroksen pohjaa kohti ja ne tyhjennetään ajoittain poistoputkesta 5. Kiteytysemäliuos, joka tulee kammion 2 katosta, on natriumkloridin kylästettyä (tai lievästi ylikyllästettyä) vesiliuosta. Se kierrätetään lämmittimeen 8 putken 9 kautta, jossa siihen lisätään vastaava määrä natriumkloridin kyllästettyä vesiliuosta sivuputken 18 kautta. Natriumkloridin vesiliuoksen lisättävää määrää säädellään korvaamaan se natriumkloridimäärä, joka on kiteytynyt kerroksessa 14 ja vesimäärä, joka on poistettu höyrystämällä haihdutuskammiossa 7.

Laitteistoa käytettäessä edellä kuvatulla tavalla levitintä 12 lämmitetään niin, että liuokseen koskevan seinämän lämpötila on korkeampi kuin vyöhykkeessä 3 olevan ylikyllästetyn liuoksen lämpötila ennen levitintä 12.

5 Levitintä 12 voidaan lämmittää kaikilla sopivilla tavoilla.

Kuviossa 2 esitetään levittimestä 12 eräs erityisen sopiva toteutustapa. Levitin on muodostunut useista lyhyistä, pystysuorista suuttimista 17, joita yhdistää kaksi  
10 vaakasuoraa levyä 18, joiden läpi ne kulkevat. Levyt 18 on asennettu aksiaaliputken 4 ja ylemmän kammion 2 ulomman lieriönmuotoisen seinämän väliin niin, että levyt erottavat matalan renkaanmuotoisen kammion 19, jonka läpi suuttimet 17 kulkevat. Kahden putken 20 avulla kierrätetään  
15 lämmitysnestettä kammiossa 19, esimerkiksi vesihöyryä.

Kuvioissa 1 ja 2 esitetyssä laitteistossa pohjaa 16 lämmitetään samoissa olosuhteissa kuin edellä lämmitettäessä levitintä 12. Tässä tapauksessa se voidaan päällystää vaipalla, jossa virtaa kuumaa nestettä, yleensä vesi-  
20 höyryä.

Kuviossa 1 esitetyssä laitteistossa kiteytyskammion 2 ulompi seinämä on lieriönmuotoinen niin, että sen poikkileikkaus on vakio koko sen korkeudelta.

Eräässä keksinnön mukaisessa erityisessä toteuttamistavassa, jota ei ole esitetty, kiteytyskammion sivukuva  
25 on sellainen, että sen poikkileikkaus levenee ylöspäin leijupedin 14 vapaan pinnan 21 yläpuolelta. Tässä laitteiston toteuttamistavassa pyritään kiteytyskammion ylemmää vyöhykettä laajentamalla saamaan aikaan leijupedin 14  
30 yläpuolelta tapahtuva virtaus pienemmäksi kuin kammiossa 3 tapahtuva virtaus. Näin vältetään toisen leijupedin muodostuminen kammioon 3 levittimen 12 alapuolelle. Leijupedin 14 vyöhykkeessä, joka erottaa levittimen 12 ja kerroksen vapaan pinnan 21, kiteytyskammion 2 poikkileikkaus voi olla vakio tai se voi vähitellen pienentyä poh-  
35 jasta ylöspäin mentäessä.

Eräässä toisessa keksinnön mukaisen laitteiston toteuttamistavassa, jota ei ole esitetty, johdon 9 sisään asennetaan laite, jonka tarkoitus on pidättää säiliöstä 1 tulevan liuoksen mukanaan tuomat pienet kiteet. Tämä laite voi olla esimerkiksi osa dekantointikammiota tai pyörresuppilaa.

Seuraava esimerkki valaisee keksintöä.

Kuvioissa 1 ja 2 kuvatun laitteen tyyppisen laitteen kiteyttämiskammioon (2) on pantu noin 3000 kg:n kerros natriumkloridikiteitä, joiden keskimääräinen halkaisija on 0,54 - 2 mm. Levitintä (12) kuumennetaan 120 °C:isella vesihöyryvirralla ja syöttökammioon (3) pannaan noin 110°C:ista natriumkloridin ylikyllästettyä vesiliuosta, jota syötetään riittävällä nousunopeudella kidekerroksen (14) nesteyttämiseksi. Vesiliuoksen ylikyllästys on kerroksen pohjalla noin 0,4 g/kg. Kerroksen päältä talteenotettua emäliuosta on käsitelty lämmittimessä (8), jossa sen lämpötila on noussut noin 1 °C:lla; Se on kuljetettu haihdutuskammioon (7), jossa sen paine säädetään niin, että sen lämpötila on noin 110°C jolloin saavutetaan ylikyllästysasteen alkuarvo (0,4 g/kg). Ylikyllästetty liuos kierrätetään sitten syöttökammioon (3) keskusputken (4) kautta, kuten edellä on esitetty.

Kerroksen pohjalta poistetaan jatkuvasti kiteitä nopeudella, joka on verrannollinen tiettyyn tuottoon. Samanaikaisesti lämmittimeen (8) pannaan natriumkloridin kyllästettyä vesiliuosta sellainen määrä, joka korvaa haihdutuskammiossa poistuneen vesihöyryn ja kerroksesta poistetun natriumkloridin.

Kuviot 3 ja 4 esittävät kokeen kahdessa peräkkäisessä vaiheessa saatuja kiteitä. Nämä kiteet ovat suunnilleen pallonmuotoisia yhtenäisiä natriumkloridirakeita, joiden halkaisija on tarkasti 10 - 15 mm (kuvio 3) ja 18-23 mm (kuvio 4).

## Patenttivaatimukset

1. Menetelmä epäorgaanisen aineen kiteyttämiseksi, jossa valmistetaan kidekerros, jonka läpi johdetaan kiteytettävän aineen ylikyllästetty liuos nestemäisessä liuot-  
5 timessa, t u n n e t t u siitä, että valmistetaan kiteistä leijupeti johtamalla ylikyllästetty liuos jakolaitteeseen, joka asennetaan kidekerroksen alle ja jota pidetään sellaisessa lämpötilassa, jossa ylikyllästetyn liuoksen  
10 konsentraatio on korkeintaan sama kuin kyllästystä vastaava konsentraatio.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että jos epäorgaanisen aineen liukoisuus kyllästetyn liuoksen liuottimeen kasvaa lämpötilan nous-  
15 tessa, jakolaitetta pidetään lämpötilassa, joka on korkeampi kuin ylikyllästetyn liuoksen lämpötila.

3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kiteytysemäliuos otetaan talteen kerroksen päältä, se kuumennetaan, siihen lisätään  
20 yhtä suuri määrä epäorgaanista ainetta kuin sitä on kerroksessa kiteytynyt, ja sitten saatu seos jäähdytetään ylikyllästetyn liuoksen muodostamiseksi uudelleen.

4. Patenttivaatimuksen 3 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että seoksen jäähdyttämiseksi se pannaan  
25 haihdutuskammioon sen osittaiseksi haihduttamiseksi ja emäliuokseen lisätään haihtunutta vastaava määrä liuotinta.

5. Patenttivaatimuksen 4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että valmistetaan natriumkloridikidekerros ja natriumkloridin kyllästetty vesiliuos.  
30

6. Laitteisto epäorgaanisen aineen kiteyttämiseksi jonkin patenttivaatimuksen 1 - 5 mukaisella menetelmällä, joka sisältää pystysuoran putkimaisen säiliön (1), pystysuoran putken (4), joka on asennettu säiliöön akselin  
35 suuntaisesti ja joka avautuu säiliön pohjan (16) lähellä niin, että säiliöstä erottuu rengasmaisen kammio (2,3),

putki on yhdistetty yläreunastaan kiteytettävän aineen  
ylikyllästetyn liuoksen syöttölaitteeseen (7), t u n -  
n e t t u siitä, että leijupedin reaktioastian jakolaite  
(12) jakaa rengasmaisen kammion (2,3) ylikyllästetyn  
5 liuoksen alempaan syöttökammioon (3) ja ylempään kiteytys-  
kammioon (2), johon kuuluu leijupetikerroksen reaktioas-  
tia, ja jolloin jakolaite (12) on varustettu termostaati-  
la.

7. Patenttivaatimuksen 6 mukainen laitteisto,  
10 t u n n e t t u siitä, että kiteytyskammion (2) poikki-  
leikkaus kasvaa leijupedin vapaasta pinnasta (21) ylöspäin  
mentäessä.

8. Patenttivaatimuksen 6 tai 7 mukainen laitteisto,  
t u n n e t t u siitä, että ylemmässä kiteytyskammiossa  
15 (2) on kiteytysemäliuoksesta johtava poistoputki (9) läm-  
mittimeen (8), joka on yhteydessä haihdutuskammioon, johon  
kuuluu ylikyllästetyn liuoksen syöttölaite.

9. Jonkin patenttivaatimuksen 6 - 8 mukainen lait-  
teisto, t u n n e t t u siitä, että jakolaite (12) on  
20 muodostunut pystysuorista suuttimista, jotka kulkevat kah-  
den niitä yhdistävän vaakasuoran levyn läpi, jotka on  
asennettu pystysuoran putken (4) ja putkimaisen säiliön  
(1) seinämän väliin erottamaan kammio, joka on kytketty  
termostaatilla varustettuun lämmitys- tai jäähdytysneste-  
25 lähteeseen.

10. Patenttivaatimuksen 5 mukaisella menetelmällä  
valmistetut pallonmuotoiset natriumkloridikiteet, joiden  
halkaisija on vähintään 3 mm.

## Patentkrav

1. Förfarande för kristallisering av oorganiskt material, vid vilket förfarande framställs ett kristall-  
5 skikt, genom vilket en övermättad lösning av materialet, som skall kristalliseras, leds i ett vätskeformigt lösningsmedel, k ä n n e t e c k n a t därav, att en fluidiserad bädd framställs av kristallerna genom att leda den  
10 övermättade lösningen till en fördelningsanordning, som installeras under kristallskiktet och som hålls vid en sådan temperatur, att koncentrationen av den övermättade lösningen är högst samma som koncentrationen som motsvarar övermättningen.

2. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att om lösligheten av det oorganiska materialet i lösningsmedlet för den mättade lösningen växer vid stigande temperatur, hålls fördelningsanordningen vid en temperatur, som är högre än temperaturen av den övermättade lösningen.

3. Förfarande enligt patentkravet 1 eller 2, k ä n n e t e c k n a t därav, att kristalliseringsmoderlösningen på skiktet tillvaratages, den uppvärms, till denna sätts en lika stor mängd oorganiskt material som i skiktet kristalliserats, och sedan avkyls den erhållna blandningen  
25 för att återbilda en övermättad lösning.

4. Förfarande enligt patentkravet 3, k ä n n e t e c k n a t därav, att för avkylning av blandningen sätts den i en avdunstningskammare för delvis avdunstning av denna och till moderlösningen sätts lösningsmedel i en  
30 mängd som motsvarar den avdunstade mängden.

5. Förfarande enligt patentkravet 4, k ä n n e t e c k n a t därav, att ett natriumkloridkristallskikt och en mättad vattenlösning av natriumklorid framställs.

6. Anläggning för kristallisering av oorganiskt material medelst ett förfarande enligt något av patentkraven 1 - 5, vilken anläggning innehåller en vertikal  
35

rörformig behållare (1), ett vertikalt rör (4), som installerats axialt i behållaren och som öppnar sig nära behållarens botten (16) så att från behållaren avskiljs en ringformig kammare (2,3), röret i sin övre kant är förenat med en matningsanordning (7) för en övermättad lösning av materialet, som skall kristalliseras, k ä n n e t e c k n a d därav, att fördelningsanordningen (12) i reaktionskärlet i den fluidiserade bädden delar den övermättade lösningen i den ringformiga kammaren (2,3) i en lägre matningskammare (3) och en övre kristalliseringskammare (2), som innehåller reaktionskärlet för den fluidiserade bädden, och varvid fördelningsanordningen (12) är försedd med ett termostat.

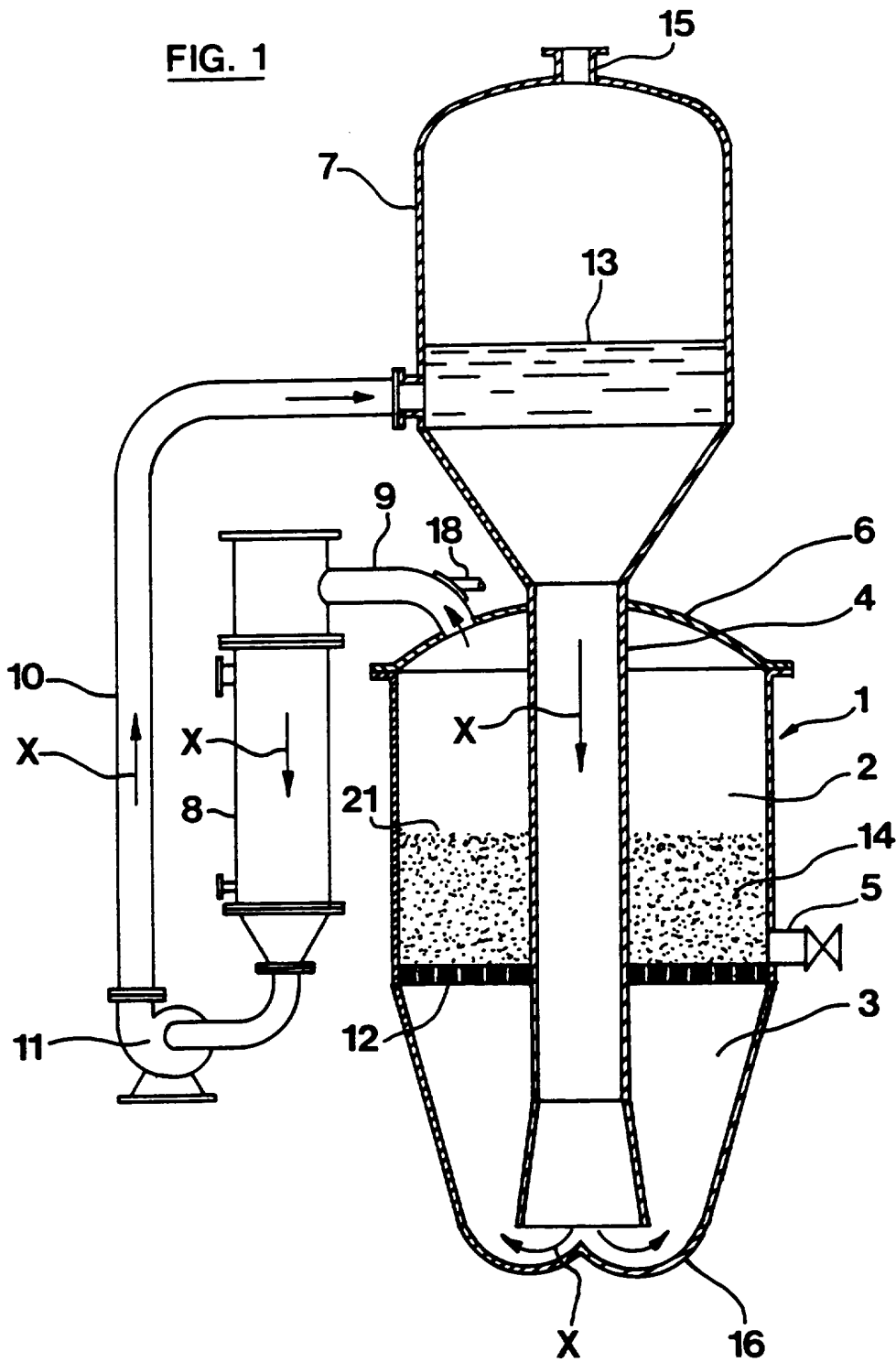
7. Anläggning enligt patentkravet 6, k ä n n e t e c k n a d därav, att tvärsnittet av kristalliseringskammaren (2) växer uppåt från den fria ytan (21) av den fluidiserade bädden.

8. Anläggning enligt patentkravet 6 eller 7, k ä n n e t e c k n a d därav, att den övre kristalliseringskammaren (2) innehåller ett avloppsrör (9) från kristalliseringsmoderlösningen till en uppvärmningsapparat (8), som är förenad med en avdunstningskammare innehållande en matningsanordning för den övermättade lösningen.

9. Anläggning enligt något av patentkraven 6 - 8, k ä n n e t e c k n a d därav, att fördelningsanordningen (12) består av vertikala munstycken, som genomtränger två horisontala skivor, vilka de förenar, vilka skivor installerats mellan det vertikala röret (4) och väggen av den rörformiga behållaren (1) för att avskilja en kammare, som kopplats med en termostatförsedd källa för en uppvärmnings- eller avkylningsvätska.

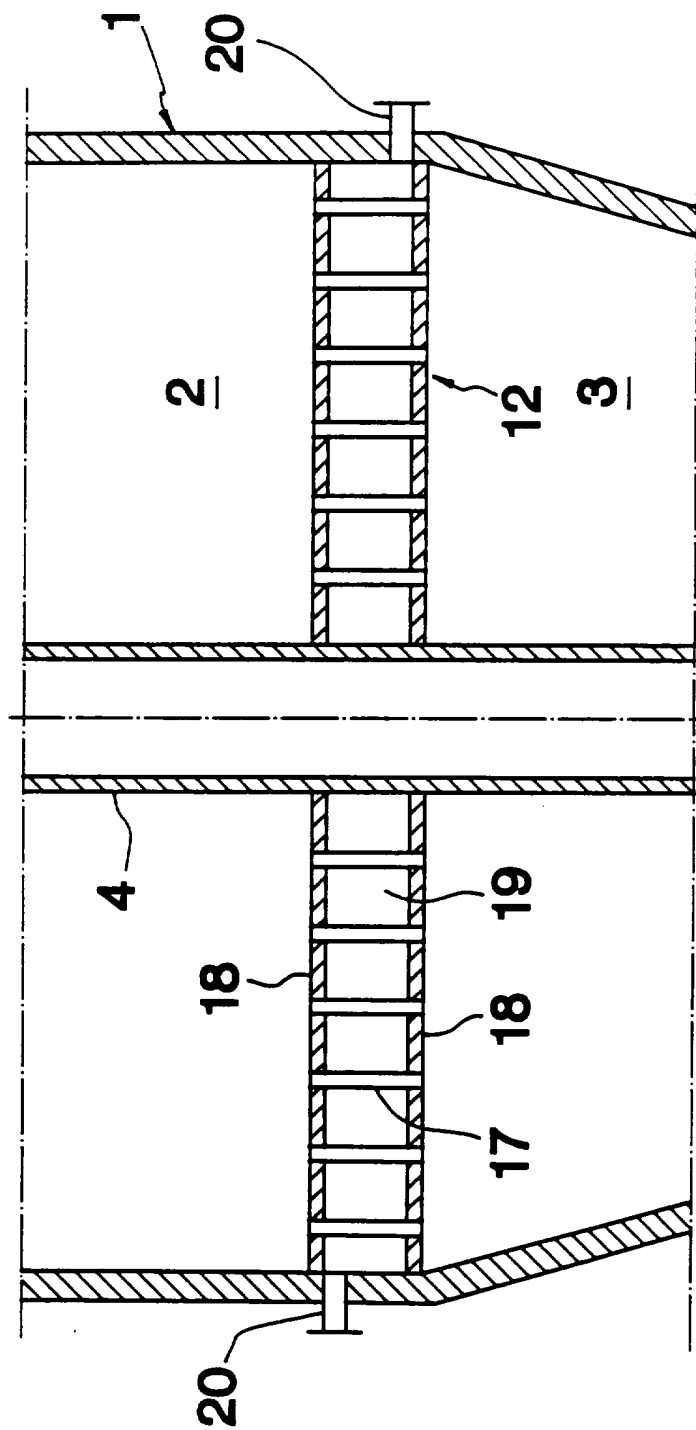
10. Kulformiga natriumkloridkristaller, som framställs medelst ett förfarande enligt patentkravet 5 och som har en diameter av minst 3 mm.

**FIG. 1**





**FIG. 2**



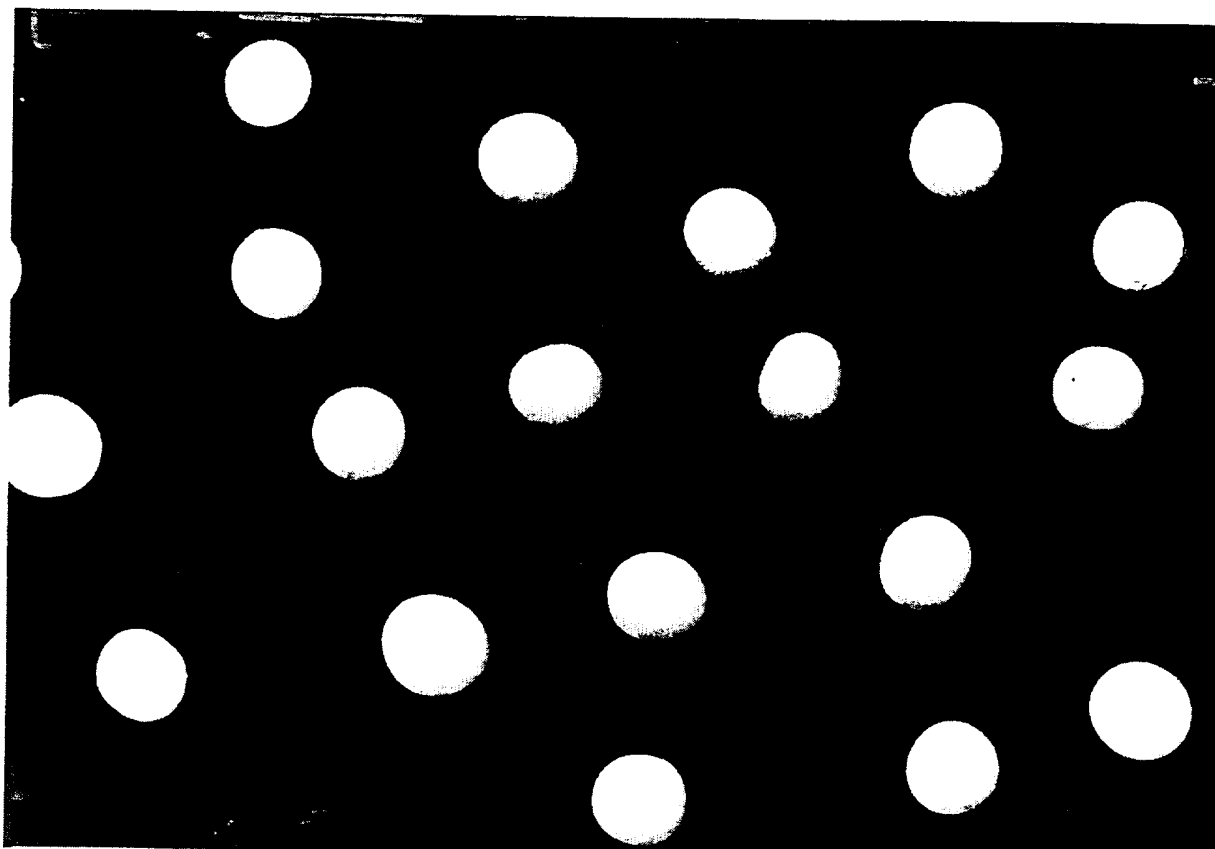


FIG. 3

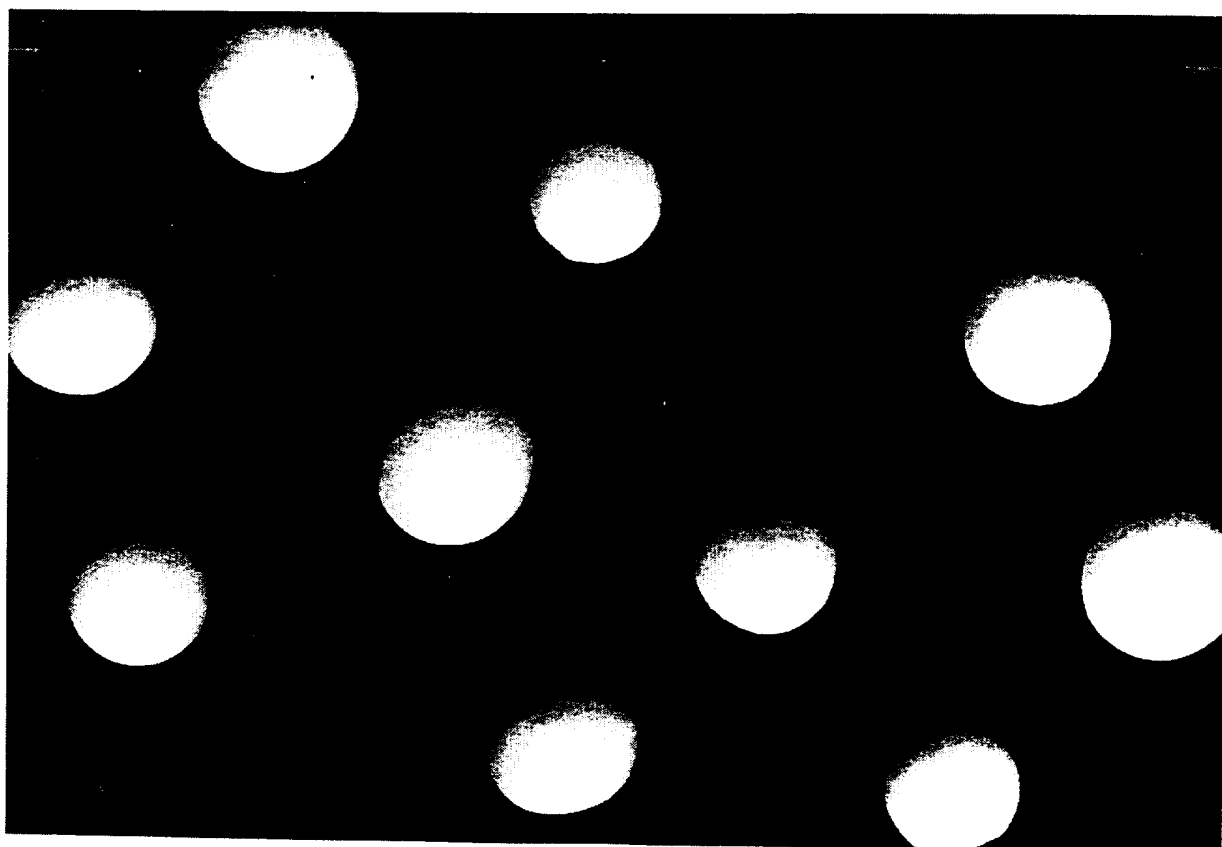


FIG. 4