



**UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI ROMA "LA SAPIENZA"
INGEGNERIA DELLE NANOTECNOLOGIE**

Cristallizzatori industriali

PROF. MARCO STOLLER

DIPARTIMENTO DI INGEGNERIA CHIMICA MATERIALI AMBIENTE

PIANO 2 -UFFICIO 204b

TEL: +390644585580

MARCO.STOLLER@UNIROMA1.IT

Tipi di cristallizzatori

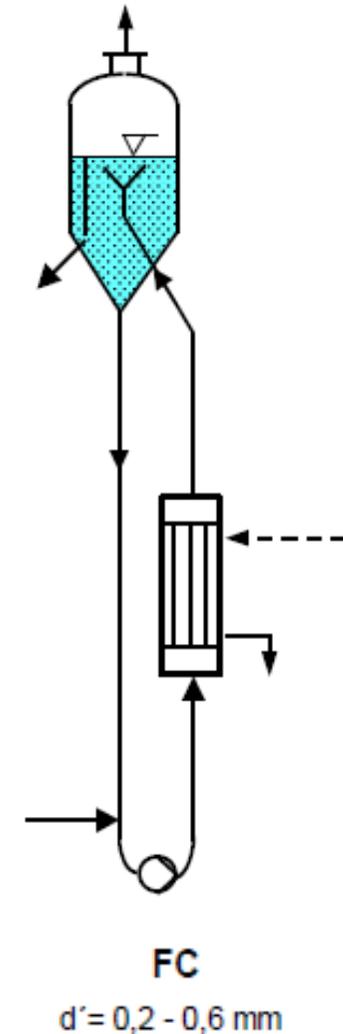
I cristallizzatori industriali possono differire nel loro design e nel modo e nella posizione del Sistema di ricircolazione.

In molte applicazioni, si mira alla produzione di cristalli grandi, che hanno maggiore mercato (maggiore purezza, facilità di gestione). In questo caso sarà importante:

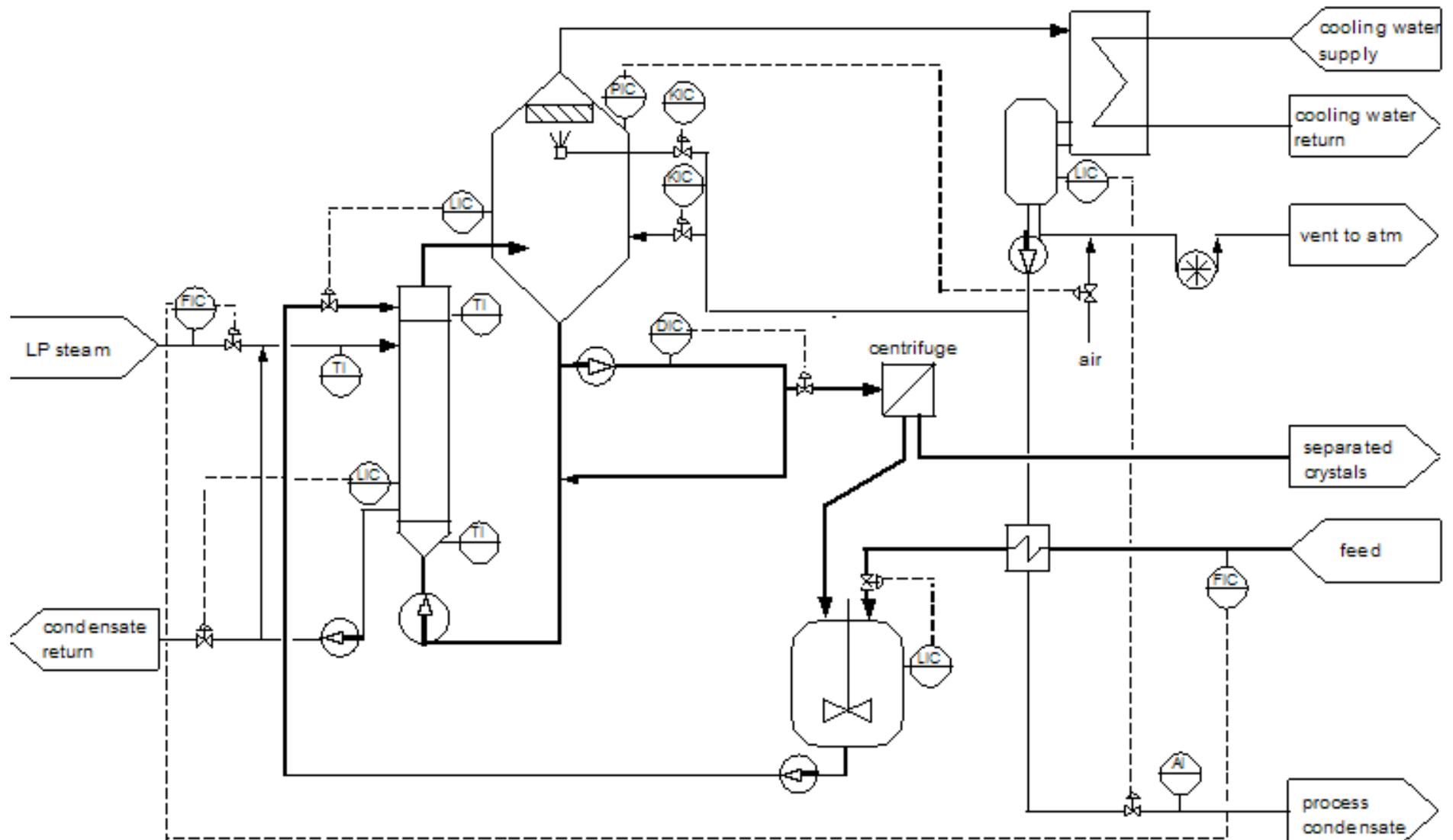
- Controllare **la sovrasaturazione** nel cristallizzatore tale da non superare la zona di metastabilità e garantire elevati valori di accrescimento;
- Adottare un sistema di mescolamento e di ricircolazione che **minimizza la nucleazione secondaria**.

Cristallizzatore a ricircolazione forzata

- Il cristallizzatore a ricircolazione forzata (Forced recycle, "FC") è quello maggiormente in uso nella pratica industriale. Nella sua operatività più comune, evapora il solvente sotto vuoto, con conseguente aumento del valore della sovrasaturazione.
- Il cristallizzatore FC consiste di quattro componenti base:
 - il **reattore**, che è il volume più ampio nel quale si realizzano i tempi di residenza desiderati;
 - la **pompa di ricircolazione**, che provvede allo spostamento del liquido madre nell'apparecchiatura e al suo mescolamento;
 - lo **scambiatore di calore a termosifone**, che provvede all'immissione di energia ed al controllo della temperatura del liquido madre;
 - il **sistema da vuoto**, che rimuove il solvente evaporato.
- Il cristallizzatore FC è usato per operazioni di cristallizzazione piuttosto semplici, dove la produzione di grandi cristalli non è strettamente necessaria. Il design minimizza la nucleazione secondaria ma non permette di spingere aggressivamente l'accrescimento.

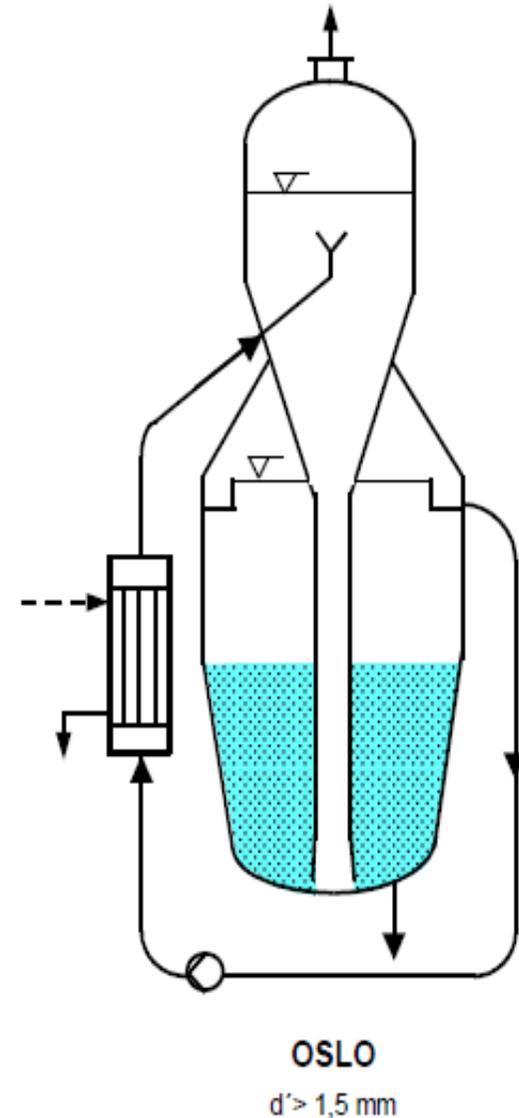


P&I Cristallizzatore FC



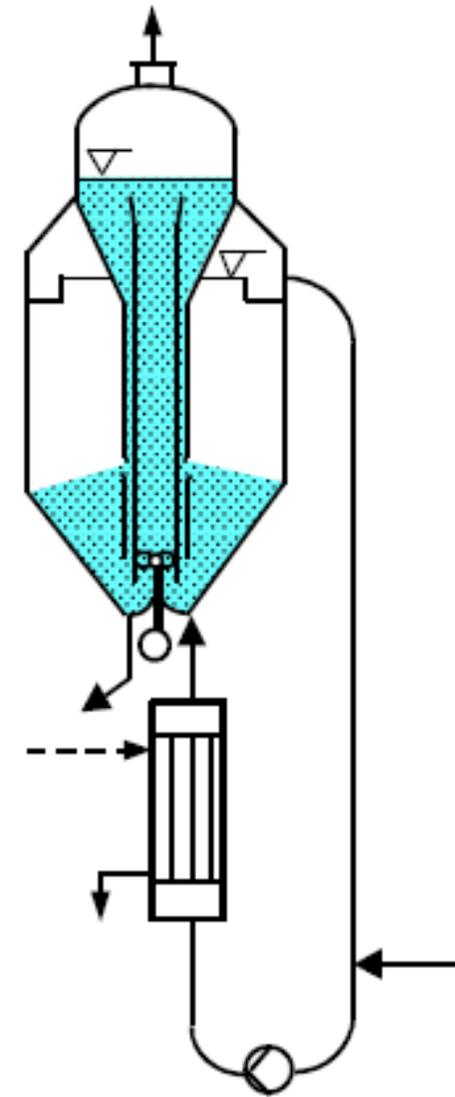
Cristallizzatore OSLO

- Questo cristallizzatore rappresenta un primo passo di modernizzazione dei cristallizzatori FC. E' stato inventato da F. Jeremiassen of Krystal A/S, in Oslo, Norvegia, nel 1924, and **prese il nome della città d'origine**. E' anche chiamato come cristallizzatore di tipo "growth", "fluid-bed" oppure "Krystal".
- Il **vantaggio principale** del OSLO è la sua abilità di produrre **grandi cristalli in un letto fluidizzato**, che non subisce movimentazione e quindi nucleazione secondaria. Il tempo di residenza dei cristalli intrappolati nell'apparecchiatura può essere anche di alcuni giorni, arrivando a formare cristalli di molti mm. E' in grado di crescere industrialmente i cristalli più grandi.
- Lo slurry viene rimosso dal letto fluidizzato, ed inviato a centrifugazione. Una volta chiarificato, può essere ricircolato nel letto di cristallizzazione alle condizioni di sovrasaturazione desiderate. La velocità di ricircolazione determina le condizioni operative del letto fluidizzato (trascinamento dei fini) e la classificazione in fondo all'apparecchiatura.



Cristallizzatore a turbolenza (DTB)

- Il cristallizzatore a turbolenza ("DTB", Draft Tube and Baffle crystallizer) ha il suo nome per la presenza di due zone distinte: in fondo, la rimozione dei cristalli (slurry) e verso l'alto, del liquido madre contenente fini.
- Promuove l'accrescimento dei cristalli: maggiormente di un FC ma meno dell'OSLO.
- E' il cristallizzatore più studiato, e si dispone di molti modelli molto accurati per assistere il corretto design. Le zone separate di accrescimento e di rimozione del liquido madre permette di definire con precisione tutti i parametri cinetici (velocità di accrescimento, velocità di nucleazione). Di conseguenza, è molto più semplice controllare questa apparecchiatura rispetto ad altre.



Turbulence (DTB)

$d' = 0,5 - 1,5 \text{ mm}$

Modello di un cristallizzatore

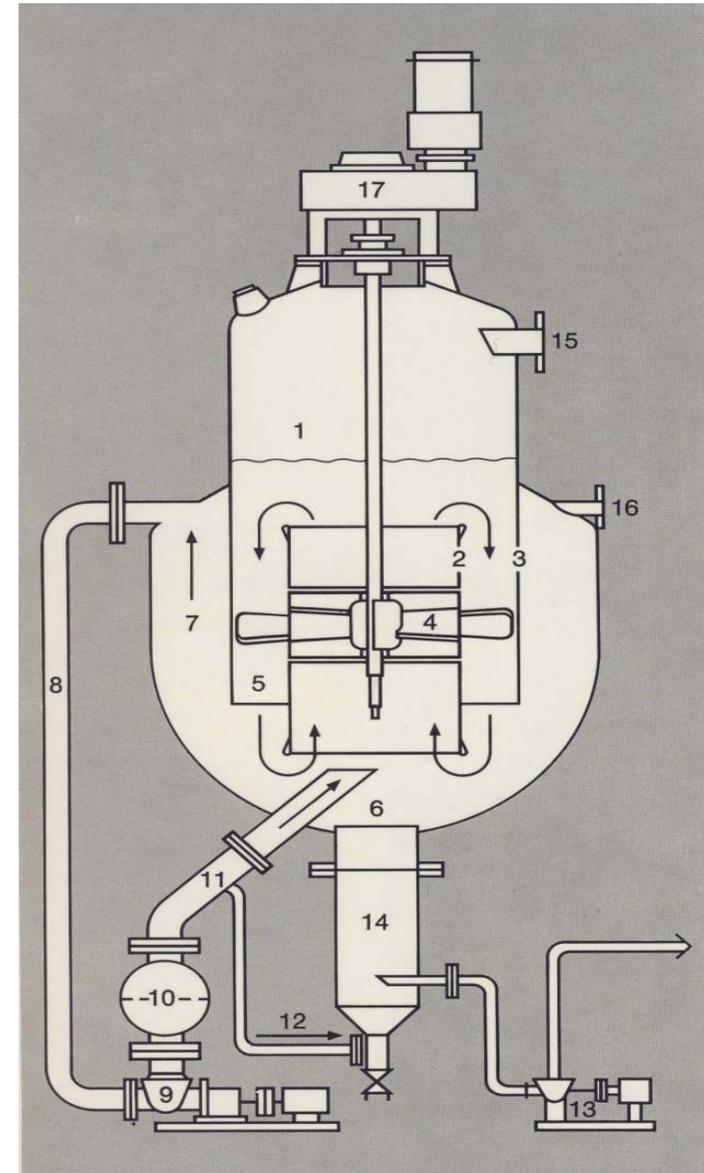
- **Operazione:**
 - Continua (elevate capacità)
 - Batch (piccole capacità)
- **Dinamica del fluido:**
 - Mixed Suspension Mixed Product Removal (MSMPR)
 - Segregazione dei cristalli e/o del liquido madre (CFD)
- **Forza spingente:**
 - Evaporazione (vuoto, riscaldamento)
 - Variazione di temperatura, cinetica (raffreddamento)
 - Reazione (se presente)
 - Aggiunta di altro solvente (se presente)
- **Semina:**
 - Portata in ingresso con o senza semina (nucleazione primaria omogenea o eterogenea)

Cristallizzatore a tubi coassiali

Il cristallizzatore a tubi coassiali (double pipe, DP) è brevettato da parte della Esher Wyss.

E' caratterizzato dalla presenza di un sistema ad elica doppio che incrementa la ricircolazione del solvente nell'apparecchiatura interno al draft tube, permettendo di usare velocità di rotazioni molto più basse.

- 1 Zona di evaporazione
- 2 Draft tube
- 7 Zona di classificazione dei fini
- 10 Scambiatore di calore
- 13 Pompa di prelievo slurry
- 14 Sistema di diluizione dello slurry



PROCESSI DI DOWN STREAM

Lo slurry estratto dal cristallizzatore ha densità intorno al 15 - 25 wt.% ma di norma le centrifughe lavorano al meglio con sospensioni al 50 - 60 wt.%. Per questo motivo, lo slurry viene concentrato ed ispessito in apposite apparecchiature, come gli idrocycloni.

Lo slurry chiarificato viene ricircolato al cristallizzatore, con una parte che viene spurgata per allontanare dal sistema le impurità.

Una volta separato nella centrifuga, il prodotto solido viene essiccato in apparecchiatura draft-tube o a letto fluidizzato.

