

# Uvećanje šaržnog kristalizatora

KUI – 13/2009  
Prispjelo 29. rujna 2008.  
Prihvaćeno 8. siječnja 2009.

A. Sander, A. Gelemanović, M. Hrkovac i N. Šimić

Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije,  
Marulićev trg 20, Zagreb

U svrhu pronalaženja odgovarajućeg pravila uvećanja, provedena su mjerenja u tri geometrijski slična kristalizatora Rushtonovih dimenzija različitih veličina, u laboratorijskom mjerilu. Za miješanje je upotrijebljeno miješalo s četiri lopatice nagnute pod kutem od 45°. Mjerenja su provedena pri različitim hidrodinamičkim uvjetima, odnosno različitim brzinama vrtnje miješala. Za kriterij usporedbe primijenjene su granulometrijske karakteristike (oblik i raspodjela veličina) dobivenih kristala. Provedena je šaržna kristalizacija hlađenjem vodene otopine kalijeva klorida. Kalijev klorid je odabran radi izuzetne osjetljivosti na radne uvjete. Naime i oblik i raspodjela veličina kristala jako se mijenjaju s promjenom radnih uvjeta. Poboljšanjem hidrodinamičkih uvjeta u kristalizatoru dobivaju se kristali pravilnijeg oblika. Ispitana je primjenljivost različitih pravila uvećanja, koja se primjenjuju kod uređaja za miješanje suspenzija. S obzirom da hidrodinamički uvjeti u kristalizatoru u velikoj mjeri utječu na kvalitetu dobivenog produkta (oblik, veličina i granulometrijski sastav kristala), uz geometrijsku sličnost nije moguće zadovoljiti niti jedan istraživan kriterij uvećanja. Na temelju metodologije koja se primjenjuje za uvećanje kada se mjerenja mogu provesti u tri ili više uređaja, određen je kriterij uvećanja šaržnog kristalizatora za kristalizaciju kalijevog klorida hlađenjem iz vodene otopine.

Ključne riječi: *kalijev klorid, scale-up, šaržna kristalizacija hlađenjem*

## Uvod

Uvećanje ili *scale-up* označuje provedbu eksperimenta u laboratorijskom mjerilu (ili pilot-postrojenju) te prevođenje dobivenih rezultata na industrijsko mjerilo, a podrazumijeva određivanje kriterija pomoću kojeg je moguće dobiti proizvod istih karakteristika u različitim mjerilima. Što je veličina laboratorijskog uređaja sličnija onoj industrijskoj, uvećanje je točnije i pouzdanije.<sup>1</sup>

Za uspješnu provedbu uvećanja potrebno je postići geometrijsku, kinematičku i/ili dinamičku sličnost.<sup>3</sup> Najlakše je postići geometrijsku sličnost koja podrazumijeva identične omjere odgovarajućih dimenzija u svim veličinama modela.<sup>1</sup> Uvećanje kristalizatora uz geometrijsku sličnost isključuje udovoljavanje ostalih kriterija sličnosti, pa je poželjno uzeti u obzir sustav s više stupnjeva slobode.

Uvećanje šaržnog kristalizatora je izuzetno kompliciran zadatak, što zbog složenosti samog procesa i brojnih faktora koji utječu na njegovu učinkovitu provedbu tako i zbog nedostatka odgovarajuće literature. Prilikom uvećanja šaržnog kristalizatora, odnosi između kinetike nukleacije, rasta kristala, sastava otopine te radnih uvjeta (način postizanja prezasićenosti, brzina vrtnje miješala i brzina temperaturnog sniženja) moraju biti u potpunosti definirani. Proces postaje još složeniji ukoliko je ispitivana sol sklona nastajanju aglomerata ili sekundarnoj nukleaciji. Te poteškoće mogu se umanjiti odabirom povoljnih hidrodinamičkih uvjeta.<sup>4</sup>

Miješanje utječe na procese prijenosa tvari i topline, suspendiranje i sekundarnu nukleaciju, dakle i granulometrijske karakteristike kristala.<sup>5-8</sup> Pri malim brzinama vrtnje miješala ne može se postići homogenost (temperaturna i

koncentracijska) cijelog obujma, što rezultira stvaranjem lokalnih prezasićenja i zadržavanjem nastalih čestica na dnu kristalizatora (nastaju kristali nepravilnih oblika – iglice, aglomerati). Nasuprot tome, ukoliko je miješanje preintenzivno, u uređaju nastaju uvjeti koji pospješuju sekundarnu nukleaciju (kontaktna ili zbog loma nastalih kristala), što opet nepovoljno utječe na granulometrijske karakteristike kristala.<sup>9-11</sup>

Osim već navedenog utjecaja na granulometrijske karakteristike kristala, tijekom kristalizacije mijenja se stanje od otopine do suspenzije, što zahtijeva veliku pozornost pri odabiru hidrodinamičkih uvjeta kako bi se postigao odgovarajući stupanj izmiješanosti. Postizanje stanja potpune suspenzije osigurava da su i najveći kristali u stalnom gibanju, a cijela površina kristala na raspolaganju za rast. Na procese miješanja koji ovise o makro-mjerilu (homogenizacija, suspendiranje) znatno utječe veličina uređaja. Za miješanje kapljevine odgovorno je mikro-mjerilo turbulencije, odnosno mali vrtlozi su dovoljni da se sustav kapljevine-kapljevine izmiješa. S druge strane, kod miješanja suspenzija ti najmanji vrtlozi više nisu dovoljni da se čestica podigne s dna posude, a pogotovo da se postigne stanje potpune suspenzije. Kod kristalizacije se stanje sustava neprekidno mijenja, pa se stoga mijenja i mjerilo turbulencije odgovorno za miješanje (od mikro- do makro-mjerila). Stoga je vrlo teško predvidjeti vladanje sustava, a samo miješanje predstavlja glavni problem kod prevođenja procesa u veće mjerilo.

Odabir kriterija uvećanja izuzetno je težak zadatak jer zadovoljavanje uvjeta miješanja u različitim mjerilima dovodi u konflikt ostale parametre i bezdimenzijske značajke koji su uzeti u obzir. Dakle, ne postoji jedinstven kriterij uve-

ćanja, jer predviđanje vladanja sustava u većem mjerilu znatno ovisi o svojstvima kristala i fluida te omjerima promjera uređaja.

Cilj ovog rada je istražiti primjenljivost različitih kriterija uvećanja na proces šaržne kristalizacije hlađenjem u laboratorijskom mjerilu. Na temelju granulometrijskih karakteristika nastalih kristala (oblik, veličina i raspodjela veličina kristala), odabrat će se odgovarajući kriterij uvećanja.

### Kriteriji uvećanja<sup>1,9,12</sup>

U malobrojnoj literaturi koja se bavi problemom uvećanja šaržnog kristalizatora navode se različiti kriteriji (stalna brzina vrtnje miješala, Reynoldsova značajka, Frouddova značajka...) uvećanja, koji, kako i sami autori ističu, nisu djelotvorni, ali često ne nude alternativu. Održavanje pojedinih bezdimenzijskih značajki konstantnim u uređajima različitih veličina rezultira nepovoljnim hidrodinamičkim uvjetima u industrijskim kristalizatorima, uz uvjet da je u potpunosti zadovoljena geometrijska sličnost.

Literatura nudi velik broj kriterija uvećanja, koji se u malo mjeri mogu primijeniti na uvećanje kristalizatora. Najčešće primjenjivani kriteriji uz pretpostavku da je proces miješanja ograničavajući su:  $n = \text{const.}$ ,  $u = \text{const.}$ ,  $P/V = \text{const.}$  i  $\tau/V = \text{const.}$  Nemogućnost primjene tih konvencionalnih kriterija uvećanja proizlazi iz činjenice da kod kristalizacije nije samo miješanje ograničavajući čimbenik s obzirom da se s povećanjem mjerila mijenjaju i brzine nukleacije.

Najpouzdaniji kriterij uvećanja dobiva se provođenjem eksperimenata u nekoliko uređaja različitih veličina.<sup>1</sup> Pri tome se dobiva trend uvećanja koji se može ekstrapolirati na veće mjerilo. Potrebno je u svim reaktorima provesti eksperimente u odgovarajućem rasponu brzine vrtnje miješala. Kada se postignu zadovoljavajući rezultati, u ovom slučaju iste granulometrijske karakteristike kristala u svim mjerilima, računaju se vrijednosti utrošene snage po jedinici obujma i momenta po jedinici obujma i prikazuju u grafičkoj ovisnosti  $\ln(P/V) = f \ln(\tau/V) = f \ln(V)$ . Na temelju grafičkog prikaza kod kojeg podaci bolje leže na pravcu, ekstrapolacijom se dobivaju dimenzije kristalizatora u većem mjerilu. Opisani postupak najbolje opisuje sljedeće jednadžbe, gdje su  $s$  i  $\kappa$  eksponenti uvećanja, za  $P/V$  i  $\tau/V$ , a  $R$  je faktor uvećanja.

$$(P/V)_2 = (P/V)_1 \cdot (D_2/D_1)^s = (P/V)_1 \cdot R^s \quad (1)$$

$$(\tau/V)_2 = (\tau/V)_1 \cdot (D_2/D_1)^\kappa = (\tau/V)_1 \cdot R^\kappa \quad (2)$$

Ukoliko se ne dobije linearna ovisnost, metodom najmanjih kvadrata odabire se konačni kriterij uvećanja. Uvećanje na temelju grafičkog prikaza  $\ln(P/V) = f \ln(V)$  često je primjenjivano u industriji.

## Eksperimentalni dio

### Određivanje topljivosti

Topljivost kalijeva klorida određena je metodom suhog ostatka pri temperaturama u rasponu od  $\vartheta = 20,0$  do  $54,5$  °C. Dobivena krivulja topljivosti slaže se s literaturnim podacima,<sup>8</sup> te se može opisati sljedećim izrazom:

$$X_s = 0,3 \cdot \vartheta + 27,87 \quad (3)$$

### Odabir brzine snižavanja temperature

Brzina snižavanja temperature od  $\dot{\vartheta} = 8$  °C/h odabrana je na temelju prethodnih iskustava iz kristalizacije KCl.<sup>13</sup> Odabrana brzina temperaturnog snižavanja kontrolirana je termostatom spojenim na računalo. Međutim, samo u najmanjem uređaju postignuto je željeno hlađenje otopine. U oba veća kristalizatora došlo je do kašnjenja profila hlađenja. U srednjem kristalizatoru ( $D_2 = 9,7$  cm) otopina se hladila brzinom promjene temperature od  $\dot{\vartheta} = 7,9$  °C h<sup>-1</sup>, a u najvećem brzinom od  $\dot{\vartheta} = 6,7$  °C h<sup>-1</sup>. Naime porastom veličine kristalizatora dostupna površina izmjene topline više nije dovoljna da osigura hlađenje brzinom promjene temperature od  $\dot{\vartheta} = 8$  °C h<sup>-1</sup> s obzirom na znatno veći obujam otopine koji je potrebno ohladiti. Da bi hlađenje otopine bilo isto u sva tri kristalizatora, potrebno bi bilo raditi s termostatom koji ima mogućnost kontrole temperature ne rashladne vode, već otopine u kristalizatoru.

### Određivanje snage potrebne za miješanje

U sva tri kristalizatora izmjerene su snage utrošene za miješanje otopine u intervalu brzina vrtnje miješala od  $n = 100$  do  $700$  min<sup>-1</sup>, na analizatoru snage DW-6090. Kako bi se dobili precizniji podaci, snaga je izračunata iz podataka o jakosti i naponu struje:

$$P = UI \quad (4)$$

Dobivene su sljedeće linearne ovisnosti:

$$D_1: (P/V) = 127,84 n + 27455 \quad (5)$$

$$D_2: (P/V) = 22,94 n + 5186 \quad (6)$$

$$D_3: (P/V) = 8,24 n + 1114 \quad (7)$$

### Granulometrijske karakteristike kristala

Raspodjela veličina kristala određena je suhim sijanjem kroz standardizirana sita u rasponu od 90 do 1400 μm.

Oblik dobivenih kristala određen je pomoću svjetlosnog mikroskopa MOTIC BA200. Na mikroskop je spojena kamera povezana s računalom. Uzorci su fotografirani te analizirani računalnim programom MOTIC PLUS.

### Aparatura

Aparatura u kojoj je provedena kristalizacija sastoji se od: termostata, kristalizatora, miješalice i konduktometra. Termostat (JULABO F12 MB) i konduktometar (WTW Inolab pH/Cond 740) spojeni su na računalo, tako da je otopina tijekom kristalizacije kontrolirano hlađena podešenim profilom hlađenja, a mjerni podaci (vodljivost i temperatura u odabranim vremenskim intervalima) pohranjivani su u datoteku za kasniju obradu. Pokusi su provedeni u geometrijski sličnim kristalizatorima Rushtonovih dimenzija<sup>15</sup> (tablica 1.).

Za provođenje eksperimenata upotrijebljeno je turbinsko miješalo s 4 ravne lopatice nagnute pod kutem od 45°, koje izaziva miješanje u aksijalnom smjeru.

### Određivanje potrebne brzine vrtnje miješala<sup>8</sup>

Potrebna brzina vrtnje miješala u poluindustrijskom ili industrijskom mjerilu određuje se prema metodologiji pred-

T a b l i c a 1 – Dimenzije kristalizatora i miješala

T a b l e 1 – Crystallizer and impeller dimensions

Promjer kristalizatora Crystallizer diameter $D/m$	Promjer miješala Impeller diameter $10^2 \cdot d_m/m$	Faktor uvećanja Scale-up factor R
0,055	1,83	1
0,097	3,23	1,76
0,150	5,00	2,73

loženoj za miješanje suspenzija.<sup>8</sup> Nakon što se odredi veličina kristalizatora (obujam i promjer) na temelju odgovarajućeg kriterija uvećanja, uz pretpostavku da je miješanje turbulentno, može se iz dijagrama ovisnosti značajke dobave o Reynoldsovoj značajki<sup>16</sup> za danu geometriju (omjer  $d_m/D$ ) očitati značajka dobave  $N_V$ .

$$N_V = Q/(n d_m^3). \quad (8)$$

Obujmni protok koji proizvodi miješalo određuje se iz minimalne brzine taloženja, iz poznatih relativnih gustoća,  $d_{KCl}$  i  $d_{H_2O}$  i veličina kristala te koncentracije čvrstog u suspenziji.<sup>8</sup> Očitana se brzina množi s korekcijskim faktorom.<sup>8</sup>  $f_w$ , jer količina čestica u suspenziji utječe na brzinu taloženja.

$$v_d = f_w v_t \quad (9)$$

Sada se može izračunati obujmni protok koji uzrokuje miješalo:

$$Q = v_d A = v_d D^2 \pi/4 \quad (10)$$

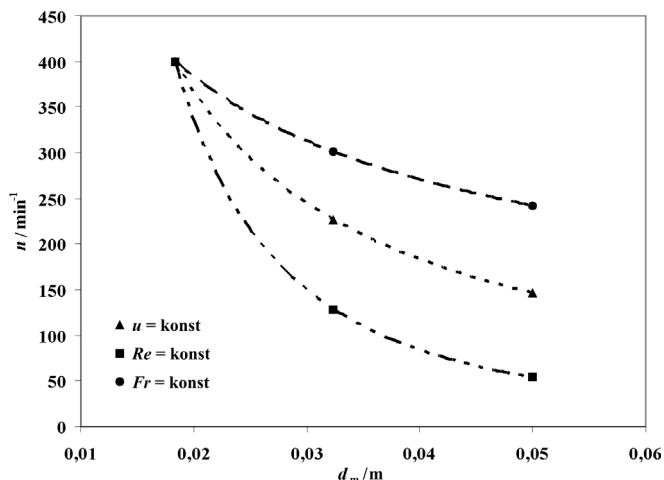
Uvrštenjem u jednadžbu za značajku dobave izračuna se potrebna brzina vrtnje miješala,  $n$ .

Dobivena brzina vrtnje miješala može se po potrebi korigirati, ukoliko se dobije premali stupanj izmješanosti (prema Chemineeru ChemScale),<sup>8</sup> tako da se odabere željeni stupanj izmješanosti (za kristalizaciju: 6–9) te nanovo izračuna brzina vrtnje miješala.

## Rezultati i rasprava

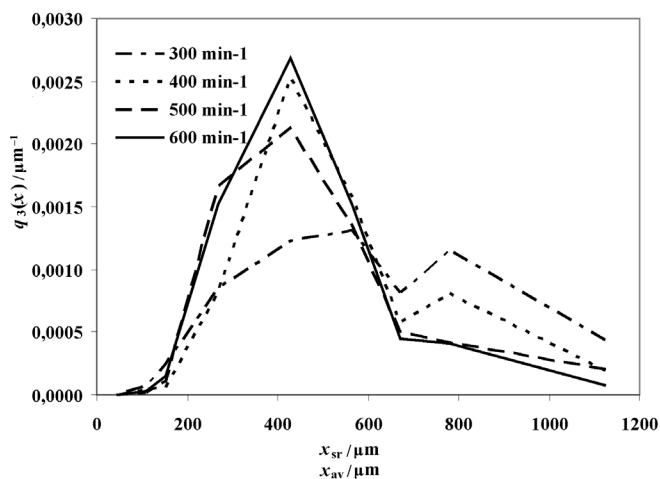
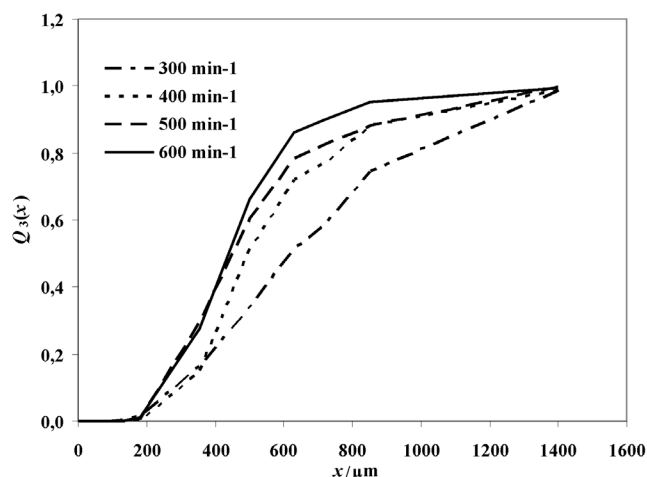
U svrhu pronalazjenja odgovarajućeg kriterija uvećanja šaržnog kristalizatora provedeni su eksperimenti kristalizacije kalijeva klorida iz vodene otopine hlađenjem. Mjerenja su provedena u tri geometrijski slična uređaja u laboratorijskom mjerilu u intervalu brzine vrtnje miješala od  $n = 300$  do  $600 \text{ min}^{-1}$ .

Na slici 1. prikazano je kako povećanje promjera kristalizatora, odnosno veličine miješala, utječe na potrebnu brzinu vrtnje miješala uz odabrane kriterije uvećanja ( $u = \text{const.}$ ,  $Re = \text{const.}$  te  $Fr = \text{const.}$ ). Povećanje kristalizatora nepovoljno utječe na potrebnu brzinu vrtnje miješala. Da bi navedeni kriteriji uvećanja bili udovoljeni, znatno bi se morala smanjiti brzina vrtnje miješala, što bi rezultiralo nepovoljnim hidrodinamičkim uvjetima u kristalizatoru. U tom se slučaju dobivaju kristali neželjenih granulometrijskih karak-

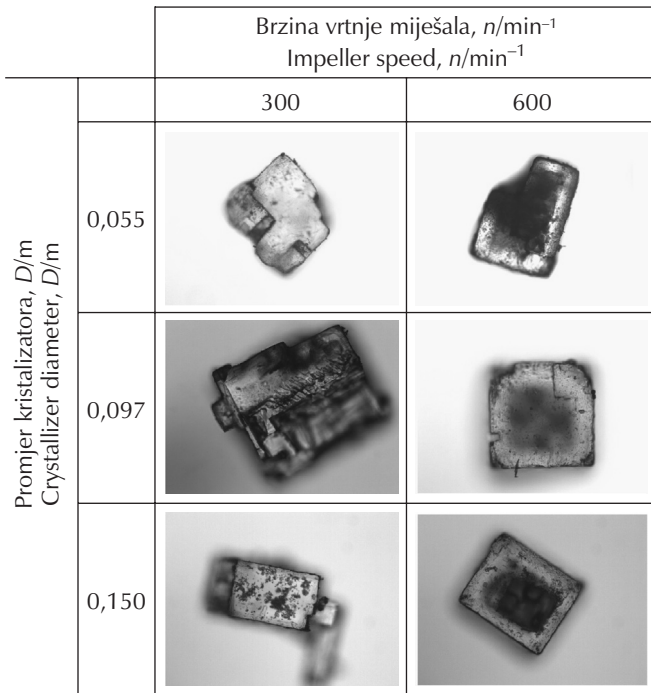


Slika 1 – Kriteriji uvećanja

Fig. 1 – Scale-up rules

Slika 2 – Utjecaj intenziteta miješanja na raspodjelu veličina kristala ( $D = 0,15 \text{ m}$ )Fig. 2 – Influence of mixing intensity on crystal size distribution ( $D = 0.15 \text{ m}$ )

teristika (nepravilni oblici, široka raspodjela veličina kristala, prisustvo aglomerata u velikoj mjeri). S obzirom da se konvencionalni kriteriji uvećanja ne mogu primijeniti na



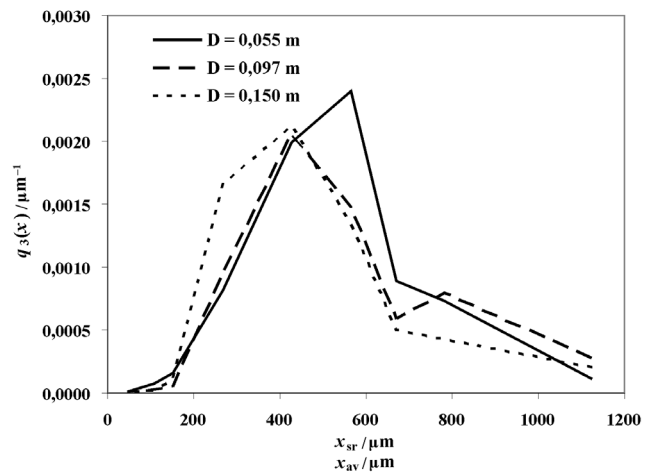
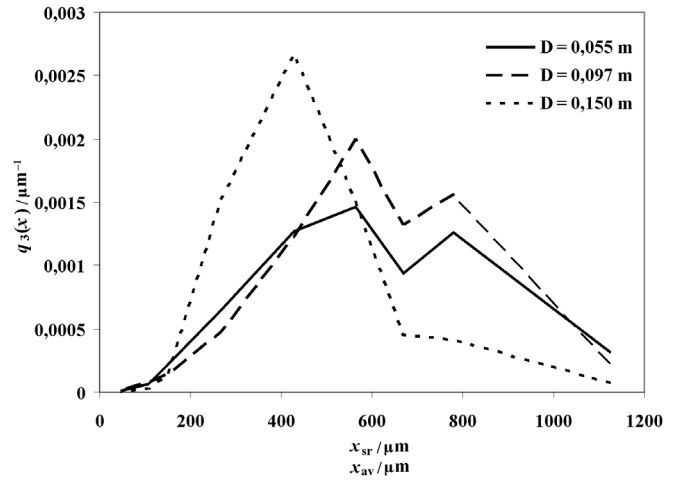
Slika 3 – Utjecaj veličine kristalizatora i intenziteta miješanja na oblik kristala

Fig. 3 – Influence of crystallizer size and mixing intensity on crystal shape

uvećanje kristalizatora, pristupilo se metodologiji koja se primjenjuje ukoliko se mjerenja mogu provoditi u tri ili više uređaja različitih veličina. U tu je svrhu bilo potrebno odrediti kako promjena brzine vrtnje miješala utječe na utrošenu snagu po jediničnom obujmu i to za sva tri kristalizatora (jed. (5)–(7)).

Na slici 2. prikazane su dobivene raspodjele veličina kristala (kumulativna,  $Q_3(x)$ ) i funkcija gustoće raspodjele,  $q_3(x)$ ) u najvećem kristalizatoru. Ti su rezultati odabrani jer se povećanjem mjerila smanjuje sekundarna nukleacija (kontaktna i zbog loma). Povećanje brzine vrtnje miješala trebalo bi povoljno utjecati na raspodjelu veličina kristala, odnosno pomicati je u područje većih veličina, zbog boljih hidrodinamičkih uvjeta za procese prijenosa tvari i topline.<sup>14</sup> Međutim, dobivene se krivulje pomiču u suprotnom smjeru. Iz funkcija gustoće raspodjele vidi se da su dobivene raspodjele bimodalne, što govori u prilog nastajanju aglomerata. Pri većim brzinama vrtnje miješala veća je energija sudara između pojedinih kristala, ali je veća i brzina kojom se ti kristali udaljavaju nakon sudara jedan od drugoga. Zbog toga pri manjim brzinama vrtnje miješala kristali provedu dulje vrijeme u neposrednoj blizini kristala s kojim su se sudarili, što rezultira stvaranjem veze i nastajanjem aglomerata. Osim toga, pri malim brzinama vrtnje miješala tijekom kristalizacije znatno se mijenja stanje izmiješanosti suspenzije. Kako kristali rastu to ih je teže podići s dna posude, pa dolazi do nagomilavanja na dnu kristalizatora. Kristali ostaju u međusobnom kontaktu, što opet pogoduje nastajanju aglomerata. Kako raste brzina vrtnje miješala smanjuje se i udio aglomerata, te su zbog toga funkcije pomaknute u područje manjih veličina.

Na slici 3. prikazani su kristali dobiveni pri različitim procesnim uvjetima. Porastom brzine vrtnje miješala i po-



Slika 4 – Utjecaj veličine kristalizatora na raspodjelu veličina kristala: a)  $n = 600 \text{ min}^{-1}$ , b)  $n = 500 \text{ min}^{-1}$

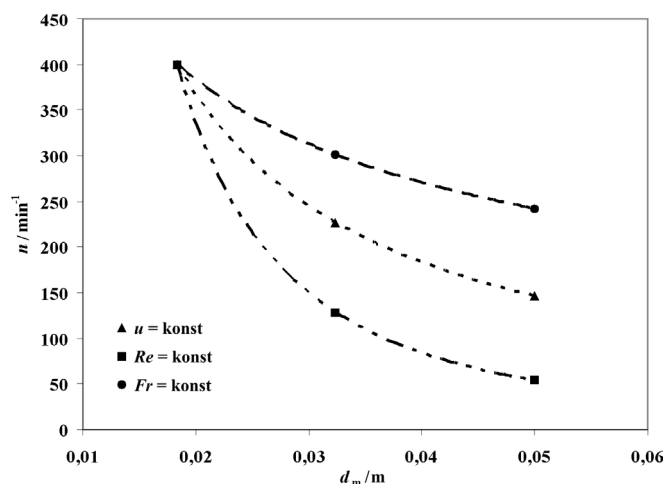
Fig. 4 – Influence of crystallizer size on crystal size distribution a)  $n = 600 \text{ min}^{-1}$ , b)  $n = 500 \text{ min}^{-1}$

većanjem kristalizatora dobivaju se kristali pravilnijeg oblika. Pri većim brzinama vrtnje miješala povoljniji su hidrodinamički uvjeti za procese prijenosa topline i tvari koji se odvijaju tijekom kristalizacije. Različiti mehanizmi nukleacije koji se istodobno odvijaju tijekom kristalizacije, nisu u istoj mjeri zastupljeni u uređajima različitih veličina. Uvećanjem kristalizatora smanjuje se sekundarna nukleacija, s obzirom da u malim uređajima kristali mnogo češće dolaze u područja velikih smičnih napreznja u blizini miješala. Drugim riječima, u malom kristalizatoru kristal prijeđe kraći put između dva sudara s miješalom nego u velikom, tako da su češći sudari kristala i miješala. S druge strane, u većem kristalizatoru češća je kontaktna nukleacija zbog sudara kristal-kristal. Ti su sudari znatno slabijeg intenziteta od sudara kristal-miješalo te je i manja vjerojatnost da će doći do loma kristala.

Nakon što su provedeni eksperimenti u sva tri kristalizatora u istom intervalu brzina vrtnje miješala, bilo je potrebno usporediti dobivene rezultate kako bi se pronašli uvjeti kod kojih se u svim mjerilima dobivaju kristali sličnih granulometrijskih karakteristika. S obzirom da se pri najvećoj brzini vrtnje miješala dobivaju najpravilniji kristali s najmanjim udjelom aglomerata, prvo su uspoređeni rezultati pri  $n = 600 \text{ min}^{-1}$  (slika 4a.).

Dobivene raspodjele veličina kristala ne preklapaju se, no može se zaključiti da se porastom veličine uređaja smanjuje udio aglomerata. Daljnjom usporedbom krivulja raspodjele veličina i oblika kristala dobilo se da pri  $n = 500 \text{ min}^{-1}$  u sva tri kristalizatora nastaju kristali zadovoljavajućih granulometrijskih karakteristika (slika 4b.).

Na kraju se pristupilo pronalazanju odgovarajućeg kriterija uvećanja. Na temelju jednadžbi koje daju ovisnost utrošene snage po jediničnom obujmu (jed. (12)–(14)) izračunate su vrijednosti za sva tri kristalizatora te prikazane u ovisnosti  $\ln(P/V) = f(\ln(V))$ . Ekstrapolacijom dobivenog pravca određen je obujam većeg kristalizatora te su izračunate i njegove geometrijske karakteristike (slika 5).



Slika 5 – Određivanje kriterija uvećanja  
Fig. 5 – Determination of the scale-up rule

Ekstrapolacijom pravca na veći obujam dobiva se:

$$\ln(V) = -1 \rightarrow V = 0,368 \text{ m}^3,$$

odnosno za promjer kristalizatora:

$$D = 0,777 \text{ m}$$

te promjer miješala:

$$d_m = D/3 = 0,259 \text{ m}$$

Prema jednadžbi 1. izračuna se eksponent uvećanja,  $s$ :

$$s = \ln((P/V)_{\text{pilot}} / (P/V)_{\text{lab}}) / \ln(R) \quad (11)$$

S obzirom da je strujanje u kristalizatoru turbulentno (za sve eksperimente je  $Re > 1 \cdot 10^4$ ), za omjer promjera miješala i kristalizatora  $d_m = D = 0,33$  značajka dobave<sup>16</sup> iznosi  $N_v$ . Na temelju rezultata dobivenih za najveći kristalizator ( $D_3$ ):<sup>8</sup> udio kristala u otopini na kraju eksperimenta 3,5 %, promjer kristala 1 mm i razlika relativnih gustoća 1, dobiveni su sljedeći podaci (tablica 2.).

S obzirom da je za postizanje stanja potpune suspenzije kod kristalizacije potreban stupanj izmiješanosti između 6 i 9 (prema Chemineeru ChemScale),<sup>8</sup> što znači da je homogenost suspenzije između 95 i 98 % visine kapljevine, određene su i brzine vrtnje miješala za te uvjete ( $n = 414$  i  $578 \text{ min}^{-1}$ ). Dobivene se vrijednosti nalaze unutar intervala brzina vrtnje miješala u kojem je proveden eksperiment.

Tablica 2 – Određivanje potrebne brzine vrtnje u novom kristalizatoru<sup>8</sup>

Table 2 – Determination of the mixing intensity for new crystallizer<sup>8</sup>

Minimalna brzina taloženja, $v_t$ , $\text{m s}^{-1}$	0,137
Terminal settling velocity, $v_t$ , $\text{m s}^{-1}$	
Korekcijski faktor, $f_w$	0,82
Correction factor, $f_w$	
Brzina taloženja, $v_{dt}$ , $\text{m s}^{-1}$	0,112
Settling velocity, $v_{dt}$ , $\text{m s}^{-1}$	
Obujmni protok koji proizvodi miješalo, $V$ , $\text{m}^3 \text{ s}^{-1}$	0,053
Effective pumping capacity, $V$ , $\text{m}^3 \text{ s}^{-1}$	
Potreban broj okretaja miješala, $n$ , $\text{min}^{-1}$	237
Shaft speed, $n$ , $\text{min}^{-1}$	
Stupanj izmiješanosti	1
Solid suspension scale-value	

## Zaključci

Istražena je primjenljivost različitih kriterija uvećanja na šaržni kristalizator u laboratorijskom mjerilu. Uobičajeni kriteriji uvećanja ne mogu se primjenjivati kod uvećanja kristalizatora zbog složenosti procesa.

Povećanjem brzine vrtnje miješala dobivaju se kristali pravilnijeg oblika s manjim udjelom aglomerata zbog povoljnijih hidrodinamičkih uvjeta.

U uređaju većih dimenzija također se dobivaju pravilniji kristali zbog smanjenja udjela sekundarne nukleacije izazvane sudarima kristal-miješalo.

Na temelju metodologije koja se primjenjuje kada se raspolaže s tri ili više uređaja određen je kriterij uvećanja šaržnog kristalizatora za kristalizaciju kalijeva klorida hladnjem vodene otopine. Kriterij uvećanja definiran je izrazom:  $(P/V)_{\text{pilot}} / (P/V)_{\text{lab}} R^{-3}$ .

## List of symbols

### Popis simbola

$A$	– površina, $\text{m}^2$ – surface, $\text{m}^2$
$D$	– promjer kristalizatora, $\text{m}$ – crystallizer diameter, $\text{m}$
$d_m$	– promjer miješala, $\text{m}$ – impeller diameter, $\text{m}$
$Fr$	– Froudova značajka – Froude number
$f_w$	– korekcijski faktor – correction factor
$I$	– jakost struje, $A$ – electric current, $A$
$N_v$	– značajka dobave – pumping number
$n$	– brzina vrtnje miješala, $\text{min}^{-1}$ – impeller speed, $\text{min}^{-1}$
$P$	– snaga, $W$ – power, $W$

$P/V$	– utrošena snaga po jediničnom obujmu, $W\ m^{-3}$ – power per volume, $W\ m^{-3}$
$Q_3(x)$	– kumulativna funkcija raspodjele veličina – cumulative size distribution
$q_3(x)$	– funkcija raspodjele veličina – density distribution
$R$	– faktor uvećanja – scale-up factor
$r^2$	– koeficijent korelacije – correlation coefficient
$Re$	– Reynoldsova značajka – Reynolds number
$d$	– relativna gustoća – relative density
$s$	– eksponent uvećanja (jednadžba 1) – scale-up exponent (equation 1)
$\vartheta$	– temperatura, $^{\circ}C$ – temperature, $^{\circ}C$
$u$	– obodna brzina, $m\ s^{-1}$ – tip speed, $m\ s^{-1}$
$U$	– napon, $V$ – voltage, $V$
$V$	– obujam, $m^3$ – volume, $m^3$
$Q$	– obujmni protok, $m^3\ s^{-1}$ – volume flow rate, $m^3\ s^{-1}$
$v_t$	– minimalna brzina taloženja, $m\ s^{-1}$ – terminal settling velocity, $m\ s^{-1}$
$v_d$	– brzina taloženja, $m\ s^{-1}$ – settling velocity, $m\ s^{-1}$
$X_S$	– topljivost, $kg\ kg^{-1}$ – solubility, $kg\ kg^{-1}$
$x$	– veličina kristala, $m$ – crystal size, $m$
$x_{sr}$	– srednja veličina kristala, $m$ – average crystal size, $m$

$\kappa$	– eksponent uvećanja (jednadžba 2) – scale-up exponent (equation 2)
$\tau$	– moment vrtnje, $N\ m$ – torque, $N\ m$
$\dot{\vartheta}$	– brzina snižavanja temperature, $^{\circ}C\ h^{-1}$ – cooling rate, $^{\circ}C\ h^{-1}$

**Literatura:****References:**

1. R. S. Brodkey, H. C. Hershey, Agitation, u B. J. Clark (ur.), Transport Phenomena A Unified Approach Part II, McGraw-Hill, Singapore, 1989, str. 359–399.
2. M. Zlokarnik, Scale-up in Chemical Engineering, 2. izdanje, Wiley-Vch, Weinheim, 2006, str. 1–54.
3. J. W. Mullin, Crystallization, 4. izdanje, Butterworth-Heinemann, Oxford, 2001, str. 448–451.
4. M. Yokota, E. Takezawa, T. Takakusaki, A. Sato, H. Takahashi, N. Kubota, Chem. Eng. Sci. **54** (1999) 3831.
5. R. R. Rautzen, R. R. Corpstein, D. S. Dickey, Chem. Eng. **83** (1976) 119.
6. D. S. Dickey, R. W. Hicks, Chem. Eng. **83** (1976) 93.
7. M. Zlokarnik, Chem. Eng. Sci. **53** (1998) 3023.
8. L. E. Gates, J. R. Morton, P. L. Fondy, Chem. Eng. **83** (1976) 144.
9. W. G. Genck, Chem. Eng. Prog. **99** (2003) 36.
10. T. A. Bell, Powder Techn. **150** (2005) 60.
11. R. Qian, Z. Chen, H. Ni, Z. Fan, F. Cai, AIChE J. **33** (1987) 1690.
12. K. Kim, C. Lee, J. Chem. Eng. Japan **35** (2002) 1091.
13. J. Prlić Kardum, Studij kinetike kristalizacije pomoću modelnih eksperimenata, doktorska disertacija, Zagreb, 2005.
14. A. S. Myerson, Handbook of Industrial Crystallization, 2. izdanje, Butterworth-Heinemann, Woburn, 2002, str. 189–191.
15. J. Prlić Kardum, A. Sander, A. Glasnović, Chem. Biochem. Eng. Q. **53** (2004) 109.
16. R. H. Hicks, J. R. Morton, J. G. Fenic, Chem. Eng. **83** (1976) 102.

## SUMMARY

### Batch Crystallizer Scale-Up

A. Sander, A. Gelemanović, M. Hrkovac, and N. Šimić

In order to define an appropriate scale-up criterion for a batch crystallizer batch cooling crystallization of potassium chloride from the aqueous solution has been performed. The measurements were undertaken on the laboratory scale in three geometrically similar pieces of equipment (Table 1) under mixing intervals from 300 to 600  $\text{min}^{-1}$ . A stirrer was supplied with pitched (at  $45^\circ$ ) 4-blade propeller. Granulometric properties (shape and size distribution) of the obtained crystals were used as a comparison criterion. Hydrodynamic conditions in the crystallizer and size of the equipment had major influence on the properties of the crystals. Under higher mixing intensity and with larger equipment the crystals assumed more regular shape (Fig. 3.), and their size distribution showed finer fractions (Fig. 2, Fig. 4.). Actually, these conditions reduced the amount of agglomerates in the finished product. In addition, better hydrodynamic conditions for heat and mass transfer were achieved, whereas the secondary nucleation (contact) was minor. The comparison between the obtained crystal size distributions in all three pieces of laboratory equipment showed that the mixing rate of  $n = 500 \text{ min}^{-1}$  yielded satisfactory results (Fig. 4 b.). They were further used to define the scale-up criterion for the batch crystallizer. Applicability of different scale-up criteria to the suspension stirrers was tested. Compliance with the geometric similarity and hydrodynamic conditions did not allow for compliance with the conventional scale-up criteria ( $Fr = \text{const}$ ,  $Re = \text{const}$ ). Based on the scale-up methodology, when the measurements can be undertaken in three or more pieces of equipment, the scale-up criterion, for the batch crystallizer for cooling crystallization of potassium chloride from the aqueous solution, is defined (Fig. 5.). The methodology proposed for the studied crystallizer gives a relatively low mixing intensity ( $237 \text{ min}^{-1}$ ), which corresponds to the solution homogeneity 1 (Table 2.). Given that crystallization required suspension homogeneity between 6 and 9 (Chemineer ChemScale),<sup>8</sup> implying that the suspension homogeneity was 95–98 % of the liquid height, the mixing intensity for these conditions were determined as well. The obtained values were within the range of the used mixing intensity.

Faculty of Chemical Engineering and Technology,  
Marulićev trg 20, Zagreb, Croatia

Received: September 29, 2008  
Accepted: January 8, 2009