

# Mischeffekte in Rührkesselkristallisatoren

**Doctoral Thesis**

**Author(s):**

Zabelka, Michal

**Publication date:**

1978

**Permanent link:**

<https://doi.org/10.3929/ethz-a-000139464>

**Rights / license:**

[In Copyright - Non-Commercial Use Permitted](#)

Diss. ETH Nr. 6205

MISCHEFFEKTE IN RUEHRKESSELKRISTALLISATOREN

ABHANDLUNG

zur Erlangung des Titels eines  
Doktors der Technischen Wissenschaften

der  
EIDGENOESSISCHEN TECHNISCHEN  
HOCHSCHULE ZUERICH

vorgelegt von  
Michal Zabelka  
Dipl. Chem.-Ing. ETH  
geboren am 5. Dezember 1949  
von der Tschechoslowakei

Angenommen auf Antrag von  
Prof. Dr. J. R. Bourne, Referent  
Prof. Dr. D. W. T. Rippin, Korreferent

1978



## ZUSAMMENFASSUNG

In der vorliegenden Arbeit wurde eine neue Methode zur Beschreibung der Korngrößenverteilung im Produktstrom eines kontinuierlichen Rührkesselkristallisators weiterentwickelt und erprobt. Das Prinzip dieser Methode lag in der Verbindung der Massen- und Populationsbilanzen eines ideal durchmischten Rührkessels (MSMPR) mit einer stetigen Klassifikation der Kristallgrößen in der Suspension.

Zuerst galt es, eine neue Rührkesselkonstruktion auf ihre Suspendierfähigkeit zu untersuchen. Der Tank setzte sich zusammen aus einem zylindrischen Gefäß mit geformtem Boden, einem Zugrohr und acht symmetrisch angeordneten Strombrechern. Als Rührorgan wurde ein dreiblättriger Schiffspropeller verwendet, welcher die Suspension im Zugrohr abwärts pumpte. Das intermittierende Absaugen der Suspension kam als Probeentnahme zur Anwendung. Die Geometrie des Rührkessels wurde nach dem Prinzip des konstanten Strömungsquerschnitts entworfen. Diese Konstruktion vermochte den Feststoff (Glasperlen) bei einer beträchtlich kleineren Leistungsaufnahme in Wasser zu suspendieren als ein herkömmlicher Rührkessel mit flachem Boden. Die Güte der Suspension wurde vor allem in einem inhomogen vermischten Zustand untersucht. Eine stetige Klassifikation machte sich hier bemerkbar, verursacht durch das Absinken der Glasperlen im Tank. Diese Klassifikation war von mehreren Faktoren abhängig: Vor allem von der Korngrösse und der Propellerdrehzahl. Sie konnte mit einer Funktion dieser zwei Variablen erfasst werden.

Die Auswirkungen der Klassifikation auf die Korngrößenverteilung bei der kontinuierlichen Kristallisation von Kaliumalaun wurden anschliessend untersucht. Es wurden sowohl Versuche im ideal durchmischten Zustand wie auch bei einer ungenügenden Vermischung durchgeführt. Im letzteren Fall stellte das Verhältnis der Populationsdichten im Tank und im Produktstrom die Klassifikationsfunktion dar. Sie war auch hier eine Funktion der Kristallgrösse und der Rührintensität. Die Abhängigkeit von der

Propellerdrehzahl sah jedoch anders aus als bei Suspensionsversuchen mit Glaspartikeln. Es konnte gezeigt werden, dass die Klassifikation in zwei verschiedenen Suspensionen keineswegs nur aufgrund der Sinkgeschwindigkeiten der Teilchen verglichen werden kann. Die Form und Masse der Partikel spielen vor allem in einer bodenfreien Suspension auch eine wichtige Rolle.

Die Wachstumsrate von Kaliumalaun in einem Multipartikelsystem zeigt eine gewisse Abhängigkeit von der Kristallgrösse. Deshalb wurden alle Kristallisationsversuche mit zwei verschiedenen Wachstumsmodellen ausgewertet. Beide Modelle konnten jedoch die experimentellen Daten gleich gut ausdrücken, und somit konnte nicht entschieden werden, ob Kaliumalaun wirklich grössenabhängig wächst oder ob dieser Effekt nur scheinbar durch eine Wachstumsdispersion entsteht.

Ein kontinuierlich klassifizierender, stationärer Rührkristallisor weist im Vergleich mit einem MSM-PR-Kristallisor einige Vorteile auf. Er kann beim gleichen Durchsatz der Eduktlösung und bei einer kleineren Rührleistung mehr Kristallisat produzieren. Die mittlere Korngrösse erhöht sich mit sinkender Propellerdrehzahl, d. h. mit längerer Verweilzeit der Kristalle im Rührkessel, und die Streuung der Korngrössenverteilung wird wenigstens im Falle des grössenabhängigen Wachstums ( oder der Wachstumsdispersion ) nicht merklich grösser als in einem MSM-PR-Tank. Bei der kleineren Rührergeschwindigkeit kommen die Kristalle weniger in Kontakt mit dem Rührorgan, und deshalb könnte auch die Qualität des Produktes besser sein.

ABSTRACT

The degree of suspension in a continuous stirred crystallizer has a considerable effect upon the crystal size distribution (CSD). Very few industrial units operate in the mixed-suspension-mixed-product-removal mode (MSMPR). Only this ideal state, however, can be modeled exactly. Therefore the design of an industrial crystallizer and the resulting size distribution remains a matter of practice. In this dissertation a new method of describing the degree of suspension in an incompletely mixed, continuous crystallizer is given. In such a crystallizer classification extending over the whole range of particle sizes occurs. This has been expressed mathematically and incorporated into the population balance equation in order to model the CSD.

A two litre mixing vessel with a new bottom form, a draft tube and a three blade marine propeller was first employed to investigate the classification of glass beads in water. Then the effects of classification upon the steady state CSD of crystallized potassium alum were studied. In all crystallization experiments (MSMPR and classifying modes) both a size dependent crystal growth model and a crystal growth dispersion model were used in the population density equations in order to compute the CSD. In no case, however, could significant differences be distinguished between the two models: both are adequate to predict the CSD of K-Alum from an industrial, continuous stirred crystallizer.

A strong dependence of classification upon the particle shape and also upon other hydrodynamic properties of the system was found. Also the nucleation rate and the growth rate of very small crystals of K-Alum were greatly influenced by the hydrodynamics, the material of the propeller and other installations in the vessel. The mean crystal size increased with increasing degree of the classification, e.g. with decreasing propeller speed, whereas the coefficient of variation seemed to remain constant.