

DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK
AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

PATENTSCHRIFT 141 783

Ausschließungspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(11)	141 783	(44)	21.05.80	Int. Cl. ³	3(51)	B 01 D 29/10
(21)	AP B 01 D / 210 537	(22)	18.01.79			
(31)	P-204122	(32)	18.01.78	(33)	PL	

(71) siehe (73)

(72) Kołt, Józef, Dipl.-Ing.; Kiedik, Maciej, Dr.-Ing.; Jarawka, Roman; Grzywa, Edward, Prof. Dr.-Ing.; Czyz, Jerzy; Niezgoda, Anna, Dipl.-Ing.; Terelak, Kazimierz, Dr.-Ing., PL

(73) Zakłady Chemiczne „Blachownia“;
Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej „Blachownia“,
Kędzierzyn-Kozle, PL

(74) Internationales Patentbüro Berlin, 1020 Berlin, Wallstraße 23/24

(54) Verfahren zur periodischen Filtration und Filter zu dessen Durchführung

(57) Die Erfindung wird insbesondere für kristallinen Niederschlag, der nach der Filtration mit wenig Waschflüssigkeit gewaschen wird, benutzt. Gefährliche sowie Nachkristallisationsgemische unterschiedlichen Filtrationscharakters werden mit hohem Filtrationseffekt mittels eines Filters mit geringeren Herstellungskosten, gesteigerter Einsatzdauer, leichterer Wartung und einfacherer Bedienbarkeit gefiltert. Aufgabe der Erfindung ist die Durchführung der Filtration bei zunehmender Filtrationsfläche des Filters. Der Flüssigkeitsspiegel im Filter wird abgesenkt und der Durchfluß des Filtrats durch die im Filter symmetrisch über den Querschnitt angeordneten positionsveränderbaren und/oder ortsfesten zylinder- oder prismenförmigen Filterkörper oder ihre Teile abschnittsweise von oben nach unten abgesperrt oder die Filterkörper werden abgesenkt, bis ein einheitlicher, den gesamten Querschnitt einnehmender Filterkuchen entstanden ist, in welchem sich die Filterkörper erstrecken. Die Entladung des Filterkuchens kann auf beliebige Weise erfolgen. Jedem Filterkörper ist im Filterboden ein Stutzen zugeordnet. Die Filterkörper sind als Filtrationsschlitzdüsen ausgebildet. Die Erfindung ist in der chemischen Technik einsetzbar. - Fig.1 -

210 537 -1-

Verfahren und Filter zur periodischen Filtration

Anwendungsgebiet der Erfindung

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur periodischen Filtration, insbesondere von kristallinem Niederschlag, welcher nach vorhergehender Filtration mittels geringer Mengen von Waschflüssigkeit genau und gleichmäßig gewaschen werden muß sowie ein Filter zu dessen Durchführung, insbesondere zum Ausscheiden und Reinigen der aus 2,2'-Di/4-hydroxyphenyl/propan und Phenol zusammengesetzten Additionsverbindung.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Nach einem bekannten Verfahren wird der Niederschlag durch eine periodisch arbeitenden Druck- oder Vakuumnutsche getrennt, welche mit einer flachen Filtrierplatte versehen ist. Die Filtration verläuft hier bei einer unveränderlichen Filtrationsfläche, wobei je nach der Art der getrennten Kristalle ein Filtersieb oder Filtergewebe angewendet wird, das auf eine feste, perforierte Tragplatte aufgelegt ist. Die Konstruktion der bekannten Nutschen-Filter wurde oftmals verbessert, um die Betriebskennzahlen günstig zu gestalten, was in der PO-PS 72 965 beschrieben ist.

Es sind auch Filter bekannt, welche mit räumlich ausgebildeten Filtrationselementen ausgerüstet sind. Im allgemeinen sind das verschieden aufgebaute Filterkerzen, welche in einer dichten, den Filter einteilenden Wand eingebaut sind. Beispiele für solche Filter sind Kerzenfilter als auch die in dem Handbuch: Filtration im Betrieb (Filtracja w Przemysle), Autor: Stanisław Leszczyński, Seite 207 - 214, Verlag: WNT, Warszawa 1972, beschriebenen Betriebsfilter.

In der PO-PS 77 351 ist ein Filter mit rotierendem Filterkörper beschrieben. Die polnische Patentanmeldung P-113729 befaßt sich mit der Konstruktion eines Druckkesselfilters. Die Anwendung solcher Filter gestattet es jedoch nicht, einen einheitlichen, den gesamten Querschnitt des Filters ausfüllenden Filterkuchen zu erhalten und die ganze Mutterlauge und das Waschwasser zu beseitigen.

Bekannte Verfahren zur Filtration von Niederschlag weisen eine Reihe von Nachteilen auf, welche durch den Aufbau der Nutschen-Filter bedingt sind, und zwar:

- Niedrige Leistung pro Raumeinheit der Einrichtung, insbesondere bei schwer filtrierbaren Gemischen infolge einer geringen Filtrationsfläche und abnehmender Filtrationsgeschwindigkeit bei gleichzeitig zunehmender Dicke des Filterkuchens. Die Steigerung der Filtrationswirkung ist mit der Vergrößerung der Filtrationsfläche verbunden und erfordert somit größere Ausmaße des Filters selbst, was wiederum seine Aufbaukosten ungünstig beeinflusst.
- Der zunehmende Filtrationswiderstand infolge des Eindringens von feinsten Teilchen in die als Sieb oder Gewebe

ausgebildete Filtrationswand setzt den Filtrationseffekt herab, wodurch zusätzliche Arbeitsgänge erforderlich sind, wie z. B. die Filterspülung mittels eines geeigneten Lösungsmittels.

- Niedrige mechanische Festigkeit der Filtrationswand und die Schwierigkeit, den im Filter zurückgebliebenen Niederschlag zu entladen. Diese Filter sind im allgemeinen mit einer Filtrationswand versehen, welche des öfteren schon bei einem geringen von unten her gerichteten Druck beschädigt wird und folglich das sich günstig auswirkende Spülen und Durchblasen von unten her unterbleiben muß.

Die Anwendung einer als Filtrationssieb oder Filtrationsgewebe ausgebildeten Filtrationswand bringt Schwierigkeiten beim Schmelzen des gefilterten Niederschlages, was manchmal als die bequemste Methode zur Entladung des Filters angesehen werden kann, mit sich.

Diese Schwierigkeit ist darauf zurückzuführen, daß die Heizelemente nicht unmittelbar unter dem Filtersieb angebracht werden können. Werden die Heizelemente über dem Filtersieb angeordnet, dann kann die Schicht des Niederschlages, welche direkt auf dem Filtersieb aufliegt, meistens nicht geschmolzen werden, infolge einer schlechten von den Heizelementen durch die Flüssigkeit nach abwärts gerichteten Wärmeströmung und gleichzeitig einer guten Wärmeaufnahme durch die Tragplatte der Filtrationsplatte.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, insbesondere toxische, heiße, leichtflüchtige und andere gefährliche Mischungen sowie Nachkristallisationsgemische unterschiedlichen Filtrationscharakters mit hohem Filtrationseffekt und geringem Waschflüssigkeitsverbrauch unter Verwendung eines Filters geringer Herstellungskosten, gesteigerter Einsatzdauer, leichterer Wartung und einfacherer Bedienbarkeit zu filtern.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, ein Verfahren und einen Filter zur periodischen Filtration unter Verwendung von als Filtrationsplatte räumlich ausgebildeten Filterkörpern, welche im unteren Teil des ein geschlossenes Gefäß bildenden Filters angeordnet sind, zu schaffen, die geeignet ist, eine zunehmende Filtrationsfläche und hohe Filtergeschwindigkeit, einen geringen Filtrationswiderstand und hohe mechanische Festigkeit des Filters zu erreichen.

Das erfindungsgemäße Verfahren zur periodischen Filtration unter Anwendung von als Filtrationsplatte räumlich ausgebildeten Filterkörpern, welche im unteren Teil des ein geschlossenes Gefäß bildenden Filters angeordnet sind, beruht darauf, daß man mit dem Absenken des Flüssigkeitsspiegels innerhalb des Filters während der Filtration den Durchfluß des Filtrats durch die einzelnen räumlichen Filterkörper oder ihre Teile stufenweise von den höchstliegenden Filterkörpern zu den untersten Filtrationskörpern absperrt, oder es erfolgt eine Verstellung dieser Filterkörper nach unten herab. Die Filtration wird so lange fortgeführt, bis man

einen einheitlichen, den gesamten Querschnitt des Filters ausfüllenden Filterkuchen erhält, aus dem zuvor die ganze Mutterlauge oder die Waschflüssigkeit beseitigt wurde. Die räumlichen Filterkörper befinden sich innerhalb des Filterkuchens, welcher dann auf eine beliebige Weise entladen wird. Es ist vorteilhaft, wenn man den Niederschlag, bevor er aus dem Filter entladen wird, einer vollkommenen oder teilweisen Schmelzung unterwirft und dann mit einer Flüssigkeit vermischt. Diese Möglichkeit wird durch eine entsprechend niedrige Schmelztemperatur des Niederschlags sowie durch die Verwendbarkeit in den nachfolgenden Arbeitsgängen bestimmt. In diesen Fällen ist das erfindungsgemäße Verfahren vorteilhaft einsetzbar.

Das Filter zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens, in dem als Filtrationsplatte räumliche Filterkörper eingebaut sind, besteht aus einem geschlossenen Druckgefäß und ist mit positionsveränderbaren und/oder ortsfesten zylinder- oder prismenförmig ausgebildeten, senkrechten Filterkörpern versehen, die höhenverstellbar im unteren Teil des Filters symmetrisch im Querschnitt des Filters angeordnet sind.

Es ist vorteilhaft, wenn die ortsfesten Filterkörper mit Ventilen ausgerüstet sind, mit denen der Durchfluß des Filtrats durch den ganzen Filterkörper oder einen Teil von ihm gesperrt werden kann.

Die im Filter angeordneten Filterkörper sind mit Stützen versehen, welche in den Boden des aufrechten, trommelförmigen Filters hineinragen.

Es ist von besonderem Vorteil, wenn als räumliche Filterkörper Filtrationsschlitzdüsen eingesetzt werden.

Dabei ist die Anzahl dieser Filtrationsschlitzdüsen pro Flächeneinheit des Filterquerschnitts von der Filtrationscharakteristik der zu trennenden und aus Flüssigkeit und Feststoff bestehenden Mischung abhängig. Wenn zur Trennung und Reinigung der aus 2,2'-Di/4-hydroxyphenyl/propan und Phenol bestehenden Additionsverbindung das erfindungsgemäße Filter eingesetzt wird, dann setzt man 0,5 bis 3 Filtrationsschlitzdüsen pro 1 m^2 der Querschnittsfläche des Filters ein und das Filter ist mit einem äußeren Heizmantel versehen.

Der infolge der Trennung nach dem erfindungsgemäßen Verfahren und unter Anwendung des erfindungsgemäßen Filters erhaltene Filterkuchen ist ziemlich dick, obwohl die Filtration mit den einzelnen Filterkörpern durch eine dünnere Schichtdicke durchgeführt wurde, wobei die Filtrationsfläche während der Filtration zunimmt, bis ein einheitlicher Filtrationskuchen sich bildet und die weitere Filtration schon bei einer unveränderlichen Filtrationsfläche verläuft. Die Filtrationsausbeute ist erheblich gestiegen. Die Filtration kann nach vorhergehender Beaufschlagung des Filters mit der gesamten Menge von Brei fortgeführt werden oder man kann den Brei auch während der Filtration in das Filter einbringen, was unter anderem von der Konzentration des Breis, Höhe des Filters und der vorbestimmten Dicke des Filterkuchens abhängt.

Das erfindungsgemäße Filter weist alle Vorteile auf, welche für einen Nutschen-Filter kennzeichnend sind, wobei gleichzeitig seine bisherigen Nachteile eliminiert werden. Zu den

210 537

- 7 -

Vorteilen gehören:

- Einfacher Aufbau und vollkommene Dichtheit, welche die Filtration von stark toxisch wirkenden, leichtflüchtigen, heißen und anderen Mischungen ermöglicht, die eine Gefährdung darstellen.
- Gründliches und gleichmäßiges Auswaschen des ganzen Filterkuchens unter Anwendung von geringen Mengen an Waschflüssigkeit.
- Die Möglichkeit des Einsatzes von Nachkristallisationsgemischen mit unterschiedlicher Filtrationscharakteristik.
- Durch den einfachen Aufbau werden die Herstellungskosten im Vergleich mit einem Drucknutschen-Filter, bei dem der Siebboden den überwiegenden Anteil der Kosten des ganzen Apparates verursacht, gesenkt.
- Die als Filtrationsschlitzdüsen ausgebildeten Filterkörper zeichnen sich durch eine hohe mechanische Festigkeit aus, wodurch es ermöglicht wird, die Durchflußrichtung umzukehren und eine vollkommene Durchlässigkeit der Filterkörper aufrechtzuerhalten, was zum Vermischen des Filterinhalts vor der Entladung des Filters ausgenützt werden kann.
- In den Filter können Heizelemente eingebaut werden, die in manchen Fällen zum Schmelzen des fertigen Filterkuchens benutzt werden können, wodurch die Entladung des Filters sehr erleichtert wird.
- Das Einführen der Filterkörper durch für die einzelnen

Filterkörper gesonderte Stutzen ermöglicht es, den Zusammenbau oder Abbau der Filtrationsschlitzdüsen wie auch die Kontrolle des aus jedem Filterkörper abfließenden Filtrats zu vereinfachen.

Ausführungsbeispiel

Das erfindungsgemäße Filter soll im folgenden anhand eines Ausführungsbeispiels erläutert werden. In der Zeichnung zeigen

Fig. 1: Vertikalen Schnitt durch das Filter, schematisch dargestellt,

Fig. 2: Horizontalen Schnitt durch das Filter gemäß Fig. 1 mit darin angeordneten Filterkörpern und dem Filterkuchen zunehmender Dicke um die Filterkörper herum.

In dem Druckgefäß 1 sind aufrechte räumliche zylinderförmige Filterkörper 2a; 2b; 2c angeordnet. Der erste Filterkörper 2a ist ortsfest angebracht und kann durch Absperren des Ventils 4 am Abfluß des Filtrats III ausgeschaltet werden. Der zweite Filterkörper 2b ist beweglich und höhenverstellbar. Der dritte Filterkörper 2c ist ortsfest und kann abschnittsweise mit Hilfe von Ventilen 3 ausgeschaltet werden.

Die der ersten Filtration unterworfenen Mischung I wird in das Filter von oben durch das zentrale Ventil eingebracht. Das Filtrat III wird aus den Filterkörpern 2a; 2b; 2c durch eine Sammelleitung abgeführt, und das Produkt IV, nachdem es vermischt oder geschmolzen wurde, wird durch ein im niedrig-

sten Abschnitt des Apparates angeordnetes Ventil entladen. Das Filter ist mit einem Heizmantel 5 versehen.

Das erfindungsgemäße Verfahren und das Filter zum Durchführen desselben kann zur Trennung von verschiedenem kristallinem Niederschlag, insbesondere mit einer Körnung von mehr als 0,05 mm, eingesetzt werden. Das erfindungsgemäße Filter ist insbesondere in solchen Prozessen anwendbar, bei welchen der Niederschlag mit geringen Mengen von Waschflüssigkeit II gespült wird, wie auch in solchen Prozessen, bei denen der Filterkuchen der physischen und chemischen Eigenschaften wegen, wie auch in Hinsicht auf die nachfolgenden Arbeitsgänge vor der Entladung geschmolzen oder in einer Flüssigkeit aufgelöst oder vermischt werden kann.

Das erfindungsgemäße Verfahren und das Filter wurden zur Ausscheidung und Reinigung der aus 2,2'-Di/4-hydroxyphenylpropan und Phenol zusammengesetzten Additionsverbindung aus der kristallisierten Nachreaktionsmischung bei dem Herstellungsprozeß dieses Produktes aus Phenol und Azeton angewendet. Der hier erhaltene kristalline Niederschlag enthält viele Verunreinigungen, welche nicht in dem Kristallgitter eingebaut sind, sondern an dessen Oberfläche anhaften, von wo diese Verunreinigungen durch Phenolspülung beseitigt werden können. Infolge einer hohen Löslichkeit des Hauptproduktes im Phenol ist man gezwungen, geringe Mengen von Phenol zum Spülen anzuwenden. In einem bisher angewandten Prozeß wird der Niederschlag einer Schleuderung und nachfolgenden Spülung unterworfen.

210 537

- 10 -

Es wurde festgestellt, daß durch die Anwendung des erfindungsgemäßen Filters ein höherer Reinigungseffekt bei einem niedrigeren Kostenaufwand gewährleistet ist und der Verbrauch von Phenol zur Spülung des Produktes IV erheblich herabgesetzt wird. Obwohl an den in dem erfindungsgemäßen Filter gewonnenen Kristallen gewöhnlich mehr Flüssigkeit anhaftet als das bei den geschleuderten Kristallen der Fall ist, ist das jedoch bei der erfindungsgemäß durchgeführten Filtration ohne wesentliche Bedeutung, weil Phenol in der Additionsverbindung in einer Menge von etwa 30 % in gebundener Form vorkommt und die zusätzliche Menge, die in dem Niederschlag enthalten ist, keinen wesentlichen Einfluß auf die gesamte vorhandene Menge an Phenol ausübt.

Daraus resultiert, daß das erfindungsgemäße Filter in solchen Prozessen, ohne daß eine Schleuderung erforderlich ist, angewendet werden kann, bei welchen das Produkt IV in der Form einer mit dem Lösungsmittel bildenden Additionsverbindung dem Kristallisationsprozeß unterliegt.

Das erfindungsgemäße Verfahren und das Filter kann auch vorteilhaft bei der Ausscheidung von Anthrazen aus dem Anthrazenöl eingesetzt werden, das man nachfolgend mittels eines selektiven Lösungsmittels auswäscht, um die vorwiegend aus Phenanthren und Karbazol bestehenden Verunreinigungen auszuschcheiden. Dieser Prozeß wurde bisher durch Schleudern und Spülen durchgeführt, wobei die Spülung in einer Schleuder oder in einer gesonderten Einrichtung erfolgt. Durch die Anwendung des erfindungsgemäßen Filters kann man auch in diesem Fall die Menge der Waschflüssigkeit II erheblich herabsetzen, und der Reinigungsvorgang von Anthrazen kann auf eine

210 537

- 11 -

bequeme Weise überwacht und reguliert werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren und das Filter kann man ebenfalls günstig bei der Ausscheidung und Reinigung von kristallinem p-Xylol im Prozeß der Tieftemperaturkristallisation einer aus Xylenol-Verbindungen bestehenden Mischung anwenden.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur periodischen Filtration unter Anwendung von als Filtrationsplatte räumlich ausgebildeten Filterkörpern, welche im unteren Teil des ein geschlossenes Gefäß bildenden Filters angeordnet sind, gekennzeichnet dadurch, daß man mit dem Absenken des Flüssigkeitsspiegels innerhalb des Filters den Durchfluß des Filtrats (III) durch die einzelnen räumlichen Filterkörper (2a; 2b; 2c) oder ihre Teile abschnittsweise von den höchstliegenden zu den untersten Filterkörpern absperrt, wobei die Filtration so lange fortgeführt wird, bis man einen einheitlichen, den gesamten Querschnitt des Filters ausfüllenden Filterkuchen erhält, und daß sich innerhalb des Filterkuchens räumlich ausgebildete Filterkörper (2a; 2b; 2c) befinden und die Entladung des Filterkuchens auf eine beliebige Weise erfolgen kann.
2. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß der Niederschlag nach vorhergehendem Schmelzen und Vermischen mit einer Waschflüssigkeit (II) entladen wird.
3. Filter zur Durchführung des Verfahrens nach den Punkten 1 und 2, indem in einem Druckgefäß als Filtrationsplatte räumlich ausgebildete Filterkörper eingebaut sind, gekennzeichnet dadurch, daß die positionsveränderbaren und/oder ortsfesten zylinder- oder prismenförmigen Filterkörper (2a; 2b; 2c) im unteren Teil des Filters höhenverstellbar und symmetrisch in dem Querschnitt des Filters angeordnet sind.

210 537

- 13 -

4. Filter nach Punkt 3, gekennzeichnet dadurch, daß die Filterkörper (2a; 2b; 2c) mit Ventilen (3) ausgerüstet sind, welche den Durchfluß des Filtrats (III) durch den ganzen oder nur einen Teil des Filterkörpers (2a; 2b; 2c) absperrern.
5. Filter nach Punkt 3 oder 4, gekennzeichnet dadurch, daß die Filterkörper (2a; 2b; 2c) durch gesonderte, sich im Bodenteil des aufrechten, trommelförmig ausgebildeten Filters befindende Stützen eingeführt werden.
6. Filter nach Punkt 3 oder 4, gekennzeichnet dadurch, daß die Filterkörper (2a; 2b; 2c) als Filtrationsschlitzdüsen ausgebildet sind.
7. Filter nach Punkt 6 zur Trennung und Reinigung der aus 2,2'-Di/4-hydroxyphenyl/propan und Phenol bestehenden Additionsverbindung, gekennzeichnet dadurch, daß die Anzahl der Filtrationsschlitzdüsen auf 1 m^2 der Querschnittsfläche des Filters 0,5 bis 3 beträgt und das Filter durch einen äußeren Heizmantel (5) umgeben ist.

Hierzu 1 Seite Zeichnungen

21 0 537

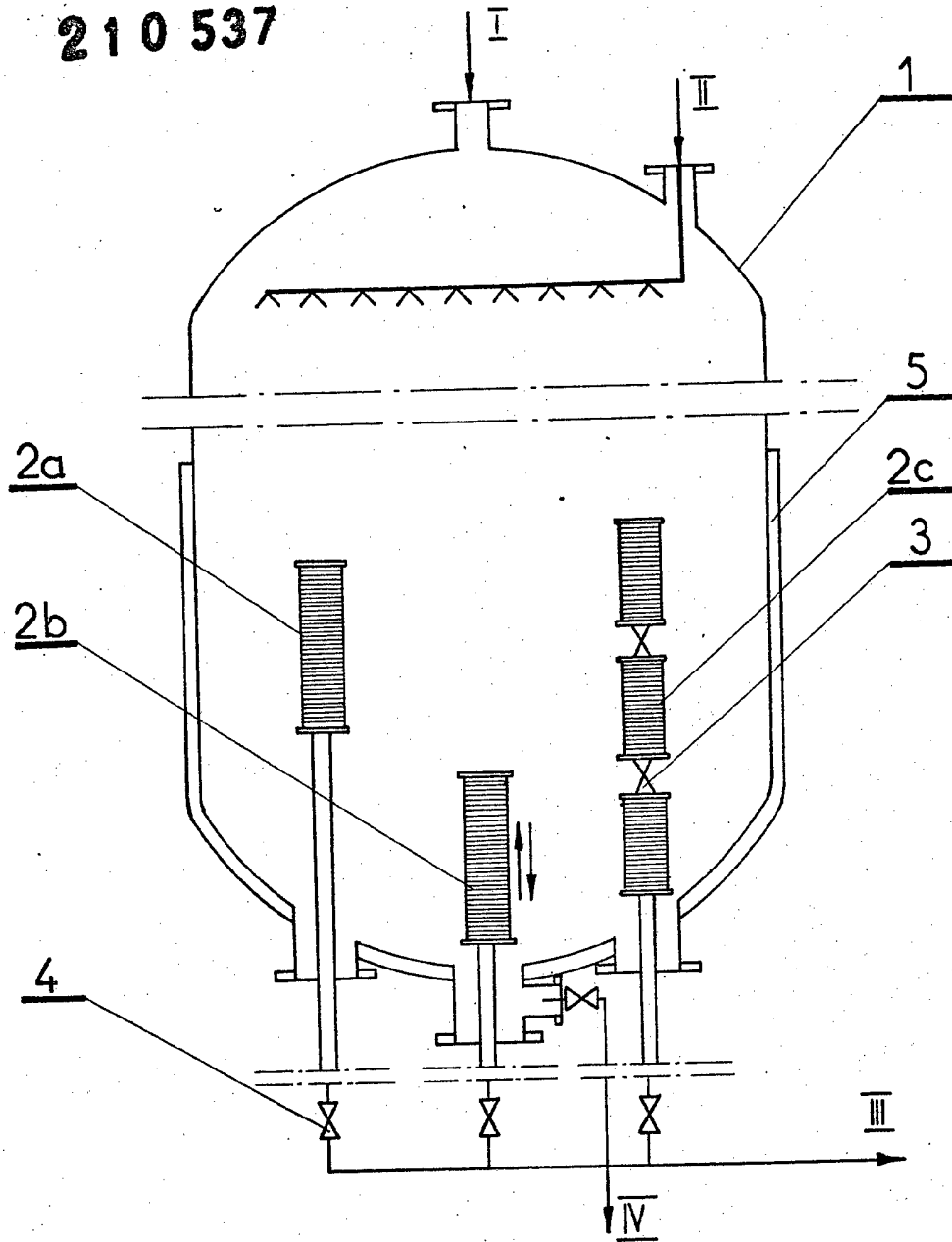


Fig.1

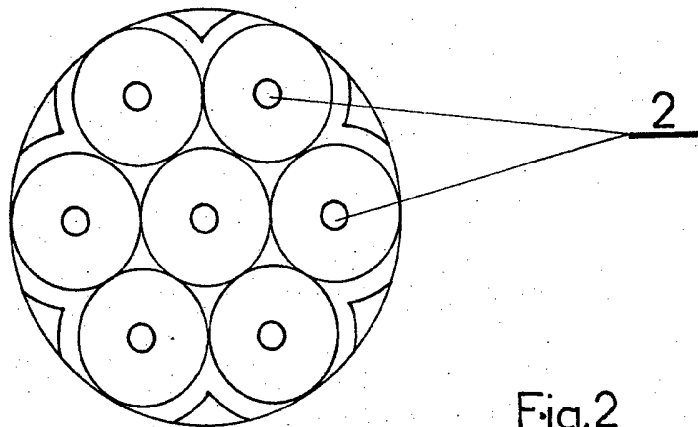


Fig.2