



Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ **PATENTSCHRIFT** A5

⑪ **646 726**

⑳ Gesuchsnummer: 8297/80

⑦ Inhaber:
Slovenska Vysoka Skola Technicka v Bratislave,
Bratislava (CS)

㉑ Anmeldungsdatum: 07.11.1980

③ Priorität(en): 10.11.1979 CS 7666-79

⑦ Erfinder:
Tkac, Alexander, Prof. Dr., Bratislava (CS)
Cvengros, Jan, Bratislava (CS)

㉒ Patent erteilt: 14.12.1984

④ Patentschrift
veröffentlicht: 14.12.1984

⑦ Vertreter:
Patentanwalts-Bureau Isler AG, Zürich

⑤ Verfahren zur Behandlung von Abfall-Motorenölen.

⑥ Abfall-Motorenöl wird in Form von dünnem Film auf 200 bis 300° C unter Druck von 100 bis 1 Pa erhitzt, wobei freigesetzte Dämpfe zusammen mit mitgenommenen Mikrotropfen bei 20 bis 100° C kondensieren, worauf das Kondensat unmittelbar einer Wiederraffinierung, z.B. durch Kurzweg-Destillation unterworfen werden kann. Der kombinierte Vorgang wird vorteilhaft in einer einzigen Anlage vorgenommen.

PATENTANSPRUCH

Verfahren zur Behandlung von Abfall-Motorenölen vor deren Wiederraffinierung nach Beseitigung von Wasser und leicht-flüchtigen Komponenten, dadurch gekennzeichnet, dass ein Abfall-Motorenöl in Form von dünnem Abstreiffilm von 0,1 bis 2 mm Dicke auf eine Temperatur von 200 bis 300°C und unter Druck von 100 bis 1 Pa erhitzt wird, wobei freigesetzte Dämpfe zusammen mit mitgenommenen Mikrotropfen bei einer Temperatur von 20 bis 100°C kondensieren.

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Behandlung von Abfall-Motorenölen vor deren Wiederraffinierung nach Beseitigung von Wasser und leichtflüchtigen Komponenten, welches eine kontinuierliche Zersetzung von stabilen Kohlenstoffdispersionen in den Abfall-Motorenölen ermöglicht. Vorzugsweise wird an eine solche Behandlung ein Wiederraffinierungsvorgang durch Kurzweg-Destillation unmittelbar angeschlossen.

Kohlenstoff als Produkt der unvollständigen Verbrennung von Brennstoff im Motor ist im Abfall-Motorenöl in Form von Kolloid- und Rohpartikeldispersionen zerstreut und bildet ein stabiles Kolloid/Suspensionssystem, das üblicherweise durch Zugabe eines Dispersionsmittels zum frischen Öl stabilisiert wird. Die Anwesenheit von Russ beeinträchtigt aber in hohem Masse die Rückgewinnung und Wiederraffinierung von Abfall-Motorenölen. Bei gebräuchlichen, auf Raffinierung durch Schwefelsäure bestehenden Regenerierprozessen beschränkt Kohlenstoff zusammen mit Wasserresten die Wirksamkeit von Schwefelsäure, da stabile Emulsionen dabei entstehen. Bei den modernen Destillierverfahren zur Regeneration von Abfall-Motorenölen in Vakuumrektifizierkolonnen beeinträchtigt der anwesende Kohlenstoff die rheologischen Eigenschaften von verdickten Rückständen und bewirkt in Kurzwegverdampfanlagen eine lokale Dampfbildung, wodurch eine mechanische Zerstäubung verursacht wird. Gemäss bisher bekannter Verfahren zum Brechen der Öl/Kohlenstoff-Suspension wurde eine ganze Reihe von Chemikalien, wie Desolvatisier- und Flockungsmittel in Kombination mit Filtration oder Zentrifugieren vorgeschlagen. So verwendet man beispielsweise Wasserglas [CS-PS 102.753], grenzflächenaktive Stoffe [US-PS 3.985.642], anorganische Salze [US-PS 3.529.719], niedrigere Alkohole [US-PS 3.835.035], substituierte Sulfonate [DE-OS 25 07 270], Natrium in Metallform [DE-PS 1.105.543]. Nachteile der vorerwähnten Vorgänge bestehen darin, dass dabei in das Öl Chemikalien hineingetragen werden, die die Eigenschaften des Regenerates negativ beeinflussen können. Darüber hinaus sind solche Vorgänge in der Regel kostspielig und zeitraubend.

Es ist auch bekannt, Kohlenstoff im Abfall-Motorenöl auf physikalischem Wege, wie z.B. durch Wärmewirkung [US-PS 3.923.643], elektrische Entladung [JA-OS 73.17442], Ultraschallschwingungen [JA-OS 73.25002], oder Ultrafiltration der Membranen [DE-OS 24 17 452] zu koagulieren. Nachteile solcher Prozesse sind verhältnismässig niedrige Wirksamkeit, die Kostspieligkeit und der sehr hohe Zeitbedarf.

Die vorliegende Erfindung vermag die oben angeführten Nachteile des Standes der Technik durch kontinuierliche Zersetzung von Kohlenstoff-Dispersionssystemen in Abfall-Motorenölen auszuschalten und ihr liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Behandlung von Abfall-Motorenölen vor deren Wiederraffinierung nach Beseitigung von Wasser und leicht flüchtigen Komponenten zu schaffen, das erfindungsgemäss darin besteht, dass ein Abfall-Motorenöl in Form von dünnem Abstreiffilm von 0,1 bis 2 mm Dicke

auf eine Temperatur von 200 bis 300°C und unter Druck von 100 bis 1 Pa erhitzt wird, wobei freigesetzte Dämpfe zusammen mit mitgenommenen Mikrotropfen bei einer Temperatur von 20 bis 100°C kondensieren. Das Kondensat kann unmittelbar anschliessend einer Wiederraffinierung durch Kurzweg-Destillation unterworfen werden.

Das erfindungsgemässe Verfahren, das die Zerstörung des unerwünschten Dispersionscharakters von Abfallöl und die Trennung der festen von der flüssigen Phase ermöglicht, erfordert keine zusätzlichen Chemikalien, sondern nützt eine kombinierte Wirkung von Vakuum und erhöhter Temperatur aus, wobei im allgemeinen an der Filmoberfläche eine stürmische Entwicklung von Dämpfen und Mikrotropfen des Dispersionssystems in Aerosolform erfolgt. Diese expandieren und kondensieren dann z.B. an abgekühlten Flächen. Dadurch wird im allgemeinen die Innenstruktur von orientierten, stabilisierenden, durch oberflächenaktive Substanzen und Motorenöl-Oxidationsprodukten gebildeten Hüllen zerstört und es erfolgt eine komplette Desorption von an suspendierte Teilchen gebundenen Gasen und leicht flüchtigen Substanzen. Während der Trennung der festen Teilchen von der dispergierten Ölphase unter stürmischer Dampf- und Gasentwicklung kann teilweise die zerstäubte feste Phase teilweise in das Kondensat eindringen, aber die festen Teilchen von Kohlenstoff oder anderen anorganischen Komponenten sind schon von absorbierten Substanzen befreit und darüber hinaus in so niedriger Konzentration enthalten, dass sie mit ihrer Anwesenheit den glatten Verlauf der üblicherweise anschliessenden Wiederraffinierung, z.B. einer Kurzweg-Destillation, nicht mehr beeinträchtigen können. Der bedeutende Vorteil des erfindungsgemässen Verfahrens zum Vorbehandeln von Abfallöl besteht vor allem darin, dass es möglich ist, die beiden Prozesse, d.h. die Abscheidung der leicht flüchtigen Komponenten vom Abfallöl und die Wiederraffinierung, z.B. eine kontinuierliche Kurzwegdestillation, in einer einzigen Anlage vorzunehmen.

Aufeinanderfolgende Entgasung, Abscheidung der vorderen Fraktionen und Entnahme des Produktes, d.h. wiederraffinierter Fraktionen, in einer dreistufigen Molekular-Verdampfungsanlage bei der Regenerierung von Abfall-Motorenölen nach dem tschechoslowakischen Urheberschein No. 192.284 stossen nämlich auf das Problem von Infiltration bzw. Eindringung in die Produktfraktion und von Qualitätseinbussen, insbesondere was die Farbeigenschaften von Öl anbelangt.

Die vorliegende Erfindung eliminiert diesen Mangel und führt kombiniert mit dem anschliessenden Wiederraffinierungsprozess zu hochgradigen Produkten bei hoher Ausbeute und ohne Umweltbedingungen negativ beeinflussende Abfälle.

Das erfindungsgemässe Verfahren schliesst die Anwendung eines anderen geeigneten, an das erfindungsgemäss vorbehandelte Substrat applizierten Wiederraffinierungsprozesses keineswegs aus, aber der maximale Wirkungsgrad lässt sich in der Kombination mit der Kurzweg-Destillation in einer einzigen Anlage erzielen.

Die erfindungsgemässe Behandlung kann vorzugsweise auch mit einer alkalischen Vorbehandlung von Abfallöl vor dessen Wiederraffinierung durch Molekulardestillation gemäss dem tschechoslowakischen Urheberschein No. 198.671 kombiniert werden; bei diesem Prozess wird die Neutralisation von flüchtigen sauren Ölkomponenten und Additivresten durch eine geringe Zugabe von Alkalilauge (0,2 bis 0,8 Gewichtsprozent) vorgenommen, was die Azidität des wiederraffinierten Produktes herabsetzen soll.

Ein Ausführungsbeispiel der Vorrichtung zum Durchführen des erfindungsgemässen Verfahrens zur Behandlung des Abfall-Motorenöls und dessen unmittelbar anschlies-

sender Wiederraffinierung durch Kurzweg-Destillation ist in der beigefügten schematischen Zeichnung gezeigt.

Das in einem Sedimentationsbecken von rohen Verunreinigungen und einem wesentlichen Wassergehalt befreite und auf eine Temperatur von 120 bis 150°C erwärmte Öl wird nach einer vorzugsweisen Zugabe von wässriger Alkalilauge in der Menge von 0,1 bis 1 Gewichtsprozent (bezogen auf das Abfallöl) zu einem dünnen (0,1 bis 2 mm) Abstreiffilm umformt, worauf von ihm bei einer Temperatur von 150 bis 180°C und unter Druck von 500 bis 10 Pa eine vordere, Reste von freiem Wasser und Brennstoff, sowie flüchtige Komponenten von der Motorenöl-Zersetzung enthaltende Fraktion in einer Menge von 3 bis 20 Gewichtsprozent (bezogen auf die Einspritzung) abgetrennt wird. Unmittelbar darauf wird das Abfallöl in der vorerwähnten Abstreiffilmform einem Prozess zum Abscheiden des dispergierten Kohlenstoffes und der anderen anorganischen Verunreinigungen von der dispergierenden Ölphase unterworfen; das Substrat wird einer Temperatur von 200 bis 300°C und dem Druck von 100 bis 1 Pa ausgesetzt, wobei es zu einer Expansion und Zerstörung der stabilisierenden Hüllenstruktur von suspensierten Teilchen sowie zur stürmischen Öldampfbildung kommt. Die Ölphase in einer Menge von 65 bis 90 Gewichtsprozent (bezogen auf die Einspritzung) zusammen mit geringer Menge von mitgenommenen festen Teilchen, kondensiert zu einem Expansionskondensat auf einer abgekühlten (20 bis 100°C), in einer kleinen Entfernung von der Heizfläche (etwa 20 bis 50 mm) vorgesehenen Fläche. Ein wesentlicher Teil der suspendierten festen Phase bleibt im Bitumenrückstand übrig, der 10 bis 20 Gewichtsprozent der ursprünglichen Einspritzung beträgt. Das Expansionskondensat kann dann im eigentlichen Wiederraffinierungsprozess verwendet werden; dieser wird vorzugsweise unmittelbar durch eine Kurzweg-Destillation von Öl in Form von dünnem Abstreiffilm (0,1 bis 2 mm Dicke) unter Druck von 10 bis 10⁻¹ Pa und bei einer Temperatur von 150 bis 250°C und bei einer Entfernung des Verdampfers vom Kondensator von 20 bis 50 mm durchgeführt. Auf diese Weise gewinnt man aus dem entcarbonisierten Öl als Destillat das originale, wiederraffinierte Öl in einer Menge von 60 bis 85 Gewichtsprozent (bezogen auf die Einspritzung).

Beispiel

Vom Abfall-Motorenöl, mit 0,83 Gewichtsprozent Aschengehalt und 1,3 Gewichtsprozent Verkokungsrückstand, wurde bei einer Temperatur von 155°C und unter Druck von 90 Pa in Form von dünnem Abstreiffilm eine vordere Fraktion in einer Menge von 4 Gewichtsprozent abgetrennt. Ein bei der Zersetzung vom Dispersionssystem bei einer Temperatur von 270°C und unter einem Druck von 30 Pa aufgefangenes Expansionsdestillat betrug etwa 81 Gewichtsprozent der ursprünglichen Einspritzung, wies 0,018 Gewichtsprozent Aschengehalt, 0,13 Gewichtsprozent Verkokungsrückstand und Farbe, etwa 8 (nach ASTM) auf. Durch unmittelbar daran folgende Kurzweg-Destillation des Expansionskondensates bei der Temperatur von 245°C und unter Druck von 1 Pa wurde ein Wiederraffinierungsprodukt in einer

Menge von 72 Gewichtsprozent (bezogen auf die originale Einspritzung) gewonnen; dieses wies 0 Gewichtsprozent Aschengehalt, 0,06 Gewichtsprozent Verkokungsrückstand und Farbe 3,5 (nach ASTM) auf.

5 Eine schematische Darstellung der geeigneten Vorrichtung zum kontinuierlichen Zersetzen von stabilen Kohlenstoff-Dispersionssystemen in Abfall-Motorenölen vor deren Wiederraffinierung, vorzugsweise durch eine Kurzweg-Destillation, soll weiterhin anhand der vorerwähnten, beigefügten Zeichnung näher erläutert werden.

Die Vorrichtung besteht aus einer dreistufigen Verdampfungsanlage, die auf einem Abdampfkörper 1, einem in geeigneter Höhe aufgesetzten, im tschechoslowakischen Urheberschein No. 181.054, beschriebenen Drehverschluss 8 und einem, in der tschechoslowakischen Patentanmeldung No. PV 8486-78 beschriebenen, Stromverkreuzer 9 aufweist. Diese zwei Konstruktionselemente bilden im Raum zwischen dem Abdampfkörper 1 und einem Elementenkühler 7 drei selbständige Vakuumstufen, usw. einen Entgaser 2, einen Expansionszersetzer 3, und einen Molekularverdampfer 4, welche die eigenliche Vakuumquelle für die Vorrichtung darstellen. Aufgesetzt auf dem Abdampfkörper 1 ist ein sektionaler Abstreifer 5, der in jeder einzelnen Stufe aus einem System von tefloneschützten schraubenlinienförmigen Segmenten besteht und von einem einzigen Elektromotor 10 angetrieben ist. Auf dem Abstreifer 5 ist ein drehbarer jalousieförmiger Dephlegmator 6 zum Herabsetzen von unmittelbarer Durchdringung bzw. Infiltration festgehalten. Die Erhitzung des Abdampfkörpers 1 ist getrennt, d.h. separat für jede einzelne Stufe, usw. in Form eines Duplikators 16, wobei das Heizmedium entweder Niederdruckdampf oder einen flüssigen Wärmeträger aus einer Aussenquelle sein kann. Vorerwärmtes Abfallöl wird durch ein Einspritzrohr 11 in den Entgaser 2 dosiert und fließt über den Abdampfkörper 1 in Form eines dünnen durch den Abstreifer 5 gebildeten Abstreiffilms herab. Die kondensierte vordere Fraktion wird aus der Vorrichtung durch den Stutzen eines Entgasers 13 abgepumpt; dieser dient gleichzeitig zum Anschliessen der Vakuumquelle für den Entgaser 2. Der nicht verdampfte Anteil fließt kontinuierlich durch den Vakuum-Drehverschluss 8 in den Expansionszersetzer 3 hindurch, wo die Phasentrennung vor sich geht. Ein Bitumenrückstand zusammen mit der festen Phase, wird aus der Anlage durch den zugleich zum Anschliessen einer Vakuumquelle bestimmten Stutzen eines Expansionszersetzers 14 abgepumpt.

Das Kondensat aus dem Expansionszersetzer 3 fließt kontinuierlich durch Siphon des Stromverkreuzers 9 an die Abdampffläche des Molekularverdampfers 4 hindurch, wo es wiederum zu dünnem Abstreiffilm distribuiert wird. Das Destillat aus dem Molekularverdampfer stellt das wiederraffinierte, ursprüngliche Öl dar und wird durch den Stutzen eines Molekularverdampfers 15 abgeführt. Der Stutzen dient gleichzeitig zum Anschliessen an eine Vakuumquelle für den Molekularverdampfer 4. Der Destillationsrückstand aus dem Molekularverdampfer 4 wird durch das Rohr 12 in die Einspritzung als Rezyklus zurückgeführt.

