

19



Bureau voor de
Industriële Eigendom
Nederland

11 1001469

12 C OCTROOI²⁰

21 Aanvraag om octrooi: 1001469

22 Ingediend: 20.10.95

51 Int.Cl.⁶
B01D17/028, C08J11/02

30 Voorrang:
22.10.94 DE 4437837

41 Ingeschreven:
22.04.96 I.E. 96/07

47 Dagtekening:
15.07.98

45 Uitgegeven:
01.09.98 I.E. 98/09

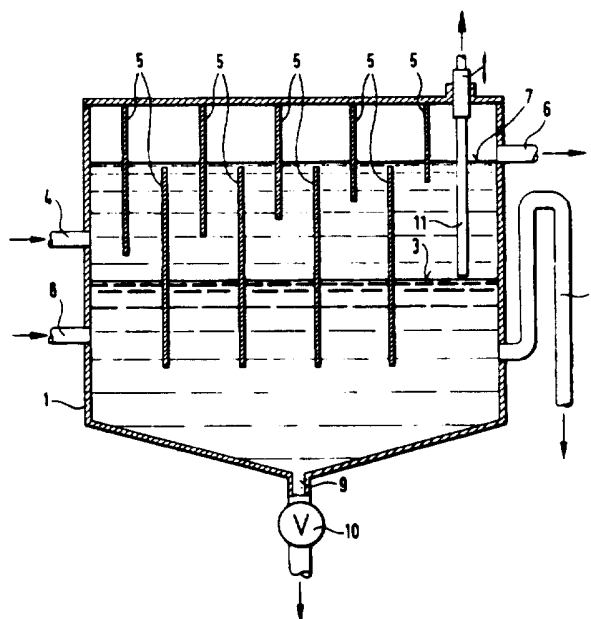
73 Octrooihouder(s):
Hoechst Aktiengesellschaft te Frankfurt,
Bondsrepubliek Duitsland (DE).

72 Uitvinder(s):
Herbert Strasser te Burgkirchen (DE)

74 Gemachtigde:
Ir. Th.A.H.J. Smulders c.s. te 2587 BN Den
Haag.

54 Werkwijze en inrichting voor het terugwinnen van niet met water mengbare oplosmiddelen.

57 De terugwinning van organische, met water niet mengbare oplosmiddelen met een soortelijk gewicht, dat geringer dan dat van water is, geschiedt in een scheidingsbekken met een afvoer, die de fasengrens bepaalt, een vergeleken met deze fasengrens hoger binnenkomende toevoer voor het mengsel van oplosmiddel en water, inbouwsels, die boven de fasengrens zijn geplaatst en de oplosmiddelstroom afwisselend boven en beneden deze inbouwsels leiden, alsmede een uitloop voor het afgescheiden oplosmiddel, welke de vloeistofspiegel bepaalt.



NL C 1001469

De inhoud van dit octrooi komt overeen met de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekeningen.

Titel: Werkwijze en inrichting voor het terugwinnen van
niet met water mengbare oplosmiddelen.

BESCHRIJVING

De uitvinding betreft het terugwinnen van organische oplosmiddelen met een geringer soortelijk gewicht dan water uit hun mengsels met water. De uitvinding be-
treft speciaal de scheiding van mengsels van dit soort
oplosmiddelen met water, die bij een granuleren van flu-
orpolymeren optreden.

Uit Amerikaans octrooischrift 4.439.385 is een
werkwijze voor het continu bereiden van een geagglome-
reerd vormpoeder uit een uit een smelt niet-verwerkbaar,
korrelvormig tetrafluoretheenpolymeer-primair poeder be-
schreven. Hierbij doorloopt het polymeer eerst een voor-
behandelingstrap, vervolgens een agglomeratietrap en daar-
na een nabehandelingstrap, waarna het polymeer continu
afgevoerd en het geagglomereerde poeder op een op zich-
zelf bekende wijze van het vloeistofmedium moet worden
gescheiden. Het vloeibare medium, dat het gehele procédé
doorloopt, bestaat uit water en een organische vloeistof,
die het genoemde tetrafluoretheenpolymeer kan bevochtigen
en in water voor ten hoogste 15 gew.% oplosbaar is,
waarbij bepaalde gewichts-/volume-verhoudingen worden
aangehouden. Na het doorlopen van de nabehandelingstrap
zal het in suspensie in een vloeibaar medium aanwezige
agglomeraat continu moeten worden afgevoerd en aan een
continu werkende filtreerinrichting voor het scheiden van
het geagglomereerde poeder van het merendeel van het wa-

1 0 0 1 4 6 9

ter en van een deel van de organische vloeistof worden toegeleid, waarbij een dergelijke filtreerinrichting zo mogelijk een terugwinning van de toegepaste organische vloeistof mogelijk moet maken. Nadere opgaven vindt men
5 hier echter niet.

Uit het Amerikaanse octrooischrift 3.265.679 is een werkwijze en een inrichting bekend, die eveneens voor het agglomereren van polytetrafluoretheen-vormpoeders zou moeten dienen. De toegepaste organische oplosmiddelen
10 kunnen zowel lichter als zwaarder dan water zijn. De afscheiding van het organische oplosmiddel geschiedt door afzuigen met een waterstraalpomp, waarbij de afvoer van de waterstraalpomp in een kalmeringshouder uitloopt. In het in de tekening weergegeven geval zet de organische
15 vloeistof zich als onderlaag af en wordt via een bodemkraan afgevoerd, terwijl het water via een afvoer aan de zijkant wegloopt.

In de praktijk is gebleken, dat de terugwinning van de organische vloeistoffen dan zeer kostbaar wordt
20 indien grotere hoeveelheden worden doorgevoerd. Speciaal treedt door meegesleept vast materiaal een dichtslaan van filters en geleidingsbuizen op, zodat een vaak onderbreken en zuiveren nodig is.

Moeilijkheden levert ook de scheiding van organische vloeistof en water, vooral ook indien grote hoeveelheden water optreden, die betrekkelijk geringe hoeveelheden aan organische vloeistof en bovendien nog vaste verontreinigingen bevatten. Speciaal deze, in de vorm van een fijn slib meegevoerde vaste stoffen, bemoeilijken
25 een snelle fasescheiding, zoals deze voor een terugwinning met zo min mogelijk verlies van de organische fase nodig is, omdat de door oplosmiddel omhulde deeltjes slecht bevochtigbaar zijn en zich in het gebied van de fasegrens ophopen.
30

1 0 0 1 4 6 9

Men stond dus voor de opgave, met water niet mengbare organische oplosmiddelen met een geringer soortelijk gewicht dan water uit het mengsel met - ook grote hoeveelheden - water en eventueel vaste verontreinigingen met geringe kosten zo kwantitatief mogelijk terug te winnen.

Dit werd volgens de uitvinding bereikt doordat het verontreinigde oplosmiddel-/water-mengsel beneden de vloeistofspiegel, maar boven de gevormde fasengrens, in een met water gevulde houder wordt geleid en voor een fasescheiding hierin door omsturing over een toereikend traject afwisselend beneden en boven in de bovenfase aangebrachte inbouwsels (keringen) wordt geleid. Deze inbouwsels zijn aan de voor- en achterwand bevestigd.

"In de bovenfase aangebracht" wil hier zeggen, dat alle inbouwsels in de bovenfase aanwezig zijn, waarbij evenwel - voor een doen optreden van de vereiste omkering van de oplosmiddel-/water-stroom van de inloop naar de afvoeren voor de gescheiden fasen - de inbouwsels afwisselend ook in de onderfase uitsteken. De alleen in de bovenfase uitstrekkende inbouwsels zijn doelmatig bij het begin van het scheidingstraject langer, en reiken dus vrijwel tot aan de fasengrens, en worden in de loop van het scheidingstraject korter d.w.z. hun ondereinde verwijdt zich telkens meer van de fasegrens. De afwisselend hierop geplaatste inbouwsels, die dus ook in de onderfase uitsteken, zijn bij deze uitvoeringsvorm over het gehele scheidingstraject even lang. Hun uitsteken in de onderfase strekt zich slechts zo ver uit, dat enerzijds een toereikende omkering van de stroming en anderzijds een voldoende vloeistofstroom, die aan het einde alleen nog uit het naar buiten lopende water bestaat, gegarandeerd zijn.

De inbouwsels kunnen verticaal, hellend of ook ge-

bogen zijn, zo lang een voldoende omkering van de vloeistofstroom gegarandeerd is. De vakman zal - indien nodig met behulp van eenvoudige voorproefjes - de per geval doelmatigste uitvoeringsvorm en opstelling selecteren.

5 De onderhavige inrichting bestaat uit een scheidingsbekken 1 met een uitloop 2 voor het water, die de fasengrens 3 definieert, een wat betreft deze fasengrens 3 hoger ingevoerde toeloop 4 en de vloeistofstroom in de richting van afvoer 2 geleidende inbouwsels 5, die zo geplaatst zijn, dat de vloeistofstroom afwisselend boven en beneden de inbouwsels 5 wordt geleid en uit een afvoer 6 voor het oplosmiddel, welke de vloeistofspiegel 7 bepaalt.

Voorkeursuitvoeringsvormen van de uitvinding worden hieronder nader toegelicht.

15 Met voordeel wordt een verdere toevoer 8 toegepast waarmee naar behoefte water naar de inrichting wordt toegeleid om de vloeistofspiegel ook bij optreden van drukstoten in de leiding 4, constant te houden.

De inrichting bevat voorts doelmatig een afvoer bij de bodem 9 met een afvoerkraan 10 om het afgezette slib - continu of chargegewijs - af te voeren.

20 Een gunstige uitvoeringsvorm van de uitvinding bestaat daarin, via een geschikte inrichting, met voordeel een - doelmatig in de hoogte veranderbare - buis 11, het in het gebied van de fasengrens 3 opgehoopte vaste materiaal af te scheiden, b.v. af te zuigen. Men verkrijgt zo de fijne korrels in een vorm, die gemakkelijk kunnen worden opgewerkt.

30 De dimensionering van de installatie, speciaal de uitvoering en het aantal inbouwsels 5 en de daardoor verkregen trajectlengte van de oplosmiddelstroom, richt men naar het verschil in soortelijk gewicht tussen oplosmiddel en water en de gewenste zuiverheid van het oplosmiddel. Indien nodig zal ook hier een deskundige eenvoudige

voorproefjes uitvoeren.

De keuze van de actieve stof richt men naar de aard van het af te scheiden en te zuiveren oplosmiddel en naar eventuele verontreinigingen. Wanneer ruwe dispersies van fluorpolymeren b.v. nog geringe hoeveelheden aan waterstoffluoride opgelost bevatten, zal men een passend resistente kunststof als materiaal voor de inrichting en voor de bekleding daarvan kiezen.

De uitvinding vermijdt dus alle problemen, die door meegesleurde verontreinigingen, speciaal fijnkorrelvormige vaste stoffen, worden veroorzaakt. Omdat geen fijne filters meer nodig zijn, die kunnen dichtslaan en passend sterke pompen vereisen, worden hoge investerings- en arbeidskosten vermeden. Bovendien wordt de afscheiding van een meegevoerde waardevolle stof aanmerkelijk vereenvoudigd.

De uitvinding maakt een volledig continue afscheiding van niet met water mengbare oplosmiddelen met een geringer soortelijk gewicht dan water uit mengsels met zowel grote als vergelijkbare hoeveelheden water mogelijk en is dus zeer effectief. Door de gescheiden afvoeren voor oplosmiddel en water zijn in alle gevallen hoge doorvoerhoeveelheden mogelijk. Omdat beide afvoeren aan het uiteinde van het gemeenschappelijke omkerings- en scheidingsstraject aangebracht zijn, verkrijgt men - in combinatie met de afscheiding van vaste stoffen bij de fasengrens - een reinigend effect voor het oplosmiddel.

In het volgende voorbeeld wordt de uitvinding nader toegelicht.

30 Voorbeeld

Een mengsel van 1 vol.dl benzine, kookpunt 80 - 110°C, en 14 vol.dln water, dat uit een granulering van polytetrafluoretheen volgens voorbeeld 1 van Amerikaans octrooischrift 4.439.385 stamt, werd in een inrichting

1 0 0 1 4 6 9

volgens fig.1 geleid. Het vloeistofmengsel bevatte geringe hoeveelheden polymeer en vaste verontreinigingen. Het uit de afvoer 6 komende benzine was vrij van vaste stoffen en bevatte alleen nog ca. 0,05 vol.% water.

- 5 Vaste verontreinigingen verzamelden zich bij de bodem van de houder en konden van tijd tot tijd via de bodemafvoer 9 worden afgescheiden. Het meegesleurde polymeer hoopte zich bij de fasengrens 3 op en werd van tijd tot tijd via een buis 11 afgezogen. Per 10.000 liter
- 10 doorgevoerd vloeistofmengsel werd ca. 8 kg vast materiaal geïsoleerd en kon tot polytetrafluoretheen worden opgewerkt.

1 0 0 1 4 6 9

C o n c l u s i e s :

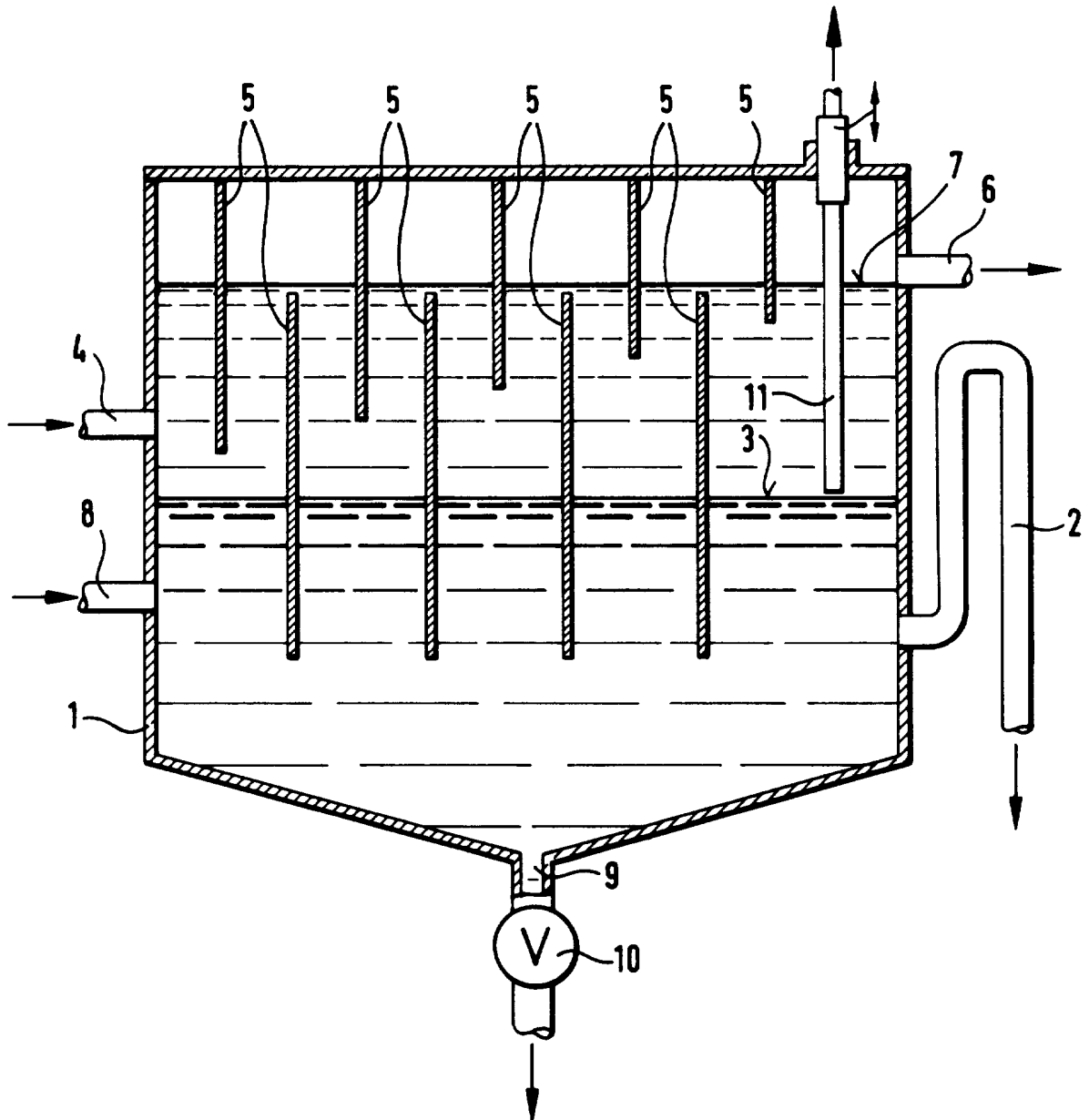
=====

1. Werkwijze voor het terugwinnen van niet met water
mengbare oplosmiddelen met een geringer soortelijk ge-
wicht dan water uit hun mengsels met water, met het ken-
merk, dat een eventueel verontreinigd oplosmiddel-/water-
5 mengsel beneden de vloeistofspiegel maar boven de fasen-
grens in een met water gevulde houder wordt geleid en
voor een fasenscheiding hierin door omkering over een
toereikend traject afwisselend beneden en boven in de
bovenfase aangebrachte inbouwsels wordt geleid.
- 10 2. Inrichting voor het terugwinnen van niet met wa-
ter mengbare oplosmiddelen met een geringer soortelijk
gewicht dan water uit oplosmiddel-/water-mengsels, geken-
merkt door een scheidingsbekken (1) met een afvoer (2)
voor het water, welke de fasengrens (3) bepaalt, een in
15 verband met deze fasengrens (3) hoger binnenkomende toe-
voer (4) en de vloeistofstroom in de richting van de af-
voer (2) geleidende inbouwsels (5), die zo geplaatst
zijn, dat de vloeistofstroom afwisselend boven en bene-
den de inbouwsels (5) wordt geleid, en uit een afvoer (6)
20 voor het oplosmiddel, welke de vloeistofspiegel (7) be-
paalt.
3. Inrichting volgens conclusie 2, gekenmerkt door
een verdere toevoer (8), die beneden de toevoer (4) is
aangebracht.
- 25 4. Inrichting volgens conclusie 2 of 3, gekenmerkt
door een afvoer (9) in de bodem met een afvoerkraan (10)
en/of een buis (11), die zo geplaatst is of geplaatst
kan worden, dat vast materiaal in het gebied van de fa-
sengrens (3) kan worden afgescheiden.
- 30 5. Toepassing van de inrichting volgens de conclusie
2, 3 of 4 voor het terugwinnen van niet met water meng-

bare oplosmiddelen met een geringer soortelijk gewicht dan water uit mengsels daarvan met water uit het granuleren van fluorpolymeren.

1 0 0 1 4 6 9

Fig. 1



1001469



RAPPORT BETREFFENDE HET ONDERZOEK NAAR DE STAND VAN DE TECHNIEK

Octrooiaanvraag Nr.:

NO 133133
NL 1001469

VAN BELANG ZIJNDE LITERATUUR			
Categorie	Vermelding van literatuur met aanduiding voor zover nodig, van speciaal van belang zijnde passages	Van belang voor conclusie(s)Nr.:	Internationale classificatie (toegekend door de Octrooiraad)
A	FR 328 403 A (F. MOORE) * het gehele document *	1	B01D17/02
A	US 5 132 010 A (W. OSSENKOP) * het gehele document *	1	
A	US 3 278 041 A (W. J. ET AL.) * het gehele document *	1	
			Onderzochte gebieden van de techniek B01D C08F C08J
Indien gewijzigde conclusies zijn ingediend, heeft dit rapport betrekking op de conclusies ingediend op			
Plaats van onderzoek		Datum waarop het onderzoek werd voltooid	
'S-GRAVENHAGE		21 April 1998	
Vooronderzoeker (EOB)		Devisme, F	
CATEGORIE VAN DE VERMELDE LITERATUUR X : op zichzelf van bijzonder belang Y : van bijzonder belang in samenhang met andere documenten van dezelfde categorie A : achtergrond van de stand van de techniek O : verwijzend naar niet op schrift gestelde van de techniek P : literatuur gepubliceerd tussen voorrangs- en indieningsdatum T : niet tijdig gepubliceerde literatuur over theorie of principe ten grondslag liggend aan de uitvinding E : andere octrooi-publicatie maar gepubliceerd op of na indieningsdatum D : in de aanvraag genoemd L : om andere redenen vermelde literatuur & : lid van dezelfde octrooifamilie, corresponderende literatuur document			

**AANHANGSEL BEHORENDE BIJ HET RAPPORT BETREFFENDE
HET ONDERZOEK NAAR DE STAND VAN DE TECHNIEK,
UITGEVOERD IN DE OCTROOIAANVRAGE NR.**

NO 133133
NL 1001469

Het aanhangsel bevat een opgave van elders gepubliceerde octrooiaanvragen of octrooien (zogenaamde leden van dezelfde octroofamilie), die overeenkomen met octrooischriften genoemd in het rapport.
De opgave is samengesteld aan de hand van gegevens uit het computerbestand van het Europees Octrooibureau per
De juistheid en volledigheid van deze opgave wordt noch door het Europees Octrooibureau, noch door de Octrooiraad gegarandeerd ;
de gegevens worden verstrekt voor informatiedoeleinden.

21-04-1998

In het rapport genoemd octrooigeschrift	Datum van publicatie	Overeenkomend(e) geschrift(en)	Datum van publicatie
FR 328403 A		GEEN	
US 5132010 A	21-07-92	DE 3841198 A EP 0457951 A	13-06-90 27-11-91
US 3278041 A	11-10-66	GEEN	