DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Abs. 4 Patentgesetz

PATENTSCHRIFT

(19) DD (11) 277 612 A1

4(51) B 01 D 17/00
B 01 D 37/00

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

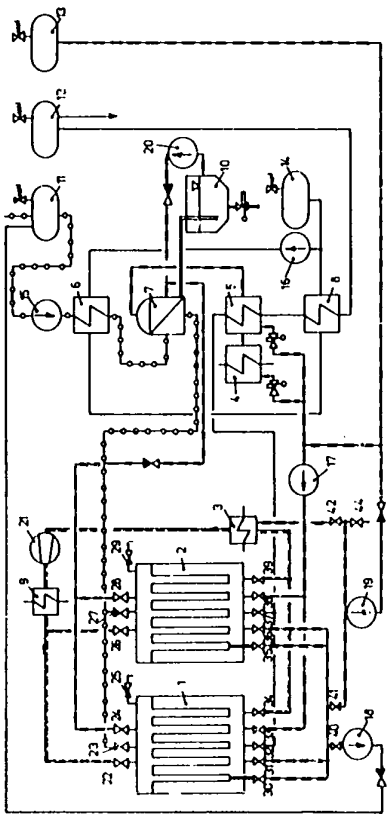
(21) WP B 01 D / 322 790 2 (22) 08.12.88 (44) 11.04.90

(71) VE Braunkohlenkombinat Bitterfeld, Am Keuzeck, Bitterfeld, 4400, DD
(72) Baier, Herbert, Obering.; Kohler, Jürgen, Dipl.-Ing.; Kreutzberger, Gunter, Dipl.-Chem.; Uhlemann, Stephan, Dr., DD

(54) Verfahren zum Trennen von Flüssigkeiten hoher Temperatur und verschiedener Viskosität

(55) Verfahren, Trennung, Flüssigkeiten, Reinigung, Wasser-Öl Kühler, Lösungsmittel, Verdampfer, Filter, Vorwärmer Quarzsand, gesintert, Dichlormethan

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Trennung von Flüssigkeit hoher Temperatur und verschiedener Viskosität, insbesondere zur Reinigung von Wasser-Öl-Suspensionen bzw. Emulsionen. Erfindungsgemäß werden die zu trennenden Flüssigkeiten nacheinander durch einen Kühler, Lösungsmittelverdampfer, Filterapparat, Lösungsmittelverflüssiger und einen Vorwärmer geleitet. Der Filter besteht vorzugsweise aus gesintertem Quarzsand und als Lösungsmittel wird Dichlormethan verwendet. Quarzsand und Dichlormethan werden im Kreislaufprozeß eingesetzt und sind wiederaufarbeitungsfähig. Mit diesem Verfahren läßt sich ein Ölgehalt im Kondensat unter 1 mg/l erreichen. Figur



ISSN 0433-6461

6 Seiten

Patentanspruch:

1. Verfahren zur Trennung von Flüssigkeiten hoher Temperatur verschiedener Viskosität, bestehend aus den Verfahrenskomponenten mechanische Trennung der Flüssigkeiten, Kreislaufsystemen zur regenerativen Abkühlung und Wiederaufwärmung der zu trennenden Flüssigkeiten und thermischer Trennung von Gasen, Lösungsmitteln und abgetrennter Flüssigkeit, **dadurch gekennzeichnet,** daß
   - mindestens zwei Filterapparate (1) und (2) wechselseitig als Filter zur mechanischen Trennung von Flüssigkeiten arbeiten oder im Rückspülbetrieb mit Lösungsmittel ausgewaschen und von der im Filtermaterial akkumulierten abgetrennten Flüssigkeit befreit werden
   - das Gemisch aus Lösungsmittelflüssigkeit und die aus einem der beiden Filterapparate (1) oder (2) ausgewaschene abgetrennte Flüssigkeit in einem Verdampfer (7) unter Abkühlung der zu trennenden Flüssigkeit thermisch getrennt und anschließend der dem Verdampfer (7) entweichende reine Lösungsmitteldampf im Verflüssiger (5) unter Abgabe von Wärme an die die Filterapparate (1) oder (2) nach dem Trennen passierende Flüssigkeit verflüssigt wird, um die Flüssigkeit über eine Pumpe (17) kontinuierlich dem Lösungsmittelkreislauf zuzuführen
   - die vor dem Verdampfer (7) anfallende Temperatur der zu trennenden Flüssigkeit höher als die Siedetemperatur des im Verdampfer 7 während des Rückspülprozesses kontinuierlich zu verdampfenden Lösungsmittels ist
   - die Umschaltfrequenz beider Filterapparate (1 und 2) zueinander von der Sättigung des Filtermaterials mit abgetrennter, akkumulierter Flüssigkeit des im Filterbetrieb arbeitenden Filterapparates (1) oder (2) abhängig ist
   - das Lösungsmittel unter den Betriebsbedingungen im Verdampfer 7 eine kleinere Siedetemperatur als die Siedetemperatur der zu trennenden Flüssigkeiten aufweist.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet,** daß die zu trennende Flüssigkeit durch die Filterapparate (1) und (2) aus abgedichteten Behältern mit innenliegenden Filterrohren aus festem, porösem Material geleitet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet,** daß die Filterrohre bei der Betriebsart Filtern von außen nach innen durchströmt und bei der Betriebsart Rückspülen von innen nach außen durchströmt werden.
4. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet,** daß der regenerative Wärmeträgerkreislauf über Pumpe (16), Kühler (6) und Vorwärmer (8) nur zeitweise oder nicht betrieben wird.
5. Verfahren nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet,** daß der regenerative Wärmeträgerkreislauf über Pumpe (16), Kühler (6) und Vorwärmer (8) zur Regelung der Temperatur der zu trennenden Flüssigkeit vor dem Verdampfer (7) betrieben wird.
6. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet,** daß die die Filterapparate (1) oder (2) während des Filterbetriebes passierende Flüssigkeit und das zum Rückspülen verwendete Lösungsmittel stofflich identisch sind.
7. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet,** daß bei stofflich unterschiedlichem Lösungsmittel und den Filterapparaten (1) oder (2) während des Filterbetriebes passierende Flüssigkeit vor Umstellung der Filterbetriebsart nach Entleerung mit vorgewärmten reinem Gas durchströmt und getrocknet wird.
8. Verfahren nach Anspruch 6, **dadurch gekennzeichnet,** daß bei stofflicher Identität von Lösungsmittel und passierender Flüssigkeit auf das Entleeren und Trocknen verzichtet werden kann.
9. Verfahren nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet,** daß Filter- und Lösungsmittelkreislauf regelungstechnisch so gegeneinander verriegelt werden, daß bei allen Verfahrensschritten die gegenseitige Vermischung der unterschiedlichen Flüssigkeiten ausgeschlossen wird.
10. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet,** daß das sich im Verdampfer (7) bildende Konzentrat aus in den Apparaten (1) oder (2) abgetrennter Flüssigkeit und unverdampftem Lösungsmittel kontinuierlich oder unterbrochen abgezogen, im Trennbehälter (10) gravimetrisch getrennt und das abgetrennte Lösungsmittel in den Verdampfer (7) mittels Pumpe (20) zurückgeführt und die reine abgetrennte Flüssigkeit aus dem Behälter (10) flüssigkeitsstandsgeregelt abgelassen wird.
11. Verfahren nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet,** daß der Inhalt der Filterapparate (1) und (2) bei der Betriebsart Filtern in den Behälter (11) und bei der Betriebsart Rückspulen in den Behälter (13) zurückgeführt wird.

12. Verfahren nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet,** daß das Trocknungsgas mittels Gebläse (21) über Vorwärmer (9), Filterapparat (1) oder (2) und Kühler (3) in geschlossenem Kreislauf strömt, wobei im Kühler (3) die aus den Filterapparaten (1) oder (2) ausgetriebene Lösungsmittelflüssigkeit aus dem Gas abgeschieden und in den Behälter 13 zurückgeführt wird.
13. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet,** daß sich die Räume vor und nach Filter der Filterapparate (1) und (2) getrennt entleeren lassen.
13. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet,** daß sich die Räume vor und nach Filter der Filterapparate (1) und (2) getrennt entleeren lassen.
14. Verfahren nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet,** daß die zu trennende Flüssigkeit durch poröses Material aus gesintertem Quarzsand der Hauptkornfraktion 5 bis 25 Mikrometer geleitet wird.
15. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet,** daß das verwendete Lösungsmittel aus Dichlormethan besteht.

Hierzu 1 Seite Zeichnung

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Trennung von Flüssigkeiten hoher Temperatur und verschiedener Viskosität, insbesondere auf dem Gebiet der Reinhaltung bzw. Reinigung von Wasser-Öl-Suspensionen oder -Emulsionen, in der Wärmetechnik und Stoffwirtschaft.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es sind bereits eine Reihe von mechanischen Trennverfahren bekannt, die auf der Basis der Filtration im Kiesfilter, im Anschwemmfilter oder im Filter mit wasserabweisendem Material beruhen.
Mit den Verfahren nach DD 48573, DD 96693, DD 60836, DD 120590, DD 152733, DD 76467, DD 111516, DD 148859, DD 153465, DD 142269 sind bei der Trennung von Wasser-Öl-Emulsionen zwar Restölgehalte von durchschnittlich kleiner 30 mg/l erreichbar, jedoch wird mit keinem dieser Verfahren bei kontinuierlicher Arbeitsweise und hoher anfallender Temperatur der zu trennenden Flüssigkeiten, ohne vorherige Eindickung der Emulsion, ein Wert von kleiner als 1 mg Öl/l Wasser erreicht, wie es für Speisewasser bei Hochdruckkesseln erforderlich ist. Speziell die Membran- oder Ultrafiltrationsverfahren haben den Nachteil, daß die abzutrennenden Stoffe zwar zurückgehalten werden, die Filtermaterialien aber relativ zügig und schlecht regenerierbar verbraucht sind. Diese Verfahren sind daher für relativ große Trennleistungen wenig geeignet. Der manuelle ständige Wartungsaufwand ist relativ hoch.

Ziel der Erfindung

Der Erfindung liegt das Ziel zugrunde, ein Verfahren zu entwickeln, mit dem die Trennung bzw. Reinigung von hochtemperierten Flüssigkeiten unterschiedlicher Viskosität, auch bei kleinsten Restbestandteilen der abzutrennenden Flüssigkeit, ökonomisch und energetisch rentabel, mit geringem Wartungsaufwand umweltfreundlich gestaltet werden kann.

Darlegung des Wesens der Erfindung

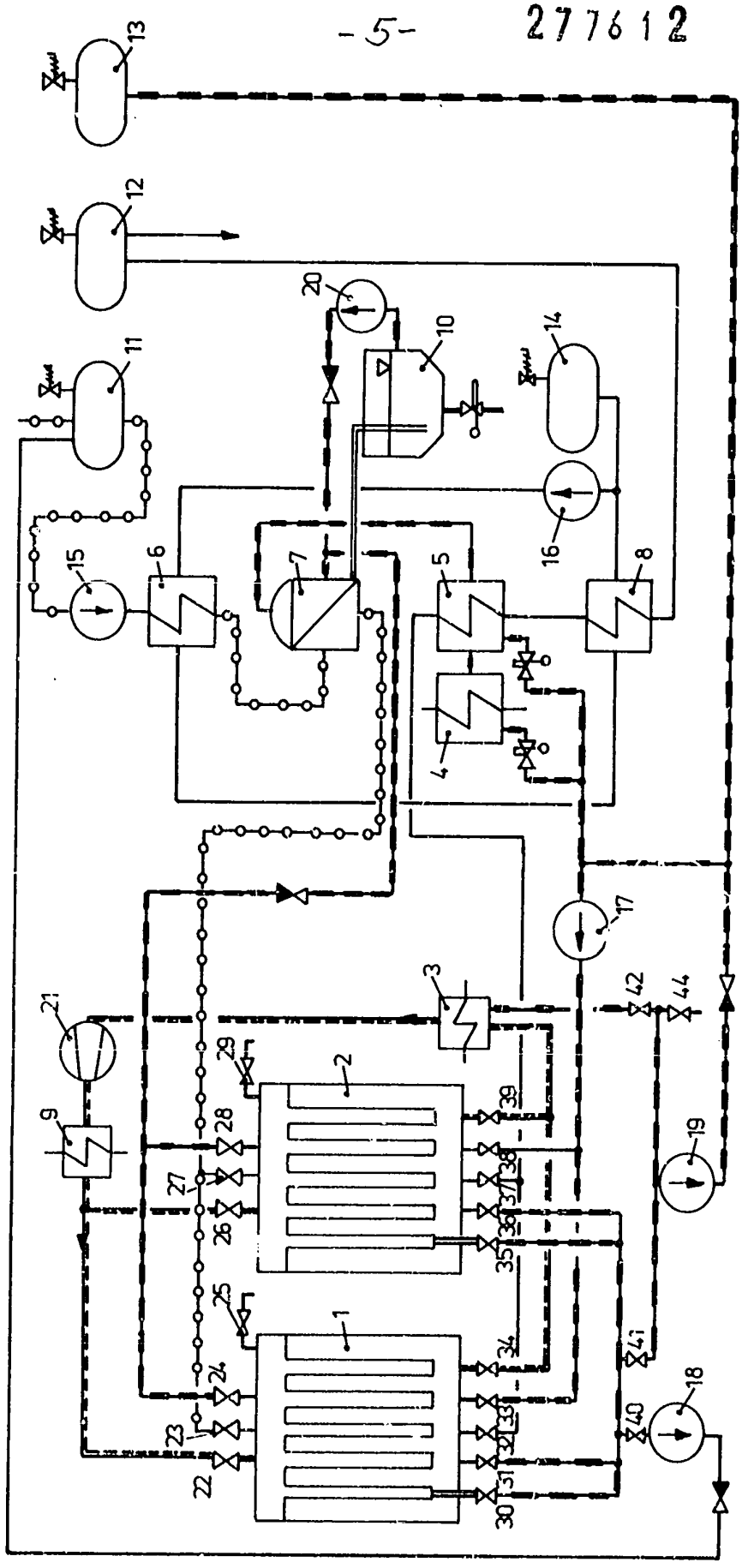
Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein kontinuierliches Verfahren zur Trennung von mit hoher Temperatur anfallenden Flüssigkeiten unterschiedlicher Viskosität zu entwickeln, mit dem, insbesondere bei Öl-in Wasser-Suspensionen oder -Emulsionen, Restölmengen von kleiner als 1 mg Öl/l Wasser (wie es für Speisewasser bei Hochdruckkesseln erforderlich ist), kontinuierliche Arbeitsweise ohne vorherige Eindickung der Emulsion, relativ hohe Trennleistungen, geringer Wartungsaufwand, geringe Temperaturdifferenz zwischen Flüssigkeitseingang und -Ausgang des Prozesses ohne Energiezufuhr sind.
Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die zu trennenden Flüssigkeiten im Hauptkreislauf kontinuierlich, nacheinander durch Kühler, Lösungsmittelverdampfer, auch in Kaskadenschaltung, mindestens einen von mindestens zwei abwechselnd zu betreibenden Filterapparaten, durch Lösungsmittelverflüssiger, ggf. mit Zusatzkühler, und Vorwärmer geleitet werden.
Als Filterapparate werden abgedichtete Behälter benutzt, in deren Innerem Filterrohre aus porösem, festem Material, die beim Filtern von Außen nach Innen durchströmt werden, angeordnet sind. Durch die Abkühlung der zu trennenden Flüssigkeiten in Verdampfer und/oder Kühler wird ihr Viskositätsunterschied zur Verstärkung der Filterwirkung bzw. des Trenneffektes in Abhängigkeit von der Flüssigkeitstemperatur erhöht. Lösungsmittelverflüssiger und/oder Vorwärmer bringen die den Filterapparat passierende Flüssigkeit ohne zusätzliche Energiezufuhr wieder auf ein annähernd gleiches Temperaturniveau wie vor der Kühlung. Dazu sind Kühler und Vorwärmer über einen geschlossenen, regenerativen Wärmeträgerkreislauf miteinander verbunden. In Abhängigkeit von der Siedetemperatur des verwendeten Lösungsmittels kann dieser Wärmeträgerkreislauf auch zeitweise oder vollständig unnötig werden.

Während ein Filterapparat, von oben nach unten durchströmt, im Hauptkreislauf als Filter arbeitet und die abzutrennende Flüssigkeit akkumuliert, wird der andere mit Lösungsmittel aus dem Verflüssiger kontinuierlich rückwärts (von unten nach oben) durchströmt, um die im Filtermaterial auszuspülen und kontinuierlich zum Verdampfer zu leiten. Im Verdampfer wird die Lösungsmittelflüssigkeit kontinuierlich verdampft und dadurch thermisch gereinigt dem Verflüssiger zugeleitet, von wo der Lösungsmittelkreislauf von vorn beginnt. Bedingung dafür ist eine höhere Siedetemperatur der im Filter abgetrennten Flüssigkeit gegenüber der des Lösungsmittels. Die den Filter passierende Flüssigkeit und Lösungsmittel können stofflich identisch sein. Andernfalls sind Filter- und Lösungsmittelkreislauf regeltechnisch so gegeneinander zu verriegeln, daß bei allen Verfahrensschritten ein Eindringen von Lösungsmittel in den Hauptkreislauf ausgeschlossen wird.
Nach einer gewissen Betriebszeit erhöht sich im Verdampfer die Konzentration von abgetrennter Flüssigkeit aus dem Filter. Dieses Konzentrat kann je nach Bedarf kontinuierlich oder unterbrochen abgeleitet und gravimetrisch oder durch Impulskräfte und Lösungsmittelresten getrennt werden. Durch die hohe erreichbare Konzentration der am Verdampfer anfallende abgetrennten Flüssigkeit wird der technische Aufwand im Vergleich zu anderen Verfahren klein. Die abgetrennte Flüssigkeit steht in Reinform zur Verfügung. Das abgetrennte Lösungsmittel wird in den Verdampfer zurückgeführt, was eine sofortige Trennung von Lösungsmittel und ungewollt aus dem Trennappart ausgetragener Flüssigkeit gewährleistet.
Die mindestens zwei Filterapparate arbeiten wechselseitig als Filter, bzw. werden mit Lösungsmittel rückgespült. Bei Umschaltung der Filterbetriebsart wird der mit Lösungsmittel rückgespülte Filterapparat über unten angeordnete Entleerungsöffnungen, die sich in den Räumen vor und nach den Filterrohren befinden, entleert, wenn sich Lösungsmittel und die den Filterapparat während des Filterbetriebes passierende Flüssigkeit stofflich unterscheiden. Das Lösungsmittel wird in einen Vorratsbehälter geleitet. Um den gesamten Filterapparat von Lösungsmittelresten befreien zu können, kann mit ölfreiem Druckgas, welches das Lösungsmittel aufnimmt, getrocknet werden. Dann wird der Hauptkreislauf ohne Unterbrechung des Flüssigkeitsstromes über den eben gereinigten Filter geleitet. Danach wid der nun für den Rückspülbetrieb vorbereitete Filterapparat über wie bereits genannt liegende Entleerungsöffnungen geleert. Dabei muß die ungefilterte Restflüssigkeit in den Hauptkreislauf zur Filterung zurückgeleitet werden. Die gefilterte Resflüssigkeit kann dem Hauptkreislauf nach dem Filterapparat zugeleitet werden. Dann beginnen das Rückspülen und Trocknen wie bereits erläutert.
Die beim Trocknungsvorgang im Gas gelösten Lösungsmittelreste können in einem gesondertan Kühler niedergeschlagen, also vom Gas getrennt werden. Das Trocknungsgas kann zur Verbesserung des Effektes vorgewärmt werden. Es kann ein geschlossener Trocknungsgaskreislauf eingerichtet werden, um zu vermeiden, daß lösungsmittelhaltiges Gas frei wird.
Die Umschaltfrequenz beider Filterapparate zueinander ist von der Sättigung des Filtermaterials mit abgetrennter, akkumulierter Flüssigkeit abhängig. Sie wird, wie bereits bekannt, in Abhängigkeit vom Druckverlust über den Filter geregelt. In Abhängigkeit von der Umschaltfrequenz lassen sich mit diesem kontinuierlichen, mechanischen Trennverfahren bisher nicht erreichte Trennwirkungen realisieren.

Ausführungsbeispiel

Gemäß Zeichnung wird im Hauptkreislauf ölhaltiges Kondensat, das mit wesentlich höherer Temperatur als die Siedetemperatur des Lösungsmittels, Dichlormethan, anfällt, mittels Pumpe 15 über den Ausgleichsbehälter 11, Kühler 6, Lösungsmittelverdampfer 7, Filterapparat 1, der z.Z. als Filter arbeitet, Lösungsmittelverflüssiger 5, Vorwärmer 8 und Ausgleichsbehälter 12 zum Nutzprozeß (z.B. Speisewasserzuführung für Dampfkessel) geleitet, um es im Filterapparat 1 vom Öl zu trennen. Die Filterapparate 1 und 2 bestehen aus gas- und wasserdichten Behältern, in deren Inneren Rohre aus gesintertem Quarzsand mit einer Hauptkornfraktion von 5 bis 25 Mikrometer, angeordnet sind. Diese Rohre werden von zur Vergrößerung der Filteroberfläche während des Filterbetriebes von außen nach innen durchströmt. Am Filterapparat 1 sind nur die Absperrorgane 23 und 32 geöffnet.
Während im Filterapparat 1 im gesinterten Quarzsand das abzutrennende Öl akkumuliert wird, wird es im Filterapparat 2 durch Rückwärtsspulen mittels Dichlormethan und Pumpe 17 wieder aus dem Filter ausgewaschen. Beim Rückspülvorgang sind am Apparat 2 nur die Absperrorgane 38 und 28 geöffnet. Das ölhaltige Dichlormethan wird dem Verdampfer 7 zugeleitet, wo es unter Abkühlung des ölhaltigen Kondensates aus dem Hauptkreislauf thermisch vom höher siedendem Öl getrennt wird. Der so entstehende Dichlormethandampf wird dem Verflüssiger 5 zugeleitet, wo er unter Erwärmung des entölten Kondensates teilweise wieder verflüssigt wird. Über den Verflüssiger 4 mit Fremdkühlung wird der restliche Dampf niedergeschlagen. Das flüssige Dichlormethan wird über Pumpe 17 erneut und kontinuierlich dem Kreislauf zugeführt, bis aus dem Apparat 2 das Öl herausgewaschen ist.
Die Apparate 1 und 2 werden ohne Unterbrechung des Hauptkreislaufes wechselseitig in ihrer Funktion umgeschaltet, wenn der Rückspülvorgang in einem Apparat beendet ist und im anderen Apparat der Filtervorgang aufgrund des Erreichens eines Druckverlustgrenzwertes über den Filter abgebrochen werden muß.
Dazu wird zunächst die Pumpe 17 außer Betrieb genommen. Am Apparat 2 bleiben nur die Organe 29, 35 und 36 geöffnet. Mit Hilfe der Pumpe 19 und durch Öffnen des Organs 41 (42 ist geschlossen) wird das Dichlormethan in den Vorrats- und Auflastdruckbehälter 13 geleitet. Beim nächsten Schritt bleiben am Apparat 2 nur die Organe 26 und 39 geöffnet. Der Apparat 2 wird mit im Luftvorwärmer 9 vorgewärmter, ölfreier Luft getrocknet. Die Luft wird im Kühler 3 thermisch vom Dichlormethan getrennt und in geschlossenem Kreislauf wieder dem Gefäse 21 zugeführt. Wenn sich im Kühler 3 genügend Dichlormethan gesammelt hat, wird es über Pumpe 19 und Organ 42 dem Behälter 13 zugeführt (Organ 41 geschlossen). Nach Schließen der Organe 26 und 39 werden die Organe 27, 29 und 37 geöffnet. Das Organ 29 bleibt nur so lange offen, bis der Apparat 2 entlüftet ist. Der Hauptkreislauf beginnt über Apparat 2 zu fließen, weil der Druckverlust im gereinigten Filter wesentlich geringer als im Apparat 1 ist. Am Apparat 1 bleiben dann nur die Organe 25, 30 und 31 geöffnet, um ihn über Pumpe 18 in den Behälter 11 zu entleeren. Der Rückspülvorgang beginnt dann analog Apparat 2.
Kühler 6 und Vorwärmer 8 sind mittels Pumpe 16 über einen Wasserkreislauf miteinander verbunden. Der Behälter 14 dient als Vorrats- und Auflastdruckbehälter für diesen Kreislauf. Dieser Kreislauf gewährleistet eine fast verlustfreie Abkühlung und Wiederaufwärmung sowie Regelung der Temperatur des ölhaltigen Kondensates vor dem Filterapparat bei Änderung der Betriebsweise des Verdampfers 7. Die Abkühlung des ölhaltigen Kondensates im Kühler 6 und Verdampfer 7 ist notwendig, um den Trenneffekt im Filterapparat zu verbessern. Die Wiederaufwärmung ohne zusätzliche Energie im Verflüssiger 5 und Vorwärmer 8 wird aus Gründen der Energieeinsparung realisiert.

Im Trennbehälter 10 wird das aus dem Verdampfer kontinuierlich oder unterbrochen abgelassene Flüssigkeitsgemisch, hohe Ölkonzentration im Lösungsmittel, gravimetrisch getrennt. Das sich im Behälter 10 oben anschwemmende leichtere Dichlormethan wird bei Erreichen eines auf der Basis des Dichteunterschiedes der beiden Flüssigkeiten abgetasteten Schichtdickensollwertes mittels Pumpe 20 in den Verdampfer 7 zurückgeführt, um es dort sofort von ausgetragenen Ölresten thermisch zu trennen. Das sich im Behälter 10 unten absetzende Öl wird mit dem Absperrorgan mit Schwimmerbetätigung 43 entsprechend der Zulaufmenge an Flüssigkeitsgemisch zum Verbrauch für stoffwirtschaftliche oder energetische Zwecke abgelassen.


13
12
20
10
14
11
16
15
6
7
5
8
4
17
3
42
44
21
29
2
9
28
39
19
27
38
37
26
36
35
25
1
34
41
24
33
23
32
40
18
22
31
30