



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **238 541 A1**

4(51) B 01 D 43/00

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP B 01 D / 277 771 3	(22)	26.06.85	(44)	27.08.86
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71)	VEB Chemiekombinat Bitterfeld, 4400 Bitterfeld, Zörbiger Straße, DD
(72)	Knop, Peter, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Käsebier, Klaus, Dipl.-Chem.; Roscher, Wolfgang, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Höse, Werner, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Fürtig, Helmut, Dr. sc. nat. Dipl.-Chem., DD

(54) Verfahren zur Zentrifugation und Waschung von Alumosilikaten

(57) Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Zentrifugation und Waschung von Alumosilikaten. Das Ziel der Erfindung ist die Eliminierung der bekannten Nachteile der üblichen Filterhilfsmaterialien, zum Beispiel Quellung, Reißbildung, Alkaliunbeständigkeit, Kompressibilität. Erfindungsgemäß wird dies erreicht, indem als Filterhilfsschicht auf die mit Filtertuch belegte Zentrifugentrommel eine Mischung aus 4 bis 20 % Bimssteinmehl und 80 bis 96 % geglühtes Molekularsieb-Ton-Feinkorngranulat aufgegeben wird.

Erfindungsanspruch:

1. Verfahren zur Zentrifugation und Waschung von Alumosilikaten aus Suspensionen, **gekennzeichnet dadurch**, daß man die Alumosilikate aus der Suspension mittels einer Zentrifuge, deren Trommel mit einem Filtertuch und einer Filterhilfsschicht, bestehend aus 4 bis 20 Ma.-% Bimssteinmehl und 80 bis 96 Ma.-% Molekularsieb/Ton-Feinkorngranulat versehen ist, abtrennt.
2. Verfahren nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß das Feinkorngranulat aus einer verdichteten, verformten und bei 400 bis 700°C geglühten Mischung von 10 bis 30 Ma.-% Ton und 70 bis 90 Ma.-% Molekularsieb besteht.
3. Verfahren nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß als Bimssteinmehl das Handelsprodukt Perfil verwendet wird.
4. Verfahren nach den Punkten 1 bis 3, **gekennzeichnet dadurch**, daß als Ton Brandiser Ton und als Molekularsieb ein teilweise erdalkalibeladenes Zeolith, Typ A, verwendet wird.
5. Verfahren nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß die zu zentrifugierenden und zu waschenden Alumosilikate kristallin sind.
6. Verfahren nach den Punkten 1 bis 5, **gekennzeichnet dadurch**, daß als Zentrifuge eine Siebschälzentrifuge verwendet wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Zentrifugation wasserunlöslicher Alumosilikate aus deren Synthesemischungen.

Kristalline Alumosilikate erlangten technische Bedeutung in der Adsorptionstechnik, als Ionenaustauscher, Katalysator und Katalysatorträger sowie insbesondere als Waschmittelzusatz.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

In den vergangenen Jahren haben besonders feinteilige Alumosilikate an technischem Interesse gewonnen, nachdem sich die Notwendigkeit feinkörniger Produkte, zum Beispiel in Waschmitteln ergeben hatte. Es ist bekannt, daß grobkörnige Alumosilikate durch Zentrifugation leichter aus ihren Suspensionen abtrennbar sind als entsprechend feinkörnige. Wenn auf eine chemische Beeinflussung der Suspension, zum Beispiel auf Ingredienzienzusatz, verzichtet werden soll — dieser führt häufig zu einer Agglomeration der Teilchen und damit zu einer Verbesserung des Trennverhaltens auf Kosten der Korngröße — sind auf mechanischem Wege 4 Möglichkeiten bekannt:

1. Primärtrennung:
Vor Beginn der Trennung erfolgt die Ausbildung einer Filterhilfsschicht durch Grundanschwemmung, gegebenenfalls aus größerem Material, darauf erfolgt die Trennung. Filterhilfsschicht und darauffolgender Filterkuchen werden sodann gemeinsam entfernt.
2. Sekundärtrennung:
Zur Suspension wird laufend ein Filterhilfsmittel gegeben, welches in den Filterkuchen eingebaut wird und dessen Porosität erhöht. Durch Wahl der Menge und Korngröße des Filterhilfsmittels kann die Trennfähigkeit variiert werden. Das Verfahren ist aber nur dann anwendbar, wenn das abzutrennende Produkt und das Filterhilfsmittel gemeinsam verarbeitet werden können oder das Filterhilfsmittel leicht entfernt werden kann.
3. Kombination von Primär- und Sekundärtrennung. Hierbei treffen dieselben Einschränkungen wie bei dem obengenannten Verfahren zu.
4. Precoat-Trennung:
Hierbei handelt es sich um das Anschwemmen einer Filterhilfsschicht in der Größenordnung einiger Zentimeter mittels eines nicht mit dem Filterkuchen verwandten Stoffes. Hierbei darf die Filterhilfsschicht bei der Gewinnung des Filterkuchens nicht mit abgetrennt werden.

Es ist bekannt, daß eine Precoat-Trennung auch bei kristallinen Alumosilikaten angewendet werden kann. Zum Beispiel werden bei der Filtration und der Zentrifugation synthetischer Zeolithe Filterhilfsschichten aus Holzspänen unterschiedlicher Spangröße, Asbestfasern, Zellulosematerial, Kieselgur angewendet. Es ist auch bekannt, bereits mit Ton verformtes und geglühtes Molsieb als Filterhilfsschicht einzusetzen. Diese Schicht ist zwar alkalibeständig, neigt aber sehr stark zur Vorfestigung, so daß die Filterleistung mit Zunahme des Zentrifugenzyklus spürbar abnimmt.

Alle bisher bekannten Precoat-Trennverfahren für Alumosilikate haben wesentliche Nachteile:

1. Filterhilfsschicht muß alkalibeständig sein.
2. Die Dichte der Filterhilfsschicht muß so groß sein, daß es bei Aufgabe der Suspension zu keiner Unterwanderung und damit Durchmischung von Filterkuchen und Filterhilfsschicht kommt.
3. Die Filterhilfsschicht darf keine oder nur geringe Quellung besitzen.
4. Die Filterhilfsschicht muß optimal inkompressibel sein.
5. Die Filterhilfsschicht darf nicht zur Reißbildung neigen.
6. Die Filterhilfsschicht soll lange Zeit haltbar sein, das heißt, sie darf sowohl an der Oberfläche als auch in tieferen Schichten nicht durch feinkörnige Teilchen des Filterkuchens zugesetzt werden.
7. Die Filterhilfsschicht muß leicht aufzubringen und zu entfernen sein.

Alle bisher bekannten Filterhilfsschichten weisen Nachteile anhand der genannten Kriterien auf. Zum Beispiel neigen Holzspäne zur Quellung, mineralische körnige Filterhilfsmittel weisen Reißbildung auf, Kieselgur ist nur unter Verlust an Filterkuchen anwendbar, da es hier zu Unterwanderungen kommt. Asbestfasern sollten wegen ihrer Gesundheitsgefährdung nicht mehr zur Anwendung gelangen. Organische körnige Kunststoffe haben meist zu geringe Dichte.

Ziel der Erfindung

Es ist das Ziel der Erfindung, ein Zentrifugationsverfahren von Alumosilikaten aus deren Synthesemischungen zu entwickeln, wobei eine Filterhilfsschicht angewendet wird, die nicht die Nachteile der bisher bekannten Medien — insbesondere starke

Quellung, Alkaliunbeständigkeit, Kompressibilität, Rißbildung, schneller Verschleiß — aufweist.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Erfindungsgemäß kann das Ziel erreicht werden, wenn als Filterhilfsschicht ein homogenes Gemisch von 4 bis 20% Bimssteinmehl und 80 bis 96% Feinkorngranulat, das heißt einer bei 400 bis 700 °C geglühten Mischung von 10 bis 30% Ton und 70 bis 90% Molekularsieb, vorzugsweise ein erdalkalibeladenes Zeolith, Typ A, welches vor dem Glühen verdichtet und verformt wurde und maximale Korndurchmesser von 1,5 mm aufweist, auf die Zentrifugentrommel aufgegeben wird.

Überraschenderweise tritt bei Zumischung bereits geringer Anteile von Bimssteinmehl zu Feinkorngranulat als Filterhilfsschicht eine ca. 50%ige Verbesserung der Zentrifugenleistung bei der Trennung wasserunlöslicher Alumosilikate aus deren Synthesemischungen auf.

Wird jedoch der Anteil an Bimssteinmehl über 20% gesteigert, so kommt es zur Unterwanderung der Filterhilfsschicht durch das zentrifugierende Molekularsieb. Reines Bimssteinmehl ist aus demselben Grunde als Filterhilfsschicht zur Zentrifugation von Molekularsieben ungeeignet. Als Bimssteinmehl kann auch das Handelsprodukt Perfil in Pulverform eingesetzt werden.

Versuche ergaben, daß die Kornfraktion des Bimssteinmehl bei Anteilen von 4 bis 20% in der Filterhilfsschicht keine wesentliche Rolle spielt. Die erfindungsgemäße Filterhilfsschicht ist auch bei Temperaturen bis zu 90 °C alkalibeständig und weist nur geringe Kompressibilität auf. Riß- und Kanalbildungen werden durch die Feinkörnigkeit des Bimssteinmehl weitestgehend vermieden.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren wird vorteilhafterweise die Mischung aus Bimssteinmehl und Feinkorngranulat als Suspension auf die mit Filtertuch belegte Zentrifugentrommel aufgegeben. Nach dem Trockenschleudern kann unmittelbar mit der Zentrifugation von der Molsiebsuspension begonnen werden. Vorteilhaft ist die Abtrennung von kristallinen Alumosilikaten aus der Suspension.

Die Entfernung der Filterhilfsschicht ist durch Austragen mit dem Schälmesser der Siebschälzentrifuge möglich.

Ausführungsbeispiel

Die Anwendung des Verfahrens erfolgt auf einer Siebschälzentrifuge mit einem Trommeldurchmesser von 1 500 mm. Die Trommel wird mit einem Filtertuch aus Baumwollkörper belegt. Sodann wird eine 50%ige wäßrige Suspension aus 10% Bimssteinmehl und 90% Feinkorngranulat aufgegeben, trockengeschleudert und auf eine Schichthöhe von 3,5 cm abgeschält. Danach erfolgt die Zentrifugation von Molekularsiebsuspension des Zeolithtyps A.

Zum Vergleich wurde im Parallelversuch als Filterhilfsschicht reines Feinkorngranulat sowie reines Bimssteinmehl eingesetzt. Die Zentrifugation der Molekularsiebsuspension auf der Bimssteinmehlfilterhilfsschicht mußte abgebrochen werden, da Unterwanderung der Schicht durch Molsieb erfolgt.

Als Kriterium für den Vergleich — reines Feinkorngranulat: 10% Bimssteinmehl/90% Feinkorngranulat — wurden nach dem 5. Zentrifugenzyklus jeweils 26 cm² von der Filterhilfsschicht entfernt und mit diesen Probestücken Waschungen von Zeolith, Typ A, Suspension mit destilliertem Wasser durchgeführt.

Die Ergebnisse zeigt Tabelle 1.

Tabelle 1

Zyklus	FH 1; Waschzeit (min)	GV (%)	FH 2 Waschzeit (min)	GV (%)
1	8,2	35,7	5,8	34,1
2	9,3	32,8	6,2	33,0
3	9,0	34,0	6,2	32,6
4	9,6	36,5	6,4	35,0
5	9,8	37,8	6,1	35,2
6	10,4	37,2	6,3	34,7

FH 1 — Filterhilfsschicht Feinkorngranulat, max. Korndurchmesser 1,5 mm

FH 2 — Filterhilfsschicht 90% Feinkorngranulat + 10% Bimssteinmehl

GV — Glühverlust des MolsiebfILTERKUCHENS nach 5 Minuten Trockensaugen

Die Schichthöhe des MolsiebfILTERKUCHENS betrug 2,1 cm, die Waschwassermenge pro Zyklus 150 ml.