



(12) Ausschließungspatent

(11) DD 297 752 A7

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2
Patentgesetz der DDR
vom 27.10.1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) C 23 G 5/00
C 23 G 1/24

DEUTSCHES PATENTAMT

(21)	DD C 23 G / 290 263 1	(22)	15.05.86	(45)	23.01.92
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71)	Forschungsinstitut für Aufbereitung, Straße des Friedens 40, O - 9200 Freiberg, DE
(72)	Klinger, Siegfried, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Kretschmar, Gerhard; Scheer, Eberhard, Dipl.-Ing., DE
(73)	Forschungsinstitut für Aufbereitung, Straße des Friedens 40, O - 9200 Freiberg; Metallaufbereitung, Herzbergstraße 35-39, O - 1130 Berlin, DE

(54) Verfahren zur Aufbereitung överschmutzter, feinteiliger metallischer Rückstände

(55) Ölabtrennung; Waschvorgang; Metalle; Rückstände; Zentrifuge; Filtrierzentrifuge; wäßrige Waschmittellösung; Waschmittelkombination; Alkylphenylpolyglykolether; Alkylbenzolsulfonat

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Aufbereitung överschmutzter, feinteiliger metallischer Rückstände, die vorzugsweise bei der Metallbearbeitung entstehen und sehr hohe Ölgehalte enthalten können. Es werden Restölgehalte unter 0,5 Ma.-% erreicht. Die gegebenenfalls vorentölten und vorzerkleinerten metallischen Rückstände werden in einer Filtrierzentrifuge von der fluiden Phase weitgehend befreit, mit einer wäßrigen Waschmittellösung gewaschen, gespült und entwässert. Nach dem Austrag aus der Filtrierzentrifuge werden sie getrocknet. Während oder nach dem ein- oder mehrmaligen Wasch- und Spülvorgang wird der Filterkuchen vom Filter abgeschält und aufgelockert. Als Waschmittel werden Tenside und vorzugsweise die Kombination eines nichtionogenen Tensids wie eines Alkylphenylpolyglykolethers mit einem anionaktiven Tensid wie einem Alkylbenzolsulfonat eingesetzt. Aus der verunreinigten Waschmittellösung werden Öl- und Feststoffteilchen abgetrennt und sie dann nach Ergänzung des verbrauchten Waschmittels wieder in den Waschvorgang zurückgeführt.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Aufbereitung ölverschmutzter, feinteiliger metallischer Rückstände, vorzugsweise bei der Metallbearbeitung entstehender Rückstände, bei dem die ölverschmutzten, feinteiligen metallischen Rückstände, gegebenenfalls nach Vorentölung und Vorzerkleinerung mit einer wäßrigen Waschmittellösung zentrifugiert, dann ausgetragen und anschließend getrocknet werden, und bei dem die vom Öl befreite Waschmittellösung in den Prozeß zurückgeführt wird, **gekennzeichnet dadurch**, daß die ölverschmutzten, feinteiligen metallischen Rückstände in einer laufenden Filtrierzentrifuge mindestens einem Waschvorgang mit einer wäßrigen Waschmittellösung und danach mindestens einem Spülvorgang in der laufenden Filtrierzentrifuge unterworfen werden, wobei während und/oder nach der Aufgabe der wäßrigen Waschmittellösung beziehungsweise des Spülwassers der Filterkuchen vom Filter abgeschält und aufgelockert wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß für den Waschvorgang als Waschmittel die Kombination eines nichtionogenen Tensides mit einem anionaktiven Tensid eingesetzt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, **gekennzeichnet dadurch**, daß als Waschmittel die Kombination eines Alkylphenylpolyglykolethers mit einem Alkylbenzosulfonat eingesetzt wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß für den Waschvorgang außer dem Waschmittel noch die den Waschvorgang fördernden Stoffe Natriumpolyphosphate, Natriumcarbonat, Natriumsulfat und Wasserglas eingesetzt werden.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Aufbereitung von ölverschmutzten, feinteiligen metallischen Rückständen, aber auch von ölverschmutzten, feinteiligen metallischen Rückständen und Stäuben aus Stahl- und Hüttenwerken.

Charakteristik der bekannten technischen Lösung

Bei der Bearbeitung von metallischen Körpern, wie rostfreien Stählen, Schnellarbeitsstählen u. dgl. durch spanabhebende Verfahren und Schleifen fallen metallische Rückstände an, die durch die als Kühl- und Bearbeitungshilfsmittel benutzten Öle oder Öl/Wasser-Emulsionen und außerdem durch Abrieb der bei der Bearbeitung benutzten Schleifmittel, wie Aluminiumoxid oder Siliciumcarbid, verunreinigt sind. Die Wiederverwendung dieser metallischen Rückstände, beispielsweise durch Einschmelzen, ist wegen der Ölverunreinigungen aus Gründen der technischen Sicherheit, des Arbeits- und Umweltschutzes nicht möglich. Es ist daher erforderlich, das Öl aus den metallischen Rückständen vor dem Einschmelzen zu entfernen. Die in den metallischen Rückständen enthaltenen Schleifmittel werden beim Einschmelzen als Schlacke abgestoßen. Waschverfahren mit wäßrigen Waschmittellösungen zur Entfettung und Reinigung der Oberflächen von Metallgegenständen vor der Anwendung von Oberflächenverschmutzung, wie dem galvanischen Überziehen mit Metallen und dem Emaillieren, sind bekannt (R. Streeb und R. Hofmann: Metall-Entfettung und -Reinigung, Eugen G. Leuze Verlag, Saulgau/Württ. 1969, DDR-PS 32 746). Es wurde auch vorgeschlagen (FR-PS 762 8184), ölverschmutzten Metallbruch und Schrott in einer Waschanlage oder einer Zentrifuge mit Waschmittellösungen bis auf einen bestimmten Ölgehalt zu reinigen, bevor das Öl in einem Ofen entfernt und der Schrott durch Heißschmieden bearbeitet wird.

Diese Verfahren können jedoch bei den ölverschmutzten, feinteiligen metallischen Rückständen der Metallbearbeitung nicht mit Erfolg angewandt werden. Die stark zerklüfteten Spanteilchen mit Größen unter 2 mm werden von einer strömenden Waschmittellösung mitgerissen und das in den Klüften der Mikrospäne anhaftende Öl wird von der Waschmittellösung nicht oder nur mit unzureichender Strömungsgeschwindigkeit erreicht, um seine Adhäsion an der Metalloberfläche aufzuheben. Außerdem setzen sich die feinen Teilchen aufgrund ihrer hohen Oberfläche leicht an Stellen mit geringer Strömungsgeschwindigkeit der Waschmittellösung ab. Hier kann sich dann infolge der großen Oberfläche der Teilchen das Öl anreichern. Um bei der Reinigung von Eisenspänen mit einer wäßrigen Waschmittellösung auch die Feianteile mit zu erfassen, wurde vorgeschlagen (DE-OS 274 6001, GB-PS 200 6830, FR-PS 782 9313), nach vorteilhafterweise mit einer unperforierten Schnecken trommel, Rohrschnecke oder Doppelpaddelschnecke durchgeführtem Waschprozeß die feinen Teilchen aus der Waschmittellösung durch Magnetscheidung abzutrennen und sie dann vor dem Trocknen wieder mit den gröberen Spänen zu vereinigen. Mit diesem Verfahren gelingt es zwar, die in der Waschmittellösung mit der Strömung transportierten feinen Teilchen, die allerdings magnetisierbar sein müssen, zu gewinnen und Ablagerungen mit Ölanreicherungen in den genannten Waschapparaten zu verhindern, es wird aber nicht das Problem der Abtrennung der Ölverunreinigungen aus den Klüften der Mikrospäne gelöst. Es kann daher nur angewandt werden, wenn der Feianteil der Eisenspäne in der Größenordnung von höchstens 20 Ma.-% liegt und nach dem Waschen die noch ölhaltigen feinen Teilchen mit den ölfreien groben Spänen gemischt werden, so daß der Gesamtölgehalt des Materials dann unter 1% liegt. Es gelingt jedoch nicht, insgesamt sehr feinteilige metallische Rückstände und Schlämme mit Teilchengrößen unter 2 mm und mit hohen Ölgehalten bis 50 Ma.-% nach diesem Verfahren zu entölen, daß der Restölgehalt unter 0,5 Ma.-% liegt.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren zu entwickeln, mit dem es möglich ist, aus överschmutzten, feinteiligen metallischen Rückständen mit geringem apparativen und technologischen Aufwand Öl soweit abzutrennen, daß die metallischen Rückstände in die Metall- und Legierungsherstellung rückgeführt werden können.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren für die Aufbereitung överschmutzter, feinteiliger metallischer Rückstände durch Behandlung mit wäßriger Waschmittellösung zu entwickeln, das die Ölabtrennung aus sehr feinteiligen metallischen Rückständen mit sehr hohen Ölgehalten ermöglicht und Restölgehalte von $<0,5 \text{ Ma.-%}$ erreicht werden. Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß die överschmutzten, feinteiligen metallischen Rückstände in einer laufenden Filtrierzentrifuge mindestens einem Waschvorgang mit einer wäßrigen Waschmittellösung und danach mindestens einem Spülvorgang unterworfen werden, wobei während und/oder nach der Aufgabe der wäßrigen Waschmittellösung beziehungsweise des Spülwassers der Filterkuchen vom Filter abgeschält und aufgelockert wird.

Es ist erfindungswesentlich, daß für den Waschvorgang als Waschmittel die Kombination eines nichtionogenen Tensides mit einem anionaktiven Tensid eingesetzt wird, vorzugsweise die Kombination eines Alkylphenylpolyglykolethers mit einem Alkylbenzolsulfonat.

Erfindungswesentlich ist auch, daß für den Waschvorgang außer dem Waschmittel noch die den Waschvorgang fördernden Stoffe Natriumpolyphosphate Natriumcarbonat, Natriumsulfat und Wasserglas eingesetzt werden. Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren wird während des Abzentrifugierens eines großen Teils des Öls und/oder gegebenenfalls einer wäßrigen Phase ein Filterkuchen aufgebaut.

Anschließend wird aus dem Filterkuchen mit einer wäßrigen Waschmittellösung das restliche Öl ausgewaschen. Dabei sind die överschmutzten feinteiligen Partikel im Filterkuchen in relativer Ruhelage fixiert und die infolge der Zentrifugalbeschleunigung mit hoher Geschwindigkeit gleichverteilt durch den Filterkuchen bewegte wäßrige Waschmittellösung bewirkt die Aufhebung des Adhäsionskontaktes zwischen dem Öl und der Oberfläche der Metallteilchen. Infolge der Herausbildung von Strömungskanälen im Filterkuchen muß jedoch während oder nach jedem Waschvorgang der Filterkuchen vom Filter abgeschält und aufgelockert und beim nachfolgenden Waschvorgang wieder aufgebaut werden, um die wäßrige Waschmittellösung in alle Klüfte der Mikrospanteilchen und verfilzten Spanagglomerate zu leiten und eine gleichmäßige Reinigung zu erreichen. Auch während oder nach jedem Spülvorgang ist das Abschälen vom Filter und Auflockern des Filterkuchens und dessen Wiederaufbau beim nachfolgenden Spülvorgang erforderlich, um eine gute Reinigung zu erreichen.

Die Aufhebung des Adhäsionskontaktes zwischen dem Öl und der Oberfläche der Metallteilchen sowie die anschließende Bildung einer Öl/Wasser-Emulsion muß wegen der hohen Strömungsgeschwindigkeit der wäßrigen Waschmittellösung in sehr kurzer Zeit erfolgen. Dabei muß die Stabilität der gebildeten Öl/Wasser-Emulsion so groß sein, daß sie nicht schon im Bereich des Filterkuchens wieder zerfällt und das Öl erneut an den feinteiligen metallischen Rückständen abgeschieden wird.

Nachfolgend wird die Erfindung anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert.

Ausführungsbeispiel

2 kg feinteiliger Schleifrückstand des Schnellarbeitsstahles X82 WMo6.5 mit Korngrößen der Mikrospäne im Bereich von 20–150 µm, Verfilzungsagglomeraten bis 600 µm sowie Klumpenbilden und einem Ölgehalt von 43,6 Ma.-% wurden in einer Hammermühle zerkleinert und einer Filtrierzentrifuge aufgegeben. Durch Zentrifugieren wurde ein Teil des Öls abgetrennt, so daß im Material noch 10 Ma.-% verblieben. In der folgenden Waschstufe wurden 2 l wäßrige Waschmittellösung, die 3 g/l Alkylphenylpolyglykolether und 0,2 g/l Alkylbenzolsulfonat enthielt und eine Temperatur von 40°C besaß, über ein Brauserohr in die Zentrifuge geleitet und der Filterkuchen ausgewaschen. Anschließend wurde der Filterkuchen vom Filter abgeschält und aufgelockert. In der 2. Waschstufe wurde der Filterkuchen durch das Zentrifugieren wieder aufgebaut und unter den Bedingungen der 1. Waschstufe gewaschen. Insgesamt wurden 10 Waschstufen mit den Zwischenauflockerungen des Filterkuchens durchgeführt. Dann folgten 2 Spülstufen, in denen jeweils 5 l Wasser mit einer Temperatur von 40°C durch den Filterkuchen geleitet wurden. Zwischen den beiden Spülstufen wurde der Filterkuchen vom Filter abgeschält und aufgelockert. Nach dem Spülen des Materials erfolgte die Entwässerung in der Filtrierzentrifuge bis auf eine Restfeuchte von 12%. Dann wurde der gereinigte feinteilige Schleifrückstand aus der Filtrierzentrifuge ausgefahren und vakuumgetrocknet. Der mit der Extraktionsmethode ermittelte Restölgehalt betrug 0,3 Ma.-%.

Die Vorteile des erfindungsgemäßen Verfahrens sind folgende:

- Die Ölabtrennung aus överschmutzten metallischen Rückständen ist bei sehr feinteiligem Material möglich.
- Es ermöglicht die Abtrennung sehr hoher Ölgehalte bis 50 Ma.-% aus överschmutzten metallischen Rückständen, wobei Restölgehalte unter 0,5 Ma.-% erreicht werden.
- Senkung des apparativen und technologischen Aufwandes bei der Aufbereitung överschmutzter, feinteiliger metallischer Rückstände, da die Prozeßstufen der Vorabtrennung von Öl bzw. Wasser, des Wasch- und Spülvorganges und der Entwässerung des gereinigten Materials in einem Apparat, einer Filtrierzentrifuge durchgeführt werden.
- Klassiervorgänge und Magnetscheidung sind nicht erforderlich, so daß auch Öl aus unmagnetischen metallischen Rückständen abgetrennt werden kann.
- Senkung des Waschmittel- und Wasserverbrauchs durch die Vorabtrennung des Öls in der Filtrierzentrifuge.
- Möglichkeit der Rückführung des vorabgetrennten Öls und/oder des wäßrigen Kühlschmiermittels in den Metallbearbeitungsprozeß.
- Möglichkeit der Bildung von leicht zerfallenden Öl/Wasser-Emulsionen bei der Ölabtrennung aus dem metallischen Rückstand, so daß eine einfache Kreislaufführung der Waschmittellösung realisiert werden kann.