



Wirtschaftspatent

Ertelt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes
zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

204 401

Int.Cl.³

3(51) B 01 D 53/00

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP B 01 D/ 2354 598

(22) 05.12.81

(44) 30.11.83

(71) VEB MAGNETBANDFABRIK DESSAU, DD

(72) ERLER, HANS, DIPL.-ING.:DD;

(73) siehe (72)

(74) WILLI NENTWICH, VEB MAGNETBANDFABRIK DESSAU, 4500 DESSAU, KOCHSTEDTER KREISSTR.

(54) VERFAHREN ZUR KONTINUIERLICHEN RUECKGEWINNUNG FLUECHTIGER ORGANISCHER LOESUNGSMITTEL

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur kontinuierlichen Rückgewinnung flüchtiger organischer Lösungsmittel aus Trocknungsluft von Beschichtungsmaschinen zur Folien- und Filmbeschichtung. Die Anwendung ist möglich und zweckmäßig, wo lösungsmittelhaltige Suspensionen auf bahnenförmige Folien oder Filme angetragen werden, die nach der Beschichtung luftgetrocknet werden, um die Lösungsmittel aus der angetragenen Schicht zu entfernen. Das Ziel der Erfindung ist, das Kondensat des Dampfes, der zum Desorbieren der lösungsmittelbeladenen Aktivkohle-Adsorber benötigt wird, als Kesselspeisewasser zur Dampferzeugung zurückzuführen und die im Kondensat aus der ersten Stufe der Zweistufenkondensation noch vorhandenen Lösungsmittelreste zurückzugewinnen. Erfindungsgemäß wird der bekannten Dampfbehandlung zur Desorption der Lösungsmittel und der bekannten Zweistufenkondensation des Wasserdampf-Lösungsmitteldampf-Gemisches, in deren ersten Stufe Wasserdampfkondensat mit Lösungsmittelresten anfällt, eine Strippkolonne zum Entfernen der Lösungsmittelreste aus dem Kondensat nachgeschaltet, wobei die lösungsmittelbeladene Stripluft über die weitere Beladung in den Trocknungszonen der Beschichtungsmaschine der Rückgewinnungsanlage zugeführt wird, während das Kondensat über Ionenaustauscher zu Kesselspeisewasser aufbereitet wird. Fig. 1

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur kontinuierlichen Rückgewinnung flüchtiger organischer Lösungsmittel aus der Trocknungsluft von Beschichtungsmaschinen zur Folien- oder Filmbeschichtung. Die Anwendung ist dort möglich und zweckmäßig, wo lösungsmittelhaltige Suspensionen auf bahnenförmige Folien oder Filme angetragen werden, die nach der Beschichtung mit Luft getrocknet werden, um die Lösungsmittel wieder aus der angetragenen Schicht zu entfernen.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Zur Rückgewinnung von organischen Lösungsmitteln aus Gasen hat sich das Verfahren der Adsorption an der Oberfläche fester Stoffe, hierbei dominiert großtechnisch Aktivkohle als Adsorbens, als das effektivste für die meisten Anwendungsfälle behauptet, wenn die Lösungsmittelkonzentration in der Abluft höher als 3 g LM/m^3 ist. Die lösungsmittelhaltige Abluft wird von der Trocknungseinrichtung an der Beschichtungsmaschine als Emissionsstelle abgesaugt, durch einen Kühler gefördert und in die Adsorber geleitet. Dort durchströmt sie die als Festbett angeordnete Aktivkohle, an welcher sich die Lösungsmittel durch physikalische Adsorption, Kapillarkondensation und Chemisorption anreichern. Beim Überschreiten eines bestimmten Grenzwertes der Lösungsmittelkonzentration in der aus dem Adsorber austretenden Abluft erfolgt die Umschaltung des beladenen Adsorbers auf Desorption, während die lösungsmittelhaltige Abluft auf einen frischen, parallel geschalteten Adsorber aufgegeben wird. Die Desorption erfolgt mit Wasserdampf, der im Gegenstrom zur Beladungsrichtung durch die Aktivkohle geleitet wird. Durch diesen Spüldampf werden die an der Aktivkohle gebundenen Lösungsmittel ausgetrieben und zusammen mit dem Wasserdampf im Kondensator niedergeschlagen. In der ersten Stufe der Zweistufenkondensation wird der Wasserdampf mit Lösungsmittelanteilen (ca. 3 ... 4 g/l) niedergeschlagen, während in der zweiten

ein Lösungsmittel/Wasser-Gemisch anfällt.

Mengen und Konzentrationen ergeben sich hier unterschiedlich u.a. je nach Siedepunkten u. Gemischverhalten (Azeotropbildung).

Das in der zweiten Kondensationsstufe anfallende Lösungsmittel/Wasser-Gemisch wird destillativ, oftmals über extraktive Azeotrop-Destillation, entwässert und ggf. erfolgt bei Lösungsmittelgemischen eine Auftrennung dessen auf destillativem Wege in die Einzelkomponenten.

Das in der ersten Stufe der Kondensationsanlage anfallende lösungsmittelhaltige Kondensat wird unter Einhaltung der Grenzwerte für die Schadstoffbelastung in das Fabrikabwasser eingeleitet.

Abkühlen und Verdünnen dieses Prozeßabwassers und Abbau der organischen Bestandteile in biologische Kläranlagen ist Stand der Technik und ökologisch befriedigend, aber kostenintensiv, weil das Dampf-Kondensat nicht wieder der Dampferzeugung zugeführt wird, Frischwasser zur Verdünnung noch zugesetzt werden muß, für die abgegebene Wassermenge Abwasser-Aufbereitungskosten entstehen und darüberhinaus durchaus noch technisch rückgewinnbare Lösungsmittelmengen mit dem Abwasser verloren gehen.

Aus der DE OS 29 30 485 ist ein Verfahren zur Rückgewinnung von chlorierten Kohlenwasserstoffen aus Kohlenwasserstoff-Trennverfahren bekannt, daß unter Verwendung von chlorierten Kohlenwasserstoff-Lösungsmitteln durchgeführt wird und bei dem bei der Rückgewinnung des Lösungsmittels ein Strom von Prozeßwasser anfällt, das von letzten Resten Lösungsmittel durch Ausdampfen befreit wird, indem man das Prozeßwasser vor der Rückgewinnung des im Prozeßwasser enthaltenen Lösungsmittel durch Destillation einer neutralisierenden Behandlung mit Alkalihydroxiden, Alkalicarbonaten, Alkalihydrogencarbonaten oder mittels üblicher Ionenaustauscher unterzieht.

Der Nachteil hierbei ist und das gilt für die Anwendung von Ionenaustauschern, daß die hier meist eingesetzten Ionenaustauschmittel Lösungsmittel adsorbieren und bei einer Schaltung von Ionenaustauschern vor die Destillation der zur Rückgewinnung aus dem Wasser vorhandene Lösungsmittelanteil verringert wird. Das Verfahren enthält keinen Hinweis, daß das aufwendig von Lösungsmittelresten befreite Wasser einer Wiederverwendung zugeführt wird.

Aus Kunststoff 69 (1979), Seiten 136 - 138 ist bekannt, daß zur Einhaltung von Abwassereinheitsforderungen eine zusätzliche Abwasserbehandlung mittels Luftstrippung, Wasserdampfstrippung, Aktivkohle-Reinigung oder thermischer Trennung durch Destillation erfolgen kann. Beim Strippen mit Wasserdampf wird zwar das Lösungsmittel aus dem Wasser abgetrieben, aber es belastet alternativ die Abluft bzw. es stellt sich erneut das Problem der Trennung Wasser - Lösungsmittel. Eine Reinigung des Wassers mittels Aktivkohle erfordert wiederum, wenn man die Lösungsmittel rückgewinnen will, ein Ausdämpfen und in der Folge erneut das Problem der Trennung Wasser - Lösungsmittel. Eine thermische Trennung bei geringem Lösungsmittelanteil ist energetisch außerordentlich aufwendig.

Der Vorschlag des Luftstrippens mit Zurückführung der Luft vor die Reinigungsanlage hat aber einen entscheidenden Mangel. Die Lösungsmittelbeladung der Strippluft liegt bei etwa 1 g LM/m^3 bei Rückgewinnung von Lösungsmittel aus dem Kondensat (ca. $3 \dots 4 \text{ g LM/l Kondensat}$) und damit weit unter 3 g LM/m^3 Luft und ist allein über Aktivkohle nicht zu halten bzw. führt zur Desorption bereits teilweise beladener Adsorber.

Eine Beimischung dieser Strippluft zu lösungsmittelbeladener Abluft aus den Trocknungszonen der Beschichtungsmaschinen führt entweder gleichfalls zur Unterschreitung

dieses unteren Grenzwertes für die Lösungsmittelbeladung von 3 g LM/m^3 , zumindest aber zu einer erheblichen Verringerung der Lösungsmittelbeladung der gemischten Luft und damit zu einer Senkung der Gleichgewichtsbeladung der Aktivkohle, die der Eingangskonzentration direkt proportional ist.

Geringere effektive Beladung der Aktivkohle führen zu kürzeren Beladungszyklen und zu einem erhöhten spezifischen Energieverbrauch für die Regenerierung der Aktivkohle-Adsorber.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren zur kontinuierlichen Rückgewinnung flüchtiger organischer Lösungsmittel zu entwickeln, bei dem das Kondensat aus der ersten Kondensationsstufe der Zweistufenkondensation so weit von Lösungsmitteln frei ist, daß es als Kesselspeisewasser erneut zur Dampferzeugung eingesetzt werden kann bei gleichzeitiger Rückgewinnung der ausgetriebenen Lösungsmittelreste, so daß sowohl die Schadstoffbelastung des Abwassers drastisch gesenkt und die der Abluft praktisch vermieden wird.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Rückgewinnung von Lösungsmitteln aus der Abluft von Beschichtungsanlagen zu entwickeln, daß sich durch geschlossene Stoffkreisläufe auszeichnet und Lösungsmittelverluste in der Rückgewinnungsanlage auf ein technisch mögliches und ökonomisch vertretbares Mindestmaß reduziert und eine Schadstoffbelastung von Abwasser und Abluft weitgehendst durch den Wiedereinsatz von Kondensat und Strippluft eliminiert.

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß im Anschluß an die adsorptive Trennung des Lösungsmitteldampf-Luft-Gemisches im oder in den Aktivkohleadsorbern (parallelgeschaltete Festbettadsorber oder Wanderbettadsorber) die Desorption des beladenen Adsorbers mit Wasserdampf erfolgt, das Wasserdampf-Lösungsmittelgemisch in zwei Stufen kondensiert wird, wobei das in der ersten Kondensationsstufe anfallende Lösungsmittelreste enthaltene Kondensat mit Frischluft durchblasen wird (Luftstrippen). Die im Kondensat enthaltenen Lösungsmittelreste werden weitgehend von der Luft aufgenommen. Diese erwärmte Strippluft wird nun mittels Gebläse vom Kopf der Strippkolonne über dampfbeheizte Trocknungsluftvorwärmer, hier tritt durch die Abwärmenutzung des Kondensats eine Energieeinsparung ein, in die Trockenzone der Beschichtungsanlage geführt, in denen die Lösungsmittelbeladung der Trockenluft erfolgt. Von hier wird die lösungsmittelbeladene Trockenluft als Abluft abgesaugt und mit leichtem Überdruck (Druckdifferenz 800 mm WS) über den Abluftkühler in die Adsorber gedrückt.

Das die als Strippkolonne eingesetzte Füllkörperkolonne am Boden verlassende weitgehend von Lösungsmitteln befreite Kondensat wird zur Entsalzung, Entsäuerung und zur adsorptiven Bindung noch im Kondensat verbliebener Lösungsmittelspuren über Ionenaustauscher, bestehend aus Anionen- und Kationenaustauscher, geführt und verläßt nach dieser Behandlung geeignet als Kesselspeisewasser für die erneute Dampferzeugung die Anlage.

Ausführungsbeispiel

18000 Nm³/h lösungsmittelbeladene Trocknungsluft verlassen mit 55 - 80 °C die Trocknungszonen, Pos. 1 der Figur der Beschichtungsmaschine, die zur Beschichtung von Magnetband (Computer-, Audio- und Videoband) dient. Die Trocknungsluft ist mit 4 ... 5 g LM/m³ beladen. Das Lösungsmittel ist im vorliegenden Falle ein Lösungsmittelgemisch, bestehend aus

A	oder	B
70 Vol.% Dichloräthan		80 Vol.% Dichloräthan
30 Vol.% Butanol		20 Vol.% Cyclohexanon

Im Folgenden wird ungeachtet dessen, welches Gemisch vorliegt, nur von Lösungsmitteln gesprochen.

Im Abluftkühler 2 wird die lösungsmittelbeladene Trocknungsluft auf ca. 30 °C abgekühlt und mittels Gebläse 3 in die Festbettadsorber 4 gedrückt, wobei die beladene Trocknungsluft über das Mittelrohr das Aktivkohlebett von unten nach oben durchströmt und lösungsmittelfrei den Adsorber über einen Schlot verläßt.

Beim Regenerieren der beladenen Adsorber wird mit überhitztem Wasserdampf von 3 atü und 150 °C desorbiert,

wobei der Dampf von oben auf das Aktivkohlebett aufgegeben wird und das Lösungsmitteldampf-Wasserdampf-Gemisch den Adsorber am Boden verläßt. Dieses Gemisch wird in 2 Stufen im Dephlegmator 5 und im Kondensator/Nachkühler 6 kondensiert. In der Blase 7 unter dem Dephlegmator wird das Wasserdampf-Kondensat, daß ca. 3 ... 4 g/l Lösungsmittel noch enthält, gesammelt, während die im Adsorber ausgetriebenen Lösungsmittel im Kondensator 6 kondensiert und gekühlt werden. Diese Lösungsmittel werden in einer Rektifikationskolonne mittels extraktiver Azeotropdestillation entwässert und wieder für den Ansatz der Pigment-Bindemittel-Suspension eingesetzt.

Das in der Blase 7 von einem Ausdämpfvorgang gesammelte Kondensat vom Dephlegmator 5 wird von oben auf eine mit Füllkörpern gefüllte Kolonne, die Strippkolonne 8, gegeben, die mit vorgewärmter oder Frischluft durchblasen wird, wobei der Großteil der noch im Kondensat vorhandenen Lösungsmittelreste von der Luft aufgenommen wird, die durch den Wärmeaustausch mit dem ca. 95 °C heißen Kondensat weiter erwärmt, im Vorwärmer 9 auf Trocknungstemperatur erwärmt, in die Trockenzonen der Beschichtungsmaschine geführt und nach der Beladung mit Lösungsmitteldämpfen wieder in die Rückgewinnungsanlage geleitet wird.

Das nach dem Luftstrippen am Boden der Strippkolonne 8 ablaufende Kondensat enthält nur noch ca. 0,5 ... 1 g/l Lösungsmittel, aber noch Säuren und Härtebildner, die eine sofortige Wiederverwendung wegen der dadurch gegebenen Aggressivität gegenüber metallischen Werkstoffen verbieten. Aus diesem Grunde ist der Strippkolonne eine Ionenaustauscher-Anlage nachgeschaltet, die aus Anionenaustauscher 10 und Kationenaustauscher 11 besteht.

- 8 - 235459 8

In dem Anionenaustauscher mit Gelstruktur wird der Rest der organischen Belastung praktisch vollkommen gebunden, während im Kationenaustauscher Eisen und Säuren gebunden werden, so daß ein weiches, neutralisiertes Kondensat die Rückgewinnungsanlage verläßt, daß für die erneute Dampferzeugung geeignet ist.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur kontinuierlichen Rückgewinnung flüchtiger organischer Lösungsmittel aus der Trocknungsluft von Beschichtungsmaschinen bei der Beschichtung von Folien und Filmen, z.B. bei der Herstellung von bandförmigen magnetischen Aufzeichnungsmaterialien, bei dem nach der bekannten Adsorption der Lösungsdämpfe an Adsorbentien, z.B. Aktivkohle, der Desorption mittels Wasserdampf und der Zweistufenkondensation des Desorptionsdampf-Lösungsmitteldampf-Gemisches das in der ersten Stufe der Kondensation anfallende Wasserdampfkondensat von Lösungsmittelresten befreit wird, dadurch gekennzeichnet, daß man das heiße Kondensat mit Luft strippt, anschließend einer Entionisierung unterzieht und das aufbereitete Wasser wiederverwendet und daß man die Strippluft für den Trocknungsprozeß einsetzt.
2. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Lösungsmittelreste enthaltene Wasserdampfkondensat mittels Luftstrippen von Lösungsmittelresten weitgehend befreit, die Lösungsmittel-Spuren, Säuren und Härtebildner in einer Entionisierungsanlage, bestehend aus Anionen- und Kationenaustauscher, eliminiert und das Kondensat erneut zur Dampferzeugung nutzt.
3. Verfahren nach Punkt 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die erwärmte Strippluft, die weitgehend die Lösungsmittelreste aufgenommen hat, als Trocknungsluft an der Beschichtungsanlage verwendet wird, dort mit Lösungsmittel weiter beladen, wieder der Rückgewinnungsanlage, beginnend mit der Adsorption an Aktivkohle, zugeführt wird.

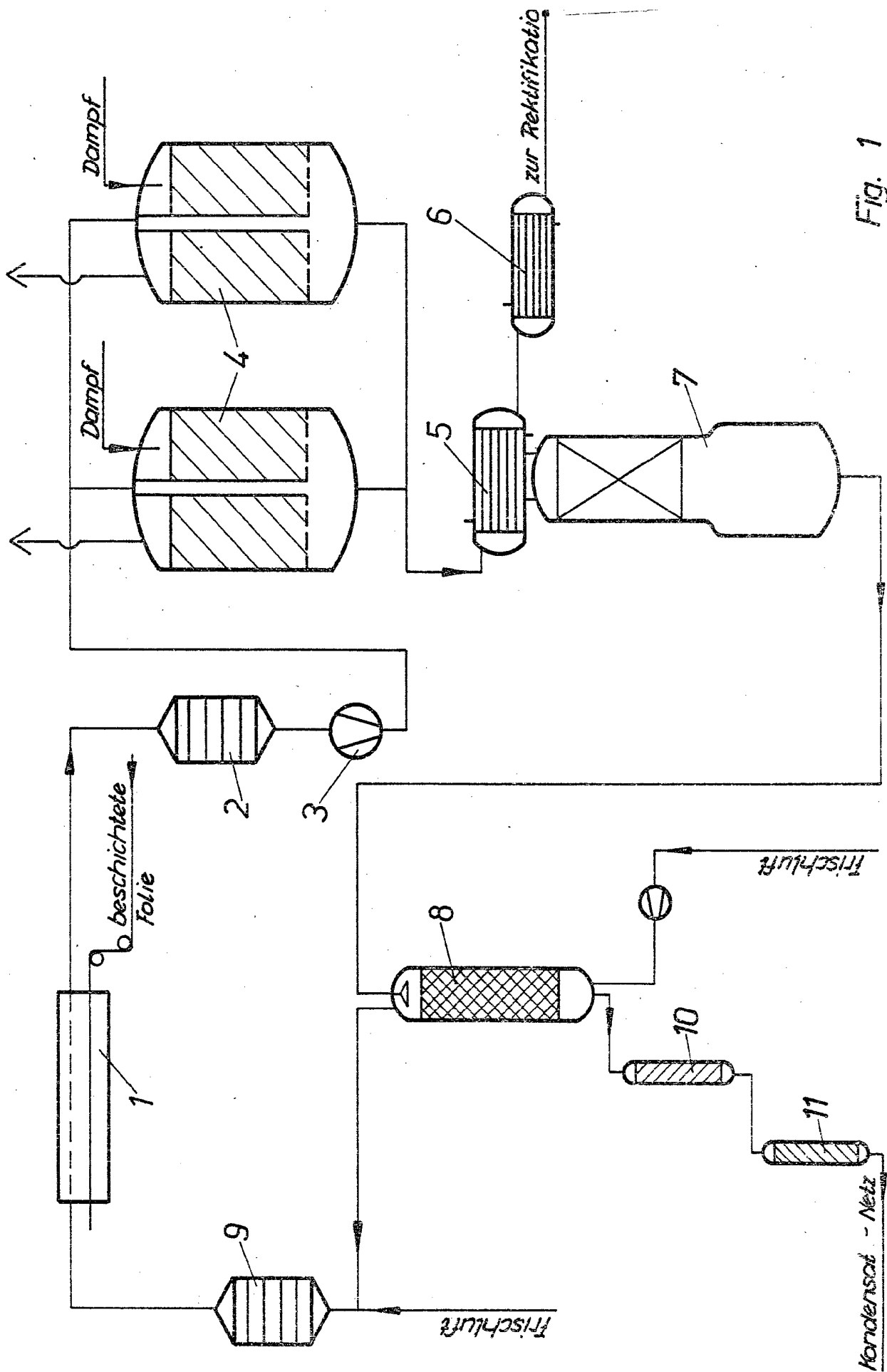


Fig. 1