



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 243 935 A1

4(51) C 08 B 11/20
B 01 D 11/02

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 08 B / 283 866 3

(22) 06.12.85

(44) 18.03.87

(71) VEB Chemische Fabrik Finowtal, 1300 Eberswalde-Finow 1, Leninstraße 24/26, DD

(72) Lazecky, Gerhard, Dipl.-Ing.; Giel, Manfred; Lembcke, Ralf, Dipl.-Ing., DD

(54) Verfahren zur kontinuierlichen Reinigung wasserlöslicher, wasserfeuchter Natriumcarboxymethylcellulose

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur kontinuierlichen Reinigung wasserlöslicher, wasserfeuchter Natriumcarboxymethylcellulose (CMC) mit einem Alkohol-Wasser-Gemisch im Gegenstrom bei Normaltemperatur in einem Rührwerkskolonnenextraktor, dem im unteren Bereich in geeigneter Weise eine Flüssigkeit zur sprunghaften Änderung der Alkoholkonzentration des Extraktionsmittels eingeleitet wird, dem eine besondere Eintragsmischstrecke, in der in die wasserfeuchte Roh-CMC ein Alkohol-Wasser-Gemisch eingedüst wird, vorgeschaltet und dem ein mechanischer Feststoffaustrag mit gleichzeitiger Förderung in eine mechanische Flüssigkeitsabtrennung mit Nachwascheinrichtung bei gleichzeitiger Rückführung des von der gereinigten CMC abgetrennten Extraktionsmittels in den Rührwerkskolonnenextraktor nachgeschaltet sind.

Erfindungsanspruch:

1. Verfahren zur kontinuierlichen Reinigung wasserfeuchter, wasserlöslicher Natriumcarboxymethylcellulose, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Reinigung mit einem Alkohol-Wasser-Gemisch, welches eine Alkoholeingangskonzentration von 60 Gew.-% bis 100 Gew.-% besitzt, im Gegenstrom in einem Rührwerkskolonnenextraktor 4, in einem Temperaturbereich von 15°C bis 60°C erfolgt und die mittlere Verweilzeit der Natriumcarboxymethylcellulose von 2 min bis 60 min durch die Wahl des Feststoff-Flüssigkeits-Verhältnisses und/oder der Drehzahl der Drehscheibenwelle 7 eingestellt wird, wobei vor dem Eintrag in den Rührwerkskolonnenextraktor 4 die Natriumcarboxymethylcellulose in einer Mischstrecke 2 mit wäßrigem Extraktionsalkohol gemischt und nach der Reinigung die Natriumcarboxymethylcellulose aus den Rührwerkskolonnenextraktor 4 durch eine mechanische Vorrichtung 9 ausgetragen und das Extraktionsmittel kontinuierlich durch eine mechanische Vorrichtung 10 abgetrennt sowie die Natriumcarboxymethylcellulose in dieser mechanischen Vorrichtung mit einem unbeladenen Alkohol-Wasser-Gemisch mit einer Alkoholkonzentration von 60 Gew.-% bis 100 Gew.-% nachgewaschen wird.
2. Verfahren nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß innerhalb des Rührwerkskolonnenextraktors eine sprunghafte Änderung der Alkoholkonzentration des Extraktionsmittels vorgenommen wird.

Hierzu 1 Seite Zeichnung

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung beschreibt ein Verfahren zur kontinuierlichen Reinigung wasserfeuchter, wasserlöslicher Natriumcarboxymethylcellulose (abgekürzt CMC). Die nach dem Verfahren herstellbaren Produkte haben insbesondere als Verdickungs-, Dispergier-, Binde-, Klebe- und Wasserbindemittel in Verfahren und Technologien, bei denen Salze, insbesondere Natriumchlorid, sich störend auf die Prozesse auswirken, ein breites Anwendungsgebiet in Industrie und Technik.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

CMC wird in bekannter Weise hergestellt, indem Cellulose mit oder ohne Anwendung von Diffusionshilfsmitteln wie Ethanol, Isopropanol oder Mischungen dieser mit anderen organischen Substanzen mit Natronlauge behandelt und anschließend mit Verbindungen wie Monochloressigsäure oder deren Natriumsalz bei erhöhter Temperatur zu CMC umgesetzt wird. Dabei fallen als Nebenprodukte Salze wie Natriumchlorid an, die aus anwendungstechnischen Gründen aus dem Celluloseether entfernt werden müssen. Die Reinigung der CMC erfolgt üblicherweise durch ein Stoffgemisch aus Wasser und einer mit Wasser mischbaren organischen Substanz, vorzugsweise niedere Alkohole wie Methanol, Ethanol oder Isopropanol. Die Konzentration des Extraktionsmittels wird üblicherweise so eingestellt, daß die maximale Salzlöslichkeit gewährleistet ist und dabei die CMC nicht gelöst wird, d. h., bei Verwendung von Alkoholen, je nach Temperatur, zwischen 60 Gew.-% und 95 Gew.-%.

Bekannte Verfahren der Reinigung von CMC gehen meist von dem feuchten Rohprodukt aus der Herstellungsphase aus, das in einem diskontinuierlichen Prozeß mit einem geeigneten Alkohol-Wasser-Gemisch angemaischt und nach unterschiedlicher Verweilzeit mit Zentrifugen, Dekantern, Trommel-, Teller- oder Bandfiltern abgetrennt wird (DOS 1.801.533, DOS 2.457.187). Bei diesen diskontinuierlichen Verfahren stören die langen Extraktionszeiten und der hohe Extraktionsmittelbedarf. Bei einem anderen Verfahren (US-PS 3.498.971) wird das Diffusionshilfsmittel aus der Herstellungsphase nach vorheriger mechanischer Abtrennung der Verdampfung entfernt und anschließend die CMC extrahiert. Infolge der bei der Diffusionshilfsmittelverdampfung wachsenden Teilchengröße und Hautbildung auf der Partikeloberfläche benötigt die Extraktion zu lange Verweilzeiten. Alternativ dazu werden nach DE 30.43.621 A 1 ein kontinuierliches Verfahren zur Reinigung diffusionshilfsmittelfeuchter CMC auf Vollmantelsiebzentrifugen und nach DE 30.44.696 A 1 ein kontinuierliches Verfahren zur Reinigung diffusionshilfsmittelfeuchter CMC auf Bandfilteranlagen beschrieben. Für die Anwendung dieser kontinuierlichen Reinigungsverfahren ist Voraussetzung, daß die Herstellung der CMC mit Diffusionshilfsmittel erfolgt, und für den Fall der kontinuierlichen Reinigung mittels Vollmantelsiebzentrifuge (DE 30.43.621 A 1) ist zusätzlich das Extraktionsmittel unterschiedlich vom Diffusionshilfsmittel zu wählen. Weiterhin ist der geringe Extraktionsmittelverbrauch bei diesen Verfahren darin begründet, daß infolge des vorherigen Abzuges des salzbeladenen Diffusionshilfsmittels es bei diesen Verfahren sich nur um eine Nachwäsche eines bereits salzarmen Produktes handelt. Eine Anwendung dieses Verfahrens auf eine ausschließlich wasserfeuchte Roh-CMC ist nicht möglich. Hierfür ist nach DE 2.017.454 vorher die Roh-CMC zu trocknen. Anschließend werden die getrockneten und salzhaltigen Produkte in einem Gegenstromextraktor besonderer Bauart gereinigt. Dieses Verfahren weist den Nachteil auf, daß eine energieaufwendige Zwischentrocknung vorgesehen ist, durch die zusätzlich die Extrahierbarkeit infolge Oberflächenverhornung der CMC und Überführung der Salze in den ungelösten Zustand erschwert wird.

Mit der DD-PS 98449 ist eine Vorrichtung zur Fest-Flüssig-Extraktion in stufenlos kontinuierlicher Gegenstromfahrweise bekanntgemacht, bei der die Dichte des Feststoffes größer ist als die des Extraktionsmittels. Die Zugabevorrichtung für den zu extrahierenden Feststoff sowie das Abnahmeproblem des Feststoffes aus der Kolonne sind dabei technologisch ungelöst. Sie hat weiterhin den Nachteil, daß keine technische Lösung vorgesehen ist, innerhalb der Vorrichtung sprunghafte Änderungen der Extraktionsmittelkonzentrationen zu realisieren.

Ziel der Erfindung

Erfindungsziel ist ein Verfahren zur kontinuierlichen Reinigung einer wasserfeuchten CMC, welches ökonomisch vorteilhaft Produkte gewünschter Reinheit liefert.

Darlegung des Wesens der Erfindung

— Aufgabenstellung

Aufgabe der Erfindung ist es, ein ökonomisch günstiges Verfahren für die Reinigung technischer CMC zu entwickeln, um, von einer wasserfeuchten, salzhaltigen CMC ausgehend, zu einer CMC gewünschter Reinheit zu gelangen.

— Merkmale der Erfindung

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Reinigung der CMC bei einer Temperatur zwischen 15°C und 60°C, vorzugsweise bei Normaltemperatur, mit einem Alkohol-Wasser-Gemisch im Gegenstromprinzip in einem Rührwerkskolonnenextraktor, mit Extraktionsmitteleinlaufstutzen am Extraktorsumpf und Extraktüberlaufleitung am Extraktorkopf erfolgt, der im Inneren mit einer Drehscheibenwelle, die beliebig in ihrer Drehzahl einstellbar ist, und mit feststehenden, am zylindrischen Teil befestigten Statorringen ausgerüstet ist, wobei dem Extraktor eine besondere Eintragsmischstrecke, bestehend aus einem Förderaggregat wie z. B. einer Rohr-, Paddel- oder Trogschnecke, vorzugsweise eine Rohrschnecke, mit einem Produkteintrag, einer Flüssigkeitsverdüsung in das Förderaggregat in unmittelbarer Nähe des Produkteintrages und einem Produktaustrag, der in den Feststoffeintragsbereich im Kolonnenkopf des Extraktors mündet, vorgeschaltet ist und ein besonderer mechanischer Feststoffaustrag, der gleichzeitig als Förderaggregat dient, wie z. B. eine Membran-, Schraubenspindel- oder Zahnradpumpe, vorzugsweise Schraubenspindelpumpe, sowie eine mechanische Extraktionsmittelabtrennung mit oder ohne Nachwascheinrichtung, wie z. B. Zentrifuge, Dekanter oder Filter, vorzugsweise Zentrifuge, nachgeschaltet sind.

Die Rückführung des durch die Extraktionsmittelabtrennung und Nachwaschung anfallenden Alkohol-Wasser-Gemisches erfolgt in den unteren Teil des Extraktors oberhalb des Extraktionsmitteleinlaufstutzens.

Der Rührwerkskolonnenextraktor ist zusätzlich im unteren Bereich, oberhalb des Extraktionsmitteleinlaufstutzens, der sich oberhalb des Feststoffaustrages befindet, mit einer geeigneten Vorrichtung, z. B. einem Düsenring, für eine Flüssigkeitseindüsung ausgerüstet.

Die salzhaltige Roh-CMC mit einer beliebigen Wasserfeuchte bis maximal 70 Gew.-%, vorzugsweise 35 Gew.-% bis 45 Gew.-%, wird in den Produkteintrag der Eintragsmischstrecke eindosiert.

Gleichzeitig wird über die Flüssigkeitsverdüsung der Eintragsmischstrecke ein Alkohol-Wasser-Gemisch mit einer Alkoholkonzentration von 60 Gew.-% bis 100 Gew.-%, vorzugsweise mit einer Konzentration, die die CMC bei beliebig wählbaren Mengenverhältnissen des Alkohol-Wasser-Gemisches zur CMC, vorzugsweise ein Mengenverhältnis des Alkohol-Wasser-Gemisches zu CMC von 0,5:1 bis 1:1, gerade noch nicht anläßt, eingedüst. Dadurch ist eine gute Förderfähigkeit sowie durch die intensive Mischung der Roh-CMC mit dem Alkohol-Wasser-Gemisch bei gleichzeitiger mechanischer Belastung ein für die Salzextraktion günstiger Aufschluß der CMC gewährleistet. Durch den Produktaustrag der Eintragsmischstrecke gelangt die vorbehandelte CMC in den Eintragsteil im Kopf des Rührwerkskolonnenextraktors und sinkt infolge der größeren Dichte gegenüber dem Extraktionsmittel nach unten. Im Gegenstrom zu der sich nach unten bewegenden CMC wird das Extraktionsmittel, ein Alkohol-Wasser-Gemisch durch den Extraktionsmitteleinlaufstutzen in den Extraktor dosiert. Die Konzentration des Alkohols wird entweder so eingestellt, daß unter Berücksichtigung der Wasserfeuchte der in den Extraktor eingespeisten CMC sowie des Feststoff-Flüssigkeits-Verhältnisses, welches beliebig entsprechend der geforderten Reinheit der CMC, vorzugsweise im Bereich von 1:2 bis 1:5, gewählt wird, sich im Kopf des Extraktors eine Alkoholkonzentration einstellt, bei der die CMC noch nicht angelöst, jedoch eine maximale Salzlöslichkeit erreicht wird, oder es wird eine demgegenüber höhere Alkoholkonzentration gewählt und in geeigneter Weise oberhalb des Extraktionsmitteleinlaufstutzens eine definierte Menge niedrigkonzentrierter Alkohole oder vorzugsweise Wasser eingeleitet, so daß sich wiederum im Kopf des Extraktors eine Alkoholkonzentration einstellt, bei der die maximale Salzlöslichkeit ohne Anlösung der CMC erreicht wird.

Die für die Extraktion erforderliche Verweilzeit der CMC im Extraktor von 2 min. bis 60 min., vorzugsweise 4 min. bis 15 min., wird durch die Wahl des Feststoff-Flüssigkeits-Verhältnisses in Verbindung mit der Wahl der Drehzahl der Drehscheibenwelle des Extraktors, die je nach Extraktorlängen- und Durchmesser Verhältnis zu ermitteln ist, eingestellt. Das mit Salz beladene Extraktionsmittel verläßt den Extraktor am Kopf über einen Ablaufstutzen und wird üblicherweise destillativ aufgearbeitet. Die gereinigte CMC wird am tiefsten Punkt des Extraktors durch einen mechanischen Feststoffaustrag als Suspension abgezogen und der mechanischen Extraktionsmittelabtrennung zugeführt. Hier erfolgt die Abtrennung des Extraktionsmittels von der gereinigten CMC sowie ein Nachwaschen der CMC mit einem Alkohol-Wasser-Gemisch, vorzugsweise dem unbeladenen Extraktionsmittel mit einer beliebigen Menge, vorzugsweise der 0,3–1fachen Menge, bezogen auf die die Extraktionsmittelabtrennung verlassende CMC.

Wird bei der Durchführung der Extraktion die Verfahrensführung so gewählt, daß im unteren Bereich des Extraktors hochkonzentrierter Alkohol als Extraktionsmittel eingesetzt und die erforderliche Wassermenge für das Erreichen der maximalen Salzlöslichkeit in geeigneter Weise oberhalb des Extraktionsmitteleinlaufstutzens dem Extraktor zugeführt wird, kann die Flüssigkeitsmenge zum Nachwaschen der CMC reduziert werden bzw. ein Nachwaschen vollkommen entfallen.

Das abgetrennte Extraktionsmittel wird, gemeinsam mit dem für das Nachwaschen verwendeten Alkohol-Wasser-Gemisch, in den unteren Teil des Extraktors oberhalb des Extraktionsmitteleinlaufstutzens eingespeist. Die gereinigte CMC verläßt die Extraktionsmittelabtrennung und wird nach bekannten Verfahren weiterbehandelt.

Ausführungsbeispiele

Beispiel 1

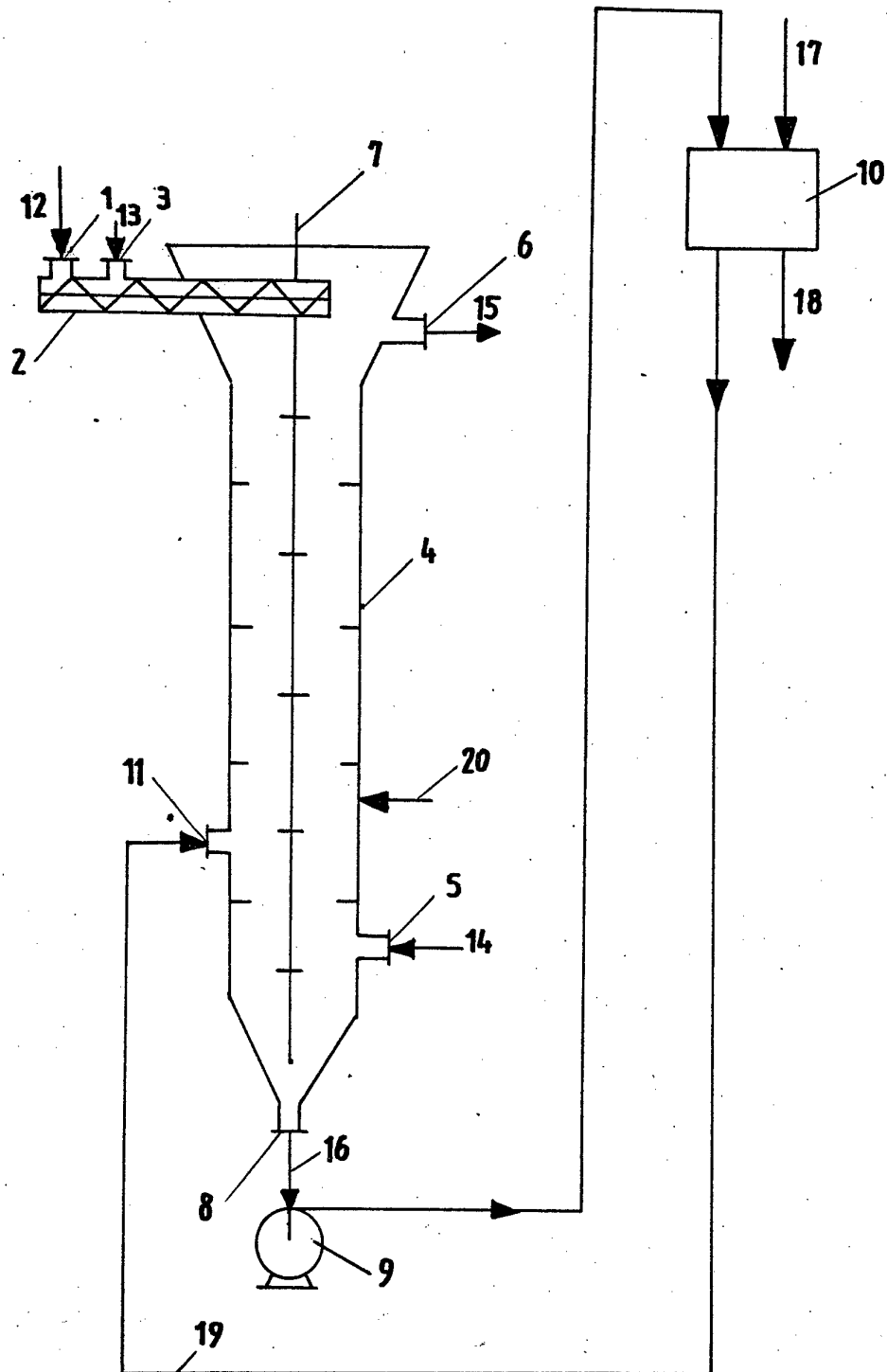
In den Produkteintrag 1 der als Rohrschnecke ausgebildeten Eintragsmischstrecke 2 werden 100 kg/h Roh-CMC 12 mit einer Wasserfeuchte von 40 Gew.-% und einem Natriumchloridgehalt von 21 Gew.-%, bezogen auf atro CMC, dosiert. Gleichzeitig werden in den CMC-Strom über die Flüssigkeitsverdüsung 3 75 l/h Ethanol 13 mit einer Konzentration von 93 Gew.-% eingedüst und in den Rührwerkskolonnenextraktor 4 gefördert. Im Gegenstrom zu der nach unten sinkenden CMC werden durch den Extraktionsmitteleinlaufstutzen 5 300 l/h Frischethanol 14 mit einer Konzentration von 80 Gew.-% in den Extraktor 4 eindosiert. Das salzbeladene Extraktionsmittel 15 verläßt am Extraktüberlauf 6 den Extraktor 4 und wird destillativ aufgearbeitet. Nach einer mittleren Verweilzeit der CMC von 5 min., die durch die Wahl der Drehzahl der Drehscheibenwelle 7 des Extraktors 4 erreicht wird, erfolgt der Abzug der CMC 16 über den Feststoffaustrag 8 des Extraktors 4 mittels einer Schraubenspindelpumpe 9 bei gleichzeitiger Förderung der alkoholischen CMC-Suspension in die mechanische Extraktionsmittelabtrennung, für die eine Schneckenfiltrierzentrifuge 10 verwendet wird. Nach einer Nachwäsche der CMC in der Schneckenfiltrierzentrifuge 10 mit 50 l/h Ethanol 17 mit einer Konzentration von 80 Gew.-% verläßt die gereinigte CMC 18 mit einem Natriumchloridgehalt von 1,56 Gew.-% bezogen auf atro CMC, die Zentrifuge 10. Das abgeschleuderte Extraktionsmittel 19 wird gemeinsam mit dem abgeschleuderten Nachwaschalkohol dem Extraktor 4 durch den Stutzen 11 zugeführt.

Beispiel 2

In dem Produkteintrag 1 der als Rohrschnecke ausgebildeten Eintragsmischstrecke 2, werden 50 kg/h Roh-CMC mit einer Wasserfeuchte von 40 Gew.-% und einem Natriumchloridgehalt von 21 Gew.-%, bezogen auf atro CMC, dosiert. Gleichzeitig werden in dem CMC-Strom über die Flüssigkeitsverdüsung 3 35 l/h Methanol 13 mit einer Konzentration von 90 Gew.-% eingedüst und in den Rührwerkskolonnenextraktor 4 gefördert.

Im Gegenstrom zu der nach unten sinkenden CMC werden durch den Extraktionsmitteleinlaufstutzen 5 200 l/h Frischmethanol 14 mit einer Konzentration von 95 Gew.-% und oberhalb des Extraktionsmitteleinlaufstutzens 5 35 l/h Wasser 20 in den Extraktor 4 eindosiert.

Das salzbeladene Extraktionsmittel 15 verläßt am Extraktüberlauf 6 den Extraktor 4 und wird destillativ aufgearbeitet. Nach einer mittleren Verweilzeit der CMC von 5 min., die durch die Wahl der Drehzahl der Drehscheibenwelle 7 des Extraktors 4 erreicht wird, erfolgt der Abzug der CMC 16 über den Feststoffaustrag 8 des Extraktors 4 mittels einer Schraubenspindelpumpe 9 bei gleichmäßiger Förderung der CMC-Suspension in die Schneckenfiltrierzentrifuge 10. Nach einer Nachwäsche der CMC in der Schneckenfiltrierzentrifuge 10 mit 5 l/h Methanol 1 mit einer Konzentration von 95 Gew.-% verläßt die gereinigte CMC 10 mit einem Natriumchloridgehalt von 0,3 Gew.-%, bezogen auf atro CMC, die Zentrifuge 10. Das abgeschleuderte Extraktionsmittel 19 wird gemeinsam mit dem abgeschleuderten Nachwaschalkohol dem Extraktor 4 über den Stutzen 11 zugeführt.



Figur