

7. Aug. 1943

850001220
40

~~Herstellung~~
I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Unser Zeichen: O.Z. 14 341.

Ludwigshafen/Rh., den 24. Juli 1943
Hb/Wg.

*Meinhardt / Kupfer 7/4
C. Beck*

Verfahren und Vorrichtung zum kontinuierlichen
Extrahieren oder Raffinieren von Flüssigkeiten
oder Aufschlämmungen.

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zum kontinuierlichen Extrahieren oder Raffinieren von Flüssigkeiten oder von in Flüssigkeiten feinverteilten bzw. aufgeschlämmten festen Stoffen mit flüssigen Extraktions- oder Raffinationsmitteln. Die Anwendbarkeit der Erfindung erstreckt sich sowohl auf den Fall der vollkommen fehlenden als auch der beschränkten Löslichkeit der beiden flüssigen Phasen ineinander. Voraussetzung des Verfahrens ist, dass zwischen Extraktionsmittel und zu extrahierendem Gemisch ein, wenn auch kleiner, Dichteunterschied vorhanden ist.

Es ist an sich bekannt, die kontinuierliche Extraktion von Flüssigkeiten im Gegenstrom vorzunehmen, wobei die beiden flüssigen Phasen abwechselnd Misch- und Trennstufen durchlaufen. Man hat derartige Verfahren in der Technik vielfach unter Verwendung von Vorrichtungen ausgeführt, die aus einer in Misch- und Trennzonen unterteilten Drehtrommel bestehen, wobei man die Trennzonen so ausgeführt hat, dass die infolge der Drehung auftretende Fliehkraft die Trennung der beiden flüssigen Phasen auf Grund ihres verschiedenen spezifischen Gewichtes bewirkt.

Um eine Extraktion möglichst wirkungsvoll zu gestalten, muss in den Mischstufen für eine möglichst feine Verteilung der beiden flüssigen Phasen ineinander gesorgt werden, damit sich das Verteilungsgleichgewicht des aus der zu extrahierenden Flüssigkeit herauszulösenden Stoffes zwischen den beiden flüssigen Phasen genügend rasch einstellt, während andererseits in den Trennstufen die beiden

flüssigen Phasen möglichst vollkommen voneinander zu scheiden sind. Es ist nun sehr schwierig, den Grad der Durchmischung so abzustimmen, dass einerseits eine genügende Gleichgewichtseinstellung in der zur Verfügung stehenden Verweilzeit gewährleistet ist und andererseits die bei dem Verfahren vorgesehenen Mittel zur Trennung der flüssigen Phasen voneinander ausreichen, um ein Mitreißen der einen Phase mit der anderen zu verhindern bzw. eine gegebenenfalls entstandene Emulsion zu trennen. Da Emulsionen im allgemeinen sehr schwer zu trennen sind, ist es oft zweckmässig, die Emulsionsbildung überhaupt zu vermeiden, indem man die Durchmischung nicht zu energisch durchführt, wobei dann allerdings auch die Gleichgewichtseinstellung weniger vollständig wird.

Es wurde nun gefunden, dass man die oben beschriebenen Nachteile der bekannten Verfahren vermeiden kann, wenn man die kontinuierliche Extraktion von Flüssigkeiten oder Aufschlämmungen in der Weise vornimmt, dass man das Extraktionsmittel und das zu extrahierende Gemisch in mehreren Stufen gegeneinander führt, in jeder Stufe erst mischt, dann trennt und innerhalb der einzelnen Misch- und Trennstufen die beiden flüssigen Phasen im Gleichstrom führt. Bei dieser Arbeitsweise wird in den Mischstufen eine gute Durchmischung erreicht, ohne dass sich schwer zu trennende Emulsionen bilden, während andererseits in den Trennstufen eine die Trennung erschwerende Wirbelbildung vermieden wird.

Im folgenden sei das neue Verfahren, bei dem also unbeschadet der Gegenstromführung von Extraktionsmittel und zu extrahierendem Gemisch die Strömung in den einzelnen Misch- und Trennstufen in gleicher Richtung erfolgt, an Hand eines Extraktionsbeispiels näher erläutert.

In Abb. 1 der beiliegenden Zeichnungen ist schematisch die Gegeneinanderführung von Extraktionsmittel und zu extrahierendem Gemisch durch die abwechselnd aufeinander folgenden Misch- und Trennstufen gezeigt. Die Misch- bzw. Trennzonen sind mit M oder T bezeichnet und in der Reihenfolge, in der sie von der zu extrahierenden Flüssigkeit durchströmt werden, beziffert.

Die zu extrahierende Flüssigkeit wird bei 1 der Anordnung zugeleitet und gelangt zunächst in die Mischzone M 1, in

der sie mit dem bereits beladenen Extraktionsmittel aus der Trennzone T 2 in Berührung kommt. Gemäss der Erfindung wird die Mischstufe M 1 und darauf die Trennstufe T 1 von beiden Phasen in gleicher Richtung durchströmt. In der Trennstufe T 1 wird Extraktionsmittel und zu extrahierendes Gemisch wieder voneinander getrennt. Das beladene Extraktionsmittel verlässt bei 2 die Anordnung, während das zu extrahierende Gemisch bei 3 der Mischzone M 2 zugeführt wird.

Zur Erreichung der gewünschten Wirkung wird die beschriebene Führung der flüssigen Phasen in mehreren aufeinanderfolgenden Trenn- und Mischstufen wiederholt. In Abb. 1 sind beispielsweise je drei aufeinanderfolgende Misch- und Trennstufen gezeigt.

An sich ist das Verfahren der vorliegenden Erfindung in jeder beliebigen Vorrichtung auszuführen, sofern sie nur eine ausreichende Mischung und Trennung der beiden Phasen gewährleistet und dabei gestattet, die Strömung in der gezeigten Weise zu führen. Als besonders vorteilhaft hat es sich erwiesen, das Verfahren in einer Vorrichtung auszuführen, bei der in an sich bekannter Weise die Fliehkraft zur Trennung der beiden Phasen herangezogen wird, wobei durch geeignete Einrichtungen in den Mischstufen dafür gesorgt wird, dass die zur Aufrechterhaltung des Fliehkraftfeldes notwendige Drehung gleichzeitig die Durchmischung bewirkt. Eine derartige Vorrichtung ist beispielsweise in Abb. 2 bis 4 dargestellt, unter der Annahme, dass das zu extrahierende (raffinierende) Gut das höhere, das Extraktions(Raffinations)-mittel das niedrigere spezifische Gewicht besitzt. Abb. 2 stellt den schematischen Strömungsweg der beiden Flüssigkeiten durch die Vorrichtung, Abb. 3 einen durch die Drehachse gelegten Schnitt und Abb. 4 einen Schnitt senkrecht dazu in der Ebene AB dar. Die Vorrichtung besteht aus einer Trommel 10, die sich um die feststehende Achse 20 dreht und auf dieser gelagert ist. Die Trenn- und Mischzonen sind voneinander durch gelochte, z.B. sieb- oder rostartig ausgebildete Scheidewände 11 getrennt. Diese Scheidewände verhindern ein Übergreifen der in den Mischzonen stattfindenden Durchwirbelung in die Trennzonen. Der Antrieb der Trommel erfolgt durch Vermittlung der Zahnräder 13 und der Welle 14. Im Innern der festen Achse 20 sind die zur Verbindung der Misch- und Trennzonen notwendigen Rohrleitungen 21 angeordnet. Der Eintritt der zu extrahierenden Flüssigkeit ist mit 1, der Austritt der extrahierten Flüssigkeit mit 4, der Eintritt des Extraktions-

mittels mit 5 und der Austritt des Extraktes mit 2 bezeichnet. Die Vorrichtung wird gemäss dem in Abb. 2 gezeigten Strömungsverlauf von dem zu extrahierenden Gemisch bzw. dem Extraktionsmittel durchflossen. Die Vorrichtung besteht demnach aus einer sich drehenden, abwechselnd in mehrere Misch- und Trennzonen unterteilten Trommel, in der jede Mischzone mit der übernächsten Trennzone, gerechnet in der Strömungsrichtung der spezifisch schwereren Flüssigkeit, so verbunden ist, dass ein Flüssigkeitsweg für die spezifisch leichtere Flüssigkeit zwischen ihren voneinander abgewandten Enden besteht.

Um die Drehung der Trommel für die Mischung nutzbar zu machen, sind sowohl die sich drehende Trommel als auch die feststehende Achse mit Rührstäben versehen. Beispielsweise können diese so ausgebildet sein, wie in Abb. 3 und 4 dargestellt ist. Durch die radial von der Trommelwand aus nach innen ragenden Stäbe 15 wird die in der Mischzone befindliche Flüssigkeit gezwungen, trotz des erheblichen, durch die an der festen Achse befestigten Schaufeln 22 hervorgerufenen Reibungswiderstandes an der Drehung teilzunehmen. Die Schaufeln 22, die eine gegen die Drehbewegung gerichtete Krümmung besitzen (s. Abb. 4), bewirken nun, dass die schwerere flüssige Phase, die infolge der Fliehkraft die Neigung hat, sich an der Trommelwand zu sammeln, abgelenkt und nach der Mitte der Trommel gefördert wird, von wo aus sie unter der Wirkung der Fliehkraft wieder nach aussen strömt, während die leichtere flüssige Phase ihr entgegenströmt. Auf diese Weise wird die beabsichtigte Durchmischung erreicht.

Die Wirksamkeit der Einbauten kann noch durch eine besondere Ausgestaltung der Schaufeln 22 verbessert werden. Diese können beispielsweise mit Bohrungen 23 versehen werden. Dadurch wird bewirkt, dass die entlang der Schaufeln und entgegengesetzt der Fliehkraft nach innen abgelenkte schwerere flüssige Phase, sobald sie den gebuchten Teil der Schaufeln erreicht, aufgelöst in eine Vielzahl von feinen Strahlen die nach der Achse der Trommel zu angereicherte leichtere flüssige Phase durchströmt und so mit ihr in innige Berührung gebracht wird.

Um die Strömung sowohl des Extraktionsmittels als auch des zu extrahierenden Gemisches durch die Vorrichtung zu bewirken, ist es notwendig, die beiden flüssigen Phasen unter

einem gewissen Druck in die Vorrichtung einzuführen oder zwischen den aufeinanderfolgenden Misch- und Trennzonen einen gewissen Höhenunterschied einzuhalten, wie es in der Abb. 2 angedeutet ist. Da die Fliehkraft gegebenenfalls ein Vielfaches der Erdbeschleunigung betragen kann, können schon kleine Höhenunterschiede beträchtliche hydrostatische Druckdifferenzen bewirken. Es ist ein weiterer Vorteil des neuen Verfahrens, dass auf diese Weise die Fliehkraft nicht nur für die Trennung der beiden flüssigen Phasen, sondern auch für die Aufrechterhaltung der Strömung durch die einzelnen Misch- und Trennzonen der Trommel ausgenützt wird. Um gleiche Verweilzeiten in den einzelnen Zonen zu erreichen, ist es zweckmässig, die Höhe der Enden 26 der Überströmrohre für die leichten Phasen von Zone zu Zone um einen entsprechenden Betrag zu verändern.

Das neue Verfahren ist keinesfalls an die beschriebene Vorrichtung gebunden. Mit wechselnden physikalischen Eigenschaften der zu behandelnden flüssigen Phasen kann es zweckmässig sein, die beispielsweise angeführten Mischeinbauten durch andere zu ersetzen. Ferner kann es zweckmässig sein, die Trennräume in an sich bekannter Weise mit Einbauten zu versehen, die die Trennung erleichtern. Ebenso ist es möglich, anstelle der beschriebenen Vorrichtung eine solche zu verwenden, bei der in kinematischer Umkehrung die Trommel feststeht, während die Achse durch eine mit entsprechenden Einbauten versehene, sich drehende Welle ersetzt ist.

Das beschriebene Verfahren eignet sich besonders zur Behandlung von Mineralölen und Mineralölerzeugnissen mit selektiven Lösungsmitteln oder zu ihrer Raffination mit Schwefelsäure oder Alkalien, ferner zur Extraktion von pflanzlichen Ölen und ähnlichen Stoffen. Das Verfahren erlaubt es, in der Zeiteinheit verhältnismässig grosse Flüssigkeitsmengen durch die Einheit des Extraktionsraumes durchzusetzen, und verbessert durch die erzielten kurzen Verweilzeiten erheblich die Wirtschaftlichkeit des Extraktionsverfahrens.

Patentansprüche.

1. Verfahren zur kontinuierlichen Extraktion oder Raffination von Flüssigkeiten oder von Aufschlämmungen, bei dem das Extraktions- oder Raffinationsmittel und die zu extrahierende oder zu raffinierende Flüssigkeit in mehreren Stufen gegeneinander geführt, in

jeder Stufe erst gemischt und darauf voneinander getrennt werden, dadurch gekennzeichnet, dass die beiden flüssigen Phasen innerhalb der einzelnen Misch- und Trennstufen im Gleichstrom geführt werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass in den Trennstufen die Trennung der beiden flüssigen Phasen durch Fliehkraft bewirkt wird.

3. Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens nach Ansprüchen 1 und 2, bestehend aus einer sich drehenden, abwechselnd in mehrere Misch- und Trennzonen (M, T) unterteilten Trommel, in der jede Mischzone (M) mit der übernächsten Trennzone (T), gerechnet in der Strömungsrichtung der spezifisch schwereren Flüssigkeit, so verbunden ist, dass ein Flüssigkeitsweg für die spezifisch leichtere Flüssigkeit zwischen ihren voneinander abgewandten Enden besteht.

4. Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die einzelnen Misch- bzw. Trennzonen durch gelochte Scheidewände voneinander getrennt sind.

5. Vorrichtung nach Ansprüchen 3 und 4, dadurch gekennzeichnet, dass in der Mischzone die sich drehende Trommelwand mit radial nach innen ragenden Stäben und die feste Trommelachse mit gegen die Drehbewegung gekrümmten, zweckmässig Bohrungen besitzenden Schaufeln versehen ist.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Abb. 1

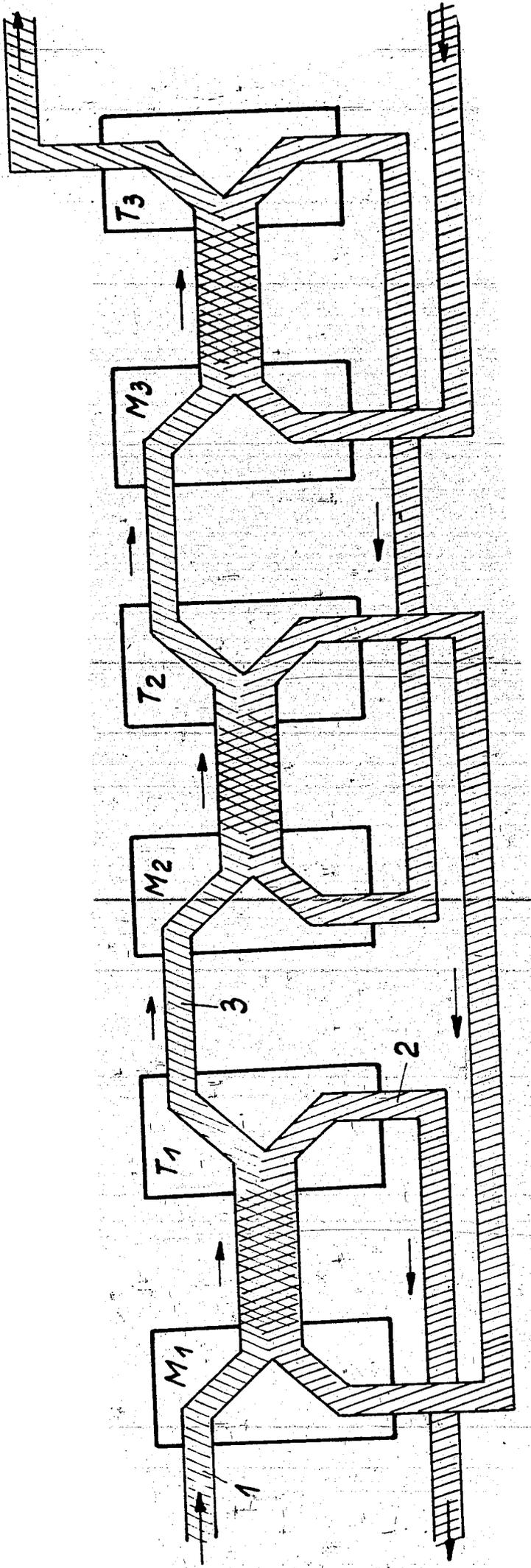


Abb. 4
Schnitt A-B

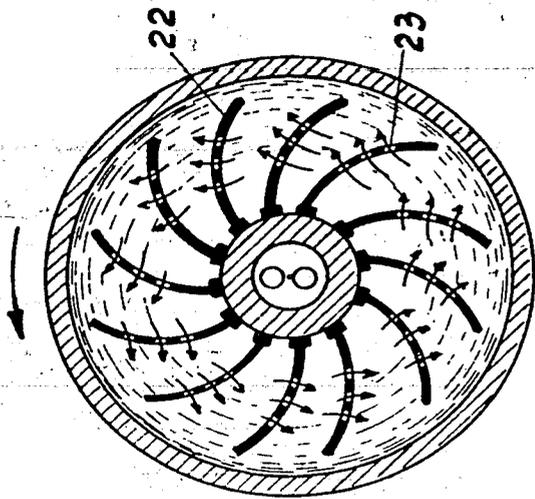


Abb. 2

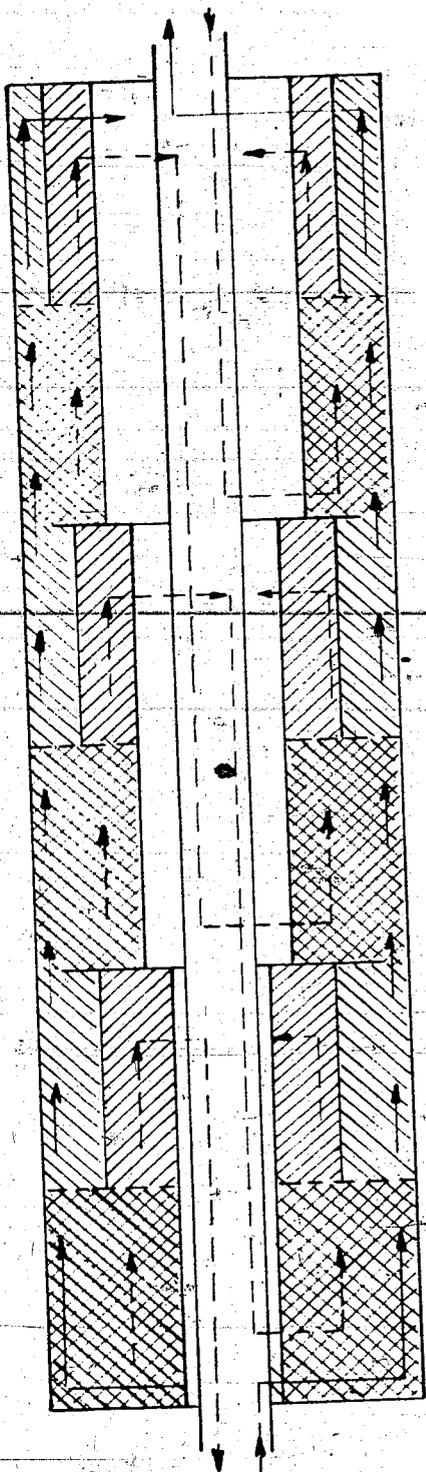


Abb. 3

