

5

10

15 **Verfahren zur thermischen Trennung einer flüchtigen Substanz von einem
nicht oder weniger flüchtigen Substrat**

20 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur thermischen Trennung einer flüchtigen Substanz von einem nicht oder weniger flüchtigen Substrat mit einer Phasengrenze zu einem Gasraum, der die flüchtige Substanz nach einer Verdampfung und/oder Sublimation aufnimmt.

25 **Stand der Technik**

Die thermische Trennung von flüchtigen Substanzen von nichtflüchtigen Substraten in Flüssigkeiten oder Pasten ist ein weit verbreiteter verfahrenstechnischer Prozess. Hierbei wird das zu behandelnde Substrat unter
30 solche thermodynamische Bedingungen gebracht, dass der Dampfdruck der flüchtigen Substanzen oberhalb des Partialdruckes dieser flüchtigen Substanz in einer umgebenden Gasphase liegt, die das zu behandelnde Substrat

umschliesst. Da definitionsgemäss im Ausgangssubstrat keine thermische Trennung stattfindet, ist das Substrat durch Erhitzen oder Senken des Partialdruckes der flüchtigen Substanz durch Begasen einer Drittsubstanz oder Absenkung des Druckes zu behandeln.

5

Es ist in der Verfahrenstechnik bekannt, dass der oben beschriebene Prozess entweder durch die Wärmeübertragung oder den Stofftransport oder einer Kombination von beiden limitiert ist. Die Wärmeübertragung kann deswegen eine Limitierung sein, da die Verdampfung der flüchtigen Substanz ein
10 endothermer Prozess ist. Um eine Verdampfung bei konstantem Partialdruck aufrechtzuerhalten, muss dem Substrat also Energie von aussen zugeführt werden. Der Prozess ist dann durch die Wärmeübertragung bestimmt, wenn der Stofftransport sehr schnell ist und davon ausgegangen werden kann, dass die Substanz sich immer mehr sehr nahe am Gleichgewichtspunkt zwischen der
15 Gasphase und dem siedenden Gemisch befindet. Für die vorliegende Erfindung wird diese Limitierungsmöglichkeit nicht betrachtet, sondern die der Limitierung durch den Stofftransport.

Aufgabe

20

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist die Erhöhung der Stoffübertragung und vor allem die Erhöhung und Beschleunigung des Ausbringens der flüchtigen Substanz aus dem Substrat.

Lösung der Aufgabe

25

zur Lösung der Aufgabe führt, dass der Phasengrenze vom Substrat zum Gasraum mechanische Energie zugeführt wird, um den Stoffaustausch der flüchtigen Substanz zu erhöhen.

30

Aufgefallen ist, dass insbesondere in Prozessräumen, die gut durchgemischt sind, die Limitierung des Stofftransport meist konvektiver Natur ist. Die flüchtige Substanz verdampft schon in der Masse des Substrats, muss aber noch zu den Oberflächen transportiert werden. Ist die Substanz von niedriger Viskosität, kann der Auftrieb durch Blasen ausreichend sein, um genügend Blasen an die Phasengrenze zum Gasraum zu transportieren. Ist die Substanz aber eine Paste oder viskos, muss die Substanz vermischt werden. Die Transferrate an Blasen kann dabei gut mit der Penetrationstheorie beschrieben werden, die einen Zusammenhang zwischen verfügbarer Oberfläche zum Gasraum und der Anzahl der Mischereignisse herstellt.

Neuere Studien haben aber gezeigt, dass nicht nur der Transport der entstehenden Blasen verfahrenseinschränkend ist, sondern deren Zerstörungsrate an der Oberfläche des Substrats zum Gasraum. Nur wenn die Blasen an der Oberfläche platzen, transferieren sie ihren Inhalt an den Gasraum, andernfalls werden sie wieder ins Substrat eingemischt. Bei niedrigviskosem Substrat macht sich ein solches Verhalten als Schaum bemerkbar. Durch eine Simulationsrechnung konnte aber gezeigt werden, dass auch bei hochviskosen Pasten die Zerstörungsrate für den Stofftransport ausschlaggebend ist.

Um die Zerstörungsrate der Blasen an der Oberfläche des Substrats zu erhöhen, wird erfindungsgemäss diese Oberfläche so beaufschlagt, dass diese Blasen effektiv zerstört werden. Erfindungsgemäss wird dies z.B. mit der Zudosierung eines zum Teil flüchtigen Additivs erreicht. Dieses flüchtige Additiv kann das gleiche sein, wie das im Substrat schon vorhanden und das es zu trennen gilt, oder ein anderes, wodurch ein zusätzlicher Strippeffekt erreicht wird. Die Zudosierung des Additivs hat erfindungsgemäss möglichst gleichmässig auf der Phasengrenze für den Stoffaustausch des Substrats zu erfolgen. Durch Simulationsrechnung wurde herausgefunden, dass mit dieser Massnahme der Stoffaustausch um einen Faktor 100 erhöht wird.

Die Methode, ein flüchtiges Additiv zuzudosieren, führt vermutlich zu einem Kavitationseffekt durch deren Verdampfung oder Sublimierung, der dann die Energie zur Blasenzerstörung bereitstellt.

- 5 Erfindungsgemäss ist es z.B. vorteilhaft, die flüchtige Substanz von oben auf eine rotierende Welle zu dosieren, auf der sich das Substrat befindet, wobei sich die Welle in einem Prozessraum befindet, in welchem die thermische Abtrennung stattfindet. Dabei muss erfindungsgemäss sichergestellt werden, dass immer eine freie Phasengrenze verfügbar ist, auf welche das Additiv
- 10 aufdosiert werden kann, d.h. der Prozessraum darf nicht komplett mit Substrat gefüllt sein. Das ist erfindungsgemäss z.B. durch das Verwenden einer Kneterwelle der Fall. Durch das Drehen der Welle wird das Additiv gut über das Substrat in Umfangsrichtung verteilt.
- 15 Ist die Welle als Hohlwelle ausgebildet, findet die Zudosierung des Additivs erfindungsgemäss in der freien Mitte der Welle statt. Um eine gleichmässige Verteilung des Additivs in der Längsrichtung zu gewährleisten, kann die Zudosierungsstelle des Additivs im Prozessraum erfindungsgemäss entlang der Längsachse der Welle bewegt werden, oder die Welle wird analog bewegt oder
- 20 es werden mehrere Feedstellen des Additivs entlang der Längsachse der Welle realisiert.

Andere Methoden der Blasenzerstörung durch Einbringen von mechanischer Energie an der Phasengrenze des Substrats sind erfindungsgemäss ebenfalls

25 denkbar. Beispielsweise können Schallwellen oder auch elektromagnetische Wellen den Stofftransport durch Verbesserung der Blasenmigration im Substrat erhöhen. Erfindungsgemäss tragen sie aber auch zu einer Verbesserung durch die Zerstörung der Blasen an der Phasengrenze bei.

- 30 Eine weitere Möglichkeit, für die auch gesondert Schutz begehrt wird, bevorzugt allerdings im Zusammenhang mit der ersten Möglichkeit, sieht vor, dass ein flüchtiges oder teilflüchtiges (verdampfbares) Additiv in das Substrat eingearbeitet wird und aus der verdampfbaren Komponente in dem Substrat

entstehende Blasen zerstört werden. Dabei soll die Zugabemenge an Additiv mindestens 0,1 kg/h pro kg viskose Masse pro Stunde betragen.

Bevorzugt wird das Additiv in das Substrat unter Tropfenbildung eingearbeitet.

- 5 Dabei bläht das Additiv sich in der hochviskosen Masse, zum Beispiel weil es verdampft und schafft dadurch Oberfläche innerhalb der viskosen Masse. Es wurde festgestellt, dass der Druck innerhalb der so entstandenen Blasen einen Druck von grösser 1 bar (abs) erreicht.
- 10 Die flüchtige Substanz diffundiert über die Oberfläche des Additivs in das aufgeblähte Additiv. Die entstandenen Blasen mit dem Additiv und der flüchtigen Substanz gelangen dann insbesondere durch mechanische Beanspruchung an die Oberfläche des Substrats. Dort werden dann die Blasen, wie bevorzugt zu dem ersten Ausführungsbeispiel beschrieben, an der
- 15 Oberfläche des Substrats zerstört, so dass enthaltene Gasphasen in den Gasraum übergehen.

- Das Additiv senkt den Partialdruck in der Gasphase um das Substrat ab, so dass ein Konzentrationsgefälle zwischen flüchtiger Substanz und Additiv von
- 20 grösser 1:10 entsteht.

- Die flüchtige Substanz und das Additiv treten gemeinsam aus dem Gasraum aus und werden danach gesondert behandelt, zum Beispiel kondensiert und getrennt.

25

Das gesamte Verfahren kann unter Vakuum, unter atm. Druck oder unter Überdruck stattfinden. Als Additiv wird bevorzugt Wasser in beliebigem Aggregatzustand verwendet.

- 30 Vorrichtungen, die sich besonders zur Durchführung des Verfahrens eignen, sind Mischknetzer mit einer oder mehreren horizontal angeordneten Wellen, die in beliebiger Drehzahl gleich oder gegenläufig drehen und mit Misch – und/oder

Knetelementen belegt sind. Derartige Mischkneteter finden sich beispielsweise in der DE 10 2009 061 077 A1. Die vorliegende Erfindung ist aber keineswegs auf diese Mischkneteter oder überhaupt auf Mischkneteter beschränkt. Sie kann in allen Mischapparaturen Anwendung finden, in denen ein Gasraum gebildet wird.

Im vorliegenden Fall kommt es vor allem auf die Verteilung des Additivs an. Bevorzugt wird eine gleichmässige Verteilung des Additivs über das gesamte Substrat, weshalb entsprechende Einrichtungen, zum Beispiel Sprühdüsen, vorgesehen sind.

Patentansprüche

- 5 1. Verfahren zur thermischen Trennung einer flüchtigen Substanz von einem nicht oder weniger flüchtigen Substrat mit einer Phasengrenze zu einem Gasraum, der die flüchtige Substanz nach einer Verdampfung und/oder Sublimation aufnimmt,
- 10 dadurch gekennzeichnet,
- dass der Phasengrenze vom Substrat zum Gasraum mechanische Energie zugeführt wird, um den Stoffaustausch der flüchtigen Substanz zu erhöhen.
- 15 2. Verfahren zur thermischen Trennung einer flüchtigen Substanz von einem nicht oder weniger flüchtigen Substrat mit einer Phasengrenze zu einem Gasraum, der die flüchtige Substanz nach einer Verdampfung und/oder Sublimation aufnimmt, dadurch gekennzeichnet, dass ein flüchtiges oder teilflüchtiges (verdampfbares) Additiv in das Substrat eingearbeitet wird und aus
- 20 der verdampfenden Komponente in dem Substrat entstehende Blasen zerstört werden.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Zugabemenge an Additiv mindestens 0,1 kg/h pro kg viskose Masse pro Stunde
- 25 beträgt.
4. Verfahren nach Anspruch 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass das Additiv in das Substrat unter Tropfenbildung eingearbeitet wird.
- 30 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 - 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Additiv sich in der hochviskosen Masse aufbläht (verdampft) und dadurch Oberfläche innerhalb der viskosen Masse schafft.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 - 5, dadurch gekennzeichnet, dass der Druck innerhalb der so entstandenen Blasen eine Druck von grösser 1 bar (abs) erreicht.

5 7. Verfahren nach Anspruch 5 oder 6, dadurch gekennzeichnet, dass die flüchtige Substanz über die Oberfläche in das aufgeblähte Additiv diffundiert.

8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass die entstandenen Blasen mit dem Additiv und der flüchtigen Substanz durch mechanische Beanspruchung an die Oberfläche des Substrats gelangen.

10

9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Blasen an der Oberfläche des Substrats zerstört werden, so dass enthaltene Gasphasen in den Gasraum übergehen.

15

10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass das Additiv den Partialdruck in der Gasphase um das Substrat absenkt, so dass ein Konzentrationsgefälle zwischen flüchtiger Substanz und Additiv von grösser 1:10 entsteht.

20

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 - 10, dadurch gekennzeichnet, dass flüchtige Substanz und Additiv gemeinsam aus dem Gasraum austreten und gesondert behandelt werden.

25 12. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 - 11, dadurch gekennzeichnet, dass es unter Vakuum, unter atm. Druck oder unter Überdruck stattfindet.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 - 12, dadurch gekennzeichnet, dass ein Siedepunkt des Additivs mindestens 10 K maximal 100 K unter der Temperatur der Substrats liegt.

30

14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 - 13, dadurch gekennzeichnet, dass ein flüchtiges oder teilflüchtiges Additiv auf die Phasengrenze vom Substrat zum Gasraum aufgebracht wird, das insbesondere durch die Verdampfung oder Sublimation mechanische Energie in Form von Kavitationsenergie der Phasengrenze zuführt.
15. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 - 14, dadurch gekennzeichnet, dass das Additiv Wasser ist.
16. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 - 15, dadurch gekennzeichnet, dass die Zuführung der mechanischer Energie so verteilt wird, dass der Stofftransport der flüchtigen Substanz maximiert wird.
17. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 - 16, dadurch gekennzeichnet, dass die Zuführung der mechanischen Energie in etwa gleichmässig über die gesamte Phasengrenze von Substrat zum Gasraum erfolgt.
18. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 - 17, dadurch gekennzeichnet, dass das Additiv auf eine rotierende Welle zudosiert wird, auf der sich das Substrat befindet, wobei die Rotation der Welle für eine gleichmässige Verteilung des Additivs über den Umfang der Rotation sorgt.
19. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 - 18, dadurch gekennzeichnet, dass das Additiv auf die Phasengrenze innerhalb eines rotierenden Hohlkörpers zudosiert wird, auf dem sich das Substrat befindet, wobei die Rotation der Welle für die gleichmässige Verteilung des Additivs über den Umfang der Rotation sorgt.
20. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 2 - 19, dadurch gekennzeichnet, dass die Menge des Additivs, die auf die Oberfläche der Phasengrenze vom Substrat zum Gasraum aufgebracht wird, so bestimmt wird,

dass sich eine gewünschte Temperatur des Substrats durch Verdampfungs- oder Sublimationskühlung einstellt.

21. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 20, dadurch gekennzeichnet,
5 dass das Additiv in fester, gasförmiger oder flüssiger Form zugegeben wird.
22. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 21, dadurch gekennzeichnet,
dass das Additiv im Gasraum unter atmosphärischem Druck zugeführt wird.
- 10 23. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass Schallwellen auf die Phasengrenze vom Substrat zum Gasraum aufgebracht werden, die mechanische Energie der Phasengrenze zuführt.
24. Verfahren nach Anspruch 23, dadurch gekennzeichnet, dass ein Sender
15 der Schallwellen auf die Oberfläche einer rotierende Welle gerichtet wird, auf der sich das Substrat befindet, wobei die Rotation der Welle für die gleichmässige Verteilung der Schallwellen über den Umfang der Rotation sorgt.
25. Verfahren nach Anspruch 23, dadurch gekennzeichnet, dass der Sender
20 der Schallwellen auf die Oberfläche innerhalb eines rotierenden Hohlkörpers gerichtet wird, auf dem sich das Substrat befindet, wobei die Rotation der Welle für die gleichmässige Verteilung der Schallwellen über den Umfang der Rotation sorgt.
- 25 26. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 - 25, dadurch gekennzeichnet, dass ein Substratraum und der Gasraum von einem Mischknetzer mit zumindest einer horizontal angeordneten Welle gebildet werden, an der sich Knetelemente befinden, wobei dem Gasraum und/oder dem Substratraum Einrichtungen zum Einbringen von zumindest einem
30 flüchtigen oder teilflüchtigen Additiv zugeordnet sind.

27. Vorrichtung nach Anspruch 26, dadurch gekennzeichnet, dass die Einrichtungen gleichmässig über den Gasraum und/oder den Substratraum verteilt sind.

- 5 28. Vorrichtung nach Anspruch 26 oder 27, dadurch gekennzeichnet, dass die Einrichtungen Sprühdüsen sind.