



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 103 45 841 B4** 2009.09.17

(12)

Patentschrift

(21) Aktenzeichen: **103 45 841.7**
 (22) Anmeldetag: **30.09.2003**
 (43) Offenlegungstag: **14.04.2005**
 (45) Veröffentlichungstag
 der Patenterteilung: **17.09.2009**

(51) Int Cl.⁸: **A62D 3/00** (2006.01)

Innerhalb von drei Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten (§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 1 Patentkostengesetz).

(73) Patentinhaber:
**Umwelt- und Gebäudetechnik 2000 GmbH, 04651
 Bad Lausick, DE**

(74) Vertreter:
Bockhorni & Kollegen, 80687 München

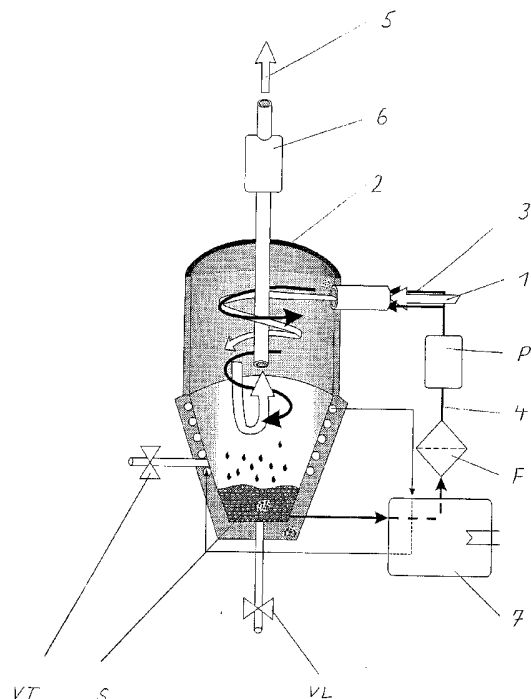
(72) Erfinder:
**Bernhardt, Harry, Dipl.-Ing (FH), 04838 Eilenburg,
 DE; Dorn, Karl-Heinz, Dipl.-Chem., 04357 Leipzig,
 DE; Hartmann, Ingo, Dipl.-Ing. (FH), 04277 Leipzig,
 DE; Schenk, Joachim, Prof. Dr.-Ing., 06366
 Köthen, DE; Jobst, Timo, Dipl.-Ing. (FH), 04651
 Bad Lausick, DE; Droll, Kay-Uwe, Dipl.-Ing. (FH),
 04668 Parthenstein, DE; Leitner, Andreas,
 Dipl.-Ing., 06258 Schkopau, DE**

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
 gezogene Druckschriften:
US 44 33 098 A

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Entfernung von Tetramethylsuccinodinitril aus Abluft**

(57) Hauptanspruch: Verfahren zur Entfernung von Tetramethylsuccinodinitril (TMSN) aus Abluft (1), gekennzeichnet durch die Schritte:

Zuführen der Abluft (1) auf kurzem Wege zu einer Gas-Kühl- und/oder Wascheinrichtung (2);
 Kühlen und/oder Waschen der Abluft in der Gas-Kühl- und/oder Wascheinrichtung (2) in Kontakt mit einer eine große Oberfläche bildenden und in einem Waschkreislauf (4) geführten Waschflüssigkeit (3) durch Desublimation und/oder Lösen des TMSN in der Waschflüssigkeit (3);
 Ausleiten der von TMSN befreiten Abluft (5) aus der Gas-Kühl- und/oder Wascheinrichtung (2) zur Weiterbehandlung oder zur Freisetzung; und
 kontinuierliches und/oder diskontinuierliches Abscheiden von desublimiertem und aus der Waschlösung auskristallisiertem TMSN aus der im Waschkreislauf (4) geführten Waschflüssigkeit (3).



Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Entfernung Tetramethylsuccinodinitril aus der Abluft, welche z. B. bei der Kunststoffherstellung und -verarbeitung entsteht.

[0002] Bei der Herstellung von Kunststoffen durch Polymerisation, z. B. von Polymethylmethacrylat (PMMA), Polystyrol (PS), Mischpolymerisate mit PS, Polyvinylchlorid (PVC), Polyvinylacetat (PVAC), sowie von Copolymeren dieser Kunststoffe und von synthetischen Kautschuken, wie Polybutadien, Styrol-Butadien-Kautschuk und weiteren Copolymeren mit Butadien und Silikonkautschuk werden zum Starten der Kettenreaktion Initiatoren eingesetzt. Als Initiator kommt aus technologischen und ökonomischen Gründen häufig 2,2'-Azobis(isobutyronitril) (AIBN) zum Einsatz. Dabei entsteht reaktionsbedingt neben den zur Polymerisation genutzten Radikalen durch Rekombination der Radikalenfragmente als Nebenprodukt das Tetramethylsuccinodinitril (TMSN). Nach MEINHARD (Meinhard, B., Naumann, W., Beitrag zur Modellierung der Kinetik heterogener Polymerisationssysteme, Dissertation TH-Merseburg 1976) kann der Anteil des aus AIBN gebildeten TMSN bis zu 48% betragen. Das reaktionsbedingt entstandene Nebenprodukt TMSN ist dadurch als Verunreinigung im Kunststoffgranulat enthalten, welches in Kunststoff-Verarbeitungsmaschinen, z. B. in Extrudern weiter verarbeitet wird. Da TMSN unter Normaldruck bei 172°C sublimiert, gelangt es beim Verarbeitungsprozess, z. B. bei den üblichen Extrusionstemperaturen von mehr als 250°C in das Abluftsystem.

[0003] Bei der Verarbeitung von Kunststoffgranulat im Extruder treten weitere Emissionen teilweise giftiger Substanzen auf. Diese Emissionen enthalten Depolymerisationsprodukte der Kunststoffe, Restmonomere, Wasserdampf und weitere flüchtige Zuschlagstoffe und Additive sowie deren Abbauprodukte. Während ein Großteil der austretenden Substanzen über geeignete Abluftbehandlungsverfahren relativ problemlos aus der Abluft entfernt werden können, erweist sich das im Granulat enthaltene und in die Abluft gelangte TMSN als Problemsubstanz. Beim Abkühlen des Abluftstromes in den Abluftleitungen kommt es aufgrund des niedrigen Dampfdruckes von TMSN zur Desublimation und somit zum unkontrollierten Auskristallisieren aus der Abluft an den Rohrwänden der Abluftleitungen. Dies führt zum Verstopfen von Rohrleitungen und Anlagen des Abluftsystems. Schließlich kommt es zum Stillstand der gesamten Produktionsanlage. Eine Demontage und Reinigung der Abluftschächte wird erforderlich. Der Wartungsaufwand ist bei dem ansonsten kontinuierlich ablaufenden Prozess entsprechend hoch. TMSN ist ein krampfauslösendes Nervengift (Luftgrenzwerte am Arbeitsplatz nach TRGS 900: 2,8 mg/m³ bzw. 0,5 ml/m³). Es liegt ein erhebliches Gefährdungspo-

tential der Belegschaft besonders bei der Reinigung des Abluftsystems vor. Bereits aus diesem Grund ist eine Entfernung des TMSN aus der Abluft geboten. Tritt TMSN-haltige Abluft in die Umwelt aus, führt dies zwangsweise zur Schädigung der Umwelt.

[0004] Aus US 4,433,098 A ist ein Verfahren zur wasserdampfdestillativen Abtrennung von TMSN aus einem Copolymer bekannt. Bei diesem Verfahren wird ein Diolefin-Maleinsäure-Anhydrid-Copolymer durch Suspensionspolymerisation in Lösung unter Verwendung von AIBN synthetisiert. Der nachfolgende Destillationsprozess zur Abtrennung des Polymeren wird dabei in zwei Schritte unterteilt, wobei im ersten Teilprozess das Lösemittel entfernt wird und der zweite Destillationsschritt als Wasserdampfdestillation zur Abtrennung des TMSN dient. Mit der in diesem Patent beschriebenen Lösung kann nur der TMSN-Anteil im Granulat im Polymerisationsprozess verringert werden. Für die Entfernung von TMSN, das bei der Kunststoffverarbeitung in die Abluft gelangt, ist dieses Verfahren nicht geeignet.

[0005] Mit den bei der Kunststoffverarbeitung angewandten allgemein bekannten Abluftreinigungsverfahren lässt sich TMSN aus der Abluft ebenfalls nicht beseitigen. Wie bereits erläutert, scheiden sich ein Großteil der TMSN-Bestandteile durch deren Desublimationsverhalten bereits vor der eigentlichen Abluftreinigungsanlage in den Rohrleitungen ab und erreichen die meist weiter entfernt gelegene Abluftbehandlungsanlage nicht.

[0006] Eine wesentliche Abluftquelle bei der Kunststoffverarbeitung ist z. B. die Vakuumentgasung im Extruder.

[0007] Um das Abscheiden von TMSN in den Rohrleitungen der Abluftanlagen zu vermeiden, wurde deshalb bei einigen Extrudern mit Vakuumentgasung versucht, durch unmittelbar an der Emissionsquelle, noch im Vakuumbereich angeordnete, mit Mineralöl gefüllte Wäscher die Abluft vom TMSN zu befreien. Das Lösungsvermögen des Mineralöls für TMSN ist aber zu gering, um TMSN durch Absorption wirkungsvoll aus dem Abluftstrom zu entfernen. Das Abscheiden des TMSN im Ölwäscher durch Kristallisation ist wenig effektiv, weil das Öl vorwiegend Prozessparametern unterworfen ist, d. h. die Waschflüssigkeit besitzt Temperaturen von 40°C bis 80°C und die Drücke liegen weit unterhalb des Atmosphärendrucks. Deshalb wird das TMSN durch Strippvorgänge sofort wieder ausgetrieben. Die an den Verarbeitungsmaschinen angebrachten Wäscher verhindern somit weder die TMSN-Emissionen, noch können sie das technologische Problem des Verstopfens beseitigen.

[0008] Ein weiterer Bestandteil der Abluftreinigungsanlagen nach dem Stand der Technik ist ein

Kondensator, mit dem kondensierbare Abluftbestandteile wie Wasserdampf, Restmonomere und Depolymerisationsprodukte als Flüssigkeiten abgetrennt werden können. Die Kondensatoren sind jedoch ebenfalls nicht zur Abscheidung von TMSN geeignet, da durch die Desublimation Kristalle entstehen, die zu Störungen und Verstopfungen im Kondensator führen. Die im Abluftsystem ausgeschiedenen TMSN-Kristalle können infolge der Sublimations- und Desublimationsvorgänge auch durch das gesamte Abluftsystem bis zur eigentlichen Abluftbehandlungsanlage wandern. Ist als Abluftbehandlungsanlage ein Biofilter nachgeschaltet, scheidet sich das TMSN auf der Oberfläche der Füllstoffe der Biokatalysatoren ab, was zu Effektivitätseinbußen dieser Filter führt. Ein Abbau des TMSN in den Biofiltern erfolgt infolge der Toxizität und Wasserunlöslichkeit von TMSN nicht.

[0009] Es ist deshalb Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren zu schaffen, mit welchem TMSN aus der Abluft bei der Kunststoffherstellung und -verarbeitung entfernt werden kann.

[0010] Die Aufgabe wird erfindungsgemäß durch die kennzeichnenden Merkmale des Patentanspruches 1 gelöst.

[0011] Vorteilhafte Ausführungsformen der Erfindung bilden die Merkmale der Unteransprüche 2 bis 10.

[0012] Die Erfindung soll nachstehend anhand zweier bevorzugter Ausführungsformen der Erfindung unter Bezugnahme auf die [Fig. 1](#) und [Fig. 2](#) näher erläutert werden.

[0013] Eine erste bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens ist in [Fig. 1](#) dargestellt.

[0014] Mit der Vakuumpumpe wird die mit TMSN beladene Abluft **1** von einem Extruder angesaugt und in einen als Wascheinrichtung **2** dienenden Aerozyklon über einen Einblasstutzen tangential eingeblasen. Durch die Reduzierung der Gasgeschwindigkeit in dem Aerozyklon **2** in Verbindung mit einer Temperaturabsenkung desublimiert das TMSN und wird in dem Aerozyklon **2** abgeschieden. Die von TMSN gereinigte Abluft **5** verlässt den Aerozyklon **2** über den Ausblasstutzen mit einem vorgeschalteten Tropfenabscheider **6**. Zur Unterstützung der Desublimation wird zusammen mit dem Einblasen der Abluft über ein Düsensystem gekühlte, im Kreislauf geführte Waschflüssigkeit **3**, z. B. Polyethylenglykol eingebläst. Die Waschflüssigkeit **3** löst das TMSN und schwemmt die desublimierten TMSN-Kristalle aus, und verhindert so deren Anhaften an den Wänden des Aerozyklons **2**. Aus dem Aerozyklon **2** gelangen die desublimierten Kristalle zusammen mit der

Waschflüssigkeit **3** in einen Sumpf **S**. Aus dem Sumpf **S** wird die Waschflüssigkeit abgezogen, über ein Kühlaggregat **7** geleitet und gekühlt, wodurch die Sättigungsgrenze der Waschflüssigkeit **3** erreicht wird und das gelöste TMSN aus der Waschflüssigkeit **3** auskristallisiert. Danach werden die ausgeschwemmten desublimierten und durch Kühlung aus der Waschflüssigkeit **3** auskristallisierten TMSN Kristalle in einem Filter **F** abgeschieden. Die Pumpe **P** führt die von TMSN befreite Waschflüssigkeit im Kreislauf **4** wieder dem Aerozyklon **2** zur Eindüsung zu.

[0015] Bei Einsatz von Wasser als Waschflüssigkeit **3** wird das TMSN im Aerozyklon **2** ausschließlich durch Desublimation abgeschieden und ausgeschwemmt, und nicht im Wasser gelöst, weil TMSN im Wasser nahezu unlöslich ist. In diesem Fall kristallisiert bei der Kühlung im Kühlaggregat kein weiteres TMSN aus.

[0016] Durch die Kühlung kondensiert auch die Luftfeuchtigkeit der Abluft. Bei Einsatz von Wasser als Waschflüssigkeit **3** kann das durch die Kondensation entstehende überschüssige Wasser über das Ventil **VT** abgelassen werden.

[0017] Wird als Waschflüssigkeit **3** Polyethylenglykol eingesetzt, scheidet sich das Kondenswasser am Boden des Sumpfes **S** ab und kann über das Ventil **VL** ausgelassen werden.

[0018] Polyethylenglykol ist vor allem in Form von Mono- und Dialkylglykolethern, insbesondere von Polyethylenglykoldimethylether als Waschflüssigkeit **3** sehr gut geeignet.

[0019] Der Mantel des Aerozyklons **2** wird zusätzlich durch einen zweiten Kühlkreislauf mit einer nach außen isolierten Kühlung gekühlt. Die Kühlung durch das Kühlaggregat **7** zwischen der in den Aerozyklon **2** eingeleiteten Abluft **1** und der Temperatur im Aerozyklon **2** beträgt 10 K bis 60 K vorzugsweise 30 K bis 40 K.

[0020] Zur Erprobung der vorstehend beschriebenen ersten bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wurden zwei Versuche durchgeführt.

Versuch 1

[0021] Am Boden eines Strahlwäschers wurde bei einem Druck von 1 bar ein zeitlich konstanter Volumenstrom von 20 l/h eines Gasgemisches eingeleitet. Dabei befand sich im Gasgemisch eine TMSN-Konzentration von 7,54 mg/l, die durch Hindurchleiten des Gasgemischstromes durch einen Sättiger angereichert wurde. Die Temperatur des Gasgemischstromes betrug 55°C. Das Gasgemisch mit dem TMSN-Anteil stieg innerhalb des Strahlwä-

schers aufwärts. Im Gegenstrom flossen im Kreislauf 200 ml Wasser mit Raumtemperatur und einem Volumenstrom von ca. 15 l/h. Das als Waschflüssigkeit **3** verwendete Wasser wurde am Kopf des Wäschers eingedüst. Im Gasgemisch am Wäscherausgang konnte eine TMSN-Konzentration von 0,11 mg/l ermittelt werden. Der Abscheidegrad von TMSN betrug somit ca. 83%. In der Waschflüssigkeit wurde das TMSN kristallin mit einer mittleren Kristallgröße von 9,9 µm abgeschieden. Die Kristalle waren filtrierbar.

Versuch 2

[0022] In einem modifizierten Aerozyklon **2** als Pilotanlage wurde die TMSN-haltige Abluft aus einem Extruder bei der Verarbeitung von PMMA erfindungsgemäß behandelt. Die Abluft enthielt bei einem Volumenstrom von 8 m³/h 884 mg TMSN/m³ mit einer Temperatur von 85°C. Während einer Betriebszeit von 24 Stunden wurden in der behandelten Abluft 7 mg TMSN/m³ nachgewiesen. Der Abscheidegrad betrug demnach mehr als 99%.

[0023] Bei einer zweiten bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird die Entfernung von TMSN aus Abluft in der Art einer Gegenstromgaswäsche durchgeführt.

[0024] Die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens der zweiten Ausführungsform geschieht in einer Vorrichtung mit mindestens einer Absorptionssäule als Wascheinrichtung **2**, vorzugsweise einer Füllkörpersäule. Es können auch mehrere Säulen **2** in Reihe angeordnet werden. Die mindestens eine Säule **2** erzeugt eine große Phasengrenzfläche und damit einen guten Kontakt zwischen der Waschflüssigkeit **3** und der TMSN-haltigen Abluft **1**. Die Füllkörpersäule **2** wird mit ungeordneten Füllkörpern gefüllt, wobei diese aus Metall, Keramik, Steinzeug, Glas oder anderen Materialien, die gegenüber der Waschflüssigkeit **3** und den Bestandteilen der Abluft **1** inert sind, bestehen können. Solche Füllkörpersäulen **2** mit derartigen Füllkörpern sind handelsüblich und der Fachwelt bekannt. Bei der fluiddynamischen Auslegung der Füllkörpersäule **2** wird das Verweilzeitverhalten der Reaktionspartner auf die Reaktionsgeschwindigkeit und den gewünschten TMSN-Abscheidegrad am Ausgang der Füllkörpersäule abgestimmt. Eine schematische Darstellung dieser Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens zeigt [Fig. 2](#).

[0025] Durch eine Vakuumpumpe am Extruder wird die mit TMSN beladene Abluft **1** angesaugt und in die mit Füllkörpern einer bestimmten Schütthöhe gefüllte Füllkörpersäule **2** geleitet. Dort steigt sie innerhalb der Füllkörpersäule **2** aufwärts. Im Gegenstrom zur Abluft **1** fließt die am Kopf der Vorrichtung eingegebene Waschflüssigkeit **3**, z. B. Polyglykolether, bevorzugt Polyethylenglykoldimethylether oder Polyethyl-

englykoldibutylether. Beim Kontakt der beiden Phasen desublimiert das TMSN aus der Abluft und löst sich praktisch als Feststoff in der Waschflüssigkeit **3**. Weiterhin werden Depolymerisationsprodukte mit ausgewaschen, die jedoch nach Erreichen des Gleichgewichtszustandes wieder ausgestrippt werden. Aus dem Sumpf S der Vorrichtung wird durch eine Waschflüssigkeitspumpe P die sich mit TMSN angereicherte Waschflüssigkeit **3** über einen Filter FL abgepumpt und über einen Dreiwegehahn D und einen Wärmeübertrager W im Kreislauf der Füllkörpersäule **2** wieder zugeführt. Der Filter FL dient zur Abtrennung von eingetragenen Feststoffen, die bei der Kreislaufführung der Waschflüssigkeit **3** die Füllkörper zusetzen würden. Der Wärmeübertrager W soll die Eintragstemperatur am Kopf der Vorrichtung regulieren und damit eine zu hohe Erwärmung der Waschflüssigkeit **3** verhindern. Bei Temperaturen über 60°C besteht nämlich die Gefahr, dass TMSN aus der Waschflüssigkeit **3** teilweise sublimiert und somit wieder in die Abluft gelangt.

[0026] Am Kopf der Vorrichtung wird die von TMSN befreite Abluft **5** ausgelassen. Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren werden Abscheidegrade an TMSN von mehr als 98% erreicht. Oberhalb der Sättigungsgrenze fällt das TMSN in der Waschflüssigkeit **3** kristallin aus. Kurz vor Erreichen der Sättigungskonzentration des TMSN in der Waschflüssigkeit **3** muss deshalb die Regenerierung der Waschflüssigkeit **3** eingeleitet werden. Dazu strömt die beladene Waschflüssigkeit **3** über den Dreiwegehahn D zum Kühlkristallisator K, der mit einem Kühlmedium bestimmter Temperatur gespeist wird. Die Kristallisation erfolgt unter ständigem Rühren, die ein Anhaften der TMSN-Kristalle am Kühlkristallisator K verhindert. Nach Auskristallisation des TMSN wird die Suspension über die Entnahmestelle E abgezogen. Diese strömt über einen Filter FI, wobei das TMSN aus der Suspension filtriert wird. Eine zweite Waschflüssigkeitspumpe P2 pumpt die regenerierte Waschflüssigkeit **3** in einen Vorratsbehälter V, der bei Waschflüssigkeitswechsel als Waschflüssigkeitsvorlage dient. Über eine Pumpe PU und das Ventil VE wird nach Abzug der beladenen Waschflüssigkeit **3** aus dem Sumpf dem Absorptionskreislauf regenerierte Waschflüssigkeit **3** zugeführt.

[0027] Wie [Fig. 2](#) zeigt, ist es somit möglich, die Waschflüssigkeit **3** im Kreislauf **4** zu führen. Dabei wird die Temperatur der Waschflüssigkeit **3** über den Wärmetauscher geregelt. Das erfindungsgemäße Verfahren wird in einem Temperaturbereich der Waschflüssigkeit **3** von 0 bis 80°C, vorzugsweise von 20°C bis 60°C, durchgeführt.

[0028] Der Druck, bei dem das Verfahren durchgeführt wird, liegt bei 0,8 bis 10·10⁵ Pa, vorzugsweise bei 1 bis 2·10⁵ Pa.

[0029] Zur Erprobung der vorstehend beschriebenen zweiten Ausführungsform der Erfindung wurden sechs Versuche durchgeführt.

Versuch 1

[0030] Am Boden einer mit Füllkörpern aus Glas mit 15 cm Füllhöhe gefüllten Füllkörpersäule wurde bei einem Druck von 1 bar ein zeitlich konstanter Volumenstrom von 20 l/h eines Gasgemisches eingeleitet. Dabei befand sich im Gasgemisch eine TMSN-Konzentration von 10,25 mg/l, die durch Einleiten des Gasgemisches über einen Sättiger angereichert wurde. Das Gasgemisch mit dem TMSN-Anteil stieg innerhalb der Füllkörpersäule aufwärts. Im Gegenstrom flossen im Kreislauf 380 ml Polyethylenglykoldibuthylether als Waschflüssigkeit **3** mit einer Temperatur von 30°C und einem Volumenstrom von ca. 25 l/h, das am Kopf der Vorrichtung eingegeben wurde. Im Gasgemisch am Ausgang der Vorrichtung konnte eine TMSN-Konzentration von 0,076 mg/l ermittelt werden. Der Abscheidegrad für TMSN betrug demnach 99,3%.

Versuch 2

[0031] Am Boden einer mit ungeordneten Füllkörpern aus Glas mit 15 cm Füllhöhe gefüllten Füllkörpersäule wurde bei einem Druck von 1 bar und einer Temperatur von 80°C ein zeitlich konstanter Volumenstrom von 80 l/h eines Gasgemisches eingeleitet. Dabei befand sich im Gasgemisch eine TMSN-Konzentration von 10,483 mg/l. Das Gasgemisch mit TMSN-Anteil stieg innerhalb der Füllkörpersäule aufwärts. Im Gegenstrom flossen im Kreislauf 380 ml Polyethylenglykoldibuthylether als Waschflüssigkeit **3** mit einer Temperatur von 20°C und einem Volumenstrom von ca. 20 l/h, das am Kopf der Vorrichtung eingegeben wurde. Im Gasgemisch am Vorrichtungsausgang konnte eine TMSN-Konzentration von 0,1505 mg/l ermittelt werden. Der Abscheidegrad betrug demnach 98,8%.

Versuch 3

[0032] Bei diesem Versuch wurden 80 ml Methylmethacrylat (MMA) (Depolymerisationsprodukt des PMMA) dem als Waschflüssigkeit **3** verwendeten Polyethylenglykoldibuthylether zugemischt. Dies entspricht näherungsweise der Sättigungskonzentration des MMA im Polyethylenglykoldibuthylether. Dieser Versuch diente zur Beurteilung der Absorptionsfähigkeit der mit leichtflüchtigen Bestandteilen gesättigten Waschflüssigkeit **3**.

[0033] Am Boden einer mit ungeordneten Füllkörpern aus Glas mit 15 cm Füllhöhe gefüllten Füllkörpersäule wurde bei einem Druck von 1 bar und einer Temperatur von 80°C ein zeitlich konstanter Volumenstrom von 60 l/h eines Gasgemisches eingeleitet.

Dabei befand sich im Gasgemisch eine TMSN-Konzentration von 17,23 mg/l. Das Gasgemisch mit TMSN-Anteil stieg innerhalb der Füllkörpersäule aufwärts. Im Gegenstrom flossen im Kreislauf 380 ml Polyethylenglykoldibuthylether als Waschflüssigkeit **3** mit einer Temperatur von 20°C und einem Volumenstrom von ca. 20 l/h, welche am Kopf der Vorrichtung eingegeben wurden. Im Gasgemisch am Vorrichtungsausgang konnte eine TMSN-Konzentration von 0,275 mg/l ermittelt werden. Der Abscheidegrad betrug demnach 98,4%.

Versuch 4

[0034] Unter gleichen Bedingungen wie beim Versuch 3 wurde dem Polyethylenglykoldibuthylether zusätzlich Wasser in einer Konzentration von 40 g/l zur Simulation des Kondenswassers zugegeben. Der Abscheidegrad an TMSN war dem des Versuchs 3 gleich.

Versuch 5

[0035] Unter den Bedingungen des Versuchs 4 wurde der Polyethylenglykoldibuthylether übersättigt. Bei einem Gehalt von 54 g/l TMSN im Polyethylenglykoldibuthylether wurde TMSN kristallin ausgeschieden. Auch bei übersättigter Waschflüssigkeit wurde ein gleicher Abscheidegrad wie im Versuch 3 ermittelt.

Versuch 6

[0036] Ein bei 20°C mit 54 g/l TMSN gesättigter Polyethylenglykoldibuthylether wurde auf -10°C gekühlt. Dabei kristallisierte das TMSN aus. Nach 120 min betrug die Konzentration 16 g/l TMSN. Die Kristalle waren leicht filtrierbar.

[0037] Durch die Erfindung wird ein Verfahren zur Entfernung von Tetramethylsuccinodinitril aus Abluft geschaffen, mit welchem der TMSN-Anteil aus der Abluft vollständig entfernt oder auf ein Minimum gesenkt werden kann, so dass Verstopfungen der Abluftsysteme durch die Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens vermieden werden können.

[0038] Die Abluft wird mit einer Waschflüssigkeit behandelt. Als Waschflüssigkeit eignen sich Wasser oder Polyglykolether. Besonders geeignet sind Polyethylenglykoldimethylether $\text{CH}_3\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{CH}_3$ $n = 3 \dots 8$ sowie Polyethylenglykoldibuthylether $\text{C}_4\text{H}_9\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{C}_4\text{H}_9$ $n = 3 \dots 5$.

[0039] Die Vorrichtung mit einer geringen Menge von Waschflüssigkeit wird nahe vom Entstehungsort der Abluft angeordnet und dient ausschließlich der Entfernung des TMSN-Anteiles in der Abluft.

[0040] Bei der Kunststoffverarbeitung werden, wie bereits erläutert, neben TMSN auch Depolymerisati-

onsprodukte, Restmonomere, Wasserdampf, ausgasende Zuschlagsstoffe (Initiatoren, Kettenlängenregler, Gleitmittel usw.) sowie Abbauprodukte dieser Zuschlagsstoffe freigesetzt. Die zu reinigende Abluft setzt sich somit aus diesen komplexen Emissionen zusammen. Durch die Waschflüssigkeit werden deshalb neben TMSN auch andere Bestandteile der Abluft, z. B. Depolymerisationsprodukte und Gleitmittel teilweise mit abgetrennt und aus der Abluft entfernt. Eine Anreicherung oder gar Sättigung der Waschflüssigkeit mit Depolymerisationsprodukten zeigt jedoch keine Verschlechterung der Abscheidegrade an TMSN und beeinträchtigt damit die Leistungsfähigkeit des Verfahrens nicht. Alle leichtflüchtigen Bestandteile werden bei dem Verfahren über die Gasphase wieder ausgetragen und können mittels einer nachgeschalteten konventionellen Abgasreinigungsanlage entfernt werden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Entfernung von Tetramethylsuccinodinitril (TMSN) aus Abluft (1), gekennzeichnet durch die Schritte:

Zuführen der Abluft (1) auf kurzem Wege zu einer Gas-Kühl- und/oder Wascheinrichtung (2);

Kühlen und/oder Waschen der Abluft in der Gas-Kühl- und/oder Wascheinrichtung (2) in Kontakt mit einer eine große Oberfläche bildenden und in einem Waschkreislauf (4) geführten Waschflüssigkeit (3) durch Desublimation und/oder Lösen des TMSN in der Waschflüssigkeit (3);

Ausleiten der von TMSN befreiten Abluft (5) aus der Gas-Kühl- und/oder Wascheinrichtung (2) zur Weiterbehandlung oder zur Freisetzung; und kontinuierliches und/oder diskontinuierliches Abscheiden von desublimiertem und aus der Waschlösung auskristallisiertem TMSN aus der im Waschkreislauf (4) geführten Waschflüssigkeit (3).

2. Verfahren nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch

Zuführen der Abluft (1) zu einem als Gas-Kühl- und Wascheinrichtung ausgebildeten Aerozyklon (2);

tangentiales Einblasen der zugeführten Abluft (1) zusammen mit einem gleichzeitigen Eindüsen von der in dem Waschkreislauf (4) geführten gekühlten Waschflüssigkeit (3) in den Aerozyklon (2);

Kühlen und Waschen der Abluft (1) im Aerozyklon (2) in Kontakt mit der Waschflüssigkeit (3) durch Desublimation und/oder Lösen des TMSN in der Waschflüssigkeit (3);

Ausleiten der von TMSN befreiten Abluft (5) aus dem Aerozyklon (2) über einen Tropfenabscheider (6) zur Weiterbehandlung oder Freisetzung; und kontinuierliches und/oder diskontinuierliches Abscheiden von desublimiertem und/oder aus der Waschflüssigkeit (3) auskristallisiertem TMSN aus der im Waschkreislauf (4) geführten Waschflüssigkeit.

3. Verfahren nach Anspruch 1 und/oder 2, gekennzeichnet durch Verwendung von Wasser als Waschflüssigkeit (3).

4. Verfahren nach Anspruch 1 und/oder 2, gekennzeichnet durch die Verwendung von Polyglykolether(n) als Waschflüssigkeit (3).

5. Verfahren nach Anspruch 4, gekennzeichnet durch die Verwendung von Mono- und/oder Dialkylglykolether(n), insbesondere von Polyethylenglykoldimethylether $[\text{CH}_3\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{CH}_3]$ $n = 3 \dots 8$ oder Polyethylenglykoldibuthylether $[\text{C}_4\text{H}_9\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{C}_4\text{H}_9]$ $n = 3 \dots 5$ als Waschflüssigkeit (3).

6. Verfahren nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche 2 bis 5, gekennzeichnet durch Kühlung der Waschflüssigkeit und des Inneren des Aerozyklons (2) mittels eines Kühlaggregates (7).

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Kühlung eine Temperaturdifferenz zwischen der zugeführten Abluft (1) und dem Inneren des Aerozyklons (2) zwischen 10 K und 60 K, vorzugsweise zwischen 30 K und 40 K erzeugt.

8. Verfahren nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch das Zuführen der Abluft (1) von unten in eine oder in mehrere in Reihe angeordnete, als Gas-Wascheinrichtung ausgebildete, mit ungeordneten Füllkörpern gefüllte Füllkörpersäule(n) (2);

Waschen der Abluft (1) in der mindestens einen Füllkörpersäule (2) durch Zuleiten von Waschflüssigkeit (3) in einem Waschkreislauf (4) von oben in die Füllkörpersäule(n) (2) im Gegenstrom zu der von unten zugeführten Abluft (1);

Ausleiten der von TMSN befreiten Abluft (5) von der Oberseite der mindestens einen oder von der letzten der in Reihe geschalteten Füllkörpersäule(n) (2) zur Weiterbehandlung oder Freisetzung;

kontinuierliches und/oder diskontinuierliches Abscheiden von desublimiertem und aus der Waschflüssigkeit (3) auskristallisiertem TMSN aus der im Waschkreislauf (4) geführten Waschflüssigkeit (3).

9. Verfahren nach Anspruch 8, gekennzeichnet durch die Verwendung von Polyglykolether(n) als Waschflüssigkeit (3).

10. Verfahren nach Anspruch 8 und/oder 9, gekennzeichnet durch die Verwendung von Polyethylenglykoldimethylether $[\text{CH}_3\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{CH}_3]$ $n = 3 \dots 8$ oder Polyethylenglykoldibuthylether $[\text{C}_4\text{H}_9\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{C}_4\text{H}_9]$ $n = 3 \dots 5$ als Waschflüssigkeit (3).

Es folgen 2 Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

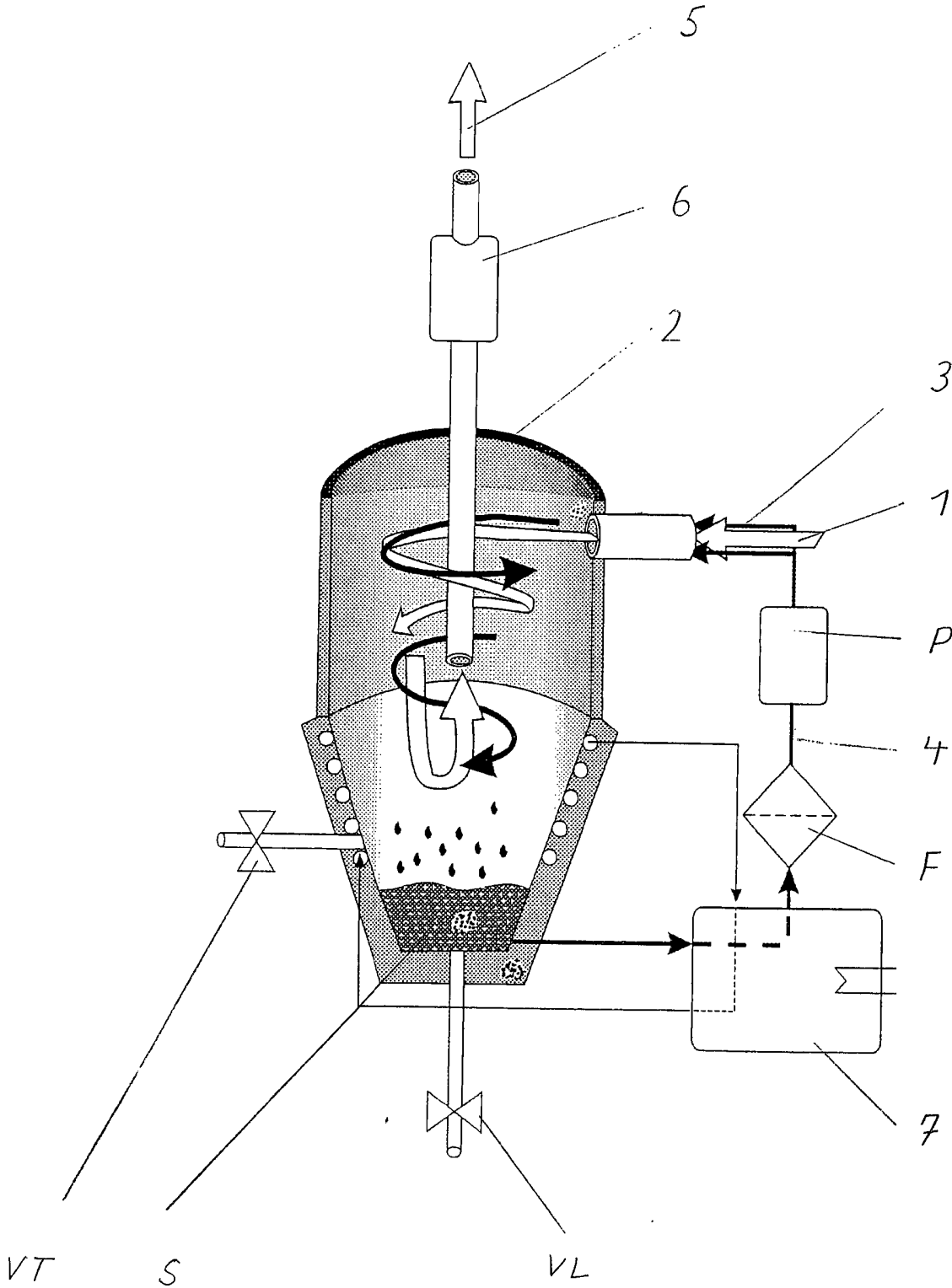


Fig. 1

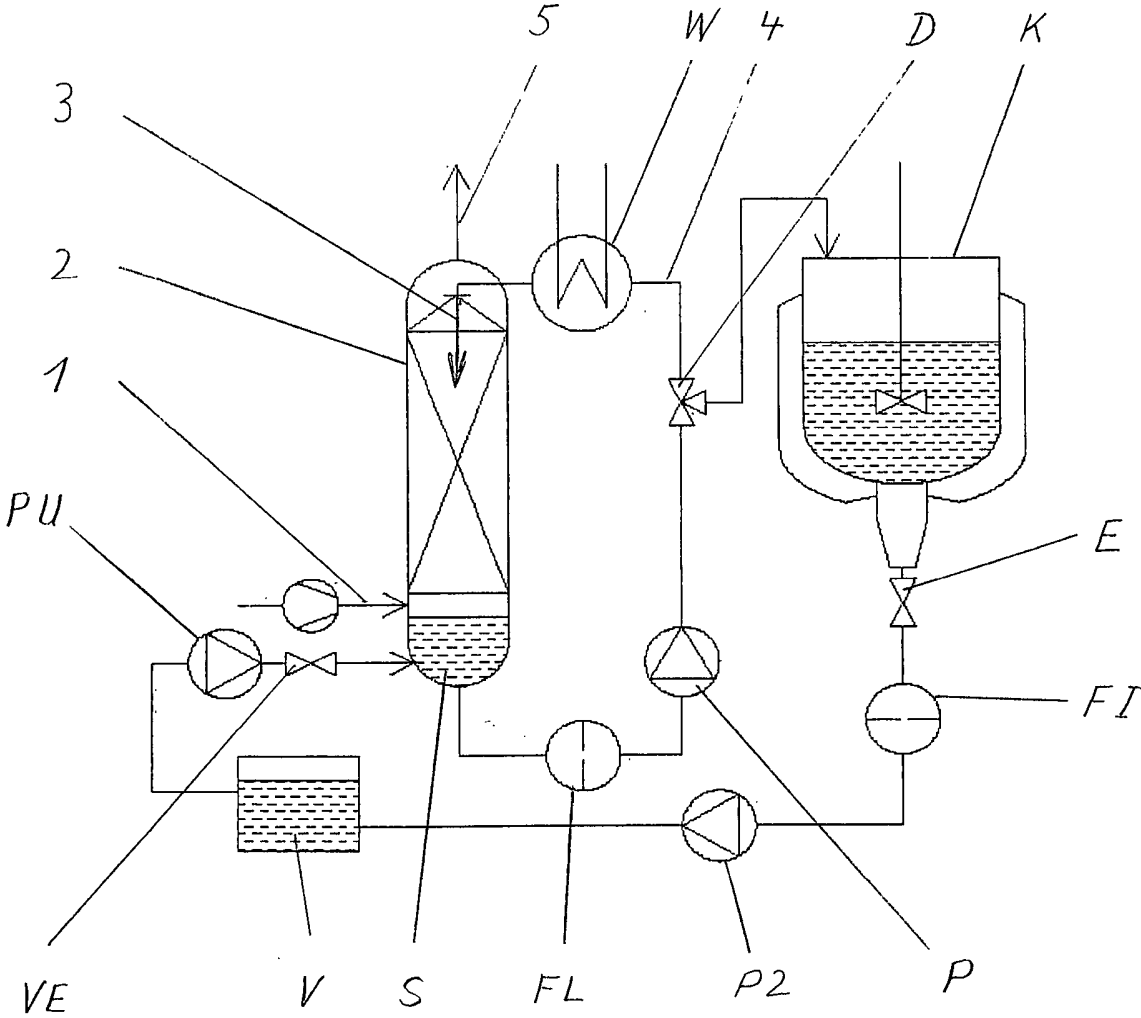


Fig. 2