

Chemie X 2000 Schrupstock GmbH & Co. KG

„Entwicklung eines Verfahrens zur Reinigung von Anlagen zur
Erzeugung von Kunststoffprodukten“

Abschlussbericht: gefördert durch die Deutsche Bundesstiftung Umwelt,

Az.: 22413

Verfasser: Jürgen Dötsch,

Remscheid, 29. März 2007

Projektkennblatt
der
Deutschen Bundesstiftung Umwelt



Az	22413	Referat	21/0	Fördersumme	115.000,00 €
Antragstitel	Entwicklung eines Verfahrens zur Reinigung von Anlagen zur Erzeugung von Kunststoffprodukten				
Stichworte	Verfahren; Umweltchemikalien; Chemikalie, Kunststoff, Reinigung				
Laufzeit	Projektbeginn	Projektende	Projektphase(n)		
20 Monate	10.01.2005	10.09.2006	keine		
Zwischenberichte:	alle 6 Monate Kurzbericht				
Bewilligungsempfänger	Chemie X 2000 Schrupstock GmbH & Co. KG Schlosserstr. 15 42899 Remscheid			Tel	02191/9444-37
				Fax	02191/9444-68
				Projektleitung	Herr Dötsch
				Bearbeiter	
Kooperationspartner	Keine				

Zielsetzung und Anlass des Vorhabens

Die Reinigung von Chemieanlagen ist häufig mit sehr hohem Aufwand, langen Stillstandzeiten und erheblichem Risiko für die Umwelt und das beteiligte Personal verbunden. Im vorliegenden Fall soll die Reinigung von Kolonnen und Wärmetauschern von Acrylsäure-, Acrylnitril- und Butadienanlagen verbessert werden. Hierzu wird eine umweltverträgliche Waschlösung und ein Reinigungsverfahren entwickelt.

Darstellung der Arbeitsschritte und der angewandten Methoden

Die folgenden Arbeitsschritte wurden durchgeführt:

- Laboruntersuchungen
In den Laboruntersuchungen wurden zunächst geeignete Waschlösungen entwickelt. Dazu wurden Rückstände aus den zu reinigenden Anlagen untersucht aufgelöst.
- Versuchsanlage
Es wurde eine Versuchsanlage im kleinen Maßstab gebaut, mit deren Hilfe die Laboruntersuchungen fortgeführt wurden. Die Versuche endeten positiv.
- Verfahrensentwicklung
Aufbauend auf den Ergebnissen der Laboruntersuchungen erfolgte die Verfahrensentwicklung. Diese betraf sowohl die Reinigungsmethode insbesondere zur Zugänglichkeit komplizierter Einbauten, als auch die Entsorgbarkeit und Anlagensicherheit.
- Betrieb einer Modellanlage
Die bisherigen Entwicklungsergebnisse wurden an einer Modellanlage erprobt. Hierzu wurde die Modellanlage an einer realen Anlagen betrieben.
- Prototypbau und Erprobung
Mit dem Bau eines Prototypen und dessen Erprobung endet das Vorhaben. Das Reinigungsverfahren wird mittlerweile erfolgreich angewendet.

Ergebnisse und Diskussion

Im Rahmen des Vorhabens wurde eine Waschlösung gefunden, mit deren Hilfe das bisherige Verfahren des Reinigens der betroffenen Anlagen mit Kohlenwasserstoffen und unter hohen Schutzanforderungen arbeitenden Hilfskräften ersetzt werden konnte. Die Risiken der Reinigung und die Gefährdung der Umwelt werden durch das neue Verfahren erheblich herabgesetzt.

Versuche wurden an folgenden Anlagen erfolgreich durchgeführt:

BASF Ludwigshafen

- Butadienanlage
- Acrylsäureanlage
- Polyvinylpyrrolidonanlage

Elastogran Lemförde

- Polyurethananlage

Wacker Chemie

- Polyvinylacetatanlage

Dabei wurden je nach Anlagentyp angepasste Varianten der Waschlösung eingesetzt. Die Kosten des Verfahrens liegen insbesondere auf Grund erheblich verkürzter Stillstandszeiten der Anlagen deutlich unter den bisherigen Kosten einer Reinigung. Zusätzlich sind die Risiken für Reinigungspersonal und Umwelt erheblich verringert.

Öffentlichkeitsarbeit und Präsentation

Es sind Veröffentlichungen in den einschlägigen Fachzeitschriften vorgesehen. Zusätzlich wird das Verfahren auf Messen und Kongressen vorgestellt.

Fazit

Mit der erfolgreichen Entwicklung des Reinigungsverfahrens konnte ein bisher umweltbelastendes Vorgehen bei der Reinigung der Chemieanlagen erheblich verbessert werden. Neben erheblicher Zeiteinsparung ist der Vorteil entstanden, dass keine Emissionen aus den Anlagen die Umwelt belasten, ein Vorteil für DIN / ISO 14001.

Für die Chemie X 2000 wurde damit ein weiterer Markt sowohl für die Reinigungsprodukte, als auch für die Durchführung der Reinigung eröffnet.

Inhalt:

0. Verzeichnis der Bilder und Diagramme

1. Zusammenfassung

2. Einleitung

3.1 Laboruntersuchungen

3.2 Versuchsanlage

3.3 Verfahrensentwicklung

3.4 Betrieb der Modellanlage

3.5 Bau eines Prototypen

3.6 Versuche an realen Anlagen

4. Öffentlichkeitsarbeit und Präsentation

5. Fazit

6. Anhang (vertraulich): Rezepturen

0. Verzeichnis der Bilder und Diagramme

Erster Laborversuch

Bild 1: Versuchsaufbau	Seite 6
Bild 2: Polymerisat vor Versuchsbeginn	Seite 7
Bild 3: Polymerisat nach 10 min	Seite 7
Bild 4: Polymerisat nach 300 min	Seite 8
Bild 5: Polymerisat nach Entfernen aus der Apparatur	Seite 8

Laborversuch Reinigung eines Plattenwärmetauschers

Bild 6: Verunreinigungen bei Versuchsbeginn	Seite 10
Bild 7: Verunreinigungen nach 10 min Spülen	Seite 10
Bild 8: Verunreinigungen nach 35 min Spülen	Seite 11

Laborversuch Reinigung von Raschigringen

Bild 9: Raschigringe bei Versuchsbeginn	Seite 12
Bild 10: Raschigringe nach 200 min Reinigung	Seite 12
Bild 11: Waschlösung nach 200 min Reinigung	Seite 13

Diagramm 1: Blockbild des Verfahrensablaufs	Seite 14
---	----------

1. Reinigungsversuch für Wacker Chemie

Bild 12: Versuchsaufbau	Seite 15
Bild 13: Verunreinigungen vor Versuchsbeginn	Seite 17
Bild 14: Verunreinigungen nach 15 min Spülen	Seite 18
Bild 15: Verunreinigungen nach 820 min Spülen	Seite 19
Bild 16: Reinigungslösung nach Versuche	Seite 20
Bild 17: Verunreinigungen und Lösung nach Versuche	Seite 21

2. Reinigungsversuch für Wacker Chemie

Bild 18: Versuchsaufbau	Seite 22
Bild 19: Verunreinigungen vor Versuchsbeginn	Seite 23
Bild 20: Verunreinigungen nach 265 min Spülen	Seite 24
Bild 21: Verunreinigungen Beenden des Versuchs	Seite 24
Bild 22: Verunreinigungen nach Spülen	Seite 25

Reinigungsversuch für die Firma OMV

Bild 23: Versuchsaufbau	Seite 26
Bild 24: Verunreinigungen vor Versuchsbeginn	Seite 28
Bild 25: Nach der Spülung mit Wasser	Seite 28

Prototyp

Bild 27: Prototyp der Reinigungsanlage	Seite 29
Bild 28: Prototyp mit Mess- und Steuerungseinrichtungen	Seite 30
Diagramm 2: Anlagenschema	Seite 30

1. Zusammenfassung

Die Firma Chemie X200 hat ein Verfahren zur Reinigung von Chemieanlagen entwickelt, die bisher nur unter erheblichen Risiken für die Umwelt und mit erheblichem Aufwand gereinigt werden konnten. Dabei handelt es sich um Kolonnen und Wärmetauscher von Acrylsäure-, Acrylnitril-, Butadien-, Vinylether- und Vinylacetatanlagen.

Versuche zur Definition einer geeigneten Waschlösung wurden zunächst im Labormaßstab durchgeführt. Dabei wurden die Verhältnisse in den betroffenen Anlagen durch eine extra entwickelte Glasanlage simuliert, in der der Reinigungsfortschritt optisch beobachtet werden konnte.

Nach erfolgreichem Abschluss der Laboruntersuchungen wurden das Reinigungsverfahren und der dazugehörige Prototyp einer Reinigungsanlage entwickelt. Weitere Erprobungen erfolgten dann an realen Anlagen mit Optimierung und Verbesserung des Verfahrens im Labor.

Das Vorhaben endete mit der endgültigen Definition mehrerer geeigneter Waschlösungen für die jeweils unterschiedlichen Anlagentypen und mit erfolgreichen Demonstrationen der Reinigung solcher Anlagen bei den Betreibern.

2. Einleitung

Die Reinigung von Chemieanlagen ist immer mit sehr hohem Aufwand, langen Stillstandzeiten und erheblichem Risiko für die Umwelt und das beteiligte Personal verbunden.

Chemie X 2000 hat neue Produkte zur wässrigen Reinigung von petrochem. Anlagen entwickelt und bei namhaften Firmen erfolgreich eingesetzt.

Das Abstellmanagement dort gab die Hinweise, dass es noch viele Anlagen gibt, bes. im Sektor Kunststoffherstellung, wo noch große Probleme bestehen, „wild wachsende“ Kunststoffe aus Monomeren zu entfernen.

Im hier behandelten Vorhaben wurde ein Reinigungsverfahren für die Reinigung von Kolonnen und Wärmetauschern von Acrylsäure-, Acrylnitril-, Butadien-, Vinylether- und Vinylacetatanlagen gesucht. Auch für weitere Kunststoffanlagen sollte das Verfahren anwendbar sein. Hierzu wurden umweltverträgliche Waschlösungen und Reinigungsverfahren entwickelt, besonders zur Schonung von Ressourcen, ohne Emissionen in die Umluft und möglichst in kürzerer Zeit durchführbar.

3.1 Laboruntersuchungen

- Beschaffung von Rückständen aus Anlagen für Versuche

Die Rückstände sind nur bei Anlagenstillständen zugänglich. Es wurden Proben aus verschiedenen Anlagen beschafft und zunächst in provisorischen Vorversuchen und später mit der eigens entwickelten Versuchsanlage aus Glas untersucht. Die ersten Versuche wurden mit BASF-Schwarzheide Polymerisat aus F 410 und Acrylsäure aus der BASF-Anlage in Ludwigshafen durchgeführt.

- Vorversuche

Die Vorversuche wurden als Handversuche in Bechergläsern mit den schon vorhandenen Reinigern durchgeführt, danach in kleinem Maßstab mit provisorischem Versuchsaufbau mit den Grundrezepturen von Waschlösungen durchgeführt. Dabei wurden die Reaktionsergebnisse analysiert und für die Definition der Reinigungslösungen verwendet.

Grundstoffe der Reinigungslösungen sind:

- N-Methyl-2-Pyrrolidon, N-Ethyl-2-Pyrrolidon
- DMSO
- Ätzalkalien, Säuren
- Glykole
- Amine
- Tenside, nichtionische, anionische und kationische

Erste Ergebnisse der Vorversuche zeigen die Bilder auf den folgenden Seiten:

Bild 1: Versuchsaufbau:



Versuchsbeschreibung:

In den Vorlagebehälter wurden 2000g einer 15%igen Lösung RU 4008 mit 5% Ätzkali vorgelegt und auf 70 – 80°C aufgewärmt.

Das Polymerisat, welches zerstört oder ausgewaschen werden soll, wird in ein spezielles Glasrohr mit Endverjüngung gefüllt, durch die Verjüngung kann das Polymerisat nicht aus dem Rohr herausfallen.

Nach Erreichen der angestrebten Temperatur wurde die Lösung mit Hilfe einer Schlauchpumpe durch das Rohr und somit über das darin befindliche Polymerisat gepumpt.

Der Versuch wurde am 24.06.2005 um 09:15 Uhr begonnen und nach 5h, um 14:15 Uhr beendet.

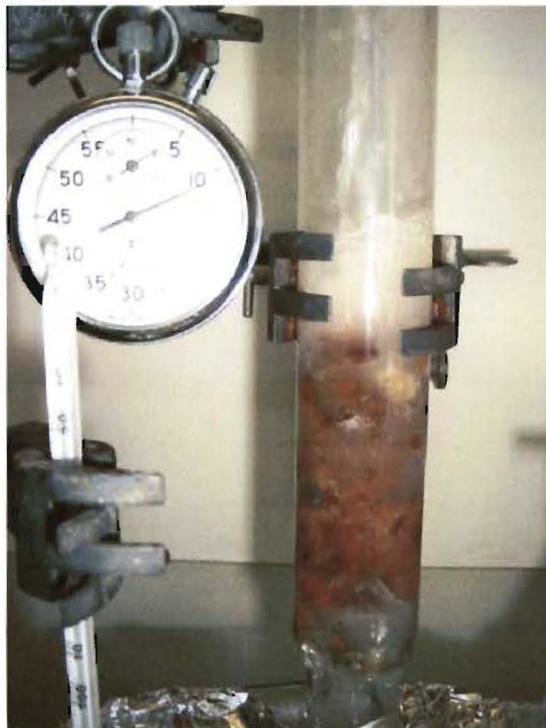
Das sich im Rohr befindliche Polymerisat wurde zum Teil ausgewaschen. Der Rest des Polymerisates war nach 5h extrem aufgeweicht, so dass man es mit den Fingern ganz leicht zerbröseln konnte.

Den Versuchsablauf zeigen die weiteren Bilder:

Bild 2: Polymerisat vor Versuchsbeginn:
Sehr helles Material, sehr kompakt



Bild 3: Polymerisat nach 10min pumpen der Lösung:



schon nach dieser kurzen Zeit weicht das Polymerisat auf, es erhält eine andere Farbe

Bild 4: Polymerisat nach 300min pumpen:



das Polymerisat ist sehr weich – Gummibärchen.
Man erkennt, dass das Polymerisat nur in gelöster Form das Reaktionsrohr verlassen kann.

Bild 5: Restpolymerisat nach Entfernen aus der Apparatur:



Die hier bereits erreichten Strukturveränderungen mit Hilfe der ersten Waschlösung ließen erwarten, dass die Rückstände so weit aufgeweicht werden können, dass man sie mit Spülvorgängen aus den Anlagen entfernen kann.

3.2 Versuchsanlage

Zur Fortführung der Versuche ist eine Glasapparatur entwickelt und gebaut worden, in der die Verhältnisse in den zu reinigenden Anlagen besser simuliert werden konnten. Dazu standen zusätzlich drei weitere Rückstände zur Verfügung.

- a) Rückstände aus einem Plattenwärmetauscher der Firma Elastogran-Lemförde
- b) Rückstände an Raschigringen aus einer Butadiolanlage der Firma BASF – Ludwigshafen
- c) Vinylacetete der Firma Wacker in Burghausen

Die Glasapparatur wurde als Nachbildung einer Kolonne gebaut. Dabei konnten bis zu drei Böden eingesetzt werden. Zur Simulation der Böden wurden gelochte Teflonscheiben verwendet. Der maximale Inhalt der Glasapparatur beträgt ca. 3 Liter.

Für die Versuche konnten verschiedene Rückstände auf den Böden platziert werden und deren Abbau beobachtet werden.

Versuchsdurchführung: **Reinigung eines Plattenwärmetauschers**

Um die Bedingungen eines Plattenwärmetauschers zu simulieren, wurden die Verunreinigungen der Firma Elastogran in den Einsprühkopf, welcher mit kleinen Öffnungen versehen ist, gegeben und darin fest gepresst.

In den Vorratsbehälter wurde eine 10%ige Q1-1102 E-Lösung vorgelegt und direkt bei Raumtemperatur mit Hilfe einer Schlauchpumpe über die Verunreinigungen gepumpt. Der Versuch wurde am 01.08.2005 um 09:30Uhr begonnen und um 10:05 Uhr, nachdem die Verunreinigungen ausgewaschen waren, beendet.

Versuche, die später in der realen Anlage durchgeführt wurden, zeigten, dass überall dort, wo die Reinigungsflüssigkeit durchfließt, die Ablagerungen sich auflösen, respektive angelöst und ausgespült werden.

Die Versuchsergebnisse im Labor werden durch die folgenden Bilder dokumentiert:

Bild 6: Verunreinigungen bei Versuchsbeginn:

Die Polymerisate auf Basis Polyurthane der Firma Elastogran sind im Einsprühkopf eingepresst.

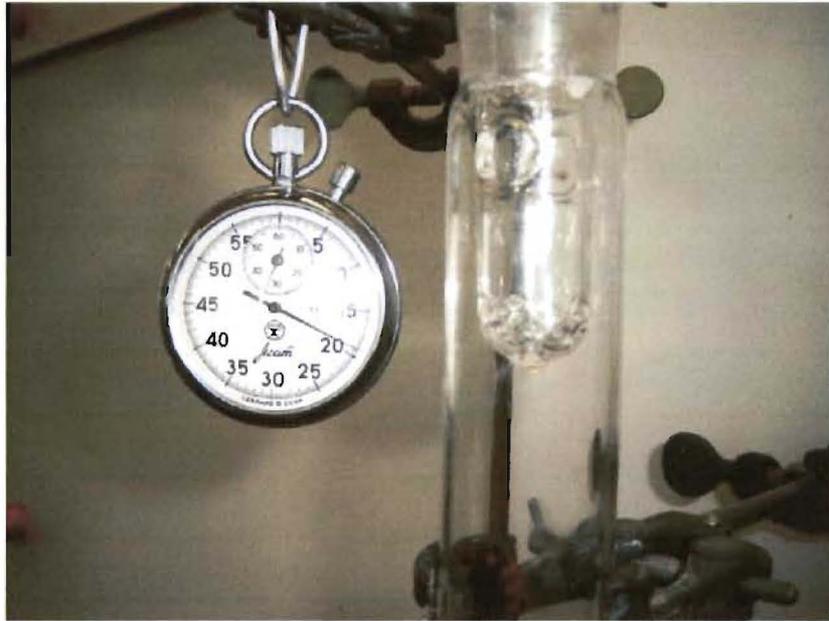


Bild 7: Verunreinigungen nach 10 min Spülen:

Wie man erkennen kann, sind die Wasch- und Lösereaktionen sehr schnell



Bild 8: Verunreinigungen nach 35 min Spülen:



Es ist deutlich zu erkennen, dass die Verunreinigungen vollständig aufgelöst sind. Anschließend wurde die Reinigungslösung weiter optimiert.

Rückstände an Raschigringen aus einer Butadiolanlage der Firma BASF

Durchführung:

Es wurden 2000g einer 15%igen RU 4011-Lösung mit 5% Ätzkali in der Vorlage vorgelegt und auf 70 – 80°C erwärmt.

Nach Erreichen der gewünschten Temperatur, wurde die Lösung mit Hilfe einer Schlauchpumpe durch die Versuchsanlage gepumpt.

Nach 3h und 15min wurde zum Spülen der Anlage für 5min klares Wasser durch die Anlage gepumpt.

Versuchsdokumentation in Bildern:

In dieser neuen Glasapparatur kann eine echte Kolonnenanlage bestens simuliert werden



Bild 9: Raschigringe bei Versuchsbeginn

Bild 10: Raschigringe nach 200 min Reinigung:



Leider sind wir nicht in der Lage, die abgelösten Bestandteile aus dem Polymer zu analysieren, diese Rückstände faszinierten den Betriebsleiter so sehr, dass er einem Versuch zustimmte.

Bild 11: Waschlösung nach 200min Reinigen und 15min Standzeit:



Der Versuch wurde am 18.8.2005 um 10:45 Uhr begonnen und um 14:05 Uhr beendet. Beim Entfernen der Raschigringe aus der Anlage wurde festgestellt, dass die Ringe immer noch mit einem 3-Hexin-2,5-diol-Belag, wahrscheinlich in oxidierte Form, überzogen sind, welcher aber mit den bloßen Fingern von den Raschigringen geputzt werden konnte. Vorher war dies nicht möglich, die Ringe waren auf der Oberfläche polymerisiert.

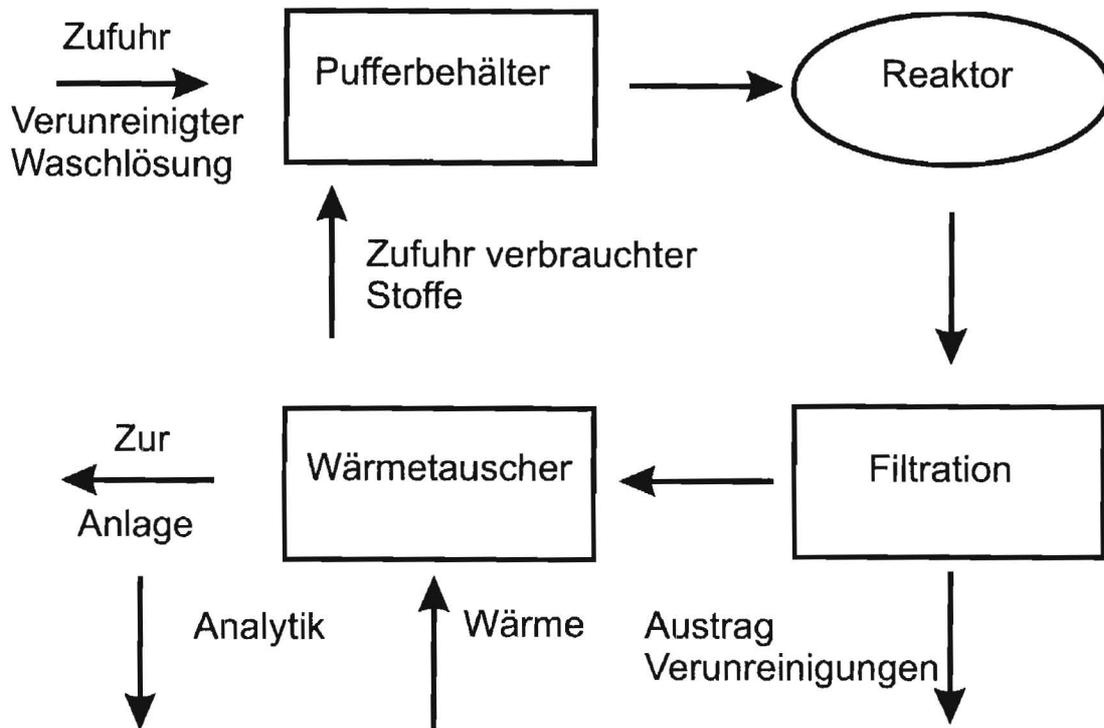
3.3 Verfahrensentwicklung

Die weitere Verfahrensentwicklung erfolgte auf Basis der Laborversuche, die zusätzlich mit Versuchen an realen Anlagen ergänzt wurden. Dabei lagen die Schwerpunkte auf der Optimierung der einzusetzenden Waschlösung und dem an den Chemieanlagen zu verwendenden Aufbau einer Reinigungsapparatur.

Der Grundaufbau der Reinigungsanlage besteht aus einem Vorratsbehälter für die Waschlösung, einer Heizung für die Waschlösung, Reinigungsstufe für die zurückgeführte Waschlösung, Austrag der Rückstände sowie Pumpen und Anschlussleitungen. Die Auslegung der Anlage erfolgte in Modulen, so dass sie unterschiedlichen Standorten und Reinigungsverfahren angepasst werden kann.

Das folgende Blockbild zeigt den Verfahrensablauf:

Diagramm 1: Blockbild des Verfahrensablaufs

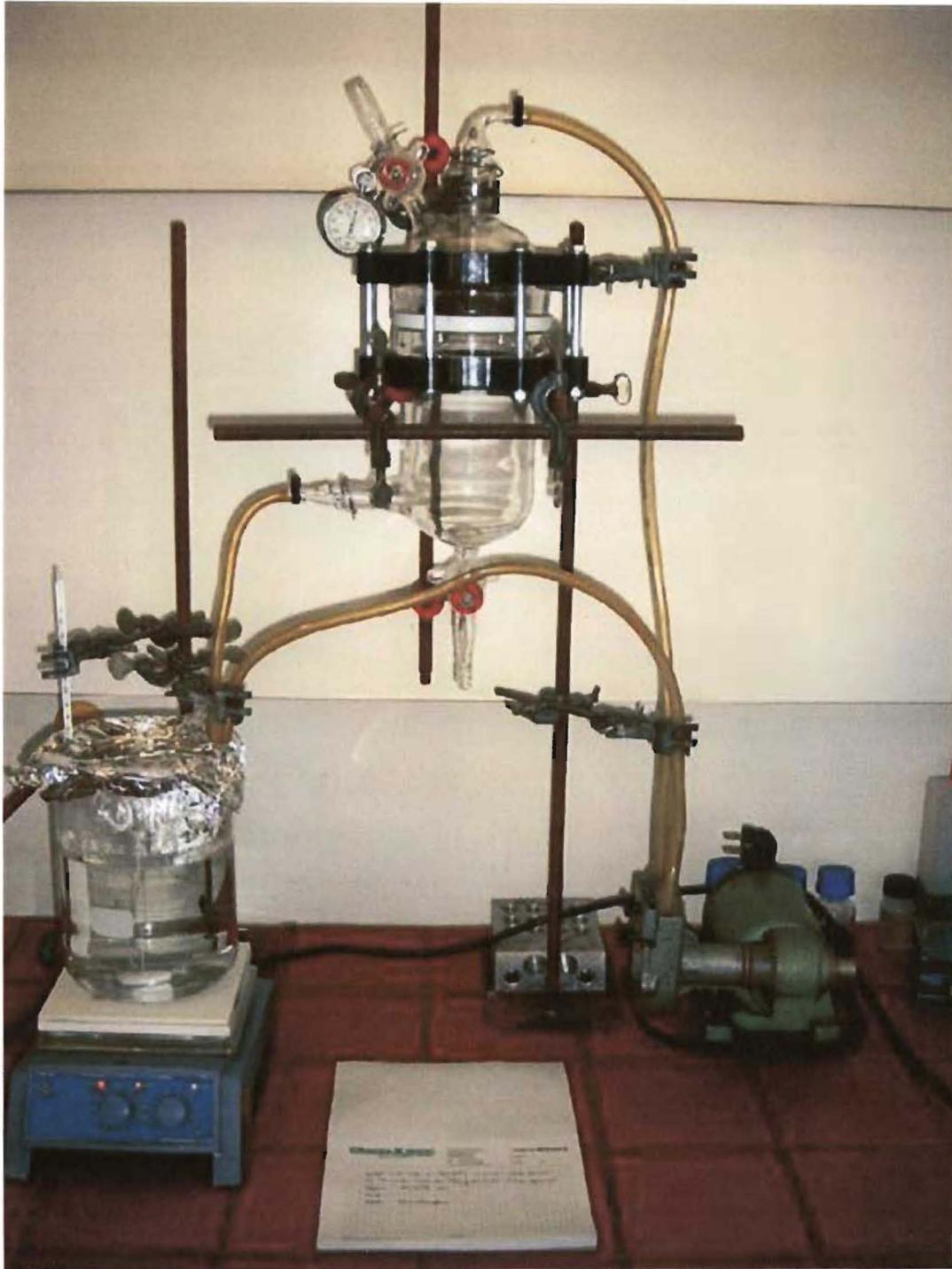


Die Waschlösung wird im Kreislauf gefahren, dabei wird die aus der Anlage kommende, verunreinigte Lösung zunächst in einem Pufferbehälter um verbrauchte Anteile ergänzt. Im anschließenden Reaktor trennen sich Verunreinigungen und Waschlösung. Die Verunreinigungen werden in einem Filter ausgetragen, die so gereinigte Waschlösung wird erwärmt und wieder der Anlage zugeführt. Die Analytik zeigt den Reinigungsgrad sowie die zur Steuerung benötigten Messgrößen wie Temperatur, Druck, pH-Wert und Reinigungsmittelverbrauch.

Die Reinigungstemperaturen liegen dabei zwischen 50 °C und 100 °C. Es werden, je nach Anlagentyp, zwischen 5 m³ und 100 m³ Reinigungslösung pro Stunde umgepumpt.

Reinigungsversuch für die Wacker Chemie

Bild 12: Versuchsaufbau:



Das Bild zeigt die gesamte Glasapparatur, in diesem Fall ist nur ein Boden eingebaut.

Versuchsdurchführung:

In der Versuchsanlage werden auf dem Zwischenboden die Verunreinigungen aus verschiedenen Anlagen der Firma Wacker aufgelegt:

F305 K-301: 8,62g mittig

F307 K-302: 3,36g rechtsseitig

F324 K-304: 6,76g linksseitig

Die Verunreinigungen bestehen aus verschiedenen Polyacetaten.

Anschließend wird eine 10%ige Q1-1100 E (modifiziert)-Lösung mit 5% Ätznatron vorgelegt und auf 70-80°C erwärmt.

Nach Erreichen der gewünschten Temperatur wird die Lösung mit Hilfe einer Schlauchpumpe durch die Anlage gepumpt.

Menge : ca. 1 Liter / min.

Der Versuch wird am 24.01.06 um 14:15 Uhr begonnen.

Dauer : 13,5 Stunden

Bildergalerie:

Bild 13: Verunreinigungen vor dem Versuchsbeginn:



Links: Verunreinigungen F 307 K-302
Mitte: Verunreinigungen F 305 K-301
Rechts: Verunreinigungen F 324 K-304

Bild 14: Verunreinigungen nach 210 min Spülen:



Bild 15: Verunreinigungen nach 820 min Spülen:

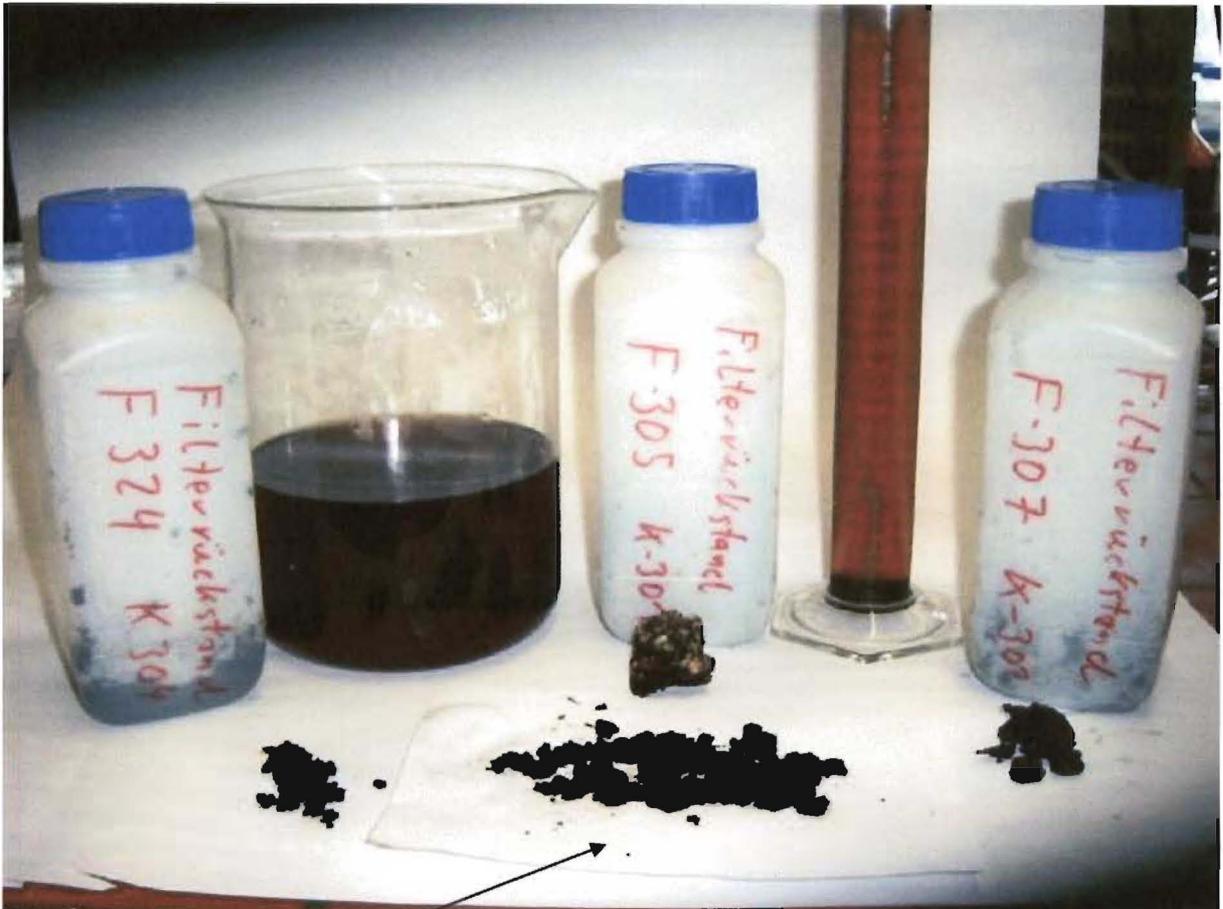


Anhand der Bilderfolge erkennt man, wie sich über die Zeit mit konstantem Druck der Reinigungslösung die Ablagerungen auflösen.

Bild 16: Reinigungslösung nach Beenden des Versuches:
man erkennt die Kohlenstoffteilchen, die in der Lösung dispergiert schweben und sich langsam absetzen.



Bild 17: Verunreinigungen und Lösung nach Beendigung des Versuches:



Ausgewaschener Restschmutz aus der Lösung eliminiert.

Fazit:

Diese Versuchsdauer für diese Ablagerungen ist zu lange, zeigt uns aber, dass wir die Ablagerungen aus den Anlagen herauswaschen können.

Trotz der langen Versuchszeit dürfen wir hochrechnen, dass bei Zerlegen der Anlage Sowohl die Reinigungszeit größer wäre, abgesehen von der Zeit für Demontage und Montage und Dichtigkeitsprobe.

Daraus ergibt sich die Weiterentwicklung über das Produkt Reiniger 1025 zu Reiniger 1025-2.

Reinigungsversuch für die Wacker Chemie

Bild 18 Versuchsaufbau Wacker Chemie:



Versuchsdurchführung:

In der Versuchsanlage werden auf dem Zwischenboden 26g der Verunreinigungen aus K101 vorgelegt. Dieses Polyacetat ist ein extremes Problemprodukt aus der Endkolonne der Anlage, das bisher nur mechanisch mit Spüllanzten unter einem Druck von 2000 bis 2500 bar entfernt werden konnte.

Anschließend werden 2000g einer 5%igen Reiniger 1025-2-Lösung mit 5% Ätznatron vorgelegt und auf ca. 80°C erwärmt.

Nach Erreichen der gewünschten Temperatur wird die Lösung mit Hilfe einer Schlauchpumpe durch die Anlage gepumpt.

Menge : ca. 1 Liter / min.

Der Versuch wird am 09.03.2006 um 11:50 Uhr begonnen.

Dauer : 4,5 Stunden

Im Anschluss daran wird die Anlage mit 10L klarem, warmen Wasser durchgespült und die übergebliebenen Verunreinigungen begutachtet.

Bildergalerie:

Bild 19: Verunreinigungen vor dem Versuchsbeginn:



Bild 20: Verunreinigungen nach 265 min Spülen:



Bild 21: Verunreinigungen nach beenden des Versuches:

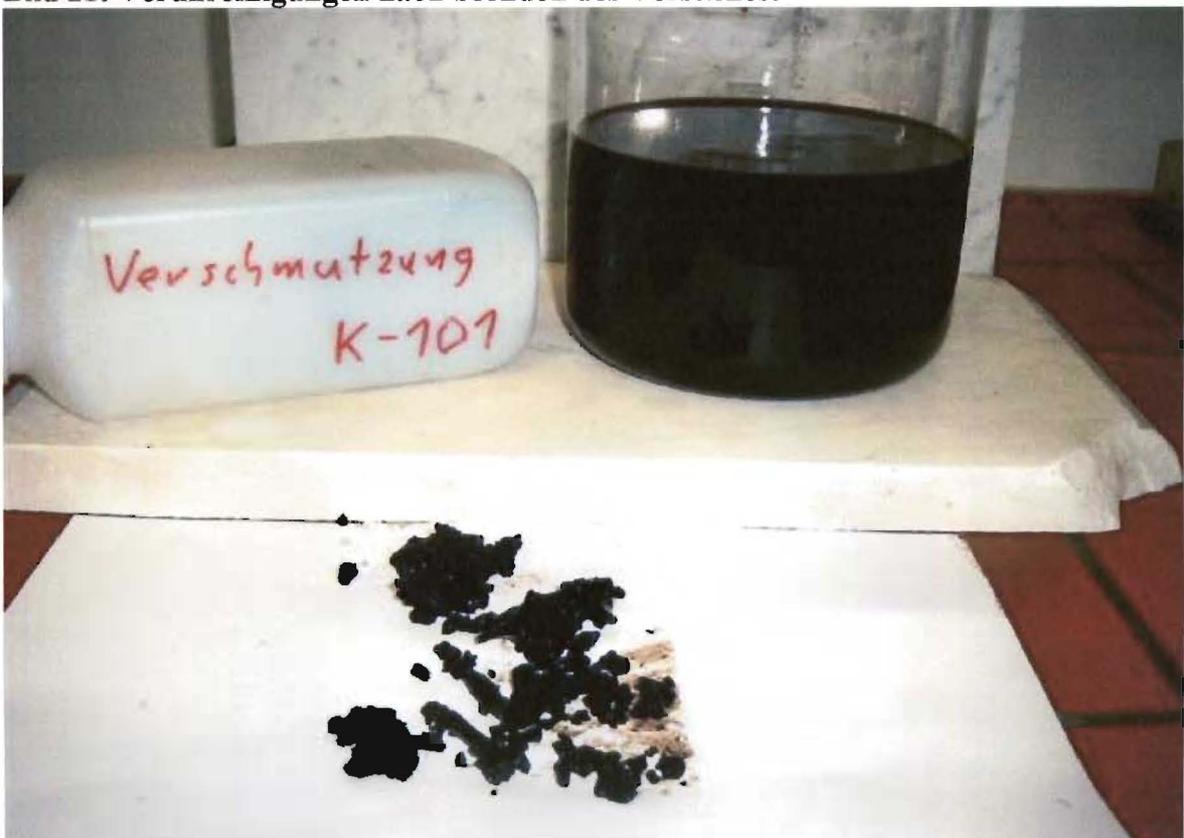


Bild 22: Verunreinigungen nach dem Spülen mit der Reinigerlösung:

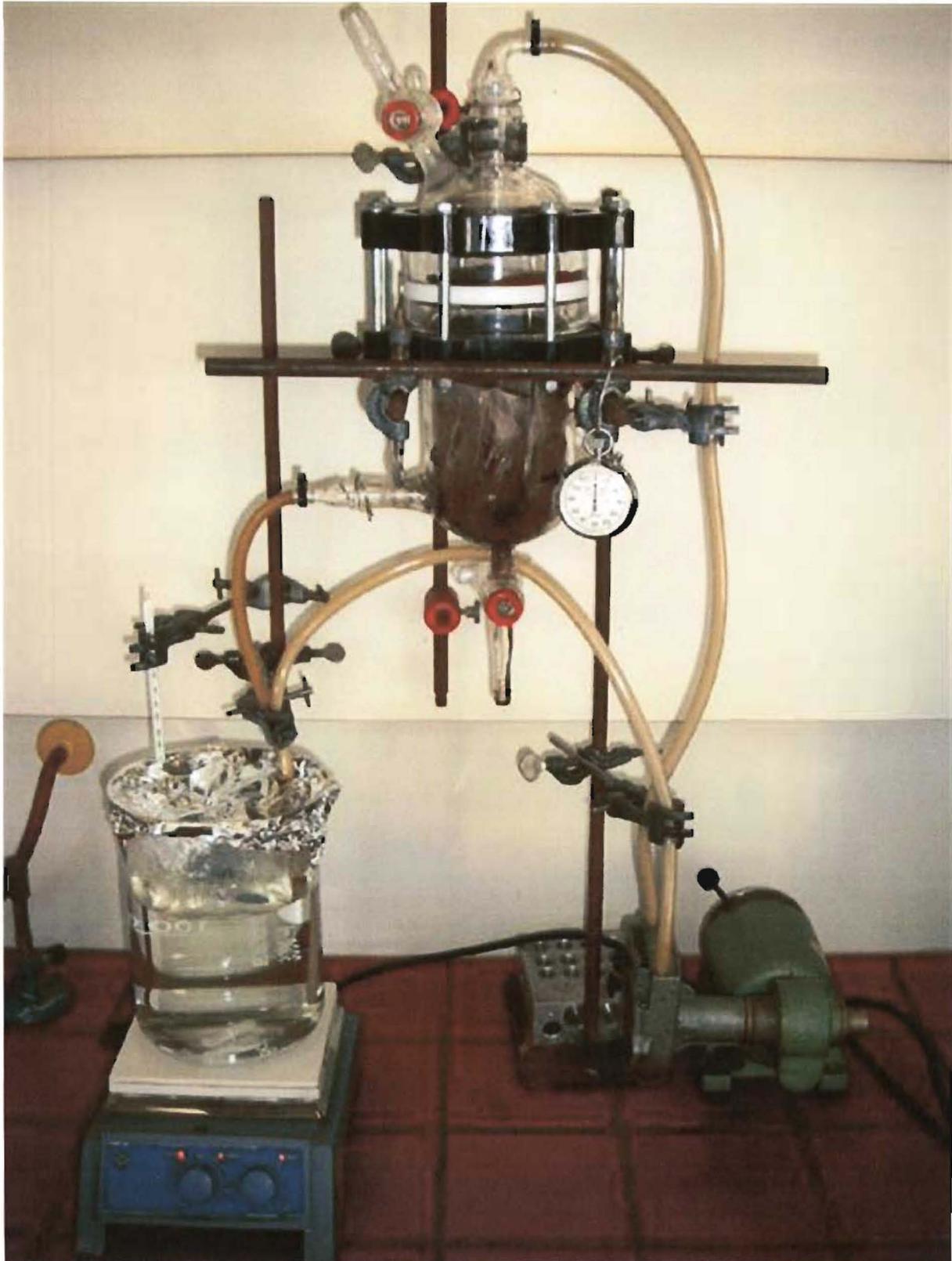


Der versuchsablauf und die Bilder belegen, dass diese problematischen Rückstände jetzt einfach nach Aufweichen durch die Waschlösung ausgespült werden können.

Aus diesem Versuchsergebnis resultierte der Versuch in der Wackeranlage VAM.

Reinigungsversuch für die Firma OMV

Bild 23: Versuchsaufbau:



2. Versuchsdurchführung:

In der Versuchsanlage werden auf dem Zwischenboden jeweils ca. 25g der Verunreinigungen aus 07J609 und 07D611 vorgelegt.

Die Ablagerung stammt aus der MEA - Rekonditionierungsanlage der Steamcracker – Anlage in der Firma OMV in Burghausen.

Die Ablagerungen sind schwer entfernbare Polymere auf Basis von Kohlenwasserstoffen im Gemisch mit Schwefelverbindungen, die Polymere sind giftig und sehr geruchsintensiv.

Anschließend werden 2000g einer 10%igen HM 2006-Lösung vorgelegt und auf ca. 80°C erwärmt. Nach Erreichen der gewünschten Temperatur wird die Lösung mit Hilfe einer Schlauchpumpe durch die Anlage gepumpt.

Menge : ca. 1 Liter / min.

Der Versuch wird am 15.03.2006 um 11:45 Uhr begonnen.

Dauer : 1 Stunde 20min

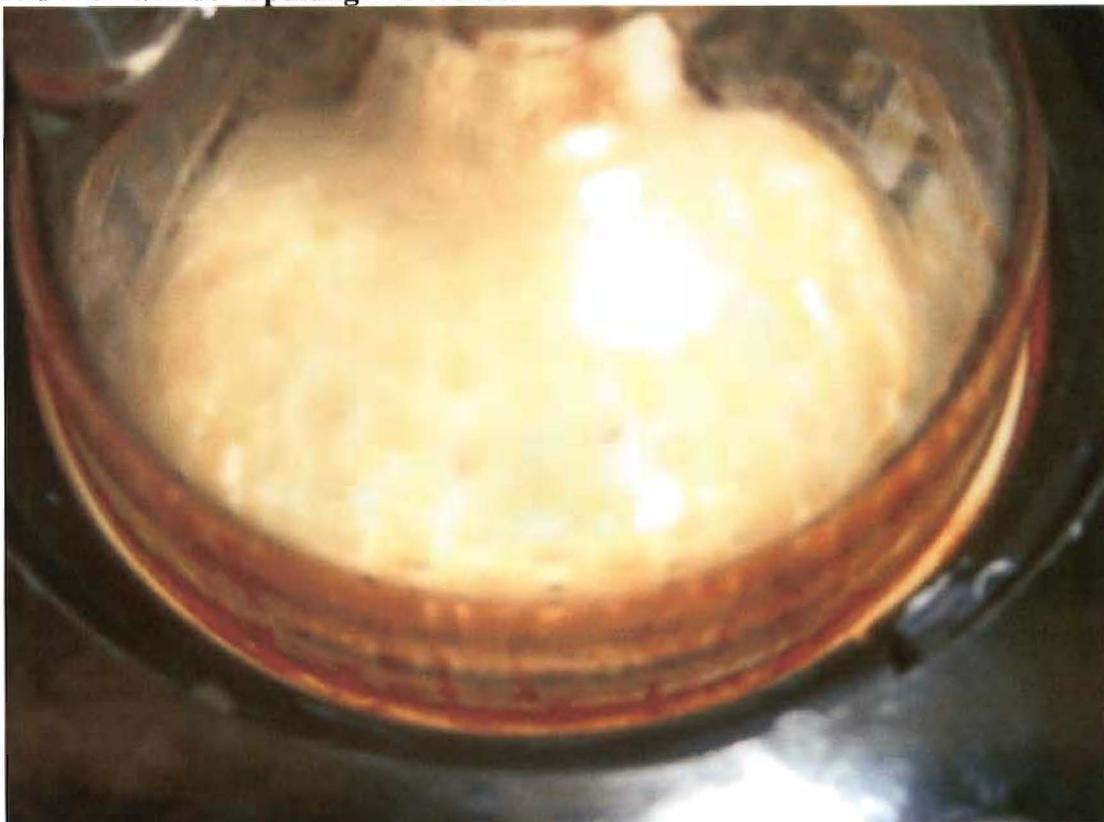
Im Anschluss daran wird die Anlage mit 10L klarem, warmen Wasser durchgespült.

Bildergalerie:

Bild 24: Verunreinigungen vor dem Versuchsbeginn:



Bild 25: Nach der Spülung mit Wasser



Fazit:

Anhand dieses Versuches werden wir bei der Großabstellung im September 2007 diese Anlage mit unseren Chemikalien reinigen, immerhin eine Anlage mit vielen Kolonnen und Wärmetauschern und Kesseln mit einem Volumen von ca. 120 m³.

3.4 Betrieb der Modellanlage

Parallel zur Anlagenentwicklung wurden die Versuche mit der Modellanlage weitergeführt, um die Rezepturen der Waschlösungen weiter zu verbessern. Zusätzlich wurden Versuche bei den Anlagenbetreibern mit provisorischen Versuchsaufbauten durchgeführt, um die Anlagentechnik zu verbessern. Die Ergebnisse dieser Probeläufe mündeten in den Bau einer Prototypanlage.

3.5 Bau eines Prototypen

Nach Abschluss der Verfahrensentwicklung und dem Betrieb der Modellanlage erfolgte der Bau des Prototypen. Das folgende Bild zeigt den Aufbau der Reinigungsanlage in einem Versuch bei der VAM-Anlage der Wacker-Chemie.

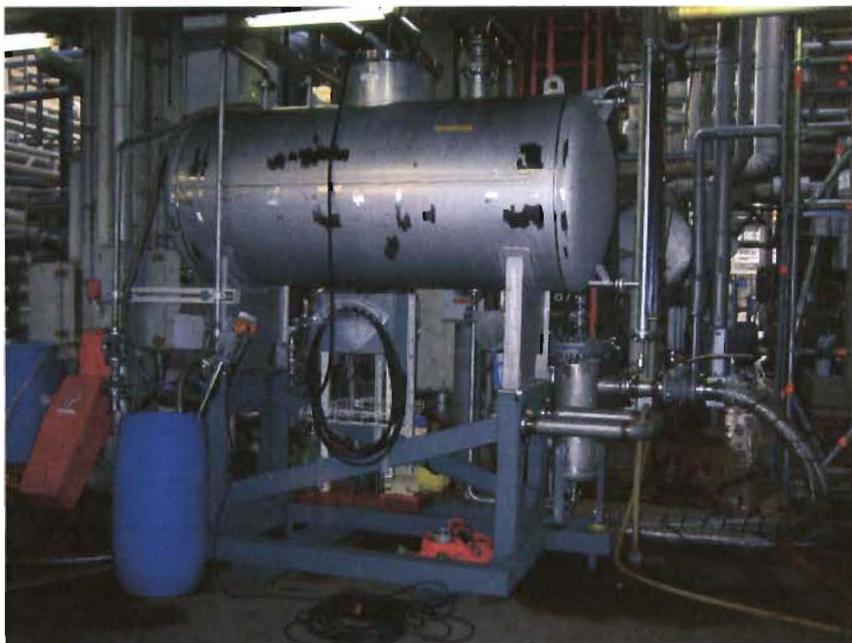


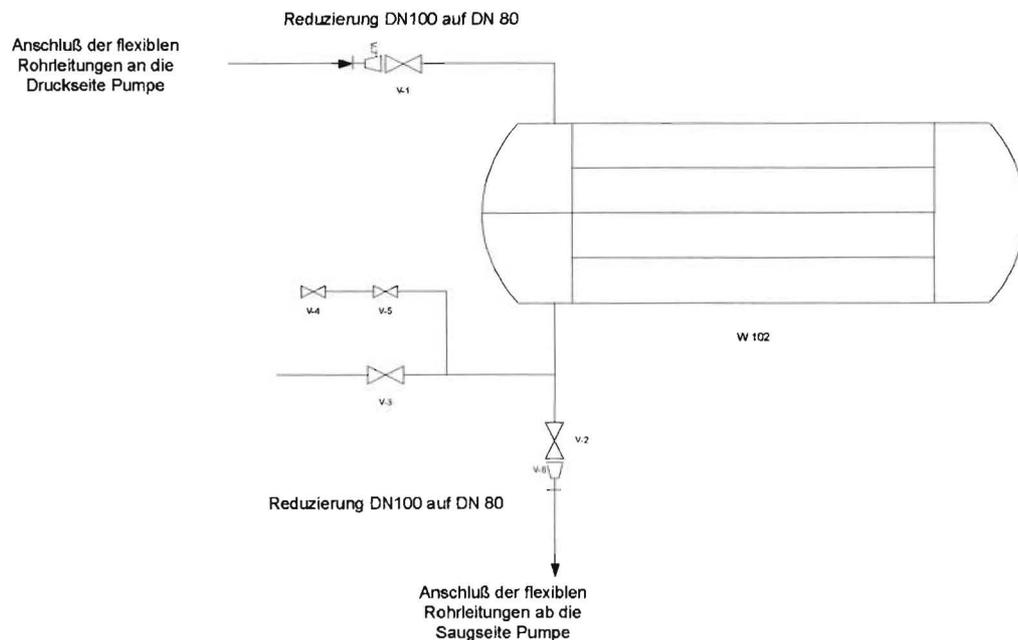
Bild 26: Prototyp der Reinigungsanlage

Bild 27: Prototyp mit Mess- und Steuerungseinrichtungen



Die Anlage ist auf einem Gestell montiert, das den Transport zu den zu reinigenden Standorten erleichtert. Die zusätzlichen Aggregate wie Pumpen, Schläuche und Filter können den jeweiligen Anforderungen angepasst hinzugefügt werden. Die Steuerung der Anlage erfolgt manuell, zur Überwachung des Verfahrens sind Druck-, Temperatur- und Durchflussmessenrichtungen installiert.

Diagramm 2: Anlagenschema



3.6 Versuche an realen Anlagen

Zunächst wurde im März 2006 eine Versuchsreinigung in der VAM - Anlage an einem Wärmetauscher durchgeführt, dafür hatten wir die Reinigungsunit, siehe Bilder oben, vor Ort gebracht und eingesetzt.

Ca. 800 Liter einer wässrigen Lösung mit 5 % Natronlauge und

100 Kg Reiniger 1025-2 wurden in der Reinigungsanlage vorgelegt. Die Anlage war mit Schläuchen an den Wärmetauscher angeschlossen und mittels der Pumpe

wurde die Reinigungslösung durch die Innenrohre gepumpt, mantelseitig wurde der Wärmetauscher mit Dampf beheizt bis 80 – 90 °C erreicht waren, Dampf abstellen. Zeit 5 Stunden, Spülen ca. 3 Stunden.

Nach Öffnen des Wärmetauschers konnte festgestellt werden, dass die Reinigung erfolgreich war, so wurden wir kurzfristig aufgefordert, Ende September 2006 eine weitere Reinigung in der VAM-Anlage durchzuführen.

Hierzu wurde die gebrauchte Reinigungslösung aus dem Frühjahr aufbewahrt, siehe oben. Zusätzlich wurden viele Eigenversuche durch das Wackerpersonal in der Zwischenzeit durchgeführt. Der wichtigste Versuch war folgender: in den Anlagen sind Filter in Form eines Eimers verbaut, diese bestehen aus feinstem Drahtgewebe. Diese Filter sind sehr aufwendig zu reinigen, da hohe Temperaturen und sehr hoher Wasserdruck benötigt wird. Die Filter wurden in den gebrauchten Reiniger bei Normaltemperatur ca. 2 - 4 Stunden eingehängt, herausgenommen und mit normalem Wasserstrahl abgewaschen!

Da auch diese Reinigung erfolgreich war, wurden aus vielen Abteilungen Filter in die VAM-Anlage gebracht und dort nach dieser Methode gereinigt.

Eine weitere Reinigung fand in einer Anlage für Vinylacetat statt, es handelt sich um die Endkolonne, es sollten beide Wärmetauscher gereinigt werden und die gesamte Peripherie an Leitungen. Die vorhandene, gebrauchte Reinigungsflüssigkeit wurde analysiert, der Gehalt an Natronlauge wurde wieder neu auf 5 % eingestellt, der Gehalt an unserem Produkt Reiniger 1025-2 mußte auch angehoben werden.

Es wurden 2.000 Liter Flüssigkeit eingesetzt und von unserem Reiniger 1025-2 wurden 100 Liter dazu gegeben, Gesamtgehalt an Reiniger 1025-2 betrug 9 %. Nachdem die Anschlüsse der Unit mit Hin - und Rückleitung an das VAM-System angeschlossen war, wurden die Wärmetauscher mit Dampf beheizt und gleichzeitig die Umwälzpumpe in Betrieb genommen. Bei einer Temperatur von 90 °C im System wurde die Heizung abgestellt. Die Laufzeit der Reinigung betrug 5 Stunden. Danach wurde zirkuliert ohne Heizung. Nach Erreichen von 80 °C wurde die Reinigerlösung in 2 Container abgepumpt.

Das System wurde nun an das öffentliche Wassersystem angeschlossen und 2 Stunden gespült, bis keine schwarze Kohle mehr festgestellt wurde. Damit war die Reinigung erfolgreich abgeschlossen, ohne Demontage der Wärmetauscher, welches erhebliche Zeiteinsparung bedeutet.

Die zu dieser Anlage zugehörige Endkolonne wurde mit zwei Höchstdruckreinigungsanlagen über 38 Stunden relativ sauber gespritzt.

Nach einer Laufzeit von guten 3 Monaten zeigen sich in der Kolonne geringe delta P-Werte, die eine starke Wiederanschmutzung anzeigen, während die Wärmetauscher mit sehr guten Werten weiterarbeiten. Normaler Weise verschmutzen die Wärmetauscher vor der Kolonne, damit zeigt sich, dass unsere chem. Reinigung sehr effektiv ist und weniger Abststellungen in Aussicht stellt.

Weitere Reinigungseinsätze sind für die Zukunft geplant, insbesondere soll bei einer Großabstellung in 2007 die gesamte Anlage mit dem neuen Verfahren gereinigt werden.

4. Öffentlichkeitsarbeit und Präsentation

Die Firma Chemie X 2000 wird das Verfahren zukünftig allen Betreibern der entsprechenden Chemieanlagen vorstellen. Hierzu wird eine Beschreibung des Verfahrens erstellt, die als Broschüre an die Betreiber versendet werden soll.

Zusätzlich wird das Verfahren auf den von der Chemie X 2000 besuchten Messen und Tagungen vorgestellt.

Zur weiteren Verbreitung des Verfahrens finden Verhandlungen mit einschlägigen Reinigungsfirmen statt, die eine Lizenz des Reinigungsverfahrens erwerben können.

5. Fazit

Mit der erfolgreichen Entwicklung des Reinigungsverfahrens konnte ein bisher umweltbelastendes und risikoreiches Vorgehen bei der Reinigung der Chemieanlagen erheblich verbessert werden. Unsere Kunden haben neben erheblicher Zeiteinsparung den Vorteil, dass keine Emissionen aus den Anlagen die Umwelt belasten, ein Vorteil für DIN / ISO 14001.

Für die Chemie X 2000 wurde damit ein weiterer Markt sowohl für die Reinigungsprodukte, als auch für die Durchführung der Reinigung eröffnet.