

**EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

Anmeldenummer: 89108089.7

Int. Cl.4: **C22B 43/00**

Anmeldetag: 05.05.89

Priorität: 12.05.88 DE 3816282

Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
15.11.89 Patentblatt 89/46

Benannte Vertragsstaaten:  
AT BE CH DE ES FR GB GR IT LI LU NL SE

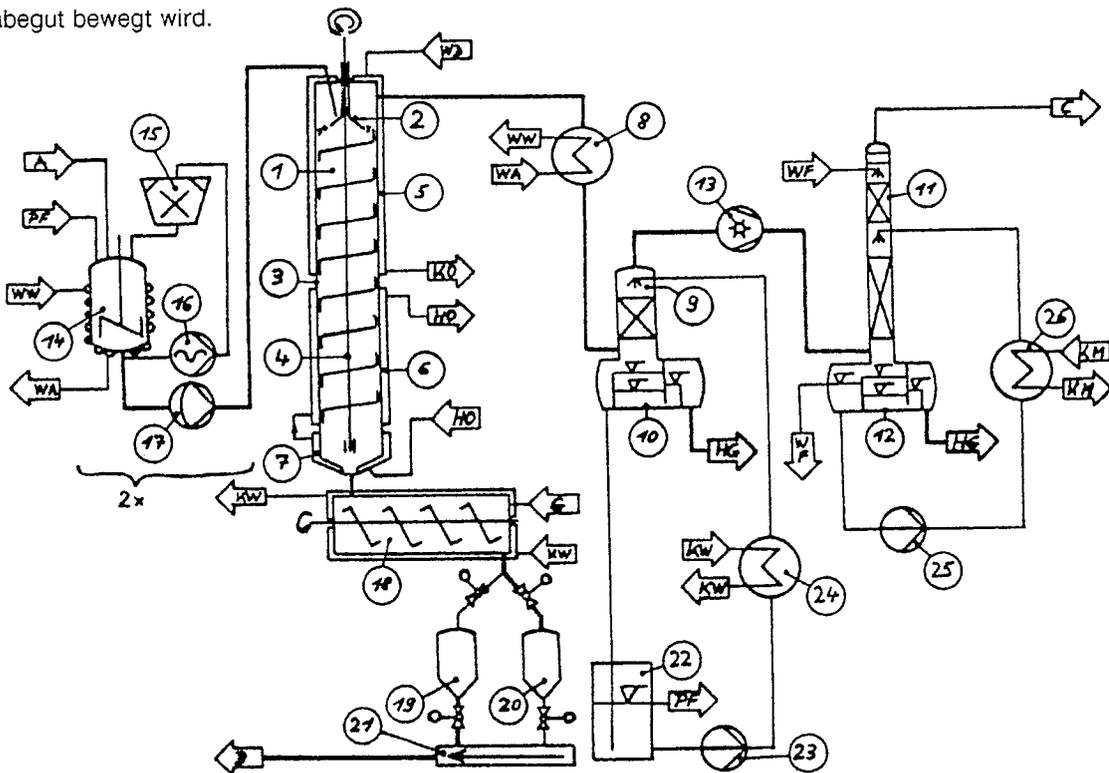
Anmelder: Bernecker, Gerhard, Dipl.-Ing.  
Ginsterweg 14  
D-6940 Weinheim/Bergstrasse(DE)

Erfinder: Bernecker, Gerhard, Dipl.-Ing.  
Ginsterweg 14  
D-6940 Weinheim/Bergstrasse(DE)

Vertreter: Ratzel, Gerhard, Dr.  
Seckenheimer Strasse 36a  
D-6800 Mannheim 1(DE)

**Verfahren zur destillativen Reinigung quecksilberhaltiger Stoffe bzw. Stoffgemische.**

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur destillativen Reinigung quecksilberhaltiger Stoffe bzw. Stoffgemische und/oder zur Gewinnung von Quecksilber aus denselben, das dadurch gekennzeichnet ist, daß das Aufgabegut als Feststoff-Flüssigkeits-Suspension oder -Lösung in den Destillationsapparat eingespritzt oder in ihm zerstäubt bzw. versprüht wird, vorzugsweise durch einen Rotationszerstäuber, sowie dadurch, daß bei einem geringeren Druck als 1 bar, bei Unterdruck gegenüber atmosphärischem Druck bzw. Vakuum gearbeitet wird und daß das Aufgabegut bewegt wird.



EP 0 341 580 A2

## Verfahren zur destillativen Reinigung quecksilberhaltiger Stoffe bzw. Stoffgemische

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur destillativen Reinigung quecksilberhaltiger Stoffe bzw. Stoffgemische und oder zur Gewinnung von Quecksilber aus denselben.

Das Verfahren gemäß dem Stand der Technik wird im folgenden anhand der Aufarbeitung Hg-haltiger Aktivkohle bzw. der Gewinnung von metallischem Quecksilber aus Erzen oder Konzentraten beschrieben.

5 Verfahren zur Gewinnung von Quecksilber durch Trockendestillation aus quecksilberhaltigen Stoffen sind aus der Verhüttung von quecksilberhaltigen Erzen oder Mineralien bekannt. Ebenso ist es bekannt, quecksilberhaltige Rückstände, z.B. aus der Azetaldehydelektrolyse oder Aktivkohleschlämme aus der Chloralkalielektrolyse durch eine solche Trockendestillation von Quecksilber zu reinigen. Diese Verfahren nach dem Stand der Technik beinhalten, daß das Aufgabegut vor dem Einbringen in den Destillationsapparat möglichst weit getrocknet wird, um bei dem Destillationsprozeß nicht auch noch zusätzlich die Verdampfungswärme für das Wasser aufbringen zu müssen, das vorher durch Trocknen demzufolge zu entfernen ist. Wenn bei der Quecksilberverhüttung z.B. eine Anreicherung des Rohmaterials durch Flottation durchgeführt wurde, so strebt man vor dem Einsatz des Materials in den Destillations- bzw. Röstöfen eine Reduzierung des Feuchtigkeitsgehaltes auf ca. 8 bis 10% an. Quecksilberhaltige Rückstände werden nach dem Stand der Technik durch mechanische Trennverfahren ebenfalls entwässert, bevor das Quecksilber durch thermische Behandlung des Aufgabegutes destillativ entfernt wird; so werden z.B. quecksilberhaltige Schlämmer aus der Chloralkalielektrolyse durch Filterpressen im Feuchtigkeitsgehalt auf ca. 20 bis 45 Gew.-% reduziert.

Die bekannten Destillationsapparate für die Quecksilbergewinnung bzw. Reinigung von Stoffen von Quecksilber lassen sich danach unterteilen, ob und wie das Einsatzmaterial in ihnen bewegt wird während des Destillationsprozesses.

Bei einer Variante wird das Material nicht bewegt. Es ruht in einer oder mehreren Schichten entweder direkt auf Wandungen des Destillationsapparates oder auf Blechen, auf die es vorher aufgebracht wurde und die dann in den Destillationsapparat eingebracht werden. Diese Apparate werden bevorzugt angewendet, wenn feinkörniges oder pulverförmiges Material behandelt wird, um den Staubaustrag mit den Dämpfen und Gasen gering zu halten, die aus dem Destillationsapparat abgeleitet werden. Es handelt sich bei diesem Verfahren um einen Chargenbetrieb mit der Aufheizung von inerten Massen.

In einer anderen Variante wird das Material während des Destillationsprozesses geringfügig bewegt, wandert aber während des Prozesses durch die Destillationsapparatur durch. Dieses Prinzip wird vorzugsweise angewendet bei der Verhüttung von quecksilberhaltigen Mineralien, z.B. in Schachtöfen ohne oder mit Einbaut.

Eine dritte Variante beinhaltet, daß das Material während des Destillationsprozesses bewegt wird, um Stoff- und Wärmeübergangsprozesse während des Destillationsvorganges zu verbessern. Hierfür sind nach dem Stand der Technik Drehrohröfen bekannt. Diese funktionieren, in dem ein mit seiner Achse waagrecht aufgestelltes oder gegen die Waagrechte leicht geneigtes Drehrohr langsam um seine Achse rotiert. Dadurch kommt das Gut immer mit neuen Teilen der Wandung in Berührung bzw. wird im Gegensatz zu einer ruhenden Schicht, immer anderer Oberfläche der Ofenatmosphäre ausgesetzt. Bei waagerechter Anordnung werden Drehrohrapparate in der Regel im Chargenbetrieb beschickt und entleert. Bei leicht geneigter Anordnung wandert das zu behandelnde Material in Neigungsrichtung der Achse durch den Drehrohröfen, wobei die Aufenthaltszeit von der eingestellten Drehzahl bestimmt wird. Es ist auch bekannt, im Innern der Drehrohre Einbauten anzubringen, die eine Verkleinerung des Materials verhindern sollen und Bewegungen des Gutes unterstützen.

Die bekannten Verfahren zur Destillationsbehandlung quecksilberhaltiger Stoffe können ferner danach unterschieden werden, ob die Destillation

- 45 - bei Atmosphärendruck oder leichtem Unterdruck,
- oder im Vakuum durchgeführt wird.

Für die oben angeführten Apparate ist beides bekannt. Die bekannten Apparate zur Behandlung quecksilberhaltiger Stoffe werden etwa bei Atmosphärendruck betrieben. Es wird ein leichter Unterdruck eingestellt, der zum Zweck hat, Leckagen von der Ofenatmosphäre nach Außen zu verhindern, zur Verhinderung von Quecksilberverlusten an die Umgebung, ebenso wie aus Gründen des Arbeitsschutzes wie auch zur Erhöhung der Quecksilberausbeute.

Der Unterdruck im Destillationsapparat beträgt in der Regel nur einige Millimeter Wassersäule, nicht jedoch weniger als 0,9 bar absoluten Druck.

Bekannt ist ferner, daß bei der Destillation quecksilberhaltiger Stoffe Staubbildung aus dem Gut Probleme bereitet in der nachgeschalteten Kondensation. Aus den Gewinnungsverfahren von Quecksilber-

hütten ist bekannt, daß das Kondensationsprodukt stets zu einem mehr oder weniger großen Teil aus einem mit metallischem Quecksilber durchsetzten feuchten oder schlammigem Material, das man "Stupp" nennt stammt. Die Stupp-Bildung wird bei Verfahren gemäß dem Stand der Technik durch folgende Faktoren begünstigt:

- 5 Anwesenheit von Kohlenstoff, feinkörnige Beschickung und bei einer Bewegung des Gutes.

Bei den bekannten Verfahren erfolgt die Beheizung der Destillationsöfen entweder direkt, z.B. durch Flammen oder Rauchgase, oder indirekt über eine der Wandungen, z.B. durch Flammen oder elektrisch.

- Die Verfahren, die bei atmosphärischem Druck oder leichtem Unterdruck zur Reduzierung der Leckagen arbeiten, und das sind im wesentlichen alle, bei denen das Gut während des Destillationsprozesses bewegt wird, sind dazu hohe Temperaturen, über ca. 400 bis 600 °C, erforderlich. Andernfalls ist der Restgehalt an
- 10 Quecksilber in den behandelten Stoffen zu hoch.

- Bei diesem Temperaturniveau ist das Einbringen der erforderlichen Wärme im indirekten Wärmeaustausch durch kondensierenden Dampf eines Heizmediums oder Abgabe der Wärme einer Wärmeträgerflüssigkeit technisch unter wirtschaftlichen Bedingungen nicht möglich. Bei Destillationsöfen, in denen das Gut
- 15 während des Destillationsprozesses nicht bewegt wird, ist das Arbeiten im Vakuum bekannt. Unter diesen Bedingungen ist eine indirekte Beheizung mit Betriebsmitteln wie Wasserdampf oder Wärmeträgeröl bekannt. Eine solche Beheizung ist wünschenswert, weil sie bessere Wärmeübergangszahlen ergibt, als eine Beheizung mit gasförmigen Medien. Insgesamt ist eine indirekte Beheizung wünschenswert, denn bei einer direkten Beheizung wird die Abgasmenge größer und damit steigen die Quecksilberverluste aufgrund
- 20 des Quecksilberpartialdrucks an. Bei Quecksilberhütten ist dies die Hauptverlustquelle. Bei einer direkten Beheizung ist weiterhin die Gefahr eines Mitreißen von Staub größer, infolge höherer Strömungsgeschwindigkeiten im Ofen. Weiterhin herrscht Brandgefahr, wenn quecksilberhaltige Aktivkohle von Quecksilber befreit werden soll.

- Destillationsöfen mit im wesentlichen ruhendem Gut haben den Nachteil eines schlechten Wärme- und
- 25 Stoffübergangs. Schichten können verkrusten, insbesondere bei feinkörnigen Stoffen wie z.B. Aktivkohle in Pulverform. Es existiert kein ausreichender Transportmechanismus durch die ruhende Gutschicht zur Schaffung eines ausreichenden Partialdruckgefälles für Quecksilber. Infolgedessen ergeben sich lange Behandlungszeiten in den Öfen. Die gemäß dem Stand der Technik übliche Reduzierung des Wassergehaltes vor Einbringung in den Destillationsapparat ist auch zu betrachten im Hinblick auf Staubbildung im
- 30 Destillationsapparat und Einführung von Staub in die Kondensationsstufe. Durch die Reduzierung des Wassergehaltes im Aufgabegut, soll die im Destillationsapparat verdampfende Wassermenge reduziert werden. Bei direkt beheizten Öfen kann dadurch die Rauchgasmenge geringer gehalten werden. Bei indirekt beheizten, insbesondere bei solchen mit ruhendem Gut, kann die Ofendurchlaufzeit verkürzt werden.

- Die Aufheizung und Verdampfung erfolgt beispielsweise über elektrische Heizelemente, die im Innern
- 35 des Ofens angeordnet waren.

Wärmeübergang findet statt

- durch Strahlung von den Heizelementen an die Haube,
- von der Haube wiederum durch Strahlung an die Horden,
- von diesen durch Wärmeleitung und Strahlung an das Aufgabegut.

- 40 Bei jeder Charge müssen große Ballastmassen Stahl mit aufgewärmt und abgekühlt werden. Dies ist sehr energieaufwendig. Außerdem kann durch die trägen Wärmeübertragungsvorgänge nur eine Ofenbeschickung in 24 Stunden durchgeführt werden.

- Um bei dem herrschenden Atmosphärendruck eine hinreichende Entquickung des Materials zu bewirken, müssen Heiztemperaturen bis zu 550 °C realisiert werden. Der Restgehalt in dem behandelten Gut
- 45 bewegt sich in dem Bereich von etwa 20 bis 50 mg/Hg pro kg Material. Einer weiteren Reduzierung sind Grenzen gesetzt durch fehlende Stoffaustauschmechanismen der Atmosphäre im Innern der Haube mit der ruhenden Schicht von Aufgabegut auf den Hordenblechen. Eine Bewegung des Gutes ist von der Konstruktion her nicht möglich. Sie verbietet sich auch bei diesem Verfahrensprinzip; denn nach dem Verdampfen des Wassers (Viele A-Kohlen stammen aus Naßfiltrationen und führen noch einen Feuchtig-
- 50 keitsgehalt mit) besteht sonst die schon zuvor erwähnte Gefahr von exothermen Reaktionen durch Verpuffung oder Brand. Außerdem wird sonst zu viel Aktivkohlestaub in die nachgeschaltete Einspritzkondensation mitgerissen.

- Mit Beendigung der Schicht der im Einsichtbetrieb betriebenen Anlage wird die Ofenbeheizung abgestellt. Die Öfen werden mit den Einsatzwagen und dem Einsatzmaterial bis zum Beginn der Schicht am
- 55 nächsten Morgen stehen gelassen zum Abkühlen durch natürliche Konvektion. Um die Öfen in dem 24-Stunden-Rhythmus während der Schicht wieder beladen und aufheizen zu können, müssen die Einsatzwagen zu Beginn der Schicht gewechselt werden. Dazu muß an dem noch nicht bis auf Umgebungstemperatur abgekühlten Einsatzwagen im Ofen die Flanschverbindung zur Abgasreinigung gelöst werden. Der

wiederum durch Muskelkraft aus dem Ofen gezogene Einsatzwagen wird dann zum weiteren Erkalten stehen gelassen. Das flüssige Quecksilber, das sich in den Sammelrohr unter dem Einsatzwagen angesammelt hatte wird mit Schwerkraft im offenen Fluß in ein Sammelgefäß abgelassen, mit dem Gabelstapler zum Sammelbehälter der Hg-Abfüllung gefahren und dort in diesen abgelassen.

5 Die vielen offenen Hantierungen mit quecksilberhaltigem Material oder Quecksilber, teilweise bei erhöhten Temperaturen, sind für den Arbeitsschutz problematisch. Es besteht ein Problem, die MAK-Werte für Hg bei dem beschäftigten Personal einzuhalten.

Nach dem Abkühlen des Hordenstapels auf dem Ofen-Einsatzwagen wird die Haube gezogen. Die Hordenbleche auf den Einsatzwagen werden mittels Gabelstapler zum Entleerungsplatz transportiert. Mit  
10 einer Vakuumsauganlage wird das behandelte Material in Transportverpackungen zur Deponie umgefüllt.

Für die zweite dieser Aufgaben gilt, daß keine großen Wärmemengen zu übertragen sind und indirekte Beheizung mit einem organischen Wärmeträgermedium vorgesehen ist, bei dem erfindungsgemäßen Verfahren.

15 Mit dem Verfahren und der Vorrichtung gemäß vorliegender Erfindung kann Quecksilber aus quecksilberhaltigen Stoffen gewonnen werden.

Ferner werden damit Gase bzw. Dämpfe zur Kondensationsstufe geführt, die infolge der ausgeübten Waschwirkung der aufgegebenen Suspension wenig Staub enthalten. Ohne diese Waschwirkung wäre die vorgesehene Bewegung des Gutes im Apparat nicht möglich, da zuviel Staub ausgetragen würde, insbesondere bei Behandlung von Aktivkohle, die schon pulverförmig vorliegt, die vermahlen würde oder  
20 durch Abrieb von körniger Kohle entsprechende Staubanteile erhalten hat. Gerade bei der Behandlung von Aktivkohle liegen alle Merkmale vor, die nach dem bekannten Stand der Technik Stupp-Bildung begünstigen:

- Kohlenstoffgehalt,
- Feinkörnigkeit,

25 - Bewegung in dem Destillationsapparat.

Durch die Möglichkeit des Arbeitens im Vakuum beim erfindungsgemäßen Verfahren kann die indirekte Beheizung mit Dampf und/oder einer Wärmeträgerflüssigkeit realisiert werden,

Nicht bekannt ist es bisher, Destillationsöfen für Quecksilber, in denen das Gut während des Destillationsvorganges bewegt wird, im Vakuum zu betreiben, um dadurch eine indirekte Beheizung mit Wasserdampf und/oder einer Wärmeträgerflüssigkeit durchführen zu können. Die dadurch möglichen hohen Wärmeübertragungszahlen sind Voraussetzung für die im Innern des Apparates größere zu verdampfende Feuchtigkeitsmenge.

Im Innern des Destillationsapparates sind in Bewegungsrichtung des Einsatzmaterials im wesentlichen zwei verschiedene verfahrenstechnische Aufgaben zu lösen gewesen, die für das Verfahren wichtig sind:

- 35 1. Verdampfung der Flüssigkeitsmenge bei nicht zu hohen Temperaturen.
2. Reduzierung des Restgehaltes an Quecksilber in dem im wesentlichen von der Flüssigkeit befreiten Material bei höheren Temperaturen.

Für die erste dieser Aufgaben, gilt, daß die Erfordernis zur Übertragung großer Wärmemengen zur  
40 Verdampfung der Flüssigkeit gegeben ist; dies wird bei dem erfindungsgemäßen Verfahren auf der Betriebsmittelseite durch Beheizung mittels kondensierendem Wasserdampf vorgesehen.

Für die zweite dieser Aufgaben gilt, daß keine großen Wärmemengen zu übertragen sind, und indirekte Beheizung mit einem organischen Wärmeträgermedium vorgesehen ist, bei dem erfindungsgemäßen Verfahren.

45 Mit dem Verfahren und der Vorrichtung gemäß vorliegender erfindung kann Quecksilber aus quecksilberhaltigen Stoffen gewonnen werden.

Ferner werden damit Gase bzw. Dämpfe zur Kondensationsstufe geführt, die infolge der ausgeübten Waschwirkung der aufgegebenen Suspension wenig Staub enthalten. Ohne diese Waschwirkung wäre die vorgesehene Bewegung des Gutes im Apparat nicht möglich, da zuviel Staub ausgetragen würde, insbesondere bei Behandlung von Aktivkohle, die schon pulverförmig vorliegt, und die Vermahlen würde, oder durch Abrieb von körniger Kohle entsprechende Staubanteile erhalten hat. Gerade bei der  
50 Behandlung von Aktivkohle liegen alle Merkmale vor, die nach dem bekannten Stand der Technik Stupp-Bildung begünstigen:

Kohlenstoffgehalt,

55 Feinkörnigkeit,

Bewegung in dem Destillationsapparat.

Durch die Möglichkeit des Arbeitens im Vakuum beim erfindungsgemäßen Verfahren kann die indirekte Beheizung mit Dampf und/oder einer Wärmeträgerflüssigkeit realisiert werden, weil der Dampfdruck des

Quecksilbers dann bei Temperaturen unter 400° C einen ausreichend niedrigen Restquecksilbergehalt im behandelten Gut ermöglicht. Durch die niedrigeren Temperaturen wird die Werkstoffwahl vereinfacht für den Destillationsapparat, und es werden die Voraussetzungen geschaffen, für die mechanische Realisierung der rotierenden Einbauten zum Abkratzen des Gutes von Wandungen. Der Nachteil der ruhenden Schichten des zu behandelnden Gutes mit schlechten Wärme- und Stoffübergangsverhältnissen wird vermieden. Vermieden wird der für die Destillationsapparate mit ruhenden Schichten typische Chargenbetrieb, bei dem beim Aufheizen, wie auch beim Abkühlen, immer größere Massen der Ofenkonstruktion als Ballast erwärmt und abgekühlt werden müssen. Gesundheitsgefährdungen des Bedienungspersonals beim Umgang mit quecksilberhaltigem Material, bei dem meist manuellen Beschicken, werden vermieden.

Aufgrund der Bewegung des Gutes zwecks besserem Wärme- und Stoffübergang, verglichen mit ruhenden Schichten bietet die Vorteile einer kontinuierlichen Prozeßführung anstelle eines Chargenprozesses. Es werden somit die Nachteile von Drehrohröfen vermieden, bei denen durch die Gutbewegung ein größerer Staubaustrag erfolgt, der zu einer entsprechenden Stupp-Bildung in den Kondensationseinrichtungen führt.

Beim Verfahren der vorliegenden Erfindung können vorteilhafterweise vor allem pulverförmige quecksilberhaltige Stoffe eingesetzt werden, oder solche, bei denen leicht Abrieb erfolgen kann. Es kann sich dabei z.B. um mit Quecksilber beladene Aktivkohlen handeln, die gleichzeitig auch den die Stupp-Bildung begünstigenden Kohlenstoff beinhalten. Durch den im Gegensatz zu einem Drehrohr ruhenden Mantel gemäß erfindungsgemäßer Vorrichtung, ist die Anbringung der Betriebsmittelräume für die indirekte Beheizung leicht möglich. Während beim Drehrohr immer die mit Gut belegte untere und seitliche Partie die Wärmeübertragung vom sich drehenden Mantel an das zu behandelnde Gut bewirkt, ist bei dem erfindungsgemäßen Verfahren und Apparat, in senkrechter Anordnung praktisch die ganze Mantelfläche als Wärmeaustauschfläche wirksam. Durch das ständige Abschälen der sich am Mantel aufbauenden Gutschicht durch die rotierenden Einbauten wird ferner eine geringere Schichtdicke an den Wandungen realisiert, als sie im Drehrohr auftreten, wodurch die Wärme- und Stoffübergangsverhältnisse weiterhin verbessert werden. Diese Kombination von Vorteilen wird möglich durch eine Kombination von Verfahrensmerkmalen, die den bisher bekannten Verfahren entgegenläuft. Bisher wurde, um die in den Destillationsöfen außer dem Quecksilber zu verdampfenden Flüssigkeitsmengen klein zu halten, das Aufgabematerial vor seinem Einsatz weitgehend entwässert oder getrocknet, allenfalls fand zur Reduzierung des Staubaustrages eine Benetzung statt.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren wird demgegenüber das Gegenteil getan. In einer Vorbehandlungsstufe wird durch gezielte Flüssigkeitszugabe eine Feststoff-Flüssigkeits-Suspension hergestellt, mit einem so hohen Flüssigkeitsanteil in der Aufschlemmung, daß die Suspension im Destillationsapparat versprüht werden kann. Dies war bei den bisher realisierten geringen Feuchtigkeitsgehalten nicht möglich.

Beim erfindungsgemäßen Verfahren übt die Flüssigkeit der eingesprühten Suspension in dem oberen Teil des Destillationsapparates eine Waschwirkung aus auf die im Gegenstrom passierenden Dämpfe und Gase und reduziert so den Staubaustrag auf einen tollerierbaren Rest.

Die Verfahren des Standes der Technik gestatten nur eine unzureichende Reinigung von quecksilberhaltigen Stoffen bzw. Stoffgemischen, sie sind umweltbelastend, personenbelastend, zeit- und kostenaufwendig.

Demgegenüber liegt vorliegender Erfindung die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur destillativen Reinigung quecksilberhaltiger Stoffe bzw. Stoffgemische zu liefern, das eine weitgehende Reinigung des Aufgabegutes ermöglicht, umweltfreundlich und nicht personenbelastend ist, das kontinuierlich betrieben werden kann und das energie-effizient ist.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß bei einem Verfahren der eingangs genannten Gattung dadurch gelöst, daß das Aufgabegut als Feststoff-/Flüssigkeits-Suspension oder-Lösung in den Destillationsapparat eingespritzt oder in ihm zerstäubt bzw. versprüht wird, vorzugsweise durch einen Rotationszerstäuber.

Besondere Ausführungsformen sind dadurch gekennzeichnet, daß bei einem geringeren Druck als 1 bar, bei Unterdruck gegenüber atmosphärischem Druck bzw. im Vakuum gearbeitet wird, daß das Aufgabegut bewegt wird,

daß die flüssige Phase bei niedrigeren Temperaturen zu sieden beginnt als Quecksilber, daß das Aufgabegut einen Trockensubstanzgehalt  $\leq$  (kleiner/gleich) 42 Gew.-% hat, vorzugsweise 10 bis 30 Gew.-%,

daß das Aufgabegut vor seiner Einbringung in den Destillationsapparat so weit aufgewärmt ist, daß es im Temperaturniveau nicht tiefer als 10 K unter dem Verdampfungspunkt der am frühesten siedenden Flüssigkeitsbestandteile der Suspension liegt -gerechnet bei dem im Destillationsapparat herrschenden absoluten Druck-, vorzugsweise bei oder über dieser Temperatur, jedoch nicht höher, als es einer spontanen Verdampfung von 10% der Flüssigkeit entsprechen würde bei der Entspannung auf den im

Destillationsapparat herrschenden Druck, daß ein gasförmiges Medium am Austrittsende des Destillationsapparates in diesen gezielt eingebracht wird, um als Schleppegas den Stofftransport für Quecksilber zu verbessern in dem Teil des Destillationsapparates, in dem die Suspensionsflüssigkeit weitgehend verdampft ist, und daß eine Naßvermahlung der Suspension durchgeführt wird vor Einsatz derselben in den Destillationsapparat zur Einstellung einer optimalen Korngröße und Korngrößenverteilung.

Weitere besondere Ausführungsformen sind dadurch gekennzeichnet,

daß die verdampften Stoffe im Gegenstrom zur Wanderrichtung des Aufgabegutes durch den Destillationsapparat strömen.

daß mindestens zwei verschiedene Temperaturniveaus für die Betriebsräume gewählt werden, angepaßt an die verschiedenen verfahrenstechnischen Aufgaben, die in dem Destillationsapparat zu lösen sind,

daß es arbeitet bei einem niedrigen Temperaturniveau am Beginn des Förderweges des Aufgabegutes in dem Apparat, vorzugsweise zur Verdampfung der flüssigen Phase der Suspension im Betriebsmittelraum, und

einem höheren Temperaturniveau stromabwärts auf dem Weg des Aufgabegutes in dem Destillationsapparat zur Erzielung eines möglichst geringen Rest-Quecksilbergehaltes in dem Aufgabegut, das den Destillationsapparat verläßt in dem Betriebsmittelräumen, daß das Aufgabegut auf indirekt beheizte Wandungen des Destillationsapparates geschleudert wird und vor Ausbildung einer dicken Schicht, die den Wärme- und Stoffübergang behindern würde, wieder mechanisch abgekratzt wird durch die Vorrichtung (Dünnschichtverdampfung), um stromabwärts in Förderrichtung des Aufgabegutes von anderen Teilen der rotierenden Vorrichtung wieder auf die Innenwand des Destillationsapparates geschleudert zu werden,

daß eine fraktionierte Kondensation durchgeführt wird mit

- einer ersten Stufe im indirekten und oder direkten Wärmetausch mit einem oder mehreren kälteren Kühlmedien ( Apparate) und Ausschleusung einer ersten flüssigen Phase aus dem Verbleibenden Dampf-Gas-Strom in einem Abscheider zur Trennung des Quecksilbers von der leichteren flüssigen Phase.

- und einer zweiten Stufe, ausgebildet als Direktkondensation im Wärme- und Stoffaustausch mit einer Flüssigkeit>.

daß die zweite Stufe als Waschkolonne ausgeführt ist, vorzugsweise mit einer Füllkörperschüttung und die flüssige Phase über ein Abscheidegefäß ausgeschleust wird,

daß der Waschflüssigkeit eine Substanz zugesetzt wird zur selektiven Erhöhung der Absorption von Quecksilber.

daß die Direktkondensation mit einer Temperatur der Aufgabe-Flüssigkeit am Kopf der Kolonne arbeitet, die  $\leq$  (kleiner-gleich)  $6^{\circ}\text{C}$  ist, und daß damit der Partialdruck des Hg in dem beim Verlassen der Kolonne nicht kondensierten Gasen stark reduziert wird,

daß die Direktkondensationsstufe zweistufig ausgeführt wird mit

- einer unteren Stufe, in der die Umlaufflüssigkeit durch ein Kühlmedium rückgekühlt wird, das eine Vorlauftemperatur  $\geq$  (größer-gleich)  $6^{\circ}\text{C}$  hat, und einer zweiten Stufe, in der die aufgegebene Flüssigkeit mit einer Temperatur  $\leq$  (kleiner-gleich)  $6^{\circ}\text{C}$  aufgegeben wird,

daß es zur Regenerierung von Aktivkohle eingesetzt wird, daß eine Waschwirkung auf auftretende und abgeführte Gase bzw. Dämpfe ausgeübt wird,

daß der Destillationsapparat als zylindrischer Behälter so ausgebildet ist, daß die lichte Länge mindestens vier Mal so groß ist wie der Innendurchmesser, und besteht aus einem feststehenden Mantel (3)

- sowie einer rotierenden Vorrichtung (4) im Innern desselben

zur Bewegung, Förderung des Aufgabegutes,

sowie zum Abkratzen oder -schaben des letzteren von der Innenwandung des Destillationsapparates, zur

Verhinderung eines freien Durchfalls des Aufgabegutes bis zum Ende des Apparates nach dem Abschaben bei einer senkrechten Anordnung der Rotationsachse des Destillationsapparates,

und Wiederinkontaktbringen des Aufgabegutes an einer anderen Stelle mit der Innenwandung.

Beansprucht wird weiterhin eine Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens, die dadurch gekennzeichnet ist,

daß der Destillationsapparat als zylindrischer Behälter so ausgebildet ist, daß die lichte Länge mindestens vier Mal so groß ist wie der Innendurchmesser, und besteht aus einem feststehenden Mantel - sowie einer rotierenden Vorrichtung im Innern desselben

zur Bewegung, Förderung des Aufgabegutes, sowie zum Abkratzen oder -schaben des letzteren von der Innenwandung des Destillationsapparates, zur Verhinderung eines freien Durchfalls des Aufgabegutes bis

zum Ende des Apparates nach dem Abschaben bei einer senkrechten Anordnung der Rotationsachse des Destillationsapparates, und Wiederinkontaktbringen des Aufgabegutes an einer anderen Stelle mit der Innenwandung,

daß die Wände des Destillationsapparates zum größten Teil als Doppeimäntel ausgebildet sind oder mit

außen aufgeschweißten Rohrschlangen ausgestattet sind,  
daß die Außenwandung der Destillationsapparatur mit mindestens zwei verschiedenen Betriebsmittelräumen ausgestattet ist.

5 daß das niedrigere Temperaturniveau betriebsmittelseitig erzeugt wird durch kondensierenden Wasserdampf im Betriebsmittelraum bei einem Druck von 2 bis 25 bar, vorzugsweise 10 bis 12 bar, -und das höhere durch Beheizung der Betriebsmittelräume mit einem Wärmeträgermedium im Temperaturbereich von 250 bis 370 °C, vorzugsweise 300 bis 350 °C,  
daß die Vakuumerzeugungs-Einrichtung, vorzugsweise eine Wasserringpumpe, zwischen der ersten und zweiten Kondensationsstufe angeordnet ist.

10 Zum Stand der Technik ist zu nennen das "Lehrbuch der Metallhüttenkunde", von Tafel, Victor und Wagemann, Karl, Band 1, S. Herzel Verlags-Buchhandlung, Leipzig 1951.  
In diesem Lehrbuch ist unter anderem die Entstehung der Stupp-Bildung beschrieben, sowie Ofentypen, unter anderem Drehrohröfen für das Rösten bzw. Quecksilberabdestillieren aus Erzen.

15 Zum Stand der Technik ist weiterhin zu nennen, Gmelins Handbuch der anorganischen Chemie, 8. Auflage, System-Nr. 34, betreffend Quecksilber, erschienen im Verlag Chemie, Weinheim/Bergstraße, 1960. Dort ist die Trocknung von quecksilberhaltigem Schlamm im Vakuum beschrieben, sowie die Gewinnung von Quecksilber aus Aktivkohle in ruhender Schicht. Dabei ist es erforderlich, Pulverkohle mit Wasserglas zu binden.

20 Beim Verfahren der vorliegenden Erfindung wird beispielsweise eine Hg-haltige Aktivkohle-Suspension in diesen Destillationsapparat eingegeben und Behandlung in der beschriebenen Weise von Quecksilber befreit und damit

- regeneriert für den Wiedereinsatz in Adsorptionsprozessen
- oder kann ohne diesen Quecksilbergehalt einer weiteren Entsorgung durch Verbrennen oder Deponie zugeführt werden.

25 Die Ausführungen der Wände des Destillationsapparates haben die Aufgaben, die Wandtemperaturen bei Nennbetrieb oberhalb des Taupunktes von Dämpfen zu halten, die aus dem Aufgabegut heraus verdampft werden und als Betriebsmittelraum für dampfförmige oder flüssige Heizmedien zu dienen für die Übertragung der Verdampfungswärme und der fühlbaren Wärme in indirektem Wärmetausch über die Wand des Destillationsapparates an das Aufgabegut.

30 Bei erfindungsgemäßen Strömen der verdampften Stoffe im Gegenstrom zur Wandvorrichtung des Aufgabegutes durch den Destillationsapparat findet ein Stoff- und Wärmeaustausch in der Weise statt, daß das fein verteilt eingebrachte Aufgabegut eine Waschwirkung bewirkt für die im Gegenstrom strömenden  
-Quecksilberdämpfe,  
-Dämpfe der in der Suspension vorhandenen Flüssigkeiten,  
35 -Gase, die in der Suspension gelöst waren oder am Austrittsende des Aufgabegutes aus dem Destillationsapparat gezielt eingebracht worden sind.

Dadurch wird eine Reduzierung der staubförmigen Verunreinigungen bewirkt, die sonst von den Dämpfen bzw. dem Dampf-Gas-Gemisch aus dem Destillationsapparat ausgetragen würden. Dies wird, außer durch die gewählte Verfahrensführung, erreicht durch den gewählten Flüssigkeitsgehalt der Aufgabesuspension.  
40 Durch diesen wird verhindert, daß trockener Staub im Bereich der Aufgabzone der Suspension vorliegt, in der Dämpfe oder ein Gas-Dampf-Gemisch aus dem Destillationsapparat abgezogen werden, wodurch eine weitgehende Hg- und flüssigkeitsfreie Trockensubstanz an dem Ende des Destillationsapparates abgegeben wird, an dem das behandelte Aufgabegut diesen verläßt.

45 Durch die Aufteilung der Apparatur wird bewirkt, daß Verunreinigungen aus dem Destillationsapparat bevorzugt in der ersten Stufe ausfallen und dadurch in der zweiten Stufe nicht die Waschflüssigkeit mit denselben belastet wird und ein reines Hg anfällt.

Partien, die den vorgesehenen Restquecksilbergehalt nicht erreichen sollten, in diesem aber zwischen 0,6 und 50 mg/kg liegen, werden der Deponie zugeführt. Fehlchargen mit Restquecksilbergehalt > 50 mg/kg werden erneut in der Anlage behandelt.

50 Die aus der Aktivkohle ausdampfenden Stoffe -im wesentlichen Quecksilber und Wasser- durchlaufen nach ihrem Austritt am oberen Ende des Vertikalrockners

- Wärmetauscher zur Wärmerückgewinnung im Warmwasser,
- Kondensator mit indirekter Kühlwasserkühlung,
- Wasserwäsche in einer Füllkörperkolonne, wobei das in der letzten Stufe aufgegebene Frischwasser durch
- 55 Kaltwasser eines Kältemaschinenprozesses gekühlt wurde. Dadurch wird der Partialdruck für Hg sehr weit abgesenkt im nicht kondensierten Abgas,
- Vakuumstation
- Abgasreinigung mit den einzelnen Verfahrensstufen

- . Säurewäsche mit Schwefelsäure
- . Laugenwäsche mit Natronlauge
- . Wasserwäsche
- . Aufwärmung durch indirekten Wärmetausch mit Warmwasser auf 20 ° C über den Wassertaupunkt (damit die anschließende Adsorptionsstufe einwandfrei funktioniert)
- . Aktivkohle-Adsorber.

Auf diese Weise werden aus der Aktivkohle ausgedampfte Stoffe aus dem Abgas entfernt, insbesondere wird der Rest-Hg-Wert desselben unter 0,001 mg.cbm Abgas gebracht.

Das gereinigte Abgas wird über einen Abgaskamin an die Atmosphäre abgegeben.

Die in den Kondensationsstufen auskondensierten Flüssigkeiten -im wesentlichen Wasser und Quecksilber mit Verunreinigungen- werden durch Dekantation getrennt. Das Wasser wird einem Prozeßwassersammelbehälter zugeführt. Aus ihm wird die für die Ansatzstation benötigte Wassermenge wieder eingesetzt. Der Rest wird anschließend gereinigt und dann in einem Behälter für sauberes Prozeßwasser bevorratet, um z.B. als Waschwasser im Prozeß oder der Faßwaschstation wieder eingesetzt zu werden. Überschussmengen werden nach der Reinigung als Abwasser in die Kanalisation abgegeben.

Das abgeschiedene Quecksilber wird in einer Verwiegestation verwogen, um das rückgewonnene Quecksilber den aufgearbeiteten Kundenchargen zuordnen zu können. Danach wird es in einem Pufferbehälter gesammelt. Von dort aus wird es -sofern es für den jeweiligen Einsatzzweck erforderlich ist- weiter gereinigt und in der Abfüllstation in die handelsüblichen 36,5 kg-Gebinde aus Stahl versandfertig abgefüllt.

Das beschriebene Verfahren weist,gegenüber dem bisher Bekannten, verschiedene Neuerungen und gravierende Vorteile auf:

1. Die Austreibung des Hg aus dem Einsatzmaterial erfolgt in einer geschlossenen, dichten Apparatur unter Vakuum. Dadurch kann anstelle einer elektrischen Beheizung bei Normaldruck und 550 ° C mit flüssigem Wärmeträgermedium von 360 ° C in der Endstufe beheizt werden. In der Eingangszone, in der vor allem Wasser zu verdampfen ist, kann der gute Wärmeübergang der Wasserdampfkondensation ausgenutzt werden.

2. Bei Undichtigkeiten in der Apparatur kann nur Leckluft nach innen gelangen, es können aber keine Hg-Dämpfe nach außen dringen. Die Sicherheit des Anlagenbetriebs für Arbeitsschutz- und Emissionsschutzbelange wird dadurch wesentlich erhöht. Beim bisherigen Verfahren bestand beim Eindringen von Luft in der letzten Ausheizphase, in der wasserfreie Aktivkohle Temperaturen über 500 ° C ausgesetzt war, Brandgefahr. Diese ist bei den infolge des Vakuumbetriebs tieferen Prozeßtemperaturen nicht gegeben.

2. Die im oberen Teil des Dünnschichtverdampfers abgezogenen Wasser- und Hg-Dämpfe werden von dem eingespritzten wässrigen Aufgabegut einer Wäsche unterzogen. Dadurch wird weniger festes Material in die anschließenden Verfahrensstufen der Kondensation verschleppt. Trockener Aktivkohlestaub, der am leichtesten von einem Gas-Dampfstrom mitgetragen wird, kommt im oberen Teil des Trockners gar nicht vor. Dies ist ein wesentlicher Vorteil dieses kontinuierlich beschickten Trockners gegenüber dem Chargenprozeß in einem Ofen, wo nach der Phase des Verdampfens von Wasser immer trockene Aktivkohle im Bereich des Gas-Dampf-Abzugs liegt.

3. In dem Trockner dieses Verfahrens findet ein intensiver Stoff- und Wärmeaustausch statt durch - feine Zerstäubung der für diesen Zweck aufgeschlämmten Suspension. Das Material liegt nicht in einer ruhenden Schicht auf Horstenblechen.

- ständige Verwirbelung und Bewegung des aufzuarbeitenden Materials. Es entstehen keine an der Oberfläche verkrustenden Schichten, die Stoff- und Wärmeübergang der tiefer liegenden Schichten stark behindern, wie dies bei einem chargenweise mit Horsten beschickten Ofenprozeß der Fall ist.

- verdampfendes Wasser als Transportmedium für Hg. Beim Ofenprozeß verbot sich eine weitere Wasserzugabe wegen der teuren elektrischen Heizkosten für die Verdampfung desselben.

- über den Kühler in den unteren Teil des Trockners gezielt eindosiertes Stripppgas als Transportmedium bzw. zur Verstärkung des Partialdruckgefälles für Hg im unteren, wasserfreien Bereich. Eine solche Zugabe von Stripppgas war beim chargenweise betriebenen Ofenprozeß nicht möglich, weil zu viel Aktivkohlestaub mitgerissen worden wäre bzw. bei den hohen Temperaturen bei Luftzugabe Brandgefahr aufgetreten wäre.

Auf diese Weise sind deutlich geringere Rest-Hg-Gehalte zu erzielen als bei dem Chargen-Ofenprozeß und es wird die Erwartung gerechtfertigt, daß das behandelte Gut wie Kohlestaub verbrannt werden kann und nicht als Abfall deponiert werden muß.

4. Es handelt sich um einen kontinuierlichen Prozeß, in dem

- nicht bei jeder Charge große Stahlmassen als Ballast mit aufgewärmt und abgekühlt werden müssen und bei dem praktisch keine Möglichkeit zu einer Wärmerückgewinnung gegeben war.

- die Transporte des Materials vom Ansatz bis zur Abfüllung in geschlossenen Ausrüstungen durch maschinelle Einrichtungen erledigt werden -und nicht durch Handarbeit des Bedienungspersonals . Damit

wird ein wesentlich höheres Maß an Vorsorge hinsichtlich Arbeitssicherheit und Arbeitsschutz für das Bedienungspersonl als inhärente Eigenschaft dieses Verfahrens realisiert. Die Einhaltung der biologischen Arbeitsstoff-Toleranzwerte für Hg beim Bedienungspersonal wird dadurch wesentlich besser möglich, als es unter den Verhältnissen des bisherigen Verfahrens der Fall sein konnte mit seinen manuellen Hantierungen und den hohen Temperaturen bei praktisch atmosphärischen Verhältnissen im Ofen.

In Figur 1 ist eine Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens gezeigt.

Es handelt sich um einen Destillationsapparat 1 mit einem Rotationszerstäuber 2. Der Mantel 3 des Destillationsapparates beinhaltet eine rotierende Vorrichtung 4 im Destillationsapparat. Der Destillationsapparat 1 besitzt einen Betriebsmittelraum 5 für Wasserdampf sowie Betriebsmittelräume 6, 7 für Heißöl als Wärmeträgermedium.

Die Vorrichtung verfügt über einen Wärmetauscher 8 zur Warmwasserbereitung. Weiterhin liegt vor, ein Einspritzkondensator 9, Abscheider/Dekantiergefäß 10, Waschkolonne 11 sowie Abscheider/Dekantiergefäß 12. Die Anlage verfügt über eine Vakuumpumpe 13 sowie Ansatz und Vorwärmbehälter 14. Zur Vorbereitung des Gutes dient eine Mühle 15 für Naßvermahlung, die mit einer Umwälzpumpe 16 verbunden ist. Weiterhin liegt vor eine Membranpumpe 17. Der Destillationsapparat 1 ist verbunden mit einer Kühlvorrichtung 18, die wiederum mit Ausschleusbehältern 19 und 20 aus Vakuum verbunden ist. Weiterhin liegt vor eine pneumatische Fördereinrichtung 21, sowie ein Abtauchgefäß 22 in barometrischer Höhendifferenz zum Abscheider/Dekantiergefäß 10. Die Anlage verfügt ferner über Umwälzpumpen 23 und 25 sowie über Kühler 24 und 26.

Die Bezeichnung der Prozeßmedien und Betriebsmittel ist aus der folgenden Tabelle ersichtlich:

A	Quecksilberhaltiges Aufgabegut
B	Behandeltes Gut, entquickt
C	Abgas
G	Gas
HG	Quecksilber
HO	Heißöl (Wärmeträgermedium)
KO	Kondensat
KW	Külwasser
KM	Kaltmedium (Kältemittel, Kaltwasser)
PF	Prozeßflüssigkeit
WA	Wasser
WD	Wasserdampf
WF	Waschflüssigkeit
WW	Warmwasser

#### Liste der Bezugszeichen

- 1 Destillationsapparat
- 2 Rotationszerstäuber
- 3 Mantel des Destillationsapparates
- 4 Rotierende Vorrichtung im Destillationsapparat
- 5 Betriebsmittelraum Wasserdampf
- 6 Betriebsmittelraum Heißöl (Wärmeträgermedium)
- 7 Betriebsmittelraum Heißöl (Wärmeträgermedium)
- 8 Wärmetauscher Warmwasserbereitung
- 9 Einspritzkondensator
- 10 Abscheider/Dekantiergefäß
- 11 Waschkolonne
- 12 Abscheider/Dekantiergefäß
- 13 Vakuumpumpe
- 14 Ansatz und Vorwärmbehälter (2 Mal einschließlich Pos. 15 bis 17 zur kontinuierlichen Beschickung von Pos. 1)

- 15 Mühle für Naßvermahlung  
 16 Umwälzpumpe  
 17 Membranpumpe  
 18 Kühlvorrichtung  
 5 19 Ausschleusbehälter aus Vakuum  
 20 Ausschleusbehälter aus Vakuum  
 21 Pneumatische Fördereinrichtung  
 22 Abtauchgefäß in barometrischer Höhendifferenz zu Pos. 10  
 23 Umwälzpumpe  
 10 24 Kühler  
 25 Umwälzpumpe  
 26 Kühler

15

**Ansprüche**

1. Verfahren zur destillativen Reinigung quecksilberhaltiger Stoffe bzw. Stoffgemische und/oder zur Gewinnung, dadurch gekennzeichnet,  
 20 daß das Aufgabegut als Feststoff- Flüssigkeits-Suspension oder -Lösung in den Destillationsapparat eingespritzt oder in ihm zerstäubt bzw. versprüht wird, vorzugsweise durch einen Rotationszerstäuber.
2. Verfahren gemäß Anspruch 1  
 dadurch gekennzeichnet,  
 daß bei einem geringeren Druck als 1 bar, bei Unterdruck gegenüber atmosphärischem Druck bzw. im  
 25 Vakuum gearbeitet wird.
3. Verfahren gemäß Ansprüchen 1 bis 2,  
 dadurch gekennzeichnet,  
 daß das Aufgabegut bewegt wird.
4. Verfahren gemäß Ansprüchen 1 - 3,  
 30 dadurch gekennzeichnet,  
 daß die flüssige Phase bei niedrigeren Temperaturen zu sieden beginnt als Quecksilber.
5. Verfahren gemäß Ansprüchen 1 bis 4,  
 dadurch gekennzeichnet,  
 daß das Aufgabegut einen Trockensubstanzgehalt  $\leq$  (kleiner gleich) 42 Gew.-% hat, vorzugsweise 10 bis 30  
 35 Gew.-%.
6. Verfahren gemäß Ansprüchen 1 bis 5,  
 dadurch gekennzeichnet,  
 daß das Aufgabegut vor seiner Einbringung in den Destillationsapparat so weit aufgewärmt ist, daß es im  
 40 Temperaturniveau nicht tiefer als 10 K unter dem Verdampfungspunkt der am frühesten siedenden Flüssigkeitsbestandteile der Suspension liegt -gerechnet bei dem im Destillationsapparat herrschenden absoluten Druck-, vorzugsweise bei oder über dieser Temperatur, jedoch nicht höher, als es einer spontanen Verdampfung von 10 der Flüssigkeit entsprechen würde bei der Entspannung auf den im Destillationsapparat herrschenden Druck.
7. Verfahren gemäß Ansprüchen 1 bis 6,  
 45 dadurch gekennzeichnet,  
 daß ein gasförmiges Medium am Austrittsende des Destillationsapparates in diesen gezielt eingebracht wird, um als Schleppgas den Stofftransport für Quecksilber zu verbessern in dem Teil des Destillationsapparates, in dem die Suspensionsflüssigkeit weitgehend verdampft ist.
8. Verfahren gemäß Ansprüchen 1 bis 7,  
 50 dadurch gekennzeichnet,  
 daß eine Naßvermahlung der Suspension durchgeführt wird vor Einsatz derselben in den Destillationsapparat zur Einstellung einer optimalen Korngröße und Korngrößenverteilung.
9. Verfahren gemäß Ansprüchen 1 bis 8,  
 dadurch gekennzeichnet,  
 55 daß die verdampften Stoffe im Gegenstrom zur Wanderrichtung des Aufgabegutes durch den Destillationsapparat strömen.

10. Verfahren gemäß Ansprüchen 1 bis 9,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß mindestens zwei verschiedene Temperaturniveaus für die Betriebsräume gewählt werden, angepaßt an die verschiedenen verfahrenstechnischen Aufgaben, die in dem Destillationsapparat zu lösen sind.
- 5 11. Verfahren gemäß Ansprüchen 1 bis 10,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß es arbeitet bei einem niedrigen Temperaturniveau am Beginn des Förderweges des Aufgabegutes in dem Apparat, vorzugsweise zur Verdampfung der flüssigen Phase der Suspension im Betriebsmittelraum (5), und
- 10 einem höheren Temperaturniveau stromabwärts auf dem Weg des Aufgabegutes in dem Destillationsapparat zur Erzielung eines möglichst geringen Rest-Quecksilbergehaltes in dem Aufgabegut, das den Destillationsapparat verläßt in dem Betriebsmittelräumen (6,7).
12. Verfahren gemäß Ansprüchen 1 bis 11,  
dadurch gekennzeichnet,
- 15 daß das Aufgabegut auf indirekt beheizte Wandungen des Destillationsapparates geschleudert wird und vor Ausbildung einer dicken Schicht, die den Wärme- und Stoffübergang behindern würde, wieder mechanisch abgekratz wird durch die Vorrichtung (4) (Dünnschichtverdampfung), um stromabwärts in Förderrichtung des Aufgabegutes von anderen Teilen der rotierenden Vorrichtung wieder auf die Innenwand des Destillationsapparates geschleudert zu werden.
- 20 13. Verfahren gemäß Ansprüchen 1 bis 12,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß eine fraktionierte Kondensation durchgeführt wird mit
- einer ersten Stufe im indirekten und oder direkten Wärmetausch mit einem oder mehreren kälteren Kühlmedien ( Apparate (8,9)) und Ausschleusung einer ersten flüssigen Phase aus dem Verbleibenden
- 25 Dampf- Gas-Strom in einem Abscheider zur Trennung des Quecksilbers von der leichteren flüssigen Phase.
- und einer zweiten Stufe, ausgebildet als Direktkondensation im Wärme- und Stoffaustausch mit einer Flüssigkeit.
14. Verfahren gemäß Ansprüchen 1 bis 13,  
dadurch gekennzeichnet,
- 30 daß die zweite Stufe als Waschkolonne ausgeführt ist, vorzugsweise mit einer Füllkörperschüttung und die flüssige Phase über ein Abscheidegefäß (12) ausgeschleust wird.
15. Verfahren gemäß Ansprüchen 1 bis 14,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß der Waschflüssigkeit eine Substanz zugesetzt wird zur selektiven Erhöhung der Absorption von
- 35 Quecksilber.
16. Verfahren gemäß Ansprüchen 1 bis 15,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Direktkondensation mit einer Temperatur der Aufgabe-Flüssigkeit am Kopf der Kolonne (11) arbeitet, die  $\leq$  (kleiner-gleich)  $6^{\circ}\text{C}$  ist, und daß damit der Partialdruck des Hg in den beim Verlassen der
- 40 Kolonne nicht kondensierten Gasen stark reduziert wird.
17. Verfahren gemäß Ansprüchen 1 bis 16,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Direktkondensationsstufe zweistufig ausgeführt wird mit
- einer unteren Stufe, in der die Umlaufflüssigkeit durch ein Kühlmedium rückgekühlt wird, das eine
- 45 Vorlauftemperatur  $\geq$  (größer-/gleich)  $6^{\circ}\text{C}$  hat,
- und einer zweiten Stufe, in der die aufzugebene Flüssigkeit mit einer Temperatur  $\leq$  (kleiner/gleich)  $6^{\circ}\text{C}$  aufgegeben wird.
18. Verfahren gemäß Ansprüchen 1 bis 17,  
dadurch gekennzeichnet,
- 50 daß es zur Regenerierung von Aktivkohle eingesetzt wird.
19. Verfahren gemäß Ansprüchen 1 bis 18,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß eine Waschwirkung auf auftretende- und abgeführte Gase bzw. Dämpfe ausgeübt wird.
20. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens gemäß Ansprüchen 1 bis 19 ,
- 55 dadurch gekennzeichnet,  
daß der Destillationsapparat als zylindrischer Behälter so ausgebildet ist, daß die lichte Länge mindestens vier Mal so groß ist wie der Innendurchmesser, und besteht aus einem feststehenden Mantel (3)
- sowie einer rotierenden Vorrichtung (4) im Innern desselben

. zur Bewegung, Förderung des Aufgabegutes,  
. sowie zum Abkratzen oder -schaben des letzteren von der Innenwandung des Destillationsapparates, zur  
Verhinderung eines freien Durchfalls des Aufgabegutes bis zum Ende des Apparates nach dem Abschaben  
bei einer senkrechten Anordnung der Rotationsachse des Destillationsapparates,  
5 . und Wiederinkontaktbringen des Aufgabegutes an einer anderen Stelle mit der Innenwandung.

21. Vorrichtung gemäß Anspruch 1 bis 20,  
dadurch gekennzeichnet,

daß die Wände des Destillationsapparates zum größten Teil als Doppelmäntel ausgebildet sind oder mit  
außen aufgeschweißten Rohrschlangen ausgestattet sind.

70 22. Vorrichtung gemäß Ansprüchen 1 bis 21,  
dadurch gekennzeichnet,

daß die Außenwandung der Destillationsapparatur mit mindestens zwei verschiedenen Betriebsmittelräumen  
(5,6,7) ausgestattet ist.

75 23. Vorrichtung gemäß Ansprüchen 1 bis 22,  
dadurch gekennzeichnet,

daß das niedrigere Temperaturniveau betriebsmittelseitig erzeugt wird durch kondensierenden Wasser-  
dampf im Betriebsmittelraum (5) bei einem Druck von 2 bis 25 bar, vorzugsweise 10 bis 12 bar, -und das  
höhere durch Beheizung der Betriebsmittelräume (6,7) mit einem Wärmeträgermedium im Temperaturbe-  
reich von 250 bis 370 °C, vorzugsweise 300 bis 350 °C.

20 24. Vorrichtung gemäß Ansprüchen 1 bis 23,  
dadurch gekennzeichnet,

daß die Vakuumherzeugungseinrichtung (13), vorzugsweise eine Wasserringpumpe, zwischen der ersten  
und zweiten Kondensationsstufe angeordnet ist.

25

30

35

40

45

50

55

