

Füllkörpersäulen mit verschiedenen Schichthöhen

Von Prof. Dr.-Ing. EMIL KIRSCHBAUM, Karlsruhe/Baden

Für die Zerlegung von Flüssigkeitsgemischen werden Rektifiziersäulen verwendet, deren Höhe sich nach dem verlangten Trennungsgrad richtet. Bei Verwendung von Füllkörpern besteht in der Vorausberechnung der Schichthöhe Insofern eine Unsicherheit, als bis heute umfassende Unterlagen über den Einfluß der Schichthöhe auf die Trennwirkung fehlen. Diese Unterlagen wurden durch Versuche geschaffen. Über letztere und ihre Ergebnisse wird im folgenden berichtet.

Wohl in keinem anderen Gebiete der Technik ist die Möglichkeit des Ersatzes von Metallen durch nichtmetallische Baustoffe in so weitgehendem Maße gegeben wie bei den Austauschsäulen der Rektifikation und Absorption. In diesen werden in steigendem Umfang die Austauschböden aus Metall durch Füllkörper ersetzt, die aus Porzellan, Steinzeug und anderen verschiedenartigsten Baustoffen hergestellt werden.

Nachdem die theoretische Berechnung der Rektifizier-Füllkörpersäulen aufgestellt und die sich abspielenden physikalischen Grundvorgänge erschöpfend erkannt waren, kam es darauf an, durch Messungen die notwendigen Berechnungsbeiwerte zu finden und alle eine Rolle spielenden Einflüsse zu klären. Derartige Versuche wurden bis in die jüngste Zeit hinein fortgesetzt. Unter anderem¹⁾ wurde gefunden, daß eine 4 m hohe Rektifiziersäule nicht die vierfache Trennwirkung eines Apparates aufweist, dessen Schichthöhe 1 m beträgt. Grundsätzlich deutet diese Feststellung auf die überragende Bedeutung der durch die Oberflächenspannung der Flüssigkeit bedingten Bachbildung sowie auf die Randgängigkeit der strömenden Stoffe hin, welche das Bestreben zeigen, in der Nähe des Säulenmantels sich anzustauen. Darüber aber, welcher Zusammenhang zwischen Wirkung und Schichthöhe innerhalb beliebiger Höhenbereiche besteht und ob dabei die erwähnten nachteiligen Erscheinungen der Bachbildung und der Randgängigkeit in ihrem Zusammenwirken etwa einen Höchstwert erreichen, ist nichts bekannt. Wegen der Wichtigkeit dieser Frage für den Bau und Betrieb von Füllkörpersäulen wurde sie durch besondere Versuche bei uns geklärt.

Versuchseinrichtung und -durchführung

Für die Versuchsdurchführung diente eine Einrichtung, deren Plan Bild 1 zeigt¹⁾. In der Destillierblase *a* mit Flüssigkeitsstand-Anzeiger *b* und Heizschlange *c* wurde das zu zerlegende Äthylalkohol-Wasser-Gemisch mit etwa 10 Gew.-% Alkohol verdampft. Dieses Gemisch wurde deshalb gewählt, weil seine physikalischen Werte genau bekannt sind, weil seine Konzentration versuchstechnisch leicht zu bestimmen ist und weil es sich vor allem im Hinblick auf die Lage der Gleichgewichtskurve zu Vergleichszwecken vorzüglich

eignet. Der Gemisch-Dampf durchströmte die Füllkörpersäule *d* von 400 mm Durchmesser, deren Höhe *H* bei den Versuchen von 0,25 m bis 4 m verändert werden konnte. Danach gelangte der Dampf durch das Rohr *e* in den Kondensator *f*, in welchem der gesamte Dampf niedergeschlagen und aus welchem das gebildete Kondensat durch die Rücklaufleitung *s* auf die Füllkörperschicht zurückgeleitet wurde. Die im Kondensator übrig gebliebenen Restgase gelangten durch die Leitung *g* in den Schnellkühler *h*, an welchen zwei Ausscheideflaschen *i* und je zwei Gasablaßhähne *k* angeschlossen waren. Durch Leitung *o* floß das Kühlwasser dem Gaskühler *h* zu und durch Leitung *p* ab. Die im Kondensator *f* ausgetauschte Wärmemenge *Q* [kcal/h] und der Erwärmung Δt [$^{\circ}$ C] des durch den Kondensator strömenden Kühlwassers errechnet. Erstere wurde mittels des Danaidenfasses *n* und letztere mittels der beiden in den Leitungen *l* und *m* eingebauten Thermometer *q* und *r* bestimmt. Zur Ermittlung des Druckverlustes diente das Manometer *t*, während für die Festlegung des absoluten Druckes in der Rektifiziersäule ein Quecksilbermanometer benutzt wurde, das an den Raum unterhalb der Füllkörperschicht angeschlossen war. Flüssigkeitsproben wurden aus den Hähnen *P_B* und *P_E* jeweils in Meßgläser von 23 mm Durchmesser und 190 mm Länge abgelassen.

Aus der Destillierblase *a* wurden nach Ablauf einer genügenden Anfahrzeit Proben entnommen, deren Gehalt *x_B* [Mol-%] an Leichtersiedendem in dem verwendeten Äthylalkohol-Wasser-Gemisch nach einer ebenfalls an anderer Stelle¹⁾ beschriebenen Weise gemessen wurde. Die gesamte Kondensatmenge wurde durch ein Rücklaufrohr auf die Füllkörperschicht geleitet und mittels eines Verteilerrades nach Bild 2 aufgegeben. Es wurde also mit vollkommenem Rücklauf gearbeitet und das Rücklaufverhältnis hatte den Wert $\sigma = \infty$. Die durch den Hahn *P_E* abgezapfte Flüssigkeit diente zur Bestimmung der Destillat-Konzentration *x_E* [Mol-%] Alkohol. Wie aus den Werten *x_B* und *x_E* die als Maßstab für die Trennwirkung benützte vergleichsmäßige theoretische Bodenzahl *n_f*²⁾ ermittelt oder aus einem graphischen Bild

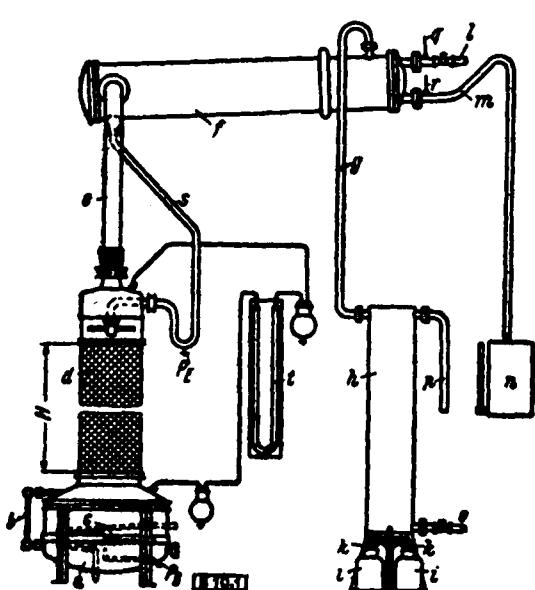


Bild 1
Plan der Versuchseinrichtung

a Destillierblase; *b* Flüssigkeitsstand-Anzeiger; *c* Heizschlange; *d* Füllkörpersäule; *e* Dampfrohr; *f* Kondensator; *g* Gasleitung; *h* Schnellkühler; *i* Ausscheideflaschen; *k* Gasablaßhähne; *l, m* Kühlwasserleitungen; *o, p* Kühlwasserleitungen; *q, r* Thermometer; *s* Rücklaufleitung; *t* Manometer; *P_B, P_E* Probeentnahmehähne

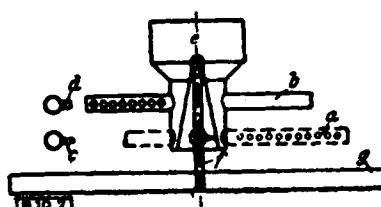


Bild 2
Rückdruck-Vertellerrad
a, b Verteilerrohre; *c, d* Ausflußröhren; *e* Zulaufbecher;
f Tragstift; *g* Armkreuz

abgelesen³⁾ werden kann, ist an anderer Stelle erläutert. Je größer der Wert von *n_f* ist, desto besser ist die Trennwirkung der Säule.

Darüber, ob die Füllkörper bei verschiedenen Schichthöhen *H* [m] gleich gut ausgenützt sind, gibt die spezifische Bodenzahl *n_g* Auskunft, welche die auf *H* = 1 m bezogene vergleichsmäßige theoretische Bodenzahl¹⁾ darstellt. Für sie gilt deshalb:

$$n_g = \frac{n_f}{H} \dots \dots \dots (1).$$

Es wurden Schichthöhen von *H* = 0,25; 0,5; 1; 2; 3 und 4 m ge-

¹⁾ Emil Kirschbaum: Einfluß der Flüssigkeitsaufgabe, der Schichthöhe, der Schüttung und des Druckes auf die Rektifizierung, den Druckverlust und den Flüssigkeitsinhalt von Füllkörpersäulen. Z. VDI-Bericht Verfahrenstechnik 1944, Heft 3.

²⁾ Emil Kirschbaum: Rektifizierung und Druckverlust in Füllkörpersäulen, Z. VDI-Bericht Verfahrenstechnik, 1941, Nr. 3, S. 63/58.

³⁾ Emil Kirschbaum: Neuartige Füllkörper und Ihre Beurteilung. Wird demnächst veröffentlicht.

wählt und bei allen Versuchen Porzellan-Raschigringe mit 25 mm Abmessung verwendet. Der Druck betrug stets 1 ata. Die Konzentration in der Destillierblase wurde auf etwa 10 Gew.-% Alkohol gehalten.

Die im Rücklaufkondensator ausgetauschte Wärmemenge Q [kcal/h] war durch das Produkt aus Kühlwassermenge und Kühlwassererwärmung gegeben, so daß die auf den freien Säulenquerschnitt bezogene Dampfgeschwindigkeit w_D [m/s] unter Berücksichtigung der Wärmeverluste für die 4 m hohe isolierte Säule nach der Gleichung

$$w_D = 0,0000067 \cdot Q + 0,016 \dots \dots \quad (2)$$

berechnet werden konnte. Zu jeder Schichthöhe wurde zu einer jeweils eingestellten Dampfgeschwindigkeit w_D die Bodenzahl n_f ermittelt.

Werden gemäß Bild 3 über w_D die Werte n_f aufgetragen, so ergibt sich für jede Höhe je eine Belastungslinie. Sie zeigt den durch das Zusammenwirken von Austauschzahl und Austausch-

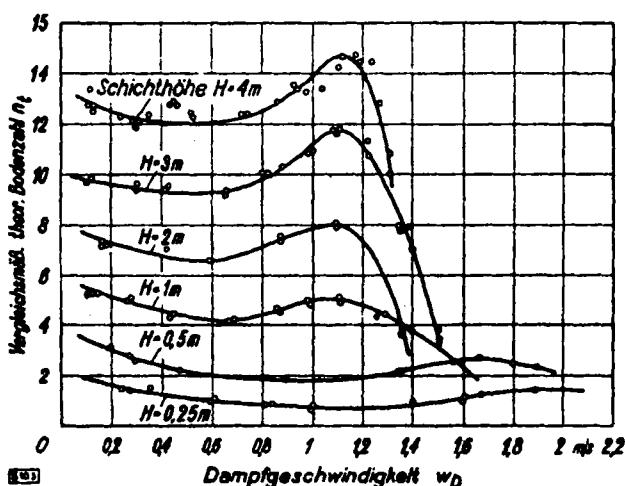


Bild 3

Vergleichsmäßige theoretische Bodenzahl n_f in Abhängigkeit von der Dampfgeschwindigkeit w_D

Gemisch: Äthylalkohol-Wasser, Konzentr. in der Blase: 10 Gew.-% Alkohol, Rücklaufverh.: $v = \infty$, Porzellan-Raschigringe 25 mm, Säulendurchmesser 400 mm, Flüssigkeitsaufgabe durch Verteilerrad

zeit bedingten kennzeichnenden Verlauf. Danach nimmt zunächst mit steigender Belastung die Wirkung bis zu einem Mindestwert ab, um anschließend auf einen Höchstwert n_{fg} bei der höchstzulässigen Dampfgeschwindigkeit w_{Dg} zu steigen. Diese liegt bei $H = 1, 2, 3$ und 4 m bei $w_{Dg} = 1,1$ m/s. Nur bei Schichthöhen, die kleiner sind als 1 m, wird $w_{Dg} > 1,1$ m/s, weil dann der Destillatgehalt x_E stark abnimmt, welcher die Dampfwichte am Kopfe der Kolonne festlegt. Damit hängt auch die Erscheinung zusammen, daß nach Bild 3 die Belastungslinie im Gebiet der höchstzulässigen Geschwindigkeit um so flacher verläuft, je niedriger die Säule ist. Während bei $H = 1$ m und bei $w_{Dg} = 1,1$ m/s die Bodenzahl $n_{fg} = 5$ beträgt, steigt sie bei $H = 4$ m und bei sonst gleichen Bedingungen nicht etwa auf $5 \cdot 4 = 20$, sondern nur auf $n_{fg} = 14,7$. Nachdem auf dieses Ergebnis die Verschiedenheit der Konzen-

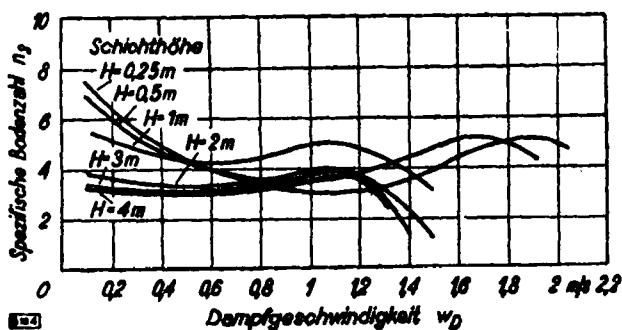


Bild 4

Spezifische Bodenzahl n_{sg} in Abhängigkeit v. d. Dampfgeschwindigkeit w_D bei verschiedenen Schichthöhen
Arbeitsbedingungen vgl. Bild 3

tration ohne Einfluß ist^{a)}, muß die Ursache in der erwähnten Bachbildung und Randgängigkeit gesucht werden.

Diese Einflüsse werden besonders deutlich, wenn die spez. Bodenzahl n_s über w_D für verschiedene Höhen aufgetragen wird. Nach Bild 4 ergibt die größte Schichthöhe die kleinste spez. Bodenzahl. Die Abnahme der n_s -Werte mit steigendem H ist aber über den ganzen Höhenbereich nicht gleichmäßig. Der Vergleich der Linien läßt vielmehr darauf schließen, daß der Einfluß von H auf n_s mit steigender Höhe nachläßt, sodaß er vollständig verschwinden kann. Dieser Grenzfall ist tatsächlich bei $H = 4$ m nahezu erreicht, weil die Belastungskurven für $H = 3$ m und $H = 4$ m in Bild 4 nahezu zusammenfallen.

Zu demselben Schlußergebnis gelangt man, wenn man den aus Bild 4 zu jedem H bei w_{Dg} ablesbaren Höchstwert n_{sg} über der Höhe aufträgt, Bild 5. Während bei $H = 1$ m eine Bodenzahl von $n_{sg} = 5$ erreicht wird, sinkt diese bei $H = 4$ m auf $n_{sg} = 3,7$. Von diesem Wert ab bleibt aber n_{sg} mit wachsendem H fast gleich. In diesem Bereich hat die Bachbildung offenbar einen Grenzzustand erreicht, und eine Verlagerung der Flüssigkeit nach dem Mantel zu findet nicht mehr statt. Daß sich dieser Gleichgewichts-

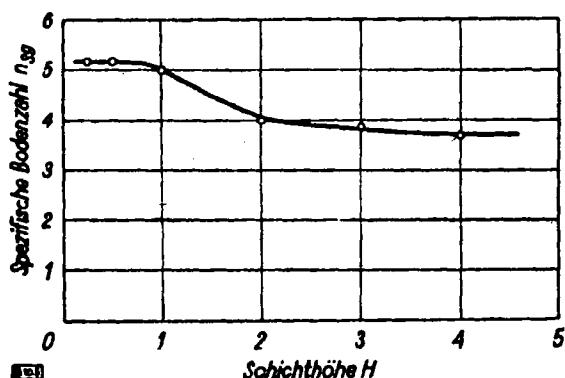


Bild 5
Günstigste spezifische Bodenzahl n_{sg} in Abhängigkeit von der Schichthöhe H
Arbeitsbedingungen s. Bild 3

zustand bei einer bestimmten Schichthöhe einstellt, ist durch eingehende Versuche^{a)} erwiesen.

Bei gleicher Füllkörperform und -größe ist das Ausmaß der Randgängigkeit bedingt durch den Säulendurchmesser, während letzterer auf die Bachbildung keinen Einfluß hat. Aus diesen Gründen haben die mitgeteilten und an einer Säule mit 400 mm Durchmesser erhaltenen Versuchsergebnisse bis zu einem gewissen Grade beschränkte Gültigkeit. Letzterer kann angegeben werden, sobald bekannt ist, inwieweit die Randgängigkeit oder die Bachbildung allein bei verschiedenen Säulenhöhen die Trennwirkung beeinflussen. Versuche, bei denen die Randgängigkeit weitestgehend ausgeschaltet ist, werden durchgeführt.

Zusammenfassung

Am Beispiel der Trennung eines Äthylalkohol-Wasser-Gemisches wurde mittels einer Füllkörpersäule, welche mit Porzellan-Raschigringen von 25 mm Abmessung ausgestattet war, der Einfluß der Schichthöhe auf die Trennwirkung untersucht. Der Säulendurchmesser betrug 400 mm. Das Zusammenwirken der Flüssigkeitsbachbildung und der Randgängigkeit hat zur Folge, daß die vergleichsmäßige theoretische Bodenzahl nicht unmittelbar proportional mit der Schichthöhe wächst. Die auf die Einheit der Schichthöhe bezogene günstigste Bodenzahl n_{sg} nimmt vielmehr mit steigender Höhe H von $n_{sg} = 5$ bei $H = 1$ m auf $n_{sg} = 3,7$ bei $H = 4$ m ab. Bei Schichthöhen, die größer sind als 4 m, sind diese nahezu ohne Einfluß auf die Füllkörperwirkung. Welche Rolle dabei die Bachbildung und die Randgängigkeit getrennt spielen, wird durch weitere Versuche geklärt. [B 10]

Eingeg. 29. Oktober 1946

^{a)} Emil Kirschbaum: Destillier- und Rektifiziertechnik, Verlag Julius Springer, Berlin 1940, S. 242.