

Bild 71
Kolonnaufzett mit Phasentrennung nach
Dierich und Eisenthal

Bild 70 (links)
Aufzett mit Phasentrennung nach Groll

70 und 71 dargestellt. Während die azeotrope und extractive Destillation nur bei kontinuierlicher Arbeitsweise Zugabevorrichtungen für den Zusatzstoff erfordern, sind für die Dampfdestillation auch bei absatzweisem Betrieb besondere Entwicklungs-, Einleitungs- und Verteilungsvorrichtungen nötig. Da diese Vorrichtungen die gleichen sind, die man auch für die gewöhnliche einfache Dampfdestillation benötigt, und außerdem auch die Wasserdampfdestillation ohne Kolonnen im Laboratorium weit verbreitet ist, bedürfen diese Vorrichtungen keiner weiteren Erläuterung²⁸³⁻²⁸⁶.

²⁸³ J. Reilly: Distillation. Methuen & Co, London 1936, S. 95/102.

²⁸⁴ K. Bernhauer: Einführung in die organisch-chemische Laboratoriumstechnik. Springer, Wien 1944, S. 146/51.

²⁸⁵ C. Weygand: Organisch-chemische Experimenterkunst, Barth, Leipzig 1938, S. 97/114.

²⁸⁶ A. A. Morton: Laboratory technique in organic chemistry. Mc. Graw Hill, New York und London 1938, S. 124 ff.

und des Verfahrens grundsätzliche Hinweise auch für kommende Entwicklungen auf dem Destillationsgebiet geben. Nicht oder nur am Rande konnten wir auf Fragen eingehen, die mit der Fahrweise der Kolonne, der Regelung und Automatisierung zusammenhängen, deren grundsätzliche Bedeutung gerade für die Laboratoriumsdestillation besonders hervorgehoben werden soll. Durch das gegebene Ordnungsschema wird man auch für kommende Aufgaben die geeigneten Apparaturen zusammenstellen können. Während jede neue Fragestellung natürlich besondere Lösungen erforderlich macht, sind durch den Druck-, Temperatur- und Volumenbereich sowie die Verfahrensart Anknüpfungspunkte an bisher bekannte Konstruktionen gegeben, die sich auswerten lassen. Diese Beziehungen aufzuzeigen, war mit das Ziel der vorliegenden Arbeit.

Eingeg. 1. Febr. 1945 [B 27 III]

Ausblick

Um einen Überblick über die Kolonnen zur Laboratoriumsdestillation zu bringen, wurde versucht, die typischen Merkmale konstruktiver und verfahrenstechnischer Art herauszuarbeiten. Wir mußten uns darauf beschränken, aus der Vielzahl der in der Literatur beschriebenen Kolonnen einige wenige Beispiele anzuführen. Wenn hierbei das amerikanische Schrifttum besonders stark berücksichtigt worden ist, so liegt das einmal an der intensiven Entwicklung der Destillationstechnik in den Vereinigten Staaten, die letzten Endes mit dem Reichtum des Landes an Erdöl zusammenhängt; zum andern aber ist die bevorzugte Bezugnahme auf fremdländische Literatur dadurch begründet, daß die zum Teil vorzüglichen Modelle deutscher Industrielaboreien der Öffentlichkeit meist unbekannt geblieben sind.

Wir glauben, daß die Herausarbeitung allgemeiner Gesichtspunkte wesentlicher ist, als die spezielle Kenntnis sämtlicher apparativer Einzelheiten. Aus diesem Grunde dürfen besonders die im zweiten Teil behandelten Fragen des Druckes, der Temperatur des Volumens

Nomographische Bestimmung von Bodenzahlen und Austauschzahlen in Destillationskolonnen für beliebiges Rücklaufverhältnis

Von Dipl.-Phys. WALTRAUD SCHÄFER, Helmstedt

Mitteilung aus dem Laboratorium für chemische Verfahrenstechnik Dr. H. STAGE, Helmstedt

Die bisher bekannt gewordenen Verfahren zur Bestimmung der Anzahl der theoretischen Böden in Bodenkolonnen bzw. der Austauscheinheiten in Füllkörperkolonnen sind in der praktischen Anwendung für den Chemiker und Techniker im allgemeinen zeitraubend und umständlich. Hier wird von einem Verfahren berichtet, das die Boden- und Austauschzahlen aus Nomogrammen bzw. Diagrammen bei hoher Genauigkeit sofort abzulesen gestattet.

Die wichtigste Kenngröße für den Betrieb von Destillationskolonnen ist die Anzahl n der sog. theoretischen Böden bei Bodenkolonnen bzw. Austauscheinheiten bei Füllkörperkolonnen. Unter einem theoretischen Boden soll dabei eine solche Kolonneneinheit verstanden werden, bei welcher der von einer darunter liegenden Einheit (Boden) aufsteigende Dampf sich mit der von der darüber liegenden Einheit (Boden) herabfließenden Flüssigkeit ins thermodynamische Gleichgewicht setzt¹⁾; eine Austauscheinheit ist diejenige Länge einer Füllkörpersäule, die — definitionsgemäß nur im Falle der Parallelität von Gleichgewichtskurve und Verstärkungsgerade (= Betriebslinie der Destillationskolonne) über diese Länge²⁾ — erforderlich wäre, den gleichen Vorgang wie ein theoretischer Boden zu bewirken. Da im allgemeinen aber Gleichgewichtskurve und Verstärkungsgerade keinesfalls parallel zueinander liegen, ist die Anzahl n_b der theoretischen Böden („Bodenzahl“) von der Anzahl n_a der Aus-

¹⁾ Es ist hierbei jedoch zu beachten, daß der Wirkungsgrad der technischen Böden sich zuweilen um einen von 1 unterschiedlichen „Verstärkungsfaktor“ von dem Wirkungsgrad der theoretischen Böden unterscheidet.

²⁾ Vgl. a. T. H. Chilton u. A. P. Colburn, Industr. Engng. Chem., Ind. Edit. 27, 255/60 [1935].

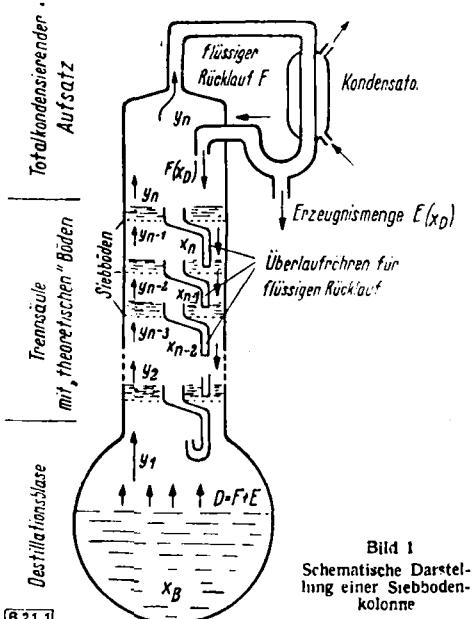
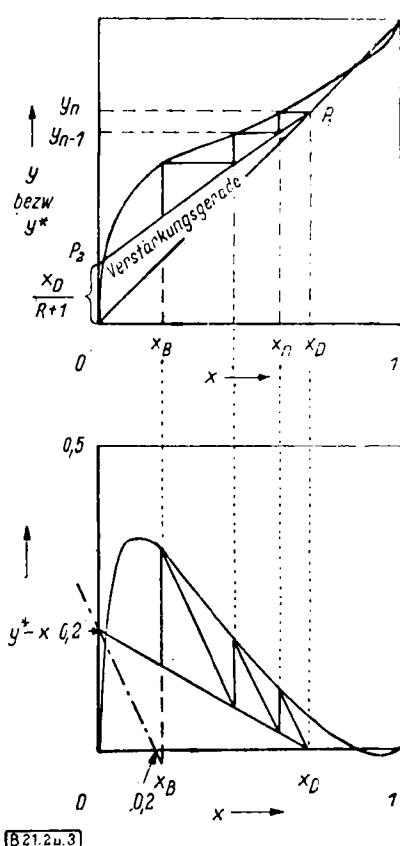
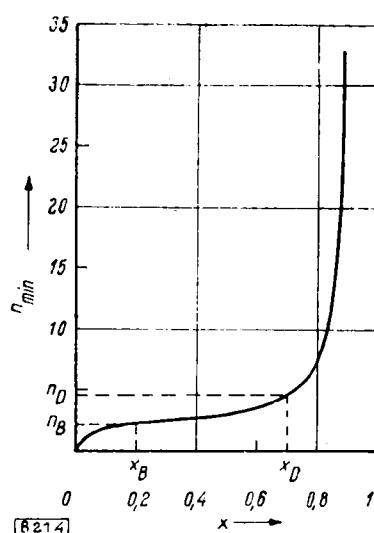
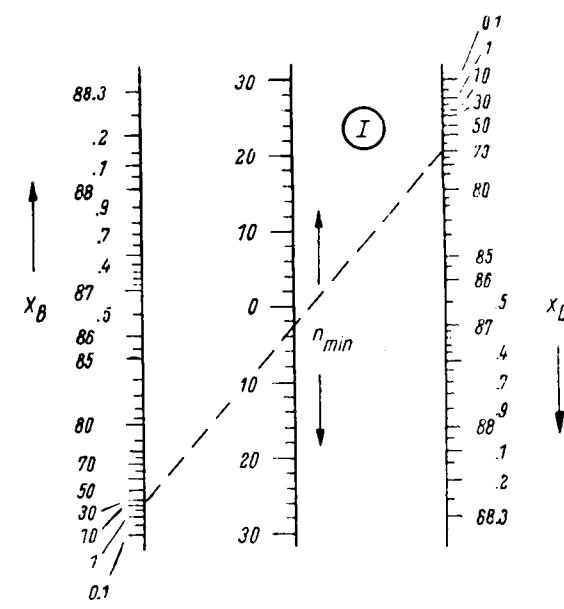


Bild 1
Schematische Darstellung einer Siebbodenkolonne

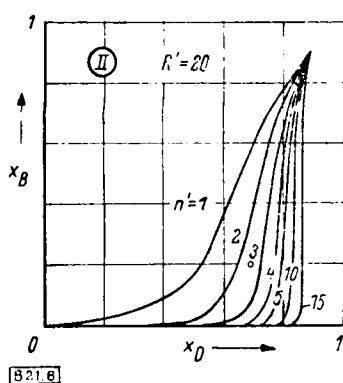
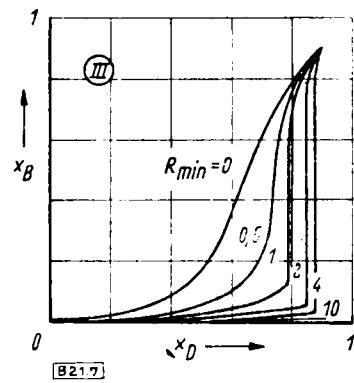
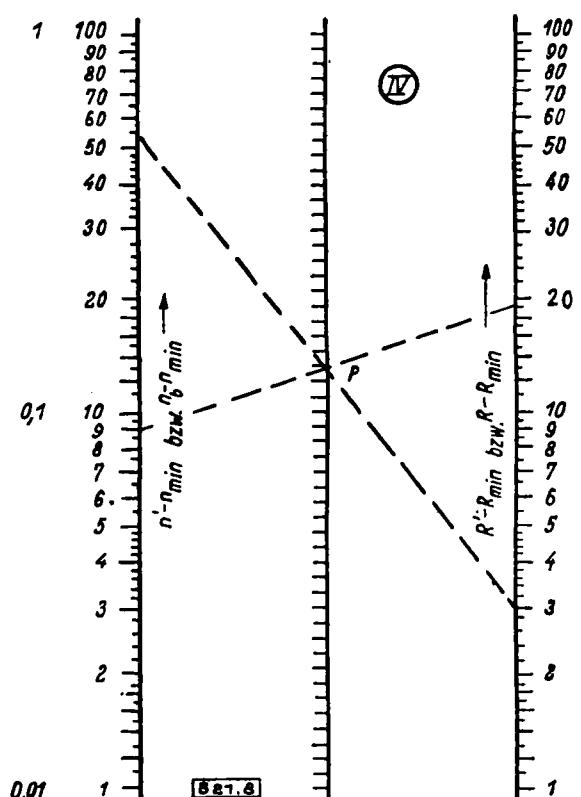


B21.2u.3

Bild 4
Bodenzahlkurve für unendliches Rücklaufverhältnis nach StageBild 5
Nomogramm I zur Bestimmung der theoretischen Bodenzahl n_{min} für unendliches RücklaufverhältnisBild 3 (nebenstehend)
Zackenkonstruktion bei Verwendung der Differenzkurve

Anmerkung zu Bild 2 bis 8

Alle Bilder beziehen sich auf das Gemisch Äthanol-Wasser bei 760 mm Hg. Der Übersicht halber ist hier in allen Bildern der Gesamtbereich angegeben; für die Praxis sind die interessierenden Bereiche entsprechend zu vergrößern, zu erweitern, als Differenzkurve zu zeichnen bzw. mit logarithmischem od. Reziprokenteilung zur genaueren Ablesung zu verwenden. Das gewählte Beispiel behandelt die Anreicherung des Äthanol von $x_B = 21\%$ auf $x_D = 70\%$ bei $R = 3,5$. Die aus den Tafeln entnommenen Werte sind: $n_{min} = 2,50$; $n' = 2,59$; $R_{min} = 0,5$; für diese Werte sind in den Nomogrammen die Geraden und in den Diagrammen die Punkte markiert.

Bild 6
 x_B, x_D -Diagramm II zur Bestimmung der theoretischen Bodenzahl n' für ein festes Rücklaufverhältnis $R' = 20$.Bild 7
 x_B, x_D -Diagramm III zur Bestimmung des Mindestrücklaufverhältnisses R_{min} Bild 8
Nomogramm IV Bestimmung der theoretischen Bodenzahl n_b für beliebiges endliches Rücklaufverhältnis

tauscheinheiten („Austauschzahl“) einer Füllkörperkolonne verschieden; die Berechnung muß also für Bodenkolonnen und Füllkörperkolonnen getrennt durchgeführt werden.

Bodenkolonnen

Betrachten wir zunächst ausschließlich die Bodenkolonnen: Sind für einen Destillationsvorgang, siehe Bild 1, die Blasenkonzentration x_B und die Destillatkonzentration x_D sowie das Rücklaufverhältnis R , das dem Quotienten aus der in der Kolonne rücklaufenden Flüssigkeitsmenge F und der Erzeugnismenge E entspricht, gegeben, so geschieht die Bestimmung der Bodenzahl n_b am einfachsten und anschaulichsten nach dem McCabe-Thiele-Verfahren^{a)}. Dieses graphische Verfahren ist vor allem dort von Vorteil, wo die Gleichgewichtskurve, wie das zumeist der Fall

^{a)} W. L. McCabe u. E. W. Thiele, Industr. Engng. Chem., Ind. Edit. 17, 903, 11 [1925].

ist, nicht in mathematisch-analytischer Form vorliegt oder wo man die für die Praxis recht umständlichen rechnerischen Verfahren umgehen will. Man geht zur Bestimmung von n_b dabei gemäß Bild 2 vor:

In dem Diagramm, in welchem die Dampfkonzentration y^* gegen die Flüssigkeitskonzentration x aufgetragen ist (Gleichgewichtskurve), konstruiert man die Verstärkungsgerade, die die Beziehung zwischen der Konzentration des aufsteigenden Dampfes (y) und der herabfließenden Flüssigkeit (x) in jedem Querschnitt der Kolonne — außerhalb der Böden — angibt. Ihre Lage ist durch die vorgegebenen Daten x_B , x_D und R bestimmt; und zwar ist sie die Verbindungsgerade zwischen den Punkten P_1 und P_2 mit den Koordinaten $x_1 = x_D$, $y_1 = x_D$ und $x_2 = 0$, $y_2 = x_D/(R + 1)$.

Gehen wir nun vom Destillat aus. Bei einem — in der Praxis vorwiegend verwendeten — totalkondensierenden Aufsatz hat der

Dampf, der den obersten Kolonnenboden verläßt, die Destillatkonzentration $y_n = x_D$. Die Flüssigkeit, die vom obersten, dem n -ten Boden auf den nächst niederen, den ($n-1$)-ten Boden tropft, hat die mit Hilfe der Gleichgewichtskurve zu bestimmende Konzentration x_n . Man erhält sie als Abszisse des Schnittpunktes einer Parallelen zu der Abszisse durch den Punkt P_1 mit der Gleichgewichtskurve. Vom ($n-1$)-ten Boden strömt ein Dampf mit der Konzentration y_{n-1} gegen den n -ten Boden, wobei y_{n-1} aus der Verstärkungsgeraden unmittelbar abgelesen werden kann, indem man die Senkrechte durch den oben erhaltenen Schnittpunkt zieht; diese Senkrechte schneidet die Verstärkungsgerade in einem Punkt mit der Ordinate y_{n-1} . Die gleiche „Treppenkonstruktion“ wiederholt man so oft, bis die Blasenkonzentration x_B erreicht bzw. erstmals unterschritten wird. Die Anzahl der Treppen ist dann die gesuchte theoretische Bodenzahl⁴⁾.

Dem McCabe-Thiele-Verfahren sind in seiner Anwendung dort Grenzen gesetzt, wo Gleichgewichtskurve und Verstärkungsgerade zu eng beieinander liegen. Hier wird die Treppenkonstruktion zu ungenau. Man müßte, um nach derselben Methode mit einer in der Praxis brauchbaren Genauigkeit zu arbeiten, den Ordinatenmaßstab schon wesentlich überhöhen; nur nimmt dann infolge der diagonalen Lage der Kurven das Diagramm einen viel zu großen Raum ein. Diese Schwierigkeit wird behoben, wenn man nicht die Konzentration des Dampfes y^* selbst, sondern die Differenz $y^* - x$ gegen die Flüssigkeitskonzentration x aufträgt⁵⁾, vgl. Bild 3. Die Parallelen zur Abszisse des McCabe-Thiele-Verfahrens im x, y^*-x -Diagramm gehen im neuen $x, (y^*-x)$ -Diagramm über in Parallelen zu den Verbindungsgeraden gleicher Maßzahlen der Abszisse und Ordinate (in Bild 3 als ----- gezeichnet). Überträgt man nun sinngemäß die Treppenkonstruktion nach McCabe-Thiele auf das neue Diagramm, so erhält man eine „Zackenkonstruktion“ völlig gleicher Art, nur daß statt der Abszissenparallelen nun die Parallelen zu den Verbindungsgeraden gleicher Maßzahlen gezeichnet werden; die Senkrechten des McCabe-Thiele-Verfahrens bleiben erhalten.

Nomogramm für unendliches Rücklaufverhältnis

Für unendliches Rücklaufverhältnis gelingt die Darstellung der n_b -Werte in Abhängigkeit von der Konzentration leicht. Ausgehend von einer möglichst kleinen Blasenkonzentration x_B kann man sukzessive diejenigen Konzentrationen x angeben, die mit 1, 2, 3, ... Böden erreicht werden. Trägt man diese x gegen die erforderlichen Bodenzahlen auf, so erhält man die Bodenzahlkurve für unendliches Rücklaufverhältnis, vgl. Bild 4⁶⁾. Für beliebige Blasen- und Destillatkonzentration x_B bzw. x_D erhält man die erforderliche Bodenzahl n_b für unendliches Rücklaufverhältnis durch Aufsuchen der entsprechenden Werte n_D und n_B , Bild 4; die Differenz $n_D - n_B$ ist dann das gesuchte n_b . Da für endliches Rücklaufverhältnis stets eine größere Bodenzahl erforderlich ist, so stellt die für unendliches Rücklaufverhältnis erhaltene Bodenzahl die — für Abschätzungen in der Praxis sehr wichtige — Mindestbodenzahl n_{min} für eine gewünschte Trennung dar.

Die doppelte Ablesung aus der Bodenzahlkurve und die Subtraktion umgeht man durch die Anlage eines Nomogramms, aus welchem durch das Legen einer Geraden (Faden, Lineal oder dgl.) durch den Wert x_B auf einer Skala (Funktionsleiter) und x_D auf der zweiten Außenskala die Mittelskala sofort den Wert für n_{min} gibt, Bild 5. Die Konstruktion eines derartigen Nomogramms geschieht wie folgt: die Bodenzahlkurve wird „verstreckt“ und die sich ergebende Maßskala für die Konzentration als Funktionsleiter aufgetragen. — Statt bzw. neben der Konzentration wird zweckmäßig auch eine in der Praxis leicht meßbare physikalische Eigenschaft, wie Brechungsindex, Siedetemperatur oder dgl. aufgetragen.

Nomographische Bodenzahlbestimmung für endliches Rücklaufverhältnis

Für endliches Rücklaufverhältnis ist eine derartig einfache Ermittlung der theoretischen Bodenzahl nicht möglich. Um aber

⁴⁾ Die Destillationsblase fungiert in dieser Darstellung als erster Boden.
⁵⁾ H. Stage u. Gg. R. Schultze, Öl u. Kohle 40, 90/95 [1944].

auch hier, was für die Praxis wichtig ist, eine rasche Bodenzahlbestimmung ohne Rechenarbeit durchführen zu können, wird unter Verwendung des von Fischer⁶⁾ benutzten näherungsweise hyperbolischen Zusammenhangs zwischen theoretischer Bodenzahl n_b und Rücklaufverhältnis R):

$$(n - n_{min}) \cdot (R - R_{min}) = (n' - n_{min}) \cdot (R' - R_{min})$$

folgende Methode vorgelegt:

Für ein bestimmtes mittleres Rücklaufverhältnis R' (beispielsweise $R' = 20$) wird aus dem Diagramm mit der Differenzkurve für zahlreiche Wertepaare von x_B und x_D die benötigte Bodenzahl n' abgelesen; diese erhaltenen Werte n' werden in ein x_B, x_D -Diagramm eingetragen und Punkte mit gleichem n' miteinander verbunden, Bild 6. Aus dem so gewonnenen Diagramm kann dann die für jede beliebige Trennung bzw. Anreicherung von vorgegebenem x_B auf vorgegebenes x_D benötigte theoretische Bodenzahl n' abgelesen werden. Sollte das Rücklaufverhältnis gerade gleich R' sein, so ist man fertig. Für den allgemeinen Fall, d. h. für beliebiges $R \neq R'$, ist die Anlage eines weiteren Diagramms erforderlich, in welches die Mindestrücklaufverhältnisse R_{min} für jede bestimmte Trennung bzw. Anreicherung eingetragen sind, Bild 7; die Anlage dieses Diagramms geschieht ebenfalls mit Hilfe der Differenzkurve, aus welcher man die Mindestrücklaufverhältnisse für zahlreiche Wertepaare x_B und x_D bestimmt und in das anzulegende Diagramm einzeichnet, worauf man Punkte mit gleichem R_{min} miteinander verbindet.

Mit den Werten n_{min} , R_{min} , n' und R' sowie dem vorgegebenen Rücklaufverhältnis R erfolgt die Bestimmung der für eine bestimmte Anreicherung erforderlichen theoretischen Bodenzahl n_b rasch aus einem zweiten Nomogramm, Bild 8. Die — mittels eines Fadens oder Lineals hergestellte — geradlinige Verbindung der Punkte mit den Maßzahlen $n' - n_{min}$ und $R' - R_{min}$ schneidet die mittlere Skala in einem bestimmten Punkte P . Die Verlängerung der geradlinigen Verbindung dieses Punktes P mit dem Punkt der Maßzahl $R - R_{min}$ schneidet die n_b -Skala im Punkt mit der Maßzahl $n_b - n_{min}$, aus der sich sofort nach Addition von n_{min} n_b selbst ergibt.

Füllkörperkolonnen

Auch für Füllkörperkolonnen sind ähnliche Tafeln wie für Bodenkolonnen zu konstruieren, die in der gleichen Weise abgelesen werden, so daß sich hier eine gesonderte Darstellung erübrigkt.

Zusammenfassung

Die Bestimmung der theoretischen Bodenzahl für beliebiges Rücklaufverhältnis R geschieht für Bodenkolonnen in folgenden einfachen Schritten:

1. Bestimmung von n_{min} aus I, Bild 5,
2. Bestimmung von n' aus II, Bild 6,
3. Bestimmung von R_{min} aus III, Bild 7,
4. Bildung von $n' - n_{min}$ und $R' - R_{min}$ und Aufsuchen des Punktes P aus IV, Bild 8,
5. Bildung von $R - R_{min}$ und Aufsuchen von $n_b - n_{min}$ und damit n_b aus IV, Bild 8.

Wenn für die gebräuchlichen Gemische die Tafeln I, II und III sowie das für Nomogramm IV vorliegen, wird es für die Praxis in Labor und Technik außerordentlich leicht sein, jeweils die gewünschte theoretische Bodenzahl zu bestimmen⁷⁾.

Der Vorteil der geschilderten nomographischen Methode besteht in der Einfachheit der Handhabung bei voller Genauigkeit des Verfahrens und der beträchtlichen Zeitsparnis gegenüber anderen Verfahren, da hier im Bruchteil einer Minute für jede beliebige Destillation die Anzahl der erforderlichen Böden bzw. Austauscheinheiten ohne jede Zwischenrechnung allein aus den Darstellungen bestimmt werden kann.

[B 21]

Eingegangen 20. Mai 1947

⁶⁾ W. Fischer, Vortrag auf der Apparatebauausstellung in Ettlingen am 26. 9. 1947. Veröffentlichung demnächst.

⁷⁾ Präzisionsdarstellungen I, II, III und IV zur Berechnung von Boden- und Austauschzahlen auch für besondere technische Zwecke sind beim Laboratorium für chemische Verfahrenstechnik Dr. Stage (20) Helmstedt, Emmerstädterstrasse 14.