

Wirkung von Rektifizierböden

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

Versuche mit Rektifizierböden zeigten bei bestimmten Gemischen, daß die Wirkung des Austauschboden sich sowohl bei niedrigem als auch bei hohem Gehalt an leichter siedendem Stoff im Gemisch stark ändert. Im folgenden wird gezeigt, daß sich diese Abhängigkeit der Bodenwirkung von der Gemischkonzentration durch die Größen erklären läßt, die den Wärmeübergang zwischen Flüssigkeit und Dampf auf dem Rektifizierboden bestimmen.

Problemstellung

Durch theoretische und experimentelle Untersuchungen sind in den letzten Jahren die Einflüsse, welche die Wirkung von Rektifizierböden bedingen, weitgehend geklärt worden. Es wurde beispielsweise sowohl rechnerisch als auch versuchsmäßig¹⁾ einwandfrei nachgewiesen, daß bei großen Dampfgeschwindigkeiten und sonst gleichen Bedingungen die Verschlechterung der Wirkung von Austauschböden nur eine Folge des Mitreißen von Flüssigkeit im Dampf ist. Scheidet man jedoch diesen Einfluß aus, was durch die Einhaltung kleiner Dampfgeschwindigkeiten möglich ist, so ergeben die Böden selbst bei verschiedenen Dampfichten eine nahezu gleiche Trennwirkung²⁾, solange das Flüssigkeitsgemisch gleiche Zusammensetzung aufweist. Wird aber letztere geändert, so nimmt auch das Verstärkungsverhältnis verschiedene Werte an. Alle Versuche zeigen für bestimmte Gemische, daß die Wirkung sowohl bei niedrigen als auch bei hohen Gehalten an leichter siedendem Stoff im Gemisch sich stark ändert³⁾. Manche Forscher zogen daraus den falschen Schluß, daß die Wärme- und Stoffaustauschzahlen mit abnehmendem Temperaturgefälle zwischen Flüssigkeit und Dampf kleiner werden. Diese Annahme ist jedoch durch nichts begründet, und sie wurde nur deshalb gemacht, weil man eine andere Erklärung nicht fand. Eine einwandfreie und einfache Begründung für die erwähnte Abhängigkeit der Bodenwirkung von der Gemischkonzentration läßt sich indessen durch eine Betrachtung der Größen auffinden, welche den Wärmeübergang zwischen Flüssigkeit und Dampf auf einem Rektifizierboden festlegen. Über sie wird im folgenden berichtet.

Wärmeaustausch und Bodenwirkung

Diejenige Wärmemenge, welche je Mol des durch einen Boden strömenden Dampfes zwischen letzterem und der Flüssigkeit ausgetauscht wird, werde mit Q [kcal] bezeichnet. Sie ist durch die Wärmeaustauschzahl k [kcal/n.² m² °C] und die Berührungsfläche F [n.²] zwischen den beiden Phasen, die Austauschzeit Z [h] und das Temperaturgefälle ϑ [°C] zwischen Flüssigkeit und Dampf durch die Beziehung gegeben:

$$Q = k F Z \vartheta \dots \dots \dots (1)$$

Wie allgemein für die Berechnung der theoretischen Bodenzahl wird für die folgenden Betrachtungen der Fall der theoretischen Bodenreicherung zu Grunde gelegt, bei welchem der von einem Boden aufsteigende Dampf im Phasengleichgewicht steht mit der vom gleichen Boden ablaufenden Flüssigkeit. Der Einfachheit halber wird ein Zweistoffgemisch vorausgesetzt. Der einem bestimmten Boden zuströmende Dampf habe x_{D_0} Mol-% Leichtersiedendes und der abströmende Dampf x_{D_0} Mol-%. Wie diese beiden Werte für eine bestimmte Bodenablaufkonzentration x_{F_0} Mol-% bestimmt werden, geht aus dem oberen Teil des Bildes 1 hervor, in welchem die Gleichgewichtskurve, die Verstärkungsgerade und die Diagonale des zweidimensionalen Schaubildes eingetragen sind. Die erstgenannte Gerade schneidet die zw. It genannte im Punkte A beim Abszissenwert x_E , welcher den Gehalt an Leichtersiedendem im Destillat darstellt. Durch einen Punkt B auf der Verstärkungsgeraden ist der Zusammenhang zwischen der Flüssigkeitsablaufkonzentration x_{F_0} und dem Gehalt x_{D_0} in dem Dampf gegeben, welcher dem betrachteten Boden zuströmt. Die Zusammensetzung des von diesem aufsteigenden Dampfes ist an dem senkrecht über B und auf der Gleichgewichtskurve liegenden

¹⁾ E. Kirschbaum, Beitrag über die Wirkung von Austauschböden. Z. Ver. dtsh. Ing. Beihft Verfahrenstechnik 13/159 [1938].

²⁾ E. Kirschbaum, Wirkung von Rektifizierböden bei Unterdrücken und Berechnung des Säulengradienten von Rektifizierapparaten. Z. Ver. dtsh. Ing. Bihft Verfahrenstechnik 69/77 [1940].

³⁾ J. S. Carey, J. Griswold, W. K. Lewis u. W. H. Mc Adams, Plate efficiencies in rectification of binary mixtures. Trans. Amer. Inst. Chem. Engrs. 30, 504/519 [1933/34].

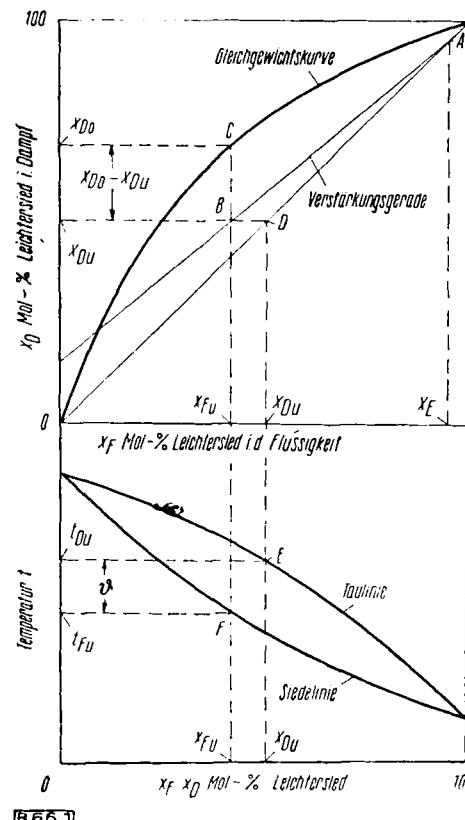


Bild 1
Bestimmung der theoretischen Anreicherung $x_{D_0} - x_{D_u}$ und des Temperaturgefälles ϑ .

Punkte C abzulesen. Der Ordinatenunterschied $x_{D_0} - x_{D_u}$ zwischen diesen beiden Punkten stellt die theoretische Anreicherung eines Bodens dar. Je Mol Gemischdampf wird dann unter Berücksichtigung des sich abspielenden Austauschvorganges⁴⁾ die Menge

$$\Delta D = \frac{x_{D_0} - x_{D_u}}{100} \dots \dots \dots (2)$$

an Schwersiedendem kondensiert und die gleiche Menge D Mol an Leichtersiedendem verdampft. Wird die in vielen Fällen von der Zusammensetzung unabhängige molare Verdampfungswärme mit r [kcal/Mol] bezeichnet, so wird die theoretisch auszutauschende Wärmemenge

$$Q = \Delta D \cdot r \dots \dots \dots (3)$$

Schon aus dem Verlauf der Gleichgewichtskurve geht hervor, daß Q sich mit der Zusammensetzung ändert. Bei dem Verlauf der Gleichgewichtskurve, wie sie Bild 1 zeigt, hat Q bei mittleren Gehalten an Leichtersiedendem einen Höchstwert. Diese Höchstwärmemenge muß übertragen werden, wenn die erwähnte theoretische Anreicherung erzielt werden soll. Wären die übrigen Einflüsse auf den einzelnen Austauschböden unveränderlich, so würde die der theoretischen Anreicherung zugeordnete Wärmemenge dort am vollkommensten übertragen werden, wo sie am kleinsten ist.

Indessen läßt der Verlauf der Siede- und Taulinie darauf schließen, daß auch das Temperaturgefälle ϑ von Boden zu Boden sich ändert. Der Dampf mit dem Gehalt x_{D_0} strömt dem betrachteten Boden mit einer Temperatur t_{D_0} zu und verläßt letzteren mit der zu x_{D_0} gehörigen Siedetemperatur t_{F_0} . Die Flüssigkeit ändert die Temperatur von t_{F_0} auf t_{F_u} . Diese Werte sind den Zu- und Ab-

⁴⁾ E. Kirschbaum, Verfahren zur Bestimmung der Höhe von Füllkörpersäulen der Destillier- und Rektifiziertechnik. Z. Ver. dtsh. Ing. Beihft Verfahrenstechnik 15/20 [1943].

ström-Konzentrationen x_{F_0} und x_{F_u} der Flüssigkeit als Siedetemperaturen zugeordnet. Grundsätzlich ist die Ermittlung des auf einem Rektifizierboden vorliegenden mittleren Temperaturgefälles möglich. Unter den möglichen Endunterschieden liegt es dem Werte $(t_{D_u} - t_{F_u})$ am nächsten. Deshalb und um die Untersuchungen einfach zu gestalten, wird im folgenden

$$\vartheta = t_{D_u} - t_{F_u} \dots \dots \dots (4)$$

gesetzt. Wie das zu einer bestimmten Bodenablaufkonzentration x_{F_u} gehörige Gefälle ermittelt wird, geht aus Bild 1 hervor. In seinem unteren Teil ist die Siede- und Taulinie eingetragen. Durch x_{F_u} und den Schnittpunkt F auf der Siedelinie ist die Siedetemperatur t_{F_u} der Bodenablaufflüssigkeit sowie über den Linienzug BDE durch den auf der Taulinie liegenden Punkt E mit dem Abszissenwert x_{D_u} die Temperatur t_{D_u} des dem betrachteten Boden zuströmenden Dampfes festgelegt. Das Temperaturgefälle ϑ kann dann unmittelbar als Ordinatenunterschied der Punkte E und F abgelesen werden.

Es sei noch darauf hingewiesen, daß das Gefälle $t_{D_u} - t_{F_u}$ dasjenige ist, welches sich im waagerechten Querschnitt einer Füllkörpersäule einstellt, in der sich Flüssigkeit und Dampf im reinen Gegenstrom bewegen. Die zwischen Dampf und Flüssigkeit übertragbare Wärmemenge wird um so größer sein, je größer das Gefälle ist, und umgekehrt.

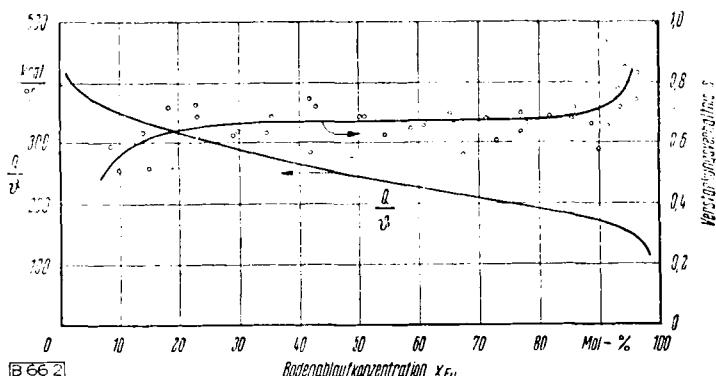
Es kann also gesagt werden, daß der Austausch, welcher der theoretischen Anreicherung entspricht, um so mehr erreicht wird, je kleiner Q und je größer ϑ ist, je kleiner also das Verhältnis Q/ϑ wird. Umgekehrt wirkt sich eine Vergrößerung des Wertes Q/ϑ in einer Verschlechterung der Bodenwirkung aus.

Arbeitet eine Säule mit vollständigem Rücklauf (Rücklaufverhältnis $v = \infty$), so sind Flüssigkeitsablauf- und Dampfzuström konzentrationen einander gleich ($x_{F_u} = x_{D_u}$), indem die Verstärkungsgerade mit der Diagonalen und dadurch die Punkte B und D (Bild 1) zusammenfallen. Der Punkt E auf der Taulinie liegt dann senkrecht über Punkt F . Sowohl die theoretische Anreicherung als auch das Temperaturgefälle können nunmehr auf einer zur Abszissen Senkrechten abgelesen werden.

Zahlenmäßige Auswertungen und Vergleich mit Versuchsergebnissen

Um die Schlußfolgerungen des letzten Abschnittes nachprüfen zu können, müssen für verschiedene Bodenablaufkonzentrationen die Werte Q und ϑ ermittelt werden, wie es an Hand des Bildes 1 erläutert ist.

Zunächst sollen Versuchsergebnisse von amerikanischen Forschern^{a)} zur Nachprüfung der aufgestellten Theorie herangezogen



Wert Q/ϑ und Verstärkungsverhältnis s in Abhängigkeit von der Bodenablaufkonzentration x_{F_u} [Mol-%].
Gemisch Benzol-Toluol ($v = \infty$).

werden. Sie gelten für das Gemisch Benzol-Toluol und für vollkommenen Rücklauf ($v = \infty$). Der Säulendurchmesser betrug 316 mm. Grundsätzlich ist es zweckmäßig, Ergebnisse von Versuchen zu benutzen, die an Apparaten mit kleinem Durchmesser gewonnen wurden, weil nämlich dann der Flüssigkeitsweg auf dem Boden kurz ist und diejenigen Verhältnisse sich ergeben, welche dem Fall der Flüssigkeitsdurchmischung am nächsten liegen.

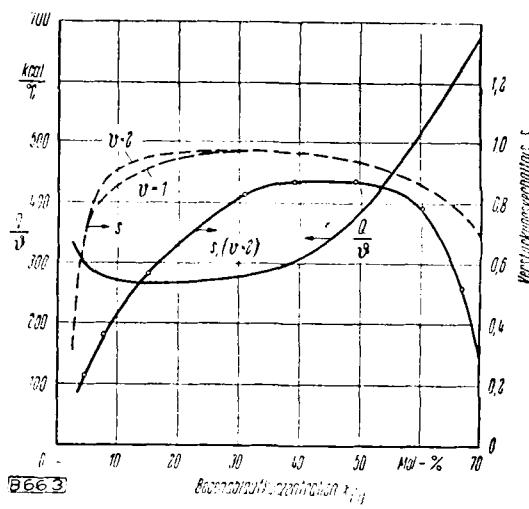
Tabelle 1
Bestimmung des Wertes Q/ϑ für das Gemisch Benzol-Toluol

x_{F_u} [Mol-%]	2	6	10	20	3	40	50	60	70	80	90	94	98
$x_{D_u} - x_{F_u}$ [Mol-%]	2,6	7,0	10,7	17,2	21	21,7	21	18,8	15,4	11,8	5,8	3,4	1,0
ϑ [°C]	0,5	1,46	2,35	4,25	5,56	5,26	6,6	6,36	5,8	4,75	2,6	1,65	0,57
Q/ϑ [kcal/°C]	400	368	350	311	290	266	244	227,5	204	190,5	171,5	158	135

Diese ist bekanntlich eine der Voraussetzungen zur Erreichung der theoretischen Anreicherung. In Tabelle 1 sind die für bestimmte Ablaufkonzentrationen x_{F_u} Mol-% Benzol ablesbaren Unterschiede $x_{D_u} - x_{F_u}$ und ϑ sowie die mit einer mittleren molaren Verdampfungswärme des Gemisches von $r = 7680$ [kcal/Mol] nach Gl. 3 berechneten Werte von Q/ϑ eingetragen.

In Bild 2 ist das letztgenannte Zahlenverhältnis über der Bodenablaufkonzentration x_{F_u} aufgetragen. Es ist ersichtlich, daß der Zahlenwert von Q/ϑ bei kleinen x_{F_u} -Werten stark ansteigt und bei großen Ablaufkonzentrationen über 90 Mol-% ebenso stark abnimmt. In das gleiche Bild 2 ist das durch Versuche^{a)} festgestellte Verstärkungsverhältnis s durch die voll ausgezogene Linie in Abhängigkeit von x_{F_u} eingetragen. Dieses nimmt gerade dort, wo Q/ϑ steigt, also bei niederen Ablaufkonzentrationen kleinere Werte an und wächst merklich, wenn Q/ϑ bei $x_{F_u} > 90$ Mol-% sinkt. Damit ist der entscheidende Einfluß des Wertes Q/ϑ auf das Verstärkungsverhältnis nachgewiesen. Bei mittleren Konzentrationen nimmt s mit steigendem x_{F_u} nicht in dem Maße zu, wie es der Verlauf der Q/ϑ erwarten läßt. Dies mag davon herrühren, daß neben Q/ϑ noch andere Größen auf den Zahlenwert von s einen Einfluß haben und daß vor allem auf den untersuchten Glockenböden Kreuzstrom zwischen Flüssigkeit und Dampf vorlag und keine vollkommene Flüssigkeitsdurchmischung mit vollkommenem Austausch, welche Voraussetzung für die theoretische Anreicherung ist.

Auch beim Gemisch Äthylalkohol-Wasser ist der Kurvenverlauf, welcher die Abhängigkeit des Verstärkungsverhältnisses von der Bodenablaufkonzentration x_{F_u} Mol-% Alkohol angibt, in den Hauptmerkmalen durch den Zahlenwert von Q/ϑ bedingt. Dies beweisen Versuche, die mit Siebböden mit einem Säulendurchmesser von 110 mm bei einem Rücklaufverhältnis von $v = 3$ und solchen Dampfgeschwindigkeiten vom Verfasser durchgeführt wurden, bei denen noch kein beachtliches Mitreißen von Flüssigkeit im Dampf stattfindet. In Bild 3 sind die Ergebnisse



Wert Q/ϑ und Verstärkungsverhältnis s in Abhängigkeit von der Bodenablaufkonzentration x_{F_u} [Mol-%].
Gemisch: Äthylalkohol-Wasser.
Gestrichelte Kurven: Versuche von Byman u. Keyes.
Ausgezogene Kurven: Versuche des Verfassers.

wiedergegeben, während Tabelle 2 die Berechnungswerte zur Bestimmung von Q/ϑ enthält. Auch der letztgenannte Wert ist in Abhängigkeit von x_{F_u} in Bild 3 dargestellt. Es zeigt sich, daß bei niederen und hohen x_{F_u} -Werten Q/ϑ ansteigt und daß in denselben Konzentrationsgebieten das Verstärkungsverhältnis absinkt. Der

überragende Einfluß von Q/ϑ auf das Verstärkungsverhältnis ist damit von neuem nachgewiesen. Die Q/ϑ -Kurve erreicht einen

Tabelle 2
Bestimmung des Wertes Q/ϑ für das Gemisch Äthylalkohol-Wasser

x_{Fu} Mol-%	3	12	20	30	50	60	70
$x_{Dn} - x_{Dn}[\text{Mol}-\%]$	12,6	19,6	20	16,8	9,9	7,5	5
$\vartheta [^{\circ}\text{C}]$	1,4	6,02	7,05	5,9	2,43	1,36	0,7
$Q/\vartheta [\text{kcal}/^{\circ}\text{C}]$	316	272	272	274	391	530	686

Kleinstwert bei $x_{Fu} = 20$ Mol-%, während die s -Linie bei $x_{Fu} = 40$ Mol-% auf einen Höchstwert steigt. Ausschlaggebend dafür, daß sich die beiden erwähnten Extremwerte nicht bei derselben Konzentration einstellen, sind die bereits für das Gemisch Benzol-Toluol aufgeführten Gründe, nach denen neben dem Wert von Q/ϑ noch andere Einflüsse mitbestimmend sind und daß auf den untersuchten Böden nicht Flüssigkeitsdurchmischung und nicht vollkommener Austausch vorlag. Diese Einflüsse im einzelnen zu klären, soll Gegenstand einer besonderen Untersuchung sein.

Ausschlaggebend dafür, daß sich die beiden erwähnten Extremwerte nicht bei derselben Konzentration einstellen, sind bereits für das Gemisch Benzol-Toluol aufgeführte Gründe, nach denen neben dem Wert von Q/ϑ noch andere Einflüsse mitbestimmend sind. Gerade bei dem vorliegenden Versuchsgemisch war ein besonders stark sich auswirkender Einfluß dadurch vorhanden, daß in dem bei den Versuchen verwendeten „Primasprit“ immer noch Reste von Fuselöl vorhanden waren. Durch die eingebauten Säulenmantel aus Glas konnte sowohl bei Siebböden wie auch bei Glockenböden beobachtet werden, daß auf den unteren Böden der Verstärkungssäule, wo bekanntlich bei den niedrigeren Alkoholkonzentrationen das Fuselöl sich anreichert, das Gemisch die Schaumfähigkeit immer mehr verliert. Die Schaumblasen werden durch Flüssigkeitslamellen ersetzt. Die dadurch eintretende Verkleinerung der Berührungsfläche der beiden Phasen, mit der auch eine Veränderung der Austauschzahlen verbunden ist, hat eine

Erniedrigung des Verstärkungsverhältnisses zur Folge. Damit kann erklärt werden, daß das Verstärkungsverhältnis in dem Bereich von $x_{Fu} = 10$ bis 30 Mol-% kleiner ist, als es das Spiegelbild zur Q/ϑ -Linie erwarten läßt.

Die Richtigkeit dieser Erklärung beweisen Versuchsergebnisse amerikanischer Forscher⁵⁾. Erstere sind durch die gestrichelt gezeichnete Linie in Bild 3 dargestellt, welche die Abhängigkeit des Verstärkungsverhältnisses s von der Bodenablaufkonzentration des verwendeten Alkohol-Wassergemisches bei Rücklaufverhältnissen von $v = 1$ und $v = 2$ wiedergibt. Die gestrichelt gezeichnete Linie läßt nicht nur die Erhöhung von s durch das Schäumen erkennen, sondern sie weist auch bei $x_{Fu} = 5$ Mol-% wie die Q/ϑ -Linie eine starke Krümmung auf. Gerade diese Tatsache dürfte ein zusätzlicher Beweis für den Zusammenhang zwischen s und Q/ϑ sein.

Zusammenfassung

Für den Fall der theoretischen Anreicherung eines Rektifizierbodens wird nachgewiesen, daß eine ganz bestimmte Wärmemenge Q zwischen Flüssigkeit und Dampf ausgetauscht werden muß, zu deren Übertragung zwischen den beiden Phasen ein durch den Verlauf der Siede- und Taulinie gegebenes Temperaturgefälle ϑ zur Verfügung steht. Beide Werte sind von der Bodenablaufkonzentration x_F abhängig. Eine Überlegung führt zu der Erkenntnis, daß hohe Werte von Q/ϑ ein Absinken der Bodenwirkung zur Folge haben und umgekehrt. Grundsätzlich wird dieser Zusammenhang durch einen Vergleich von berechneten Q/ϑ -Werten mit gemessenen Verstärkungsverhältnissen s von Rektifizierböden als richtig bestätigt. Nur bei mittleren Gehalten an Leichtsiedendem in der Bodenablaufflüssigkeit ergeben sich begrenzte Abweichungen von dem erwähnten Zusammenhang zwischen Q/ϑ und s , wofür beigeordnete Einflüsse als mitwirkend angeführt werden.

Eing g. 16. Juni 1948 [B 66]

⁵⁾ L. Byman u. D. B. Keyes, Plate Efficiency Study in Ethyl Alcohol Distillation Chem. metallurg. Engng. 85/87 [1941].

Bau- und Wirkungsweise von Schwebstoff-Filtern

Von Dr. rer. nat. RICHARD WEBER, z. Zt. Dickschied ü. Bad Schwalbach (Taunus)*)

Der Wirkungsgrad von Schwebstoff-Filtern, die nur aus Zellstoff-Fasern bzw. Baumwoll-Linters bestehen, ist unzureichend. Die Herstellung hochwirksamer Filter gelingt erst mit Hilfe von Zusatzstoffen, die sich durch eine besonders hohe schwebstoffabscheidende Wirkung auszeichnen. Lange Zeit wurde zu diesem Zwecke zerfaserter Asbest mit Erfolg verarbeitet. Infolge der Asbestverknappung mußte nach Asbestaustauschstoffen gesucht werden, wobei der Kunststoff Polystyrol als Zusatzstoff gute schwebstoffabscheidende Wirkungen aufweist.

In Schleifereien, Mühlen und in Betrieben der chemischen Industrie treten mitunter sehr feintilige und daher gefährliche Staube und Nebel auf, deren Beseitigung aus der Atemluft oft große Schwierigkeiten bereitet. Die im allgemeinen gebräuchlichen Schwebstoff-Filter sind meist sehr einfach gebaut und bestehen aus Haarfilschichten oder irgendwelchen anderen Faser-, beispielsweise Watteschichten. Wie die vorliegende Untersuchung ergeben hat, sind aber solche Faserschichten nicht imstande, die gefährlichen feinsten Schwebstoffanteile zurückzuhalten. Hierdurch wurde die Entwicklung hochwirksamer Schwebstoff-Filter notwendig, auf die im folgenden näher eingegangen wird.

Bei der Filtration von Aerosolen mit Hilfe von Faserküchen¹⁾ (Höhe = 3,5 cm, Durchmesser = 13 cm) aus Baumwoll-Linters bzw. Zellstoff-Fasern wurde gefunden, daß der Wirkungsgrad des genannten Fasermaterials begrenzt ist, welchen mechanischen Bearbeitungen es auch immer unterworfen wird. Die subjektive

Prüfung der aus solchen Fasersorten hergestellten Filter gegen einen Diphenylcyanarsin-Nebel als Test-Aerosol ergibt, daß die Filter sofort durchschlagen werden, also unbrauchbar sind, obwohl im objektiven Prüfverfahren gegen einen verhältnismäßig feintiligen Ölnebel²⁾ mit hoher Massenkonzentration (4 g Öl/m³) etwa 93% der Masse dieses Nebels abgefangen werden. Das entspricht einer Massenkonzentration der durch diese Filter getretenen Nebelteilchen von etwa 280 mg Öl/m³. Bei einem Luftdurchtritt von 25 l/min betrug die Druckdifferenz an allen Filtern 15 mm WS, wobei etwa gleiche Fasermengen je Filter verbraucht wurden.

Die Massenkonzentration des Prüf-Ölnebels war absichtlich hoch gewählt worden, um eine möglichst kritische Bewertung der Filter zu erreichen. Praktisch kommen solch hohe Massenkonzentrationen nicht vor, und bei der subjektiven Prüfung der Filter betrug die Massenkonzentration des Test-Aerosols etwa 120 mg/m³. Empirisch wurde an Hand zahlreicher Prüfungen gefunden, daß Filter, die im objektiven Prüfverfahren eine Nebelmenge < 2,5

* Die Versuche zu dieser Arbeit wurden im Laboratorium der Auer-Gesellschaft, Werk Oeranienburg b. Berlin, durchgeführt.

¹⁾ Ob. d. H. r. die Herstellung der Faserküchen finden sich Angaben bei R. Weber, Z. Naturforsch. z, 217 [1946].

²⁾ D. r. Omeb. I wurde mit Hilfe eines Regener-Zerstäubers mit Spirale erzeugt; Literatur: H. Freundlich: Kapillarchemie II. Band, S. 787, 1932.