

109. Über einige Untersuchungen an Extraktionskolonnen.

2. Mitteilung¹⁾

von A. Guyer, A. Guyer jr. und K. Meuli.

(27. IV. 55.)

In einer früheren Veröffentlichung¹⁾ wurde über Untersuchungen verschiedener Typen von Extraktionskolonnen berichtet, wobei ihre Charakterisierung durch den Zusammenhang zwischen Wirksamkeit, Strömungsgeschwindigkeit und Betriebsinhalt (Hold-up) erfolgte. Besonders bei der Prüfung von Kolonnen mit innerer Rührung hat es sich dabei gezeigt, dass eine hohe Extraktionswirksamkeit meist nur auf Kosten des Durchsatzes erreicht werden kann. Es ist daher naheliegend, für einen praktischen Vergleich einen Zusammenhang zwischen Extraktionswirksamkeit und Durchsatz heranzuziehen.

Es soll im nachfolgenden eine Methode beschrieben werden, die es ermöglicht, für verschiedene praktische Probleme einen Vergleich zwischen verschiedenen Kolonnentypen anzustellen.

Der durch *Reman*²⁾ definierte Wirksamkeitsindex ist proportional dem Produkt aus Lösungsmittelgeschwindigkeit und Anzahl Gleichgewichtsstufen pro Kolonnenlänge. Das Gewicht, welches den beiden eine praktische Wirksamkeit bestimmenden Grössen gegeben werden muss, hängt nun aber sehr von wirtschaftlichen Überlegungen ab und ist nur im Spezialfall für die beiden Grössen gleich. Man kann sich diesbezüglich leicht zwei Extremfälle vorstellen. Soll ein Stoff aus einer in beliebigen Mengen vorhandenen Flüssigkeit extrahiert werden, so wird die pro Kolonnenvolumen und Zeiteinheit überführte Stoffmenge vor allem durch eine Erhöhung des Durchsatzes vergrößert. Demgegenüber wird bei der Aufarbeitung eines kostbaren Produktes vor allem eine möglichst vollkommene Annäherung an den Gleichgewichtszustand angestrebt werden müssen.

Wird für Kolonnen ähnlicher Füllung, z. B. *Raschig*-Ring-Kolonnen oder *Scheibel*-Kolonnen mit verschiedener Rührgeschwindigkeit für eine gegebene Gruppierung konstant gehaltener Variablen der maximal mögliche Durchsatz pro Kolonnenquerschnitt gegenüber der pro Kolonnenlänge erreichbaren Annäherung an den Gleichgewichtszustand aufgetragen, so wird man innerhalb eines bestimmten Bereiches einen hyperbelähnlichen Verlauf der Kurve erwarten dürfen. In diesem Bereich besteht zwischen der Extraktionswirksamkeit und dem maximalen Durchsatz der folgende Zusammenhang:

¹⁾ A. Guyer, A. Guyer jr. & K. Meuli, *Helv.* **38**, 790 (1955).

²⁾ G. H. Reman, *Proceedings of the Third World Petroleum Congress III*, 121 (1951).

Mit einer Herabsetzung der Tropfengrösse durch Erhöhung der Rührgeschwindigkeit oder durch Verfeinerung der Packung wächst die Grenzfläche und gleichzeitig wird die Kontaktzeit vergrössert. Der Grad der Annäherung an das Gleichgewicht nimmt zu, die maximale Belastbarkeit wegen der verminderten Fallgeschwindigkeit der Tropfen aber ab. Mittels der dimensionslosen Beziehung $N = (ha) \cdot (k/w')$, die zwischen der Zahl der Überföhrungseinheiten N , der Austauschflächenkenngrösse (ha) und dem Verhältnis von Stoffübergangsgeschwindigkeit (k) zu Längsgeschwindigkeit (w') besteht, kann die besprochene Abhängigkeit $N = f(w)$ diskutiert werden. Unter der Annahme, dass die Längsgeschwindigkeit w' proportional zur Strömungsgeschwindigkeit w ist, gilt:

$$N/h = c \cdot k \cdot a \cdot (w)^{-1}.$$

Die Kurve $N/h = f(w)$ ist demnach eine Hyperbel. Der Ausdruck $N \cdot w/h$, wie er von *Reman* als Wirksamkeitsindex definiert wurde, erscheint als Rechteck zwischen den Koordinatenachsen und einem eine bestimmte Packung darstellenden Punkt und ist dimensionsmässig gleich dem bekannten Ausdruck $k \cdot a$.

Der postulierte funktionale Zusammenhang zwischen Extraktionswirksamkeit und maximalem Durchsatz ist naturgemäss von sämtlichen, einen Extraktionsvorgang beeinflussenden Variablen abhängig. Für einen praktischen Fall ist jedoch eine Grosszahl dieser Variablen schon durch das Problem und dann aber auch durch ökonomische Bedingungen festgelegt.

Praktischer Teil. Für die vorliegenden Untersuchungen wurden einerseits das Flüssigkeitssystem (Methylisobutylketon [MIBK]/Essigsäure/Wasser), darin auch die dispergierte Phase (Wasser) und andererseits die Anfangskonzentration beider Phasen (1,76 g Essigsäure in 100 cm³ MIBK und 0,04 g Essigsäure in 100 cm³ Wasser), sowie das Verhältnis der beiden Lösungsmittelgeschwindigkeiten (MIBK/Wasser = 2) konstant gehalten. Es gelangten drei verschiedene Typen von Kolonnen zur Anwendung, wobei die wirksame Extraktionshöhe (1,5 m), sowie der Kolonnendurchmesser (49,6 mm) beibehalten wurden. Zur Beschreibung eines Extraktionsvorganges wurde die Extraktionswirksamkeit durch die Anzahl der Gleichgewichtstufen und die Strömungsverhältnisse durch den Betriebsinhalt (Hold-up) und den Druckabfall charakterisiert. Bekannte Betriebsinhalts- und Druckabfall-Werte für verschiedene Belastungen ermöglichten die Festlegung der Aufstau-(Flooding-)Geschwindigkeit. Die Arbeitslinie kann durch eine zur Gleichgewichtslinie parallele Gerade angenähert werden, weil einerseits das Lösungsmittelverhältnis entsprechend der Steigung der Gleichgewichtslinie gewählt wurde und andererseits die sich ändernde Konzentration auf eine über die ganze Kolonnenlänge praktisch konstant bleibende Grösse auf die Menge des reinen Lösungsmittels bezogen wurde. Dadurch wird nicht nur die Ermittlung der Stufenzahl genauer, sondern diese lässt sich dadurch auch einfach mit den Überföhrungseinheiten in Beziehung bringen. Es wird die gewählte Grösse der Stufen pro Meter Kolonnenlänge (St/h) gleich dem reziproken Wert der Höhe einer Überföhrungseinheit (1/HTU).

Die praktischen Versuche wurden so angelegt, dass die Abhängigkeit des Druckabfalles und des Betriebsinhaltes von der Belastung der Kolonne für verschiedene Kolonnenfüllungen bzw. Mischintensitäten bestimmt werden konnten. Die erhaltenen Resultate sind graphisch in Fig. 1, 2 und 3 zusammengestellt.

Fig. 1.
Scheibel-
Kolonne.

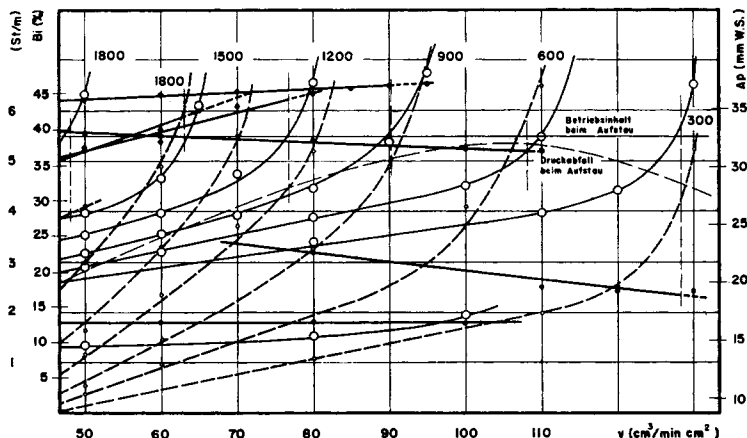


Fig. 2.
Vibro-
Kolonne.

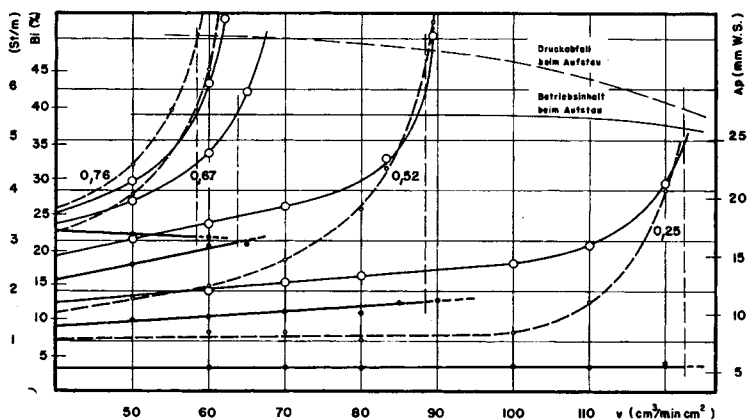
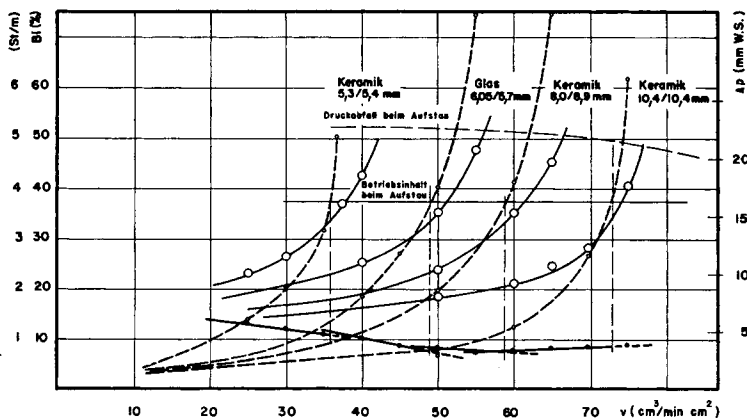


Fig. 3.
Raschig-Ring-
Kolonnen.



- Extraktionswirksamkeit (Stufen/Meter Kolonnenlänge)
 - Betriebsinhalt Bi in %
 - Druckabfall Δp in mm W.-S.
- } in Abhängigkeit von der totalen Lösungsmittelmenge für verschiedene Extraktionskolonnen und Mischintensitäten.

Die Bestimmung und Festlegung der Aufstaubedingung kann bei der Extraktion im Gegensatz zur Absorption, wo der Druckabfall in Funktion der Belastung beim Aufstau eine deutliche Zunahme erfährt, nicht eindeutig erfolgen. Die primäre Ermittlung der Bedingungen beim Flooding-Punkt, d. h. der Geschwindigkeit der kontinuierlichen Phase, bei der die auf die dispergierte Phase wirkenden Schwere- und Reibungskräfte einander aufheben, erfolgte demgemäss visuell. Eine Kontrolle der festgestellten Werte bietet das Kurvenbild, in welchem der Druckabfall gegenüber der Belastung aufgetragen ist. Die bei den verschiedenen Flooding-Punkten herrschenden Flüssigkeitgeschwindigkeiten ergeben für jeden Kolonnentyp und jede Mischintensität die entsprechende maximale Belastung. Wird nun diese maximale Belastbarkeit gegenüber der entsprechenden Extraktionswirksamkeit aufgetragen, so stellt das erhaltene Bild (Fig. 4) den eingangs besprochenen Zusammenhang für verschiedene Kolonnenarten dar.

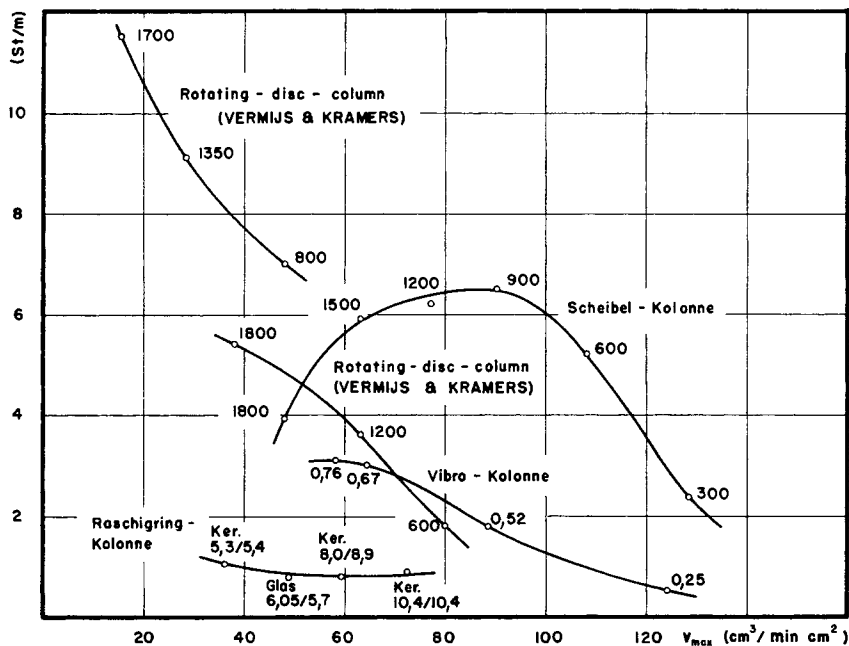


Fig. 4.

Stufenzahl/Meter Kolonnenlänge in Abhängigkeit vom maximalen Durchsatz v_{max} für verschiedene Extraktions-Kolonnen und Rührintensitäten bzw. Füllkörpergrössen.

Es ist aus dieser Darstellung ersichtlich, dass jedem Kolonnentyp bei gleichbleibender Grösse ein ganz bestimmter Arbeitsbereich mit dem darin erreichbaren Wirkungsgrad in bezug auf den Stoffaustausch zugeordnet werden kann. So besitzt die Füllkörperkolonne mit *Raschig*-Ringfüllung je nach Packungsgrösse einen Arbeitsbereich von ca. $35-75 \text{ cm}^3/\text{min} \cdot \text{cm}^2$ und eine Wirksamkeit von ca. 1 Stufe/m Kolonnenlänge, die *Scheibel*-Kolonne hingegen je nach Rührgeschwindigkeit eine Belastung von ca. 90 bis $150 \text{ cm}^3/\text{min} \cdot \text{cm}^2$ bei einer Extraktionswirksamkeit von 6,5 bis 1 Stufe/m Kolonnenlänge. Es ist ferner ersichtlich, dass für die gegebenen Bedingungen

ein Arbeiten bei Rührgeschwindigkeiten über 900 UPM keine Vorteile bietet, da nicht nur die Belastung, sondern auch die Wirksamkeit abnimmt. Für die in der ersten Mitteilung beschriebene Vibrokolonne herrschen analoge Verhältnisse. Die Werte für die Rotating-disc column (RDC), welche aus der Literatur entnommen wurden¹⁾, zeigen, dass mit diesem Kolonnentyp eine grössere Wirksamkeit erreicht werden kann, dass aber gleichzeitig die Leistung bedeutend tiefer liegt als z. B. bei der *Scheibel*-Kolonne. Die hier verwendeten Literaturwerte stammen von Untersuchungen, bei denen nicht völlig gleiche Verhältnisse wie bei unseren eigenen Versuchen herrschten. Zur Ermittlung genauer Vergleichswerte sind entsprechende Versuche noch im Gang.

Wie erwähnt, haben die Vergleiche anhand der ermittelten Kurvenbilder nur Gültigkeit für ein bestimmtes Flüssigkeitssystem und schliessen ein festgelegtes Lösungsmittelverhältnis, die Wahl der dispergierten Phase, die Anfangskonzentration beider Phasen und eine bestimmte Temperatur ein. Änderungen in diesen Bedingungen können gewisse quantitative Verschiebungen der Kurven hervorrufen; die grundlegenden Unterschiede zwischen den Kolonnentypen werden sich, abgesehen von Spezialfällen, jedoch kaum ändern.

Allgemein kann festgestellt werden, dass eine Steigerung des maximalen Durchsatzes nur erreicht werden kann, wenn gleichzeitig eine Verminderung der Wirksamkeit in Kauf genommen wird. Eine Erhöhung der Stufenzahl bei gleichem Durchsatz kann nur durch zusätzlichen apparativen Aufwand erreicht werden, wobei aber auch bereits die untersuchten Kolonnen einen deutlichen Grenzwert in bezug auf Wirksamkeit in Erscheinung treten lassen.

Zusammenfassung.

Anhand des Systems Methylisobutylketon/Wasser/Essigsäure wurden die Wirksamkeit und der maximale Durchsatz von drei Typen von Extraktionskolonnen untersucht, wobei auch der Einfluss der Mischintensität berücksichtigt wurde.

Anhand einer neuartigen Darstellungsart erfolgte eine Charakterisierung der verschiedenen Apparatetypen und ihrer Arbeitsweise. Es wurde dabei vor allem auf den Zusammenhang zwischen Extraktionswirksamkeit und maximaler Leistung bei gleichbleibenden apparativen Grössen und Mengenverhältnissen Wert gelegt.

Technisch-chemisches Laboratorium
der Eidg. Techn. Hochschule, Zürich.

¹⁾ *H. J. Vermijs & H. Kramers*, Chem. Eng. Sci. **3**, 55 (1954).