

21

B e r i c h t

über die Wirkungsweise der Bitterfelder Abschirm-Kolonne

im Vergleich zu anderen Bauarten.

Dipl. Ing. Eberhardt

Februar 1944

428

Bei der Konstruktion von Rektifizier-Kolonnen treten vor allem die drei folgenden Gesichtspunkte, besonders in der heutigen Zeit, mit wachsender Notwendigkeit in den Vordergrund.

- 1.) Einfachheit in Ausführung und Montage.
- 2.) Einsparung von Werkstoffen, insbesondere von Metallen.
- 3.) Angleichung des Austausch-Vorganges an die theoretisch gegebenen Voraussetzungen.

Die unter 1.) und 2.) genannten Merkmale betreffen den Preis und was noch wichtiger ist, den Arbeitsaufwand und mit im Wesentlichen die Lieferzeit der Anlage. Außerdem sind sie von entscheidender Bedeutung für die Beantwortung der Frage, ob eine Kolonne als Reparatur-Bedarf in eigener Werkstatt aus vorhandenen Mitteln schnell und einfach hergestellt werden kann oder nicht. Weiterhin hängt von ihnen die Möglichkeit ab, die Kolonne aus keramischen Material anzufertigen.

Hinsichtlich der unter 3.) genannten Forderung ist zu bemerken, daß z. B. von Prof. Hausen und Prof. Kirschbaum umfangreiche theoretische Berechnungen über die Abhängigkeit des Verstärkungs-Verhältnisses von verschiedenen Faktoren veröffentlicht wurden, deren Ergebnisse auf Abb. 1 wiedergegeben sind. Daraus geht zunächst hervor, daß das Verstärkungs-Verhältnis eines Bodens abgesehen vom Belastungszustand mit der Konzentration eines Gemisches und mit dem Rücklauf-Verhältnis veränderlich ist. Darüber hinaus zeigen die Erfahrungen, daß eine weitere Abhängigkeit von den zu trennenden Stoffen und nicht zuletzt in erheblichem Maße von der Konstruktion der Böden selber besteht.

Wenn man nun diese theoretisch ermittelten Ergebnisse mit denjenigen aus dem praktischen Kolonnenbau vergleicht (Abb. 2 u. 2a) siehe Kirschbaum-Seite 69, so lassen sich erhebliche Abweichungen nicht nur wertmäßig, sondern auch in der charakteristischen Gestalt der Kurven feststellen. Grundsätzlich liegen die Verhältnisse so, daß dort, wo theoretisch ein Ansteigen der Verstärkungsfähigkeit zu erwarten ist, z. B. bei höheren oder niederen Konzentrationen eines Gemisches oder bei Kürzung des Rücklaufes, tatsächlich ein ebenso starkes Absinken des Verstärkungs-Verhältnisses bei den gemessenen Böden in Erscheinung tritt.

Die praktische Bedeutung dieser Feststellung fällt umso mehr ins Gewicht, wenn man berücksichtigt, daß der Glockenboden sein Maximum

an Verstärkungs-Fähigkeit dort besitzt, wo verfahrenstechnisch die geringste Trennwirkung für die Zerlegung eines Flüssigkeits-Gemisches erforderlich ist, und dort, wo es sich um die höheren Reinheitsstufen handelt, bei Beginn also der eigentlichen Rektifizier-Aufgabe in seiner Wirksamkeit erheblich nachläßt.

In der Literatur wird zwar auf diese Zusammenhänge und Erscheinungen hingewiesen, jedoch finden die sich daraus ergebenden Widersprüche keine weitere Erklärung. Es liegt jedoch im Interesse der weiteren Entwicklung, daß diese Unstimmigkeiten zwischen Theorie und Praxis ihre Erklärung finden und daraus vor allem die Nutzenanwendung für die Praxis gezogen werden kann.

Im Verlauf von Probe-Destillationen in Bitterfeld an verschiedenen gestalteten halbertechnischen Kolonnen (300 % ϕ), die alle nach dem Prinzip der Abschirmung (Abb. 3) arbeiten, haben sich erhebliche Unterschiede in der Trennfähigkeit gezeigt. Auffällig war dabei die Tatsache, daß diese Unstimmigkeiten an vorher bestimmten Verstärkungsverhältnissen nicht erkennbar gewesen waren.

Bemerkenswert und aufschlußreich war es vor allem, daß die aufgetretenen Unterschiede in der Trennfähigkeit nicht durch Veränderung der konstruktiven Ausführung selber hervorgerufen wurden, sondern ausschließlich von der Anordnung des Öffnungs-Querschnittes auf den Böden abhängig war. Würde der Dampföffnungs-Querschnitt (ca. 3-5%) z.B. durch regelmäßig angeordnete Rande Löcher gleichmäßig auf den ganzen Querschnitt verteilt (Siebboden), so stellte sich stets ein schlechterer Trenn-Effekt ein, als bei einem ungelochten Boden, dessen freier Dampfquerschnitt ausschließlich durch den Rand des Bodens gegeben war.

So wurden beispielsweise bei einer Probe-Rektifikation eines Gemisches von 90% Gew. Perchloraethylen, 1% Hexachloraethylen, 7% Hexabutadien und 2% Hexachlorbenzol folgende Ergebnisse erzielt:

Zulauf	Destillat Perchlor Aethylen	Rücklauf	Rücklauf Verhältnis	t in Blase	Siede- Differenz	Boden- zahl	Bemerkungen
kg/min	kg/min	kg/min	1	° Cels.	° Cels.	Stück	
0,815	0,975	2,08	2,06	132	0,5	18	Kolonne 300% ϕ nach
0,815	0,813	1,72	2,12	140	0,8	18	Abb. 3a nur Randaus-
0,815	0,813	1,72	2,12	142	1,0	18	tausch, gleichsinnig.
0,815	0,813	1,72	2,12	146	1,1	18	Betrieb kontinuierlich
0,815	0,813	1,72	2,12	150	1,2	18	
0,820	0,800	2,0	2,5	135	1,8	30	Siebfläche, ohne Rand- austausch Abb. 3a. Sonst wie oben.

Da im Gegensatz zu dieser Beobachtung die Verstärkungs-Verhältnisse, gemessen am Gemisch Methanol-Wasser zunächst keinerlei Unterschiede zeigten, mußten zwecks Klärung dieser Unstimmigkeit noch andere Ursachen und Zusammenhänge angenommen werden. Als Hinweis für die weiteren Untersuchungen diente die vorerwähnte starke Abweichung zwischen der theoretisch bestimmten und der praktisch am Glockenboden erzielbaren Verstärkungsfähigkeit in Abhängigkeit der Konzentration. Die Vermutung lag nahe, daß der charakteristische Verlauf der Kurve bei einem Boden mit ausschließlich Randaustausch dem theoretischen Verlauf besser angepaßt sein müßte, als bei den anderen Böden, d.h. es war ein Ansteigen des Verstärkungs-Verhältnisses bei höheren bzw. niederen Konzentrationen zu erwarten.

Die gewonnenen Versuchs-Ergebnisse am Gemisch Methanol-Wasser sind in Abb.4 wiedergegeben. Aus ihnen geht hervor, daß sich die Verstärkungs-Verhältnisse sämtlicher Boden-Ausführungen (Glocken-, Siebboden, Randaustausch bzw. Schirmglocke) im Bereich der mittleren Konzentration kaum unterscheiden und erst bei höheren bzw. niederen Konzentrationen erheblich von einander abweichen. Die Vermutung, daß sich der Verlauf der am Versuchsboden mit Randaustausch gemessenen Kurve demjenigen der theoretisch berechneten weitgehend annähert, hat sich demnach bestätigt. Den ungünstigsten Verlauf zeigt die an einem Glockenboden gemessene Kurve, obgleich die Verstärkungs-Verhältnisse im Bereich von 10 Gew.% bis etwa 95 Gew.% zwischen 0,8 u. 0,9 liegen. Günstiger liegen die Verhältnisse in bezug auf das Abfallen der Kurve beim Siebboden, der ein ziemlich konstantes Verstärkungs-Verhältnis innerhalb des gesamten Meßbereiches aufweist, was auch zur Erklärung der besseren Trennfähigkeit des Siebbodens dienen mag.

Wie bereits erwähnt, werden bei sämtlichen Rektifizier-Aufgaben fast ausschließlich höhere Reinheits-Grade der zu gewinnenden Produkte angestrebt. Demnach sind die oben genannten Versuchs-Ergebnisse von ausschlaggebender Bedeutung für die Konstruktion von Kolonnen-Böden. Die in diesem Zusammenhang nächstliegende Aufgabe ist es nun, eine vergleichsweise Gegenüberstellung von Ergebnissen an Betriebs-Kolonnen von verschiedenen Konstruktionen unter den gleichen Bedingungen zu erhalten.

Es werden daher im Folgenden zwei Beispiele wiedergegeben, bei welchen die Möglichkeit bestand, exakte Vergleiche mit anderen Kolonnen mit ein und demselben Gemisch unter denselben Bedingungen durchzuführen. Dieselben wurden uns von der Farbenfabrik Wolfen durch Herrn

Dr. Buttenschön und Herrn Dr. Bittner (Abb. 5 und 6), sowie von der Gesellschaft zur Verwertung chemischer Erzeugnisse m. b. H. Bobingen, durch Herrn Direktor Dr. Fischer und Herrn Dipl. Ing. Teuter zur Verfügung gestellt. Siehe Abb. 7.

Aus ihnen geht hervor, daß die Böden mit Schirmglocke und Randaustausch trotz ihrer Einfachheit und der dadurch gegebenen Vorteile in den meisten Fällen technisch mit Erfolg eingesetzt werden können. Infolge ihrer Eigenschaft als Düsenböden (Sieb) sind dieselben bei niederen Geschwindigkeiten zwar nicht mehr arbeitsfähig, jedoch ist diesem Punkt keine besondere Bedeutung beizumessen, da in den allermeisten Fällen von einer niederen Belastung aus Wirtschaftlichkeits-Gründen sowieso kein Gebrauch gemacht wird und darüber hinaus die Schirmglocke immerhin ein Belastungs-Verhältnis von ca. 1:3 aufweist, d. h. die obere Belastungsgrenze beträgt das dreifache der unteren. Als besondere Vorteile dieser Boden-Ausführung, dessen Austauschvorgang auf Abb. 8 wiedergegeben ist, treten demgegenüber folgende Merkmale hervor:

- 1.) höhere Belastbarkeit des Kolonnen-Querschnittes,
- 2.) höhere Gesamtwirkung in der Trennfähigkeit der Böden,
- 3.) einfache und materialsparende Ausführung
- 4.) keramische Herstellbarkeit,
- 5.) dichtungloser Einbau der Böden,
- 6.) niedere Bauhöhe der Kolonne.

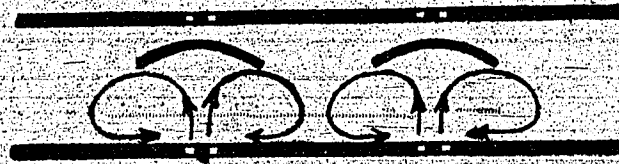
Bei der Beurteilung dieser Böden muß weiterhin berücksichtigt werden, daß die Entwicklungsarbeiten noch nicht abgeschlossen sind. Es ist besonders im Hinblick auf die erst in jüngster Zeit gemachten Erkenntnisse durch die bereits erwähnten Versuchsergebnisse zu erwarten, daß sich der Trenn-Effekt bei weiterer Vereinfachung der Boden-Ausführung noch steigern läßt. Vorherrschend war bisher die Absicht, eine möglichst gleichmäßige Verteilung des freien Dampfquerschnittes auf den gesamten Boden zu erreichen. Da dieses aber mit den neuen Erfahrungen in Widerspruch steht, werden die künftigen Kolonnenböden so ausgeführt, daß der freie Dampfquerschnitt in ziemlich gedrängter Anordnung unmittelbar unter der Schirmglocke in Form von größeren Düsen (10 bis 20 % ϕ) oder Langlöcher angebracht wird. Dadurch fallen die bisher notwendigen unteren Abschirm-Flächen fort. Die Vorrichtung vereinfacht sich und das Austauschbild (Abb. 9 u. 10) wird in seiner Dynamik wesentlich klarer.

Es bleibt in diesem Zusammenhang noch eine grundsätzliche Frage zu

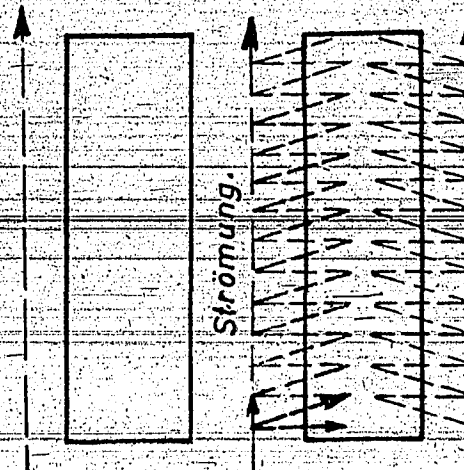
beantworten und zwar handelt es sich darum festzustellen, welche Ursachen oder Vorgänge die bessere Übereinstimmung mit der theoretisch ermittelten Verstärkungs-Fähigkeit herbeiführen. Der Austauschvorgang bei der Schirmglocke ist so gegliedert, daß er bei der Betrachtung des Weges eines Flüssigkeits-Teilchens verschiedene Phasen aufweist:

Bild 11.

Der Dampfstrahl saugt die auf dem Boden befindliche Flüssigkeit in der Nähe der Düsen an und schleudert dieselbe in zerstäubter Form senkrecht nach oben. Hierdurch wird zunächst eine sehr weitgehende Durchmischung zwischen Flüssigkeit und Dampf erreicht, wobei der gemeinsam zurückgelegte Weg (und damit die Austauschzeit selber) verhältnismäßig lang ist. Das so entstandene Flüssigkeits-Dampfgemisch wird nun durch die darüber befindliche Schirmglocke um etwas mehr als 90 Grad umgelenkt und entmischt



Ablauf.



Zulauf.

sich nach dem Verlassen derselben wieder durch Einwirkung der Schwerkraft auf die Flüssigkeit und erneute Richtungs-Änderung der Dämpfe um etwa 180 Grad. Der Dampf strömt durch den nächsten Boden, während die Flüssigkeit in der Mitte zwischen zwei Schirmglocken wieder auf den Ursprungsboden zurückkehrt. An dieser Stelle wirken nun zwei verschiedene Strömungen auf das Flüssigkeits-Teilchen ein: (Abb.11) einmal die saugende Wirkung der Düsen, welche die Flüssigkeit wieder unter die Schirmglocke zieht und zum andern, die Rücklauf-Strömung, welche das Flüssigkeits-Teilchen senkrecht dazu in Richtung der Ablaufstelle treibt.

Die tatsächliche Bewegung erfolgt in Richtung der Komponenten, sodaß das bereits im Austausch gewesene Flüssigkeits-Teilchen nicht mehr auf seinen Ausgangsort zurückkehren kann und damit eine Wiedermischung mit anders zusammengesetzter Flüssigkeit verhindert wird. Der Weg der Flüssigkeit über den Boden ist demnach so beschaffen, daß er einer zylindrischen Spirale mit einer Vielzahl von Windungen entspricht.

Durch diese Dynamik entsteht also ein geordneter Austauschvorgang der jedem Flüssigkeits- u. Dampfteilchen mit einfachen Mitteln genau seinen Weg vorschreibt und auch zwangsläufig durchführen läßt, ohne irgendwelche rückläufigen Mischungs-Vorgänge zuzulassen. Hierin liegt unseres Erachtens der Hauptgrund für die Erklärung der besseren Verstärkungs-Verhältnisse des Abschirm-Bodens, vor allem im Bereich der höheren Konzentrationen.

Demgegenüber tritt auf dem Glockenboden und dem normalen Siebboden, im Vergleich zu dem oben geschilderten gesteuerten Austauschvorgang eine ungeordnete Turbulenz innerhalb der Flüssigkeitsschicht auf, die zwangsläufig zu einer schädlichen Wiedervermischung der auf dem Boden entstandenen Konzentrations-Differenz führt. Diese schädliche Wiedervermischung tritt umso stärker in Erscheinung je geringer die auf Grund der Gleichgewichtskurve erzielbare Konzentrations-Differenz ist. Daher muß insbesondere beim Glockenboden das Verstärkungs-Verhältnis im Gebiet der hohen Reinheitsstufen abfallen.

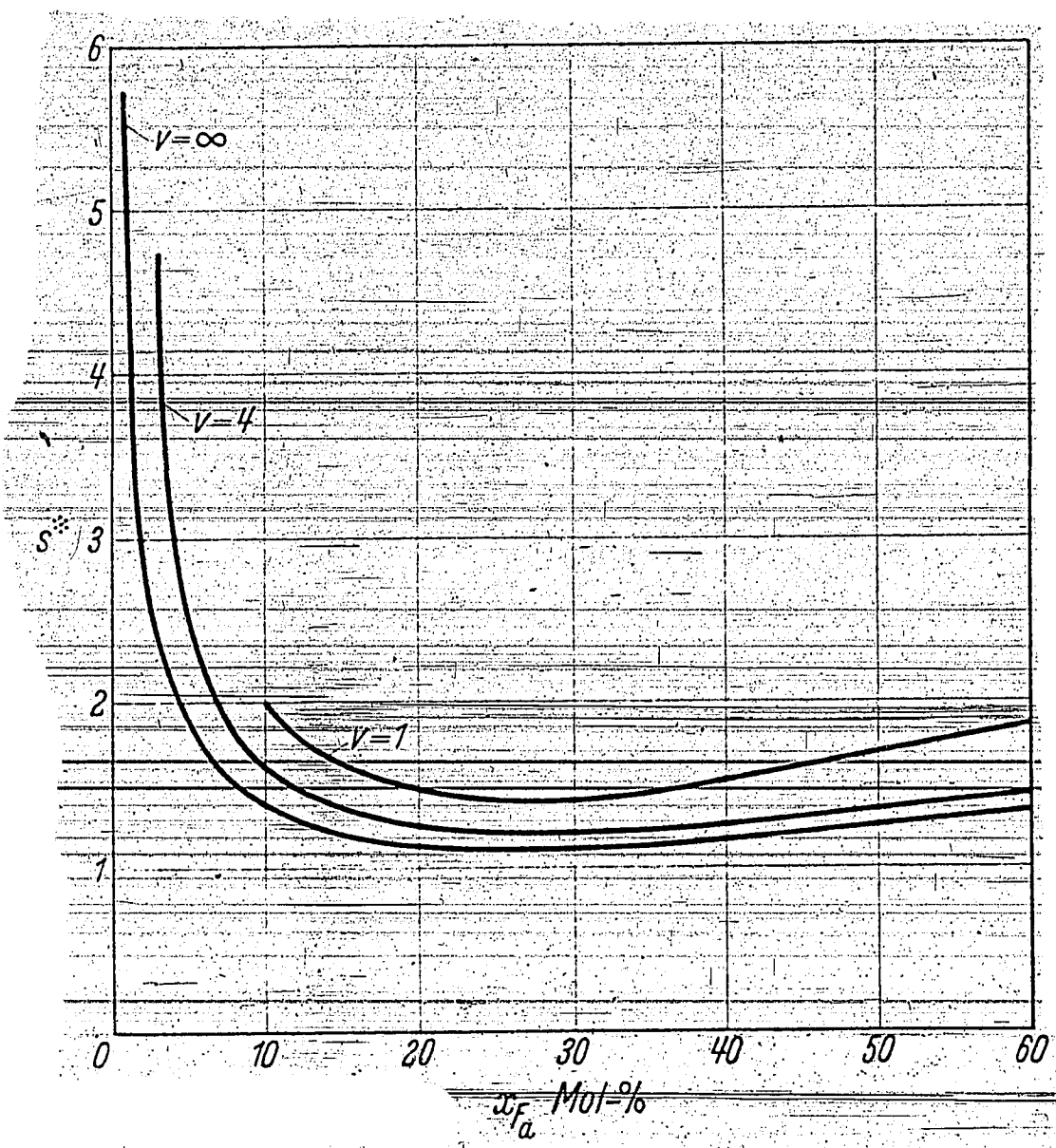
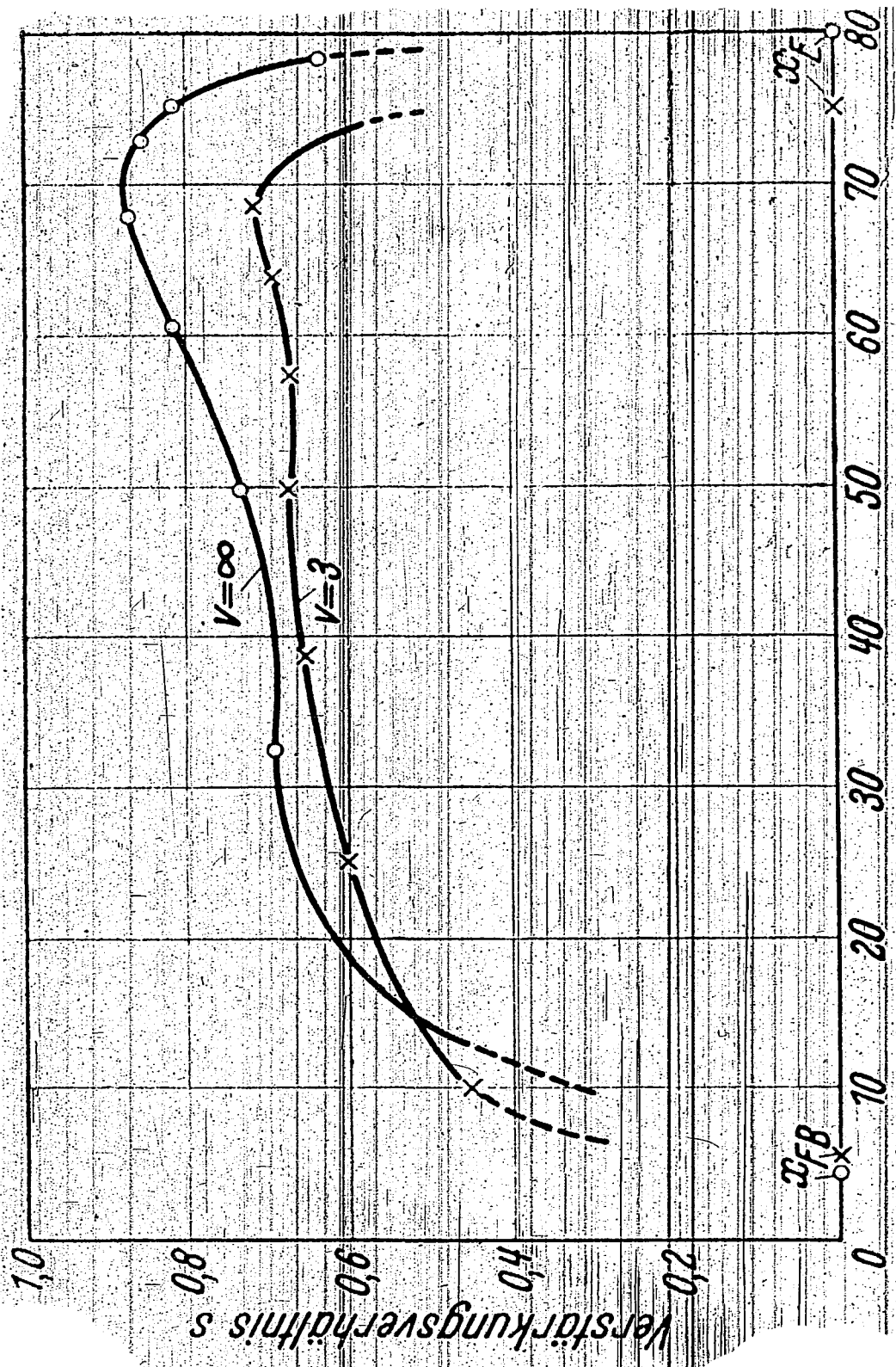


Bild 173. Das theoretische Verstärkungsverhältnis s^* in Abhängigkeit von der Bodenablaufkonzentration x_{Fa} (Äthylalkohol-Wasser, $x_B = 75$ Mol-%).

Bild 1

24132

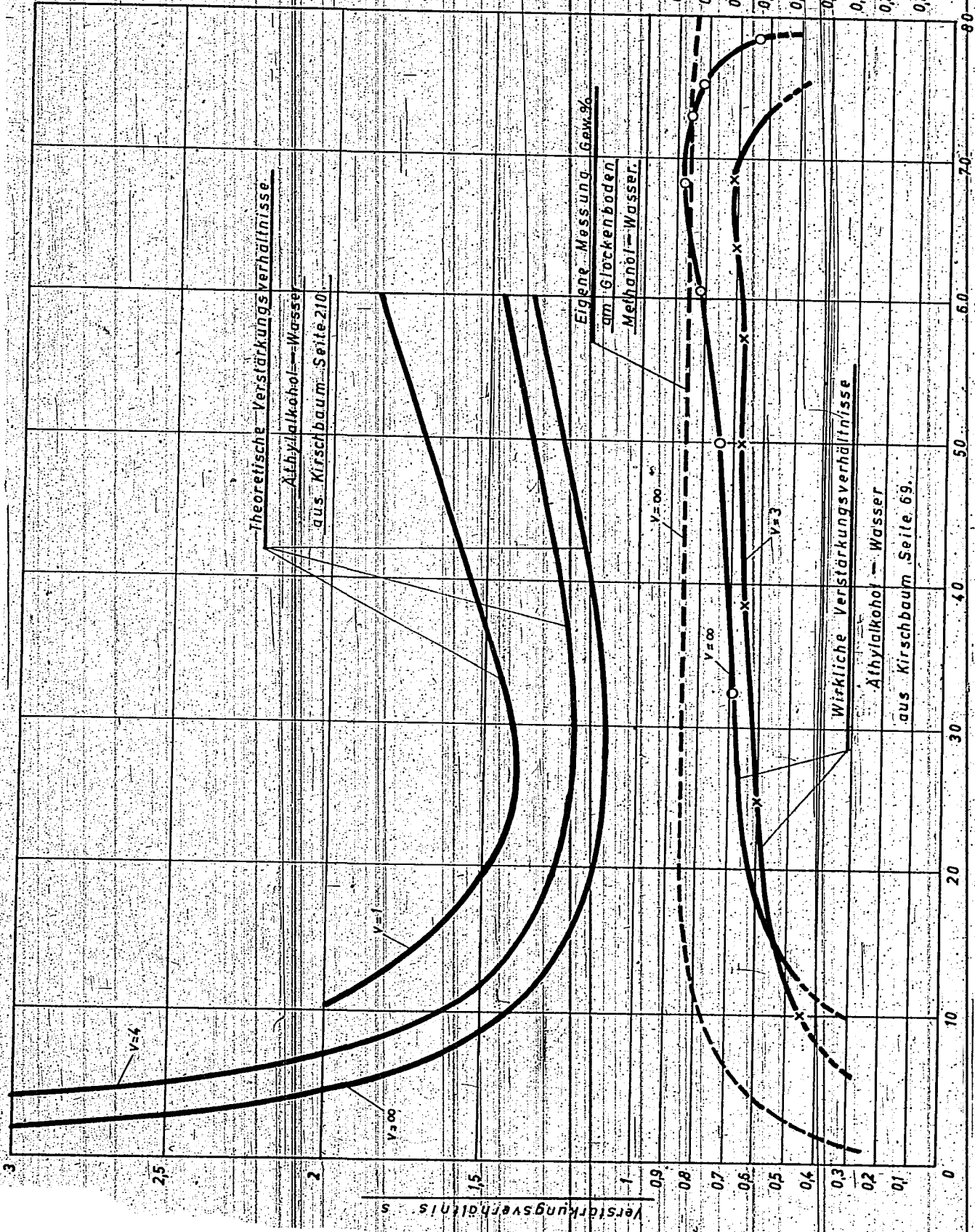
Bild 2



x_F Mol-% Alkohol im Bodenablauf

Bild 60. Das wirkliche Verstärkungsverhältnis in Abhängigkeit von der Bodenablaufkonzentration ermittelt aus Versuchen an einer Säule zur Trennung des Gemisches Äthylalkohol-Wasser.

Bild 2a

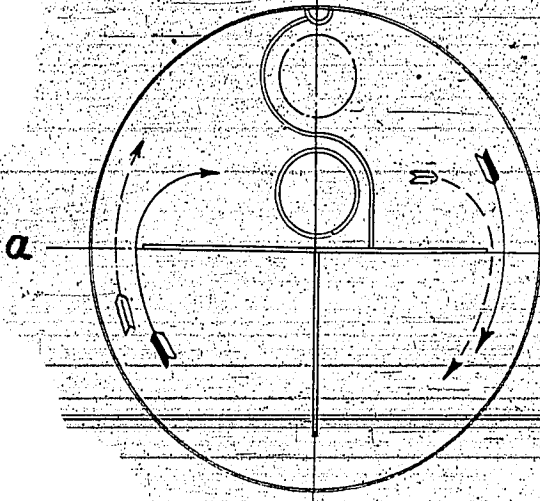
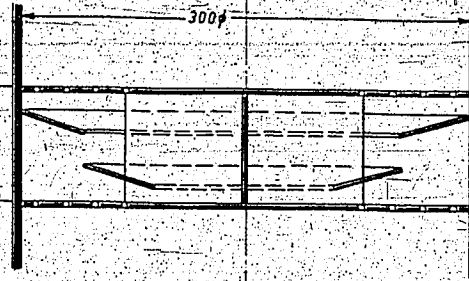
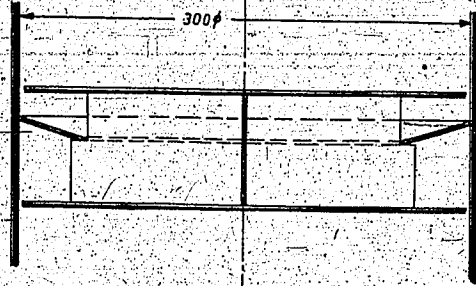


Mal-% Alkohol im Bodenablauf

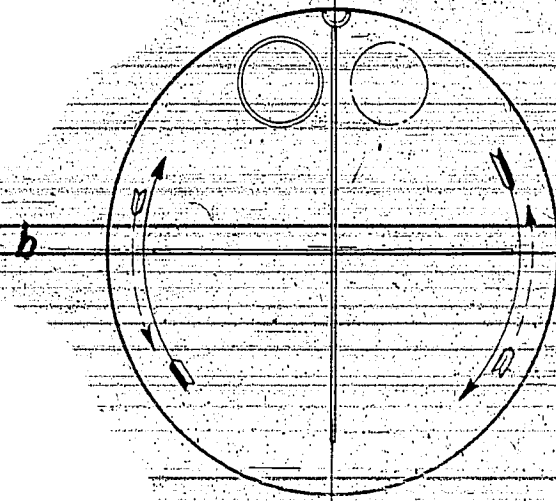
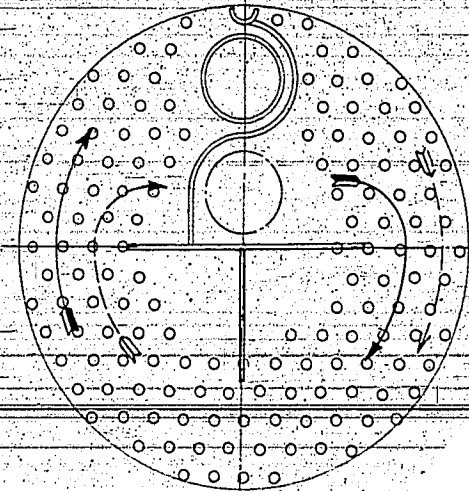
Randaustausch.

Siebfläche.

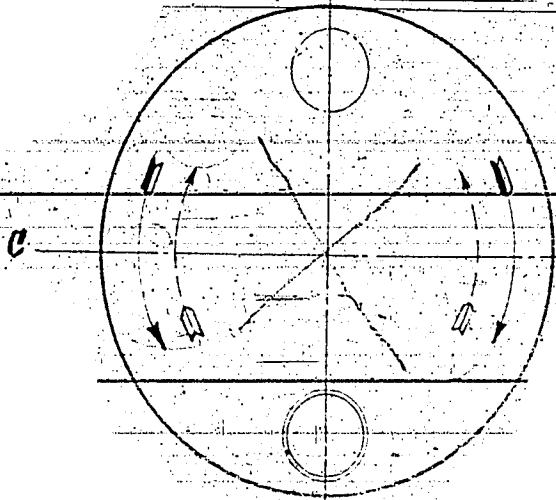
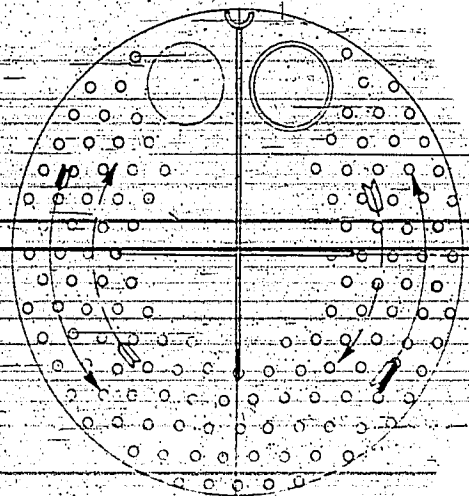
Bild 3



gleichsinnig



gegensinnig



gegensinnig

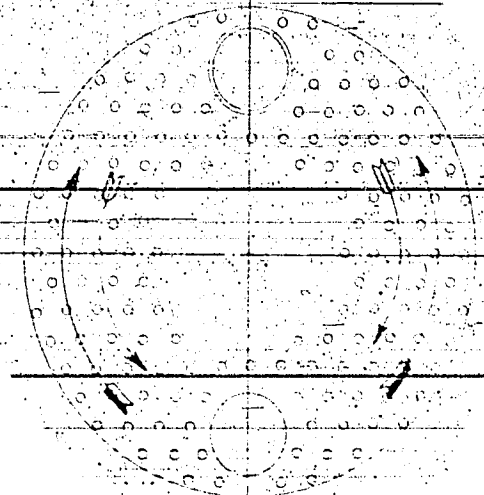
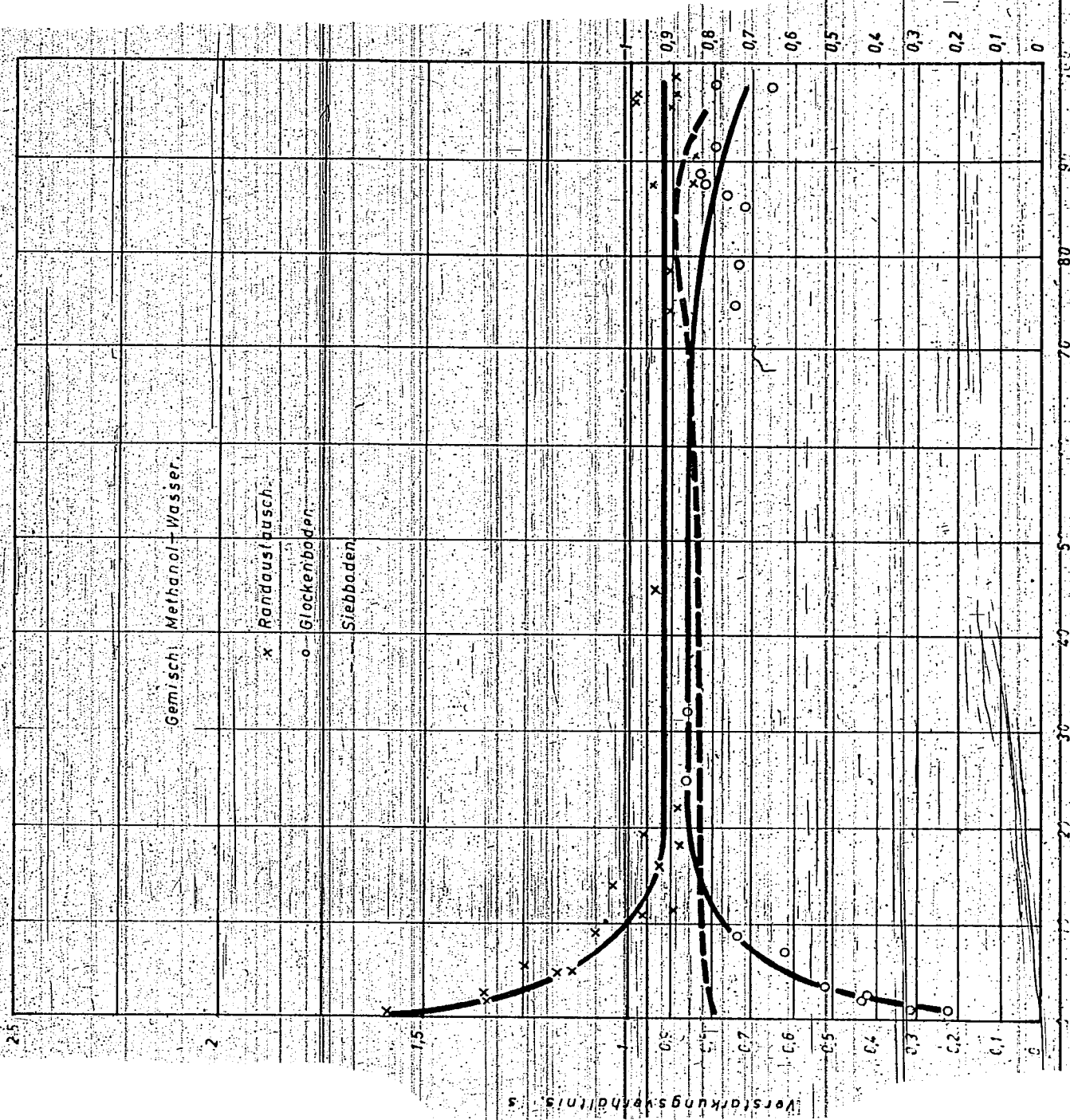


Bild 4



Gew.% Methanol im Bodenablauf

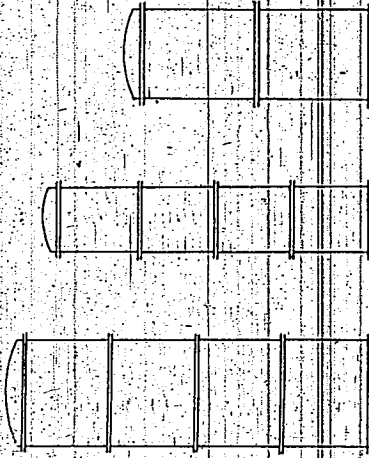
Kolonnenvergleich.

Gemischbestandteile: Phenol (30-55%), Kresole (25-65%), Xylenole (Rest)

Reinheitsanspruch: Phenol E.P. 3,8,5

Betriebsweise: diskontinuierlich

Betrieb: I.G. Farbenindustrie A.G. Werk Farbenfabrik Wolfen, Nitrodestillation



Technische Daten.

Betriebs Daten.

Wirtschaftliche Daten.

Nr.	Ausführung	Hersteller	Baujahr	Kolonnen ϕ	Kolonnenhöhe	Bodenzahl	Bodenabstand	Rücklauf			Zwischenlauf			Dampf-Durchsatz			Mengenleistung			Trennleistung			Material	Kosten	Dampfverbrauch				
								abdestilliert	Menge	Verhältnis	ges. Dampfmenge	Reinprodukt	Menge pro Charge	bezogen auf Blasenfüllung	bezogen auf Kolonnen Querschnitt	bezogen auf Kolonne	bezogen auf Kolonnen Querschnitt	bezogen auf Kolonne	bezogen auf Kolonnen Querschnitt	bezogen auf Kolonne	bezogen auf Kolonnen Querschnitt	bezogen auf Kolonne				bezogen auf Kolonnen Querschnitt	bezogen auf Kolonne	bezogen auf Kolonnen Querschnitt	bezogen auf Kolonne
I	Tunnelboden	Heckmann	1937	2400	7200	48	150/300	40	20	168	8,4	188	117	8,3	20,2	4400	998	470	105	379	38,5	160	40	85	0,67	26500	56	42,5	362
II	Glackenboden	unbekannt	1908	1500	6450	40	150/300	40	20	60	6,2	70	6	3,8	19	1700	360	260	116	382	38,6	120	7	29	1	7000	29	16	267
III	Schirmglocke	eigene Werkst.	1942	2000	4700	27	175	500/12	40	20	160	9	200	152	4,8	6370	2000	637	200	392	40,1	170	6	8,6	0,80	4800	750	45	295

Bemerkungen: Kolonnen I, II, ergaben bei angegebenen Belastungen auch bei höheren Rückläufen keine Qualitätsverbesserungen.
 Kolonne III, höheres Rücklaufverhältnis, die dadurch erzielte Verbesserung des E.P. dient zum Ausgleich der Phenolfractionen von Kolonnen I, II.

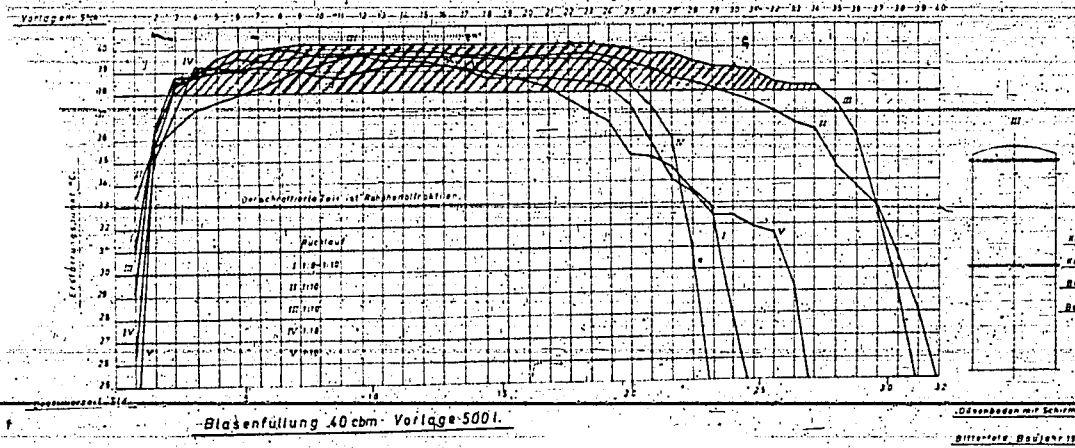
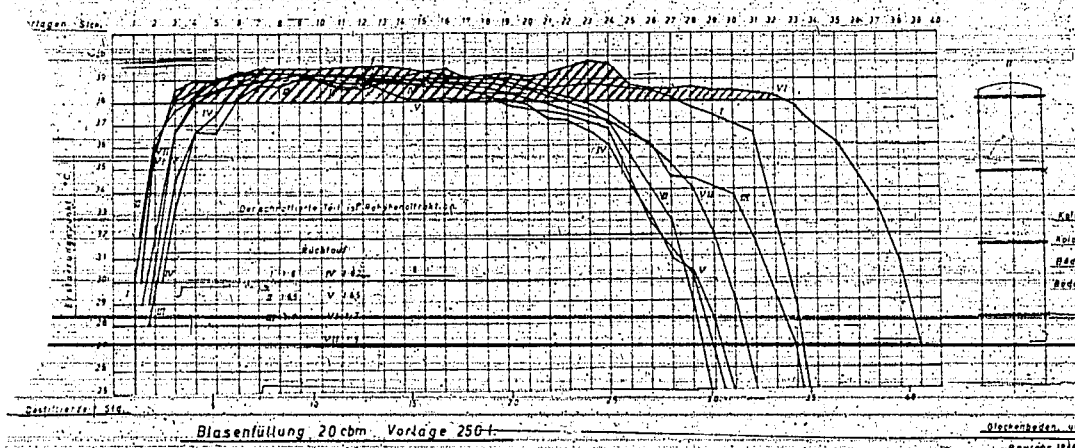
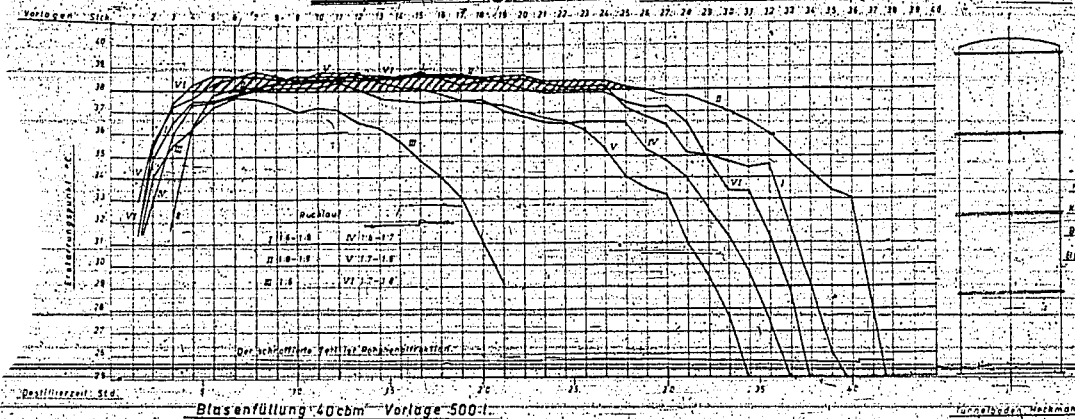
Angaben geprüft durch zuständiger Betriebsleiter.

Bil. 5 24137

Bild 6

Kolonnenvergleich

Regelisierte Rektifikation eines Gemisches v.v.
30-65% Phenol 25-45% Benzol Rest Xylene
in Kolonnen verschiedener Bauart



Kolonnen-Vergleich.

Gemisch-Bestandteile: Essigsäure 8% Athylester 76% Benzol 9% Wasser 7%

Reinheits-Anspruch: EP Essigsäure 16,1 - 16,3° 99,7 - 99,8%ig

Betriebsweise: kontinuierlich

Betrieb: ESKO-Anlage

Ausführung	Hersteller	Baujahr	Kolonnen-Ø	Bodenzahl	Boden-Abstand	Material	Dampf-Durchsatz	Rücklauf	Druck-Verlust	Trennleistung	Kristallisationspunkt des Rückstandes	Kosten der Kolonne	Stunden-Leistung bezogen auf
			%	Stok.	%		kg/m ² h	kg	% HG	°C	°C	₹	m ³ /kg
Glocken-Boden	Canzler	1938	1650	42	175	V 4 A	2290	800	130	16,3	16,3	75.400,-	204,-
Schirm-Glocken (Siebböden)	D.T.S.	1942	1650	29	200	Deubmit	3000	700	170	15,7	15,7	55.500,-	132,-

Bild 7

24139

24140

Bild 8



Bild 9.

24141



24142

Bild 10.

