

Lehrstuhl für Fluidverfahrenstechnik
der Technischen Universität München

Neuartige Einbauten zur Unterdrückung der Maldistribution in Packungskolonnen

Friederike Kammermaier

Vollständiger Abdruck der von der Fakultät für Maschinenwesen der Technischen
Universität München zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktor-Ingenieurs

genehmigten Dissertation.

Vorsitzender: Univ.-Prof. Dr.-Ing. Dirk Weuster-Botz

Prüfer der Dissertation: 1. Univ.-Prof. Dr.-Ing., Dr.-Ing. habil. Johann Stichlmair
2. Univ.-Prof. Dr.-Ing. Harald Klein

Die Dissertation wurde am 05.03.2008 bei der Technischen Universität München ein-
gereicht und durch die Fakultät für Maschinenwesen am 17.06.2008 angenommen.

Inhaltsverzeichnis

	Formelzeichen	IV
1	Einleitung	1
2	Stand des Wissens	4
3	Zielsetzung der Arbeit	15
4	Theoretische Aspekte zur Maldistribution	17
4.1	Modell der parallelen Teilkolonnen	17
4.2	Sensibilitätsanalyse	19
4.3	Ausmaß der Maldistribution in Packungskolonnen	23
4.4	Auswirkungen der Vermischung auf die Trennleistung.....	26
5	Stoffaustauschpackung mit erhöhter Querverteilung	28
5.1	Wirkprinzip	29
5.2	Design	31
5.2.1	Gas/flüssig-System	31
5.2.2	Flüssig/flüssig-System	34
6	Untersuchungen am Gas/flüssig-System	37
6.1	Messprinzip	37
6.2	Versuchsaufbau	38
6.3	Messtechnik	41
6.3.1	Druckmessung	41
6.3.2	Volumenstrommessung	42
6.3.3	Feuchtemessung	42
6.3.4	Temperaturmessung.....	42
6.4	Versuchsprogramm.....	43
6.5	Bestimmung der Trennleistung	45
6.6	Experimentelle Ergebnisse zur reinen Verteilelementpackung.....	48

6.6.1	Druckverlust	48
6.6.2	Trennleistung	49
6.7	Experimentelle Ergebnisse zur Füllkörperschüttung mit integrierten Verteilzonen.....	51
6.7.1	Raflux-Ring 35-5, Edelstahl	52
6.7.2	Hiflow-Ring 25-7, Polypropylen.....	62
6.8	Fazit	70
6.9	Maldistribution der Gasphase	71
7	Modellierung der Flüssigkeitsströmung	73
7.1	Modellbildung.....	73
7.2	Modellierung experimenteller Ergebnisse.....	75
7.3	Maldistributionsfaktor aus Modellrechnung.....	82
8	Untersuchungen am Flüssig/flüssig-System	91
8.1	Versuchsaufbau	91
8.2	Stoffsystem	94
8.3	Messtechnik	95
8.3.1	Konzentrationsmessung	95
8.3.2	Messung der Tropfengrößenverteilung.....	95
8.3.3	Hold-up-Messung.....	97
8.4	Bestimmung der Trennleistung	99
8.5	Festlegung der Versuchsbedingungen	99
8.6	Experimentelle Ergebnisse zur neuartigen Stoffaustauschpackung .	100
8.6.1	Verteilwirkung	100
8.6.2	Tropfenkoaleszenz.....	103
8.6.3	Trennleistung der reinen Verteilelementpackung	104
8.6.4	Trennleistung der Füllkörperschüttung mit integrierten Verteilzonen	105
8.6.5	Fazit	111
9	Zusammenfassung	113
10	Literatur	116

Formelzeichen

Lateinische Buchstaben

Symbol	Bezeichnung	SI-Einheit
a	spezifische Oberfläche	m^2/m^3
a	Pulsationsamplitude	m
A	Querschnittsfläche	m^2
b	Schrittweite der Blechfaltung	m
B	Berieselungsdichte	$\text{m}^3/(\text{m}^2\text{h})$
c_p	spez. Wärmekapazität bei konst. Druck	$\text{kJ}/(\text{kmol K})$
d, D	Durchmesser	m
$d_{2,3}$	Sauterdurchmesser	m
D_r	radialer Dispersionskoeffizient	m
f	Frequenz	1/s
F	F-Faktor: $F \equiv w_G \cdot \sqrt{\rho_G}$	$\text{Pa}^{0,5}$
F	Extraktionsfaktor: $F \equiv \frac{\dot{M}_c / \dot{M}_d}{m}$	-
\dot{G}	Molenstrom des Gases	kmol/s
h	spez. Enthalpie	kJ/kg
H	Höhe	m

$HETP$	Höhenäquivalent einer theoretischen Gleichgewichtsstufe	m
HTU	Höhe einer Übergangseinheit	m
H_{OG}	Höhe einer Übergangseinheit (gasseitig)	m
Δh_{V0}	Verdampfungsenthalpie bei 0°C	kJ/kg
J	Strippingfaktor: $J \equiv \frac{m}{\dot{L}/\dot{G}}$	-
l	Länge	m
l	Maldistributionsgrad	-
\dot{L}	Molenstrom der Flüssigkeit	kmol/s
m	Steigung der Gleichgewichtslinie	-
\dot{M}	Massenstrom	kg/s
MF	Maldistributionsfaktor	-
n, N	Anzahl	-
N_{OG}	Zahl der Übergangseinheiten	-
p	Druck	Pa
P	Wirkungsgrad	-
PI	Pulsationsintensität	m/s
Q	Konzentrationsterm	-
s	Blechstärke	m
t	Zeit	s
T	Temperatur	°C
\dot{V}	Volumenstrom	m ³ /s
w	Geschwindigkeit	m/s
X	Massenbeladung	kg/kg
y	Molanteil des Gases	kmol/kmol

Griechische Buchstaben

Symbol	Bezeichnung	SI-Einheit
β	Stoffübergangskoeffizient	m/s
Δ	Differenz	-
ε	Hold-up	-
ε	Porosität	-
φ	Neigungswinkel	°
ρ	Dichte	kg/m ³
λ	Korrekturfaktor (gemäß <i>Gleichung 8.5</i>)	-
ϑ	Temperatur	°C

Indizes

Symbol	Bezeichnung
*	Gleichgewichtszustand
<i>1,2</i>	Phase 1, Phase 2
<i>c</i>	kontinuierliche Phase
<i>d</i>	disperse Phase
<i>D</i>	Dampf
<i>e</i>	ebene Bleche
<i>f</i>	gefaltete Bleche
<i>G</i>	Gas, gaseitig
<i>h</i>	hydraulisch

<i>i</i>	Zähler
<i>j</i>	Zähler
<i>Kap</i>	Kapillare
<i>L</i>	Flüssigkeit, flüssigseitig
<i>La</i>	Wellblechlage
<i>m</i>	Mittelwert
<i>m</i>	maldistributionsbehaftet
<i>max</i>	maximal
<i>o</i>	oben
<i>OG</i>	overall gas
<i>r</i>	radial
<i>SDTA</i>	spherical droplet correction time-averaged
<i>T</i>	Temperatur
<i>Tr</i>	Tropfen
<i>TA</i>	time-averaged
<i>th</i>	theoretisch
<i>u</i>	unten
<i>US</i>	Ultraschall
<i>VE</i>	Verteilelement
<i>X</i>	auf Massenbeladung bezogen
<i>Z</i>	Zylinder

1 Einleitung

Zur Fraktionierung von Stoffgemischen werden in der Prozessindustrie, wie z. B. in der chemischen Industrie oder der Mineralölindustrie, in großer Zahl Stoffaustauschkolonnen eingesetzt. Die Einbauten unterscheiden sich je nach Anwendungsfall. Während bei der Auftrennung von Gas/flüssig-Systemen (z.B. Rektifikation, Absorption) vornehmlich Böden oder Packungen zur Anwendung kommen, werden zur Auftrennung von Flüssig/flüssig-Systemen (z.B. Extraktion) neben diesen Varianten auch verschiedene Rührerkonstruktionen eingesetzt. Für die Wahl des geeigneten Kolonnentyps stehen dabei zahlreiche Auswahlkriterien zur Verfügung [KISTER 1992, STICHLMAIR UND FAIR 1998].

Bei Packungskolonnen unterscheidet man ungeordnete Packungen aus regellosen Schüttungen von Füllkörpern und geordnete Packungen, z. B. aus gefalteten Blechen oder Gewebe. Ein großer Vorteil der Packungskolonnen ist der im Vergleich zu Bodenkolonnen deutlich geringere Druckverlust. Für die Vakuum-Rektifikation ist dies das ausschlaggebende Auswahlkriterium. Ganz allgemein führt der geringere Druckverlust zu niedrigeren Energie- und Betriebskosten, was ein wesentlicher Grund für den häufigen Einsatz dieser Einbautenvariante ist. Die Aufgabe einer solchen Packung ist es, eine möglichst große Phasengrenzfläche zu erzeugen, um einen intensiven Kontakt der meist im Gegenstrom geführten Phasen zu gewährleisten. Beide Aspekte, sowohl die große Phasengrenzfläche als auch die möglichst exakte Gegenstromführung, haben entscheidenden Einfluss auf die Stoffaustauschleistung der Kolonne.

In technischen Kolonnen kann die reine Gegenstromführung der Phasen nicht realisiert werden [STICHLMAIR UND FAIR 1998]. Es kommt zu mehr oder weniger stark ausgeprägten Abweichungen hiervon, die durch partielle Rückvermischung (axiale Dispersion) und durch ungleiche Mengenströme über den Kolonnenquerschnitt (radiale Maldistribution) verursacht werden. Die axiale Dispersion und die radiale Maldistribution bewirken eine starke Verminderung der Triebkraft für den Stoffübergang, was einen signifikanten Abfall der Trennleistung einer Kolonne zur Folge hat.

Bei großen Kolonnendurchmessern, wie sie in industriellen Anlagen vorherrschen, ist die radiale Maldistribution der dominierende Vorgang. In Gas/flüssig-Kontaktapparaten ist die Maldistribution des Gases, aber insbesondere die Maldistribution der Flüssigkeit eine wesentliche Schwachstelle. Dies gilt speziell für Packungskolonnen, da sich hier die Ungleichverteilung mit zunehmender Lauflänge der Flüssigkeit in der Packung immer stärker ausprägt, während bei Bodenkolonnen die Maldistribution auf jeweils einzelne Böden beschränkt bleibt. Die Ursachen der Maldistribution sind vielfältig. Sie reichen von unpräzise eingebauten oder durch Verunreinigungen verstopften Flüssigkeitsverteilern (wodurch bereits oberhalb der eigentlichen Stoffaustauschzone der Grundstein für eine ausgeprägte Maldistribution gelegt wird) bis hin zu den innerhalb der Packung häufig auftretenden Effekten wie Randgängigkeit und Kanalbildung. Nicht selten sind die negativen Auswirkungen der Maldistribution derart drastisch, dass die geforderte Trennleistung einer Kolonne nicht erreicht wird [GANN ET AL.1992]. Fast alle bekannt gewordenen Versagensfälle von Packungskolonnen lassen sich auf Maldistribution zurückführen.

Um die Maldistribution bzw. deren negative Auswirkungen auf die Trennleistung einer Kolonne zu verringern, wird nach dem heutigen Stand der Technik nach einer Packungshöhe, die etwa dem sechs- bis achtfachen des Kolonnendurchmessers entspricht, die Flüssigkeit neu verteilt. Die über die Kolonnenhöhe wiederholte Neuverteilung der Flüssigkeit ist sehr aufwändig und teuer. Jede Neuverteilung erfordert eine Unterbrechung der Stoffaustauschpackung, um den zusätzlichen Einbau eines Auflagerostes, eines Flüssigkeitssammlers und eines Flüssigkeitsverteilers zu ermöglichen. In großtechnischen Kolonnen können diese zusätzlichen Einbauten Bauhöhen von bis zu 2,5 m erreichen [KAIBEL 1999]. Eine zum Teil drastische Vergrößerung der Bauhöhe ist die Folge, ohne dass in den zusätzlichen Kolonnenabschnitten ein direkter Beitrag zum Stoffübergang geleistet wird. Überdies sind die herkömmlichen Flüssigkeitsverteiler sehr empfindlich hinsichtlich Abweichungen von der exakt horizontalen Lage. Außerdem stellen sie einen Engpass für die Gasbelastung und die Flüssigkeitsbelastung dar. Diese als Maßnahme gegen die negativen Auswirkungen der Maldistribution bisher üblichen Zwischenverteiler sind somit mit erheblichen Nachteilen verbunden.

Mit dem Ziel, die negativen Auswirkungen der Maldistribution zu unterdrücken und gleichzeitig die Nachteile der herkömmlichen Zwischenverteiler zu umgehen, wurde eine neuartige Stoffaustauschpackung mit erhöhter Querverteilung entwickelt [STICHLMAIR 2003]. Dieses neue Packungselement entfaltet seine Wirksamkeit in zweifacher Weise. Es bewirkt sowohl einen Stoffaustausch zwischen den Phasen als auch eine erhöhte Querverteilung und Quervermischung der Flüssigkeit und des Gases über den Ko-

lonnenquerschnitt. Das Element wird über die Höhe verteilt mehrfach direkt in eine handelsübliche Stoffaustauschpackung eingebaut. Dadurch werden die bisher notwendige Aufteilung der Packung in mehrere Sektionen und der Einsatz von aufwändigen Zwischenverteilern überflüssig. Die Wirksamkeit des Grundkonzeptes dieser Elemente konnte bereits bestätigt werden [SCHNEIDER 2004].

Die Überprüfung der Verteilwirksamkeit und die Bestätigung der positiven Auswirkung auf die Trennleistung einer Kolonne anhand ausgewählter Beispiele kann allerdings nur der erste Schritt auf dem Weg zum industriellen Einsatz sein. Die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Versuche an einem Gas/flüssig-Kontaktapparat zeigen, dass es für den großtechnischen Einsatz unerlässlich ist, Auslegungsrichtlinien für eine optimale Packungsstruktur (Zahl und Abstand der Elemente) in Abhängigkeit der jeweils vorliegenden Betriebsbedingungen zu entwickeln. Es werden unter Variation der eingesetzten Füllkörper und unter gezielter Vorgabe verschiedener Arten der Flüssigkeits-Ungleichverteilung vielversprechende Einbausituationen der neuartigen Stoffaustauschpackung realisiert. Anhand der Ergebnisse werden die jeweils optimale Packungskombinationen herausgefiltert und daraus allgemeingültige Richtlinien für den industriellen Einsatz abgeleitet.

Als weiterer Aspekt dieser Arbeit wird die Wirksamkeit der neuartigen Stoffaustauschpackung in einem Flüssig/flüssig-Kontaktapparat untersucht. Dieser Trennapparat kommt vermehrt bei der Solvent-Extraktion zum Einsatz, einer Trennoperation, die speziell bei der Trennung engsiedender Gemische oder bei der Entfernung schwersiedender Verunreinigungen aus Wasser Vorteile gegenüber der Rektifikation bietet [Blaß 1997]. Ein an die neue Problemstellung angepasstes Design der Elemente sowie eine neuerliche Funktionalitätsprüfung aufgrund geänderter Anforderungen im Flüssig/flüssig-System stehen hierbei im Vordergrund.

2 Stand des Wissens

Die große Bedeutung einer gleichmäßigen Verteilung der Phasen über den Kolonnenquerschnitt für die Trennleistung einer Stoffaustauschkolonne wurde schon sehr früh erkannt. Die ersten Untersuchungen zur Verteilung der Flüssigkeit in Destillationsapparaten wurden bereits Ende des 19. Jahrhunderts von HURTER 1893 durchgeführt. Dabei kamen freilich noch keine der heute verwendeten "modernen" Füllkörper zum Einsatz. Definierte Füllkörperformen wurden erst 1914 mit dem Raschig-Ring eingeführt, der auch heutzutage noch in vielen großtechnischen Anlagen zur Anwendung kommt. HURTER untersuchte die Flüssigkeitsverteilung in einer mit Koks gefüllten Absorptionskolonne. Durch eine punktförmige Aufgabe eines Wasserstrahls auf die Koks-Schüttung und das Auslitern am unteren Ende der Schüttung konnte die horizontale Ausbreitung der Flüssigkeit beim Durchlaufen eines Packungsbettes gezeigt werden.

Bereits im Jahre 1928 kommt von THORMANN 1928 ein erster Vorschlag einer konstruktiven Gegenmaßnahme zur Verminderung der Flüssigkeits-Ungleichverteilung. Noch ohne dabei eine quantitative Aussage über maximale Betthöhen zu machen, wird empfohlen, die Füllkörperschichten "nicht zu hoch" auszuführen und in regelmäßigen Abständen auf Siebböden zu lagern, welche die Flüssigkeit wiederverteilen sollen. Sowohl HURTER als auch THORMANN erkennen die Tendenz der Flüssigkeit, an den Rand der Kolonne zu strömen. Der für dieses Phänomen heute üblicherweise verwendete Begriff der *Randgängigkeit* wird allerdings erst von KIRSCHBAUM 1931 eingeführt. Die Randgängigkeit und die von der Oberflächenspannung verursachte Neigung zur Bildung von Flüssigkeitskanälen wird von ihm als "Hauptübelstand" der Arbeitsweise einer Füllkörpersäule bezeichnet. Als Gegenmaßnahme gegen die Randgängigkeit schlägt er den Einbau eines kegeligen Verteilerbodens vor.

WEIMANN 1932 erkennt, dass die Tendenz der Flüssigkeit Richtung Kolonnenwand zu strömen mit sinkendem Verhältnis von Kolonnendurchmesser zu Füllkörperdurchmesser zunimmt. Diesen Gedanken greifen BAKER ET AL. 1935 auf. Basierend auf einer Studie zur Flüssigkeitsverteilung mit unterschiedlichen regellosen Schüttungen unter Variation von Kolonnendurchmesser, Packungshöhe und Flüssigkeitsanfangsverteilung

gelangen sie zu der Erkenntnis, dass es ein kritisches Verhältnis von Kolonnendurchmesser zu Füllkörperdurchmesser gibt, ab welchem die Tendenz zur Randgängigkeit signifikant ansteigt. Sie legen dieses Verhältnis auf einen heute noch zur Kolonnenauslegung verwendeten Richtwert von 8:1 fest.

Seit dieser Zeit wurden zahlreiche Untersuchungen zur Verteilung der Phasen über den Kolonnenquerschnitt in Stofftrennkolonnen durchgeführt. Die Hauptzahl dieser Untersuchungen beschränkt sich auf Gas/flüssig-Kontaktapparate und hier wiederum auf die Maldistribution der Flüssigkeit. Der Maldistribution des Gases wird von der Fachwelt weit geringere Bedeutung beigemessen, da diese aufgrund des Druckverlustes der Packung meist nach kürzester Wegstrecke ohne Zutun zurückgeht. Gemäß ALI 1984 wird selbst eine schwerwiegende Ungleichverteilung des Gases nach durchlaufen einer Packungshöhe, die etwa der Hälfte des Kolonnendurchmessers entspricht, nahezu komplett ausgeglichen. Zu einem ähnlichen Ergebnis kommen auch STIKKELMAN ET AL. 1989. Sie bezeichnen die Maldistribution des Gases als vernachlässigbar im Vergleich zur Maldistribution der Flüssigkeit. Auch KUNESH ET AL. 2002 gelangen aufgrund ihrer experimentellen Untersuchungen mit verschiedenen Arten vorgegebener Gasmaldistribution zu der Erkenntnis, dass die Maldistribution des Gases weder einen maßgeblichen Einfluss auf die Trennleistung der Kolonne, noch auf ihre Kapazität oder den Druckverlust hat.

Lediglich der Einsatz moderner Hochleistungsfüllkörper mit einem sehr geringen Druckverlust kann dazu führen, dass sich die Ungleichverteilung des Gases über eine nennenswerte Packungshöhe fortsetzt. Für eine gleichmäßige Verteilung des Gases ist gemäß HARRISON UND FRANCE 1989 ein Mindestdruckverlust von etwa 0,5 - 1 mbar/m erforderlich.

Es besteht somit Konsens in der Fachwelt, dass nicht die Maldistribution des Gases sondern die Maldistribution der Flüssigkeit das maßgebliche Problem darstellt. Eine Vielzahl von Autoren hat experimentelle Untersuchungen und theoretische Überlegungen zu diesem Thema angestellt. Dabei konnten entscheidende Erkenntnisse bezüglich der Ursachen, des Ausmaßes und der Auswirkungen der Maldistribution auf die Trennleistung gewonnen werden.

Ein entscheidender Faktor bei der Entstehung der Maldistribution ist die Packungsstruktur selbst, da die Flüssigkeit bevorzugten Wegen über die Packungsoberfläche folgt [LESPINASSE UND LE GOFF 1962]. Beim Zusammenströmen mehrerer Teilströme ergeben sich Ungleichmäßigkeiten über den Querschnitt in kleinerem Maßstab (*small scale maldistribution*, HOEK ET AL. 1986). Diese Art der Maldistribution wird gemäß

ALBRIGHT 1984 auch als "natural flow" bezeichnet und kennzeichnet den Strömungszustand der Flüssigkeit, der sich unabhängig von der Güte der Anfangs-Flüssigkeitsverteilung nach ausreichend langer Wegstrecke durch die Packung einstellt. Als weitere Ursache für die Entstehung von Small-Scale-Maldistribution sind Inhomogenitäten in der Packungsstruktur zu nennen. Dies kann bei regellosen Schüttungen vor allem als Folge von schwankenden Schüttdichten auftreten, bei geordneten Packungen besonders im Bereich der Stöße zweier aufeinandertreffender Packungssegmente.

Die bereits erwähnte Randgängigkeit der Flüssigkeit wird dagegen als großräumige Ungleichverteilung (*large scale maldistribution*, HOEK ET AL. 1986) eingestuft. Als ein weiterer möglicher Verursacher für großräumige Ungleichverteilung muss der Flüssigkeitsverteiler oberhalb der Packung genannt werden. Hier kann es bei unsachgemäßem Einbau zu einer Schiefelage des Verteilers mit schwerwiegenden Folgen für die Anfangsverteilung der Flüssigkeit kommen. Ein weiterer Aspekt im Bezug auf die Flüssigkeitsverteiler ist die Korrosion oder das Fouling im Bereich der Tropfstellen, was in Abhängigkeit der Ausprägung der genannten Effekte zu einer stark ungleichmäßigen Anfangsverteilung führt [HUBER UND HILTBRUNNER 1966, KUNESH ET AL. 1987].

Die großräumige Ungleichverteilung wird zwar in Abhängigkeit der eingesetzten Packung und deren Eigenverteilvermögen im Laufe eines genügend hohen Packungsbettes weitestgehend ausgeglichen, allerdings in den meisten Fällen nicht ohne einen immensen Verlust an Trennwirkung hinterlassen zu haben. Eine Vielzahl von Autoren hat sich mit der Bestimmung des Eigenverteilvermögens der gängigen Packungen und Füllkörper beschäftigt und gibt als Maß hierfür den Dispersionskoeffizienten der Packung an [HOFTYZER 1964, DUTKAI UND RUCKENSTEIN 1968, BEMER UND ZUIDERWEG 1978, HOEK ET AL. 1986, CHROMIK 1992, DZHONOVA-ATAMASOVA ET AL. 2007]. Während die Art der Füllkörpereinfüllung und die Benetzungseigenschaften der Füllkörper als unwesentlich für den Dispersionskoeffizienten eingeschätzt werden, hat neben der Form der Packung vor allem die Füllkörpergröße einen Einfluss auf den Dispersionskoeffizienten. BRIGNOLE ET AL. 1973 stellen einen linearen Zusammenhang zwischen Dispersionskoeffizient und Füllkörperdurchmesser für Raschig-Ringe aus Keramik fest. Auch die Flüssigkeitsbeladung spielt eine große Rolle bei der Flüssigkeitsverteilung über den Kolonnenquerschnitt. Mit steigender Flüssigkeitsbeladung nimmt das Ausmaß der Maldistribution ab. Untersuchungen hierzu liegen von DUTKAI UND RUCKENSTEIN 1970 und von KOURI UND SOHLO 1987 vor.

Ebenso zahlreich wie die Entstehungsgründe sind die Messmethoden zur Bestimmung des Ausmaßes der Maldistribution. Die bei weitem am häufigsten anzutreffende Messmethode ist das Auslitern der Flüssigkeit unterhalb der Packung in unterschiedli-

chen Querschnittunterteilungen. In vielen Fällen werden diese Messungen ohne den Gegenstrom von Gas durchgeführt. Zum Auffangen der Flüssigkeit wird der Kolonnenquerschnitt entweder in quadratische Segmente oder koaxiale Ringe unterteilt [DUTKAI UND RUCKENSTEIN 1968, GROENHOF 1977, HOEK ET AL. 1986, STIKKELMAN ET AL. 1989, STOTER 1993, KOURI UND SOHLO 1996].

Um auf Basis der durch Auslitern gewonnenen Daten eine quantitative Aussage über das Ausmaß der Maldistribution treffen zu können, findet in der einschlägigen Literatur der sogenannte Maldistributionsfaktor Anwendung. Über diesen Faktor werden die Abweichungen lokaler Flüssigkeitgeschwindigkeiten von der über den Kolonnenquerschnitt gemittelten Flüssigkeitgeschwindigkeit bewertet [GROENHOF UND STEMERDING 1977; BEMER UND ZUIDERWEG 1978; Kouri und Sohlo 1987; BONILLA 1993; BILLINGHAM ET AL. 1997; Edwards et al. 1999; SCHNEIDER 2004; DANG-VU ET AL. 2006]. Der Maldistributionsfaktor ist dimensionslos und wird in der Regel so definiert, dass die Flüssigkeitsverteilung in der Kolonne umso gleichmäßiger ist je näher sein Wert gegen Null (Kolbenströmung) geht.

Wenn zur Bestimmung des Maldistributionsfaktors lediglich Geschwindigkeitsdaten vom Bereich unterhalb der Packung zur Verfügung stehen, ist natürlich auch die Aussage über das Ausmaß der Maldistribution ausschließlich auf den Austrittsquerschnitt der Flüssigkeit beschränkt. Um einen globalen Maldistributionsfaktor für die gesamte Packungshöhe angeben zu können, sind Messdaten aus dem Inneren der Packung unerlässlich. In den letzten Jahrzehnten wurden einige Anstrengungen unternommen, geeignete Messmethoden hierfür zu entwickeln. Ein erster Ansatz ist die schrittweise Erhöhung des Bettes [BEMER UND ZUIDERWEG 1978, KOURI UND SOHLO 1987, STIKKELMAN ET AL. 1989]. Der Nachteil dieser Methode besteht in der Ungewissheit, wie sich die Konstruktion zur Auflage der Packung auf das Verteilungsbild der Flüssigkeit auswirkt.

Ein weiterer Ansatz, der vereinzelt aufgegriffen wird, besteht darin, die Flüssigkeitsverteilung über den Kolonnenquerschnitt mittels Leitfähigkeitsmessungen zu ermitteln. Sowohl HOFTYZER 1964 als auch FLATT 1966 arbeiten mit dem Stoffsystem Wasser/Luft und verwenden eine Kaliumchlorid-Lösung als Tracersubstanz.

Eine Reihe von Autoren verlegt sich auf die Bestimmung des lokalen Flüssigkeits-Hold-up anstelle lokaler Flüssigkeitsdurchsätze. Mit Kenntnis des Hold-up lassen sich Rückschlüsse auf lokale Flüssigkeitgeschwindigkeiten ziehen. TOYE ET AL. 1994 entwickeln ein Verfahren, das es erlaubt mittels Röntgentomographie den dynamischen Flüssigkeits-Hold-up im Inneren eines Packungsbettes zu erfassen. Dieses Verfahren wird von TOYE ET AL. 1996 und MARCHOT ET AL. 1999 an einer Füllkörperkolonne (Packungshö-

he 2 m, Durchmesser 0,6 m) mit Cascade Mini-Ringen 1A aus Polypropylen angewendet, allerdings ohne den Gegenstrom eines Gases zu realisieren. Nach numerischer Auswertung des Röntgen-Scans kann der dynamische Flüssigkeits-Hold-up mit einer Auflösung von 1 mm dargestellt werden. Der zeitliche Aufwand und die immensen Kosten zur Gewinnung der Daten für eine einzige Querschnittsebene sind allerdings ein Nachteil dieser Methode.

YIN ET AL. 2002 ermitteln den Flüssigkeits-Hold-up mit Hilfe der Gammastrahlen-Tomographie. In einer Füllkörperkolonne (Pall-Ringe 25 mm aus Metall) mit einem Durchmesser von 0,6 m wird der Kolonnenquerschnitt an zwei vertikalen Positionen gescannt. Die Faktoren Zeit und Kosten sowie die zusätzlich benötigte radioaktive Strahlenquelle sprechen auch bei dieser Methode gegen einen standardmäßigen Einsatz zur Bestimmung der Flüssigkeitsverteilung in Kolonnen. Eher geeignet ist diese Methode zur gezielten Fehlersuche im Störfall, wie es von KISTER ET AL. 2007 beschrieben wird.

Der hohe Aufwand zur Bestimmung lokaler Flüssigkeitsmengen im Inneren einer Packung steht außer Frage. Aus diesem Grund nehmen MEIER UND HUBER 1967 Abstand von der eigentlichen Zielgröße der lokalen Flüssigkeitsmengen. Überlegungen zum Einfluss der Maldistribution auf die Trennleistung führen zu einer Verlagerung der Problematik von der Bestimmung der Flüssigkeitsverteilung zu einer Messung der Konzentrationsprofile. Da auch dies nur mit einer Vielzahl von Probeentnahmestellen zu realisieren ist, welche die Fluidynamik der Kolonne in inakzeptabler Weise beeinflussen, geht STICHLMAIR 1971 bei der Bestimmung der Maldistribution auf Kolonnenböden auf eine Messung der Temperaturprofile über. Diese Temperaturprofile spiegeln bei dem von ihm verwendeten Stoffsystem Wasser/Luft die Konzentrationsunterschiede wieder. Die Temperaturmessung ist ohne Störung der Packungsstruktur an vielen Stellen innerhalb der Stoffaustauschzone möglich und wird im Weiteren von einer Reihe von Autoren auf Packungskolonnen übertragen [STEMMER 1985, POTTHOFF 1992, SCHNEIDER 2004].

Neben den experimentellen Untersuchungen gibt es auch zahlreiche theoretische Ansätze, die Flüssigkeitsverteilung in einer Packungskolonne zu erfassen. THORMANN 1928 gibt an, dass die Ausbreitung einer Flüssigkeit, welche in einem dünnen Strahl auf eine Füllkörperschicht aufgegeben wird, einen statistischen Charakter aufweist und durch die Gauß'sche Normalverteilung angenähert werden kann. TOUR UND LERMAN 1939A bestätigen diesen Verteilungscharakter experimentell, indem sie punktförmig aufgegebenen Sand über eine Schüttung aus Stahlkügelchen rieseln lassen und den Sand in Zellen unterhalb der Schüttung auffangen. Sie sehen in diesem Versuchsaufbau die idealisierten Bedingungen für das Verhalten einer Flüssigkeit wiedergegeben. In einer weiterfüh-

renden Arbeit [TOUR UND LERMAN 1939B] werden die eigenen Daten sowie die Ergebnisse von Hurter 1893 mit Hilfe des Normalverteilungsansatzes überprüft. Dabei werden allerdings noch keine Randeffekte berücksichtigt. Es wird von einer unendlich ausgedehnten Packung ausgegangen.

Einige Jahre später bringen TOUR UND LERMAN 1944 den Gedanken der Dispersion ins Spiel. Dieser Gedanke wird von CIHLA UND SCHMIDT 1957 übernommen. Sie lösen die von der Diffusion abgeleitete Differentialgleichung für unterschiedliche Anfangsflüssigkeitsverteilungen unter Berücksichtigung von Randeffekten, nehmen dabei aber vereinfachend eine komplette Reflexion der Flüssigkeit an der Kolonnenwand an. Dieser Ansatz wurde später häufig aufgegriffen, erweitert und für unterschiedliche Anfangs- und Randbedingungen analytisch gelöst [PORTER UND JONES 1963, Stanek und Kolar 1965, DUTKAI UND RUKKENSTEIN 1968, ONDA ET AL. 1973, EDWARDS ET AL. 1999].

Der große Nachteil dieses Dispersionsmodells liegt allerdings darin, dass die stochastische Natur der Maldistribution nicht erfasst werden kann. Auch die Berechnung der Auswirkung der Maldistribution auf die Trennleistung einer Kolonne ist mit diesem Modell kaum möglich. Einen der wenigen Versuche hierzu starten ZUIDERWEG ET AL. 1987, die das Modell mit Gleichungen für den Stoffübergang und für radiale Vermischung erweitern. Das Modell nimmt dadurch allerdings so stark an Komplexizität zu, dass weitere Anstrengungen in dieser Richtung aufgeben werden.

Die bisher beschriebenen experimentellen und theoretischen Ansätze hatten zum Ziel, die Ungleichverteilung der Flüssigkeit über den Kolonnenquerschnitt in ihrer Form und ihrem Ausmaß zu bestimmen, nicht jedoch eine Aussage darüber zu treffen, inwieweit eine bestehende Ungleichverteilung die Trennleistung einer Kolonne beeinflusst. Die Tatsache allerdings, dass die Maldistribution durchwegs eine negative Auswirkung auf die Trennleistung hat, ist allseits bekannt. Und so gibt es in der Literatur zahlreiche Versuche, die entscheidenden Einflussparameter zu detektieren und die Auswirkungen in Abhängigkeit des Maldistributionsausmaßes zu quantifizieren.

Im Laufe der letzten Jahrzehnte wurden auf Basis experimenteller Untersuchungen eine Reihe von Einflussfaktoren identifiziert, die die Entstehung von Maldistribution begünstigen oder die Sensibilität eines Systems gegenüber Maldistribution erhöhen, d. h. bei denen sich ein gewisses Maß an Maldistribution besonders negativ auf die Trennleistung auswirkt. KIRSCHBAUM 1956 beschreibt den Einfluss des Kolonnendurchmessers und der Randgängigkeit auf die Trennleistung der Kolonne. Er stellt fest, dass Kolonnen mit großem Durchmesser besonders sensitiv gegenüber Maldistribution reagieren. Dies liegt daran, dass die radiale Vermischung zu gering ist, um dem Einfluss der Flüssigkeitsmal-

distribution entgegenzuwirken. Gemäß HUBER UND HILTBRUNNER 1966 gilt dies in besonderem Maße ab einem Verhältnis von Kolonnendurchmesser zu Füllkörperdurchmesser von 30.

Den Einfluss der Betthöhe und damit den Einfluss der Randgängigkeit auf die Trennleistung untersucht KIRSCHBAUM 1956 anhand zweier Kolonnen, von denen eine mit gewelltem Mantel ausgeführt wird. Diese Wellung führt dazu, dass die Füllkörper auch an der Wand gezwungen werden, sich schräg zu lagern und die Flüssigkeit besser in Richtung Kolonnenmitte zurückfördern können. Das Ergebnis ist eine Steigerung der Trennleistung bei gewelltem Mantel um 58 % gegenüber der geraden Kolonnenwand. Nicht nur die Betthöhe spielt eine Rolle bei der Ausprägung der Randgängigkeit sondern auch das Verhältnis von Kolonnendurchmesser zu Füllkörperdurchmesser. Bei der Wahl zu großer Füllkörper erhöht sich das Lückenvolumen im Bereich der Kolonnenwand, wodurch die Neigung zur Randgängigkeit ansteigt.

ZUIDERWEG ET AL. 1987 beobachten gravierende Unterschiede zwischen den Auswirkungen einer "*Small-Scale Maldistribution*" und einer "*Large-Scale Maldistribution*". Während Erstere aufgrund radialer Vermischung nur einen geringen Einfluss auf die Trennleistung hat, muss bei großräumiger Ungleichverteilung mit einem signifikanten Trennleistungsverlust gerechnet werden. FITZ ET AL. 1999 geben an, dass der Art der Ungleichverteilung sogar eine entscheidendere Bedeutung zukommt, als dem Ausmaß. OLUJIC UND DE GRAAUW 1989 stellen fest, dass auch die spezifische Oberfläche der Packung eine Rolle dabei spielt, inwieweit eine vorhandene Maldistribution auf die Trennleistung durchschlägt. Packungen mit großer Oberfläche reagieren sensibler bei einer anfänglichen Ungleichverteilung der Flüssigkeit als Packungen mit geringerer Oberfläche. BONILLA 1993 erwähnt die erhöhte Sensibilität von Niederdruck-Packungen gegenüber Maldistribution.

KUNESH ET AL. 1987 setzen justierbare Flüssigkeitsverteiler ein, um den Einfluss der Anfangsflüssigkeitsverteilung zu bewerten. Ein gewisses Maß an Schiefelage oder ein Durchhängen des Verteilers wird als tolerierbar eingeschätzt, zonenabhängigen Unregelmäßigkeiten beim Flüssigkeitsauslass jedoch werden ernstzunehmende Auswirkungen auf die Trennleistung zugeschrieben.

Zusammenfassend kann man festhalten, dass experimentelle Untersuchungen geeignet sind, einzelne Einflussparameter zu detektieren und für den untersuchten Anwendungsfall eine quantitative Aussage über Trennleistungseinbußen zu treffen. Eine systematische und umfassende Studie ist auf experimentellem Wege aber kaum möglich. Wenn es also darum geht, den Zusammenhang zwischen Maldistributionsausmaß und Trenn-

leistungsabfall quantitativ anzugeben, handelt es sich fast ausnahmslos um theoretische Arbeiten. Dabei ist es durchaus zweckmäßig, zunächst zur Vereinfachung auf die Simulation eines naturgetreuen Verteilungscharakters der Flüssigkeit zu verzichten. So basieren die theoretischen Überlegungen von MULLIN 1957 auf der Aufteilung einer Stofftrennkolonnen in zwei Einzelkolonnen (*Zweikolonnenmodell*). Beiden Teilkolonnen wird die gleiche Trennleistung unterstellt, aber sie werden mit unterschiedlichen Flüssigkeitsmengen beaufschlagt. Anhand seiner Berechnungen erkennt Mullin die große Bedeutung des Strippingfaktors und stellt in einem Diagramm für unterschiedlich stark ausgeprägte Maldistribution den Zusammenhang zwischen der Anzahl der gasseitigen Übergangseinheiten N_{OG} und Strippingfaktor J dar.

HUBER UND HILTBRUNNER 1966 erweitern das Zweikolonnenmodell, indem sie einen Austausch von Gas und Flüssigkeit zwischen den beiden Teilkolonnen erlauben. Dies führt sie zu der Aussage, dass die Maldistribution die Trennstufenzahl um so mehr verringert, je geringer die seitliche Vermischung ist. Des Weiteren wird auf die durch Maldistribution hervorgerufenen Konzentrationsunterschiede über den Kolonnenquerschnitt eingegangen und an Beispielen gezeigt, wie anhand der Konzentrationsprofile die Ungleichverteilung der Flüssigkeit berechnet werden kann.

Das Modell der Teilkolonnen dient auch STICHLMAIR UND STEMMER 1987 als Grundlage für ihre Berechnungen, allerdings wird die Kolonne hier nicht in zwei Teilkolonnen sondern in eine Vielzahl von Kanälen aufgegliedert, die alle mit einer unterschiedlichen Flüssigkeitsbelastung beaufschlagt werden. Für den Fall paralleler Arbeitslinie und Gleichgewichtslinie wird in einem Diagramm der Zusammenhang zwischen maldistributionsbehafteten Trennstufen und echten Trennstufen dargestellt. Parameter ist das Ausmaß der Maldistribution. Das Diagramm zeigt eindrucksvoll den allein aufgrund von Maldistribution hinzunehmenden Trennleistungsabfall einer Kolonne, welcher in Abhängigkeit des Maldistributionsgrades prozentual angegeben werden kann.

BILLINGHAM UND LOCKETT 2002 ermitteln auf Basis des Zweikolonnenmodells die Sensitivität einer Packungskolonnen gegenüber Maldistribution. Der Parameter f_{max} wird eingeführt, welcher das größtmögliche Ausmaß an Maldistribution beschreibt, das gerade noch toleriert werden kann, um den gewünschten Trenneffekt zu erzielen. Sie schlagen eine standardmäßige Berechnung von f_{max} für alle Packungskolonnen im Designstadium vor, um besonders anfällige Systeme zu erkennen und dadurch die Probleme aufgrund von Maldistribution bereits im Vorfeld zu minimieren. Eine gewisse Einschränkung ist sicherlich dadurch gegeben, dass bei der Bestimmung von f_{max} der Einfluss des Kolonnendurchmesser nicht erfasst werden kann. Dazu sind aufwändigere Modelle erforderlich, wie sie seit der Entwicklung leistungsfähiger Rechner vermehrt

angewendet werden. Dabei handelt es sich um sogenannte Zellenmodelle, bei denen die Querschnittsfläche der Kolonne in mehr oder weniger feine Zellenraster unterteilt wird. Dies ermöglicht im Vergleich zum Zwei- oder Mehrkolonnenmodell eine verbesserte Wiedergabe der tatsächlichen Verteilungscharakteristik der Flüssigkeit über den Kolonnenquerschnitt.

Eines der ersten Zellenmodelle stammt von ALBRIGHT 1984. Die Zellenstruktur ist so fein gewählt, dass für jeden Füllkörper eines Nenndurchmessers von 25 mm bei einem Kolonnendurchmesser von 1,2 m eine eigene Zelle vorgesehen wird. Die Aufteilung des Flüssigkeitsinhaltes einer Zelle in die darunterliegende Ebene erfolgt für alle Zellen nach dem gleichen Muster. Nach dem Zufallsprinzip wird eins der vier möglichen Nachbarzellenpaare der unteren Ebene ausgewählt, in das die Flüssigkeit gleichmäßig verteilt wird. Lediglich bei einem Prozent der Verteilvorgänge erfährt die Flüssigkeit keine radiale Ausbreitung sondern wird direkt in die darunterliegende Zelle geleitet. Randeffekte werden dadurch berücksichtigt, dass Flüssigkeit, die von einer Randzelle gegen die Kolonnenwand geleitet würde, in die darunterliegende Randzelle gelangt. Dies führt speziell bei einem kleinen Verhältnis von Kolonnendurchmesser zu Füllkörperdurchmesser zu einer ausgeprägten Randgängigkeit. Das Modell dient ALBRIGHT zur Untersuchung unterschiedlicher Flüssigkeitsverteiler. Er vergleicht dabei, welche Betthöhe notwendig ist, um die natürliche Verteilung ("*natural flow*") zu erreichen. Es wird ausschließlich auf das Verteilungsprofil der Flüssigkeit eingegangen, Auswirkungen auf den Stoffübergang werden nicht betrachtet.

ZUIDERWEG ET AL. 1987 diskutieren auf Basis des *Zone-Stage-Modells* den Einfluss verschiedener Parameter wie der relativen Flüchtigkeit, des Füllkörper- und Kolonnendurchmessers und der Betthöhe auf die Trennleistung einer Kolonne. Hierbei wird die Kolonne in axialer Richtung in Stufen (*stages*) unterteilt, die in ihrer Höhe einer theoretischen Gleichgewichtsstufe (HETP) entsprechen. In radialer Richtung erfolgt die Unterteilung in koaxiale Ringe (*zones*). Deren Breite richtet sich nach den Füllkörperabmessungen und wird auf das zwei- bis dreifache eines Füllkörperdurchmessers festgelegt. Als Eingabeparameter wird die "maldistributionsfreie" Höhe einer Übergangseinheit benötigt. Dazu wird auf Messwerte von Kolonnen mit geringen Durchmessern zurückgegriffen, bei denen gemäß Autor die radiale Vermischung die Maldistributionseffekte weitgehend kompensiert. Weitere Eingabegrößen sind der Kolonnendurchmesser und der radiale Dispersionskoeffizient.

Zur Simulation von Stoffaustausch- und Vermischungsvorgängen in einer Kolonne entwickelt POTTHOFF 1992 ein Zellenmodell, bei dem lokale Eigenschaften der Packung beliebig variiert werden können. Mit Hilfe des Modells werden verschiedene Trennver-

fahren nachgebildet, unter anderem auch der von ihm experimentell untersuchte Kühlturmprozess. Anhand dieser Experimentaldaten können die Modellierungsergebnisse validiert werden. Eine Kolonne kann in axialer Richtung in maximal 300 Stoffaustauschebenen mit jeweils dazwischenliegenden Verteilungsebenen unterteilt werden. Der Kolonnenquerschnitt wird in 85 Zellen unterteilt. Dieser Auflösungsgrad ist bei technisch relevanten Kolonnenabmessungen zu gering, um Small-Scale-Maldistribution zu simulieren. Die für die Trennleistung der Kolonne relevante großräumige Ungleichverteilung kann dagegen gut nachgebildet werden. Die Berechnung des Trennprozesses erfolgt sequentiell. Zunächst wird das Strömungsprofil ermittelt, danach auf iterativem Wege die Stoffaustauschleistung. Als Eingabeparameter sind ein Basiswert für die Höhe einer gaseitigen Übergangseinheit H_{OG} , der Dispersionskoeffizient und die Kolonnenabmessungen erforderlich.

Im Gegensatz zu den bisher beschriebenen Modellen stehen die aus den Zellen austretenden Ströme beim *Nichtgleichgewichts-Zellenmodell* von HIGLER ET AL. 1999 - wie der Name schon sagt - nicht im Gleichgewicht. Das Modell basiert auf dem von ZUIDERWEG ET AL. 1987 entwickelten Zone-Stage-Modell. Das Ausmaß der Flüssigkeitsmaldistribution wird für jede Zelle einzeln bewertet. Die Stoffübergangsrate innerhalb einer jeden Nichtgleichgewichtszelle wird auf Basis der generalisierten Maxwell-Stefan Gleichungen ermittelt. Auf diese Weise wird eine direkte Berechnung des Einflusses der Maldistribution ermöglicht, ohne auf das Konzept der theoretischen Stufen zurückgreifen zu müssen, was speziell bei der Mehrkomponenten-Rektifikation von Vorteil ist. Der Stoffaustausch wird für jede Zelle unter Berücksichtigung der jeweiligen zur Verfügung stehenden Stoffaustauschfläche berechnet.

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass für alle Modelle die Angabe einer Anfangsverteilung der Flüssigkeit und eines Basis-HETP-Wertes erforderlich ist. Ausgehend von der Anfangsverteilung wird unter Berücksichtigung von Randeffekten ermittelt, wie sich die Flüssigkeitsverteilung über die Betthöhe entwickelt. Auf Basis dieses Strömungsprofils werden Aussagen darüber getroffen, inwieweit die Höhe einer theoretischen Stufe (HETP) im Vergleich zum vorgegebenen Basiswert einer maldistributionsfreien Kolonne steigt. Da es aber nach wie vor schwierig ist, das Ausmaß der Maldistribution in zufriedenstellender Weise vorherzusagen, ist keines dieser Modelle als Design-Tool geeignet.

Obwohl sich die Hauptzahl der Studien zur Maldistribution auf Gas/flüssig-Systeme beschränkt, ist auch bei Flüssig/flüssig-Systemen das Auftreten von Ungleichverteilungen der Phasen über den Kolonnenquerschnitt und deren negative Auswirkungen auf die Trennleistung nicht unbekannt. WOODFIELD UND SEGE 1954 untersuchen an einer pul-

sierten Siebboden-Kolonnen den Stoffübergang am Stoffsystem Tributylphosphat/Uranynitrat/Tetrachlormethan. Dabei stoßen sie auf das Problem, dass der Versuchsaufbau im Labormaßstab (Kolonnendurchmesser 76 mm) die erforderliche Trennleistung zwar erzielt, nach einem Scale-up dagegen nicht hinnehmbare Trennleistungseinbußen festzustellen sind. Unter Beibehaltung des Testsystems steigt die Höhe einer Übergangseinheit (HTU) bei einem Kolonnendurchmesser von 0,2 m um bis zu 50%, bei einem Kolonnendurchmesser von 0,6 m sogar um 200 bis 380%. Die Autoren schlagen daraufhin Wiederverteiler speziell bei Kolonnen größeren Durchmessers als Lösung des Problems vor.

LOGSDAIL UND THORNTON 1957 untersuchen an einer pulsierten Siebboden-Kolonnen den Stoffübergang bei der Extraktion von Aceton aus einem Aceton-Toluol-Gemisch mittels Wasser an drei verschiedenen Kolonnendurchmessern. Sie kommen zu dem Schluss, dass die Höhe einer Übergangseinheit exponentiell mit dem Kolonnendurchmesser ansteigt. Sie führen dieses Ergebnis auf Maldistributionseffekte zurück und gehen von einer Maldistribution der kontinuierlichen Phase aus, da rein visuell keine Ungleichverteilung der Tropfenphase über den Querschnitt ersichtlich ist. Dies deckt sich auch mit den Ergebnissen vorausgehender Arbeiten der Autoren, bei denen eine Wiederverteilung der kontinuierlichen Phase zu einer Trennleistungsverbesserung führte, die Wiederverteilung der dispersen Phase dagegen nicht. PRVCIC ET AL. 1989 stellen allerdings sehr wohl eine Ungleichverteilung der Dispersphase bei dem von ihnen untersuchten Kolonnendurchmesser von 0,3 m fest.

Aufgrund der unterschiedlichen Ansichten der Autoren darüber, welche Phase anfälliger für Maldistribution ist und welche Phase demnach verantwortlich für die beobachteten Trennleistungseinbußen bei steigenden Kolonnendurchmessern ist, gehen QADER ET AL. 1998 der Sache gezielt auf den Grund. An einer pulsierten Siebboden-Kolonnen mit einem Durchmesser von 0,3 m wird die radiale Dispersion sowohl der Dispersphase als auch der kontinuierlichen Phase mittels Tracerversuchen bestimmt. Sie kommen zu dem Ergebnis, dass eine absichtlich vorgegebene Ungleichverteilung der Tropfenphase nur sehr langsam wieder ausgeglichen wird. Ein Durchströmen von mehreren Metern Kolonnenhöhe sind für einen Ausgleich einer halbseitigen Tropfenaufgabe notwendig. Die radiale Dispersion der kontinuierlichen Phase wird dagegen als stark ausgeprägt eingestuft. Daraus wird geschlussfolgert, dass die Ursache der in früheren Jahren beobachteten starken Trennleistungsabfälle bei zunehmenden Kolonnendurchmessern ihre Ursache in einer Ungleichverteilung der eintretenden Tropfenphase haben. Eine gleichmäßige Tropfenaufgabe wird daraufhin von QADER ET AL. 1998 als essentiell für den Stoffaustausch einer Extraktionskolonne bezeichnet.

3 Zielsetzung der Arbeit

Die bisherigen Maßnahmen, die für die Trennleistung einer Packungskolonne schädliche Maldistribution der Flüssigkeit zu vermindern, beschränken sich weitestgehend auf den Einsatz von Flüssigkeitsverteilern oberhalb der Packung und auf eine mehrfache Unterbrechung der Packung für den Einbau von Zwischenverteilern mit all seinen Nachteilen (zusätzliche Bauhöhe, hohe Kosten, kein direkter Beitrag zum Stoffübergang etc.). Ein vielversprechender Ansatz, diese herkömmlichen Zwischenverteiler in Gas/flüssig-Kontaktapparaten zu ersetzen, wurde von SCHNEIDER UND STICHLMAIR 2003 geliefert. Hierbei wurde systematisch die Charakteristik der Maldistribution untersucht und als effektive Gegenmaßnahme eine zweifach wirksame Stoffaustauschpackung als Alternative zu den bisher üblichen Zwischenverteilern entwickelt. Die Funktionalität dieser neuartigen Stoffaustauschpackung mit erhöhter Querverteilung (Verteilelement) wurde bereits von SCHNEIDER 2004 in zahlreichen Versuchen bestätigt.

Um einen Einsatz dieser Packung in industriellen Anlagen zu ermöglichen, ist es jedoch unerlässlich, allgemeine Auslegungsrichtlinien für den Einbau zu erstellen. Ein Ziel der vorliegenden Arbeit ist es, Kenntnis über die optimale Anzahl einzusetzender Elemente und die optimalen Einbauabstände zu erlangen. Beides variiert in Abhängigkeit des Eigendispersionsvermögens der Packung, mit der die Elemente kombiniert werden sollen, und in Abhängigkeit des Ausmaßes der Maldistribution, welches in der Regel unbekannt ist. Aus diesem Grund werden anhand ausgewählter Füllkörpertypen mit stark unterschiedlicher Selbstverteilwirkung unter Variation der Flüssigkeitsaufgabe - und dem damit verbundenen gezielten Variieren der sich einstellenden Ungleichverteilung der Flüssigkeit - zahlreiche Packungsstrukturen (Kombinationen aus neuartiger Stoffaustauschpackung und herkömmlichen Füllkörpern) untersucht.

Ein weiterer Schwerpunkt dieser Arbeit liegt in der Beantwortung der Frage, inwieweit der Einsatz der ursprünglich für einen Gas/flüssig-Kontaktapparat entwickelten Stoffaustauschpackung mit erhöhter Querverteilung in einem Flüssig/flüssig-Kontaktapparat möglich und sinnvoll ist. Hier gilt es zunächst, die Verteilwirksamkeit der speziellen Konstruktion für eine in eine kontinuierliche Phase dispergierte Flüssigkeit zu

überprüfen. Des Weiteren gehört es zu den ersten Schritten, die für einen erfolgreichen Einsatz der Verteilelemente relevanten Unterschiede zum Gas/flüssig-System und die sich daraus ergebenden neuen Problemstellungen zu identifizieren. Mit einem an die geänderten Anforderungen angepassten Design soll die Trennleistung der Stoffaustauschpackung an sich und ihre Wirksamkeit in Kombination mit einer Füllkörperschüttung unter Vorgabe verschiedener Arten der Tropfenaufgabe untersucht werden.

4 Theoretische Aspekte zur Maldistribution

In der Vergangenheit wurde die Maldistribution der Flüssigkeit über den Kolonnenquerschnitt oftmals als ein Phänomen bewertet, dem zwangsläufig - je nach Ausmaß der vorhandenen Ungleichverteilung - negative Auswirkungen auf die Stoffübergangsleistung einer Kolonne zugeschrieben wurden. Besondere Beachtung wurde dabei der Ermittlung des Maldistributionsausmaßes geschenkt, weniger den konkreten Auswirkungen der Maldistribution auf das jeweils individuell vorliegende Trennproblem. Letzterer Aspekt ist aber im konkreten Anwendungsfall von vorrangiger Bedeutung, da das Ausmaß der Maldistribution nur dann von Interesse ist, wenn diese einen nennenswerten Einfluss auf den Stoffübergang ausübt. Aus diesem Grund sollte der Frage nachgegangen werden, unter welchen Bedingungen ein System besonders sensitiv auf Maldistribution reagiert. Dies geschieht im Folgenden am Beispiel einer Absorptionkolonne. Die Auswirkung einer vorhandenen Maldistribution auf die Trennleistung einer Kolonne wird unter Berücksichtigung des Maldistributionsausmaßes, des Strippingfaktors und der seitlichen Vermischung betrachtet. Die Berechnungen werden unter der Annahme gerader Arbeitslinie und Gleichgewichtslinie (was im Bereich geringer Konzentrationen vereinfachend angenommen werden darf) durchgeführt. Grundlage der Überlegungen bildet das Modell der parallelen Teilkolonnen von MULLIN 1957.

4.1 Modell der parallelen Teilkolonnen

Eine isolierte Analyse der Auswirkung der Maldistribution gelingt durch die Betrachtung einer realen Einzelkolonne als System von zwei parallelen Teilkolonnen [MULLIN 1957, HUBER UND HILTBRUNNER 1966, BILLINGHAM UND LOCKETT 2002]. Das Prinzip ist für den Fall gerader Arbeitslinie und gerader Gleichgewichtslinie in *Abbildung 4.1* veranschaulicht. Zur Simulation einer Flüssigkeitsmaldistribution wird eine der beiden Teilkolonnen mit einer erhöhten Flüssigkeitsbelastung $\dot{L} \cdot (1 + l)$ beaufschlagt, die zweite Teilkolonne mit einer entsprechend verminderten Flüssigkeitsbelastung $\dot{L} \cdot (1 - l)$. Der Gasstrom \dot{G} wird dagegen gleichmäßig auf beide Kolonnenhälften auf-

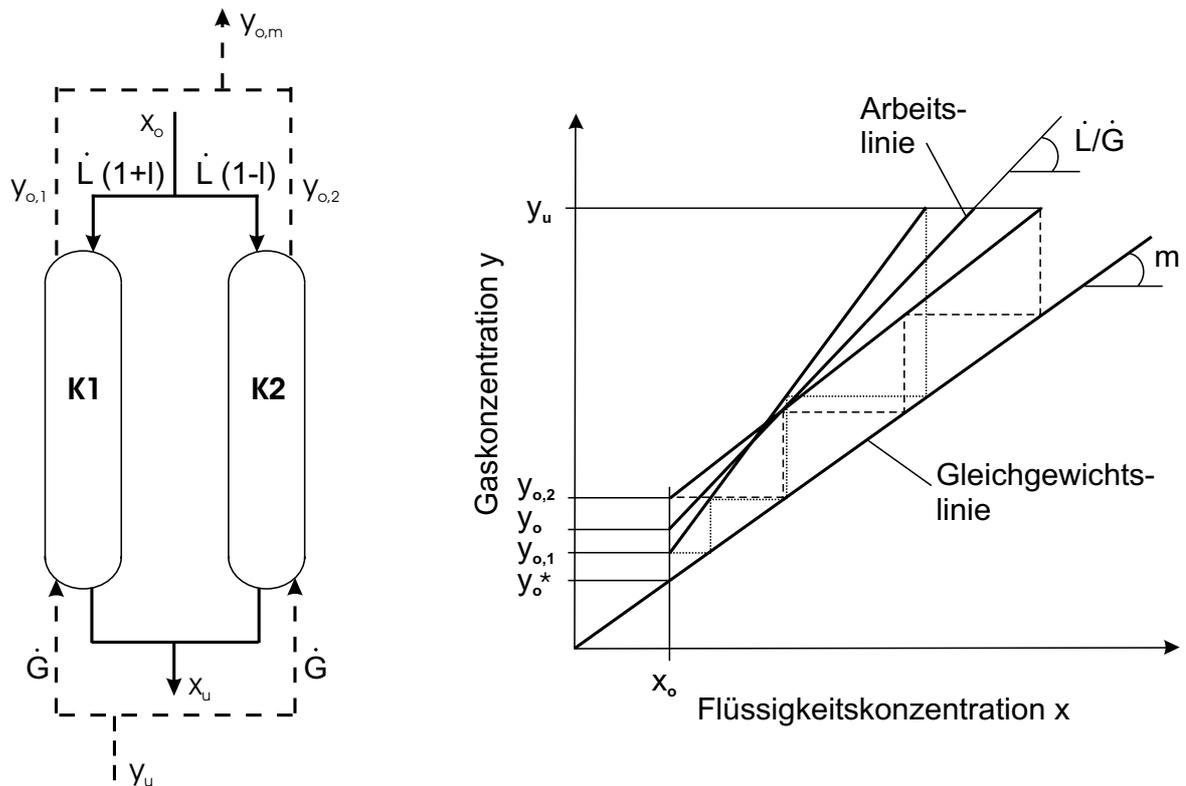


Abb. 4.1: Modell der parallelen Teilkolonnen

geteilt. Diese Aufteilung der Mengenströme bleibt über die gesamte Kolonnenhöhe bestehen. Vereinfachend wird somit ein über die Kolonnenhöhe konstantes Ausmaß an Maldistribution angenommen, was nicht der Realität entspricht.

Anhand des McCabe-Thiele Diagramms, welches Arbeitslinie, Gleichgewichtslinie sowie Stufenkonstruktion für den Fall einer Absorption zeigt, lässt sich die Auswirkung dieser unterschiedlichen Flüssigkeitsbelastung auf die Trennwirkung verdeutlichen. Im Falle einer Kolbenströmung (maldistributionsfreie Kolonne) liegt in beiden Kolonnenhälften das gleiche \dot{L}/\dot{G} -Verhältnis vor, welches zu einer Gaskonzentration von y_o am Kopf der Kolonne führt. Werden aufgrund einer Flüssigkeitsmaldistribution die beiden Teilkolonnen gemäß obiger Beschreibung mit unterschiedlichen Flüssigkeitsmengen beaufschlagt, verändert sich jeweils Lage und Steigung der Arbeitslinie. Diejenige Kolonnenhälfte mit erhöhter Flüssigkeitsbelastung erzielt eine höhere Trennleistung (höhere Reinheit des Gases y_{o1}). Für die zweite Kolonnenhälfte mit verminderter Flüssigkeitsbelastung dagegen nimmt die Arbeitslinie eine ungünstigere Position ein, sodass sich die Trennleistung verringert (geringere Reinheit des Gases y_{o2}). Die entscheidende Frage an dieser Stelle ist, inwieweit sich diese beiden gegenläufigen Effekte kompensieren. Diese Frage soll im Folgenden geklärt werden.

4.2 Sensibilitätsanalyse

Im Falle gerader Arbeitslinie und Gleichgewichtslinie kann die Zahl der theoretischen Trennstufen n_{th} in Abhängigkeit des Strippingfaktors J und eines Konzentrationsterms Q mit folgender Gleichung berechnet werden [TREYBAL 1968]:

$$n_{th} = \frac{1}{\ln J} \cdot \ln \left(Q \cdot \left(1 - \frac{1}{J} \right) + 1 \right) \quad \text{mit } J \equiv \frac{\dot{L}/\dot{G}}{m} \quad \text{und } Q \equiv \frac{y_u - y_o}{y_o - y_o^*} \quad (4.1)$$

Der Konzentrationsterm Q beschreibt die erreichte Konzentrationsänderung bezogen auf die Differenz zwischen erreichter (y_o) und maximal möglicher (y_o^*) Reinheit des Gases. Es ist allerdings zweckmäßig, anstelle des Konzentrationsterms Q den Konzentrationsterm P einzuführen, welcher die erreichte Konzentrationsänderung auf die maximal mögliche Konzentrationsänderung bezieht und somit eine Art Wirkungsgrad darstellt mit Werten zwischen 0 und 1. Unter Verwendung von P ergibt sich die Beziehung

$$n_{th} = \frac{1}{\ln J} \cdot \ln \left(\frac{P}{1-P} \cdot \left(1 - \frac{1}{J} \right) + 1 \right) \quad \text{mit } P \equiv \frac{y_u - y_o}{y_u - y_o^*}. \quad (4.2)$$

Aufgelöst nach P stellt sich *Gleichung 4.2* folgendermaßen dar:

$$P = \frac{J^{n_{th}+1} - J}{J^{n_{th}+1} - 1}. \quad (4.3)$$

Mit Hilfe von *Gleichung 4.3* ist es nun möglich, die Trennwirkung der beiden Teilkolonnen zu beurteilen. Gemäß Definition (*Gleichung 4.1*) führt eine Maldistribution sowohl der Flüssigkeit als auch des Gases zu einer Änderung des Strippingfaktors J . Da das Zweikolonnenmodell eine gleichmäßige Aufteilung des Gases auf die beiden Teilkolonnen vorsieht, ist es ausschließlich die vorgegebene Maldistribution der Flüssigkeit, welche die Änderung des Strippingfaktors von einem ursprünglichen Wert J_0 der maldistributionsfreien Kolonne zu $J_0 + \Delta J$ bzw. $J_0 - \Delta J$ (vgl. *Abbildung 4.2*) bewirkt. Diese Änderung des Strippingfaktors zieht eine Änderung des Wirkungsgrades P in jeder der beiden Kolonnenhälften nach sich. Eine erhöhte Flüssigkeitsbelastung führt zu einer höheren Trennwirkung (P_1), eine geringere Flüssigkeitsbelastung zu einer verminderten Trennwirkung (P_2). Der über beide Kolonnenhälften gemittelte Wirkungsgrad P_m einer maldistributionsbehafteten Kolonne ist offensichtlich niedriger als der bei einer maldis-

tributionsfreien Kolonne erreichte Wirkungsgrad P_0 . So erzielt zum Beispiel gemäß *Abbildung 4.2* eine maldistributionsfreie Kolonne bei einer vorgegebenen Zahl an Gleichgewichtsstufen von $n_{th} = 5$ und einem Strippingfaktor von $J_0 = 1,2$ einen Wirkungsgrad von $P_0 = 0,9$. Unter der Annahme, dass auch die beiden Teilkolonnen jeweils 5 Trennstufen leisten, ergibt sich ein für die maldistributionsbehaftete Gesamtkolonne gemittelter Wirkungsgrad von $P_m = 0,867$.

Dieser Trennleistungsabfall kann ebenso über die Zahl der maldistributionsbehafteten Trennstufen n_m ausgedrückt werden. Der für die maldistributionsbehaftete Gesamtkolonne gemittelte Wirkungsgrad P_m entspricht der Trennleistung einer maldistributionsfreien Kolonne mit einer Stufenzahl von n_m . Für obiges Zahlenbeispiel bedeutet das, dass die maldistributionsbehaftete Kolonne $n = 5$ echte Trennstufen leisten muss, um die gleiche Trennwirkung zu erzielen, die eine maldistributionsfreie Kolonne mit $n_m = 4$ Trennstufen erreicht. Diese so definierten maldistributionsbehafteten Trennstufen n_m

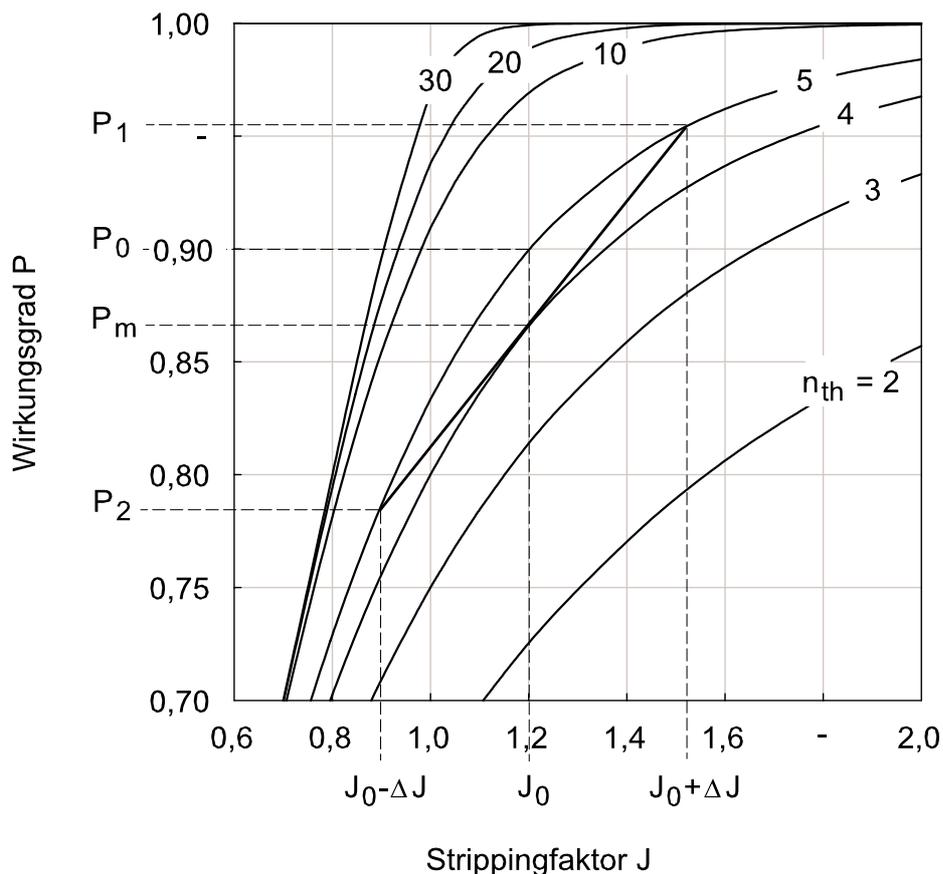


Abb. 4.2: Trennleistungsabfall einer maldistributionsbehafteten Kolonne im Vergleich zur maldistributionsfreien Kolonne

sind "Pseudo-Trennstufen", die neben der Zahl der echten Trennstufen auch den Einfluss des normalerweise unbekanntes Ausmaßes der Maldistribution beinhalten. In der Praxis können im Normalfall lediglich diese "Pseudo-Trennstufen" realisiert werden.

Graphisch gesehen ist die Krümmung der Parameterkurve für konstante Stufenzahl verantwortlich für den Trennleistungsabfall bei vorgegebener Maldistribution. Die Ausprägung der Krümmung an der Stelle des betrachteten Strippingfaktors bestimmt das Ausmaß der Trennleistungseinbußen. Da die Krümmung einer Funktion durch ihre zweite Ableitung beschrieben wird, gibt die zweite Ableitung von *Gleichung 4.3* die Sensibilität $P'' = (\partial^2 P)/(\partial J^2)$ eines Systems gegenüber Maldistribution wieder.

$$P'' = \frac{(n_{th}^2 + n_{th}) \cdot (J^{n_{th}} - J^{n_{th}-1}) \cdot (J^{n_{th}+1} - 1)}{(J^{n_{th}+1} - 1)^3} \quad (4.4)$$

$$- \frac{(n_{th} \cdot J^{n_{th}+1} + 1 - ((n_{th} + 1) \cdot J^{n_{th}})) \cdot 2 \cdot J^{n_{th}} \cdot (n_{th} + 1) \cdot (J^{n_{th}+1} - 1)}{(J^{n_{th}+1} - 1)^3}$$

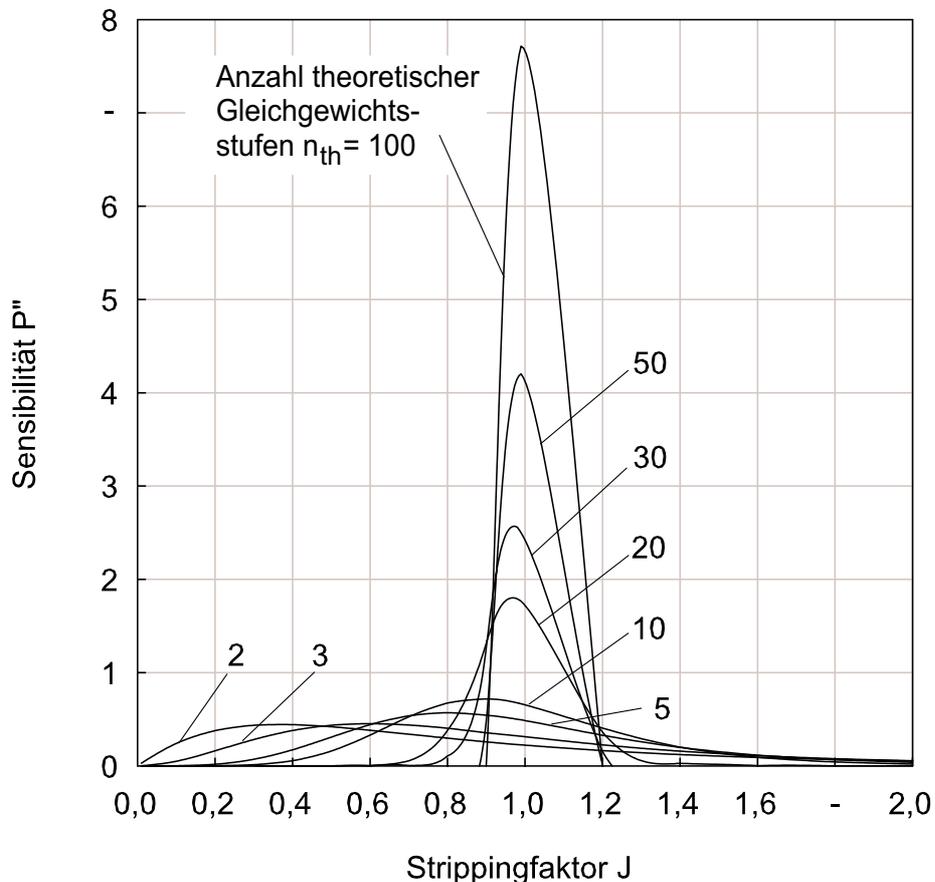


Abb. 4.3: Sensibilität eines Trennproblems gegenüber Maldistribution

Der funktionale Zusammenhang von *Gleichung 4.4*, also der Zusammenhang zwischen dem Strippingfaktor J , der Zahl der Gleichgewichtsstufen n_{th} und der Sensibilität P'' gegenüber einer vorhandenen Maldistribution, ist in *Abbildung 4.3* dargestellt. Unabhängig von der Zahl der Gleichgewichtsstufen ist ein konkretes Trennproblem kaum sensibel gegenüber Maldistribution, solange der Strippingfaktor J sehr viel kleiner oder sehr viel größer als 1 ist. Dies zeigt sich an den vergleichsweise geringen Werten für P'' . In diesen Bereichen hat somit die Maldistribution lediglich einen sehr geringen Einfluss auf die Trennleistung der Kolonne. Die gegenläufigen Effekte der Maldistribution in den beiden Teilkolonnen kompensieren sich größtenteils, sodass sich die Trennwirkung P nicht verschlechtert. Bei Strippingfaktoren im Bereich von $J = 1$ dagegen - wenn also Arbeitslinie und Gleichgewichtslinie nahezu parallel zueinander liegen - verschlechtert eine vorhandene Maldistribution die Trennleistung der Kolonne signifikant. Je größer die Zahl der Gleichgewichtsstufen ist, umso stärker ist dieser negative Einfluss ausgeprägt. Da hohe Stufenzahlen erst bei annähernd paralleler Lage von Arbeitslinie zu Gleichgewichtslinie möglich sind, sind es gerade diese für Maldistribution besonders anfälligen Trennprobleme, die in der Praxis meist vorliegen.

Da wie bereits erwähnt das Ausmaß der Maldistribution nur von Interesse ist, wenn sie einen signifikanten Einfluss auf die Trennwirkung hat, soll im Folgenden der Bereich um einen Strippingfaktor von $J = 1$ näher betrachtet werden.

Abbildung 4.4 zeigt für diesen speziellen Fall den Zusammenhang zwischen echten und maldistributionsbehafteten Trennstufen. Der Parameter ist das Ausmaß der Maldistribution, ausgedrückt durch die Änderung des Strippingfaktors ΔJ . Bei einer niedrigen Anzahl echter Trennstufen ($n < 6$) hat die Maldistribution keinen signifikanten Einfluss auf die Trennwirkung, d.h. n und n_m haben fast identische Werte. Mit steigender Zahl an echten Trennstufen driften die Parameterkurven immer weiter auseinander. Dies bedeutet, dass mit steigender Stufenzahl und mit zunehmendem Maldistributionsausmaß der Trennleistungsabfall immer dramatischer wird. In Abhängigkeit des Maldistributionsgrades wird ab einer bestimmten Stufenzahl ein Plateau erreicht (z.B. bei $\Delta J = 0,15$ ab $n = 40$). Ab diesem Punkt bewirkt eine Erhöhung der Zahl echter Trennstufen - also eine Vergrößerung der Packungshöhe - keine Verbesserung der Trennleistung mehr.

Die Vorteile dieser Darstellung liegen klar auf der Hand. Auf einen Blick kann der Trennleistungsabfall aufgrund von Maldistribution quantitativ erfasst werden. Der praktische Nutzen dieser Vorgehensweise ist erheblich. Anhand des Diagrammes ist eine Aussage über maximal mögliche Betthöhen zwischen zwei Flüssigkeitsverteilern möglich. Nimmt man beispielsweise eine Reduktion der Trennleistung von etwa 20% in Kauf, dann können bei einem Maldistributionsausmaß von $\Delta J = 0,15$ zehn Trennstufen in einer Packungssektion realisiert werden. Um diese Erkenntnisse für ein Kolonnen-

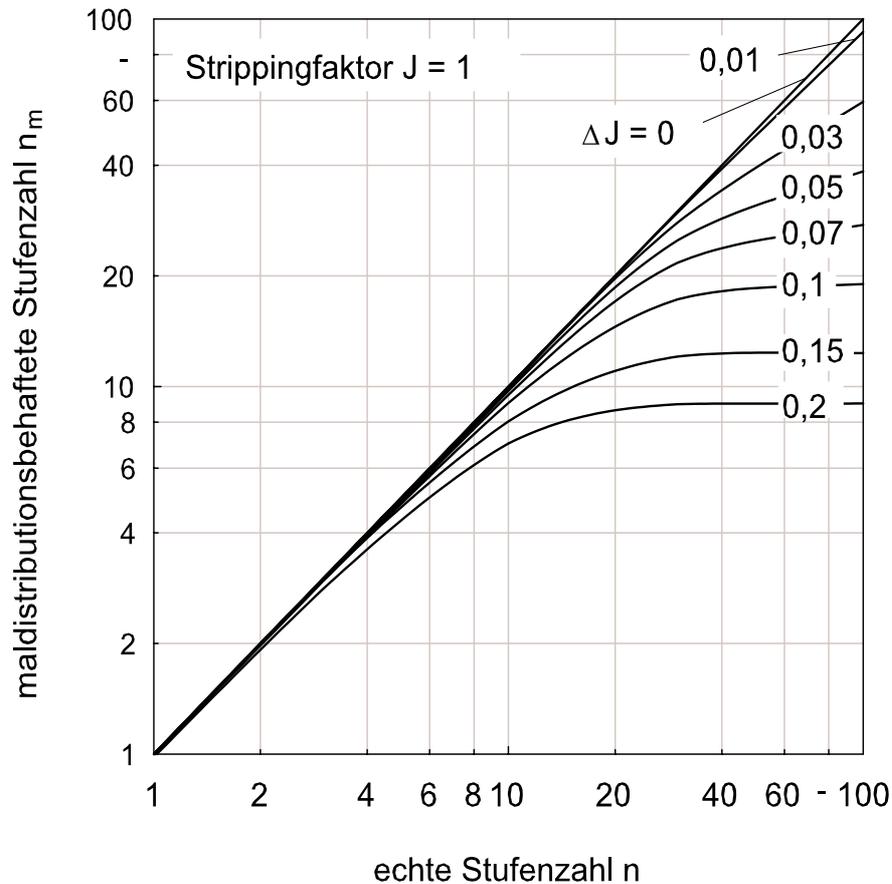


Abb. 4.4: Zusammenhang zwischen maldistributionsbehafteten und echten Trennstufen

Design nutzen zu können, muss man allerdings eine Vorstellung dafür entwickeln, in welchem Bereich die Werte für ΔJ in der Praxis üblicherweise liegen, d.h. wie groß das Ausmaß der Maldistribution in der Kolonne jeweils ist.

4.3 Ausmaß der Maldistribution in Packungskolonnen

Das Ausmaß der Maldistribution in Packungskolonnen ist von einer Vielzahl von Parametern abhängig, wie z.B. der Packungsstruktur, der Füllkörpergröße, der Güte der Anfangsflüssigkeitsverteilung, der Packungshöhe oder der Gas- und Flüssigkeitsbelastung, um nur einige zu nennen. So ist es bislang unmöglich, eine exakte Vorhersage für den einzelnen Anwendungsfall zu treffen. Dementsprechend erheben die folgenden Ausführungen auch nicht den Anspruch einer systematischen Parameterstudie. Es soll lediglich

demonstriert werden, in welchem Größenordnungsbereich der Maldistributionsgrad typischerweise anzusiedeln ist, um die Erkenntnisse aus der vorangegangenen Sensibilitätsanalyse besser einschätzen zu können.

Das Ausmaß der Flüssigkeitsmaldistribution in Packungskolonnen wurde bereits von einer Vielzahl von Autoren untersucht (vgl. *Kapitel 2*). Größtenteils wurde die Verteilung der Flüssigkeit durch Auslitern bestimmt. Dazu wird die Flüssigkeit mit Hilfe eines konventionellen Flüssigkeitsverteilers gleichmäßig auf ein Packungsbett aufgegeben. Unterhalb der Packung wird der Kolonnenquerschnitt in einzelne Sektionen unterteilt, in denen die Flüssigkeit aufgefangen wird. Die Flüssigkeitsmengen in den einzelnen Sektionen werden bestimmt und auf die über den Kolonnenquerschnitt gemittelte Flüssigkeitsmenge bezogen.

Als Auszug aus der Datenmenge werden einige Literaturstellen ausgewählt, in denen die Verteilung der Flüssigkeit in oben beschriebener Weise ermittelt wurde [DUTKAI UND RUCKENSTEIN 1970, ONDA ET AL. 1973, HERSKOWITZ UND SMITH 1978, HOEK ET AL. 1986, KOURI UND SOHLO 1987, STOTER 1993, KOURI UND SOHLO 1996, PIZZO ET AL. 1998, VAN BAAK ET AL. 2005]. Um die Ergebnisse untereinander vergleichen zu können, werden die einzelnen Daten nach dem Maldistributionsgrad l ausgewertet, wie er für das Modell der parallelen Teilkolonnen in *Kapitel 4.1* eingeführt wurde. Für den interessanten Bereich um $J = 1$ entspricht der Wert des Maldistributionsgrades l der Änderung des Strippingfaktors ΔJ (unter der Annahme gleichmäßiger Gasströmung). Der Zusammenhang zwischen dem Maldistributionsgrad l und der Änderung des Strippingfaktors ΔJ aufgrund von Maldistribution ist in *Gleichung 4.4* wiedergegeben:

$$\Delta J = J \cdot \frac{l_L - l_G}{1 + l_G} \quad (4.5)$$

Hierbei steht der Index L für die Ungleichverteilung der Flüssigkeit und der Index G für die Ungleichverteilung des Gases. Aufgrund der geringen Bedeutung der Gasmaldistribution (vgl. *Kapitel 2*) kann $l_G = 0$ gesetzt werden.

Die Ergebnisse der Literaturrecherche sind in *Abbildung 4.5* dargestellt. Das Maldistributionsausmaß l ist in Abhängigkeit der Berieselungsdichte B aufgetragen. Es sei noch einmal darauf hingewiesen, dass in diesem Diagramm Daten aus den unterschiedlichsten Versuchsanordnungen zusammengetragen sind. Sowohl Füllkörpergröße und -material als auch Packungshöhe und Kolonnendurchmesser der einzelnen Versuchsanlagen weichen voneinander ab. Es soll also lediglich eine Vorstellung davon vermittelt werden, in welcher Größenordnung das Ausmaß der Flüssigkeitsmaldistribution liegt.

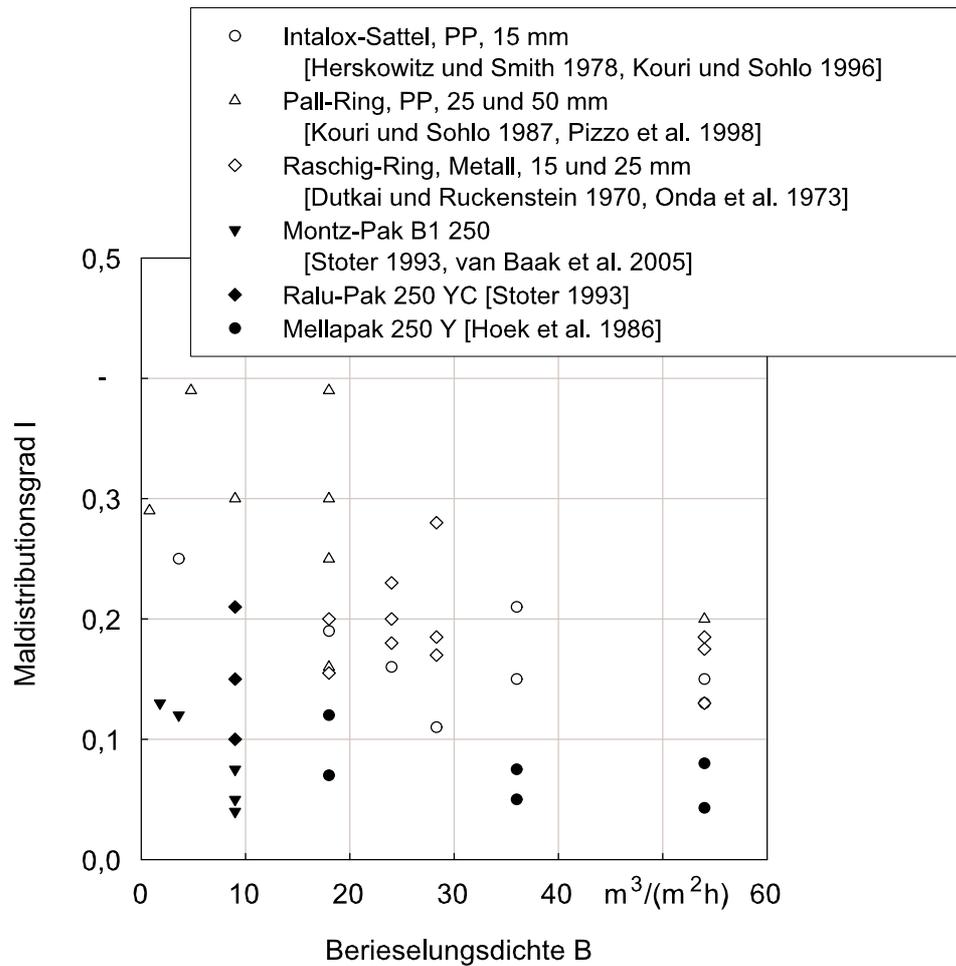


Abb. 4.5: Ausmaß der Maldistribution in regellosen Schüttungen und strukturierten Packungen

Es zeigt sich, dass die Werte für das Ausmaß der Maldistribution in einem sehr großen Bereich variieren. Sie erstrecken sich über eine Zehnerpotenz von 0,04 bis 0,4. Auf den ersten Blick ist nahezu keine Systematik zu erkennen. Das ist auch nicht weiter überraschend, da die Entstehung einer Ungleichverteilung oft einen stochastischen Vorgang darstellt. Ein Punkt allerdings tritt ganz klar zu Tage. Vergleicht man die Messdaten für Füllkörperschüttungen (offene Symbole) und für strukturierte Packungen (ausgefüllte Symbole), so zeigt sich eine eindeutige Tendenz. Die Maldistribution bei strukturierten Packungen ist weitaus geringer ausgeprägt, als bei Füllkörperschüttungen. Für beide Kolonneneinbauten gilt, dass das Ausmaß der Maldistribution mit steigender Berieselungsdichte abnimmt.

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass in Packungskolonnen immer ein gewisses Maß an Maldistribution vorliegt, die insbesondere bei gleichzeitig hoher Stufenzahl und nahezu paralleler Lage von Arbeits- und Gleichgewichtslinie die Trennwirkung der Kolonne signifikant herabsetzt. Es ist bisher allerdings nicht möglich, das Ausmaß dieser Maldistribution exakt vorherzubestimmen.

4.4 Auswirkungen der Vermischung auf die Trennleistung

Üblicherweise wird eine Packung in regelmäßigen Abständen unterbrochen, die Flüssigkeit gesammelt und möglichst gleichmäßig auf das darunterliegende Bett aufgegeben. Eine vieldiskutierte Frage in diesem Bereich ist, ob eine gute Vermischung der Flüssigkeit, d.h. ein Konzentrationsausgleich, vor der Neuverteilung realisiert werden sollte.

Im Folgenden wird der Einfluss der Vermischung untersucht, indem eine vollständige Vermischung von Gas und Flüssigkeit nach Durchströmen einer festgelegten Schütthöhe von 10 theoretischen Stufen unterstellt wird. Das Ausmaß der Maldistribution bleibt

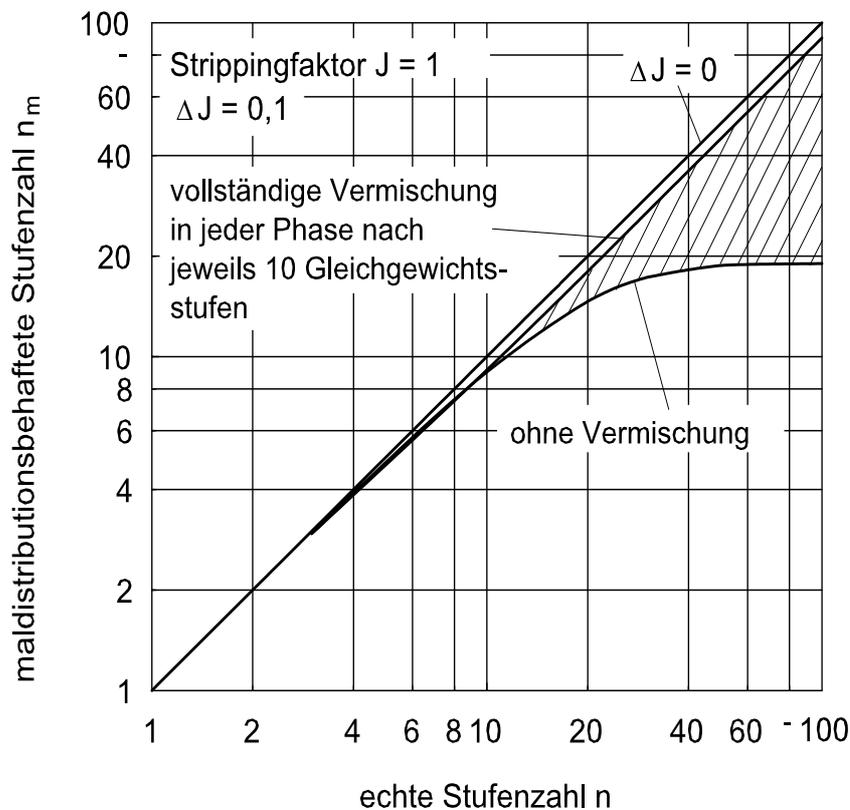


Abb. 4.6: Auswirkung vollständiger Vermischung auf die Trennleistung einer maldistributionsbehafteten Kolonne

über die Kolonnenhöhe konstant. Ein Ergebnis dieser Betrachtung ist in *Abbildung 4.6* dargestellt. Ausgehend von einem Strippingfaktor von $J = 1$ wird eine Änderung des Strippingfaktors von $\Delta J = 0,1$ angenommen. Ohne Mengenausgleich und Konzentrationsausgleich sinkt die Trennleistung der Kolonne bereits signifikant ab etwa 15 theoretischen Stufen. Ab 40 theoretischen Stufen wird ein Plateau erreicht, eine weitere Erhöhung der Packung führt nicht zu einer Verbesserung der Trennleistung.

Wird dagegen eine Vermischung (ohne Mengenausgleich) jeder der beiden Phasen nach jeweils 10 theoretischen Stufen unterstellt, welche vorhandene Konzentrationsunterschiede vollständig ausgleicht, sinkt die Trennleistung der Kolonne aufgrund von Maldistribution unabhängig von der Packungshöhe um lediglich 10%. Besonders bei einer hohen Zahl an theoretischen Stufen lässt sich somit allein durch einen Konzentrationsausgleich eine signifikante Verbesserung der Trennleistung im Vergleich zur Kolonne ohne Vermischung erzielen. Der schraffierte Bereich verdeutlicht die aufgrund fehlender Vermischung hinzunehmenden Trennleistungseinbußen. Ein weiterer Aspekt, der anhand von *Abbildung 4.6* abgelesen werden kann, ist die Tatsache, dass bis zu einer Anzahl von etwa 10 theoretischen Stufen die Auswirkungen der Maldistribution auf die Trennleistung äußerst gering sind.

Als Ergebnis dieser Untersuchung lässt sich festhalten, dass die Vermischung der Flüssigkeit ein sehr wichtiger Einflussparameter ist. Entgegen der in der Literatur teilweise vertretenen Ansicht ist sie sogar entscheidender als die Vergleichmäßigung der Mengenströme.

5 Stoffaustauschpackung mit erhöhter Querverteilung

Um in Packungskolonnen einen über den Kolonnenquerschnitt möglichst gleichmäßigen Durchsatz an Gas und Flüssigkeit zu erzielen, wird in der Regel oberhalb der Packung ein Flüssigkeitsverteiler angeordnet, der den Flüssigkeitsstrom gleichmäßig über den gesamten Kolonnenquerschnitt verteilen soll. Zum Einsatz kommen häufig Rinnenverteiler, Tüllenverteiler oder Kastenverteiler [SATTLER 2001]. Damit wird zumindest im oberen Bereich der Packung ein gleichmäßiger Flüssigkeitsdurchsatz erreicht. Auf dem Weg durch die Packung nach unten kommt es jedoch zu einer mehr oder weniger stark ausgeprägten Ungleichverteilung der Flüssigkeitsströmung, beispielsweise infolge von Bachbildung oder Randgängigkeit. Dass die Zwischenverteiler als übliche Gegenmaßnahme gegen diese Effekte mit einer Vielzahl von gravierenden Nachteilen verbunden sind, wurde bereits beschrieben (siehe *Kapitel 1*). Aus den Nachteilen der konventionellen Bauweise lassen sich die Anforderungen für einen verbesserten Ansatz ableiten:

- Hohes Maß an Querverteilung und Quervermischung
- Direkter Beitrag zum Stoffübergang
- Kein Engpass für die Strömung
- Niedrige Investitionskosten
- Direkter Einbau in konventionelle Kolonnenpackung [SCHNEIDER 2004]

Das Ergebnis ist eine neuartige Stoffaustauschpackung mit erhöhter Querverteilung (Verteilelement) [STICHLMAIR 2003]. Die Funktionalität dieser Verteilelemente wird durch die Erfüllung der ersten beiden Anforderungen gewährleistet. Um sich allerdings in der Praxis durchsetzen zu können, ist es unumgänglich, bei der Konzeptionierung und beim Design eine leichte Handhabung der Elemente und einen komplikationslosen Einbau sicher zu stellen.

5.1 Wirkprinzip

Das Hauptaugenmerk bei der Konzeptionierung des neuartigen Verteilelementes liegt darauf, innerhalb der Stoffaustauschzone einer Trennkolonne eine intensive Querverteilung und Quervermischung der Flüssigkeitsströmung zu bewirken bei gleichzeitiger Unterdrückung der Randgängigkeit. Um der Anforderung einer guten Querverteilung gerecht zu werden, ist die Grundstruktur des Verteilelementes aus parallelen vertikalen Lagen von gefalteten Blechen mit alternierender Faltungsneigung aufgebaut, wobei zwischen zwei gefalteten Blechen jeweils ein ebenes Blech eingesetzt ist. Auf diese Art und Weise entsteht ein System von geschlossenen Dreieckskanälen mit von Lage zu Lage abwechselnder Neigung, welches ein hohes Maß an Querverteilung der Flüssigkeit erzwingt. Durch die getrennten Kanäle wird ein von oben ankommender Flüssigkeitsstrahl in mehrere kleinere Ströme aufgeteilt, die mit einer seitlichen Versetzung aus dem Element austreten. Durch das Aufteilen und Zusammenführen von Teilströmen unterschiedlicher Zusammensetzung und Menge ergibt sich eine signifikante Quervermischung und Vergleichmäßigung der Flüssigkeitsströme.

Eine Konstruktion aus ebenen und gefalteten Blechen würde also zweifellos die geforderte Querverteilung und Quervermischung leisten, allerdings dabei ein nicht zu vernachlässigendes Problem im Randbereich der Kolonnen aufwerfen, denn eine Vielzahl der geschlossenen Dreieckskanäle endet an der Kolonnenwand. Ein überdurchschnittlicher Anteil der Flüssigkeit würde somit in diesen Kanälen in den Randbereich gefördert und dort nach Austritt aus der Verteilelement-Sektion verbleiben. Diese aufgrund der Zwangsführung der Flüssigkeit hervorgerufene Maldistribution würde die Trennleistung der Kolonne stark herabsetzen und steht somit im direkten Gegensatz zu den an das Verteilelement gestellten Anforderungen. Diese Problematik wurde ausführlich von SCHNEIDER UND STICHLMAIR 2003 untersucht.

Das Schlüsselement der Verteilelement-Konstruktion liegt also in der wirkungsvollen Unterdrückung dieser Randgängigkeit. Die Lösung des Problems bietet die in der Patentschrift von STICHLMAIR 2003 beschriebene spezielle Randkonstruktion. Dabei werden aus den ebenen Blechen an beiden seitlichen Rändern Dreiecks-Laschen ausgebogen, die exakt in die benachbarten gefalteten Bleche eingreifen und so die Strömungskanäle in Wandrichtung verschließen. Durch das Herausbiegen der Laschen entstehen Öffnungen in den ebenen Blechen, die den Übergang der Flüssigkeit in die parallel verlaufenden Kanäle mit gegenläufiger Orientierung erzwingen. Dadurch wird

die Flüssigkeit an den seitlichen Rändern des Elementes vollständig umgelenkt (reflektiert) und in die Stoffaustauschzone zurückgeführt. *Abbildung 5.1* zeigt das Wirkprinzip des neuartigen Verteilelementes anhand eines einzelnen Flüssigkeitsstrahls.

Die Feinverteilqualität der Elemente ist abhängig von der Feinheit ihrer Struktur. Die Flüssigkeit wird in jedem der Kanäle gesammelt und durchströmt sie in Form eines geschlossenen Rinnsals. Beim Austritt aus der Verteilelementzone ergeben sich also genau so viele Abtropfstellen über den Kolonnenquerschnitt, wie auch Kanäle vorhanden sind.

Es ist zu beachten, dass durch die ausgebogenen Laschen nur **eine** der beiden im Gegenstrom zueinander laufenden Phasen (z.B. Flüssigkeit) zwangsumgelenkt wird. Die zweite Phase (z. B. Gas), die entsprechend von der gegenüberliegenden Seite in das Verteilelement eintritt, bleibt unbehelligt und kann die Strömungskanäle bis zur Kolon-

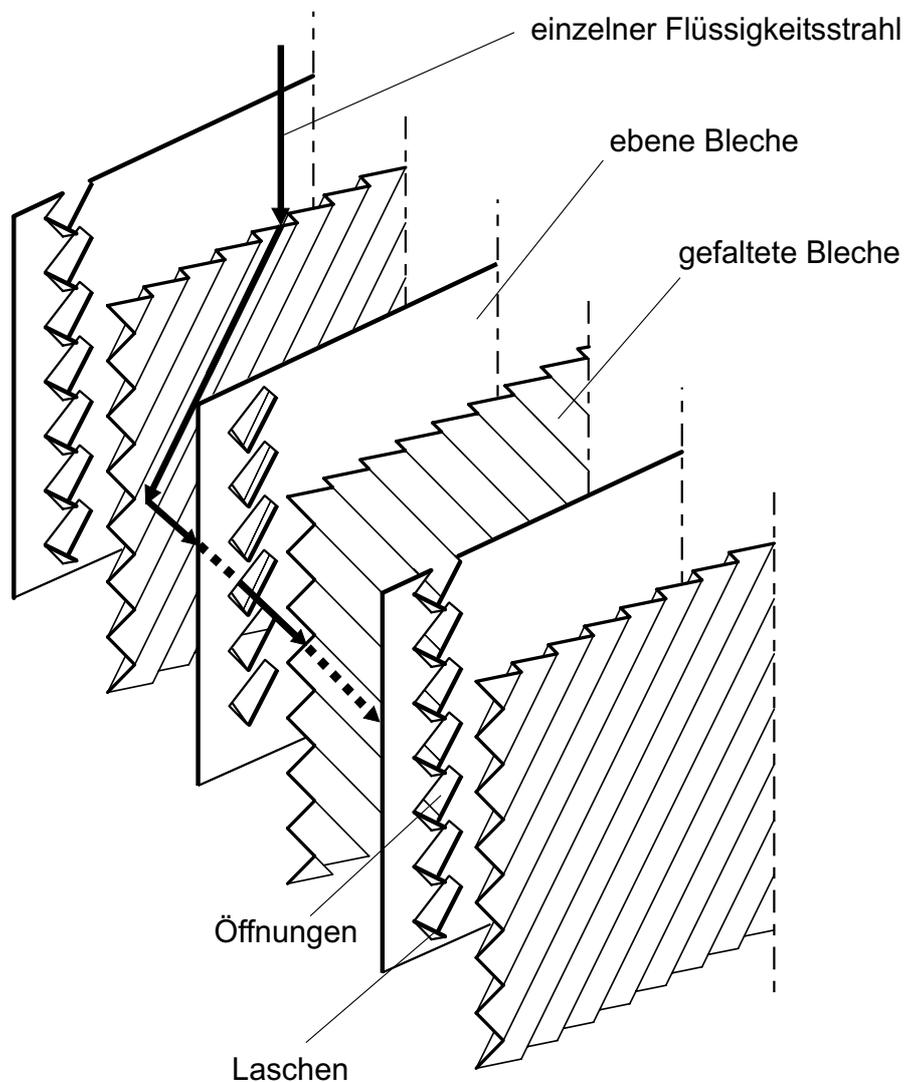


Abb. 5.1: Explosionszeichnung einer Teilansicht der neuartigen Stoffaustauschpackung mit erhöhter Querverteilung

nenwand hin durchlaufen. Das Verteilelement hat somit eine Ober- und eine Unterseite und muss entsprechend der zu verteilenden Phase richtig in die Trennkolonnie eingebaut werden.

Der Einbau der Elemente an mehreren Stellen direkt in eine konventionelle Packung erfolgt jeweils paarweise um 90° versetzt, um eine Verteilung der Flüssigkeit in die zwei Hauptrichtungen zu ermöglichen.

Im Gegensatz zu den bisher üblichen Zwischenverteilern sind die Verteilelemente unempfindlich gegenüber Abweichungen vom exakt horizontalen Einbau. Auch bei einer im Rahmen des Bewegungsspielraums innerhalb der Kolonne höchstmöglichen Schräglage erfüllen die Elemente konstruktionsbedingt uneingeschränkt ihre Funktion.

5.2 Design

Im Rahmen dieser Arbeit kommen zwei unterschiedliche Ausführungen der neuartigen Stoffaustauschpackung mit erhöhter Querverteilung zum Einsatz, da die Packung sowohl in einem Gas/flüssig-System als auch in einem Flüssig/flüssig-System getestet wird. Aus diesem Grund müssen auch die Designvarianten den jeweiligen Anforderungen angepasst werden. Im Folgenden soll ausschließlich auf das Design der nach mehrjähriger Entwicklungszeit entstandenen endgültigen Prototypen der Verteilelemente eingegangen werden. Dieses Design entspricht der für die Praxis anwendungsrelevanten Konstruktion. Die einzelnen Entwicklungsstufen sind ausführlich von SCHNEIDER 2003 beschrieben worden.

5.2.1 Gas/flüssig-System

Bei der Konstruktion eines Verteilelementes, das für den Einsatz im Gas/flüssig-System gedacht ist, ergibt sich die spezielle Problematik, dass die zu verteilende Phase - hier also die Flüssigkeit - einen Film im unteren Winkel der Dreieckskanäle ausbildet und eine vollständige Umlenkung der Flüssigkeit somit nur bei absolut exaktem Eingreifen der ausgebogenen Laschen in die gefalteten Bleche möglich ist. Bei mangelnder Dichtigkeit würde die Flüssigkeit die Schranke überwinden und in Richtung Kolonnenwand strömen. Hauptaugenmerk muss also auf eine möglichst perfekte Abdichtung der Strömungskanäle durch die Laschenkonstruktion gelegt werden. Der erste Schritt auf diesem Weg ist, die Form der Laschen so genau wie möglich an das Wellenprofil der gefalteten Bleche anzupassen, was durch ein entsprechendes Abrunden der Dreiecksform ohne Probleme möglich ist. Des Weiteren hat es sich als sehr wirkungsvoll erwiesen, um das

gesamte Verteilelement ein Metallband zu legen und es so fest zusammenzuspannen. So werden die einzelnen Lagen gegeneinander gepresst und die ausgebogenen Laschen erzeugen automatisch eine ausreichende Dichtigkeit.

Dieses Metallband, das sich für eine nahezu perfekte Verteilwirkung als unerlässlich herausgestellt hat, hat allerdings zwei Nachteile: Zum Einen versperrt es dem Gas, welches im Gegenstrom zur Flüssigkeit von unten durch das Element strömt, teilweise den Weg Richtung Kolonnenwand. Das Gas wird also gezwungen, zusammen mit der Flüssigkeit den Weg durch die Öffnungen in den ebenen Blechen zu nehmen. Dies führt zu einem stark ansteigenden Druckverlust bei hohen Belastungen. Dieses Problem kann umgangen werden, indem die Öffnungen in den ebenen Blechen größer ausgeführt werden als die daraus ausgebogenen Laschen. Die Öffnungen übergreifen somit zwei Kanäle der Nachbarebene (anstelle von einem Kanal), was den Druckverlust im Bereich der Staugrenze erheblich reduziert.

Ein weiterer Nachteil entsteht aus der Forderung nach einfacher Handhabung und Montage der Elemente. Zwischen Metallband und Kolonnenwand muss ein mehr oder weniger großer Spalt verbleiben. Dadurch wird es einem Flüssigkeitsstrom, der sich vor Eintritt in die Verteilelementzone im Bereich der Kolonnenwand befindet, unmöglich gemacht, in die verteilwirksame Zone einzutreten. Dies würde bedeuten, dass eine bestehende Randgängigkeit nicht mehr durch den Einsatz der Verteilelemente ausgeglichen werden könnte. Dieser Umstand ist natürlich inakzeptabel.

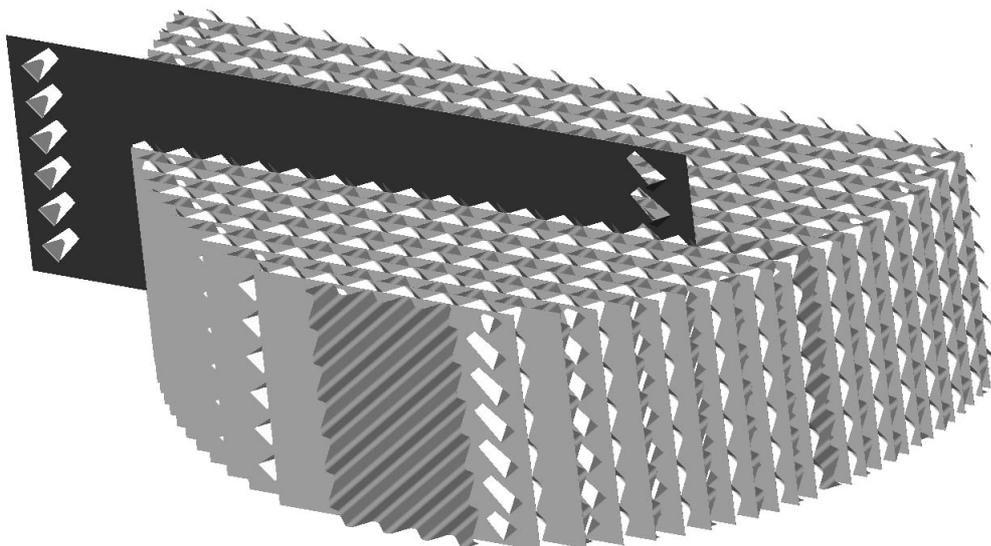


Abb. 5.2: 3D-Ansicht der neuartigen Stoffaustauschpackung mit erhöhter Querverteilung

Um den Spalt zwischen Verteilelement und Kolonnenwand zu überwinden, werden oberhalb eines jeden Verteilelementes Randabweiser (gewellte L-Profile aus Edelstahl) eingepasst, die die Flüssigkeit von der Kolonnenwand "abschälen" und aufgrund des regelmäßigen Wellenprofils gleichmäßig im Randbereich der Verteilzone aufgeben.

Eine mit Hilfe einer CAD/CAM-Software erstellte dreidimensionale Ansicht eines Halbelementes (ohne Metallband und Randabweiser) ist in *Abbildung 5.2* dargestellt. Ohne Berücksichtigung der ebenen Zwischenbleche ergibt sich eine spezifische Oberfläche von ca. $250 \text{ m}^2/\text{m}^3$. Dies entspricht in etwa der spezifischen Oberfläche einer handelsüblichen Wellblechpackung (z.B. MONTZ-PAK B1-250 der Fa. Julius Montz GmbH oder MELLAPAK 250 der Fa. Sulzer Chemtech).

Auch die Elementhöhe H_{VE} wird mit 205 mm der Standardhöhe üblicher strukturierter Packungen angepasst. Als Material für die Verteilelemente wird Edelstahl verwendet, jedoch können auch andere Materialien, wie z.B. Kunststoff, eingesetzt werden. Die Blechstärke der gefalteten Bleche wird zu 0,3 mm gewählt, um das Gewicht der Verteil-

Tab. 5.1: Fertigungs- und Geometriedaten des neuartigen Verteilelementes für den Einsatz im Gas/flüssig-System

Elementhöhe H_{VE}	205 mm
Elementdurchmesser D_{VE}	625 mm
Material	Edelstahl
Blechstärke ebene Bleche s_e	0,5 mm
Blechstärke gefaltete Bleche s_f	0,3 mm
Einzellagenhöhe H_{La}	12 mm
Schrittweite b	30 mm
Spezifische Oberfläche a (mit ebenen Zwischenblechen)	$400 \text{ m}^2/\text{m}^3$
Spezifische Oberfläche a (ohne ebene Zwischenbleche)	$250 \text{ m}^2/\text{m}^3$
Lückengrad ε	0,943
Anzahl geschlossener Kanäle n	1500
Äquivalenter Kanaldurchmesser d_h	10 mm
Neigungswinkel der Kanäle	45°

elemente möglichst gering zu halten. Für eine ausreichende Stabilität sorgen die ebenen Bleche mit einer Blechstärke von 0,5 mm. In *Tabelle 5.1* sind sämtliche relevanten Geometriedaten zusammengestellt.

Wie bereits angesprochen, ist die Feinverteilqualität der Elemente abhängig von der Anzahl geschlossener Kanäle und mit einer hier vorliegenden Kanalzahl von etwa 1500 ergeben sich insgesamt 4800 Abtropfstellen/m². Diese ist weit höher, als es bei handelsüblichen Flüssigkeitsverteilern der Fall ist, die im Bereich von etwa 100 Abtropfstellen/m² liegen (bei Hochleistungsverteilern bis zu 400 Abtropfstellen/m²).

5.2.2 Flüssig/flüssig-System

Das Hauptziel bei der Konstruktion des Verteilelementes muss es sein, eine möglichst perfekte, das heißt vollständige Umlenkung der zu verteilenden Phase im Randbereich der Elemente zu gewährleisten. Zusammen mit der Zwangsführung der zu verteilenden Phase durch die abgeschlossenen Kanäle wäre somit die Funktionalität der Elemente gesichert. Es hat sich allerdings herausgestellt, dass sich ein Flüssig/flüssig-System im Vergleich zu einem Gas/flüssig-System weniger sensibel gegenüber geringfügigen Undichtigkeiten bei der speziellen Randkonstruktion verhält. Das liegt daran, dass die zu verteilende Flüssigkeit in disperser Form vorliegt und nicht, wie für ein Gas/flüssig-System beschrieben, einen Film auf den Kanalwänden ausbildet. Eine perfekte Abdichtung der Strömungskanäle durch die ausgebogenen Laschen hat hier also zunächst nicht oberste Priorität, da die Flüssigkeitstropfen gemäß visueller Beobachtungen erst bei größeren Lücken in der Absperrung den Weg Richtung Kolonnenwand nehmen. Aus diesem Grund wird bei dieser Designvariante auf ein Metallband zum Zusammenpressen der einzelnen Blechlagen verzichtet. Auch eine spezielle Anpassung der Laschenform an das exakte Wellenprofil wäre sehr aufwändig, würde aber kaum zu einer Verbesserung der Verteilwirkung beitragen.

Entscheidend ist es vielmehr, dafür zu sorgen, dass die dispergierten Tropfen nicht an den Kanalwänden koaleszieren, wodurch die Stoffaustauschfläche und somit auch die Trennleistung abnehmen würde. Dieser Effekt ist konstruktiv nur dadurch zu vermindern, indem ein ausreichend großer äquivalenter Kanaldurchmesser vorgesehen wird. Die Struktur der Verteilelemente kann also nicht beliebig verfeinert werden. Die Tropfen würden andernfalls nicht mehr zum großen Teil in der kontinuierlichen Phase getragen werden, sondern vermehrt mit den Kanalwänden in Berührung kommen. Eine allzu feine Elementstruktur nimmt aber auch nicht die Bedeutung ein, wie es beim Gas/flüssig-Sy-

stem der Fall ist. Die Anzahl der Kanäle entspricht hier nicht der Anzahl der Abtropfstellen, da aus ein und demselben Kanal eine Vielzahl an Tropfen über den Kanalquerschnitt austreten können.

Die Stoffaustauschpackung mit erhöhter Querverteilung für den Einsatz im Flüssig/flüssig-System ist in *Abbildung 5.3* dargestellt. Anstelle des Metallbandes werden die einzelnen Blechlagen lediglich mit zwei Gewindestangen fixiert. Zur Vermeidung von Koaleszenzerscheinungen wird die Lagenhöhe relativ hoch gewählt. Sie liegt mit 14 mm höher als für ein Gas/flüssig-System - trotz des geringeren Gesamtdurchmessers des Verteilelementes. Aufgrund dieses geringen Durchmessers von 146 mm ist eine Erhöhung der Blechstärke der ebenen Bleche aus Stabilitätsgründen nicht notwendig. Sowohl ebene als auch gefaltete Bleche haben eine Blechstärke von 0,3 mm. Auch der spezifischen Oberfläche der Verteilelemente kommt hier nicht die Bedeutung zu, wie im vorher beschriebenen Fall, da die Stoffaustauschfläche ausschließlich von der Tropfengrößenverteilung der Dispersphase abhängt.

Die Geometriedaten des Verteilelementes sind *Tabelle 5.2* zu entnehmen.

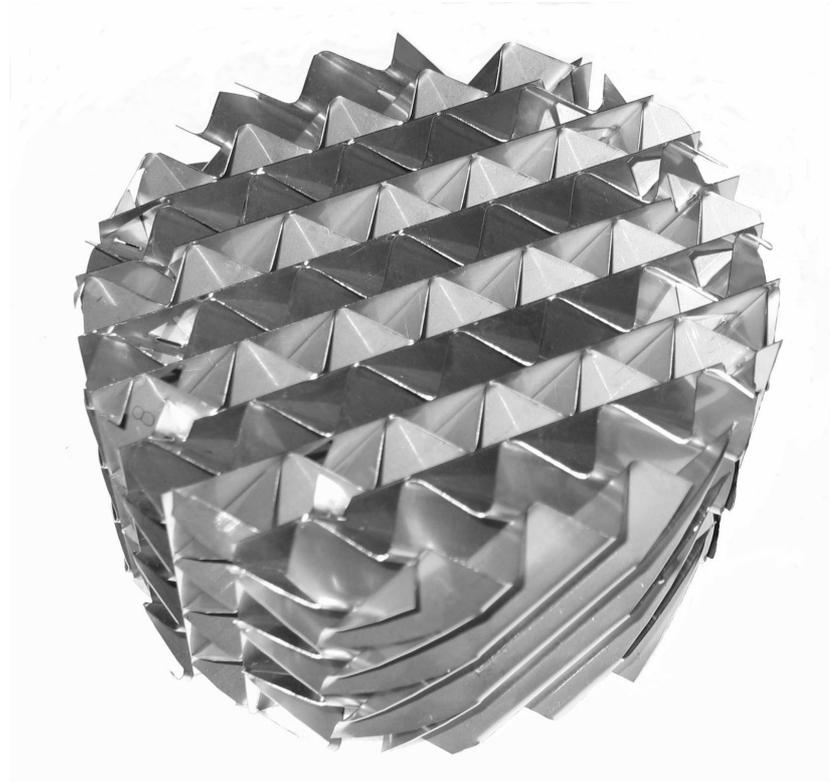


Abb. 5.3: Stoffaustauschpackung mit erhöhter Querverteilung für den Einsatz im Flüssig/flüssig-System

Tab. 5.2: Fertigungs- und Geometriedaten des neuartigen Verteilelementes für den Einsatz im Flüssigflüssig-System

Elementhöhe H_{VE}	75 mm
Elementdurchmesser D_{VE}	146 mm
Material	Edelstahl
Blechstärke ebene Bleche s_e	0,3 mm
Blechstärke gefaltete Bleche s_f	0,3 mm
Lagenhöhe H_{La}	14 mm
Schrittweite b	21 mm
Spezifische Oberfläche a (mit ebenen Zwischenblechen)	380 m ² /m ³
Spezifische Oberfläche a (ohne ebene Zwischenbleche)	230 m ² /m ³
Lückengrad ε	0,943
Anzahl geschlossener Kanäle n	74
Äquivalenter Kanaldurchmesser d_h	10 mm
Neigungswinkel der Kanäle	45°

6 Untersuchungen am Gas/flüssig-System

6.1 Messprinzip

Um das Ausmaß der Maldistribution in einer Kolonne bestimmen zu können, ist es erforderlich, einen "Blick" in das Innere der Kolonnenpackung zu werfen. Da es aber trotz zahlreicher Bemühungen bis heute keine zufriedenstellende Möglichkeit gibt, das Flüssigkeitsprofil innerhalb der Kolonne experimentell zu ermitteln, beschränkt man sich üblicherweise darauf, die Flüssigkeitsverteilung am Austritt aus der Packung zu messen. Diese Methode lässt allerdings keine Rückschlüsse auf die Vorgänge innerhalb der Packung zu. Insbesondere kann der Einfluss der Packungshöhe auf diese Art und Weise nicht erfasst werden. Die Effekte, welche für die Entstehung und Ausbreitung der Maldistribution verantwortlich sind, bleiben ebenso unbekannt, wie die Auswirkungen der Maldistribution auf den Stoffübergang der Kolonne.

Da das Ausmaß der Maldistribution nur dann von Bedeutung ist, wenn diese einen nennenswerten Einfluss auf den Stoffübergang hat, ist das eigentliche Ziel eine Bestimmung der Konzentrationsprofile. Doch dazu sind über die Packungshöhe verteilt eine Vielzahl von Gas- und Flüssigkeitsproben zu entnehmen und zu analysieren, was extrem aufwändig wäre. Außerdem ist die Probeentnahme nicht durchführbar ohne die Packungsstruktur erheblich zu stören.

Optimal wäre somit eine Messmethode, die in der Lage ist, das Konzentrationsprofil innerhalb der Packung zu ermitteln ohne dabei die Packungsstruktur zu verändern oder aufgrund aufwändiger Installationen ihrerseits zur Maldistribution beizutragen.

All diese Anforderungen sind bei einem Messprinzip erfüllt, welches zum ersten Mal von STICHLMAIR 1971 auf Kolonnenböden angewendet wurde. Das Prinzip basiert auf der bereits erwähnten Überlegung, dass eine Ungleichverteilung der Flüssigkeit zu unterschiedlichen Konzentrationen von Gas und Flüssigkeit über den Kolonnenquerschnitt führt und macht sich den Umstand zu Nutze, dass Stoffübergangsprozesse oftmals mit einer merklichen Wärmetönung verbunden sind. Ganz besonders trifft dies für den Kühl-

turmprozess mit dem einfach zu handhabenden Stoffsystem Wasser/Luft zu. Führt man in einer Packungskolonne warmes Wasser und Luft im Gegenstrom, so bewirkt die partielle Verdunstung von Wasser eine signifikante Temperaturabsenkung der Flüssigkeit. Das sich innerhalb der Kolonne einstellende Temperaturprofil kann wesentlich einfacher messtechnisch erfasst werden als das Konzentrationsprofil oder Flüssigkeitsprofil. Die Temperaturprofile können mit Hilfe von Flüssigkeitsisothermen visualisiert werden, welche einen unmittelbaren Eindruck vom tatsächlichen Strömungsprofil innerhalb der Packung vermitteln. Im Falle einer Kolbenströmung (d.h. keine Maldistribution) sind diese Isothermen horizontale Geraden. Abweichungen davon kennzeichnen das Vorhandensein von Maldistribution. Interpretiert man die Isothermen als Orte gleicher Verweilzeit, was in erster Näherung zutreffend ist, repräsentieren tieferliegende Bereiche einer Isothermen Zonen mit erhöhtem Flüssigkeitsdurchsatz. Die beschriebene Messtechnik erlaubt somit einen direkten Einblick in das Innere der Stoffaustauschzone einer Kolonne.

Von STEMMER 1985 wird dieses Messverfahren erstmals auf Packungskolonnen übertragen. Seitdem wurde es mehrfach erfolgreich zur Bestimmung der Maldistribution in Packungskolonnen eingesetzt [POTTHOFF 1992, SCHNEIDER 2004].

6.2 Versuchsaufbau

Die experimentellen Untersuchungen am Stoffsystem Wasser/Luft werden an einer Füllkörperkolonne mit einem Durchmesser von 0,634 m und einer Packungshöhe von 6,82 m durchgeführt. Ein Schema der Versuchsanlage ist in *Abbildung 6.1* dargestellt. Die Kolonne setzt sich aus 11 Plexiglasschüssen (Höhe je 580 mm) und den dazwischenliegenden Messflanschen (Höhe je 40 mm) zusammen. An jedem der 12 Messflansche sind 61 Eisen-Konstantan Thermoelemente in einer festgelegten Gitterstruktur angebracht (TR 1-12), woraus sich eine Gesamtzahl an Temperaturmessstellen innerhalb der Kolonne von 732 ergibt. Jedes dieser Thermoelemente ist mit Textilgewebe überzogen, der sich während des Betriebs mit Wasser vollsaugt. Dadurch wird sichergestellt, dass ausschließlich die Temperatur der Flüssigkeit gemessen wird. Die Berechnung und Visualisierung der Isothermenverläufe erfolgt annähernd in Echtzeit mit Hilfe eines SCXI-Datenerfassungssystems.

Die Kolonne wird im Gegenstrom betrieben. Das Wasser gelangt aus dem Vorratsbehälter B1 (Fassungsvermögen 500 l) über die Kreiselpumpe P1 zum Kolonnenkopf. Der Volumenstrom wird über eines der beiden Regelventile V1, welche den zwei parallelgeschalteten Rotametern vorangesetzt sind, eingestellt. Vor Eintritt in die Kolonne wird

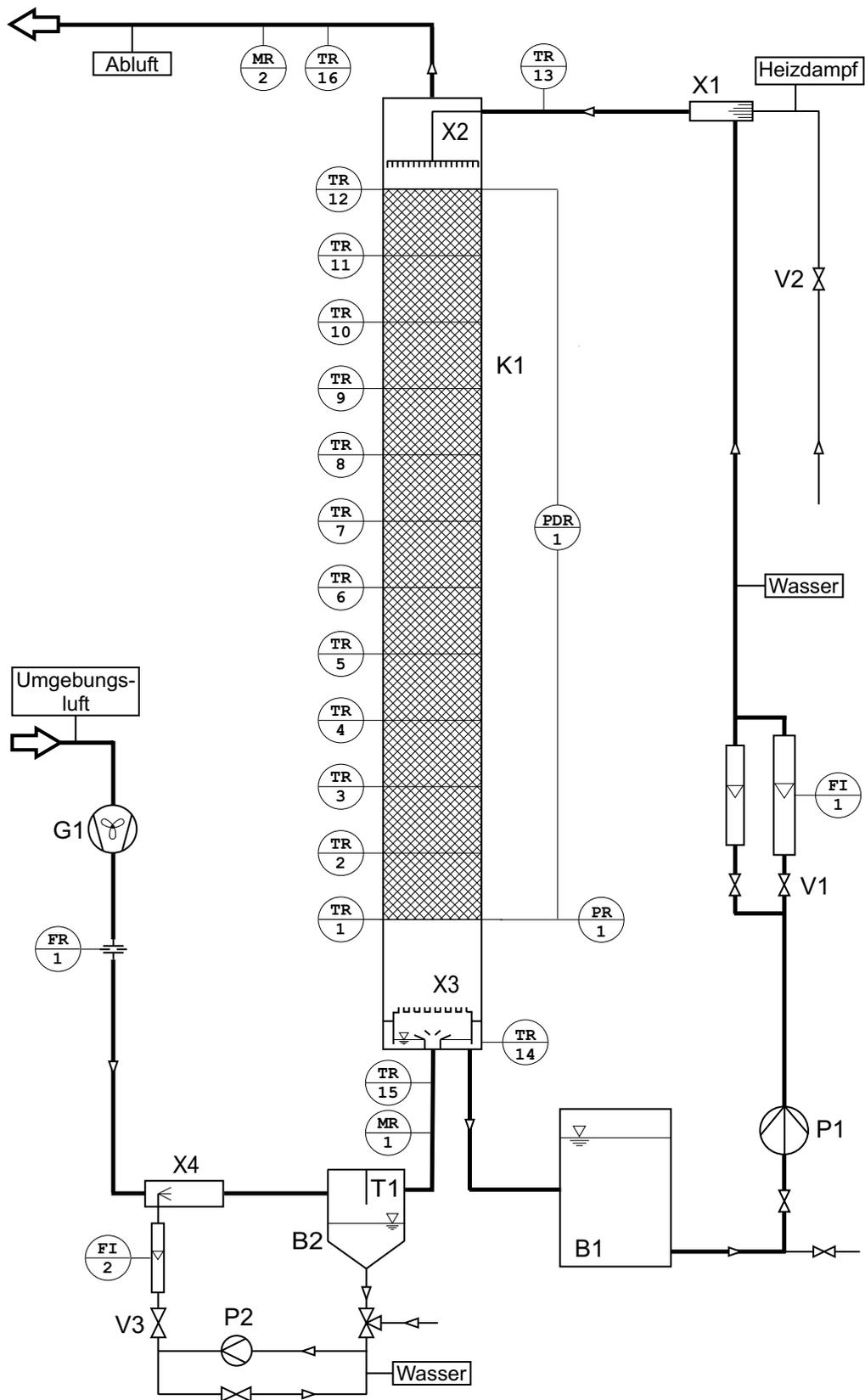


Abb. 6.1: Fließschema der Versuchsanlage für das Gas/flüssig-System



Abb. 6.2: Versuchsanlage für das Gas/flüssig-System

das Wasser durch den an der PTFE-Mischdüse zugeführten Heizdampf aus dem hauseigenen Dampfnetz auf etwa 43°C erwärmt. Die Flüssigkeitsaufgabe erfolgt entweder mittels eines Tüllenverteilers (67 Aufgabestellen/m²) oder eines beliebig über der Schüttung positionierbaren einzelnen Zulaufrohres. Durch das Blockieren einer beliebigen Zahl an Auslassöffnungen im Tüllenverteiler kann neben gleichmäßiger Flüssigkeitsaufgabe jegliche Art von ungleichmäßiger Flüssigkeitsanfangs-verteilung realisiert werden. Nach Durchlaufen der Packung wird das Wasser im Kolonnensumpf gesammelt und wieder in Behälter B1 zurückgefördert.

Die Luft wird über ein Gebläse (G1) aus der Umgebung angesaugt. Fördermengen in einem Bereich von 15 - 60 m³/min können stufenlos eingestellt werden. Dies bedeutet einen möglichen Bereich für den F-Faktor von 1,1 bis 3,5 Pa^{0,5}. Der eingestellte Volumenstrom wird über die Messblende FR 1 ermittelt. Um die durch das Gebläse erwärmte Luft wieder abzukühlen und vorzubefeuchten, wird über die Düse X4 Wasser direkt in die Zulaufleitung der Luft eingesprüht. Ein Teil dieses Wassers verdunstet, der Rest wird mit Hilfe des Tropfenabscheiders T1 vom Luftstrom getrennt, im Behälter B2 gesammelt und über die Pumpe P2 wieder in den Luftstrom eingesprüht. Die zugeführte Wassermenge kann über Ventil V3 eingestellt werden. Der Volumenstrom des Wassers wird am Rotameter FI2 angezeigt. Von Behälter B2 gelangt die Luft zum Kolonnensumpf. Der Eintrittszustand der Luft wird über den Feuchtemesser MR1 und den Temperaturfühler TR15 gemessen.

Über den Gasverteiler X3 mit insgesamt 163 Düsen wird der Gasstrom gleichmäßig über den Kolonnenquerschnitt aufgegeben. Der Druckverlust innerhalb der Packung wird über den Differenzdruck zwischen Kopf und Sumpf ermittelt (PDR1). Nach dem Austritt der Luft am Kolonnenkopf wird wiederum Temperatur (TR16) und Feuchte (MR2) bestimmt. Von dort wird die Luft der hauseigenen Abluftanlage zugeführt.

6.3 Messtechnik

6.3.1 Druckmessung

Für die Messung des Druckverlustes, den das Gas beim Durchströmen der Packung erfährt, ist ein Differenzdruckmesser direkt oberhalb und unterhalb des Packungsbettes angebracht. Zusätzlich wird der Absolutdruck am Kolonnensumpf gemessen. Über eine weitere Differenzdruckmessung wird der Volumenstrom der Gasphase mit Hilfe der Blendenformel bestimmt. Hierzu wird der Druckunterschied direkt vor und nach der Blende ermittelt. Zusätzlich ist der Absolutdruck auf der Plusseite der Blende erforder-

lich. Die Drücke werden mit Hilfe der Komponenten VEGADIF 34 (Differenzdruckmesser) bzw. VEGABAR 20 (Absolutdruckmesser) der Fa. VEGA Grieshaber KG ermittelt und online am Rechner ausgegeben

6.3.2 Volumenstrommessung

Der Volumenstrom des Wassers wird über ein Ventil (V1) per Hand eingestellt und kann lediglich vor Ort an einem der Schwebekörper-Durchflussmesser (FI1) der Fa. ABB Automation Systems GmbH abgelesen werden. Der entsprechende Wert muss manuell am Rechner eingegeben werden.

Der Volumenstrom der Luft wird mit Hilfe einer Messblende (FR1) gemäß DIN 1952 (Durchflussmessung mit Blenden) ermittelt. Dazu werden abhängig vom aktuellen Volumenstrom Blenden unterschiedlichen Durchmessers in die Zuluftleitung eingesetzt. Mit Kenntnis des Wirkdrucks und der Stoffwerte der Luft kann der Volumenstrom berechnet werden. Es erfolgt eine automatische Ausgabe des Gasmengenstromes in Form des F-Faktors am Rechner.

6.3.3 Feuchtemessung

Während des Betriebes wird die Feuchte sowohl der eintretenden als auch der austretenden Luft bestimmt. Das dabei verwendete Messgerät HYGROPHIL 4457 der Fa. Bartec GmbH arbeitet nach dem psychrometrischen Messprinzip. Das Aspirations-Psychrometer besteht aus zwei Thermoelementen, an denen der zu vermessende Luftstrom entlanggeführt wird. Eines der beiden Thermoelemente ist mit einem Gewebestrumpf überzogen, der aus einem Wasserreservoir kontinuierlich befeuchtet wird. Abhängig vom Feuchtegehalt der Luft verdunstet mehr oder weniger Flüssigkeit vom feuchten Gewebe und die dafür aufzuwendende Energie wird der Restflüssigkeit in Form von Wärme entzogen; der Stoff kühlt sich ab. Aus der Temperaturdifferenz zwischen den beiden Thermoelementen kann mit Hilfe der *Sprungschens Formel* den Feuchtegehalt der Luft ermittelt werden. Der Feuchtegehalt der ein- und austretenden Luft wird in Form der Massenbeladung X an den Rechner übermittelt.

6.3.4 Temperaturmessung

Den größten messtechnischen Aufwand stellt die Erfassung der 732 Temperaturdaten im Inneren der Packung dar. Sämtliche Messdaten müssen während des Betriebes in kürzester Zeit abgegriffen und ausgewertet werden, um das sich einstellende Temperaturprofil nahezu in Echtzeit verfolgen zu können. Zur Erfassung der Temperaturen werden Eisen/

Konstantan-Thermoelemente verwendet, welche aufgrund ihrer Abmessungen den Vorteil haben, in großer Zahl in die Packung eingebracht werden zu können ohne die Homogenität der Packung negativ zu beeinflussen.

Die Temperaturdaten werden mittels eines Messdatenerfassungssystems der Fa. National Instruments abgegriffen. Es handelt sich dabei um das SCXI-System, bestehend aus SCXI-Terminal Blocks (zur Aufnahme von je 32 Thermoelementen), SCXI-Modulen (zur Signalkonditionierung) und SCXI-Chassis (zur Aufnahme von bis zu 12 Modulen). Über ein geschirmtes SCXI-Kabel werden die Daten an das DAQ-Bord im Rechner übergeben. Aufgrund einer Abtastrate von 10.000 Abtastungen/s ist es möglich, jedes der 732 Thermoelemente 50 mal anzusprechen, um daraus jeweils die Mittelwerte für einen Temperatur-Datensatz zu berechnen. Das gesamte Temperaturprofil innerhalb der Packung kann somit in Abständen von 5 Sekunden aktualisiert werden.

6.4 Versuchsprogramm

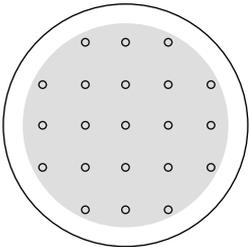
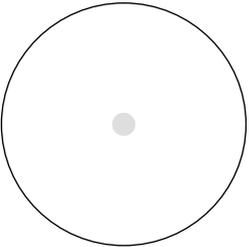
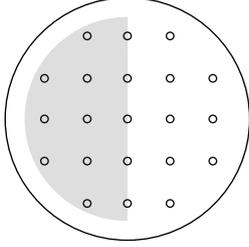
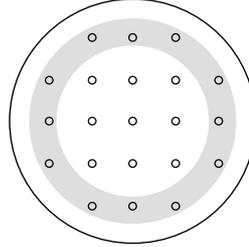
Ein erstes Ziel der experimentellen Untersuchungen ist es, Erkenntnisse über die Stoffaustauschleistung und die Belastungsgrenzen der neuartigen Verteilelemente selbst zu gewinnen. Hierzu wird eine reine Verteilelementpackung hinsichtlich Trennleistung und Druckverlust unter Variation von Gas- und Flüssigkeitsbelastung untersucht.

Besonderes Interesse gilt im Weiteren der zweckmäßigen Anordnung der neuartigen Verteilelementen in einer konventionellen Füllkörperschüttung. Um eine Aussage über optimale Kombinationen aus konventioneller Packung und neuartigen Verteilelementen treffen zu können, werden Versuche mit unterschiedlichen Anfangsflüssigkeitsverteilungen und unterschiedlichen Füllkörpertypen durchgeführt. Bei gleichzeitiger Variation der Einbaupositionen der Verteilelemente lassen sich allgemeine Richtlinien für den zweckmäßigen Einbau ableiten.

Um den Einfluss der Maldistribution einschätzen zu können, wird die Art der Flüssigkeitsaufgabe variiert. Es handelt sich dabei um gleichmäßige, punktförmige, halbseitige und ringförmige Aufgabe. Abgesehen von der punktförmigen Aufgabe, bei der die Flüssigkeit mit einem zentralen Rohr (Innendurchmesser 40 mm) auf die Packung aufgebracht wird, wird bei allen Aufgabearten ein Tüllenverteiler der Firma Rauschert Verfahrenstechnik GmbH mit flexibel abgesperrbaren Aufgabertüllen verwendet. Die 21 Aufgabertüllen des Verteilers entsprechen einer Tropfstellendichte von 67 Tropfstellen/m². Eine Übersicht über die verschiedenen Arten der Flüssigkeitsaufgabe ist in

Tab. 6.1 dargestellt. Der äußere Ring kennzeichnet jeweils den Kolonnendurchmesser, die Position der Aufgabestellen ist durch kleine Kreise markiert. Berieselte Querschnittsflächen sind grau hinterlegt.

Tab. 6.1: Variation der Flüssigkeitsanfangsverteilung

gleichmäßig	punktförmig	halbseitig	ringförmig
			
21 Aufgabestellen	1 Aufgabestelle	10 Aufgabestellen	12 Aufgabestellen

Es werden für alle vier Arten der Flüssigkeitsaufgabe Referenzversuche mit einer reinen Füllkörperschüttung durchgeführt, um eine Grundlage zur Beurteilung der Trennleistung und des Eigenverteilvermögens der Füllkörper zu schaffen. Es werden zwei unterschiedliche Füllkörpertypen vermessen: Zum Einen der Raflux-Ring 35-5 (modifizierter Pall-Ring) aus Edelstahl mit einer guten Eigenverteilwirkung und zum Anderen der Hiflow-Ring 25-7 aus Kunststoff mit einer sehr geringen Eigenverteilwirkung. Bei beiden Füllkörperschüttungen werden zusätzlich zur Referenzmessung vier verschiedene Einbausituationen der Verteilelemente hinsichtlich Trennleistung und Strömungsprofil untersucht. Die verschiedenen Einbauvarianten sind in *Abbildung 6.3* anschaulich dargestellt. Neben der links gezeigten reinen Füllkörperschüttung werden entweder ein oder zwei Paare der Verteilelemente direkt in die Füllkörperschüttung integriert.

Die exakte Einbauposition der Verteilelemente ist durch die schraffierten Kästchen gekennzeichnet. Eine gewisse Vorgabe für die Positionierung ergibt sich durch die insgesamt 12 Messebenen. Ein Einbau der Elemente ist nur jeweils zwischen zwei Messebenen möglich.

Bei der Einstellung der Betriebsparameter sind aus Gründen der Vergleichbarkeit der Versuchsergebnisse einige Voreinstellungen definiert. Dazu gehört die über sämtliche Versuchsreihen gleichbleibende Eintrittstemperatur des Wassers von 43°C. Des Weiteren wird das Verhältnis von Flüssigkeitsstrom zu Gasstrom bei allen Versuchen auf

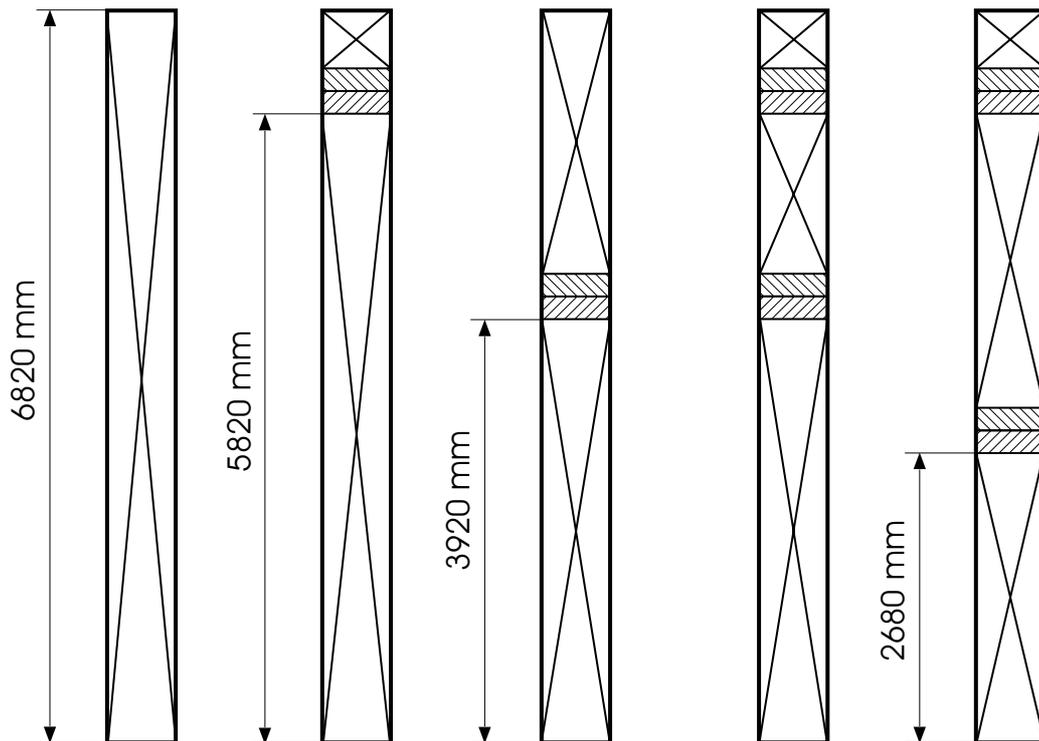


Abb. 6.3: *Untersuchte Packungskombinationen aus Verteilelementen und konventionellen Füllkörpern*

$\dot{L}/\dot{G} = 2$ eingestellt. Dies führt dazu, dass Arbeitslinie und Gleichgewichtslinie annähernd parallel verlaufen und die Stoffübergangsbedingungen bei allen Versuchen gleich sind.

Die Versuchsergebnisse werden hinsichtlich der Unterschiede des sich einstellenden Strömungsprofil innerhalb der Kolonne und hinsichtlich der Trennleistung beurteilt. Zur Bewertung des Strömungsprofils werden die Flüssigkeitsisothermen herangezogen, als Maß für die Trennleistung dient die Höhe einer Übergangseinheit H_{OG} .

6.5 Bestimmung der Trennleistung

Basis für die Bestimmung der Stoffübergangsleistung bildet das von POPPE 1973 entwickelte Lösungsverfahren für den Wärme- und Stoffaustausch in Verdunstungskühlern, welches auch die Grundlage des im VDI-WÄRMEATLAS 1994 erläuterten Berechnungsverfahrens für Gegenstrom-Verdunstungskühlsysteme darstellt. Im Wesentlichen kann somit das im VDI-Wärmeatlas vorgestellte Fließschema zur Ermittlung der Trennleistung übernommen werden. Da gemäß POTTHOFF 1992 der Widerstand für den Wärme- und Stofftransport beim Stoffsystem Wasser/Luft zu etwa 90% auf der Gas-

seite liegt, wird im Folgenden der Übergangswiderstand auf der Flüssigseite vernachlässigt. Unter der Annahme, dass die Luft an der Phasengrenze gesättigt vorliegt, kann die Zahl der gaseitigen Übergangseinheiten N_G wie folgt ermittelt werden:

$$N_G = \int \frac{\beta_X \cdot \rho \cdot a \cdot dA}{\dot{M}_L} = \int \frac{dX/d\vartheta_L}{X^* - X} d\vartheta_L \quad (6.1)$$

Obige Basisgleichung ergibt sich aus der Enthalpiebilanz und der Stoffbilanz an einem differentiellen Volumenelement der Kolonne sowie der Gleichung für den übergehenden Wassermassenstrom.

Enthalpiebilanz:

$$\dot{M}_G \cdot dh_G - \dot{M}_L \cdot dh_L - h_L \cdot d\dot{M}_L = 0 \quad (6.2)$$

Stoffbilanz:

$$\dot{M}_G \cdot dX - d\dot{M}_L = 0 \quad (6.3)$$

Übergehender Wassermassenstrom:

$$d\dot{M}_L = \beta_X \cdot a \cdot dA \cdot (X^* - X) \quad (6.4)$$

Um die Zahl der gaseitigen Übergangseinheiten berechnen zu können, ist die Kenntnis der Zustandsänderung der Luft in der Kernphase unerlässlich. Wird eine Bilanzhülle auf die Wasseroberfläche gelegt, so erhält man eine Beziehung für die zeitliche Enthalpieänderung der Luft (Herleitung s. SCHNEIDER 2004):

$$\dot{M}_G \cdot dh_G = \beta_X \cdot a \cdot dA \cdot \left\{ h_G^* - h_G + \left(\frac{\alpha}{\beta_X \cdot c_{pM}} - 1 \right) \cdot [h_G^* - h_G - (X^* - X) \cdot (c_{pD} \cdot \vartheta_L + \Delta h_{V0})] \right\} \quad (6.5)$$

Die zeitliche Enthalpieänderung des Wassers ergibt sich in analoger Weise aus der Enthalpiebilanz in *Gleichung 6.2*:

$$\begin{aligned}
\dot{M}_L \cdot dh_L = \beta_X \cdot a \cdot dA \cdot & \left\{ h_G^* - h_G + \right. \\
& + \left(\frac{\alpha}{\beta_X \cdot c_{pM}} - 1 \right) \cdot [h_G^* - h_G - (X^* - X) \cdot (c_{pD} \cdot \vartheta_L + \Delta h_{V0})] - \\
& \left. - (X^* - X) \cdot c_{pL} \cdot \vartheta_L \right\} \quad (6.6)
\end{aligned}$$

Dabei können die spezifischen Wärmekapazitäten c sowie die Verdampfungsenthalpie Δh im für Verdunstungsprozesse relevanten Temperaturbereich als konstant betrachtet werden.

Die Differenzialgleichungen 6.4, 6.5 und 6.6, welche den Verlauf der Zustandsgrößen h_G , X und ϑ_L beschreiben, lassen sich aufgrund der Nicht-Linearität des Luftzustandsverlaufes innerhalb der Kolonne nur durch numerische Integration lösen. Dabei ist es zweckmäßig, die Wassertemperatur ϑ_L als unabhängige Variable zu wählen, wodurch sich die Gleichungen 6.5 und 6.6 in die folgenden Zusammenhänge umwandeln lassen:

$$\begin{aligned}
\frac{dh_G}{d\vartheta_L} = c_{pL} \cdot & \left[\frac{\dot{M}_{Lo}}{\dot{M}_G} - (X_o - X) \right] \cdot \\
& \cdot \left[1 + \frac{(X^* - X) \cdot c_{pL} \cdot \vartheta_L}{h_G^* \cdot \left(\frac{\alpha}{\beta_X \cdot c_{pM}} \right) - 2h_G - (X^* - X) \cdot [(c_{pD} \cdot \vartheta_L - \Delta h_{V0}) - (c_{pL} \cdot \vartheta_L)]} \right] \quad (6.7)
\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
\frac{dX}{d\vartheta_L} = c_{pL} \cdot & \left[\frac{\dot{M}_{Lo}}{\dot{M}_G} - (X_o - X) \right] \cdot \\
& \cdot \left[\frac{(X^* - X)}{h_G^* \cdot \left(\frac{\alpha}{\beta_X \cdot c_{pM}} \right) - 2h_G - (X^* - X) \cdot [(c_{pD} \cdot \vartheta_L - \Delta h_{V0}) - (c_{pL} \cdot \vartheta_L)]} \right] \quad (6.8)
\end{aligned}$$

Für die Lösung des Gleichungssystems aus den *Gleichungen 6.7* und *6.8* hat sich das *Runge-Kutta-Verfahren* vierter Ordnung bewährt. Die ermittelten Werte können in *Gleichung 6.1* zur Berechnung der Zahl der gasseitigen Übergangseinheiten nach der *Simpson-Regel* eingesetzt werden.

Wie bereits erwähnt stützt sich diese Vorgehensweise zur Ermittlung der Trennleistung auf die im VDI-Wärmeatlas beschriebenen Berechnung von Rückkühlwerken. Dort allerdings wird die Feuchte der austretenden Luft als unbekannte Größe angesehen, welche im Verlauf des Rechenverfahrens geschätzt werden muss. Da diese Größe bei den hier durchgeführten Versuchen gemessen wird, entfällt ein Iterationsschritt. Die errechnete Luftfeuchte wird mittels der bei SCHNEIDER 2004 beschriebenen Parametervariation der gemessenen Luftfeuchte angepasst.

6.6 Experimentelle Ergebnisse zur reinen Verteilelementpackung

Um verlässliche Daten über die Verteilelementpackung zu gewinnen, ist es nicht notwendig, die gesamte Kolonnenhöhe von 6,82 m mit Verteilelementen zu befüllen. Die hier gewählte Packungshöhe von etwas mehr als der Hälfte der ursprünglichen Kolonnenhöhe (18 Verteilelemente entsprechend einer Gesamtpackungshöhe von 3,72 m) ist ausreichend, um aussagekräftige Ergebnisse hinsichtlich Druckverlust und Stoffübergang zu erhalten. Bei den Versuchen wird die Gasbelastung in einem Bereich von $F = 1,1$ bis $2,5 \text{ Pa}^{0,5}$ variiert, die Flüssigkeitsbelastung von $B = 0$ bis $30 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$.

6.6.1 Druckverlust

Es wird sowohl der trockene als auch der nasse Druckverlust bei Berieselungsdichten von $B = 5, 10, 20$ und $30 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$ gemessen. Die Ergebnisse sind in *Abbildung 6.4* dargestellt. Als Richtwert für einen im üblichen Gasbelastungsbereich liegenden F-Faktor von $F = 2 \text{ Pa}^{0,5}$ kann für den trockenen Druckverlust ein Wert von 100 Pa/m abgelesen werden. Dieser Wert liegt deutlich niedriger als der einer konventionellen Füllkörperschüttung. Zum Vergleich: die hier eingesetzten Füllkörper Hiflow-Ring 25-7 aus Kunststoff und Raflux-Ring 35-5 aus Metall erreichen für eine Gasbelastung von $F = 2 \text{ Pa}^{0,5}$ einen 3-fach höheren Druckverlust von knapp 300 Pa/m .

Um einen Strömungsengpass bei hohen Flüssigkeits- und Gasbelastungen zu vermeiden, sind die Öffnungen in den ebenen Blechen der Verteilelemente größer ausgeführt als die daraus ausgebogenen Laschen. Gas- und Flüssigkeit haben somit jeweils die Möglich-

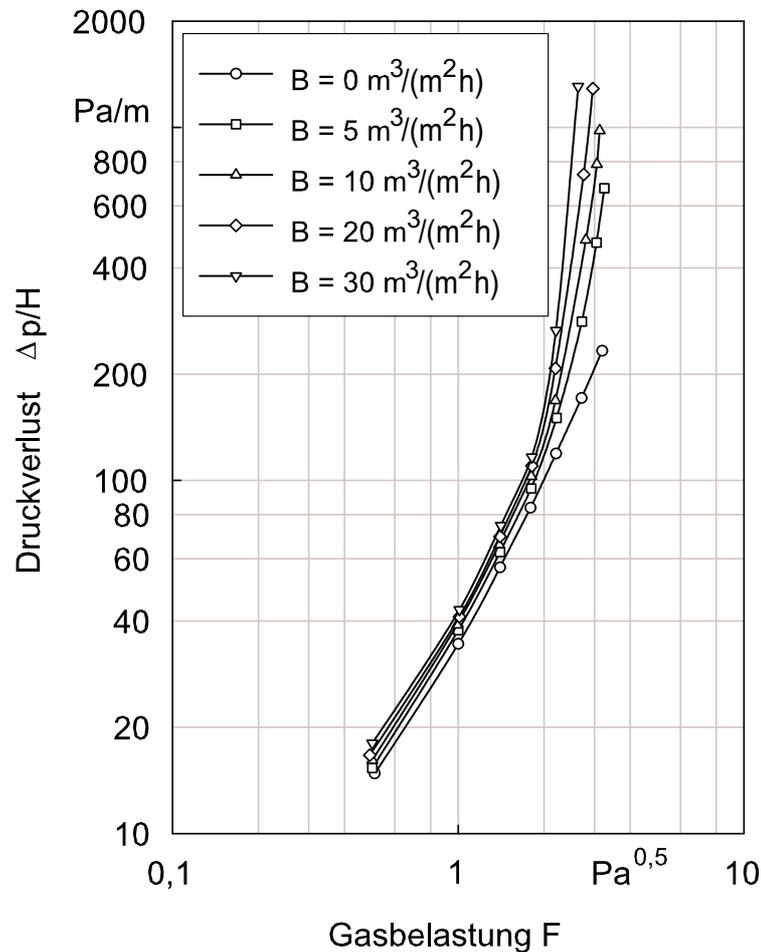


Abb. 6.4: Trockener und nasser Druckverlust in Abhängigkeit der Gasbelastung für das neuartige Verteilelement

keit, in zwei Kanäle der Nachbarebene auszuweichen. Dies soll verhindern, dass die Umlenkstellen zu einem Engpass werden, an denen es zu vorzeitigen Fluterscheinungen kommt. Der beim nassen Druckverlust typische gleichmäßige Anstieg im Bereich oberhalb der Staugrenze in *Abbildung 6.4* zeigt, dass diese Maßnahme zur Vermeidung von extremen Stauwirkungen ausreichend ist.

6.6.2 Trennleistung

Die für das Verteilelement ermittelten Stoffübergangsdaten sind in *Abbildung 6.5* dargestellt. Aufgetragen ist die als Maß für die Stoffübergangsleistung verwendete Höhe einer Übergangseinheit H_{OG} (gasseitig) über der Gas- und Flüssigkeitsbelastung für die reine Verteilelementpackung. Im Vergleich dazu sind analoge Messdaten einer Schüttung aus Hiflow-Ringen 25-7 aus Kunststoff gezeigt. Aufgrund der speziellen Betriebsbedingungen in der verwendeten Versuchskolonnen sind Gas- und Flüssigkeitsbelastung

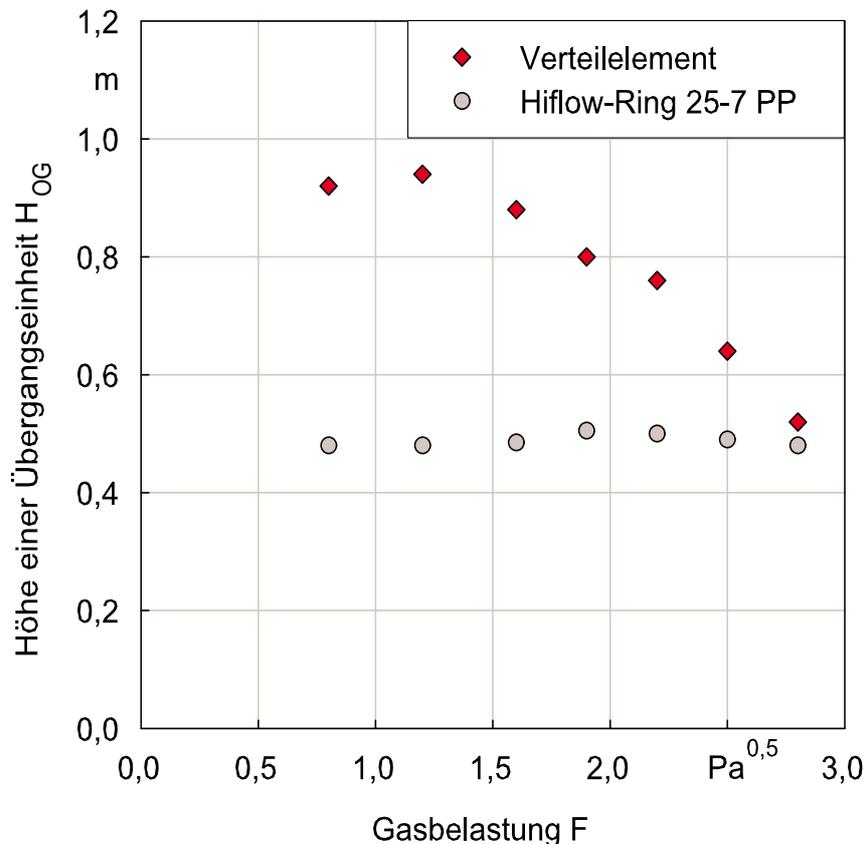


Abb. 6.5: Stoffübergangsleistung des Verteilelements im Vergleich zu einer konventionellen Füllkörperschüttung (Packungshöhe jeweils 3,72 m)

über die Bedingung aneinander gekoppelt, dass das Verhältnis Flüssigkeitsbelastung zu Gasbelastung L/G einen Wert von 2,0 annehmen soll. Die Gasbelastung wird in einem Bereich von $F = 0,8 \text{ Pa}^{0,5}$ bis $F = 2,8 \text{ Pa}^{0,5}$ variiert. Das entspricht einer Flüssigkeitsbelastung von $B = 3,8 \text{ m}^3/\text{m}^2\text{h}$ bis $B = 13,8 \text{ m}^3/\text{m}^2\text{h}$

Die Stoffübergangsmessungen zeigen, dass die Verteilelemente im mittleren Belastungsbereich H_{OG} -Werte von 0,8 m bis 0,9 m erreichen. Dieses Messergebnis trifft in etwa die Erwartungen, die für die Trennleistung an die Verteilelemente gestellt waren. Man kann davon ausgehen, dass das Verteilelement ungefähr die halbe Trennleistung erbringt, wie es für eine Füllkörperschüttung mit integrierten Verteilelementzonen der Fall wäre.

Das im Verhältnis zu seiner spezifischen Oberfläche von $400 \text{ m}^2/\text{m}^3$ eher niedrige Trennleistungsniveau mag zunächst verwundern. Allerdings muss dabei bedacht werden, dass ein großer Teil dieser Oberfläche durch die ebenen Bleche bereitgestellt wird,

welche bei weitem nicht vollständig benetzt werden. Ganz im Gegenteil, aufgrund dieser ebenen Bleche bilden sich geschlossene Kanäle (die für die Verteilfunktion der Elemente essentiell sind), in denen die Flüssigkeit in einem Rinnsal nach unten läuft. Dieses Rinnsal bedeckt gerade mal den unteren Zwickel des Dreieckkanals, wodurch sich zum entgegenströmenden Gas nur eine vergleichsweise kleine Oberfläche ausbildet.

Der reinen Verteilelementpackung sind die Stoffübergangsdaten für eine reine Hiflow-Ring-Schüttung mit identischer Schütthöhe von 3,72 m [SCHNEIDER 2004] gegenübergestellt. Während bei der Hiflow-Ring-Schüttung die Trennleistung im gesamten Belastungsbereich in etwa gleich bleibt ($H_{OG} = 0,5$ m), steigt sie bei den Verteilelementen erst mit zunehmender Gas- und Flüssigkeitsbelastung auf dieses Niveau. Dies liegt daran, dass mit zunehmender Gasbelastung die effektive Stoffaustauschfläche bei der Verteilelementpackung stark ansteigt. Die Flüssigkeit strömt nicht mehr in Form eines Rinnsals durch die Dreieckskanäle, sondern wird vom Gasstrom "aufgewirbelt".

6.7 Experimentelle Ergebnisse zur Füllkörperschüttung mit integrierten Verteilzonen

Ziel der Versuche mit einer Kombination aus Füllkörperschüttung und Verteilelementen ist es, die optimale Anzahl und die optimalen Einbauabstände für die Verteilelemente zu ermitteln und soweit möglich allgemeingültige Richtlinien für ihren Einsatz abzuleiten. Speziell für den Fall, dass ein Teil der konventionellen Schüttung durch Verteilelemente ersetzt werden soll, muss der im Folgenden beschriebene Sachverhalt berücksichtigt werden:

Aufgrund der Tatsache, dass die Verteilelemente in etwa die halbe Trennleistung einer konventionellen Füllkörperschüttung erbringen, ist leicht einzusehen, dass für einen sinnvollen Einsatz der Elemente ein gewisses Maß an Maldistribution vorhanden sein muss, welches durch die Elemente ausgeglichen werden kann. Nur dann überwiegt der positive Effekt einer Verbesserung des Strömungsprofils gegenüber der geringeren Trennleistung der Elemente an sich. Es gibt also ein Optimum an einzusetzenden Verteilelementen, welches es in Abhängigkeit verschiedener Einflussfaktoren zu finden gilt.

Um eine Vergleichbarkeit der Versuche sicherzustellen, werden im Weiteren die Ergebnisse für identische Versuchsbedingungen vorgestellt. Sämtliche im Folgenden vorgestellten Experimente wurden bei einer Berieselungsdichte von $B = 5,1 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$ und einer Gasbelastung von $F = 1,1 \text{ Pa}^{0,5}$ durchgeführt. Diese für die Auswertung der Ergebnisse herangezogenen Belastungsdaten wurden ganz gezielt in einem eher niedrigen Be-

reich gewählt, um ausschließlich die Auswirkungen der Verteilelemente auf das Strömungsprofil zu erfassen und Staueffekte oder Verwirbelungen, wie sie bei höheren Belastungen auftreten, aus der Betrachtung auszuschließen.

Die Versuchsergebnisse werden anhand der Isothermenplots und der erzielten Trennleistung bewertet. Bei den Isothermendarstellungen werden je drei um 60° verdrehte Längsschnitte durch die Kolonne gezeigt, um einen Gesamtüberblick über die Vorgänge innerhalb der Kolonne zu erhalten. Die Lage der Kolonnenschnitte zueinander ist unterhalb der Schnitte in Form einer Draufsicht auf die Kolonne dargestellt. Die Isothermenabstände betragen 2°C . Die Art der Flüssigkeitsaufgabe wird durch Pfeile oberhalb der Längsschnitte angedeutet. Die Lage der Messebenen wird durch graue Kreuze markiert, die Lage der Verteilelemente ist durch eine Schraffur () gekennzeichnet.

6.7.1 Raflux-Ring 35-5, Edelstahl

Der Raflux-Ring (modifizierter Pall-Ring) ist ein Füllkörper mit einer sehr guten Selbstverteilungswirkung. Dies liegt an seiner Vollmantelstruktur, aus der lediglich einzelne Ausbrüche ausgebogen werden. Die Fähigkeit der ausgewählten Füllkörper, ungleichmäßige Strömungsverhältnisse selbständig auszugleichen, ist speziell bei den hier durchgeführten Untersuchungen von großer Bedeutung, da sich das Strömungsprofil direkt auf die optimale Anzahl einzusetzender Verteilelemente auswirkt. Als ein in der Praxis häufig eingesetzter Standard-Füllkörper wurde der Raflux-Ring für die Versuche ausgewählt, um einen allseits bekannten und erprobten Füllkörpertyp mit den neuentwickelten Verteilelementen zu kombinieren.



Die Auswertung der Versuche erfolgt in zwei Schritten. Zunächst wird das Ausmaß der Maldistribution und die Verteilwirkung der neuartigen Packungselemente anhand der Temperaturprofile bewertet. Hierbei werden die unterschiedlichen Packungskombinationen im Hinblick auf ein über die gesamte Kolonnenhöhe gleichmäßiges Strömungsprofil verglichen. Die Auswirkung der Maldistribution auf die Trennleistung wird im zweiten Schritt in die Bewertung einbezogen. Die Höhe einer Übergangseinheit als Maß für die Trennleistung wird herangezogen, um die optimale Packungsstruktur zu ermitteln.

Gleichmäßige Flüssigkeitsaufgabe

Ein typisches Messergebnis bei gleichmäßiger Flüssigkeitsaufgabe zeigt *Abbildung 6.6*. Auf der linken Seite ist die Referenzmessung einer reinen Raflux-Ring-Schüttung dargestellt, auf der rechten Seite sind bei ansonsten gleichen Betriebsbedingungen zwei

Verteilelemente im Bereich der Kolonnenmitte direkt in die Füllkörperschüttung integriert.

Trotz gleichmäßiger Flüssigkeitsaufgabe stellt sich unterhalb der Aufgabestelle ein gewellter Isothermenverlauf ein. Dies ist darauf zurückzuführen, dass die Abtropfstellen des Flüssigkeitsverteilers nicht mit der Position der Thermoelemente übereinstimmen. Während einige Thermoelemente direkt von einem Flüssigkeitsstrahl getroffen werden, bleiben andere unberieselt. Von einer Unregelmäßigkeit bei der Flüssigkeitsaufgabe ist also erst zu sprechen, wenn der gewellte Verlauf nicht horizontal ausgerichtet ist. Dies ist beispielsweise im 120°-Schnitt der Referenzmessung der Fall, bei der der Flüssigkeitsdurchsatz offensichtlich im linken vorderen Bereich leicht erhöht ist. Im Allgemeinen zeigt die Referenzmessung, dass die Flüssigkeit vermehrt Richtung Kolonnenwand strömt. Die Neigung der Isothermen gegen die Kolonnenwand lässt auf eine Randgängigkeit schließen. Durch den Einsatz des Verteilelementpaares (rechte Seite der Abbildung) kann die bereits begonnene Ausbildung einer Randgängigkeit im oberen Bereich der Packung unterbunden werden. Unterhalb der Elemente verlaufen die Isothermen annähernd horizontal, erst im weiteren Verlauf stellt sich die typische Glockenform der Isothermen erneut ein.

Für den Fall einer gleichmäßigen Flüssigkeitsaufgabe ist es leicht einzusehen, dass die Variante, **ein** Verteilelementpaar knapp unterhalb der Aufgabestelle einzusetzen (siehe *Abbildung 6.3*), praktisch keinen Vorteil gegenüber der Referenzmessung bringt, da bei dieser Einbauvariante die Maldistribution noch nicht ausreichend stark ausgeprägt ist.

Es ist allerdings durchaus möglich, das Strömungsprofil noch weiter zu verbessern, als es für die in *Abbildung 6.6* dargestellte Konfiguration der Fall ist. Wenn gemäß der in *Abbildung 6.3* beschriebenen Packungsstruktur aus Schüttung und Verteilelementen zusätzlich noch ein zweites Verteilelementpaar eingesetzt wird, zeigen die Experimente durchgehend über die gesamte Kolonnenhöhe eine sehr gleichmäßige Flüssigkeitsverteilung. Dabei muss aber festgestellt werden, dass trotz des verbesserten Strömungsprofils die Trennleistung der Kolonne gleichbleibt. Dies lässt sich durch die bereits beschriebene Tatsache erklären, dass der Einsatz der Verteilelemente zwei entgegengesetzte Effekte mit sich bringt. Zum Einen wird das Strömungsprofil vergleichmäßigt und somit die Trennleistung der Packung verbessert, zum Anderen aber hat das Verteilelement selbst eine geringere Trennleistung als die Füllkörperschüttung. Das gewisse Ausmaß an Maldistribution, das vorhanden sein muss, um den positiven Effekt beim Einsatz von mehr als einem Verteilelementpaar überwiegen zu lassen, wird offensichtlich bei gleichmäßiger Flüssigkeitsaufgabe über eine Packungshöhe von knapp 7 m nicht erreicht (vgl. *Abbildung 6.10*).

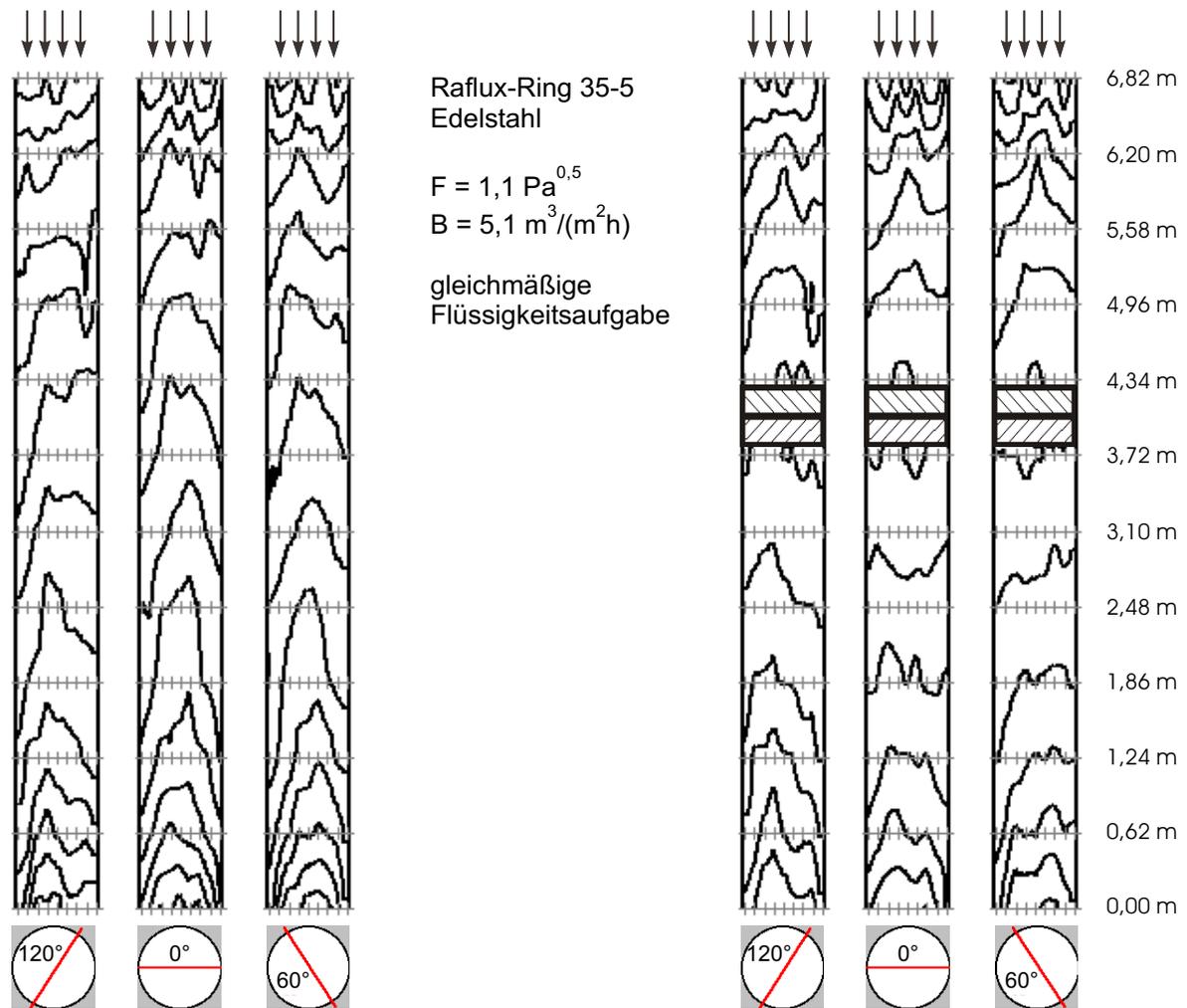


Abb. 6.6: Flüssigkeitsisothermen bei gleichmäßiger Flüssigkeitsaufgabe, Raflux-Ring 35-5
links: Referenzmessung
rechts: eine in die Schüttung integrierte Verteilelementzone

Der Fall der gleichmäßigen Flüssigkeitsaufgabe zeigt bei einem Füllkörper mit guten Selbstverteileneigenschaften natürlich noch nicht das volle Potential der Verteilelemente. Was die Elemente zu leisten im Stande sind, kann anhand von Versuchsreihen mit vorgegebener Maldistribution gezeigt werden.

Punktförmige Flüssigkeitsaufgabe

Abbildung 6.7 zeigt Isothermenplots bei punktförmiger Flüssigkeitsaufgabe. Wie anhand der Isothermenlage deutlich zu sehen ist, führt die punktförmige Aufgabe zur erwarteten Ausbildung eines zentralen Flüssigkeitsstrahls innerhalb der Packung. Bei der Referenzmessung ohne integrierte Verteilelementzone setzt sich dieser erhöhte Flüssigkeitsdurchsatz im Bereich der Kolonnenmitte beinahe über die gesamte Schüttungshöhe fort.

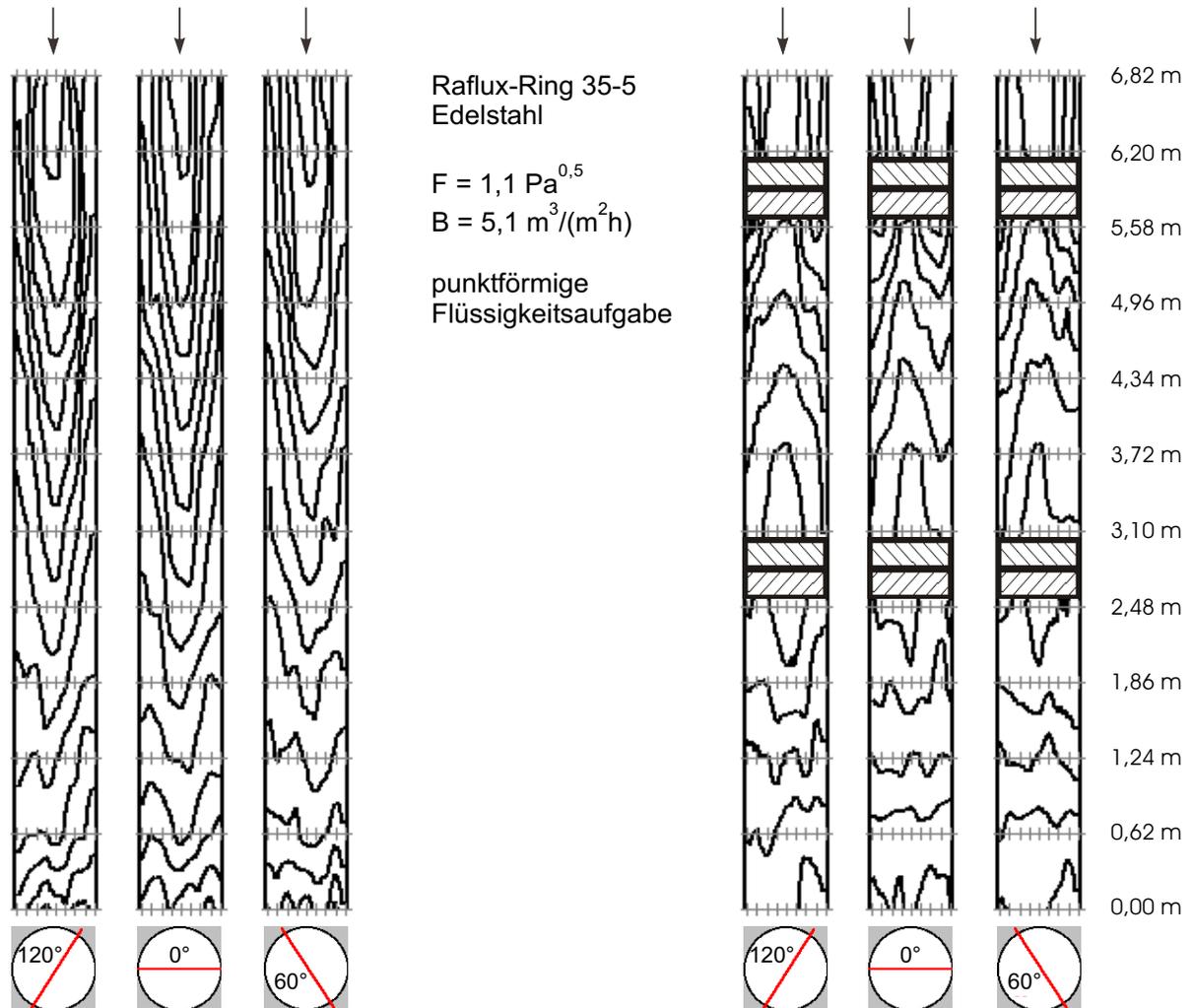


Abb. 6.7: Flüssigkeitsisothermen bei punktförmiger Flüssigkeitsaufgabe, Raflux-Ring 35-5
links: Referenzmessung
rechts: zwei in die Schüttung integrierte Verteilelementzonen

Erst nach einer Flüssigkeitsweglänge von mehr als 5 m ist mit den hier eingesetzten Raflux-Ringen ein Ausgleich der vorgegebenen Maldistribution hin zu einer natürlichen Verteilung erreicht.

Im Vergleich dazu ist auf der rechten Seite der *Abbildung 6.7* ein Ergebnis für zwei eingesetzte Verteilelementpaare dargestellt. Eine wesentliche Aufgabe der Verteilelemente, nämlich das Verteilen der Flüssigkeit entlang definierter Kanäle, kann anhand dieses Beispiels eindrucksvoll demonstriert werden.

Durch das erste Verteilelementpaar im Bereich des Kolonnenkopfes wird der zentral aufgebene Flüssigkeitsstrahl aufgespalten und die Flüssigkeit wird in Richtung Kolonnenwand gelenkt. Es ergibt sich unterhalb der ersten Verteilzone ein komplett entgegengesetzter Isothermenverlauf im Vergleich zum Bereich oberhalb der Elemente. Die

Isothermen sind jetzt gegen die Kolonnenwand geneigt, was bedeutet, dass die Verteilelemente die Flüssigkeit von der Kolonnenmitte weg direkt in den Randbereich gefördert haben. Die Forderung nach einer Verteilung der Flüssigkeit entlang geschlossener Kanäle haben die Elemente somit eindrucksvoll erfüllt, allerdings kann man hier nicht unbedingt von einer Verbesserung des Strömungsprofils sprechen. Vielmehr wird in diesem speziellen Fall der punktförmigen Aufgabe eine unerwünschte Randgängigkeit hervorgerufen. Dies liegt daran, dass aufgrund des Zusammenspiels zwischen Kolonnendurchmesser, Elementhöhe und Kanalneigung die spezielle Randkonstruktion zur Unterdrückung der Randgängigkeit in diesem Beispiel nicht zum Tragen kommt. Speziell bei punktförmiger Aufgabe schlägt die gesamte Flüssigkeit nach Eintritt in die Verteilzone den Weg in Richtung Randbereich ein, verlässt aber die Verteilzone vor Erreichen der Umlenklaschen. Dieser Effekt muss bei späteren Anwendungsfällen berücksichtigt werden. Gegebenenfalls muss die Geometrie der Verteilelemente (Elementhöhe, Kanalneigung) an die Situation angepasst werden.

Jegliche Einbauvariante, bei der über die Packungshöhe nur ein Verteilelementpaar eingesetzt wird, wird somit bei punktförmiger Flüssigkeitsaufgabe kaum zu einer Verbesserung des Strömungsprofils führen. Gerade in diesem Fall ist es also unumgänglich, eine weitere Verteilzone vorzusehen. Bei dem in *Abbildung 6.7* dargestellten Versuch, sitzt das zweite Paar etwa 3 m unterhalb des ersten. In diesem Fall wäre es natürlich optimal, das zweite Paar so nah wie möglich an das erste zu setzen, um die entstandene Randgängigkeit frühestmöglich wieder auszugleichen. Unterhalb dieser zweiten Zone ist der anfänglich zentrale Flüssigkeitsstrahl komplett über den Querschnitt verteilt.

Ringförmige Flüssigkeitsaufgabe

Die Versuche mit ringförmiger Flüssigkeitsaufgabe haben einen besonders hohen Praxisbezug, da eine bereits bestehende Randgängigkeit, wie sie in industriellen Kolonnen mit großer Packungshöhe häufig auftritt, simuliert wird. Die Referenzmessung in *Abbildung 6.8* zeigt, dass diese ausschließliche Berieselung der Randzone zu einer stark ausgeprägten Randgängigkeit über die gesamte Packungshöhe führt. Lediglich im Bereich des Kolonnensumpfes kann - wohl eher aufgrund des einströmenden Gases, als durch eine vergleichmäßigende Wirkung der Schüttung - eine leichte Verbesserung des Strömungsprofils festgestellt werden.

Im Gegensatz zu einem punktförmigen Flüssigkeitsstrahl in der Kolonnenmitte ist die ringförmige Flüssigkeitsverteilung eine Art der Maldistribution, die von den Verteilelementen besonders effektiv behoben werden kann. Die auf der rechten Seite in *Abbildung 6.8* dargestellten Längsschnitte zeigen, wie die anfängliche Randgängigkeit praktisch

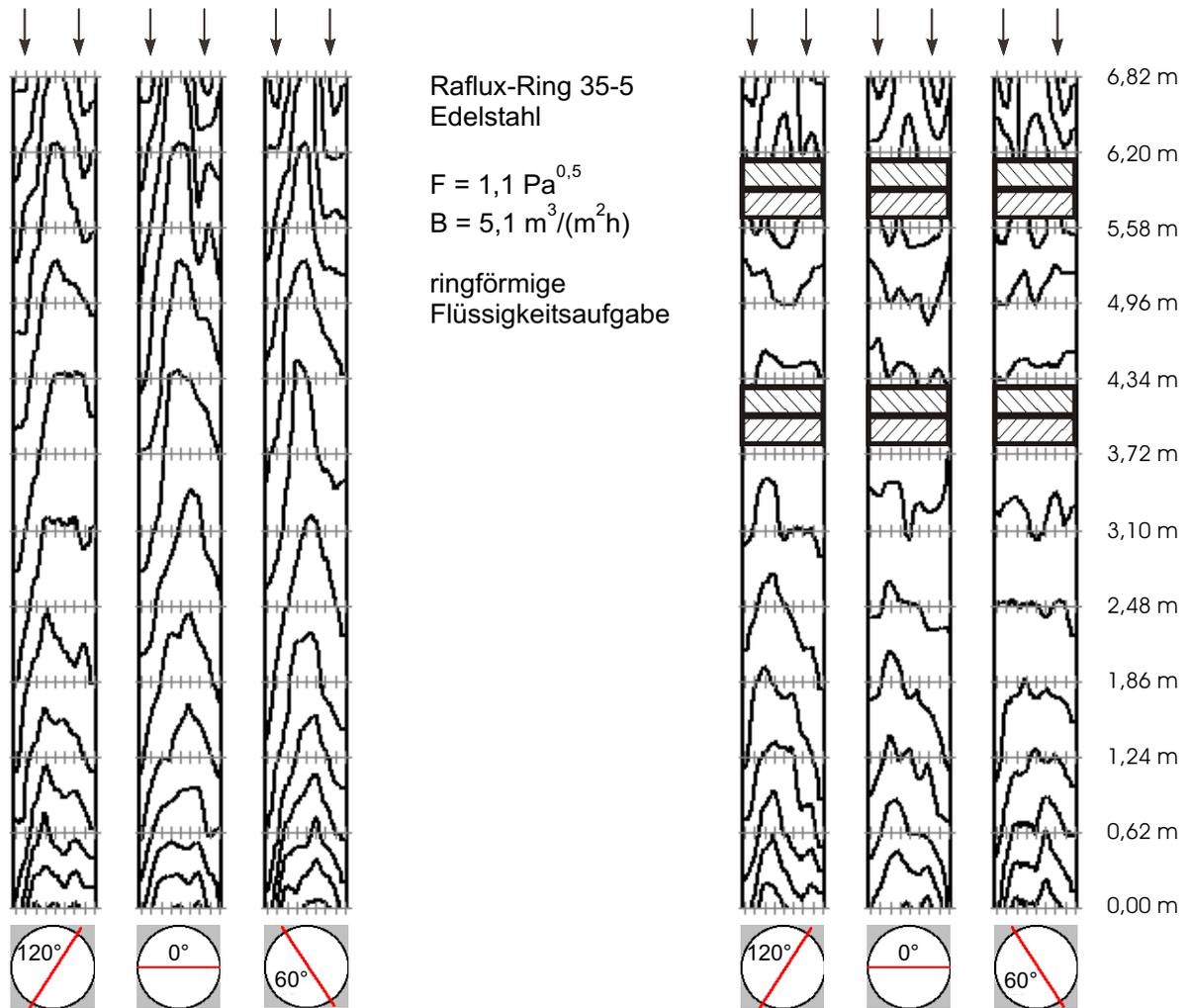


Abb. 6.8: Flüssigkeitsisothermen bei ringförmiger Flüssigkeitsaufgabe, Raflux-Ring 35-5
links: Referenzmessung
rechts: zwei in die Schüttung integrierte Verteilelementzonen

vollständig aufgelöst wird. Bereits unterhalb der ersten Verteilelementzone kann in allen drei Längsschnitten eine horizontale Ausrichtung der Isothermen festgestellt werden. Es ist also von großem Vorteil, die erste Verteilzone möglichst nahe an die Aufgabestelle zu platzieren, um der Störung direkt entgegen zu wirken. Daraus ergibt sich allerdings eine verbleibende Schütthöhe unterhalb der Verteilzone von 5 bis 6 m. Dies ist gemäß der Referenzmessung für gleichmäßige Flüssigkeitsaufgabe (siehe *Abbildung 6.6*) zu hoch, als dass die Verteilgüte bestehen bliebe. Aus diesem Grund sollte im weiteren Verlauf eine zweite Verteilzone vorgesehen werden. Bei der hier vorgestellten Einbauvariante sitzt sie recht knapp unterhalb der ersten Zone. Dies führt zu einem nahezu optimalen Strömungsprofil in den oberen beiden Kolonnendritteln. Im unteren Drittel

erkennt man dagegen bereits wieder die neu entstandene Randgängigkeit. Ein etwas größerer Abstand zwischen den beiden Verteilzonen, wie es ganz rechts in *Abbildung 6.3* vorgeschlagen wird, sollte hier die geeignete Lösung darstellen.

Wie schon bei punktförmiger Flüssigkeitsaufgabe kann man auch bei ringförmiger Flüssigkeitsaufgabe festhalten, dass das beste Ergebnis hinsichtlich einer Vergleichmäßigung des Strömungsprofils beim Einsatz von **zwei** Verteilelementzonen erreicht wird.

Halbseitige Flüssigkeitsaufgabe

Mit Hilfe der halbseitigen Flüssigkeitsaufgabe kann die Berieselung durch einen schief eingebauten Flüssigkeitsverteiler simuliert werden. Diese Art der Flüssigkeitsaufgabe ist die einzige nicht-rotationssymmetrische Aufgabeart, die im Rahmen dieser Arbeit untersucht wird, weshalb sich hier zum ersten Mal stark unterschiedliche Isothermenverläufe in den drei Längsschnitten ergeben.

Die auf eine Kolonnenhälfte beschränkte Flüssigkeitsansammlung wird - je nach Selbstverteilungswirkung der eingesetzten Füllkörper - mit zunehmender Weglänge allmählich aufgespreitet. Wie anhand der Isothermenlage bei der Referenzmessung in *Abbildung 6.9* ersichtlich wird, schreitet die Vergleichmäßigung des Flüssigkeitsprofils bei dem hier eingesetzten Raflux-Ring 35-5 nur sehr mäßig voran. Die Füllkörperschüttung ist nicht in der Lage, die anfängliche Ungleichverteilung komplett auszugleichen. Gerade der 0° -Schnitt bringt das Ausmaß der Maldistribution zu Tage. In diesem Schnitt wird die Temperaturverteilung exakt senkrecht zur Kolonnenteilung für die Berieselung ausgewertet. Die linke Hälfte des Schnittes liegt also im berieselten Teil, die rechte Hälfte im unberieselten Teil. Bei alleiniger Betrachtung dieses Schnittes könnte man meinen, dass praktisch keine Vergleichmäßigung über die Schütthöhe stattfindet. Erst unter Berücksichtigung des 60° -Schnittes und des 120° -Schnittes zeigt sich der langsam voranschreitende Ausgleich zur unberieselten Seite hin. Ohne Zweifel muss man aber feststellen, dass ohne entsprechende Gegenmaßnahmen die vorgegebene Maldistribution trotz des hier eingesetzten Füllkörpers mit hohem Dispersionsvermögen bis zum Kolonnensumpf bestehen bleibt.

Wie bei allen bereits behandelten Fällen ungleichmäßiger Flüssigkeitsaufgabe ist es auch hier zweckmäßig, direkt unterhalb der Aufgabestelle mit einer Verteilzone einzugreifen. Die Isothermen im 120° -Schnitt und ganz besonders im 60° -Schnitt nehmen daraufhin bereits unterhalb des ersten Verteilelementpaares annähernd eine horizontale Lage ein. Anders sieht es dagegen im 0° -Schnitt aus. Ein Transport der Flüssigkeit bis an den rechten Kolonnenrand ist mit zwei Verteilelementen der hier vorgestellten Geo-

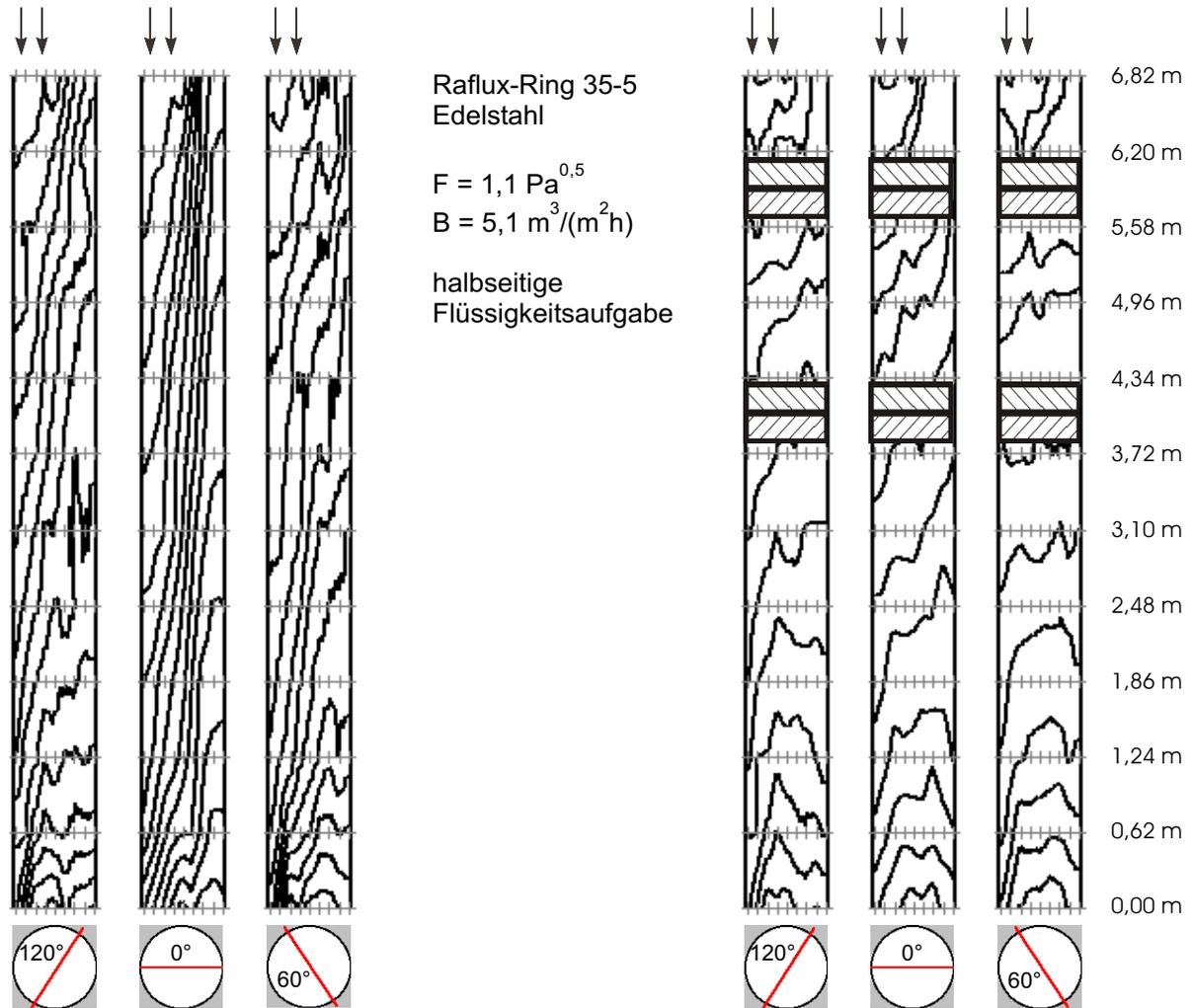


Abb. 6.9: Flüssigkeitsisothermen bei halbseitiger Flüssigkeitsaufgabe, Raflux-Ring 35-5
links: Referenzmessung
rechts: zwei in die Schüttung integrierte Verteilelementzonen

metrie theoretisch nicht möglich. Daher ergibt sich auch die weiterhin recht starke Schräglage der Isothermen im 0° -Schnitt. Dies führt wiederum dazu, dass mit einem einzigen Verteilelementpaar das Optimum im Bezug auf das Strömungsprofil noch nicht erreicht ist. Selbst die zweite Verteilzone ist offensichtlich nicht in der Lage, die drastische Maldistribution vollständig auszugleichen. Allerdings wird so viel Flüssigkeit in den rechten Kolonnenbereich transportiert, dass sich nach einigen weiteren Metern Packerhöhe die natürliche Verteilung, wie sie schon für die gleichmäßige Flüssigkeitsaufgabe beobachtet werden konnte, einstellt. Von der ursprünglich halbseitigen Flüssigkeitsaufgabe ist somit am Kolonnenumpf nichts mehr zu erkennen.

Trennleistung in Abhängigkeit der Packungsstruktur

Abbildung 6.10 stellt eine Übersicht über die Trennleistungsergebnisse bei einer Raflux-Ring-Schüttung mit unterschiedlichen Kombinationen aus Verteilelementen und Füllkörperschichten für verschiedene Arten der Flüssigkeitsaufgabe dar. Dazu ist die Höhe einer Übergangseinheit H_{OG} über den untersuchten Packungsstrukturen aufgetragen. Die verschiedenen Kombinationen sind zur Verdeutlichung unterhalb des Diagrammes skizziert. Aus dieser Übersicht lassen sich für die vorliegende Packungshöhe von knapp 7 m bestimmte Grundregeln beim Einbau der Verteilelemente ableiten. Diese Messergebnisse spiegeln natürlich in gewisser Weise die im vorherigen Abschnitt gemachten Beobachtungen hinsichtlich des Strömungsprofils wieder. Jetzt kommt allerdings zusätzlich die Tatsache zum Tragen, dass bei den durchgeführten Experimenten der Einsatz einer Verteilsektion eine Verminderung der Schütthöhe der konventionellen Packung bedeutet. Die Verteilelemente tragen zwar selbst auch zum Stoffübergang bei, aber nicht in dem Maße wie eine Füllkörperschüttung. Dies kann natürlich die Schlussfolgerungen hinsichtlich optimaler Einbauvarianten im Vergleich zur alleinigen Betrachtung des Strömungsprofils verschieben.

Es zeigt sich, dass es selbst bei gleichmäßiger Flüssigkeitsaufgabe und Füllkörpern mit guter Eigenverteilwirkung sinnvoll ist, zumindest ein Verteilelementpaar in die Kolonnenmitte zu platzieren. Auch wenn sich die Trennleistung hier lediglich von $H_{OG} = 0,76$ m auf $H_{OG} = 0,71$ m verbessert - was nahezu im Rahmen der Messgenauigkeit liegt - kann man doch festhalten, dass sich die beiden gegensätzlichen Effekte der Verteilelemente selbst bei gleichmäßiger Flüssigkeitsaufgabe zumindest aufheben. Der Einsatz einer weiteren Verteilzone bringt hier allerdings keinen Vorteil mehr.

Sobald jedoch die Flüssigkeit ungleichmäßig verteilt auf die Schüttung auftrifft, ist es zweckmäßig, direkt unterhalb der Aufgabestelle ein Verteilelementpaar einzusetzen und der Störung direkt entgegen zu wirken. Dies gilt für alle untersuchten Arten ungleichmäßiger Flüssigkeitsaufgabe. Mit nur einem Verteilelementpaar im Bereich des Kolonnenkopfes ist bei ringförmiger Aufgabe eine Verbesserung der Trennleistung von $H_{OG} = 0,90$ m auf $H_{OG} = 0,73$ m möglich, bei punktförmiger Aufgabe verbessert sich die Trennleistung von $H_{OG} = 1,05$ m auf $H_{OG} = 0,91$ m. Besonders beeindruckend ist der Abfall des H_{OG} -Wertes bei halbseitiger Aufgabe von 2,35 m auf 1,22 m. Dies entspricht beinahe einer Verdoppelung der Stoffaustauschleistung.

Sobald die Verteilzone einen größeren Abstand zur Aufgabestelle hat - wie es bei der mittleren der fünf Einbauvarianten der Fall ist - ist bei ungleichmäßiger Flüssigkeitsaufgabe durchwegs ein Anstieg der H_{OG} -Werte zu verzeichnen.

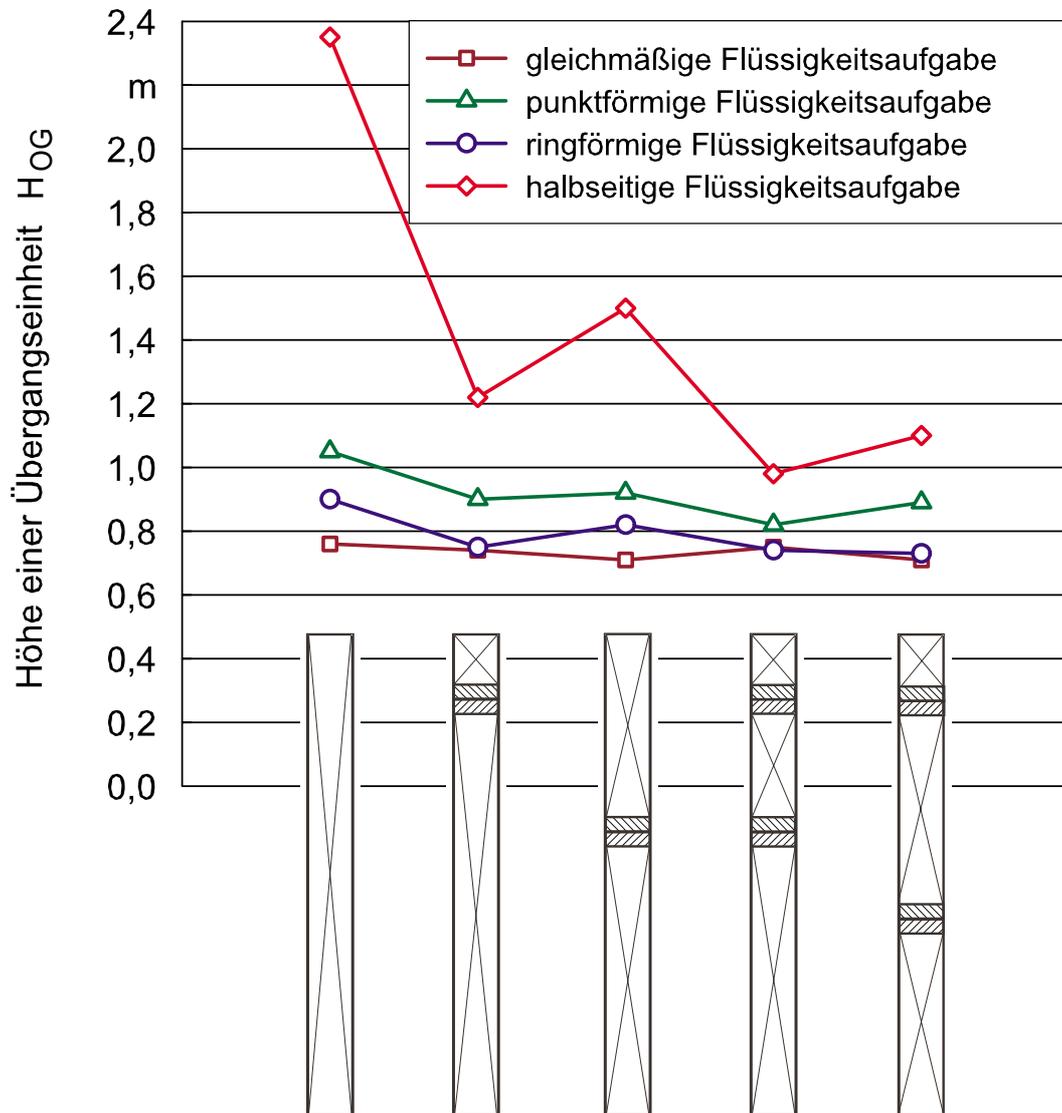


Abb. 6.10: Überblick über die Trennleistung bei einer Schüttung aus Raflux-Ringen 35-5 (Edelstahl) und unterschiedlichen Einbauvarianten der Verteilelemente für verschiedene Arten der Flüssigkeitsaufgabe

Betrachtet man nun die Situation mit zwei integrierten Verteilelementpaaren, so stellt man fest, dass sich speziell für halbseitige und punktförmige Flüssigkeitsaufgabe abermals eine deutliche Verbesserung der Trennleistung erzielen lässt. Dies liegt daran, dass in beiden Fällen eine einzige Verteilzone noch nicht in der Lage ist, die starke Ungleichverteilung hinreichend auszugleichen. Bei halbseitiger Aufgabe kann allein aufgrund der Geometrie der Elemente die unberieselte Seite nicht vollständig abgedeckt werden und bei punktförmiger Aufgabe wird der mittig aufgebene Flüssigkeitsstrahl zunächst in eine ausgeprägte Randgängigkeit umgewandelt. Somit ist es hier besonders günstig,

möglichst frühzeitig ein zweites Mal einzugreifen (entsprechend der vierten im Diagramm dargestellten Einbauvariante). Eine Verbesserung der Trennleistung auf $H_{OG} = 0,98$ m (halbseitig) und $H_{OG} = 0,82$ m ist dadurch möglich.

6.7.2 Hiflow-Ring 25-7, Polypropylen

Der Hiflow-Ring gehört zur Gruppe der Gitterfüllkörper und besitzt aufgrund der ausgeprägten Stegstruktur eine lediglich geringe Selbstverteilungswirkung. Aus diesem Grund wird er in dieser Arbeit ausgewählt und dem Raflux-Ring mit seiner hohen Selbstverteilungswirkung gegenübergestellt



Gleichmäßige Flüssigkeitsaufgabe

Wie die Isothermendarstellung in *Abbildung 6.11* zeigt, ist die Schüttung aus Hiflow-Ringen nicht in der Lage, die gute Anfangsverteilung aufrecht zu erhalten. Selbst bei gleichmäßiger Flüssigkeitsaufgabe ist über eine Packungshöhe von 7 m offensichtlich mit einer stark ausgeprägten Ungleichverteilung der Flüssigkeit zu rechnen. Die Referenzmessung auf der linken Seite der Abbildung weist bereits nach weniger als 2 m Schütthöhe stark zur Kolonnenwand geneigte Isothermen auf und somit eine extrem ausgeprägte Randgängigkeit. Dies bedeutet, dass auch bei gleichmäßiger Flüssigkeitsanfangsverteilung der Einsatz mindestens eines Verteilelementpaares von großem Vorteil ist. Auf der rechten Seite der Abbildung ist ein Versuch dargestellt, bei dem ein Verteilelementpaar in die Mitte der 7 m langen Schüttung eingesetzt ist. Dadurch kann die bis dahin entstandene Randgängigkeit wirkungsvoll unterdrückt werden. In allen drei Längsschnitten nehmen die Isothermen unterhalb der Verteilzone eine nahezu ideale horizontale Lage ein.

Da sich bei der hier eingesetzten Hiflow-Ring-Schüttung die Randgängigkeit offensichtlich signifikant stärker ausbildet als beim zuvor beschriebenen Raflux-Ring, stellt sich die Frage, ob das Ausmaß dieser Maldistribution "ausreicht", den Einsatz von zwei Verteilelementpaaren zu rechtfertigen. Die alleinige Betrachtung des Strömungsprofils der beiden Einbauvarianten mit zwei Verteilzonen (nicht bildlich dargestellt) lässt in der Tat darauf schließen. Da sich die Randgängigkeit hier besonders frühzeitig ausbildet, bewirkt selbst das im Bereich des Kolonnenkopfes eingesetzte Verteilelementpaar eine gewisse Vergleichmäßigung. Anhand der Isothermenplots lässt sich somit noch einmal eine Verbesserung erkennen. Selbst bei gleichmäßiger Flüssigkeitsaufgabe ist demnach bei einer Hiflow-Ring-Schüttung ein über die Packungshöhe hinweg durchwegs gleichmäßiges Strömungsprofil erst mit zwei Verteilzonen zu erreichen.

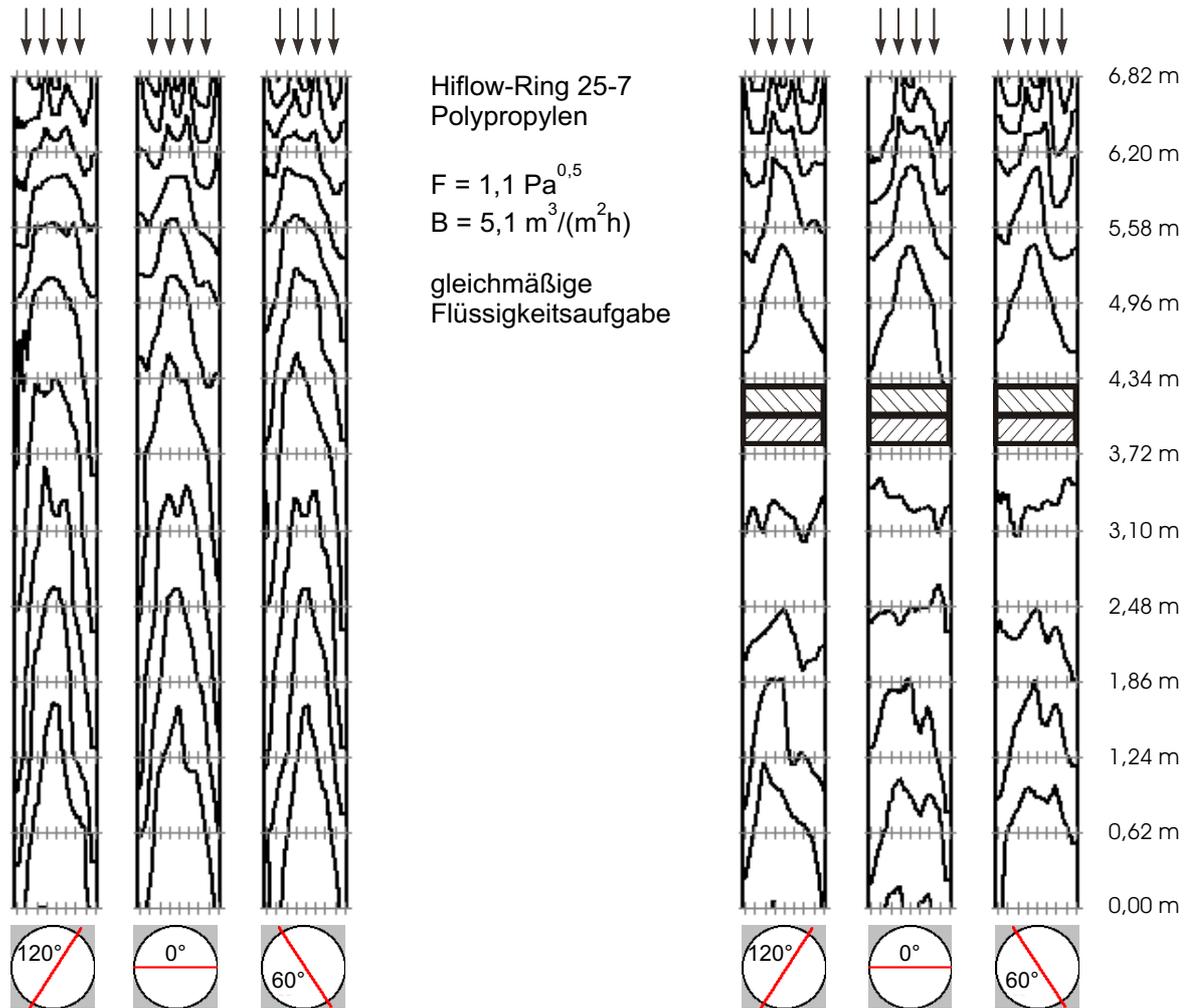


Abb. 6.11: Flüssigkeitsisothermen bei gleichmäßiger Flüssigkeitsaufgabe, Hiflow-Ring 25-7
links: Referenzmessung
rechts: eine in die Schüttung integrierte Verteilelementzone

Punktförmige Flüssigkeitsaufgabe

Anhand der punktförmigen Flüssigkeitsaufgabe zeigt sich besonders deutlich der Unterschied der beiden verwendeten Füllkörpertypen Raflux-Ring und Hiflow-Ring hinsichtlich Eigenverteilvermögen. Während bei der Referenzmessung mit einer Raflux-Ring-Schüttung (Abbildung 6.7) immerhin nach einer Flüssigkeitsweglänge von etwa 5 m ein Ausgleich der vorgegebenen Maldistribution beobachtet werden kann, erkennt man beim Einsatz einer reinen Hiflow-Ring-Schüttung (Abbildung 6.12, linke Seite) den erhöhten Flüssigkeitsdurchsatz im Bereich der Kolonnenmitte noch beim Austritt der Flüssigkeit am Kolonnensumpf. Über die gesamte Packungshöhe nehmen die Isothermen eine fast vertikale Ausrichtung ein. Eine radiale Dispersion der Flüssigkeit ist kaum vorhanden. Der Flüssigkeitsstrahl läuft aufgrund der offenen Struktur der Füllkörper na-

hezu senkrecht nach unten, sodass nach dem Durchlaufen einer Schütthöhe von 4 m im Bereich der Kolonnenmitte noch die Eintrittstemperatur der Flüssigkeit von 43°C vorliegt.

Auf der rechten Seite der Abbildung ist der Referenzmessung ein Versuch mit zwei Verteilzonen gegenübergestellt. Besonders gravierend fällt hier der durch die Verteilelemente hervorgerufene Umschlag von einem zentralen Flüssigkeitsstrahl hin zur Randgängigkeit nach dem ersten Verteilelementpaar aus. Die Flüssigkeit, die einmal in den Bereich der Kolonnenwand gelangt ist, kann offensichtlich in keinsten Weise von den Gitterfüllkörpern in Richtung Kolonnenmitte zurücktransportiert werden. Dies wird deutlich an den extrem stark geneigten Isothermen unterhalb der ersten Verteilsektion. Ein einzelnes Verteilelementpaar führt somit aus den in *Kapitel 6.7.1* beschriebenen Gründen lediglich zur Umschichtung der Ungleichverteilung von zentral auf randgän-

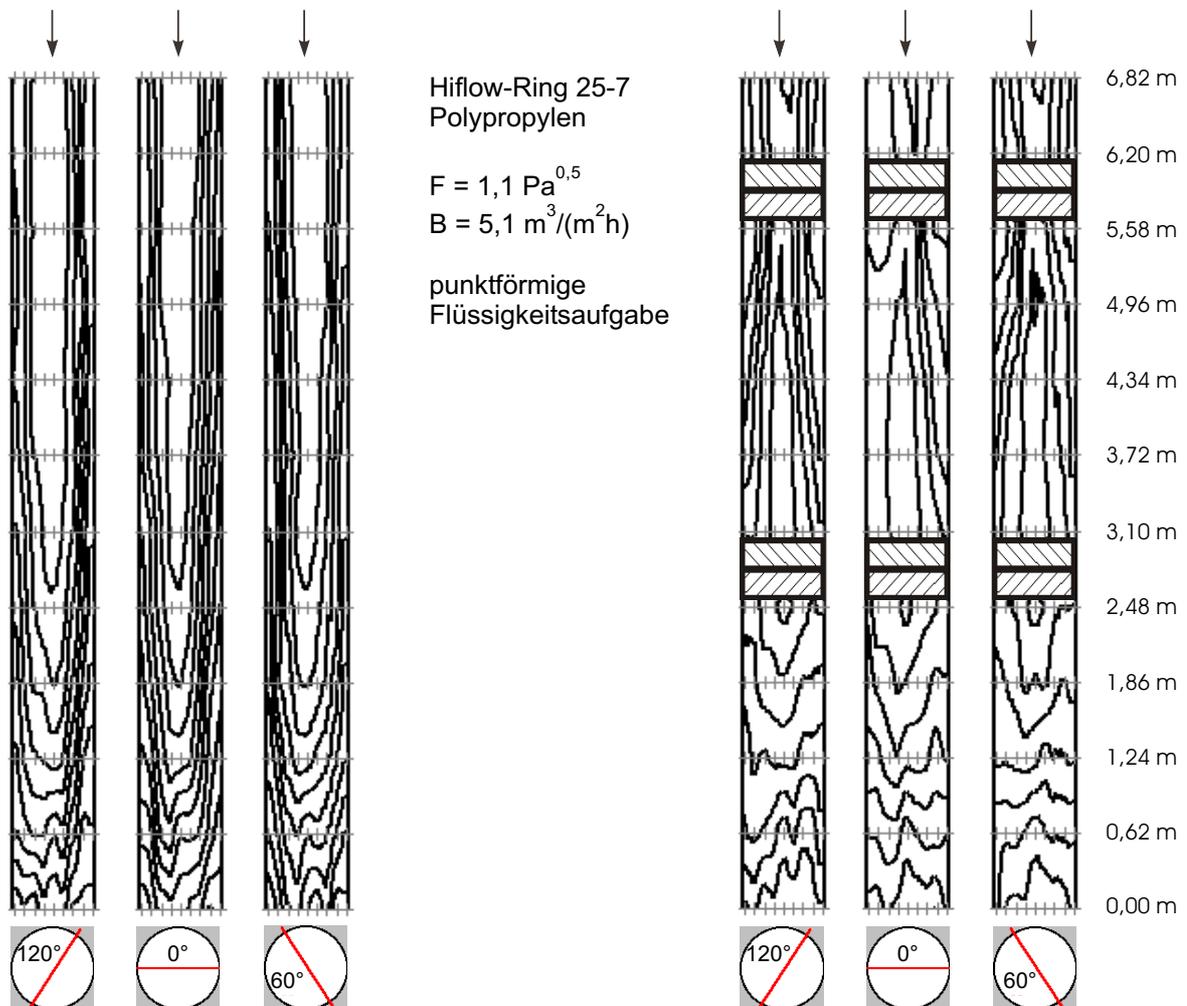


Abb. 6.12: Flüssigkeitsisothermen bei punktförmiger Flüssigkeitsaufgabe, Hiflow-Ring 25-7
links: Referenzmessung
rechts: zwei in die Schüttung integrierte Verteilelementzonen

gig, trägt aber kaum zu deren Ausgleich bei. Eine zweite Verteilzone ist unerlässlich, um die Flüssigkeit wieder von der Wand weg zu führen. Zur Demonstration der exzessiven Randgängigkeit ist für das hier dargestellte Temperaturprofil diejenige Einbauvariante ausgewählt, bei der das zweite Paar relativ weit vom ersten entfernt eingesetzt wird. Um ein gleichmäßiges Strömungsprofil zu erreichen, ist es natürlich umso besser je näher das zweite Paar am ersten platziert ist. Unterhalb des zweiten Paares nehmen die Isothermen die gewünschte horizontale Ausrichtung ein. Dies zeigt eindrucksvoll, dass speziell Ungleichverteilungen in Form einer Randgängigkeit, wie sie häufig in der Praxis auftreten, von den Verteilelementen in nahezu perfekter Weise behoben werden können.

Ringförmige Flüssigkeitsaufgabe

Wie beim Raflux-Ring, so lässt sich auch beim Hiflow-Ring für ringförmige Flüssigkeitsaufgabe ein über die gesamte Packungshöhe erhöhter Flüssigkeitsdurchsatz im Wandbereich feststellen. Allerdings ist dieser beim Hiflow-Ring noch sehr viel stärker ausgeprägt. Dies zeigen die extrem gegen die Kolonnenwand geneigten Isothermen der Referenzmessung auf der linken Seite von *Abbildung 6.13*. Dadurch wird einmal mehr verdeutlicht, dass durch die Gitterstruktur der Füllkörper praktisch keine Rückführung der Flüssigkeit vom Randbereich in die Kolonnenmitte stattfindet. Selbst über eine Schütthöhe von knapp 7 m kann keinerlei Vergleichmäßigung des Strömungsprofils festgestellt werden.

Im Vergleich dazu zeigt die Isothermenauftragung auf der rechten Seite der Abbildung das Ergebnis für eine einzelne in die Kolonnenmitte integrierte Verteilzone. Oberhalb der Verteilzone befindet sich ein Großteil der Flüssigkeit in Wandnähe, die Isothermen erstrecken sich über eine Packungshöhe von fast 2,5 m. Die Veränderung der Isothermenlage nach dem Durchtritt der Flüssigkeit durch die Verteilzone ist signifikant. In allen drei Längsschnitten haben die Isothermen eine vornehmlich horizontale Ausrichtung eingenommen. Der Vergleich mit der Isothermenausrichtung auf gleicher Packungshöhe bei der Referenzmessung spricht für sich.

Das Optimum hinsichtlich des Strömungsprofils ist mit dieser Anordnung allerdings noch nicht erreicht. Sofern nur eine Verteilzone vorgesehen wird, muss man sich entscheiden zwischen einem Einbau der Elemente in der Nähe des Kolonnenkopfes und dem Einbau im Bereich der Kolonnenmitte. Bei der ersten Variante wird zwar die ungleichmäßige Flüssigkeitsaufgabe direkt ausgeglichen, allerdings verbleibt eine restliche Packungshöhe von mehr als 5 m, in der sich erneut Randgängigkeit ausbildet. Die zweite Möglichkeit entspricht dem gezeigten Isothermenplot. Hier steckt sowohl im oberen, als auch im unteren Kolonnendrittel großes Verbesserungspotential.

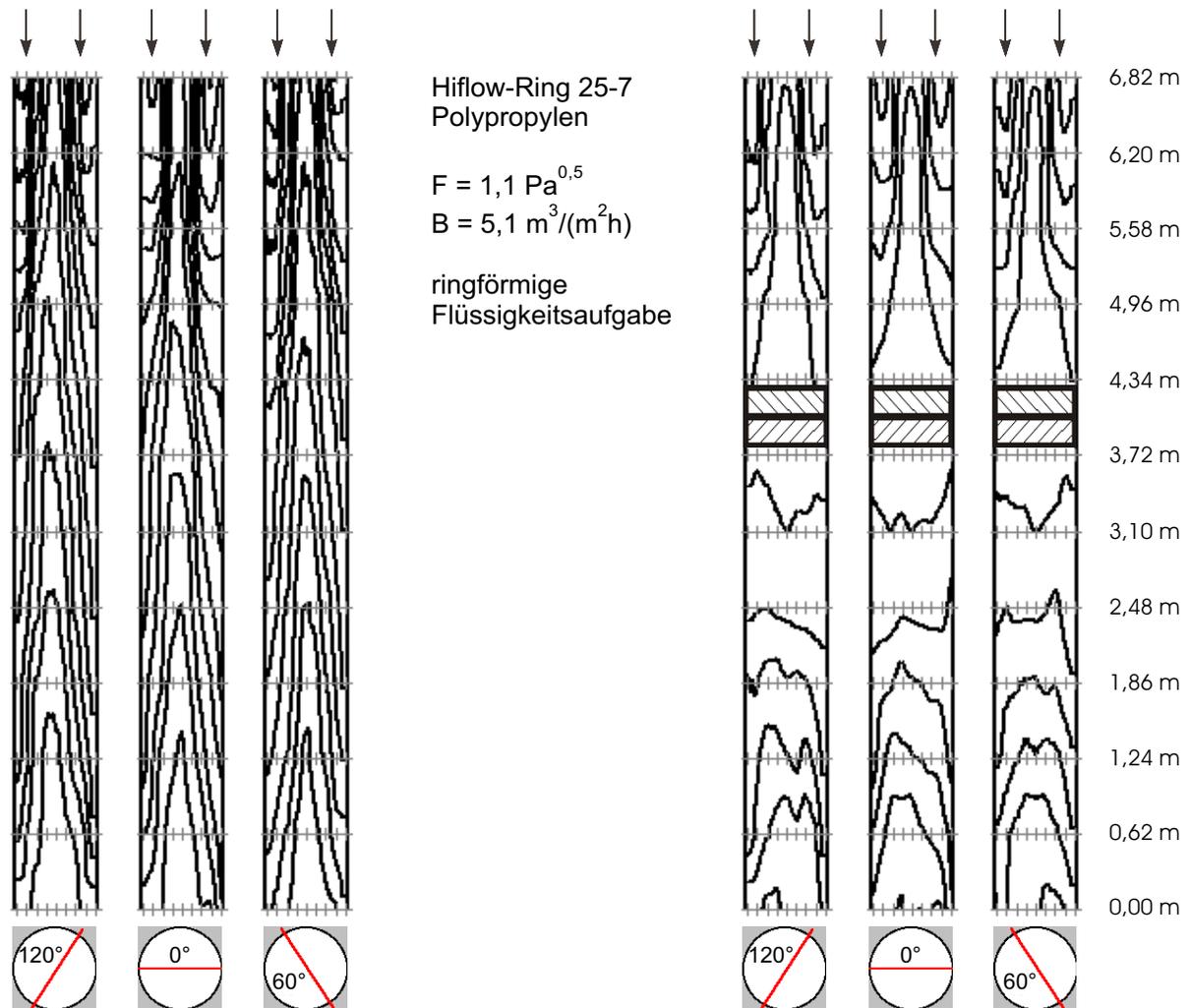


Abb. 6.13: Flüssigkeitsisothermen bei ringförmiger Flüssigkeitsaufgabe, Hiflow-Ring 25-7
links: Referenzmessung
rechts: eine in die Schüttung integrierte Verteilelementzone

Diese Ergebnisse führen zu der Erkenntnis, dass mindestens zwei Verteilzonen für eine optimale Strömungsführung von Nöten sind. Das erste Elementenpaar sollte möglichst nahe an der Aufgabestelle sitzen, das zweite wird optimalerweise in einem Abstand von 2 - 3 m zum ersten eingesetzt.

Halbseitige Flüssigkeitsaufgabe

Ohne entsprechende Gegenmaßnahmen durchläuft die Flüssigkeit bei halbseitiger Flüssigkeitsaufgabe nahezu ungestört die gesamte Hiflow-Ring-Schüttung auf der ursprünglich berieselten Seite (Abbildung 6.14, linke Seite). Die Isothermen im 0°-Schnitt verlaufen praktisch parallel zur Kolonnenwand und liegen aufgrund der offensichtlich nicht vorhandenen radialen Verteilung der Flüssigkeit so eng beieinander, dass sie kaum zu unterscheiden sind. Bei der Raflux-Ring-Schüttung haben sich zumindest im 60°-

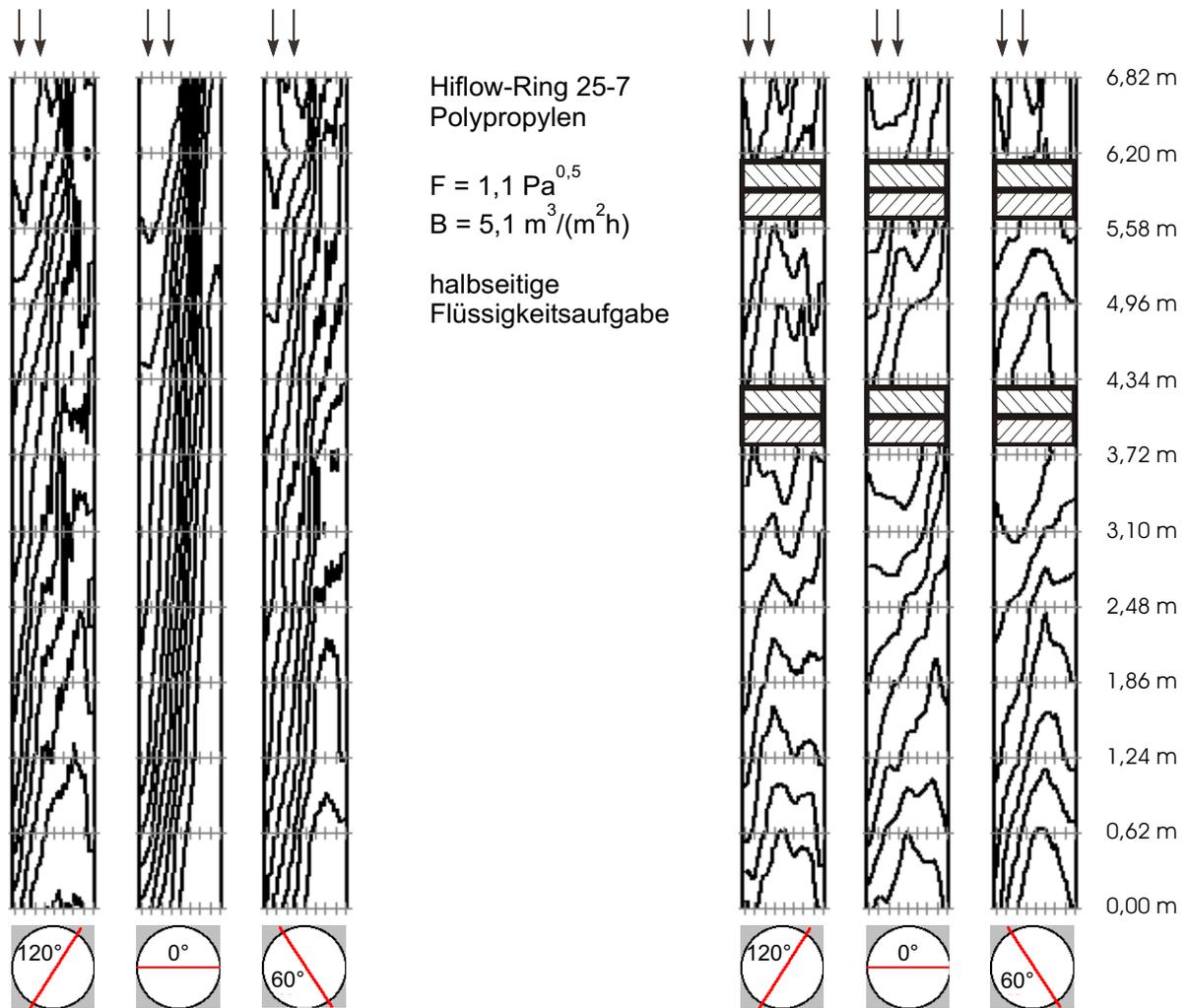


Abb. 6.14: Flüssigkeitsisothermen bei halbseitiger Flüssigkeitsaufgabe, Hiflow-Ring 25-7
 links: Referenzmessung
 rechts: zwei in die Schüttung integrierte Verteilelementzonen

Schnitt und im 120°-Schnitt verstärkt Tendenzen zur unberieselten Seite hin gezeigt (Abbildung 6.9), doch selbst diese geringe Vergleichmäßigung wird hier nicht erreicht. Dies führt dazu, dass in allen drei Längsschnitten die halbseitige Flüssigkeitsaufgabe auch am Austritt der Flüssigkeit aus der Kolonne noch zu erkennen ist.

Die rechte Seite von *Abbildung 6.14* zeigt das Ergebnis für zwei in die Schüttung integrierte Verteilzonen. Unterhalb der ersten Zone ist im 60°-Schnitt und im 120°-Schnitt bereits eine deutliche Ausbreitung der Flüssigkeit zur unberieselten Seite zu erkennen. Aber es wird auch deutlich, dass ein einziges Verteilelementpaar nicht ausreicht, um die anfängliche Störung zu beheben. Wie schon bei der Raflux-Ring-Schüttung, die zusätzlich aufgrund ihres Eigenverteilvermögens zur Flüssigkeitsverteilung beiträgt, ist es hier

erst recht notwendig, ein weiteres Verteilelementpaar einzusetzen. Selbst damit kann die starke Ungleichverteilung nicht vollständig behoben werden, aber der Vergleich mit der Referenzmessung zeigt eindrucksvoll die signifikante Verbesserung.

Zusammenfassend kann man feststellen, dass die Ergebnisse bezüglich des Strömungsprofils für die in ihrer Selbstverteilwirkung stark unterschiedlichen Füllkörper Hiflow-Ring und Raflux-Ring sehr ähnlich ausfallen. In beiden Fällen sind abhängig von der Art der Flüssigkeitsaufgabe jeweils die gleichen Eigenheiten im Strömungsverhalten zu beobachten. Bei der Hiflow-Ring-Schüttung mit geringer Selbstverteilwirkung fallen sie allerdings durchwegs signifikant stärker aus. Das Potential für eine Trennleistungssteigerung durch den Einsatz von Verteilzonen erhöht sich dementsprechend.

Trennleistung in Abhängigkeit der Packungsstruktur

Wie schon für die Raflux-Ring-Schüttung werden auch für die Hiflow-Ring-Schüttung die Trennleistungsergebnisse in Abhängigkeit der unterschiedlichen Einbauvarianten der Verteilelemente ausgewertet. In *Abbildung 6.15* ist die Höhe einer Übergangseinheit H_{OG} für die verschiedenen Arten der Flüssigkeitsanfangsverteilung unter Variation der Packungsstruktur aufgetragen.

Für gleichmäßige Flüssigkeitsaufgabe wird bei der Referenzmessung eine Trennleistung von $H_{OG} = 0,9$ m erreicht. Der Einsatz eines Verteilelementpaares direkt unterhalb der Aufgabestelle bewirkt hier aufgrund zu gering ausgeprägter Maldistribution verständlicherweise kaum eine Verbesserung. Erst der Einbau der Elemente in die Mitte der Schüttung (etwa 3 m unterhalb der Aufgabestelle) führt zu einer merklichen Steigerung der Trennleistung der Kolonne auf $H_{OG} = 0,68$ m. Wird noch eine weitere Verteilzone in die Schüttung integriert, ist zwar das Strömungsprofil nahezu optimal, eine Erhöhung der Trennleistung ist wegen der geringeren Trennleistung der Verteilelemente nicht mehr zu erwarten. Bei guter Anfangsverteilung ist also unabhängig von der Selbstverteilwirkung der Füllkörper der Einbau **einer** Verteilzone über eine Packungshöhe von 7 m optimal.

Der Verlauf der H_{OG} -Werte bei punktförmiger Flüssigkeitsaufgabe spiegelt eindeutig das bei der Betrachtung der Isothermenplots beschriebene Strömungsphänomen wieder. Dadurch, dass bei der hier untersuchten Geometrie eine einzelne Verteilzone zu einem Umschlag von einem zentralen Flüssigkeitsstrahl zu einer exzessiven Randgängigkeit führt, ergeben sich kaum Unterschiede in der Trennleistung zwischen Referenzmessung und den Messungen mit einem Verteilelementpaar - unabhängig davon, an welcher Stel-

le in der Schüttung diese Elemente integriert sind. Erst der Einsatz einer zweiten Verteilzone erhöht die Trennleistung der Kolonne um mehr als 60% von $H_{OG} = 1,3$ m auf $H_{OG} = 0,8$ m.

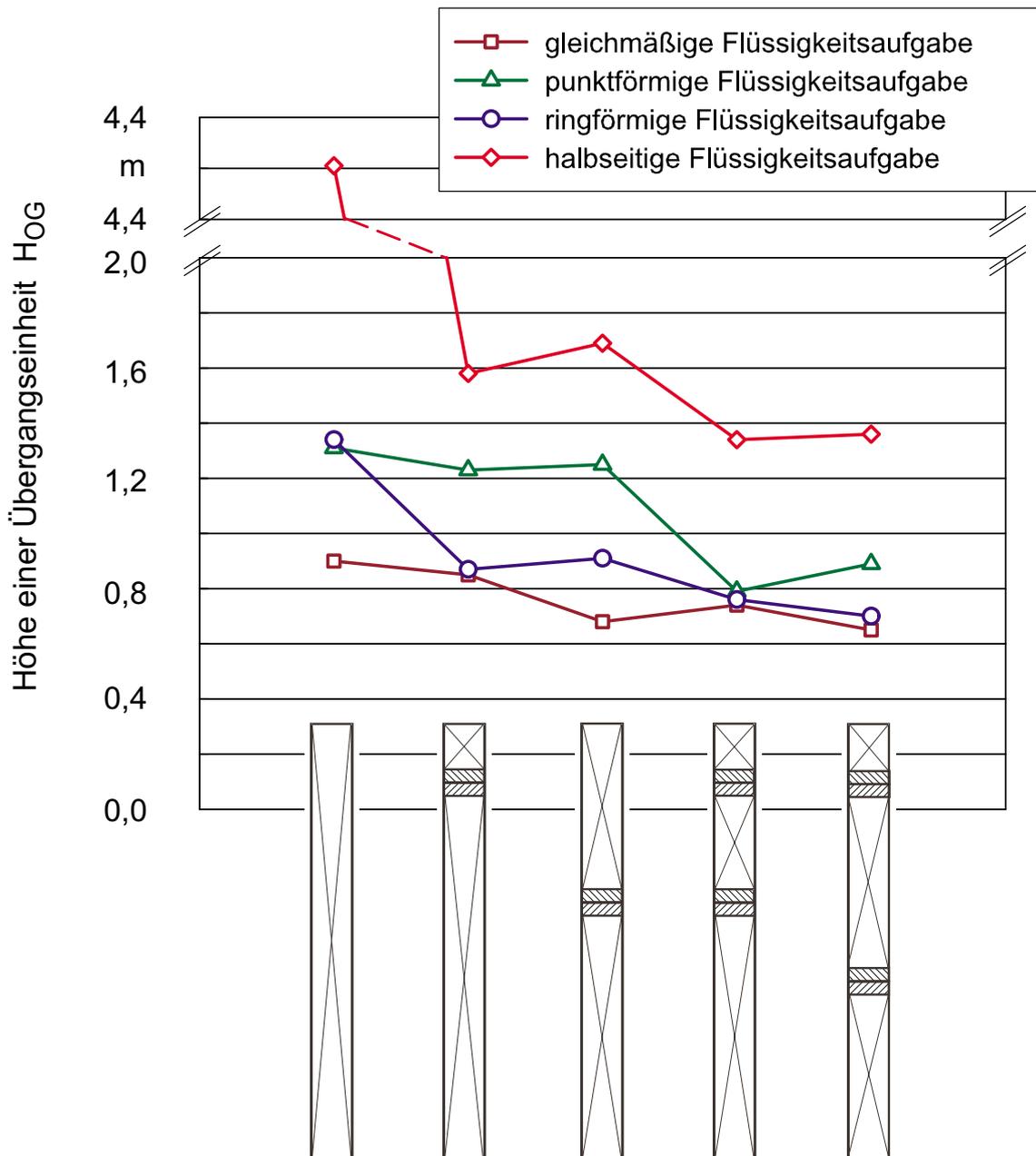


Abb. 6.15: Überblick über die Trennleistung bei einer Schüttung aus Hiflow-Ringen 25-7 (Polypropylen) und unterschiedlichen Einbauvarianten der Verteilelemente für verschiedene Arten der Flüssigkeitsaufgabe

Bei ringförmiger und halbseitiger Flüssigkeitsaufgabe führt dagegen bereits eine einzige im Bereich der Aufgabestelle integrierte Verteilzone zu einer signifikanten Trennleistungssteigerung von $H_{OG} = 1,34$ m auf $H_{OG} = 0,87$ m (ringförmig) bzw. von $H_{OG} = 4,2$ m auf $H_{OG} = 1,58$ m. Letzteres entspricht einer Trennleistungssteigerung um 170 %. Aber auch hier wird das Optimum hinsichtlich Stoffübergang mit zwei Verteilzonen erreicht. Dabei ist es offensichtlich weniger von Bedeutung, in welchem Abstand die erste von der zweiten Verteilzone vorgesehen wird, solange die verbleibende Schütthöhe in einigermaßen gleichmäßige Abschnitte unterteilt wird. Eine Erhöhung der Trennleistung auf $H_{OG} = 0,7$ m (ringförmig) bzw. auf $H_{OG} = 1,34$ m (halbseitig) sind dadurch möglich.

6.8 Fazit

Auf Basis der experimentellen Untersuchungen an zwei unterschiedlichen Füllkörpertypen unter Variation der Flüssigkeitsanfangsverteilung und unterschiedlicher Anordnung von Verteilzonen kann festgestellt werden, dass der Einsatz der neuartigen Verteilelemente (unabhängig von der hier untersuchten Anzahl eingesetzter Elemente) stets zu einer Verbesserung des Strömungsprofils und folglich auch zu einer Erhöhung der Trennleistung führt. Dies bedeutet allerdings nicht, dass mit steigender Anzahl an Verteilelementzonen die Trennleistung immer weiter ansteigt. Obwohl sich gezeigt hat, dass das Strömungsprofil mit jedem zusätzlichen Element besser wird, existiert für die erreichbare Trennleistung ein Maximum. Die Anzahl einzusetzender Elemente, bei der diese maximale Trennleistung erreicht wird, ist allerdings von der Ausprägung der Ungleichverteilung abhängig. Das hängt damit zusammen, dass das Verteilelement zum Einen eine Erhöhung der Trennleistung durch Vergleichmäßigung der Flüssigkeitsströmung bewirkt, zum Anderen aber in der Verteilzone selbst eine etwas geringere Trennleistung erzielt wird als in einer konventionellen Füllkörperschüttung. Diese optimale Anzahl an Verteilelementzonen ist natürlich zusätzlich von der Schütthöhe abhängig. Für die untersuchte Kolonne mit einer Schütthöhe von 6,82 m liegt diese Zahl für gleichmäßige Flüssigkeitsaufgabe bei **einer** Verteilelementzone, für sämtliche untersuchten Varianten einer ungleichmäßigen Flüssigkeitsaufgabe (halbseitig, ringförmig und punktförmig) bei **zwei** Verteilelementzonen. Dieses Ergebnis ist weitgehend unabhängig von der exakten Lage der Verteilelementzonen, solange beim Einbau folgende Grundsätze beachtet werden:

Zum Einen ist es vorteilhaft, wenn die erste Verteilelementzone nicht mehr als 1 m unterhalb der Aufgabestelle angebracht wird. Dies gilt auch für den Einsatz von nur einem Verteilelementpaar, solange nicht eine perfekt gleichmäßige Flüssigkeitsanfangsverteilung sichergestellt ist. Unregelmäßigkeiten bei der Aufgabe, die sich über die gesamte Packungshöhe fortsetzen würden, können somit im Keim erstickt werden. Zum Anderen sollten die Verteilzonen (falls mehr als eine Zone gewählt wird) in möglichst gleichmäßigen Abständen über die Kolonnenhöhe eingesetzt werden. Ein Abstand von 2-3 m zwischen den einzelnen Zonen hat sich bei den Untersuchungen als optimal herausgestellt. Allein aufgrund der Auswertung der Isothermenplots und des (unabhängig von Füllkörpern und Flüssigkeitsaufgabe) über die gesamte Packungshöhe gleichmäßigen Strömungsprofils beim Einsatz von zwei Verteilzonen wird der standardmäßige Einsatz einer dritten Verteilzone bei einer Packungshöhe von 6,82 m als nicht sinnvoll erachtet.

6.9 Maldistribution der Gasphase

Das Verteilelement wurde primär mit der Zielsetzung der Verbesserung der Flüssigkeitsströmung in einer Packung entwickelt und getestet. Es müssen jedoch auch die Auswirkungen dieser Packungselemente auf die Gasströmung geprüft werden. Obwohl eine ungleichmäßige Gasströmung bei Weitem nicht den gleichen negativen Einfluss hat, wie eine ungleichmäßige Flüssigkeitsströmung, sollte doch eine drastische Verschlechterung des Gasströmungsprofils aufgrund der Verteilelemente ausgeschlossen werden.

Zur Untersuchung der Gasverteilung nach dem Durchtritt durch ein Verteilelementpaar wird die Versuchskolonnen oberhalb einer Verteilzone geöffnet. Die Gasgeschwindigkeit wird mit Hilfe eines Flügelrad-Anemometers an jedem einzelnen Austrittskanal gemessen. Konstruktionsbedingt musste auf einen Gegenstrom von Wasser verzichtet werden. Für die Leerrohrgeschwindigkeit des Gases wird ein F-Faktor von $2,0 \text{ Pa}^{0,5}$ eingestellt.

Das Ergebnis der Untersuchung ist in *Abbildung 6.16* dargestellt. Die gemessenen Geschwindigkeiten sind über die Querschnittsfläche der Kolonne aufgetragen. Man erkennt zwar einen elliptischen Bereich leicht erhöhter Geschwindigkeit in der Kolonnenmitte, doch im gesamten Außenbereich verlaufen die Geschwindigkeiten sehr gleichmäßig und liegen nur geringfügig unterhalb der Geschwindigkeiten in der Kolonnenmitte. Das sehr positiv zu wertende Ergebnis dieser Untersuchung ist, dass keine großräumigen Ungleichverteilungen des Gases vorliegen. Von Seiten der Gasströmung sind somit keine Probleme hinsichtlich Maldistribution zu erwarten.

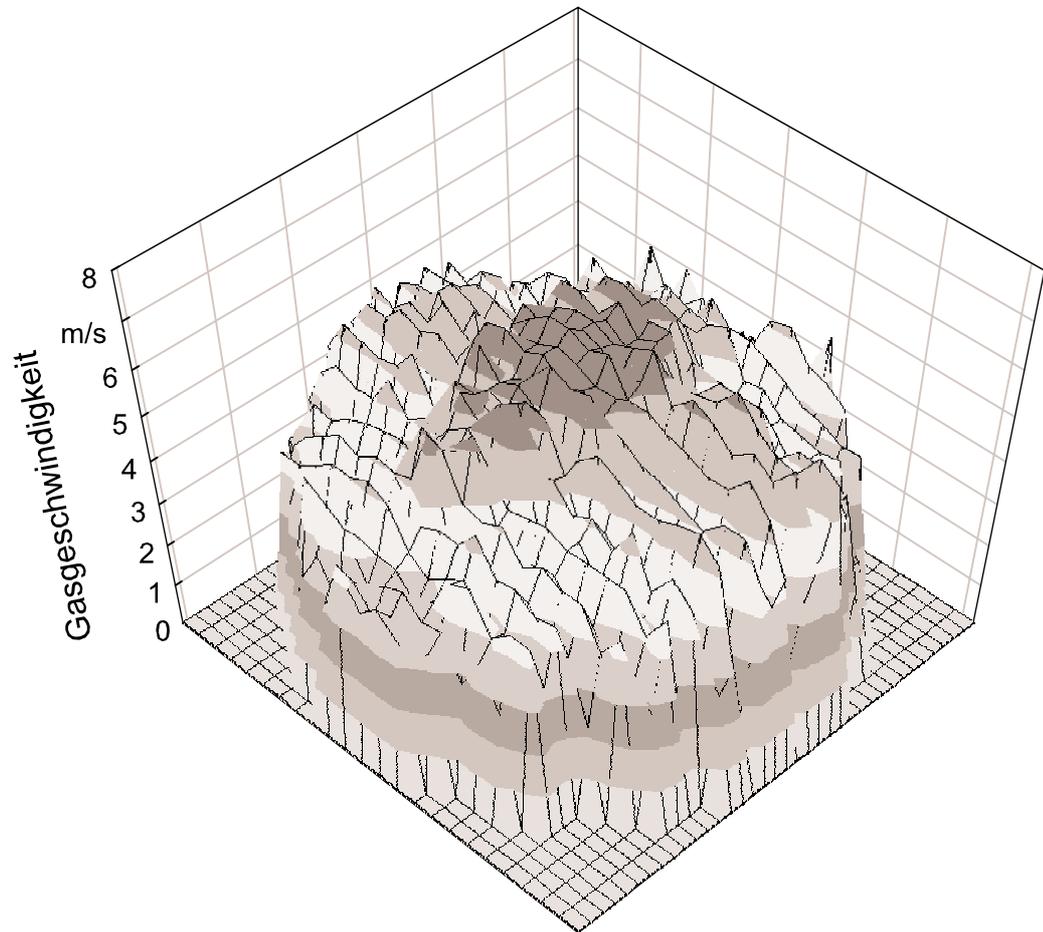


Abb. 6.16: Geschwindigkeitsverteilung des Gases über den Kolonnenquerschnitt nach Austritt aus einer Verteilelementzone

7 Modellierung der Flüssigkeitsströmung

7.1 Modellbildung

Zur Anwendung kommt ein von POTTHOFF 1992 entwickeltes Zellenmodell, welches in der Lage ist, die Flüssigkeitsströmung in einer Füllkörperkolonne zu simulieren und verschiedene Stofftrennvorgänge nachzubilden. Darunter fällt auch der in dieser Arbeit untersuchte Kühlturmprozess. SCHNEIDER 2004 erweitert das Modell, sodass der Einfluss der integrierten Verteilelementzonen berücksichtigt werden kann. Eine weitere Anpassung an die veränderten Bedingungen erfolgt im Rahmen dieser Arbeit.

Im Zuge der Modellierung wird die Kolonne in maximal 300 Stoffaustauschebenen mit jeweils dazwischenliegenden Verteilungsebenen unterteilt. Über jede dieser Stoffaustauschebenen wird ein Zellenraster aus 85 Stoffaustauschzellen gelegt (*Abbildung 7.1*, rechte Seite). Um die experimentellen Daten mit den Modellierungsergebnissen vergleichen zu können, wird das Zellenraster so angeordnet, dass die Position der Kernzellenmittelpunkte mit der Position der Thermolemente in der Versuchskolonne (*Abbildung 7.1*, linke Seite) übereinstimmt. Die zusätzlichen Zellen entlang des Kolonnenumfangs ermöglichen eine genauere Erfassung von Randeffekten, wie z. B. der Randgängigkeit von Gas und Flüssigkeit. Die Kernzellen weisen eine Sechseck-Wabenstruktur auf, die Randzellen passen sich in ihrer Form dem Kolonnenumfang an. Da die Anzahl der Zellen über den Kolonnenquerschnitt nicht variabel ist, hängt ihre Größe vom Kolonnendurchmesser ab. Bei einem Kolonnendurchmesser von 0,63 m (entspricht dem Durchmesser der Versuchskolonne) umfasst eine Kernzelle je nach Füllkörperdurchmesser etwa 5-10 Füllkörper. Damit lässt sich die für die Trennleistung einer Kolonne ausschlaggebende großräumige Ungleichverteilung hinreichend genau abbilden. Innerhalb einer jeden Zelle wird ein gleichmäßiger Durchsatz von Gas und Flüssigkeit (Kolbenströmung) angenommen.

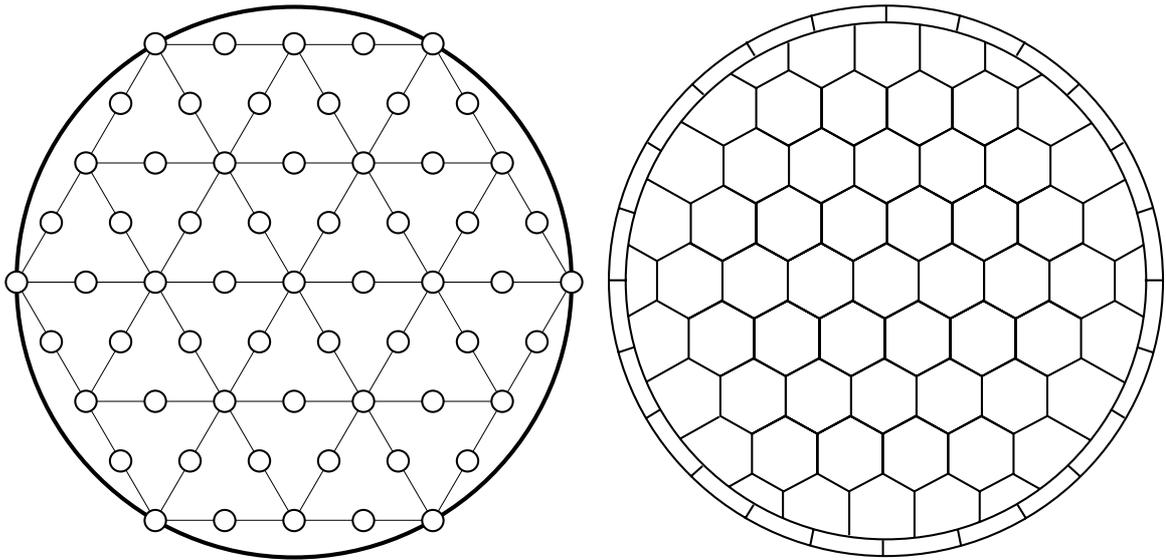


Abb. 7.1: Links: Anordnung der Thermoelemente einer Messebene im hexagonalen Gitter
Rechts: Zellenstruktur einer Stoffaustauschebene nach POTTHOFF 1992

Die Anfangsverteilung von Gas und Flüssigkeit wird durch Eingabe der Gas- und Flüssigkeitsstromdichte für jede einzelne Zelle gewählt. So kann jede beliebige Art der Ungleichverteilung simuliert werden. Die Verteilung von Gas und Flüssigkeit von einer Stoffaustauschebene in die nächste erfolgt nach einem frei wählbaren Algorithmus. Diese Verteilungsvorschrift kann zwar für jede Verteilebene getrennt festgelegt werden, orientiert sich aber sinnvollerweise am radialen Dispersionskoeffizienten der zu modellierenden Packung. Da der Packungstyp über die Kolonnenhöhe selten variiert wird - eine Ausnahme stellen die Verteilelemente dar -, wird im Normalfall ein einheitlicher Algorithmus für alle Verteilebenen vorgegeben.

Die Verteilelementzonen müssen gesondert betrachtet werden. Hier ist der Strömungsweg festgelegt aufgrund der Zwangsführung durch die Kanäle. Allerdings steht die Kanalstruktur mit über 1500 Austrittskanälen in keinem Zusammenhang mit dem für die Modellierung gewählten Zellenraster. Die radiale Ausbreitung der Ströme muss somit weiterhin auf dem Diskretisierungsgrad des Zellenrasters erfolgen. Unabhängig von der Anzahl der Verteilebenen, die ein Verteilelement in seiner Höhe umfasst, wird das Element als ein Gesamtblock angesehen. Das bedeutet, dass sowohl Verteilvorgänge als auch Stoffaustauschvorgänge in einem Schritt für das gesamte Element berechnet werden. Der Austrittspunkt eines Gas- oder Flüssigkeitsstrahls aus diesem Block wird in Abhängigkeit der Position der Eintrittszelle, der Elementgeometrie (Höhe, Neigungswinkel der Kanäle) und des Kolonnendurchmessers bestimmt. Im Randbereich werden die Ströme umgelenkt und Richtung Kolonnenmitte zurückgeführt. Die Feinheiten der Strömungsführung durch die Verteilzonen wird von SCHNEIDER 2004 beschrieben.

Auf Basis des Strömungsprofils erfolgt die iterative Berechnung des Stoffübergangs. Als Grundlage für die Berechnung der Stoffaustauschleistung wird die Eingabe eines Basiswertes für die Höhe einer Übergangseinheit H_{OG} gefordert, welcher die tatsächliche Trennleistung der als maldistributionsfrei angenommenen Stoffaustauschzelle beschreibt. Ausgehend vom Basis- H_{OG} -Wert und einem gesondert festzusetzenden H_{OG} -Wert für Verteilzonen werden die Gas- und Flüssigkeitszustände der maldistributionsbehafteten Kolonne berechnet. Mit Kenntnis des Eintrittszustandes der Ströme und der Steigung der Gleichgewichtslinie wird für jede Stoffaustauschzelle der Austrittszustand von Gas bzw. Flüssigkeit ermittelt. Als Ausgangsprofil werden die Zustände einer maldistributionsfreien Kolonne vorgegeben. Es wird abwechselnd die Flüssigkeitszusammensetzung von oben nach unten und die Gaszusammensetzung von unten nach oben berechnet. Der Zustand des jeweils anderen Stoffstroms wird währenddessen konstant gehalten. Dieser Vorgang wird solange wiederholt, bis die von POTTHOFF 1992 festgelegten Abbruchkriterien erfüllt sind. Als Ergebnis wird das Strömungs- und Temperaturprofil und die Trennleistung der maldistributionbehafteten Kolonne ausgegeben. Der Vergleich mit dem vorgegebenen Basis- H_{OG} -Wert zeigt den Verlust an Trennleistung aufgrund der Maldistribution.

7.2 Modellierung experimenteller Ergebnisse

Um einen Vergleich zwischen experimentellen Ergebnissen und Modelldaten zu ermöglichen, werden in den Berechnungsroutinen die Anlagenparameter der Versuchskolonne hinterlegt. Als Eingabegrößen werden Schütthöhe, Kolonnendurchmesser, Ausgangszustände von Gas und Flüssigkeit sowie Belastungsdaten vorgegeben. Bei Letzteren ist das Verhältnis von Flüssigkeitsstrom zu Gasstrom \dot{L}/\dot{G} entscheidend. Die absoluten Mengenströme sind für die Berechnung ohne Bedeutung, da die Belastungen normiert werden und die Anfangsverteilungen in Form von Gas- und Flüssigkeitsstromdichteverhältnissen zwischen den einzelnen Zellen angegeben werden. Verwirbelungs- oder Staueffekte, welche bei höheren Belastungen auftreten und sich signifikant auf das Strömungsprofil auswirken, werden mit vorliegendem Modell nicht berücksichtigt. Aus diesem Grund ist es wenig sinnvoll, Versuche mit hohen Gas- und Flüssigkeitsbelastungen zu simulieren. Die Validierung des Modells erfolgt anhand ausgewählter Versuche aus den Versuchsreihen mit einer Hiflow-Ring-Schüttung. Die Gas- und Flüssigkeitsbelastung entspricht der in *Kapitel 6* diskutierten Belastung ($F = 1,1 \text{ Pa}^{0,5}$; $B = 5,1 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$).

Der Einfluss der Packungsstruktur wird über die radialen Dispersionskoeffizienten in Gas ($D_{r,G}$) und Flüssigkeit ($D_{r,L}$) erfasst. Die Anpassung des Modells an die experimentellen Daten erfolgt zunächst über eine Abstimmung der Dispersionskoeffizienten. Experimentell ermittelte Dispersionskoeffizienten [HOEK ET AL. 1986, CHROMIK 1992] werden variiert, bis für **alle** betrachteten Versuchsbedingungen eine möglichst gute Übereinstimmung zwischen den Temperaturverteilungen aus Experiment und Modell erreicht wird. Dabei muss berücksichtigt werden, dass eine homogene Packungsstruktur im Randbereich der Kolonne nicht zu realisieren ist. Das entsprechend veränderte Strömungsverhalten in diesem Bereich kann durch eine Anpassung der Dispersionskoeffizienten speziell für die Randzellen berücksichtigt werden. So wird eine Randzelle tendenziell mit einer höheren Flüssigkeitsmenge beschickt als sie an ihre Nachbarzelle in Richtung Kolonnenmitte zurückgibt. Dies führt zu gesonderten Dispersionskoeffizienten für eine Verteilung der Ströme von einer Kernzelle in eine Randzelle (*Gleichungen 7.3 und 7.7*) und in umgekehrter Richtung (*Gleichungen 7.4 und 7.8*). Es stellt sich allerdings heraus, dass eine alleinige Unterscheidung zwischen Kern- und Randzellen nicht ausreichend ist, die stark ausgeprägte Tendenz der Flüssigkeit Richtung Kolonnenwand wiederzugeben. Um diese Diskrepanz auszugleichen, muss im Zuge der Strömungsmodellierung eine Abfrage nach der Verteilrichtung zwischengeschaltet werden, bei der nicht nur im Randbereich sondern ganz allgemein alle Zellen in Wandrichtung bevorzugt mit Flüssigkeit beschickt werden. Der dazu notwendigerweise einzuführende Wandfaktor ist abhängig von der eingesetzten Packung und wird für Raflux-Ringe (35 mm aus Edelstahl) auf 1,2 und für Hiflow-Ringe (25 mm aus Polypropylen) auf 1,3 festgesetzt.

Die bestmögliche Übereinstimmung der Temperaturprofile wird mit folgenden Dispersionskoeffizienten erzielt:

Dispersionskoeffizienten in der Flüssigkeit:

$$D_{r,L, \text{Packung-Packung}} = 0,0008m \quad (7.1)$$

$$D_{r,L, \text{Wand-Wand}} = 0,0008m \quad (7.2)$$

$$D_{r,L, \text{Packung-Wand}} = 0,0012m \quad (7.3)$$

$$D_{r,L, \text{Wand-Packung}} = 0,0004m \quad (7.4)$$

Dispersionskoeffizienten im Gas:

$$D_{r, G, \text{Packung} - \text{Packung}} = 0,0018m \quad (7.5)$$

$$D_{r, G, \text{Wand} - \text{Wand}} = 0,0018m \quad (7.6)$$

$$D_{r, G, \text{Packung} - \text{Wand}} = 0,0022m \quad (7.7)$$

$$D_{r, G, \text{Wand} - \text{Packung}} = 0,0014m \quad (7.8)$$

Im Folgenden werden beispielhaft Versuche für unterschiedliche Arten der Flüssigkeitsaufgabe nachgebildet. *Abbildung 7.2* zeigt einen Vergleich der Isothermenverläufe bei gleichmäßiger Aufgabe. Da es sich dabei um eine rotationssymmetrische Anfangsverteilung handelt, wird auf die Darstellung der 60°- und 120°-Schnitte verzichtet. Der zusätzliche Informationsgehalt wäre gering und läge ausschließlich beim experimentellen Ergebnis, da das Modell stochastische Effekte nicht erfasst und somit für alle Längsschnitte identische Isothermenplots ausgibt.

Auf der linken Seite der Abbildung wird die Modellrechnung der Referenzmessung ohne Verteilzone gegenübergestellt. Unterhalb der Aufgabestelle wird zunächst eine gewisse Diskrepanz in der Ausrichtung der Isothermen sichtbar. Dies liegt daran, dass die experimentell ermittelten Temperaturen speziell an der obersten Messebene von der Berieselungsintensität einzelner Temperaturfühler abhängen. Da manche Thermoelemente direkt von einem Flüssigkeitsstrahl getroffen werden, andere dagegen unberieselt bleiben, entsteht ein gewellter Isothermenverlauf im Bereich des Kolonnenkopfes. Bei der Modellbildung wird jede Zelle mit exakt der gleichen Flüssigkeitsmenge gleicher Temperatur beaufschlagt, was zu einem glatten Verlauf in diesem Bereich führt.

In einem Abstand zur Aufgabestelle wird das Strömungsverhalten allerdings bemerkenswert gut wiedergegeben. Die gerade für die Versuche mit einer Hiflow-Ring-Schüttung beobachtete stark ausgeprägte Randgängigkeit kann mit Hilfe des eingeführten Wandfaktors entsprechend nachgebildet werden. Abgesehen von den Unterschieden im Einlaufbereich ist die Form der Isothermen für Experiment und Modell über die gesamte Kolonnenhöhe nahezu identisch. Vergleicht man die Anzahl der Messebenen, über die sich ein und dasselbe Temperaturniveau erstreckt, so findet man eine sehr gute Übereinstimmung. Dies lässt darauf schließen, dass die Neigung der Isothermen gegen die Kolonnenwand und somit auch das Ausmaß der Randgängigkeit richtig wiedergegeben wird.

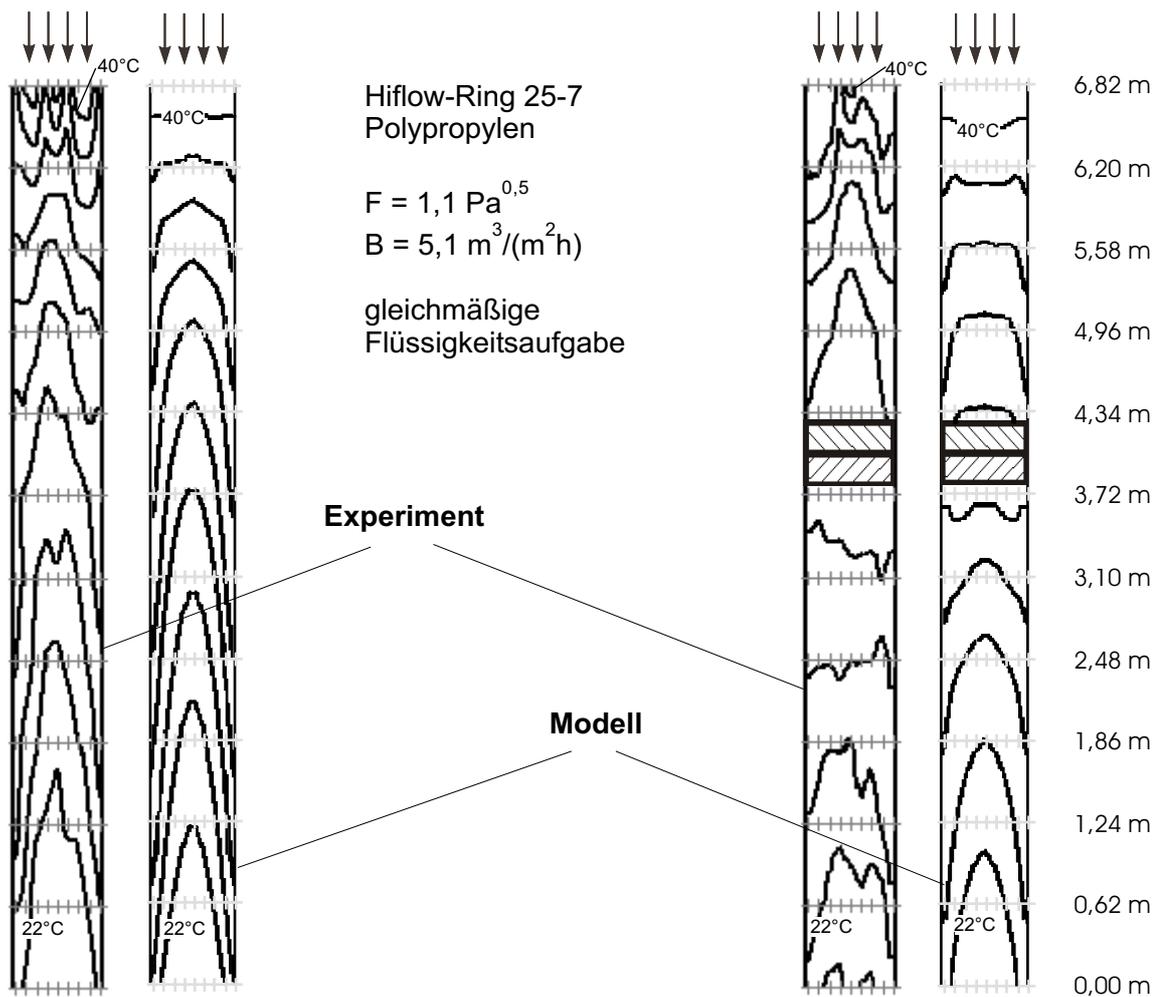


Abb. 7.2: Isothermenverläufe bei gleichmäßiger Flüssigkeitsaufgabe; Vergleich zwischen Experiment und Modell sowohl für die Referenzmessung als auch für den Einsatz einer Verteilzone

Wird bei ansonsten gleichen Betriebsbedingungen eine Verteilzone im Bereich der Kolonnenmitte installiert, so erhält man die auf der rechten Seite der *Abbildung 7.2* dargestellten Isothermenplots aus Experiment und Modell. Die Verteilelemente sind etwa 3 m unterhalb des Kolonnenkopfes eingesetzt. Die Randgängigkeit, die sich über diese Schütthöhe bereits ausgebildet hat, wird vom Modell in etwas geringerer Ausprägung vorhergesagt als es im Experiment der Fall ist. Bei genauer Betrachtung fällt allerdings auf, dass es beim Experiment offensichtlich bereits bei der Flüssigkeitsaufgabe eine kleine Unregelmäßigkeit gibt. Die Einlaufwellen sind nicht gleichmäßig ausgeprägt sondern lassen auf eine höhere Berieselungsdichte im Randbereich schließen. Solche vermutlich von einer nicht ausreichend arbeitenden Aufgabestelle in der Querschnittsmitte herrührende Störungen können natürlich niemals vom Modell vorhergesagt werden.

Ein ganz wesentlicher Punkt bei der Modellierung des Strömungsprofils ist die korrekte Erfassung der Wirkungsweise der Verteilelemente. Gerade eine Ungleichverteilung in Form eines erhöhten Flüssigkeitsdurchsatzes im Randbereich kann durch den Einsatz einer Verteilzone stark vermindert werden. Dieser Ausgleich wird gemäß *Abbildung 7.2* sehr gut wiedergegeben. Die bereits von SCHNEIDER 2004 als zufriedenstellend eingestufte Nachbildung der Verteilfunktion der Elemente kann soweit bestätigt werden.

Zwei Beispiele mit ringförmiger Flüssigkeitsaufgabe sind in *Abbildung 7.3* dargestellt. Als Kriterium für die Güte der Nachbildung wird wiederum die Form der Isothermen und ihre Ausdehnung über die Packungshöhe herangezogen. Zunächst wird die Modellierung der Referenzmessung (linke Seite) betrachtet. Auch dieses Beispiel zeigt, dass es speziell an der Einlaufstelle zu gewissen Abweichungen zwischen Modell und Experiment kommt. Dies ist aufgrund der für das Modell gewählten Anordnung des Zellenra-

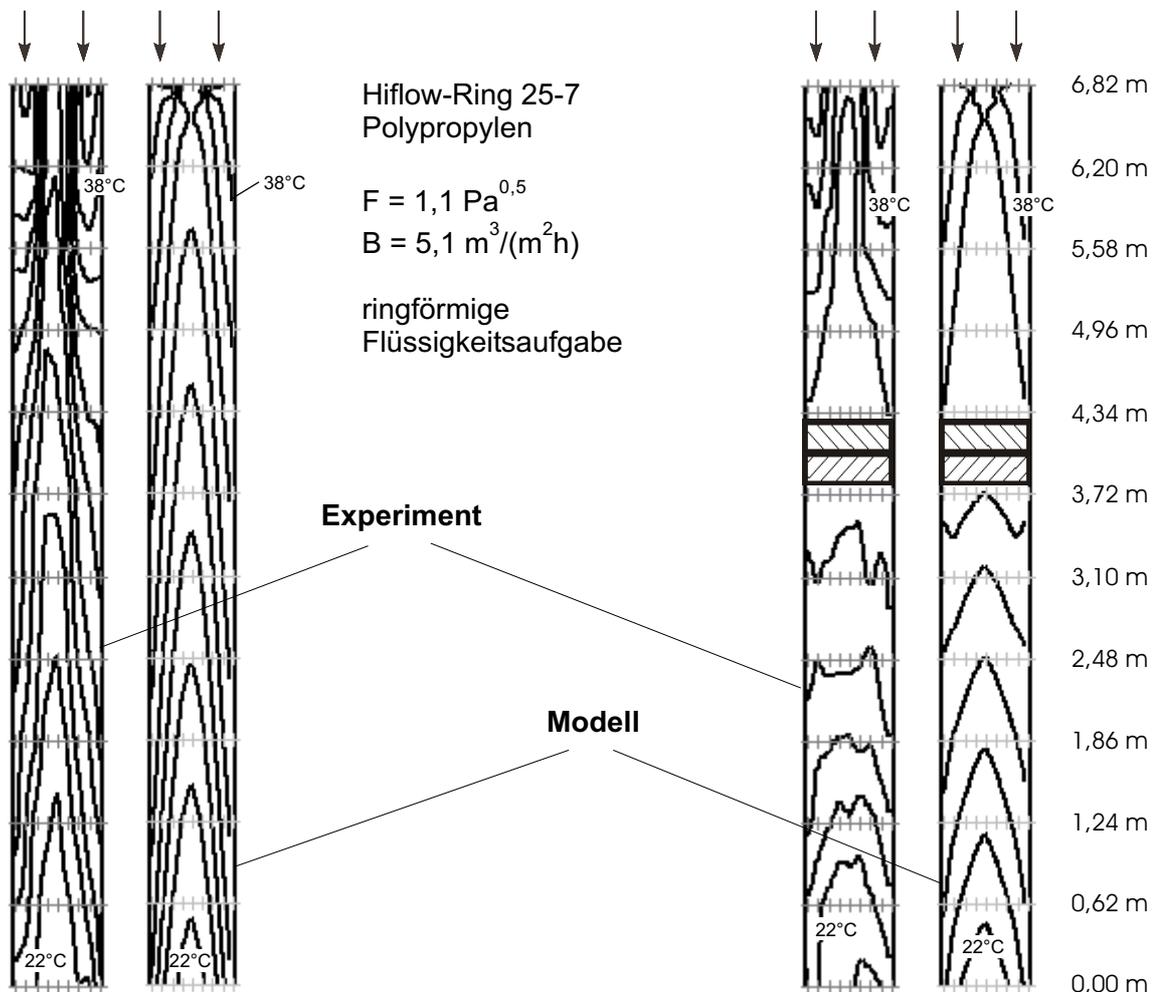


Abb. 7.3: Isothermenverläufe bei ringförmiger Flüssigkeitsaufgabe; Vergleich zwischen Experiment und Modell sowohl für die Referenzmessung als auch für den Einsatz einer Verteilzone

sters, welche die Lage der Aufgabetüllen des Flüssigkeitsverteilers außer Acht lässt, nicht anders zu erwarten. Da aber ein Ausgleich bereits nach wenigen Verteilungsebenen stattfindet, sind die Auswirkungen auf die Simulation des weiteren Strömungsverlaufs gering. So kann für die gesamte Packungshöhe eine sehr gute Wiedergabe des Temperaturprofils konstatiert werden.

Dies gilt auch für das obere Kolonnendrittel im Beispiel mit einer integrierten Verteilzone (rechte Seite). Das Hauptaugenmerk wird aber auch hier wieder auf eine korrekte Wiedergabe der Verteilwirkung der neuartigen Stoffaustauschpackung gelegt. Das Experiment zeigt bis zur Verteilzone eine Extremform der Randgängigkeit. Unterhalb der Elemente ist die Glockenform der Isothermen noch erkennbar, allerdings auf eine Minimum reduziert. Auch diese signifikante Vergleichmäßigung des Flüssigkeitsprofils wird vom Modell optimal erfasst.

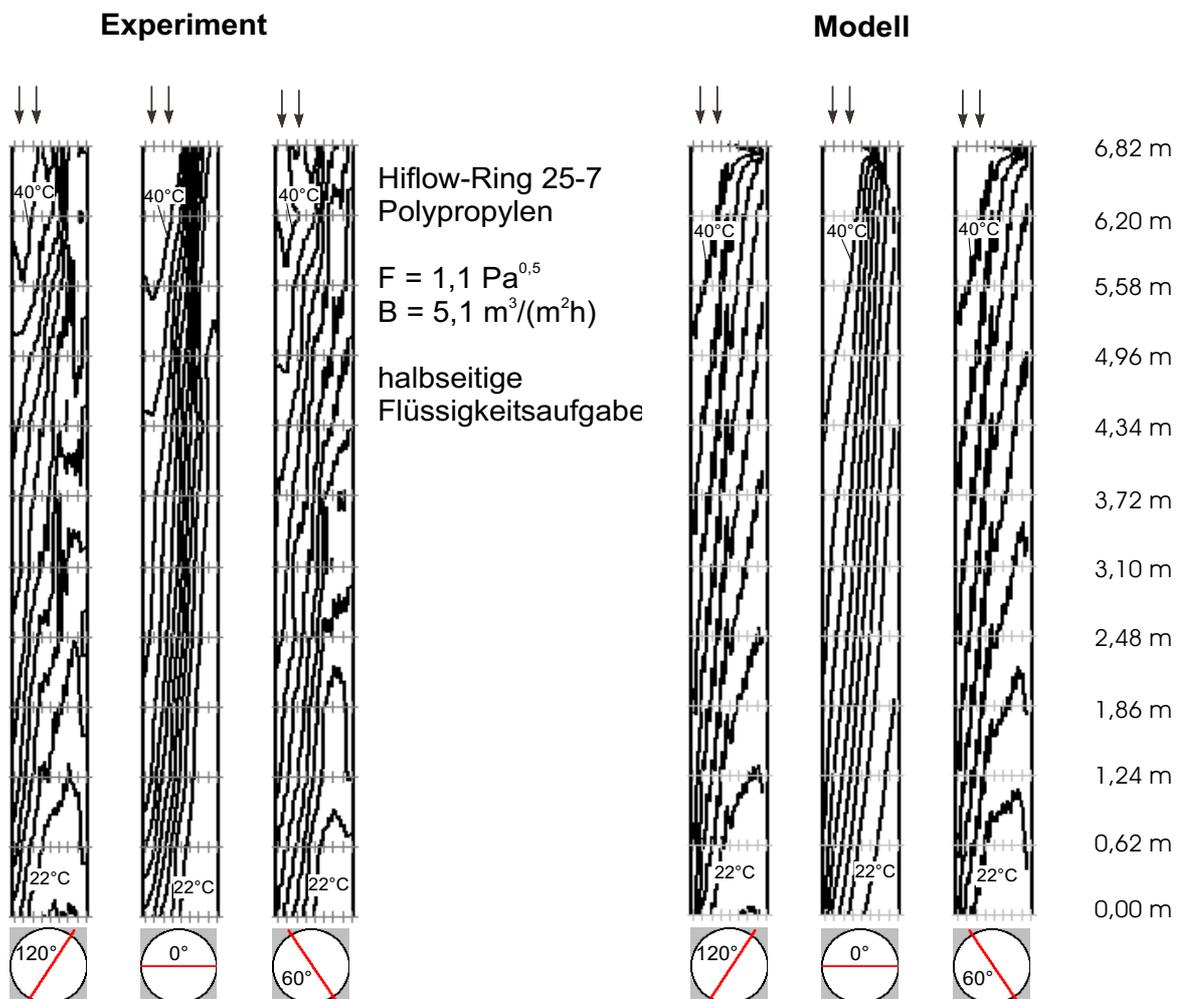


Abb. 7.4: Isothermenverläufe bei halbseitiger Flüssigkeitsaufgabe; Vergleich zwischen Experiment und Modell für die Referenzmessung

Die halbseitige Flüssigkeitsaufgabe ist die einzige nicht-rotationssymmetrische Anfangsverteilung. Der 0°-Längsschnitt durch die Kolonne liefert somit nicht die vollständige Information zu den Vorgängen im Packungsinneren. Um die Modellbildung beurteilen zu können, wird auf die drei bewährten Längsschnitte (siehe *Kapitel 6*) zurückgegriffen. In *Abbildung 7.4* wird der Referenzmessung das entsprechende Modellierungsergebnis gegenübergestellt. Der 0°-Schnitt lässt sowohl im Experiment als auch im Modell keinerlei Vergleichmäßigung erkennen. Erst durch die Hinzunahme der 60°- und 120°-Schnitte zeigt sich die Verteilung zur unberieselten Seite. Dieser Ausgleich wird durch die gewählte Verteilarithmetik erfolgreich wiedergegeben.

Die bisher gezeigten Beispiele für die Modellierung der reinen Füllkörperschüttung lassen den Schluss zu, dass die für Hiflow-Ringe festgelegten Dispersionskoeffizienten in Verbindung mit dem eingeführten Wandfaktor geeignet sind, den Strömungsverlauf bei einer reinen Füllkörperschüttung nachzubilden.

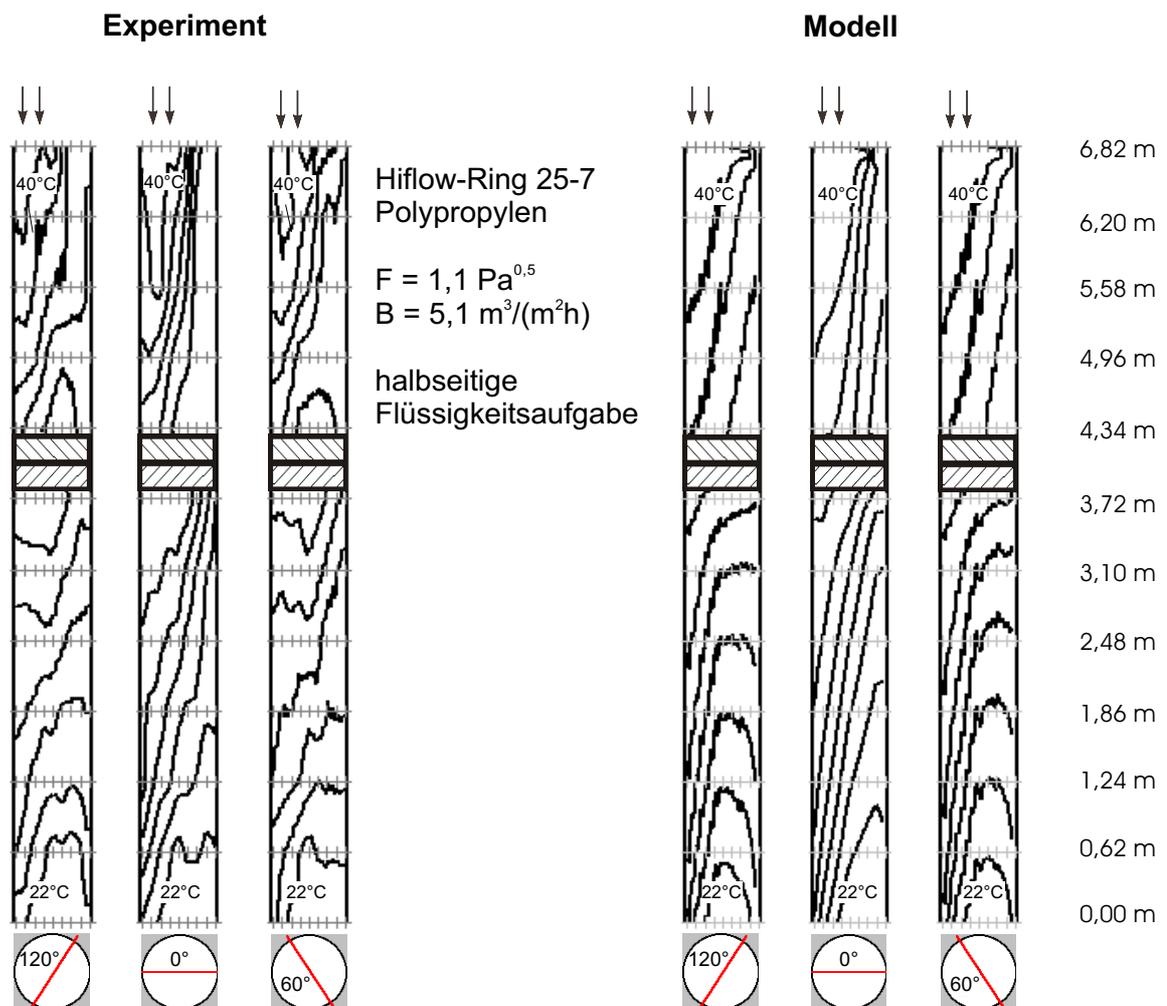


Abb. 7.5: Isothermenverläufe bei halbseitiger Flüssigkeitsaufgabe; Vergleich zwischen Experiment und Modell bei Einsatz von zwei Verteilelementpaaren

Abbildung 7.5 vergleicht experimentell ermittelte und berechnete Temperaturprofile bei halbseitiger Flüssigkeitsaufgabe und dem Einsatz eines Verteilelementpaares. Nachdem aufgrund der geringen Eigenverteilwirkung der eingesetzten Füllkörper in der oberen Kolonnenhälfte kaum ein Ausgleich stattfindet, zeigt sich gerade im 60°- und 120°-Schnitt eine deutliche Verbesserung des Strömungsprofils unterhalb der Verteilzone. Der Verteilalgorithmus zur Beschreibung der neuartigen Stoffaustauschpackung ist in der Lage, diese Verbesserung zu erfassen. Das Ausmaß des Flüssigkeitstransports von der berieselten zur unberieselten Seite ist in Modell und Experiment ähnlich stark ausgeprägt.

Die betrachteten Beispiele belegen, dass sowohl die Strömung innerhalb der Hiflow-Ring-Schüttung als auch die Funktionalität der Verteilelemente mit dem verwendeten Zellenmodell zufriedenstellend nachgebildet werden kann.

7.3 Maldistributionsfaktor aus Modellrechnung

Der Forderung nach einer quantitativen Aussage bezüglich des Maldistributionsgrades einer Packungskolonne wird in der Literatur durch die Einführung eines Maldistributionsfaktors MF_L nachgekommen (siehe *Kapitel 2*). Dieser stellt ein Maß für die Ungleichverteilung der Flüssigkeit über den Kolonnenquerschnitt dar. Im Falle einer Kolbenströmung nimmt der Maldistributionsfaktor den Wert Null an und steigt mit zunehmender Ungleichverteilung. Der Faktor basiert auf Messwerten zur Flüssigkeitgeschwindigkeit (Index L). Die üblicherweise verwendete Form [z.B. HOEK ET AL. 1986] zeigt *Gleichung 7.9*:

$$MF_L = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left(1 - \frac{w_i}{w_m} \right)^2 \quad (7.9)$$

Die lokalen Flüssigkeitgeschwindigkeiten w_i an der Stelle i werden durch Auslitern unterhalb eines Packungsbettes bestimmt, auf die über den Querschnitt gemittelte Flüssigkeitgeschwindigkeit w_m bezogen und über die Gesamtzahl n der Messstellen aufsummiert. Die Wahl der Bezugsfläche der lokalen Flüssigkeitgeschwindigkeiten ist entscheidend für einen aussagekräftigen Wert des Maldistributionsfaktors. Für unterschiedliche Bezugsflächen liefert derselbe physikalische Sachverhalt unterschiedliche Maldistributionskennzahlen, da es vom Diskretisierungsgrad abhängt, ob eine Small-Scale-Maldistribution erfasst wird oder nicht. Die Querschnittunterteilung sollte so ge-

wählt werden, dass ausschließlich großräumige Ungleichverteilungen in die Berechnung einfließen, da die Small-Scale-Maldistribution keinen nennenswerten Einfluss auf die Trennleistung hat.

Diese in der Literatur einheitliche Vorgehensweise hat den Vorteil, dass die Ergebnisse unterschiedlicher Autoren miteinander verglichen werden können. Allerdings beschränken sich die Erkenntnisse zwangsläufig auf die Verhältnisse am Austrittsquerschnitt. Die in der vorliegenden Arbeit angewandte Messmethode (siehe *Kapitel 6.1*) hat zwar den Vorteil, einen Einblick in das Innere der Packung zu gewähren, basiert aber auf Temperaturdaten anstelle der lokalen Flüssigkeitsbelastung. Die lokalen Flüssigkeitsgeschwindigkeiten sind zunächst unbekannt, sodass eine Quantifizierung der Maldistribution nur über einen Vergleich von Temperaturschwankungen über den Kolonnenquerschnitt erfolgen kann. Die Formulierung eines aussagekräftigen Maldistributionsfaktors ist zwar auch damit möglich, die ermittelten Werte erlauben allerdings ausschließlich einen Vergleich zwischen den eigenen Messdaten. SCHNEIDER 2004 formuliert den auf Temperaturdaten basierenden Maldistributionsfaktor MF_T wie folgt:

$$MF_{T,j} = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left(1 - \frac{T_{j,i}}{T_{j,m}}\right)^2} \quad (7.10)$$

Analog zum oben beschriebenen Maldistributionsfaktor MF_L werden die an der Stelle i einer Messebene j gemessenen Temperaturen $T_{j,i}$ auf die über den Querschnitt gemittelte Temperatur $T_{j,m}$ bezogen. Mit *Gleichung 7.10* lässt sich der Maldistributionsgrad an jedem beliebigen Messquerschnitt angeben. Um die gesamte Packungshöhe bezüglich des Maldistributionsausmaßes bewerten zu können, wird *Gleichung 7.10* zur Erfassung sämtlicher Messebenen N folgendermaßen erweitert:

$$MF_T = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left(1 - \frac{T_{j,i}}{T_{j,m}}\right)^2} \quad (7.11)$$

Um die eigenen Messreihen mit Literaturdaten vergleichen zu können, ist es erforderlich, eine Brücke zu schlagen zwischen den Maldistributionsfaktoren MF_L und MF_T . Unabhängig von der Höhe der ursprünglichen Flüssigkeitsbelastung oder der mittleren Querschnittstemperatur gibt der Maldistributionsfaktor ein Maß für die prozentuale Abweichung vom Querschnittsmittelwert an. An dieser Stelle steht man vor dem Problem, dass eine lokale prozentuale Abweichung von der mittleren Querschnittstemperatur nicht gleichzusetzen ist mit der entsprechenden prozentualen Abweichung von der mittleren Flüssigkeitsbelastung. Für den gleichen Strömungszustand liefern die beiden Fak-

toren unterschiedliche Werte, die sich nicht ineinander umrechnen lassen. KOURI UND SOHLO 1987 führen einen experimentellen Vergleich zwischen beiden Maldistributionsfaktoren durch, indem sie unterhalb einer 2 m hohen Füllkörperschüttung (Pall-Ring 25 mm bzw. 50 mm aus Polypropylen) sowohl die Flüssigkeitsverteilung als auch die Temperaturverteilung bestimmen. Der Temperaturverlauf über den Querschnitt korrespondiert zwar nahezu exakt mit dem Verlauf der Flüssigkeitsgeschwindigkeit, im Randbereich kommt es allerdings zu Abweichungen. Dies lässt sich dadurch erklären, dass bei der Temperaturmessung im Gegensatz zur Geschwindigkeitsmessung das Ergebnis nicht auf die vermessene Fläche bezogen wird. Auf der Suche nach einem Zusammenhang zwischen beiden Faktoren stellen KOURI UND SOHLO 1987 lediglich fest, dass der Strömungs-Maldistributionsfaktor um etwa eine Zehnerpotenz höher ausfällt als der Temperatur-Maldistributionsfaktor. Eine Umrechnung ist aufgrund der Differenzen im Randbereich nicht sinnvoll.

Des Weiteren ist zu beachten, dass sich die über den Kolonnenquerschnitt gemittelte Temperatur im Gegensatz zu der über den Kolonnenquerschnitt gemittelten Flüssigkeitsbelastung über die Kolonnenhöhe signifikant ändert. Legt man die vorliegenden Versuchsbedingungen zu Grunde, dann nimmt die mittlere Temperatur über die Kolonnenhöhe von etwa 40°C auf 20°C ab. Dies führt dazu, dass eine Halbierung der absoluten Temperaturabweichungen über die Kolonnenhöhe (also eine Abnahme der Ungleichverteilung) einen identischen Maldistributionsfaktor für Kopf- und Sumpfquerschnitt ergibt. Vergleichmäßigungen im Strömungsprofil werden durch den Verlauf des Temperatur-Maldistributionsfaktors also verzerrt wiedergegeben. Sein Wert sinkt nicht in dem Maße, wie es die Vergleichmäßigung des Strömungsprofils erwarten ließe. Daran wird deutlich, dass der Temperatur-Maldistributionsfaktor zwar geeignet ist, eigene Messdaten miteinander zu vergleichen, der Vergleich mit Literaturdaten aber bislang nicht möglich ist.

Das Zellenmodell kann einen Zusammenhang zwischen MF_T und MF_L liefern. Die Modellbildung basiert auf einer Anpassung der Temperaturprofile und liefert als Ergebnis unter anderem das bei bestmöglicher Übereinstimmung der Temperaturprofile ermittelte Strömungsprofil. Stochastische Ungleichverteilungen werden vom Modell freilich nicht wiedergegeben, dennoch kann dieses "geglättete" Strömungsprofil als gute Annäherung an das tatsächliche Strömungsprofil aufgefasst werden. Damit ist die Verbindung zwischen Temperaturverteilung und Flüssigkeitsverteilung hergestellt und der Strömungs-Maldistributionsfaktor MF_L kann für jede der bis zu 300 Stoffaustauschebenen

angegeben werden. Es ist allerdings ausreichend, die Auswertung auf diejenigen Stoffaus-tauschebenen zu beschränken, welche die 12 Messebenen der Versuchsanlage repräsentieren.

Im Folgenden sollen die Vorteile erläutert werden, die aus der Kenntnis des Verlaufs des Strömungs-Maldistributionsfaktors im Hinblick auf das Kolonnendesign gezogen werden können. Der Verlauf des Maldistributionsfaktors MF_L über die Kolonnenhöhe wird anhand dreier ausgewählter Beispiele diskutiert. Es handelt sich dabei um die Modellierungsergebnisse einer Hiflow-Ring-Schüttung mit unterschiedlichen Einbaumodalitäten der Verteilelemente. Die Berieselungsdichte liegt bei $B = 5,1 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$, die Gasbelastung bei $F = 1,1 \text{ Pa}^{0,5}$.

Abbildung 7.6 zeigt den Verlauf des Strömungs-Maldistributionsfaktors MF_L bei gleichmäßiger Flüssigkeitsaufgabe. Der Referenzmessung ohne Verteilelement wird die Einbauvariante mit einer mittig eingesetzten Verteilzone gegenübergestellt. Verfolgt man die errechneten Werte vom Kolonnenkopf abwärts, so stellt man fest, dass sich beide Kurven zunächst überlagern. Ausgehend von einem Startwert von $MF_L = 0$ (allen 85 Zellen wird die gleiche Flüssigkeitsstromdichte vorgegeben) steigt der Maldistributionsfaktor bis zur Auswertungsebene oberhalb der Verteilzone auf einen Wert von $MF_L = 0,25$. An dieser Stelle trennen sich die beiden Verläufe. Ohne Verteilelement steigt der Wert weiter, wobei sich der Anstieg kontinuierlich verlangsamt. Die Kurve nähert sich offensichtlich einem Endwert im Bereich zwischen 0,3 und 0,4 an, der als Quantifizierung der Flüssigkeitsungleichverteilung bei sogenanntem "natural flow" interpretiert werden kann. Die Verteilzone dagegen bewirkt einen Sprung im Kurvenverlauf. Die Auswertung der Messebene unterhalb der Verteilzone ergibt ein Absinken des Strömungs-Maldistributionsfaktors auf $MF_L = 0,16$. Ab diesem Punkt nähert sich der Verlauf wieder kontinuierlich der Referenzkurve an und es ist zu vermuten, dass bei einem ausreichend hohen Bett der gleiche Endwert erreicht würde.

Um die Vergleichmäßigung des Strömungsprofils, ausgedrückt durch den Sprung im Kurvenverlauf, und den Wertebereich des Maldistributionsfaktors richtig einordnen und deuten zu können, werden Modellierungsergebnisse für ungleichmäßige Flüssigkeitsaufgabe herangezogen. Die halbseitige Flüssigkeitsaufgabe stellt eine extreme Art der Ungleichverteilung dar, welche gemäß *Abbildung 7.7* mit einem Maldistributionsfaktor von $MF_L = 0,89$ für die oberste Messebene quantifiziert wird. Nach einer Vergleichmäßigung des Strömungsprofils sowohl für die Referenzmessung als auch für die Variante mit Verteilelement (ausgedrückt durch die Verringerung des Maldistributionsfaktors auf $MF_L = 0,8$) trennen sich die Kurven. Zwar findet auch ohne die Hilfe der Verteilelemente ein gewisser Ausgleich zur unberieselten Seite hin statt, die Abnahme des Maldistribu-

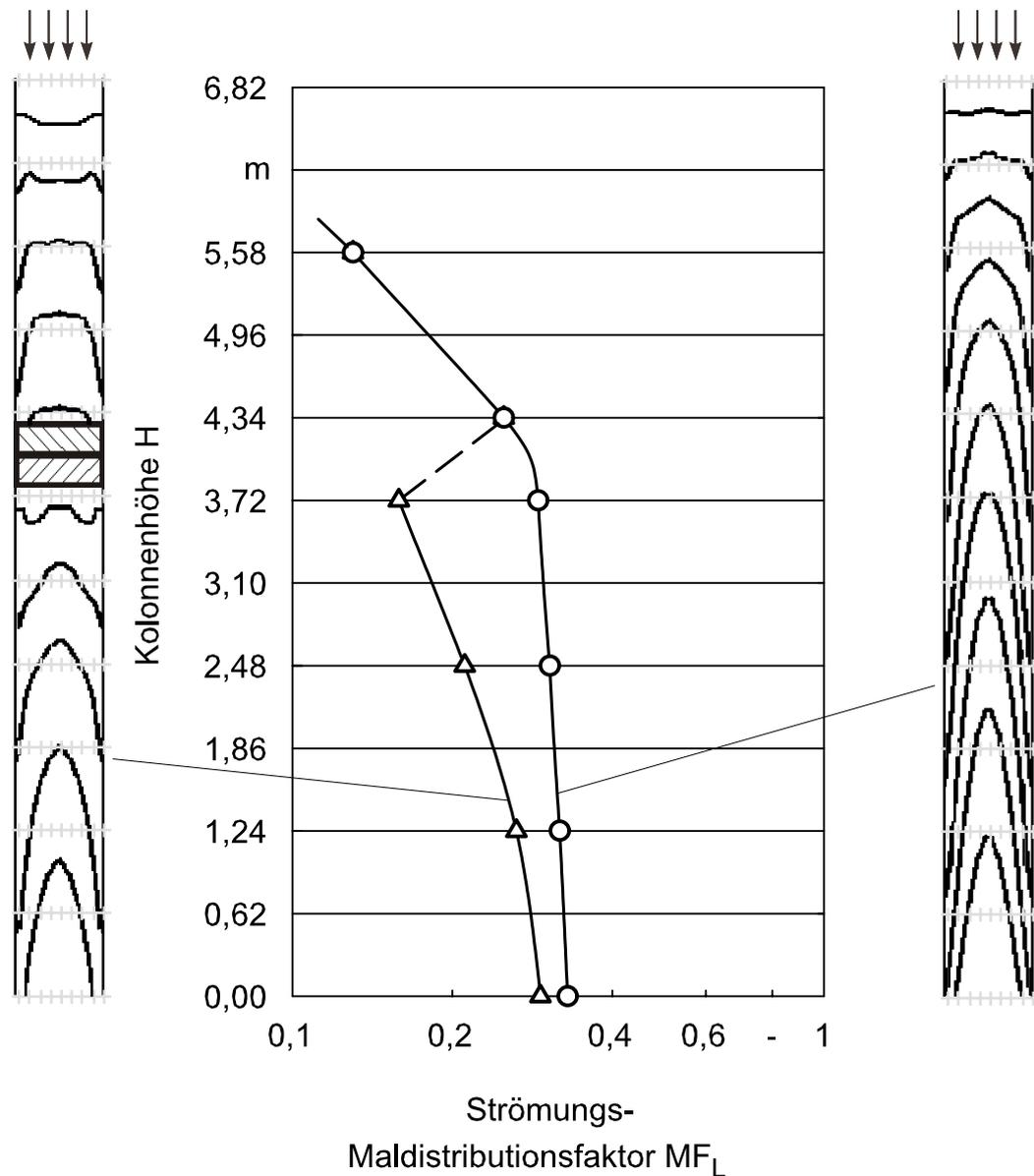


Abb. 7.6: Verlauf des Strömungs-Maldistributionsfaktors über die Kolonnenhöhe; Vergleich einer Hiflow-Ring-Schüttung mit und ohne Verteilzone bei gleichmäßiger Flüssigkeitsaufgabe

tionsfaktors fällt jedoch im Bereich der Verteilzone wesentlich höher aus. In der unteren Kolonnenhälfte verlaufen die Kurven annähernd äquidistant. Die Variante mit integrierter Verteilzone erreicht dabei einen Maldistributionsgrad am unteren Ende der Packung ähnlich dem für gleichmäßige Aufgabe am Austrittsquerschnitt. Dies lässt den Schluss zu, dass mit Unterstützung eines einzigen Verteilelementpaares selbst bei halbseitiger Flüssigkeitsaufgabe die natürliche Verteilung ("natural flow") über die untersuchte Packungshöhe annähernd erreicht werden kann.

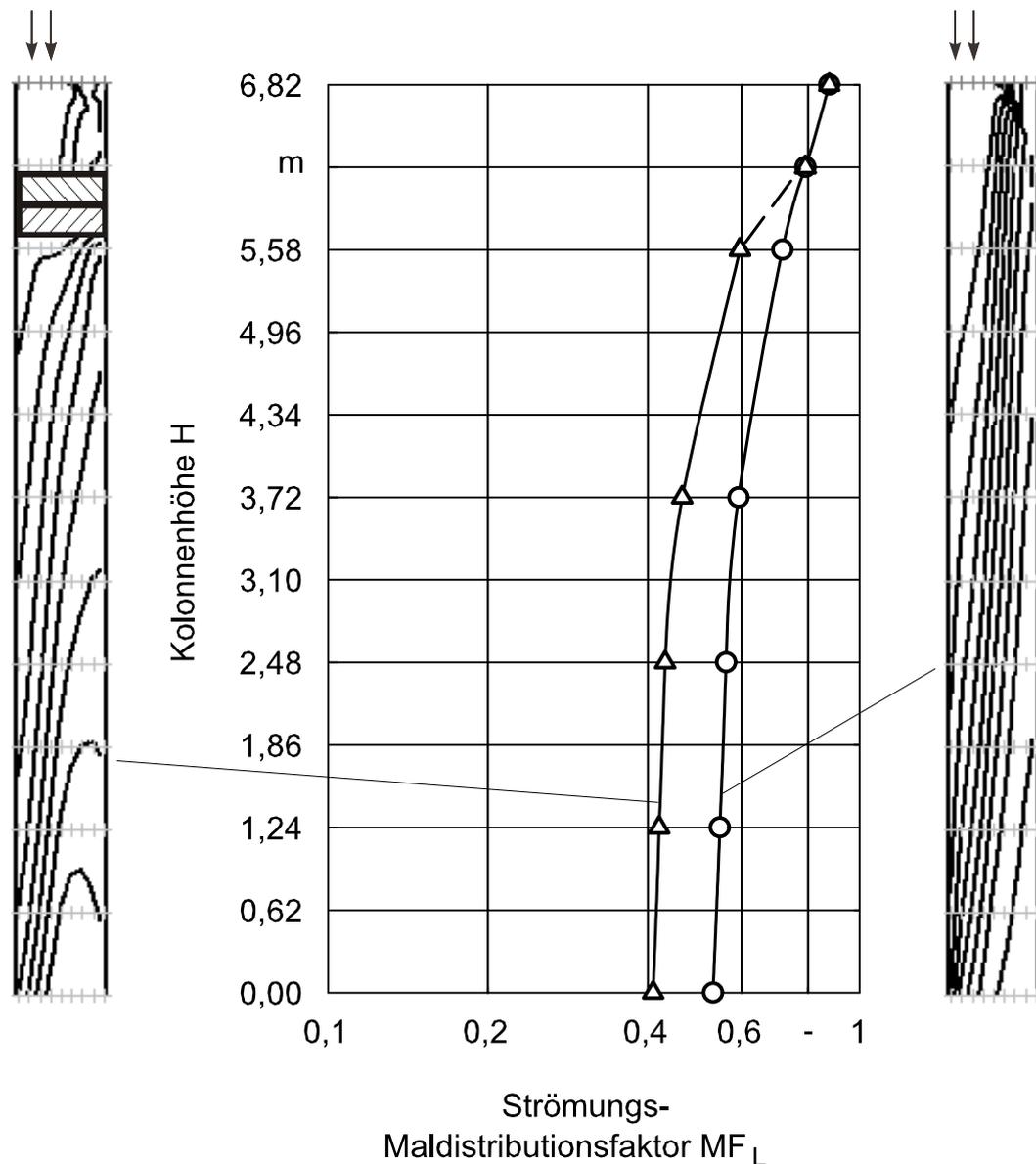


Abb. 7.7: Verlauf des Strömungs-Maldistributionsfaktors über die Kolonnenhöhe; Vergleich einer Hiflow-Ring-Schüttung mit und ohne Verteilzone bei halbseitiger Flüssigkeitsaufgabe

Allein anhand der Betrachtung der Isothermen ist es gerade bei halbseitiger Flüssigkeitsaufgabe schwer, Veränderungen im Strömungsprofil auszumachen. Speziell bei dieser Art der Flüssigkeitsanfangsverteilung hilft die Betrachtung des Verlaufs des Strömungs-Maldistributionsfaktors, die Vorgänge im Inneren der Packung zu bewerten.

Im Falle der ringförmigen Aufgabe ist der Referenzmessung ein Beispiel mit zwei Verteilzonen gegenübergestellt. Wie schon bei halbseitiger Aufgabe liegt der Maldistributionsfaktor für die oberste Messebene bei $MF_L = 0,89$. Die Werte sind identisch, da in

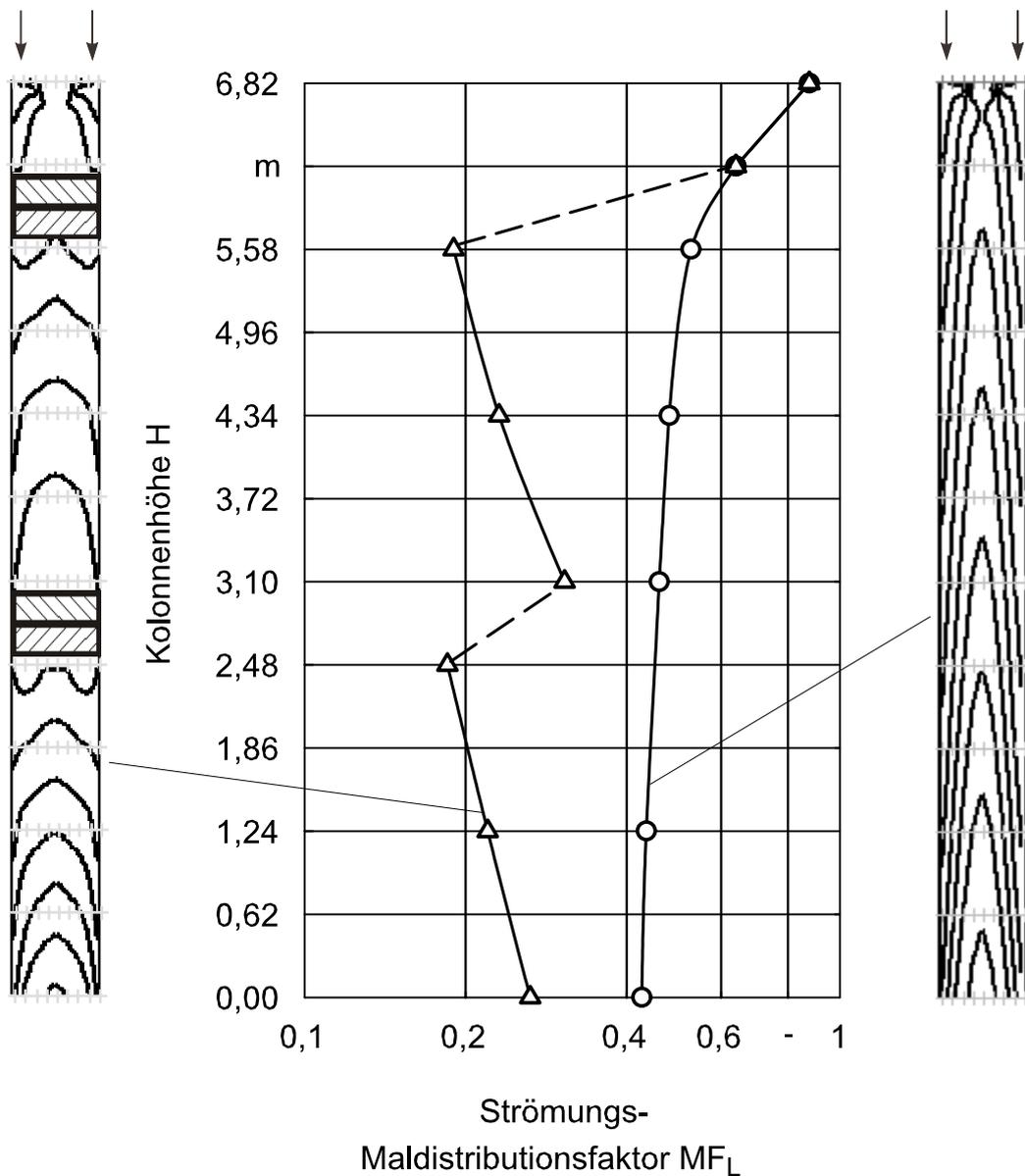


Abb. 7.8: Verlauf des Strömungs-Maldistributionsfaktors über die Kolonnenhöhe; Vergleich einer Hiflow-Ring-Schüttung mit und ohne Verteilzone bei ringförmiger Flüssigkeitsaufgabe

beiden Fällen die gleiche Anzahl an Zellen mit Flüssigkeit beaufschlagt wird, während der Rest der Zellen unberieselt bleibt. Die ringförmige Anordnung berieselter Zellen stellt aber offensichtlich eine günstigere Ausgangssituation für ein Aufspreiten der Flüssigkeit dar, als es bei halbseitiger Verteilung der Fall ist. Dies äußert sich in der weit stärkeren Abnahme des Maldistributionsfaktors bis zur ersten Auswertungsebene unterhalb des Kolonnenkopfes auf einen Wert von $MF_L = 0,64$ ($MF_L = 0,8$ bei halbseitiger Aufgabe). Der darauf folgende signifikante Sprung im Kurvenverlauf auf Höhe der ersten Verteilzone spiegelt den positiven Einfluss der Elemente bei der Unterdrückung der

Randgängigkeit wieder. Eine Verteilgüte entsprechend einem Maldistributionsfaktor von $MF_L = 0,19$ wird erreicht. Ausgehend von dieser nahezu optimalen Flüssigkeitsverteilung ist im Bereich zwischen erster und zweiter Verteilzone eine Verschlechterung des Strömungsprofils hinzunehmen. Der Maldistributionsfaktor steigt auf $MF_L = 0,31$ an. Erst der Einsatz eines zweiten Elementenpaares bewirkt das erneute Absinken auf $MF_L = 0,18$.

Das Strömungsprofil der Referenzmessung dagegen vergleichmäßig sich kontinuierlich, der Ausgleich verläuft allerdings sehr langsam. Es ist zu vermuten, dass sich wie schon bei gleichmäßiger und halbseitiger Anfangsverteilung bei ausreichender Betthöhe auch hier ein Maldistributionsfaktor kleiner als $MF_L = 0,4$ einstellt.

Dieses Beispiel demonstriert eindrucksvoll das Potential der neuartigen Stoffaustauschpackung mit erhöhter Querverteilung. Quantitativ kann erfasst werden, welche Auswirkungen die in regelmäßigen Abständen in die Packung integrierten Verteilzonen auf das Strömungsprofil haben. Diese Art der Auftragung hilft dabei, Versuchsergebnisse zu interpretieren. Die alleinige Betrachtung der Isothermenplots lässt zwar rein qualitativ Veränderungen im Strömungsprofil erkennen, das Ausmaß dieser Veränderungen ist daran nicht zu ermessen.

Allein auf der Basis theoretischer Überlegungen kann ohne aufwändige Strömungssimulation die durch den Einsatz eines Verteilelementpaares hervorgerufene Veränderung des Maldistributionsfaktors MF_L für beliebige Flüssigkeitsverteilungen angegeben werden. Aufgrund der Kanalstruktur der Elemente ist für eine vorgegebene Flüssigkeitsverteilung am Eintrittsquerschnitt die Verteilung am Austrittsquerschnitt festgelegt. Eine Bestimmung des Maldistributionsfaktors oberhalb und unterhalb einer Verteilzone mit dem Diskretisierungsgrad einzelner Kanäle ist allerdings nicht sinnvoll, da die Anzahl der berieselten Kanäle und somit der Wert für den Maldistributionsfaktor für Ein- und Austrittsquerschnitt identisch ist. Bei einer Querschnittsaufteilung dieses Feinheitsgrades (1500 Kanäle) wird über den Maldistributionsfaktor die Small-Scale-Maldistribution erfasst, welche kaum Auswirkungen auf die Trennleistung hat. Ein Zellenraster entsprechend *Abbildung 7.1* ist zweckmäßig zur Bestimmung der durch den Einsatz eines Verteilelementpaares hervorgerufenen Änderung des Strömungs-Maldistributionsfaktors. In *Tabelle 7.1* ist für ausgewählte Beispielfälle die durch die Verteilelemente erzielte Vergleichmäßigung des Strömungsprofils quantitativ angegeben.

Tab. 7.1: Vergleichmäßigung des Strömungsprofils beim Durchtritt durch ein Verteilelement-paar für verschiedene Arten der Flüssigkeitsaufgabe

Flüssigkeitsaufgabe	betrachteter Querschnitt	MF_L [-]	Anteil berieselte Fläche
gleichmäßig	Eintrittsquerschnitt	0	100 %
	Austrittsquerschnitt	0	
punktförmig	Eintrittsquerschnitt	9	10 %
	Austrittsquerschnitt	2,2	
halbseitig	Eintrittsquerschnitt	1	50 %
	Austrittsquerschnitt	0,77	
ringförmig	Eintrittsquerschnitt	1	50 %
	Austrittsquerschnitt	0,32	

Mit Kenntnis der Verläufe des Maldistributionsfaktors und unter Berücksichtigung der experimentellen Ergebnisse (siehe *Kapitel 6*) ist es möglich, einen oberen Grenzwert für den Maldistributionsfaktor festzulegen, ab welchem standardmäßig eine Verteilzone eingeplant werden sollte. So würde ein im Designstadium einer Kolonne durchgeführte Simulation des Strömungsprofils automatisch zu den im jeweiligen Anwendungsfall optimalen Einbauabständen der Verteilelemente führen. Bei der Festlegung dieses Grenzwertes kann man sich am Wert für die natürliche Verteilung orientieren. Im vorliegenden Fall einer Hiflow-Ring-Schüttung strebt der Maldistributionsfaktor ohne jeglichen Eingriff in die Strömung einem Wert zwischen $MF_L = 0,35$ und $MF_L = 0,4$ entgegen. Als Maximalwert für den Maldistributionsfaktor wird daraufhin $MF_{L,max} = 0,35$ vorgeschlagen. Dadurch würde eine Verteilgüte sichergestellt, die der natürlichen Verteilung zumindest entspricht. Der maximale Einbauabstand für Verteilzonen liegt somit fest und kann mit etwa 3 m angegeben werden.

8 Untersuchungen am Flüssig/flüssig-System

Die neuartige Stoffaustauschpackung mit erhöhter Querverteilung wurde ursprünglich für den Einsatz in einem Gas/flüssig-System konzipiert, wie es bei gängigen Trennprozessen wie der Rektifikation oder der Absorption vorliegt. Da allerdings die Problematik einer ungleichmäßig über den Kolonnenquerschnitt verteilten Phase mit dem damit verbundenen Trennleistungsabfall auch bei Flüssig/flüssig-Systemen, wie z.B. bei der Solventextraktion, beschrieben wird, erscheint es sinnvoll, die Wirkungsmechanismen der neuartigen Stoffaustauschpackung auch auf Flüssig/flüssig-Systeme zu übertragen. Eine in früheren Forschungsarbeiten [HUFNAGEL 1992, ZAMPONI 1996] bereits verwendete Versuchsanlage wird für die Untersuchungen übernommen und entsprechend umgerüstet.

8.1 Versuchsaufbau

Ein Fließschema der Versuchsanlage bestehend aus pulsierter Extraktionskolonne samt angeschlossener Aufbereitungsanlage für die Extraktphase ist in *Abbildung 8.1* dargestellt. Das wässrige Feed befindet sich im Vorlagenbehälter B4. Dort wird mit Hilfe der Kolbendosierpumpe P3 aus den Behältern B5 bzw. B6 die gewünschte Menge Aceton (Übergangskomponente) zugemischt. Um eine homogene Mischung zu erhalten, ist ein mehrstündiges Umpumpen der Vorlage über die Kolbendosierpumpe P1 erforderlich. Das Feed kann wiederum über Pumpe P1 zum Kopf der Extraktionskolonne K1 gefördert werden. Mit Hilfe eines Wärmetauschers wird das Feed vor Eintritt in die Kolonne auf 20°C temperiert.

Die organische Phase gelangt mit Hilfe der Kolbendosierpumpe P2 vom Vorlagenbehälter B1 zum Kolonnensumpf, wird über einen Fingerverteiler dispergiert und durchläuft aufgrund der Dichtedifferenz im Gegenstrom zur wässrigen Phase die Kolonne von unten nach oben. Auch die organische Phase wird im Zulauf über einen Wärmetauscher auf 20°C temperiert.

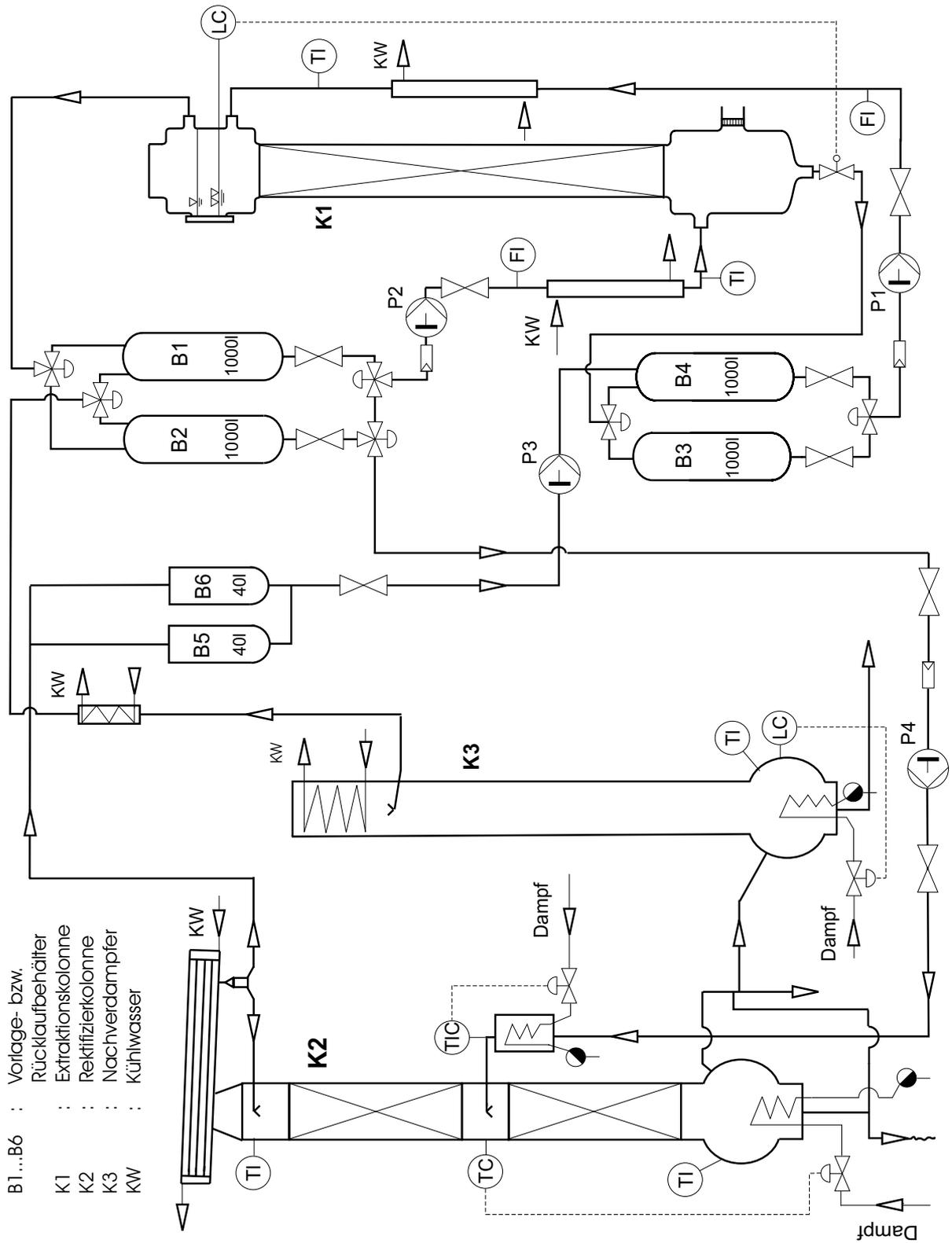


Abb. 8.1: Fließschema Versuchsanlage

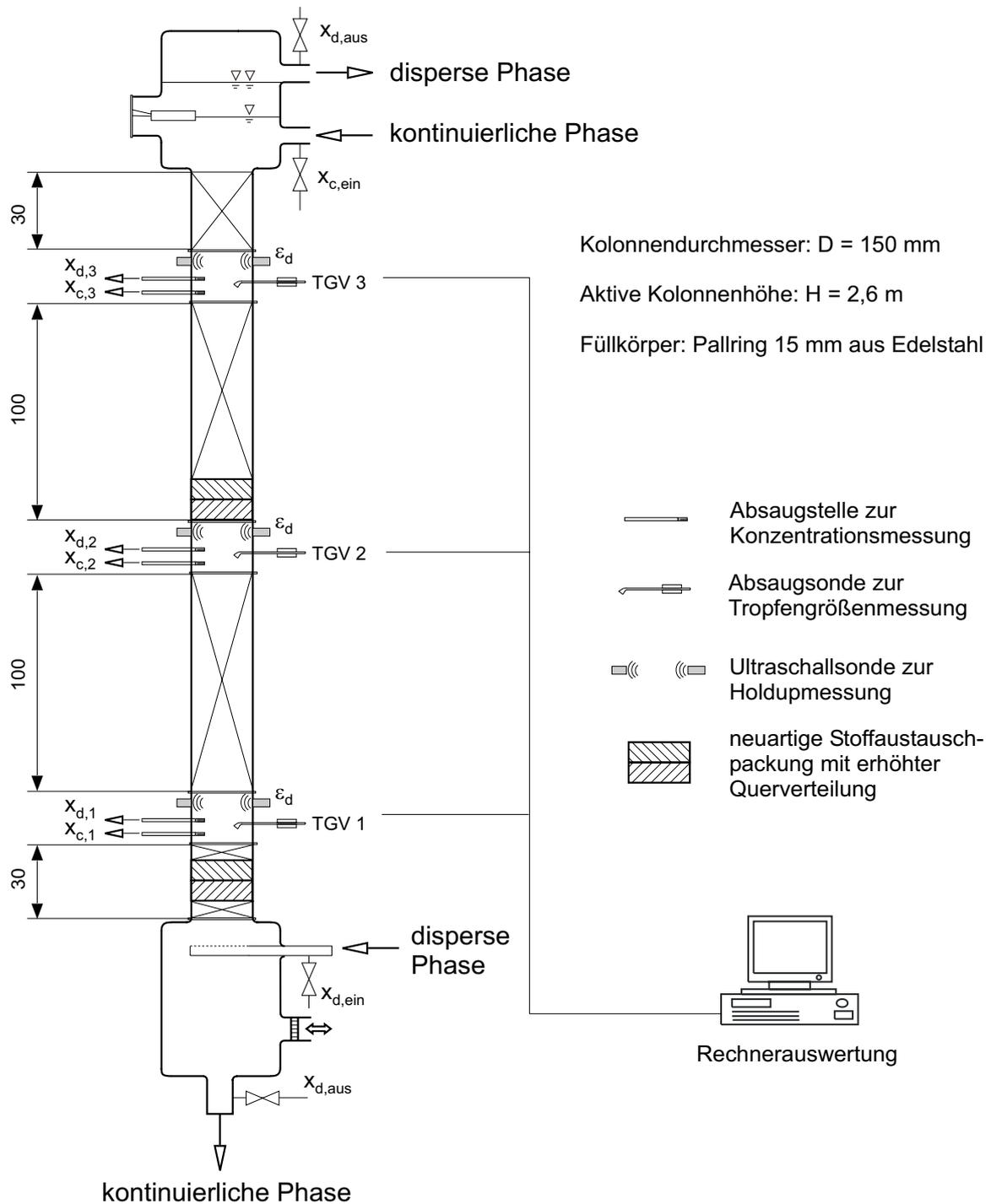


Abb. 8.2: Pulsierte Füllkörper-Extraktionskolonne mit Messtechnik

Das am Sumpf abgezogene Raffinat wird zur Zwischenlagerung in den Behälter B3 gefördert. Am Ende eines Versuches wird es in Behälter B4 umgepumpt, um für nachfolgende Versuche wieder mit Aceton angereichert zu werden. Das Extrakt wird vom Kopf der Kolonne in den Zwischenbehälter B2 geleitet. Zur Abtrennung der Übergangskomponente Aceton wird es mit Hilfe der Kolbendosierpumpe P4 über einen Vorwärmer zur Rektifizierkolonne K2 gefördert und auf mittlerer Höhe flüssig siedend eingespeist. Der

Leichtsieder Aceton verlässt die Rektifizierkolonne über Kopf und wird kondensiert. Anschließend wird das Aceton in einen der beiden Behälter B5 bzw. B6 zurückgeführt und kann für weitere Versuche verwendet werden.

Am Sumpf der Rektifizierkolonne wird der Schwersieder Toluol abgezogen. Das Toluol wird im Nachverdampfer von schwersiedenden Verunreinigungen befreit, kondensiert und unterkühlt und gelangt anschließend wieder in den Vorlagenbehälter B1.

Die Extraktionskolonne samt installierter Messtechnik ist in *Abbildung 8.2* gesondert dargestellt. Es handelt sich um eine Füllkörperkolonne (Pall-Ringe aus Edelstahl, 15 mm) mit einem Durchmesser von 150 mm und einer aktiven Höhe von 2,6 m. Die aktive Höhe wird durch drei Flansche zur Aufnahme der Messvorrichtungen unterbrochen. Eine Probeentnahme zur Bestimmung der Acetonkonzentration in wässriger und organischer Phase ist jeweils an den Zu- und Abläufen der Phasen sowie an drei Stellen innerhalb des aktiven Teils der Kolonne vorgesehen. Der Hold-up der Dispersphase und die Tropfengrößenverteilung der Dispersphase werden ebenfalls dreimal über die Kolonnenhöhe verteilt ermittelt. Die genaue Position der jeweiligen Messvorrichtungen ist *Abbildung 8.2* zu entnehmen. Die verwendete Messtechnik wird in *Kapitel 8.3* näher beschrieben. Die schraffierten Bereiche innerhalb der Kolonne markieren die Position der Verteilelemente.

8.2 Stoffsystem

Für die Versuchsdurchführung wird das von der EFCE (European Federation of Chemical Engineering) als ein System mit hoher Grenzflächenspannung empfohlene Standardtestsystem Toluol/Aceton/Wasser verwendet. Die Stoffübergangskomponente ist hierbei Aceton, welches von der wässrigen in die organische Phase übergeht. Gemäß *BLAß 1992* wird die organische Phase (Toluol) dispergiert, die wässrige Phase (Wasser/Aceton) liegt kontinuierlich vor. In *Tabelle 8.1* sind die Stoffdaten von Toluol, Aceton und Wasser bei 20°C nach *MÍŠEK 1984* aufgelistet.

Für das wässrige Feed wird destilliertes Wasser verwendet, Toluol und Aceton stehen in technisch reinem Zustand zur Verfügung. Dichte und Viskosität der beiden Phasen ändern sich im Konzentrationsbereich bis 6 Ma% Aceton nur geringfügig mit der Acetonkonzentration [*HUFNAGL 1992*]. Dadurch können für die Auswertung der Versuchsreihen die in *Tabelle 8.1* aufgetragenen Werte der reinen Stoffe verwendet werden.

Tab. 8.1: Reinstoffdaten von Toluol, Aceton und Wasser bei 20°C nach MÍŠEK 1984

	Toluol	Aceton	Wasser
Dichte [kg/m ³]	866,7	790,5	998,2
Viskosität [10 ⁻³ Pas]	0,586	0,322	1,003
Grenzflächenspannung [10 ⁻³ N/m]	33,4		

8.3 Messtechnik

8.3.1 Konzentrationsmessung

Die Bestimmung der Acetonkonzentration in der organischen und in der wässrigen Phase erfolgt mit Hilfe der Gaschromatographie. Die Entnahme der dafür nötigen Proben ist an drei Stellen in der Kolonne, sowie am Zu- und Ablauf einer jeden Phase vorgesehen (siehe *Abbildung 8.2*). Die Probeentnahme an Zu- und Ablauf stellt keine Schwierigkeit dar, da an diesen Stellen die Phasen getrennt voneinander und kontinuierlich vorliegen. Zur Probeentnahme aus dem Zweiphasengemisch im aktiven Teil der Kolonne werden dagegen spezielle Absaugsonden benötigt, um wässrige und organische Phase separat zu erhalten. Abhängig davon, ob wässrige oder organische Phase abgezogen werden soll, unterscheidet sich der Aufsatz auf den Sonden. Der Aufsatz ist jeweils aus einem Material gefertigt, das bevorzugt von der entsprechenden Phase benetzt wird. Für die wässrige Phase wird ein poröser Edelstahlzylinder aufgesetzt, bei der organischen Phase ist es ein poröser PTFE-Zylinder. Die Absaugung erfolgt allein über den hydrostatischen Druck in der Kolonne. Mit Hilfe von Nadelventilen wird an jeder Probeentnahmestelle manuell eine ausreichend langsame Absauggeschwindigkeit eingestellt, um den Erhalt einer einphasigen Probe zu gewährleisten.

8.3.2 Messung der Tropfengrößenverteilung

Für die Messung der Tropfengrößenverteilung werden fotoelektrische Absaugsonden [PILHOFER UND MILLER 1972] eingesetzt. Die Sondenmethode ist gemäß BLAß 1988 die beste Lösung für Systeme mit mittlerer und hoher Grenzflächenspannung. Der Aufbau der Sonden ist in *Abbildung 8.3* dargestellt. Über die Kolonnenhöhe verteilt werden drei dieser Sonden angebracht. Die exakte Einbauposition ist *Abbildung 8.2* zu entnehmen.

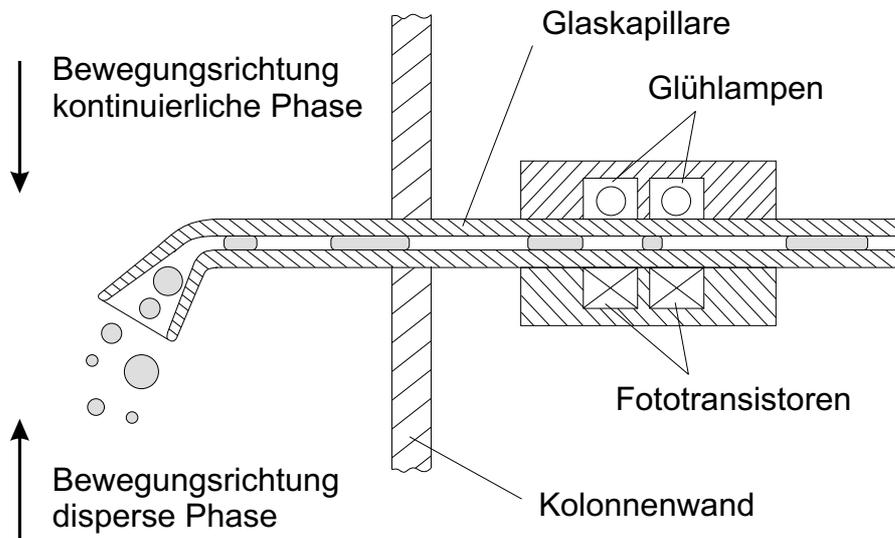


Abb. 8.3: Pilhoferprobe zur Bestimmung der Tropfengrößenverteilung

Das Zweiphasengemisch aus disperser und kontinuierlicher Phase strömt aufgrund des hydrostatischen Drucks in der Kolonne in die trichterförmige Öffnung einer Glaskapillare. In der Kapillare verformen sich die Tropfen der dispersen Phase zu annähernd zylindrischen Pfropfen. Die Messsonde, die auf die Kapillare aufgeschoben wird, besteht im Wesentlichen aus zwei Lichtschranken, gebildet aus je einem Glühlämpchen und einem Fototransistor. Die Lichtschranken sind in einem Abstand von 2 mm um 90° versetzt angeordnet. Die registrierte Lichtintensität und damit der elektrische Widerstand des Phototransistors ist abhängig von der gewählten Lampenspannung und vom Brechungsindex des Stoffes.

Strömt ein Toluolpfropfen an einer Lichtschranke vorbei, so wird diese aufgrund des im Vergleich zur wässrigen Phase größeren Brechungsindex von Toluol unterbrochen. Es ergeben sich als Messsignal Spannungsverläufe, aus denen die Länge des Pfropfens und die Absauggeschwindigkeit ermittelt werden kann. Setzt man voraus, dass der Pfropfen den gesamten Querschnitt der Kapillare ausfüllt und lediglich eine geringfügige Krümmung an seinen Enden aufweist, was bei Stoffsystemen mit hoher Grenzflächenspannung angenommen werden darf [GOLDMANN 1986], so kann der Pfropfen annähernd als idealer Zylinder betrachtet werden. Der Kugeldurchmesser d_{Tr} einer dem Tropfen volumengleichen Kugel berechnet sich demnach zu

$$d_{Tr} = \sqrt[3]{\frac{3}{2} \cdot l_Z \cdot d_{Kap}^2} \quad (8.1)$$

mit d_{Kap} als Innendurchmesser der Glaskapillare und l_Z als Länge des Toluolzylinders in der Glaskapillare.

Die Messdatenerfassung und -auswertung erfolgt mit Hilfe des Programmpaketes Hydromess 1.40. Um eine statistisch abgesicherte Tropfengrößenverteilung zu erhalten, durchläuft das Programm eine Messung von mindestens 1000 Tropfen je Sonde. Für die Bewertung der Tropfengrößenverteilung wird der Sauterdurchmesser $d_{2,3}$ herangezogen. Er ist definiert als Tropfendurchmesser eines monodispersen Tropfenschwarms, der die gleiche volumenbezogene Oberfläche aufweist, wie der in der Realität vorliegende polydisperse Tropfenschwarm.

$$d_{2,3} = \frac{\sum n_i \cdot d_i^3}{\sum n_i \cdot d_i^2} \quad (8.2)$$

8.3.3 Hold-up-Messung

Es werden in der Literatur eine Vielzahl von Verfahren vorgestellt, um den Volumenanteil der dispersen Phase messtechnisch zu erfassen. Die gängigsten Methoden, wie die Differenzdruckmethode oder die Anwendung eines Schnellschlussventils können an der Extraktionsanlage aufgrund der Pulsation und der Füllkörperschüttung nicht eingesetzt werden, sodass für die Versuche ein Ultraschall-Messverfahren ausgewählt wird.

Zur Messung des Hold-up werden über die Kolonnenhöhe verteilt drei Messstellen vorgesehen (s. *Abbildung 8.2*). Die verwendete Methode beruht auf der Laufzeitmessung von Ultraschallsignalen durch das Zweiphasengemisch. Dabei wird die Tatsache genutzt, dass die Ausbreitungsgeschwindigkeit des Ultraschallsignals w_{US} in Flüssigkeiten abhängig ist von deren Dichte ρ und adiabatischer Kompressibilität β_{ad} . Dieses Verfahren wird zum ersten Mal von HAVLÍČEK UND SOVOVÁ 1984 beschrieben. Deren Vorgehensweise macht es allerdings noch erforderlich, Sender und Empfänger des Ultraschallsignals direkt mit den zu untersuchenden Medien in Kontakt zu bringen. Erst BONNET UND TAVLARIDES 1987 stellen eine Methode vor, bei der das Ultraschallverfahren ohne Eingreifen in die Fluidodynamik der Kolonne anzuwenden ist. Dabei wird zunächst davon ausgegangen, dass bei dem zu untersuchenden Gemisch beide Phasen als Kontinuum übereinandergeschichtet vorliegen. Die mittlere Schallgeschwindigkeit $w_{US,m}$ ist demnach lediglich von den Schallgeschwindigkeiten $w_{US,1}$ bzw. $w_{US,2}$ in den einzelnen Phasen und von dem Verhältnis der in den Phasen zurück zu legenden Weglängen l_1 und l_2 abhängig.

$$w_{US,m} = \left(\frac{l_1}{l_1 + l_2} \cdot \frac{1}{w_{US,1}} + \frac{l_2}{l_1 + l_2} \cdot \frac{1}{w_{US,2}} \right)^{-1} \quad (8.3)$$

Diese Annahme führt bei direkter Übertragung auf eine homogene Dispersion zu der in der Literatur als *TA-Modell* (time-averaged model [YI UND TAVLARIDES 1990]) vorgestellten Berechnungsmethode des Hold-up:

$$\varepsilon_{TA} = \frac{w_{US,m} - w_{US,1}}{w_{US,2} - w_{US,1}} \quad (8.4)$$

Das *TA-Modell* lässt allerdings außer Acht, dass der Durchtritt des Ultraschallsignals durch die sphärische Tropfenoberfläche der dispergierten Phase mit einer Beugung der Schallwellen verbunden ist. Dadurch wird die Weglänge, die durch die disperse Phase zurückgelegt werden muss, verändert. Dies hat Einfluss auch die Laufzeit durch das Zweiphasengemisch und somit auf die Berechnung des Hold-up. Um die Laufzeitänderung aufgrund der Beugung bei der Berechnung des Hold-up zu berücksichtigen, wird von YI UND TAVLARIDES 1990 ein Korrekturfaktor λ eingeführt:

$$\lambda = \frac{1}{(w_{US,d}/w_{US,c})^2} \cdot \left[1 - \left(1 - \left(\frac{w_{US,d}}{w_{US,c}} \right)^2 \right)^{3/2} \right] \quad (8.5)$$

Die Berechnung des Hold-up erfolgt nunmehr nach dem *SDTA-Modell* (spherical droplet correction time-averaged model) gemäß folgender Gleichung:

$$\varepsilon_{SDTA} = \frac{1}{\lambda} \cdot \varepsilon_{TA} \quad (8.6)$$

Zur Hold-up-Messung werden Prüfköpfe in Verbindung mit dem Ultraschallmessgerät EPOCH4 der Firma Panametrics GmbH verwendet. Die Prüfköpfe können wahlweise als Sender oder Empfänger eingesetzt werden. Das Messgerät EPOCH4 misst die Laufzeit t_{US} eines Ultraschallsignals vom Sender- zum Empfängerprüfkopf. Mit Kenntnis des Abstandes x der beiden Prüfköpfe kann die Schallgeschwindigkeit $w_{US,m}$ im Zweiphasengemisch berechnet werden.

8.4 Bestimmung der Trennleistung

Zur Bestimmung der Trennleistung der Extraktionskolonne wird das Konzept der Gleichgewichtsstufen herangezogen. Unter der Annahme gerader Arbeitslinie und Gleichgewichtslinie, kann die Anzahl der Gleichgewichtsstufen bezogen auf die aktive Kolonnenhöhe n_{th}/H_{ak} rechnerisch ermittelt werden (vgl. *Kapitel 4.2*):

$$\frac{n_{th}}{H_{ak}} = \frac{1}{\ln F \cdot H_{ak}} \cdot \ln \left(\frac{Q-1}{F \cdot Q-1} \right) \quad (8.7)$$

mit

$$Q = \frac{X_{ein} - X_{aus}}{X_{ein} - \frac{Y_{ein}}{m}} \quad (8.8)$$

und

$$F = \frac{\dot{M}_c / \dot{M}_d}{m} \quad (8.9)$$

Hierbei stehen X und Y für die Massenbeladung der Übergangskomponente in der kontinuierlichen (X) und der dispersen (Y) Phase. Der Verteilungsfaktor wird mit m bezeichnet, F beschreibt das Verhältnis aus Steigung der Arbeitslinie und Steigung der Gleichgewichtslinie mit \dot{M}_c und \dot{M}_d als Massenströme der kontinuierlichen und dispersen Phase.

8.5 Festlegung der Versuchsbedingungen

Um die Trennleistung der Extraktionskolonne für unterschiedliche Einbauvarianten an Füllkörpern und Verteilelementen miteinander vergleichen zu können, müssen definierte Versuchsbedingungen festgelegt werden.

Die Stoffübergangskomponente Aceton, welche von der kontinuierlichen in die disperse Phase übergeht, wird mit etwa 5 Ma-% in der wässrigen Phase vorgelegt. Das Lösungsmittel wird acetonefrei in die Kolonne eingespeist. Bei diesen Aceton-Konzentrationen können gemäß STEINER 1988 die Lösungsmittel als nicht mischbar betrachtet werden.

Die Summenbelastung wird in einem Bereich von $B = 9 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$ bis $B = 28 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$ variiert. Dabei beträgt das Verhältnis der Volumenströme von disperser zu kontinuierlicher Phase \dot{V}_d/\dot{V}_c etwa 1,3. Für diesen Fall liegen Arbeitslinie und Gleichgewichtslinie annähernd parallel, was eine genaue Bestimmung der Zahl der Gleichgewichtsstufen n_{th} ermöglicht [STICHLMAIR 1980]. Die Temperatur der zulaufenden Ströme wird mit Hilfe von Wärmetauschern konstant auf 20°C gehalten.

Der Energieeintrag erfolgt mittels Pulsation. Die Pulsationsintensität wird in einem anwendungsrelevanten Bereich zwischen $a \cdot f = 1 \text{ cm/s}$ und $a \cdot f = 2 \text{ cm/s}$ variiert. Die Pulsationsamplitude a beträgt dabei konstant 10 mm, variiert wird ausschließlich die Pulsationsfrequenz f .

Zum Erreichen eines stationären Betriebszustandes ist es gemäß eigener Vorversuche ausreichend, das gesamte Kolonnenvolumen dreimal auszutauschen. Die Zeitspanne ist demnach abhängig vom gewählten Belastungszustand und liegt zwischen 2 und 3 Stunden.

8.6 Experimentelle Ergebnisse zur neuartigen Stoffaustauschpackung

8.6.1 Verteilwirkung

In der ersten Phase der experimentellen Arbeiten sollen die grundlegenden Wirkmechanismen der neuartigen Stoffaustauschpackung beim Einsatz in einem Flüssig/flüssig-System untersucht werden. Dazu wird der Durchtritt der über den Kolonnenquerschnitt zu verteilenden Dispersphase durch das strukturierte Packungselement zunächst rein visuell beobachtet. In die Extraktionskolonne wird ein einzelnes Elementenpaar eingebaut. Die Kolonne wird mit Wasser befüllt und das Elementenpaar wird von unten mit Toluoltropfen beaufschlagt. Dabei soll insbesondere festgestellt werden, ob am Rand der Packung die Randgängigkeit der Tropfenphase in hinreichendem Maße unterdrückt wird. Ferner sollen eventuelle Engpässe der Strömung innerhalb des Elementes detek-

tiert und, falls erforderlich, durch konstruktive Veränderungen des Elementes beseitigt werden. Dies kann durch die Wahl eines ausreichend großen hydraulischen Durchmessers im Element sichergestellt werden.

Wie schon beim Gas/flüssig-System muss auch hier gefordert werden, dass durch den Einsatz der Verteilelemente eine bereits vorhandene gleichmäßige Verteilung der Toluoltropfen nicht verschlechtert wird. Gleichzeitig soll eine bestehende Ungleichverteilung möglichst optimal ausgeglichen werden. Aus diesem Grund werden zu Testzwecken die Toluoltropfen sowohl gleichmäßig als auch mit einer gezielt herbeigeführten Ungleichverteilung aufgegeben. Bei der ungleichmäßigen Verteilung handelt es sich um eine halbseitige und eine punktförmige Tropfenaufgabe. Die halbseitige Verteilung wird dadurch erreicht, dass unterhalb der Elemente eine Kolonnenhälfte abgesperrt wird. Bei der punktförmigen Aufgabe werden die Toluoltropfen durch einen unterhalb der Elemente eingesetzten Metalltrichter in die Kolonnenmitte geleitet und durch eine Öffnung mit 30 mm Durchmesser auf das untere Element entlassen. Durch diese Vorrichtungen ist bei den Versuchen ein Gegenstrom nicht realisierbar, sodass die Toluoltropfen in einer stehenden Wassersäule aufsteigen. Zum Vergleich wird dem Verteilelementpaar eine entsprechend hohe Schüttung (150 mm) aus Pall-Ringen (15 mm aus Edelstahl) gegenübergestellt. *Abbildung 8.4* zeigt das Ergebnis für halbseitige Tropfenaufgabe beim Durchtritt durch eine Pall-Ring-Schüttung (links) und durch ein Verteilelementpaar (rechts). In beiden Fällen wird unterhalb der bepackten Zone die linke Kolonnenhälfte durch eine gegen die Kolonnenwand abgedichtete Metallplatte abgesperrt.

Bei der Betrachtung der aus der bepackten Zone aufsteigenden Tropfen zeigt sich eindrucksvoll die Verteilwirkung der neuartigen Stoffaustauschpackung. Während bei der reinen Pall-Ring-Schüttung die Tropfen auf der rechten Kolonnenhälfte verbleiben, werden sie durch die Verteilelemente gleichmäßig über die gesamte Querschnittsfläche verteilt.

Auf die gleiche Art und Weise wird auch die gleichmäßige und punktförmige Tropfenaufgabe untersucht. Wie erwartet zeigt bei gleichmäßiger Aufgabe sowohl die Pall-Ring-Schüttung als auch die Verteilelement-Packung ein gleichmäßiges Verteilungsbild beim Tropfenaustritt. Bei dieser Versuchsanordnung ist eines der vorrangigen Ziele, eventuelle Undichtigkeiten in der Laschenkonstruktion aufzudecken. Solche Undichtigkeiten würden sich in einer übermäßigen Randgängigkeit der Toluoltropfen bemerkbar machen. Selbst bei genauer Betrachtung der Austrittskanäle im Bereich der Kolonnenwand können hier keine Mängel in der Laschenabdichtung festgestellt werden. Die vorliegende Laschengeometrie wird somit als ausreichend dicht eingestuft.

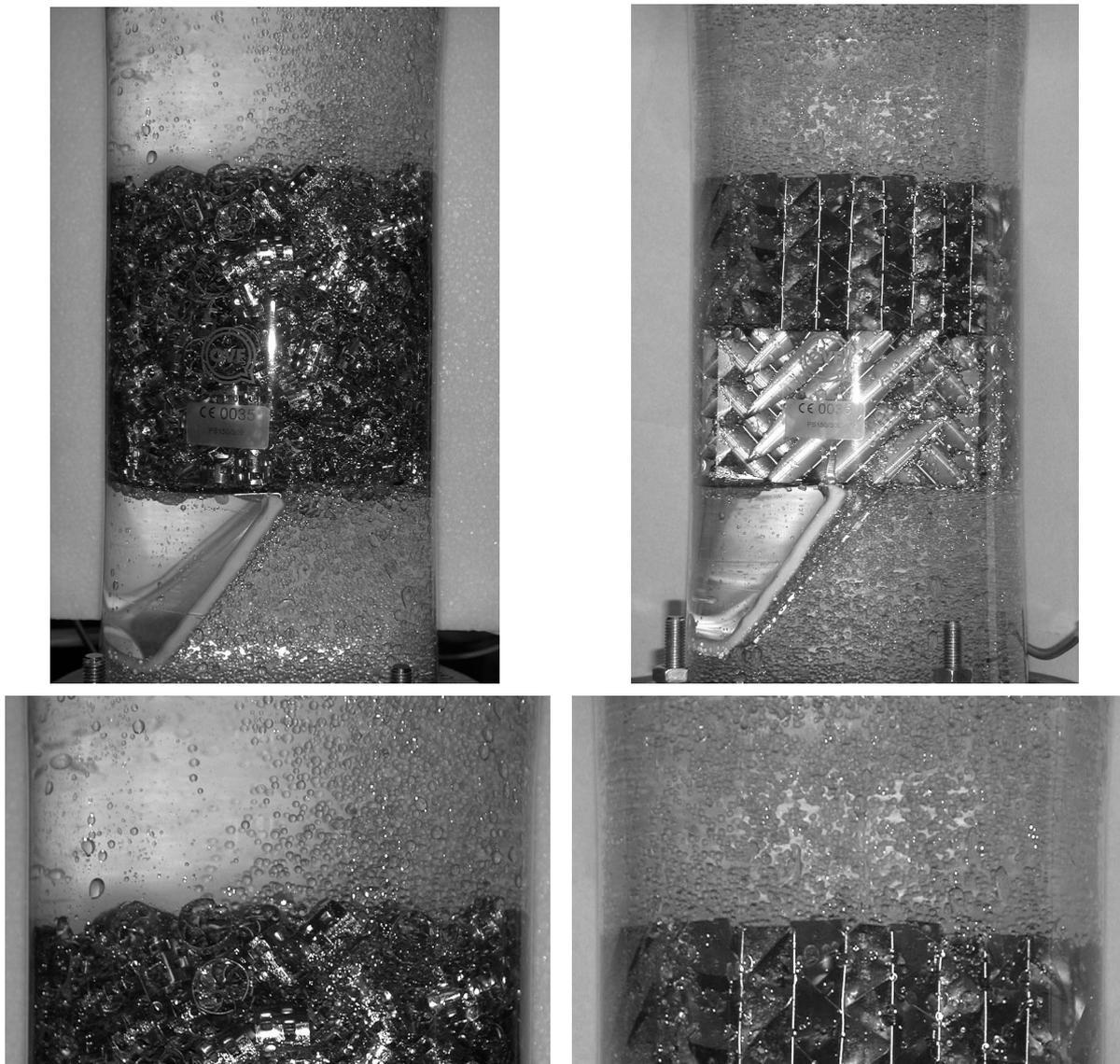


Abb. 8.4: Verteilwirkung der neuartigen Stoffaustauschpackung (rechts) im Vergleich zu einer Pall-Ring-Schüttung (links) bei halbseitiger Tropfenaufgabe; vergrößerter Austrittsquerschnitt unterhalb der jeweiligen Gesamtansicht

Die punktförmige Tropfenaufgabe führt beim Durchtritt durch die Verteilelemente - wie schon beim Gas/flüssig-System beobachtet - zu einem Tropfenausstritt an vier Stellen oberhalb der Elemente. Diese Austrittszonen liegen aufgrund der geometrischen Gegebenheiten (ungünstige Wahl der Packungshöhe bei vorgegebenem Kolonnendurchmesser) allesamt im Bereich der Kolonnenwand. Beim Durchtritt durch die Pall-Ring-Schüttung ist eine gewisse Aufspaltung des Tropfenschwarms zu erkennen. Der Austrittsdurchmesser ist sichtbar größer als der Eintrittsdurchmesser, von einer gleichmäßigen Verteilung über den gesamten Kolonnenquerschnitt kann allerdings nach einer

Packungshöhe von 150 mm noch keine Rede sein. Da bei punktförmiger Tropfenaufgabe aufgrund der 2-D-Darstellung die Verteilungscharakteristik durch die entsprechenden Bildausschnitte nicht ersichtlich wird, sind die Bilder der Arbeit nicht beigelegt.

8.6.2 Tropfenkoaleszenz

Da die Tropfengrößenverteilung der Dispersphase einen der ausschlaggebenden Parameter für die Trennleistung der Extraktionskolonne darstellt, muss ausgeschlossen werden, dass es in den geneigten Strömungskanälen des strukturierten Packungselementes zu einer nennenswerten Koaleszenz der Toluoltropfen kommt. Eine (geringfügige) Koaleszenz kann nur dann toleriert werden, wenn es am Austritt aus dem strukturierten Element infolge der Pulsation zu einer hinreichenden Neudispersierung der organischen Phase kommt. Andernfalls muss befürchtet werden, dass der Vorteil der gleichmäßigen Verteilung der Toluoltropfen über den Kolonnenquerschnitt durch größere Tropfendurchmesser und eine damit verbundene geringere Stoffaustauschfläche zunichte gemacht wird.

Wie schon bei der Untersuchung zur Verteilwirkung der Elemente, wird auch bei den Untersuchungen zur Tropfenkoaleszenz beim Durchtritt durch ein Verteilelement zunächst ein einzelnes Element in eine leere Extraktionskolonne eingesetzt. Die Tropfengrößenverteilung wird für verschiedene Summenbelastungen und Pulsationsintensitäten direkt ober und unterhalb der Elemente gemessen. Da zunächst ein rein qualitativer Einblick in das Koaleszenzverhalten gewonnen werden soll, werden diese Tests ohne die Stoffübergangskomponente Aceton, welche maßgeblich zu einer Verringerung der Tropfengrößen beitragen würde, durchgeführt. Als Referenzmessung werden die Tropfengrößenverteilungen bei ansonsten gleichen Versuchsbedingungen vor und nach dem Durchtritt durch eine Pall-Ring-Schüttung gemessen.

Zusammenfassend lässt sich festhalten, dass der Einsatz eines Verteilelementpaares ohne erkennbare Abhängigkeit von den hier variierten Parametern Summenbelastung und Pulsationsintensität zu einer Erhöhung des Sauterdurchmessers von etwa 0,2 bis 0,3 mm führt. Es muss allerdings erwähnt werden, dass diese Ergebnisse nur zu erzielen sind, wenn die Verteilelemente vor dem Einbau in die Kolonne mit einem fettlösenden Reinigungsmittel behandelt werden. Andernfalls ergäbe sich eine Erhöhung des Sauterdurchmessers von bis zu 1 mm. Inwieweit diese gering ausgeprägte Koaleszenz einen Einfluss auf die Trennleistung der Kolonne hat, müssen die Messungen zum Stoffübergang zeigen.

8.6.3 Trennleistung der reinen Verteilelementpackung

Um die Trennleistung der Verteilelemente einschätzen zu können, wird die gesamte aktive Kolonnenhöhe von 2,6 m mit insgesamt 34 Verteilelementen bestückt. In *Abbildung 8.5* ist die Trennleistung für eine Pulsationsintensität von $a \cdot f = 1,5 \text{ cm/s}$ für unterschiedliche Summenbelastungen ausgewertet. Die Ergebnisse werden mit der Trennleistung einer reinen Pall-Ring-Schüttung verglichen. Wie zu erwarten, liegt die Trennleistung der reinen Verteilelement-Packung durchwegs unterhalb derer für die Füllkörper-Schüttung. Dies liegt daran, dass bei der Pall-Ring-Schüttung die Tropfen aufgrund der Pulsation und dem damit verbundenen Aufprall an den Füllkörperkanten immer wieder zerteilt werden, wohingegen die Tropfen beim Durchströmen der Kanäle der Verteilelemente in geringem Maße koaleszieren. Diese Tropfenkoaleszenz kann sich ohne dazwischenliegende Füllkörperschichten über die gesamte Kolonnenhöhe aufsummieren. Nach einer aktiven Höhe von 2,6 m liegt der Sauterdurchmesser bei einer reinen Verteilelement-Packung bei $d_{2,3} = 3,2 \text{ mm}$ und somit 1mm oberhalb des Sauterdurchmessers für die Pall-Ring-Schüttung. Dies führt zu einer beträchtlichen Verminderung der Stoffaustauschfläche.

Wie aus *Abbildung 8.5* ersichtlich, leisten die Verteilelemente im betrachteten Belastungsbereich von $B = 12 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$ bis $B = 25 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$ zwischen 1,4 und 2,2 Gleichgewichtsstufen pro Meter, wobei die Trennleistung tendenziell mit steigender Summenbelastung ansteigt. Diese Werte liegen etwa um die Hälfte unter der bei der Pall-Ring-Schüttung erzielten Trennwirkung. Dies lässt zunächst darauf schließen, dass die Verteilelemente - wie schon für den Einsatz im Gas/flüssig-System beobachtet - aufgrund der geringeren Stoffaustauschfläche auch im Flüssig/flüssig-System in etwa die halbe Trennleistung im Vergleich zu einer konventionellen Füllkörperschüttung erbringen. Allerdings ist zu berücksichtigen, dass die geringere Stoffaustauschfläche beim Flüssig/flüssig-System auf die Koaleszenz der Dispersphase zurückzuführen ist, und somit auf einen Vorgang, welcher sich über die Packungshöhe aufsummiert. Die volumenbezogene Stoffaustauschfläche nimmt also über die Packungshöhe kontinuierlich ab. Es ist zu erwarten, dass die paarweise in eine regellose Schüttung eingesetzten Verteilelemente eine weitaus höhere Trennleistung erbringen, als die Messungen an einer reinen Verteilelementpackung ergeben.

Nichtsdestotrotz ist es auch beim Flüssig/flüssig-System nicht sinnvoll, eine beliebig hohe Anzahl an Verteilelement-Zonen in eine Füllkörperschüttung zu integrieren. Es stellt sich auch hier die Frage nach der optimalen Struktur aus Verteilelementen und konventioneller Packung.

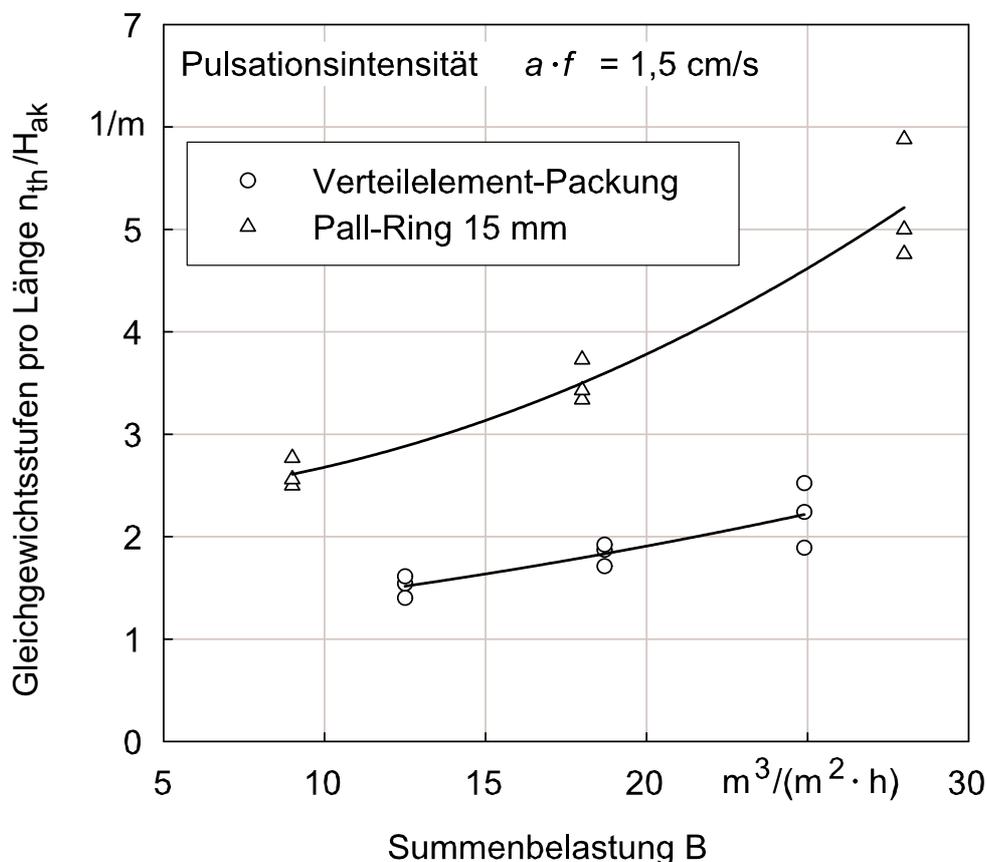


Abb. 8.5: Trennleistung der Verteilelemente im Vergleich zu einer Pall-Ring-Schüttung (15 mm aus Edelstahl)

8.6.4 Trennleistung der Füllkörperschüttung mit integrierten Verteilzonen

Der Referenzmessung (reine Pall-Ring-Schüttung) werden die Versuche mit zwei in die Füllkörperschüttung integrierten Verteilelementpaaren gegenübergestellt. Die exakte Position der Verteilelemente ist *Abbildung 8.2* zu entnehmen. Die Einbaupositionen werden auf Basis der Erfahrungen am Gas/flüssig-System ausgewählt. Hier hat es sich als optimal herausgestellt, das erste Verteilelementpaar in der Nähe der Aufgabestelle der zu verteilenden Phase zu platzieren. Das zweite Paar sollte möglichst mittig in die verbleibende Schütthöhe eingesetzt werden.

Gleichmäßige Aufgabe der Dispersphase

Mit einem Fingerverteiler werden die Toluoltropfen gleichmäßig über den Kolonnenquerschnitt aufgegeben. Das Hauptziel bei gleichmäßiger Aufgabe der Dispersphase muss es sein, die bestehende gute Anfangsverteilung der Tropfen nicht zu verschlechtern und trotz der geringfügigen Koaleszenzerscheinungen beim Durchtritt der Tropfen durch die Verteilelemente die Trennleistung einer reinen Füllkörperschüttung zumindest zu erreichen, wenn nicht gar zu übertreffen.

Sowohl bei der Referenzmessung als auch bei den Versuchen mit eingesetzten Verteilelementen wird die Trennleistung für drei verschiedene Summenbelastungen ($B = 9 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$; $B = 18 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$; $B = 28 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$) unter Variation der Pulsationsintensität von $a \cdot f = 0 \text{ cm/s}$ bis $a \cdot f = 2 \text{ cm/s}$ ermittelt.

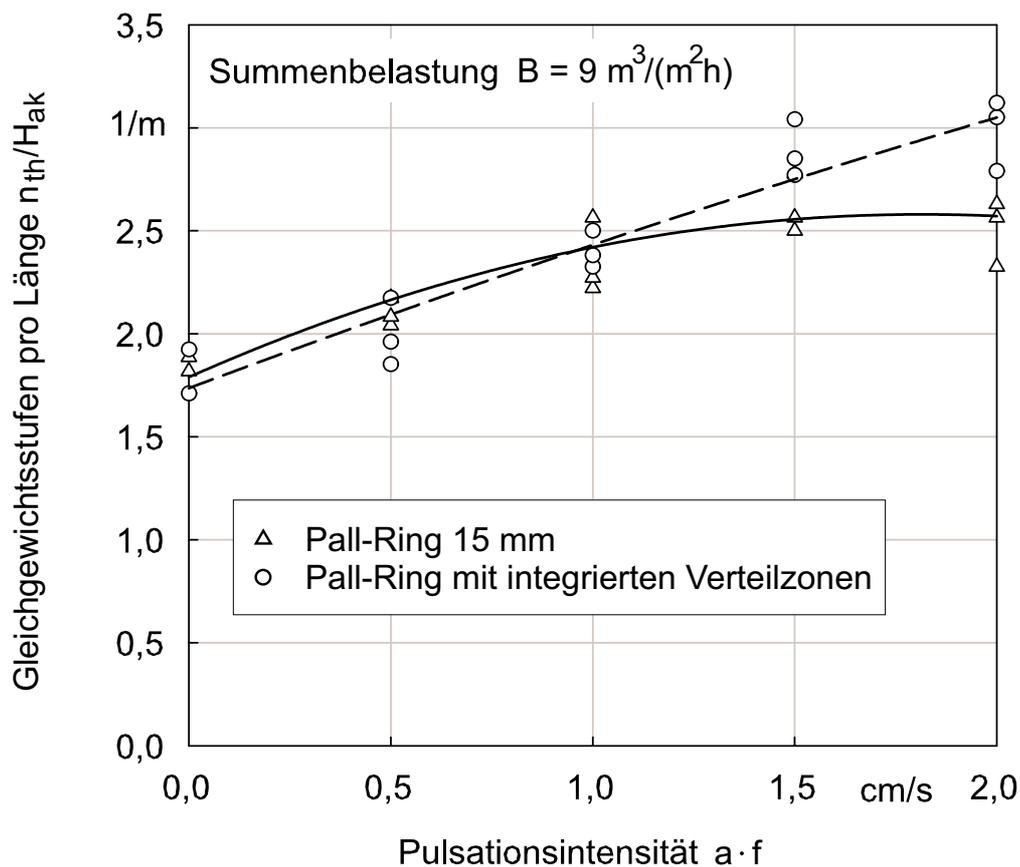


Abb. 8.6: Vergleich der Trennleistung einer Pall-Ring-Schüttung (15 mm, Edelstahl) mit und ohne integrierte Verteilzonen (gleichmäßige Tropfenaufgabe; Summenbelastung $B = 9 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$)

Abbildung 8.6 zeigt das Ergebnis für eine Summenbelastung von $B = 9 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$. Aufgetragen ist die Zahl der Gleichgewichtsstufen pro Meter n_{th}/H_{ak} in Abhängigkeit der Pulsationsintensität $a \cdot f$. Die durchgezogene Linie stellt eine polynomische Trendlinie für die Ergebnisse der reinen Pall-Ring-Schüttung dar, die gestrichelte Linie zeigt die Trendlinie für die gemischte Packung aus Pall-Ringen und Verteilelementen.

Es ergibt sich aufgrund der geringen Belastung für beide Einbauvarianten eine vergleichsweise geringe Trennleistung der Kolonne von knapp zwei Gleichgewichtsstufen pro Meter bei fehlendem Energieeintrag ($a \cdot f = 0 \text{ cm/s}$) bis hin zu maximal drei Gleichgewichtsstufen pro Meter bei höheren Pulsationsintensitäten. Im Gesamten ist der Unterschied der erzielten Trennleistung zwischen der reinen Pall-Ring-Schüttung und den Versuchen mit integrierten Verteilzonen sehr gering und liegt im Rahmen der Messgenauigkeit.

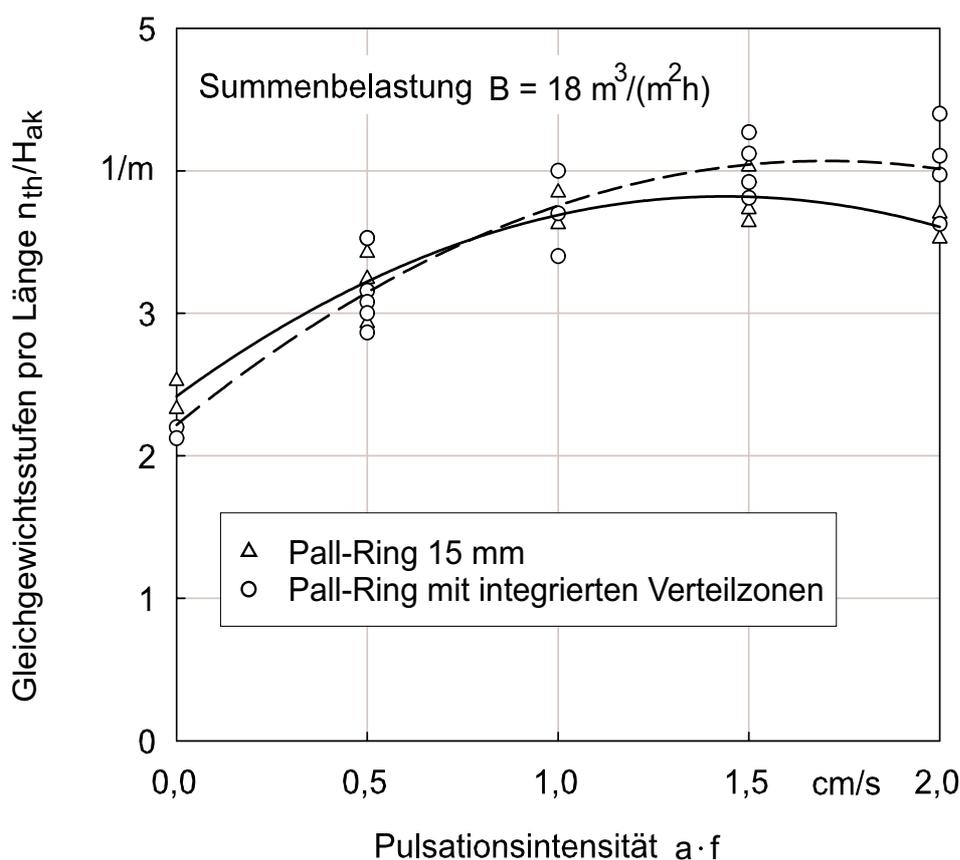


Abb. 8.7: Vergleich der Trennleistung einer Pall-Ring-Schüttung (15 mm, Edelstahl) mit und ohne integrierte Verteilzonen (gleichmäßige Tropfenaufgabe; Summenbelastung $B = 18 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$)

Auch für höhere Summenbelastungen ergibt sich ein ähnliches Bild (*Abbildungen 8.7 und 8.8*). Die Trennwirkung der Kolonne liegt zwar im Gesamten etwas höher und erreicht bei einer Summenbelastung von $B = 18 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$ etwa vier Gleichgewichtsstufen pro Meter und bei $B = 28 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$ ein Maximum von sechs Gleichgewichtsstufen pro Meter, doch die Kurvenverläufe sind wieder nahezu deckungsgleich. Dieses Ergebnis lässt sich anhand von *Abbildung 4.4* erklären. Bei einer Packungshöhe von 2,6 m liegt die Zahl der Gleichgewichtsstufen zwischen 5 und 15 und somit in einem Bereich, in dem eine gering ausgeprägte Maldistribution keinen nennenswerten Einfluss auf die Trennleistung hat. Da folglich das bei gleichmäßiger Aufgabe der Dispersphase geringe Ausmaß der Maldistribution den Einsatz von zwei Verteilelementpaaren nicht rechtfertigt, ist vielmehr mit einem Abfall der Trennleistung zu rechnen. Dass auch dies nicht der Fall ist, obwohl mehr als 10 % Prozent der konventionellen Schüttung durch Verteil-

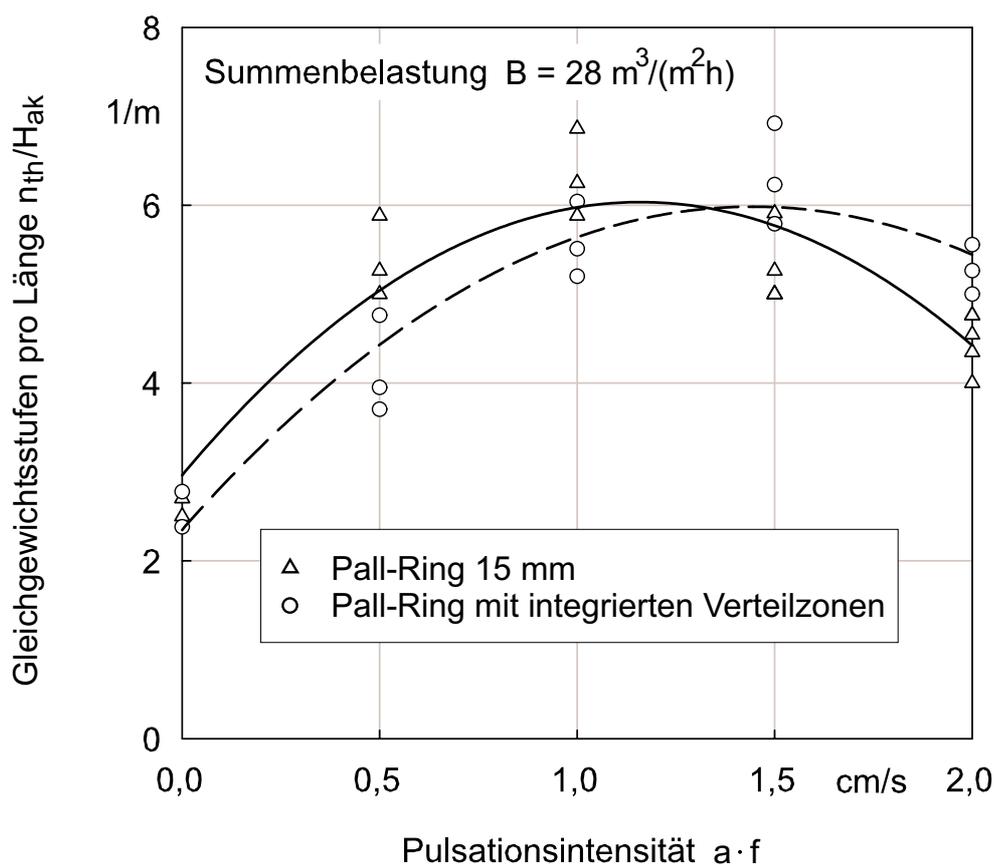


Abb. 8.8: Vergleich der Trennleistung einer Pall-Ring-Schüttung (15 mm, Edelstahl) mit und ohne integrierte Verteilzonen (gleichmäßige Tropfenaufgabe; Summenbelastung $B = 28 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$)

elemente ersetzt sind, spricht dafür, dass die Verteilelemente selbst eine höhere Trennleistung erzielen, als die Versuche an einer reinen Verteilelementpackung ergeben. Dies liegt daran, dass der mittlere Tropfendurchmesser für die reine Verteilelementpackung signifikant höher liegt, als für das in eine Füllkörperschüttung integrierte Verteilelementpaar.

Punktförmige Aufgabe der Dispersphase

Um eine punktförmige Tropfenaufgabe zu realisieren, werden die Toluoltropfen auf einer Kreisfläche von 30 mm Durchmesser mittig auf die Packung aufgegeben. Die Pulsationsintensität wird in einem anwendungsrelevanten Bereich von 1,0 bis 2,0 cm/s variiert. *Abbildung 8.9* zeigt das Ergebnis für eine Summenbelastung von $B = 18 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$ (m^2h). Die Trennleistung liegt geringfügig niedriger als bei entsprechenden Belastungs-

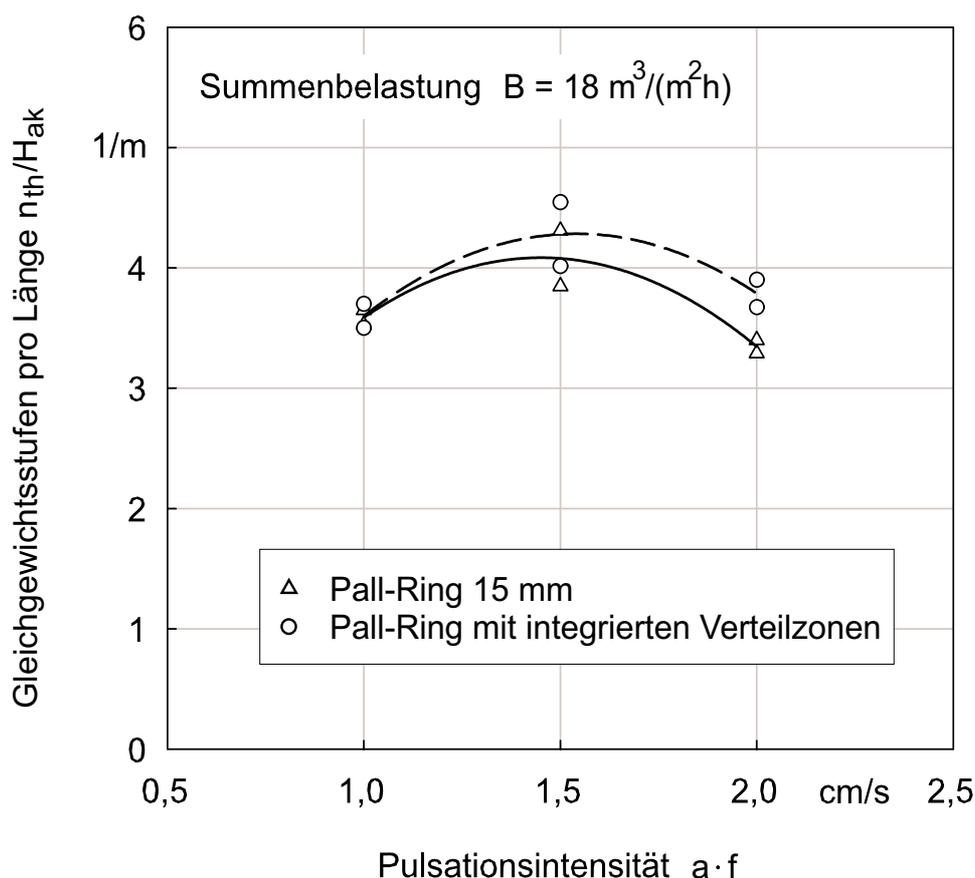


Abb. 8.9: Vergleich der Trennleistung einer Pall-Ring-Schüttung (15 mm, Edelstahl) mit und ohne integrierte Verteilzonen (punktförmige Tropfenaufgabe; Summenbelastung $B = 18 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$)

daten bei gleichmäßiger Tropfenaufgabe. Dies gilt sowohl für die reine Pall-Ring-Schüttung als auch für die gemischte Packung und lässt sich dadurch erklären, dass in beiden Fällen eine gleichmäßige Tropfenverteilung erst nach einer gewissen Lauflänge durch die Packung erreicht wird. In der Füllkörperschüttung muss sich der Tropfenschwarm langsam über den Durchmesser von 150 mm aufspreiten. Bei der kombinierten Packung bewirken die Verteilelemente zwar eine Aufteilung des Schwarms in vier Teilströme, die sich allerdings allesamt im Bereich der Kolonnenwand befinden und sich von dort aus über die Querschnittsfläche verteilen müssen. So ist es auch nicht verwunderlich, dass bei punktförmiger Aufgabe kaum eine Verbesserung der Trennleistung durch den Einsatz der Verteilelemente zu erkennen ist. Die Unterschiede in der Trennwirkung zwischen beiden Packungsvarianten liegen im Bereich der Messgenauigkeit. Das bedeutet nicht, dass bei punktförmiger Aufgabe der Einsatz der Verteilelemente von vornherein unnötig ist. Vielmehr müsste für die Geometrie der Verteilelemente ein anderes Verhältnis von Packungshöhe zu Kolonnendurchmesser gewählt werden.

Halbseitige Aufgabe der Dispersphase

Die halbseitige Aufgabe der Dispersphase wird durch den Einbau einer Trennwand im Kolonnensumpf realisiert. Wie schon bei punktförmiger Aufgabe wird für die Pulsationsintensität ein Bereich von $PI = 1,0$ bis $2,0$ cm/s vermessen. *Abbildung 8.10* vergleicht die Trennwirkung der Packungsvarianten mit und ohne Verteilelement bei einer Summenbelastung von $B = 18$ m³/(m²h). Mit der erzielten Anzahl an Gleichgewichtsstufen pro Meter von $n_{th}/H_{ak} = 2,5$ bis 3 1/m ist die Trennwirkung der reinen Füllkörperschüttung verhältnismäßig gering. In diesen Werten spiegelt sich die bereits beschriebene Tatsache wieder, dass die Maldistribution in Form einer halbseitigen Verteilung der Tropfen nur schwer wieder ausgeglichen werden kann. Die Versuche ohne Gegenstrom der wässrigen Phasen haben gezeigt, dass nach einer Schütthöhe von 150 mm keine Tendenz zur Vergleichmäßigung festgestellt werden kann.

Die Wirkung der Verteilelemente kommt bei dieser Art der Ungleichverteilung voll zum Tragen. Das direkt oberhalb der Aufgabestelle eingesetzte Verteilelementpaar fördert einen Teil der Tropfen zur anderen Kolonnenhälfte, sodass die Maldistribution nach einer aktiven Höhe von 150 mm weitestgehend beseitigt ist. Eine Steigerung der Trennleistung der Kolonne von bis zu 36 % ist das Ergebnis.

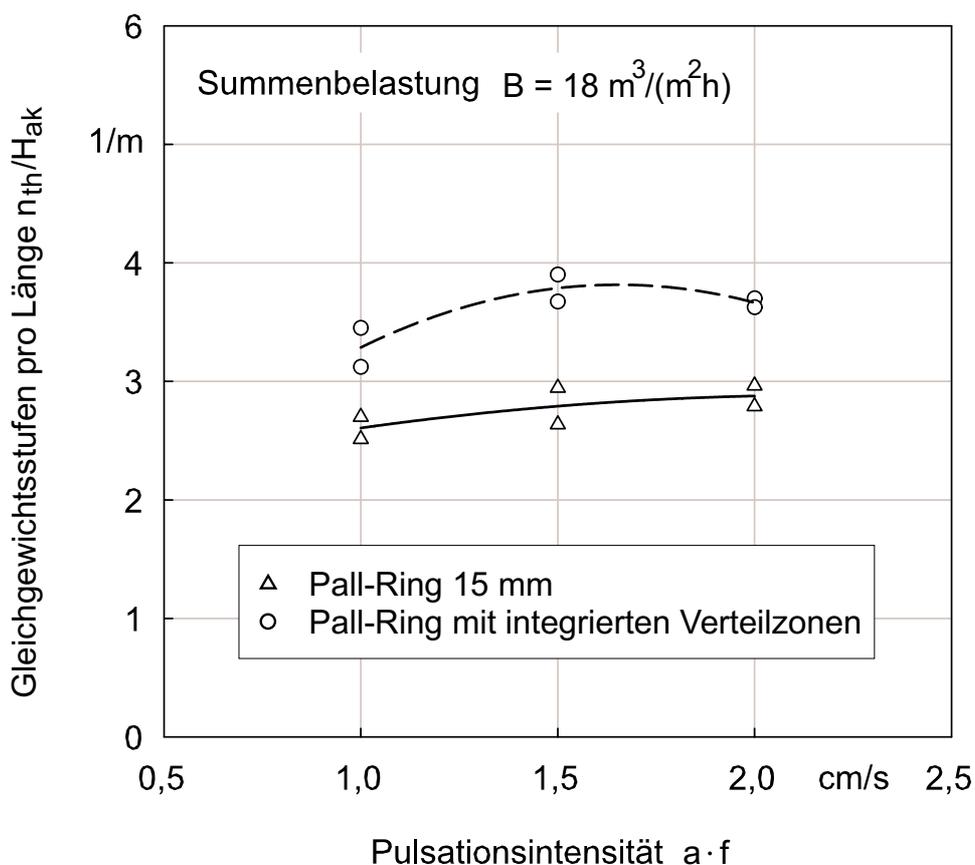


Abb. 8.10: Vergleich der Trennleistung einer Pall-Ring-Schüttung (15 mm, Edelstahl) mit und ohne integrierte Verteilzonen (halbseitige Tropfenaufgabe; Summenbelastung $B = 18 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$)

8.6.5 Fazit

Die Anforderungen, die an die neuartige Stoffaustauschpackung mit erhöhter Querverteilung für den Einsatz in einem Flüssig/flüssig-System gestellt werden, unterscheiden sich in bestimmten Bereichen von den Anforderungen für ein Gas/flüssig-System. So ist die Minimierung von Koaleszenz von essentieller Bedeutung, die Dichtigkeit der ausgebogenen Laschen spielt dagegen eine eher untergeordnete Rolle. Die Vorbehandlung der Verteilelemente mit stark fettlösenden Substanzen ist eine entscheidende Voraussetzung für einen wirkungsvollen Einsatz. Die Funktionalität der speziellen Randkonstruktion ist dagegen auch ohne eine gesonderte Anpassung der Laschenform gegeben.

Die Stoffübergangsmessungen an einer reinen Verteilelementpackung ergeben, dass die Verteilelemente in etwa die halbe Trennleistung der reinen Füllkörperschüttung erbringen. Allerdings ist bei der Bewertung dieses Ergebnisses zu beachten, dass die Trennleistungseinbußen auf eine geringere Stoffaustauschfläche infolge von Tropfenkoaleszenz

zurückzuführen sind, welche sich bei einer Aneinanderreihung mehrerer Verteilelemente über die Packungshöhe verstärkt. Es ist davon auszugehen, dass die Trennleistung für paarweise in eine Füllkörperschüttung integrierte Verteilelemente signifikant höher liegt.

Obwohl die Kolonne nur etwa 10 Gleichgewichtsstufen leistet und somit in einem Bereich arbeitet, der wenig anfällig für Maldistribution ist, ergeben sich sowohl bei gleichmäßiger als auch bei punktförmiger Aufgabe der Dispersphase keine nennenswerten Unterschiede in der Trennleistung zwischen reiner Füllkörperschüttung und kombinierter Packung. Dies stärkt die Vermutung, dass die Verteilzonen einen höheren Beitrag zum Stoffübergang leisten, als es die Versuche an der reinen Verteilelementpackung erwarten lassen. Für den Fall einer zentrischen Tropfenansammlung sollte allerdings das Verhältnis von Elementhöhe zu Kolonnendurchmesser so festgelegt werden, dass nicht ungewollt eine starke Randgängigkeit entsteht.

Die eindeutige Steigerung der Trennleistung um bis zu 35% bei halbseitiger Tropfenaufgabe macht deutlich, dass auch Trennprozesse mit in einer Flüssigkeit dispergierten Tropfen ein potentiell Anwendungsbereich für die Verteilelemente darstellen. Da die Maldistributionsproblematik direkt mit dem Kolonnendurchmesser (womöglich sogar exponentiell [LOGSDAIL UND THORNTON 1957]) zunimmt, ist anzunehmen, dass das Verbesserungspotential mit zunehmendem Kolonnendurchmesser weiter ansteigt.

9 Zusammenfassung

Zielsetzung dieser Arbeit ist die Verbesserung der Trennleistung von Stoffaustauschkolonnen. Derartige Kolonnen werden in großem Umfang in der Prozessindustrie, wie z. B. in der chemischen Industrie oder der Mineralölindustrie, eingesetzt. Die Kolonnen können Bauhöhen von bis zu 100 m und Durchmesser von bis zu 10 m erreichen. Ein großes Problem derartiger Stoffaustauschapparate ist die Maldistribution. Unter Maldistribution versteht man die ungleichmäßige Verteilung der Stoffströme über den Kolonnenquerschnitt. Die durchwegs negativen Auswirkungen einer vorhandenen Maldistribution auf die Trennleistung der Kolonne sind unumstritten. Bislang werden zur Unterdrückung der Maldistribution Zwischenverteiler eingesetzt, welche jedoch mit zahlreichen Nachteilen verbunden sind. Neben den Kosten und der zusätzlichen Bauhöhe besteht bei unsachgemäßem Einbau die Gefahr, dass die Zwischenverteiler selbst zur Ursache für Maldistribution werden. Eine vielversprechende Alternative zur konventionellen Bauweise wird von SCHNEIDER UND STICHLMAIR 2003 vorgestellt. Es handelt sich dabei um ein zweifach wirksames Packungselement, welches zum Einen ein hohes Maß an Querverteilung und Quervermischung bewirkt und zum Anderen einen direkten Beitrag zum Stoffübergang leistet.

Diese neuartige Stoffaustauschpackung mit erhöhter Querverteilung (Verteilelement) ist Gegenstand der Untersuchungen der vorliegenden Arbeit. Der Einbau der Elemente erfolgt paarweise direkt in eine konventionelle Packung. Für die Applikation in einem Gas/flüssig-System werden allgemeingültige Richtlinien entwickelt, ein Flüssig/flüssig-System wird als weiteres potentiell Anwendungsgebiet geprüft. Mit den gewonnenen Erkenntnissen sind die Voraussetzungen für den industriellen Einsatz der Verteilelemente geschaffen.

Die Untersuchungen zum Gas/flüssig-System werden am Stoffsystem Wasser/Luft durchgeführt, bei dem der Stoffübergang mit einer merklichen Wärmetönung verbunden ist (Kühlturmprozess). Das sich einstellende Temperaturprofil wird mit Hilfe von Flüssigkeitsisothermen visualisiert, welche einen unmittelbaren Eindruck vom Strömungsprofil vermitteln. Unter Variation der Flüssigkeitsanfangsverteilung und der Packungs-

struktur (Kombination aus Verteilelementen und Füllkörpern) wird für zwei in ihrer Selbstverteilungswirkung unterschiedliche Füllkörpertypen das Ausmaß der Maldistribution anhand der Isothermenplots qualitativ ermittelt und die Auswirkung auf die Stoffübergangsleistung bewertet.

Während sich das Strömungsprofil mit jeder zusätzlichen Verteilzone vergleichmäßigt, existiert für die erreichbare Trennleistung ein Maximum. Die Anzahl an Verteilelementen, bei der dieses Maximum erreicht wird, ist abhängig vom Ausmaß der vorhandenen Maldistribution. Dies liegt daran, dass die Verteilelemente in etwa die halbe Trennleistung einer konventionellen Packung erzielen. Es muss also ein gewisses Maß an Maldistribution vorhanden sein, um das Ersetzen von Teilen der konventionellen Schüttung durch Verteilelemente zu rechtfertigen.

Entscheidende Erkenntnisse konnten bezüglich der optimalen Einbauposition der Verteilelemente gewonnen werden. Da eine gleichmäßige Flüssigkeitsanfangsverteilung in der Regel nicht garantiert werden kann, wird die standardmäßige Installation einer Verteilzone direkt unterhalb der Aufgabestelle empfohlen. Des Weiteren hat es sich als zweckmäßig erwiesen, die verbleibende Betthöhe in regelmäßigen Abständen durch weitere Verteilzonen zu unterbrechen. Unabhängig von den mit den Verteilelementen kombinierten Einbauten und deren Selbstverteilungswirkung kann der optimale Einbauabstand mit etwa 3 Metern angegeben werden.

Die Modellierung des Strömungsprofils auf Basis des von POTTHOFF 1992 entwickelten Zellenmodells ermöglicht eine Quantifizierung der Ungleichverteilung an jeder beliebigen Querschnittsfläche der Kolonne. Die Nachbildung experimenteller Ergebnisse basiert auf einer Anpassung der Temperaturprofile und liefert das für die bestmögliche Anpassung ermittelte Strömungsprofil. Auf diese Weise ist die entscheidende Relation zwischen den im Rahmen dieser Arbeit gewonnenen Temperaturdaten und den üblicherweise vermessenen lokalen Flüssigkeitsgeschwindigkeiten hergestellt. Der in der Literatur häufig angewendete Strömungs-Maldistributionsfaktor kann somit zur Quantifizierung der Verteilgüte der eigenen Messungen herangezogen werden. Auf einer Auswertung dieses Faktors über die gesamte Packungshöhe basierend wird ein oberer Grenzwert vorgeschlagen, ab welchem das Strömungsprofil durch den Einsatz einer weiteren Verteilzone vergleichmäßigt werden sollte. Dadurch kann eine definierte Verteilgüte sichergestellt werden. Es steht somit ein Werkzeug zur Verfügung, mit dem im Designstadium einer Anlage die optimale Packungsstruktur ermittelt werden kann. Anhand ausgewählter Beispiele wird diese Vorgehensweise demonstriert.

Die Anforderungen an das ursprünglich für ein Gas/flüssig-System konzipierte Verteilelement ändern sich in wesentlichen Punkten bei einer Übertragung auf ein Flüssig/flüssig-System. Die Dichtigkeit der speziellen Randkonstruktion tritt in den Hintergrund, geeignete Maßnahmen zur Verminderung der Tropfenkoaleszenz sind dagegen von essentieller Bedeutung. Untersuchungen an einer pulsierten Füllkörper-Extraktionskolonne mit dem Stoffsystem Toluol/Aceton/Wasser zeigen, dass die Funktionalität der speziellen Randkonstruktion auch ohne gezielte Anpassung der Laschenform gewährleistet ist. Messungen zur Tropfengrößenverteilung ergeben, dass die Koaleszenz in der zu verteilenden Tropfenphase durch entsprechende Vorbehandlung der Verteilelemente in ausreichendem Maße unterdrückt werden kann.

Für ein Flüssig/flüssig-System lässt sich der von einer Verteilzone geleistete Beitrag zum Stoffübergang durch Untersuchungen an einer reinen Verteilelementpackung nicht exakt ermitteln. Entsprechende Messungen ergeben, dass die Verteilelemente in etwa die Hälfte der Trennleistung einer konventionellen Packung erbringen. Dabei wird jedoch nicht berücksichtigt, dass die Trennleistungseinbußen auf eine geringere Stoffaustauschfläche infolge von Tropfenkoaleszenz zurückzuführen sind, welche sich bei einer Aneinanderreihung mehrerer Verteilelemente aufsummiert. Es kann somit davon ausgegangen werden, dass der Beitrag zur Trennleistung signifikant höher ausfällt, wenn die Verteilelemente bestimmungsgemäß paarweise in eine Packung integriert werden. Diese Annahme wird dadurch bestätigt, dass bei Versuchen mit gleichmäßiger und punktförmiger Tropfenaufgabe kein Trennleistungsunterschied zwischen der reinen Füllkörperschüttung und der kombinierten Packung festzustellen ist. Da die Versuchskolonne in einem Bereich arbeitet, der wenig anfällig für Maldistribution ist, wäre andernfalls eine deutlich geringeren Trennleistung bei der kombinierten Packung zu erwarten. Bei halbseitiger Tropfenaufgabe dagegen werden Trennleistungssteigerungen von bis zu 35% erzielt. Dieses Ergebnis macht deutlich, dass auch Trennprozesse mit in einer Flüssigkeit dispergierten Tropfen ein potenzielles Anwendungsgebiet für Verteilelemente darstellen.

10 Literatur

ALBRIGHT 1984

Albright, M. A.: *Packed Tower Distributors Tested*. Hydroc. Proc. 63 (1984) September, S. 173-177.

ALI 1984

Ali, Q. H.: *Gas distribution in shallow large diameter packed beds*. University of Aston, Triangle, Birmingham B4 7ET. PhD thesis, 1984.

BAKER ET AL. 1935

Baker, T.; Chilton, T. H.; Vernon, H. C.: *The Course of Liquor Flow in Packed Towers*. Trans. AIChE 31 (1935), S. 296-315.

BEMER UND ZUIDERWEG 1978

Bemer, G. G.; Zuiderweg, F. J.: *Radial Liquid Spread and Maldistribution in Packed Columns und Different Wetting Conditions*. Chem. Eng. Sci. 33 (1978), S. 1637-1643.

BILLINGHAM ET AL. 1997

Billingham, J. F.; Bonaquist, D. P.; Lockett, M. J.: *Characterisation of the Performance of Packed Distillation Column Liquid Distributors*. IChemE Symp. Ser. 142 (1997), S. 841-851.

BILLINGHAM UND LOCKETT 2002

Billingham, J. F.; Lockett, M. J.: *A Simple Method to Assess the Sensitivity of Packed Distillation Columns to Maldistribution*. Trans. IChemE 80 Part A (2002) Mai, S. 373-382.

BLAß 1988

Blaß, E.: *Bildung und Koaleszenz von Blasen und Tropfen*. Chem. Ing. Tech. 60 (1988) 12, S. 935-947.

BLAß 1992

Blaß, E. F.: *Engineering Design and Calculation of Extractors for Liquid-Liquid Systems*. in: Rydberg, J.; Musikas, J.; Choppin, G. R.: *Principles and Practices of Solvent Extraction*. Marcel Dekker, New York 1992, S. 267-313.

BLAß 1997

Blaß, E.: *Entwicklung verfahrenstechnischer Prozesse*. zweite Auflage, Springer-Verlag, Berlin 1997.

BONILLA 1993

Bonilla, J. A.: *Don't Neglect Liquid Distributors*. Chem. Eng. Prog. 89 (1993) 3, S. 47-61.

BONNET UND TAVLARIDES 1987

Bonnet, J. C.; Tavlarides, L. L.: *Ultrasonic Technique for Dispersed-Phase Hold-up Measurements*. Ind. Eng. Chem. Res. 26 (1987) 4, S. 811-815.

BRIGNOLE ET AL. 1973

Brignole, E. A.; Zacharonek, G.; Mangosio, J.: *Liquid Distribution in Packed Columns*. Chem. Eng. Sci. 28 (1973), S. 1225-1229.

CIHLA UND SCHMIDT 1957

Cihla, Z.; Schmidt, O.: *A Study of the Flow of Liquid when Freely Trickling over the Packing of A Cylindrical Tower*. Coll. Czech. Chem. 22 (1957), S. 896-907.

CHROMIK 1992

Chromik, R.: *Einfluss der Flüssigkeitsverteilung auf die Trennleistung von Füllkörperkolonnen*. Fortschritts-Berichte VDI Reihe 3 Nr. 273. Düsseldorf: VDI-Verlag

DANG-VU ET AL. 2006

Dang-Vu, T.; Doan H. D.; Lohi, A.; Zhu, Y.: *A New Liquid Distribution Factor and Local Mass Transfer coefficient in a Random Packed Bed*. Chem. Eng. Journal 123 (2006), S. 81-91.

DUTKAI UND RUCKENSTEIN 1968

Dutkai, E.; Ruckenstein, E.: *Liquid Distribution in Packed Columns*. Chem. Eng. Sci. 23 (1968), S. 1365-1373.

DUTKAI UND RUCKENSTEIN 1970

Dutkai, E.; Ruckenstein, E.: *New Experiments Concerning the Distribution of a Liquid in a Packed Column*. Chem. Eng. Sci. 25 (1970), S. 483-488.

DZHONOVA-ATANASOVA ET AL. 2007

Dzhonova-Atanasova, D.; Kolev, N.; Nakov, S.: *Determination of Liquid Radial Spreading Coefficients of Some Highly Effective Packings*. Chem. Eng. Technol. 30 (2007) 2, S. 202-207.

EDWARDS ET AL. 1999

Edwards, D. P.; Krishnamurthy, K. R.; Potthoff, R. W.: *Development of an Improved Method to Quantify Maldistribution and its Effect on Structured Packing Column Performance*. Trans. IChemE 77 Part A (1999) Oktober, S. 656-662.

FITZ ET AL. 1999

Fitz, C. W.; King, D. W.; Kunesch, J. G.: *Controlled Liquid Maldistribution Studies on Structured Packing*. Trans IChemE 77, Part A (1999), S. 482-486.

FLATT 1966

Flatt, P.: *Einfluss der Ungleichverteilung und der radialen Diffusion auf die Trennwirkung von Füllkörperkolonnen*. ETH Zürich, Dissertation 1966.

GANN ET AL. 1992

Gann, M.; Kaiser, R.; Schoenmakers, H.; Zeck, S.: *Probleme und Erfahrungen bei großtechnischen Packungskolonnen*. Chem. Ing. Tech. 64 (1992) 1, S. 6-16.

GOLDMANN 1986

Goldmann, G.: *Ermittlung und Interpretation von Kennlinienfeldern einer gerührten Extraktionskolonne*. TU München, Dissertation 1986.

GROENHOF 1977

Groenhof, H. C.: *Scaling-up of Packed Columns, Part II*. Chem. Eng J. 14 (1977), S. 193-203.

GROENHOF UND STEMERDING 1977

Groenhof, H. C.; Stemerding, S.: *Der Einfluss des Kolonnendurchmessers auf die Wirkung einer Füllkörpersäule*. Chem. Ing. Tech. 49 (1977) 10, S. 835.

HARRISON UND FRANCE 1989

Harrison, M. E.; France, J. J.: *Trouble-Shooting Distillation Columns: Part 2: Packed Columns*, 4, Chem. Eng. (1989) , S. 121-128.

HAVLÍČEK UND SOVOVÁ 1984

Havlíček, A; Sovová, H.: *Measurement of Liquid Hold-up of the Dispersed Phase by an Ultrasonic Method*. Coll. Czech. Chem. Commun. 49 (1984) 2, S. 378-385.

HERSKOWITZ UND SMITH 1978

Herskowitz, M.; Smith, J. M.: *Liquid Distribution in Trickle-Bed Reactors*. AIChE J. 3 (1978), S. 439-454.

HIGLER ET AL. 1999

Higler, A.; Krishna, R.; Taylor, R.: *Nonequilibrium Cell Model for Packed Distillation Columns - The Influence of Maldistribution*. Ind. Eng. Chem. Res. 38 (1999), S. 3988-3999.

HOEK ET AL. 1986

Hoek, P. J.; Wesselingh, J. A.; Zuiderweg, F. J.: *Small Scale and Large Scale Liquid Maldistribution in Packed Columns*. Chem. Eng. Res. Des. 64 (1986), S. 431-449.

HOFTYZER 1964

Hoftyzer, P. J.: *Liquid Distribution in a Column with Dumped Packing*. Trans. IChemE 42 (1964), S. 109-117.

HUBER UND HILTBRUNNER 1966

Huber, M.; Hiltbrunner, R.: *Füllkörperrektifizierkolonnen mit Maldistribution*. Chem. Eng. Sci. 21 (1966), S. 819-832.

HUFNAGL 1992

Hufnagl, H.: *Dynamisches Verhalten einer Flüssig-flüssig-Extraktionskolonne*. TU München, Dissertation 1992.

HURTER 1893

Hurter, F.: *Coke-Towers and Similar Apparatus*. J. Soc. Chem. Ind. (1893), Nr. 3, S. 227-232.

KAIBEL 1999

Kaibel, G.: *Verfahren und Vorrichtung zur destillativen Trennung von Stoffgemischen*. Europäisches Patent Nr. 0684060B1 (1999).

KIRSCHBAUM 1931

Kirschbaum, E.: *Neue Fragen und Erkenntnisse aus der Rektifikationstechnik*. Z. Ver. Dtsch. Ing. 75 (1931), S. 1212-1216.

KIRSCHBAUM 1931

Kirschbaum, E.: *Einfluss des Säulendurchmessers und der Randgängigkeit auf die Wirkung und Belastbarkeit von Füllkörpersäulen*. Chem. Ing. Tech. 28 (1956), S. 639-644.

KISTER 1990

Kister, H. Z.: *Distillation Operation*. New York: McGraw-Hill 1990.

KISTER 1992

Kister, H. Z.: *Distillation Design*. New York: McGraw-Hill 1992.

KISTER ET AL. 2007

Kister, H. Z.; Stupin, W. J.; Lenferink, J. E. O.; Stupin, S. W.: *Troubleshooting a Packing Maldistribution Upset*. Chem. Eng. Res. Des. 85 (2007), S. 136-143.

KOURI UND SOHLO 1987

Kouri, R. J.; Sohlo, J. J.: *Liquid and Gas Flow Patterns in Random and Structured Packings*. IChemE Symp. Ser. 104 (1987), B193-B211.

KOURI UND SOHLO 1996

Kouri, R. J.; Sohlo, J. J.: *Liquid and Gas Flow Patterns in Random Packings*. Chem. Eng. J. 61 (1996), S. 95-105.

KUNESH ET AL. 1987

Kunesh, J. G.; Lahm, L.; Yanagi, T.: *Commercial Scale Experiments That Provide Insight on Packed Tower Distributors*. Ind. Eng. Chem. Res. 26 (1987), 1845-1850.

KUNESH ET AL. 2002

Kunesh, J. G.; Cai, T. J.; Chen, G. X.; Fitz, C. W.: *Effect of Bed Length and Vapour Maldistribution on Structured Packing Performance*. Chem. Eng. Res. Des. 81 (2003), S. 85-93.

LESPINASSE UND LE GOFF 1962

Lepinasse, B.; Le Goff, P.: *Recherches sur le Fonctionnement de Colonnes a Garnissage pour Absorption Gas-Liquide*. Revue Inst. fr. Petrole 17 (1962), S. 21-40

LOGSDAIL UND THORNTON 1957

Logsdail, D. H.; Thornton, J. D.: *Liquid-Liquid Extraction Part XIV: The Effect of Column Diameter upon the Performance and Throughput of Pulsed Plate Columns*. Trans. Inst. Chem. Eng. 35 (1957), S. 331-342.

MARCHOT ET AL. 1999

Marchot, P.; Toye, D.; Crine, M.; Pelsser, A.-M.; L'Homme, G.: *Investigation of liquid maldistribution in packed columns by X-ray tomography*. Trans. IChemE. 77 (1999), Part A, S. 511-518.

MEIER UND HUBER 1967

Meier, W.; Huber, M.: *Methode zum Messen der Maldistribution in Füllkörperkolonnen*. Chem. Ing. Tech. 39 (1967), S. 797-800.

MÍŠEK 1984

Míšek, T.; Berger, R.; Schröter, J.: *Standard Test Systems for Liquid Extraction*. 1984

MULLIN 1957

Mullin, J. W.: *The Effect of Maldistribution on the Performance of Packed Columns*. Ind. Chem. 33 (1957) August, S. 408-417.

OLUJIĆ UND GRAAUW 1989

Olujić, Ž.; de Graauw, J.: *Experimental Studies on the Interaction Between the Initial Liquid Distribution and the Performance of Structured Packing*. presented at the 6th Symp. on Separation Science and Technology, Knoxville 1989.

OLUJIĆ ET AL. 2006

Olujić, Ž.; Haaring, J., Baak, van R.: *Liquid Distribution Properties of Conventional and High Capacity Structured Packings*. Chem. Eng. Res. Des. 84 (2006), S. 867-874.

ONDA ET AL. 1973

Onda, K.; Takeuchi, H.; Maeda, Y.; Takeuchi, N.: *Liquid Distribution in a Packed Column*. Chem. Eng. Sci. 28 (1973), S. 1677-1683.

PILHOFER UND MILLER 1972

Pilhofer, T.; Miller, H. D.: *Photoelektrische Messmethode zur Bestimmung der Größenverteilung mitteldisperser Tropfen in einem nicht mischbaren flüssigen Zweistoffsystem*. Chem. Ing. Tech. 44 (1972) 5, S. 295-300.

PIZZO ET AL. 1998

Pizzo, S. M.; Moraes, D.; Fernandes, F. A. N.; Kobayasi, M. S.; Pazini, R. J.: *Analysis of Liquid Distribution in a Packed Column on a Pilot Scale*. Ind. Eng. Chem. Res. 37 (1998), S. 2844-2849.

POPPE 1973

Poppe, M.: *Wärme- und Stoffübertragung bei der Verdunstungskühlung im Gegen- und Kreuzstrom*. VDI-Forschungsheft 560. Düsseldorf: VDI-Verlag 1973.

PORTER UND JONES 1963

Porter, K. E.; Jones, M. C.: *A Theoretical Prediction of Liquid Distribution in a Packed Column with Wall Effect*. Trans. IChemE 41 (1963), S. 240-247.

POTTHOFF 1992

Potthoff, R.: *Maldistribution in Füllkörperkolonnen*. Fortschritt-Berichte VDI Reihe 3 Nr. 294. Düsseldorf: VDI-Verlag 1992.

PRVCIC ET AL. 1989

Prvcic, L. M.; Pratt, H. R. C.; Stevens, G. W.: *Axial Dispersion in a Pulsed-, Perforated-Plate Extraction Column*. AIChE J. 35 (1989), S. 1845-1855.

QADER ET AL. 1998

Quader, A.; Stevens, G. W.; Pratt, C.: *Transverse Dispersion and Maldistribution in a Pulsed Perforated-Plate Extraction Column*. Ind. Eng. Chem. Res. 37 (1998), S. 2086-2092.

SATTLER 2001

Sattler, K.: *Thermische Trennverfahren*. 3. Auflage. Weinheim: Wiley-VCH 1992.

SCHNEIDER 2004

Schneider, O.: *Maldistribution in Packungskolonnen - Ausmaß, Auswirkungen und Gegenmaßnahmen*. TU München, Dissertation 2004.

SCHNEIDER UND STICHLMAIR 2003

Schneider, O.; Stichlmair, J.: *Functionality of a Novel Double-Effective Packing Element*. Trans. IChemE 81 Part A (2003) Januar, S. 74-78.

STANEK UND KOLAR 1965

Stanek, V.; Kolar, V.: *Distribution of Liquid over a Random Packing*. Coll. Czech. Chem. 30 (1965), S. 1054-1059.

STEINER 1988

Steiner, L.: *Rechnerische Erfassung der Arbeitsweise von Flüssig-flüssig-Extraktionskolonnen*. VDI-Reihe 3, 154, Düsseldorf 1988.

STEMMER 1985

Stemmer, A.: *Untersuchungen zur Trennleistung von Füllkörperkolonnen unter besonderer Berücksichtigung der Maldistribution*. GH Essen, Dissertation 1985.

STICHLMAIR 1971

Stichlmair, J.: *Untersuchungen zum stationären und dynamischen Verhalten einer Absorptionskolonne*. TU München, Dissertation 1971.

STICHLMAIR 1980

Stichlmair, J.: *Leistungs- und Kostenvergleich verschiedener Apparatebauarten für die Flüssig/flüssig-Extraktion*, Chem. Ing. Tech. 52 (1980) 3, S. 253-255.

STICHLMAIR UND STEMMER 1987

Stichlmair, J.; Stemmer, A.: *Influence of Maldistribution on Mass Transfer in Packed Columns*. IChemE Symp. Ser. 104 (1987), B213-B224.

STICHLMAIR UND FAIR 1998

Stichlmair, J. G.; Fair, J. R.: *Distillation - Principles and Practice*. New York: Wiley-VCH 1998

STICHLMAIR 2003

Stichlmair, J. G.: *Einbauten für Packungskolonnen*; Deutsches Patent DE 102 03 819 (2003).

STIKKELMAN ET AL. 1989

Stikkelman, R.; de Graauw, J.; Olujic, Z.; Teeuw, H.; Wesselingh, H.: *A Study of Gas and Liquid Distributions in Structured Packings*. Chem. Eng. Technol. 12 (1989), S. 445-449.

STOTER 1993

Stoter, F.: *Modelling of Maldistribution in Structured Packings: From Detail to Column Design*. TU Delft, Dissertation 1993

THORMANN 1928

Thormann, K.: *Destillieren und Rektifizieren*. Leipzig: Verlag von Otto Spamer 1928.

TOUR UND LERMAN 1935A

Tour, R. S.; Lermann, F.: *An Improved Divice to Demonstrate the Laws of Frequency Distribution*. Trans. AIChE 35 (1939), S. 709-718.

TOUR UND LERMAN 1935B

Tour, R. S.; Lermann, F.: *The Unconfined Distribution of Liquid in Tower Packing*. AIChE 35 (1939), S. 719-742.

TOYE ET AL. 1994

Toye, D.; Marchot, P.; Crine, M.; L'Homme, G.: *The use of large scale computer assisted tomography for the study of hydrodynamics in trickling filters*. Chem. Eng. Sci. 49 (1994), S. 5271-5280.

TOYE ET AL. 1996

Toye, D.; Marchot, P.; Crine, M.; L'Homme, G.: *Modelling of multiphase flow in packed beds by computer assisted X-ray tomography*. Meas. Sci. Technol. 7 (1996), S. 436-443.

TREYBAL 1968

Treybal, R. E.: *Mass-Transfer Operations*. New York: McGraw-Hill 1968.

VDI-WÄRMEATLAS 1994

VDI-Wärmeatlas. 7. Auflage. Düsseldorf: VDI-Verlag 1994.

WEISMAN 1932

Weimann, N.: *Untersuchungen über die Rektifikation in Füllkörpersäulen*. Dissertation TH Karlsruhe, 1932.

WOODFIELD UND SEGE 1954

Woodfield, F. W.; Sege, G.A.: *A Louver-Plate Redistributor for Large Diameter Pulse Columns*. AIChE Symp. Ser. 50 (1954), S. 14.

YI UND TAVLARIDES 1990

Yi, J.; Tavlarides, L. L.: *Model for Hold-up Measurements in Liquid Dispersions Using an Ultrasonic Technique*. Ind. Eng. Chem. Res. 29 (1990) 3, S. 475-482.

YIN ET AL. 2002

Yin, F. H.; Afacan, A.; Nandakumar, K.; Chuang, K. T.: *Liquid Holdup Distribution in Packed Columns: Gamma Ray Tomography and CFD Simulation*. Chem. Eng. and Process. 41 (2002), S. 473-483.

ZAMPONI 1996

Zamponi, G.: *Das dynamische Verhalten einer gerührten Siebboden-Extraktionskolonne*. TU München, Dissertation 1996.

ZUIDERWEG ET AL. 1987

Zuiderweg, F. J.; Hoek, P. J.; Lahm Jr.; L.: *The Effect of Liquid Distribution and Redistribution on the Separating Efficiency of Packed Columns*. IChemE Symp. Ser. 104 (1987), A217-A231.