

Die Chemische Werke Hüls AG gibt als maximale Temperaturbelastung 140°C an. Sie ist aber — im Dauerbetrieb — stark abhängig von der Zusammensetzung der angreifenden chemischen Produkte. Es sollten also in jedem Anwendungsfall beide Beanspruchungen gemeinsam kritisch erwogen werden. Ferner kann die Haltbarkeit einer Auskleidung leiden, wenn die beanspruchende Substanz Spuren von Medien enthält, gegen die der Werkstoff nicht beständig ist. Die Verarbeiter haben eine auf etwa zehnjähriger Erfahrung

basierende Beständigkeitsliste zur Verfügung, die laufend ergänzt wird. Soll der Werkstoff aber bei Produkten verwendet werden, deren Einwirkung bisher noch nicht bekannt ist, dann empfiehlt es sich, durch Einbau von Versuchsstücken oder Prüfkörpern — möglichst unter echten Betriebsbedingungen — Klarheit zu schaffen. Wenn diese Möglichkeit nicht besteht, sollte man im Korrosionslabor einer Materialprüfstelle sichere Erfahrungen sammeln.

Eingegangen am 9. Oktober 1964 [B 1846]

Eine neue Packung für die Vakuumrektifikation

DR. A. SPERANDIO, DR. M. RICHARD UND DR. M. HUBER*
Gebrüder Sulzer Aktiengesellschaft, Winterthur/Schweiz

Die neue Packung ist aus Drahtgewebe gefertigt und besteht aus einer regelmäßigen Anordnung freier Stömungskanäle, die zur Kolonnenachse geneigt sind. Die Packung ist wegen des kleinen Druckverlustes und der großen Belastbarkeit für Vakuumrektifikation besonders geeignet. Die Trennstufenzahl von 6 bis 12 pro Meter erlaubt eine Verwendung auch bei schwierigen Trennproblemen. In einer Testkolonne wurden sechs verschiedene Gemische im Druckbereich von 2 bis 720 Torr untersucht. Die Ergebnisse werden mitgeteilt und diskutiert.

In den letzten zehn Jahren wurden neue Kolonnen-typen entwickelt mit großen Trennstufenzahlen zur Trennung von Isotopen und isomeren Gemischen¹⁾, sowie mit einem kleinen Druckverlust zur Trennung thermisch empfindlicher Gemische im Vakuum²⁻⁴⁾. Die Filmkolonne nach Kuhn^{5,6)} besitzt beide Eigenschaften, sie kann aber für industrielle Leistungen nicht verwirklicht werden. Wir stellten uns die Frage, ob nicht die gleich gute Wirksamkeit, bei wesentlich einfacherer Ausführung, durch eine geordnete Packung erreicht werden kann, bei welcher die Stoffe in Strömungskanälen ausgetauscht werden, die aus Drahtgewebe gefertigt sind. Bei der Entwicklung der Packung stützten wir uns auf eigene Untersuchungen zur Bildung und Stabilität eines Flüssigkeitsfilmes auf einem Drahtgewebe sowie auf Erfahrungen mit Drahtgeweberingen — Dixon-Ringen — in technischen Kolonnen. Die neue Packung wurde dann anlässlich derACHEMA 1964 der Fachwelt vorgestellt⁷⁾.

Die Anforderungen, denen eine Gewebepackung entsprechen muß, sowie die Eigenschaften, die man von ihr erwartet, sind schon mehrfach diskutiert worden. Wir erwähnen hier die bekannte Arbeit von Stedman⁸⁾ sowie den Überblick über gepackte Kolonnen von Ellis⁹⁾. Studiert man diese Arbeiten, so fällt der große Unterschied auf, der besteht zwischen der Einsicht in die Zusammenhänge und Vorteile einer geordneten Gewebepackung einerseits, und der spärlichen oder kaum vorhandenen Anwendung in industriellen Kolonnen andererseits¹⁰⁾.

Den Grundlagen zum Stoffaustausch konnten wir nichts Neues hinzufügen. Wir konnten aber wesentliche Richtlinien wirtschaftlicher und praktischer Art aufstellen, vor allem im Hinblick auf eine industrielle Anwendung. Wir gingen bei der Entwicklung der geordneten Packung von den Eigenschaften und Kosten der 6-mm-Dixon-Ringe aus und stellten folgende Forderungen:

- die Packung soll, bezogen auf gleiche Leistung, weniger Gewebe benötigen,
- die Belastungsmöglichkeit soll größer sein,
- der Druckverlust soll kleiner sein,
- die Trennstufenzahl soll unabhängig vom Kolonnendurchmesser sein,
- ein Fluten soll nicht mehr notwendig sein, und
- die Packung muß sich einfach herstellen lassen.

Entwicklung der Packung

Die Packung wurde in drei Etappen entwickelt. In der ersten wurde mit abtastenden Grundversuchen die zweckmäßigste Struktur ermittelt. In der zweiten untersuchten wir mit systematischen Messungen den Einfluß der wichtigsten geometrischen Parameter. Die dritte Etappe umfaßte Untersuchungen über den Einfluß und die Behebung der Randgängigkeit sowie den Einfluß des Kolonnendurchmessers und die Aufgabe des Rücklaufes. Die Entwicklungskosten bis heute verteilen sich wie folgt: erste Etappe 10%, zweite 20%, dritte 70%. Die Hauptarbeit war also nicht das Auffinden einer geeigneten Struktur, sondern das Auffinden geeigneter Vorkehrungen, damit die Packung auch bei größeren Kolonnendurchmessern zuverlässig arbeitet.

*) Vortrag auf dem Jahrestreffen der Verfahrens-Ingenieure, vom 4. bis 7. Oktober 1964 in Basel.

Abtastende Grundversuche

Der Verlauf und die wesentlichen Ergebnisse dieser Versuche sind in Abb. 1 zusammengestellt. Die angegebenen Richtwerte für die Trennstufenzahl beziehen sich auf eine Glaskolonne mit 50 mm Dmr., 1 m Länge und das Testgemisch n-Heptan/Methylcyclohexan bei einer Dampfgeschwindigkeit von 1 m/s und dem Druck 720 Torr. Wir rechneten mit dem Einzeltrennfaktor $\alpha = 1,073$. Alle Messungen wurden bei vollständigem Rücklauf vorgenommen. Die Höhe eines Packungselementes gemäß Abb. 1 betrug 6 cm, die Packung enthielt an Gewebe-Oberfläche rd. 35 dm²/dm³.

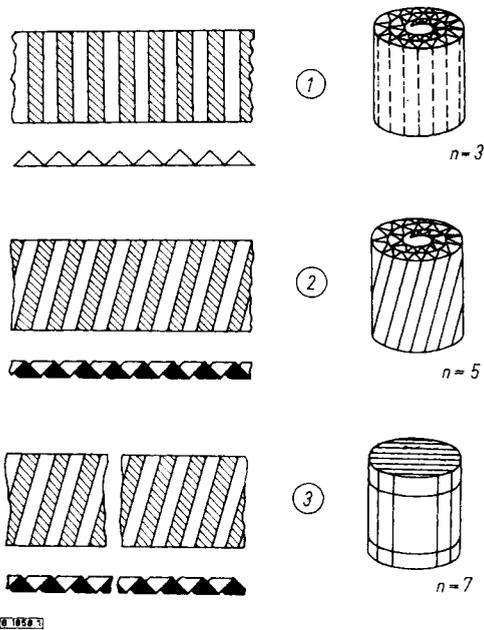


Abb. 1. Skizze der drei ersten Entwicklungsstufen der neuen Packung. Die Zahlenwerte von n kennzeichnen die Trennstufen pro m.

1. Versuchsreihe: Ein gerade gezahntes Band wurde zusammen mit einem glatten Band aufgerollt. Die Strömungskanäle liefen parallel zur Kolonnenachse; die Packung hat keine verteilende Wirkung; erreicht wurden drei Trennstufen pro m.

2. Versuchsreihe: Ein schräg gezahntes Band wurde aufgerollt. Diese Anordnung hat eine Verteilwirkung in Umfangsrichtung, aber nicht in radialer Richtung; erreicht wurden fünf Trennstufen pro m.

3. Versuchsreihe: Ein schräg gezahntes Band wurde verschnitten, die einzelnen Stücke zu einem runden Körper zusammengeschichtet und je abwechselnd 90° versetzt in die Kolonne eingefüllt. Je zwei Körper bilden sinngemäß ein „Packungselement“. Bei dieser Packung werden die Stoffströme über den Querschnitt verteilt; sie läßt sich jedoch nicht serienmäßig herstellen. Erreicht wurden sieben Trennstufen pro m.

4. Versuchsreihe: Es wurde die gleiche Packung wie bei der 3. Versuchsreihe benutzt, jedoch nach jeder gezahnten Lage eine glatte Zwischenlage eingefügt. Die Verbesserung auf neun Trennstufen pro m entspricht der größeren Austauschfläche.

Einfluß der geometrischen Parameter

Mit zunehmendem Neigungswinkel der Zahnung zur Kolonnenachse wird die Trennstufenzahl größer, jedoch die Belastungsmöglichkeit sinkt und der Druckverlust steigt.

Eine kleinere Zahnungshöhe und damit eine größere Gewebe-Oberfläche pro Volumen ergibt eine größere Trennstufenzahl, jedoch wiederum eine geringere Belastungsmöglichkeit und einen größeren Druckverlust.

Kolonnendurchmesser, Aufgabe des Rücklaufes

Die Packung hat eine selbstverteilende Wirkung; infolgedessen sind die Trennstufenzahlen bei gleichmäßiger Aufgabe des Rücklaufes vom Rohrdurchmesser unabhängig, sofern dieser einen Wert von rd. 100 mm übersteigt. Bei kleineren Rohrdurchmessern (Pilotkolonnen) nimmt die Trennstufenzahl etwas ab. Bei der Aufgabe des Rücklaufes genügt es, rd. alle 20 bis 30 cm² einen Flüssigkeitsstrahl aufzugeben. Gute Ergebnisse erhielten wir mit rotierenden Verteilern. Versuche ergaben jedoch, daß die in Abb. 2 angegebenen Werte um rd. 1/3 schlechter werden, wenn man den Verteiler blockiert. Mit einem starren Verteiler (Röhrensystem) konnten gleich gute Trennstufenzahlen erreicht werden. Einseitige Störversuche ergaben, daß die Packung gegenüber einzelnen abgeblindeten Aufgabestellen unempfindlich ist.

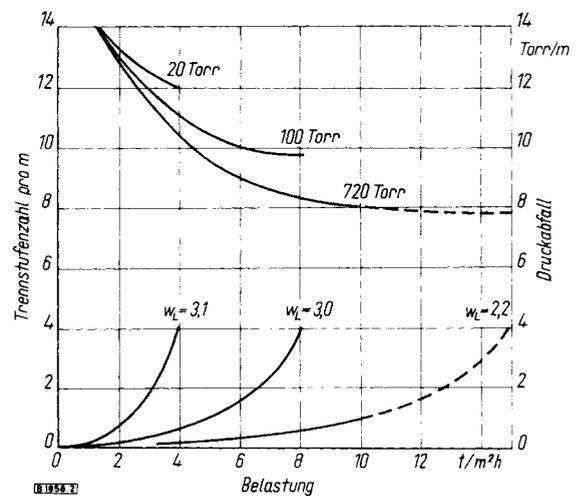


Abb. 2. Leistungsdaten der Packung mit dem Testgemisch Chlorbenzol/Athylbenzol in einem Rohr von 500 mm Dmr. und 2,5 m Packungslänge. Trennfaktor α nach Hawkins und Brent⁽¹⁾, s. Tab. 1.

Eigenschaften der Packung

Abb. 3 zeigt eine Photographie der Packung. Die sauber geführten Strömungskanäle für das Gas, umgeben vom Flüssigkeitsfilm auf dem Drahtgewebe, sind gut sichtbar.

Wir wollen einen Packungstyp mit einer Filmkolonne nach Kuhn vergleichen, bei welcher leere Rohre von 4 mm Dmr. parallel geschaltet sind⁽⁶⁾. Diese liefert mit einem Testgemisch (Molekulargewicht 100) und einer Belastung von 0,2 m/s bei 720 Torr 20 Trennstufen pro m.

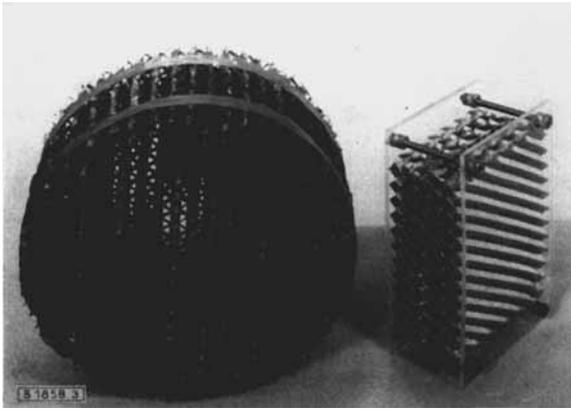


Abb. 3. Ansicht der Packung. Links: vollständiger Packungskörper; rechts: rechteckiger Ausschnitt aus der Packung.

Mit einem Packungstyp von gleicher Austauschfläche, gleichem Diffusionsweg und einem Neigungswinkel von 45° wurden in einer Kolonne von 220 mm Dmr. bei gleichen Bedingungen ebenfalls 20 Trennstufen pro m gemessen. Ein derartiges Kolonnenrohr entspricht jedoch der Leistung einer Kolonne nach Kuhn von 3000 parallelen Rohren.

In Abb. 2 sind die Leistungsdaten einer Packung zusammengestellt, die den weitesten Anwendungsbereich haben dürfte. Der Neigungswinkel der Zahnung zur Kolonnenachse beträgt hier 30° , die Zahnhöhe 6 mm. Diese Daten wurden wie üblich bei totalem Rücklauf ermittelt; als Testgemisch diente Chlorbenzol/Äthylbenzol, der Einzeltrennfaktor stammt von *Hawkins* und *Brent*, s. Tab. 1. Der Rohrdurchmesser der Kolonne betrug 500 mm, die Packungslänge 2,5 m.

Tabelle 1. Einzeltrennfaktoren α beim Gemisch Chlorbenzol/Äthylbenzol. Vergleich zwischen den Werten, die aus den Gleichgewichtsmessungen stammen, und denen, die aus den Dampfdrücken berechnet wurden. Die Gleichgewichtswerte sind aus ¹⁴⁾ entnommen, die Werte mit * wurden interpoliert aus Messungen bei 760 Torr und 300 Torr. Die Dampfdrucke stammen aus ¹⁵⁾ und ¹⁶⁾. Will man den Einfluß auf die Trennstufenzahl beurteilen, so muß $\ln \alpha$ betrachtet werden.

Berechnet aus	720 Torr		100 Torr		20 Torr	
	α	$\ln \alpha$	α	$\ln \alpha$	α	$\ln \alpha$
Gleichgewichtsmessungen	1,103*	0,098	1,118*	0,112	1,120	0,113
Dampfdrücken	1,127	0,118	1,180	0,166	1,240	0,215

Vergleich mit 6-mm-Dixon-Ringen

Der Vergleich wurde an einer Kolonne mit 220 mm Dmr. und 6 m Länge vorgenommen. Als Testgemisch diente wieder Chlorbenzol/Äthylbenzol¹¹⁾. Die Zahlenwerte beziehen sich auf einen Rektifizierdruck von 20 Torr und eine Belastung von 75% der Belastungsgrenze.

Zum Vergleich benützten wir die Wertungszahl

$$\frac{a}{G \cdot \text{TSZ}}$$

wobei G die Belastung in t/m^2h , TSZ die Trennstufenzahl pro m, a die Gewebe-Oberfläche pro Volumen in m^2/m^3 sind.

Die Wertungszahl gibt an, wieviele m^2 Oberfläche nötig sind, um eine Trennstufe und $1 t/m^2h$ Durchsatz zu erhalten.

Für den 6-mm-Dixon-Ring ergibt sich:

$$\text{Wertungszahl} = \frac{800}{1,7 \cdot 22} = 21,$$

$$\text{Druckverlust} = 0,45 \text{ Torr pro Trennstufe.}$$

Für die Packung ergibt sich:

$$\text{Wertungszahl} = \frac{260}{3,0 \cdot 12} = 7,2,$$

$$\text{Druckverlust} = 0,15 \text{ Torr pro Trennstufe.}$$

Die Packung ist also in der Wertungszahl, die die Wirtschaftlichkeit erfassen dürfte, dem Dixon-Ring um den Faktor 3 überlegen.

Messungen mit verschiedenen Gemischen

Zweck der Messungen

Beim Auslegen industrieller Kolonnen auf Grund von Pilotversuchen machten wir öfters die Erfahrung, daß die Trennstufenzahl stark vom Gemisch abhing, sofern wir experimentell gewonnene Einzeltrennfaktoren aus der Literatur verwendeten. Merkwürdig schien uns aber, daß die Trennstufenzahl bei isomeren Gemischen, bei denen man mit guten Gründen ideales Verhalten annehmen konnte, schlechter war als bei unserem Standard-Testgemisch Chlorbenzol/Äthylbenzol.

Wir testeten daraufhin die Packung im Vakuumbereich von 2 bis 100 Torr mit dem Testgemisch n-Decan-/trans-Decalin unter Verwendung der gemessenen Einzeltrennfaktoren von *Fenske*¹⁴⁾ und *Struck*¹⁵⁾. Die gemessenen Trennstufenzahlen stimmten sehr gut mit denjenigen aus dem Testgemisch Chlorbenzol/Äthylbenzol überein. Eine weitere Prüfung der Literatur über gemessene Einzeltrennfaktoren ergab wesentlich andere Werte bei anderen Autoren. Wir erwähnen hier die Arbeit von *Zuiderweg*¹⁶⁾ aus dem Jahre 1952. Je nach dem verwendeten Trennfaktor differieren die Trennstufenzahlen für das Gemisch n-Decan/trans-Decalin bis 50%; eine Zusammenstellung findet man in Tab. 2. Wir stellten sechs Gemische zusammen, mit denen ein Testversuch über einen Druckbereich von 2 bis 720 Torr möglich war. Damit sollte gleichzeitig geklärt werden, wie sich Molekulargewicht und Molekülstruktur auf die Trennstufenzahl auswirken. Zur Berechnung der Trennstufenzahl entschlossen wir uns, ausschließlich den Einzeltrennfaktor zu verwenden, der sich aus

Tabelle 2. Zusammenstellung der verschiedenen gemessenen Einzeltrennfaktoren für das Gemisch n-Decan/trans-Decalin. Der mit * bezeichnete Wert wurde interpoliert. Siehe auch die Erklärungen zu Tab. 1.

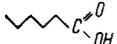
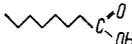
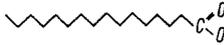
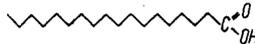
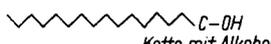
	720 Torr		100 Torr		20 Torr	
	α	$\ln \alpha$	α	$\ln \alpha$	α	$\ln \alpha$
<i>Fenske</i> u. <i>Mitarbb.</i> ¹⁴⁾	1,29	0,25	1,22	0,20	—	—
<i>Struck</i> u. <i>Kinney</i> ¹⁵⁾	—	—	—	—	1,14	0,13
<i>Zuiderweg</i> ¹⁶⁾ aus Dampfdrücken ^{17,18)}	1,35*	0,30	1,30	0,26	1,20	0,18
berechnet	1,39	0,33	1,31	0,27	1,24	0,21

den Dampfdruckkurven ergibt. Wir setzten also voraus, daß die benutzten Gemische ideal sind. Das dürfte wegen der nahen chemischen Verwandtschaft der Gemischkomponenten auch gerechtfertigt sein.

Eigenschaften der Gemische

Die Komponenten der Gemische, ihr Molekulargewicht und ihre Struktur sind in Abb. 4 zusammengestellt.

Das Gemisch Chlorbenzol/Äthylbenzol läßt sich über den Brechungsindex sowie gas-chromatographisch leicht analysieren. Der Preis ist mit rd. 2,— DM/kg günstig. Die Dampfdruckkurven ermöglichen Versuche von 20 bis 760 Torr und Kolonnen mit maximal 60 Trennstufen. Das oft vorgeschlagene Testgemisch n-Decan/trans-Decalin ist gut geeignet, scheidet aber für Großversuche als Testgemisch aus, weil für n-Decan im Chemikalienhandel Preise von mehr als 100,— DM/kg bezahlt werden müssen.

Chlorbenzol $C_6 H_5 Cl$	112,5		ebener Benzolring
Äthylbenzol $C_8 H_{10}$	106,1		ebener Benzolring mit Seitenkette
Decahydronaphthalin (Decalin)	138,2		gewinkelter Doppelring trans- und cis-Form
n-Decan $C_{10} H_{22}$	142,3		Kohlenwasserstoffkette
Capronsäure $C_6 H_{12} O_2$	116,2		Kette mit Carboxylgruppe
Caprylsäure $C_8 H_{16} O_2$	144,2		
Palmitinsäure $C_{16} H_{32} O_2$	256,4		
Stearinsäure $C_{18} H_{36} O_2$	284,5		
Hexadecanol $C_{16} H_{34} O$	242,4		Kette mit Alkoholgruppe
Octadecanol $C_{18} H_{38} O$	270,5		

1858 d

Abb. 4. Zusammenstellung der Komponenten der Testgemische. Angegeben ist die Summenformel, das Molekulargewicht und eine vereinfachte Strukturformel.

Als Testgemisch ist trans-Decalin/cis-Decalin sehr zu empfehlen. Es ist als Isomerengemisch zum Preise von 4,— DM/kg erhältlich. Rektifizierungsversuche sind möglich von 2 Torr (rd. 40°C Siedetemperatur) bis 760 Torr. Mit einem Gas-Chromatographen ist die Analyse einfach und sicher. Der Trennfaktor erlaubt jedoch nur einen Test über 20 Trennstufen.

Mit den beiden Fettsäure-Gemischen sollten Einflüsse der polaren Carboxylgruppe, der Verdoppelung des Molekulargewichtes von rd. 130 auf rd. 260, sowie der Verlängerung der Kohlenwasserstoffkette auf nahezu das Dreifache untersucht werden. Demselben Zweck diene die Untersuchung des Fettalkohol-Gemisches.

Dampfdruckwerte

Die Konstanten der Dampfdruckgleichung nach Antoine werden zum Berechnen des Einzeltrennfaktors $\alpha = (p_a/p_b)_t$ benötigt. Für die Testsubstanzen wurden sie aus der Literatur entnommen und in Tab. 3 zusammengestellt. Für n-Decan, trans-Decalin und cis-Decalin sind sehr genaue Werte von Rossini und Mitarbb.^{17,18)} im Bereich von 50 bis 760 Torr vorhanden. Die von anderen Autoren unterhalb 50 Torr berechneten und gemessenen Werte weichen bis zu 2°C voneinander ab. Wir haben in einer Drillingsapparatur die Dampfdruckkurven dieser drei Substanzen sorgfältig von 10 bis 720 Torr nachgemessen und gefunden, daß die von Rossini und Mitarbb. bestimmten Konstanten bis 10 Torr verwendet werden können. Die Genauigkeit beträgt dabei $\pm 0,15^\circ C$, entsprechend der Genauigkeit unserer Apparatur.

Tabelle 3. Konstanten der Dampfdruckgleichung nach Antoine für die Komponenten der Testgemische.

$$t = \frac{B}{A - \lg p} - C, \text{ mit } t \text{ in } [^\circ C] \text{ und } p \text{ in } [\text{Torr}].$$

	A	B	C
Chlorbenzol ¹³⁾	6,94504	1413,12	216,0
Äthylbenzol ¹²⁾	6,95366	1421,91	212,93
n-Decan ^{17,18)}	6,95367	1501,27	194,48
trans-Decalin ^{17,18)}	6,85681	1564,68	206,26
cis-Decalin ^{17,18)}	6,87529	1594,46	203,39

Die Dampfdruckwerte für die Fettsäuren wurden der Monographie von B. Müller und H. Stage¹⁹⁾ entnommen, die Dampfdruckwerte für die Fettalkohole dem „Handbook of Chemistry and Physics“²⁰⁾.

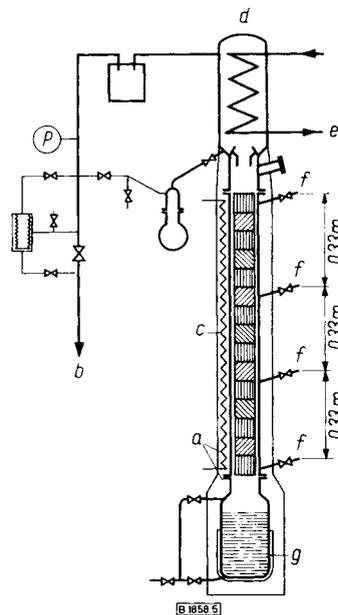


Abb. 5. Schema der Versuchskolonne zur Untersuchung der sechs Gemische.

Länge 1 m; Rohrdurchmesser 70 mm; freier Packungsdurchmesser 56 mm; Höhe eines Packungspaketes 60 mm. a Isolation, b zur Pumpe, c Hilfsheizung, d Kondensator, e Thermostat, f Probeventile, g Verdampfer.

Versuchskolonne und Meßmethode

Abb. 5 zeigt das Schema der Versuchskolonne. Der Durchmesser des Rohres beträgt 70 mm, die Länge 1 m. Die Packung besteht aus 15 einzelnen Packungskörpern von 60 mm Höhe und 68 mm Dmr. Die Zahnung der Packung ist 6 mm hoch, der Neigungswinkel zur Kolonnenachse beträgt 30°. Der Verdampfer wird elektrisch geheizt. Die Verdampfungswärmen der Gemische wurden zum Bestimmen der Belastung benötigt und sind bei den Ergebnissen angegeben. Der Wärmeverlust des Kolonnenrohres wurde experimentell bestimmt und durch die Hilfsheizung auf dem Rohr kompensiert. Die dadurch möglichen Fehler betragen bei kleinen Belastungen $\pm 5\%$, bei großen Belastungen $\pm 2\%$.

Längs der 1 m langen Kolonne sind vier Ventile angebracht, durch die man dampfförmige Proben entnehmen kann. Diese kurzen Abstände sind für Fettsäuren und Fettalkohole notwendig, bei denen nur über ein Drittel der Kolonnenlänge gemessen wurde; auf diese Weise blieb man im analytisch sicheren Konzentrationsbereich von 5 bis 95%. Die Proben wurden alle gas-chromatographisch analysiert. Abb. 6 zeigt die Ansicht der Versuchskolonne.

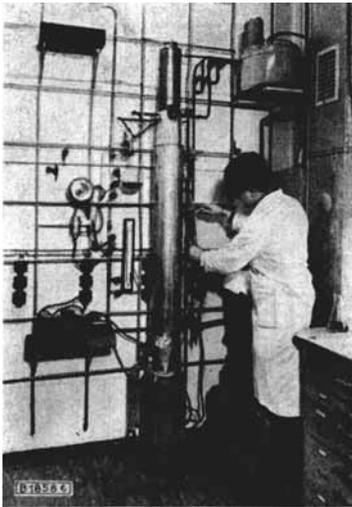


Abb. 6. Ansicht der Versuchskolonne

Ergebnisse

Die ausgewerteten Ergebnisse der sechs Gemische sind in den Abb. 7 bis 11 zusammengestellt. Auf Abb. 7 ist noch zusätzlich ein Versuch mit dem Testgemisch n-Heptan/Methylcyclohexan eingetragen. Jeder Abbildung ist eine Tabelle angefügt mit den beim Auswerten verwendeten Stoffgrößen. Der Unterschied in der Trennstufenzahl zwischen Abb. 2 und Abb. 7 rührt daher, daß zur Auswertung verschiedene α -Werte benutzt wurden. Die angegebenen Verdampfungswärmen wurden aus den Dampfdrücken mittels der Gleichung von Clausius-Clapeyron berechnet. Die Kurven für die Trennstufenzahl verlaufen für alle Gemische nahezu gleich. Charakteristisch ist, daß mit sinkender Belastung die Trennstufenzahl zunimmt, und zwar unabhängig davon, ob man das Ausmessen der Kurve bei kleinen oder großen Belastungen beginnt. Dies ist ein Hinweis darauf, daß der Flüssigkeitsfilm mit Sicherheit gebildet wird und stabil bleibt.

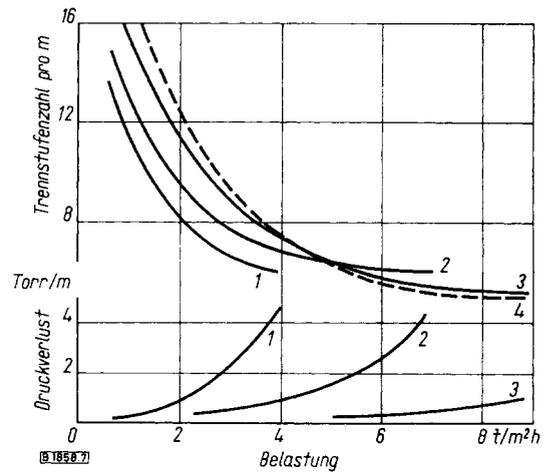


Abb. 7. Trennstufenzahl und Druckverlust in Abhängigkeit von der Belastung
Kurven 1, 2, 3: Ergebnisse mit dem Gemisch Chlorbenzol (a)/Äthylbenzol (b)
Kurve 4: Ergebnisse mit dem Gemisch n-Heptan(a)/Methylcyclohexan (b)
 t_{sa} bzw. t_{sb} ist die Siedetemperatur der Komponente a bzw. b beim angegebenen Druck. $\alpha = \frac{P_a}{P_b}$ = Verdampfungswärme

Kurve	Kopfdruck [Torr]	t_{sa} [°C]	t_{sb} [°C]	$\alpha = \frac{P_a}{P_b}$	ΔH_v [cal/g]
1	20	34,4	38,6	1,240	90
2	100	68,9	74,1	1,180	88
3	720	129,7	134,2	1,127	78
4	720	96,6	99,0	1,073	80

Molekulargewichte: Chlorbenzol 112, Äthylbenzol 106, n-Heptan 100, Methylcyclohexan 98

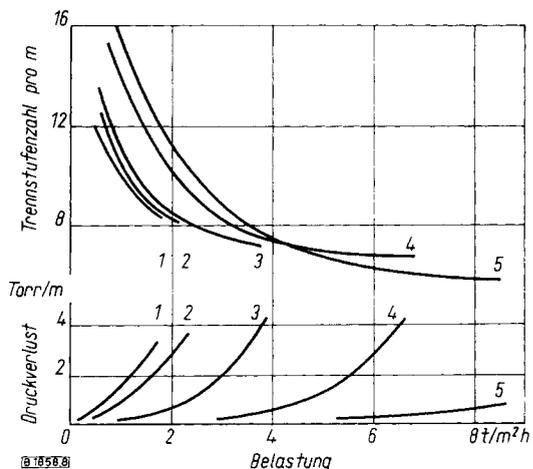


Abb. 8. Trennstufenzahl und Druckverlust beim Gemisch n-Decan(a)/trans-Decalin(b)

Kurve	Kopfdruck [Torr]	t_{sa} [°C]	t_{sb} [°C]	$\alpha = \frac{P_a}{P_b}$	ΔH_v [cal/g]
1	2	31,1	32,4	1,102	88
2	5	45,5	47,9	1,156	85
3	20	71,0	75,4	1,240	81
4	100	108,5	116,4	1,310	77
5	720	172,0	185,1	1,390	71

Molekulargewichte: n-Decan 142,3, trans-Decalin 138,2

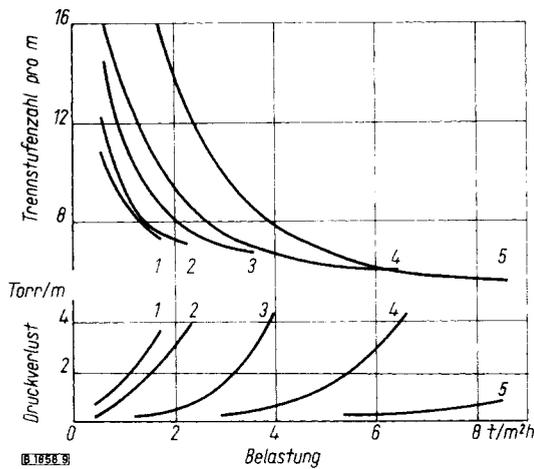


Abb. 9. Trennstufenzahl und Druckverlust beim Gemisch trans-Decalin(a)/cis-Decalin(b)

Kurve	Kopfdruck [Torr]	t_{sa} [°C]	t_{sb} [°C]	$\alpha = \frac{Pa}{Pb}$	ΔH_v [cal/g]
1	2	32,4	39,1	1,538	88
2	5	47,9	54,8	1,470	85
3	20	75,4	82,6	1,405	81
4	100	116,1	124,4	1,310	77
5	720	185,1	193,6	1,209	71

Molekulargewichte: trans-Decalin 138,2, cis-Decalin 138,2

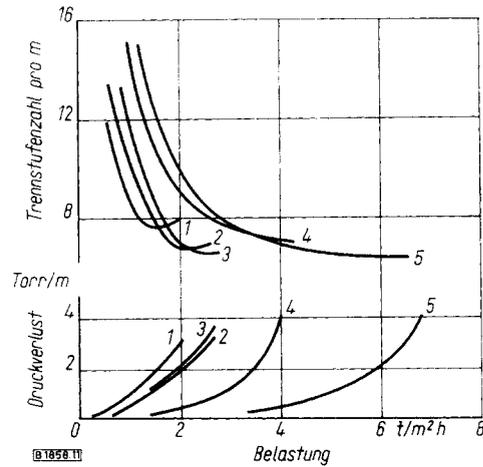


Abb. 11. Trennstufenzahl und Druckverlust in Abhängigkeit von der Belastung

Kurven 1 und 2: Ergebnisse mit dem Gemisch Palmitinsäure (a)/Stearinsäure (b)
Kurven 3 bis 5: Ergebnisse mit dem Gemisch Hexadecanol (a)/Octadecanol (b)

Kurve	Kopfdruck [Torr]	t_{sa} [°C]	t_{sb} [°C]	$\alpha = \frac{Pa}{Pb}$	ΔH_v [cal/g]
1	2	178,0	195,0	2,53	84
2	5	195,6	213,2	2,35	81
3	5	160,0	183,0	2,42	80
4	20	198,0	220,0	2,16	75
5	100	251,5	269,0	1,99	70

Molekulargewichte: Palmitinsäure 256,4, Stearinsäure 284,5, Hexadecanol 242,4, Octadecanol 270,5

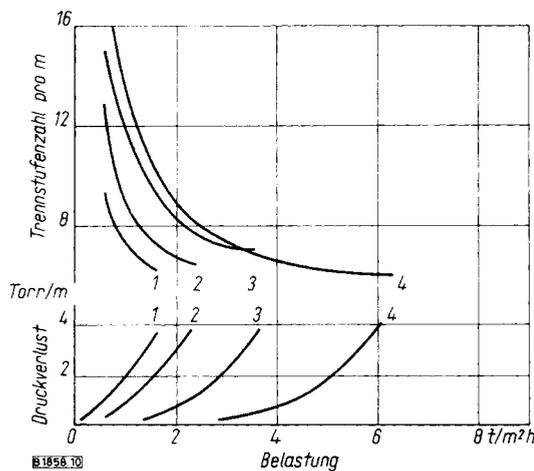


Abb. 10. Trennstufenzahl und Druckverlust beim Gemisch Capronsäure(a)/Caprylsäure(b)

Kurve	Kopfdruck [Torr]	t_{sa} [°C]	t_{sb} [°C]	$\alpha = \frac{Pa}{Pb}$	ΔH_v [cal/g]
1	2	73,5	98,0	5,58	134
2	5	87,8	113,0	4,80	130
3	20	112,0	139,0	3,98	123
4	100	146,5	176,5	3,32	115

Molekulargewichte: Capronsäure 116,2, Caprylsäure 144,2

Die Packung paßt nicht satt in das Rohr; sie ist mit einem elastischen Distanzkragen versehen, der sich den Unebenheiten der Rohrwand anpaßt. Im 70-mm-Rohr verspermt dieser Kragen fast 40% des Querschnittes, im 500-mm-Rohr noch rd. 7%. Da die Belastung auf den Rohrquerschnitt bezogen ist, werden im engen Rohr die wirkliche spezifische Belastung und damit auch der Druckverlust höher sein. Die Druckverluste in Abb. 7 bis 10 sind stets mit dem Faktor 0,56 multipliziert und entsprechen dem Druckabfall in einem Rohr von etwa

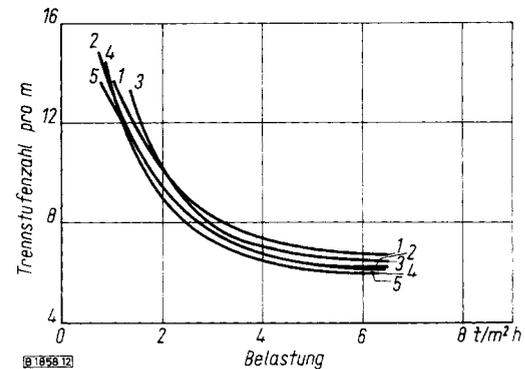


Abb. 12. Vergleich der Trennstufenzahlen beim Kopfdruck 100 Torr

Kurve 1: n-Decan/trans-Decalin
Kurve 2: trans-Decalin/cis-Decalin
Kurve 3: Hexadecanol/Octadecanol
Kurve 4: Capronsäure/Caprylsäure
Kurve 5: Chlorbenzol/Athylbenzol

200 mm Dmr. und mehr. Der Faktor wurde experimentell bestimmt aus Meßwerten an Rohren mit 70 und 500 mm Dmr.

Vergleich der Gemische

Zum besseren Vergleich der verschiedenen Gemische wurden die Meßergebnisse für den Druck 100 Torr in Abb. 12 zusammengefaßt. Berücksichtigt man die Fehlergrenzen, so decken sich die Kurven für die Trennstufenzahlen der verschiedenen Gemische. Ob Molekulargewicht 100 oder 280, ob Siedetemperatur 70°C

oder 160 °C, ob Molekülgröße 5 Å oder 20 Å, die Trennstufenzahl bleibt dieselbe. Wir glauben, daß die früher festgestellten Unterschiede der Trennstufenzahl auf Unsicherheiten über den Einzeltrennfaktor zurückzuführen sind.

In Abb. 13 ist die Abhängigkeit der Trennstufenzahl vom Druck zusammengestellt. Die obere Kurve zeigt den Vergleich bei der Belastung 1 t/m²h. Die Trennstufenzahl nimmt mit zunehmendem Druck zu. Zu beachten ist, daß bei dieser Belastung bei 2 Torr die Dampfgeschwindigkeit rd. 15 m/s beträgt, bei 720 Torr noch rd. 0,1 m/s. Die Flüssigkeitsmenge ist dagegen in beiden Fällen dieselbe. Die Filmdicke dürfte im Vakuum — immer bezogen auf die Belastung 1 t/m²h — größer sein, weil der Holdup rd. 50% größer ist. Eine praktische Bedeutung besitzt dieser Vergleich nicht, weil man bei höheren Drucken auch immer eine höhere Belastung wählen wird.

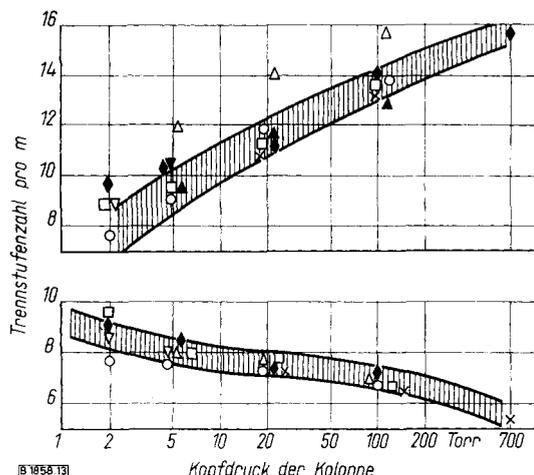


Abb. 13. Vergleich der Trennstufenzahlen der sechs Gemische in Abhängigkeit vom Druck.

Obere Kurve: Vergleich bei der Belastung 1 t/m² h;

Untere Kurve: Vergleich bei der Belastung $w_L = 2$ m/s.

Die Punkte entsprechen den einzelnen Gemischen:

- × Chlorbenzol/Äthylbenzol
- n-Decan/trans-Decalin
- trans-Decalin/cis-Decalin
- Capronsäure/Caprylsäure
- ▽ Palmitinsäure/Stearinsäure
- △ Hexadecanol/Octadecanol
- ▲ Hexadecanol/Octadecanol bei 1,4 t/m² h

Die untere Kurve²¹⁾ zeigt den Vergleich bei derselben vergleichbaren Luftgeschwindigkeit von 2 m/s. Das leichte Absinken der Trennstufenzahl mit zunehmendem Druck dürfte auf den dickeren Flüssigkeitsfilm bei höheren Drucken zurückzuführen sein; denn die Flüssigkeitsbelastung ist ja hier wesentlich größer.

Die Trennstufenzahl beim gleichen Prozentsatz der jeweils geltenden Belastungsgrenze ist im Bereich von 2 bis 100 Torr vom Druck praktisch unabhängig. Wie schon erwähnt, wurde die Trennstufenzahl mit dem Einzeltrennfaktor α berechnet, der sich aus den Dampfdruckkurven ergibt, wenn man Gültigkeit des Raoult'schen Gesetzes annimmt. Die unmittelbar gemessenen Einzeltrennfaktoren sind durchweg kleiner, in der Regel rd. 10%, wobei aber Abweichungen bis zu 50% auftreten. Die angegebenen Werte dürften daher eher etwas zu klein sein.

Zum Bestimmen der zulässigen Belastung sowie des Druckverlustes bei einem beliebigen Druck eignet sich gut die von Neumann²¹⁾ vorgeschlagene vergleichbare

Tabelle 4. Zusammenstellung der Belastung in t/m²h beim Druckverlust 3 Torr/m für die Drücke 2, 5, 20 und 100 Torr.

Gemisch	Druck [Torr]			
	2	5	20	100
Chlorbenzol/Äthylbenzol	—	—	3,4	6,2
n-Decan/trans-Decalin	1,6	2,1	3,5	6,1
trans-Decalin/cis-Decalin	1,5	2,0	3,6	6,1
Capronsäure/Caprylsäure	1,4	2,0	3,4	5,7
Palmitinsäure/Stearinsäure	1,9	2,5	—	—
Hexadecanol/Octadecanol	—	2,4	3,7	6,5

Tabelle 5. Zusammenstellung der Belastung in vergleichbarer Luftgeschwindigkeit w_L in m/s beim Druckverlust 3 Torr/m für die Drücke 2, 5, 20 und 100 Torr.

Gemisch	Druck [Torr]			
	2	5	20	100
Chlorbenzol/Äthylbenzol	—	—	2,5	2,2
n-Decan/trans-Decalin	3,3	2,8	2,5	2,0
trans-Decalin/cis-Decalin	3,2	2,8	2,6	2,0
Capronsäure/Caprylsäure	3,5	3,0	2,6	2,1
Palmitinsäure/Stearinsäure	3,5	2,9	—	—
Hexadecanol/Octadecanol	—	2,8	2,5	1,9

Luftgeschwindigkeit w_L . In Tab. 4 sind für die Drücke 2, 5, 20 und 100 Torr die Belastungen in t/m²h beim Druckverlust 3 Torr pro m aufgetragen und auf Tabelle 5 die entsprechenden w_L -Werte. Der Druckverlust 3 Torr pro m entspricht etwa 90% der Belastungsgrenze. Tab. 5 zeigt, daß die zulässigen w_L -Werte mit sinkendem Druck größer werden, jedoch beim gleichen Druck für die verschiedenen Gemische praktisch gleich bleiben.

Eingegangen am 30. November 1964 [B 1858]

Literatur

- 1) M. Huber u. A. Sperandio, diese Ztschr. 36, 221 [1964].
- 2) F. Neumann, diese Ztschr. 33, 485 [1961].
- 3) K. Bevers, diese Ztschr. 36, 217 [1964].
- 4) L. B. Bragg, Ind. Engng. Chem. 49, 1063 [1957].
- 5) W. Kuhn, Helv. chim. Acta 35, 1685 [1952].
- 6) M. Huber, Brit. chem. Engng. 6, 459/65 [1961].
- 7) R. Billet u. O. Nagel, (ACHEMA-Bericht) diese Ztschr. 36, 1259 [1964].
- 8) D. F. Stedman, Trans. Amer. Inst. chem. Engr. 33, 153 [1937].
- 9) S. R. M. Ellis u. J. Varjavandi, Chem. Process Engng. 39, 239 [1958].
- 10) F. Morton, Trans. Instn. chem. Engr. 29, 240/51 [1951].
- 11) J. E. Hawkins u. J. H. Brent, Ind. Engng. Chem. 43, 2610 [1951].
- 12) Circular C 461 of the National Bureau of Standards, 1947.
- 13) Physical Properties of chemical Compositions, Bd. 1, Amer. chem. Soc., 1955.
- 14) M. R. Fenske, H. S. Myers u. D. Quiggle, Ind. Engng. Chem. 42, 649 [1950].
- 15) R. T. Struck u. C. R. Kinney, Ind. Engng. Chem. 42, 77 [1950].
- 16) F. J. Zuiderweg, Chem. Engng. Sci. 1, 164 [1952].
- 17) F. D. Rossini, J. Res. nat. Bur. Standards 35, 219 [1945].
- 18) D. L. Camin u. F. D. Rossini, J. phys. Chem. 59, 1173 [1955].
- 19) E. Müller u. H. Stage: Experimentelle Vermessung von Dampf-Flüssigkeitsgleichgewichten, Berlin-Göttingen-Heidelberg 1961.
- 20) Handbook of Chemistry and Physics, 40. Aufl. 1958.
- 21) F. Neumann, diese Ztschr. 33, 439 [1961].