# Destillier-<sup>und</sup> Rektifiziertechnik

## Von

# Dr.-Ing. habil. Emil Kirschbaum

Professor an der Technischen Hochschule in Karlsruhe



## Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH



# Destillierund Rektifiziertechnik

Von

## Dr.-Ing. habil. Emil Kirschbaum Professor an der Technischen Hochschule in Karlsruhe

Mit 227 Abbildungen im Text und 5 Tafeln



Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH 1940 Additional material to this book can be downloaded from http://extras.springer.com

ISBN 978-3-662-05486-4 ISBN 978-3-662-05531-1 (eBook) DOI 10.1007/978-3-662-05531-1

Alle Rechte, insbesondere das der Übersetzung in fremde Sprachen, vorbehalten. Copyright 1940 by Springer-Verlag Berlin Heidelberg Ursprünglich erschienin bei Julius Springer in Berlin 1940 Softcover reprint of the hardcover 1st edition 1940

# Meinen Eltern

gewidmet

## Vorwort.

Während die Verfahrenstechnik (das Chemie-Ingenieurwesen) und das Gesamtgebiet des Apparatebaues in Sammelwerken zusammenfassend und ihrer wachsenden Bedeutung entsprechend behandelt sind, haben die einzelnen Gebiete des Apparatebaues im Schrifttum nicht den ihnen gebührenden Niederschlag gefunden. Ein Grund für diesen Tatbestand ist darin zu suchen, daß im Drange der betrieblichen Durchführung von Verfahren zur Herstellung vieler Verbrauchsstoffe die ausführende Praxis dem Stande der Forschung und Lehre weit vorauseilte. Dieser Unstimmigkeit wurde bei uns insofern etwas abgeholfen, als unter Mitwirkung der deutschen Industrie das Lehrgebiet für Apparatebau und die Studienrichtung für Chemie-Ingenieure vor über zehn Jahren erstmalig in den Studienplan einer deutschen technischen Hochschule (Karlsruhe) aufgenommen wurde und als sich die Forschung in Deutschland gerade der in diesem Buche zu behandelnden Destillier- und Rektifiziertechnik besonders angenommen hat. Wie wichtig diese für die Wirtschaft und Lebenshaltung eines Volkes ist, geht beispielsweise aus dem einfachen Hinweis darauf hervor, daß alle flüssigen Treibstoffe in Destillier- und Rektifizierapparaten hergestellt werden und daß letztere einen bedeutenden Teil der Einrichtungen chemischer Fabriken und anderer Werke zur Gewinnung lebenswichtiger Stoffe darstellen. Es ist ohne Zweifel, daß die Destillier- und Rektifizierapparate gerade in der jüngsten Entwicklung der Technik an Bedeutung noch zugenommen haben.

Das vorliegende Buch will sowohl eine der aufgezeigten Lücken im Schrifttum schließen als auch die Erkenntnisse der Forschung in Verbindung mit den Aufgaben der Technik zusammenfassen. Als solches ist es für den lernenden und für den in der Praxis tätigen Ingenieur gedacht. Wenn einerseits auf theoretische und streng wissenschaftliche Grundlagen zurückgegriffen wird, so ist andererseits besonderer Wert auf eine ingenieurmäßige Behandlung des Gebietes gelegt und es sind in diesem Sinne auch bauliche Ausführungen aufgenommen.

Mit Rücksicht auf den zweckmäßigsten Umfang war es nicht zulässig, die Destillier- und Rektifizierverfahren und -apparate einzelner Industriezweige, z. B. der Spiritusbrennereien, der schon anderweitig behandelten Alkoholentwässerung, der Öldestillation, der Teerdestillation, der Zerlegung verflüssigter Gase (z. B. Luft), der Säurekonzentrierung, der Ammoniakabtreibung, der Lösungsmittelrückgewinnung, der Bunabetriebe usw. zu erläutern. Es ist vielmehr die Behandlung der allgemeingültigen grundsätzlichen Zusammenhänge und Ausführungen in den Vordergrund gestellt und nur an Hand von Zahlen- und Ausführungsbeispielen wird auf Sondergebiete eingegangen. Selbst dabei sind manche Vorgänge nur am Beispiel der Zweistoffgemische aufgezeigt, wenn sie auch bei Flüssigkeitsgemischen mit mehr als zwei Einzelstoffen in Erscheinung treten. Solche Gemische kennzeichnende Fragen werden jedoch besonders erörtert. Mit diesen allgemeinen Grundlagen ist aber der Ingenieur imstande, auch vollkommen neue Aufgaben der Trennung von Flüssigkeitsgemischen zu bewältigen.

In der technischen Wärmelehre wird bei der Behandlung von Zweistoffgemischen mittels zeichnerischer Methoden ausschließlich das Wärmeinhalt-Konzentrations-Bild benützt, während sich in der Destillier- und Rektifiziertechnik Ausmittlungsverfahren einbürgerten, welche die Gleichheit der molaren Verdampfungswärmen der zu trennenden Flüssigkeiten zur Voraussetzung haben. Beide Darstellungsweisen haben ihre Vorund Nachteile. Deshalb sind in diesem Werk beide behandelt, wenn in ihm auch von dem zweitgenannten Verfahren in Anbetracht seiner großen praktischen Bedeutung auch für die Vielstoffgemische mehr Gebrauch gemacht wird. Soweit wie möglich ist überhaupt einfachen übersichtlichen zeichnerischen Ausmittlungen gegenüber umständlichen Rechnungsweisen der Vorzug gegeben. Gleichzeitig ist die Absicht verwirklicht, die Vermittlung der allgemeinen Grundlagen mit Unterlagen zu verquicken, welche für die praktische Berechnuug und betriebliche Beurteilung der Apparate erforderlich sind. In diesem Sinne sind die Zahlentafeln und Kurvenblätter im Anhang beigefügt.

Karlsruhe, im November 1939.

EMIL KIRSCHBAUM.

## Inhaltsverzeichnis.

		Seite
А.	Allgemeines	. 1
В.	Theoretische Grundlagen	1
	I. Meßeinheiten	1
	II. Beziehungen zwischen Dampfkonzentration und Dampfteildruck in	
	Mehrstoffgemischen	4
	III. Gleichgewicht siedender Mehrstoffgemische	5
	1. Allgemeines	5
	2. Unlösliche Zweistoffgemische	7
	3. Teilweise lösliche Zweistoffgemische	11
	4. Vollkommen lösliche Zweistoffgemische	14
	a) Ideale Gemische	14
	b) Gemische mit Maximumsiedepunkt (Minimumdampfdruck)	16
	c) Gemische mit Minimumsiedepunkt (Maximumdampfdruck)	19
	5. Zusammenfassende Betrachtung über den Verlauf der Gleich-	
	gewichtskurven von Zweistoffgemischen	21
	6. Dreistoffgemische	22
	a) Allgemeines	22
	b) Ideale Dreistoffgemische (ein Destillationsfeld)	$\bar{23}$
	c) Dreistoffgemische mit zwei Destillationsfeldern	30
	d) Dreistoffgemische mit drei Destillationsfeldern	31
	7. Beeinflussung der Gleichgewichtszustände durch den Druck	33
	a) Zweistoffgemische	33
	b) Gemische aus mehr als zwei Bestandteilen	38
	IV. Teilniederschlag von Gemischen.	39
	1. Grundsätzliches	39
	2. Auswertung der Grundgleichungen für die Verstärkung durch	
	Teilniederschlag am Beispiele des Gemisches Äthylalkohol-Wasser	42
	3. Verstärkung durch Teilniederschlag des Gemisches Benzol-Toluol	$\overline{46}$
	V. Verdampfungswärme von Gemischen	49
	1. Verdampfungswärme je Gewichtseinheit	49
	a) Unlösliche Gemische	50
	b) Lösliche Gemische	50
	2. Molare Verdampfungswärme	51
С.	Flüssigkeitstrennung mittels einmaliger Destillation. (Der ein-	
	fache Blasenapparat)	53
	I. Berechnungsunterlagen	53
	II. Ausführung der Destillierblase	<b>58</b>
	III. Trennung durch Verdampfen und teilweisen Niederschlag	59
D.	Die Rektifiziersäule	<b>59</b>
	I. Wirkungsweise von Rektifizierböden	<b>59</b>
	II. Schaltung des Rücklaufkondensators	61
	III. Aufbau des absatzweise arbeitenden Rektifizierapparates	<b>64</b>
	IV. Berechnung der Bodenzahl des absatzweise arbeitenden Rektifizier-	
	apparates	64
	1. Bestimmung der theoretischen Bodenzahl	<b>64</b>
	2. Das Verstärkungsverhältnis	68
	3. Ermittlung der tatsächlich erforderlichen Anzahl von Rektifizier-	
	böden	69
	a) Verwendung des mittleren Verstärkungsverhältnisses	69
	b) Erforderliche Bodenzahl unter Berücksichtigung der Verände-	
	rung des Verstärkungsverhältnisses mit der Konzentration.	70
	4. Berücksichtigung der Verstärkung durch Teilniederschlag im Rück-	
	laufkondensator bei der Berechnung der Bodenzahl	71

## Inhaltsverzeichnis.

		Seite
	V. Das Mindestrucklaufverhaltnis und das wirkliche Rucklaufverhaltnis	=0
	des absatzweise arbeitenden Kektifizierapparates	73
	VI. Der Rektiliziervorgang auf Austauschooden	11
	VII. Der warmeverbrauch und die Rucklaufwarme des Blasenapparates	01
		81
	1. Die Rucklaufwarme bei gleichbleibender Destillatzusammensetzung	83
	2. Die Rucklaufwarme bei gleichgehaltenem Rucklaufverhaltnis .	85
E.	Der stetig arbeitende Rektifizierapparat mit Verstärkungs- und	00
		88
	I. Bestimmung der Bodenzahl	88
	11. Ermittlung des Mindestrücklaufverhältnisses eines stetig arbeiten-	
	den Rektifizierapparates zur Trennung eines Zweistoffgemisches .	94
	III. Das wirkliche Rücklaufverhältnis eines stetig arbeitenden Rekti-	
	fizierapparates	96
	IV. Beziehungen zwischen Mengen und Konzentrationen	97
	V. Der Wärmeverbrauch	98
	VI. Möglichkeiten zur Verringerung des Wärmeverbrauches	103
	1. Stufenanordnung	103
	2. Dampfverdichtung (Wärmepumpe)	104
	VII. Aufstellung von stetig arbeitenden Rektifizierapparaten zur Tren-	
	nung von Zweistoffgemischen	105
	VIII. Sonderfälle	108
	1. Die zu trennende Mischung fließt mit der Siedetemperatur auf dem	
	Einlaufboden zu	108
	2. Die reine Abtriebsäule	109
	3. Die Mischung strömt der stetig arbeitenden Rektifiziersäule als	
	Dampf zu	112
	4. Die Mischung strömt dem Apparat als Flüssigkeits-Dampf-	
	gemisch zu	114
	IX. Die Anordnung des Zulaufstutzens	115
	X. Die Wärmeverluste.	116
	XI. Berücksichtigung der Veränderung der molaren Verdampfungswärme	
	in der Austauschsäule	117
F.	Die Rektifikationsvorgänge im Wärmeinhalt-Konzentrations-	
	bild	121
	I. Die Verstärkungssäule	125
	1. Bestimmung der Bodenzahl der Verstarkungssaule	127
	2. Ermittlung des Mindestrucklaufes	130
	11. Der stetig arbeitende Rektilizierapparat	131
	1. Die Bestimmung der Bodenzani der Abtriebsaule	134
	2. Die Lage der Zulaufstelle	100
a	<b>5.</b> Bestimmung des Mindestrucklaufes	137
G.	I Abachaidung was in einem Camiacha in geningen Mangen anthaltenen	140
	1. Abscheidung von m einem Gemische in geringen Mengen enthaltenen	140
	U Zaplagung man idealar Desistaffannischen	140
	11. Zerlegung von idealen Dreistongemischen	141
	1. Grundgielenungen und Ermittlung der Stufenzam	141
	2. Destimmung des Mindestrucklaufvernatnisses	147
	111. Anzani von Rekultziersaulen zur Trennung von vielstongemischen	140
	und inre Schaltung $\dots$	149
	IV. Rektifikation von idealen Gemischen mit mehr als drei Bestandteilen	101
	1. Frennung zwischen zwei Schlusseikomponenten	101
	2. Ermittlung der Zustandsanderung in der Saule und der Bodenzani	107
тт	<b>5.</b> Eliliup der Entrahme von Seitenprodukten.	103
н.	bestimmung der Abmessungen der Kektifiziersaule mit Aus-	100
	Lausenboden. wirkung von Kektifizierboden	105
	1. Giockenboaen una Lunneiboaen	165
	1. Grundgieichungen zur Destimmung des Saulendurchmessers	109
	a) wan der auf den freien Saufenquerschnitt bezogenen Dampi-	166
	b) Wahl dag Dodonahatandag	100
	$\omega_j$ wall us bouchaustances $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$	100

### Inhaltsverzeichnis.

	Seite
c) Flüssigkeitsverteilung und Bewegungszustände der Phasen auf	
Glockenböden. Einfluß der im Dampf mitgerissenen Flüssigkeit	
auf die Rektifizierwirkung	181
d) Einfluß der Eintauchtiefe auf die Rektifizierwirkung von Glocken-	107
e) Finfluß der Glockengröße und zahl auf das Verstärkungsver-	187
hältnis	189
f) Wahl des Abstandes der Glocken voneinander und vom ebenen	100
${\rm Boden}  .  .  .  .  .  .  .  .  .  $	192
g) Schrägstellung von Austauschböden	194
II. Siebböden	195
III. Vergleich zwischen Glocken- und Siebböden	200
1. Wirkung und verkrustung	200
IV Einfluß der Strömungsrichtung der Phasen auf die Rektifizierwirkung	202
eines Bodens. (Flüssigkeitsdurchmischung, Dampfdurchmischung	
gegensinnige und gleichsinnige Flüssigkeitsführung)	205
1. Allgemeines	205
2. Graphisches Verfahren zur Bestimmung der theoretischen Anreiche-	
rung, des theoretischen Verstärkungsverhältnisses und des Wir-	
kungsgrades bei Kreuzstrom zwischen Flüssigkeit und Dampf auf	000
auf einem Rektifizierboden	206
5. Rechnerisches verlähren zur Destimmung der theoretischen An-	
höden sowie des Wirkungsgrades hei Kreuzstrom zwischen Flüssig.	
keit und Dampf	214
a) Mathematische Fassung und Grenzübergang auf unendlichfache	
Áufteilung	<b>215</b>
b) Auswertung der gewonnenen Beziehungen	<b>216</b>
c) Konzentrationsverlauf und theoretisches Verstärkungsverhältnis	220
in einer Trennsäule	220
a) Der wirkliche Wirkungsgrad	222
J. Rektifikation in Füllkörpersäulen	222
I. Allgemeines	228
II. Bestimmung der Säulenhöhe mit Hilfe der vergleichsmäßigen theo-	
retischen Bodenzahl. Vergleich zwischen verschiedenen Füllkörpern	230
III. Bestimmung der Säulenhöhe mit Hilfe der Wärmeübergangszahl	
zwischen den Phasen. Flüssigkeitsverteilung in der Säule	235
1. Bestimmung der Fulkorperschlausgehon Dempf und der Beröhrunge	235
fläche mit der Flüssigkeit	940
IV. Druckverluste in Füllkörpersäulen.	245
1. Unberieselte Füllkörper	245
2. Berieselte Füllkörper	247
K. Ausführung von Einzel- und Zubehörteilen	251
1. Wärmeaustauscher	251
II. Regelemrichtung	255
L. Molekulardestillation $\ldots$	256
I Gleichgewichtszustände von Zweistoffgemischen	200
II. Die Verdampfungswärme o in kcal/kg der in den Zahlentafeln für	200
die Gleichgewichtszustande von Zweistoffgemischen aufgeführten	
Stoffe bei dem Druck $p = 760 \text{ mm}$ QS., soweit bekannt	276
III. Die spezifische Wärme und das spezifische Gewicht der in den Zahlen-	-
tafeln für die Gleichgewichtszustände von Zweistoffgemischen auf-	
geruhrten Stoffe im flüssigen Zustande	277
1 v. Die Molekulargewichte der in den Zahlentafeln für die Gleichgewichts-	970
Namenverzeichnis	410 070
Sachverzeichnis	219 900
	<b>⊿</b> 0∪

## IX

.

## A. Allgemeines.

Die Destillier- und Rektifizierapparate dienen dazu, Flüssigkeitsgemische in ihre Bestandteile zu trennen oder in Flüssigkeitsgemische zu zerlegen, die andere Zusammensetzungen als das Ausgangsgemisch aufweisen.

Unter Destillieren versteht man im allgemeinsten Sinne das Entwickeln von Dämpfen aus einer Flüssigkeit und das anschließende Niederschlagen (Verflüssigen) der so entstandenen Dämpfe. Werden diese aus einem Flüssigkeitsgemisch erzeugt, so führt das Destillieren bereits zu einer Zerlegung des Ausgangsgemisches, indem gegenüber diesem die niedergeschlagenen Dämpfe eine andere Zusammensetzung besitzen. Es besteht sogar die Möglichkeit, mittels des Destillierens ein Flüssigkeitsgemisch in Gemische von anderer Zusammensetzung oder in die Bestandteile dadurch zu zerlegen, daß aus dem Ausgangsgemisch Dämpfe gebildet werden und daß das aus diesen Dämpfen gebildete Kondensat entsprechend den sich ändernden Siedetemperaturen in getrennten Teilen (Fraktionen) nacheinander aufgefangen wird. Diese Arbeitsweise wird mit fraktionierter Destillation bezeichnet.

Die mehrfache Wiederholung der mit Destillieren bezeichneten Folge von Verdampfung und Verflüssigung führt zur *Rektifikation*. Bei ihr wird das erwähnte physikalische Grundverfahren dadurch in Anwendung gebracht und ein Flüssigkeitsgemisch zerlegt, daß Flüssigkeit und Dampf des Gemisches so im Gegenstrom zueinander geführt werden, daß sich die beiden Phasen zum Zwecke eines Wärme- und Stoffaustausches möglichst innig berühren.

Weil beim Rektifizieren im allgemeinen Dämpfe erzeugt und niedergeschlagen sowie Flüssigkeiten gekühlt werden, versteht man unter einem Rektifizierapparat die Rektifiziervorrichtung (Rektifiziersäule) einschließlich der angeschlossenen Wärmeaustauscher zum Destillieren, Kondensieren und Kühlen. Mit Hilfe der Rektifikation kann die weitestgehende Zerlegung von Flüssigkeitsgemischen erreicht werden.

## B. Theoretische Grundlagen.

## I. Meßeinheiten.

In der Technik werden meist die Mengen in Kilogramm oder Kubikmetern und die Zusammensetzung (Konzentration) eines Gemisches in Hundertteilen (Gewichtsprozenten, Gew.-%) eines bestimmten Stoffes im Gemisch angegeben. Für die theoretische Untersuchung der Destillierund Rektifizierapparate ist es aber zweckmäßig und in bestimmten Fällen sogar erforderlich, die Menge eines Stoffes in Molen und die Zusammensetzung durch Molprozente [Mol-%] eines bestimmten Stoffes im Gemisch auszudrücken.

Kirschbaum, Destillier- und Rektifiziertechnik.

Ein Kilogramm-Mol (kg-Mol), das im folgenden mit *Mol* bezeichnet wird, stellt die Anzahl Kilogramm dar, welche der Zahlenwert für das Molekulargewicht des betreffenden Stoffes angibt. Danach entspricht ein Mol Wasser einer Menge von 18,01 kg Wasser. Auch das Mol eines Gemisches ist aus der Angabe des sogenannten *mittleren Molekulargewichtes*  $\mu$  einer Mischung bestimmt. Letzteres ist im folgenden für ein Dreistoffgemisch ermittelt. Die Molekulargewichte der einzelnen drei Stoffe seien mit  $\mu_x$ ,  $\mu_y$ ,  $\mu_z$  und die Anteile der einzelnen Stoffe in Gew.-% mit  $\xi$ , o und  $\pi$  gegeben. Da

$$\frac{\xi_{-}}{\mu_x} + \frac{o_{-}}{\mu_y} + \frac{\pi_{-}}{\mu_z} = \frac{100}{\mu}$$

sein muß, kann das mittlere Molekulargewicht der Mischung aus der folgenden Beziehung ermittelt werden:

$$\mu = \frac{100}{\frac{\xi}{\mu_x} + \frac{o}{\mu_y} + \frac{\pi}{\mu_z}}.$$
 (1)

Für ein Zweistoffgemisch (binäres Gemisch), für welches der Gehalt des leichter siedenden Stoffes mit  $\xi$  Gew.-% und das Molekulargewicht desselben Stoffes mit  $\mu_x$  sowie dasjenige des anderen Stoffes mit  $\mu_y$  gegeben sind, vereinfacht sich Gleichung 1 zu:

$$\mu = \frac{100}{\frac{\xi}{\mu_x} + \frac{100 - \xi}{\mu_y}}.$$
 (1a)

Bei der Angabe eines bestimmten Gemisches wird im folgenden der am leichtesten siedende Stoff stets an erster Stelle genannt.

Zahlenbeispiel: Wie groß ist das mittlere Molekulargewicht eines Äthylalkohol-Wassergemisches mit 10 Gew.-% Alkohol, wenn das Molekulargewicht des Äthylalkohols zu 46,05 und dasjenige des Wassers zu 18,01 gegeben ist?

Lösung:

$$\mu = \frac{100}{\frac{10}{46,05} + \frac{100 - 10}{18,01}} = 19,15.$$

Aus der Deutung, daß der Zahlenwert für die Molprozente eines bestimmten Stoffes in einem Gemisch gegeben ist durch die Anzahl Mole des betreffenden Stoffes in 100 Molen des Gemisches, folgt die Umrechnung des Zahlenwertes der Gewichtsprozente  $\xi$ , o und  $\pi$  [Gew.-%] in den Zahlenwert der Molprozente x, y und z [Mol-%] der betreffenden Stoffe:

$$x = \frac{\frac{\xi}{\mu_{x}}}{\frac{\xi}{\mu_{x}} + \frac{o}{\mu_{y}} + \frac{\pi}{\mu_{z}}} \cdot 100 \text{ [Mol-\%]},$$

$$y = \frac{\frac{o}{\mu_{y}}}{\frac{\xi}{\mu_{x}} + \frac{o}{\mu_{y}} + \frac{\pi}{\mu_{z}}} \cdot 100 \text{ [Mol-\%]},$$

$$z = \frac{\frac{\pi}{\mu_{z}}}{\frac{\xi}{\mu_{x}} + \frac{o}{\mu_{y}} + \frac{\pi}{\mu_{z}}} \cdot 100 \text{ [Mol-\%]}.$$
(2)

Meßeinheiten.

Für ein Zweistoff-Gemisch gehen die Gleichungen 2 über in:

$$x = \frac{\frac{\xi}{\mu_x}}{\frac{\xi}{\mu_x} + \frac{100 - \xi}{\mu_y}} \cdot 100 \, [\text{Mol-\%}] \,. \tag{2a}$$

Zur Umrechnung der Molprozente eines Zweistoffgemisches in Gewichtsprozente dient die aus Gleichung 2a folgende Beziehung:

$$\xi = \frac{\frac{x}{\mu_y}}{\frac{100 - x}{\mu_x} + \frac{x}{\mu_y}} \cdot 100 \,[\text{Gew.-\%}] \,. \tag{2b}$$

Zahlenbeispiel: Wieviel Mol-% entsprechen 30 Gew.-% Benzol eines Benzol-Toluolgemisches? Das Molekulargewicht des Benzols beträgt  $\mu_x = 78,05$ , dasjenige des Toluols  $\mu_y = 92,06$ .

Lösung:

$$x = \frac{\frac{30}{78,05}}{\frac{30}{78,05} + \frac{70}{92,06}} \cdot 100 = 33,6 \text{ Mol-\%}.$$

Zur Vereinfachung der Umrechnung wird die Abhängigkeit der Zahlenwerte für die Molprozente von den Zahlenwerten für die Gewichtsprozente in einem zeichnerischen Bild wiedergegeben, in welchem die Gewichtsprozente als Abszisse und die Molprozente als Ordinate aufgetragen sind. Dieser Zusammenhang ist für ein bestimmtes Gemisch durch die sogenannte Umrechnungskurve wiedergegeben. In Bild 1 sind die Umrechnungskurven für die beiden Gemische Äthylalkohol-Wasser und Benzol-Toluol dargestellt. Aus ihm kann beispielsweise abgelesen werden, daß 10 Gew.-% Alkohol in einem Äthylalkohol-Wassergemisch einem Alkoholgehalt von 4,25 Mol-% entsprechen.

Das mittlere Molekulargewicht kann auch aus den Zahlenwerten für die Gehalte in Mol-% der einzelnen Stoffe ermittelt werden. Der Gehalt des leichtest siedenden Stoffes in Mol-% ist gegeben durch:

$$x = \frac{\frac{\xi}{\mu_x}}{\frac{100}{\mu}} \cdot 100 = \frac{\xi}{\mu_x} \cdot \mu \,.$$

Daraus folgt

$$\xi = \frac{\mu_x}{\mu} \cdot x ,$$

ferner

 $o = \frac{\mu_y}{\mu} \cdot y$ 

und

$$\pi = \frac{\mu_z}{\mu} \cdot z \, .$$

Die Summe der Werte auf den beiden Seiten der letzten drei Gleichungen ergibt:

$$\xi + o + \pi = 100 = \frac{1}{\mu} \cdot (x \cdot \mu_x + y \cdot \mu_y + z \cdot \mu_z) \,.$$

Daraus folgt die gesuchte Gleichung:

$$\mu = \frac{1}{100} \cdot (x \cdot \mu_x + y \cdot \mu_y + z \cdot \mu_z). \tag{3}$$

Im folgenden werden dort, wo es notwendig oder zweckmäßig ist, Berechnungen in molaren Einheiten durchgeführt, und es werden auch Ergebnisse und Zahlenwerte in dieser Meßeinheit wiedergegeben. Wenn es aber dem praktischen Gebrauch dienlicher ist und zudem noch der allgemeinen Übung entspricht, werden Gewichtseinheiten verwendet.



Bild 1. Umrechnungskurven der Gemische Äthylalkohol-Wasser und Benzol-Toluol. (Der leichter siedende Stoff ist stets zuerst genannt.)

Aus den angegebenen Gründen muß diese äußerliche Uneinheitlichkeit in Kauf genommen werden.

## II. Beziehungen zwischen Dampfkonzentration und Dampfteildruck in Mehrstoffgemischen.

Zur Kennzeichnung des Unterschiedes zwischen Flüssigkeits- und Dampfzusammensetzung werden die für den Flüssigkeitszustand geltenden Gehalte mit dem tiefgestellten Zeiger F und die für den Dampfzustand geltenden Gehalte mit dem tiefgestellten Zeiger D versehen. Danach werden die Gehalte in Mol-% in der Flüssigkeit eines Dreistoffgemisches (ternären Gemisches) mit  $x_F$ ,  $y_F$ ,  $z_F$  [Mol-%] und die Gehalte der entsprechenden Stoffe im Dampf mit  $x_D$ ,  $y_D$  und  $z_D$  [Mol-%] bezeichnet. Ferner bedeuten  $p_x$ ,  $p_y$  und  $p_z$  die absoluten Dampfteildrücke der einzelnen Stoffe im Gemisch bei einer bestimmten Temperatur t und p den Gesamtdruck. Die Menge eines Dampfgemisches von 100 kg möge einen Rauminhalt von V [m<sup>3</sup>] einnehmen. In ihm sind dann vom leichtest siedenden Stoff  $\xi_D$  [kg] enthalten. Mit der Annahme, daß sowohl jeder Bestandteil als auch die dampfförmige Mischung das ideale Gasgesetz befolgen, gilt:

$$\frac{\xi_D}{\mu_x} = \frac{p_x \cdot V}{848 \cdot (273 + t)} ,$$
  
$$\frac{o_D}{\mu_y} = \frac{p_y \cdot V}{848 \cdot (273 + t)} ,$$
  
$$\frac{\pi_D}{\mu_z} = \frac{p_z \cdot V}{848 \cdot (273 + t)} \text{ und}$$
  
$$\frac{100}{\mu} = \frac{p \cdot V}{848 \cdot (273 + t)}$$

Für den leichtest siedenden Stoff ergibt sich hieraus:

$$x_{D} = \frac{\frac{\xi_{D}}{\mu_{x}}}{\frac{100}{\mu}} \cdot 100 = \frac{\frac{p_{x} \cdot V}{848 (273 + t)}}{\frac{p \cdot V}{848 \cdot (273 + t)}} \cdot 100 = \frac{p_{x}}{p} \cdot 100 \text{ [Mol-\%]},$$

für den mittel siedenden Stoff:

$$y_D = \frac{p_y}{p} \cdot 100 \, [\text{Mol-\%}] \tag{4}$$

und für den schwer siedenden Stoff:

$$z_D = \frac{p_z}{p} \cdot 100 \, [\text{Mol-}\%] \, .$$

Weist beispielsweise bei einem Gesamtdruck von 760 mm Q.-S. ein Stoff einen Dampfteildruck von 380 mm Q.-S. auf, so enthält das Dampfgemisch 50 Mol-% von dem betreffenden Stoff.

## III. Gleichgewicht siedender Mehrstoffgemische.

## 1. Allgemeines.

Für die Verfolgung der beim Destillieren und Rektifizieren sich abspielenden Vorgänge ist die Kenntnis der beim Sieden eines Mehrstoffgemisches sich einstellenden *Gleichgewichtszustände* erforderlich. Es ist dabei die Frage zu beantworten, welche Zusammensetzung Flüssigkeit und Dampf bei einer gegebenen Siedetemperatur t und bei einem gegebenen Gesamtdruck p haben. Von seiten der Thermodynamik ist diese Frage unter anderem dahingehend beantwortet worden<sup>1</sup>, daß das Gleichgewicht durch einen *Höchstwert des freien Wärmeinhaltes* ("freien Enthalpie") gekennzeichnet ist. Unter der Annahme, daß für den

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> PLANCK, M.: Vorlesungen über Thermodynamik, 8. Aufl., S. 113 u. 176. Berlin u. Leipzig: W. de Gruyter 1927.

Dampf die Gesetze des idealen Gaszustandes gelten, folgt aus den thermodynamischen Gleichgewichtsbedingungen die Beziehung<sup>1</sup>:

$$x_F \cdot \left(\frac{\partial \ln p_x}{\partial x_F}\right)_t + y_F \cdot \left(\frac{\partial \ln p_y}{\partial y_F}\right)_t + z_F \cdot \left(\frac{\partial \ln p_z}{\partial z_F}\right)_t + \dots = 0.$$
 (5)

Der tiefgestellte Zeiger t besagt, daß der Differentialquotient für gleichbleibende Temperatur gilt. Von der Gleichhaltung des Gesamtdruckes kann abgesehen werden, indem man die Eigenschaften der Flüssigkeit als unabhängig vom Druck voraussetzt. Für ein Zweistoffgemisch geht Gleichung 5 über in:

$$x_F \cdot \left(\frac{\partial \ln p_x}{\partial x_F}\right)_t = (100 - x_F) \cdot \left(\frac{\partial \ln p_y}{\partial (100 - x_F)}\right)_t.$$
 (6)

Diese Beziehung wurde erstmalig von DUHEM<sup>2</sup> und MARGULES<sup>3</sup> angegeben. Mit ihr kann der Verlauf des Dampfteildruckes des einen Stoffes in Abhängigkeit von der Flüssigkeitskonzentration berechnet werden, wenn der Verlauf des Dampfteildruckes des anderen Stoffes bekannt ist. Eine gewisse praktische Bedeutung erhält aber Gleichung 6 dadurch, daß sie den Verlauf der Dampfteildrücke für bestimmte wichtige Fälle anzugeben vermag. Zu diesem Zwecke setzt man die beiden Seiten der Gleichung 6 einer passend gewählten Funktion, zum Beispiel einer Konstanten C gleich<sup>4</sup>. Durch Integration erhält man dann:

$$p_{\boldsymbol{x}} = \left(\frac{\boldsymbol{x}_{\boldsymbol{F}}}{100}\right)^{C} \cdot \boldsymbol{P}_{\boldsymbol{x}},$$

$$p_{\boldsymbol{y}} = \left(\frac{100 - \boldsymbol{x}_{\boldsymbol{F}}}{100}\right)^{C} \cdot \boldsymbol{P}_{\boldsymbol{y}},$$

$$(7)$$

wobei  $P_x$  und  $P_y$  die Siededrücke der reinen Komponenten bei der vorliegenden Siedetemperatur bedeuten. Je nach der Wahl von C erhält man die erwähnten kennzeichnenden Fälle. Sie sind im folgenden aufgeführt, wobei ein den betreffenden Fall festlegender Zahlenwert für C genannt ist:

C = 0: Die flüssigen Einzelstoffe sind ineinander unlöslich. Die Teildrücke sind unabhängig von der Flüssigkeitskonzentration.

C = 1: Es liegt bei vollkommener Löslichkeit eine ideale Lösung vor. Die Dampfteildrücke sind verhältnisgleich den Flüssigkeitskonzentrationen.

C = 0.5 oder C = 2 (beispielsweise, nicht allgemein): Die Dampfteildrücke verändern sich bei konstanter Temperatur in Abhängigkeit von der Flüssigkeitskonzentration nach einer gekrümmten Linie. Dabei weist der Gesamtdruck bei einer bestimmten Konzentration einen Höchstwert (Maximumdampfdruck bei C = 0.5) oder einen Mindestwert (Minimumdampfdruck bei C=2) auf.

LEWIS, G. N. u. M. RANDALL: Thermodynamik (Deutsch von O. REDLICH), S. 175—178. Wien: Julius Springer 1927.
 <sup>2</sup> DUHEM, P.: Trav. et Mem. des Facultes des Lille 1894, Nr. 13, S. 75—79.
 <sup>3</sup> MARGULES, M.: Wien. Ber. Bd. 104 (1895) S. 1243. (Siehe dazu A. EUCKEN: Lehrbuch der chemischen Physik, S. 442. Leipzig: Akademische Verlagsgesellschaft

<sup>1930.</sup> 

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> Siehe Fußnote 1, S. 117.

Die geschilderten Möglichkeiten werden anschließend besonders behandelt, wobei auch auf die teilweise Löslichkeit eingegangen wird. Das kennzeichnende Verhalten eines Flüssigkeitsgemisches muß aber stets zuerst durch Versuche ermittelt werden. Abgesehen von der vollkommenen Unlöslichkeit und von dem Fall der idealen Lösung muß auch der Verlauf der einzelnen Kurven stets versuchsmäßig festgelegt werden. Den Verlauf dieser Kurven kann man durch eine Gleichung beliebig genau wiedergeben, wenn man die beiden Seiten der Gleichung 6 nicht einfach einer Konstanten, sondern nach MARGULES<sup>1</sup> einer Potenzreihe  $(C + C_1 \cdot x_F + C_2 \cdot x_F^2 + C_3 \cdot x_F^3 + \cdots)$  gleichsetzt<sup>2</sup>.

#### 2. Unlösliche Zweistoffgemische.

Das Verhalten von ineinander unlöslichen Stoffen wird am einfachsten am Beispiel des unlöslichen Zweistoffgemisches erläutert. In



Bild 2. Siedekurven von in Wasser unlöslichen Flüssigkeiten und Bestimmung der Siedetemperatur und der Dampfteildrücke von unlöslichen Zweistoffgemischen.

ihm verhält sich jeder Stoff so, als ob der andere nicht vorhanden wäre, d. h. jeder Stoff besitzt bei einer bestimmten Temperatur im Dampf einen Teildruck, der unabhängig von der Zusammensetzung der siedenden Flüssigkeit und gleich dem Siededruck (Dampfdruck) des einzelnen Stoffes in unvermischtem Zustande bei derselben Temperatur ist. In der Technik ist der eine unlösliche Stoff fast immer Wasser. Für diesen Fall ist in Bild 2 gezeigt, wie die Siedetemperatur des Gemisches und die Zusammensetzung des Dampfes für einen beliebigen Gesamtdruck ermittelt werden können. Als Abszisse ist die Siedetemperatur und als

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 3, S. 6.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> HAUSEN, H.: Rektifikation von Dreistoffgemischen, insbesondere von Sauerstoff-Stickstoff-Argongemischen. Forschungsheft 1935 (VDI-Verlag), Ausgabe A, Nr. 1, S. 10. Die Gleichungen 7 werden zur Bestimmung der Gleichgewichtsverhältnisse des Dreistoffgemisches Sauerstoff-Stickstoff-Argon benutzt. In den Gleichungen wird C = 1 gesetzt und die rechte Seite mit einer *e*-Funktion multipliziert, weil die Anwesenheit des Argons das ideale Verhalten des Gemisches stört.

Ordinate der zu einer bestimmten Temperatur gehörige Siededruck der mit Wasser vermischten Stoffe aufgetragen. Sollen die Zustände für einen Gesamtdruck von p = 760 mm Q.-S. untersucht werden, so wird nicht unmittelbar der Siededruck  $p_W$  des Wassers in Abhängigkeit von der Siedetemperatur in das Bild eingetragen, sondern an seiner Stelle der Unterschied  $760 - p_W$ . In dem Schnittpunkt dieser  $760 - p_W$ -Linie<sup>1</sup> mit der Siedekurve eines bestimmten Stoffes können unmittelbar die Siedetemperatur des Gemisches und die Dampfteildrücke abgelesen werden. Der Schnittpunkt *B* in Bild 2 liefert beispeilsweise für das Gemisch Benzol-Wasser eine Siedetemperatur von  $69^{\circ}$  C, einen Dampfteildruck des Benzols von  $p_B = 534$  mm Q.-S. und einen Dampfteildruck des Wassers von  $p_W = 226$  mm Q.-S. Der Benzolgehalt im Dampf ergibt sich mit Gleichung 4 zu:

$$x_D = \frac{534}{760} \cdot 100 = 70,2 \text{ Mol-\%}$$
 .

In gleicher Weise können Siedetemperaturen und Dampfzusammensetzungen ermittelt werden, wenn der Gesamtdruck nicht 760 mm Q.-S., sondern beispielsweise nur p = 100 mm Q.-S. beträgt. An Stelle der Siedekurve des Wassers wird dann der Druckunterschied  $100 - p_W$  in Abhängigkeit von der Siedetemperatur aufgetragen. Auch diese Linie sind in Bild 2 eingezeichnet, wobei wieder  $p_W$  den zu einer bestimmten Siedetemperatur des Wassers gehörigen Dampfdruck des reinen Wassers bedeutet. Bei dem niedrigeren Gesamtdruck sinkt die Siedetemperatur des Gemisches auf etwa 21,5° C und der Benzolgehalt im Dampf steigt auf 82 Mol-%. Mit sinkendem Druck steigt also der Benzolgehalt im Dampf.

Aus der Kennzeichnung der unlöslichen Gemische geht hervor, daß der Dampfteildruck jedes Stoffes und der Gesamtdruck unabhängig von dem Gehalt  $x_F$  Mol-% des leichter siedenden Stoffes in der Flüssigkeit sind, wie es Bild 3 zeigt. Zu dieser Darstellung ist zu bemerken, daß es vollkommen unlösliche Gemische in der Technik kaum gibt. Die dick ausgezogenen Geraden in Bild 3 sind deshalb in den Gebieten sehr niederer Gehalte der einzelnen Stoffe durch die gestrichelt angegebenen Linien zu ersetzen. Aus Bild 3 und Gleichung 4 folgt, daß bei unlöslichen Gemischen der Dampf mit gleichbleibender, von der Flüssigkeitskonzentration unabhängiger Zusammensetzung übergeht (s. Bild 4). Die waagrechte Gerade des Bildes 4, welche den Benzolgehalt im Dampf angibt, schneidet die Diagonale im Punkte A. Dieser gibt den Zustand an, bei welchem Flüssigkeit und Dampf gleiche Zusammensetzungen haben. Ein solcher Zustandspunkt wird allgemein als ausgezeichneter Punkt bezeichnet. Bei unlöslichen Gemischen besitzt demnach der Dampf die Zusammensetzung des ausgezeichneten Punktes.

An Hand des Bildes 2 ist gezeigt, daß die Siedetemperatur eines unlöslichen Gemisches tiefer liegt als die Siedetemperaturen der beiden einzelnen Bestandteile. Dabei ergab sich für einen Gesamtdruck von p = 760 mm Q.-S. für das Benzol-Wassergemisch eine Siedetemperatur

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> HAUSBRAND, E.: Destillation mit eingeblasenem Wasserdampf. Der Apparatebau 1921, Nr. 18, Heft vom 9. Sept.

von 69° C, während Wasser allein bei 100° C und Benzol allein bei 80° C siedet. Von dieser Erscheinung macht die Technik durch die sogenannte Wasserdampf-Destillation Gebrauch. Sie

wird bei Flüssigkeiten mit einem sehr hoch liegenden Siedepunkt oder bei solchen Flüssigkeiten angewendet, die sich, wie z. B. Fettsäuren, bei ihrer eigenen Siedetemperatur bereits zersetzen. Der Zweck dieses Verfahrens ist die Gewinnung einer Flüssigkeit in reinem Zustand, vor allem die Befreiung einer Flüssigkeit von nicht flüchtigen Verunreinigungen. Bei der praktischen Durchführung dieser Arbeitsweise wird vielfach Wasserdampf in die Flüssigkeit eingeblasen. Dieser muß in fein verteiltem Zustand eingeführt werden und die abzudestillierende Flüssigkeit und das Wasser müssen fein verteilt an die Verdampfungsoberfläche gelangen, damit sich der Gleichgewichtszustand ausbilden kann, wie er an Hand

ergeben sich dann, wenn der eingeleitete Dampf in großen Blasen durch die Flüssigkeit hindurchschlagen kann oder wenn nicht beide Flüssigkeiten die Verdampfungsoberfläche berühren. Mit dem eingeblasenen Dampf kann der gesamte Wärmebedarf gedeckt werden, wie das folgende Beispiel zeigt. Um eine Überfüllung der Blase mit Kondenswasser zu vermeiden, wird aber auch die zur Verdampfung erforderliche Wärme teilweise oder ganz durch Heizflächen übertragen.

Zahlenbeispiel: Wievielkg Einblasedampf mit einem Druck von 1,5 ata und einer Temperatur von 120° C sind erforderlich, um durch atmosphärische Wasserdampf-Destillation 100 kg Terpentin zu erzeugen? Letzteres hat eine Verdampfungswärme von 74 kcal/kg und ein Molekulargewicht von  $\mu_y = 136$ . Dasjenige des Wassers beträgt  $\mu_x = 18,01$ . Lösung: Aus Bild 2 ist die Siedetempe-

ratur des Gemisches mit 96° C, der Dampf-



Bild 3. Abhängigkeit der Dampfteildrücke  $p_x$  und  $p_y$ , sowie des Gesamtdruckes p von der Flüssigkeitszusammensetzung eines unlöslichen Zweistoffgemisches bei gleichgehaltener Siedetemperatur.

des Bildes 2 für unlösliche Gemische gekennzeichnet ist. Abweichungen von diesem Gleichgewichtszustand und damit verbundene Störungen



xF Mol-% Leichtersiedendes in der Flüssigkeit Bild 4. Dampfzusammensetzung  $(x_D \text{ Mol-\% an Leichtersiedendem})$ in Abhängigkeit von der Flüssigkeitszusammensetzung ( $x_F$  Mol-% an Leichtersiedendem) eines unlöslichen Zweistoffgemisches bei konstantem Gesamtdruck (p=760 mmQ.-S., Benzol-Wasser).

teildruck des Terpentins zu  $p_y = 114$  mm Q.-S. abzulesen. Der Q.-S. und der Dampfteildruck des Wassers zu  $p_x = 646$  mm Q.-S. abzulesen. Der Dampf enthält also 646

$$x_D = \frac{640}{760} \cdot 100 = 85 \text{ Mol-\% Wasser.}$$

Dies entspricht nach Gleichung 2b



Bild 5. Wasserdampfdestillationsanlage. Zu Bild 5.

Durch zwei nebeneinander angeordnete Dampfstrahlsauger  $A_1$ ,  $A_2$  wird die Destillierblase *B* durch zwei nebeneinanderliegende Leitungen 1, 2 mit Öl und Wasser gefüllt. Die Verdampfungswärme wird der Flüssigkeit durch einen Doppelboden *C* und eine Heizdampfschlange *D* zugeführt. Das Dampfgemisch strömt durch Leitung 3 in den Wärmeaustauscher *E* zur Kondensation und Kühlung. Es gelangt durch einen Dreiweghahn und Leitung 4 in die Scheideflasche *F*, aus der oben durch Leitung 5 das gewonnene Öl und unten durch Leitung 6 Wasser in den Behälter *G* abfließt. Letzteres wird durch den Dampfstrahlsauger  $A_1$  über Leitung 7 in die Blase befördert. Soll dauernd ohne diesen Rücklauf destilliert werden, so wird unter Abschaltung mittelbarer Heizung durch Rohr *J* Dampf in das Gemisch eingeblasen. Wird ohne Wasser destilliert, so wird das Erzeugnis über den Dreiweghahn, Leitung 8, Vorlage *H* und Leitung 9 entnommen, während unkondensierbare Gase durch das Rohr 10 abströmen. Durch ein im Thermometerbeutel *K* steckendes Thermometer wird der Gang der Destillation verfolgt.

über. Zur Verdampfung des Terpentins sind  $100 \cdot 74 = 7400$  kcal aufzuwenden. Der Gesamtwärmeinhalt des Heizdampfes beträgt 648 kcal/kg und derjenige des Wasserdampfes mit 96° C nur 637 kcal/kg. Zur Austreibung von 100 kg Terpentin werden danach 7400 74 8 (648 627)

$$G_K = \frac{7400 - 74,8(648 - 637)}{648 - 96} = 11,9 \text{ kg}$$

10

Wasserdampf im Flüssigkeitsgemisch kondensiert. Der gesamte Dampfverbrauch zur Erzeugung von 100 kg Terpentin beträgt demnach 74.8 + 11.9 = 86.7 kg.

Aus Bild 2 geht hervor, daß die einfache Wasserdampfdestillation, bei welcher im Dampfgemisch gesättigter Wasserdampf entweicht, nur so lange angewendet werden kann, als die Destillationstemperatur kleiner als die Kondensationstemperatur des reinen Wasserdampfes ist. In allen anderen Fällen muß überhitzter Wasserdampf benutzt werden. Dabei ist es zweckmäßig, den Wasserdampf bereits überhitzt in die Flüssigkeit einzublasen und die Verdampfungswärme durch mit Feuergasen oder Dampf beheizte Flächen der Flüssigkeit zuzuführen. Grundsätzlich könnte man eine ähnliche Wirkung auch durch Einblasen von Luft in die Flüssigkeit erreichen, indem die Luft einen bestimmten Teildruck im Gesamtdruck einnimmt und damit ebenfalls die Siedetemperatur der Flüssigkeit erniedrigt. Weil aber die Luft nicht verflüssigt werden kann und stets beachtliche Mengen des zu gewinnenden Stoffes mit sich fortführt, ist diese Arbeitsweise wegen der mit ihr zusammenhängenden Stoffverluste unzweckmäßig. Es wird deshalb Wasserdampf verwendet, der mit den Dämpfen der zu gewinnenden Flüssigkeit niedergeschlagen und wegen der Unlöslichkeit der Flüssigkeit durch Abstehen abgetrennt werden kann. In Bild 5 ist eine Wasserdampf-Destillationsanlage gezeigt und erläutert.

Die für die unlöslichen Zweistoffgemische aufgestellten Gesetze haben entsprechend für unlösliche Dreistoff- und solche Gemische mit mehr als 3 Bestandteilen Gültigkeit.

#### 3. Teilweise lösliche Zweistoffgemische.

Gegenüber der vollkommenen Löslichkeit sinkt bei teilweiser Löslichkeit der Teildruck im Dampf desjenigen Stoffes, welcher in geringerer Menge in der Flüssigkeit vorhanden ist. Es ergibt sich daraus eine Abhängigkeit der Dampfteildrücke  $p_x$  des leichter siedenden und  $p_y$  des schwerer siedenden Stoffes sowie des Gesamtdruckes p von dem Gehalt  $x_F$  Mol-% an Leichtersiedendem in der Flüssigkeit für gleichgehaltene Siedetemperatur, wie sie Bild 6 zeigt. Bei niedrigem Gehalt an leichter siedendem Stoff in der Flüssigkeit ist letzterer vollkommen im Gemisch gelöst. Sein Teildruck wächst zunächst mit steigender Konzentration von Null an und geht in einen gleichbleibenden Wert im Unlöslichkeitsgebiet über, welches zwischen den Flüssigkeitskonzentrationen  $x_{F1}$  und  $x_{F2}$  liegt. Bei hohen Werten von  $x_F$  steigt  $p_x$  weiter bis auf den Wert  $P_x$ , welcher den Dampfteildruck der reinen leichter siedenden Komponente bei der vorliegenden Siedetemperatur darstellt. Entsprechendes gilt für den Dampfteildruck des schwerer siedenden Stoffes, welcher in reinem Zustande bei der gleichen Siedetemperatur den Siededruck  $P_{u}$  aufweist. Mit diesem beginnend steigt der Gesamtdruck mit wachsendem Gehalt an Leichtersiedendem in der Flüssigkeit auf einen Wert an, der in dem Bereich der Unlöslichkeit gleichbleibt, um bei hohen Gehalten an Leichtersiedendem in der Flüssigkeit auf den Wert  $P_x$  zu fallen. Der genannte gleichbleibende Wert von p innerhalb des Unlöslichkeitsgebietes stellt demnach einen Höchstwert (Maximumdampfdruck) dar.

Das Unlöslichkeitsgebiet ist durch das folgende Verhalten gekennzeichnet. Während bei Flüssigkeitsgehalten, welche kleiner als  $x_{F_1}$  und größer als  $x_{F_2}$  sind, die beiden Flüssigkeiten vollkommen ineinander löslich sind, ergeben sich für Gehalte innerhalb des Unlöslichkeitsgebietes ineinander unlösliche Flüssigkeitsgemische. Läßt man diese bei der Siedetemperatur, für die Bild 6 gilt, abstehen, so bilden sich zwei scharf voneinander getrennte Schichten aus. Die eine Schicht hat die Konzentration  $x_{F_1}$  und die andere die Konzentration  $x_{F_2}$ . Je nachdem die



Bild 6. Dampfteildrücke  $p_x$  und  $p_y$ , sowie Gesamtdruck p in Abhängigkeit vom Gehalt  $x_F$  Mol-% an Leichtersiedendem in  $\operatorname{der}$ Flüssigkeit eines teilweise löslichen Zweistoffgemisches bei

gleichbleibender Siedetemperatur.

mittlere Flüssigkeitskonzentration  $x_F$  des Gemisches beider Schichten näher bei  $x_{F_1}$  oder  $x_{F_2}$  liegt, ist die Schicht mit dem Gehalt  $x_{F_1}$  oder diejenige mit  $x_{F_2}$ größer. Die Flüssigkeit mit der Konzentration  $x_{F1}$  hat gerade noch keine Trennschicht. Fügt man jedoch zu diesem Gemisch leichtersiedenden Stoff hinzu, so beginnt diejenige Schicht mit dem Gehalt  $x_{F_2}$  zu wachsen. Ist so viel leichter siedende Flüssigkeit dem Gemisch beigegeben, daß ihre Konzentration auf  $x_{F_2}$  gestiegen ist, so verschwindet die Trennfläche wieder.

Es ergab sich, daß bei vollkommener Unlöslichkeit und gleichgehaltener Siedetemperatur die Dampfteildrücke der einzelnen Komponenten unabhängig von der Flüssigkeitskonzentration und gleich

(8)

den Siededrücken der reinen Komponenten bei der vorliegenden Siedetemperatur sind. Für das unlösliche Gemisch gilt also

 $p_x = P_x$ 

#### und

 $p_y = P_y$ Demgegenüber ist aus Bild 6 für die teilweise Löslichkeit festzustellen, daß innerhalb des Unlöslichkeitsgebietes die Dampfteildrücke kleiner sind als die Siededrücke der reinen Komponenten. Mit zunehmender Lösungsfähigkeit der Flüssigkeiten sinken deshalb nicht nur die Teildrücke, sondern auch der Gesamtdruck. Bei gleichgehaltenem Siededruck jedoch steigt mit zunehmender Löslichkeit die Siedetemperatur. Während beispielsweise das Zweistoffgemisch Wasser-n-Butylalkohol (= n-Butanol) bei einem Gesamtdruck von 760 mm Q.-S. innerhalb des Unlöslichkeitsgebietes eine Siedetemperatur von 92,7° C<sup>1</sup> aufweist, würde sich für den gleichen Gesamtdruck dann, wenn das genannte Gemisch vollkommen unlöslich wäre, mit Hilfe des an Hand des Bildes 2 gezeigten Verfahrens eine Siedetemperatur von nur 89°C ergeben.

Für die Beurteilung der Möglichkeit der Trennung eines teilweise löslichen Gemisches durch Destillation oder Rektifikation ist die Kenntnis

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> STOCKHARDT, I. S. u. C. M. HULL: Vapor-Liquid-Equilibria and Boiling-Point Composition Relations for Systems n-Butanol-Water and Isobutanol-Water. Industr. Engng. Chem. Bd. 23 (1931) Nr. 12, S. 1438.

der Abhängigkeit der Dampfkonzentration  $x_D$  Mol-% an Leichtersiedendem von der Flüssigkeitskonzentration  $x_F$  Mol-% bei gleichgehaltenem Gesamtdruck erforderlich. Diese Abhängigkeit kann unmittelbar aus der

Messung der für den Siedezustand und gleichgehaltenen Siededruck geltenden Flüssigkeits- und Dampfkonzentrationen oder aus dem Verlauf der zu verschiedenen Siedetemperaturen gehörigen Teildrücke und Gesamtdrücke ermittelt werden. Im letztgenannten Fall kommt zur Bestimmung des Dampfgehaltes 🕺  $x_D$  Gleichung 4 in Anwendung, in § der p den gegebenen Siededruck und  $p_x$  den Dampfteildruck bedeutet, der einer bestimmten Flüssigkeitskonzentration  $x_F$  zugeordnet ist. Die sich ergebende Abhängigkeit des Gehaltes  $x_D$  Mol-% an Leichtersiedendem im Dampf von dem Gehalt  $x_F$  in der Flüssigkeit ist in Bild 7 für das teilweise lösliche Gemisch Wasser-n-Butanol wiedergegeben. Mit zunehmendem Wassergehalt in der Flüssigkeit

einem im Unlöslichkeitsgebiet gleichbleibenden Wert. Dieser ergibt mit der Diagonalen des Schaubildes den Schnittpunkt A,  $\mathbf{um}$ bei großen Gehalten von innerhalb eines zweiten Löslichkeitsgebietes weiter bis auf  $x_D = 100 \text{ Mol} \cdot \%$ anzuwachsen. Die Linie, welche die Abhängigkeit Dampfgehaltes des vom Flüssigkeitsgehalt darstellt, wird allgemein mit Gleichgewichtskurve bezeichnet. Innerhalb des Unlöslichkeitsgebietes, in dem die Gleichgewichtskurve einen waagerechten Verlauf aufweist, ist



Bild 7. Gleichgewichtskurve des teilweise löslichen Gemisches Wasser-n-Butanol bei einem Gesamtdruck von 760 mm Q.-S. (Der leichter siedende Stoff ist stets zuerst genannt).

Wassergehalt in der Flüssigkeit steigt zunächst innerhalb eines Löslichkeitsgebietes der Gehalt des gleichen Stoffes im Dampf bis zu



Bild 8. Siedelinie und Taulinie des teilweise löslichen Gemisches Wasser-n-Butanol für einen Druck von 760 mm Q.-S.

die Siedetemperatur des Gemisches gleich. Für das genannte Stoffpaar hat sie bei einem Gesamtdruck von 760 mm Q.-S. einen Wert von 92,7° C. Die Siedetemperatur steigt sowohl mit abnehmendem Wassergehalt  $x_{\rm F}$  an<sup>1</sup>.

<sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 12.

nämlich bis auf 117,4°C bei  $x_F = 0$ , als auch mit steigendem Wassergehalt außerhalb des Unlöslichkeitsgebietes, nämlich bis 100°C bei  $x_F = 100$ .

Trägt man die Siedetemperatur eines Gemisches in Abhängigkeit vom Flüssigkeits- und Dampfgehalt auf, so erhält man die Siedelinie und die Taulinie, die in Bild 8 für das Stoffpaar des Bildes 7 dargestellt sind. Beide Linien weisen einen Tiefstwert der Siedetemperatur (Minimumsiedepunkt) auf und sie berühren sich in dem Punkte A, welcher der Konzentration  $x_A = x_D = x_F = 75,2$  Mol-% Wasser des ausgezeichneten Punktes A entspricht. Unter Zugrundelegung vollkommener Unlöslichkeit errechnet sich ein Gehalt für den ausgezeichneten Punkt von 67,7 Mol-% Wasser. Die teilweise Löslichkeit wirkt sich also im Sinne einer Erhöhung des Gehaltes an leichter siedendem Stoff im Dampf aus. (Siehe dazu die im Anhang wiedergegebenen Gleichgewichtskurven und Zahlentafeln.)

#### 4. Vollkommen lösliche Zweistoffgemische.

#### a) Ideale Gemische.

Eine *ideale Lösung* von zwei Flüssigkeiten ist dadurch gekennzeichnet, daß bei gleicher Siedetemperatur der Dampfteildruck jedes Stoffes unmittelbar verhältnisgleich seinem Gehalt in der Flüssigkeit ist. Bezeichnet  $P_x$  den Siededruck der leichter siedenden Komponente bei einer bestimmten Siedetemperatur t und  $P_y$  den Dampfdruck der schwerer siedenden Komponente bei der gleichen Siedetemperatur, so gelten für die Abhängigkeit der Teildrücke von dem Gehalt  $x_F$  Mol-% an leichter siedendem Stoff in der Flüssigkeit für konstante Siedetemperatur folgende Beziehungen:

$$p_x = \frac{x_F}{100} \cdot P_x \tag{9}$$

und

$$p_y = \frac{100 - x_F}{100} \cdot P_y \,. \tag{9a}$$

Damit wird der Gesamtdruck:

$$p = p_x + p_y = \frac{x_F}{100} \cdot P_x + \frac{100 - x_F}{100} \cdot P_y \,. \tag{10}$$

Aus diesen Zusammenhängen folgt, daß nicht nur die Abhängigkeit der Teildrücke, sondern auch die des Gesamtdruckes von der Flüssigkeitskonzentration durch Geraden gegeben ist, wie sie Bild 9 zeigt. Die Destillier- und Rektifizierverfahren werden aber nicht bei gleichgehaltener Siedetemperatur, sondern bei konstantem Gesamtdruck durchgeführt. Dem Zusammenhang zwischen Dampfteildruck bzw. Dampfkonzentration einerseits und Flüssigkeitskonzentration anderseits für gleichgehaltenen Siededruck kommt deshalb die größte Bedeutung zu. Er wird auf die folgende Art ermittelt: Bedeutet  $P_{x1}$  den zu einer Siedetemperatur  $t_1$  gehörigen Siededruck der leichter siedenden reinen Komponente und  $P_{y1}$  den zu der gleichen Temperatur gehörigen Siededruck der schwerer siedenden Komponente, so ist die aus Gleichung 10 sich ergebende und zu  $t_1$  gehörige Flüssigkeitskonzentration bestimmt

durch:

$$x_{F1} = \frac{p - P_{y_1}}{P_{x_1} - P_{y_1}} \cdot 100. (11)$$
  
Daraus ergibt sich die

Konzentration des Dampfes, der beim Sieden bei der Temperatur  $t_1$  aus der Flüssigkeit mit dem Gehalt  $x_{F_1}$  entsteht, zu:

$$x_{D1} = \frac{\frac{x_{F_1}}{100} \cdot P_{x_1}}{\frac{p}{p}} \cdot 100 \left\{ (12) \\ = \frac{P_{x_1}}{p} \cdot x_{F_1} \right\}$$

Auf die gleiche Art, wie zu  $t_1$  ein  $x_{F1}$  und ein

 $x_{D1}$  gefunden wurde, wird konzentration  $x_{F2}$  und eine  $x_{F3}$  sowie ein  $x_{D3}$  usw. ermittelt. Trägt man die zu bestimmten Flüssigkeitsgehalten  $x_{F1}$ ,  $x_{F2}$ ,  $x_{F3}$  usw.

gehörigen Dampfgehalte  $x_{D_1}, x_{D_2}, x_{D_3}$  usw. in einem Koordinatensystem auf, so erhält<sup>-</sup> man die Gleichgewichtskurve. Bild 10 zeigt diesen Zusammenhang zwischen Dampf- und Flüssigkeitskonzentration für ein ideales Gemisch.

Im ganzen Konzentrationsgebiet verläuft die Kurve oberhalb der Diagonalen des Schaubildes. Es ist dies aber nicht allgemein ein Kennzeichen für ideale Lösungen. Jedem Punkte der Gleichgewichtskurve

ist eine bestimmte Siede-

temperatur zugeordnet. Trägt man diese Temperatur in Abhängigkeit von der Flüssigkeitskonzentration auf, so erhält man die Siedelinie,



Bild 9. Abhängigkeit der Dampfteildrücke und des Gesamtdruckes des idealen Zweistoffgemisches Benzol-Toluol von dem Gehalt an Leichtersiedendem  $x_F$  Mol-% Benzol in der Flüssigkeit bei einer Siedetemperatur von 85° C.

 $x_{D_1}$  gefunden wurde; wird zu der Siedetemperatur  $t_2$  eine Flüssigkeitskonzentration  $x_{F_2}$  und eine Dampfkonzentration  $x_{D_2}$ , ebenso zu  $t_3$  ein



Bild 10. Gleichgewichtskurve des idealen Gemisches Benzol-Toluol bei einem Druck von 760 mm Q.-S.

während die Taulinie den Zusammenhang zwischen Kondensationstemperatur des Dampfes und Dampfzusammensetzung wiedergibt. Beide Linien zeigt das Temperaturschaubild 11. Aus ihm kann die zu einer beliebigen Siedetemperatur gehörige Flüssigkeits- und Dampfkonzentration dadurch erhalten werden, daß man in dem erwähnten Schaubild den Schnittpunkt der einer bestimmten Temperatur zugeordneten Waagrechten mit der Siede- und Taulinie aufsucht.

Es besteht die Ansicht, daß ein ideales Gemisch dann vorliegt, wenn die beiden einzelnen Stoffe sehr nahe *chemische Verwandtschaft* aufweisen.



Bild 11. Siede- und Taulinie des idealen Gemisches Benzol-Toluol bei einem Druck von 760 mm Q.-S.

Als weiteres Kennzeichen kann angeführt werden. daß auch die kritischen Drücke der einzelnen Stoffe gleich sein sollen und daß ihre molekularen Anziehungskräfte einem bestimmten Gesetz folgen<sup>1, 2</sup>. Bezeichnen näm- $\operatorname{lich} a_1 \operatorname{und} a_2 \operatorname{die} \operatorname{Anziehungs}$ kraft der Moleküle gleicher Stoffe und  $a_{1,2}$  die Anziehungskraft zwischen den Molekülen verschiedener Stoffe, so soll die Bedingung

erfüllt sein:  $a_{1,2} = \sqrt{a_1 \cdot a_2}$ . In unlöslichen Flüssigkeitsgemischen sind die molekularen Anziehungskräfte zwischen verschiedenen Stoffen vernachlässigbar klein ge-

genüber den Anziehungskräften zwischen gleichnamigen Molekülen.

Die Dampfteildrücke und die Dampfzusammensetzung (Gleichgewichtskurve) können aus den Siededrücken der reinen Komponenten nur für unlösliche und vollkommen lösliche ideale Gemische auf die angegebene Weise bestimmt werden. Für alle anderen Mischungen sind die genannten Zusammenhänge durch Versuche zu finden.

#### b) Gemische mit Maximumsiedepunkt (Minimumdampfdruck).

Sind die Anziehungskräfte zwischen gleichnamigen Molekülen einander gleich groß, so folgt für das ideale Gemisch, daß diese Anziehungskräfte auch gleich denjenigen zwischen den Molekülen verschiedener Stoffe sind. Ist aber die Kraft  $a_1$ , wesentlich größer als die Anziehungskräfte zwischen gleichnamigen Molekülen  $a_1$  und  $a_2$ , so werden beim Sieden die Moleküle stärker in der Flüssigkeit zurückgehalten und sie gehen schwerer in den Dampf über als bei idealen Lösungen. Die Folge davon ist, daß die Teildrücke kleiner werden. Dieses Verhalten läßt Bild 12

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> BERTHELOT, D.: Über Gasmischungen. C. R. Acad. Sci., Paris Bd. 126 (1898) S. 1703.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> GALITZINE: Über DALTONS Gesetz. Wied. Ann. Bd. 41, 770 (1890).

erkennen, in welchem für das vollkommen lösliche Flüssigkeitsgemisch Salpetersäure-Wasser<sup>1</sup> die Teildrücke  $p_x$  des leichter siedenden (Salpetersäure) und  $p_y$  des schwerer siedenden Stoffes in Abhängigkeit von der Flüssigkeitskonzentration aufgetragen sind. Es ist ersichtlich, daß beide Teildrucklinien unterhalb der gestrichelt gezeichneten Geraden liegen, welche den Verlauf der Teildrücke idealer Lösungen angeben und die durch die Dampfdrücke der reinen Komponenten  $P_x$  und  $P_y$  für die vorliegende Temperatur gegeben sind. Verlaufen die Teildrucklinien tangential an



Bild 12. Verlauf der Teildrücke  $p_x$  und  $p_y$  und des Gesamtdruckes p des Gemisches Salpetersäure-Wasser (mit Minimundampfdruck) bei gleichbleibender Siedetemperatur von 75° C.

die erwähnten Verbindungsgeraden, so nähert sich das Verhalten des Flüssigkeitsgemisches um so mehr dem Verhalten der idealen Lösung, je reiner die eine Flüssigkeit ist. Die zu bestimmten Flüssigkeitskonzentrationen gehörige Summe der Teildrücke ergibt den Verlauf des Gesamtdruckes *p*. Dieser weist bei einer bestimmten Flüssigkeitszusammensetzung einen Kleinstwert auf, welcher mit *Minimumdampfdruck* bezeichnet wird.

Aus dem für verschiedene Siedetemperaturen geltenden Verlauf der Teildrucklinien und des Gesamtdruckes kann für einen gegebenen Gesamtdruck mit Hilfe der Beziehung 4 die Gleichgewichtskurve ermittelt werden. Sie ist für das genannte Gemisch in Bild 13 wiedergegeben, aus dem hervorgeht, daß sie bei kleiner Flüssigkeitskonzentration unterhalb der Diagonalen des Schaubildes verläuft, letztere im ausgezeichneten Punkt A schneidet und danach oberhalb der Diagonalen liegt. Ein

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Chemical Engineers Handbook, S. 1131, McGraw-Hill Book Company, Inc. New-York u. London 1934 (International critical tables).

Kirschbaum, Destillier- und Rektifiziertechnik.





Bild 13. Gleichgewichtskurve des Gemisches Salpetersäure-Wasser (mit Maximumsiedepunkt) bei einem Druck von 760 mm Q.S.

aus dem Verlauf der in Bild 14 dargestellten Siede- und Taulinien her-Sie zeigen, daß die Siedetemperatur mit steigendem Gehalt an Salvor.



Bild 14. Siede- und Taulinien für das Flüssigkeitsgemisch Salpetersäure-Wasser (mit Maximumsiedepunkt) bei einem Druck von 760 mm Q.-S.

Bildes 13 bei einem Gesamtdruck von 760 mm Q.-S. einen Gehalt von 38,3 Mol-% Salpetersäure (entsprechend 68,5Gew.-% Salpetersäure) auf. Der ausgezeichnete Punkt ist für die technische Trennung von Flüssigkeitsgemischen ein Hindernis, weil durch einfache Destillation oder durch Rektifikation seine Zusammensetzung nicht überschritten werden kann. Er legt deshalb die Grenze der Trennung fest.

Die Abhängigkeit der Siedetemperatur von der Flüssigkeits- und Dampfzusammensetzung für das gewählte Gemisch mit Maximumsiedepunkt geht

petersäure mit 100° C beginnend zunächst wächst, Maximumsiedenm im *punkt* A einen Höchstwert von 122° C zu erreichen. Von diesem Punkt an sinkt die Siedetemperatur wieder auf diejenige der reinen Salpetersäure mit 87° C. Aus der Siedelinie ist beispielsweise abzulesen, daß bei 110° C sowohl ein Flüssigkeitsgemisch mit 11 Mol-% als auch mit 53 Mol-% Salpetersäure siedet und daß sich bei derselben Temperatur im ersten Falle ein Dampf mit 1.5 und im zweiten Falle mit 90 Mol-% Salpetersäure bildet. Beiden

in den Bildern 13 und 14 angegebenen Punkten A ist die Zusammensetzung  $x_A$  des azeotropischen Gemisches zugeordnet.

In vielen der bekannten Zweistoffgemische mit Maximumsiedepunkt ist der eine Bestandteil eine Säure; es liegen aber auch andere Fälle vor<sup>1, 2</sup>, bei denen festgestellt werden konnte, daß die Flüssigkeitsgemische einen Minimumdampfdruck aufweisen, wenn auch im einzelnen der Verlauf der Gleichgewichtskurven und der Dampfteildrücke nicht immer untersucht worden ist. (Siehe auch die im Anhang angegebenen Gleichgewichtskurven und Zahlentafeln für die in der Technik wichtigen Zweistoffgemische mit Minimumdampfdruck.)

#### c) Gemische mit Minimumsiedepunkt (Maximumdampfdruck).

Häufiger als die Gemische mit Minimumdampfdruck sind solche mit einem Maximumdampfdruck. Er kann dadurch zustande kommen, daß



Bild 15. Verlauf der Teildrücke  $p_x$  und  $p_y$  und des Gesamtdruckes p des Gemisches Äthylalkohol-Wasser (mit Maximumdampfdruck) bei gleichbleibender Siedetemperatur von 75° C.

die gekennzeichneten molekularen Anziehungskräfte $a_{\rm 1,\ 2}$ zwischen den Molekülen verschiedener Stoffe sehr klein im Vergleich zu den zwischen gleichnamigen Molekülen wirkenden Kräften  $a_1$  und  $a_2$  sind. Es kann jedoch noch eine andere Erscheinung ausschlaggebend für das Auftreten eines Maximumdampfdruckes sein. Weist nämlich eine der beiden Flüssigkeiten oder auch beide Stoffe in reinem Zustande Assoziation auf, so ist es möglich, daß diese durch die bei Vermischung von Stoffen auftretenden zwischen verschiedenen Molekülen wirkenden Anziehungskräfte bis zu einem gewissen Grade aufgehoben werden, so daß sich neue Moleküle freilegen, welche eine Vergrößerung des Dampfteildruckes zur Folge haben. Bild 15 zeigt am Beispiele des Gemisches Äthylalkohol-Wasser<sup>3</sup>, daß hierbei der Verlauf der Teildrücke  $p_x$  und  $p_y$  des Alkohols

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> RECHENBERG, C. v.: Einfache und fraktionierte Destillation in Theorie und Praxis, S. 558. Miltitz b. Leipzig: Schimmel & Co. 1923. <sup>2</sup> YOUNG-PRAHL: Theorie und Praxis der Destillation, S. 63. Berlin: Julius

Springer 1932.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> KIRSCHBAUM, EMIL u. F. GERSTNER: Gleichgewichtskurven, Siede- und Taulinien von Äthylalkohol-Wassergemischen bei Unterdrücken. VDI-Beih. Verfahrenstechnik 1939, Nr. 1, S. 10-15.

und des Wassers oberhalb der geraden gestrichelt angegebenen Linien liegt. Aus der Tatsache, daß der Teildruck  $p_x$  des Alkohols bei kleiner Konzentration  $x_F$  sehr rasch ansteigt, wenn diese wächst, ist zu



Bild 16. Gleichgewichtskurve des Gemisches Äthylalkohol-Wasser (mit Minimumsiedepunkt) bei einem Druck von 760 mm Q.-S.

ausgezeichneten Punkt A und verläuft bei hohen Alkoholkonzentrationen unterhalb der Diagonalen. Im vorliegenden Fall ist der ausgezeichnete Punkt bei einem Druck von 760 mm Q.-S. durch die Zusammensetzung des azeotropischen



Bild 17. Siede- und Taulinien für das Flüssigkeitsgemisch Äthylalkohol-Wasser (mit Minimumsiedepunkt) bei einem Druck von 760 mm Q.-S.

Kleinstwert im Minimumsiedepunkt A ab, dem bei einem Druck von 760 mm Q.-S. abs. eine Temperatur von 78,15° C und der angeführte Alkoholgehalt von 89,5 Mol-% entspricht. Von dem genannten Tiefstwert an nimmt die Siedetemperatur mit steigendem  $x_F$  wieder zu, um bei  $x_F = 100$  (reiner Alkohol) einen Temperaturwert von 78,3° C zu erreichen. In dem Bereich zwischen den Konzentrationen von  $x_F = 89,5$ 

schließen, daß Wasser in reinem Zustand stark assoziiert. Aus den Teildrücken ergibt sich der Verlauf des Gesamtdruckes *p*. Er weist bei der gewählten Siedetemperatur von 75° C bei einer Flüssigkeitskonzentration

von 90,3 Mol-% Alkohol einen Höchstwert ("Maximumdampfdruck") auf.

Die für die Verfolgung der Verfahren zur Flüssigkeitstrennung wichtige Gleichgewichtskurve ist für das behandelte Gemisch in Bild 16 dargestellt. Bei niederen Gehalten an leichter siedendem Stoff in der Flüssigkeit liegt die Gleichgewichtskurve oberhalb der Diagonalen, schneidet letztere im

Gemisches mit 89,5 Mol-% Äthylalkohol (entsprechend

95,57 Gew.-% Alkohol) ge-

Flüssigkeitskonzentration

Bild 17 dargestellten Siede-

und Taulinien an. Danach

nimmt die Siedetemperatur

von 100° C mit steigendem Alkoholgehalt bis zu einem

geben

Den Zusammenhang zwischen Siedetemperatur einer-

sowie

die in

kennzeichnet.

anderseits

seits und Dampf-

bis  $x_F = 100$  Mol-% liegen Siede- und Taulinie nahe beieinander, ohne zusammenzufallen. (Siehe auch die Angaben für Gemische mit Minimumsiedepunkt im Anhang.) Es ist eine sehr große Anzahl von Zweistoffgemischen mit Minimumsiedepunkt bekannt<sup>1, 2</sup>, wenn auch die Gleichgewichtskurven und der Verlauf der Teildrucklinien nur bei einer beschränkten Anzahl untersucht worden ist.

Außer durch die geschilderten Möglichkeiten soll allgemein ein ausgezeichneter Punkt auch dadurch zustande kommen können, daß sich die Dampfdruckkurven (Abhängigkeit des Dampfdruckes von der Siedetemperatur) der beiden reinen Flüssigkeiten überschneiden<sup>3</sup>.

# 5. Zusammenfassende Betrachtung über den Verlauf der Gleichgewichtskurven von Zweistoffgemischen.

Die angegebenen Kennzeichnungen des Verhaltens von Zweistoffgemischen im Siedezustand machen es möglich, aus dem Verlauf der

Gleichgewichtskurve bereits die Art des Zweistoffgemisches anzugeben. In Bild 18 sind die verschiedenen Fälle zusammengefaßt. Während beim vollkommen unlöslichen Gemisch die Gleichgewichtskurve a durch eine über den ganzen Bereich der Flüssigkeitskonzentration reichende Gerade gegeben ist, liegt eine waagrechte Gerade beim teilweise löslichen Gemisch gemäß Linie b nur innerhalb eines bestimmten Flüssigkeits-

konzentrationsbereiches vor. Beide Geraden schneiden die Diagonale in einem ausgezeichneten Punkt, in welchem Flüssigkeits- und Dampfkonzentrationgleich sind. In allen anderen Fällen ist die Gleichgewichtskurve durch eine geltrömmte Linie gegeher



Bild 18. Gleichgewichtskurven verschiedener Zweistoffgemische bei konstantem Druck.

a) vollkommen unlösliches Gemisch;
b) teilweise lösliches Gemisch;
c) vollkommen lösliches Gemisch ohne ausgezeichneten Punkt (z. B. ideale Lösung);
d) Gemisch mit Maximumsiedepunkt;
e) Gemisch mit Minimumsiedepunkt.

gekrümmte Linie gegeben. Sie verläuft beim idealen Gemisch gemäß Kurve c oberhalb der Diagonalen, beim Gemisch mit Maximumsiede-

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> RECHENBERG, C. v.: Einfache und fraktionierte Destillation in Theorie und Praxis, S. 515. Miltitz b. Leipzig: Schimmel & Co. 1923.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> YOUNG-PRAHL: Theorie und Praxis der Destillation, S. 55. Berlin: Julius Springer 1932.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> RECHENBERG, C. v.: Einfache und fraktionierte Destillation in Theorie und Praxis, S. 523. Miltitz b. Leipzig: Schimmel & Co. 1923.

punkt (Kurve d) bei kleinen Gehalten an Leichtersiedendem in der Flüssigkeit unterhalb der Diagonalen, schneidet letztere im ausgezeichneten Punkt und liegt bei hohen Flüssigkeitskonzentrationen oberhalb der Diagonalen. Beim Gemisch mit Minimumsiedepunkt (Kurve e) sind bei kleinen Gehalten an Leichtersiedendem in der Flüssigkeit die Gehalte an Leichtersiedendem im Dampf größer als erstere, sie sind im ausgezeichneten Punkt gleich groß, während bei Flüssigkeitskonzentrationen, die oberhalb der Konzentration des ausgezeichneten Punktes liegen, die Zahlenwerte der Dampfgehalte diejenigen der Flüssigkeitsgehalte unterschreiten.

## 6. Dreistoffgemische.

#### a) Allgemeines.

Bei der Festlegung der Gleichgewichtszustände von Dreistoffgemischen sind dieselben Grundgesetze wie bei Zweistoffgemischen maßgebend.



Bild 19. Bestimmung der Flüssigkeits- und Dampfisothermen sowie der Destillationslinien (ideales Dreistoffgemisch).

Weil jedoch eine Stoffkomponente mehr vorhanden ist, muß für die bildliche Darstellung des Zustandes des Gemisches eine andere zeichnerische Grundlage gewählt werden, als welche sich das gleichseitige Dreieck am besten eignet. Den Ecken des Dreieckes werden die Namen der drei Stoffe beigeschrieben und auf den Seiten die Gehalte der einzelnen Stoffe in Mol-% aufgetragen, wobei die Zahlenwerte in der Richtung zu den Eckpunkten steigen. Dem Zustandspunkt A eines Dreistoffgemisches (z. B. Benzol-Toluol-m-Xylol) in Bild 19 entspricht

 $\mathbf{22}$ 

ein Gehalt von 25 Mol-% Benzol, 25 Mol-% Toluol und 50 Mol-% m-Xylol. Die geometrische Grundlage der gewählten Darstellungsweise ist, daß die Summe der Höhenabschnitte  $h_1$ ,  $h_2$  und  $h_3$  eines Punktes (s. Bild 19) gleich der Höhe h des Dreiecks ist.

Der Gehalt in der Flüssigkeit des am leichtest siedenden Stoffes sei mit  $x_F$  Mol-%, derjenige des mittel siedenden Stoffes mit  $y_F$  Mol-% und der des am schwersten siedenden Stoffes mit  $z_F$  Mol-% bezeichnet. Danach muß sein:

$$x_F + y_F + z_F = 100. (13)$$

Entsprechend gilt für die Dampfgehalte  $x_D$ ,  $y_D$  und  $z_D$  Mol-%.

$$x_D + y_D + z_D = 100. (14)$$

Bedeutet  $p_x$  den bei einer bestimmten Siedetemperatur im Dampfgemisch sich einstellenden Teildruck des leichter siedenden Stoffes,  $p_y$  den Teildruck des mittel siedenden und  $p_z$  den Dampfteildruck des schwer siedenden Stoffes, so ergibt sich der Gesamtdruck p aus:

$$p_x + p_y + p_z = p$$
. (15)

Auch die Dreistoffgemische kann man nach ihrer gegenseitigen Löslichkeit in einzelne Untergruppen einteilen. Sind alle drei Stoffe gegenseitig unlöslich, so nimmt jeder Stoff im Dampf einen Teildruck ein, der gleich ist dem Dampfdruck der reinen Komponente bei der gleichen Siedetemperatur. In der Technik kommt den gegenseitig unlöslichen Dreistoffgemischen nur eine geringe Bedeutung zu. Beinahe immer sind die drei Stoffe ineinander löslich oder einzelne Zweistoffpaare des Dreistoffgemisches sind löslich.

### b) Ideale Dreistoffgemische. (Ein Destillationsfeld im Darstellungsdreieck.)

Ein *ideales Dreistoffgemisch* ist ähnlich wie ein ideales Zweistoffgemisch dadurch gekennzeichnet, daß bei gleichbleibender Siedetemperatur der Dampfteildruck jedes Stoffes linear proportional mit seinem Gehalt in Mol-% in der Flüssigkeit wächst. Bedeuten  $P_x$ ,  $P_y$ und  $P_z$  die einer bestimmten Siedetemperatur zugeordneten Siededrücke der reinen Komponenten, wobei sich der Zeiger x auf den leichter siedenden und der Zeiger z auf den am schwersten siedenden Stoff bezieht, so sind die zu bestimmten Flüssigkeitskonzentrationen gehörigen Teildrücke der einzelnen Stoffe bei gleichbleibender Siedetemperatur durch die folgenden Beziehungen gegeben:

$$p_x = \frac{P_x}{100} \cdot x_F \,, \tag{16}$$

$$p_y = \frac{P_y}{100} \cdot y_F \,, \tag{17}$$

$$p_z = \frac{r_z}{100} \cdot z_F \,. \tag{18}$$

Wird  $p_z$  aus Gleichung 15 und  $z_F$  aus Gleichung 13 in Gleichung 18 eingesetzt, so folgt:

$$p - p_x - p_y = \frac{P_z}{100} \cdot (100 - x_F - y_F)$$
.

In dieser Gleichung können  $p_x$  und  $p_y$  durch die Werte aus den Gleichungen 16 und 17 ersetzt werden:

$$p - P_z = \frac{x_F}{100} \cdot (P_x - P_z) + \frac{y_F}{100} \cdot (P_y - P_z) .$$
 (19)

In Gleichung 19 sind für eine gegebene, gleichbleibende Siedetemperatur und bei gegebenem Destillationsdruck p nur  $x_F$  und  $y_F$  veränderlich. Wählt man die eine der beiden Veränderlichen, dann ist die andere berechenbar. Gleichung 19 gibt deshalb den geometrischen Ort aller Flüssigkeitszusammensetzungen an, welche die gleiche Siedetemperatur haben. Für diese liegen alle Zustandspunkte mit den Gehalten  $x_F$  und  $y_F$  in dem Darstellungsdreieck auf einer Geraden, welche zwei Seiten des Dreiecks in zwei Punkten, beispielsweise in  $F_1$  und  $F_2$  (s. Bild 19) schneidet. Diese in Bild 19 voll ausgezogene Gerade stellt deshalb eine *Flüssigkeitsisotherme* für eine bestimmte Temperatur, z. B. für  $t_1$  dar.

In Gleichung 19 können die veränderlichen Flüssigkeitsgehalte  $x_F$ und  $y_F$  durch die zu der gleichen Siedetemperatur gehörigen Dampfgehalte ersetzt werden, indem für die Teildrücke  $p_x$  und  $p_y$  in Gleichung 4 die Werte aus Gleichung 16 und 17 eingeführt werden. Es ergibt sich dann:

$$x_D = \frac{p_x}{p} \cdot 100 = \frac{P_x}{100} \cdot x_F \cdot 100 \cdot \frac{1}{p} = \frac{P_x}{p} \cdot x_F$$

Daraus folgt:

$$\begin{array}{l}
x_{F} = \frac{p}{P_{x}} \cdot x_{D}, \\
y_{F} = \frac{p}{P_{y}} \cdot y_{D}, \\
z_{F} = \frac{p}{P_{z}} \cdot z_{D}.
\end{array}$$
(20)

Werden  $x_F$  und  $y_F$  aus der Gleichung 20 in Gleichung 19 eingesetzt, so ergibt sich die Gleichung für die *Dampfisotherme*:

$$p - P_z = \frac{p}{P_x \cdot 100} \cdot x_D (P_x - P_z) + \frac{p}{P_y \cdot 100} \cdot y_D (P_y - P_z) .$$
(21)

Diese Beziehung stellt im Darstellungsdreieck ebenfalls eine Gerade dar. Auf ihr liegen alle Zustandspunkte der Dämpfe des Dreistoffgemisches, welche die gleiche Kondensationstemperatur aufweisen. Die Gerade schneidet zwei Seiten des Darstellungsdreiecks in je einem Punkte  $D_1$ und  $D_2$  (Bild 19).

Die zu einer gleichen Temperatur gehörigen Flüssigkeits- und Dampfisothermen sind festgelegt, wenn die Schnittpunkte  $F_1$  und  $F_2$  sowie  $D_1$  und  $D_2$  (s. Bild 19) gegeben sind. Sie können rechnerisch mit Hilfe der für die idealen Zweistoffgemische geltenden Beziehungen bestimmt werden, wie sie in Gleichung 11 und 12 zum Ausdruck kommen. Eine zeichnerische<sup>1</sup> Methode, die im folgenden angegeben ist, führt jedoch rascher zum Ziele. Aus den Gleichungen 15 bis 18 folgt nämlich:

$$p = \frac{P_x}{100} \cdot x_F + \frac{P_y}{100} \cdot y_F + \frac{P_z}{100} \cdot z_F.$$
 (22)

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Die Anregung zu dieser Darstellung verdanke ich Herrn Prof. Dr. W. QUADE.

Diese Gleichung stellt in einem dreidimensionalen Koordinatensystem mit den drei aufeinander senkrecht stehenden  $x_{F^*}$ ,  $y_{F^*}$  und  $z_{F^*}$ Achsen eine Ebene dar. Allen auf ihr liegenden Punkten mit den Veränderlichen  $x_F$ ,  $y_F$  und  $z_F$  ist der gleiche Gesamtdruck p und eine gleiche Siedetemperatur zugeordnet, für welche die Siededrucke  $P_x$ ,  $P_y$  und  $P_z$ der reinen Komponenten gelten. Bringt man diese Ebene zum Schnitt mit der Ebene, welche durch Gleichung 13 festgelegt ist, so ergibt die



Schnittlinie der beiden Ebenen eine Gerade, auf welcher alle Zustandspunkte der Flüssigkeit mit der gleichen Siedetemperatur und mit dem gleichen Gesamtdruck p liegen. Die Ebene gemäß Gleichung 13 wird in einfacher Weise dadurch dargestellt, daß man ihre Schnittgeraden mit den drei aufeinander senkrecht stehenden Koordinatenebenen bestimmt. Setzt man in Gleichung 13  $x_F = y_F = 0$ , so wird  $z_F = 100$ , für  $x_F = z_F = 0$  wird  $y_F = 100$  und für  $y_F = z_F = 0$  wird  $x_F = 100$ . Trägt man also auf den drei Koordinatenachsen den Wert von 100 Mol-% auf und verbindet je zwei der so erhaltenen Punkte durch eine Gerade, so erhält man dadurch die Schnittlinien der durch Gleichung 13 festgelegten Ebene mit den drei Koordinatenebenen. Diese Schnittgeraden sind in dem perspektivischen Bild 20 mit  $e_1$ ,  $e_2$  und  $e_3$  bezeichnet. In ähnlicher Weise wird die durch Gleichung 22 gegebene Ebene dargestellt. Setzt man nämlich  $y_F = z_F = 0$ , so folgt aus Gleichung 22:

$$x_F = \frac{p}{P_x} \cdot 100, \qquad (23 a)$$

ferner aus  $x_F = z_F = 0$ :

$$y_F = \frac{p}{P_y} \cdot 100 \tag{23 b}$$

und mit  $x_F = y_F = 0$ :

$$z_F = \frac{p}{P_z} \cdot 100 \tag{23 c}$$

Die durch diese Gleichungen gegebenen Werte für  $x_F$ ,  $y_F$  und  $z_F$  werden auf den drei Achsen aufgetragen und die dadurch erhaltenen Punkte durch Geraden miteinander verbunden. Diese in Bild 20 wiedergegebenen Geraden  $f_1$ ,  $f_2$  und  $f_3$  stellen die Schnittlinien der durch Gleichung 22 gegebenen Ebene mit den drei Koordinatenebenen dar. Die Geraden  $e_1$ und  $f_1$  liefern den Schnittpunkt  $F_1$  und die Geraden  $e_2$  und  $f_2$  den Punkt  $F_2$ . Die Verbindungsgerade f der Punkte  $F_1$  und  $F_2$  stellt die gesuchte Flüssigkeitsisotherme dar. Es ist ersichtlich, daß die Geraden  $e_3$  und  $f_3$  für die gewählte Temperatur keinen Schnittpunkt miteinander bilden. Für andere Temperaturen ist ein solcher jedoch möglich, wobei dann  $e_1$  oder  $e_2$  nicht von  $f_1$  bzw.  $f_2$  geschnitten wird.

Die zu der gleichen Siedetemperatur gehörige Dampfisotherme wird in ähnlicher Weise wie die Flüssigkeitsisotherme gefunden. Aus den Gleichungen 20 und 13 ergibt sich nämlich die Beziehung:

$$\frac{p}{P_x} \cdot x_D + \frac{p}{P_y} \cdot y_D + \frac{p}{P_z} \cdot z_D = 100.$$
(24)

Sie stellt ebenfalls eine Ebene dar, in der alle Zustandspunkte mit den veränderlichen Dampfgehalten  $x_D$ ,  $y_D$  und  $z_D$  Mol-% liegen, die für den gleichen Gesamtdruck p und für die gleiche Siedetemperatur gelten, zu der die Dampfdrücke  $P_x$ ,  $P_y$  und  $P_z$  der reinen Komponenten gehören. Für  $y_D = z_D = 0$  wird

$$x_D = \frac{P_x}{p} \cdot 100, \qquad (25\,\mathrm{a})$$

für  $x_D = z_D = 0$  ergibt sich

$$y_D = \frac{P_y}{p} \cdot 100 \tag{25 b}$$

und für  $x_D = y_D = 0$  gilt:

$$z_D = \frac{P_z}{p} \cdot 100 \,. \tag{25 c}$$

Trägt man die Werte für  $x_D$ ,  $y_D$  und  $z_D$  aus den Gleichungen 25a, b und c auf den entsprechenden Achsen auf und verbindet die so erhaltenen Punkte durch Geraden, so erhält man die in dem perspektivischen Bild 20 angegebenen Schnittlinien  $d_1$ ,  $d_2$  und  $d_3$  der Isothermenebene nach Gleichung 24 mit den drei Koordinatenebenen. Diese Isothermenebene wird zum Schnitt gebracht mit der Ebene, welche durch Gleichung 14 festgelegt ist und die dadurch dargestellt wird, daß man auf den Achsen die Werte von 100 Mol-% aufträgt und die dadurch erhaltenen Punkte miteinander durch Geraden verbindet. Letztere stellen in Bild 20 wieder die Geraden  $e_1$ ,  $e_2$  und  $e_3$  dar.  $e_1$  und  $d_1$  liefern den Schnittpunkt  $D_1$  und  $e_2$  und  $d_2$  den Schnittpunkt  $D_2$ . Die Verbindungsgerade d zwischen  $D_1$  und  $D_2$  als Schnittgerade der beiden gekennzeichneten Ebenen stellt eine räumliche Dampfisotherme dar. Auf dieser Geraden liegen alle Dampfzustandspunkte, die bei gleichbleibendem Druck p die gleiche Kondensationstemperatur aufweisen.

Am Beispiele des idealen Dreistoffgemisches Benzol-Toluol-m-Xylol soll zahlenmäßig gezeigt werden, wie die zu einer gleichen Temperatur gehörigen Flüssigkeits- und Dampfisothermen auf Grund des geschilderten Verfahrens ermittelt werden. Die Siedetemperatur soll 100° C betragen. Für diese Temperatur ergeben die Siedelinien der einzelnen Stoffe gemäß Bild 21 einen Dampfdruck des Benzols von  $P_x = 1345$  mm

Q.-S., des Toluols von  $P_y =$  550 mm Q.-S. und des Xylols von  $P_z = 230$  mm Q.-S. Zur Auffindung der Zustandsebene der Flüssigkeit mit gleicher Siedetemperatur werden für einen Gesamtdruck von 760 mm Q.-S. mit Hilfe der Gleichungen 23 a, b und c die Ordinatenabschnitte berechnet:

$$egin{aligned} x_F &= rac{760}{1345} \cdot 100 = 56,5 \,\, ext{Mol-\%}, \ y_F &= rac{760}{550} \cdot 100 = 138 \,\, ext{Mol-\%}, \ z_F &= rac{760}{230} \cdot 100 = 330 \,\, ext{Mol-\%}. \end{aligned}$$

Diese Werte werden auf den in einer Bildebene und unter einem Winkel von 120° sich schneidenden Achsen gemäß Bild 22 aufgetragen und die so erhaltenen Schnittpunkte durch die gestrichelt angegebenen Geraden verbunden. Zwei Seiten des Darstellungsdreiecks werden von zwei der erwähnten gestrichelt gezeichneten Geraden geschnitten. Die geradlinige Verbindung dieser



Bild 21. Dampfdruckkurven von Benzol, Toluol und m-Xylol.

beiden Schnittpunkte ergibt die Flüssigkeitsisotherme für 100°C, welche in Bild 22 durch die voll ausgezogene Gerade wiedergegeben ist. In gleicher Weise wird die Dampfisotherme erhalten. Zur Auffindung der Ebene, in der alle Dampfzustandspunkte mit gleicher Temperatur liegen, werden mit den Gleichungen 25a, b und c folgende Ordinatenabschnitte berechnet:

$$x_D = rac{1345}{760} \cdot 100 = 177,0 ext{ Mol-\% Benzol},$$
  
 $y_D = rac{550}{760} \cdot 100 = ext{ 72,5 Mol-\% Toluol},$   
 $z_D = rac{230}{760} \cdot 100 = ext{ 30,2 Mol-\% Xylol}.$ 

Diese Ordinatenwerte werden auf den drei Achsen aufgetragen und die so erhaltenen Schnittpunkte durch die in Bild 22 gestrichelt gezeichneten
Geraden verbunden. Zwei dieser Geraden schneiden zwei Seiten des Darstellungsdreiecks. Die Verbindungsgerade zwischen diesen beiden Schnittpunkten ergibt die Dampfisotherme für  $100^{\circ}$  C (in Bild 22 gestrichelt gezeichnet).

Ist der Zustandspunkt für eine Flüssigkeit mit einer bestimmten Temperatur und damit auf einer bestimmten Flüssigkeitsisotherme im Darstellungsdreieck gegeben, z. B. durch Punkt G auf der Isotherme für



Bild 22. Bestimmung der Flüssigkeits- und Dampfisothermen des idealen Dreistoffgemisches Benzol-Toluol-m-Xylol für eine Temperatur von 100° C und für einen Gesamtdruck von 760 mm Q.-S.

 $100^{\circ}$  C in Bild 19, so muß der Zustandspunkt des Dampfes, welcher aus der Flüssigkeit mit dem Zustandspunkt *G* entsteht, auf der Dampfisotherme für die gleiche Temperatur, also für  $100^{\circ}$  C, liegen. Ferner müssen in Anbetracht der Gleichungen 20 die Dampfgehalte  $x_D$ ,  $y_D$ und  $z_D$  zu den Flüssigkeitsgehalten  $x_F$ ,  $y_F$  und  $z_F$  in der folgenden Beziehung stehen:

$$x_D = rac{P_x}{p} \cdot x_F$$
 Mol-% Benzol,  
 $y_D = rac{P_y}{p} \cdot y_F$  Mol-% Toluol,  
 $z_D = rac{P_z}{p} \cdot z_F$  Mol-% Xylol.

Gehören beispielsweise zu dem Punkt G die Flüssigkeitsgehalte  $x_F = 40$  Mol-% Benzol,  $y_F = 26$  Mol-% Toluol und  $z_F = 34$  Mol-% Xylol, so wird

$$x_D = \frac{1345}{760} \cdot 40 = 70,9$$
 Mol-% Benzol.

Der so errechnete Dampfgehalt liefert auf der Dampfisotherme für  $100^{\circ}$  C den Punkt H. Es liegt in dem gezeigten Verfahren zur Bestimmung



Bild 23. Flüssigkeits- und Dampfisothermen sowie Destillationslinien des Gemisches Benzol-Toluol-m-Xylol.

der Isothermen begründet, daß der gefundene PunktHbereits die Dampfgehalte

$$y_D = \frac{550}{760} \cdot 26 = 18,8$$
 Mol-% Toluol

und

$$z_D = rac{230}{760} \cdot 34 = 10,3 \; ext{Mol-\% Xylol}$$

angibt.

In das Darstellungsdreieck können Isothermen für beliebige Temperaturen eingezeichnet werden. Durch Punkt H geht dann nicht nur die Dampfisotherme für  $t_1 = 100^{\circ}$  C, sondern auch eine Flüssigkeitsisotherme für eine Temperatur  $t_2$ . Man kann deshalb den Zustandspunkt H auch als einen Flüssigkeitszustandspunkt betrachten und nach

der gezeigten Weise einen auf einer Dampfisotherme für  $t_2$  liegenden Punkt J bestimmen, der den Zustand des Dampfes angibt, welcher beim Sieden aus der Flüssigkeit mit dem Zustandspunkt Hentsteht. So wie Punkt H aus G und J aus H ermittelt wurde, kann ein neuer Dampfzustandspunkt aus J bestimmt werden und man kann sich auch Gals Zustandspunkt eines Dampfes denken, der aus Flüssigkeit mit einem entsprechenden Flüssigkeitszustandspunkt entstanden ist. Die Verbindung aller dieser Punkte stellt eine Destillationslinie dar. Sie und die an ihr angegebenen Pfeile geben die Richtung an, in welcher sich die Konzentration des beim Sieden entstehenden Dampfes gegenüber der Flüssigkeitskonzentration ändert. In umgekehrter Richtung ändert sich die Konzentration beim Niederschlag der Dämpfe. Es können in das Darstellungsdreieck in bestimmten Abständen beliebig viele derartige Linien eingetragen werden, wie es Bild 23 für das ideale Dreistoffgemisch Benzol-Toluol-m-Xylol zeigt. Ist beispielsweise der Zustandspunkt Ader Flüssigkeit auf der Flüssigkeitsisotherme für 110°C und auf der Destillationslinie d gegeben, so hat der beim Sieden entstehende Dampf die Zusammensetzung des Punktes B (s. Bild 23), der auf der Dampfisotherme für 110° C und auf der gleichen durch Punkt A verlaufenden Destillationslinie d liegt. Ist der Ausgangspunkt der Flüssigkeit nicht unmittelbar auf einer gezeichneten Isotherme oder Destillationslinie oder als Schnittpunkt einer Isotherme mit einer Destillationslinie gegeben, so kann durch Interpolation der Zustand des beim Sieden entstehenden Dampfes ermittelt werden. Kennzeichnend für das betrachtete Gemisch ist, daß die Destillationslinien ein einziges Feld, nämlich das Darstellungsdreieck durchlaufen.

#### c) Dreistoffgemische mit zwei Destillationsfeldern.

Wenn ein Stoffpaar eines Dreistoffgemisches einen ausgezeichneten Punkt aufweist, verlaufen die Destillationslinien in zwei voneinander getrennten Feldern. Ein Beispiel hierfür bietet das Gemisch Azeton-Wasser-Phenol<sup>1</sup>. Bild 24 zeigt seine Destillationslinien mit dem ausgezeichneten Punkt A des Zweistoffgemisches Wasser-Phenol. Die Kurve, welche von der Azetonecke ausgeht und im Punkt A endigt, teilt die Dreiecksfläche in zwei Destillationsfelder. Flüssigkeit, deren Zustandspunkt im Feld I liegt, kann bei der Destillation oder Rektifikation niemals Phenol liefern und Gemische, deren Zustandspunkte im Feld II liegen, ergeben nie Wasser. Die Destillationslinien im Feld I gehen von der Ecke des Azetons aus und endigen in derjenigen des Wassers, während die Destillationslinien im Feld II von der gleichen Dreiecksecke auslaufen und sich in der Phenolecke treffen. Die Trennungslinie, welche von der Azetonecke nach dem Punkt A verläuft, wird von keiner Destillationslinie gekreuzt.

Ein Gemisch von drei Stoffen, wovon der eine Stoff in den beiden anderen unlöslich ist, während die beiden anderen ineinander vollkommen löslich sind und beispielsweise ein ideales Zweistoffgemisch miteinander

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> SCHREINEMAKERS, F.: Tensions de vapeur de melanges ternaires eau-acetonephenol. Arch. Neerlandaises, II. s. Bd. 8 (1903).

bilden, ergibt ebenfalls im Darstellungsdreieck zwei Destillationsfelder <sup>1</sup>, wie z. B. das Gemisch Benzol-Wasser-Toluol. Wird für eine bestimmte Siedetemperatur der Druck der reinen Komponente Benzol mit  $P_B$ , der Druck des reinen Toluols bei der gleichen Temperatur mit  $P_T$  und der Druck des Wassers bei derselben Siedetemperatur mit  $P_W$  bezeichnet, so kann der zu dieser Siedetemperatur gehörige Gehalt an Benzol in der Flüssigkeit  $x_F$  Mol-%, wenn die Summe der Gehalte des Benzols  $x_F$ 

und des Toluols  $y_F$  gleich 100 gesetzt wird  $(x_F + y_F = 100)$ , aus der folgenden Beziehung berechnet werden:

 $\frac{x_F}{100} \cdot P_B + \frac{P_T}{100} \cdot (100 - x_F) = p - P_W.$ Der dem berechneten  $x_F$  zugeordnete Dampfgehalt ist dann durch die Beziehung 12 festgelegt.

## d) Dreistoffgemische mit drei Destillationsfeldern.

Bildet jedes der drei Stoffpaare eines Dreistoffgemisches einen ausgezeichneten Punkt, wobei ein solcher Punkt auch durch Unlöslichkeit entstanden sein kann, so ist die beim Verdampfen sich ergebende





Konzentrationsänderung durch drei Destillationsfelder im Darstellungsdreieck gekennzeichnet. Während kein Dreistoffgemisch mit Maximumsiedepunkt bekannt ist, besitzen die Gemische mit Minimumsiedepunkt in der Destillier- und Rektifiziertechnik eine große Bedeutung. Ein Beispiel stellt das Gemisch Äthylalkohol-Benzol-Wasser dar. Im Darstellungsdreieck ist ein Zustandspunkt durch eine tiefste Siedetemperatur ausgezeichnet. Dieser Punkt ist in Bild 25 mit D bezeichnet. Der Punkt A gibt den bei einer Temperatur von 68,25° C liegenden Minimumsiedepunkt des Gemisches Äthvlalkohol-Benzol, der Punkt B den bei 78,15° C liegenden Minimumsiedepunkt des Gemisches Äthylalkohol-Wasser und Punkt C den bei 69° C liegenden Minimumsiedepunkt des Gemisches Wasser-Benzol an. Der Minimumsiedepunkt D des Dreistoffgemisches weist bei einem Gesamtdruck von 760 mm Q.-S. eine Temperatur von 64,85° C auf und er entspricht einem Gehalt von 7,5 Mol-% Wasser, 18,5 Mol-% Äthylalkohol und 74 Mol-% Benzol. Er liegt in der von der Kurve k und der Geraden, welche die Wasser- mit der Benzolecke verbindet, eingeschlossenen Fläche. Alle Flüssigkeiten mit Zustandspunkten in dieser Fläche stellen trübe Flüssigkeitsgemische dar, die sich beim Abstehen in zwei Schichten trennen. Durch die Verbindungslinien a, b, und c wird die Dreiecksfläche in drei Destillationsfelder geteilt. Die Destillationslinien verlaufen in einem dieser drei Felder und überschneiden nirgends die Trennlinien a, b und c. Ein

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> BARBAUDY, I.: Memorial des Sciences physiques. Paris: Gauthier-Villars et Cie. 1928.

Gemisch, dessen Zustandspunkt im Feld I gelegen ist, kann deshalb durch Destillation oder Rektifikation nur in solche Gemische zerlegt werden, deren Zustandspunkte ebenfalls im Feld I liegen. Weil die Destillationslinien im Feld I im ausgezeichneten Punkt D des Dreistoffgemisches endigen, kann bei der Rektifikation die Zusammensetzung dieses Punktes erreicht werden. Soll beispielsweise ein Gemisch mit einem Zustandspunkt im Feld I in reinen Alkohol und in ein Gemisch



Bild 25. Zustandsbild eines Dreistoffgemisches mit Minimumsiedepunkt und drei Destillationsfeldern im Darstellungsdreieck (Äthylalkohol-Benzol-Wasser).

mit der Zusammensetzung des ausgezeichneten Punktes des Dreistoffgemisches zerlegt werden, so muß der Zustandspunkt dieses Ausgangsgemisches auf Grund einfacher bekannter geometrischer Beziehungen auf der Verbindungsgeraden d zwischen Punkt D und der Alkoholecke liegen (s. Bild 25). Ein solches Dreistoffgemisch kann aus dem Zweistoffgemisch Äthylalkohol-Wasser dadurch hergestellt werden, daß zu letzterem Benzol hinzugefügt wird. Ist beispielsweise die Zusammensetzung des Ausgangsgemisches Äthylalkohol-Wasser durch Punkt Fgegeben, so muß so viel Benzol beigemischt werden, bis ein Dreistoffgemisch entsteht, dessen Zustandspunkt auf der Verbindungsgeraden zwischen F und der Benzolecke einerseits und auf der Geraden d anderseits liegt. Dieser Punkt ist in Bild 25 mit E bezeichnet. Ein Dreistoffgemisch mit dieser Zusammensetzung kann in reinen Alkohol und in ein Dreistoffgemisch mit der Zusammensetzung des ausgezeichneten Punktes D zerlegt werden. Von dieser Tatsache hat erstmalig Young<sup>1</sup>

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> YOUNG, S. u. FORTREY: Propriétés des mélanges d'alcools gras inférieurs et de benzène ainsi que des mélanges d'alcool, de benzène et d'eau. J. chem. Soc. Bd. 81 (1902) S. 739. Siehe auch DRP. aus dem Jahre 1901.

Gebrauch gemacht, indem er einem Äthylalkohol-Wassergemisch (beispielsweise gemäß Punkt F in Bild 25) so viel Benzol hinzufügte, daß sich ein Dreistoffgemisch ergab, dessen Zustandspunkt im Feld I(beispielsweise gemäß Punkt E) liegt. Dieses ursprünglich absatzweise betriebene azeotropische Entwässerungsverfahren ist in neuerer Zeit nicht nur stetig, sondern auch hinsichtlich des Betriebsmittelverbrauches wirtschaftlicher gestaltet worden.

Weil das Dreistoffgemisch mit der Zusammensetzung des ausgezeichneten Punktes kein vollkommen lösliches Gemisch darstellt und sich beim Abstehen in zwei Schichten trennt, wird dieser ausgezeichnete Punkt auch als *eutektischer Punkt* bezeichnet. Das Gemisch mit der Zusammensetzung des Punktes D wird deshalb auch Eutektikum genannt.

# 7. Beeinflussung der Gleichgewichtszustände durch den Druck.

#### a) Zweistoffgemische.

In der Technik werden Flüssigkeitsgemische häufig unter Anwendung von Unter- oder Überdruck getrennt. Es erhebt sich daher die Frage,

ob die Gleichgewichtszustände für beliebige Drücke ermittelt werden können, wenn sie für einen bestimmten Druck, z. B. für 1 ata, bekannt sind. Diese Frage ist schon vielfach untersucht worden. ohne daß ein allgemeingültiges Gesetz gefunden werden konnte. WREWSKY<sup>1</sup> sagt beispielsweise: "Bei Erhöhung der Temperatur von Lösungen, deren Dampfspannungskurve ein Maximum besitzt, wächst im konstant siedenden Gemisch der relative Gehalt derjenrgen Komponente, deren Verdampfung mit dem größeren

Zahlentafel 1. Abhängigkeit der Temperatur und des Wassergehaltes beim Minimumsiedepunkt vom absoluten Druck für das Gemisch Äthylalkohol-Wasser.

Druck mm QS. abs.	Wasser %	Minimum- siedepunkt ° C
$70 \\ 94 \\ 129 \\ 298 \\ 404 \\ 760 \\ 1075 \\ 1451$	0,0 0,5 1,3 2,7 3,75 4,4 4,65 4,75	27,96 33,35 39,20 47,63 64,04 78,15 87,12 95,35

Energieverbrauch verbunden ist." Die Richtigkeit dieser Regel konnte bei dem Gemisch Äthylalkohol-Wasser bestätigt werden<sup>2</sup>. Die Zahlentafel 1, welche die Temperatur und den Wassergehalt beim Minimumsiedepunkt in Abhängigkeit vom absoluten Druck angibt, besagt, daß der ausgezeichnete Punkt bei einem absoluten Druck von 70 mm Q.-S. und bei einer Temperatur von 27,96° C verschwindet.

Wie sich die Siede- und Taulinien des genannten Gemisches bei Unterdrücken<sup>3</sup> und bei Überdrücken<sup>4</sup> verhalten, zeigen die Bilder 26 und 27. Die für Unterdrücke geltenden Linien besagen vor allem, daß

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> RECHENBERG, C. v.: Einfache und fraktionierte Destillation in Theorie und Praxis, S. 537. Miltitz b. Leipzig: Schimmel & Co. 1923.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> MERRIMAN: J. chem. Soc. 1913, S. 628. <sup>3</sup> Siehe Fußnote 3, S. 19.

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> GRUMBT, I. A.: Siede- und Tauisobaren von Äthylalkohol-Wassergemischen für Drucke bis 15 at. Technische Mechanik und Thermodynamik, Bd. 1, Heft 9 u. 10. Berlin: VDI-Verlag G. m. b. H. 1930.

Kirschbaum, Destillier- und Rektifiziertechnik.

die Regel von WREWSKY, welche für die Zusammensetzung des ausgezeichneten Punktes gilt, nicht für den ganzen Konzentrationsbereich zutreffend ist. Es zeigt sich nämlich gemäß Bild 28, daß sich die für verschiedene Drücke geltenden Gleichgewichtskurven sogar überschneiden<sup>1</sup> können. Auch die Beziehung, wonach der beim Sieden sich



Bild 26. Siedelinien — und Taulinien - - - - des Gemisches Äthylalkohol-Wasser für verschiedene Unterdrücke.

einstellende Unterschied der Konzentrationen im Dampf und in der Flüssigkeit mit dem Unterschied der Siedetemperaturen der einzelnen reinen Stoffe bei einem bestimmten Druck sich vergrößert, ist nicht allgemein zutreffend. Dies beweisen beispielsweise die für verschiedene Drücke geltenden Siede- und Taulinien für die beiden Gemische Stickstoff-Sauerstoff<sup>2</sup> und Ammoniak-Wasser<sup>3</sup>, die in den Bildern 29 und 30 für die in der Technik üblichen Drücke wiedergegeben sind. Bei beiden Gemischen ist der Unterschied zwischen der Dampf- und Flüssigkeitskonzentration bei dem niedrigeren Druck größer (s. auch die Gleichgewichtskurven im Anhang).

Bei sehr hohen Destillationsdrücken ist es möglich, daß der *kritische Verdampfungsdruck* des einen Stoffes oder beider Komponenten erreicht oder überschritten wird. Unter diesen Umstän-

den zeigen die Gemische ein besonderes Verhalten. Als Beispiel hierfür sind in Bild 31 die Siede- und Taulinien eines Kohlendioxyd-Schwefeldioxydgemisches für die beiden Drücke von 41,3 und 93 ata wiedergegeben<sup>4, 5</sup>. Während die Siede- und Taulinie für den Druck von 41,3 ata

<sup>5</sup> CUMMINGS, L. W. T., F. W. STONES u. M. A. VOLANTE: High-Pressure Rektification, II-N-Pentane-N-Heptane System. Industr. Engng. Chem. Bd. 25 (1933) Nr. 7, S. 728.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 3, S. 19.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> DODGE u. DUNBAR: J. Amer. chem. Soc. Bd. 44 (1927) S. 608.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> WUCHERER, J.: Messung von Druck, Temperatur und Zusammensetzung der flüssigen und dampfförmigen Phase von Ammoniak-Wassergemischen im Sättigungszustand. Z. ges. Kälteind. Bd. 39 (1932) S. 97 u. 136. <sup>4</sup> CUMMINGS, L. W. T.: High-Pressure Rectification, I-Vapor-Liquid Equilibrium

 <sup>&</sup>lt;sup>4</sup> CUMMINGS, L. W. T.: High-Pressure Rectification, I-Vapor-Liquid Equilibrium Relations at High Pressures. Industr. Engng. Chem. Bd. 23 (1931) Nr. 8, S. 900.
 <sup>5</sup> CUMMINGS, L. W. T., F. W. STONES u. M. A. VOLANTE: High-Pressure Rekti-

wie üblich den ganzen Konzentrationsbereich umfassen, verlaufen die beiden Kurven für den höheren Druck nur innerhalb des Bereiches der Konzentrationen  $x_1 = 33$  Mol-% und  $x_2 = 72,5$  Mol-%. Bei beiden Konzentrationen schneiden sich die beiden Linien, wobei der Schnittpunkt



Bild 27. Siede- und Taulinien des Gemisches Äthylalkohol-Wasser für Überdrücke bis 15 ata.

durch das Überschreiten des kritischen Druckes der beiden Einzelstoffe gegeben ist.

Alle Zustandspunkte, welche unterhalb der Siedelinie und in dem Konzentrationsbereich zwischen  $x_1$  und  $x_2$  liegen, entsprechen Flüssigkeitsgemischen. Das Gebiet oberhalb der Taulinie und innerhalb des Bereiches der genannten Konzentrationen ist dasjenige überhitzter Dämpfe. Für Konzentrationen, die kleiner als  $x_1$  oder größer als  $x_2$  sind, ist das gleichzeitige Bestehen beider Phasen nebeneinander unmöglich. Nur bei solchen Zuständen, welche durch Punkte dargestellt werden können, die innerhalb der von der Siede- und Taulinie eingeschlossenen Fläche liegen, können beide Phasen gleichzeitig vorhanden sein und nur in diesem Gebiet ist eine Trennung durch Destillation oder Rektifikation möglich. Bei den kennzeichnenden Konzentrationen  $x_1$  und  $x_2$  schneidet die Gleichgewichtskurve die Diagonale in den Punkten  $A_1$  und  $A_2$  (Bild 32). Zwei Schnittpunkte mit der Diagonalen ergeben sich, solange der Destil-

110

108

106

104

lationsdruck größer ist als 77 ata. Bei kleineren Drücken verschwinden die beiden Schnittpunkte gleichzeitig und die Gleichgewichtskurve zeigt dann den üblichen Verlauf. Mit steigendem Druck über 77 ata hinaus nähern sich die beiden Punkte  $A_1$ und  $A_2$ , um bei einem sogenannten *Enddruck* in einen Punkt zusammenzufallen. Er liegt bei dem behandelten Gemisch bei 98,5 ata. Bei ihm ist





Bild 29.

p=5 ata



Bild 29. Siede- und Taulinien des Gemisches Stickstoff-Sauerstoff für die Drücke von 1 und 5 ata.

die sonst von der Siede- und Taulinie eingeschlossene Fläche durch einen Punkt ersetzt.

Es ist auch möglich, daß die Gleichgewichtskurve bei einem entsprechend hohen Druck nur in einem Punkt die Diagonale schneidet<sup>1, 2</sup>, welcher ebenfalls durch das Erreichen des kritischen Druckes gegeben ist. Ein Beispiel dafür liefert die Gleichgewichtskurve des Gemisches

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 4, S. 34.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Siehe Fußnote 5, S. 34.

Stickstoff-Sauerstoff für einen Druck von 41,3 ata, welche gemäß Bild 33 die Diagonale bei einer Konzentration von etwa 64 Mol-% Stickstoff schneidet, während die Gleichgewichtskurve z. B. für 10,16 ata bereits keinen Schnittpunkt mehr mit der Diagonalen aufweist. Bei diesem



Bild 30. Siede- und Taulinien des Gemisches Ammoniak-Wasser für die Drücke von 1 und 10 ata.

Bild 31. Siede- und Taulinien des Zweistoffgemisches Kohlendioxyd-Schwefeldioxyd für die Drücke von 41,3 und 93 ata.

keit der Trennung von Gasgemischen, die bei niedrigen Drücken nicht kondensierbar sind und die bei entsprechend hohen Drücken Flüssigkeitsgemische bilden, welche durch Destillation und Rektifikation zerlegt werden können.



Bild 32. Gleichgewichtskurven des Zweistoffgemisches Kohlendioxyd-Schwefeldioxyd für die Drücke von 62, 72,3, 82,6 und 93 ata.





#### b) Gemische aus mehr als zwei Bestandteilen.

Die Vorausberechnung der Gleichgewichtszustände bei verschiedenen Drücken ist auch bei Dreistoffgemischen nur für den Fall der idealen Lösung möglich. Für die übrigen in der Technik wichtigen Fälle kann man sich lediglich auf Vermutungen oder auf Versuche stützen. Für das praktisch wichtige Gemisch Äthylalkohol-Benzol-Wasser ist die Verlagerung des ausgezeichneten Punktes mit dem Destillationsdruck eingehend untersucht worden<sup>1</sup>. Durch Erhöhung des Destillationsdruckes nimmt der Wassergehalt sowohl in der Mischung Benzol-Wasser als auch in derjenigen von Äthylalkohol-Wasser zu. Daraus kann man vermuten. daß in dem Dreistoffgemisch Äthvlalkohol-Benzol-Wasser durch die Erhöhung des Destillationsdruckes ein wasserreicheres und benzolärmeres ausgezeichnetes Gemisch erzielt wird. Diese Vermutung wurde durch Versuche als zutreffend bestätigt<sup>1</sup>. Es ist daraus gefolgert worden, daß durch Erhöhung des Destillationsdruckes das Zweistoffgemisch Äthylalkohol-Wasser nach Hinzufügung von Benzol wirtschaftlicher vollständig entwässert werden kann als bei Atmosphärendruck.

Bei Durckerhöhung verlagert sich der ausgezeichnete Punkt in der Richtung des Pfeiles t in Bild 25.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> KEUSSLER, O. v.: Die technische Erzeugung von absolutem Alkohol durch Druckdestillation des Gemisches Alkohol-Wasser-Benzol zur Herstellung eines billigen Kraftstoffes. Diss. Techn. Hochschule Darmstadt 1926.

# IV. Teilniederschlag von Gemischen.

## 1. Grundsätzliches.

Die Zerlegung eines Flüssigkeitsgemisches innerhalb bestimmter Grenzen ist nicht nur durch Verdampfen (Destillieren) möglich, sondern auch dadurch, daß aus dem Dampf eines Mehrstoffgemisches eine Teilmenge niedergeschlagen wird. Die übrigbleibende Restdampfmenge weist eine andere Zusammensetzung auf als die ursprüngliche Gesamtdampfmenge. Die maßgebenden Zusammenhänge werden im folgenden am Beispiele des Zweistoffgemisches erläutert. Weil keine besonderen Gründe für das Rechnen in Moleinheiten vorliegen, sollen dem Brauche entsprechend

Gewichtseinheiten benützt werden. Wird Dampf an einer Kühlfläche niedergeschlagen, so entsteht auf letzterer eine Kondensatschicht, durch welche die Kondensationswärme des Dampfes hindurchwandern muß. Der Kondensationsvorgang ist dadurch gekennzeichnet, daß bei einer bestimmten Temperatur dem Dampf so viel Wärme entzogen wird, daß er verflüssigt wird. Deshalb stehen Dampf und Flüssigkeit an ihrer gemeinsamen Berührungsfläche miteinander im Phasengleichgewicht<sup>1</sup>. Mit zunehmender Entfernung von dieser Berührungsfläche nimmt die Konzentration des leichter siedenden Stoffes im Dampf ab, wobei vorausgesetzt ist, daß die Gleichgewichtskurve über der Diagonalen des  $\xi_F$ ,  $\xi_D$ -Schaubildes verläuft (s. Bild 35). Die genannte Konzentrationsänderung im Dampf stellt sich bei wirbeliger Strömung lediglich in einer an die Berührungsfläche zwischen Dampf und Flüssig-



Bild 34. Konzentrationsund Temperaturverlauf im Dampf- und Flüssigkeitsgemisch.

keit sich anschließenden Grenzschicht ein. Die Zunahme des Gehaltes an Leichtersiedendem gegen die Berührungsfläche zu ist dadurch bedingt, daß der aus dem Dampf gebildete Niederschlag eine andere Zusammensetzung hat als der Dampf selbst. Die Konzentrationsänderung in der Grenzschicht hat einen Stoffaustausch zwischen der Berührungsfläche und dem Dampfkern zur Folge. Gemäß Bild 34 steigt der Dampfgehalt an Leichtersiedendem, der im wirbeligen Dampfkern konstant ist, in der Grenzschicht von  $\xi_D$  auf  $\xi_{D0}$  an. Entsprechend diesem Verlauf sinkt die Dampftemperatur innerhalb der Grenzschicht von  $t_D$ auf den Wert  $t_0$  an der Oberfläche. Der Gehalt an Leichtersiedendem in der Flüssigkeit wächst von dem Wert  $\xi_{F0}$  an der Oberfläche auf den Wert  $\xi_F$  im Flüssigkeitskern, während die Flüssigkeitstemperatur von  $t_0$  auf  $t_F$  sinkt.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> KIRSCHBAUM, EMIL: Die Verstärkung durch teilweise Kondensation binärer Gemische und ihre Berücksichtigung bei der Berechnung von Rektifizierapparaten. 2. Dechema-Monographie. Berlin: Verlag Chemie 1930.

Strömt an einem unendlich kleinen Kühlflächenteil stündlich die Dampfmenge D kg/h mit dem Gehalt  $\xi_D$  Gew.-% an Leichtersiedendem vorbei, so wird auf ihm die unendlich kleine Kondensatmenge dC mit dem Gehalt  $\xi_{F_0}$  niedergeschlagen. Es bleibt eine Dampfmenge (D-dC)mit einem Gehalt an Leichtersiedendem  $(\xi_D + d\xi_D)$  Gew.-% übrig. Dabei stellt  $d\xi_D$  die Anreicherung im Restdampf dar. Aus der Mengengleichung

$$D \cdot \frac{\xi_D}{100} = d C \cdot \frac{\xi_{F_0}}{100} + (D - d C) \left(\frac{\xi_D + d \xi_D}{100}\right)$$
(26)

ergibt sich unter Vernachlässigung der unendlich kleinen Größen zweiter Ordnung die Anreicherung an Leichtersiedendem im Dampf zu:

$$d\xi_D = \frac{dC}{D} \left(\xi_D - \xi_{F_0}\right). \tag{27}$$

Die Verstärkung ist danach um so größer, je kleiner das an die Kühlfläche strömende Dampfgewicht im Verhältnis zur Kondensatmenge und je größer der Unterschied zwischen  $\xi_D$  und  $\xi_{F0}$  ist.

Wird die gesamte einer Kühlfläche (einem Kondensator) in der Zeiteinheit zuströmende Dampfmenge mit  $D_e$  [kg/h] und die die Kühlfläche (den Kondensator) verlassende Restdampfmenge mit  $D_a$  [kg/h] bezeichnet, so ergibt der Unterschied der beiden Dampfmengen die im Kondensator insgesamt niedergeschlagene Kondensatmenge:

$$C_g = D_e - D_a \,. \tag{28}$$

Um Gleichung 27 integrieren zu können, muß für die Dampfmenge Dein Wert eingeführt werden, welcher aus der der Kühlfläche zuströmenden Gesamtdampfmenge  $D_e$  und aus der von der Zuströmstelle ab bis zu einer beliebigen Kühlflächenstelle niedergeschlagenen Kondensatmenge Cbestimmbar ist. Es besteht die Beziehung:

$$D = D_e - C. \tag{29}$$

Wird der Wert von *D* aus Gleichung 29 in Gleichung 27 eingesetzt, so folgt die Differentialgleichung für die Anreicherung durch Teilniederschlag:

$$\frac{d C}{D_e - C} = \frac{d \xi_D}{\xi_D - \xi_{F_0}}.$$
(30)

Am Anfang der Kühlfläche ist C=0 und der zuströmende Dampf hat dort eine Konzentration von  $\xi_{De}$  [Gew.-%], während am Ende der Kühlfläche die Restdampfmenge mit einem Gehalt an Leichtersiedendem  $\xi_{Da}$  [Gew.-%] abströmt. Dieser gesuchte Gehalt wird erhalten, indem Gleichung 30 innerhalb der Grenzen C=0 und  $C=C_g$  integriert wird:

$$\int_{C=0}^{C=Cg} \frac{\xi_D = \xi_{Da}}{\int_{C=0}^{d} \frac{dC}{\xi_D - \xi_{F_0}}} = \int_{\xi_D - \xi_{F_0}}^{d} \frac{\xi_D}{\xi_D - \xi_{F_0}} .$$
(31)

Die Lösung des Integrals der linken Seite der Gleichung 31 lautet: C = C g

$$\int_{C}^{C} \int_{C}^{C} \frac{dC}{D_{e} - C} = \ln \frac{D_{e}}{D_{e} - C_{g}} \,. \tag{32}$$

Diese Beziehung nimmt eine besonders einfache Form an, wenn das Rücklaufverhältnis v des Teilniederschlages eingeführt wird, welches das

6

Verhältnis der insgesamt niedergeschlagenen Kondensatmenge zu der von der Kühlfläche abströmenden Restdampfmenge darstellt:

$$v = \frac{C_g}{D_a} \,. \tag{33}$$

Damit wird:

$$\frac{D_e}{D_e - C_g} = \frac{D_a + C_g}{D_a} = (v+1) , \qquad (34)$$

so daß Gleichung 31 übergeht in

$$\ln (v+1) = \int_{\substack{\xi_D = \xi_{Da} \\ \xi_D = \xi_{De}}}^{\xi_D = \xi_{Da}} \xi_{F_0}.$$
(35)

Diese Grundgleichung der Anreicherung durch Teilniederschlag besagt: Bei gegebenem Anfangsgehalt eines Gemisches hängt die durch Bildung eines Teilniederschlages in einer gegebenen Kühlvorrichtung hervorgerufene Anreicherung an Leichtersiedendem im Dampf nur vom Rücklaufverhältnis ab.

Das Integral der rechten Seite der Gleichung 35 kann gelöst werden, indem eine Beziehung zwischen  $\xi_D$  und  $\xi_{F_0}$  benützt wird, welche sich aus den beim Kondensationsvorgang sich einstellenden Gleichgewichtsbedingungen herleiten läßt.

Der Niederschlag, welcher die Anreicherung eines Stoffes im

Dampf hervorruft, hat einen Stoffaustausch zur Folge, mit welchem ein Wärmeaustausch verbunden ist. Es ist sogar möglich, aus den sich abspielenden Grundvorgängen eine Beziehung zwischen der Wärmeübergangs- und Stoffsaustauschzahl abzuleiten<sup>1</sup>. Die beim Niederschlagen des Dampfes abgegebene Kondensationswärme muß auf die Flüssigkeits-. schicht und von dieser auf die Kühlfläche übergehen. Bezeichnet  $\alpha_D$  [kcal/m<sup>2</sup> · h · ° C] die Wärmeübergangszahl zwischen dem Dampfkern und der Berührungsoberfläche mit der Flüssigkeit sowie  $\alpha_F$  [kcal/m<sup>2</sup> · h · ° C] die Wärmeübergangszahl zwischen der Berührungsfläche und dem Flüssig-keitskern (s. Bild 34), so muß die Beziehung bestehen:

$$\frac{\alpha_D}{\alpha_F} = \frac{t_0 - t_F}{t_D - t_0} \,. \tag{36}$$

Ist  $\alpha_D$  gegenüber  $\alpha_F$  sehr groß, so wird das Temperaturgefälle  $t_D - t_0$  gegenüber  $t_0 - t_F$  und auch für sich allein sehr klein. Im *Grenzfalle* kann es Null werden. Es wird dann

$$t_D = t_0 . \tag{37}$$





<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> KIRSCHBAUM, EMIL: Stoff- und Wärmeaustausch bei Zweistoffgemischen. Ann. Phys., Lpz. Bd. 20 (1934) Heft 3. Leipzig: Johann Ambrosius Barth.

Dieser Grenzfall liegt auf Grund von zahlreichen<sup>1</sup> Versuchen bei dem Gemisch Äthylalkohol-Wasser vor. Aus der Beziehung 36 und 37 folgt:

$$\xi_D = \xi_{D0} , \qquad (38)$$

so daß von dem in Gleichung 35 auftretenden Unterschied  $\xi_D - \xi_{F_0}$  gesagt werden kann, daß der Dampf mit dem Gehalte  $\xi_D$  im Phasengleichgewicht mit der Flüssigkeit mit dem Gehalte  $\xi_{F_0}$  steht. Diese Beziehung wird durch die folgende Schreibweise zum Ausdruck gebracht:

$$\xi_D / / \xi_{F_0} . \tag{39}$$

Damit ist der zu einem beliebigen  $\xi_D$  gehörige Unterschied  $\xi_D - \xi_{F_0}$  durch den Ordinatenunterschied

$$z = \xi_D - \xi_{F_0} \tag{40}$$

zwischen Gleichgewichtskurve und Diagonale im  $\xi_D$ ,  $\xi_F$ -Bild gegeben, wie es Bild 35 zeigt.

## 2. Auswertung der Grundgleichungen für die Verstärkung durch Teilniederschlag am Beispiele des Gemisches Äthylalkohol-Wasser.

Mit Hilfe der Gleichung 35 muß es möglich sein, für ein gegebenes Rücklaufverhältnis und für eine gegebene Konzentration des einem Kondensator zuströmenden Äthylalkohol-Wasserdampfes den Alkoholgehalt in dem Restdampf anzugeben, welcher den Kondensator verläßt. Dieser Zusammenhang soll in einer Kurventafel wiedergegeben werden. Für die Auswertung der Gleichung 35 ist der dem Anfangsgehalt  $\xi_{De}$ zugeordnete Integralwert mit  $J_e$  und der dem Endgehalt  $\xi_{Da}$  zugeordnete Integralwert mit  $J_a$  bezeichnet, so daß mit Gleichung 39 folgt:

$$\ln (v+1) = \int_{\substack{\xi_D = \xi_{Da} \\ \xi_D = \xi_{De}}}^{\xi_D = \xi_{Da}} J_a - J_e.$$

$$(41)$$

Die Lösung des Integrals in dieser Gleichung kann zeichnerisch gefunden werden. Sie ist an Hand des Bildes 36 erläutert. In diesem stellen die Ordinatenabschnitte zwischen der Gleichgewichtskurve und der Diagonale die Unterschiede  $\xi_D - \xi_{F_0}$  dar. Ihre reziproken Werte werden über  $\xi_D$  aufgetragen, was eine  $\frac{1}{\xi_D - \xi_{F_0}}$ -Kurve ergibt. In Bild 36 ist für  $\xi_D = 75$  Gew.-% Alkohol der Linienzug zur Ermittlung der  $\frac{1}{\xi_D - \xi_{F_0}}$ -Kurve sowie letztere selbst eingetragen. Das schraffiert angegebene Flächenstück f stellt dann den Wert des Integrals gemäß Gleichung 41 zwischen den Grenzen  $\xi_{De} = 18$  und  $\xi_{Da} = 20$  Gew.-% dar:

$$\begin{aligned}
\xi_{Da} &= 20 \\
f &= \int \frac{d}{\xi_{D}} \frac{\xi_{D}}{\xi_{D} - \xi_{F_{0}}} \\
\xi_{De} &= 18
\end{aligned}$$
(42)

Da in Gleichung 41 die Unterschiede von Integralwerten auftreten, kann zu einem beliebigen  $\xi_{De}$  ein Zahlenwert für  $J_e$  angenommen werden. In Bild 36 ist zum Beispiel für  $\xi_{De} = 4$  der Integralwert  $J_e = 3$  gesetzt.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 39.

Zählt man zu dem Wert für  $J_e$  den Zahlenwert für die Fläche unterhalb der  $\frac{1}{\xi_D - \xi_{F_0}}$ -Kurve zwischen  $\xi_{De}$  und einem  $\xi_{Da}$  hinzu, so liefert die Summe den Integralwert  $J_a$ . Dieser wird über  $\xi_{Da}$  aufgetragen. Zu einem angenommenen  $\xi_{De}$  können auf diese Weise beliebig viele  $J_a$ 



Bild 36. Ermittlung der Berechnungskurven für die Verstärkung des Gemisches Äthylalkohol-Wasser.

berechnet werden, was eine  $\int \frac{d\xi_D}{\xi_D - \xi_{F_0}}$ -Kurve (Integralkurve) ergibt (s. Bild 36). An ihr kann zu einem Gehalt  $\xi_{De}$  ein Integralwert  $J_e$  und zu  $\xi_{Da}$  ein  $J_a$  abgelesen werden. Mit Hilfe der Beziehung 41 ist nunmehr für ein gegebenes Rücklaufverhältnis v und für ein gegebenes  $\xi_{De}$ die gesuchte Konzentration  $\xi_{Da}$  bestimmbar, wie es an Hand des folgenden Zahlenbeispieles gezeigt ist: Das Rücklaufverhältnis ist mit v=5 und der Gehalt des in den Kondensator eintretenden Dampfes mit  $\xi_{De} = 40$  Gew.-% gegeben. Welche Konzentration  $\xi_{Da}$  weist der aus dem Kondensator strömende Restdampf auf?

Zu  $\xi_{De} = 40$  wird an der Integralkurve in Bild 36 ein  $J_e$  von 5,65 abgelesen und mit Gleichung 41 der Integralwert  $J_a$  berechnet:  $J_a = 5,65 + \ln (5+1) = 5,65 + 1,79 = 7,44$ .



Bild 37. Verstärkungskurven des Gemisches Äthylalkohol-Wasser (Gehalte in Gew.-%).

Zu  $J_a = 7,44$  liefert die Integralkurve in Bild 36 das gesuchte  $\xi_{Da}$  zu 85,7 Gew.-% Alkohol. Auf diesen Alkoholgehalt wird der in den Kondensator strömende Dampf mit  $\xi_{De} = 40$  Gew.-% nur durch teilweisen Niederschlag verstärkt. Für ein gewähltes Rücklaufverhältnis kann auf die gezeigte Art für jedes  $\xi_{De}$  das ihm zugeordnete  $\xi_{Da}$  gefunden werden. Trägt man die  $\xi_{Da}$ -Werte über den zugeordneten  $\xi_{De}$ -Werten auf, so erhält man eine Kurve, die es ermöglicht, den Gehalt  $\xi_{Da}$  abzulesen, auf den der Restdampf von einem Anfangsgehalt  $\xi_{De}$  aus bei einem gegebenen Rücklaufverhältnis verstärkt wird. Für jedes Rücklauf

Auswertung der Grundgleichungen für die Verstärkung durch Teilniederschlag. 45

verhältnis läßt sich auf die gezeigte Art eine  $\xi_{De}$ ,  $\xi_{Da}$ -Linie ermitteln. Diese Kurven gibt für das gewählte Gemisch Bild 37 wieder. Sie seien Verstärkungskurven genannt. Werden die Berechnungen nicht in Gewichtseinheiten, sondern in Moleinheiten durchgeführt, so ergeben sich Verstärkungskurven, bei denen als Abszisse der Äthylalkoholgehalt in Mol-% an Leichtersiedendem des in den Kondensator strömenden Dampfes und als Ordinate der Alkoholgehalt in Mol-% des aus dem



(Gehalte in Mol-%).

Kondensator strömenden Dampfes aufgetragen ist. Diese Verstärkungskurven sind in Bild 38 wiedergegeben.

Aus einem Vergleich der einzelnen Verstärkungskurven ergibt sich: Je größer das Rücklaufverhältnis, desto größer ist auch die Verstärkung bei gleichem Anfangsgehalt. Die Anreicherung an Leichtersiedendem läßt sich allein durch Vergrößerung des Rücklaufverhältnisses steigern. Die Steigerung des Rücklaufverhältnisses um einen gleichen Betrag bringt jedoch bei kleinen Werten von v einen größeren Zuwachs der Verstärkung als bei großen v-Werten. Zahlenbeispiel: Mit welchem Alkoholgehalt strömt der Restdampf aus einem Kondensator, wenn der in den Kondensator strömende Dampf 20 Gew.- % Alkohol enthält und wenn die im Wärmeaustauscher niedergeschlagene Dampfmenge 6mal so groß ist wie die Restdampfmenge?

Lösung: Aus Bild 37 wird zu  $\xi_{De} = 20$  an der Kurve für v = 6 der gesuchte Alkoholgehalt im Restdampf zu  $\xi_{Da} = 81,1$  Gew.-% abgelesen.

Die Richtigkeit der in Bild 37 und 38 für das Gemisch Äthylalkohol-Wasser wiedergegebenen Verstärkungskurven ist durch eine große Anzahl von Versuchen bestätigt<sup>1</sup>, bei welchen ein Wärmeaustauscher aus Glas benutzt wurde, der in Bild 39 maßstäblich dargestellt ist. Der Dampf wurde unten dem Wärmeaustauscher zugeführt, wo auch die Kondensatmenge entnommen wurde, während am oberen Ende die Rest-



Bild 39. Bauart des bei den Versuchen über die Verstärkung durch Teilniederschlag angewendeten Kondensators.

dampfmenge ausströmte. Dampf und Kondensat bewegten sich also im Wärmeaustauscher im Gegenstrom zueinander. Es wurde nicht nur das Rücklaufverhältnis zwischen den Werten 0,75 und 10, sondern auch die Konzentrationen des dem Kondensator zuströmenden Dampfes in den Grenzen von 2 bis 90 Gew.-% Alkohol geändert. Die mittlere Abweichung der Meßergebnisse von etwa 50 Versuchen gegenüber den theoretischen Werten betrug nur 0.04%, während die höchsten Abweichungen +8,3% und -8,5%ausmachten und bei etwa 30% aller Versuche überhaupt keine Abweichungen gegenüber den berechneten Verstärkungskurven festgestellt werden konnten. Wurde jedoch der zuströmende Dampf am oberen Stutzen des Kondensators (s. Bild 39) zugeführt, so daß sich der Dampf und das Kondensat im Gleich-

strom bewegten und der Restdampf am selben Ende des Wärmeaustauschers entnommen wurde wie das Kondensat, so ergaben die Versuche eine größte Abweichung der Anreicherung gegenüber den Berechnungen von 31%, wobei auch eine große Anzahl von Versuchen mit den theoretischen Werten übereinstimmte. Die Abweichungen ergaben sich wahrscheinlich daraus, daß der Restdampf Flüssigkeit mechanisch mitreißen konnte. Die Vermutung wird dadurch bestätigt, daß die Messungen, bei denen eine Abweichung gegenüber der Theorie auftrat, eine kleinere Verstärkung ergaben als die Berechnungen.

## 3. Verstärkung durch Teilniederschlag des Gemisches Benzol-Toluol.

Die Wärmeübergangszahlen zwischen Dampf und einer Wärmeaustauschfläche sowie zwischen Flüssigkeit und einer Wärmeaustauschwand sind sowohl von den physikalischen Werten der einzelnen Stoffe als

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 39.

auch von den Geschwindigkeiten der Stoffe und von den Abmessungen der Strömungsquerschnitte abhängig. Sind ihre Zahlenwerte einander ähnlich, so ist die Konzentration an der Berührungsfläche des Dampfes mit der Flüssigkeit eine andere als im Dampfkern. In diesem Falle ist die Verstärkung durch Teilniederschlag kleiner als bei dem Grenzfalle, bei welchem an der Berührungsfläche dieselbe Dampfkonzentration herrscht wie im Dampfkern. Unter Benützung der gewonnenen Endgleichungen für die Bestimmung der Anreicherung durch Teilniederschlag wird im folgenden gezeigt, wie Betriebsablesungen ausgewertet werden können, um den Zustand an der Berührungsfläche zwischen Dampf und Flüssigkeit

zu ermitteln und die Verstärkungskurven für beliebige Rücklaufverhältnisse zu gewinnen.

In Zahlentafel 2 sind die Versuchsablesungen wiedergegeben<sup>1</sup>, welche für das Gemisch Benzol-Toluol an einem Kondensator mit betrieblichen Abmessungen erhalten wurden. Letzterer besaß 48 senkrecht angeordnete Metallrohre mit einem Innendurchmesser von je 26,7 mm und einer

Wärmeaustauschfläche von 1,56 m<sup>2</sup>. Der Gemischdampf strömt in den Rohren im GegenZahlentafel 2. Versuchsablesungen über die Verstärkung durch teilweisen Niederschlag des Gemisches Benzol-Toluol.

v	ξDe	ξDa	v	ξDe	ξDa
2,3 2,9 2,4 2,3	63,2 52,3 34,6 20,8	72,7 64,0 44,8 31,3	3,8 5,6 8,8 10,4 8,3	84,7 59,2 24,5 90,3 85,6	92,0 70,5 34,3 93,8 91,7
3,9 3,8 3,9 3,5	82,0 70,5 22,3 9,7	87,5 78,7 33,7 20,0	9,2 10,0 10,0 10,0 10,0	78,0 89,3 84,4 77,0 6,5	82,2 93,0 90,0 84,0 11,5

strom zu dem gebildeten Kondensat. In Zahlentafel 2 sind die zu bestimmten Rücklaufverhältnissen v abgelesenen Benzolgehalte in Gew. % angegeben, wobei  $\xi_{De}$  den Benzolgehalt des in den Kondensator strömenden Dampfes und  $\xi_{Da}$  den Benzolgehalt des den Kondensator verlassenden Restdampfes darstellt.

Zur Auswertung der Versuche wird zu einem beim Versuch ermittelten  $\xi_{De}$ -Wert, dem ein bestimmtes Rücklaufverhältnis zugeordnet ist, ein beliebiger Zahlenwert für den Integralwert  $J_e$  in einem Schaubild aufgetragen. Mit Hilfe der aus Gleichung 41 folgenden Beziehung:

$$J_a = J_e + \ln\left(v + 1\right) \tag{43}$$

kann das zu  $J_e$  gehörige  $J_a$  berechnet und über dem  $\xi_{Da}$  aufgetragen werden, welches beim selben Versuch abgelesen wurde. Unter Benützung aller Versuchswerte und ihrer unmittelbaren Aneinanderreihung gelingt es, die in Bild 40 eingezeichnete Integralkurve aufzustellen, aus der mit Gleichung 35 die ebenfalls eingezeichnete  $\frac{1}{\xi_D - \xi_{F_0}}$ -Kurve bestimmt wird. Diese gestattet, zu jedem  $\xi_D$  den Unterschied  $\xi_D - \xi_{F_0}$  anzugeben, was die aus Bild 40 ersichtliche  $\xi_D - \xi_{F_0}$ -Kurve ergibt. Aus ihr ist zu schließen, daß der Benzolgehalt im Dampf an der Berührungsfläche mit der Flüssigkeit wesentlich höher ist als im Dampfkern und daß die

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> FISCHER, W.: Die teilweise Kondensation von Dampfgemischen in der Destillationstechnik. Arch. Wärmew. 1933, Heft 8, S. 217.

Wärmeübergangs- und Stoffaustauschzahl auf der Dampfseite im Verhältnis zu derjenigen im Flüssigkeitsfilm wesentlich kleiner ist als bei dem Gemisch Äthylalkohol-Wasser.

Mit der gefundenen Integralkurve und der Beziehung 43 können für beliebige Rücklaufverhältnisse die zusammengehörigen Werte von



Bild 40. Hilfslinien zur Ermittlung der Verstärkungskurven für das Gemisch Benzol-Toluol.

 $\xi_{De}$  und  $\xi_{Da}$  nach derselben Weise gefunden werden, wie es für das Gemisch Äthylalkohol-Wasser zahlenmäßig gezeigt ist. Man erhält so die Verstärkungskurven für das Gemisch Benzol-Toluol, wie sie in Bild 41 dargestellt sind. Aus ihm kann z. B. abgelesen werden, daß ein Dampf, der mit  $\xi_{De} = 50$  Gew.-% Benzol in den Kondensator strömt, bei einem Rücklaufverhältnis von 5 durch Teilniederschlag auf  $\xi_{Da} =$ 64 Gew.-% Benzol angereichert wird. Die im Durchschnitt kleineren Verstärkungen durch Teilniederschlag gegenüber dem Gemisch Äthylalkohol-Wasser ergeben sich nicht nur aus den verschiedenartigen physikalischen Werten und den anderen Wärmeübergangs- und Stoffaustauschzahlen, sondern auch aus dem unterschiedlichen Verlauf der Gleichgewichtskurven. Sowohl die Verstärkungskurven für das Gemisch Äthylalkohol-Wasser als auch diejenigen für Benzol-Toluol lassen sich auf Grund der angeführten theoretischen Betrachtungen und auf Grund von Versuchsergebnissen ermitteln. Sie besagen, daß die oft gemachte Annahme nicht zutreffend ist, nach welcher der aus dem Kondensator strömende



Bild 41. Verstärkungskurven des Gemisches Benzol-Toluol.

Restdampf im Phasengleichgewicht mit der Gesamtmenge des Kondensates steht  $^{1}$ .

## V. Verdampfungswärme von Gemischen.

Bei der Destillation und Rektifikation müssen stets Flüssigkeitsgemische verdampft oder Dämpfe, die aus verschiedenen Stoffen bestehen, niedergeschlagen werden. Zur rechnerischen Verfolgung der sich dabei abspielenden Vorgänge und zur Bestimmung des Betriebsmittelverbrauches ist deshalb die Kenntnis der Verdampfungs- bzw. Kondensationswärmen von Gemischen erforderlich.

## 1. Verdampfungswärme je Gewichtseinheit.

Die Berechnung der Verdampfungswärme eines Gemisches soll am Beispiele eines Zweistoffgemisches gezeigt werden. Die Verdampfungswärme des einen (leichter siedenden) Stoffes sei mit  $\varrho_1$  [kcal/kg], diejenige des zweiten Stoffes mit  $\varrho_2$  und diejenige des Gemisches mit  $\varrho$ 

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> MERKEL, FR.: Die Rektifikation. Arch. Wärmew. 1929, Heft 1, S. 13.

Kirschbaum, Destillier- und Rektifiziertechnik.

bezeichnet. Die Anteile des leichter siedenden Stoffes in der Flüssigkeit und im Dampf sind durch  $\xi_F$  und  $\xi_D$  Gew.-% an Leichtersiedendem gegeben.

#### a) Unlösliche Gemische.

Bei unlöslichen Gemischen verdampft jeder Stoff bei einer Temperatur, welche die Siedetemperatur zu dem Dampfteildruck des betreffenden Stoffes darstellt. Gelten die Verdampfungswärmen der reinen Stoffe für die vorliegende Siedetemperatur des Gemisches und für die Siededrücke (Sattdampfdrücke) der einzelnen Stoffe, so ist die Verdampfungswärme durch die folgende Beziehung bestimmt:

$$\varrho = \frac{\xi_D}{100} \cdot \varrho_1 + \frac{100 - \xi_D}{100} \cdot \varrho_2.$$
 (44)

Wird aus einem Dampfgemisch Kondensat niedergeschlagen, so muß zur Bestimmung der dabei abzuführenden Kondensationswärme die Konzentration der erzeugten Flüssigkeit bei der Berechnung der Kondensationswärme des Gemisches benützt werden:

$$\varrho = \frac{\xi_F}{100} \cdot \varrho_1 + \frac{100 - \xi_F}{100} \cdot \varrho_2 \,. \tag{44a}$$

#### b) Lösliche Gemische.

Im Gegensatz zu dem Dampfzustand bei unlöslichen Gemischen ist bei löslichen Gemischen der Dampf jedes Stoffes im Gemischdampf überhitzt, d. h. bei der vorliegenden Siedetemperatur ist der Dampfteildruck jedes Stoffes kleiner als der Sättigungsdruck des reinen Stoffes zu der gleichen Temperatur. Beim Verdampfen eines löslichen Gemisches entstehen im Gegensatz zum Verdampfen einer reinen Flüssigkeit überhitzte Dämpfe. Versuche, die mit verschiedenen Flüssigkeitsgemischen durchgeführt wurden<sup>1</sup>, beweisen, daß beim Verdampfen eines löslichen Gemisches eine Verdampfungswärme aufzuwenden ist, die nach Gleichung 44 unter Verwendung der Konzentration des entstehenden Dampfes bestimmt werden kann, wobei jedoch  $\varrho_1$  und  $\varrho_2$  die Verdampfungswärmen der einzelnen Stoffe bei dem vorliegenden gesamten Destillationsdruck (nicht Teildruck) und bei der diesem Gesamtdruck zugeordneten Siedetemperatur des Einzelstoffes darstellen. Weil im Gleichgewicht Dampf und Flüssigkeit verschiedene Zusammensetzungen aufweisen, können beim Verdampfen Lösungswärmen in Erscheinung treten. Diese sind jedoch im Vergleich zur Verdampfungswärme so klein oder Flüssigkeits- und Dampfkonzentration liegen beim Verdampfen so nahe beieinander, daß sie vernachlässigt werden können<sup>1</sup>, so daß Gleichung 44 genaue Werte liefert und bedenkenlos angewendet werden kann. Gleiches gilt für die Bestimmung der Kondenstionswärme nach Gleichung 44a.

Zahlenbeispiel: Wie groß ist die Verdampfungswärme eines Dampfgemisches aus Äthylalkohol und Benzol mit 40 Gew.-% Äthylalkohol bei 760 mm Q.-S., wenn die Verdampfungswärme des Benzols bei 760 mm Q.-S. mit 94 kcal/kg und

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> TYRER, DAN.: J. chem. Soc. Sept. 1911 S. 1633 und Jan. 1912 S. 81 und Juni 1912 S. 1104.

die Verdampfungswärme des Äthylalkohols bei demselben Druck mit 207 kcal/kg gegeben ist?

Lösung: Nach Gleichung 44 wird:

$$\varrho = \frac{40}{100} \cdot 207 + \frac{60}{100} \cdot 94 = 82.8 + 56.4 = 139.2 \text{ kcal/kg}$$

Beim Versuch<sup>1</sup> wurde  $\varrho = 137.4$  kcal/kg gemessen.

## 2. Molare Verdampfungswärme.

Die Verdampfungswärme eines Gemisches je Mol r [kcal/Mol] wird nach derselben Grundgleichung bestimmt, wie sie für die Bestimmung der Verdampfungswärme je kg angegeben ist. Es bedeuten  $r_1$  [kcal/Mol] die Verdampfungswärme je Mol des einen (leichter siedenden) Stoffes,  $r_2$  die molare Verdampfungswärme des zweiten Stoffes und  $x_F$  sowie  $x_D$  [Mol-%] die Gehalte an leichter siedendem Stoff in der Flüssigkeit und im Dampf.

Wird beim Verdampfen ein Dampfgemisch mit  $x_D$  Mol-% an Leichtersiedendem erzeugt, so muß je Mol Dampfgemisch die Wärmemenge:

$$r = \frac{x_D}{100} \cdot r_1 + \frac{100 - x_D}{100} \cdot r_2 \tag{45}$$

aufgewendet werden. Entsprechend muß bei der Kondensation, bei welcher Flüssigkeit mit  $x_F$  Mol-% aus einem Dampf erzeugt wird, die Kondensationswärme

$$r = \frac{x_F}{100} \cdot r_1 + \frac{100 - x_F}{100} \cdot r_2$$
 (45 a)

abgeführt werden.

Die Verdampfungswärme je Mol steht mit der absoluten Siedetemperatur  $T^{\circ}K$  in einer bestimmten Beziehung. R. PICTET erkannte

Stoff	Molare Ver- dampfungswärme kcal/Mol	Absolute Siedetemperatur ° K	Konstante C nach dem Versuch
Stickstoff	1340	77.3	17.3
Sauerstoff	1630	90.1	18.1
Salzsäure	3860	188.1	20.5
Ammoniak	5560	239.8	23.20
Pentan	6130	309	19.85
Schwefelkohlenstoff	6400	319.3	20
Äthvlalkohol	9550	351.5	27
Wasser	9710	373.1	26
Ameisensäure	5430	374	14,5
Essigsäure	5800	391,2	14,85
Anilin	10000	$457^{-1}$	21,9
Azeton	7250	329	22
Methylalkohol	8420	340	24,8
Isopropylalkohol	9550	356	26,8
Amvlalkohol	10560	402	26,3
Benzol	7370	353	20,9
Toluol	8000	384	20,8
m-Xylol	8200	413	19,9

Zahlentafel 3. Zahlenwerte für die TROUTONSche Konstante.

<sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 50.

und TROUTON sprach die Gesetzmäßigkeit aus <sup>1</sup>, daß die molare Verdampfungswärme der absoluten Siedetemperatur annähernd proportional ist:

$$r_1 = C \cdot T \,. \tag{46}$$

Die Konstante C in Gleichung 46 besitzt im Durchschnitt etwa den Wert 21. Aus Zahlentafel 3 geht hervor, daß in der Tat eine große Anzahl von Stoffen die Richtigkeit der TROUTONSchen Beziehung gemäß Gleichung 46 bestätigt.

Bei den Stoffen, welche eine mehr oder weniger große Abweichung von der Gleichung 46 zeigen, kann erstere durch Polymerisation im Dampf-



Bild 42. Verdampfungswärme und TROUTONSche Konstante der Kohlenwasserstoffe der Paraffinreihe in Abhängigkeit von der Siedetemperatur bei 760 mm Q.-S.

und im Flüssigkeitszustand erklärt werden. Oft stellen hierbei diejenigen Stoffe, welche eine Abweichung in einer bestimmten Richtung aufweisen, Gemische dar, welche in der Technik zu trennen sind. Beispielsweise weichen sowohl Äthylalkohol als auch Wasser in derselben Richtung von Gleichung 46 ab und die Konstante C ist in beiden Fällen nahezu gleich.

Zur weiteren Nachprüfung der Gültigkeit der TROUTONSchen Regel ist in Bild 42 die Verdampfungswärme  $\rho$  [kcal/kg] der Kohlenwasserstoffe der Paraffinreihe in Abhängigkeit von der Siedetemperatur aufgetragen<sup>2</sup>. Bestimmten auf der voll ausgezogenen Kurve liegenden

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> EUCKEN, A.: Lehrbuch der chemischen Physik, S. 218. Leipzig: Akad. Verlagsgesellschaft m. b. H. 1930.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> WILSON, R. E. u. W. H. BAHLKE: The physical properties of the paraffin hydrocarbons. Industr. Engng. Chem. Bd. 16 (1924) S. 115.

Zustandspunkten ist die Formel der betreffenden gesättigten Kohlenwasserstoffverbindung beigeschrieben. Es ist ferner die molare Verdampfungswärme r [kcal/Mol] in Abhängigkeit von der Siedetemperatur angegeben, so daß die TROUTONSCHE Konstante C errechnet werden kann, die ebenfalls in Bild 42 eingetragen ist. Es zeigt sich, daß sie im Mittel den Wert 21 besitzt und daß sie bei niedrigen Siedetemperaturen wenig nach unten und bei den hohen Siedetemperaturen wenig nach oben von dem genannten Mittelwert abweicht. Für Heptan ( $C_7H_{16}$ ) hat beispielsweise die TROUTONSCHE Konstante den Wert 20,5. Auch andere ungesättigte Kohlenwasserstoffe befolgen die TROUTONSCHE Regel. Für Methylcyclohexan ( $C_7H_{14}$ ) mit einer Verdampfungswärme von g = 76.9 kcal/kg, einer Siedetemperatur von  $t = 99.9^{\circ}$  C und einer molaren Verdampfungswärme von r = 7550 kcal/Mol ergibt sich beispielsweise für den gleichen Druck von 760 mm Q.-S. eine TROUTONSCHE Konstante von 20,4.

Die meisten in der Technik zu trennenden Gemische bestehen aus Einzelstoffen, die der TROUTONSchen Regel (Gleichung 46) folgen. Berücksichtigt man, daß die absoluten Siedetemperaturen der in Destillierund Rektifizierapparaten zu trennenden Gemische meist sehr nahe beieinander liegen und praktisch gleichgesetzt werden können, so ergibt sich, daß die molaren Verdampfungswärmen der Einzelstoffe gleichgesetzt werden können. Daraus folgt weiter, daß die molare Verdampfungswärme jedes der beiden Einzelstoffe gleich der Verdampfungswärme des Gemisches und daß diese unabhängig von der Konzentration ist:

$$r = r_1 = r_2$$
 (47)

Von dieser Beziehung wird bei der Berechnung von Rektifizierapparaten Gebrauch gemacht, wobei Abweichungen von der Gleichung 47 berücksichtigt werden können.

# C. Flüssigkeitstrennung mittels einmaliger Destillation. (Der einfache Blasenapparat.)

# I. Berechnungsunterlagen.

Die Tatsache, daß bei Ausschluß von Gemischen mit der Zusammensetzung des ausgezeichneten Punktes aus einem Flüssigkeitsgemisch gebildeter Dampf eine andere Zusammensetzung hat als die Flüssigkeit, gibt die Möglichkeit, Flüssigkeiten in Gemische zu zerlegen, die eine andere Zusammensetzung als das Ausgangsgemisch aufweisen. Das Verfahren wird durchgeführt, indem gemäß Bild 43 das zu trennende Gemisch in einer *Destillierblase* verdampft wird und die entstehenden Dämpfe in einem *Wärmeaustauscher* niedergeschlagen werden, von dem aus sie in ein Gefäß strömen, das mit *Vorlage* bezeichnet wird. Das erzeugte *Destillat* kann auch nacheinander getrennt in mehreren Gefäßen aufgefangen werden. Diese Arbeitsweise entspricht dem Begriffe der *traktionierten Destillation*. Für die Aufstellung der Berechnungsgleichungen ist ein Zweistoffgemisch zugrunde gelegt. Eine beliebige Menge Flüssigkeit in der Destillierblase sei mit B [kg] bezeichnet, die Flüssigkeitsmenge bei Beginn der Destillation mit  $B_1$  [kg], die Flüssigkeitsmenge am Ende der Destillation mit  $B_2$  [kg] und die entsprechenden Gehalte an leichter siedendem Stoff in der Flüssigkeit mit  $\xi_F$ ,  $\xi_{F1}$  und  $\xi_{F2}$  [Gew.-%]. In einem unendlich kleinen Zeitabschnitt verdampft aus B mit  $\xi_F$  Gew.-% an Leichtersiedendem die Menge dB mit  $\xi_D$  Gew.-% Leichtersiedendem. Dabei ändert sich die Flüssigkeitszusammensetzung um den Wert  $d\xi_F$ . Diesem Vorgang entspricht die Mengengleichung:

$$B \cdot \frac{\xi_F}{100} = d B \cdot \frac{\xi_D}{100} + (B - d B) \cdot \frac{\xi_F - d \xi_F}{100}, \qquad (48)$$

welche unter Vernachlässigung der unendlich kleinen Größen zweiter



Bild 43. Destillationsanlage.

Ordnung zu der Differentialgleichung

$$\frac{dB}{B} = \frac{d\xi_F}{\xi_D - \xi_F} \quad (49)$$

führt. Wird diese innerhalb der Grenzen, die durch die Anfangsfüllung  $B_1$  und die Restfüllung  $B_2$ festgelegt sind, integriert<sup>1</sup>, so ergibt sich:

$$\begin{array}{l}
B = B_{1} & \xi_{F} = \xi_{F_{1}} \\
\int \frac{dB}{B} = \int \frac{d\xi_{F}}{\xi_{D} - \xi_{F}} & \xi_{F} \\
\xi_{B} = B_{2} & \xi_{F} = \xi_{F_{2}}
\end{array}$$
(50)

Das Integral der linken Seite

dieser Gleichung kann rechnerisch gelöst werden, während dasjenige der rechten Seite durch den Unterschied der den Konzentrationen  $\xi_{F_1}$  und  $\xi_{F_2}$  zugeordneten Integralwerte  $J_1$  und  $J_2$  gegeben ist:

$$\ln \frac{B_1}{B_2} = \int_{\xi_F = \xi_{F_2}}^{\xi_F = \xi_{F_1}} \frac{d \xi_F}{\xi_D - \xi_F} = J_1 - J_2.$$
(51)

Die zeichnerische Lösung der Gleichung 51 ist an Hand des Bildes 44 am Beispiele des Gemisches Äthylalkohol-Wasser erläutert. Für eine bestimmte Flüssigkeitskonzentration ist  $(\xi_D - \xi_F)$  durch den zwischen der Gleichgewichtskurve und der Diagonale liegenden Ordinatenabschnitt gegeben. Seine Kehrwerte werden über  $\xi_F$  aufgetragen, was eine  $\frac{1}{\xi_D - \xi_F}$ -Kurve ergibt. Ein Flächenstreifen unterhalb dieser Kurve mit der Breite  $d\xi_F$  stellt den Wert  $\frac{d\xi_F}{\xi_D - \xi_F}$  dar.

Da in Gleichung 51 der Unterschied zweier Integralwerte enthalten ist, kann zu einem  $\xi_{F_2}$  ein Zahlenwert für  $J_2$  beliebig angenommen

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe dazu K. THORMANN: Destillieren und Rektifizieren, S. 17. Leipzig: Otto Spamer 1928.

werden. In Bild 44 ist z. B. für  $\xi_{F_2} = 26$  das  $J_2 = 1$  gesetzt. Wird zu diesem Wert der Zahlenwert für die Fläche unterhalb der  $\frac{1}{\xi_D - \xi_F}$ -Kurve von  $\xi_{F_2}$  ab bis zu einem beliebigen  $\xi_{F_1}$  hinzugezählt, so ergibt die



Bild 44. Berechnungskurven für einfache Blasenapparate (Äthylalkohol-Wassergemisch).

erhaltene Summe den Integralwert  $J_1$ . Dieser wird über  $\xi_{F1}$  aufgetragen. Zu dem angenommenen  $J_2$  können auf diese Weise für verschiedene  $\xi_{F1}$  die  $J_1$ -Werte berechnet werden, die eine  $\int \frac{d\xi_F}{\xi_D - \xi_F}$ -Kurve ergeben (s. Bild 44).

Aus dieser Integralkurve kann die für die Berechnung des Blaseninhaltes erforderliche Blasenfüllungskurve folgendermaßen ermittelt werden: Zu einem  $\xi_{F_2}$ , dem ein  $J_2$  zugeordnet ist, wird ein beliebiger Wert für die Blasenfüllung  $B_2$  angenommen. In Bild 44 ist beispielsweise für die mit b bezeichnete Kurve bei  $\xi_{F_2}=26$  der Wert  $B_2=51$  gesetzt. Für ein  $\xi_{F_1}$  wird der zugehörige Wert von  $J_1$  abgelesen und mit Hilfe der Gleichung 51 die zu  $\xi_{F_1}$  gehörige Blasenfüllung  $B_1$  berechnet, welche über  $\xi_{F_1}$  aufgetragen wird, was einen zweiten Punkt der Linie *b* ergibt. Auf die gleiche Art können beliebig viele zu verschiedenen  $\xi_{F_1}$  gehörige  $B_1$ -Werte bestimmt werden. Die Verbindung aller dieser Punkte ergibt eine Blasenfüllungskurve *b*.



Bild 45. Berechnungskurven für einfache Blasenapparate (Essigsäure-Wassergemisch).

Werden die Ordinatenwerte einer solchen Kurve mit dem gleichen Wert vervielfacht oder durch den gleichen Zahlenwert geteilt, so ergibt sich eine Anzahl von Blasenfüllungskurven, die in Bild 44 mit a, b und c bezeichnet sind. Je nach den Konzentrationen der Blasenfüllung wird die eine oder andere Blasenfüllungskurve für die Berechnung der Blasenfüllung benutzt.

Die entsprechenden Berechnungs- und Blasenfüllungskurven für das Gemisch Essigsäure-Wasser sind in Bild 45 wiedergegeben.

Wird mit E [kg] die Menge des erzeugten Destillates bezeichnet, welche abgetrieben wird, wenn die Blasenfüllung von der Konzentration  $\xi_{F_1}$  auf  $\xi_{F_2}$  sinkt, so muß mit der bei Beginn in der Blase wirklich vorhandenen Füllungsmenge  $B^*$  [kg] die Beziehung bestehen: Berechnungsunterlagen.

$$\frac{E}{B^*} = \frac{B_1 - B_2}{B_1},$$
(52)

wobei  $B_1$  und  $B_2$  aus den Schaubildern gemäß Bild 44 und Bild 45 zu den gegebenen  $\xi_{F1}$ - und  $\xi_{F2}$ -Werten an einer gleichen Blasenfüllungskurve abzulesen sind. Aus Gleichung 52 wird:

$$E = B^* \cdot \frac{B_1 - B_2}{B_2} \tag{53}$$

und

$$B^* = E \cdot \frac{B_1}{B_1 - B_2} \tag{54}$$

Das erzeugte Destillat (Fraktion) habe einen Gehalt  $\xi_E$  Gew.-% an Leichtersiedendem. Eine einfache Mengengleichung liefert die Beziehung:

$$\xi_E = \frac{B_1 \cdot \xi_{F_1} - B_2 \cdot \xi_{F_2}}{B_1 - B_2} \,. \tag{55}$$

Am Ende der Destillation bleibt in der Blase ein Rest des Gemisches, der sogenannte *Rückstand*, mit dem Gehalt an Leichtersiedendem  $\xi_{F2}$ unverdampft zurück. Er wird aus dem Verdampfungsgefäß vor der neuen Auffüllung entnommen. Weil der Rückstand immer noch Leichtersiedendes enthält und weil die Konzentration des Restes während des Verdampfungsvorganges sich stetig ändert, ist eine vollkommene Trennung mit Hilfe der einfachen Destillation nicht möglich.

Zahlenbeispiel: Aus einem Äthylalkohol-Wassergemisch mit 14 Gew.- % Alkohol sollen in einem Abtrieb 100 l Destillat erzeugt werden. Welche Zusammensetzung hat dieses und wie groß muß die Blasenanfangsfüllung sein, wenn der Blasenrest noch 0,5 Gew.- % Alkohol aufweisen darf?

Lösung: Aus Bild 44 wird an der Blasenfüllungskurve b zu einer Konzentration von  $\xi_{F_1} = 14$  ein  $B_1$  von 39 kg und zu  $\xi_{F_2} = 0,5$  ein  $B_2$  von 24 kg abgelesen. Mit Gleichung 55 ergibt sich der Alkoholgehalt des Destillates zu:

$$\xi_E = rac{39\cdot 14 - 24\cdot 0.5}{39 - 24} = 35,6 \,\, {
m Gew.-\%} \; .$$

Dem berechneten Destillatgehalt ist ein zu einer Temperatur von 15° C gehöriges spez. Gewicht <sup>1, 2</sup> von  $\gamma = 0.9472$  kg/l zugeordnet, so daß sich eine Destillatmenge von

$$E = 100 \cdot 0,9472 = 94,72 \text{ kg}$$

ergibt. Demnach müssen auf Grund der Gleichung 54 vor Beginn der Destillation

$$B^* = 94,72 \cdot \frac{39}{39 - 24} = 247 \text{ kg},$$

entsprechend 252 l Gemisch in die Destillierblase gefüllt werden.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> LANDOLT-BÖRNSTEIN: Physik.-chem. Tabellen, Hw. I, S. 449.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> International Critical Tables, Bd. 3, S. 115—129. Siehe auch: Chemical Engineers Handbook, John H. Perry, McGraw-Hill Book Company, Inc. New York u. London 1934, ab S. 381.

# II. Ausführung der Destillierblase.

Die Ausführung der Destillierblase ist im wesentlichen durch die Art des Heizmittels und des zu destillierenden Gemisches bedingt.



Bild 48. Stehende Destillierblase mit Heizschlange.

eine solche aus Flußstahl für Beheizung mit Feuergasen und Bild 48 eine Blase aus walzbarem Metall mit Dampfheizung.

# III. Trennung durch Verdampfen und teilweisen Niederschlag.

Die Flüssigkeitstrennung mittels Destillierens kann mit der Verstärkung durch Teilniederschlag verbunden und in einer Vorrichtung durchgeführt werden, die Bild 49 zeigt. Von den Dämpfen, die in der Destillierblase erzeugt werden, wird ein Teil im Kondensator niedergeschlagen. Das Kondensat strömt in die Blase zurück, während der verstärkte Restdampf in einem nachgeschalteten Wärmeaustauscher niedergeschlagen wird, aus dem die gekühlte Flüssigkeit als Erzeugnis entnommen wird.



Bild 49. Destillierblase mit Rücklaufkondensator.

# D. Die Rektifiziersäule.

## I. Wirkungsweise von Rektifizierböden.

Um ein Flüssigkeitsgemisch weitestgehend zu zerlegen, wird es mehrmals den beiden Grundvorgängen der Verstärkung durch Verdampfen und durch Teilniederschlag unterworfen. Zu diesem Zwecke wird Dampf des Flüssigkeitsgemisches in die Flüssigkeit desselben Gemisches geleitet, wobei infolge des Temperaturunterschiedes zwischen Dampf und Flüssigkeit letzterer teilweise niedergeschlagen und infolge der Abgabe der Kondensationswärme neuer Dampf aus der Flüssigkeit gebildet wird. Zur Durchführung dieser Vorgänge werden sogenannte Austauschböden (Rektifizierböden) verwendet, auf denen das Flüssigkeitsgemisch angestaut wird und denen der Dampf in einer solchen Weise zuströmt, daß sich eine große Berührungsfläche zwischen Dampf und Flüssigkeit zur Herbeiführung eines möglichst vollkommenen Wärme- und Stoffaustausches ausbildet. Weil der vom Boden abströmende Dampf einen größeren Gehalt an Leichtersiedendem aufweisen soll als der Dampf, dem Boden zuströmt, muß dem Rektifizierboden welcher stetig Flüssigkeit zugeführt werden, die einen größeren Gehalt an Leichtersiedendem besitzt als die vom Boden ablaufende Flüssigkeit. Sie wird mit Rücklauf (Rückfluß) bezeichnet. Ohne einen solchen Rückfluß ist eine Konzentrationsänderung im Dampf durch einen Austauschboden unmöglich.

Als Austauschvorrichtung für die Rektifikation werden Siebböden oder in weit größerem Umfange Glockenböden und deren Abarten verwendet. Die Wirkungsweise ist in den Bildern 50 und 51 gezeigt. Der Siebboden besteht aus einer ebenen Platte mit Bohrungen, welche mit Flüssigkeitszu- und abläufen versehen ist. Durch die Löcher strömt der Dampf, welcher fein verteilt und zunächst in Form von Schläuchen in die Flüssigkeit tritt, wobei sich zwischen den Dampfschläuchen eine klare Flüssigkeitsschicht einstellt. In einigem Abstand vom Boden bildet sich eine Schaum- oder bei nicht schäumenden Gemischen eine Sprudelschicht aus. In dieser Schicht findet der größte Teil des Wärme- und Stoffaustausches statt. Beim Glockenboden, welcher ebenfalls mit Flüssigkeits-



Bild 50. Siebboden.

wobei sich unter den Dampschläuchen eine klare Flüssigkeitsschicht und oberhalb von letzteren eine wirkungsvolle Schaum- oder Sprudelschicht ausbildet. Der Glockenboden stellt wegen seines im Vergleich



Bild 51. Glockenboden.

zu- und -abläufen versehen ist, sind in den ebenen Boden ein oder mehrere Stutzen für den Durchtritt der Dämpfe eingesetzt, welche von Glocken überstülpt sind, die in die Flüssigkeit auf dem Boden tauchen und die Dämpfe zwingen, in die Flüssigkeit einzudringen. Wie Bild 51 zeigt, strömen die Dämpfe unter den Glocken zunächst in Form von Schläuchen in die Flüssigkeit,

zu dem Siebboden größeren Belastungsbereiches und wegen der größeren Dampfdurchtrittsquer-

größeren Unempfindlichkeit gegen Verkrustungen und Verschmutzungen die in der Technik meist gewählte Ausführung dar. Die auf einem Rektifizierboden sich abspielenden Vorgänge können dadurch beliebig oft wiederholt werden und damit der Dampf einer

beliebig vielfachen Anreicherung an Leichtersiedendem unterworfen werden, daß in einer Trennsäule beliebig viele Böden unmittelbar übereinander angeordnet werden. Der einen Boden verlassende Dampf strömt dabei dem darüber angeordneten Boden zu und die von einem Boden ablaufende Flüssigkeit gelangt unmittelbar auf den darunterliegenden Boden. Wenn auch auf einem Rektifizierboden selbst bei der gezeigten und üblichen Anordnung Dampf und Flüssigkeit sich im Kreuzstrom bewegen, so strömen doch Dampf und Flüssigkeit über die ganze Säule genommen im Gegenstrom zueinander. *Rektifikation* stellt demnach ein thermisches Trennverfahren dar, bei welchem Flüssigkeitsgemische dadurch zerlegt werden, daß Dampf und Flüssigkeit unter Herbeiführung einer möglichst großen Berührungsfläche im Gegenstrom zueinander geführt werden.

# II. Schaltung des Rücklaufkondensators.

Der in einer Trennsäule von Boden zu Boden nach unten fließende Rücklauf wird erzeugt, indem der vom obersten Rektifizierboden auf-

steigende und die Säule verlassende Dampf in einem Kondensator niedergeschlagen und ein Teil des aus diesem Dampf erhaltenen Kondensates auf den obersten Boden der Rektifiziersäule zurückgeleitet wird, während der restliche Teil das Erzeugnis darstellt. Bei der Erzeugung des Rücklaufes werden im allgemeinen zwei Schaltungen benützt, welche besondere Eigenheiten aufweisen.

Bild 52 zeigt die Schaltung, bei welcher der ganze aus der Säule kommende *Dampf* in einen Kondensator geleitet und in diesem *vollkommen nieder*geschlagen wird. Die den Wärmeaustauscher verlassende

der zweite Teil in einen Kühler geleitet und aus diesem als Erzeugnis entnommen wird. Der Kondensator, in welchem der Rücklauf erzeugt wird, wird allgemein mit Rücklaufkondensator bezeichnet. Bei dem gezeigten Schema wird im Rücklaufkondensator nicht nur der Rücklauf, sondern auch das Erzeugnis niedergeschlagen. Weil die Destillatdämpfe stets Gase enthalten, die in den meisten Fällen in der Hauptsache aus Luft bestehen, ist dem Rücklaufkondensator ein Gas- bzw. Luftkühler nachgeschaltet. In ihm werden die



Bild 52. Schaltung des Rücklaufkondensators mit vollständiger Kondensation.

Flüssigkeit wird in zwei Ströme geteilt. Der eine Teil bildet den Rücklauf und wird auf den obersten Boden der Säule zurückgeleitet, während



Bild 53. Schaltung des Dephlegmators.

Gase gekühlt, wobei noch Flüssigkeit ausgeschieden wird, welche im allgemeinen in den Kühler für das Erzeugnis strömt. Es ist auch möglich, durch entsprechende Stellung der in Bild 52 angegebenen Ventile  $V_2$  und  $V_3$  die im Gaskühler niedergeschlagene im Vergleich zur Menge des Erzeugnisses kleine Flüssigkeitsmenge aus der Apparatur

durch das Ventil  $V_2$  abzuführen. Die gezeigte Schaltung hat den Vorteil, daß man die Menge des Erzeugnisses durch Betätigung des Ventils  $V_1$ und damit auch die Menge des in die Säule zurückströmenden Rückflusses bequem und schnell einstellen kann. Sie ist ferner dadurch gekennzeichnet, daß die Gase bei der Kondensationstemperatur der Flüssigkeit im Rücklaufkondensator ausgeschieden werden. Diese Temperatur ist höher als diejenige des aus dem Kühler strömenden Erzeugnisses. Weil im allgemeinen die in Flüssigkeiten lösbare Gasmenge mit steigender Temperatur sinkt, ist bei der erwähnten Schaltung die Gasausscheidung die vollkommenste.

Es ist auch möglich, im Rücklaufkondensator nur so viel Wärme den Dämpfen zu entziehen, daß nur die Menge des Rücklaufes in ihm gebildet wird. Dieser strömt aus dem Rücklaufkondensator unmittelbar auf den obersten Boden der Rektifiziersäule zurück (s. Bild 53). Die von den dem Kondensator zuströmenden Dämpfen übrigbleibende Restdampfmenge verläßt letzteren und wird in einen Wärmeaustauscher geführt, der mit Kondensatorkühler bezeichnet wird, und in welchem nicht nur die Destillatdampfmenge kondensiert, sondern auch die erhaltene Flüssigkeit unter die Kondensationstemperatur gekühlt und danach als Erzeugnis der Apparatur entnommen wird. Bei der gekennzeichneten Schaltung hat der den Rücklaufkondensator verlassende Restdampf einen höheren Gehalt an Leichtersiedendem als die dem Kondensator zuströmende Gesamtdampfmenge. In ihm wird eine Verstärkung (Anreicherung an Leichtersiedendem) durch Teilniederschlag herbeigeführt. Ein so geschalteter Rücklaufkondensator wird auch mit Dephlegmator bezeichnet. Eine derartige Schaltung hat demnach den Vorteil, daß der Dephlegmator verstärkend wirkt und dabei nicht nur den Rücklauf erzeugt, sondern gleichzeitig eine wenn auch nicht sehr große Anzahl von Rektifizierböden ersetzt. Die Gaskühlung wird bei dieser Schaltung im Schlußkühler (Kondensatorkühler) durchgeführt.

#### Zu Bild 54.

Die in der Destillierblase A erzeugten Dämpfe werden in der Verstärkungssäule Ban Leichtersiedendem angereichert und strömen durch die Leitung 1 in den Rücklaufkondensator C (Dephlegmator). Die in ihm niedergeschlagene Flüssigkeit fließt als Rücklauf durch die Leitung 2 auf den obersten Rektifizierboden der Austauschkolonne zurück, während die an Alkohol reicheren Restdämpfe durch die Leitung 3 in den Schlußkühler D gelangen, in welchem sie niedergeschlagen werden. Das Erzeugnis fließt durch den Verbindungsstutzen 4 in die Vorlage E. aus der es durch Leitung 5 abgelassen und in einem Fuselölabscheider vom Fuselöl getrennt werden kann. Durch Leitung 6 entweichen die Gase. Durch die Leitung 7 wird der Heizdampf der in der Destillierblase eingebauten Heizschlange in einer solchen Menge zugeführt, daß die Leistung auf gleicher Höhe bleibt. Zu diesem Zwecke ist in die Heizdampfleitung das Regelventil 13 eingebaut, welches von dem Regler F betätigt wird. Der Regler wird über die Verbindungsleitung 8 von dem Dampfdruck in der Destillierblase beeinflußt. Die Überschußflüssigkeit strömt durch Leitung 9 von dem Regler in die Blase zurück. Durch Leitung 10 wird Dampf durch die gelochte Dampfeinblaseschlange zum Austreiben von Alkoholresten aus dem Blasenrest eingeleitet. Danach wird der Rückstand abgelassen und neue Mischung durch den Stutzen 11 in die Destillierblase eingefüllt. Das Kühlwasser durchströmt nacheinander den Schlußkühler D und den Dephlegmator C.



Bild 54. Plan eines absatzweise arbeitenden Rektifizierapparates der Firma Strauch & Schmidt, Neisse-Neuland.
## III. Aufbau des absatzweise arbeitenden **Rektifizierapparates.**

Die Zusammenschaltung der erläuterten Vorrichtungen, mit denen eine Zerlegung von Flüssigkeitsgemischen erreicht werden kann, führt zum absatzweise arbeitenden Rektifizierapparat, dessen Aufbau Bild 54 am Beispiele der Trennung eines Äthylalkohol-Wassergemisches zeigt. Sowohl die Destillierblase, die Rektifiziersäule als auch der als Dephlegmator geschaltete Rücklaufkondensator üben eine Trennwirkung aus. Sie ist in der Trennsäule weitaus am größten, während die Destillierblase noch die Hauptaufgabe der Dampfbildung und der Rücklaufkondensator diejenige der Rücklauferzeugung zu erfüllen haben.

## IV. Berechnung der Bodenzahl des absatzweise arbeitenden Rektifizierapparates.

#### 1. Bestimmung der theoretischen Bodenzahl.

Die Ermittlung der Bodenzahl eines Rektifizierapparates wird dadurch vereinfacht, daß die Gültigkeit der Beziehung 47 (Abschnitt B V 2) vorausgesetzt wird, nach der die Verdampfungswärme eines Gemisches unabhängig von seiner Zusammensetzung ist. Daraus folgt, daß die Dampfmenge in Molen, welche in der Flüssigkeit auf einem Boden niedergeschlagen wird, derjenigen gleich ist, welche neu gebildet wird. Die einem Boden zu- und von diesem abströmenden Damptmengen sind deshalb gleich und sie sind in der ganzen Säule unveränderlich. Gleiches gilt für die Flüssigkeitsmenge.

Die zwischen zwei Böden aufsteigende Dampfmenge eines Zweistoffgemisches ist in Bild 55 mit D [Mol/h] und die im selben waagrechten Querschnitt durch das Rücklaufrohr nach unten fließende Flüssigkeitsmenge mit F [Mol/h], ferner der Gehalt an Leichtersiedendem im Dampf mit  $x_D$  [Mol-%], derjenige in der Flüssigkeit mit  $x_F$  [Mol-%] und derjenige im Erzeugnis mit  $x_E$  [Mol-%] bezeichnet. Es müssen dann die folgenden Mengengleichungen erfüllt sein<sup>1, 2, 3, 4</sup>:

$$D = F + E \tag{56}$$

und

$$D \cdot x_D = F \cdot x_F + E \cdot x_E \,. \tag{57}$$

Setzt man den Wert für D aus Gleichung 56 in Gleichung 57 ein, so ergibt sich:

$$x_D = \frac{F}{E+F} \cdot x_F + \frac{E}{E+F} \cdot x_E \,. \tag{58}$$

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> MCCABE, W. L. u. E. W. THIELE: Graphical Design of Fractionating Columns.

Incomp., W. L. u. D. W. InffEle: Graphical Design of Fractionating Columns.
 Industr. Engng. Chem. Bd. 17 (1925) Nr. 6, ab S. 605.
 <sup>2</sup> MURPHREE, E. V.: Graphical Rectifying Columns Calculations. Industr.
 Engng. Chem. Bd. 17 (1925) Nr. 9, ab S. 960.
 <sup>3</sup> PETERS jr., W. A.: The Efficiency and Capacity of Fractionating Columns.
 Industr. Engng. Chem. Bd. 14 (1922) Nr. 6, ab S. 476.
 <sup>4</sup> CLARK, S. ROBINSON: The Plate Efficiency of a Contious Alcohol Still. Industr.

Engng. Chem. Bd. 14 (1922) Nr. 6, ab S. 480.

Durch Teilung der Zähler und Nenner der rechten Seite dieser Gleichung durch F erhält man das Verhältnis:

$$v = \frac{F}{E}, \qquad (59)$$

welches eine wichtige Betriebsgröße eines Rektifizierapparates darstellt, indem es nicht nur für den Dampf- und Kühlmittelverbrauch, sondern auch für die erforderliche Anzahl von Rektifizierböden ausschlaggebend

ist. Das Verhältnis v, welches die auf die Einheit der Rücklaufmenge bezogene Erzeugnismenge darstellt, wird mit *Rücklaufverhältnis* bezeichnet. Wird es in der Beziehung 58 eingeführt, so folgt eine Gleichung, welche die in einem bestimmten Augenblick geltende Abhängigkeit der Dampfkonzentration von der Flüssigkeitskonzentration angibt:

$$x_D = \frac{v}{v+1} \cdot x_F + \frac{x_E}{v+1} \,. \tag{60}$$

Da in ihr nur  $x_D$  und  $x_F$  veränderlich sind, stellt sie die Gleichung einer Geraden dar, die Verstärkungsgerade (Austauschgerade für die Verstärkungssäule) genannt wird. In einem  $x_F$ ,  $x_D$ -Bild (Bild 56) schneidet sie die Ordinate bei dem Werte

$$o = \frac{x_E}{v+1} \tag{61}$$

und hat gegen die  $x_F$ -Achse die Neigung

$$\operatorname{tg} \alpha = \frac{v}{v+1} \,. \tag{62}$$



sich, daß der Schnittpunkt der Verstärkungsgeraden mit der Diagonale bei dem Abszissenwert

$$x_{F} = x_{E}$$

liegt. Die durch  $x_E$  und o gegebenen zwei Punkte der Verstärkungsgeraden sind in Bild 56 mit A und B bezeichnet. Ein Punkt auf ihr gibt den Zusammenhang zwischen der Konzentration im Dampf und in der Flüssigkeit zwischen zwei beliebig gelegenen und unmittelbar übereinander angeordneten Rektifizierböden an.

Wird kein Destillat der Säule entnommen (E=0), so arbeitet sie mit vollständigem Rücklauf. Der ganze aus den der Säule entweichenden Dämpfen gebildete Niederschlag wird in letztere zurückgeleitet.

Kirschbaum, Destillier- und Rektifiziertechnik.



Bild 55. Plan eines absatzweise arbeitenden Rektifizierapparates.

Dabei wird  $v = \infty$  und die Verstärkungsgerade fällt mit der Diagonale des Schaubildes zusammen.



Gleichgewichtskurve

Π

Verstärkungsgerade

 $x_{f}$ 

70 80 *90* 100

Т

M

50 60

x\_ Mol-%

Bild 57. Bestimmung der Bodenzahl der Verstärkungssäule.

IV<sub>0</sub>

20 11

Mit Hilfe der Verstärkungsgeraden kann die Zusammensetzung des von

einem Boden aufsteigenden Dampfes bestimmt werden. wenn die Zusammensetzung der Flüssigkeit gegeben ist, welche dem gleichen Boden zuströmt. Ist zu dieser Beziehung noch diejenige zwischen den Konzentrationen in dem von einem Boden aufsteigenden Dampf und in der von dem gleichen Boden ablaufenden Flüssigkeit bekannt. wird es möglich. schrittweise die Veränderung der Zusammensetzung im Dampfund in der Flüssigkeit in der ganzen Säule zu verfolgen. Diese zweite Beziehung wird durch die Annahme gefunden, daß die Flüssigkeit auf einem Boden vollkommen durchmischt wird und daß vollkommener Wärme- und Stoffaustausch stattfindet, so daß der Dampf mit der Flüssigkeit, aus welcher er entstanden ist, im Phasengleichgewicht steht. Aus diesen beiden Annahmen folgt, daß der von einem Boden aufsteigende Dampf sich auch im Phasengleichgewicht mit der denselben Boden verlassenden Flüssigkeit befindet. Die Beziehung zwischen den Konzentrationen in diesen beiden Phasen ist deshalb durch einen Punkt auf der Gleichgewichtskurve gegeben.

Auf Grund der erläuterten Zusammenhänge kann theoretische Bodenzahl die

bestimmt werden, wie es an Hand der Bilder 57 und 58 gezeigt ist. Es ist angenommen, daß im Rücklaufkondensator der gesamte in ihn strömende Dampf niedergeschlagen wird, so daß keine Anreicherung durch

100

90

80

70

60 Mo/-%

50

4/

30

20

11

0

ล์

Teilniederschlag stattfindet. In diesem Falle haben der vom obersten Boden aufsteigende Dampf, der auf den gleichen Boden zurückgeleitete Rücklauf und das Erzeugnis die gleiche Zusammensetzung. Ist letztere mit  $x_E$  Mol-% gegeben, so ist durch sie der Schnittpunkt A der Verstärkungsgeraden mit der Diagonale festgelegt (s. Bild 57). Ist ferner das Rücklaufverhältnis v bekannt, so ist die Verstärkungsgerade durch einen zweiten Punkt B bestimmt. Der vom obersten Boden der Verstärkungssäule aufsteigende Dampf hat einen Gehalt von  $x_{D0} = x_E$ , welcher durch den Ordinatenwert des Punktes A gegeben ist. Die Abszissenparallele durch letzteren schneidet die Gleichgewichtskurve in

dem Punkt  $I_a$ . Dieser gibt den Zusammenhang zwischen den Konzentrationen in dem vom obersten Boden aufsteigenden Dampf und in der vom selben Boden ablaufenden Flüssigkeit an. Der Abszissenwert des Punktes  $I_a$ legt somit die Konzentration  $x_{F_1}$  des Ablaufes des obersten Bodens fest. Sie liefert auf der Verstärkungsgeraden den Punkt  $I_u$ , dessen Ordinatenwert den Gehalt  $x_{D1}$  des Dampfes angibt, der dem ersten (obersten) Boden zuund vom zweiten Boden abströmt. Weil dieser Dampf im Phasengleichgewicht mit der den zweiten Boden verlassenden Flüssigkeit mit dem Gehalt  $x_{F_2}$  steht, muß der Zusammenhang zwischen  $x_{D_1}$  und  $x_{F_2}$  durch den Schnittpunkt  $II_a$  der Abszissenparallele durch  $I_u$  mit der Gleichgewichtskurve gegeben sein. Der Flüssigkeitsgehalt  $x_{F_2}$  liefert auf der Verstärkungsgeraden den Punkt  $II_u$ , der die Beziehung zwischen den Dampf- und Flüssigkeitskonzentrationen unter dem zweiten Boden angibt. Der Punkt IIIa mit dem Ordinatenwert  $x_{D_2}$  stellt einen Gleichgewichtspunkt für die





beiden Phasen auf dem dritten Boden dar, während Punkt  $III_u$  den Zusammenhang der Konzentrationen unter dem dritten Boden,  $IV_a$  denjenigen über dem vierten Boden und  $IV_u$  den unter dem vierten Boden wiedergibt. Besitzt die Verstärkungssäule 4 vollkommen arbeitende Böden, so fließt die vom untersten Boden ablaufende Flüssigkeit mit der Konzentration  $x_{F4}$  in die Blase zurück und  $x_{D4}$  stellt den Gehalt an Leichtersiedendem in dem von der Blase aufsteigenden Dampf dar. Dieser Dampf mit dem Gehalt  $x_{DB} = x_{D4}$  steht mit der Flüssigkeit in der Blase mit  $x_{FB}$ Mol-% an Leichtersiedendem im Phasengleichgewicht. Der in die Blase zurückströmende Rücklauf hat deshalb einen Gehalt an Leichtersiedendem, der zwischen demjenigen der Blasenfüllung und demjenigen des von der Blase aufsteigenden Dampfes liegt. In Bild 57 geben die Punkte  $I_a$ ,  $II_a$ ,  $III_a$ ,  $IV_a$  den Zusammenhang der Gleichgewichtskonzentrationen über den Böden und die Punkte  $I_u$ ,  $II_u$ ,  $III_u$ ,  $IV_u$  die Beziehung zwischen den Flüssigkeits- und Dampfgehalten in einem waagrechten Querschnitt unter den jeweiligen Böden an. Die theoretische Anzahl  $n_t$  der Verstärkungsböden ist demnach durch die Zahl der auf der Verstärkungsgeraden liegenden Eckpunkte  $I_u$ ,  $II_u$ ,  $III_u$  usw. gegeben, die man erhält, wenn man einen Treppenlinienzug zwischen der Gleichgewichtskurve und der Verstärkungsgeraden von dem Punkte A ausgehend bis zur Blasen-



Bild 59. Bestimmung der theoretischen Anreicherung an Leichtersiedendem im Dampf durch einen Boden und die wirkliche Anreicherung.

konzentration  $x_{FB}$  zeichnet. Die aus Bild 57 zu entnehmenden Dampf- und Flüssigkeitsgehalte sind in dem Plan des Bildes 58 an den Stellen eingetragen, an denen sie herrschen.

#### 2. Das Verstärkungsverhältnis.

Mit der Annahme, daß der von einem Boden aufsteigende Dampf mit dem Ablauf desselben Bodens im Phasengleichgewicht steht, läßt sich die durch einen Austauschboden erzielbare Veränderung des Gehaltes an Leichtersiedendem im Dampf ermitteln. Ist der Gehalt an Leichtersiedendem in der von einem Boden abströmenden Flüssigkeit

mit  $x_{Fu}$  gegeben (s. Bild 59), so legt dieser durch den auf der Verstärkungsgeraden liegenden Punkt C den Gehalt  $x_{Du}$  in dem demselben Boden zuströmenden Dampf fest. Mit der Ablaufflüssigkeit steht der vom betrachteten Boden aufsteigende Dampf im Phasengleichgewicht, so daß sein Gehalt  $x_{D0}$  durch den Punkt D auf der Gleichgewichtskurve angegeben wird, welchem die Flüssigkeitskonzentration  $x_{Fu}$  zugeordnet ist. Der Ordinatenunterschied zwischen der Gleichgewichtskurve und der Verstärkungsgeraden beim Abszissenwert  $x_{Fu}$  (Abstand der Punkte D und C) stellt demnach die bei Flüssigkeitsdurchmischung und bei vollkommenem Austausch erzielbare theoretische Anreicherung an Leichtersiedendem im Dampf  $a_F = x_{D0} - x_{Du}$  dar. Weist in Wirklichkeit die dem betrachteten Boden zuströmende Flüssigkeit eine Konzentration  $x_{F0}$ auf, die den Schnittpunkt E auf der Verstärkungsgeraden festlegt, so ist durch die Abszissenparallele durch Punkt E (Bild 59) der wirkliche Gehalt an Leichtersiedendem in dem von dem betrachteten Boden aufsteigenden Dampf gegeben, so daß die wirkliche Anreicherung

nur den Wertb (s. Bild 59) erreicht. Das Verhältnis der wirklichen zur theoretischen Anreicherung

$$s = \frac{b}{a_F} \tag{63}$$

wird mit Verstärkungsverhältnis oder Austauschverhältnis bezeichnet.

Messungen zeigen<sup>1</sup>, daß bei sonst gleichen Bedingungen das Austauschverhältnis in der Säule sich von Boden zu Boden mit der Konzentration ändert. Nach

Bild 60 steigt das Verstärkungsverhältniss mit zunehmendem Gehalt an Leichtersiedendem bis zu einem Höchstwert, um danach wieder abzunehmen. Die eingetragenen Versuchspunkte geben die Verstärkungsverhältnisse an, welche den Gehalten in den Abläufen der untersuchten Böden zugeordnet sind. Die so erhaltenen  $s = f(x_F)$ -Linien scheinen die Abbei Werten zu szisse schneiden, die einerseits



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

durch die Destillatkonzentration  $x_E$  und anderseits durch den Gehalt  $x_{FB}$  an Leichtersiedendem in der Blase gegeben sind.

## 3. Ermittlung der tatsächlich erforderlichen Anzahl von Rektifizierböden.

#### a) Verwendung des mittleren Verstärkungsverhältnisses.

Im allgemeinen kann für das Verstärkungsverhältnis ein für alle Böden einer Verstärkungssäule gleichbleibend gedachter Mittelwert  $s_M$ eingeführt werden. Er liegt meist zwischen 0,6 und 0,8 und kann als Folge besonderer noch zu behandelnder Maßnahmen von diesen Zahlenwerten auch abweichen. Die *tatsächlich erforderliche Bodenzahl n* ist aus der theoretischen Anzahl  $n_t$  unter Verwendung des *mittleren Verstärkungsverhältnisses* gegeben zu:

$$n = \frac{n_t}{s_M} \,. \tag{64}$$

Die Tatsache, daß s Zahlenwerte annehmen kann, die größer sind als l (s. Abschnitt H IV) läßt es als gerechtfertigt erscheinen, s nicht mit Wirkungsgrad zu bezeichnen.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> KIRSCHBAUM, EMIL: Wirkung, Verkrustung und Druckverlust von Rektifizierböden. VDI-Beih. Verfahrenstechnik 1937, Nr. 5, S. 139—148. Berlin: VDI-Verlag G. m. b. H.

#### b) Erforderliche Bodenzahl unter Berücksichtigung der Veränderung des Verstärkungsverhältnisses mit der Konzentration<sup>1</sup>.

Die wirklich erforderliche Bodenzahl kann aus dem Verlauf der Gleichgewichtskurve und der Verstärkungsgeraden unmittelbar und ohne Verwendung eines mittleren Verstärkungsverhältnisses ermittelt werden, wenn die Abhängigkeit des Verstärkungsverhältnisses von der Bodenablaufkonzentration gegeben ist, wie sie in Bild 61 durch die  $s = f(x_F)$ -Kurve dargestellt ist. Die Senkrechte durch den Abszissenwert einer beliebigen Bodenablaufkonzentration schneidet an der  $s = f(x_F)$ -Kurve den Zahlenwert für das Verstärkungsverhältnis ab und liefert die Schnitt-



Bild 61. Zeichnerisches Verfahren zur Bestimmung der wirklichen Anzahl von Rektifizierböden.

punkte  $III'_u$  mit der Verstärkungsgeraden und  $III_a$ mit der Gleichgewichtskurve. Der Ordinatenunterschied  $a_F$  zwischen den genannten beiden Punkten stellt die theoretischeAnreicherung an Leichtersiedendem im Dampf durch den Boden dar, von dem die Flüssigkeit mit der gewählten Konzentration abfließt. In Wirklichkeit wird der Gehalt an Leichtersiedendem im Dampf durch den Boden nur um den Betrag  $b = a_F \cdot s$  vergrößert, da weder vollkommener Stoffaustausch noch *Flüssigkeitsdurchmischung* vorliegt. Trägt man den Zahlenwert für das nun-

mehr bekannte Produkt  $a_F \cdot s$  von dem Punkt  $III'_u$  auf der Senkrechten durch den Abszissenwert der gewählten Ablaufkonzentration nach oben auf, so erhält man den Punkt  $III'_a$ , welcher durch seinen Ordinatenwert den wirklichen Gehalt an Leichtersiedendem in dem von dem betrachteten Boden aufsteigenden Dampf angibt. In der gleichen Weise, wie für die gewählte Bodenablaufkonzentration die Werte für s und  $a_F$  und daraus der Gehalt des von dem Boden mit der gleichen Bodenablaufkonzentration aufsteigenden Dampfes durch Punkt  $III'_a$  gefunden wurden, kann für jede beliebige Bodenablaufkonzentration ein s- und  $a_F$ -Wert abgelesen und das Produkt  $a_F \cdot s$  von dem Schnittpunkt der Senkrechten durch den Abszissenwert der Bodenablaufkonzentration mit der Verstärkungsgeraden nach oben aufgetragen werden, was eine  $a_F \cdot s$ -Kurve ergibt. Ein Punkt auf dieser Linie gibt den Zusammenhang zwischen der Konzentration in dem von einem Boden abströmenden

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> KIRSCHBAUM, EMIL: Berechnung der Bodenzahl von Rektifiziersäulen. Z. VDI Bd. 80 (1936) Nr. 21, S. 633.

Rücklauf und dem wirklichen Gehalt an Leichtersiedendem in dem von dem gleichen Boden aufsteigenden Dampf an.

Wird vorausgesetzt, daß der Rücklaufkondensator keine verstärkende Wirkung ausübt, so ist durch Punkt A in Bild 61 der Gehalt an Leichtersiedendem des vom obersten Boden der Säule aufsteigenden Dampfes und des Rücklaufes auf den gleichen Boden gegeben. Die Abszissenparallele durch Punkt A liefert mit der  $a_F \cdot s$ -Kurve den Schnittpunkt  $I'_a$ , der durch seinen Abszissenwert die Konzentration des Ablaufes des obersten (ersten) Bodens wiedergibt. Sie liefert auf der Verstärkungsgeraden den Schnittpunkt  $I'_u$ , welcher den zu der genannten Bodenablaufkonzentration gehörigen Gehalt in dem Dampf angibt, der dem ersten Boden zuströmt. Entsprechend liefert die Waagerechte durch den Punkt  $I'_u$  auf der  $a_F \cdot s$ -Kurve den Punkt  $II'_a$ , welcher den Zusammenhang zwischen der Dampfkonzentration über dem zweiten Boden und der Konzentration in der von dem gleichen Boden abströmenden Flüssigkeit festlegt. Besitzt eine Trennsäule beispielsweise 4 Austauschböden, so stellt entsprechend der Punkt  $III'_{u}$  und  $IV'_{u}$  den Zusammenhang zwischen den Flüssigkeits- und Dampfkonzentrationen in einem waagerechten Querschnitt unter dem dritten und unter dem vierten Boden dar, während durch die Punkte III'a und IV'a die Beziehung zwischen der Konzentration im Dampf über dem dritten bzw. vierten Boden und der Konzentration in der von den genannten Böden abströmenden Flüssigkeit bestimmt ist. Aus der Waagerechten durch den Punkt  $IV'_u$  folgt der auf der Gleichgewichtskurve liegende Schnittpunkt 0 und aus ihm die Blasenkonzentration  $x_{FR}$  sowie der Gehalt an Leichtersiedendem in dem Dampf, der von der Blase aufsteigt. Durch das gezeigte Verfahren ist die tatsächlich erforderliche Bodenzahl unmittelbar durch die Anzahl der Eckpunkte I'u, III'u, III'u usw. des Treppenlinienzuges gegeben, den man von dem Punkt A ausgehend zwischen der Verstärkungsgeraden und der  $a_{\mathbf{F}} \cdot s$ -Kurve bis zu dem durch die Blasenkonzentration gegebenen Punkt 0 zeichnen kann. Dabei wird die Waagerechte durch Punkt 0 nur zufällig die Verstärkungsgerade wie in Bild 61 in einem Punkte schneiden, der sich als der letzte Eckpunkt des Treppenzuges ergibt. Die zu wählende Bodenzahl muß dann in Anlehnung an die Anzahl der erhaltenen Eckpunkte des Treppenzuges entsprechend nach oben abgerundet werden.

#### 4. Berücksichtigung der Verstärkung durch Teilniederschlag im Rücklaufkondensator bei der Berechnung der Bodenzahl.

Bei den erläuterten Verfahren zur Bestimmung der Bodenzahl einer Rektifiziersäule ist die Voraussetzung gemacht, daß der Rücklaufkondensator keine Trennwirkung ausübt. Diese Voraussetzung ist durch die Schaltung nach Bild 52 erfüllt, bei welcher der gesamte in den Rücklaufkondensator strömende Dampf niedergeschlagen wird. Dieser Dampf und die den Kondensator verlassende Flüssigkeit weisen dabei dieselbe Zusammensetzung auf. Wird jedoch im Rücklaufkondensator nur der Rücklauf gebildet und aus ihm eine Restdampfmenge entnommen, die in einem zweiten Wärmeaustauscher niedergeschlagen und gekühlt wird, so weist diese das Erzeugnis bildende Restmenge eine andere Zusammensetzung als der der Säule entströmende Dampf auf. Der Unterschied des Gehaltes an Leichtersiedendem im Restdampf und in dem dem Kondensator zuströmenden Dampf stellt die Verstärkung durch Teilniederschlag dar. Infolge dieser Anreicherung erzeugt der Dephlegmator nicht nur den Rücklauf, sondern er wirkt selbst wie eine bestimmte Anzahl von Böden, die im folgenden am Beispiel des Gemisches Äthylalkohol-Wasser an Hand des Bildes 62 bestimmt wird.

Das Erzeugnis soll  $\xi_E = 90$  Gew.-% entsprechend  $x_E = 78$  Mol-% Äthylalkohol aufweisen und das molare Rücklaufverhältnis habe der Wert v = 5. Durch die Destillatkonzentration ist der Punkt A und durch



Bild 62. Zeichnerisches Verfahren zur Berücksichtigung der Trennwirkung des Rücklaufkondensators bei der Berechnung der Bodenzahl (Gemisch Äthylalkohol-Wasser).

 $x_E$  und v der Punkt Bfestgelegt. Die Verbindung der beiden Punkte Aund B ergibt die Verstärkungsgerade. Für die Ermittlung der theoretischen Bodenzahl ist Flüssigkeitsdurchmischung

und vollkommener Austausch auf den Rektifizierböden angenommen und zunächst vorausgesetzt, daß der Rücklaufkondensator keine verstärkende Wirkung ausübt. Die theoretische Bodenzahl ist dann gegeben durch die Anzahl der Eckpunkte  $I_u$ ,  $II_u$ ,  $III_u$  usw. des in Bild 62 gestrichelt eingezeichneten Treppenlinienzuges zwischen der Gleichgewichtskurve und der Dia-

gonale. Die Zusammensetzung des Rücklaufes, der vom dritten Boden (von oben gerechnet) abfließt, ist durch den Abszissenwert des Punktes  $III_u$  gegeben.

Ist der Rücklaufkondensator so geschaltet, daß er eine verstärkende Wirkung hervorruft, so hat die Verstärkungsgerade dieselbe Bedeutung wie in dem Falle des vollständigen Niederschlagens des in den Rücklaufkondensator strömenden Dampfes. Die Destillatkonzentration  $x_E$  und das Rücklaufverhältnis v geben deshalb auch hierbei die Punkte A und B der Verstärkungsgeraden an. Das gegebene Rücklaufverhältnis stellt nicht nur das Rücklaufverhältnis der Rektifiziersäule, sondern auch das Rücklaufverhältnis des Teilniederschlages im Rücklaufkondensator dar. Zu dem gegebenen Alkoholgehalt in dem aus dem Rücklaufkondensator strömenden Dampf von  $x_E = 78$  Mol-% und zu v = 5 kann aus Bild 38 ein Gehalt an Leichtersiedendem in dem in den Kondensator strömenden

Dampf von  $x_{De} = 67$  Mol-% abgelesen werden. Mit diesem Gehalt entströmt der Dampf dem obersten Boden der Verstärkungssäule. Seir Ordinatenwert ergibt den auf der Gleichgewichtskurve liegender Punkt  $I'_a$  und die Abszissenparallele durch letzteren mit der Verstärkungsgeraden den Schnittpunkt A'. Dieser gibt durch seinen Abszissenwert mit 64,8 Mol-% Äthylalkohol die Konzentration der aus dem Rücklaufkondensator auf den obersten Rektifizierboden strömenden Flüssigkeit an, während Punkt  $I'_a$  die Gleichgewichtsgehalte in dem vom obersten Boden aufsteigenden Dampf und in der den gleichen Boden verlassenden Rücklaufflüssigkeit liefert. Die Abhängigkeit des Gehaltes in der vom obersten Boden abströmenden Flüssigkeit und in dem demselben Boden zuströmenden Dampf ist durch den auf der Verstärkungsgeraden liegenden und durch den Abszissenwert des Punktes  $I_a$ gegebenen Punkt  $I'_u$  festgelegt. Die theoretische Bodenzahl unter Berücksichtigung der Verstärkung des Dephlegmators ist demnach durch die Anzahl der Eckpunkte  $I'_u$ ,  $II'_u$  usw. auf der Verstärkungs-geraden gegeben, welche man durch Zeichnen des Treppenlinienzuges zwischen der Gleichgewichtskurve und der Verstärkungsgeraden vom Punkt A' ausgehend bis zur gegebenen Blasenkonzentration erhält.

Aus Bild 62 geht hervor, daß für die gewählten Verhältnisse der Dephlegmator eine Anreicherung an Leichtersiedendem im Dampf hervorruft, die derjenigen von etwa drei vollkommen arbeitenden Böden gleichkommt. Legt man ein mittleres Verstärkungsverhältnis von 0,75 zugrunde, so ersetzt der Rücklaufkondensator vier Rektifizierböden.

Die Anzahl von Austauschböden, welche der Dephlegmator ersetzen kann, hängt an erster Stelle von dem zu trennenden Gemisch ab. Für das Zweistoffgemisch Benzol-Toluol ergibt sich beispielsweise für eine Destillatkonzentration von  $x_E = 80$  Mol-% Benzol und ein Rücklaufverhältnis von v = 5 eine Verstärkung des Dephlegmators, die etwa der Wirkung von nur einem vollkommen arbeitenden Rektifizierboden gleichkommt. Auch der Zwischenkondensator P in Bild 123 wirkt im Sinne einer Einsparung von Rektifizierböden. Bei den folgenden Betrachtungen wird der Einfachheit halber angenommen, daß der Rücklaufkondensator so geschaltet ist, daß er keine verstärkende Wirkung ausübt.

## V. Das Mindestrücklaufverhältnis und das wirkliche Rücklaufverhältnis des absatzweise arbeitenden Rektifizierapparates.

Das der Berechnung eines Rektifizierapparates zugrunde zu legende Rücklaufverhältnis wird aus einem Mindestwert  $v_M$  ermittelt, welcher Mindestrücklaufverhältnis genannt wird und durch die beiden Bedingungen gekennzeichnet ist, daß bei ihm die Bodenzahl unendlich groß wird und daß die Bodenzahl einen endlichen Wert annimmt, wenn das Mindestrücklaufverhältnis um einen beliebig kleinen Betrag vergrößert wird.

Auf Grund der gegebenen Deutung soll zunächst für ein Zweistoffgemisch ohne ausgezeichneten Punkt, z. B. für ein *ideales Gemisch*, das Mindestrücklaufverhältnis an Hand des Bildes 63 für den Fall ermittelt werden, daß die Destillatzusammensetzung  $x_E$  und die Konzentration  $x_{FB}$  in der Blasenflüssigkeit gegeben sind. Erstere liefert den Schnittpunkt A der Verstärkungsgeraden mit der Diagonale des Schaubildes und letztere durch ihren Abszissenwert den Schnittpunkt C mit der Gleichgewichtskurve. Verbindet man A und C durch eine Gerade, so wird im Punkte C die Bodenzahl unendlich groß, indem man durch Einzeichnen des Treppenlinienzuges zwischen Gleichgewichtskurve und Gerade A C vom Punkt A ausgehend nur bei unendlich vielen Stufen



Bild 63. Ermittlung des Mindestrücklaufverhältnisses für ein Zweistoffgemisch ohne ausgezeichneten Punkt.

an den Punkt C gelangen kann. Die Gerade A Cschneidet auf der Ordinate den Wert

$$o_M = \frac{x_E}{v_M + 1}$$

ab, dessen Zahlenwert abgelesen und aus dem das gesuchte Mindestrücklaufverhältnis ermittelt werden kann:

$$v_M = \frac{x_E}{o_M} - 1 \ . \tag{65}$$

Für den Bild 63 zugrunde liegenden Gehalt an Leichtersiedendem von  $x_E =$ 83 Mol-% und für die gewählte Blasenkonzentration von  $x_{FB} = 18$ Mol-% wird ein Ordinatenabschnitt von  $o_M =$ 17,5 Mol-% abgelesen, 274 uwrikt

woraus sich ein Mindestrücklaufverhältnis  $v_M = 3,74$  ergibt.

Weil der Gleichgewichtspunkt C, dem die Gehalte  $x_{FB}$  und  $x_{DB}$  zugeordnet sind, auf der Verstärkungsgeraden liegt, kann das Mindestrücklaufverhältnis auch aus der Bedingung

$$x_{DB} = \frac{v_M}{v_M + 1} \cdot x_{FB} + \frac{x_E}{v_M + 1}$$
$$v_M = \frac{x_E - x_{DB}}{x_{DB} - x_{FB}} \tag{66}$$

ermittelt werden. Die Konzentration  $x_{DB}$  des aus der Blase aufsteigenden Dampfes wird an Punkt C abgelesen.

Auch die zweite das Mindestrücklaufverhältnis kennzeichnende Bedingung ist mit der in Bild 63 wiedergegebenen Gleichgewichtskurve erfüllt, indem sich die Verstärkungsgerade A C, welcher das Mindestrücklaufverhältnis zugeordnet ist, bei Vergrößerung des letzteren um einen beliebig kleinen Betrag beispielsweise nach einer Lage verschiebt, welche die Verbindungsgerade der Punkte A und B in Bild 63 angibt.

zu

Unter Zugrundelegung dieser Verstärkungsgeraden ergibt sich bereits eine endliche Stufenzahl.

Die zuletzt genannte Bedingung kann jedoch nur unter Zuhilfenahme eines besonderen Verfahrens bei solchen Gemischen erfüllt werden, deren *Gleichgewichtskurve* einen *Wendepunkt* aufweist, wie er beispielsweise bei dem Gemisch Äthylalkohol-Wasser vorliegt. Auch hierbei ist ein Punkt A der Verstärkungsgeraden durch den Schnittpunkt der Senkrechten durch den Abszissenwert der Destillatkonzentration  $x_E$  mit der Diagonale festgelegt. Die Blasenkonzentration  $x_{FB}$  ergibt gemäß

Bild 64 auf der Gleichgewichtskurve den Punkt C. Die Verbindungsgerade A C schneidet jedoch die

Gleichgewichtskurve in drei Punkten. Dies hat zur Folge, daß die Stufenzahl auch dann noch unendlich bleibt, wenn das der Geraden A C zugeordnete Rücklaufverhältnis um einen beliebig kleinen Betrag vergrößert wird. Die zweite Bedingung für Mindestrücklaufverdas hältnis ist nur dann erfüllt. wenn durch den Punkt Aeine Tangente an die Gleich*gewichtskurve* gelegt wird, welche letztere im PunkteTberührt, sie im Punkt Dschneidet und auf der Or-



Bild 64. Bestimmung des Mindestrücklaufverhältnisses für ein Zweistoffgemisch, dessen Gleichgewichtskurve einen Wendepunkt aufweist.

dinate den Wert  $o_M$  liefert. Aus letzterem kann mit Hilfe der Gleichung 65 das Mindestrücklaufverhältnis bestimmt werden. Wird dieses um einen beliebig kleinen Betrag vergrößert, so verläuft die Verstärkungsgerade durch Punkt A steiler als die Gerade A D und sie schneidet die Gleichgewichtskurve nur noch in einem Punkt. Für alle Blasenfüllungskonzentrationen, die in dem Bereich zwischen den Flüssigkeitskonzentrationen der Punkte D und T liegen, ergibt sich demnach ein gleiches Mindestrücklaufverhältnis. Letzteres wird größer für Blasenkonzentrationen, die kleiner sind als die Flüssigkeitskonzentration  $x_{FD}$  des Punktes D, und es wird kleiner für solche Gehalte an Leichtersiedendem in der Blasenfüllung, die größer sind als der Gehalt  $x_{FT}$  an Leichtersiedendem in der Flüssigkeit, welcher dem Punkte T zugeordnet ist.

In Bild 65 ist das Mindestrücklaufverhältnis für das ideale Gemisch Benzol-Toluol und für das Gemisch Äthylalkohol-Wasser in Abhängigkeit von dem Gehalt an Leichtersiedendem in der Blasenfüllung wiedergegeben, wobei für das letztgenannte Gemisch zwei Destillatkonzentrationen angenommen sind. Das Mindestrücklaufverhältnis ist für den Destillatgehalt von  $x_E = 86$  Mol-% an Leichtersiedendem über den Bereich der Konzentration in der Blasenfüllung gleich, in welchem das Mindestrücklaufverhältnis durch eine Verstärkungsgerade gegeben ist, welche die Gleichgewichtskurve tangiert. Bei Destillatgehalten, welche kleiner sind als 70 Mol-% an Leichtersiedendem, nimmt auch bei dem Gemisch Äthylalkohol-Wasser das Mindestrücklaufverhältnis stetig ab.

Für die Festlegung des *wirklichen Rücklaufverhältnisses* auf Grund der ermittelten Mindestrücklaufverhältnisses ist sein Einfluß nicht nur auf



Bild 65. Mindestrücklaufverhältnis in Abhängigkeit von dem Gehalt an Leichtersiedendem in der Blasenfüllung.

a Gemisch Benzol-Toluol, Destillatkonzentration  $x_E = 98 \text{ Mol-\% Benzol; } b$  Gemisch Äthylalkohol-Wasser, Destillatkonzentration  $x_E = 86 \text{ Mol-\%}$ Alkohol: c Gemisch Äthylalkohol Wasser

Alkohol; c Gemisch Äthylalkohol-Wasser, Destillatkonzentration  $x_E = 70$  Mol-% Alkohol.

den Betriebsmittelverbrauch. sondern auch auf die Anschaffungskosten ausschlaggebend. Mit steigendem Rücklaufverhältnis nimmt der Heiz- und Kühlmittelaufwand stetig zu, während die für die Trennung eines Gemisches notwendige Anzahl von Austauschböden stetig abnimmt. Aus diesem Grunde werden die Anschaffungskosten der Verstärkungssäule mit zunehmendem Rücklaufverhältnis kleiner. In entgegengesetztem Sinne verändert sich jedoch der Baustoffaufwand für die Wärmeaustauscher, so daß die Anschaffungskosten für die Verstärkungssäule und für die

Wärmeaustauschapparate des Rektifizierapparates bei einem bestimmten Rücklaufverhältnis einen Kleinstwert aufweisen. Für den Bau und Betrieb des Rekti-

fizierapparates wird dasjenige Rücklaufverhältnis v gewählt, bei welchem die Gesamtkosten am kleinsten sind, die sich aus den jährlichen Betriebsmittelkosten und aus der Amortisation sowie Verzinsung des Anlagekapitals zusammensetzen. Dieses günstigste Rücklaufverhältnis v weist einen Zahlenwert auf, welcher ein bestimmtes Vielfaches vom Mindestrücklaufverhältnis  $v_M$  ausmacht:

$$v = z \cdot v_M \,. \tag{67}$$

Der Zahlenwert für z liegt im allgemeinen zwischen 1,3 und 5 bis 10. Für die Apparate der Spiritusindustrie beträgt er beispielsweise etwa 1,6 (s. dazu Bild 80, welches die Abhängigkeit der Kosten vom Rücklaufverhältnis zeigt).

#### VI. Der Rektifiziervorgang auf Austauschböden.

Voraussetzung für die Beurteilung der Wirkung in Rektifiziersäulen ist die Kenntnis der Vorgänge, die sich auf den Rektifizierböden abspielen. Weil der einem Boden zuströmende Dampf stets eine höhere Temperatur aufweist als die Flüssigkeit, welche von ihm abläuft, ist der

Grundvorgang ein Wärmeaustausch, ي mit dem ein *Stoffaustausch* verbun-den ist<sup>1</sup>. Die dabei ausschlaggeben-den Zusammenhänge werden folgend am Beispiele eines Zweistoffgemisches an Hand des Bildes 66 erläutert. Es zeigt in seinem unteren Teil die Gleichgewichtskurve und die Verstärkungsgerade A B und im oberen Teil die Siede- und Taulinie sowie in einer zeichnerischen Darstellung die Stellen der Säule, an denen die aus den anderen Darstellungen ersichtlichen Konzentrationen herrschen. Es ist angenommen, daß auf dem Flüssigkeitsdurchmischung " Boden vorliegt und vollkommener Austausch stattfindet. Die durch Punkt Cgegebenen Gehalte  $x_{D_1}$  im Dampf, der dem betrachteten Boden zuströmt, und  $x_{F1}$  in der Flüssigkeit, die vom gleichen Boden abläuft, legen die Punkte D und E auf der Siedeund Taulinie mit den zugeordneten Temperaturen fest. Den Zusammenhang zwischen den Gehalten  $x_{D2}$ des von dem Boden aufsteigenden Dampfes und  $x_{F2}$  der dem Boden zulaufenden Flüssigkeit gibt Punkt F an und die Temperaturen dieser beiden Phasen die Punkte G und H. Der Beginn des Austausches ist dadurch gekennzeichnet, daß der dem Boden zuströmende Dampf,



Bild 66. Verfolgung der Zustände beim Rektifiziervorgang auf einem Austauschboden.

welchem der Zustandspunkt E entspricht, mit der Flüssigkeit des Zustandspunktes G in Berührung kommt. Man denke sich, daß diese dem Boden zuströmenden Stoffe während einer bestimmten Zeit, z. B. während der Dauer der Zeiteinheit, in einem wärmedichten Gefäß aufgefangen werden, in dem sie sich trennen können. Im Gefäß befinde sich eine senkrechte, sich drehende Welle, an der zwei Rührflügel befestigt sind. Der eine dieser Flügel rührt die Flüssigkeit, der andere die Dampfmasse

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 41.

um. Diese wirbelige Strömung in den beiden Phasen hat zur Folge, daß sich sowohl in der Kernmasse der Flüssigkeit als auch in der Masse des Dampfes Temperatur und Konzentration örtlich nicht ändern. Die gesamten für den Wärme- und Stoffaustausch erforderlichen *Temperaturund Konzentrationsgefälle* stellen sich dann in zwei Grenzschichten ein, die sich in der Flüssigkeit und im Dampf an die Berührungsfläche der beiden Phasen anschließen. Auch bei schlichter Strömung bleiben die Vorgänge in den beiden Phasen grundsätzlich dieselben. In einem Zwischenzustand des Austausches habe die Flüssigkeit  $x_F$  Mol-% und der Dampf  $x_D$  Mol-% an Leichtersiedendem. Der Endzustand des Austausches ist im Idealfalle durch die Punkte D und H festgelegt, bei denen Temperaturgleichheit und Phasengleichgewicht vorliegt.

Es wird vorausgesetzt, daß die molare Verdampfungswärme unabhängig von der Zusammensetzung des Gemisches ist. Diejenige Menge in Molen, die sich aus dem Dampf in der Flüssigkeit niederschlägt, wird dann aus letzterer neu als Dampf gebildet. Es besteht dann die folgende Mengengleichung:

$$D \cdot x_{D1} + F \cdot x_{F2} = D \cdot x_D + F \cdot x_F = D \cdot x_{D2} + F \cdot x_{F1},$$
  
ler Beziehung führt:

die zu der Beziehung führt:

$$\frac{F}{D} = \frac{x_D - x_{D_1}}{x_{F_2} - x_F} = \frac{x_{D_2} - x_{D_1}}{x_{F_2} - x_{F_1}} = \frac{x_{D_2} - x_D}{x_F - x_{F_1}} = \text{tg } \alpha = \frac{v}{v+1}, \quad (68)$$

in welcher der Winkel  $\alpha$  die Neigung der Verstärkungsgeraden gegen die Abszisse festlegt und v das Rücklaufverhältnis bedeutet. Hat letzteres einen Zahlenwert von v = 4, so wird tg  $\alpha = 0.8$ . Ist für einen beliebigen Zwischenzustand der Gehalt  $x_F$  an Leichtersiedendem in der Flüssigkeit gegeben, so kann  $x_D$  aus Gleichung 68 berechnet werden. Für  $x_F =$ 40 Mol-% (s. Punkt J in Bild 66) und für v = 4 ergibt sich bei den in Bild 66 durch die Punkte C und F gegebenen Anfangs- und Endzuständen mit  $x_{D1} = 43$ ,  $x_{F1} = 30$ ,  $x_{D2} = 63$  und  $x_{F2} = 55$  Mol-% ein  $x_D = 55$  Mol-% (Punkt K). Während des Austausches verschiebt sich der Zustandspunkt der Flüssigkeit auf der Siedelinie von G über J nach D und der Zustandspunkt des Dampfes von E über K nach H.

Der gekennzeichnete Wärmeaustausch zwischen Dampf und Flüssigkeit hat eine Kondensation des Dampfes in der Flüssigkeit und eine Verdampfung aus letzterer zur Folge. Dabei bewegt sich die Wärme von der Berührungsfläche in das Innere der Flüssigkeit hinein bis zu der Stelle, an welcher die zu der vorliegenden Konzentration gehörige Siedetemperatur herrscht, wo dann die Verdampfung einsetzt. Der Verdampfungswärme des Gemisches kommt auf Grund der geschilderten Vorgänge beim Austausch auf Rektifizierböden eine besondere Bedeutung zu, was auch von anderer Seite als zutreffend bestätigt ist<sup>1</sup>.

Die erläuterten Vorgänge spielen sich grundsätzlich auf jedem Rektifizierboden ab, indem der einem Boden zuströmende Dampf mit dem Gehalt  $x_{D_1}$  an Leichtersiedendem (s. Bild 66) nur so lange Wärme an die ihn auf dem Boden umgebende Flüssigkeit abgeben und dabei kondensieren kann, bis Temperaturgleichheit zwischen Dampf und

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> LINDE, H.: Über Modellversuche an Rektifizierböden. VDI-Beih. Verfahrenstechnik 1939 Nr. 2, ab S. 39.

Flüssigkeit erreicht ist. Sie tritt auf einem Rektifizierboden bei Flüssigkeitsdurchmischung und vollkommenem Austausch dann ein, wenn von dem zuströmenden Dampf ein Restdampf übrigbleibt, der infolge Verstärkung durch Teilniederschlag den Gehalt  $x_{D2}$  an Leichtersiedendem erreicht hat, welchen auch der neugebildete, vom Boden aufsteigende Dampf besitzt und welcher mit der von dem Boden ablaufenden Flüssigkeit im Phasengleichgewicht steht. Die auf dem Boden niedergeschlagene Flüssigkeitsmenge sei mit  $F_B$  [Mol/h] und das Verhältnis dieser Menge zu der von der gesamten dem Boden zuströmenden Dampfmenge D

[Mol/h] übrigbleibenden Restdampfmenge als *Bodenrücklaufverhältnisv*<sub>B</sub> bezeichnet:

$$v_B = \frac{F_B}{D - F_B} \,. \quad (69\,\mathrm{a})$$

Dieses Bodenrücklaufverhältnis steht mit dem Gehalt  $x_{D_1}$  im zuströmenden und mit dem Gehalt  $x_{D_2}$ im abströmenden Dampf in unmittelbarem Zusammenhang. Letzterer ist durch die für die Verstärkung durch Teilniederschlag geltenden Bezie- # hungen festgelegt, wie sie beispielsweise für das Gemisch Äthylalkohol-Wasser in Bild 38 wiedergegeben sind. Legt man zugrunde, daß die Voraus-



Bild 67. Konzentrationen bei einem Rektifizierboden für Äthylalkohol-Wassergemische.

setzungen zu diesem Bilde auch bei dem Austauschvorgang auf dem Rektifizierboden zutreffend sind, so kann der Zusammenhang zwischen  $x_{D1}$ ,  $x_{D2}$  und  $v_B$  in einfacher Weise ermittelt werden. Strömt z. B. einem Boden einer Rektifiziersäule zur Trennung des Gemisches Äthylalkohol-Wasser Dampf mit  $x_{D1}=54$  Mol-% Alkohol zu, so enthält nach Bild 67 der auf dem Boden neu entstehende und der von dem zuströmenden Dampf übrigbleibende Restdampf einen Gehalt an Leichtersiedendem von  $x_{D2}=64,2$  Mol-%. Für diese Verstärkung ist gemäß den in Bild 38 wiedergegebenen Verstärkungskurven ein Bodenrücklaufverhältnis von  $v_B=0,65$  erforderlich, d. h. von einem Mol ankommenden Dampfes müssen 0,394 Mol niedergeschlagen werden, während 0,606 Mol als Restdampf mit dem Gehalt  $x_{D2}$  dem Boden entweichen. Das in Bild 38 mit v bezeichnete Rücklaufverhältnis des Teilniederschlages stellt für den Austauschvorgang auf einem Rektifizierboden das Bodenrücklaufverhältnis  $v_B$  dar.

Mit diesen einfachen Grundbeziehungen ist es möglich, nicht nur das Bodenrücklaufverhältnis, sondern auch die auf einem Boden zwischen Dampf und Flüssigkeit ausgetauschte Wärmemenge zu bestimmen<sup>1</sup>. Sie ist durch das Produkt aus der auf einem Boden niedergeschlagenen Flüssigkeitsmenge  $F_B$  und der molaren Verdampfungswärme r bestimmt, wobei erstere nach Gleichung 69a gegeben ist durch:

$$F_B = D \cdot \frac{v_B}{1 + v_B} \,. \tag{69 b}$$

Die in der Säule aufsteigende Dampfmenge kann aus einer Beziehung zwischen der gegebenen Destillatmenge E und dem Rücklaufverhältnis vder Säule bestimmt werden. Sie läßt sich aus einer Mengengleichung herleiten, in welcher die in der Säule wegen der Unveränderlichkeit der molaren Verdampfungswärme gleichbleibende Rückflußmenge F enthalten ist:

$$D = F + E = E\left(\frac{F}{E} + 1\right) = E \cdot (v + 1) .$$
(70)

Damit ergibt sich die auf einem Rektifizierboden bei Flüssigkeitsdurchmischung und vollkommenem Austausch ausgetauschte Wärmemenge zu:

$$Q = E \cdot (v+1) \cdot r \cdot \frac{v_B}{(v_B+1)} \,. \tag{71}$$

Während in dieser Gleichung E, v und r unveränderliche Größen darstellen, ändert sich  $v_B$  von Boden zu Boden. Diese Veränderung kann ermittelt werden, indem der die theoretische Bodenzahl bestimmende Treppenlinienzug zwischen Gleichgewichtskurve und Verstärkungsgerade gezeichnet und aus den Eckpunkten die Dampfgehalte abgelesen werden, zu denen das jeweilige Bodenrücklaufverhältnis nach der gezeigten Art zu ermitteln ist. Seine Veränderung ist in Bild 68 für das Gemisch Äthylalkohol-Wasser in Abhängigkeit von der Bodenzahl angegeben. In das gleiche Bild ist eine Linie eingetragen, welche die auf den jeweiligen Böden ausgetauschte und nach Gleichung 71 bestimmte Wärmemenge Qangibt, deren Verlauf durch Versuche bestätigt ist<sup>2</sup>. Dem Gehalt  $x_D$ in dem einem Boden zuströmenden Dampf und dem Gehalt  $x_F$  in der vom gleichen Boden abströmenden Flüssigkeit sind durch den Verlauf der Taulinie und der Siedelinie gemäß Bild 17 eine Dampftemperatur  $t_D$ und eine Flüssigkeitstemperatur  $t_F$  zugeordnet. Der Unterschied

$$\vartheta = t_D - t_F \tag{72}$$

stellt den Temperaturunterschied zwischen Flüssigkeit und Dampf bei Beginn des Wärme- und Stoffaustausches dar. Er ist ebenfalls in Bild 68 für das gewählte Beispiel wiedergegeben. Es ist ersichtlich, daß die auszutauschende Wärmemenge bei hohen Alkoholkonzentrationen wächst, während das Temperaturgefälle  $\vartheta$  sinkt. Um vollkommenen Austausch zu erzielen, muß deshalb bei hohen Alkoholkonzentrationen die Austauschfläche größer gestaltet werden als bei niederen Alkoholgehalten. Sie soll um so größer sein, je größer Q und je kleiner  $\vartheta$  ist, so daß für den Austauschvorgang das Verhältnis  $\frac{Q}{\vartheta}$ -ausschlaggebend ist. Wie aus Bild 68 hervorgeht, nimmt dieses Verhältnis auf den obersten Austauschböden

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> KIRSCHBAUM, EMIL: Der Rektifiziervorgang auf Verstärkungsböden. Z. VDI Bd. 77 (1933) Nr. 15, S. 401. Berlin: VDI-Verlag.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Siehe Fußnote 1, S. 199.

der Säule und damit bei hohen Alkoholkonzentrationen stark zu<sup>1</sup>. In einer Rektifiziersäule werden jedoch bislang sämtliche Rektifizierböden mit gleichen Abmessungen ausgeführt, so daß durch den in Bild 68 wiedergegebenen Verlauf der Q- und  $\vartheta$ -Linien bei hohen Alkoholkonzentrationen das Absinken des Verstärkungsverhältnisses (s. beispielsweise Bild 60) in diesem Konzentrationsgebiet erklärt wird.

Eine Reihe von Umständen deutet darauf hin, daß der Wärme- und Stoffaustausch auf einem Boden außer durch Wärmeleitung und Diffusion durch Turbulenz

bedingt ist. Bewegt sich § 2 auf einem Boden eine Dampfblase durch die Flüssigkeit, so wird an der Blasenoberfläche der Wärme- und Stoffaustausch auf die Grenzschichten zusammengedrängt. An der Vorder-seite der Blase in der Strömungsrichtung gesehen tritt Kondensation ein. Von der sich dort anlagernden Kondensatschicht strömt Wärme durch die Grenzschicht ab. Deshalb steigt die Temperatur in den zur Strömungsrichtung parallelen Flüssigkeitsgrenzschichten nach rückwärts zu an. An der Rückseite der Blase kann sich im Innern ein Dampfkern bilden, der aus neu entstandenem Dampf be-



Bild 68. Veränderung des Temperaturgefälles, des Bodenrücklaufverhältnisses  $v_B$  und der ausgetauschten Wärmemenge Q in einer Rektifiziersäule für Äthylalkohol-Wassergemische mit vollkommen arbeitenden Böden (Rücklaufverhältnis v = 4, Destillatgehalt  $x_E = 86$  Mol-%).

steht. Im vorderen Teil der Blase reichert sich der Dampf an, der durch Teilniederschlag verstärkt wird, während im rückwärtigen Teil sich in der Hauptsache Dampf befindet, der durch Wiederverdampfen entstanden ist. Eine Blase kann deshalb bei rascher Strömung beide Dampfarten enthalten, wodurch eine Konzentrationsänderung in der Blase bedingt ist, die bei Erreichung des vollkommenen Austausches verschwindet.

# VII. Der Wärmeverbrauch und die Rücklaufwärme des Blasenapparates mit Verstärkungssäule.

Bei der Bestimmung des Wärmeverbrauches eines absatzweise arbeitenden Rektifizierapparates ist zunächst die Wärmemenge zu berück-

Kirschbaum, Destillier- und Rektifiziertechnik.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> KIRSCHBAUM, EMIL: Über den Wirkungsgrad von Rektifizierböden. Chem. Fabrik Bd. 6 (1933) S. 431. Berlin: Verlag Chemie G. m. b. H.

sichtigen, welche zur Anwärmung des Blaseninhaltes auf Siedetemperatur vor Beginn der Destillation aufzuwenden ist. Während letzterer selbst wird der Destillierblase die Heizwärme zugeführt und es werden aus dem Apparatesystem die Wärmeverluste, die Kondensationswärme des Destillates und die Wärme zur Kühlung des flüssigen Erzeugnisses sowie die Wärmemenge zur Bildung des Rücklaufes abgeführt. Während die erstgenannten Mengen rechnerisch einfach zu erfassen sind, stellt die Bestimmung der Rücklaufwärme eine Aufgabe für sich dar. Sie ist durch diejenige Wärmemenge gegeben, welche im Rücklaufkondensator den Dämpfen zu entziehen ist, um den Rücklauf niederzuschlagen. Durch ihn ist nicht nur der Heiz- und Kühlmittelverbrauch bedingt, sondern auch, indem er die Lage der Verstärkungsgeraden festlegt, die erforderliche Bodenzahl.

Diejenige Wärmemenge, welche zur Erzeugung der Rücklaufmenge, die dem Mindestrücklaufverhältnis  $v_M$  entspricht, je Mengeneinheit (je Mol) Erzeugnis aus dem Rücklaufkondensator abgeführt werden muß, wird mit *spez. Mindestrücklaufwärme*  $Q_M$  [kcal/Mol] bezeichnet. Sie ist gegeben durch:

$$Q_{\boldsymbol{M}} = \boldsymbol{v}_{\boldsymbol{M}} \cdot \boldsymbol{r}, \tag{73}$$

wobei r durch die Beziehungen 45 und 47 bestimmt ist. Die spez. Mindestrücklaufwärme ist danach von  $v_M$  und damit von der Blasenkonzentration abhängig. Werden deshalb die Ordinatenwerte der Kurven a, b und c in Bild 65 mit r vervielfacht, so erhält man die Abhängigkeit des  $Q_M$  von dem Gehalt an Leichtersiedendem in der Blasenfüllung für ein Zweistoffgemisch. Die Ordinatenwerte des genannten Bildes, welche den Zahlenwert für das Mindestrücklaufverhältnis angeben, stellen auf Grund der Beziehung 73 auch das Verhältnis  $\frac{Q_M}{r}$  dar.

Die wirkliche spez. Rücklaufwärme  $Q_S$  [kcal/Mol], welche je Mengeneinheit des Erzeugnisses im Rücklaufkondensator abzuführen ist, kann für das wirkliche Rücklaufverhältnis v aus der Beziehung 67 ermittelt werden:

$$Q_S = v \cdot r = v_M \cdot z \cdot r \,. \tag{74}$$

Danach geben die Ordinatenwerte der Kurven des Bildes 65 das Zahlenverhältnis  $\frac{Q_S}{z \cdot r}$  wieder. Für eine Blasenkonzentration von  $x_{FB} = 10$  Mol-% Alkohol und mit z = 1,6 sowie r = 9600 kcal/Mol ergibt sich aus Linie *b* des Bildes 65, daß je Mol Erzeugnis

$$Q_S = 2,69 \cdot 1,6 \cdot 9600 = 41300$$
 kcal

zur Bildung des Rücklaufes abgeführt werden müssen. Werden die Werte für  $v_M$  in Bild 65 nicht nur mit  $z \cdot r$ , sondern auch noch mit der Menge E des Erzeugnisses vervielfacht, so erhält man die wirkliche gesamte Rücklaufwärme:

$$Q_R = E \cdot v \cdot r = E \cdot v_M \cdot z \cdot r \,. \tag{75}$$

Die Linien a, b und c in Bild 65 geben danach den kennzeichnenden Verlauf der gesamten Rücklaufwärme in Abhängigkeit von dem Gehalt an Leichtersiedendem in der. Blasenfüllung wieder.

#### 1. Die Rücklaufwärme bei gleichbleibender Destillatzusammensetzung.

Während der Destillation ändert sich die Konzentration der Blasenfüllung, weil der in der Blase gebildete Dampf eine andere Zusammensetzung hat als die Flüssigkeit. Besitzt ersterer mehr an Leichtersiedendem als letztere, so nimmt der Gehalt an Leichtersiedendem in der Blasenfüllung stetig ab. Soll dabei trotzdem die Zusammensetzung des Destillates  $x_E$  Mol-% an Leichtersiedendem gleichbleiben und wird ferner an der Betriebseinrichtung keine Umänderung vorgenommen, so daß auch die Bodenzahl gleich gehalten wird, so ist es erforderlich, während des

Betriebes das Rücklaufverhältnis zu steigern. Es sei zugrunde gelegt, daß diese Steigerung tetig so durchgeführt wird, daß  $x_E$  gleichbleibt. Dabei bestehen zwischen der Menge des Erzeugnisses E [Mol], der Menge der Blasentionen in letzterer und im Erzeugnis gewisse Gesamtrücklaufwärme ausschlaggebende Zusammenhänge. Diese sind im folgenden an Hand des Bildes 69 erläutert, dem die Gleichgewichtskurve des Gemisches Benzol-Toluol



Bild 69. Bestimmung der Destillatmenge eines absatzweise arbeitenden Rektifizierapparates bei gleichbleibender Zusammensetzung des Erzeugnisses.

zugrunde liegt. Durch die angenommene Destillatkonzentration  $x_E =$ 95 Mol-% Benzol ist der Punkt A auf der Diagonale gegeben. Der Rücklaufkondensator übe keine verstärkende Wirkung aus. Der Gehalt an Leichtersiedendem in der Blase zu Beginn der Destillation ist mit  $x_{F_1}$  und derjenige am Ende der Destillation mit  $x_{F_2}$  bezeichnet. Der in Bild 69 voll ausgezogene Treppenlinienzug zwischen der Gleichgewichtskurve und der Verstärkungsgeraden, welche für das bei Beginn der Destillation vorliegende Rücklaufverhältnis  $v_1$  gilt, gibt die Anzahl der theoretisch arbeitenden Böden an, welcher die Wirkung der Trennsäule gleichkommt, mit der eine Anreicherung von  $x_{F1}$  auf die Destillatkonzentration  $x_E$  erreicht wird. Am Ende der Destillation liege das Rücklaufverhältnis  $v_2$  vor, bei welchem sich die Blasenkonzentration  $x_{F_2}$ einstellt. Sie wird dadurch erhalten, daß man unter Zugrundelegung der gleichen theoretischen Bodenzahl den Treppenlinienzug zwischen Gleichgewichtskurve und der für  $v_2$  geltenden Verstärkungsgeraden zeichnet, wie er in Bild 69 durch die gestrichelt gezeichneten Linien

Die Rektifiziersäule.

angegeben ist. Es müssen dann die folgenden Mengengleichungen erfüllt sein, wenn während der Destillation die Blasenfüllung von dem Anfangswert  $B_1$  [Mol] auf den Endwert  $B_2$  [Mol] sinkt:

$$B_1 \cdot x_{F_1} - B_2 \cdot x_{F_2} = E \cdot x_E , \qquad (76)$$

$$B_1 - B_2 = E$$
, (77)

woraus folgt:

$$E = B_1 \frac{x_{F_1} - x_{F_2}}{x_E - x_{F_2}}.$$
 (78)

Das Verhältnis der in Gleichung 78 enthaltenen Konzentrationsdifferenzen ist auch gleich dem Verhältnis der in Bild 69 angegebenen Strecken a und b:

$$\frac{x_{F_1} - x_{F_2}}{x_E - x_{F_2}} = \frac{a}{b} \,. \tag{79}$$

Mit Hilfe der Gleichung 78 kann die von Beginn der Destillation an anfallende Destillatmenge E für eine beliebige zwischen den Grenzwerten  $x_{F_1}$  und  $x_{F_2}$  liegende Blasenkonzentration unter Beibehaltung der gleichen Anfangskonzentration  $x_{F_1}$  ermittelt werden. Dabei werden Verstärkungsgeraden gezeichnet, die zwischen denjenigen für  $v_1$  und  $v_2$ liegen, und mit der gleichen theoretischen Bodenzahl die zugeordneten Blasenfüllungskonzentrationen ermittelt, wie es in Bild 69 für die Endwerte  $x_{F_1}$  und  $x_{F_2}$  gezeigt ist. Für  $x_{F_1}$  ist E = 0. In Bild 69 kann beispielsweise für das Ende der Destillation an dem durch das Rücklaufverhältnis  $v_2$  gegebenen Punkt  $B_2$  der Ordinatenabschnitt mit  $o_2 =$ 10 Mol-% abgelesen werden, aus dem sich mit der Beziehung 65 das Rücklaufverhältnis errechnet zu:

$$v_2 = \frac{x_E}{o_2} - 1 = \frac{95}{10} - 1 = 8.5$$
.

Mit Gleichung 78 ermittelt sich unter Zugrundelegung einer Anfangsblasenfüllung von  $B_1 = 100$  Mol die am Ende der Destillation bei Erreichung der Blasenkonzentration  $x_{F_2}$  insgesamt anfallende Destillatmenge zu:

$$E = 100 \cdot \frac{47 - 17}{95 - 17} = 38,5 \text{ Mol},$$

wobei  $x_{F_1} = 47$  und  $x_{F_2} = 17$  Mol-% beträgt. Auf die gezeigte Art kann für die gleiche Anfangsfüllung von 100 [Mol] die bis zur Erreichung einer zwischen  $x_{F_1}$  und  $x_{F_2}$  liegenden beliebigen Blasenkonzentration anfallende Destillatmenge E bestimmt werden, deren Verlauf in Bild 69 angegeben ist. Es ist ersichtlich, daß die Destillatmenge E nach einem bestimmten Kurvenverlauf abnimmt. Deshalb ist in diesem Falle die gesamte. Rücklaufwärme durch die Beziehung

$$Q_R = r \cdot \int\limits_{v=v_1}^{v=v_2} v \cdot dE$$
(80)

gegeben. Die Abhängigkeit des E von v ist aus Bild 69 bekannt. Beispielsweise ergibt sich für einen Ordinatenabschnitt von o = 20, dem ein Rücklaufverhältnis von v = 3,75 entspricht, eine Blasenkonzentration von 28 Mol-%, woraus unter Benützung von Gleichung 78 eine Destillatmenge von 28,6 Mol folgt. In Bild 70 sind die zu bestimmten Rücklaufverhältnissen gehörigen Destillatmengen und dabei auch die v = 3,75zugeordnete Destillatmenge von E = 28,6 Mol aufgetragen. Der schraffierte Flächenstreifen mit der Breite dE stellt den Wert  $v \cdot dE$  dar und die Fläche unterhalb der E = f(v)-Kurve den Wert des in Gleichung 80 enthaltenen Integrales. Für das gewählte Beispiel wird dieser aus Bild 70 ermittelt zu:

$$v = v_s = 8,5$$
  
 $\int v \cdot dE = 205$  Mol.  
 $v = v_s = 1.72$ 

Die molare Verdampfungswärme des gewählten Gemisches Benzol-Toluol ergibt sich in Anbetracht der Beziehungen 45 und 47 sowie der

Zahlentafel 3 zu r = 7600 kcal je Mol, so daß zur Erzeugung von 38,5 Mol Destillat bei einer Anfangsfüllungsmenge von 100 Mol eine gesamte Rücklaufwärme von

 $Q_R = 7600 \cdot 205 = 1560\ 000\ \text{kcal}$ aufzuwenden ist. Auf Grund der Gleichung 3 beträgt das mittlere Molekulargewicht des Erzeugnisses  $\mu = 78.8$ , so daß sich die auf 1 kg Destillat bezogene Rücklaufwärme zu



Bild 70. Abhängigkeit der Erzeugnismenge vom Rücklaufverhältnis.

$$\frac{1560\ 000}{38.5\cdot78.8} = 510\ \text{keal/kg}$$

errechnet.

## 2. Die Rücklaufwärme bei gleichgehaltenem Rücklaufverhältnis.

Wird beim absatzweise arbeitenden Rektifizierapparat das Rücklaufverhältnis gleichgehalten und die Trennung stetig in derselben Säule durchgeführt, so muß sich zwangsläufig die Destillatzusammensetzung ändern. Einem Gehalt an Leichtersiedendem in der Blase entspricht in jedem Augenblick des Vorganges eine bestimmte Destillatzusammensetzung. Der Zusammenhang dieser beiden Größen ist in Bild 71 unter Zugrundelegung der Gleichgewichtskurve des Gemisches Benzol-Toluol gezeigt. Es ist angenommen, daß der Rücklaufkondensator so geschaltet ist (s. Bild 52), daß er keine Trennwirkung auf das Gemisch ausübt. Das Rücklaufverhältnis hat den Wert v = 3. Aus dem Gehalt  $x_{E_1}$ des Destillates bei Beginn der Destillation ist der auf der Diagonale liegende Punkt  $A_1$  bestimmt und durch v die Neigung  $\frac{v}{v+1}$  der Verstärkungsgeraden sowie der Punkt  $B_1$  mit dem Ordinatenabschnitt  $o_1 =$ 23,75. Die Wirkung der Trennsäule entspreche derjenigen von 4 theoretisch arbeitenden Rektifizierböden. Zeichnet man dafür den in Bild 71 voll ausgezogenen Linienzug zwischen der Gleichgewichtskurve und der Verstärkungsgeraden, so erhält man die Anfangsblasenzusammensetzung  $x_{F_1}$ . Die Destillation wird so weit durchgeführt, bis in einem bestimmten Augenblick die Apparatur ein Destillat mit der Zusammensetzung  $x_{E2}$  liefert, welche den Punkt  $A_2$  auf der Diagonale und mit dem gleichen Rücklaufverhältnis v den Punkt  $B_2$  auf der Ordinate festlegt. Mit der gleichen theoretischen Bodenzahl von vier ergibt sich mit Hilfe des in Bild 71 gestrichelt gezeichneten Treppenlinienzuges die Endkonzentration  $x_{F2}$  in der Blase. Während der Destillation hat in einem bestimmten Augenblick die Blasenfüllung einen Gehalt von  $x_F$  Mol-% und das Destillat von  $x_E$  Mol-% an Leichtersiedendem. Die in einer unendlich



Bild 71. Zusammenhang zwischen den Konzentrationen in der Blasenfüllung und im Erzeugnis eines absatzweise arbeitenden Rektifizierapparates bei gleichbleibendem Rücklaufverhältnis.

kleinen Zeit im Beharrungszustand anfallende Destillatmenge dE ist gleich der Abnahme dB der Blasenfüllung:

$$dB = dE . \tag{81}$$

Während derselben Zeit nimmt der Gehalt an Leichtersiedendem in der Blase um  $dx_F$  ab, so daß die Mengengleichung für den leichter siedenden Stoff

$$B \cdot x_F = dB \cdot x_E + (B - dB) (x_F - dx_F) \tag{82}$$

besteht. Aus ihr folgt:

$$\frac{dB}{B} = \frac{dx_F}{x_E - x_F} \,. \tag{83}$$

Wird die Menge der Blasenfüllung bei Beginn der Destillation mit  $B_1$  [Mol] und die Menge der Blasenfüllung am Ende der Destillation mit  $B_2$  bezeichnet, so geht Gleichung 83 über in:

$$\ln \frac{B_1}{B_2} = \int \frac{d x_F}{x_E - x_F} \,. \tag{84}$$

Die Lösung des Integrals der rechten Seite der Gleichung 84 kann zeichnerisch gefunden werden. Zu diesem Zweck wird der Wert  $\frac{1}{x_E - x_F}$  in Abhängigkeit von der Blasenkonzentration aufgetragen. Er wird ermittelt, indem für eine beliebige zwischen den Grenzwerten  $x_{E_1}$  und  $x_{E_2}$  liegende Destillatkonzentration  $x_E$  die Blasenfüllungskonzentration in der Weise bestimmt wird, wie es in Bild 71 für die Endkonzentrationen eingezeichnet ist. Man erhält auf diese Weise die in Bild 71 wiedergegebene  $\frac{1}{x_E - x_F}$ -Kurve. Der unter ihr liegende Flächenstreifen mit der Breite  $dx_F$  entspricht dem Wert  $\frac{dx_F}{x_E - x_F}$  und die gesamte Fläche unterhalb der erwähnten Kurve zwischen den Senkrechten auf der Abszisse bei den Werten  $x_{F_1}$  und  $x_{F_2}$  dem Werte des Integrals der rechten Seite der Gleichung 84. Er beträgt für das gewählte Beispiel und für die Konzentrationen von  $x_{E_1} = 95$ ,  $x_{E_2} - 70$ ,  $x_{F_1} = 40$  und  $x_{F_2} = 15$  Mol-%:

$$\int_{F_{F_{2}}=15}^{x_{F_{1}}=40} \frac{d x_{F}}{x_{E}-x_{F}} = 0,413,$$

so daß in Anbetracht der Gleichung 84 das Verhältnis der Menge der Blasenfüllung zu Beginn der Destillation zu der Menge der Blasenfüllung am Ende der Destillation

$$\frac{B_1}{B_2} = 1,51$$

beträgt. Legt man für die Blasenfüllung eine Anfangsmenge von  $B_1 = 100$  Mol zugrunde, so wird  $B_2 = 66,2$  Mol und E = 33,8 Mol. Die gesamte Rücklaufwärme für diese Destillatmenge ergibt sich zu

$$Q_R = r \cdot v \cdot E = 7600 \cdot 3 \cdot 33, 8 = 771000$$
 kcal

und die Rücklaufwärme je 100 Mol Destillat:  $Q_R = 2280000$  kcal.

Den mittleren Gehalt  $x_{EM}$  des Destillates liefert die Mengengleichung  $B_1 \cdot x_{F1} - B_2 \cdot x_{F2} = E \cdot x_{EM}$ 

 $\mathbf{z}\mathbf{u}$ 

$$x_{EM} = \frac{B_1 \cdot x_{F_1} - B_2 \cdot x_{F_2}}{E} \,. \tag{85}$$

Für das gewählte Beispiel wird  $x_{EM} = 87,1$  Mol-% Benzol. Das mittlere Molekulargewicht zu dieser Konzentration ergibt sich mit Gleichung 3 zu  $\mu = 79,9$ , so daß die auf ein Kilogramm Destillat bezogene Rücklaufwärme zu:

 $\frac{2\,280\,000}{100\cdot79,9} = 286 \text{ kcal/kg}$ 

bestimmt wird.

Bei den vorstehenden Berechnungen ist der Beginn und das Ende des Trennvorganges durch einen Beharrungszustand gekennzeichnet. Die Flüssigkeitsmengen, die sich auf den Austauschböden ansammeln, sind deshalb nicht berücksichtigt. Dies scheint geboten zu sein, weil diese Flüssigkeitsmengen sehr von der Konstruktion der Böden abhängen. 88 Der stetig arbeitende Rektifizierapparat mit Verstärkungs- und Abtriebsäule.

Letztere können auch so gebaut sein, daß sie sich am Ende eines Arbeitsganges nicht entleeren, so daß die Flüssigkeitsmasse auf ihnen für den folgenden neuen Arbeitsgang aufgespeichert wird.

Der absatzweise Betrieb kann in einen stetigen übergeführt werden, indem mehrere Destillierblasen mit Säulen hintereinander geschaltet werden. Das zu zerlegende Gemisch durchströmt dann in stetigem Strome eine Destillierblase nach der andern, wobei am Kopfe der Rektifiziersäule jeder Blase ein Stoff entnommen wird, während der am schwersten siedende Stoff die letzte der in seiner Strömungsrichtung hintereinander geschalteten Destilliereinrichtungen verläßt.

## E. Der stetig arbeitende Rektifizierapparat mit Verstärkungs- und Abtriebsäule.

### I. Bestimmung der Bodenzahl.

Die weitestgehende und stetige Zerlegung von Flüssigkeitsgemischen wird möglich, wenn die Destillierblase eines absatzweise arbeitenden Rektifizierapparates (s. Bild 55) durch eine besondere Rektifiziersäule ersetzt wird. Weil in dieser aus der Flüssigkeit das Leichtersiedende abgetrieben wird, wird sie *Abtriebsäule* genannt. In ihr sind Austauschböden untergebracht, die ebenso gebaut sind und wirken wie diejenigen in der Verstärkungssäule. Letztere ist am oberen Ende der Abtriebsäule angeschlossen. Im unteren Teil der Abtriebsäule ist die Heizvorrichtung untergebracht. Das zu trennende Gemisch strömt stetig an einer Stelle zwischen der Abtrieb- und der Verstärkungssäule zu und wird in den schwerer siedenden Ablauf und in das leichter siedende Destillat (Erzeugnis) zerlegt (s. Bild 72).

Die Verfolgung der Zustände im stetig arbeitenden Rektifizierapparat wird besonders einfach mit der Voraussetzung gleicher molarer Verdampfungswärmen der einzelnen Stoffe des zu trennenden Gemisches <sup>1, 2, 3, 4</sup>, wie es die folgenden Betrachtungen am Beispiele des Zweistoffgemisches zeigen. Zur Kennzeichnung werden alle Größen, die sich auf die Abtriebsäule beziehen, mit einem hochgestellten Strich (') als Zeiger versehen, so daß D' und F' die in der Abtriebsäule zwischen zwei beliebigen Böden strömende Dampf- bzw. Flüssigkeitsmenge in Mol/h, ferner  $x'_D$  Mol-% den Gehalt an leichter siedendem Stoff im Dampf und  $x'_F$  Mol-% den Gehalt an Leichtersiedendem in der Flüssigkeit bezeichnen. Wegen der Unveränderlichkeit der molaren Verdampfungswärmen stellt sowohl D' als auch F' eine in der ganzen Abtriebsäule gleichbleibende Größe dar.

Für die Verstärkungssäule gelten die Mengengleichungen 56 und 57, so daß auch die Gleichung 60 der Verstärkungsgeraden (Gerade für die Verstärkungssäule) volle Gültigkeit besitzt. Danach ist gemäß Bild 73 die Lage der Verstärkungsgeraden durch den Punkt A und durch den Punkt B festgelegt, die durch die Destillatkonzentration  $x_E$  und durch

<sup>&</sup>lt;sup>1-4</sup> Siehe Fußnoten 1-4, S. 64.

das Rücklaufverhältnis v gegeben sind. Letzteres stellt auch beim stetig arbeitenden Rektifizierapparat das Verhältnis der aus dem Rücklaufkondensator in die Verstärkungssäule zurückströmenden Flüssigkeits-

menge F [Mol/h] zur Destillatmenge E [Mol/h] dar, wie es in Gleichung 59 zum Ausdruck kommt.

Der Abtriebsäule entströmt am unteren Teile mit dem Gehalte  $x_A$ die Menge A [Mol/h] des Ablaufes, der in manchen Fällen selbst ein Erzeugnis darstellt. Es gelten die folgenden Mengengleichungen:

$$F' = D' + A \tag{86}$$

und

$$F' \cdot x'_F = D' \cdot x'_D + A \cdot x_A$$
. (87)

Die Zusammenfassung der beiden letzten Gleichungen führt zu der Beziehung:

$$x'_D = \frac{F'}{F'-A} \cdot x'_F - \frac{A}{F'-A} \cdot x_A . \quad (88)$$

In dieser Gleichung sind nur  $x'_D$  und  $x'_F$ veränderlich, so daß sie in Bild 73 durch eine Gerade dargestellt werden kann, welche die Abhängigkeit des Dampfgehaltes vom Flüssigkeitsgehalt zwischen zwei beliebigen Austauschböden angibt. Sie wird mit *Abtriebsgerade* oder "Gerade für die Abtriebsäule" bezeichnet. Setzt man in der letzten Gleichung  $x'_D = x'_F$ , so erhält man den Ordinatenwert, bei welchem die Abtriebsgerade die Diagonale des Schaubildes schneidet:

$$x'_D = x'_F = x_A$$
. (89)



Bild 72. Plan eines stetig arbeitenden Rektifizierapparates.

Der Schnittpunkt der Abtriebsgeraden mit der Diagonale ist in Bild 73 mit C bezeichnet. Ein zweiter Punkt zur Festlegung der Abtriebsgeraden wird als Schnittpunkt der Abtriebsgeraden mit der Verstärkungsgeraden gefunden. Dazu ist es erforderlich, eine Beziehung zwischen den in der Verstärkungs- und der Abtriebsäule strömenden Mengen aufzustellen. Strömt die Menge M [Mol/h] der zu trennenden Mischung, welcher allgemein eine Temperatur von  $t_M$  °C zugeordnet ist, im Sonderfalle mit der Siedetemperatur  $t_S$  der Flüssigkeit auf dem obersten Boden der Abtriebsäule (Einlaufboden) zu, so ist die in der Abtriebsäule nach unten fließende Flüssigkeitsmenge gleich der Summe der Rücklaufmenge der Verstärkungssäule und der zu trennenden Mischungsmenge:

$$F' = F + M. \tag{90}$$

#### 90 Der stetig arbeitende Rektifizierapparat mit Verstärkungs- und Abtriebsäule.

Ist die Zuflußtemperatur der Mischung jedoch kleiner als die Siedetemperatur auf dem Einlaufboden  $(t_M \langle t_S)$ , so wird auf letzterem eine bestimmte Dampfmenge niedergeschlagen, welche zur Anwärmung der zugeführten Mischung auf Siedetemperatur dient. Durch das hierbei entstehende Kondensat tritt eine Vergrößerung der Rücklaufmenge in der Antriebsäule ein, die in Anlehnung an Gleichung 90 durch die folgende



Bild 73. Ermittlung der Verstärkungs- und Abtriebs-

geraden sowie der theoretischen Bodenzahl der Verstärkungs- und der Abtriebsäule. Beziehung zum Ausdruck gebracht wird:

 $F' = F + e \cdot M$ . (91) Bezeichnet man mit  $q_M$ den Wärmeinhalt je Mol zuströmender Mischung mit der Temperatur  $t_M$ und mit  $q_S$  den Wärmeinhalt je Mol Flüssigkeit auf dem Einlaufboden mit der Siedetemperatur  $t_S$ , so ist e durch die Beziehung festgelegt:

$$e = \frac{r + q_S - q_M}{r} = \left. \left. \begin{array}{c} \\ 1 + \frac{q_S - q_M}{r} \\ \end{array} \right|$$
(92)

in der r die Verdampfungsbzw. Kondensations-

wärme je Mol bedeutet. Aus den Gleichungen 60, 88, 91 und aus den Beziehungen

sowie 
$$\begin{array}{c} x'_D = x_D \quad (93) \\ \end{array}$$

 $x'_F = x_F \qquad (94)$ 

ergibt sich der geometrische Ort der Schnittpunkte zwischen der Verstärkungsgeraden und der Abtriebsgeraden zu:

$$x_D = \frac{e}{e-1} \cdot x_F - \frac{x_M}{e-1} \,. \tag{95}$$

Da in dieser Gleichung e und  $x_M$  unveränderlich sind, stellt sie die Gleichung einer Geraden dar. Diese schneidet die Abszisse (Punkt D in Bild 73) bei dem Wert:

$$x_F = \frac{x_M}{e} , \qquad (96)$$

der dadurch erhalten wird, daß man in der vorletzten Gleichung  $x_D = 0$ setzt. Wird hingegen in derselben Gleichung  $x_D = x_F$  gesetzt, so erhält man den Schnittpunkt E mit der Diagonale, der durch den Ordinatenwert

$$x_D = x_F = x_M \tag{97}$$

gekennzeichnet ist. Die Verbindungsgerade von D mit E schneidet die Gerade für die Verstärkungssäule in dem Punkte F, welcher den gesuchten

zweiten Punkt der Abtriebsgeraden darstellt. Letztere ist nunmehr durch die Gerade zwischen den Punkten C und F festgelegt. Ein Punkt auf ihr gibt den Zusammenhang zwischen der Konzentration im Dampf und in der Flüssigkeit zwischen zwei beliebigen Böden der Abtriebsäule an.

Die theoretische Anzahl der Verstärkungsböden zur stetigen Zerlegung eines Gemisches mit der Anfangskonzentration  $x_M$  in die beiden

Gemische mit den Konzentrationen  $x_E$ und  $x_A$  ist mit dem an Hand des Bildes 57 erläuterten Verfahren gemäß Bild 73 durch die Anzahl der Eckpunkte  $I_u$ ,  $II_u$ ,  $III_u$  usw. auf der Verstärkungsgeraden gegeben, die man durch Einzeichnen des Treppenlinienzuges zwischen der Gleichgewichtskurve und der Verstärkungsgeraden von Punkt A ausgehend bis zum Punkte F unter der Annahme erhält, daß der Rücklaufkondensator keine verstärkende Wirkung ausübt. Auch für die Abtriebsäule ist zur Bestimmung der theoretischen Anzahl von Rektifizierböden vorausgesetzt, daß auf einem Boden Flüssigkeitsdurchmischung und vollkommener Austausch stattfindet. Daraus folgt, daß der von einem Abtriebsboden aufsteigende Dampf im Phasengleichgewicht mit der vom gleichen Boden ablaufenden Flüssigkeit steht. Der Zusammenhang zwischen der Konzentration in dem von einem Boden aufsteigenden Dampf und in der vom gleichen Boden ablaufenden Flüssigkeit ist dann durch einen Punkt auf Gleichgewichtskurve der gegeben. Die theoretische Anzahl der Abtriebsböden ergibt sich in ähnlicher Weise wie

 $x_{i_{j}}$ 



für die Verstärkungssäule durch die Anzahl der Eckpunkte  $I'_u$ ,  $II'_u$ ,  $III'_u$ usw., die man erhält, indem man von dem letzten (untersten) Eckpunkt auf der Verstärkungsgeraden (in Bild 73 Punkt  $IV_u$ ) ausgehend den *Treppenlinienzug* fortsetzt und ihn zwischen der Gleichgewichtskurve und der Abtriebsgeraden bis zum Punkte C zeichnet. Es ist dabei zugrunde gelegt, daß der von der Blase aufsteigende Dampf mit der Flüssigkeit in der Blase im Phasengleichgewicht steht. Für die Verhältnisse des Bildes 73, welchem die Gleichgewichtskurve des Gemisches Benzol-Toluol zugrunde liegt, ergibt sich eine theoretische Anzahl der Verstärkungsböden von 4 und eine theoretische Anzahl der Abtriebsbödenvon 3.

Aus Bild 73 ist die Beziehung abzulesen:

#### 92 Der stetig arbeitende Rektifizierapparat mit Verstärkungs- und Abtriebsäule.

die besagt, daß die Konzentration in dem in die Blase strömenden Rücklauf zwischen derjenigen in der Blasenfüllung selbst und der in dem von der Blase aufsteigenden Dampf liegt. Zur Verdeutlichung sind die Zusammensetzungen, welche in Bild 73 angegeben sind, auch im Plane des Bildes 74 an den Stellen eingetragen, für die sie gelten.



Bild 75. Bestimmung der theoretischen Bodenzahl der Verstärkungs- und der Abtriebsäule zur Trennung eines Äthylalkohol-Wassergemisches.

Bild 75 zeigt die Linienzüge für die Ermittlung der theoretischen Bodenzahlen eines stetig arbeitenden Rektifizierapparates zur Zerlegung eines Äthylalkohol-Wassergemisches mit 9 Gew.-% Alkohol (entsprechend 3,78 Mol-%) und einer Temperatur von  $t_M = 70^{\circ}$  C in Destillat mit 94,2 Gew.-% (entsprechend 86,4 Mol-%) Alkohol und in praktisch alkoholfreien Ablauf. Mit Gleichung 1a ergibt sich das mittlere Molekulargewicht der Mischung zu 19,1. Die Temperatur auf dem Einlaufboden beträgt 92° C. Dazu und zu einer Konzentration von 9 Gew.-% Alkohol wird aus Bild 76 ein Wärmeinhalt<sup>1</sup> von 89 kcal/kg und zu einer

<sup>1</sup> Bošnjakovič, F. u. I. A. GRUMBT: Wärmeinhalt flüssiger Äthylalkohol-Wassergemische. Forsch. Ing.-Wes. Bd. 2 (Dez. 1931) Nr. 12. Temperatur von 70° C und Alkoholgehalt demselben ein Wärmeinhalt von 66,5 kcal/kg abgelesen. Die molare Verdampfungswärme ist mit r = 9600 kcal/Mol gegeben. Mit Gleichung 92 ergibt sich damit der Zah-

$$e = 1 + rac{19,1 \cdot 89 - 19,1 \cdot 66,5}{9600} = 1,048$$
 .

ergibt sich damit der Zah-lenwert von e zu:  $e = 1 + \frac{19,1 \cdot 89 - 19,1 \cdot 66,5}{9600}$ = 1,048. In Bild 76 ist als Ordinate der Wärmeinhalt je kg Flüssig-keitsgemisch aufgetragen. Er stellt diejenige Wärmemenge dar, welche zuzuführen ist, um die Einzelstoffe in getrenntem Zustand von  $0^{\circ}$  C auf die jeweilige Temperatur in gemischtem Zustand zu bringen. Durch diese Festlegung ist es möglich, im Zahlenwert für den Wärmeinhalt die Wärme-(Mischungswärtönungen men) zu berücksichtigen.



Bild 76. Wärmeinhalt von flüssigen Äthylalkohol-Wassergemischen in Abhängigkeit von der Konzentration.



Bild 77. Die aus Bild 75 sich ergebende Abhängigkeit der Konzentrationen in der Flüssigkeit und im Dampf von der Bodenzahl eines stetig arbeitenden Rektifizierapparates zur Trennung von Äthylalkohol-Wassergemischen.

#### 94 Der stetig arbeitende Rektifizierapparat mit Verstärkungs- und Abtriebsäule.

Bild 75 ergibt eine theoretische Bodenzahl  $n_t$  der Verstärkungssäule von 23 und der Abtriebsäule von 6. Aus den Eckpunkten des gezeichneten Treppenlinienzuges können die Dampf- und Flüssigkeitskonzentrationen an beliebigen Stellen der Säule abgelesen werden. Sie sind in Bild 77 in Abhängigkeit von der Bodenzahl aufgetragen. Aus diesem geht hervor, daß die größten Konzentrationsunterschiede zwischen Dampf und Flüssigkeit auf den Austauschböden im unteren Teil der Verstärkungssäule auftreten.

Die wirklich erforderliche Bodenzahl n sowohl der Verstärkungs- wie auch der Abtriebsäule wird aus der theoretischen Bodenzahl  $n_t$  erhalten, indem letztere durch den mittleren Wert  $s_M$  des Austauschverhältnisses (Verstärkungsverhältnisses) geteilt wird, wie es Gleichung 64 angibt  $(s_M = 0.6$  bis 0.8, s. Abschnitt D IV 3a).

## II. Ermittlung des Mindestrücklaufverhältnisses eines stetig arbeitenden Rektifizierapparates zur Trennung eines Zweistoffgemisches.

Auch beim stetig arbeitenden Rektifizierapparat legt das Rücklaufverhältnis nicht nur die erforderliche Anzahl von Austauschböden und damit die Anschaffungskosten, sondern auch die Betriebsmittelkosten fest. Es wird aus einem Kleinstwert, dem *Mindestrücklaufverhältnis*  $v_M$ bestimmt. Dieses ist durch zwei Bedingungen gekennzeichnet: Es muß bei ihm die Bodenzahl unendlich groß sein und letztere wird endlich, sobald das Mindestrücklaufverhältnis um einen beliebig kleinen Betrag vergrößert wird.

In Bild 78 ist gezeigt, wie auf Grund der angegebenen Kennzeichnung das Mindestrücklaufverhältnis für die Trennung eines Zweistoffgemisches ohne ausgezeichneten Punkt, z. B. für das ideale Gemisch Benzol-Toluol, bestimmt wird, wenn der Destillatgehalt  $x_E$ , die Konzentration  $x_A$  des Ablaufes sowie der Gehalt an Leichtersiedendem  $x_M$  in der zu trennenden Mischung und deren Temperatur gegeben sind. Aus letzterer wird mit Hilfe der Beziehung 92 der Zahlenwert von e ermittelt, so daß in Bild 78 die Punkte D auf der Abszisse und E auf der Diagonale festgelegt sind. Ihre Verbindungsgerade, auf welcher alle Schnittpunkte zwischen der Verstärkungs- und der Abtriebsgeraden liegen müssen, schneidet die Gleichgewichtskurve im Punkte G mit dem Abszissenwert  $x_{G}$ . Die Geraden A G und GC stellen die Verstärkungs- und Abtriebsgeraden für das Mindestrücklaufverhältnis dar. Zeichnet man nämlich vom Punkt A ausgehend den Treppenlinienzug zwischen der Gleichgewichtskurve und der erwähnten Verstärkungsgeraden, so kann man nur bei einer unendlich großen Stufenzahl an den Punkt G gelangen. Gleiches gilt, wenn man vom Punkte C ausgehend den Treppenlinienzug für die Abtriebsgerade zwischen der Gleichgewichtskurve und der Abtriebsgeraden zeichnet. Im Punkte G wird sowohl die Bodenzahl im unteren Teil der Verstärkungssäule als auch im oberen Teil der Abtriebsäule unendlich groß. Die verlängerte Gerade A G schneidet auf der Ordinate den Wert

$$o_M = rac{x_E}{v_M + 1}$$

ab, dessen Zahlenwert abgelesen und aus dem das gesuchte Mindestrücklaufverhältnis mit Hilfe der Gleichung 65 berechnet werden kann. Für

Bild 78 ist beispielsweise ein Destillatgehalt von  $x_E = 95$  Mol-% zugrunde gelegt und der Ordinatenabschnitt  $o_M$  wird zu 39 Mol-% abgelesen. Daraus ergibt sich ein Mindestrücklaufverhältnis

$$v_M = \frac{95}{39} - 1 = 2,44 - 1$$
  
= 1,44.

Auch die zweite, für das Mindestrücklaufverhältnis genannte Kennzeichnung ist bei den Bild 78 zugrunde gelegten Verhältnissen erfüllt. Wird nämlich das Mindestrücklaufverhältnis um einen beliebig kleinen Betrag vergrößert, so nimmt die durch Punkt A gehende Verstärkungsgerade eine steilere Lage an, indem sie die Gerade DG zwischen den Punkten Eund G schneidet. Dieser Schnittpunkt stellt denjenigen zwischen der Verstärkungs- und der Abtriebsgeraden dar, mit denen sich eine endliche Bodenzahl ergibt.

Die zweitgenannte Bedingung für das Mindestrücklaufverhältnis kann jedoch bei entsprechend hohen Gehalten an Leichtersiedendem im Destillat bei solchen Flüssigkeitsgemischen, deren Gleichgewichtskurve einen Wendepunkt aufweist, wie es z. B. bei dem Gemisch



Bild 78. Zeichnerisches Verfahren zur Bestimmung des Mindestrücklaufverhältnisses zur Trennung eines idealen Zweistoffgemisches.



Bild 79. Zeichnerisches Verfahren zur Bestimmung des Mindestrücklaufverhältnisses zur Trennung eines Zweistoffgemisches, dessen Gleichgewichtskurve einen Wendepunkt aufweist.

Äthylalkohol -Wasser vorliegt, nur mit Hilfe eines besonderen Verfahrens erfüllt werden. Dieses Ermittlungsverfahren ist in Bild 79 gezeigt. In ihm ist durch die Konzentration des Destillates der Punkt A der Verstärkungsgeraden gegeben. Ferner ist der geometrische Ort der Schnittpunkte der Verstärkungs- und der Abtriebsgeraden durch die Zusammensetzung  $x_M$  und die Temperatur der zu trennenden Mischung festgelegt, aus denen mit Gleichung 92 der Beiwert e berechnet und die Punkte D und E gefunden werden. Ihre Verbindungsgerade schneidet die Gleichgewichtskurve im Punkte G mit dem Abszissenwert  $x_{G}$ . Die Gerade AG liefert mit der Gleichgewichtskurve drei Schnittpunkte. Dies hat zur Folge, daß die Stufenzahl auch dann noch unendlich groß bleibt, wenn dasjenige Mindestrücklaufverhältnis um einen beliebig kleinen Betrag vergrößert wird, welches aus dem Abschnitt ermittelt wird, den die Gerade AG auf der Ordinate angibt. Deshalb muß das Mindestrücklaufverhältnis mit Hilfe der Gleichung 65 aus dem Ordinatenabschnitt  $o_M$  berechnet werden, welchen die Gerade ergibt, die durch den Punkt A geht und die Gleichgewichtskurve beim Abszissenwert  $x_{FT}$ im Punkt T berührt. Diese schneidet die Gleichgewichtskurve im Punkte H mit dem Abszissenwert  $x_{H}$ . Wird das aus dem so erhaltenen Ordinatenabschnitt  $o_M$  ermittelte Rücklaufverhältnis um einen beliebig kleinen Betrag vergrößert, so nimmt die Verstärkungsgerade einen steileren Verlauf an als die Tangente A T und sie schneidet die Gleichgewichtskurve nur in einem Punkt, dessen Abszissenwert kleiner ist als  $x_{H}$ . Das Mindestrücklaufverhältnis ist nach dem gezeigten Tangentenverfahren bei den Fällen zu ermitteln, bei welchen der Abszissenwert  $x_G$  des Schnittpunktes G zwischen den Abszissenwerten  $x_H$  und  $x_{FT}$ liegt. Für diesen Konzentrationsbereich ergibt sich demnach ein gleiches Mindestrücklaufverhältnis. Es wird größer für Werte von  $x_G$ , die kleiner sind als  $x_H$  und es wird kleiner als der genannte konstant bleibende Wert für  $x_{G}$ -Werte, die größer sind als  $x_{FT}$ .

Die aus Bild 65 zu entnehmenden Zahlenwerte des Mindestrücklaufverhältnisses für das ideale Gemisch Benzol-Toluol und für das Gemisch Äthylalkohol-Wasser gelten nicht nur für den absatzweise arbeitenden Rektifizierapparat, sondern auch für den stetig Arbeitenden, wenn an die Stelle der auf der Abszisse aufgetragenen Blasenkonzentration  $x_{FB}$ die aus Bild 78 und 79 ersichtlichen Abszissenwerte für  $x_G$  gesetzt werden. Nur bei Destillatgehalten, die größer sind als 70 Mol-% an Leichtersiedendem, hat das Mindestrücklaufverhältnis über einen bestimmten Bereich von  $x_G$  einen gleichbleibenden Wert, wie es die Linie *b* in Bild 65 zeigt. Für eine Destillatkonzentration von 70 Mol-% Alkohol nimmt gemäß Linie *c* das Mindestrücklaufverhältnis bereits stetig mit zunehmendem Werte von  $x_G$  ab. Letzteres trifft bei idealen Gemischen allgemein zu, wie es in der genannten Abbildung Linie *a* für einen Destillatgehalt von  $x_E = 98$  Mol-% an Leichtersiedendem zeigt.

## III. Das wirkliche Rücklaufverhältnis eines stetig arbeitenden Rektifizierapparates.

Die Betriebsmittelkosten, welche sich aus den Kosten für das Heizmittel und das Kühlwasser zusammensetzen, haben ihren geringsten Wert beim Mindestrücklaufverhältnis und nehmen stetig mit steigendem Rücklaufverhältnis gemäß Bild 80 zu. Im gleichen Sinne verändern sich Größe und Anschaffungskosten der Wärmeaustauscher eines Rektifizierapparates. Weil jedoch mit zunehmendem Rücklaufverhältnis die Bodenzahl abnimmt und die Anschaffungskosten sich aus denen für die Wärmeaustauscher und für die Säule mit Zubehör zusammensetzen, weisen diese einen Kleinstwert auf (s. Bild 80). Die Gesamtkosten sind durch die Summe aus den Betriebsmittel- und Anschaffungskosten gegeben, so daß die Summenkurve gemäß Bild 80 ebenfalls einen Kleinst-

wert ergibt. Er liegt bei dem für die Berechnung und den Betrieb eines Rektifizierapparates zugrunde zu legenden *günstigsten* wirklichen Rücklaufverhältnis. Dieses wirkliche Rücklaufverhältnis v stellt nach der Beziehung 67 ein Vielfaches  $z \cdot v_M$ vom Mindestrücklaufverhältnis dar, wobei der Zahlenwert für z im allgemeinen zwischen 1,3 und 10 liegt. Wird beispielsweise für einen Apparat zur Herstellung von hochprozentigem Äthylalkohol aus einer Maische mit 9 Gew.-% Alkohol ein Mindestrücklaufverhältnis von 2,7 ermittelt, wie es auch aus Bild 65 hervorgeht, so wird dem Ent-



Bild 80. Anschaffungs- und Betriebskosten in Abhängigkeit vom Rücklaufverhältnis und Bestimmung des günstigsten Rücklaufverhältnisses.

wurf des Apparates ein wirkliches Rücklaufverhältnis zugrunde gelegt, das zwischen 4 und 4,5 liegt. Bei der Destillation und Rektifikation von Erdölen, die unter Atmosphärendruck arbeiten, kommen Werte für das Rücklaufverhältnis von im Mittel v=7 in Betracht.

## IV. Beziehungen zwischen Mengen und Konzentrationen.

Im Beharrungszustand müssen die dem Apparat zuströmenden Gesamtmengen und die Mengen an Leichtersiedendem gleich denjenigen sein, welche die Apparatur verlassen:

$$M = E + A$$
,  
 $M \cdot x_M = E \cdot x_E + A \cdot x_A$ .

Aus diesen Gleichungen ergibt sich die Beziehung zwischen Mengen und Konzentrationen:

$$M = E \cdot \frac{x_E - x_A}{x_M - x_A} = E \cdot \frac{a}{b} .$$
(98)

Die Strecken a und b sind in Bild 73 angegeben.

Kirschbaum, Destillier- und Rektifiziertechnik.

## V. Der Wärmeverbrauch.

Für die Bestimmung des Wärmeverbrauches eines stetig arbeitenden Rektifizierapparates ist der Zahlenwert für die Rücklaufwärme ausschlaggebend. Sie stellt diejenige Wärmemenge dar, welche im Rücklaufkondensator zur Bildung des Rücklaufes abgeführt werden muß und wird nach den auch für den absatzweise arbeitenden Apparat geltenden



Bild 81. Plan eines stetig arbeitenden Rektifizierapparates zur Bestimmung des Wärmebedarfes.

Gleichungen 73, 74 und 75 bestimmt. Es kann hierbei in Gewichtseinheiten gerechnet werden.

Für die Ableitung einer Gleichung zur Bestimmung der zur Trennung eines Gemisches erforderlichen Heizwärme Q[kcal/h] ist in Bild 81 angenommen, daß der gesamte, in den Rücklaufkondensator strömende Dampf niedergeschlagen wird, so daß aus ihm sowohl der Rücklauf als auch die Erzeugnismenge  $E \left[ \frac{kg}{h} \right]$  in flüssiger Form und mit der Temperatur  $t_{Es}$  [°C] abfließt (s. Bild 81). Die zu trennende Mischungsmenge M [kg/h] strömt dem Apparat mit der Temperatur  $t_M$  [°C] zu, während ihn die Ablaufmenge A [kg/h] mit der Temperatur  $t_A$  [° C] verläßt. Dem flüssigen Erzeugnis mit der Siedetemperatur  $t_{Es}$ , der zu trennenden Mischung und dem Ablauf sind die Wärmeinhalte  $i_{Es}$ ,  $i_M$  und  $i_A$  kcal je Kilogramm Gemisch bei den vorliegenden Temperaturen und Konzentrationen zugeordnet.

Sie stellen diejenigen Wärmemengen dar, welche den getrennt vorliegenden Einzelstoffen von 0° C zuzuführen sind, um sie nach ihrer Durchmischung auf die jeweilige Temperatur zu erwärmen. Infolge dieser Festlegung sind im Zahlenwert für den Wärmeinhalt bereits die Mischungswärmen berücksichtigt, welche den Heizwärmeaufwand beeinflussen können (s. dazu Gleichung 125). Aus dem Rücklaufkondensator muß bei der gewählten Schaltung nicht nur die Rücklaufwärme  $Q_R$  [kcal/h], sondern auch die beim Kondensieren des Erzeugnisses freiwerdende Wärmemenge  $Q_K$  [kcal/h] abgeführt werden. Dabei ist es gleichgültig, ob Kühlwasser oder der Apparatur zugeführte Mischung diese Wärmemengen aufnehmen. Aus dem in Bild 81 gestrichelt gezeichneten Wärmebilanzschnitt läßt sich unter Vernachlässigung von Wärmeverlusten die für die Bestimmung des Wärmeverbrauches eines stetig arbeitenden Rektifizierapparates maßgebende Gleichung angeben:

$$Q = Q_R + Q_K + E \cdot i_{Es} + A \cdot i_A - M \cdot i_M. \tag{99}$$

Diese Beziehung besagt, daß die Temperatur  $t_E$ , mit der das Erzeugnis die Apparatur verläßt, ohne Einfluß auf den Wärmeverbrauch ist. Sie ist lediglich für die Bestimmung des Kühlwasserverbrauches ausschlaggebend. Gleichung 99 hat allgemein und unabhängig davon Gültigkeit, ob die zu trennende Mischung durch den Ablauf noch vorgewärmt wird oder nicht. Ob letzteres der Fall ist oder nicht, kommt lediglich in dem Zahlenwert von  $t_M$  und  $i_M$  zum Ausdruck. Soll der Wärmeverlust berücksichtigt werden, so muß der ihn angebende Zahlenwert zu dem Ausdruck der rechten Seite der Gleichung 99 hinzugezählt werden.



Bild 82. Wärmeinhalt von Petroleum-Ölfraktionen in Abhängigkeit von der Temperatur.

In Bild 76 sind die Wärmeinhalte flüssiger Äthylalkohol-Wassergemische für verschiedene Temperaturen in Abhängigkeit von der Zusammensetzung unter Berücksichtigung der Wärmetönungen angegeben<sup>1</sup>. Ferner sind in Bild 82 die Wärmeinhalte von flüssigen und dampfförmigen Erdölfraktionen für verschiedene spez. Gewichte in Abhängigkeit von der Temperatur aufgetragen<sup>2</sup>. In das gleiche Bild sind auch Werte von mehrfach gekrackten Ölen aufgenommen, die eine andere chemische Zusammensetzung als die Fraktionen des Erdöles aufweisen und die trotzdem unter Berücksichtigung der spez. Gewichte mit den Wärmeinhaltswerten der nicht gekrackten Öle besonders bei niedrigen Temperaturen gut übereinstimmen. Der geringe Einfluß des Ursprungs

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 92.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> WEIR, H. M. u. G. L. EATON: Heat Content of Petroleum-Oil Fractions at elevated Temperatures. Industr. Engng. Chem. Bd. 24 (Febr. 1932) Nr. 2.
des Öles auf die in Bild 82 wiedergegebenen Wärmeinhaltswerte ist durch verschiedene Messungen bestätigt  $^1$ .

Gleichung 99 ist allgemein und auch dann anwendbar, wenn die Flüssigkeitsgemische nicht nur aus zwei, sondern aus mehr als zwei Stoffen zusammengesetzt sind. Sie gilt vor allem auch dann, wenn das Erzeugnis nicht im Rücklaufkondensator, sondern im Kondensatorkühler niedergeschlagen wird. Auch in diesem Falle ist der Wärmeinhalt  $i_{Es}$  auf die Kondensationstemperatur zu beziehen.

Die Vorteile des stetig arbeitenden Rektifizierapparates liegen nicht nur in der einfacheren Betriebsweise und in dem Erhalt eines von Leichtersiedendem weitestgehend befreiten Rückstandes und des reinsten Destillates, sondern auch darin, daß für die Herstellung eines Erzeugnisses mit dem höchsten Gehalt an Leichtersiedendem der geringste Wärmeverbrauch erzielt wird. Dies liegt darin begründet, daß das Rücklaufverhältnis gleich niedrig gehalten werden kann, während es beim absatzweise arbeitenden Rektifizierapparat zur Gewinnung eines Erzeugnisses mit dem gleich hohen Gehalt an Leichtersiedendem wie beim stetig arbeitenden Apparat während des Arbeitsganges vergrößert werden muß. Daraus folgt, daß der Dampfverbrauch des absatzweise arbeitenden Rektifizierapparates bei gleicher Zusammensetzung des Erzeugnisses wesentlich größer ist und je nach den Verhältnissen ein Vielfaches von dem des stetig arbeitenden Rektifizierapparates beträgt. Der absatzweise arbeitende Apparat ist deshalb für kleine Mengen zweckmäßig und auch dann, wenn mehrere nicht sehr scharf voneinander getrennte Fraktionen hergestellt werden sollen. Die Tatsache, daß sich in der Destillierblase große Mengen von festen Bestandteilen ohne wesentliche Beeinträchtigung des Betriebes absetzen können, ist ein Vorteil des absatzweise arbeitenden Apparates.

Zahlenbeispiel: Es ist der Dampfverbrauch je kg Destillat zu bestimmen für den Fall, daß aus einem Äthylalkohol-Wassergemisch mit  $\xi_M = 10$  Gew.- % Alkohol ein Destillat mit  $\xi_E = 94$  Gew.- % erzeugt werden soll, daß der Ablauf alkoholfrei ist ( $\xi_A = 0$ ), daß die Mischung bei einer Siedetemperatur auf dem Einlaufboden von  $t_S = 92^{\circ}$  C mit  $t_M = 70^{\circ}$  C dem Apparat zuströmt und daß das Rücklaufverhältnis den Zahlenwert v = 4 hat. Die Mischung wird von 25° C auf 70° C im Rücklaufkondensator angewärmt.

Lösung: Mit Hilfe der Gleichung 98 wird die Mischungsmenge errechnet zu:

$$M = 1 \cdot \frac{94 - 0}{10 - 0} = 9,4 \text{ kg/h},$$

womit sich eine Ablaufmenge von:

$$4 = 9,4 - 1 = 8,4 \text{ kg/h}$$

ergibt. Nach Zahlentafel 3 und Gleichung 47 hat die molare Verdampfungswärme einen Wert von r = 9600 kcal/Mol. Gleichung 1a liefert ein mittleres Molekulargewicht des Destillates von

$$\mu_E = \frac{100}{\frac{94}{46,05} + \frac{6}{18,01}} = 42.1 \,,$$

woraus eine Verdampfungswärme je k<br/>g Destillat und je k<br/>g Rücklauf von  $\varrho=9600:42,1=228$  kcal/kg folgt. Diese Zahl erhält man auch unter Benützung

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> WATSON, K. M. u. E. F. NELSON: Improved Methods for Approximating Critical and Thermal Properties of Petroleum Fractions. Industr. Engng. Chem. Bd. 25 (Aug. 1932) Nr. 8.

der Gleichung 44, in welcher für die Verdampfungswärme des Äthylalkohols<sup>1, 2</sup> der Wert  $\varrho_1 = 208 \text{ kcal/kg}$  und für Wasser  $\varrho_2 = 540 \text{ kcal/kg}$  eingeführt wird. Die Wärmeinhalte werden aus Bild 76 für die Temperaturen des Erzeugnisses mit  $t_{E_8} =$ 78,2°C und der Mischung mit  $t_M = 70^\circ$  C sowie zu den jeweiligen Konzentrationen abgelesen zu  $i_{E_8} = 53 \text{ kcal/kg}$  und  $i_M = 66 \text{ kcal/kg}$ . Wegen des kleinen Überdruckes in der Destillierblase wird für den alkoholfreien Ablauf ein Wärmeinhalt von  $i_A = 104 \text{ kcal/kg}$  zugrunde gelegt. Zu der gegebenen Temperatur von 92° C auf dem Einlaufboden, welche der Konzentration des Abszissenwertes des Schnittpunktes Fder Verstärkungs- und der Abtriebsgeraden (s. Bild 73) zugeordnet ist, errechnet

sich mit Gleichung 92 der Zahlenwert für e zu 1,048. Den in Gleichung 99 enthaltenen Wärmemengen entsprechen dann folgende Zahlenwerte:

 $Q_R = 1 \cdot 4 \cdot 228 = + 912 \, {
m kcal/h} \ Q_E = 1 \cdot 228 = + 228 \ ,, \ E \cdot i_{E_S} = 1 \cdot 53 = + 53 \ ,, \ A \cdot i_A = 8, 4 \cdot 104 = + 873 \ ,, \ -M \cdot i_M = 9, 4 \cdot 66 = -621 \ ,, \ Q = 1445 \, {
m kcal/h}$ 

Hat der Heizdampf eine Kondensationswärme von 540 kcal/kg, so ergibt sich für ein Kilogramm je Stunde Erzeugnis ein Dampfverbrauch von  $\frac{1445}{540} = 2,68$  kg/h.

Die Zusammenstellung der einzelnen Wärmemengen zeigt, daß zur Erzeugung des Rücklaufes eine im Vergleich zu den anderen Werten große Wärmemenge abzuführen ist und daß auch ein erheblicher Wärmebetrag mit dem Ablauf den Rektifizierapparat verläßt. Dies kommt in dem Wärmestrombild 83 zum Ausdruck, welches für das durchgerechnete Beispiel gilt und in dem



Bild 83. Wärmestrombild eines stetig arbeitenden Rektifizierapparates.

die Größen der einzelnen Wärmeströme maßstäblich wiedergegeben sind. Für das gleiche Beispiel zeigt Bild 84 das Mengenstrombild, das ebenfalls die Mengen maßstäblich wiedergibt.

Es ist naheliegend, den Wärmeverbrauch eines Rektifizierapparates dadurch zu erniedrigen, daß die in die Apparatur strömende Mischung durch die in dem Ablauf enthaltene Wärme möglichst hoch angewärmt wird. Dieser Weg ist beispielsweise bei der Verarbeitung niedrigprozentiger Maischen auf Sprit besonders lohnend. Eine Aufgabe für sich stellt in diesem Falle die Ermittlung der günstigsten Zulauftemperatur der

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Z. ges. Kälteind. Bd. 39 (1932) Nr. 12.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> LANDOLT-BÖRNSTEIN: Physik.-chem. Tabellen Bd. 1, S. 449, 457; Bd. 2, S. 1266, 1480.

102 Der stetig arbeitende Rektifizierapparat mit Verstärkungs- und Abtriebsäule.

Mischung dar. Je höher nämlich die Mischung vorgewärmt wird, desto größer wird in Gleichung 99 der Betrag für  $M \cdot i_M$ , desto größer wird aber auch gleichzeitig die Rücklaufwärme  $Q_R$ , so daß sich bei einer bestimmten Zulauftemperatur ein kleinster Wärmeverbrauch ergibt. Diese günstigste Zulauftemperatur liegt bei niedrigprozentigen Maischen mit einer Konzentration von 0,75 bis 1,5 Gew.-% Äthylalkohol bei  $t_M = 80 \div 85^{\circ} C^{-1}$ .

Während bei der Berechnung des Wärmeverbrauches die Mengen in Kilogramm und die Konzentrationen in Gew.-% angegeben werden.





Mengenstrombild eines stetig arbeitenden Rektifizierapparates. ist es zweckmäßg, bei der Bestimmung der Stufenzahl und des Säulendurchmessers in molaren Einheiten zu rechnen.

Zahlenbeispiel: Für die Verhältnisse des zuletzt behandelten Beispieles soll die Destillatmenge 180 Liter/h betragen, die bei einem spez. Gewicht<sup>2</sup> von 0,81134 kg/dem<sup>3</sup> bei 15° C einer Menge von 146 kg/h entspricht und diese einer Menge von

$$E = \frac{146}{42,1} = 3,47 \text{ Mol/h}$$
.

Daraus ergibt sich die in der Verstärkungssäule nach oben strömende und gleichbleibende Dampfmenge

$$D = 3,47 \cdot (4 + 1) = 17,36 \text{ Mol/h}$$

und eine Rücklaufmenge von  $F = 3,47 \cdot 4 = 13,89$  Mol/h. Mit dem Molekulargewicht des Wassers von 18,01 errechnet sich die Ablaufmenge zu

$$A = \frac{8.4 \cdot 146}{18.01} = 68.33 \text{ Mol/h}$$

und die Zulaufmenge zu

$$M=A+D=68,\!33+3,\!47=71,\!8\,{
m Mol/h}$$
 .

Dieser Zahlenwert wird auch aus Gleichung 98 erhalten, in welcher  $x_E = 86,2$  Mol-% Alkohol (entsprechend  $\xi_E = 94$  Gew.-%) und  $x_M = 4,17$  Mol-% Alkohol (entsprechend  $\xi_M = 10$  Gew.-%) gesetzt wird. Er ist ferner durch den Quotienten  $\frac{9,4 \cdot 146}{19,15}$  gegeben, in welchem 19,15 das mittlere Molekulargewicht der 10 Gew.-%

Alkohol enthaltenden Mischung darstellt. Gleichung 91 liefert die in der Abtrieb-

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> SCHIMUNEK, J., A. SCHWAB u. W. TAPP: Der Einfluß der Zulauftemperatur bei der Verarbeitung von niedrigprozentigen Maischen auf Sprit. Chem. Fabrik Bd. 10 (1937) Nr. 27/28.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Siehe Fußnote 1 und 2, S. 57.

säule nach unten fließende Flüssigkeitsmenge zu  $F' = 13,89 + 1,048 \cdot 71,8 = 89,14$  Mol/h, woraus sich die durch die Abtriebsäule strömende Dampfmenge zu D' = F' - A = 89,14 - 68,33 = 20,81 Mol/h

errechnet.

# VI. Möglichkeiten zur Verringerung des Wärmeverbrauches.

### 1. Stufenanordnung.

Bei den Rektifizierapparaten besteht ähnlich wie bei den Verdampfapparaten die Möglichkeit, die Abwärme eines Apparates zur Beheizung

eines anderen zu benützen. Abwärme fällt beim Rektifizierapparat vor allem im Rücklaufkondensator an. Dieser kann deshalb als Erzeuger von Dampf benützt werden, welcher zur Beheizung eines zweiten Apparates dient. Um dabei ein zur Dampfbildung im Rücklaufkondensator nötiges Temperaturgefälle zu erhalten, ist es meist erforderlich, denjenigen Rektifizierapparat, dessen Abwärme ausgenützt wird, mit einem höheren Druck zu betreiben als den Apparat, dem die Abwärme zugute kommt. Dieser Weg ist dann besonders zweckmäßig, wenn im Rahmen eines Rektifikationsverfahrens eine Säule unter Druck arbeiten muß, so daß die Vorbedingungen für die Anwendung des Stufenverfahrens vorgegeben sind, wie es beispielsweise bei dem Alkoholentwässerungsverfahren der Fall ist, bei welchem das aus Äthylalkohol, Wasser und Entziehungsstoff bestehende Gemisch unter Überdruck rektifiziert wird<sup>1</sup>. Das einfachste Vorbild des Stufenverfahrens gibt der Rektifizierapparat zur Zerlegung von flüssiger Luft ab. Bei diesem werden zwei unmittelbar übereinander angeordnete Säulen angewendet, wobei die untere Säule mit einem Überdruck von 5 bis 6 Atm. und die darüberliegende Säule unter Atmosphärendruck arbeitet (s. Bild 85). Diese Anordnung ist in baulicher Hinsicht auch deshalb vorbildlich, weil der Rücklaufkondensator d (Bild 85) der Hochdrucksäule gleichzeitig die Destilliervorrichtung der Niederdrucksäule darstellt.

Es ist auch schon vorgeschlagen worden <sup>2</sup>, nur die Abtriebsäule eines stetig arbeitenden Apparates mit Überdruck zu betreiben und diese mit Heizdampf von entsprechend hohem Druck zu beschicken.



Bild 85. Zweisäulenapparat zur Zerlegung flüssiger Luft.
a, d Wärmeaustauschvorrichtnngen.
b, e Drosselventile.
c, f, g Stoffein- und -austritt.

Der aus der Abtriebsäule entweichende Dampf wird dabei in eine Wärmeaustauschvorrichtung geleitet, in welcher Dampf erzeugt wird, der in eine 1 Siehe Fußnote 4, S. 149.

<sup>2</sup> OTHMER, DONALD F.: Vapor Re-Use Process. Industr. Engng. Chem. Bd. 23 (Dez. 1936) Nr. 12.

über dieser Einrichtung angeordnete Rektifiziersäule, strömt, während das Kondensat über einen Kondenstopf dem mittleren Teil dieser Rektifiziersäule zugeführt wird. Dieses Kondensat hat einen höheren Gehalt an Leichtersiedendem als die der Abtriebsäule zugeführte Mischung. Daraus folgt, daß die über der Wärmeaustauschvorrichtung angeordnete Rektifiziersäule mit einem gegenüber der üblichen Anordnung kleineren Rücklaufverhältnis betrieben werden kann, woraus sich ein kleinerer Säulen-



Bild 86. Auswertung der Abwärme einer Abtriebsäule durch Dampfverdichtung.

Der alkoholfreie Ablauf der Abtriebsäule 1 des Apparates zur Trennung eines Äthylalkohol-Wassergemisches wird durch die Leitung 2 in das Entspannungsgefäß 3 geführt, aus welchem das Abwasser durch die Leitung 4 unten abströmt und aus welchem der bei der Entspannung entstandene Dampf durch die Leitung 5 dem Strahlverdichter 6 zugeführt wird, der mit Heizdampf durch die Leitung 7 gespeist wird und der den expandierten Heizdampf und den verdichteten durch die Leitung 5 angesaugten Dampf durch die Leitung 8 dem unteren Teil der Abtriebsäule zur Beheizung zuführt.

durchmesser und eine Verminderung des Kühlwasserverbrauches ergibt. Es ist aber zu bedenken, daß bei dieser Anordnung die Abtriebsäule unter Überdruck arbeiten muß und sie mit der gleichen Heizdampfmenge wie bei der üblichen Anordnung, jedoch mit Dampf von höherem Heizdampfdruck beschickt werden muß, wobei lediglich Überschußdampf von Atmosphärendruck in der erwähnten Wärmeaustauschvorrichtung anfällt.

## 2. Dampfverdichtung (Wärmepumpe).

Nach dem Vorbild der Verdampfapparate mit Brüdenverdichtung können die vom obersten Boden einer Säule aufsteigenden Dämpfe zur Erhöhung ihrer Kondensationstemperatur verdichtet und als Heizdampf für die Destillierblase desselben Apparates benützt werden. Das hierbei gebildete Kondensat wird zum Teil als Rücklauf auf die Säule aufgegeben, während der restliche Teil das Erzeugnis darstellt. Die Verdichtung der Dämpfe muß so weit getrieben werden, daß sich eine Steigerung der Kondensationstemperatur ergibt, die nicht nur durch das zur Wärmeübertragung in der Destillierblase notwendige Temperaturgefälle bestimmt ist, sondern auch durch den Unterschied der Siedetemperaturen zwischen der Flüssigkeit in der Destillierblase und auf dem obersten Boden der Verstärkungssäule. Wegen dieses zusätzlichen Temperaturunterschiedes scheint die geschilderte Art der *Wärmerückgewinnung durch Brüdenverdichtung* bei solchen Flüssigkeitsgemischen wenig oder nicht aussichtsreich zu sein, deren einzelne Stoffe weit auseinanderliegende Siedetemperaturen aufweisen. Liegen die Siedetemperaturen der Einzelstoffe nahe beieinander, so ist das gezeigte Verfahren bei Betrieb unter Unterdruck aussichtsreicher, weil bei gleichem Temperaturgefälle auf beiden Seiten der Heizfläche der Frischdampfverbrauch mit abnehmender Siedetemperatur in der Destillierblase sinkt<sup>1</sup>.

Das durch die verschiedenen Siedetemperaturen der Gemische und durch Temperaturgefälle für die Wärmeübertragung gegebene Druckgefälle kann durch besondere Maßnahmen beseitigt werden, wie es beispielsweise das Verfahren des Bildes 86 zeigt<sup>2</sup>.

# VII. Aufstellung von stetig arbeitenden Rektifizierapparaten zur Trennung von Zweistoffgemischen.

Die Anordnung und gegenseitige Lage der einzelnen Teile eines stetig arbeitenden Rektifizierapparates beeinflußt nicht nur die Bedienungsmöglichkeit und die Sicherheit des Betriebes, sondern vor allem auch die Kosten der Unterstützungsbauteile und des Gebäudes, in dem der Apparat aufgestellt ist. Meist wird die Verstärkungssäule unmittelbar auf die Abtriebsäule aufgesetzt, wie es Bild 87 am Beispiele eines Rektifizierapparates zur Erzeugung von hochkonzentriertem Azeton zeigt. Der Rücklaufkondensator ist getrennt von der Säule und über ihr aufgestellt, während der Ablauf aus dem unteren Teil der Säule durch ein nadelförmig gebogenes Rohr stetig und in einer solchen Menge abfließt, daß in der Destilliereinrichtung der Flüssigkeitsspiegel auf etwa gleicher Höhe bleibt. Diese Anordnung ist deshalb zulässig, weil infolge des Druckverlustes in dem durch die Rektifizierböden strömenden Dampf sich im unteren Teil der Trennsäule ein Überdruck einstellt.

Ist die für die Aufstellung zur Verfügung stehende Höhe beschränkt, so wird die gesamte aus Verstärkungs- und Abtriebsäule bestehende Trennsäule in zwei Teile unterteilt und nebeneinander aufgestellt. Der Raum wird dann am besten ausgenützt, wenn beide Teile möglichst gleich hoch sind. Bild 88 zeigt den Aufstellungsplan eines solchen Apparates, in dem die Abstände und Abmessungen der einzelnen Apparateteile ebenfalls maßstäblich wiedergegeben sind. Gegensätzlich zu der

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> KIRSCHBAUM, EMIL: Die Wärmeaustauschapparate. Sammlung Göschen, Bd. 1067. Berlin u. Leipzig: Walter de Gruyter 1933.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> DRP. 656828.



Bild 87. Stetig arbeitender Destillier-Rektifizierapparat (Golzern-Grimma, Grimma i. S.) zur Herstellung von konzentriertem Azeton aus wäßrigen Azetonlösungen bei gleichzeitiger Ausscheidung etwa vorhandener Vorlaufprodukte und fester Rückstände.

Das von einem Rohgemischbehälter kommende Azeton-Wassergemisch gelangt über den Filtertopf A und Rohr I zum Zuflußregler B, der den Zweck hat, den Zufluß zum Apparat konstant zu halten. Vom Zuflußregler B läuft das Azeton-Wassergemisch über Rohr 2 zum Röhrenvorwärmer C, in dem es durch das aus der Kolonne D austretende heiße, von Azeton befreite Wasser vorgewärmt wird, um sodann durch Rohr 3 in den Oberteil der Kolonne D eingeführt zu werden. In dieser fließt das Gemisch von Boden zu Boden nach unten und wird auf diesem Wege vom Azeton befreit. Die Restflüssigkeit (Lutterwasser) verläßt den Unterteil der Kolonne D durch Rohr 4 und gibt einen Teil ihrer Wärme an das zufließende Azeton-Wassergemisch ab. Durch das Syphonrohr 5 wird die Restflüssigkeit nach dem Kanal abgeleitet. — Der Unterteil der Kolonne D ist trichterförmig ausgebildet und mit einem Schieber zum Ablassen fester Rückstände versehen. Diese treten durch Rohr 6 aus. Probierkühler N und Probierauslauf O geben die Möglichkeit, das abfließende Lutterwasser auf Azetonfreiheit zu prüfen. Zu diesem Zwecke wird laufend eine geringe Menge der Dämpfe aus dem Kolonnenunterteil durch Rohr 7 entnommen und im Probierkühler N verflüssigt. Das Kondensat wird nach dem Probierauslauf O geleitet, in dem ein Aräometer die Dichte des Kondensates anzeigt. Auf der Abtriebsäule D ist die Verstärkungssäule E angeordnet, die den Azetongehalt der aufsteigenden Dämpfe auf die gewünschte, in der Regel zwischen 99,5 und 100% liegende Konzentration bringt. Aus der Verstärkungskolonne E werden die Azetondämpfe durch das Rohr 8 in den Kondensator Fübergeleitet, wo sie verflüssigt werden. Etwa vorhandene, leichter flüchtige Produkte treten zusammen mit Luft und anderen nicht kondensierbaren Gasen durch das Rohr 9 in den Ergänzungskondensator G über. In diesem werden Vorlaufprodukte und restliche Anteile der Azetondämpfe verflüssigt, während die unkondensierbaren Gase durch Rohr 10 ausgeschieden werden. Das in den Kondensatoren F und Ggebildete Kondensat wird, soweit das für den Trennungsvorgang erforderlich ist, als Rückfluß durch die Rohre 11, 12 und 13 in den Oberteil der Verstärkungskolonne E zurückgeleitet. Der übrige Teil des heißen Kondensates aus dem Kondensator F wird durch das Rohr 14 als Destillat zum Azetonkühler H abgezogen, den es gekühlt durch das Rohr 15 verläßt, um über den mit einem Araometer ausgestatteten Auslauf J und durch Rohr 16 nach dem nicht dargestellten Azetonsammebehälter zu gelangen. Sammeln sich im Ergänzungskondensator G Vorlaufprodukte an, so können diese durch Rohr 17 nach dem Auslauf K abgezogen und durch Rohr 18 einem besonderen Sammelbehälter zugeführt werden. Die Dampfzufuhr zur Entgeistungskolonne D wird selbsttätig geregelt, und zwar in der Weise, daß sich der in der Kolonne herrschende Betriebsdruck durch Rohr 19 auf den Dampfregler M überträgt, dessen Schwimmer über ein Gestänge eine in der Dampfzuführungsleitung 20 angeordnete Drosselklappe betätigt. Das Kühlwasser wird zunächst durch das Rohr 21 zum Kühler H geführt, durchfließt diesen von unten nach oben und kommt durch Rohr 22, in das der selbsttätige Wasserregler L eingeschaltet ist, zum Ergänzungskondensator G, um schließlich durch Rohr 23 zum Kondensator F zu gelangen. Diesen verläßt es durch Rohr 24. Der Wasserregler L wirkt in der Weise, daß der im Kondensator F herrschende Druck durch das Rohr 25 auf den im Wasserregler angeordneten Schwimmer übertragen wird. Wie beim Dampfregler wird durch Heben oder Senken des Schwimmers mittels eines Gestänges eine Drosselklappe betätigt, die hier in der Wasserleitung 22 angeordnet ist.

### Zu Bild 88.

Die Maische strömt durch Leitung 1 dem Rücklaufkondensator A zu, aus dem sie durch Leitung 2 in die Abtriebsäule B gelangt, aus der die Schlempe über Leitung 3 durch den Schlemperegler C und Leitung 4 abläuft. Die der Abtriebsäule entweichenden Dämpfe strömen durch Leitung 5 dem einen Teil D der Verstärkungssäule zu, um aus diesem durch Leitung 6 in den anderen Teil E der Verstärkungssäule zu gelangen. Die dieser entweichenden Spritdämpfe treten in den auf ihr aufgesetzten Rücklaufkondensator A ein, aus dem der Rücklauf auf den obersten Verstärkungsboden zurückläuft, während die Restdämpfe durch Leitung 7 in den Kondensatorkühler F geleitet werden, aus dem der Sprit durch Leitung  $\delta$ , die Vorlage G und Leitung 9 abgeführt wird, während Gase durch Leitung 10 aus der Apparatur entweichen. Der Rücklauf des Kolonnenteiles E strömt durch Leitung  $\overline{11}$  einem Flüssigkeitsheber H zu, welcher das Gemisch durch Leitung 12 dem obersten Boden der Kolonne D zuführt. Ihrem untersten Teil wird die Flüssigkeit durch die Leitung 13 entnommen und in zwei Ströme geteilt. Der Hauptteil gelangt durch Leitung 14 auf den obersten Boden der Abtriebsäule. Der restliche Teil wird durch Leitung 15 einem Wärmeaustauscher J zugeleitet, aus dem sie durch Leitung 16 über Leitung 17 dem Fuselölabscheider K zuströmt, nachdem ihr durch Leitung 18 kaltes Wasser beigemischt ist. Das abgeschiedene Fuselöl wird durch Leitung 19 entnommen und das fuselölfreie Alkohol-Wassergemisch durch Leitung 20 in den Wärmeaustauscher J und von da durch die Leitung 21 in den oberen Teil der Abtriebsäule geführt. Durch Leitung 22 wird in den unteren Teil der Abtriebsäule Heizdampf eingeblasen. Das Kühlwasser wird dem Behälter L entnommen und strömt durch Leitung 23 dem Kondensatorkühler und durch Leitung 24 dem Rücklaufkondensator zu, aus dem es durch Leitung 25 abfließt.

Anlage des Bildes 87 ist noch, daß der Rücklaufkondensator unmittelbar auf die Verstärkungssäule aufgesetzt ist und als Dephlegmator arbeitet,



Heizdampf in den unteren Teil der Destilliereinrichtung durch ein gelochtes Rohr eingeblasen.

# VIII. Sonderfälle.

# 1. Die zu trennende Mischung fließt mit der Siedetemperatur auf dem Einlaufboden zu.

Die Festlegung der Geraden für die Abtriebs- und Verstärkungssäule wird besonders einfach, wenn die *Mischung mit* einer Temperatur  $t_M$ dem Apparat zuströmt, welche der *Siedetemperatur*  $t_S$  der Flüssigkeit

#### Sonderfälle.

auf dem Einlaufboden gleich ist. Wie noch zu zeigen ist, erreichen die Rektifizierböden dann die beste Wirkung, wenn der Gehalt an Leichtersiedendem im Zulauf zwischen demjenigen im Ablauf vom untersten Boden der Verstärkungssäule und dem im Ablauf vom obersten Boden der

Abtriebsäule liegt. Diese richtige Anordnung der Zulaufstelle ist vorausgesetzt, so daß die Konzentration der zu trennenden Mischung angenähert gleich derjenigen in der Flüssigkeit auf dem Einlaufboden gesetzt werden kann. Daraus und aus der Gleichheit der Temperaturen des Zulaufes und des Gemisches auf dem Einlaufboden  $(t_M = t_S)$  folgt, daß auch die Wärmeinhalte  $q_M$ und  $q_S$  je Mol zu trennender Mischung und Flüssigkeit auf dem Einlaufboden einander gleich sind:

$$q_M = q_S \,. \qquad (100)$$

Wird diese Beziehung in Gleichung 92 eingesetzt, so nimmt e den Zahlenwert e=1 (101)



Bild 89. Bestimmung des Mindestrücklaufverhältnisses und des Schnittpunktes der Verstärkungs- und Abtriebsgeraden für den Fall, daß die Mischung mit Siedetemperatur zur Verfügung steht.

an. In diesem Fall ist dem Schnittpunkt der Verstärkungs- und Abtriebsgeraden sowohl für das Mindest- als auch für das wirkliche Rücklaufverhältnis der Abszissenwert  $x_M$  der Zulaufkonzentration zugeordnet, wie es Bild 89 zeigt. Die Punkte D, E, F und G (s. Bild 78 und 79) haben den gleichen Abszissenwert  $x_M$  und liegen deshalb auf einer Senkrechten auf der Abszisse bei der Konzentration  $x_M$ . Diese Senkrechte tritt jetzt an die Stelle der durch Gleichung 95 bestimmten Geraden. Dabei weist die Abtriebsgerade einen größeren Neigungswinkel gegen die Abszisse auf und die Verstärkung der Abtriebsböden wird gegenüber dem Fall erniedrigt, bei welchem die Mischung kalt zuströmt. Im übrigen wird für  $t_M = t_S$  das Mindestrücklaufverhältnis  $v_M$  nach den gleichen Gesichtspunkten ermittelt, die an Hand der Bilder 78 und 79 erläutert sind. In Bild 89 ist der Ordinatenabschnitt  $o_M$  angegeben, aus dem mit Hilfe der Gleichung 65 das Mindestrücklaufverhältnis für den Fall des idealen Gemisches errechnet wird.

#### 2. Die reine Abtriebsäule.

Soll aus einem flüssigen Zweistoffgemisch nur leichter siedender Stoff so weit wie möglich abgetrieben werden, so wird es dem obersten Boden einer *Abtriebsäule* zugeleitet, dem nicht mehr weiter zu

zerlegende Dämpfe entweichen. Aus der Destillierblase strömt Flüssigkeit ab, welche in manchen Fällen das Erzeugnis selbst darstellt. Als Beispiel für einen solchen Fall ist in Bild 90 eine Schwefelsäurekonzentrationsanlage gezeigt. Kennzeichnend für dieses Verfahren ist die



Bild 90. Plan einer Schwefelsäurekonzentrationsanlage. (W. Büsching & Co., Döhlau-Halle.)

Das zu konzentrierende Schwefelsäure-Wassergemisch gelangt aus einem hochstehenden Aufgabebehälter A in ein Zumeßgefäß B, aus welchem es in gleichbleibender Menge durch Leitung 1 mit Flüssigkeitsabschluß der Kolonne C aus Siliziumguß mit Glockenböden zugeteilt wird. Aus der Säule strömt die vorkonzentrierte Säure durch die Verbindungsleitung 2 und durch das Tiefeinführungsrohr 3 in den unteren Teil des Siedekessels D mit Rührwerk E (DRP. 639225). Die im Siedekessel D erzeugten Dämpfe strömen im Gegenstrom zu der Flüssigkeit durch das Verbindungsrohr 2 und durch die Säule C, wobei sie von Schwefelsäure befreit werden. Die Wasserdämpfe werden durch einen Strahlapparat F angesaugt, kondensiert und die Flüssigkeit mit den Gasen durch Leitung 4 in einen Fallwasserkasten G geleitet, aus welchem das Abwasser und die Gase abströmen. Der Siedekessel D ist in einen Ofen H eingebaut, der meist eine Gas- oder Ölfeuerung besitzt. Aus dem Kessel strömt die hochprozentige Säure (bis zu 98 Gew.-% Schwefelsäure) durch Leitung 5 in einen Topfkühler J, welchem ein Schlammabscheider Knachgeschaltet ist und aus welchem die Säure über einen Schlammabsetzer Ldurch Leitung 6 in die Vorlage M gelangt.

mengen sind auch hierbei nur dann gleichbleibend, wenn die molare Verdampfungswärme unabhängig von der Zusammensetzung des Gemisches ist, was zunächst vorausgesetzt sei. Ein zweiter Punkt H der Abtriebsgeraden wird dann am zweckmäßigsten durch ihren Schnittpunkt mit der durch den Ordinatenwert  $x'_D = 100$  Mol-% gelegten Parallele zur Abszisse erhalten. Ist die Menge M [Mol/h] der zulaufenden Mischung und die Ablaufmenge A [Mol/h] gegeben, so ist der genannte Schnittpunkt in Anlehnung an Gleichung 88 gegeben durch:

$$x'_{F} = 100 - \frac{A}{M \cdot e} (100 - x_{A}),$$
 (102)

wobei e den die Zuflußtemperatur berücksichtigenden Wert bedeutet, der nach Gleichung 92 berechnet wird. Die vom obersten Boden ablaufende Flüssigkeitsmenge ist bestimmt durch:

$$F' = M \cdot e \,. \tag{103}$$

Entweicht dem obersten Boden die Dampfmenge  $D_M$ [Mol/h] mit dem Gehalt  $x_{DM}$ Mol-% an Leichtersiedendem, so müssen die Beziehungen bestehen:

 $M = D_M + A$  (104) und

$$\frac{\mathbf{M} \cdot x_{M} = D_{M} \cdot x_{DM}}{+ A \cdot x_{A}} \Big\} (105)$$

woraus sich die Grundbeziehungen



Bild 91. Festlegung der Geraden der reinen Abtriebsäule.

$$\frac{M}{D_M} = \frac{x_{DM} - x_A}{x_M - x_A} \tag{106}$$

und

$$\frac{M}{A} = \frac{x_{DM} - x_A}{x_{DM} - x_M} \tag{107}$$

ergeben, die für die Bestimmung der Mengen aus den Konzentrationen maßgebend sind. Während der Zusammenhang zwischen den Dampfund Flüssigkeitskonzentrationen zwischen zwei Böden durch einen Punkt auf der Abtriebsgeraden CH (s. Bild 91) gegeben ist, besteht in Anbetracht der Gleichungen 104 und 105 zwischen  $x_{DM}$  und  $x_M$  die folgende Beziehung:

$$x_{DM} = \frac{M}{D_M} \cdot x_M - \frac{A}{D_M} \cdot x_A = \frac{M}{M - A} \cdot x_M - \frac{A}{M - A} \cdot x_A . \quad (108)$$

Der Dampf mit dem Gehalt  $x_{DM}$  wird als im Phasengleichgewicht stehend mit dem Ablauf vom obersten Boden angesehen. Gleichung 108 besagt, daß  $x_{DM}$  durch  $x_M$  auf einer Geraden abgeschnitten wird, welche durch

den auf der Diagonale liegenden Punkt C (s. Bild 91) mit dem Abszissenwert  $x_A$  geht und die Neigung gegen die Abszisse

$$\operatorname{tg}\beta = \frac{M}{D_M} \tag{109}$$

aufweist, während die Abtriebsgerade mit der Abszisse einen Winkel  $\alpha'$  bildet (s. Bild 91), für den gilt:

$$\operatorname{tg} \alpha' = \frac{M \cdot e}{D_M + M \left(e - 1\right)}, \qquad (110)$$

so daß der folgende Zusammenhang zwischen  $\alpha'$  und  $\beta$  besteht:

$$\operatorname{tg} \alpha' = \frac{e \cdot \operatorname{tg} \beta}{1 + (e - 1) \cdot \operatorname{tg} \beta}.$$
 (111)

Wenn die Mischung mit der auf dem Einlaufboden herrschenden Temperatur zuläuft  $(t_M = t_S)$ , wird e = 1 und

$$\alpha' = \beta \,. \tag{112}$$

Während den vorstehenden Betrachtungen die Voraussetzung unveränderlicher molarer Verdampfungswärme zugrunde liegt, haben die Gleichungen 103 bis 108 auch dann Gültigkeit, wenn die molare Verdampfungswärme mit der Konzentration sich ändert, wobei die Gerade für die Abtriebsäule durch eine schwach gekrümmte Linie zu ersetzen ist (s. Abschnitt E XI).

### 3. Die Mischung strömt der stetig arbeitenden Rektifiziersäule als Dampf zu.

Steht das zu trennende Gemisch dampfförmig mit einem Gehalt  $x_{DM}$ Mol-% an Leichtersiedendem zur Verfügung, so ist für den Wert  $q_M$ in Gleichung 92 der Gesamtwärmeinhalt des Dampfes einzusetzen:

$$q_M = q_S + r . \tag{113}$$

Damit wird die den Zustand der Mischung berücksichtigende Zahl:

und

$$e = 0$$

$$\frac{x_{DM}}{e} = \infty, \qquad (114)$$

wobei  $x_M$  in Gleichung 95 durch  $x_{DM}$  ersetzt wird. Durch diese Konzentration ist Punkt E auf der Diagonale (Bild 92) festgelegt, während der Schnittpunkt F zwischen Abtriebs- und Verstärkungsgeraden nunmehr erhalten wird, indem die durch Punkt E verlaufende Parallele zur Abszisse zum Schnitt mit der Verstärkungsgeraden gebracht wird.

Die behandelten Sonderfälle der reinen Abtriebsäule und der Beschickung des stetig arbeitenden Apparates mit dampfförmiger Mischung kommen gleichzeitig bei dem zweiteiligen Rektifizierapparat mit Luttersäule in Anwendung, wie er in der Spiritusindustrie verwendet wird und dessen Anordnung Bild 93 zeigt. Die zu trennende Mischungsmenge M strömt einer reinen Abtriebsäule, der sogenannten Maischesäule, zu, aus der die Ablaufmenge A' abgezogen wird, während die vom obersten Boden der Abtriebsäule aufsteigende Dampfmenge  $D_M$  einer Trennsäule zugeführt wird. Oberhalb der Dampfzuführungsstelle dieser

Die Mischung strömt der stetig arbeitenden Rektifiziersäule als Dampf zu. 113

Säule werden die Dämpfe in einer Verstärkungssäule vom leichter siedenden Bestandteil befreit, die auf einer Abtriebsäule ruht, welche allgemein mit Luttersäule bezeichnet wird und der die Ablaufmenge  $A^{\times}$ entströmt. Das Kennzeichnende ist, daß der Gesamtablauf in zwei Teilabläufe A' und  $A^{\times}$  geteilt ist, wobei sowohl die reine Abtriebsäule als auch die Luttersäule beheizt werden müssen. In dem erwähnten Fall der Spiritusindustrie wird unter dem untersten Boden der Abtriebund Luttersäule Wasserdampf in die Flüssigkeit eingeblasen.





Bild 92. Verstärkungs- und Abtriebsgerade für die Zerlegung eines dampfförmigen Zweistoffgemisches.

Bild 93. Zweiteiliger Rektifizierapparat mit Lutterund Maischesäule.

des stetig arbeitenden Rektifizierapparates üblicher Anordnung gewählt war. (Erzeugnismenge E = 3,47 Mol/h, Mischungsmenge M = 71,8 Mol/h, Ablaufmenge A = 68,33 Mol/h, Rücklaufmenge in der Verstärkungssäule F = 13,89 Mol/h und in der Abtriebsäule F' = 89,14 Mol/h, Dampfmenge in der Verstärkungssäule D = 17,36 Mol/h und in der Abtriebsäule D' = 20,81 Mol/h.) Zur Kennzeichnung erhalten in den folgenden Berechnungen die Größen, welche sich auf die unter der Verstärkungssäule angeordnete Luttersäule beziehen, ein hochgestelltes Kreuz als Zeiger und die Bezeichnungen, welche sich auf die getrennt aufgestellte Maischesäule beziehen, einen hochgestellten Strich als Zeiger.

Die Summe der beiden Teilabläufe muß sein:

$$A' + A^{\times} = 68,33 \text{ Mol/h}$$
 .

Das durch diese Beziehung gegebene A' wird eingesetzt in:

$$Y = M \cdot e = 71, 8 \cdot 1,048 = 75,25 = D' + A'$$
 ,

so daß sich ergibt:

$$A^{ imes} = D' + 68,33 - 75,25 = D' - 6,92$$
 .

Kirschbaum, Destillier- und Rektifiziertechnik.

F

Damit und mit der für die Luttersäule geltenden Beziehung  $F^{\times}=F=13,89=A^{\times}+D^{\times}$ 

wird

$$D' + D \times = 20,81$$
.

Nimmt man zu dieser Beziehung noch an, daß im  $x_F, x_D$ -Bild die Gerade für die Maischesäule und diejenige für die Luttersäule gleiche Neigung haben, woraus folgt, daß

$$F^{\times}_{D^{\times}} = rac{13,89}{D^{\times}} = rac{F'}{D'} = rac{75,25}{D'} \quad \mathrm{und} \; rac{D'}{D^{\times}} = 5,42$$

ist, so ergibt sich die in der Maischesäule aufsteigende Dampfmenge zu D' = 17.56 Mol/h

$$D' = 17,56 \text{ Mol/h}$$

und die durch die Luttersäule strömende Dampfmenge zu

$$D^{\times} = 3,25 \text{ Mol/h}.$$

Durch diese beiden Dampfmengen sind die Heizdampfmengen in Mol/h gegeben, welche der Maische- und Luttersäule zugeführt werden müssen. Da die Rücklaufmengen in der Verstärkungs- und Luttersäule gleich groß sind, errechnet sich die vom obersten Boden der Maischesäule aufsteigende Dampfmenge zu

 $D_M = D - D^{ imes} = 17,36 - 3,25 = 14,11 \; ext{Mol/h}$  ,

was auch aus der Beziehung folgt:

$$D_M = D' - (e - 1) \cdot M = 17,56 - 0,048 \cdot 71,8 = 14,11 \text{ Mol/h}$$

Von Bedeutung für die Bestimmung der Säulenquerschnitte ist auch das Verhältnis der durch die Verstärkungs- und Luttersäule strömenden Dampfmengen:

$$\frac{D}{D^{\times}} = \frac{17,36}{3,25} = 5,34$$

Die Ablaufmenge der Luttersäule beträgt

$$A^{\times} = D' - 6,92 = 17,56 - 6,92 = 10,64 \text{ Mol/h}$$

und diejenige der Maischesäule

$$A' = 68,33 - 10,64 = 57,69 \text{ Mol/h}$$
.

Die Neigung der Geraden für die Maische- und für die Luttersäule ist bestimmt F' 75.25  $F^{\times}$  13.89

durch 
$$\frac{T}{D'} = \frac{13,25}{17,56} = \frac{T}{D} = \frac{13,39}{3,25} = 4.29$$
.

Der Gehalt  $x_{DM}$ , mit dem der Dampf von der Maischesäule ab- und der Verstärkungssäule zuströmt, kann zeichnerisch auf Grund der Beziehungen 108 und 109 oder auch rechnerisch aus Gleichung 106 ermittelt werden, wobei in letzterer für  $x'_{A} = 0$ gesetzt wird:

$$\frac{71,8}{14,11} = \frac{x_{DM}^{-0}}{4,17^{-0}}$$
,  $x_{DM} = 21,3$  Mol-% Alkohol.

Zu demselben Zahlenergebnis führt Gleichung 107.

### 4. Die Mischung strömt dem Apparat als Flüssigkeits-Dampfgemisch zu.

Auch in dem Falle, bei dem das zu trennende Gemisch teils als Flüssigkeit, teils als Dampf zuströmt, ist unter dem Wert  $q_M$  in Gleichung 92 der Wärmeinhalt je Mol Mischung zu verstehen. Weil diese Dampf enthält, ist  $q_M$  größer als  $q_S$  und für e ergibt sich nach Gleichung 92 ein Zahlenwert, der kleiner ist als 1. Der Abszissenabschnitt  $\frac{x_M}{e}$  des Punktes D auf der Abzisse (s. Bild 73) wird damit größer als  $x_M$ . Die Verbindungsgerade DE liefert dann mit der Verstärkungsgeraden den Schnittpunkt F, dessen Abszissenwert kleiner ist als  $x_M$  und welcher die Abtriebsgerade festlegt.

# IX. Die Anordnung des Zulaufstutzens.

Bei dem an Hand des Bildes 73 erläuterten Verfahren zur Bestimmung der Stufenzahl ist vorausgesetzt worden, daß der Abszissenwert des Schnittpunktes Fzwischen Verstärkungs- und Abtriebsgeraden zwischen dem Werte  $x_n$  des Gehaltes Leichtersiedendem in an dem auf den Einlaufboden strömenden Rücklauf und dem Wert  $x_m$  der Konzentration in der vom Einlaufboden ablaufenden Flüssigkeit liegt. Strömt die Mischung mit dem Gehalt  $x_M$ und mit der Siedetemperatur auf dem Einlaufboden zu, so ist die Bedingung erfüllt:

 $x_m \langle x_M \langle x_n .$  (115) Sie gibt die Verhältnisse für die *richtige Betriebsweise* an, bei welcher mit einer gegebenen Anzahl von Böden in der Verstärkungs- und Abtriebsäule die *beste Trennwirkung* erreicht wird.

Ist beispielsweise der Einlaufstutzen zu tief angeordnet, so ergeben gemäß Bild 94 die untersten Böden der Verstärkungssäule eine gegenüber der richtigen Betriebsweise verschlechterte Wirkung. Der unterste Boden liefert die theoretische bei Flüssig-

keitsdurchmischung und vollkommenem Austausch sich einstellende Anreicherung  $a'_F$ , während mit demselben Boden bei richtiger Anbringung des Zulauf-

stutzens eine Verstärkung  $a_F$  erzielt werden könnte. Die durch Vermengung des vom untersten Verstärkungsboden abfließenden Rücklaufes und der zugeführten Mischung entstehende Flüssigkeit weist eine



Bild 94. Konzentrationsveränderung in einem stetig arbeitenden Rektifizierapparat mit zu tief angeordnetem Zulaufstutzen.



Bild 95. Konzentrationsveränderung in einem stetig arbeitenden Rektifizierapparat mit zu hoch angeordnetem Zulaufstutzen.

Zusammensetzung auf, die durch den Abszissenwert des Punktes H in Bild 94 gegeben ist. Im Grenzfalle bei unendlich großer Stufenzahl in der Verstärkungssäule tritt an seine Stelle der Punkt  $H_t$ , der den Schnittpunkt darstellt, welchen diejenige Abszissenparallele mit der Abtriebsgeraden liefert, die durch den Schnittpunkt der Verstärkungsgeraden mit der Gleichgewichtskurve verläuft. Bei zu tief angeordnetem Einlaufstutzen ist

$$x_m < x_n < x_M \,. \tag{115a}$$

Die Verhältnisse für den Fall des zu hoch liegenden Zulaufes gehen aus Bild 95 hervor. Der oberste Boden der Abtriebsäule ergibt dabei die theoretische Anreicherung  $a'_F$ , die kleiner ist als die Verstärkung  $a_F$ , welche mit dem gleichen, jedoch in der Verstärkungssäule liegenden Austauschboden erzielt werden kann. Bevor die Mischung auf dem Einlaufboden dem Austausch unterworfen wird, hat sie eine Konzentration, die durch den Abszissenwert des Punktes H bestimmt ist, der sich nach der Lage des Punktes  $H_t$  verschiebt, wenn die Bodenzahl der Abtriebsäule unendlich groß wird. Mit

$$x_M < x_m < x_n \tag{115b}$$

ist ebenfalls nicht die Bedingung 115 für die günstigste Betriebsweise erfüllt. Gegen sie kann auch dadurch verstoßen werden, daß im Betrieb die Mengen gegenüber denjenigen geändert werden, die der Ausmittlung der Bodenzahl zugrunde gelegt sind.

## X. Die Wärmeverluste.

Im Rahmen einer Betrachtung über die Wärmeverluste ist die Frage zu erläutern, ob es zweckmäßig ist, eine Rektifiziersäule mit Wärmeschutzmasse zu umkleiden. Der Wärmeverlust bedeutet eine Wärmeabgabe des Apparates an die Umgebung, welche durch einen entsprechend höheren Wärmeverbrauch gedeckt werden muß. Andererseits ergibt aber der Wärmeverlust eine Einsparung an Kühlwasser.

Infolge der Wärmeabgabe durch den Mantel der Rektifiziersäule kondensiert an ihm ein wenn auch kleiner Teil von dem in der Säule nach oben strömenden Dampf. Das gebildete Kondensat wird dem Rücklauf beigemischt, wodurch letzterer vergrößert wird. Diese Rücklaufvergrößerung wiederholt sich in jedem Zwischenraum zwischen zwei Böden, so daß dem untersten Boden einer Verstärkungssäule eine Rücklaufmenge zuströmt, die sich zusammensetzt aus derjenigen Menge, welche als Rückfluß aus dem Kondensator auf den obersten Boden zurückströmt und aus der Menge, welche das durch die Wärmeverluste gebildete Kondensat darstellt. Die Rücklaufvergrößerung hat eine größere Verstärkung der Böden zur Folge, weil die Verstärkungsgerade im  $x_F$ ,  $x_D$ -Bild durch die größere Rücklaufmenge tiefer gelegt wird. Da die über einem Boden gebildete Kondensatmenge stets dem darunterliegenden Boden zuströmt, ist jedem Boden eine bestimmte Verstärkungsgerade zugeordnet. Die Vergrößerung der verstärkenden Wirkung eines Bodens infolge des durch den Wärmeverlust gebildeten Kondensates ist bei den unteren Böden der Säule größer als bei den oberen. Die vom untersten Boden abströmende Rücklaufmenge legt aber den WärmeVeränderung der molaren Verdampfungswärme in der Austauschsäule. 117

verbrauch fest. Will man deshalb die bei diesem Wärmeverbrauch erzielbare beste Wirkung der Austauschsäule erreichen, so ist es notwendig, die Säule mit einer Wärmeschutzmasse zu umgeben und auch diejenige Wärmemenge, welche infolge Wärmeverlust bei Betrieb ohne Wärmeschutzmasse verloren ginge, im Rücklaufkondensator den Dämpfen zu entziehen. Durch diese Maßnahme ist es möglich, sämtliche Böden der Verstärkungssäule mit der größten Rücklaufmenge zu beschicken, mit welcher ohne Wärmeschutzmasse nur der unterste Boden der Verstärkungssäule arbeiten würde. Für große Rektifiziersäulen und vor allem für solche, welche im Freien aufgestellt sind, ergibt sich, daß die durch Anwendung einer Wärmeschutzmasse erzielbare Einsparung an Heizmittel den Nachteil bei weitem überwiegt, daß man mehr Wärme aus dem Rücklaufkondensator abführen muß, die in vielen Fällen zu Anwärmzwecken benützt wird. Danach ist es zweckmäßig, Rektifizierapparate von betrieblichen Ausmaßen wärmedicht zu umkleiden.

# XI. Berücksichtigung der Veränderung der molaren Verdampfungswärme in der Austauschsäule.

Die Abhängigkeit der Flüssigkeits- von der Dampfzusammensetzung in einem waagrechten Querschnitt zwischen zwei Böden einer Säule ist im  $x_F$ ,  $x_D$ -Bild nur dann durch eine Gerade gegeben, wenn die molare Verdampfungswärme unabhängig von der Konzentration ist und wenn keine Lösungswärmen auftreten. Sind letztere besonders bei nicht idealen Gemischen vorhanden, dann sind sie im Vergleich zu den auf den Böden zwischen den beiden Phasen ausgetauschten Wärmemengen fast immer vernachlässigbar klein. Indessen sind Fälle bekannt, bei denen die molaren Verdampfungswärmen der zu trennenden Einzelstoffe so verschieden sind, daß dieser Unterschied nicht vernachlässigt werden darf. Die Geraden für die Verstärkungs- und Abtriebsäule sind dann durch gekrümmte Linien zu ersetzen, deren Ermittlung im folgenden erläutert ist.

In Bild 96 stellen F und D [Mol/h] die stündlich durch einen beliebigen Querschnitt strömenden Flüssigkeits- und Dampfmengen dar, denen die Gehalte  $x_F$  und  $x_D$  [Mol-%] an Leichtersiedendem und die Wärmeinhalte  $i_F$  und  $i_D$  kcal je Mol Gemisch zugeordnet sind. Zu einem anderen beliebigen Querschnitt, z. B. über dem obersten Boden, gehören die Mengen  $F_0$  und  $D_0$  [Mol/h] mit den Gehalten  $x_{F_0}$  und  $x_{D_0}$ , sowie mit den Wärmeinhalten  $i_{F_0}$  und  $i_{D_0}$  [kcal/Mol]. Es müssen dann die folgenden Wärme- und Stoffmengengleichungen erfüllt sein:

$$F_0 + D = F + D_0, (116)$$

$$\boldsymbol{F}_{0} \cdot \boldsymbol{x}_{F0} + \boldsymbol{D} \cdot \boldsymbol{x}_{D} = \boldsymbol{F} \cdot \boldsymbol{x}_{F} + \boldsymbol{D}_{0} \cdot \boldsymbol{x}_{D0} , \qquad (117)$$

$$F_0 \cdot \mathfrak{i}_{F_0} + D \cdot \mathfrak{i}_D = F \cdot \mathfrak{i}_F + D_0 \cdot \mathfrak{i}_{D_0} \,. \tag{118}$$

Es wird angenommen, daß sich der Wärmeinhalt des Gemisches aus den Wärmeinhalten der Bestandteile  $i_{F_1}$ ,  $i_{F_2}$ ,  $i_{D_1}$  und  $i_{D_2}$  additiv zusammensetzt<sup>1</sup>:

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> EUCKEN, A. u. M. JAKOB: Der Chemie-Ingenieur, Bd. I, Teil 3, Abschnitt von H. HAUSEN. Leipzig: Akad. Verlagsgesellschaft m. b. H. 1933.

$$\mathbf{i}_F = \frac{x_F}{100} \cdot \mathbf{i}_{F1} + \frac{100 - x_F}{100} \cdot \mathbf{i}_{F2} \,, \tag{119}$$

$$\mathbf{i}_D = \frac{\mathbf{x}_D}{100} \cdot \mathbf{i}_{D1} + \frac{100 - \mathbf{x}_D}{100} \cdot \mathbf{i}_{D2} \,. \tag{120}$$

Vernachlässigt man die im Vergleich zu den Dampfwärmeinhalten sehr kleinen Überhitzungswärmen des Dampfes, so kann ferner

$$i_{D_1} - i_{F_1} = r_1$$
 (121)

und

$$i_{D_2} - i_{F_2} = r_2$$
 (122)

gesetzt werden, wobei  $r_1$  und  $r_2$  die Verdampfungswärmen je Mol der reinen Einzelstoffe bedeuten. Führt man Gleichung 121 und 122 in Gleichung 120 ein, so erhält man:

$$i_D = \frac{x_D}{100} (i_{F_1} + r_1) + \frac{100 - x_D}{100} (i_{F_2} + r_2) .$$
 (123)

Ferner gilt in Anbetracht der Beziehung 45:

$$\frac{x_D}{100} \cdot r_1 + \frac{100 - \dot{x}_D}{100} \cdot r_2 = r$$
(45 b)

$$\frac{x_{D_0}}{100} \cdot r_1 + \frac{100 - x_{D_0}}{100} \cdot r_2 = r_0, \qquad (45 \,\mathrm{c})$$

so daß r und  $r_0$  die Verdampfungswärmen je Mol Gemisch mit den Gehalten  $x_D$  und  $x_{D0}$  darstellen. Damit und durch Einsetzen der Beziehungen 119 und 123 in Gleichung 118 ergibt sich<sup>1</sup>:

$$D \cdot r = D_0 \cdot r_0 \,. \tag{124}$$

Danach ist das Produkt aus Dampfmenge und molarer Verdampfungswärme in jedem Säulenquerschnitt gleich. Wächst beispielsweise die Verdampfungswärme im unteren Teil der Kolonne an, so nimmt dort die Dampfmenge ab.

Bei der Ermittlung der Verstärkungs- und Abtriebslinien, die an die Stelle der Geraden treten, wird so vorgegangen, daß zunächst in Anlehnung an Gleichung 45 die Abhängigkeit der molaren Verdampfungswärme von  $x_D$  bzw.  $x'_D$  für die Verstärkungs- und Abtriebsäule berechnet wird. Bei vollständiger Kondensation des Dampfes im Rücklaufkondensator ist  $x_{D_0} = x_{F_0}$ . Diese Beziehung legt bereits einen Punkt der Verstärkungslinie auf der Diagonale des  $x_F$ ,  $x_D$ -Bildes fest. Aus der gegebenen Erzeugnismenge E [Mol/h] und dem Rücklaufverhältnis  $v_0 = \frac{F_0}{E}$  ist auch die vom obersten Boden aufsteigende Dampfmenge  $D_0 = E + F_0$  bekannt. Gleichung 124 ermöglicht die Berechnung von Din Abhängigkeit von  $x_D$ , woraus weiterhin mit Gleichung 116 die Abhängigkeit des F von  $x_D$  folgt. Der Verlauf der Verstärkungslinie kann nunmehr unter Benützung von Gleichung 117 angegeben werden:

$$x_F = \frac{D \cdot x_D - D_0 \cdot x_{D0} + F_0 \cdot x_{F0}}{F} .$$
 (117a)

Damit wird das zu einem angenommenen  $x_D$  gehörige  $x_F$  berechnet.



Bild 96. Angabe der Mengen und der phy-

sikalischen Werte in

zwei kennzeichnenden

Querschnitten der

Austauschsäule.

und

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 117.

Die abgeleiteten Beziehungen haben auch für die Abtriebsäule Gültigkeit. Die für sie geltenden Bezeichnungen sind im folgenden mit dem Zeiger 'versehen. Es ist hierbei zweckmäßig, die Größen  $F'_0$  und  $D'_0$  dem Querschnitt unter dem obersten Boden der Abtriebsäule zuzuordnen.

Beispiel: Es ist die Verstärkungslinie und die Abtriebslinie für ein ideales Gemisch zu bestimmen, dessen Gleichgewichtskurve in Bild 97

dargestellt ist. Die Verdampfungswärme des schwerer siedenden Stoffes betrage  $r_1 = 6000 \text{ kcal/Mol}$ und die Verdampfungswärme des leichter siedenden Stoffes  $r_2 = 10000$  kcal/Mol. Die Ausmittlungen sind für eine 😹 🕫 Erzeugnismenge von E =1 Mol/h durchzuführen. Der Kondensator arbeite mit Rücklaufverhältnis einem von  $v_0 = 5$ , woraus sich die vom obersten Boden aufsteigende Dampfmenge zu  $D_0 = F_0 + 1 = 5 + 1 =$ 6 Mol/h ergibt. Die Mischung ströme mit Siedetempe ratur und mit einem Gehalte  $x_M = 25$  Mol-% an Leichtersiedendem zu. Das Erzeugnis bestehe nur aus leichter siedendem und der Ablauf nur aus schwerer siedendem Stoff ( $x_E = 100$ ,  $x_{A} = 0$ ).



Rektifizierapparates.

Wäre die Verdampfungswärme unveränderlich, so wären die Verstärkungs- und Abtriebsgeraden durch die Geraden AF und CF in Bild 97 gegeben. Auf Grund der gemachten Angaben und der Gleichung 45 hat jedoch die Verdampfungswärme r den in Bild 97 angegebenen geradlinigen Verlauf. Für  $x_D = 100$  Mol-% ist  $r_1 = r = r_0 = 6000$  kcal/Mol. Für  $x_D = 60$  Mol-% wird beispielsweise ein r von 7600 kcal/Mol abgelesen, so daß sich für diese Dampfkonzentration mit Gleichung 124 eine Dampfmenge von

$$D = 6 \cdot \frac{6000}{7600} = 4,74 \text{ Mol/h}$$

errechnet. Auf diese Weise kann über den ganzen Bereich von  $x_D$  der Verlauf von D bestimmt werden (s. Bild 97). Weil die Mischung mit Siedetemperatur zuströmt, kann dieser Verlauf im Bereich niederer Konzentrationen des  $x_F$ ,  $x_D$ -Bildes als unmittelbar für die Abtriebsäule geltend angesehen werden. In der Verstärkungssäule ist F = D - 1, womit der aus Bild 97 ersichtliche Verlauf von F in Abhängigkeit von

 $x_D$  bekannt ist. Zu  $x_D = 60$  Mol-% wird z. B. ein D von 4,74 Mol/h und ein F von 4,74—1=3,74 abgelesen. Der zu dem gewählten  $x_D$  gehörige Punkt der Verstärkungslinie ist bestimmt durch

$$x_F = rac{4.74 \cdot 60 - 6 \cdot 100 + 5 \cdot 100}{3.74} = 49.4 ext{ Mol-\% Leichtersiedendes.}$$

Die Verbindung der so berechneten Punkte liefert die Verstärkungslinie, welche im Punkte  $F^{\times}$  die Senkrechte auf die Abszisse bei dem Werte  $x_M = 25$  Mol-% schneidet. In der Abtriebsäule ist die Rücklaufmenge gegenüber der Verstärkungssäule vergrößert um

$$M = 1 \cdot \frac{100 - 0}{25 - 0} = 4$$
 Mol/h (s. Gleichung 98),

so daß vom obersten Boden der Abtriebsäule eine Flüssigkeitsmenge von

$$F_0' = 3.3 + 4 = 7.3 \text{ Mol/h}$$

abläuft, wobei F = 3,3 Mol/h zu der Konzentration  $x_D = 42$  Mol-% abgelesen wird, welche der Schnittpunkt  $F^{\times}$  angibt. Die dem gleichen Punkt zugeordnete Dampfmenge der Abtriebsäule hat den Wert

$$D'_0 = 7,3 + 1 - 4 = 4,3 \text{ Mol/h}$$

wie es auch die bereits berechnete Kurve angibt, welche die Abhängigkeit der Dampfmenge von dem Gehalt an Leichtersiedendem im Dampf zeigt. Der zu  $x'_D = 30$  Mol-% mit D' = 40.8 und F' = 70.5 Mol/h gehörige Punkt der Abtriebslinie ist mit Gleichung 117a bestimmt durch

$$x'_F = \frac{40.8 \cdot 30 - 4.3 \cdot 42 + 7.3 \cdot 25}{70.5} = 17.4 \text{ Mol-\%}$$

Auf die gezeigte Art können beliebig viele Punkte der Abtriebslinie berechnet werden. An die Stelle der Geraden A F und CF treten die Linien  $A F^{\times}$  und  $CF^{\times}$ . Die Bodenzahl wird jetzt ermittelt, indem der Treppenlinienzug zwischen diesen Linien und der Gleichgewichtskurve gezeichnet wird. Es ist ersichtlich, daß das Anwachsen der Verdampfungswärme im unteren Teil des Apparates eine Vergrößerung der Bodenzahl zur Folge hat. Umgekehrt liegen die Verhältnisse, wenn die Verdampfungswärme des Leichtersiedenden den größeren Wert hat. Die Verstärkungslinien liegen dann im Gegensatz zu den Verhältnissen des Bildes 97 iunterhalb der Geraden A F und CF. Fließt die Mischung kalt zu, so ist die Vergrößerung des Rücklaufes in der Abtriebsäule nicht durch M, sondern durch  $M \cdot e$  gegeben, wobei e nach Gleichung 92 berechnet wird. Der Mindestrücklauf ist dann erreicht, wenn  $F^{\times}$  auf der Gleichgewichtskurve liegt.

Für die Bestimmung des Wärmeverbrauches hat auch in dem behandelten Falle der veränderlichen molaren Verdampfungswärme die Gleichung 99 Gültigkeit.

Bei den Ableitungen, die zu der Beziehung 124 führten, ist die fast immer zulässige Annahme gemacht, daß die Wärmeinhalte unabhängig von der Temperatur sind. Wird diese Annahme fallen gelassen, so ist  $r_1$  und  $r_2$  um das Produkt aus spez. Wärme der Flüssigkeit und Tempe raturunterschied zwischen Flüssigkeit und Dampf in dem jeweiligen Querschnitt zu vermehren<sup>1</sup>.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Nach einer Zuschrift von H. HAUSEN zu dem Schrifttum der Fußnote 1, S. 117.

# F. Die Rektifikationsvorgänge im Wärmeinhalt-Konzentrationsbild.

Zur Bestimmung des Rücklaufverhältnisses, der Bodenzahl und des Betriebsmittelverbrauches genügt im allgemeinen das erläuterte Verfahren, bei welchem als Grundlage die Gleichgewichtskurve einerseits und die Austauschgeraden oder bei Veränderung der molaren Verdampfungswärme die entsprechenden Austauschlinien andererseits verwendet werden. Die Mischungswärmen sind dabei stets vernachlässigt worden. Dies ist auch in fast allen Fällen für praktische Berechnungen ohne weiteres zulässig, weil diese Wärmemengen im Vergleich zu den Verdampfungswärmen sehr klein sind. Beispielsweise werden bei der Herstellung eines Äthvlalkohol-Wassergemisches mit 70 Gew.-% Alkohol und 80° C aus den Einzelbestandteilen von 80° C etwa 3 kcal je kg Gemisch frei<sup>1</sup> (isotherme Mischungswärme). Die Veränderung des Zustandes von Flüssigkeit und Dampf läßt sich aber unter Berücksichtigung der Mischungswärmen bei beliebig verschiedenen Verdampfungswärmen der Einzelstoffe verfolgen, wenn ein Zustandsbild benutzt wird, in welchem als Abszisse  $\xi$  Gew. % an Leichtersiedendem eines Zweistoffgemisches und als Ordinate der Wärmeinhalt i kcal je kg Gemisch aufgetragen ist<sup>2</sup>. Weil die Verdampfungswärmen der beiden zu trennenden Stoffe beliebig verschieden sein können, liegt kein Grund vor, in Mol-Einheiten zu rechnen. Man verwendet deshalb als Meßeinheiten kg und Gew.-%. Bedeuten  $q_t$  kcal je kg Gemisch die isotherme Mischungswärme und  $i_1$  sowie  $i_2$  die Wärmeinhalte der beiden reinen Komponenten für dieselbe Temperatur wie der Wärmeinhalt i kcal/kg des Gemisches, so gilt

$$i = \frac{\xi}{100} \cdot i_1 + \left(1 - \frac{\xi}{100}\right) \cdot i_2 + q_t.$$
 (125)

Bild 98 zeigt das  $i, \xi$ -Bild des Gemisches Äthylalkohol-Wasser<sup>3</sup>. Punkte auf der Siedelinie geben die Wärmeinhalte siedender Flüssigkeit und Punkte auf der Taulinie die Wärmeinhalte kondensierenden Dampfes an. Über der Taulinie liegen die Zustände überhitzten Dampfes, unter der Siedelinie befindet sich das Gebiet reiner Flüssigkeit und zwischen Siede- und Taulinie das Naßdampfgebiet. Miteinander im Gleichgewicht stehende Punkte beider Linien sind durch Geraden verbunden, die gleichzeitig Isothermen darstellen. Die eingezeichnete "Hilfslinie" gestattet die Auffindung der Isothermen, wie sie in dem Bild für die 80° C-Isotherme durch den gestrichelt wiedergegebenen Linienzug A-B-C gezeigt ist. In Bild 99 und 100 ist das Wärmeinhalt-Konzentrationsbild der Gemische Ammoniak-Wasser und Sauerstoff-Stickstoff für verschiedene Drücke dargestellt<sup>3, 4</sup>. In dem zuletzt genannten Bild ist mit Rücksicht auf

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 92.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Siehe Fußnote 1, S. 49.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> BOŠNJAKOVIČ, F.: Technische Thermodynamik, Teil 2. Dresden: Theodor Steinkopff 1937.

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> BOE, C.: Verlustlose Rektifikation von flüssiger Luft. Z. VDI Bd. 78 (1934) Nr. 19, S. 578.





Bild 99. *i*,  $\xi$ -Bild des Gemisches Ammoniak-Wasser bei verschiedenen Drücken, (nach BOŠNJAKOWIČ, siehe Fußnote 3, S. 121).



eine möglichst einfache und vielseitige praktische Verwendung der Wärmeinhalt auf ein Mol (nicht auf 1 kg) bezogen und die Konzentration in Mol-% (nicht Gew.-%) des leichter siedenden Stoffes angegeben. Der Zahlenwert für die Mol-Prozente gibt gleichzeitig den Zahlenwert für die Volumprozente des einen Stoffes im Gas oder Dampf an.

Die Benützung dieser Darstellungsweise hat gegenüber dem meist gebrauchten erläuterten Verfahren den Vorteil, unter Vermeidung von

Da, EDa, iDa

a-

Vernachlässigungen und damit genau die Zustände mit mehreren physikalischen Größen angeben zu können. Es hat aber den Nachteil, im Gebrauch umständlicher zu sein, vor allem dann, wenn nur die Anzahl der erforderlichen Böden, nicht aber auch die Veränderung thermodynamischer Werte interessiert.

## I. Die Verstärkungssäule.

Auf Grund von Stoff- und Wärmebilanzen ergeben sich Beziehungen, die sich im i,  $\xi$ -Bild in besonders einfacher Weise darstellen lassen. Die Mengen, welche im Beharrungszustande in die Querschnitte a und b (s. Bild 101) eintreten, verlassen diese auch wieder:

$$F_a + D_b = F_b + D_a$$

oder

 $D_a - F_a = D_b - F_b$ . (126) Gleichung 126 besagt, daß die Differenz D - F zwischen Dampf- und Flüssigkeits-



 $f_a,\xi_{f_a},i_{f_a}$ 

Bild 101. Die Verstärkungssäule.

mengen in einem beliebigen Querschnitt konstant ist. Sie ist nämlich gleich der Menge E [kg/h] des Erzeugnisses:

$$D - F = E = \text{konst.}$$
(127)

Ähnliches gilt von den Mengen an Leichtersiedendem:

$$D \cdot \xi_D - F \cdot \xi_F = E \cdot \xi_E = \text{konst.}$$
(128)

 $\xi_D$  und  $\xi_F$  sowie  $i_D$  und  $i_F$  bedeuten die Gehalte an Leichtersiedendem sowie die Wärmeinhalte des Dampfes und der Flüssigkeit in einem beliebigen waagrechten Querschnitt zwischen zwei Austauschböden. Im Rücklaufkondensator werde die *Rücklaufwärme*  $Q_R$  [kcal/h] entzogen,

QR

 $\xi_{F}, i_{K}$ 

 $E, \xi_{E}, i_{E}$ 

so daß ihn der Erzeugnisdampf mit  $\xi_E$  Gew.-% an Leichtersiedendem und  $i_E$  kcal/kg Wärmeinhalt verläßt. Es gilt dann:

$$D \cdot i_D - F \cdot i_F = E \cdot i_E + Q_R = \text{konst.}$$
(129)

Die spez. Rücklaufwärme ist gegeben durch

$$\frac{Q_R}{E} = q_R \, [\text{kcal/kg}] \,. \tag{130}$$

Die Zusammenfassung der Gleichungen 125 bis 129 liefert die Beziehung

$$i_F + \frac{\xi_E - \xi_F}{\xi_D - \xi_F} (i_D - i_F) = i_E + q_R,$$
 (131)

welche sich im i,  $\xi$ -Bild in einfachster Weise darstellen läßt<sup>1</sup>. Die Veränderung des Zustandes von Dampf und Flüssigkeit in der Aus-



Bild 102. Die Querschnittsgeraden der Verstärkungssäule.

tauschsäule muß so erfolgen, daß Bedingung 131 erfüllt ist. Die geometrischeDeutung der Gleichung 131 besagt, daß jede Gerade, welche im  $i,\xi$ -Bild zusammengehörige Zustandspunkte D und F des Dampfes und der Flüssigkeit für denselben Querschnitt verbindet, durch einen festliegenden Punkt  $P_v$ , den sogenannten Pol, mit den Ordinaten  $\xi_{E}$ und  $i = i_E + q_R$  geht (s. Bild 102). Der Zustandspunkt E des aus dem Rücklaufkondensator strömenden Restdampfes mit den Ordinaten  $i_{E}$ und  $\xi_E$  liegt auf der Taulinie. Würde im Gegensatz zu der Schaltung des Bildes 101 aller in den Kondensator strömender Dampf niedergeschlagen, so läge der Punkt E(Bild 102) mit dem Abszissenwert  $\xi_E$  nicht auf der Tau-, sondern auf der Siedelinie, wenn die Flüssigkeit mit Kondensationstemperatur aus dem Kondensator strömt. Ist sie sogar unter diese Temperatur ge-

kühlt, so liegt Punkt E mit  $\xi_E$  unterhalb der Siedelinie. In diesen beiden letztgenannten Fällen bedeutet dann  $Q_R$  nicht nur die zur Erzeugung des Rücklaufes abzuführende Rücklaufwärme, sondern die Summe aus letzterer und der Kondensationswärme des Erzeugnisses, welcher bei Unterkühlung des Niederschlages unter die Kondensationstemperatur noch die Unterkühlungswärme hinzuzuzählen ist. Die Lage des Poles  $P_v$  hätte übrigens auch ohne die Gleichung 131 einfach aus der bekannten Beziehung heraus angegeben werden können, daß der Zustandspunkt einer Mischung auf einer Geraden liegt, welche die Zustandspunkte der beiden Ausgangsmischungen verbindet. In Bild 101

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 3, S. 121.

läßt sich nämlich ein geschlossener Bilanzkreis legen, in den der Dampf mit  $i_D$  und  $\xi_D$  hineinströmt und welchen der Rücklauf mit  $i_F$  und  $\xi_F$  sowie das Destillat mit  $\xi_E$  verlassen. Weil aus dem Rücklaufkondensator noch die Wärmemenge  $Q_R$  abgeführt wird, ist dem Abszissenwert  $\xi_E$  der Ordinatenwert  $i_E + q_R$  zugeordnet. Die Geraden  $F D P_v$  seien "Querschnittsgeraden" genannt.

In den Gleichungen 127, 128 und 129 ist noch eine wichtige Beziehung zwischen den Mengen und den Abständen der Punkte F, Dund  $P_v$  des Bildes 102 enthalten: Wird die zwischen zwei Böden strömende Dampfmenge D durch den Abstand der Punkte F und  $P_v$  (Bild 102) dargestellt, so gibt die Strecke

 $\overline{FD}$  die Destillatmenge Eund die Strecke  $\overline{DP_v}$  die Rücklaufmenge F an, die durch denselben waagerechten Querschnitt wie Dströmt <sup>1</sup>.

## 1. Bestimmung der Bodenzahl der Verstärkungssäule.

Die Querschnittsgerade gibt den Zusammenhang der Zustände im Dampf und in der Flüssigkeit zwischen zwei Böden an. Die Verfolgung der Zustände längs der Rektifiziersäule und die Bestimmung der Bodenzahl wird möglich, wenn noch eineBeziehung zwischen dem



Bild 103. Verfolgung der in Bild 104 angegebenen Zustände in der Verstärkungssäule.

Zustand des Dampfes, der von einem Boden aufsteigt, einerseits und der Flüssigkeit auf dem gleichen Boden anderseits angegeben wird. Es wird die Annahme gemacht, daß Flüssigkeitsdurchmischung und vollkommener Stoffaustausch unter Vermeidung des Mitreißens von Flüssigkeit im Dampf stattfindet. Dann steht der von einem Boden aufsteigende Dampf nicht nur mit der Flüssigkeit auf einem Boden, sondern auch mit dem Ablauf vom gleichen Boden im Gleichgewicht  $(\xi_{D_2} /// \xi_{F_1}; \xi_{D_3} /// \xi_{F_2}$  usw., s. Bild 103).

Das Verfahren zur Auffindung der Zustände längs einer Austauschsäule und zur Bestimmung der theoretischen Bodenzahl ist an Hand der Bilder 103 und 104 erläutert. Der Zustand der Flüssigkeit mit  $\xi_B$  Gew.-% an Leichtersiedendem in der Blase (s. Bild 103) ist durch Punkt *B* auf der Siedelinie (Bild 104) gegeben. Der Zustandspunkt  $D_1$  (Bild 104 und 103) des aus der Blase aufsteigenden Dampfes muß wegen des Phasengleichgewichtes auf der durch *B* gehenden Isotherme  $t_1$  und, weil

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 3, S. 121.

der Dampf als trocken gesättigt angenommen ist, auf der Taulinie liegen. Verbindet man  $D_1$  mit dem Pol $P_v$  durch eine Gerade, so liefert diese den Punkt  $F_1$  auf der Siedelinie, welcher den Zustand der Flüssigkeit angibt, vom untersten Boden abläuft und in die Destillierblase gelangt. Gemäß der gemachten Annahme steht der vom untersten Boden aufsteigende Dampf  $D_2$  im Gleichgewicht mit dem Ablauf  $F_1$  (Bild 103)



Bild 104. Bestimmung der theoretischen Bodenzahl der Verstärkungssäule.

des gleichen Bodens. In Bild 104 muß deshalb Punkt  $D_2$  auf der durch  $F_1$ gehenden Isotherme  $t_2$  und auf der Taulinie liegen. Ähnlich werden aus  $D_2$  die Punkte  $F_2$ ,  $D_3$ ,  $F_3$ ,  $D_4$  und  $F_4$ gefunden. Der Unterschied  $\xi_E - \xi_{D4}$ stellt die Verstärkung durch TeilniederschlagimRücklaufkondensator dar (s. Abschnitt B, IV und D, IV). Wird diese vernachlässigt oder wird im Kondensator der gesamte in ihn strömende Dampf niedergeschlagen und danach das Kondensat in einen Rücklaufstrom und in einen Destillatstrom geteilt, dann muß das Zeichnen der in Bild 104 eingetragenen Linienzüge so lange fortgesetzt werden, bis der Zustandspunkt des vom obersten Boden aufsteigenden Dampfes mit Punkt E in Bild 104 zusammenfällt. Der in den Kondensator strömende Dampf, der Rücklauf zum obersten Boden und das Erzeugnis haben dann die gleiche Konzentration  $\xi_{E}$ .

Die theoretische Anzahl  $n_t$  der Böden ist gegeben durch die Anzahl der Eckpunkte  $F_1$ ,  $F_2$ ,  $F_3$  usw. in Bild 104. Die wirklich erforderliche Bodenzahl n ist dann bestimmt durch

$$n = \frac{n_t}{s_M}$$

wobei  $s_M$  das mittlere Austauschverhältnis der Böden bedeutet, das im allgemeinen den Mittelwert 0,7 besitzt, im übrigen aber in bestimmten Grenzen schwanken kann (s. Abschn. D IV 2).

Die Vorteile des  $i, \xi$ -Bildes werden besonders deutlich bei der Angabe der wirklichen Zustände in einer Säule. Es gestattet einen weitgehenden Einblick in die physikalischen Eigenschaften der beiden Phasen in getrenntem und gemischtem Zustande. Entgegen der gemachten Voraussetzung findet nämlich auf einem Rektifizierboden kein vollkommener Stoffaustausch statt, das heißt, der Gleichgewichtszustand zwischen Dampf und Flüssigkeit auf einem Boden wird nicht erreicht, und es wird auch Flüssigkeit im Dampf von einem Boden auf den darüberliegenden Boden mitgerissen. Die Querschnittsgerade hat auch bei diesen Verhältnissen volle Gültigkeit. Es ist jetzt lediglich unter der Menge D, welche in Gleichung 127, 128 und 129 eine Menge reinen, flüssigkeitsfreien Dampfes bedeutet, eine aus Dampf und mitgerissener Flüssigkeit bestehende Gemischmenge und unter  $i_D$  der Wärmeinhalt je kg Dampf-Flüssigkeitsgemisch zu verstehen sowie unter  $\xi_D$  Gewichts-

prozente an Leichtersiedendem im Gemisch aus Dampf und Flüssigkeit. In Bild 105 entspricht Punkt  $F_1$  dem Zustand des Ablaufes eines bestimmten, z. B. des untersten Austauschbodens (s. Bild 103) einer Säule und  $D_1$  dem Zustand des demselben Boden aus der Blase zuströmenden Dampfes. Der von dem betrachteten Boden aufsteigende, trocken gesättigte Dampf kann im Idealfalle einen Zustand des auf der Isotherme  $t_2$  und der Taulinie liegenden Punktes  $D_2$  (s. Bild 105) erreichen. Die theoretische Anreicherung im Dampf ist daher gegeben durch

$$\Delta \xi_{Dt} = \xi_{D2} - \xi_{D1}.$$

In Wirklichkeit hat das vom untersten Boden aufsteigende Dampf-Flüssigkeitsgemisch nur einen Gehalt von  $\xi_{D2}^{\times}$  Gew.- % an Leichtersiedendem, so daß die wirkliche Anreicherung nur

$$\Delta \xi_D = \xi_{D2}^{\times} - \xi_{D1}$$

beträgt. Das Austauschverhältnis s ist hier gedeutet durch

$$s = \frac{\Delta \xi_D}{\Delta \xi_{Dt}}.$$
 (132)

In Bild 105 ist s in Abhängigkeit von der Bodenablaufkonzentration

aufgetragen. Zu  $\xi_{F_1}$  gehört beispielsweise ein s von 0,5, so daß  $\xi_{D_2}^{*}$  in der Mitte zwischen  $\xi_{D_1}$  und  $\xi_{D_2}$  liegt. Weil der vom Boden aufsteigende Dampf Flüssigkeit enthält, liegt sein Zustand im Naßdampfgebiet zwischen Siede- und Taulinie. Er enthalte 85% reinen Dampfes und 15% Flüssigkeit, so daß sein Zustand auf der Linie für  $\delta = 0.85$  (s. Bild 105) liegen muß. Ihr Schnittpunkt mit der Senkrechten durch  $\xi_{D_2}^{*}$  liefert den Punkt  $D_2^{*}$  des wirklichen Zustandes des Gemisches. Dieses besteht aus Flüssigkeit vom Zustand  $F_1$  und aus Dampf vom Zustand  $D_2^{0}$ , wobei  $D_2^{0}$  auf der Taulinie und auf der durch die Punkte  $F_1$  und  $D_2^{*}$  verlaufenden Geraden liegt. Die Entfernung des Punktes  $D_2^{0}$  von  $D_2$  gibt einen Maßstab für die Vollkommenheit des Wärme- und Stoffaustausches.



Bild 105. Bestimmung der wirklichen Zustände in einer Austauschsäule.

Kirschbaum, Destillier- und Rektifiziertechnik.

Die von  $D_2^0$  ausgehende Isotherme entspricht einer Temperatur  $t_2^0$ . Das restliche Temperaturgefälle, das zwischen Dampf und den von ihm mitgerissenen Flüssigkeitstropfen besteht, beträgt dann  $t_2^0-t_2$ . Die durch  $P_v$  und  $D_2^{\times}$  gehende Querschnittsgerade liefert auf der Siedelinie den Zustandspunkt  $F_2$  der auf den untersten Boden gelangenden Flüssigkeit. Auf die gezeigte Art können die wirklichen Zustände von Boden zu Boden verfolgt und die wirkliche Bodenzahl durch die Anzahl der Punkte  $F_1$ ,  $F_2$  usw. ermittelt werden. Dem zweituntersten Boden strömt



Bild 106. Bestimmung der Mindestrücklaufwärme.

das Gemisch mit dem Gehalte  $\xi \tilde{D}_2$ zu und die theoretische Anreicherung ist durch  $\xi_{D3} - \xi_{D2}^{\times}$  gegeben (s. Bild 105).

## 2. Ermittlung des Mindestrücklaufes.

Der Mindestrücklauf ist wie das Mindestrücklaufverhältnis dadurch gekennzeichnet, daß bei ihm die Bodenzahl unendlich groß wird und daß letztere endlich wird, wenn der Mindestrücklauf um einen beliebig kleinen Betrag vergrößert wird. Die Rücklaufwärme und mit ihr der Rücklauf werden um so kleiner, je kleiner die Summe  $i_E + q_R$  wird (s. Bild 102), das heißt, je tiefer im  $i, \xi$ -Bild der Pol  $P_v$  liegt. Mit der Verlegung des Poles  $P_v$  in Bild 104 nach unten wird die theoretische Bodenzahl größer und die Querschnittsgeraden schmiegen sich mehr an die Isothermen an. Im

Grenzfalle fallen Querschnittsgeraden und Isothermen zusammen. Ist die Blasenkonzentration mit  $\xi_B$  gemäß Punkt *B* in Bild 106 gegeben, so fällt die Querschnittsgerade, welche die Mindestrücklaufwärme angibt, mit der durch Punkt *B* gehenden Isotherme  $t_1$  zusammen. Sie schneidet auf der Senkrechten mit dem Abszissenwert  $\xi_E$  im Punkte  $P_{vm}$  den Ordinatenwert  $i_E + q_{Rm}$  ab, wobei  $q_{Rm}$  die je kg Destillat abzuführende Mindestrücklaufwärme darstellt (spez. Mindestrücklaufwärme). Mit ihr wird die Bodenzahl unendlich groß. Sie wird endlich, wenn  $q_{Rm}$  beliebig vergrößert wird, weil nämlich sämtliche Isothermen für niedrigere Temperaturen als  $t_1$  die Senkrechte durch  $\xi_E$  in Punkten schneiden, die alle tiefer liegen als  $P_{vm}$ .

Die zuletzt genannte Bedingung ist nicht immer erfüllt. Ist beispielsweise der Zustand eines zu trennenden Äthylalkohol-Wassergemisches durch Punkt *B* (Bild 107) gegeben, so liefert die Isotherme  $t_1$  durch *B* den Schnittpunkt *P*, welcher aber noch nicht das  $q_{Rm}$  angibt, weil es nämlich noch Isothermen für kleinere Temperaturen als  $t_1$  gibt, welche die Senkrechte durch  $\xi_E$  in einem Punkte schneiden, der höher liegt als P. Beispielsweise liefert die Isotherme  $t_x$  den Schnittpunkt  $P_{vn}$ . Man muß dann die Isotherme rechts von  $t_1$  im  $i, \xi$ -Bild aufsuchen, welche den am höchsten gelegenen Schnittpunkt auf der Senkrechten durch

 $\xi_E$  liefert. Dieser legt das  $q_{Rm}$ fest, weil man nur dann bei einer beliebig kleinen Vergrößerung von  $q_{Rm}$  eine endliche Bodenzahl erhält, welche die Trennung von  $\xi_B$  auf  $\xi_E$  gestattet.

Der wirkliche Rücklauf muß wieder so gewählt werden, daß die Summe aus jährlichen Betriebskosten und Anschaffungskosten einen

Kleinstwert ergibt. Im allgemeinen ist  $q_R = (1, 3 \div 5 \div 10)$  $q_{Rm}$ . Bei Rektifizierapparaten der Alkoholindustrie ist  $q_R \approx 1.5 q_{Rm}$ .

Wird der gesamte Dampf im Rücklaufkondensator niedergeschlagen und das Kondensat in die Säule geleitet, also kein Erzeugnis dem Apparat entnommen (E=0), so



Bild 107. Bestimmung der Mindestrücklaufwärme eines Zweistoffgemisches, dessen Gleichgewichtskurve einen Wendepunkt aufweist.

wird  $q_R = \infty$ . Der Pol  $P_v$  liegt im Unendlichen und die Querschnittsgeraden stellen im *i*,  $\xi$ -Bild Senkrechten zur Abszisse dar.

# II. Der stetig arbeitende Rektifizierapparat.

Die Destillierblase ist durch die Abtriebsäule (s. Bild 108) ersetzt. Die stetig mit  $\xi_M$  [Gew.-%] an Leichtersiedendem und einem Wärmeinhalt von  $i_M$  [kcal/kg] zufließende Mischungsmenge M [kg/h] wird in das Erzeugnis E mit  $\xi_E$  [Gew.-%] an Leichtersiedendem und in den Ablauf A mit  $\xi_A$  [Gew.-%] und  $i_A$  [kcal/kg] getrennt. Was in den Bilanzkreis durch die Querschnitte a und b in Bild 108 einströmt, muß ihn im Beharrungszustande wieder verlassen:

$$F_a + D_b = F_b + D_a$$

$$D_a - F_a = D_b - F_b$$
(133)

Danach ist der Unterschied zwischen Flüssigkeits- und Dampfmenge in einem beliebigen Querschnitt der Abtriebsäule unveränderlich und gleich der Menge des Ablaufes:

$$F - D = A . \tag{134}$$

Ähnliches läßt sich von den durch einen Querschnitt der Abtriebsäule strömenden Mengen an Leichtersiedendem aussagen (s. Bild 108):

$$F \cdot \xi_F - D \cdot \xi_D = A \cdot \xi_A . \tag{135}$$

#### 132 Die Rektifikationsvorgänge im Wärmeinhalt-Konzentrationsbild.

In der Wärmebilanz der Abtriebsäule muß die der Destillierblase zugeführte *Heizwärme*  $Q_B$  berücksichtigt werden:

$$F \cdot i_F - D \cdot i_D = A \cdot i_A - Q_B . \tag{136}$$





$$i_D - \frac{\xi_D - \xi_A}{\xi_D - \xi_F} \cdot (i_D - i_F) = i_A - q_B.$$
 (138)

Die Veränderungen der Zustände in der Abtriebsäule erfolgen so, daß Gleichung 138 erfüllt ist<sup>1</sup>. Die Zustandspunkte der Flüssigkeit F mit den Ordinaten  $\xi_F$  und  $i_F$  und des Dampfes D mit  $\xi_D$  und  $i_D$  sowie der Punkt  $P_A$  mit den Ordinaten  $\xi_A$  und  $(i_A - q_B)$  liegen auf der sogenannten Querschnittsgeraden. Weil der Zustand von F und D sich längs der Säule ändert, stellt Gleichung 138 im  $i, \xi$ -Bild ein Strahlenbüschel dar, dessen Strahlen durch den Pol  $P_A$  mit den Ordinaten  $\xi_A$  und  $i = i_A - q_B$  gehen (s. Bild 109). Der Pol  $P_A$  liegt also um  $q_B$  tiefer als der Zustandspunkt Ades Ablaufes.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 3, S. 121.

Die Gleichungen 134 bis 136 liefern ferner eine im  $i, \xi$ -Bild einfach wiederzugebende Beziehung zwischen den Flüssigkeits- und Dampfmengen. In Bild 109 verhält sich die Strecke  $\overline{DP_A}$  zur Strecke  $\overline{FP_A}$  bzw. zur Strecke  $\overline{FD}$  wie die Flüssigkeitsmenge F zur Dampfmenge D bzw. zur Ablaufmenge A.

Bei heftiger Umrührung in der Blase, wie es beim Sieden der Flüssigkeit vorliegt, kann angenommen werden, daß der aus der Blase aufsteigende Dampf mit dem Zustandspunkt  $D_1$  im  $i, \xi$ -Bild im Gleichgewicht mit dem Blaseninhalt

steht. Deshalb muß  $D_1$  auf der durch A gehenden Isotherme  $t_A$ und auf der Taulinie liegen (s. Bild 109).

Die Mengenbilanz der gesamten Anlage (Bild 108) liefert die Beziehungen:

$$M = E + A$$
, (139)

 $M \cdot \xi_M = E \cdot \xi_E + A \cdot \xi_A$ , (140) woraus folgt:

$$M = E \cdot \frac{\xi_E - \xi_A}{\xi_M - \xi_A} \quad (141)$$

und

$$E = A \cdot \frac{\xi_M - \xi_A}{\xi_E - \xi_M} \,. \quad (142)$$

Die Wärmebilanz der Anlage (Bild 108) ergibt:

$$= E \cdot i_{E} + Q_{R} + A \cdot i_{A} .$$
 (143)

Aus den Gleichungen 141, 142 und 143 folgt unter Verwendnug der Beziehungen 130 und 137:

$$= \frac{\frac{(i_E + q_R) - i_M}{\xi_E - \xi_M}}{\frac{i_M - (i_A - q_B)}{\xi_M - \xi_A}} \cdot \left| \right| (144)$$

Gleichung 144 besagt, daß im  $i, \xi$ -Bild der Zustandspunkt Mdes Zulaufes mit den Ordinaten  $\xi_M$  und  $i_M$ , der Pol  $P_v$  der Verstärkungssäule mit den Or-



Bild 110. Bestimmung der theoretischen Bodenzahl eines stetig arbeitenden Rektifizierapparates.

dinaten  $\xi_E$  und  $(i_E + q_R)$  sowie Pol  $P_A$  der Abtriebsäule mit den Ordinaten  $\xi_A$  und  $(i_A - q_B)$  auf einer Geraden<sup>1</sup>, der sogenannten Hauptgeraden liegen (s. Bild 110). Diese Beziehung ergibt sich auch auf einfache Weise aus dem Begriff der Mischungsgeraden, indem man sich die Mischung M in zwei Bestandteile mit den Zustandspunkten  $P_v$ und  $P_A$  zerlegt denkt. In Bild 110 ist angenommen, daß die Temperatur

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 3, S. 121.

der zu trennenden Mischung unter der Siedetemperatur liegt. Der Pol  $P_A$  kann auch unterhalb der Abszisse liegen, dann nämlich, wenn  $i=i_A-q_B$  negativ wird. In der Lage der Hauptgeraden ist bereits die gesamte Wärmebilanz des Rektifizierapparates enthalten. Ist beispielsweise Punkt M sowie der Pol  $P_v$  und mit letzterem die je kg Destillat abzuführende Rücklaufwärme (spez. Rücklaufwärme) gegeben, so kann auf der Senkrechten durch  $\xi_A$  die je kg Ablauf zuzuführende Heizwärme (spez. Heizwärme) abgelesen werden. Dieser ein-



Bild 111. Verfolgung der in Bild 110 angegebenen Zustände in einem stetig arbeitenden Rektifizierapparat.

fache und in übersichtlicher Weise dargestellte Zusammenhang, der für die Wärmetechnik eines Rektifizierapparates wichtig ist, ist ein Vorteil des  $i, \xi$ -Bildes.

### 1. Die Bestimmung der Bodenzahl der Abtriebsäule.

Die theoretische Bodenzahl der Abtriebsäule wird mit der Annahme bestimmt, daß auch auf den Böden der Abtriebsäule Flüssigkeitsdurchmischung und vollkommener Wärmeund Stoffaustausch stattfindet. Aus dieser Annahme folgt, daß der von einem Boden aufsteigende Dampf mit dem vom gleichen Boden ablaufenden Rücklauf im Phasengleichgewicht steht. Danach lassen sich die Zustandsänderungen in der Abtriebsäule folgendermaßen verfolgen: Der aus der Blase (s. Bild 111) aufsteigende Dampf befindet sich im Gleichgewicht mit dem Blaseninhalt. Der Zustandspunkt  $D_1$  (s. Bild 110) dieses Dampfes liegt daher auf der Taulinie und auf der Isotherme $t_1$ durch Punkt A des Ablaufzustandes. Der Zustandspunkt  $F_1$  des Rücklaufes in die

Blase bildet den Schnittpunkt der Querschnittsgeraden  $P_A D_1$  mit der Siedelinie. Der dem zweiten Boden zuströmende Dampf  $D_2$  (Bild 111) steht im Gleichgewicht mit dem Ablauf  $F_1$ . Sein Zustandspunkt  $D_2$  liegt deshalb im  $i, \xi$ -Bild 110 auf der Isotherme  $t_2$  durch  $F_1$ . Mit Hilfe der Querschnittsgeraden  $P_A D_2$  wird  $F_2$  und daraus der Gleichgewichtsdampfpunkt  $D_3$  gewonnen. Wird dieser mit  $P_A$  verbunden, so erhält man den Zustandspunkt  $F_3$  des vom obersten Boden der Abtriebsäule abfließenden Rücklaufes. Durch  $F_3$  geht die Isotherme  $t_4$ , welche auf der Taulinie den Schnittpunkt  $D_4$  liefert. Dieser gibt den Zustand des vom obersten Boden der Abtriebsäule aufsteigenden und damit dem untersten Boden der Verstärkungssäule zuströmenden Dampfes an. Der Zustandspunkt  $F_4$  der den untersten Verstärkungsboden verlassenden Flüssigkeit wird als Schnittpunkt der durch den Pol  $P_v$  der Verstärkungssäule und durch  $D_4$  verlaufenden Querschnittsgeraden mit der Siedelinie erhalten. Auf ähnliche Weise wie für die Abtriebsäule geschildert und wie es an Hand des Bildes 104 erläutert wurde, folgen aus  $F_4$  die Punkte  $D_5$ ,  $F_5$ ,  $D_6$ ,  $F_6$ ,  $D_7$ ,  $F_7$  und  $D_8$ . Die Verstärkung vom Punkte  $D_8$  bis E stellt

die Anreicherung durch teilweisen Niederschlag im Rücklaufkondensator dar (s. Abschn. DIV4). Die theoretische Anzahl der Abtriebsböden ist gegeben durch die Zahl der Punkte  $F_1, F_2$  usw., welche die Querschnittsgeraden der Abtriebsäule als Schnittpunkte mit der Siedelinie liefern. Die theoretische Bodenzahl der Verstärkungssäule gibt die Anzahl der Punkte $F_4, F_5$  usw. an, welche Schnittpunkte der Querschnittsgeraden mit der Siedelinie darstellen. Die wirkliche Bodenzahl n der Abtriebsäule und diejenige der Verstärkungssäule wird erhalten, indem man die theoretische Bodenzahl $n_t$  durch den Zahlenwert  $s_M$  des mittleren Austauschverhältnisses teilt (s. Gleichung 132). Für den Zahlenwert von  $s_M$  gilt das in Abschnitt D IV 2 für die Verstärkungssäule Gesagte. Die wirklichen Zustände in der Abtriebsäule und daraus die wirkliche Bodenzahl können in gleicher Weise ermittelt werden, wie es an Hand des Bildes 105 für die Verstärkungssäule erläutert wurde.

Dem Ablauf des untersten Bodens der Verstärkungssäule mit dem Zustandspunkt  $F_4$  (Bild 110) wird die zufließende Mischung M beigemischt.

Bild 112.

Zustandsänderung in der Säule bei zu hoch angeordnetem Zulaufstutzen.

Verbindet man deshalb im  $i, \xi$ -Bild 110 die Zustandspunkte  $F_4$  und M einerseits sowie  $P_A$  und  $D_4$  anderseits durch Geraden, so erhält man den Schnittpunkt  $M_{F4}$ , der den Zustand des Gemisches der Flüssigkeiten  $F_4$  und M darstellt, bevor es mit dem Dampf in Austausch tritt.

Strömt die Mischung mit Siedetemperatur zu, dann liegt ihr Zustandspunkt M im  $i, \xi$ -Bild auf der Siedelinie. Je nach der Stärke ihrer Krümmung verschiebt sich dann der Mischpunkt  $M_{F4}$  ins Naßdampfgebiet. Das bedeutet, daß bei der Mischung des flüssigen Zulaufes und des Rücklaufes Dampf entsteht. Im allgemeinen ist aber diese Dampfmenge äußerst klein, weil der Mischpunkt sehr nahe an der Siedelinie liegt. Im übrigen strömt der Zulauf fast immer etwas unter die Siedetemperatur unterkühlt zu.
#### 2. Die Lage der Zulaufstelle.

Zur Erläuterung sei angenommen, daß der Zulauf an einer Stelle der Säule zugeführt wird, die um einen Boden höher liegt, als es in Bild 111 angegeben ist, so daß sich die Mischung M bei sonst gleichen Bedingungen, für die Bild 110 gilt, mit dem Rücklauf  $F_5$  (Bild 111) mischt. Die Lage des Zustandspunktes des vom vierten Boden (von



Zustandsänderung in der Säule bei zu tief angeordnetem Zulaufstutzen.

unten ab gerechnet) abfließenden Rücklaufes ist dann durch den Schnittpunkt  $F'_4$  der Verbindungsgeraden  $P_A D_4$  mit der Siedelinie festgelegt (s. Bild 112). Die Isotherme  $t'_5$  liefert den Gleichgewichtspunkt  $D'_5$  auf der Taulinie. Damit ist die theoretische Anreicherung  $\Delta \xi'_{Dt}$  des obersten Bodens der Abtriebsäule kleiner als diejenige Anreicherung  $\Delta \xi_{Dt}$  des gleichen Bodens bei der Anordnung des Zulaufes gemäß Bild 111. Wäre der Zulauf gegenüber diesem Bild um mehrere Böden höher angeordnet, dann wäre die Anreicherung aller dieser Böden, welche zwischen der neuen Lage der Zulaufstelle und derjenigen gemäß Bild 111 liegen, kleiner als bei der Anordnung nach Bild 111. Die obersten Abtriebsböden können dann vollkommen wirkungslos werden.

Liegt hingegen die Zulaufstelle um einen Boden tiefer als in Bild 111, so wird der Zustandspunkt  $F'_3$  des Ablaufes vom dritten Boden als Schnittpunkt der Querschnittsgeraden  $P_V D_3$  mit der Siedelinie erhalten (s. Bild 113) und der mit dieser Flüssigkeit im Gleichgewicht stehende Dampf entspricht einem Zustandspunkt, der auf der Taulinie und auf der Isotherme  $t'_4$  durch  $F'_3$ 

liegt. Auch hierbei wird die theoretische Anreicherung  $\Delta \xi'_{Dt}$  des dritten Bodens kleiner als die Anreicherung  $\Delta \xi_{Dt}$ , die sich bei der Lage des Zulaufes gemäß Bild 111 ergibt. Letztere ergibt im Vergleich mit einer nach oben oder unten verlegten Zulaufstelle bei gleichen Trenngrenzen des Apparates eine kleinere Bodenzahl oder bei gleicher Bodenzahl in der Abtrieb- und Verstärkungssäule eine weitergehende Trennung des Gemisches. Am günstigsten ist es, wenn der Zustandspunkt des vom oberen Abtriebsboden aufsteigenden Dampfes in die Hauptgerade  $P_A P_V$  fällt.

#### 3. Bestimmung des Mindestrücklaufes.

Die Lage der Pole für den *Mindestrücklauf* ist dadurch gekennzeichnet, daß die Bodenzahl der Verstärkungs- oder der Abtriebsäule unendlich groß wird und daß sie endlich wird, sobald der Mindestrücklauf um einen beliebigen Betrag vergrößert wird. Fließt die Mischung kalt zu gemäß Punkt M in Bild 114, so wird die dem Mindestrücklauf entsprechende höchste Lage des Poles  $P_{Am}$  sowie die zugeordnete tiefste Lage des

Poles  $P_{Vm}$  dadurch gefunden, daß man diejenige Isotherme  $t_m$  aufsucht, deren geradlinige Verlängerung nach unten durch den Mi- $\operatorname{schungspunkt} M$  geht. Diese Gerade schneidet die Senkrechte durch  $\xi_A$ im Punkte  $P_{Am}$  und die Senkrechte durch  $\xi_E$  im Punkte  $P_{Vm}$ . Diese beiden Punkte geben die spez. Mindestheizwärme  $q_{Bm}$  und die spez. Mindestrücklaufwärme  $q_{Rm}$  an (s. Bild 114). Der Punkt M verschiebt sich bei Erwärmung des Zulaufes auf Siedetemperatur nach Punkt M'(s. Bild 114), durch welchen die Isotherme  $t'_m$  geht, deren geradlinige Verlängerung die Schnittpunkte  $P'_{Am}$  und  $P'_{Vm}$  ergibt. Es ist ersichtlich, daß die Anwärmung des Zulaufes auf Siedetemperatur eine Verringerung der spez. Mindestheizwärme, aber eine Vergrößerung spez. Mindestrücklaufwärme der zur Folge hat. Im allgemeinen wird auf diese Weise die Mindestrücklaufwärme bestimmt. Eine Aus-



Bild 114. Mindestrücklauf- und Heizwärme bei kalt bzw. mit Siedetemperatur zuströmender Mischung.

nahme ist jedoch dann zu machen, wenn das Gemisch Isothermen für höhere Werte als  $t_m$  oder  $t'_m$  (s. Bild 114) aufweist, welche die Senkrechte durch  $\xi_E$  in Punkten schneiden, welche höher liegen als der Punkt  $P_{Vm}$  bzw.  $P'_{Vm}$  in Bild 114. Wie an Hand des Bildes 107 für den absatzweise arbeitenden Rektifizierapparat bereits erläutert, ist auch beim stetig arbeitenden Apparat diejenige Isotherme für die Mindestrücklaufwärme maßgebend, welche auf der Senkrechten auf die Abszisse beim Wert  $\xi_E$  den größten Zahlenwert für die Mindestrücklaufwärme ergibt. Verbindet man im  $i, \xi$ -Bild diesen Schnittpunkt mit dem Zustandspunkt der zu trennenden Mischung durch eine Gerade, so schneidet diese die Senkrechte durch den Abszissenwert  $\xi_A$  in einem Punkte, welcher die spez. Mindestheizwärme angibt. Dieser Fall kann bei dem Gemisch Äthylalkohol-Wasser vorliegen.

Die wirkliche Rücklaufwärme ist größer als die Mindestrücklaufwärme. Sie ist so zu wählen, daß die Summe aus Betriebs- und Anschaffungskosten (Verzinsung und Amortisation) einen Kleinstwert ergibt (s. Abschnitt E III). Im allgemeinen beträgt  $q_R$  das 1,3 bis 10 fache von  $q_{Rm}$ . In der Spiritusindustrie ist es üblich,  $q_R = 1,5 q_{Rm}$  zu wählen.

Durch  $q_R$  ist im *i*,  $\xi$ -Bild der Pol  $P_V$  der Verstärkungssäule festgelegt. Die Hauptgerade ergibt den Pol  $P_A$  der Abtriebsäule mit der spez. Heizwärme  $q_B$  (s. Bild 110). Bei der praktischen Durchrechnung eines Apparates werden mit Hilfe der Gleichungen 141 und 142 aus der zu trennenden Mischungsmenge M die Destillatmenge E und die Ablaufmenge A



Bild 115. Spezifische Mindestrücklauf- und Mindestheizwärme in Abhängigkeit von der Konzentration der mit Siedetemperatur zuströmenden Mischung Äthylalkohol-Wasser.

wärme über einen größeren Konzentrationsbereich gleich groß, um dann sehr schnell auf Null zu sinken. Der aus Bild 115 ersichtliche waagerechte Verlauf von  $q_{Rm}$  für  $\xi_E = 95$  ergibt sich aus der Bedingung, daß die Bodenzahl der Verstärkungssäule einen endlichen Wert annehmen soll, sobald der Mindestrücklauf um einen beliebig kleinen Betrag vergrößert wird. Die Lage des Pols  $P_{Vm}$ , der den Mindestrücklauf angibt, wird dann nach dem an Hand des Bildes 107 erläuterten Verfahren bestimmt. Würde man ohne Rücksicht auf die genannte Bedingung den Mindestrücklauf lediglich aus der tiefsten Lage des Poles, der als Schnittpunkt einer bestimmten Isotherme mit der Senkrechten auf die Abszisse bei  $\xi_E$  (s. Bild 106) erhalten wird, ermitteln, dann würde sich die in Bild 115 gestrichelt gezeichnete Linie ergeben. Der bei den meisten

ermittelt. Die gesamte zur Erzeugung des Rücklaufes abzuführende Kondensationswärme (Rücklaufwärme) ist dann gegeben durch  $Q_R =$  $q_{R} \cdot E$  und die Heizwärme durch  $Q_B = q_B \cdot A$ . In Bild 115 sind für das Gemisch Äthylalkohol-Wasser die spez. Mindestrücklaufwärmen  $q_{Rm}$  für Destillatkonzentration eine von 85 und 95 Gew.-% Alkohol sowie die spez. Mindestheizwärme für alkoholfreien Ablauf ( $\xi_R = 0$ ) in Abhängigkeit von der Konzentration  $\xi_M$  der zulaufenden Mischung und unter der Annahme aufgetragen, daß die Mischung mit der Siedetemperatur auf dem Einlaufboden zuströmt. Für  $\xi_E = 85$  nimmt  $q_{Rm}$  stetig ab und schneidet die Abszisse bei  $\xi_m = 78\%$ . Diese Konzentration liefert die Isotherme $t_E$ durch den Destillatpunkt E(Bild 114) im Schnittpunkt Smit der Siedelinie. Für  $\xi_E = 95$ bleibt die Mindestrücklauf-

Gemischen vorliegende Verlauf der Mindestheizwärme in Abhängigkeit von  $\xi_M$  ist der, wie ihn die  $q_{Bm}$ -Kurve für  $\xi_R = 0$  und für  $\xi_E = 85$  in Bild 115 angibt: Mit wachsendem  $\xi_M$  steigt  $q_{Bm}$  und nähert sich assymptotisch der Senkrechten durch den Abszissenwert  $\xi_E$ . Dies gilt auch grundsätzlich für  $\xi_E = 95$ . Bei der Zulaufkonzentration  $\xi'_m$ , von welcher ab die  $q_{Rm}$ -Linie für  $\xi_E = 95$  waagerecht verläuft, nimmt aber die  $q_{Bm}$ -Linie für  $\xi_E = 95$  einen steileren Verlauf an als diejenige für  $\xi_E = 85$ . Dies rührt davon her, daß die Lage des den Mindestrücklauf angebenden Poles nicht durch den am tiefsten liegenden Schnittpunkt der Naßdampfisothermen mit der Senkrechten durch  $\xi_E$  gegeben ist, sondern in der Weise aufzusuchen ist, wie es in Bild 107 gezeigt ist. Es muß gestanden werden, daß bei dem angeführten Beispiel die Bestimmung Haùptgerade des Mindestrücklaufes mit Hilfe des  $i, \xi$ -Bildes 600 Taulinie

zu nicht sehr genauen Ergebnissen führt, wenn man nicht sehr umständliche zeichnerische Kunstgriffe zu Hilfe nimmt. Die Isothermen für Temperaturen, die nahe der Siedetemperatur des ausgezeichneten Punktes liegen, schneiden nämlich die Senkrechte durch  $\xi_E$ unter einem sehr spitzen Winkel. Anderseits müssen noch über den Umweg der Gleichgewichtskurve Isothermen in das  $i,\xi$ -Bild eingezeichnet werden, die sehr nahe aneinander liegen und für

Bild 116. Zusammenhang zwischen Rücklaufwärme, Heizwärme und Zustand des zu trennenden Äthylalkohol-Wassergemisches.

Temperaturen gelten, die wenig, beispielsweise um  $0,1^{\circ}$  C und weniger, gegeneinander abgestuft sind. Das Legen einer Tangente an die Gleichgewichtskurve führt schneller und genauer zum Ziel (Abschn. D V und E II Bild 64 und 79).

Zahlenbeispiel: Für das behandelte Beispiel (Abschnitt E V) ist der Zustandspunkt M des mit 70° C und mit  $\xi_M = 10$  Gew.-% Alkohol zuströmenden Äthylalkohol-Wassergemisches in das  $i, \xi$ -Bild 116 eingetragen. Mit der Destillatkonzentration  $\xi_E = 94$  Gew.-% Alkohol und mit der spez. Rücklaufwärme  $q_R = 912$  kcal je kg Erzeugnis (Rücklaufverhältnis v = 4) ist der Pol  $P_V$  der Verstärkungssäule festgelegt. Punkt A mit  $\xi_A = 0$  gibt den Zustand des Ablaufes an. Die Senkrechte durch A schneidet die durch die Punkte  $P_V$  und M gehende Hauptgerade im Pol  $P_A$  der Abtriebsäule mit dem Abszissenwert  $i = i_A - q_B$ . Der senkrechte Abstand zwischen  $P_A$  und A stellt die je kg Ablauf aufzuwendende Heizwärme dar. Sie wird abgelesen zu  $q_B = 172$  kcal/kg.

Weil sich die Mischungsmenge M zur Destillatmenge E wie die Differenz  $\xi_E - \xi_A$ zu  $\xi_M - \xi_A$  verhält, stellt auch das Verhältnis der Strecken  $\overline{P_V P_A}$  zu  $\overline{MP_A}$  das Verhältnis der Mengen M zu E dar (9.4 : 1). Ferner verhält sich  $\overline{P_A M}$  zu  $\overline{MP_V}$  wie die Destillat- zur Ablaufmenge (1 : 8,4).

## G. Trennung von Gemischen mit mehr als zwei Bestandteilen. I. Abscheidung von in einem Gemische in geringen Mengen enthaltenen Stoffen.

Oft sind in einem zu trennenden Gemisch von Flüssigkeiten noch andere flüssige Stoffe in so geringer Menge enthalten, daß deren Ab-



Bild 117. Einrichtung zur Herstellung von aldehydfreiem Sprit und zur Gewinnung von konzentriertem Aldehyd (Maschinenbau-A.G., Golzern-Grimma, Grimma i. Sa.)

Zu Bild 117.

Die der Rektifiziersäule A entströmenden Dämpfe gelangen durch die Leitung 1 in den Kondensator B. In ihm wird die Hauptmenge der Dämpfe niedergeschlagen. Der an leichter siedenden Bestandteilen (Aldehyden, Estern) angereicherte Restdampf tritt zusammen mit den unkondensierbaren Gasen, meist Kohlensäure und Luft, durch das Rohr 3 in den Ergänzungskondensator Cüber. Die unkondensierbaren Gase gelangen durch Leitung 4 ins Freie. Der mit den genannten Vorlaufprodukten angereicherte Restdampf hingegen wird im Ergänzungskondensator C verflüssigt. Dieses Kondensat wird durch die Leitung 5, in der das Regelventil G angeordnet ist, zur Vorlage Fabgezogen. Soweit sie nicht auf diesem Wege entnommen wird, wird die vom Ergänzungskondensator C ablaufende Flüssigkeit durch die Leitung 6 dem Rückfluß beigemischt, der vom Kondensator B durch die Leitung 2 der Säule A zugeführt wird. Der von Vorlaufprodukten nahezu freie Sprit wird durch Leitung 7 in flüssigem Zustand bei Siedetemperatur an einer Stelle der Säule entnommen, die einige, z. B. 4 bis 5, Böden unter der Einmündungsstelle des vom Kondensator B kommenden Rückflusses liegt. Nach Abkühlung im Kühler D fließt der gereinigte Sprit durch das Regel-

ventil H und die Vorlage E ab. Die Menge des abzuziehenden Vorlaufes wird z. B. an Hand einer in der Vorlage F vorgesehenen Meßeinrichtung mittels des Ventils Gso geregelt, daß der durch die Vorlage E abfließende Sprit die verlangte Reinheit in bezug auf Aldehyd- und Estergehalt aufweist. Das Kühlwasser durchströmt nacheinander den Kühler D, den Ergänzungskondensator C und den Kondensator B.

trennung und Gewinnung nicht die Aufstellung eines besonderen Rektifizierapparates erforderlich macht. In solchen Fällen genügt es vielmehr, durch Anwendung einfacher Maßnahmen die Nebenbestandteile aus dem Hauptgemisch auszuscheiden und zu gewinnen. Wenn ihr Anteil an dem Ausgangsgemisch auch sehr klein ist, so können sie sich doch an bestimmten Stellen der Trennsäule anreichern. Diese Erscheinung ist es auch, welche bei den erwähnten Verfahren zur Gewinnung der Nebenbestandteile benützt wird.

Als Beispiel ist in Bild 117 der Plan einer Anlage zur Abtrennung von Aldehyd und Ester aus einem zu zerlegenden Äthylalkohol-Wassergemisch gezeigt. Weil diese Stoffe leichter als das Hauptgemisch sieden, reichern sie sich am Kopfe der Verstärkungssäule an. Dort sind einige Austauschböden für ihre Abscheidung vorgesehen und der Rücklaufkondensator ist so geschaltet, daß er selbst durch teilweisen Niederschlag verstärkend wirkt. Genügt in Sonderfällen eine solche Vorrichtung nicht, um Sprit von der verlangten Reinheit zu erzeugen, so muß der von der Rektifiziersäule kommende Sprit noch in einer sogenannten Schlußkolonne von den letzten Aldehyd- und Esterresten befreit werden.

Die Rektifizierapparate der Spiritusindustrie sind fast immer noch mit einer Einrichtung zur Gewinnung eines zweiten Nebenbestandteiles, des *Fuselöles*, versehen. Dieses besteht in der Hauptsache aus Amylalkohol und ist in der Trennsäule an der Stelle am stärksten angereichert, wo das flüssige Gemisch 16 bis 23 Mol-% Alkohol enthält. Nach Bild 77 stellt sich diese Konzentration auf den untersten Böden der Verstärkungssäule ein. Deshalb werden gemäß Bild 88 am untersten Boden oder an den zwei bis drei untersten Böden der Verstärkungssäule Rohrleitungen mit Hähnchen angebracht, durch welche Flüssigkeit entnommen werden kann. Um das Fuselöl möglichst vollkommen in einem Absetzgefäß abtrennen zu können, wird die Flüssigkeit vorher gekühlt und mit Auswaschwasser vermischt. Die fuselfreie Flüssigkeit strömt nach Anwärmung in den oberen Teil der Abtriebsäule zurück.

## II. Zerlegung von idealen Dreistoffgemischen. 1. Grundgleichungen und Ermittlung der Stufenzahl.

Für die Verfolgung der Konzentrationsänderung in einem Rektifizierapparat zur Zerlegung eines Dreistoffgemisches kommen dieselben Verfahren und Grundlagen zur Anwendung, die auch bei der Behandlung der Zweistoffgemische Geltung haben. Lediglich an die Stelle der Gleichgewichtskurve eines Stoffpaares tritt jetzt die Angabe der Destillationslinien in einem Dreieckskoordinatennetz, in welchem noch Linien gleicher Temperatur für die Flüssigkeit und den Dampf angegeben sind. Bild 23 zeigt beispielsweise diese Darstellung für das ideale Dreistoffgemisch Benzol-Toluol-m-Xylol. Setzt man wieder voraus, daß die molare Verdampfungswärme des Dreistoffgemisches unabhängig von der Zusammensetzung ist und daß die Lösungswärmen vernachlässigbar sind, so kann für jeden der drei Stoffe zur Verfolgung seines Gehaltes in der Verstärkungssäule in Anlehnung an die Gleichungen 56 bis 60 eine Verstärkungsgerade angegeben werden:

$$x_{D} = \frac{v}{v+1} \cdot x_{F} + \frac{x_{E}}{v+1}$$

$$y_{D} = \frac{v}{v+1} \cdot y_{F} + \frac{y_{E}}{v+1}$$
(145)

Trennung von Gemischen mit mehr als zwei Bestandteilen.

$$z_D = \frac{v}{v+1} \cdot z_F + \frac{z_E}{v+1}, \qquad (145)$$

worin v das molare *Rücklaufverhältnis*, das heißt das Verhältnis der aus dem Rücklaufkondensator in die Säule in der Zeiteinheit zurückströmenden Flüssigkeitsmenge F [Mol/h] zu der Destillatmenge E [Mol/h], angibt :

$$v = \frac{F}{E}$$
.

Der Gehalt an leichtest siedendem Stoff in der Flüssigkeit in einem waagrechten Querschnitt zwischen zwei Böden ist mit  $x_F$ , der des mittelsiedenden Stoffes mit  $y_F$  und der des schwerst siedenden Stoffes mit  $z_F$  Mol-%, ferner sind die entsprechenden Gehalte der Stoffe im Dampf im selben Säulenquerschnitt (s. Bild 72 und 119) mit  $x_D$ ,  $y_D$  und  $z_D$  Mol-% und die Gehalte im Erzeugnis mit  $x_E$ ,  $y_E$  und  $z_E$  Mol-% bezeichnet. Die angegebene Voraussetzung hat zur Folge, daß die durch die Verstärkungssäule strömende Flüssigkeitsmenge F [Mol/h] und die Dampfmenge D [Mol/h] unveränderlich sind. Jede der Gleichungen 145 stellt deshalb in einem Bild, in welchem als Abszisse der Gehalt eines Stoffes in der Flüssigkeit und als Ordinate der Gehalt desselben Stoffes im Dampf aufgetragen ist, eine Gerade dar, welche die Diagonale in einem Punkte schneidet, dessen Abszissenwert die Destillatkonzentration darstellt. Sämtliche Geraden weisen gegen die Abszisse den gleichen Neigungswinkel  $\alpha$  auf, für den die Beziehung gilt:

$$\log \alpha = \frac{v}{v+1} = \frac{F}{D} . \tag{146}$$

Die Ordinatenabschnitte der drei Verstärkungsgeraden sind durch das letzte Glied in den Ausdrücken der rechten Seite der Gleichungen 145 gegeben. Ein Punkt auf einer Verstärkungsgeraden gibt auf Grund des Vorstehenden den Zusammenhang zwischen Flüssigkeits- und Dampfgehalt in einem waagerechten Querschnitt zwischen zwei Böden an.

Auch für die *Abtriebsäule*, die unterhalb der Zulaufstelle (Bild 119) des Dreistoffgemisches liegt, gelten ähnliche Beziehungen, wie sie für Zweistoffgemische schon abgeleitet sind. Werden die für die Abtriebsäule geltenden Bezeichnungen mit dem Zeiger 'versehen, so ist die für jeden Stoff geltende *Abtriebsgerade* in Anbetracht der Gleichung 88 durch die folgende Beziehung festgelegt:

$$\begin{aligned} x'_{D} &= \frac{F'}{F' - A} \cdot x'_{F} - \frac{A}{F' - A} \cdot x_{A} \\ y'_{D} &= \frac{F'}{F' - A} \cdot y'_{F} - \frac{A}{F' - A} \cdot y_{A} \\ z'_{D} &= \frac{F'}{F' - A} \cdot z'_{F} - \frac{A}{F' - A} \cdot z_{A}, \end{aligned}$$
(147)

worin  $x_A$ ,  $y_A$  und  $z_A$  Mol-% die Gehalte der drei Stoffe im Ablauf und A die Ablaufmenge in Mol/h bedeuten. Jeder der drei Geraden nach den Gleichungen 147 ist derselbe Neigungswinkel gegen die Abszisse zugeordnet, der durch das Verhältnis der durch einen waagerechten Querschnitt der Säule strömenden Flüssigkeits- und Dampfmengen festgelegt ist:

$$\operatorname{tg} \alpha' = \frac{F'}{D'} \,. \tag{146a}$$

142

Der Gehalt eines Stoffes in der Flüssigkeit und im Dampf zwischen zwei Böden ist durch einen Punkt auf der Abtriebsgeraden desselben Stoffes gegeben. Diese Geraden schneiden die Diagonale des Bildes, in dem die Flüssigkeitsgehalte auf der Abszisse und die Dampfgehalte auf der Ordinate aufgetragen sind, in Punkten, deren Abszissenwerte die Konzentrationen  $x_A$ ,  $y_A$  und  $z_A$  Mol-% angeben. Auch der Schnittpunkt der Verstärkungs- und Abtriebsgeraden jedes Stoffes ist durch die für die Zweistoffgemische geltenden Beziehungen 92, 96 und 97 bestimmt (s. auch Bild 73). Fließt die Mischung mit den Gehalten  $x_M$ ,  $y_M$  und  $z_M$  Mol-% sowie mit der Siedetemperatur auf dem Einlaufboden zu, so schneiden sich die Verstärkungs- und Abtriebsgeraden des am leichtesten siedenden Stoffes bei dem Abszissenwert  $x_M$ , diejenigen des mittelsiedenden bei  $y_M$  und die des am schwersten siedenden Stoffes bei  $z_M$ . Es bestehen noch die folgenden einfachen Beziehungen:

$$\begin{array}{c} x_F + y_F + z_F = 100 \\ x_D + y_D + z_D = 100 \\ x'_F + y'_F + z'_F = 100 \\ x'_D + y'_D + z'_D = 100 \end{array} \right\}$$
(148)

Wird ein Gemisch, das durch einen Zustandspunkt P im Darstellungsdreieck gekennzeichnet ist, in zwei Gemische mit den Zustandspunkten  $P_1$  und  $P_2$  zerlegt, so liegen diese drei Punkte P,  $P_1$  und  $P_2$ auf einer Geraden. Dabei ist es gleichgültig, ob sich einer oder mehrere Punkte auf einen flüssigen oder dampfförmigen Zustand des Gemisches beziehen. Mit Hilfe dieser Beziehung, der Verstärkungs- und Abtriebsgeraden und der gegebenen Destillationslinien eines Dreistoffgemisches ist es möglich, die Konzentrationsänderungen in der Rektifiziersäule zu verfolgen und die Bodenzahl zu bestimmen.

Diese Ausmittlung ist für das ideale Dreistoffgemisch Benzol-Toluolm-Xylol an Hand des Bildes 118 für den stetig arbeitenden Rektifizierapparat gezeigt<sup>1</sup>. Es ist wieder angenommen, daß Flüssigkeitsdurchmischung und vollkommener Austausch zwischen den Phasen auf einem Boden vorliegt. Der von einem Boden aufsteigende Dampf steht dann im Phasengleichgewicht mit der Flüssigkeit, die von demselben Boden abläuft. Die Mischung, deren Zusammensetzung durch Punkt M in Bild 118 gegeben ist, ströme mit Siedetemperatur zu. Der Schnittpunkt der Verstärkungs- und Abtriebsgeraden für den am leichtesten siedenden Stoff ist dann durch den Benzolgehalt  $x_M$  Mol-% der Mischung gegeben. Die beiden genannten Geraden sind in Bild 118 in einem  $x_F, x_D$ -Bild wiedergegeben, dessen Ordinate in der Verlängerung der Toluol-m-Xylol-Seite des Dreiecks liegt und in dem der Abszissenwert  $x_F =$ 100 Mol-% der Höhe des Dreiecks gleichgesetzt ist. Dadurch ist es möglich, die Benzolgehalte durch Zeichnen von zur Toluol-m-Xylol-Seite parallelen Geraden aus dem Dreiecksbild in das  $x_F, x_D$ -Bild zu übertragen. Legt man diese Parallelen durch die Zustandspunkte E des Destillates und A des Ablaufes im Dreieck, so erhält man auf der Diagonale des  $x_F$ ,  $x_D$ -Bildes die Schnittpunkte E und C, durch welche

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe dazu Fußnote 1, S. 54.





die Verstärkungsgerade und die Abtriebsgerade verlaufen. Ihr gemeinsamer Schnittpunkt folgt aus der Waagerechten durch den Punkt M, wobei die Verstärkungsgerade auf der Ordinate den Punkt B mit einem Ordinatenwert abschneidet, der sich aus  $x_E = 95$  Mol-% Benzol und v = 3,5 zu o = 21,1 Mol-% ergibt. Der Zustandspunkt des Ablaufes liegt im Darstellungsdreieck auf der Flüssigkeitsisotherme für  $125^{\circ}$  C.

Zu dem aus dieser Flüssigkeit entstehenden Dampf gehört ein Zustandspunkt  $D_1$ , welcher auf der Dampfisotherme für dieselbe Temperatur von  $125^{\circ}$  C und auf der durch Punkt A gehenden Destillationslinie (s. Bild 23) liegt. Zur Verdeutlichung sind in Bild 119 die Stellen in dem Rektifizierapparat durch Buchstaben mit Zeigern gekennzeichnet, an welchen der Zustand vorliegt, den die Zustandspunkte mit denselben Buchstaben in Bild 118 angeben. Zur Auffindung des Zustandspunktes  $F_1$  der Flüssigkeit, die vom untersten Boden der Abtriebsäule abläuft, muß (s. Bild 119) der Dampfgehalt  $x_D$  des Punktes  $D_1$  als Ordinate in das  $x_F$ ,  $x_D$ -Bild übertragen werden. Es wird der Linienzug  $D_1 1I$ gezeichnet, weil Punkt I den Zusammenhang zwischen Flüssigkeitsund Dampfgehalt in dem waagerechten Querschnitt unter dem untersten Rektifizierboden angibt. Punkt  $F_1$  liegt dann sowohl auf der Waagerechten durch Punkt I als auch auf der Verbindungsgeraden  $D_1A$ . Der vom untersten Boden aufsteigende Dampf hat eine Zusammensetzung des Punktes  $D_{2}$ , welcher auf einer Dampfisotherme für diejenige Temperatur liegt, für welche die Flüssigkeitsisotherme durch Punkt  $F_1$  gilt. Ferner muß Punkt  $D_2$  auf



Bild 119. Angabe der Stellen im stetig arbeitenden Rektifizierapparat mit den Zuständen, welche in Bild 118 ermittelt sind.

der durch  $F_1$  verlaufenden Destillationslinie liegen. Genau so, wie  $F_1$ aus  $D_1$  gefunden wurde, wird der Zustandspunkt  $F_2$  der vom zweituntersten Boden ablaufenden Flüssigkeit ermittelt. Dabei wird der Linienzug  $D_2$  2 II gezeichnet und die Parallele zur Toluol-Xylol-Seite des Dreiecks durch II mit der Verbindungsgeraden  $D_2A$  zum Schnitt gebracht. Mit der Flüssigkeit des Zustandspunktes  $F_2$  steht der Dampf gemäß Punkt  $D_3$  im Phasengleichgewicht, aus dem sich mit Hilfe des Linienzuges  $D_3$  3 III auf der Geraden  $D_3A$  der Zustandspunkt  $F_3$ ergibt. Letzterer liefert den Dampfgleichgewichtspunkt  $D_4$  und dieser den Zustandspunkt  $F_4$  der Mischung, welche vom viertuntersten Boden

Kirschbaum, Destillier- und Rektifiziertechnik.

abläuft. Mit dieser steht der Dampf im Gleichgewicht, dessen Zusammensetzung Punkt  $D_5$  angibt. Er bildet den Schnittpunkt der Destillationslinie durch  $F_4$  und der Dampfisotherme derjenigen Temperatur, welche die Flüssigkeitsisotherme durch Punkt  $F_4$  festlegt. Weil



Bild 120a. Plan einer stetig arbeitenden Rektifizieranlage zur Trennung eines idealen Dreistoffgemisches, bei welcher der leichtest siedende Stoff am Kopfe der Dreistoffsäule entnommen wird.

Punkt V liefert auf der Geraden  $ED_5$  den Zustandspunkt  $F_5$ . Ihm entspricht der Dampfgleichgewichtspunkt  $D_6$ . Die beiden letztgenannten



Bild 120b. Plan einer stetig arbeitenden Rektifizieranlage zur Trennung eines idealen Dreistoffgemisches, bei welcher der am schwersten siedende Stoff am Fuße der Dreistoffsäule entnommen wird.

der Dampf des Zustandspunktes  $D_5$  dem untersten Boden der Verstärkungssäule zuströmt, muß sein Benzolgehalt  $x_D$  zur Bestimmung der Zusammensetzung des vom untersten Boden der Verstärkungssäule abfließenden Rücklaufes als Ordinate im  $x_F$ ,  $x_{D}$ -Bild unter Zuhilfenahme der geraden Linien  $D_55$  und 5Vaufgetragen werden. Der auf der Verstärkungsgeraden liegende Punkt V zeigt nämlich den Zusammenhang zwischen Flüssigkeits- und Dampfkonzentration unter dem untersten Boden der Verstärkungssäule an. Die Parallele zur  $x_D$ -Ordinate durch

Punkte liegen auf derselben Destillationslinie und auf Isothermen der gleichen Temperatur. Über den Linienzug  $\tilde{D}_6 6 VI$ wird auf der Verbindungsgeraden  $ED_6$  der Flüssigkeitszustandspunkt  $F_6$  erhalten, dem ein  $Dampfgleichgewichtspunkt D_7$ zugeordnet ist. In gleicher Weise werden die Punkte  $F_7$  und  $D_8$ gefunden. Letzterer gibt die Zusammensetzung des Dampfes an, der dem obersten Boden der Verstärkungssäule zuströmt, den die Flüssigkeit des Zustandspunktes  $\boldsymbol{F_8}$ verläßt, welcher aus  $\boldsymbol{D_8}$ über den Linienzug  $D_8 \, 8 \, VIII$  auf der Geraden  $ED_8$  gewonnen

wird. Mit dieser Flüssigkeit steht der Dampf mit dem Zustandspunkt E im Gleichgewicht. Weil angenommen ist, daß im Rücklaufkondensator keine Verstärkung stattfindet, gibt E die Zusammensetzung des Destillates an. Die *theoretische Bodenzahl* ist demnach durch die Anzahl der auf der Verstärkungs- und Abtriebsgeraden liegenden Eckpunkte I, II, III usw. gegeben. Wird diese Zahl durch das mittlere Verstärkungsverhältnis  $s_M$  (s. Abschn. D IV 2) geteilt, so erhält man die wirklich erforderliche Bodenzahl. In Bild 118 ist der Schnittpunkt  $F^{\times}$  der Verbindungsgeraden  $MF_5$ mit der Geraden  $AD_5$  angegeben. Er gibt den Zustand der Flüssigkeit an, die durch Vermischung des vom untersten Boden der Verstärkungssäule kommenden Rücklaufes ( $F_5$ ) mit dem zu trennenden Dreistoffgemisch (M) entsteht, bevor es dem Austausch unterworfen wird.

Wird der gesamte in den Rücklaufkondensator strömende Dampf niedergeschlagen und in die Säule zurückgeleitet, so wird  $v=\infty$ . Verstärkungsund Abtriebsgeraden fallen dann mit der Diagonale des  $x_F$ ,  $x_D$ -Bildes und die Punkte  $F_1$ ,  $F_2$ ,  $F_3$ ,  $F_4$ ,  $F_5$  usw. mit den Punkten  $D_1$ ,  $D_2$ ,  $D_3$ ,  $D_4$ ,  $D_5$ usw. zusammen. Die Zustandsänderung in der Säule ist dann durch den Verlauf der durch Punkt A gehenden Destillationslinie bestimmt.

Durch Wahl des Rücklaufverhältnisses und der Bodenzahl in den beiden Säulen ist es möglich, verschiedene Zusammensetzungen des Destillates und des Ablaufes zu erhalten. Der eine Grenzfall ist dadurch gegeben, daß Punkt E mit der Benzolecke zusammenfällt und daß Punkt A auf der die Toluol- und die Xylolecke verbindenden Dreieckseite liegt. Hierbei erhält man in der Dreistoffsäule reines Benzol als Destillat und ein Benzol-Xylolgemisch als Ablauf. Beim zweiten Grenzfall fällt Punkt A in die Xylolecke und E auf die Benzol-Toluolseite des Dreieckes. Während im ersten Fall der Ablauf in einer zweiten Säule zur vollständigen Trennung in die Einzelstoffe der Rektifikation unterworfen werden muß, ist dieser Vorgang im zweiten Grenzfall mit dem Destillat durchzuführen (s. Schaltbild 120a und 120b).

Mit dem an Hand des Bildes 118 für den stetig arbeitenden Apparat erläuterten Verfahren können auch die Zustände in der Säule eines absatzweise arbeitenden Rektifizierapparates verfolgt und die Bodenzahl bestimmt werden. Ist beispielsweise die Zusammensetzung in der Destillierblase (s. Bild 43) durch Punkt  $F_4$  in Bild 118 gegeben, so entweicht aus letzterer ein Dampf, dessen Zustand Punkt  $D_5$  festlegt. In die Blase strömt Flüssigkeit, deren Gehalte Punkt  $F_5$  angibt und mit welcher der vom untersten Boden aufsteigende Dampf mit dem Zustandspunkt  $D_6$  im Gleichgewicht steht.

#### 2. Bestimmung des Mindestrücklaufverhältnisses.

Auch beim Dreistoffgemisch ist das Mindestrücklaufverhältnis durch die beiden Bedingungen gekennzeichnet, daß mit ihm die Bodenzahl unendlich groß und dann endlich wird, wenn das Mindestrücklaufverhältnis um einen beliebig kleinen Betrag vergrößert wird. Seine Ermittlung ist für den absatzweise arbeitenden Apparat mit Destillierblase und Verstärkungssäule an Hand des Bildes 121 gezeigt, welches für das Dreistoffgemisch Benzol-Toluol-Xylol gilt. Durch die Punkte Eund  $B_F$  sind die Zusammensetzungen des Erzeugnisses und der Flüssigkeit in der Blase festgelegt. Mit letzterer steht der aus der Blase entweichende Dampf mit dem Zustandspunkt  $B_D$  im Gleichgewicht. Die Konzentration des vom untersten Rektifizierboden in die Blase zurückströmenden Rücklaufes hängt auf Grund des an Hand des Bildes 118 gezeigten Verfahrens vom Rücklaufverhältnis ab. Für ein Rücklaufverhältnis von v=2,5 ergibt sich der Zustandspunkt  $F'_1$  und für v=3 der Punkt  $F'_1$ . Mit der Flüssigkeit gemäß Punkt  $F'_1$  steht ein Dampf des Zustandspunktes  $D'_1$  und mit der Flüssigkeit nach Punkt  $F''_1$  ein Dampf nach Punkt  $D'_1$  im Gleichgewicht. Auf den untersten Boden gelangt Flüssigkeit, deren Zusammensetzung durch Punkt  $F'_2$  für v = 2,5 und durch Punkt  $F''_2$  für v = 3 gekennzeichnet ist. Mit dieser Flüssigkeit steht der vom zweituntersten Boden aufsteigende Dampf



Bild 121. Ermittlung des Mindestrücklaufverhältnisses eines Rektifizierapparates zur Trennung eines Dreistoffgemisches.

im Gleichgewicht, dem die Punkte  $D'_2$  für v=2,5 und  $D'_2$  für v=3zugeordnet sind. Verbindet man die Zustandspunkte der Flüssigkeit, so erhält man für v=2,5 die *Flüssigkeitszustandslinie* f' und für v=3 die Flüssigkeitszustandslinie f''. Der geometrische Ort der Dampfzustandspunkte für die genannten Rücklaufverhältnisse ist durch die *Dampf*zustandslinien d' und d'' gegeben. Die Linien f' und d' verlaufen von ihren Ausgangspunkten  $B_F$  und  $B_D$  aus in Richtung gegen die Toluol-Xylol-Seite des Dreiecks und nicht nach dem Zustandspunkt E des Destillates zu. Danach könnte bei v=2,5 auch mit unendlich großer Bodenzahl ein Erzeugnis vom Zustandspunkt E nicht erzielt werden. Dies ist bereits mit einem Rücklaufverhältnis von v=3 möglich, wie Linie f'' und d'' beweist. Zwischen f' und f'' sowie zwischen d' und d'' liegen noch andere Zustandslinien, welche für Rücklaufverhältnisse gelten, die größer als 2,5 und kleiner als 3 sind. Es ist ersichtlich, daß bei v = 2,75 selbst mit unendlich großer Bodenzahl die Rektifikation noch nicht zu dem gewünschten Ergebnis führt, während bei v = 2,8schon mit einer endlichen Bodenzahl die Zustandslinien gegen den Destillatpunkt E zu verlaufen. Zwischen diesen beiden Rücklaufverhältnissen liegt das Mindestrücklaufverhältnis, für das die Flüssigkeitsund Dampfzustandslinien  $f^{\times}$  und  $d^{\times}$  gelten. Letztere seien Rücklauf-Scheidelinien genannt. Diese gehen von den Punkten  $B_F$  und  $B_D$  aus und schneiden, ohne nach unten oder nach oben abzubiegen, die Benzol-Toluol-Seite des Dreiecks. Sie genügen den an das Mindestrücklaufverhältnis gestellten Bedingungen, indem die Bodenzahl unendlich groß ist und indem letztere bei Erreichung der geforderten Destillatzusammensetzung endlich wird, wenn das Mindestrücklaufverhältnis um einen beliebig kleinen Wert vergrößert wird. Aus diesen Darlegungen geht hervor, daß im vorliegenden Fall das Mindestrücklaufverhältnis nur durch ein schrittweises Probierverfahren bestimmt werden kann<sup>1</sup>.

## III. Anzahl von Rektifiziersäulen zur Trennung von Vielstoffgemischen und ihre Schaltung.

Es ist gezeigt worden, daß zur Zerlegung eines idealen Dreistoffgemisches in die reinen Bestandteile zwei Säulen und zur vollkommenen Trennung eines Zweistoffgemisches eine Rektifiziersäule erforderlich sind. Allgemein ist für die Rektifikation eines idealen Gemisches mit w Komponenten die Zahl z der Säulen gegeben durch:

$$z = w - 1 , \qquad (149)$$

wobei die Gewinnung der Einzelstoffe in reinem Zustand möglich ist. Auch bei der zweistufigen Rektifikation trifft die angeführte Beziehung zu, wenn die zwei Stufen als ein Rektifizierapparat betrachtet werden. Soll beispielsweise bei der Zerlegung flüssiger Luft noch Argon gewonnen werden, so wird dazu eine zusätzliche Rektifiziersäule verwendet<sup>2</sup>. Dieser Säule wird nach einem Verfahren von LINDE, Höllriegelskreuth, ein Argon-Sauerstoffgemisch zugeführt, welches dem unteren Teil der Niederdrucksäule des Zweistufenapparates (s. Bild 85) entnommen und in der zusätzlichen Säule in Sauerstoff und Argon zerlegt wird.

Von der Regel 149 ergeben sich dann Abweichungen, wenn es sich um die Rektifikation von Gemischen mit ausgezeichnetem Punkt handelt. Ein Beispiel hierfür bietet die Herstellung von reinem (absolutem) Äthylalkohol aus wäßrigen Lösungen mittels der sogenannten azeotropischen Verfahren. Das Grundsätzliche hierzu ist im Abschnitt B III 6d erläutert und die Alkoholentwässerungsverfahren sind im Schrifttum schon vielfach und ausführlich behandelt worden <sup>3, 4</sup>. Im Gegensatz zu der Regel 149 werden zur vollkommenen Trennung des genannten Zweistoffgemisches mehrere Säulen verwendet, wie es Bild 122 für das

 $<sup>^1</sup>$  Dieses bisher nicht veröffentlichte Verfahren des Verfassers benutzt letzterer seit Jahren. $^2$  DRP. 542400.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> KLAR, M.: Fabrikation von absolutem Alkohol zwecks Verwendung als Zusatzmittel zu Motor-Treibstoffen. Halle (Saale): Wilhelm Knapp 1937. In diesem Buch ist eine sehr große Anzahl von Schrifttumstellen genannt.

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> FRITZWEILER, R.: Verfahren zur Herstellung von wasserfreiem Spiritus. Z. VDI Bd. 82 (1938) Nr. 48.



Bild 122. Plan einer Alkoholentwässerungsanlage nach dem Drawinolverfahren der Reichsmonopolverwaltung für Branntwein, Berlin.

Der Rohspiritus strömt aus dem Behälter G durch Leitung 1 und Wärmeaustauscher  $J_1$ , in welchem die Anwärmung durch den abfließenden reinen (absoluten) Alkohol stattfindet, der Rektifizierkolonne A zu, welcher durch Stutzen 2 Drawinol (stabilisiertes Trichloräthylen) erhält. Das dampfförmige Dreistoffgemisch wird durch Leitung 3 dem Wärmeaustauscher D und die Restgase und -dämpfe durch Leitung 4 dem Wärmeaustauscher E zugeführt, aus dem die Flüssigkeit in das Absatzgefäß H gelangt. Die Kolonne A erhält ihren Rücklauf teils durch Leitung 3aaus dem Kondensator D, teils durch Leitung 7 aus der unteren im Abscheider Habgesetzten wasserarmen Schicht. Der restliche Teil dieser Schicht wird durch Leitung 7a dem oberen Teil der Kolonne C zugeleitet. Die obere wasserreiche Schicht strömt aus dem Abscheider H durch Leitung 6 dem unteren Teil der gleichen Kolonne C zu. In ihr wird der Äthylalkohol auf mindestens 94 Gew.-% verstärkt und zugleich an ihrem Kopf äthylalkoholfreier Methylalkohol mit Drawinol abgeschieden. Dieses Dreistoffgemisch strömt durch Leitung 8 in den Wärmeaustauscher L, aus dem durch Leitung  $\delta a$  der Rücklauf der Kolonne zugeleitet und aus Leitung 10 der Methylalkohol mit Trichloräthylen abgeführt wird. Dieses kann durch Wasserzusatz ausgewaschen, das Trichloräthylen der Kolonne A zugeführt und der Methylalkohol in einer dritten Rektifiziersäule vollkommen entwässert werden. Die Äthylalkoholdämpfe mit geringen Mengen von Trichloräthylen strömen durch Leitung 11 in den Kondensator M, aus dem der Niederschlag teils durch Leitung 11a der Säule C und teils durch Leitung 13 der Kolonne A zugeleitet wird. Dem unteren Teil der Säule C entströmt reines Wasser und dem unteren Teil der Säule A absoluter Alkohol, welcher nach Kühlung im Austauscher  $J_2$  durch die Vorlage V entnommen wird. K stellt die Destilliereinrichtung der Rektifiziersäule Adar. Die gestrichelt angedeuteten Leitungen dienen zur Entgasung der Anlage.

Drawinol-Entwässerungsverfahren zeigt. Das durch Hinzufügen eines Entziehungsstoffes (z. B. stabilisiertes Trichloräthylen) zur Alkohol-Wassermischung entstandene Dreistoffgemisch mit Minimumsiedepunkt wird zunächst in der Dreistoffsäule rektifiziert, aus deren Destillierblase der absolute Alkohol entnommen wird. Deshalb soll diese so gebaut sein, daß Undichtheiten unmöglich sind, durch welche Heizdampf aus dem Heizraum in den Alkohol gelangen kann. Das Kopfprodukt dieser Kolonne trennt sich in zwei Schichten. Aus der Alkohol-Wasserschicht wird in einem Rektifizierapparat das Wasser stetig abgeführt.

Zu den schwierigsten Aufgaben der Rektifiziertechnik gehört die Zerlegung von Vielstoffgemischen, welche als nicht ideale Gemische gelten oder einen ausgezeichneten Punkt aufweisen. Vielfach ist es hierbei nicht möglich, die Bodenzahlen der einzelnen Kolonnen im voraus zu bestimmen. Beim Entwurf ist man dann auf Versuche im kleintechnischen Maßstabe oder auf an schon ausgeführten Anlagen gemachte Erfahrungen angewiesen. Bild 123 zeigt als Beispiel für einen solchen Fall den Plan einer Anlage zur Zerlegung eines Aceton-Äthylalkohol-Butylalkohol-Wassergemisches.

### IV. Rektifikation von idealen Gemischen mit mehr als drei Bestandteilen.

#### 1. Trennung zwischen zwei Schlüsselkomponenten.

Die rechnerische Behandlung der Trennung von Vielstoffgemischen ist dann möglich und sie wird besonders einfach, wenn es die Kennzeichen<sup>1</sup> einer *idealen Lösung* aufweist, d. h. wenn bei gleichbleibender Siedetemperatur der Dampfteildruck jedes Stoffes seinem Gehalt in der Flüssigkeit in Mol-% verhältnisgleich ist. Solche Gemische stellen beispielsweise Erdöle und ähnliche Öle dar, die sich aus Kohlenwasserstoffverbindungen zusammensetzen. Durch Einführung des Begriffes der Schlüsselkomponenten wird der Rechengang besonders einfach<sup>2</sup>. Sie stellen die beiden Komponenten X und Y dar, zwischen denen die Trennung vorgenommen werden soll. Dabei soll Stoff X leichter sieden als Y. Die Aufgabe ist so gestellt, daß ein ideales Vielstoffgemisch derart in zwei Flüssigkeitsgemische zu zerlegen ist, daß im Destillat die leichter als X siedenden Stoffe, fast die ganze Menge von X und ein kleiner Betrag von Y enthalten sein sollen, ferner im Ablauf alle höher als Y siedenden Stoffe mit Y selbst und ein kleiner Betrag von X.

Werden die zu einer bestimmten Siedetemperatur gehörigen Siededrücke der reinen Schlüsselkomponenten mit  $P_x$  und  $P_y$  [kg/m<sup>2</sup>], ihre Flüssigkeits- und Dampfgehalte mit  $x_F$ ,  $y_F$  und  $x_D$ ,  $y_D$  [Mol-%], ferner der Gesamtdruck mit p bezeichnet, so bestehen in Anbetracht der

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> FENSKE, M. R.: Fraktionierte Destillation von Gasolin. Industr. Engng. Chem. 1932, Mai-Heft.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> LEWIS, W. K. u. SMOLEY: Amer. Petrol. Inst. Proc., 10. Ann. Meeting Bd. 9 (1930) Nr. 1, S. 70.





#### Zu Bild 123.

Das wäßrige Ausgangsgemisch wird der Destillierkolonne A entweder vom Hochbehälter B aus oder auch mittels einer Pumpe C von tiefer angeordneten, auf der Zeichnung nicht dargestellten Behältern, z. B. Gärbottichen, aus durch die Leitungen 1 zugeführt. Auf diesem Wege geht die Flüssigkeit zunächst durch den Kondensatorvorwärmer D, in dem die Kondensationswärme des Rohdestillates zur Vorwärmung genutzt wird. Hierauf durchströmt die Flüssigkeit den Wärmeaustauscher E, in dem die aus dem Unterteil der Destillierkolonne A durch Rohr 2 austretende, von Azeton, Äthylalkohol und Butylalkohol völlig befreite Flüssigkeit (Schlempe) einen Teil ihrer Wärme an das zu destillierende Rohgemisch abgibt. Der Unterteil der Destillierkolonne A wird mit direktem Dampf beheizt. Der als Verstärkungskolonne wirkende Oberteil der Destillierkolonne ist durch das Rohr 3 mit dem Kondensatorvorwärmer D verbunden, an dem der Gasabscheider F angeschlossen ist. Im Kondensatorvorwärmer D wird das aus der Kolonne entweichende Dampfgemisch verflüssigt. Nicht kondensierbare Gase werden durch das Rohr 4 des Gasabscheiders F abgeführt. Das gasfreie Kondensat geht zum Teil durch die Leitungen 5 in die Kolonne A zurück, zum Teil gelangt es durch die Leitungen 6 zur Butylalkoholkolonne G. Die Mengen von Rücklauf und Destillat werden durch die Ventile 7 geregelt. Aus den Laugenbehältern H und J kann zum Zwecke der Neutralisation flüchtiger Säuren Alkalilösung in die Destillierkolonne A oder in die bereits von Kohlensäure befreiten Zwischendestillate gegeben werden. Die Alkalilösung wird entweder unmittelbar in die Kolonnen geführt, oder sie wird in besonderen stetig wirkenden Neutralisationsvorrichtungen mit den betreffenden Destillaten zusammengebracht. Für die Zuführung der Lauge zu den Kolonnen sind die Leitungen 8 bis 12 vorgesehen, die mit den erforderlichen Absperrorganen ausgestattet sind. Eine Neutralisationsvorrichtung K ist beispielsweise in Leitung  $\theta$  eingeschaltet. Die Lauge wird durch die Leitungen 8 und 13 zugebracht. Das der Butylakoholkolonne  $\tilde{G}$  zufließende Gemisch wird in dem oberhalb des Blindbodens 14 befindlichen Kolonnenteil zerlegt in ein vorwiegend aus Azeton und Äthylalkohol bestehendes und nur wenig Butylalkohol und Wasser enthaltendes Destillat einerseits und in ein von Azeton und Äthylalkohol weitgehend befreites Butylakohol-Wassergemisch anderseits. Die letztgenannte Flüssigkeit gelangt durch das Rohr 15 in einen durch den Blindboden 14 nach unten abgeschlossenen Scheideraum 16. Hier scheidet sich die Flüssigkeit in zwei Schichten. Die obere, butylalkoholreiche Schicht wird durch das Überlaufrohr 17 in den unterhalb des Blindbodens befindlichen, mit indirekter Heizung versehenen Kolonnenteil geleitet. In diesem wird der Butylalkohol durch Abdestillieren des azeotropen Butylalkohol-Wassergemisches entwässert. Gleichzeitig werden etwaige Azeton- und Äthylalkoholanteile aus dem Butylalkohol abgetrieben. Die Destillatdämpfe treten unterhalb des Blindbodens 14 aus dem unteren Kolonnenteil aus und werden durch das Rohr 18 in den den Scheideraum enthaltenden Teil der Kolonne zurückgegeben. Der wasserfreie Butylalkohol wird am Fuße der Kolonne durch Rohr 19 abgezogen und nach dem Kühler L geleitet. Die untere Schicht der Scheideraumflüssigkeit läuft durch Leitung 20, in der das Regulierventil 21 angeordnet ist, in die Destillierkolonne A zurück. Aus dem Oberteil der Butylalkoholkolonne G gelangen die Destillatdämpfe durch das Rohr 22 nach dem Kondensator M, und von diesem teilweise nach dem Ergänzungskondensator N, der mit einem Entlüftungsrohr 23 versehen ist. Das in den Kondensatoren M und N verflüssigte Gemisch fließt zu einem Teil durch die Leitungen 24 nach der Kolonne G zurück, zum anderen Teile wird das Kondensat durch die Leitungen 25 in die Azetonkolonne O geführt; zur Regelung der Mengenverhältnisse sind in den Leitungen 25 die Ventile 26 angeordnet. Eine an das Rohr 22 angeschlossene Leitung 27 gestattet die Umgehung der Kondensatoren M und N. Nach Schließen des Absperrorgans 28 und Öffnen des Absperrorgans 29 treten die Destillatdämpfe aus Kolonne G dann unmittelbar durch Leitung 27 nach der Kolonne O über. In dieser wird das Azeton durch Rektifikation nach oben abgeschieden, während die acetonfreie Restflüssigkeit durch Leitung 30 aus dem direkt oder indirekt beheizten Kolonnenunterteil austritt. Zur Verstärkung der Trennwirkung ist die Azetonkolonne O mit einem seitlich angeordneten Zwischenkondensator P ausgestattet. Ein im Innern der Kolonne O angebrachter Blindboden 31 zwingt die Dämpfe, durch Leitung 32 die Kolonne zu verlassen und den Zwischenkondensator P zu durchstreichen. Nach Abscheidung eines an höher siedenden

Bestandteilen reichen Kondensates gelangen die Dämpfe durch Leitung 33 oberhalb des Blindbodens wieder in die Kolonne O. Der im Zwischenkondensator Pverflüssigte Destillatanteil kehrt durch Rohr 34 unterhalb des Blindbodens 31 in die Kolonne O zurück. [Die verstärkende Wirkung des Zwischenkondensators Pkann auch durch eine zusätzliche Anzahl von Rektifizierböden ersetzt werden (Anmerkung des Verfassers).] Die rektifizierten Azetondämpfe treten aus der Kolonne O durch Rohr 35 in den Kondensator Q über. An diesen ist der mit dem Entlüftungsrohr 36 versehene Ergänzungskondensator R angeschlossen. In den Kondensatoren Q und R werden die Azetondämpfe verflüssigt. Das Kondensat wird zum Teil durch die Leitungen 37 nach Kolonne O zurückgeführt; aus dem Kondensator Q läuft es zum Teil durch Rohr 38 nach dem Schlangenkühler S und verläßt denselben durch das mit einem Regulierhahn 39 versehene Rohr 40. Vom Ergänzungskondensator R aus kann durch die Leitungen 41 Kondensat entnommen und nach der Destillierkolonne A zurückgeleitet werden. Durch Rohr 42 kann im Ergänzungskondensator R gebildetes Kondensat aus der Apparatur entfernt werden. Die azetonfreie Restflüssigkeit gelangt durch Rohr 30 in die durch direkte oder indirekte Dampfzufuhr beheizte Äthylakoholkolonne T. Diese liefert nach oben hochgradigen Äthylalkohol und nach unten völlig entgeistetes Wasser. Die Dämpfe des Äthylalkoholrektifikates verlassen die Kolonne T durch das Rohr 43. Sie werden im Kondensator U und im Ergänzungskondensator V verflüssigt. Der Ergänzungskondensator V ist mit dem Entlüftungsrohr 44 versehen. Das Kondensat kehrt zum Teil durch die Leitungen 45 in die Äthylalkoholkolonne T zurück. Vom Kondensator U wird ein Teil des Kondensates durch Rohr 46 nach dem Kühler S geführt, aus dessen zweiter Schlange der hochprozentige Äthylalkohol durch Rohr 47 und Regulierventil 48 abläuft. Die am Ergänzungskondensator V angeschlossene Leitung 49 ermöglicht die Rückführung von Kondensat nach der Azetonkolonne O. Durch das Verbindungsrohr 50 kann dieser Destillatanteil über Leitung 41 nach der Destillierkolonne A geleitet werden. Durch Rohr 51 wird das betreffende Kondensat erforderlichenfalls aus der Apparatur ausgeschieden. Der mit der Restflüssigkeit durch Leitung 30 in die Äthylalkoholkolonne T gelangte Anteil des Butylalkohols reichert sich im mittleren Teil der Kolonne an, in der ein durch den Blindboden 52 nach unten abgeschlossener Scheideraum 53 eingebaut ist. Die in diesem angesammelte Flüssigkeit zerlegt sich in zwei Schichten, deren obere, butylalkoholreiche, durch Leitung 54 stetig abgezogen und mittels einer auf der Zeichnung nicht dargestellten Pumpe nach der Butylalkoholkolonne G befördert wird. Die untere, vorwiegend wäßrige Schicht läuft durch Rohr 55 in die unterhalb des Blindbodens 52 befindliche Entgeistungskolonne. Die Destillatdämpfe dieses Kolonnenteiles treten durch das Rohr 56 oberhalb des Flüssigkeitsspiegels in den Scheideraum 53 über. Das Lutterwasser verläßt den Unterteil der Kolonne Tdurch Rohr 57. Für den Fall, daß die im Scheideraum 16 der Butylalkoholkolonne G als untere Schicht anfallende Flüssigkeit in der Äthylalkoholkolonne Taufgearbeitet werden soll, kann zwischen dem Scheideraum 16 und der Äthylalkoholkolonne T durch die absperrbaren Rohre 20 und 58 eine Verbindung hergestellt werden.

Gleichungen 4, 9 und 9a zwischen den Dampf- und Flüssigkeitszusammensetzungen im Siedezustand die Beziehungen:

$$\begin{array}{c} x_D = \frac{P_x}{p} \cdot x_F \\ y_D = \frac{P_y}{p} \cdot y_F . \end{array}$$
(150)

Teilt man diese beiden Gleichungen durcheinander, so erhält man:

$$\frac{x_D}{y_D} = \frac{P_x}{P_y} \cdot \frac{x_F}{y_F} = d \cdot \frac{x_F}{y_F} \,. \tag{151}$$

Das Verhältnis der Siededrücke der reinen Schlüsselkomponenten

$$d = \frac{P_x}{P_y} \tag{152}$$

wird mit relativer Flüchtigkeit bezeichnet<sup>1</sup> und wird für die in der Kolonne auftretenden Temperaturänderungen als gleichbleibend angenommen. In dem waagerechten Querschnitt über einem beliebigen Austauschboden der Säule herrschen die Gehalte  $x_{Dn}$  und  $y_{Dn}$  sowie  $x_{Fn}$  und  $y_{Fn}$ , ferner über dem darüberliegenden Boden die Gehalte  $x_{D(n+1)}, y_{D(n+1)}, x_{F(n+1)}$  und  $y_{F(n+1)}$ . Steht der von einem Boden aufsteigende Dampf im Phasengleichgewicht mit der vom selben Boden abströmenden Flüssigkeit, was bei Flüssigkeitsdurchmischung und vollkommenem Austausch erzielt wird, so ergibt sich aus Gleichung 151;

$$\frac{x_{D(n+1)}}{y_{D(n+1)}} = d \cdot \frac{x_{Fn}}{y_{Fn}}.$$
 (151 a)

Mit den aufgestellten Beziehungen ist es möglich, wenigstens die wichtigsten Größen für zwei Grenzfälle zu berechnen. Diese sind die Mindestbodenzahl und das Mindstrücklaufverhältnis. Erstere ergibt sich bei vollständigem Rücklauf mit E=0 und  $v=\infty$ . In diesem Falle geht die Grundgleichung 57 für die beiden Schlüsselkomponenten über in

TI ...

und

$$D \cdot x_{D(n+1)} = F \cdot x_{F(n+1)} D \cdot y_{D(n+1)} = F \cdot y_{F(n+1)},$$
(153)

woraus

$$\frac{x_{D(n+1)}}{y_{D(n+1)}} = \frac{x_{F(n+1)}}{y_{F(n+1)}}$$
(154)

folgt. Aus Gleichung 151a und 154 ergibt sich:

$$\frac{x_{F(n+1)}}{y_{F(n+1)}} = d \cdot \frac{x_{Fn}}{y_{Fn}}.$$
(155)

Werden die Gehalte in dem Querschnitt über dem untersten Boden durch den Zeiger 1, über dem zweituntersten Boden durch den Zeiger 2 usw., sowie die Gehalte über dem obersten Boden durch den Zeiger m gekennzeichnet, so liefert Gleichung 155 die folgenden Zusammenhänge:

$$\frac{x_{F_2}}{y_{F_2}} = d \cdot \frac{x_{F_1}}{y_{F_1}},$$

$$\frac{x_{F_3}}{y_{F_3}} = d \cdot \frac{x_{F_2}}{y_{F_2}} = d^2 \cdot \frac{x_{F_1}}{y_{F_1}}$$

$$\frac{x_{F_m}}{y_{F_m}} = d^{(m-1)} \cdot \frac{x_{F_1}}{y_{F_1}}.$$
(156)

Daraus wird die theoretische Mindestbodenzahl m berechnet zu:

$$m = \frac{\log \frac{x_{Fm} \cdot y_{F1}}{y_{Fm} \cdot x_{F1}}}{\log d} + 1.$$
(156 a)

<sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 151.

156 Trennung von Gemischen mit mehr als zwei Bestandteilen.

Das Mindestrücklaufverhältnis  $v_M$  ist dadurch gekennzeichnet, daß bei unendlich großer Bodenzahl die Austauschböden keine Anreicherung mehr bewirken<sup>1</sup>:

$$\begin{array}{c}
x_{F_1} = x_{F_2} = x_{F_3} = \cdots x_{F_n} = x_{F(n+1)} \\
y_{F_1} = y_{F_2} = y_{F_3} = \cdots y_{F_n} = y_{F(n+1)}.
\end{array}$$
(157)

Nach Gleichung 60 muß sein, wenn der Zeiger n für einen beliebigen Boden gilt:

$$x_{Dn} = \frac{v_M}{v_M + 1} \cdot x_{Fn} + \frac{x_{Fm}}{v_M + 1}$$

$$y_{Dn} = \frac{v_M}{v_M + 1} \cdot y_{Fn} + \frac{y_{Fm}}{v_M + 1} .$$
(157 a)

Daraus sowie aus den Beziehungen 157 und 151 ergibt sich:

$$\frac{x_{Dn}}{y_{Dn}} = \frac{v_M \cdot x_{Fn} + x_{Fm}}{v_M \cdot y_{Fn} + y_{Fm}} = d \cdot \frac{x_{F(n-1)}}{y_{F(n-1)}} = d \cdot \frac{x_{Fn}}{y_{Fn}}$$

woraus das Mindestrücklaufverhältnis bestimmt wird zu:

$$v_M = \frac{1}{d-1} \left( \frac{x_{Fm}}{x_{Fn}} - d \cdot \frac{y_{Fm}}{y_{Fn}} \right).$$
 (157 b)

Zahlenbeispiel<sup>1</sup>: Ein Erdöl enthalte 5 Mol-% Normal-Heptan ( $C_7H_{16}$ ) und 5 Mol-% von dem nächst höher (um 3° C) siedenden Methylcyclohexan ( $C_7H_{14}$ ). Die Destillatmenge stellt die Hälfte der Ausgangsmischung dar. Die andere Hälfte bildet den Ablauf. Das Destillat soll alle leichter als Heptan siedenden Bestandteile und 90 Mol-% vom Heptan sowie 10 Mol-% vom Methylcyclohexan enthalten. Die übrigen Stoffe gehen in den Ablauf. Die relative Flüchtigkeit der beiden Schlüsselkomponenten (Heptan und Methylcyclohexan) hat den Zahlenwert d = 1, 14.

Lösung: Für die Verstärkungssäule ist  $\frac{x_{F_1}}{y_{F_1}} = \frac{1}{1}$  und  $\frac{x_{Fm}}{y_{Fm}} = \frac{9}{1}$ , so daß sich nach Gleichung 156a eine Mindestbodenzahl ergibt von

$$m_V = \frac{\log \frac{9 \cdot 1}{1 \cdot 1}}{\log 1.14} + 1 = 18.$$

Für die Abtriebsäule ist  $\frac{x_{F_1}}{y_{F_1}} = \frac{1}{9}$  und  $\frac{x_{F_m}}{y_{F_m}} = \frac{5}{5}$  zu setzen, so daß sich die theoretische Mindestbodenzahl der Abtriebsäule zu

$$m_A = rac{\log rac{5 \cdot 9}{5 \cdot 1}}{\log 1, 14} + 1 = 18$$

errechnet. Für die Bestimmung des Mindestrücklaufverhältnisses ist in Gleichung 157 b für  $x_{Fm} = 9$  Mol-%  $y_{Fm} = 1, x_{Fn} = 5$  und  $y_{Fn} = 5$  Mol-% zu setzen, da 100 Mole Zulauf mit 5 Molen Heptan 50 Mole Destillat mit  $5 \cdot \frac{90}{100} = 4,5$  Molen entsprechend  $x_{Fm} = 9$  Mol-% Heptan ergeben:

$$v_M = \frac{1}{1,14-1} \left( \frac{9}{5} - 1,14\frac{1}{5} \right) = 11$$
.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 151.

#### 2. Ermittlung der Zustandsänderung in der Säule und der Bodenzahl.

Den folgenden Betrachtungen liegt wieder die Annahme zugrunde, daß die molare Verdampfungswärme unabhängig von der Zusammensetzung des Gemisches ist und daß in der Austauschsäule keine Mischungswärmen auftreten. Es folgt daraus, daß die durch die Verstärkungssäule strömenden Flüssigkeits- und Dampfmengen F und D [Mol/h] sich



x<sub>F</sub> Mol-% in der Flüssigkeit

Bild 124. Verfahren zur Ermittlung der theoretischen Bodenzahl eines stetig arbeitenden Rektifizierapparates zur Trennung eines idealen Gemisches mit mehr als drei Komponenten.

nicht ändern. Weisen sie in dem Querschnitt zwischen zwei Böden die Gehalte  $x_F$ ,  $y_F$ ,  $z_F$  usw. Mol-% in der Rücklaufflüssigkeit und  $x_D$ ,  $y_D$ ,  $z_D$  usw. Mol-% im Dampf auf, so kann für jeden der beliebig vielen Stoffe eine Gleichung angegeben werden, wie sie die Beziehung 145 darstellt. Sie besagt, daß in einem Darstellungsbild, das für jeden Bestandteil entworfen wird und in dem als Abszisse der Gehalt des jeweiligen Stoffes in der Flüssigkeit und als Ordinate der Gehalt im Dampf aufgetragen wird, die Abhängigkeit der Dampf- von der Flüssigkeitskonzentration durch eine Gerade gegeben ist. Für jeden Stoff kann demnach eine Verstärkungsgerade angegeben werden<sup>1, 2</sup>. Alle Verstärkungsgeraden verlaufen

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> LEWIS, W. K. u. G. L. MATHESON: Design of Rectifying Columns for Natural and Refinery Gasoline. Industr. Engng. Chem. Bd. 24 (Mai 1932) Nr. 5, S. 494. <sup>2</sup> COPE jr., I. Q. u. W. K. LEWIS: Graphical Method of Computation for Recti-

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> COPE jr., I. Q. u. W. K. LEWIS: Graphical Method of Computation for Rectifying Complex Hydrocarbon Mixtures. Industr. Engng. Chem. Bd. 24 (Mai 1932) Nr. 5, S. 498.

parallel und haben gegen die Abszisse eine Neigung, welche durch das Verhältnis F/D festgelegt ist (s. Gleichungen 145). Jede Gerade schneidet die Diagonale des Schaubildes in einem Punkte, dessen Abszissenwert dem Gehalt des betreffenden Stoffes im Erzeugnis gleich ist. In Bild 124 ist die Verstärkungsgerade einer Komponente mit dem Destillatgehalt  $x_E$  wiedergegeben. Auch der Schnittpunkt B der Verstärkungsgeraden mit der Ordinate ist wie bei den Zweistoff- oder Dreistoffgemischen durch den Ordinatenabschnitt o gemäß Gleichung 61 festgelegt, wobei das Rücklaufverhältnis v ebenfalls das Verhältnis der Rücklaufmenge F zur Destillatmenge E darstellt.

Für die unterhalb der Zulaufstelle des zu trennenden Gemisches liegende Abtriebsäule gilt ähnliches, wie es für die Verstärkungssäule erläutert ist. Nach den Gleichungen 147 kann für jeden der beliebig vielen Stoffe eine Abtriebsgerade angegeben werden. Im Darstellungsbild hat jede dieser Geraden gemäß Gleichung 146a gegen die Abszisse dieselbe Neigung, die durch das Verhältnis  $\frac{F'}{D'}$  der Flüssigkeits- zur Dampfmenge bestimmt ist. Den Schnittpunkt jeder Abtriebsgeraden mit der Diagonale des Darstellungsbildes gibt wie bei den Zwei- und Dreistoffgemischen der Gehalt des jeweiligen Stoffes im Ablauf an (s. Gleichung 89). In Bild 124 ist die Abtriebsgerade eines Stoffes mit dem Gehalte  $x_A$  im Ablauf wiedergegeben. Auch der Schnittpunkt der Verstärkungs- und der Abtriebsgeraden ist wie bei den Zweistoffgemischen durch den Gehalt des jeweiligen Stoffes im Zulauf und durch dessen Temperatur durch die Gleichungen 96, 97 und 101 vorgegeben. Strömt beispielsweise die Mischung mit der Siedetemperatur auf dem Einlaufboden zu, so schneiden sich Verstärkungs- und Abtriebsgerade in einem Punkt, dessen Abszissenwert im Darstellungsbild durch den Gehalt des Stoffes im Zulauf gegeben ist.

Zu der Verstärkungs- und Abtriebsgeraden kommt bei idealen Gemischen eine zweite Berechnungsunterlage hinzu, welche gestattet, die Zusammensetzung eines Dampfes anzugeben, welcher aus einer Flüssigkeit mit bekannter Konzentration beim Sieden entsteht. Nach Gleichung 150 ist der Gehalt eines beliebigen Stoffes im Dampf berechenbar aus dem Gehalt des Stoffes in der Flüssigkeit, dem Siededruck desselben Stoffes in reinem Zustande bei der vorliegenden Siedetemperatur und aus dem Gesamtdruck, bei dem die Verdampfung des Gemisches stattfindet. Danach ist der Dampfgehalt für eine bestimmte Siedetemperatur unmittelbar verhältnisgleich dem Flüssigkeitsgehalt. Die Gleichgewichtszustände für frei wählbare Siedetemperaturen sind deshalb in einem Zustandsbild, in welchem der Flüssigkeitsgehalt eines Bestandteiles auf der Abszisse und der Dampfgehalt auf der Ordinate aufgetragen ist, durch Geraden gegeben, welche durch den Ursprung des Bildes verlaufen und deren Neigung gegen die Abszisse durch das Verhältnis des Siededruckes des reinen Stoffes bei der Temperatur, für welche die Gerade gilt, zum Gesamtdestillationsdruck bestimmt ist. In Bild 124 sind derartige Gleichgewichtsgeraden für einen Stoff eines Vielstoffgemisches für verschiedene absolute Siedetemperaturen  $T_1, T_2$ usw. wiedergegeben. Übt der Rücklaufkondensator keine verstärkende

Wirkung aus (s. Bild 52), so ist in Bild 124 der Gehalt des Destillates, des Rücklaufes auf den obersten Verstärkungsboden und des von diesem Boden aufsteigenden Dampfes durch Punkt A gegeben. Es sei ferner die Siedetemperatur auf dem obersten Boden der Verstärkungssäule bekannt und die Annahme gemacht, daß auf allen Rektifizierböden Flüssigkeitsdurchmischung und vollkommener Austausch stattfindet. Letzteres besagt, daß der von einem Boden aufsteigende Dampf mit der Flüssigkeit im Gleichgewicht steht, welche von demselben Boden abläuft. Für die Verhältnisse des Bildes 124 sei die Siedetemperatur auf dem obersten Boden der Verstärkungssäule mit  $T_8$  gegeben, der eine bestimmte in dem genannten Bild eingetragene Gleichgewichtsgerade Auf ihr liegt der Gleichgewichtspunkt  $I_a$ , welchem der entspricht. gleiche Dampfgehalt wie dem Punkte A zugeordnet ist und welcher den Zusammenhang des Gehaltes im Dampf, der vom obersten Boden aufsteigt, und des Gehaltes in der Flüssigkeit, welche vom selben Boden abläuft, angibt. Der Abszissenwert des Punktes  $I_a$  schneidet die Verstärkungsgerade im Punkte  $I_u$ . Durch dessen Ordinate ist der Gehalt des Bestandteiles in dem Dampf angegeben, der dem obersten Boden der Verstärkungssäule zuströmt und vom zweiten Boden - von oben ab gerechnet - kommt. Dieser Dampf ist aus der Flüssigkeit entstanden zu denken, welche vom zweiten Boden abfließt. Zur Auffindung ihres Gehaltes an dem Bestandteil, für den das Bild gilt, muß der Ordinatenwert des Punktes  $I_u$  zum Schnitt mit der Gleichgewichtsgeraden für diejenige Siedetemperatur gebracht werden, welche auf dem zweiten Boden vorliegt. Diese ist aber (falls sie nicht aus Betriebsbeobachtungen gegeben ist) im allgemeinen unbekannt. Sie kann nur durch Probieren und durch Erfüllung einer dritten Bedingung gefunden werden, nach der die Summe der Gehalte an den einzelnen Stoffen in der von jedem, also auch vom zweiten Boden, ablaufenden Flüssigkeit den Wert 100 ergeben muß. Dabei muß für jeden Bestandteil die Verstärkungsgerade in seinem Zustandsbild wiedergegeben und die Veränderung der Zustände in der gezeigten Art verfolgt werden. Aus dem so gefundenen und in Bild 124 angegebenen Punkt IIa folgt der auf der Verstärkungsgeraden liegende Punkt IIu. Er gibt den Zusammenhang zwischen Flüssigkeits- und Dampfgehalt in einem waagerechten Querschnitt unter dem zweiten Boden an. Die durch ihn verlaufende Abszissenparallele liefert auf der Gleichgewichtsgeraden für die auf dem dritten Boden herrschende Siedetemperatur einen Gleichgewichtspunkt, welcher den Gehalt im Rücklauf angibt, der den dritten Boden verläßt. Diese Temperatur muß auf die gleiche Weise wie diejenige auf dem zweiten Boden ermittelt werden. Auf die gezeigte Art ist es möglich, schrittweise die Konzentrationen und Temperaturen in der Verstärkungssäule von Boden zu Boden zu verfolgen. Bei Flüssigkeitsgehalten, die kleiner sind als der, welchen der Schnittpunkt der Verstärkungs- und Abtriebsgeraden angibt, muß auf die Abtriebsgerade übergegangen werden, indem dann die unteren Eckpunkte des Treppenlinienzuges auf die Abtriebsgerade zu liegen kommen.

Bei der Ermittlung der Konzentrations- und Temperaturänderung in der Rektifiziersäule kann aber auch von der Zusammensetzung des

Ablaufes ausgegangen werden. Ist dessen Siedetemperatur mit  $T_1$  und sein Gehalt  $x_A$  am betreffenden Stoff gegeben, so kann gemäß Bild 124 der Gehalt eines Bestandteiles in dem von der Destilliereinrichtung aufsteigenden Dampf durch den Gleichgewichtspunkt  $I'_a$  angegeben werden, welcher auf der für  $T_1$  geltenden Gleichgewichtsgeraden liegt und den Abszissenwert  $x_A$  aufweist. Die Abszissenparallele durch  $I_a^{\overline{i}}$  schneidet die Abtriebsgerade im Punkte  $I'_{u}$ . Dieser gibt die Abhängigkeit des Dampfgehaltes vom Flüssigkeitsgehalt im waagerechten Querschnitt unter dem ersten (untersten) Boden der Abtriebsäule an. Weil der von diesem Boden aufsteigende Dampf im Gleichgewicht mit der Flüssigkeit auf diesem Boden und dadurch mit dem Ablauf dieses Bodens steht, kann sein Gehalt an dem Einzelstoff durch einen Gleichgewichtspunkt  $II'_a$  gefunden werden, der im Darstellungsbild 124 auf der Senkrechten durch Punkt  $I'_{\mu}$  und auf der Gleichgewichtsgeraden liegt, welche für die auf dem ersten Boden herrschende Siedetemperatur gilt. Diese kann aber nur durch schrittweises Probieren aus der erwähnten entsprechenden Bedingung heraus gefunden werden, daß die Summe der Gehalte der einzelnen Stoffe in dem von jedem und damit auch vom ersten Boden der Abtriebsäule aufsteigenden Dampf den Wert 100 ergeben muß. Die Parallele zur Abszisse durch den so ermittelten Punkt  $II'_a$  liefert auf der Abtriebsgeraden den Schnittpunkt  $II'_{u}$ , der den Zusammenhang zwischen Dampf und Flüssigkeitsgehalt im Querschnitt unter dem zweiten Boden der Abtriebsäule angibt. Aus ihm kann ein Gleichgewichtspunkt  $III'_a$  gefunden werden, so wie Punkt  $II'_a$  aus  $I'_a$  hervorging usw. Bei Flüssigkeitskonzentrationen, die größer sind als der durch den Schnittpunkt der Verstärkungs- und Abtriebsgeraden festgelegte Abszissenwert, wird auf die Verstärkungsgerade übergegangen.

Unabhängig davon, ob bei der Bodenzahlermittlung von der Destillatoder Ablaufzusammensetzung ausgegangen wird, ist die in beiden Fällen

Stoff	Erzeugnis		Ablauf	
	Mole	Mol-%	Mole	Mol-%
Methan Äthan Propan Butan Pentan Heptan	26 9,0 24,96 0,61 0 0	$\begin{array}{c} 42,9\\ 14,9\\ 41,2\\ 1,0\\ 0\\ 0\end{array}$	$0\\0,04\\16,39\\11,0\\12$	0 0,1 41,6 27,9 30,4
Zusammen	60 57	100	39.43	100

gleiche theoretische Zahl von Rektifizierböden gleich der Anzahl der auf der Verstärkungs- und Abtriebsgeraden liegenden Eckpunkte  $I_u$ ,  $II_u$ ,  $III_u$ ,  $\dots$ ,  $I'_u$ ,  $II'_u$ ,  $III'_u$ ,  $\dots$  Man kann auch von den beiden Punkten A und C (s. Bild 124) beim Zeichnen des Treppenlinienzuges ausgehen und jeweils die Eckpunkte auf den beiden Geraden zwischen

den Ausgangspunkten und ihrem Schnittpunkte aufsuchen. Wird diese Anzahl durch das mittlere Verstärkungsverhältnis  $s_M$  (s. Abschn. D, VI, 2) geteilt, so erhält man die wirkliche Bodenzahl.

Zahlenbeispiel<sup>1</sup>: Es soll die theoretische Bodenzahl und die Zustandsänderung in einer Rektifiziersäule zur Zerlegung eines Ausgangsgemisches mit einer absoluten Temperatur von  $T = 294^{\circ}$  ermittelt werden, welches enthält: 26 Mol-% Methan und permanente Gase, 9 Mol-% Äthan, 25 Mol-% Propan, 17 Mol-% Butan, 11 Mol-% Pentan und 12 Mol-% höhere Kohlenwasserstoffe, die sich wie Heptan

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 2, S. 151.

verhalten. Auf dem obersten Boden der Verstärkungssäule herrscht eine absolute Temperatur von 294° C und der Ablauf strömt mit einer absoluten Siedetemperatur

von 413,5° C aus der Abtriebsäule ab. Das Destillat und der Ablauf sollen die in der Tafel angegebenen Mengen und Gehalte der Einzelstoffe enthalten. Mit den gemachten Angaben ist es zunächst möglich, den Druck im Kondensator zu berechnen, der unter Vernachlässigung der Druckverluste in der Säule auch demGesamtdruck p in letzterer gleich ist. Dazu sei die Löslichkeit des Methans und der permanenten Gase in der im Rücklaufkondensator niedergeschlagenen Flüssigkeit vernachlässigt. Die Gehalte des Äthans, Propans und des Butans in der Flüssigkeit seien mit  $x_F$ ,  $y_F$  und  $z_F$ Mol-% bezeichnet und ihre Siededrücke bei einer Temperatur von  $T = 294^{\circ}$  betragen 39,4, ferner 9,1 und 2,28 ata. Nach Gleichung 150 muß dann gelten, wenn  $p_1$  die Summe der Dampfteildrücke dieser drei Bestandteile im Destillat bedeutet:

$$egin{array}{rl} 39.4 & \cdot x_F = 14.9 \cdot p_1, \ 9.1 & \cdot y_F = 41.2 \cdot p_1, \ 2.28 \cdot z_F = & 1 & \cdot p_1, \end{array}$$

ferner

$$x_F + y_F + z_F = 100,$$

woraus sich  $p_1$  zu 18,7 ata ergibt. Der Teildruck des Methans und der permanenten Gase sei mit  $p_2$ bezeichnet. Der Gesamtdruck kann aus den Beziehungen

und  $\frac{18,7 + p_2 = p}{\frac{p_2}{2} \cdot 100 = 42,9}$ 

ermittelt werden zu p = 32,8 ata. Mit dem an Hand des Bildes

124 erläuterten Verfahren ist in Bild 125 die Ermittlung der Veränderung des Butangehaltes gezeigt. Dabei ist von der Zusammensetzung des Ablaufes ausgegangen. Durch seinen Burangehalt von 41,6 Mol-% ist der Schnittpunkt C der Abtriebsgeraden mit der Diagonale gegeben. Die Senkrechte auf die Abszisse beim selben Wert



Kirschbaum, Destillier- und Rektifiziertechnik.



Bild 125. Ermittlung der Veränderung des Butangehaltes in der stetig arbeitenden Rektifiziersäule.



Bild 126. Ermittlung der Veränderung des Propangehaltes in der stetig arbeitenden Rektifiziersäule.

Er gibt den Zusammenhang zwischen Flüssigkeits- und Dampfgehalt an Butan im waagerechten Querschnitt unter dem ersten (untersten) Abtriebsboden an, während die Punkte  $II'_{u}$ ,  $III'_{u}$ ,  $IV'_{u}$  und  $V'_{u}$  für die Querschnitte unter dem zweiten, dritten, vierten und fünften Boden der Abtriebsäule und die Punkte  $I_{u}$ ,  $II_{u}$ ,  $III'_{u}$ und  $IV_{u}$  für die Querschnitte unter den entsprechenden Austauschböden der



Bild 127. Veränderung der Zusammensetzung der einzelnen Stoffe eines idealen Gemisches in der stetig arbeitenden Rektifiziersäule.

Verstärkungssäule gelten. Die Verstärkungsgerade schneidet die Diagonale bei dem Abszissenwert von 1 Mol-%. Danach ergibt sich für die Abtriebsäule eine theoretische Bodenzahl von 5 und für die Verstärkungssäule von 4.



Bild 128. Temperaturänderung in einer stetig arbeitenden Rektifiziersäule zur Trennung eines idealen Vielstoffgemisches.

In gleicher Weise kann die Veränderung des Propangehaltes verfolgt werden, wie es Bild 126 zeigt. In diesem Falle ist von der Destillatzusammensetzung ausgegangen. Der Propangehalt des Destillates von 41,2 Mol-% liefert den Schnittpunkt A der Verstärkungsgeraden mit der Diagonale. Aus ihm folgt der auf der Gleich-gewichtsgeraden für  $T = 294^{\circ}$  liegende Gleichgewichtspunkt, aus dem der Punkt  $IV_n$  auf der Verstärkungsgeraden gefunden wird. Dieser gibt die Abhängigkeit des Flüssigkeitsgehaltes vom Dampfgehalt im Querschnitt unter dem obersten Boden der Verstärkungssäule an. Entsprechendes gilt von

den Punkten  $III_u$ ,  $II_u$  und  $I_u$  und für die auf der Abtriebsgeraden liegenden Punkte  $V'_u$ ,  $IV'_u$ ,  $III'_u$ ,  $II'_u$  und  $I'_u$ . Um letztere zu finden, muß der Teil des Bildes für niedrigen Propangehalt in vergrößertem Maßstabe gezeichnet werden, ähnlich wie es in Bild 75 gezeigt ist.

Auf die gezeigte Art kann die Veränderung des Gehaltes eines jeden Stoffes ermittelt werden. Das Ergebnis zeigt Bild 127, in welchem der Gehalt eines Stoffes im Ablauf (Abszissenpunkt A), in der vom untersten Boden der Abtriebsäule ablaufenden Flüssigkeit (Abszissenpunkt  $I'_u$ ) sowie an den übrigen Rücklaufstellen und im Destillat (Abszissenpunkt E) angegeben ist. Die an den gleichen Stellen herrschenden Temperaturen sind aus Bild 128 ersichtlich.

#### 3. Einfluß der Entnahme von Seitenprodukten.

Den bisherigen Darlegungen liegt der meist zutreffende Fall zugrunde, daß die gesamte Rücklaufmenge, welche aus dem Rücklaufkondensator

auf den obersten Boden der Verstärkungssäule zurückfließt, unverändert einen Boden nach dem andern überquerend nach unten strömt. Wird jedoch an einer Stelle der Kolonne seitlich Flüssigkeit als *Teilerzeugnis* entnommen, so hat dies nicht nur auf die Ablaufmenge, sondern auch auf die Wirkung der Rektifizierböden einen Einfluß, welche unterhalb der Entnahmestelle liegen. Diese Beeinflussung der Rektifizierwirkung rührt von der Veränderung der Lage der Verstärkungsgeraden her.

Für die folgenden Betrachtungen sei wieder gleichbleibende molare Verdampfungswärme des Gemisches vorausgesetzt. Strömt

von der dem obersten Boden der Verstärkungssäule entweichenden Dampfmenge D [Mol/h] die Flüssigkeitsmenge  $F_0$  [Mol/h] als Rücklauf auf denselben Boden zurück, so ist die Neigung der für den obersten Teil der Verstärkungssäule geltenden Verstärkungsgeraden  $v_0$  durch das Verhältnis  $\frac{F_0}{D}$  gegeben. Sie schneidet die Diagonale des  $x_F$ ,  $x_D$ -Bildes im Punkte A (s. Bild 129) mit dem Abszissenwert, welcher dem Gehalt im Destillat des Stoffes gleich ist, für den das  $x_F, x_D$ -Bild gilt. Vom Rücklauf, welcher von dem Boden B (Bild 130) abfließt, wird an der Stelle $s_u$ oder  $s_0$  die Seitenproduktmenge S [Mol/h] mit dem Gehalt des Einzelstoffes  $x_S$  Mol-% entnommen. Die tiefer liegenden Rektifizierböden überquert dann nur noch die Flüssigkeitsmenge  $F_u = F_0 - S$ . Die für sie geltende Verstärkungsgerade  $v_u$  hat somit die Neigung  $\frac{F_u}{D}$  gegen die Abszisse. Wie aus Mengengleichungen läßt sich auch aus Bild 130 ermitteln, daß sich die beiden Verstärkungsgeraden bei dem Abszissenwert  $x_S$  im Punkte P (Bild 129)



Bild 129. Die Verstärkungsgeraden bei Entnahme von Seitenprodukten.

 $S, x_0$ 

Bild 130. Plan zur Ermittlung der Verstärkungsgeraden bei Entnahme von Seitenprodukten aus einer Rektifiziersäule.

schneiden. Wird nämlich die Seitenmenge S bei  $s_u$  entnommen, so kann P als ein auf der Geraden  $v_0$  liegender Punkt betrachtet werden, der den Zusammenhang zwischen  $x_{Du}$  (s. Bild 130) und  $x_{Fu} = x_S$  angibt. Wird jedoch die Menge S bei  $s_0$  abgeführt, so strömt dem obersten Boden der unter dem Rektifizierboden B liegenden Austauschsäule nur noch



die Menge  $F_0$ -S zu und Punkt P kann als auf der Verstärkungsgeraden  $v_u$  liegend angesehen werden. Weil die Gehalte  $x_{Du}$  und  $x_{Fu}$ 

Weil die Gehalte  $x_{Du}$  und  $x_{Fu}$ unabhängig davon sind, ob der Apparat bei  $s_0$  oder  $s_u$  angezapft wird, gibt  $x_{Fu} = x_S$  den Schnittpunkt P an. Wird aus der Austauschsäule

Wird aus der Austauschsaule noch an einer zweiten Stelle unter Boden B (Bild 130) Seitenprodukt abgeführt, so schließt sich an die Gerade  $v_u$  in Bild 129 eine dritte Verstärkungsgerade an, deren Neigungswinkel gegen die Abszisse auf Grund der vorstehenden Darlegungen berechnet werden kann und kleiner ist als derjenige der Geraden  $v_u$ . Der Schnittpunkt dieser dritten Geraden mit  $v_u$  ist durch die Konzentration des zweiten Seitenproduktes gegeben.

Infolge der seitlichen Entnahmen wird im unteren Teil der Rektifiziersäule der Rücklauf kleiner. Trotzdem bleibt aber die nach oben steigende Dampfmenge in Mol/h gleich. Aus diesem Grunde soll die Säule über die ganze Höhe gleichen Durchmesser aufweisen.

Als Beispiel für eine Rektifiziersäule mit Seitenentnahme

#### Zu Bild 131.

Das durch Leitung 1 zuströmende Rohöl wird in den Wärmeaustauschern C, H, K, M angewärmt und durch Leitung 2 dem Ofen A zugeleitet. In ihm wird dem Öl so viel Wärme zugefügt, daß es durch Leitung 3 als Dampf-Flüssigkeitsgemisch in die Rektifizierkolonne B eintritt. Die leichtest siedenden Bestandteile strömen durch Leitung 4 in den Wärmeaustauscher C, werden in diesem kondensiert. Die erhaltene Flüssigkeit wird im Kühler D gekühlt und durch Leitung 5 in ein Scheidegefäß E geleitet, aus dem durch Leitung 6 das abgeschiedene Wasser entfernt wird, während die leichtest siedende Flüssigkeit (Benzin) durch Leitung 7 der Apparatur als Erzeugnis entnommen und der Rücklauf durch Leitung 8 der Rektifizierkolonne B zugeführt wird. Durch Anzapfleitungen 9 und 10 werden Seitenprodukte entnommen, welche in den Strippern (Abtreibekolonnen) von leicht siedenden Bestandteilen dadurch befreit werden, daß durch Leitungen 11 und 12 Dampf eingeblasen wird, der durch die Leitungen 13 und 14 der Kolonne zuströmt. Die Seitenprodukte strömen durch die Leitungen 15 und 16 den Wärmeaustauschern H und K zu und werden, nachdem sie in den Kühlern J und L weiter gekühlt sind, durch die Leitungen 17 und 18 der Apparatur entnommen. Durch Leitung 19 wird dem unteren Teil der Kolonne Heißdampf zugeführt. Durch Leitung 20 strömt der Ablauf aus der Kolonne B, welcher nach seiner Kühlung in den Wärmeaustauschern M und N aus der Apparatur abgeführt wird.

ist in Bild 131 der Plan einer Erdöl-Destillationsanlage gezeigt. Dem Ölgemisch wird vor seinem Eintritt in die Säule in einem Ofen so viel Wärme zugeführt, daß das Öl als Flüssigkeits-Dampfgemisch der Kolonne zuströmt (s. Abschnitt E, VIII, 4). Die unter der Zuströmstelle liegende Abtriebsäule wird mit überhitztem Wasserdampf beschickt. Wenn dieser eine höhere Temperatur hat als der ablaufende Rückstand, verdampft

er, indem er sich abkühlt, einen Teil des Öls. Durch die Abtriebsäule strömt also einWasser-Öldampfgemisch. Der Wasserdampf bewirkt in der ganzen Rektifizierkolonne eine Erniedrigung des Öldampfdruckes und damit \$ 200 eine Senkung der Siedetem-Fällen im Hinblick auf die Güte und Beschaffenheit der Erzeugnisse erforderlich ist. Bild 132 gibt beispielsweise die Siedekurven der in einer Anlage nach Bild 131 gewonnenen Erzeugnisse wie-Manche Öle werden der. sowohl unter Verwendung



Bild 132. Siedekurven von drei aus einer Öldestillationsanlage gewonnenen Fraktionen.

von Heißdampf als auch noch unter Vakuum rektifiziert. Der Wasserdampf bleibt in der ganzen Säule überhitzt. Bei gleicher in Mol/h gegebener Menge bleibt sein Teildruck gleich. Er kann mit Hilfe der Beziehung 4 berechnet werden. Es ist erwähnenswert, daß auch die Anlagen der neueren Verfahren mit stetiger Arbeitsweise zur Zerlegung des Teeres derjenigen nach Bild 131 ähnlich sind.

# H. Bestimmung der Abmessungen der Rektifiziersäule mit Austauschböden. Wirkung von Rektifizierböden. I. Glockenböden und Tunnelböden. 1. Grundgleichungen zur Bestimmung des Säulendurchmessers.

Zu den wichtigsten Aufgaben bei der Berechnung eines Rektifizierapparates gehört neben der Bestimmung der Bodenzahl die Ermittlung der Querschnittsfläche der Austauschsäule. Sie ist fast immer kreisförmig ausgebildet. Der Säulenquerschnitt wird ähnlich wie der Querschnitt einer Rohrleitung aus der in der Zeiteinheit durch ihn strömenden Menge und der Strömungsgeschwindigkeit des Stoffes berechnet. Danach ist der Kolonnenquerschnitt gegeben durch das Verhältnis der durch ihn in der Zeiteinheit strömenden Dampfmenge zu der *im freien Säulen*- querschnitt herrschenden Dampfgeschwindigkeit. Ist erstere in Mol/h gegeben und wird sie mit D sowie die Dampfgeschwindigkeit in [m/s] mit  $w_D$  bezeichnet, so errechnet sich der Säulenquerschnitt in [m<sup>2</sup>] zu:

$$f = D \cdot \frac{22.4}{w_D \cdot 3600} \cdot \frac{273 + t}{273} \cdot \frac{760}{p}, \qquad (158)$$

wobei t die mittlere Temperatur in °C und p den mittleren Druck in mm Q.-S. abs. bedeuten. Bei unveränderlicher molarer Verdampfungswärme kann die durch die Verstärkungssäule strömende Dampfmenge Dauch durch die Erzeugnismenge E [Mol/h] und durch das Rücklaufverhältnis v ersetzt werden:

$$D = E(v+1) . (159)$$

Für die Berechnung des Durchmessers der Abtriebsäule ist für D in Gleichung 158 die durch die Abtriebsäule strömende Dampfmenge einzusetzen. Da die Temperaturänderung in der Säule im Vergleich zu der Höhe der absoluten Temperatur im allgemeinen gering ist, genügt es, für t sowohl für die Verstärkungs- als auch für die Abtriebsäule einen Mittelwert einzusetzen. Gleiches gilt für p bei Rektifiziersäulen, in welchen der Druckverlust im strömenden Dampf im Vergleich zum absoluten Druck gering ist.

#### a) Wahl der auf den freien Säulenquerschnitt bezogenen Dampfgeschwindigkeit.

Da die Glockenböden wegen ihrer Unempfindlichkeit gegen Verschmutzungen und Verkrustungen sowie wegen ihres großen Belastungsbereiches weitaus am meisten verwendet werden, soll für sie die Wahl der für die Berechnung des Säulendurchmessers erforderlichen Dampfgeschwindigkeit  $w_D$  im folgenden näher behandelt werden. Weil auf einem Austauschboden ein Wärme- und Stoffaustausch stattfindet, liegt der Gedanke nahe, sich für die Auffindung der günstigsten Dampfgeschwindigkeit und der sich daraus ergebenden Wirkung dimensionsloser Gleichungen zu bedienen, wie sie für die Vorgänge des Wärme- und Stoffaustausches bekannt sind. Es zeigt sich jedoch, daß ausschlaggebende Einflüsse auf die Wirkung von Rektifizierböden vorhanden sind, die mit den erwähnten bekannten dimensionalen Gleichungen nicht erfaßbar und einstweilen nur durch den Versuch feststellbar sind. Sie werden im einzelnen folgend beleuchtet.

Als Maßstab für die Vollkommenheit der Wirkung eines Bodens wird das Verstärkungsverhältnis s (auch Austauschverhältnis genannt) gewählt (Abschnitt D, IV, 2). Es stellt das Verhältnis der im Dampf durch einen Boden wirklich erzielten Anreicherung b Mol-% an leichter siedendem Stoff zu einer theoretischen Anreicherung  $a_F$  Mol-% dar, die sich dann ergibt, wenn auf dem Boden Flüssigkeitsdurchmischung und vollkommener Austausch vorliegt. Beide Anreicherungen können an Hand des Bildes 59 und der dazugehörigen Erläuterungen aus den gemessenen Konzentrationen  $x_{Fu}$  in der Flüssigkeit, die von dem zu untersuchenden Boden abläuft, und  $x_{F0}$  in der demselben Boden zuströmenden Flüssigkeit bestimmt werden. Je größer der Zahlenwert für das Verhältnis s der so ermittelten beiden Anreicherungen ist, desto besser wirkt ein Rektifizierboden. In Bild 133 ist das aus Versuchen des Verfassers ermittelte Verstärkungsverhältnis und damit die Wirkung von Rektifizierböden in Abhängigkeit von der Belastung, das heißt von der auf den freien Säulenquerschnitt bezogenen Dampfgeschwindigkeit für verschiedene Abstände der Böden voneinander gezeigt<sup>1</sup>. Es gilt für das Gemisch Äthylalkohol-Wasser und für eine Bodenablaufkonzentration von  $x_{Fu} = x_F = 50$  Mol-% Alkohol. Das Rücklaufverhältnis  $v = \infty$  (keine Destillatentnahme) wurde deshalb gewählt, weil nur mit ihm die Bestimmung des Verstärkungsverhältnisses aus den Bodenablaufkonzentrationen einer Säule



Bild 133. Das Verstärkungsverhältnis s in Abhängigkeit von der Dampfgeschwindigkeit  $w_D$  für beliebige Bodenabstände H.

Gemisch: Äthylalkohol-Wasser; Rücklaufverhältnis  $v = \infty$ ; Bodenablaufkonzentration  $x_F = 50$  Mol-% (bei Atmosphärendruck).

auf die gezeigte Art (Bild 59) ohne besondere Ermittlung der im Dampf von Boden zu Boden mitgerissenen Flüssigkeitsmenge möglich ist. Unter Berücksichtigung der Dampfnässe ergibt sich nämlich für jeden Boden eine andere Rücklaufmenge, weil die von den einzelnen Böden fortgetragenen Flüssigkeitsmengen verschieden sind. Bei  $v = \infty$  fällt aber die Verstärkungslinie, welche den veränderlichen Bodenablaufmengen entspricht, mit der Diagonale des  $x_D, x_F$ -Bildes zusammen. Da für  $v = \infty$  auch die Verstärkungsgerade mit der genannten Diagonale zusammenfällt, liegen in Bild 59 die aus den gemessenen Bodenablaufkonzentrationen sich ergebenden Punkte C und E auf der Diagonale. Im übrigen ist auf Grund rechnerischer und versuchsmäßiger Ergebnisse das Verstärkungsverhältnis bei dem untersuchten Gemisch sehr wenig vom Rücklaufverhältnis abhängig (s. Abschnitt H, IV). Für  $v = \infty$  und für die in der Technik angewendeten Rücklaufverhältnisse zur Trennung des bei den Versuchen gewählten Gemisches ergeben sich praktisch gleiche Werte für das Verstärkungsverhältnis. Bei den Konzentrations-

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> KIRSCHBAUM, EMIL: Belastungsbereich von Austauschböden. VDI-Beih. Verfahrenstechnik 1938, Nr. 5, S. 131–139.

168 Bestimmung der Abmessungen der Rektifiziersäule mit Austauschböden.

messungen zur Bestimmung der Wirkung der Böden einer Säule stellt die Ablaufkonzentration eines Bodens die Zulaufkonzentration des nächst tiefer liegenden Bodens dar. Aus Bild 134 sind die Entnahmevorrichtung für die Konzentrationsbestimmung derjenigen Rektifizierböden und letztere selbst zu ersehen, für die Bild 133 gilt. Es ist wichtig, die Konstruktion der untersuchten Böden besonders anzugeben, weil diese die Rektifizierwirkung beeinflussen kann (s. Abschnitt H, I, e).

Bild 133 besagt, daß mit zunehmender Dampfgeschwindigkeit bei allen Bodenabständen das Verstärkungsverhältnis abnimmt. Dieses Abnehmen ist durch die Verkleinerung der Berührungszeit zwischen den



beiden Phasen auf dem Austauschboden bedingt. Die Abnahme ist jedoch um so geringer, je größer der Bodenabstand ist. Bei größeren Bodenabständen, z. B. bei H = 400 mm, zeigt es sich sogar, daß das Verstärkungsverhältnis über einen größeren Geschwindigkeitsbereich nahezu gleichbleibt. Dies rührt von der durch die größere Geschwindigkeit hervorgerufenen Zunahme der Wärme- und Stoffaustauschzahlen sowie von einer Vergrößerung der Berührungsfläche zwischen den Phasen her. Dieses Gleichbleiben der Wirkung über einen größeren Belastungsbereich ist ein besonderer Vorteil des Glockenbodens. Wird der Belastungsbereich mit angenähert gleichbleibendem Verstärkungsverhältnis überschritten, so läßt die Wirkung gemäß Bild 133 mit steigender Belastung bei großen Bodenabständen am wenigsten nach. Die größte Unempfindlichkeit gegen Belastungsschwankungen erreicht man demnach mit großen Bodenabständen. Bei kleinen Bodenabständen, z. B. bei H = 120. nimmt trotz der erwähnten Verbesserung der Austauschzahlen und -fläche mit steigender Belastung das Verstärkungsverhältnis stetig und stark ab. Offenbar ist den genannten vorteilhaften Einflüssen ein nachteiliger Einfluß überlagert. Er ist in dem Mitreißen von Flüssigkeit im Dampf zu suchen. Dieser kommt bei kleinen Bodenabständen deshalb so stark zur Auswirkung, weil das Mitreißen von Flüssigkeit nicht nur durch den Druck gegeben ist, den der rascher als die Flüssigkeitstropfen strömende Dampf auf letztere ausübt, sondern auch durch die Geschwindigkeit, mit der Flüssigkeitstropfen und -lamellen unmittelbar aus der Flüssigkeit auf dem Boden durch den Dampf emporgeschossen

werden, welcher durch die Dampfdurchlaßquerschnitte auf dem Boden selbst mit erheblich größerer Geschwindigkeit strömt als in dem Raum zwischen den Böden. Dieses aber hat weiter zur Folge, daß bei großen Bodenabständen von einer bestimmten Belastung ab das Verstärkungsverhältnis mit steigender Dampfgeschwindigkeit plötzlich abnimmt. Zwischen den Böden stellt sich nämlich bei den für Bild 133 geltenden Betriebszuständen ein unmittelbar über dem Boden liegender, dicht mit Flüssigkeitstropfen durchwirbelter und darüber bis zum nächst höher liegenden Boden ein weniger von Flüssigkeitsteilchen durchsetzter Dampfraum ein, wobei sich eine waagerechte Trennungsfläche zwischen diesen beiden Räumen ausbildet. Mit zunehmender Geschwindigkeit wird der Abstand dieser Trennungsfläche von dem Boden größer, von dem der Dampf abströmt, bis sie den darüber liegenden Boden erreicht<sup>1</sup>. Bei weiterer Geschwindigkeitssteigerung nimmt das Verstärkungsverhältnis ab bis zu einer gewissen oberen Belastungsgrenze, bei welcher die Säule betriebsunfähig wird und der Zahlenwert für das Verstärkungsverhältnis praktisch auf Null sinkt.

Diese Belastungsgrenze wird dadurch eingeleitet, daß die Flüssigkeit nicht mehr oder nicht mehr vollkommen durch die Ablaufbecher und durch die Rücklaufrohre von den Böden ablaufen kann. Es ist zu bedenken, daß die von den Böden abzuführende Flüssigkeitsmenge nicht nur durch die aus dem Rücklaufkondensator in die Säule zurückfließende Flüssigkeit, sondern auch noch durch diejenige gegeben ist, welche vom Dampf mit auf die Böden gebracht wird. Die Flüssigkeit staut sich dann zwischen den Böden so lange, bis sie vom obersten Boden in den Rücklaufkondensator übertritt. Den Flüssigkeitsstau können zwei Ursachen hervorrufen. Zunächst ist die Schluckfähigkeit der Rücklaufrohre begrenzt. Weil die Flüssigkeit nicht wie über ein Wehr in das Rücklaufrohr hineinströmt, sondern vor dessen Eintrittsöffnung als Schaum, Tropfen oder Lamellen ankommt, muß das Ablaufrohr auf dem Boden an einen genügend großen Ablaufbecher angeschlossen sein. wie es Bild 134 andeutet. Es ist aber auch möglich, daß bei einer bestimmten Geschwindigkeit der Druckverlust im Dampf beim Durchströmen des Austauschbodens so groß wird, daß infolge des Überdruckes im Dampfraum unterhalb eines Bodens gegenüber dem Raum über demselben Boden die Flüssigkeit in den Rücklaufrohren nach oben gedrückt wird, so daß ebenfalls der Rücklaufkondensator überschwemmt wird. In Bild 133 ist die durch den Flüssigkeitsstau gegebene obere Belastungsgrenze durch die gestrichelt gezeichneten Kurvenenden gekennzeichnet. Sie liegt bei einer größeren Belastung als der Beginn des bei großen Bodenabständen starken Sinkens von s mit steigender Geschwindigkeit. Weil letzterer die höchst zulässige Betriebsbelastung festlegt, war nach Vorversuchen der Ablaufbecher der untersuchten

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Die Bewegungsvorgänge konnten bei den Versuchen durch Mantelschüsse aus Glas beobachtet werden. Die Bewegungsvorgänge auf Glocken-, Schlitzglockenund Siebböden wurden im Apparatebaulaboratorium der Technischen Hochschule Karlsruhe nicht nur durch photographische Aufnahmen, sondern auch durch die Reichsstelle für den Unterrichtsfilm im Film und in Zeitlupen auch unter Verwendung von Glockenboden-Schnittmodellen festgehalten.

170 Bestimmung der Abmessungen der Rektifiziersäule mit Austauschböden.

Böden, für die Bild 133 gilt, genügend groß gewählt. Unter Einschluß eines gewissen Sicherheitsbelastungszuschlages kann für die Verhältnisse des Bildes 133 für s = 0.83 bei einem Bodenabstand von H = 250 mm eine Dampfgeschwindigkeit von  $w_D = 0.8$  m/s und bei einem Bodenabstand von H = 150 mm eine Geschwindigkeit von  $w_D = 0.4$  m/s für die Berechnung des Säulenquerschnittes abgelesen werden.

Der Einfluß des Bodenabstandes auf das Verstärkungsverhältnis wird durch das aus Bild 133 abgeleitete Bild 135 besonders deutlich. Danach ist bei kleinen Belastungen die Wirkung von Austauschböden



Bild 135. Das Verstärkungsverhältnis *s* in Abhängigkeit vom Bodenabstand *H* für verschiedene Dampfgeschwindigkeiten  $w_D$ . Gemisch: Äthylalkohol-Wasser; Rücklaufverhältnis  $v = \infty$ ; Bodenablaufkonzentration  $x_F = 50$  Mol-%.

sehr wenig vom Bodenabstand abhängig. Bei einer bestimmten Belastung, nach Bild 135 bei  $w_D = 1$  m/s, ist der Einfluß des Bodenabstandes auf den Zahlenwert von s am stärksten. Bei dieser Geschwindigkeit verändert sich offenbar die mitgerissene Flüssigkeitsmenge am meisten mit dem Bodenabstand. Bei sehr großen Belastungen steigt s ziemlich gleichmäßig mit H. Durch die in Bild 135 gestrichelt angegebene Linie sind die Betriebszustände festgelegt, bei denen sich die obere Belastungsgrenze einstellt.

Bild 133 läßt klar den Einfluß der Dampfgeschwindigkeit und des Bodenabstandes auf die Rektifizierwirkung von Austauschböden erkennen. Darüber, inwieweit andere Einflüsse vorhanden sind, welche in den Berechnungsunterlagen zum Ausdruck kommen müssen, geben vom Verfasser mit dem gleichen Gemisch und mit derselben Versuchseinrichtung, für die Bild 133 gilt, durchgeführte Versuche Aufschluß, bei denen jedoch absolute Drücke in der Rektifiziersäule von 50, 100, 250, 500 und 760 mm Q.-S. gewählt wurden<sup>1</sup>. Sämtliche *physikalische* 

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> KIRSCHBAUM, EMIL: Wirkung von Rektifizierböden bei Unterdrücken und Berechnung des Säulenquerschnittes von Rektifizierapparaten. a) VDI-Beih. Verfahrenstechnik 1940, Nr. 4. b) Chem. Fabrik 1940,

Größen von Flüssigkeit und Dampf wurden dadurch in weiten Grenzen geändert. Allein das spez. Gewicht des Dampfes  $\gamma_D$  [kg/m<sup>3</sup>], das sich als die wichtigste Größe zur Berechnung des Säulendurchmessers herausstellt, änderte sich zwischen zwei Grenzwerten, die sich etwa wie 1:13 verhalten. Eine Extrapolation über diese Grenzwerte hinaus verleiht den Versuchsergebnissen eine noch allgemeinere Bedeutung als die, welche sich schon aus der erwähnten Veränderung der physikalischen Größen ergibt.

Die Abhängigkeit des Verstärkungsverhältnisses von der Belastung bei verschiedenen Drücken und damit auch bei verschiedenen spez. Gewichten des Dampfes ist in Bild 136 gezeigt. Danach kann allgemein



Bild 136. Das Verstärkungsverhältnis s in Abhängigkeit von der Dampfgeschwindigkeit  $w_D$  für verschiedene absolute Drücke bei einem Bodenabstand von H = 200 mm. Gemisch: Äthylalkohol-Wasser; Rücklaufverhältnis  $v = \infty$ ; Bodenablaufkonzentration  $x_F = 50$  Mol-%.

die Dampfgeschwindigkeit um so größer sein, je kleiner der absolute Druck p und das spez. Gewicht des Dampfes sind. Für s = 0.7 ergibt sich für p = 760 mm Q.-S. abs. ( $\gamma_D = 1,254 \text{ kg/m}^3$ ) ein  $w_D$  von etwa 0,9 m/s und für p = 50 mm Q.-S. abs. ( $\gamma_D = 0,1$  kg/m<sup>3</sup>) ein  $w_D$  von etwa 2,5 m/s. Die genannten Zahlenwerte für die spez. Gewichte gelten für die Dämpfe, welche mit der Bodenablaufflüssigkeit mit 50 Mol-% Äthylalkohol im Phasengleichgewicht stehen. Bei größeren oder kleineren Bodenabständen als H = 200 mm, für welche Versuche<sup>1</sup> ebenfalls durchgeführt wurden, liegen die Geschwindigkeiten entsprechend niedriger bzw. höher als angegeben. Auffallend ist, daß bei kleinen Dampfgeschwindigkeiten, bei welchen beim vorliegenden Bodenabstand der Einfluß des Mitreißens von Flüssigkeit im Dampf bereits ausgeschaltet ist, das Verstärkungsverhältnis bei allen Drücken nahezu denselben Wert hat. Nach Bild 136 liegt er bei  $w_D = 0.4$  m/s zwischen s = 0.8 und s=0.9. Daraus ist zu schließen, daß nach Ausschaltung des Mitreißens von Flüssigkeit die physikalischen Größen des zu trennenden Gemisches nur einen sehr geringen Einfluß auf die Wirkung von Rektifizierböden haben. Zu demselben Ergebnis gelangt man auf Grund von Versuchen,

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 170.
die mit anderen Gemischen, z. B. mit Benzol-Toluol, durchgeführt wurden<sup>1</sup>. Nebengeordnete Einflüsse müssen bei diesen Vergleichen ausgeschaltet sein, wie z. B. das Durchregnen von Flüssigkeit durch undichte Verbindungsstellen zwischen Dampfhals und ebenem Boden, das bei kleinen Geschwindigkeiten besonders bei niedrigen absoluten Drücken auftreten kann und das eine Verschlechterung des Wirkungsgrades zur Folge hat<sup>2</sup>. Die einheitlichen Ergebnisse des Bildes 136 wurden erst nach vollkommenem Dichten der Verbindungsstellen zwischen den Dampfhälsen und dem ebenen Boden erhalten. Es ist schwierig, die gemäß Bild 136 bei  $w_D = 0.4 \text{ m/s}$  noch vorhandenen kleinen Unterschiede des den verschiedenen Drücken zugeordneten Verstärkungsverhältnisses zu deuten. Die kleine Abnahme von s bei der Drucksenkung von p = 760 auf p = 500 mm Q.-S. abs. läßt sich mit der Verringerung der Schaumfähigkeit des Gemisches erklären, indem die Höhe der Schaumschicht mit zunehmendem Vakuum abnimmt. Dieser Einfluß der Schaumfähigkeit ist offenbar nicht überragend. Denn bei weiterer Abnahme des Druckes steigt s wieder etwas, obwohl die Wärmeleitzahlen beider Phasen und die Oberflächenspannung der Flüssigkeit gegen ihren Dampf abnehmen. Es ist jedoch zu beachten, daß beim Übergang von p = 500 auf p = 50 mm Q.-S. abs. die über einen Boden strömende Flüssigkeitsmenge bei gleichem  $w_D$  auf einen Bruchteil sinkt, so daß die Aufenthaltszeit der Flüssigkeit auf dem Boden auf ein Vielfaches steigt. Trotzdem wirkt sich der Einfluß nur in einer praktisch kaum beachtlichen Steigerung von s aus. Anscheinend heben sich diese geringfügigen Einflüsse noch wenigstens teilweise auf. Aus den Bildern 133 und 136 kann man aber den sicheren Schluß ziehen, daß der Bodenabstand H, die Dampfgeschwindigkeit  $w_D$  und das spez. Gewicht  $\gamma_D$  des Dampfes den weitaus größten Einfluß auf die Wirkung von Rektifizierböden ausüben. In einer Berechnungsunterlage, aus welcher die für die Bestimmung des Säulendurchmessers erforderliche Dampfgeschwindigkeit entnommen werden soll, müssen deshalb diese drei Größen enthalten sein. Den größten Unterschied bei den verschiedenen spez. Dampfgewichten ergeben die durch Versuche<sup>3</sup> festgestellten oberen Grenzgeschwindigkeiten. Während die Verstärkungssäule bei p = 760 mm Q.-S. abs. nachBild 136 bis zu einer Dampfgeschwindigkeit von nahezu  $w_{\rm D} = 1.5 \,\mathrm{m/s}$ betrieben werden kann, ohne daß der Rücklaufkondensator überschwemmt wird, tritt dieser Zustand bei p = 50 mm Q.-S. erst bei  $w_D = 4.8 \text{ m/s}$  ein.

Bild 136 gestattet wohl, den Einfluß der Dampfgeschwindigkeit auf die Rektifizierung bei verschiedenen spez. Dampfgewichten zu erkennen. Es zeigt aber noch nicht den Einfluß der *Mengenleistung* auf die Wirkung einer Austauschsäule bei verschiedenen Dampfdrücken und gleichen Abmessungen. Die bei gleichem Bodenabstand zu verschiedenen  $\gamma_D$ -Werten gehörigen Linien, welche die Abhängigkeit des Verstärkungsverhältnisses von der Belastung dartun, vertauschen nämlich gegenüber Bild 136 ihre gegenseitige Lage, wenn auf der Abszisse des Schaubildes nicht die Dampfgeschwindigkeit  $w_D$  [m/s], sondern die Mengenleistung m

<sup>1</sup> CAREY, I. S., I. GRISWOLD, W. K. LEWIS u. H. MCADAMS: Bodenwirkungsgrad bei der Rektifikation von Zweistoffgemischen. Trans. Amer. Inst. chem. Engrs. Bd. 30 (1933/34).

<sup>2</sup>, <sup>3</sup> Siehe Fußnote 1, S. 170.

in Mol/h·m<sup>2</sup> aufgetragen wird. Sie stellt die durch den freien Säulenquerschnitt stündlich und je m<sup>2</sup> Querschnitt strömende Dampfmenge in Molen dar. Aus Bild 137 geht hervor, daß sich bei kleinerem spez. Gewicht des Dampfes trotz größerer zulässiger Dampfgeschwindigkeit bei allen Bodenabständen auch die kleinere Mengenleistung bei gleicher Rektifizierwirkung ergibt. In dem genannten Bild sind im Sinne einer möglichst deutlichen Wiedergabe der Versuchsergebnisse<sup>1</sup> diejenigen für p = 500 mm Q.-S. fortgelassen, während die übrigen einzelnen Linien



Bild 137. Das Verstärkungsverhältnis in Abhängigkeit von der Mengengeschwindigkeit des Dampfes bei verschiedenen Bodenabständen und verschiedenen absoluten Drücken (Dampfdichten). Versuchsflüssigkeit: Äthylalkohol-Wasser.

Versuchsböden nach Bild 134.

für die untersuchten Drücke und Bodenabstände gelten. Es ist ersichtlich, daß mit steigender Mengengeschwindigkeit des Dampfes das Verstärkungsverhältnis um so stärker abnimmt, je kleiner das spez. Gewicht des Dampfes und je kleiner der Bodenabstand ist. Aus Bild 137 geht weiter hervor, daß bei Bodenabständen über 200 mm eine Vergrößerung des Bodenabstandes eine um so größere prozentuale Steigerung der Belastung bei gleicher Wirkung der Böden zur Folge hat, je größer das spez. Gewicht des Dampfes ist. Bei Bodenabständen, die kleiner sind als 200 mm, liegen die Verhältnisse umgekehrt.

Die in kg/h·m<sup>2</sup> gegebene Mengengeschwindigkeit wird aus der Mengengeschwindigkeit m in Mol/h·m<sup>2</sup> berechnet, indem letztere mit dem Molekulargewicht der Dämpfe vervielfacht wird. Dieses hatte für die Verhältnisse des Bildes 137 für p = 760 mm Q.-S. einen Zahlenwert von  $\mu = 36,26$ , für p = 500 mm Q.-S. einen Wert von  $\mu = 36,56$ , für p = 250 mm Q.-S. von  $\mu = 36,95$ , für p = 100 mm Q.-S. von  $\mu = 37,02$ und für p = 50 mm Q.-S. abs. einen Wert von  $\mu = 37,1$ . Wird die in kg/h·m<sup>2</sup> gegebene Mengengeschwindigkeit durch das spez. Dampfgewicht  $\gamma_D$  [kg/m<sup>3</sup>] geteilt, so erhält man die Dampfgeschwindigkeit  $w_D$  [m/s]:  $m \cdot \mu$ 

$$w_D = \frac{m \cdot \mu}{\gamma_D \cdot 3600} \,. \tag{160}$$

<sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 170.

#### 174 Bestimmung der Abmessungen der Rektifiziersäule mit Austauschböden.

Würde man zur Berechnung des Säulenquerschnittes eine Mengengeschwindigkeit und die dazugehörige Dampfgeschwindigkeit aus Bild 137 derart bestimmen, daß man für alle Fälle ein gleiches Verstärkungsverhältnis zugrunde legt, so würde man damit den Gesichtspunkten einer wirtschaftlichen Bemessung eines Rektifizierapparates nicht entsprechen, indem der Baustoff- und Kostenaufwand nicht nur durch den Säulendurchmesser, sondern auch durch die Bodenzahl und damit durch das Verstärkungsverhältnis bedingt ist. Für s=0.8 und H=135 ergibt z. B. Bild 137 bei  $\gamma_D = 0,1$  eine Mengengeschwindigkeit von m = 2 und bei  $\gamma_D = 1,254$  ein *m* von 60. Wird bei sonst gleichen Bedingungen *s* auf 0,7 gesenkt, so steigt nach Bild 137 die Belastung bei  $\gamma_D = 0,1$  um 300% und bei  $\gamma_D = 1,254$  nur um 32%. Für H = 200 mm ergibt sich zu den genannten Verhältnissen eine Leistungssteigerung von 85 und 32%. Es ist ferner auffallend, daß nur bei größeren spez. Dampfgewichten, z. B.  $\gamma_D = 1,254$ , die Austauschwirkung über einen bestimmten Belastungsbereich nahezu gleich bleibt. Wird die Mengenleistung über die obere Grenze dieses Bereiches hinaus gesteigert, so nimmt die Wirkung der Rektifizierböden ab. Für  $\gamma_D = 1,254$  ist es deshalb zweckmäßig, die zulässige Belastung mit der oberen Grenze des erwähnten Belastungsbereiches zusammenfallen zu lassen, wie es der Linienzug  $a_1$  in Bild 137 angibt. Aus ihm ergibt sich beispielsweise für H = 200 ein *m* von 90. In Anbetracht des aufgezeigten Zusammenhanges zwischen Belastung und Verstärkungsverhältnis bei verschiedenen Drücken scheint es ferner zweckmäßig zu sein, die zulässige Belastung für die kleineren spez. Dampfgewichte durch die Linienzüge  $a_2$ ,  $a_3$  und  $a_4$  anzugeben.

Die zulässige Belastung, ausgedrückt durch die Mengengeschwindigkeit *m* des Dampfes, ist danach durch die Schnittpunkte der erwähnten Linien  $a_1$ ,  $a_2$ ,  $a_3$  und  $a_4$  mit den für verschiedene Bodenabstände und spez. Dampfgewichte geltenden s = f(m)-Linien festgelegt. Es ist wirtschaftlich, Rektifizierböden, welche Dampfgemische mit kleinem spez. Gewicht trennen, mit kleinerem Verstärkungsverhältnis arbeiten zu lassen und dafür eine etwas größere Bodenzahl zu wählen als im Falle der Zerlegung schwerer Dampfgemische, wenn auch m. W. diese baulichwirtschaftlichen Zusammenhänge im einzelnen rechnerisch und umfassend noch nicht genau untersucht sind (s. dazu Abschnitt H, I, 1b). Durch die mit der Festlegung der Linienzüge  $a_1$ ,  $a_2$ ,  $a_3$  und  $a_4$  (Bild 137) getroffene Wahl der zulässigen Belastung ergeben sich auch Berechnungsunterlagen, die sich einfach brauchbar wiedergeben lassen. Trägt man nämlich die auf den freien Säulenquerschnitt bezogene Dampfgeschwindigkeit  $w_D$  [m/s], welche sich aus der durch die Mengengeschwindigkeit m ausgedrückten zulässigen Belastung mit Hilfe der Gleichung 160 berechnen läßt, über dem spez. Gewicht im logarithmischen Maßstabe auf, so ergeben sich für bestimmte Bodenabstände gerade Linien, welche die Gleichung befolgen:

$$w_D = C \cdot \gamma_D{}^n , \qquad (161)$$

in welcher für jeden Bodenabstand C einen gleichbleibenden Beiwert und n einen unveränderlichen Exponenten darstellen, welche in Bild 138 abhängig vom Bodenabstand wiedergegeben sind. Die eingetragenen Versuchspunkte beziehen sich auf die bei den erwähnten Versuchen<sup>1</sup> des Verfassers gewählten Bodenabstände. Es ist ersichtlich, daß man mit großer Genauigkeit auf Bodenabstände schließen kann, welche größer sind als der größte bei den Versuchen verwendete von H = 415 mm. Lediglich ein Versuchspunkt für H = 135 und  $\gamma_D = 0,1001$  genügt der



Bild 138. Beiwerte C,  $C_a$  und Exponent -n in Abhängigkeit vom Bodenabstand.

Beziehung 161 nicht. Dies geht aus Bild 139 hervor. In ihm ist die der zulässigen Belastung m entsprechende zulässige und der Berechnung zugrunde zu legende Dampfgeschwindigkeit in Abhängigkeit vom spez. Dampfgewicht für verschiedene Bodenabstände aufgetragen. Dazu konnten die Werte für C und n aus Bild 138 abgelesen werden. Danach gelten die Beziehungen:

Für einen Bodenabstand von

H = 500  m	m	$w_D = 1, 14 \cdot \gamma_D^{-0,465},$	
H = 400 ,	,	$w_D = 1, 1 \cdot \gamma_D^{-0,47}$ ,	
H = 300 ,		$w_D = 1,02 \cdot \gamma_D^{-0,49}$ ,	(101-)
H = 200 ,		$w_D = 0.82 \cdot \gamma_D^{-0.545},$	(101a)
H = 150 ,	, und $\gamma_D > 0.2 \text{ kg/m}^3$	$w_D = 0.62 \cdot \gamma_D^{-0.49}$ ,	
H = 135 ,	,, ,, $\gamma_D > 0,2$ ,,	$w_D = 0.54 \cdot \gamma_D^{-0.425}$ .	

<sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 170.

### 176 Bestimmung der Abmessungen der Rektifiziersäule mit Austauschböden.

In dem für die Berechnung des Säulendurchmessers wichtigen Bild 139 sind die Linien für gleiche Bodenabstände innerhalb des Bereiches, in dem erstere durch Versuche belegt sind, voll ausgezogen, während sie in dem Bereich der spez. Dampfgewichte, auf die durch Extrapolation



Bild 139. Zulässige (berechnungsmäßige) Dampfgeschwindigkeit in Abhängigkeit vom spez. Gewicht des Dampfes bei verschiedenen Bodenabständen, nach Versuchen des Verfassers (KIRSCHBAUM).

durch einfache Verlängerung der Geraden geschlossen wurde, gestrichelt wiedergegeben sind. Da sich die Grenzwerte der untersuchten spez. Gewichte etwa wie 1:13 verhalten, scheint es zulässig zu sein, auf ein größeres spez. Gewicht zu extrapolieren, zu dem sich das noch untersuchte größte spez. Gewicht etwa wie 1:3 verhält. In noch viel engeren Grenzen liegt die Extrapolation auf sehr kleine spez. Dampfgewichte. Hat z. B. bei der Rektifikation von Ölen unter Vakuum der Öldampf ein spez. Gewicht von  $\gamma_D = 0.26 \text{ kg/m}^3$  und beträgt der Bodenabstand H = 500 mm, so ergibt sich dazu aus Bild 139 eine zulässige Dampfgeschwindigkeit von  $w_D = 2.2 \text{ m/s}$ . Steigt jedoch bei einer Ölrektifikation unter Atmosphärendruck bei H = 500 mm das spez. Dampfgewicht auf 3,5 kg/m<sup>3</sup>, so ergibt sich  $w_D = 0.65 \text{ m/s}$ .

Beim Gebrauch des Bildes 139 ist es wichtig, sich stets seinen Zusammenhang mit Bild 138 zu vergegenwärtigen. In diesem Sinne ist anzuführen, daß das Verstärkungsverhältnis in Bild 139 bei  $\gamma_D = 0.1 \text{ kg/m}^3$ um etwa 16% kleiner ist als bei  $\gamma_D = 1,254 \text{ kg/m}^3$ . Im besonderen kann aus dem erwähnten Zusammenhang der Bilder beurteilt werden, wie sich die Wirkung der Rektifiziersäule ändert, wenn man von der zu den vorliegenden Verhältnissen gehörigen und aus Bild 139 entnehmbaren Dampfgeschwindigkeit abgeht. Wird z. B. die zulässige Belastung und Geschwindigkeit bei  $\gamma_D = 1,254$  kg/m<sup>3</sup> und H = 415 mm, die gemäß Bild 137 durch m = 125 Mol/h·m<sup>2</sup> mit s = 0.88 gegeben ist, um 50% überschritten bis m = 187, so sinkt s auf 0,72, also um 18,2%. Wird jedoch beim selben Bodenabstand, aber bei  $\gamma_D = 0.1922$  die zulässige Belastung, welche der Schnittpunkt der Linie  $a_3$  (Bild 137) mit der entsprechenden s = f(m)-Kurve bei s = 0.73 mit m = 43 angibt, ebenfalls um 50%, also auf m = 64,5, gesteigert, so nimmt s auf 0,41 um 44% Diesen Zusammenhängen ist dann ein besonderes Augenmerk zu ab. schenken, wenn beim Entwurf des Rektifizierapparates ein bestimmter Sicherheitszuschlag für Überlastbarkeit eingeschlossen werden soll. Der Apparat muß dann so ausgelegt werden, daß er auch noch bei der höchsten Belastung die gewünschte Reinheit der Erzeugnisse erreicht.

Voraussetzung für die Gültigkeit der Berechnungsunterlagen des Bildes 139 ist, daß der Flüssigkeitsablaufbecher groß genug bemessen ist und den Rücklauf schluckt, ohne daß sich dieser auf den Böden schon bei Belastungen staut, die unterhalb derjenigen liegen, wie sie aus Bild 139 hervorgehen. Bei zu kleinem Ablaufbecher ist es z. B. ohne weiteres möglich, daß der Rücklaufkondensator bei  $\gamma_D = 1,254$ und H = 200 schon bei  $w_D = 0.4$  m/s überschwemmt wird und die Säule nicht mehr die gewünschte Trennwirkung erzielt, während sich aus Bild 139 ein  $w_D$  von 0,81 ergibt, wobei die Säule noch über diese Geschwindigkeit hinaus überlastet werden kann und dabei die Wirkung nur gemäß den in den Bildern 133 und 137 ersichtlichen  $s = f(w_D)$ - und s = f(m)-Kurven abnimmt. Es genügt im allgemeinen nicht, ein kreisrundes Rücklaufrohr durch den Boden zu führen, von dem es die Flüssigkeit abführen soll und nur den Rohrquerschnitt als Einlauföffnung vorzusehen. Es ist zu bedenken, daß die Flüssigkeit nicht zusammenhängend wie über ein Wehr über die Kante des Ablaufbechers strömt, sondern daß diese in vielen Fällen schäumt und stets auch als Flüssigkeitstropfen und -lamellen über die Ablaufkante geschleudert wird. Diese muß bei schäumenden Gemischen so groß sein, daß der Schaum gebrochen wird. Neben einer Mindestlänge der Ablaufkante ist aber auch eine bestimmte Mindesteinlauffläche des Ablaufbechers für den Flüssigkeitsablauf erforderlich. Aus diesen Gesichtspunkten heraus scheint es zweckmäßig zu sein, den Ablaufrand nicht kreisrund, sondern länglich geformt auszubilden<sup>1</sup> und vor allem die von ihm eingeschlossene Flüssigkeitsablauffläche wesentlich größer als die Fläche des Querschnitts des oder der

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe dazu CARL L. SIEGEL: Der Entwurf von Glockenboden-Kolonnen für fraktionierte Destillation. Chem. metall. Engng., Sept. 1937, S. 493.

Kirschbaum, Destillier- und Rektifiziertechnik.

Ablaufrohre unterhalb des Bodens selbst zu wählen. Bei dem Boden gemäß Bild 134 wird die Ablauffläche durch einen Kreisabschnitt der Bodenfläche gebildet. Diese Ausführung mit gerader Ablaufkante ist für kleine bis mittelgroße Säulendurchmesser (1,5 m) sehr geeignet, wobei sich üblicherweise die Flüssigkeit auf einem bestimmten Boden in entgegengesetzter Richtung zu der Flüssigkeit auf dem darüber- und darunterliegenden Boden bewegt. Dies lag auch bei den Böden gemäß Bild 134 vor, an denen die Messungen durchgeführt wurden, welche zu den Ergebnissen der Bilder 135 bis 139 führten.

Es wurden auch Messungen an Rektifizier- und Absorberkolonnen vorgenommen<sup>1</sup>, "welche bei der nahezu höchstzulässigen Belastung mit zufriedenstellenden Erzeugnissen arbeiteten" und in denen unter verschiedenen Drücken Öle, Alkohol-Wassergemisch und Stoffe von Wiedergewinnungsverfahren zerlegt wurden. Ohne die Ausführung der verschiedenen Böden bekannt zu geben, sind diese Beobachtungen dazu benutzt worden, für verschiedene Bodenabstände unveränderliche Beiwerte C' zu ermitteln, welche in der theoretisch abgeleiteten Gleichung

$$k = C' \sqrt{\gamma_D \cdot (\gamma_F - \gamma_D)} \tag{162}$$

einzusetzen sind, in welcher k die Mengenbelastung in kg/h·m<sup>2</sup>, ferner  $\gamma_D$  das spez. Gewicht des Dampfes in kg/m<sup>3</sup> und  $\gamma_F$  das spez. Gewicht der Flüssigkeit in kg/m<sup>3</sup> bedeuten. In Gleichung 162 kann man in dem Ausdruck in der runden Klammer unter dem Wurzelzeichen  $\gamma_D$  gegen  $\gamma_F$  stets vernachlässigen. Führt man ferner für  $\gamma_F$  den Zahlenwert 8100 kg/m<sup>3</sup> ein, welcher bei den Ergebnissen der Bilder 135 bis 139 vorliegt, welche aus Versuchen des Verfassers (KIRSCHBAUM) abgeleitet sind, und teilt man beide Seiten der Gleichung 162 durch  $\gamma_D$ , so erhält man:

$$w_D = C_A \cdot \gamma_D^{-0.5} , \qquad (163)$$

wobei  $w_D$  wieder in [m/s] ausgedrückt ist. Die Werte für  $C_A$  sind in Bild 138 in Abhängigkeit vom Bodenabstand angegeben. Die eine Linie für  $C_A$  gilt für eine Oberflächenspannung der Flüssigkeit gegen den Dampf von 20 Dyn/cm, die andere für 10 Dyn/cm<sup>2</sup>. Grundsätzlich kann die Oberflächenspannung auf die Zerstäubung der Flüssigkeit einen Einfluß haben. Er ist aber auf Grund von Versuchen und Beobachtungen des Verfassers über den Zerstäubungsvorgang so klein, daß er gegenüber demjenigen der Dampfdichte und der Dampfgeschwindigkeit vernachlässigt werden kann. Es ist zu bedenken, daß auch der Einfluß der Schaumfähigkeit und Schaumbeständigkeit überlagert ist, der in den aus den Versuchen des Verfassers ermittelten Zahlenwerten für C miterfaßt ist. Zu letzteren ist zu bemerken, daß die Oberflächenspannung des Alkohols bei den Versuchen des Verfassers (KIRSCHBAUM) wohl in den Grenzen der Werte liegt, für welche die beiden  $C_A$ -Kurven in Bild 138 gelten und daß die Oberflächenspannung des Wassers höhere Werte aufweist 3. Selbst wenn die Dichte der Flüssigkeit den

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> SOUDERS jr., MOTT u. G. G. BROWN: The Desing of Fractionating Columns, Entrainment and Capacity. Refiner & Natural Gasoline Manufacturer Bd. 13 (Jan. 1934) Nr. 1, S. 32.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> 1 Dyn =  $1,0197 \cdot 10^{-6}$  kg.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> LANDOLT-BÖRNSTEIN: Physik.-chem. Tabellen Hw. 1, S. 209.

Einfluß auf die Belastbarkeit von Austauschböden hat, wie ihn Gleichung 162 angibt, ist dieser nicht groß, weil die Werte für  $\gamma_F$  im allgemeinen nahe beieinander liegen und weil in Gleichung 163 der Wert von  $\gamma_D$  zur Potenz —0,5 zu erheben ist. Wenn man annimmt, daß für die Menge an im Dampf mitgerissener Flüssigkeit das spez. Gewicht und die Geschwindigkeit des Dampfes im wesentlichen ausschlaggebend sind, erhält Gleichung 161 allgemeine Gültigkeit. Weitere Versuche können zeigen, ob beigeordnete oder untergeordnete Einflüsse noch vorhanden sind.

Aus Bild 138 geht hervor, daß die Richtigkeit der Versuchsergebnisse<sup>1</sup> des Verfassers durch den Verlauf der  $C_A$ -Linie für den Bodenabstand von etwa 400 mm gut bestätigt werden. Für größere Bodenabstände liefert die  $C_A$ -Linie größere und für kleinere Bodenabstände als H = 400 mm wesentlich kleinere Dampfgeschwindigkeiten als Bild 139. Wegen ihrer großen praktischen Bedeutung ist die letztgenannte Abweichung zu beleuchten. Selbst für einen Bodenabstand von H = 250 mmund eine Dampfdichte von  $\gamma_D = 1,3 \text{ kg/m^3}$ , wie sie bei der Spiritusrektifikation vorliegt, liefert die  $C_A$ -Linie für 20 Dyn/cm Oberflächenspannung mit Gleichung 163 eine zulässige Dampfgeschwindigkeit von  $w_D = 0.21$  m/s. Für eine Oberflächenspannung von 10 Dyn/cm wird  $w_D$ noch wesentlich kleiner. Es ist aber allbekannt, daß Rektifiziersäulen in der Spiritusindustrie selbst mit Bodenabständen von 150 mm noch sehr gut mit Dampfgeschwindigkeiten von 0,4 bis 0,5 m/s arbeiten. Mit dem letztgenannten Bodenabstand wird der Widerspruch mit den Ergebnissen der angeführten Betriebsmessungen<sup>2</sup> noch wesentlich größer. Aus Bild 139 ergibt sich nach den Ergebnissen des Verfassers (KIRSCH-BAUM) für H = 150 mm eine höchstzulässige Geschwindigkeit von  $w_D = 0.54$  m/s. Diese Zahl ist durch praktische Beobachtungen vielfach bestätigt und die Ergebnisse des Bildes 139 beruhen zudem auf ausgedehnten planmäßigen Messungen. Aus Bild 134 geht hervor, daß bei den untersuchten Böden die Eintauchtiefe, welche den senkrechten Abstand des obersten Punktes der Glockenzackung vom Rand des Ablaufbechers darstellt, 30 mm betrug. Die Tatsache, daß die  $C_A$ -Linie in Bild 138 bei sehr großen Bodenabständen größere Werte liefert als Bild 139 könnte vielleicht durch die Möglichkeit erklärt werden, daß die Betriebsmessungen<sup>2</sup> bei großen Bodenabständen an unter Vakuum arbeitenden Säulen durchgeführt wurden, bei denen vielfach wegen des geringeren Druckverlustes im Dampf der höchste Punkt des Glockenrandes auf gleicher Höhe mit der Ablaufkante liegt. Es ist aber nicht erwiesen, daß dann tatsächlich weniger Flüssigkeit vom Dampf mitgerissen wird und höhere Bodenabstände zulässig sind als bei tiefer liegendem Glockenrand, so daß auch aus diesem Grunde Bild 139 sichere Unterlagen bietet.

Zahlenbeispiel: Für das in Abschnitt E, V durchgerechnete Zahlenbeispiel, bei welchem sich eine durch die Verstärkungssäule für ein Äthylalkohol-Wassergemisch bei einem Rücklaufverhältnis von v = 4 strömende Dampfmenge von D = 17,36 Mol/h ergab, ist der Durchmesser der Verstärkungssäule für einen gleichbleibenden Bodenabstand von H = 200 zu bestimmen, wobei ein Sicherheitszuschlag für Überlastbarkeit von 25% eingeschlossen werden soll.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 170.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Siehe Fußnote 1, S. 178.

#### 180 Bestimmung der Abmessungen der Rektifiziersäule mit Austauschböden.

Lösung: Das größte spez. Gewicht  $\gamma_D = 1,39 \text{ kg/m}^3$  weisen die Dämpfe im obersten Teil der Säule auf, wo der Alkoholgehalt auf 94 Gew.-% (= 86 Mol-%) ansteigt. Aus Bild 139 wird zu  $\gamma_D = 1,39 \text{ kg/m}^3$  und H = 200 mm ein  $w_D$  von 0,68 m/s abgelesen, so daß unter Beachtung des Sicherheitszuschlages für die Berechnung des Säulenquerschnittes eine Dampfgeschwindigkeit von 0,545 m/s einzusetzen ist. (Beim Bodenabstand von 150 mm hätte sie sich zu 0,42 m/s ergeben). Mit einer mittleren Temperatur von 85° C und einem mittleren Druck von 760 + 40 mm Q.-S. abs. in der Säule ergibt sich deren Querschnitt mit Gleichung 158 zu:

$$f = 17,36 \, rac{22,4}{3600 \cdot 0.545} \cdot rac{273 + 85}{273} \cdot rac{760}{800} = 0,247 \ {
m m}^2 \, .$$

Diesem Querschnitt entspricht ein Durchmesser von  $d_v = 560$  mm.

Im untersten Teil der Verstärkungssäule sinkt auf Grund des Bildes 77 die Dampfdichte auf einen Wert von  $\gamma_D = 0.785$  kg/m<sup>3</sup>, so daß dort nach Bild 139 bei derselben Dampfgeschwindigkeit unter Berücksichtigung des Zuschlages für Überlastbarkeit ein kleinerer Bodenabstand als 200 mm, nämlich etwa 150 mm gewählt werden kann. Im allgemeinen werden die Bodenabstände in der ganzen Verstärkungssäule gleich gewählt. Auf Grund der aus Bild 139 ersichtlichen Zu-



tauschsäulen in Abhängigkeit vom Bodenabstand.

sammenhänge ist es aber zweckmäßig, in solchen Rektifiziersäulen, in denen sich die Dampfdichte stark ändert, die Bodenabstände im Gebiete hoher Dampfdichten größer zu wählen.

Bei dem behandelten Beispiel beträgt die durch die Abtriebsäule strömende Dampfmenge 20,81 Mol/h. Für eine mittlere Temperatur von 96° C in ihr und einen mittleren Druck von 815 mm Q.-S. errechnet sich beim selben Bodenabstand von H = 200 mm ein Durchmesser der Abtriebsäule von  $d_A = 670$  mm.

#### b) Wahl des Bodenabstandes.

Aus Bild 133 geht hervor, daß bei sonst gleichen Bedingungen und bei gleichgehaltenem Verstärkungsverhältnis die Dampfgeschwindigkeit um so größer gewählt werden darf, je größer der *Bodenabstand* ist. Danach muß bei gleicher Gesamtwirkung und Leistung einer Rektifiziersäule mit abnehmendem Säulendurchmesser der Bodenabstand wachsen.

Zur Aufstellung eines Vergleiches seien für die Bestimmung der Anschaffungskosten einer Säule die Verhältnisse des Bildes 133 und ein Verstärkungsverhältnis von s = 0.83 zugrunde gelegt. Wird die Dampfgeschwindigkeit überschritten, welche das genannte Verstärkungsverhältnis für jeden Bodenabstand festlegt, so nimmt die Wirkung der Austauschböden stark ab. Für den Bodenabstand von 300 mm ist ein Säulendurchmesser von d = 700 mm angenommen und daraus mit den aus Bild 133 zu den verschiedenen Bodenabständen bei einem Verstärkungsverhältnis von 0.83 abzulesenden Geschwindigkeiten der Säulendurchmesser für verschiedene Bodenabstände berechnet. Die Anschaffungskosten einer unter Atmosphärendruck arbeitenden Rektifiziersäule mit den so erhaltenen Abmessungen mit 20 Verstärkungsböden in der Flüssigkeitsverteilung und Bewegungszustände der Phasen auf Glockenböden. 181

Ausführung aus Eisen und Kupfer wurden als Mittelwert aus mehreren Unterlagen von Firmen festgestellt. Diese Mittelwerte sind in Bild 140 wiedergegeben, in welchem der Preis je Boden mit dem zu einem Boden gehörigen Mantelstück in Abhängigkeit vom Bodenabstand aufgetragen ist. Es ist ersichtlich, daß die Anschaffungskosten abnehmen, wenn der Bodenabstand größer gewählt wird. Dabei muß aber darauf hingewiesen werden, daß in den genannten Anschaffungskosten das Gebäude nicht enthalten ist und daß auch die Leichtigkeit der Bedienung vom Bodenabstand und damit von der Säulenhöhe abhängt. Selbst für die im Freien aufgestellten Rektifiziersäulen ist zu erwähnen, daß meist die Böden aus mehreren Stücken hergestellt werden und der Mantel Öffnungen erhält, um den Zusammenbau und die Reinigung im Betrieb zu ermöglichen. Diese zusätzlichen Kosten sind in denjenigen des Bildes 140 ebenfalls nicht enthalten. Gebäudekosten spielen bei der Bestimmung des wirtschaftlichsten Bodenabstandes eine große Rolle und wirken sich im Sinne einer Erniedrigung des Bodenabstandes aus. Sehr viele unter Dach aufgestellte Verstärkungssäulen weisen einen Bodenabstand von nur 150 mm auf, während bei Rektifizierapparaten, die im Freien aufgestellt sind, Bodenabstände bis zu 600 mm und darüber gewählt werden.

# c) Flüssigkeitsverteilung und Bewegungszustände der Phasen auf Glockenböden. Einfluß der im Dampf mitgerissenen Flüssigkeit auf die Rektifizierwirkung.

Die Beeinflussung der Wirkung von Austauschböden durch im Dampf mitgerissene Flüssigkeit geht schon einwandfrei aus der Beobachtung der Bewegung der Phasen auf einem Boden hervor. Danach bildet sich allgemein unmittelbar auf der ebenen Platte eines Glockenbodens eine klare Flüssigkeitsschicht aus, über der sich eine Schaumschicht einstellt (s. Bild 141), an deren Stelle bei nicht schäumenden Gemischen eine Sprudelschicht tritt. In einem bestimmten Abstand uüber dem höchsten Punkt der Zackung liegt die Trennungsfläche zwischen der klaren Flüssigkeit und dem Schaum. Der in letzteren eintretende Dampf nimmt zwischen den Zacken eine Fläche ein, deren tiefster Punkt um den Betrag t unter der obersten Begrenzung der Zackung liegt. Bei dem Gemisch Äthylalkohol-Wasser wurde beispielsweise bei einer auf den freien Säulenquerschnitt bezogenen Dampfgeschwindigkeit von 0,1 bis 0,5 m/s und bei einem zwischen 20 und 60 Mol-% liegenden Alkoholgehalt die Strecke u+t zu etwa 12 mm beobachtet. Bei dem erwähnten Gemisch ist die Schaumschicht immer vorhanden, solange die aus Bild 141 ersichtliche Eintauchtiefe e größer ist als u. Wird e kleiner als u gewählt, so verschwindet die Schaumschicht auch bei einem schäumenden Gemisch und die Überlaufhöhe o kann dann sogar negative Werte annehmen. In diesem Falle wird die Flüssigkeit in Form von Tropfen und Lamellen über den Rand des Ablaufbechers geschleudert.

Der Dampf strömt zwischen den Zacken in Form von Schläuchen hervor, solange bei dem erwähnten Gemisch und bei einem spez. Gewicht des Dampfes von etwa 1,3 kg/m<sup>3</sup> die auf den freien Säulenquerschnitt bezogene Dampfgeschwindigkeit größer als etwa 0,1 m/s ist.



Bild 141. Flüssigkeits- und Dampfverteilung auf einem Glockenboden.

Bei kleineren Belastungen werden die Schläuche absatzweise unterbrochen und der Dampf steigt dann in Form von *Blasen* durch die klare Flüssigkeitsschicht empor. Den an Hand des Bildes 141 erläuterten auf einem Glockenboden sich einstellenden Zustand zeigt das Bild 142, welches von einer mit Glasmänteln ausgestatteten Säule zur Trennung eines Äthylalkohol-Wassergemisches stammt. Auch bei Schlitzglocken

ist gemäß Bild 143 der Strömungszustand ein ähnlicher. Bei der Belastung, für welche die beiden letztgenannten Bilder gelten, wird über



Bild 142.



Bild 143.



Bild 144.

Bild 142. Bewegungszustand auf einem Glockenboden, Dampfgeschwindigkeit  $w_D = 0.3 \text{ m/s}$ , Versuchsflüssigkeit: Äthylalkohol-Wasser mit 50 Mol-% Alkohol (Atmosphärendruck).

Bild 143. Bewegungszustand auf einem Schlitzglockenboden, Dampfgeschwindigkeit  $w_D = 0.15$  m/s, Versuchsflüssigkeit: Äthylalkohol-Wasser mit 50 Mol-% Alkohol (Atmosphärendruck).

Bild 144. Flüssigkeitsverteilung in einer Rektifiziersäule bei einer Dampfgeschwindigkeit von  $w_D = 1.2$  m/s, Gemisch: Äthylalkohol-Wasser, Säulendurchmesser 400 mm, Bodenabstand 200 mm (Atmosphärendruck).

die Schaumschicht nur wenig Flüssigkeit emporgeworfen. Bei größeren Belastungen bildet sich jedoch über der Schaumschicht eine von FlüssigFlüssigkeitsverteilung und Bewegungszustände der Phasen auf Glockenböden. 183

keitstropfen und lamellen durchsetzte Schicht aus, die einen um so höheren Raum einnimmt, je größer die Belastung und je größer das spez. Gewicht des Dampfes ist. Sie kann so weit ansteigen, daß sie den ganzen Raum zwischen zwei Böden ausfüllt, so daß dann sehr viel Flüssigkeit vom Dampf von Boden zu Boden nach oben gerissen wird. Einen derartigen Betriebszustand hoher Belastung zeigt Bild 144. Die Erscheinung, daß die Flüssigkeit auf den unteren Böden der auf dem genannten Bild gezeigten Säule weniger hoch geworfen wird, ist darin

begründet, daß das spez. Gewicht des Dampfes kleiner ist als im oberen Teil der Rektifiziersäule.

Um auf rechnerischem Wege zahlenmäßigen einen Anhaltspunkt für die Beeinflussung der Wirkung eines Austauschbodens durch im Dampf mitgerissene Flüssigkeit zu gewinnen, soll im folgenden die Erniedrigung des Verstärkungsverhältnisses in Abhängigkeit von der im Dampf mitgerissenen Flüssigkeit berechnet werden. Die Ableitungen und das Ergebnis werden besonders einfach, wenn vollständiger Rücklauf, d. h. ein Rücklaufverhältnis von  $v = \infty$  zugrunde gelegt wird.

In Bild 145 stellt  $x_{Du}$  den Gehalt an Leichtersiedendem in dem



Bild 145. Bestimmung des Verstärkungsverhältnisses s für das Rücklaufverhältnis $v = \infty$ .

Gemisch dar, welches dem betrachteten Boden zuströmt und  $x_p$  den Gehalt an Leichtersiedendem in dem von demselben Boden aufsteigenden Dampf unter Ausschluß der mitgerissenen Flüssigkeit. Der Betrag b entspricht dann der Anreicherung für den Fall, daß der Dampf keine Flüssigkeit mit sich führt und daß kein vollkommener Austausch vorliegt. Wird jedoch Flüssigkeit mitgerissen, dann hat das von dem Boden aufsteigende Gemisch von Dampf und Flüssigkeit einen mittleren Gehalt  $x_D^*$  Mol-% an Leichtersiedendem, welcher um die wirkliche Anreicherung  $b^*$  über dem Gehalt  $x_{Du}$  liegt. Es ist zu bemerken, daß die Verstärkungsgerade auch dann, wenn ein Dampf-Flüssigkeitsgemisch von Boden zu Boden aufsteigt, dieselbe Bedeutung hat wie in dem Falle, bei dem reiner trockener Dampf von einem Boden zu dem darüberliegenden strömt. An die Stelle der Konzentration von trockenem, reinem Dampf tritt bei Mitreißen von Flüssigkeit die mittlere Konzentration des aufsteigenden Dampf-Flüssigkeitsgemisches. Zu der Konzentration  $x_{Du}$  des dem betrachteten Boden zuströmenden Dampfes ergibt sich gemäß Bild 145 ein Gehalt  $x_F$  in der Flüssigkeit, welche denselben Boden verläßt. Für die vorliegenden Betrachtungen sei wieder Flüssigkeitsdurchmischung vorausgesetzt, so daß die Flüssigkeitskonzentration  $x_{F}$  als auf dem ganzen Boden herrschend angesehen werden kann. Die im aufsteigenden Dampf mitgerissenen Flüssigkeitsteilchen besitzen dann ebenfalls einen

## 184 Bestimmung der Abmessungen der Rektifiziersäule mit Austauschböden.

Gehalt von  $x_F$  Mol-%. Der Anteil an Flüssigkeit in dem vom Boden aufsteigenden Flüssigkeits-Dampfgemisch sei mit f Mol-% bezeichnet. Die mittlere Konzentration des Dampf-Flüssigkeitsgemisches ist dann durch die folgende Gleichung bestimmt:

$$x_D^* = \left(\frac{100 - f}{100}\right) x_D + \frac{f}{100} x_F.$$
 (164)

Für  $v = \infty$  wird  $x_{Du} = x_F$ , so daß gilt:  $b^* = x_D^* - x_F$ 

und

$$x_D^* - x_F = \left(\frac{100 - f}{100}\right) x_D + \frac{f}{100} x_F - x_F = \left(1 - \frac{f}{100}\right) (x_D - x_F) . \quad (166)$$

Daraus folgt:

$$b^* = \left(1 - \frac{f}{100}\right)b$$
 (167)

(165)

Für den Fall, daß Flüssigkeit im Dampf mitgerissen wird, ist das Verstärkungsverhältnis durch  $s^* = \frac{b^*}{a_F}$  gegeben, während das Verstärkungsverhältnis für den Fall trockenen Dampfes (ohne Mitreißen von Flüssigkeit) durch  $s = \frac{b}{a_F}$  festgelegt ist. Die Verschlechterung des Verstärkungsverhältnisses durch im Dampf mitgerissene Flüssigkeit in Prozent ist bestimmt durch:

$$e = \frac{s - s^*}{s} 100 = \frac{b - b^*}{b} 100 .$$
 (168)

Wird in Gleichung 168 der Wert für  $b^*$  aus Gleichung 167 eingesetzt, so ergibt sich

$$e = f. \tag{169}$$

Diese Beziehung besagt, daß die Verschlechterung des Verstärkungsverhältnisses (und damit des Wirkungsgrades) bei vollständigem Rücklauf (Rücklaufverhältnis  $v = \infty$ ) gleich ist dem Anteil an Flüssigkeit in dem aufsteigenden Dampf-Flüssigkeitsgemisch. Enthält z. B. das einem Boden entströmende Dampf-Flüssigkeitsgemisch 20 Mol-% Flüssigkeit, so liegt das Verstärkungsverhältnis um 20% tiefer als in dem Falle, bei welchem der Dampf keine Flüssigkeit mit sich führt.

Gleichung 169 gilt für alle Gemische und alle Konzentrationen, solange das Rücklaufverhältnis den Wert  $v = \infty$  hat. Bei kleineren Rücklaufverhältnissen ist die Beeinträchtigung der Wirkung der Austauschböden größer als bei  $v = \infty$ . Durch das Mitreißen von Flüssigkeit wird nämlich die Rücklaufmenge vergrößert, so daß bei einem endlichen Rücklaufverhältnis durch das Mitreißen von Flüssigkeit im Dampf die Verstärkungsgerade im  $x_F, x_D$ -Bild tiefer gelegt wird. Die Berechnung der Verschlechterung des Verstärkungsverhältnisses kann für endliche Werte von v mit denselben Grundgleichungen durchgeführt werden, wie sie bei den obigen Ableitungen benutzt sind. Für das Gemisch Äthylalkohol-Wasser und für ein Verstärkungsverhältnis von v = 3 ergibt sich beispielsweise, daß bei einer Flüssigkeitskonzentration von 30 Mol-% und für einen Flüssigkeitsgehalt im Dampf-Flüssigkeitsgemisch von 20 Mol-% die Verschlechterung durch Mitreißen von Flüssigkeit im Flüssigkeitsverteilung und Bewegungszustände der Phasen auf Glockenböden. 185

Dampf 40% beträgt. Bei höheren Alkoholkonzentrationen in der Flüssigkeit nimmt die Verschlechterung des Verstärkungsverhältnisses noch zu.

Die vorstehenden Ergebnisse beweisen, daß durch das Mitreißen von Flüssigkeit im Dampf die Wirkung von Austauschböden am stärksten beeinträchtigt wird. Es sind schon zahlreiche Versuche zur Feststellung der Menge der mitgerissenen Flüssigkeit durchgeführt worden <sup>1, 2, 3, 4, 5</sup>. In Bild 146 sind Versuchsergebnisse über das Mitreißen von Flüssigkeit wiedergegeben <sup>6</sup>, welche in einer Austauschsäule mit Glockenböden



Bild 146. Im Dampf mitgerissene Flüssigkeit in Abhängigkeit von der Dampfgeschwindigkeit  $w_D$  für verschiedene Bodenabstände H.

Gemisch: Äthylalkohol-Wasser; Bodenablaufkonzentration  $x_F = 35$  Mol-%; ----- Destillation von reinem Wasser.

gewonnen wurden. Sie wies einen Durchmesser von 458 mm auf und die Böden enthielten 10 Schlitzglocken mit einem Durchmesser von je 76 mm bei einer Eintauchtiefe (Abstand des obersten Punktes der Dampfschlitze vom Rand des Flüssigkeitsablaufbechers) von 25 mm. Das Rücklaufverhältnis betrug  $v = \infty$ . In dem genannten Bild sind für verschiedene Bodenabstände und für zwei Phasenpaare geltende Linien wiedergegeben. Die auf der Abszisse aufgetragene Dampfgeschwindigkeit

<sup>1</sup> SOUDERS jr., M. u. G. GR. BROWN: Design of fractionating columns. Industr. Engng. Chem. Bd. 26 (1934) S. 98.

<sup>2</sup> HOLBROOK, G. E. u. É. M. BAKER: Entrainment in a bubble-cap destillation column. Industr. Engng. Chem. Bd. 26 (1934) S. 1063.

<sup>3</sup> ASHRAF, F. A., T. L. CUBBAGE u. R. L. HUNTINGTON: Entrainment in oilabsorbers. Industr. Engng. Chem. Bd. 26 (1934) S. 1068.

<sup>4</sup> STRANG, L. C.: Das Mitreißen von Flüssigkeitsteilchen in einer Glockenboden-Rektifiziersäule. Trans. Inst. chem. Engrs. Bd. 12 (1934) S. 169.

<sup>5</sup> SHERWOOD, T. K. u. F. I. JENNY: Entrainment in plate columns. Industr. Ingng. Chem. Bd. 27 (1935) S. 265.

<sup>6</sup>CLAUDE, C. PEAVY ú. E. M. BAKER: Efficiency and capacity of a bubbleplate fractionating column. Industr. Engng. Chem. Bd. 29 (Sept. 1937) S. 1056. ist auf den freien Säulenquerschnitt bezogen. Es ist ersichtlich, daß bei kleineren Bodenabständen große Mengen an Flüssigkeit vom Dampf mitgerissen werden. Alle bekanntgewordenen Versuchsergebnisse zeigen



einheitlich den ausschlaggebenden Einfluß der Dampfgeschwindigkeit



Bild 147. Schematische Darstellung der untersuchten Austauschböden mit Prallblechen (maßstäblich).

Bild 148. Schematische Darstellung der untersuchten Austauschböden mit Füllkörperschichten (maßstäblich).

 $w_D$  und der Dampfdichte  $\gamma_D$  auf die Menge an mitgerissener Flüssigkeit, wenn auch zahlenmäßig zwischen den einzelnen Messungen Unterschiede



Bild 149. Das Verstärkungsverhältnis s von Austauschböden ohne und mit Einbauten in Abhängigkeit von der Dampfgeschwindigkeit  $w_D$ . Gemisch: Äthylalkohol-Wasser; Rücklaufverhältnis  $v = \infty$ ; Bodenablaufkonzentration  $x_F = 50$  Mol-%; Bodenabstand H = 200 mm; Sattelfüllkörper 25 mm, 60 mm Schichthöhe; Atmosphärendruck.

bestehen. Es ist deshalb schon vorgeschlagen worden, die Menge an im Dampf mitgerissener Flüssigkeit nicht in Abhängigkeit von der Dampfgeschwindigkeit, sondern von dem Wert  $w_D \sqrt{\gamma_D}$ anzugeben, ohne dadurch eine bessere Übereinstimmung der verschiedenen Versuchsergebnisse herbeiführen zu können.

Der Gedanke liegt nahe, die Wirkung von Austauschböden dadurch zu verbessern, daß die im Dampf mitgerissene Flüssigkeit zwischen den Böden ausgeschieden wird. Dies kann beispielsweise durch den Einbau von Prallblechen angestrebt werden, wie es Bild 147 zeigt. Die Prall-

bleche sind in zwei Höhenlagen und gegeneinander versetzt angeordnet. Eine andere Versuchseinrichtung zeigt Bild 148, bei welcher zwischen den Böden Füllkörperschichten eingebaut sind, die in einem bestimmten Abstand vom Boden auf einem Rost lagern. Diese bezwecken dann

nicht nur die Ausscheidung der Flüssigkeit aus dem Dampf, sondern auch die Herbeiführung einer zusätzlichen Austauschfläche zwischen den Phasen, indem auf der Oberfläche der Füllkörper die emporgeschleuderten Flüssigkeitsteilchen ausgebreitet werden. Die in die Füllkörperschicht getragene Flüssigkeit kann stetig auf den Boden zurücktropfen. Bei den mit den genannten beiden, in Bild 147 und 148 gezeigten Vorrichtungen durchgeführten Versuchen konnte beobachtet werden, daß die Flüssigkeitsausscheidung bei Verwendung der Füllkörper am vollkommensten war. Durch optische Hilfsmittel konnte festgestellt werden, daß auch bei Dampfgeschwindigkeiten von 0,1 m/s und darunter ohne Einbauten zwischen den Böden stets Flüssigkeit in Form von feinen Nebeltröpfchen im Dampf fortgetragen wurde. Auch bei Verwendung der Prallbleche waren diese vorhanden. Lediglich die Füllkörper ergaben einen vollkommen reinen, nebelfreien Dampf. Die mit den erwähnten Flüssigkeitsabscheidevorrichtungen erhaltenen Versuchsergebnisse sind in Bild 149 wiedergegeben, in welchem als Abszisse die auf den freien Säulenquerschnitt bezogene Dampfgeschwindigkeit und als Ordinate das ermittelte Verstärkungsverhältnis aufgetragen ist. Zum Vergleich sind in das Bild Versuchsergebnisse aufgenommen, die bei Betrieb ohne Verwendung von Abscheidevorrichtungen gewonnen wurden. Es ist ersichtlich, daß der Einbau der Prallbleche bei großen Geschwindigkeiten wohl eine Erhöhung des Verstärkungsverhältnisses gegenüber dem Falle ohne Einbauten zur Folge hat. Das Verstärkungsverhältnis nimmt aber auch von einer bestimmten Belastung an ähnlich wie bei Betrieb ohne Einbauten ab. Erst die Verwendung von Füllkörperschichten brachte eine nahezu gleichbleibende Wirkung bis zu einer Dampfgeschwindigkeit, die bei 1,4 m/s liegt. Diese Belastungsgrenze war durch die Schluckfähigkeit des Ablaufbechers und des Rücklaufrohres gegeben. Die obere Belastungsgrenze kann aber auch durch die Füllkörpergröße festgelegt sein, indem bei einer bestimmten Dampfgeschwindigkeit auch durch die Füllkörperschicht Flüssigkeit mit nach oben gerissen wird. Bei den Versuchen, auf die sich Bild 149 bezieht, wurden Raschig-Ringe und Sattelfüllkörper aus Porzellan mit einer Abmessung von 25 mm verwendet.

## d) Einfluß der Eintauchtiefe auf die Rektifizierwirkung von Glockenböden.

Es ist zu vermuten, daß die *Eintauchtiefe e*, welche gemäß Bild 141 den senkrechten Abstand des obersten Punktes der Zackung der Glocken bzw. des Randes der Glocke vom Rand des Ablaufbechers darstellt, einen erheblichen Einfluß auf die Wirkung des Bodens hat. Mit zunehmender Eintauchtiefe wird nämlich bei sonst gleichbleibenden Verhältnissen sowohl die *Berührungsfläche* zwischen Dampf und Flüssigkeit als auch die *Berührungszeit* größer. Beide wirken sich im Sinne einer Erhöhung des Verstärkungsverhältnisses aus. Versuchsergebnisse, welche den Einfluß der Eintauchtiefe auf die Wirkung des Glockenbodens dartun, zeigt Bild 150. Sie wurden mit dem Gemisch Äthylalkohol-Wasser und mit dem auf dem genannten Bild dargestellten Austauschboden durchgeführt<sup>1</sup>.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> KIRSCHBAUM, EMIL: Untersuchungen über die Wirkung von Austauschböden. VDI-Beih. Verfahrenstechnik 1936, Nr. 3.

Es ist ersichtlich, daß bei kleinen Eintauchtiefen das Verstärkungsverhältnis mit wachsendem e zunächst stark zunimmt, aber allmählich weniger wächst, um von einer Eintauchtiefe von etwa 30 mm an gleich zu bleiben. Dieser Verlauf ergab sich sowohl bei kleinen als auch bei großen Dampfgeschwindigkeiten und er ist auch für andere Bodenablaufkonzentrationen als für die, für welche Bild 150 gilt, erhalten worden. Eine Vergrößerung der Eintauchtiefe über 30 mm würde die Wirkung der Böden



Bild 150. Wirkung eines gezackten Glockenbodens in Abhängigkeit von der Eintauchtiefe (Äthylalkohol-Wasser, Atmosphärendruck). Bodenablaufkonzentration  $x_F = 55$  Mol-% Alkohol; Rücklaufverhältnis v=1; a Verstärkungsverhältnis s für  $w_D = 0,1$  m/s; b Verstärkungsverhältnis s für  $w_D = 0,5$  m/s.

praktisch nicht mehr erhöhen und lediglich eine nachteilige Erhöhung des Druckverlustes im Dampf zur Folge haben. Bei großen Säulendurchmessern sind kleine Eintauchtiefen nicht nur im Hinblick auf die schlechtere Wirkung zu vermeiden. sondern auch wegen einer möglichen Schrägstellung, die dazu führen kann, daß dann vor allem bei kleineren Belastungen der Dampf nicht gleichmäßig unter allen Glocken hervorströmt. Aus den Versuchsergebnissen des Bildes 150 ist zu folgern, daß der Zahlenwert für das Austauschverhältnis nicht auf Null sinkt, wenn e = 0 gewählt wird. Diese Tatsache ist darin begründet, daß auch in diesem Falle der Dampf noch durch die Flüssigkeit strömt. Zur Herbeiführung eines möglichst kleinen Druckverlustes im Dampf wird e=0 häufig bei Rektifizierapparaten gewählt, die unter Unterdruck arbeiten. Weil in diesem Falle gegenüber größeren Werten von

e das Verstärkungsverhältnis niedriger ist, muß die Bodenzahl größer gewählt werden, so daß die durch die kleine Eintauchtiefe erstrebte Erniedrigung des Druckverlustes teilweise durch die größere Bodenzahl aufgehoben wird.

Für Siebböden ergaben die Versuche den gleichen Einfluß der Eintauchtiefe auf ihre Wirkung, wie er in Bild 150 bei Glockenböden gezeigt ist. Bei den Siebböden ist unter Eintauchtiefe der senkrechte Abstand zwischen dem ebenen Boden und dem Rand des Ablaufbechers zu verstehen. Das Verstärkungsverhältnis erreicht unter denselben Bedingungen, für die Bild 150 gilt, bei Siebböden den Bestwert bereits bei einer Eintauchtiefe von 25 mm.

# e) Einfluß der Glockengröße und -zahl auf das Verstärkungsverhältnis.

Aus der Tatsache, daß die Rektifizierwirkung auf einem Austauschboden von der *Berührungsfläche zwischen den beiden Phasen* abhängt, ist zu folgern, daß die Anzahl der Glocken, welche auf einem Boden untergebracht sind, das Verstärkungsverhältnis beeinflußt. Es zeigt sich, daß mit zunehmender Glockenzahl und damit mit abnehmender Abmessung der Glocken der von der Flüssigkeit bespülte Gesamtumfang der Glocken zunimmt. Im Sinne der Erreichung eines hohen Verstärkungsverhältnisses scheint es deshalb zweckmäßig zu sein, möglichst



Bild 151. Untersuchter Rektifizierboden mit 4 Glocken und Stauleiste<sup>1</sup>.

viele Glocken zu wählen. Diese Maßnahme führt allerdings zu einer Verkleinerung der Dampfdurchströmquerschnitte auf dem Boden, welche in manchen praktischen Fällen im Hinblick auf die Ablagerung von Schmutz und das Ansetzen von Krusten nicht zulässig ist. Bei den Verstärkungssäulen fällt im allgemeinen diese Rücksichtnahme weg. Die Verkleinerung der Abmessungen der Glocke ist jedoch durch die Herstellungskosten beschränkt. Es scheint aber unter Beachtung des Flüssigkeitsstromes auf dem Boden ungewiß, ob mit zunehmender Glockenzahl die Wirkung stets zunimmt.

Um diesen Einfluß festzustellen, wurden vom Verfasser Versuche mit Austauschböden durchgeführt, welche auf Bild 134 dargestellt sind und die je 15 Glocken besitzen, ferner mit Austauschböden gemäß Bild 151,

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> DRP. a. Carl Canzler, Düren, Rhld.

die je 4 Glocken aufweisen, sowie mit Böden nach Bild 152, von denen jeder eine einzige, langgestreckte und quer zum Flüssigkeitsstrom angeordnete



Bild 152. Untersuchter Rektifizierboden mit 1 Glocke und Stauleisten.



Bild 153. Das Verstärkungsverhältnis in Abhängigkeit von der Belastung für verschiedene Ausführungen von Glockenböden, Abstand der Böden H = 200 mm, Bodenablaufkonzentration  $x_F = 50$  Mol-% Alkohol im Äthylalkohol-Wassergemisch.

Linie a: Boden mit 15 Glocken (s. Bild 134); Linie b: Boden mit 4 Glocken (s. Bild 151); Linie c: Boden mit 1 Glocke (s. Bild 152); Linie d: Boden mit 1 Glocke (s. Bild 152).

Glocke aufweist. Die unter gleichen Versuchsbedingungen erhaltenen Ergebnisse sind in Bild 153 wiedergegeben, in welchem als Abszisse die auf den freien Säulenquerschnitt bezogene Dampfgeschwindigkeit und als Ordinate das Verstärkungsverhältnis aufgetragen ist. Überraschend ist, daß sich der Austauschboden mit 4 Glocken (Linie b) bei Dampfgeschwindigkeiten über 0,5 m/s günstiger verhält als der Boden mit 15 Glocken (Linie a). Auch die Wirkung des Bodens mit nur einer Glocke (Linie c), bei dem der Dampfhals die Form  $h_1$  in Bild 152 aufweist, weicht im Durchschnitt von derjenigen des Bodens mit 15 Glocken nicht sehr erheblich ab. Sie ist sogar bei einer mittleren Geschwindigkeit von 0,5 m/s gleich. Es muß in diesem Zusammenhang jedoch auf eine bauliche Einzelheit hingewiesen werden, nämlich auf die aus Bild 151

und 152 ersichtliche Stauleiste $S^1$ , welche verhindert, daß die Flüssigkeit am Boden entlang strömt, ohne am Austausch teilzunehmen. Ohne die Stauleiste S nimmt ein Großteil der Flüssigkeit deshalb ihren Weg unmittelbar am Boden entlang, weil sie dort den kleinsten Widerstand findet. Bei einer Dampfgeschwindigkeit von 1 m/s liegt bei dem Boden mit 4 Glocken das Verstärkungsverhältnis um 23% über demjenigen des Bodens mit 15 Glocken. Aus dieser Feststellung geht hervor, daß nicht allein die Glockenzahl für die Wirkung der Böden ausschlaggebend ist, sondern daß auch anderen Gesichtspunkten, z. B. der Flüssigkeits-





denablaufkonzentration 50 Mol-% Alkohol; Atmosphärendruck.

führung und -verteilung auf dem Boden, besonderes Augenmerk beim Entwurf zu schenken ist. Die in Bild 153 dargestellte Versuchslinie dbezieht sich auf den in Bild 152 gezeigten Glockenboden, bei dem der Dampfhals nach Darstellung  $h_2$  geformt ist. Der obere Rand des Dampfhalses liegt danach auf gleicher Höhe mit dem untersten Punkt der Zackung, während nach der Ausführung  $h_1$  der Rand des Dampfhalses um 5 mm höher als der oberste Punkt der Zackung liegt. Das Verstärkungsverhältnis gemäß Versuchskurve d in Bild 153 ist deshalb niedriger als bei den übrigen Versuchskurven, weil infolge des niederen Dampfhalses und wegen der pendelnden Bewegung der Flüssigkeit auf dem Austauschboden ein Teil von letzerer über den Rand des Dampfhalses vom Boden abströmen kann, wie es Bild 154 zeigt. Die Ursache dafür, daß die Wirkung des Bodens mit nur einer Glocke mit hohem Dampfhals gemäß Linie c annähernd gleich der Wirkung des Bodens mit 15 Glocken (Linie a) ist, liegt vor allem in der Anordnung der Stauleiste S auf dem Boden mit einer Glocke nach Bild 152. Die langgestreckte und quer zum Flüssigkeitsstrom angeordnete Glocke läßt vermuten, daß in diesem Falle die Stauleiste keine sehr große Verbesserung der Wirkung gegenüber dem Boden ohne Stauleiste erbringt. Vergleichsversuche, welche mit Austauschböden nach Bild 152 einmal mit und dann ohne

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 189.

#### 192 Bestimmung der Abmessungen der Rektifiziersäule mit Austauschböden.

Stauleiste bei sonst gleichen Bedingungen, die auch für Bild 153 gelten, durchgeführt wurden, zeigen jedoch eindeutig, daß selbst in diesem Falle das Verstärkungsverhältnis bei Dampfgeschwindigkeiten zwischen 0,6 und 1 m/s durch die Stauleiste um 17% erhöht wird. Bei Säulen mit großem Durchmesser kommt noch auf Grund von Beobachtungen hinzu, daß die Flüssigkeit bei Anordnung von Stauleisten wesentlich gleichmäßiger verteilt über den Boden strömt als ohne Stauleisten.

# f) Wahl des Abstandes der Glocken voneinander und vom ebenen Boden.

Für die Wahl der zweckmäßigen Anordnung der Glocken auf dem Boden ist die Kenntnis der Strömung der Phasen und der Flüssigkeits-



Bild 155. Waagerechte Durchströmtiefe l, Durchströmhöhe t und waagerechte Dampfgeschwindigkeit  $w_{Dt}$  in Abhängigkeit von der Belastung (Dampfgeschwindigkeit  $w_D$ ).

Gemisch: Äthylalkohol-Wasser; Bodenablaufkonzentration  $x_F = 50$  Mol-%; Rücklaufverhältnis  $v = \infty$ .

verteilung auf einem Boden Voraussetzung. Diese wurden durch Versuche des Verfassers <sup>1</sup> an einer Säule mit Glasmänteln und mit den in Bild 134 dargestellten Rektifizierböden ermittelt. Bild 155 zeigt schematisch und maßstäblich eine der Glocken, mit denen die Böden ausgestattet waren, und es gibt die Versuchsergebnisse über den Strömungszustand wieder, indem über der Dampfgeschwindigkeit  $w_D$  die waagerechte Durchströmtiefe l und die Durchströmhöhe t aufgetragen sind. Zu diesen Versuchsergebnissen ist anzugeben, daß die Zacken der Glocken eine Höhe von 15 mm aufwiesen und daß ihre untere Spitze 7 mm über dem ebenen Boden lag. Der in Bild 155 in der schematischen Darstellung

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 167.

Wahl des Abstandes der Glocken voneinander und vom ebenen Boden. 193

gezeigte Strömungszustand stellt sich allgemein nach Überschreitung einer bestimmten Geschwindigkeit ein, bei der der Dampf in Form von Schläuchen unter den Glocken hervor in die Flüssigkeit tritt, die sich von einer bestimmten Höhenlage ab bei dem verwendeten Gemisch (Äthylalkohol-Wasser) in Schaum verwandelt. Für die Festlegung des Abstandes der Glocken voneinander ist die in dem schematischen Bild angegebene und mit waagerechter Durchströmtiefe bezeichnete Länge lausschlaggebend. Sie ändert sich mit der Belastung in der Weise, wie es Bild 155 durch die Linie l zeigt. Danach sind bei den Verhältnissen, die dem Bild 155 zugrunde liegen, Glockenabstände von 50 bis 60 mm



Bild 156. Strömungszustand um eine Austauschglocke, bei der Luft durch Wasser strömt. Luftgeschwindigkeit im Zuführungskamin 3 m/s.

zulässig und sie sind vor allem bei großen Belastungen anzuwenden,



Bild 157. Strömungszustand um eine Austauschglocke, bei der Luft durch Wasser strömt. Luftgeschwindigkeit im Zuführungskamin 8 m/s.

wobei sich die vom Dampf durchströmten Ringflächen um jede Glocke gegenseitig gerade berühren. Für kleine Dampfgeschwindigkeiten sind Glockenabstände vorteilhaft, die kleiner als 50 bis 60 mm sind.

Für die Festlegung des Abstandes der Glocken vom Boden ist die in Bild 155 angegebene Durchströmhöhe t von Bedeutung. Sie wächst mit zunehmender Dampfgeschwindigkeit. Bei einer Geschwindigkeit von  $w_D = 0.7$  m/s reicht die untere Begrenzung der Durchströmfläche des Dampfes gerade bis zu den unteren Spitzen der Glockenzacken. Bei größeren Belastungen sind die Zacken vollkommen von Dampf umspült. Die Durchströmtiefe t ist vor allem vom spez. Gewicht des Dampfes und damit von den physikalischen Größen des Gemisches abhängig. Mit größerem spez. Gewicht wird im allgemeinen die Durchdringtiefe größer und umgekehrt. Die Ergebnisse des Bildes 155 gelten für Atmosphärendruck. Bei einem absoluten Druck in der Säule von 50 mm Q.-S. wird die Fläche zwischen den Zacken der Glocke erst dann gerade vom Dampfstrom ausgefüllt, wenn die Dampfgeschwindigkeit bei sonst gleichen Bedingungen, für die Bild 155 gilt,  $w_D = 2,6$  m/s beträgt.

Aus der Durchströmtiefe und der Belastung kann eine Dampfgeschwindigkeit  $w_{Dt}$  ermittelt werden, die sich in waagerechter Richtung

Kirschbaum, Destillier- und Rektifiziertechnik.

zwischen den Zacken der Glocken bzw. bei hohen Belastungen in dem Querschnitt zwischen den Zacken und der senkrecht darunter liegenden Zylinderdurchströmfläche einstellt. Die Abhängigkeit dieser Geschwindigkeit  $w_{Dt}$  von der Belastung ist in Bild 155 ebenfalls wiedergegeben. Bei kleinen Belastungen nimmt sie am stärksten mit der Belastungssteigerung zu. Allgemein werden die Größen l und t auch von der Gestalt des Dampfhalses und der Glockenform beeinflußt.

Die Bilder 156 und 157 zeigen die Begrenzung der unter den Glocken sich einstellenden Dampfschläuche und den Bewegungszustand auf Glockenböden selbst. Die Bilder wurden an Schnittmodellen durch Versuche<sup>1</sup> erhalten, bei denen Luft durch Wasser strömte. Das erstgenannte



Bild 158. Das Verstärkungsverhältnis eines Austauschbodens bei Schrägstellung mit der Neigung 1:100.

Gemisch: Äthylalkohol-Wasser; Rücklaufverhältnis  $v = \infty$ ; Bodenablaufkonzentration  $x_F = 50$  Mol-%; Bodenabstand H = 415 mm; Säulendurchmesser 400 mm. Bild zeigt den Strömungszustand für eine Luftgeschwindigkeit von 3 m/s im Luftzuführungskamin und das zweitgenannte Bild für eine Geschwindigkeit von 8 m/s. Bei letzterem liegt die Begrenzung

der Gasdurchströmfläche unter der Glocke tiefer und die waagerechte Durchströmtiefe ist entsprechend größer. In beiden Fällen bildet sich neben und oberhalb der Glocke Schaum aus und es werden Flüssigkeitstropfen und -lamellen über die Schaumschicht emporgeschleudert. Bei nicht schäumenden Gemischen ist die Schaumschicht durch eine von Flüssigkeitstropfen durchsetzte Sprudelschicht ersetzt. Aus den Bil-

dern 156 und 157 geht hervor, daß es zwecklos ist, den Dampfhals wesentlich über die Höhenlage des Glockenrandes zu führen. Es ergibt sich hierdurch nur eine unnötige Steigerung des Druckverlustes im Dampf.

# g) Schrägstellung von Austauschböden.

Für die Beurteilung der Wirkung von Rektifiziersäulen im Betrieb ist die Kenntnis des Einflusses einer etwaigen *Schrägstellung* auf die Wirkung der Austauschböden von Bedeutung. Er wurde durch Versuche des Verfassers<sup>2</sup> an einer Säule mit den in Bild 134 dargestellten Böden geklärt. Dabei wurde eine Neigung 1:100 gewählt und die Säule auf Schrägstellung in der Richtung der Flüssigkeitsströmung auf den Böden und senkrecht zur Strömungsrichtung der Flüssigkeit untersucht. In Bild 158 ist das Verstärkungsverhältnis abhängig von der Dampf-

<sup>&</sup>lt;sup>1, 2</sup> Siehe Fußnote 1, S. 169.

#### Schrägstellung von Austauschböden.

geschwindigkeit für die genannten beiden Arten der Schrägstellung und für waagerechte Böden für einen Bodenabstand von 415 mm wiedergegeben. Die Streuung der Versuchspunkte ist darin begründet, daß bei Schrägstellung die Böden tatsächlich bei sonst gleichen Bedingungen vor allem bei großen Belastungen verschiedene Wirkungsgrade erzielen, da die Strömung der Flüssigkeit über dem Boden nicht dieselbe bleibt. Nur bei niedrigen Dampfgeschwindigkeiten strömt der Dampf stets auf der einen Seite des Bodens durch die Flüssigkeit. Diesen Zustand zeigt Bild 159, das für eine Dampfgeschwindigkeit von 0,15 m/s und für eine Flüssigkeitskonzentration von 50 Mol-% Äthylalkohol gilt. Bemerkenswert ist, daß nach Bild 158 der Wirkungsgrad durch die



Bild 159. Strömungszustand auf einem schräggestellten Rektifizierboden bei einer Dampfgeschwindigkeit von 0,15 m/s und einer Bodenablaufkonzentration  $x_F = 50$  Mol-% Alkohol. Neigung senkrecht zur Strömungsrichtung: 1:100.

Schrägstellung nur wenig beeinträchtigt wird. Dazu ist aber zu erwähnen, daß diese Versuchsergebnisse für einen Säulendurchmesser von 400 mm gelten und daß sich bei größeren Durchmessern die Verhältnisse verschieben können. Anderseits können aber die Ergebnisse auch damit begründet werden, daß dann, wenn bei kleinen Geschwindigkeiten der Dampf nur stellenweise durch die Flüssigkeit strömt, die für die Wirkung nachteilige Flüssigkeitsdurchmischung mehr vermieden wird und daß die bei waagerechten Böden zu beobachtende schwingende Bewegung der Flüssigkeit nicht mehr vorhanden ist. Es ist ferner zu beachten, daß bei kleineren Belastungen an den Stellen, welche bei Schrägstellung der Säule vom Dampf durchströmt werden, sich eine Schaumschicht ausbildet, die bei waagerechter Lage der Böden nicht vorhanden ist. Bei größeren Dampfgeschwindigkeiten wird der Einfluß der Schrägstellung geringer.

# II. Siebböden.

Auf Siebböden stellt sich eine Flüssigkeits- und Dampfverteilung ein, die derjenigen auf Glockenböden ähnlich ist und welche Bild 160 für schäumende Gemische zeigt<sup>1</sup>. Der Dampf strömt in Form von Schläuchen aus den Bohrungen in die klare Flüssigkeitsschicht. Nach oben hin erweitern sich die Schläuche so weit, daß sie sich gegenseitig berühren. Von dieser Stelle ab ist die Flüssigkeit des bei den Versuchen verwendeten Gemisches in Schaum aufgelöst. Bild 160 läßt deutlich die Trennungs-

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 187.

*fläche* zwischen der klaren Flüssigkeitsschicht und der darüberliegenden Schaumschicht erkennen. Erstere weist bei den Verhältnissen des Bildes 160 eine Dicke von etwa 7 mm auf. Sie nimmt mit zunehmender Dampfgeschwindigkeit ab, wobei die Blasen kleiner werden.

Weil sich beim Siebboden über der ganzen ebenen Platte eine zusammenhängende Schaumschicht oder Sprudelschicht ausbildet und dadurch eine größere Berührungsfläche zwischen den beiden Phasen entsteht als beim Glockenboden, bei welchem die Austauschschicht durch den von den Glocken verdrängten Raum verkleinert ist, ist bei ersterem bei sonst gleichen Bedingungen das Verstärkungsverhältnis und damit die



Bild 160. Bewegungszustand auf einem Siebboden mit einem Durchmesser von 400 mm bei einer Flüssigkeitskonzentration von 50 Mol-% Alkohol im Äthylalkohol-Wasser gemisch. Lochdurchmesser 2 mm, Lochabstand 7 mm. Dampfgeschwindigkeit  $w_D = 0.3$  m/s. Wirkung innerhalb eines bestimmten Belastungsbereiches besser als beim Glockenboden.

Bild 161 zeigt Versuchsergebnisse<sup>1</sup> des Verfassers, welche die Abhängigkeit des Verstärkungsverhältnisses s eines Siebbodens von der auf den freien Säulenquerschnitt bezogenen Dampfgeschwindigkeit  $w_D$  [m/s] für verschiedene Bodenabstände H wiedergeben. Im gleichen Bild ist maßstäblich einer der bei den Versuchen verwendeten sieben Austauschböden dargestellt, welche zur Beobachtung der Bewegungsvorgänge im Innern der Säule durch Glasschüsse gegeneinander abgestützt waren. Die Durchdringtiefe (Abstand des Randes des Ablaufbechers vom ebenen Boden) betrug 25 mm. Bei einer Dampfgeschwindigkeit von 0,1 m/s ergibt sich bei dem Säulendurchmesser von 110 mm bei allen

Sie nimmt mit sinkender Be-Bodenabständen die beste Wirkung. lastung unter den günstigsten Wert deshalb sehr rasch ab, weil die Flüssigkeit durch die Bodenlöcher hindurchtropft. Steigt die Dampfgeschwindigkeit über 0,1 m/s, so wächst die Schaumschichthöhe. Obwohl sie stets am Rande des Ablaufbechers vollständig gebrochen wird, erreicht sie eine solche Höhe, daß bei dem kleinsten untersuchten Bodenabstand von H = 50 mm der ganze Raum zwischen zwei Böden mit Schaum ausgefüllt und Flüssigkeit von Boden zu Boden durch die Sieblöcher hindurch mit nach oben gerissen wird. Aus diesem Grunde sinkt das Verstärkungsverhältnis bei dem genannten geringsten Bodenabstand bei einer Dampfgeschwindigkeit von 0,2 m/s praktisch auf den Wert Null. Bei den größeren Bodenabständen von 100 und 200 mm nimmt das Verstärkungsverhältnis nach Überschreiten der günstigsten Belastung stetig mit steigender Dampfgeschwindigkeit ab. Diese Abnahme ist in derjenigen der Berührungszeit des Dampfes mit der Flüssigkeit begründet. Das Mitreißen von Flüssigkeit spielt hierbei eine untergeordnete Rolle, weil

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 187.

wird. Infolge des Platzens

der Blasen stellt sich unmittelbar über dem Sprüh-Schaum eine schicht ein, aus der nur sehr wenig Flüssigkeit vom Dampf fortgetragen wird. Bereits bei einer

Dampfgeschwindigkeit von 0.7 m/s entleeren sich bei einem Bodenabstand H = 100 mmdie von Böden und der Wirkungsgrad sinkt sehr stark. Bei dieser Geschwindigkeit ist beim Siebboden der Druckverlust im Dampf so weit angestiegen, daß der Überdruck im Raum unterhalb eines Bodens gegenüber dem Raum oberhalb desselben Bodens die Flüssigkeit durch die Rücklaufrohre nach oben von Boden zu Boden drückt, die schließlich vom obersten Boden in den Kondensator übertritt

und diesen überschwemmt. Beim Bodenabstand von H = 200 mm und bei den Zuständen, für die Bild 161 gilt, tritt dieser Zustand erst bei einer

Dampfgeschwindigkeit von etwa  $0.8 \,\mathrm{m/s}$  ein. Die Belastung, bei der die Wirkung des Bodens infolge Mitreißens von Flüssigkeit wie beim Glockenboden stark abnimmt, wird also gar nicht erreicht. Diese niederliegende obere Grenzgeschwindigkeit des Siebbodens ist ein Nachteil. Ähnliches gilt für die Unter-

die Flüssigkeit nicht wie bei Glockenböden infolge der hohen zwischen den Glocken herrschenden Dampfgeschwindigkeit emporgeschleudert



Bild 161. Verstärkungsverhältnis in Abhängigkeit von der Dampfgeschwindigkeit für verschiedene Bodenabstände (Äthylalkohol-Wasser).

Gehalt im Bodenablauf  $x_F = 50$  Mol-%; Rücklaufverhältnis v = 3; Säulendurchmesser 110 mm; Lochdurchmesser 2 mm; Abstand der Bohrungen 7 mm.



Bild 162. Flüssigkeits- und Schaumschicht auf einem unterbelasteten Siebboden mit 400 mm Durchmesser (Äthylalkohol-Wasser).

belastbarkeit bei größeren Säulendurchmessern. Bei einem Durchmesser von 400 mm stellt sich auch bei waagerechtem Boden gemäß<sup>1</sup> Bild 162 ein Durchregnen der Flüssigkeit schon bei einer Dampfgeschwindigkeit von  $w_D = 0.3 \,\mathrm{m/s}$  ein, so daß bereits von dieser Belastung an bei weiterer <sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 187.

Abnahme die Wirkung des Bodens sinkt. Auf der einen Seite des Bodens strömt nach Bild 162 Dampf durch die Löcher und bildet eine Schaumschicht. Daran schließt sich in der Mitte der Säule eine Fläche an, die weder von Dampf noch von Flüssigkeit durchströmt ist. In dem Teil des Bodens, welcher dem dampfdurchströmten Teil gegenüberliegt, fließt Flüssigkeit durch die Löcher und über diesem stellt sich eine vollkommen klare Flüssigkeitsschicht ein. Letztere wird in dem nicht durchströmten Teil des Bodens dünner, während über dieser Flüssigkeitsschicht die Schaum-



Bild 163. Verstärkungsverhältnis in Abhängigkeit von der Dampfgeschwindigkeit für eine Bodenablaufkonzentration von 50 Mol-% Alkohol und bei einem Bodenabstand von 200 mm (Gemisch Äthylalkohol-Wasser).

Rücklaufverhältnis  $v = \infty$ ; Linie *a*: Siebboden, Säulendurchmesser 400 mm; Linie *b*:

Siebboden, Säulendurchmesser 110 mm; Linie c: Glockenboden, Säulendurchmesser 400 mm.

schicht gegen den dampfdurchströmten Teil des Bodens zu wächst. In der Schaum- und in der klaren Flüssigkeitsschicht herrscht eine Umlaufbewegung, wie sie die in Bild 162 gezeichneten Pfeile und auch die Richtung der Dampfschläuche in der Flüssigkeit des dampfdurchströmten Teiles andeuten. Bei größeren Säulendurchmessern als 400 mm und besonders auf nicht ganz waagerecht liegenden oder unebenen Siebböden kann das Durchregnen der Flüssigkeit durch die Bohrungen bei größeren Dampfgeschwindigkeiten als 0,3 m/s einsetzen. Waagerechte Lage und vollkommen ebene Form ist deshalb bei Siebböden besonders wichtig. Letzteres kann bei großen Säulendurchmessern durch gegenseitige Abstützung und Verankerung der Böden erreicht werden.

Der Vergleich der Versuchskurven<sup>1</sup> a und b in Bild 163 lehrt, daß die Unterbelastbarkeit von Siebböden mit

wachsendem Durchmesser geringer wird, während die obere durch den Druckverlust im Dampf bedingte Belastungsgrenze bei sonst gleichen Bedingungen angenähert gleichbleibt. Innerhalb des Belastungsbereiches, welcher gemäß Bild 163 beim Bodenabstand H = 200 mm und bei dem Durchmesser d = 400 mm zwischen  $w_D = 0,3$  und 0,8 m/s liegt, ergibt sich aber bei dem größeren Durchmesser eine bessere Wirkung des Bodens. Dieses Ergebnis ist in der Tatsache begründet, daß durch die Einheit, z. B. durch 1 cm<sup>2</sup>, der zum Flüssigkeitsstrom senkrecht stehenden Flüssigkeitsdurchströmfläche in der Zeiteinheit um so mehr Flüssigkeit hindurchströmt,

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 187.

#### Siebböden.

je größer der Säulendurchmesser bei sonst gleichen Voraussetzungen ist. Die durch die Säule strömenden Mengen wachsen nämlich mit der zweiten Potenz des Durchmessers und der Flüssigkeitsdurchströmquerschnitt nur mit der ersten Potenz, solange die übrigen Einzelabmessungen nicht geändert werden. Dadurch wird bei größeren Säulendurchmessern die Flüssigkeitsdurchmischung auf einem Boden, die stets bis zu einem gewissen Grad vorhanden ist, mehr verhindert und die gegenseitige Bewegung der beiden Phasen wird dem für die Austauschwirkung günstigeren Kreuzstrom angenähert. Diesem günstigen Einfluß kann jedoch bei sehr großen Durchmessern ein weiterer Einfluß überlagert sein, welcher die Rektifizierwirkung beachtlich zu verschlechtern in der Lage ist. Er ist in der Erscheinung zu suchen, daß die Flüssigkeit nicht gleichmäßig den Boden überquert, sondern manche Stelle mit gesteigerter Geschwindigkeit durchströmt und an anderen zur Ruhe kommen kann. Bei großen Säulendurchmessern ist deshalb beim Entwurf diesem Gesichtspunkt besonders Rechnung zu tragen. Dies kann beispielsweise durch Anordnung von langen, parallel zueinander liegenden Flüssigkeitszu- und -ablaufwänden geschehen (s. Bild 151).

Die Größe der sich auf einem Siebboden einstellenden Berührungsfläche zwischen den beiden Phasen hängt neben den physikalischen Größen des Gemisches und der Belastung sowohl vom Durchmesser der Bohrungen als auch von ihrem Abstand ab. Fällt ihr Mittelpunkt wie üblich mit den Eckpunkten gleichseitiger Dreiecke zusammen, so ist das Verhältnis  $\varepsilon$  des Abstandes zum Durchmesser der Löcher ausschlaggebend für die Austauschwirkung. Bei sehr großen Zahlenwerten von e bildet sich eine große, klare, zusammenhängende Flüssigkeitsschicht auf dem Boden aus, die nicht am Stoffaustausch teilnimmt, und bei kleinen Werten von  $\varepsilon$  greifen die über den Bohrungen sich ausbreitenden Dampfschläuche ineinander, so daß der Dampf nicht oder zu wenig mit der Flüssigkeit in Berührung kommt. In dem zuerst genannten Falle ergibt sich vor allem ein sehr großer Druckverlust im Dampf. Messungen<sup>1</sup> an Siebböden, welche Lochdurchmesser von 1 bis 2,5 mm und verschiedene Teilungen aufwiesen, ergaben ein günstigstes Zahlenverhältnis der Teilung zum Lochdurchmesser von etwa  $\varepsilon = 3,8$ . In der Technik sind Durchmesser von 2, 2,5 und 3 mm üblich, denen Teilungen von 7, 9 und 10 mm entsprechen. Es werden aber auch kleinere Durchmesser bis herunter zu 0,8 mm und größere als die angegebenen angewendet.

Der Gedanke liegt nahe, dadurch eine große Berührungsfläche zwischen Dampf und Flüssigkeit zu erzeugen, daß der Dampfstrom dazu benutzt wird, die Flüssigkeit auf den Böden zu zerstäuben. Dies wird beispielsweise damit erreicht, daß die Flüssigkeit vom ebenen Boden abläuft, ohne über einen Staurand strömen zu müssen. Die obere Begrenzung des Ablaufrohres fällt dann mit der Bodenebene zusammen und die sogenannte Dampfdurchdringtiefe hat unter Fortfall jeglichen Flüssigkeitsstaues den Zahlenwert Null. Die Flüssigkeit hat dann das Bestreben, sich in dünner Schicht auf dem Boden auszubreiten, wobei sie von dem durch die Bohrungen senkrecht zum Flüssigkeitsweg strömen-

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> VOLLAND, G.: Untersuchungen über den Wirkungsgrad von Rektifizierböden. Diss. Techn. Hochschule Karlsruhe 1934.

den Dampf zerstäubt wird. Versuche des Verfassers an Siebböden mit 2 mm Lochdurchmesser und 7 mm Teilung zeigen jedoch, daß der Zerstäubungsgrad nicht die Vollkommenheit erreicht, daß die Rektifizierwirkung an diejenige heranreicht, die sich bei Anordnung eines Stauwehres ergibt, bei der sich eine Schaumschicht bei dem untersuchten Gemisch (Äthylalkohol-Wasser) ausbilden kann. Auch Versuche des Verfassers mit Zerstäubungssiebböden, deren Bodenflächen gewellt mit Bohrungen in den schrägen Wandteilen ausgeführt waren, so daß sich die Flüssigkeitströpfchen in zum Flüssigkeitsweg senkrecht stehenden Wurfebenen etwa rechtwinklig kreuzten, ergaben keine bessere Wirkung als der ebene Siebboden mit einem Flüssigkeitsstau vor dem Ablauf. Diese letztgenannte übliche Ausführung ergibt demnach die beste Wirkung der Siebböden.

# III. Vergleich zwischen Glocken- und Siebböden. 1. Wirkung und Verkrustung.

Der Vorteil des Siebbodens gegenüber dem Glockenboden liegt in den niedrigen Herstellungskosten und in der besseren Austauschwirkung innerhalb des Belastungsbereiches. In Bild 163 ist die Linie c aufgenommen, welche die Abhängigkeit der Wirkung des Glockenbodens gemäß Bild 134 von der Belastung wiedergibt. Sie zeigt, daß bei einer Dampfgeschwindigkeit von  $w_D = 0.5 \text{ m/s}$  der Siebboden gemäß Linie a ein besseres (um etwa 25% höheres) Verstärkungsverhältnis als der Glockenboden unter sonst gleichen Bedingungen aufweist. Die Beschränkung der Wirkung auf den Belastungsbereich ergibt jedoch einen erheblichen Nachteil des Siebbodens. Während der Glockenboden auch noch bei Dampfgeschwindigkeiten von 0,1 eine gute Wirkung aufweist, strömt bereits bei der genannten Belastung und bei einem Säulendurchmesser von 400 mm gemäß Bild 162 die Flüssigkeit durch die Bohrungen. Dieses Durchregnen der Flüssigkeit ist um so stärker, je größer der Säulendurchmesser ist und je mehr die Lage des Bodens von der Waagerechten abweicht.

Auch die oberen Belastungsgrenzen zeigen einen Unterschied, der in dem großen Druckverlust des Siebbodens begründet ist, der zur Folge hat, daß bei einer bestimmten Dampfgeschwindigkeit die Flüssigkeit nicht mehr vom Boden abläuft und der Boden betriebsunfähig wird. Diese Belastung liegt aber beim Glockenboden höher als beim Siebboden. Der Glockenboden ist im ganzen gegen Belastungsschwankungen am unempfindlichsten.

Der Hauptnachteil des Siebbodens ist seine große *Empfindlichkeit* gegen Verschmutzungen und Verkrustungen. Es ist in manchen Fällen möglich, daß sich neben den festen Stoffen, welche das zu trennende Gemisch in die Apparatur mitbringt, infolge der Temperatur- und Konzentrationsänderungen in der Trennsäule feste Stoffe in Form von kleinen Kristallen neu bilden. Diese setzen sich an der Bodenwand an und verstopfen die Löcher, die trotz der großen Geschwindigkeit, mit welcher der Dampf durch die Bohrungen strömt, stetig zuwachsen. Die Erfahrung und vom Verfasser eigens angestellte Versuche<sup>1</sup> lehren, daß die molekularen Anziehungskräfte zwischen einer Metallwand und den Kristallteilchen im Zustand des Entstehens oder zwischen den schon an der Metallwand angesetzten und neu entstehenden Kristallen wesentlich größer sind als die Strömungskräfte des Dampfes und der Flüssig-

keit. Infolge des Zuwachsens der Bohrungen wächst der Druckverlust im Dampf, bis er einen Wert erreicht, bei dem die Flüssigkeit durch die Rücklaufrohre nicht mehr abläuft. Für verschmutzende und verkrustende Flüssigkeiten ist deshalb der Siebboden nicht geeignet. Im Vergleich zum Glockenboden wird er deshalb nur selangewendet und ten dann fast nur für Ver-



Bild 164. Ringtunnelboden.

Verkrustungen auf Rektifizierböden kann man beim Entwurf dadurch begegnen, daß man genügend Raum für die Ansätze vorsieht, so daß diese dem Dampf und der Flüssigkeit den Weg nicht versperren. In Sonderfällen wird deshalb auch bei großen Säulendurchmessern nur eine Glocke gewählt, so daß in reinem oder gereinigtem Zustand des Bodens große Durchströmungs-

stärkungssäulen, wenn auch seine Verwendung für Abtriebsäulen in Sonderfällen (Rektifikation flüssiger Luft) nicht ausgeschlossen ist.



Bild 165 oben. Verkrustung nach 6 Betriebsstunden. Bild 165 unten. Aufbau des Bodens.

querschnitte zur Verfügung stehen. Werden bei Glocken- oder Tunnelböden die Dampfdurchströmquerschnitte zu klein gewählt, so können auch diese im Betrieb zukrusten. Dies beweisen z. B. Versuche<sup>1</sup> mit Ringtunnelböden<sup>2</sup>, bei denen gemäß Bild 164 und 165 die Tunnel sehr nahe am Boden angeordnet sind, so daß zwischen dem unteren Rande der Tunnel und der Bodenwandung enge Durchströmquerschnitte entstehen, in denen sich eine entsprechend hohe Dampfgeschwindigkeit einstellt. Bei den Versuchen wurden stündlich 200 kg Wasser mit einer Härte von 17 deutschen Härtegraden und einer Temperatur

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 69.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Bauart Kühni, Allschwil bei Basel. Steht unseres Wissens in Auslandsstaaten unter Patentschutz, in Deutschland zum Patent angemeldet. Die Apparatur wurde von der Apparatebauanstalt C. Canzler, Düren, Rhld., für die Versuche geliefert.

von etwa  $15^{\circ}$  C auf den obersten Boden einer Abtriebsäule aufgegeben und die Geschwindigkeit des Wasserdampfes im freien Säulenquerschnitt unter dem obersten Boden betrug 0,3 m/s. Die obersten Böden waren gemäß Bild 165 nach 6 Betriebsstunden bereits so stark verkrustet, daß infolge des hohen Druckverlustes im Dampf die Flüssigkeit sich auf den Böden staute. Die Verkrustungen, die sich schon nach 4 Betriebsstunden gebildet hatten, zeigt Bild 166. Auf diesem sind



Bild 166. Verkrustung nach 4 Betriebsstunden.

die kleinen, noch freigebliebenen Schlitze für den Dampfdurchtritt ersichtlich. Danach ist auch ein Dampf, der sogar mit einer Geschwindigkeit von 50 m/s durch die Durchtrittsöffnungen und an der Bodenwand entlang strömt, nicht imstande, die gebildeten Kristalle fortzuspülen. Beim Glockenund Tunnelboden ist es aber möglich. Glocke oder Tunnel in einem gewissen Abstand von der Bodenwand anzuordnen und beim Entwurf so große Durchströmquerschnitte vorzusehen, daß die Austauschböden sowohl in reinem wie in bis zu einem gewissen Grade verkrustetem Zustand einwandfrei arbeiten. Beim Siebboden ist diese Bedingung nicht zu erfüllen. Bei

ihm werden sogar in Fällen, bei denen keine Verkrustungs- und Verschmutzungsgefahr vorliegt, je nach der Art der Baustoffe und je nach den physikalischen Größen des Gemisches die Löcher in den Böden im Laufe von einigen Betriebsjahren größer.

# 2. Druckverluste von Rektifizierböden.

Sieb- und Glockenböden weisen nicht nur Unterschiede in ihrer Unter- und Überbelastbarkeit sowie in der Frage der Empfindlichkeit gegen Verschmutzung und Verkrustung, sondern auch in dem Druckverlust auf, den der Dampf beim Durchströmen eines Bodens erleidet. Dieser Druckverlust eines Bodens stellt den Druckunterschied zwischen den beiden Dampfräumen unter- und oberhalb eines Bodens dar. Indem durch ihn bei Erreichung eines bestimmten Wertes der Rücklauf am Abfließen gehindert wird, hängt er auch mit der Belastbarkeit zusammen.

Der Druckverlust setzt sich in der Hauptsache aus zwei Einzelverlusten zusammen. Der eine Wert ist durch einen statischen Druck und dadurch gegeben, daß der Dampf sowohl beim Sieb- als auch beim Glockenboden an einer Stelle in die Flüssigkeit auf dem Boden tritt, über welcher sich eine mehr oder weniger hohe Schicht klarer Flüssigkeit und Schaum oder nur erstere befindet. Durch die Höhe dieser Schicht ist der statische Druck bestimmt. In dem zweiten Wert sind die Stoß-, Reibungs- und Kontraktionsverluste enthalten, die der Dampf beim Durchströmen der Querschnitte auf dem Boden erleidet. Diese Druckverluste seien in dem Wort *Strömungsverlust* zusammengefaßt. Er wächst mit der Dampfdichte und angenähert mit dem Quadrat der Dampfgeschwindigkeit<sup>1</sup>. Während bei kleinen Dampfgeschwindigkeiten der statische Druck ausschlaggebend ist, überwiegt bei großen Dampfgeschwindigkeiten, vor allem bei großen Dampfdichten, der Strömungsverlust.

Der Einfluß der Beschaffenheit der Flüssigkeit auf den Druckverlust liegt allgemein in der Schaumfähigkeit, Oberflächenspannung, Zähigkeit und dem spez. Gewicht begründet. Den beiden genannten Hauptanteilen

am Gesamtdruckverlust sind noch zusätzliche Verluste überlagert, welche durch den Zusammenhalt der Blasen in der Schaumschicht, die nach Überwindung der Oberflächenspannung zum Platzen gebracht werden müssen, und ferner dadurch bedingt sind, daß durch den Dampf über der Schaum- oder Sprudelschicht Tropfen und Lamellen emporgeschleudert werden, welche zum



Bild 167. Dampfdurchströmfläche auf einem Glockenboden.

größten Teil auf den Boden zurückfallen. Sie versperren dadurch Strömungsquerschnitt für den Dampf und letzterer erleidet einen Stoßverlust beim Umströmen der mitgerissenen Flüssigkeitsteilchen. Diese Erscheinung hat zur Folge, daß auch der Bodenabstand einen Einfluß auf den Gesamtdruckverlust hat.

Die Abhängigkeit des Druckverlustes von der Belastung ist beim Sieb- und Glockenboden über den gesamten Belastungsbereich deshalb unterschiedlich, weil die für kleine Belastungen ausschlaggebende Dicke der klaren Flüssigkeitsschicht und der Schaum- bzw. Sprudelschicht sowie das für größere Dampfgeschwindigkeiten maßgebende Verhältnis des Säulenquerschnittes F zum kleinsten Dampfdurchströmquerschnitt f auf einem Boden verschieden sind. Dieses Querschnittsverhältnis F/fwird im folgenden mit  $\varphi$  bezeichnet. Beim Siebboden ist f durch die Summe der Flächen aller Löcher gegeben. Beim Glockenboden muß festgestellt werden, welche unter den Flächen  $f_1, f_2, f_3$  und  $f_4$  (s. Bild 167) die kleinste ist, wobei  $f_1$  die Querschnittsfläche des Dampfhalses,  $f_2$ diejenige zwischen der oberen Begrenzungswand der Glocke und dem oberen Rand des Dampfhalses, f3 die Ringfläche zwischen der in die Flüssigkeit tauchenden Glockenwand und dem Dampfhals sowie  $f_4$  die Fläche zwischen dem Glockenrand und der Bodenwand darstellen. Diese kleinste Fläche ist für den Druckverlust ausschlaggebend. Deshalb wird f als die Summe dieser kleinsten Flächen der Glocken eines Bodens erhalten. Das Verhältnis  $\varphi$  hat im allgemeinen bei Siebböden den größten Zahlenwert. Für einen Boden mit Bohrungen von 2 mm sowie 7 mm Abstand, einer Dampfdurchdringtiefe (Abstand des ebenen Bodens vom Rand des Ablaufbechers) von 30 mm und mit einem Durchmesser von

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 199.

400 mm wird  $\varphi = 21$ . In Bild 168 zeigt Linie *a* die Abhängigkeit des Druckverlustes dieses Bodens von der auf den freien Säulenquerschnitt bezogenen Dampfgeschwindigkeit für den Fall, daß bei einem absoluten Druck in der Säule von 760 mm Q.-S. die Dampfdichte 1,254 kg/m<sup>3</sup> beträgt und sich auf dem Boden ein Äthylalkohol-Wassergemisch mit etwa 50 Mol-% Alkohol befindet. Für diese Flüssigkeitskonzentration gelten alle Kurven des Bildes 168. Der Verlauf der Linie *a* zeigt, daß vor allem Strömungsverluste den Druckverlust bedingen. Das Querschnittsverhältnis  $\varphi$  ist beim Glockenboden wesentlich kleiner als beim Siebboden. Im Mittel liegt es bei  $\varphi = 10$ . Je kleiner  $\varphi$  ist, desto größer



Bild 168. Druckverlust von Glockenböden (nach Bild 134) und von Siebböden in Abhängigkeit von der Belastung bei verschiedenen Dampfdrücken (Dampfdichten) (Gemisch Äthylalkohol-Wasser).

ist der Anteil des statischen Druckes am Gesamtdruckverlust. Je größer  $\varphi$  wird, desto mehr wächst der Druckverlust bei großen Dampfgeschwindigkeiten mit steigender Belastung. Für den in Bild 134 dargestellten Glockenboden ist  $\varphi = 9.2$ . Linie b des Bildes 168 zeigt den Druckverlust dieses Glockenbodens in Abhängigkeit von der Belastung für einen Bodenabstand von H = 270 mm und die Linie c für H = 135 mm. Beide Linien gelten für einen Druck in der Säule von 760 mm Q.-S., dem bei dem verwendeten Äthylalkohol-Wassergemisch eine Dampfdichte von 1,254 kg/m<sup>3</sup> entspricht. Es ist ersichtlich, daß der Glockenboden bei sehr kleinen Belastungen einen größeren Druckverlust aufweist als der Siebboden. Dies rührt davon her, daß sich bei den Verhältnissen, für die Bild 168 gilt, auf dem Siebboden eine hohe Schaumschicht ausbildet und der Dampf nur eine wenige Millimeter starke Schicht klarer Flüssigkeit zu durchdringen hat, während die klare Flüssigkeitsschicht beim Glockenboden in dem betrachteten Belastungsgebiet wesentlich größer ist. Bei größeren Belastungen übersteigt jedoch der Druckverlust des Siebbodens denjenigen des Glockenbodens erheblich. Ein Vergleich der Linien b und c miteinander lehrt, daß wegen des Mitreißens von Flüssigkeit im Dampf der Druckverlust mit zunehmendem Bodenabstand abnimmt. Allgemeines.

Diese Abnahme ist um so größer, je höher die Dampfgeschwindigkeit und, wie die Kurvenpaare d, e und f, g zeigen, je größer die Dampfdichte ist. Den beiden letztgenannten ebenfalls für die Abstände der Glockenböden von H = 135 und 270 mm geltenden Kurvenpaaren ist eine Dampfdichte von 0,454 und 0,1001 kg/m<sup>3</sup> zugeordnet. Die Linien c bis f lehren, daß bei kleinen Geschwindigkeiten der statische Druck den Gesamtdruckverlust bestimmt, der sehr wenig von der Belastung abhängig ist. Bei einem spez. Gewicht des Dampfes von 0,1001 kg/m<sup>3</sup> ist der Druckverlust bis zu einer Dampfgeschwindigkeit von etwa 1 m/s nahezu gleichbleibend mit 16 mm W.-S. Bei größeren Dampfdichten treten die Strömungsverluste bei sonst gleichen Bedingungen mehr in Erscheinung. Allgemein ist ihr Einfluß um so stärker, je mehr der Druckverlust mit der Belastung steigt.

Eine Verkleinerung der Eintauchtiefe (Abstand des obersten Punktes der Zackung des Glockenrandes oder des geraden Glockenrandes von der Kante des Ablaufbechers, Größe e in Bild 141) bewirkt eine Erniedrigung des Druckverlustes. Bei einer Dampfdichte von 1,254 kg/m<sup>3</sup> beträgt nach Versuchen des Verfassers bei einer Dampfgeschwindigkeit von 0,5 m/s der Druckverlust bei einer Eintauchtiefe von 10 mm nur 57% des Verlustes, der sich bei sonst gleichen Bedingungen bei einer Eintauchtiefe von 30 mm einstellt. Bei einer Dampfgeschwindigkeit von 0,2 m/s macht der Druckverlust bei der kleineren Eintauchtiefe 62% desjenigen der größeren Eintauchtiefe aus.

# IV. Einfluß der Strömungsrichtung der Phasen auf die Rektifizierwirkung eines Bodens. (Flüssigkeitsdurchmischung, Dampfdurchmischung, gegensinnige und gleichsinnige Flüssigkeitsführung.)

# 1. Allgemeines.

Nimmt man an, daß die Rücklaufflüssigkeit und der Dampf, welche einem Rektifizierboden zuströmen, eine bestimmte Zeit lang in einem wärmedichten Gefäß aufgefangen und danach unendlich lange Zeit dem Wärme- und Stoffaustausch unterworfen bleiben, so befinden sich am Ende dieser Austauschzeit die Flüssigkeit und der über ihr stehende Dampf im *Phasengleichgewicht* miteinander. Dieser Vorgang läßt die für die Bestimmung der theoretischen Bodenzahl eines Rektifizierapparates allgemein gemachte Annahme als sehr naheliegend erscheinen, nach welcher der von einem vollkommen arbeitenden Boden aufsteigende Dampf mit dem Gehalte  $x_{Do}^{I}$  [Mol-%] an Leichtersiedendem sich im Phasengleichgewicht mit der Flüssigkeit befindet, welche von demselben Boden abläuft und welche gemäß Bild 169 einen Gehalt von  $x_{Fa}$  [Mol-%] an Leichtersiedendem in einem Zweistoffgemisch besitzt. Es gilt also:

$$x_{Do}^{I} / / / x_{Fa}$$
.

Die Gehalte an Leichtersiedendem im Dampf und in der Flüssigkeit, welche dem Boden zuströmen, seien mit  $x_{Du}$  und  $x_{Fe}$  [Mol-%] bezeichnet.

Die theoretische Anreicherung an Leichtersiedendem im Dampf ist dann durch den Unterschied  $a = x_{Do}^{I} - x_{Du}$  gegeben. In Wirklichkeit wird infolge der von der Annahme abweichenden Verhältnisse durch einen



Bild 169. Schema für die zweifache Teilung.

Boden eine Erhöhung des Gehaltes an Leichtersiedendem im Dampf um den Betrag b [Mol-%] erzielt. Das Verstärkungsverhältnis (Austauschverhältnis)  $s = \frac{b}{a}$  liefert wohl eine Unterlage, mit der man einfach die Bodenzahl eines Rektifizierapparates bestimmen kann (s. Abschnitt D, IV, 1, 2 und 3 sowie E, I). Es bietet aber keinen Anhaltspunkt zur Beurteilung der Vollkommenheit der Wirkung eines Bodens oder sogar für die Angabe eines Wirkungsgrades. Es zeigt sich nämlich, daß der Zahlenwert von s wesentlich größer werden kann als 1. Wie weit er im Idealfalle anwachsen kann, läßt sich aus der Kenntnis der Anreicherung im Dampf ermitteln, welche ein Boden im Bestfalle erzielen kann. Diese ermöglicht auch die Angabe eines Wirkungsgrades.

# 2. Graphisches Verfahren zur Bestimmung der theoretischen Anreicherung, des theoretischen Verstärkungsverhältnisses und des Wirkungsgrades bei Kreuzstrom zwischen Flüssigkeit und Dampf auf einem Rektifizierboden<sup>1</sup>.

In der Rektifiziersäule strömt der Dampf zwischen den Böden parallel zur Säulenachse. In den Rücklaufrohren bewegt sich die Flüssigkeit wohl auch parallel zur Säulenachse, auf dem Boden selbst jedoch senkrecht zu ihr (s. Bild 169). Die ganze Flüssigkeitsmenge kreuzt auf dem Boden den Dampf derart, daß sie zuerst die Teildampfmenge trifft, welche in der Nähe des Flüssigkeitszulaufes durch den Boden tritt und zuletzt den Dampf, der den Flüssigkeitsablauf umspült. Es sei zunächst angenommen, daß der Dampf dem betrachteten Boden an allen Stellen mit derselben Zusammensetzung zuströmt. Die molare Verdampfungswärme des Gemisches sei wieder unabhängig von der Konzentration, so daß die zu- und abströmenden Dampf- und Flüssigkeitsmengen unveränderlich sind.

Denkt man sich die Säule durch einen Schnitt I-I in Bild 169 in zwei gleiche Teile zerlegt, so läßt sich der geschilderte Austauschvorgang zwischen Dampf und Flüssigkeit sowohl auf den Teil rechts als auch auf den Teil links vom Schnitt I-I anwenden. Sowohl der linken wie der rechten Hälfte des Bodens strömt die Dampfmenge  $\frac{D}{2}$  [Mol/h] mit der gleichen Konzentration  $x_{Du}$  [Mol-%] zu. An der Halbierungsstelle der Säule hat die Flüssigkeit den Gehalt  $x'_F$ . In der linken Hälfte

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> KIRSCHBAUM, EMIL: Wirkung von Rektifizierböden und zweckmäßige Flüssigkeitsführung. Forsch. Ing.-Wes., Sept./Okt. 1934, ab S. 245.

steigt der Dampf mit  $x'_{Do}$  und in der rechten Hälfte mit  $x'_{Do}$  vom Boden auf. Wenn in jedem Teil Flüssigkeitsdurchmischung und vollkommener Austausch vorliegen, ergibt sich

$$x'_{D_0} / / x_{F_a}$$
 und  $x'_{D_0} / / x'_F$ . (170)

Für die rechte Hälfte des Bodens gilt die Mengengleichung, wenn F [Mol/h] die Rücklaufmenge bedeutet:

$$F \cdot x_{Fe} + rac{D}{2} \cdot x_{Du} = F \cdot x'_F + rac{D}{2} \cdot x'_{Do} \, ,$$

woraus folgt

$$\frac{D}{2} (x'_{Do} - x_{Du}) = F (x_{Fe} - x'_F) .$$
(171)

Entsprechend wird für die linke Bodenhälfte:

$$\frac{D}{2}(x'_{D_{\theta}} - x_{D_{u}}) = F(x'_{F} - x_{F_{a}}).$$
(172)

Werden E [Mol/h] Erzeugnis der Säule entnommen, dann ist

$$v = \frac{F}{E}$$

das Rücklaufverhältnis, mit dem die Beziehung besteht:

$$D = E(v+1).$$

Damit gehen die Beziehungen 171 und 172 über in:

$$\frac{x'_{D_0} - x_{D_u}}{x_{F_e} - x'_F} = 2 \cdot \frac{v}{v+1} , \qquad (173)$$

$$\frac{x'_{D_0} - x_{D_u}}{x'_F - x_{F_a}} = 2 \cdot \frac{v}{v+1} \,. \tag{174}$$

Der mittlere Gehalt  $x_{Do}^{II}$  des vom Boden aufsteigenden Dampfes wird aus der Mischungsgleichung

$$\frac{D}{2} \cdot x'_{D_0} + \frac{D}{2} \cdot x'_{D_0} = D \cdot x_{D_0}^{II}$$

$$x_{D_0}^{II} = \frac{x'_{D_0} + x'_{D_0}}{2}.$$
(175)

bestimmt zu

Er kann zeichnerisch auf Grund der Gleichungen 173, 174 und 175 ermittelt werden, wie es Bild 170 zeigt. In ihm ist neben der Gleichgewichtskurve eines Zweistoffgemisches die Verstärkungsgerade wiedergegeben, deren Neigungswinkel  $\alpha$  gegen die Abszisse nach Gleichung 68 durch die Beziehung

$$\operatorname{tg} \alpha = \frac{v}{v+1}$$

bestimmt ist. Der Zusammenhang zwischen  $x_{Du}$  und  $x_{Fa}$  ist durch den auf der Verstärkungsgeraden liegenden Punkt A gegeben, während eine Ordinatenparallele durch den Abszissenwert  $x_{Fa}$  auf der Gleichgewichtskurve im Punkte B den Gehalt  $x'_{Do}$  abschneidet. Wird durch Punkt Aeine Gerade mit der Neigung

$$tg\alpha' = 2tg\alpha \tag{176}$$
gelegt, so liefert auf ihr die Abszissenparallele durch Punkt B den Punkt C mit dem Abszissenwert  $x'_F$ . Dadurch ist die Bedingung 174 erfüllt. Da  $x'_{Do} ||| x'_F$ , ist  $x'_{Do}$  durch Punkt D gegeben, der auf der Gleich-



Bild 170. Ermittlung der Flüssigkeits- und Dampfkonzentrationen bei zweifacher Teilung.

gewichtskurve liegt und den Abszissenwert  $x'_F$  hat. Durch PunktE, welcher den Schnittpunkt der Waagerechten durch Punkt A und der Senkrechten durch Punkt C darstellt, wird eine Gerade mit dem Neigungswinkel  $\alpha'$  gelegt. Sie schneidet die Abszissenparallele durch Punkt D im Punkte F mit dem Abszissenwert  $x_{Fe}$ , so daß die Bedingung 172 erfüllt ist. Der Abszissenwert  $x_{Fe}$  ergibt auf der Verstärkungsgeraden den Punkt G, dem der Dampfgehalt  $x_{Do}^{II}$  zugeordnet ist, welcher das arithmetische Mittel zwischen  $x'_{Do}$  und  $x''_{Do}$  darstellt.

Während bei vollkommener Flüssigkeitsdurch-

mischung auf einem Boden und bei vollkommenem Stoffaustausch der von einem Boden aufsteigende Dampf den Gehalt  $x_{Do}^{I}$  aufweist, wobei



Bild 171. Schema für die dreifache Teilung.

 $x_{Do}^{I}$  ///  $x_{Fa}$ , erhält man nach der vorgenommenen Teilung der Säule in zwei Hälften einen mittleren Gehalt von  $x_{Do}^{II}$  im aufsteigenden Dampf, für den gilt

$$x_{D_0}^{II} > x_{D_0}^I . \tag{177}$$

Aus diesem Ergebnis geht hervor, daß der Kreuzstrom eine bessere Wirkung ergibt als Flüssigkeitsdurchmischung.

Statt in zwei kann die Säule in drei gleiche Teile unterteilt werden, von denen jeder von der gleichen Dampfmenge  $\frac{D}{3}$  durchströmt wird. Legt man zugrunde, daß in jedem der Teile Flüssigkeitsdurchmischung und vollkommener Austausch stattfindet, so steht der in jedem Teil über dem Boden auf-

steigende Dampf mit der Flüssigkeit im Phasengleichgewicht, welche den jeweiligen Teil verläßt. Mit den in Bild 171 angegebenen Bezeichnungen gilt deshalb:

$$x'_{D_0} ||| x'_F; \quad x''_{D_0} ||| x''_F; \quad x''_{D_0} ||| x_{F_a}.$$
(178)

Für die dreifache Aufteilung ergeben sich dann die den Bedingungen 173 und 174 entsprechenden Gleichungen:

$$\frac{x'_{D_0} - x_{D_u}}{x_{F_e} - x'_F} = 3 \cdot \frac{v}{v+1}, \qquad (179)$$

$$\frac{x'_{D_0} - x_{D_u}}{x'_F - x''_F} = 3 \cdot \frac{v}{v+1}, \qquad (180)$$

$$\frac{x_{D_0}^{\prime\prime} - x_{D_u}}{x_F^{\prime} - x_{F_a}} = 3 \cdot \frac{v}{v+1} \,. \tag{181}$$

Der mittlere Gehalt des vom Boden aufsteigenden Dampfes wird:

$$x_{D_0}^{III} = \frac{x_{D_0}' + x_{D_0}' + x_{D_0}''}{3}.$$
 (182)

Er kann zeichnerisch auf die Gleichungen 179 bis 182 fußend auf dieselbe Weise gefunden werden, die für die zweifache Teilung an Hand des Bildes 170 erläutert ist. Für gleiche Bodenablaufkonzentration  $x_{Fa}$  und dasselbe Rücklaufverhältnis ergibt sich dann:

$$x_{D_0}^{III} > x_{D_0}^{II} > x_{D_0}^{I} \tag{183}$$

und

$$(x_{Do}^{III} - x_{Do}^{II}) \leq (x_{Do}^{II} - x_{Do}^{I}).$$
 (184)

Für eine Aufteilung des Säulenquerschnittes in vier gleiche Teile wird entsprechend ein mittlerer Gehalt  $x_{Da}^{IV}$  erhalten, der durch die Beziehungen

$$x_{D_0}^{IV} > x_{D_0}^{III} > x_{D_0}^{II} > x_{D_0}^{I}$$
(183 a)

und

$$\left(x_{D_o}^{IV} - x_{D_o}^{III}\right) < \left(x_{D_o}^{III} - x_{D_o}^{II}\right) < \left(x_{D_o}^{II} - x_{D_o}^{I}\right)$$
(184 a)

gekennzeichnet ist. Auf die gezeigte Art kann ein  $x_{Do}^V$ ,  $x_{Do}^{VI}$ ,  $x_{Do}^{VII}$  usw. erhalten werden. Die Unterschiede zwischen zwei mittleren einander folgenden Gehalten werden um so kleiner, je größer die Zahl der Aufteilungen ist.

Nach dem erläuterten Verfahren können beispielsweise die mittleren Gehalte in dem vom Boden aufsteigenden Dampf eines Äthylalkohol-Wassergemisches für mehrere Aufteilungen, für ein Rücklaufverhältnis von v = 1, einen Gehalt im Erzeugnis von  $x_E = 75$  Mol-% Alkohol und für den Fall ermittelt werden, daß die Bodenablaufkonzentration  $x_{Fa} =$ 30 Mol-% Alkohol beträgt. Die Ergebnisse sind in Bild 172 wiedergegeben. Auf der Abszisse ist die Anzahl der Aufteilungen und auf der Ordinate der einer bestimmten Aufteilungszahl zugeordnete mittlere Gehalt im Dampf über dem Boden aufgetragen. Zu der gegebenen Ablaufkonzentration  $x_{Fa} = 30$  Mol-% liefert der entsprechende Punkt auf der Verstärkungsgeraden (gemäß Bild 170, Punkt A) einen Alkoholgehalt in dem dem Boden zuströmenden Dampf von  $x_{Du} = 52,4$  Mol-%. Die Ordinatenparallele durch den Abszissenwert  $x_{Fa} = 30$  Mol-% ergibt auf der Gleichgewichtskurve einen Schnittpunkt (in Bild 170, Punkt B) mit dem Ordinatenwert  $x_{Do}^I = 56,5$  Mol-%. Für Flüssigkeitsdurchmischung auf dem ganzen Boden, bei welcher der Säulenquerschnitt als ein einziger

Kirschbaum, Destillier- und Rektifiziertechnik.

Teil betrachtet wird, errechnet sich demnach eine theoretische An-



Die mittleren Dampfgehalte in Bild 172. Abhängigkeit von der Anzahl der Teilungen.



Bild 173. Das theoretische Verstärkungsverhältnis s\* in Abhängigkeit von der Bodenablaufkonzentration  $x_{Fa}$  (Athylalkohol-Wasser,  $x_E = 75 \text{ Mol-}\%$ ).

Bild 172 angegeben ist. Bei zweifacher Aufteilung ergibt sich nach Bild 172 ein mittlerer Gehalt in dem vom Boden aufsteigenden Dampf von  $x_{Do}^{II} = 57,2$  und bei sechsfacher Aufteilung ein  $x_{Do}^{VI} =$ 58 Mol-%. Nach Bild 172 nähert sich die Kurve, welche die Abhängigkeit der Dampfgehalte von der Zahl der Säulenteile angibt, asymptotisch dem Wert  $x_{Do}^{\infty} = 58,1$ Mol-%, welcher bei unendlichfacher Aufteilung erreicht wird. Wie das Bild zeigt, ist der Wert  $x_{Do}^{\infty}$  mit genügender Genauigkeit schon bei achtfacher Aufteilung erreicht  $(x_{Do}^{VIII} \approx x_{Do}^{\infty})$ . Beim Kreuzstrom und in dem Fall, in welchem an jeder Stelle der Dampf mit der Flüssigkeit, aus welcher er entstanden ist, im Phasengleichgewicht steht, ist deshalb die höchstmögliche Anreicherung an Leichtersiedendem im Dampf gegeben durch :

 $b^* = x_{D_0}^{\infty} - x_{D_u}$ . (185) Die Bedingung, daß der Dampf dem Boden an allen Stellen mit gleicher Konzentration zuströmt, kann stets dadurch erfüllt werden, daß der Dampf vor seinem Eintritt in den Boden durchmischt wird (Fall der Dampfdurchmischung). Mit der durch Gleichung 185 gegebenen bestmöglichen Verstärkung errechnet sich ein theoretisches Verstärkungsverhältnis von

$$s^* = \frac{b^*}{a} \tag{186}$$

In Bild 173 ist  $s^*$  in Abhängigkeit von der Ablaufkonzentration  $x_{Fa}$  für verschiedene Rücklaufverhältnisse und für das Gemisch ÄthylalkoholWasser unter der Annahme aufgetragen, daß das Erzeugnis  $x_E = 75$  Mol-% Alkohol enthält. Danach liegt im Falle der Dampfdurchmischung der Zahlenwert für das theoretische Verstärkungsverhältnis in bestimmten Konzentrationsgebieten weit über 1. Er weist bei allen Rücklaufverhältnissen einen Mindestwert auf und steigt von diesem aus im Gebiete hoher Konzentrationen vor allem aber in dem niedriger Konzentrationen an.

Der Wirkungsgrad  $\eta$  eines Bodens kann nunmehr bestimmt werden aus dem Verhältnis der wirklichen zur bestmöglichen Anreicherung oder aus dem Verhältnis des wirklichen zum theoretischen Verstärkungsverhältnis:

$$\eta = \frac{b}{b^*} \cdot 100 = \frac{s}{s^*} \cdot 100 \, [\%] \, . \tag{187}$$

Für das Gemisch Äthylalkohol-Wasser habe beispielsweise bei v = 4,  $x_E =$ 75 Mol-% Alkohol und  $x_{Fa} = 50$  Mol-% das Verstärkungsverhältnis einen Zahlenwert von s = 0.9. Der Wirkungsgrad beträgt dann nicht 90%, wie es vielfach angenommen wird. Zu den genannten Betriebsbedingungen wird vielmehr aus Bild 173 ein theoretisches Verstärkungsverhältnis von  $s^* = 1,32$  abgelesen, welches einen wirklichen Wirkungsgrad von  $\eta = \frac{0.9}{1.32} \cdot 100 = 68\%$  liefert. Der Unterschied zwischen den Zahlenwerten von  $\eta$  und  $s \cdot 100$  hängt in hohem Maße von der Bodenablaufkonzentration ab<sup>1</sup>. Bei dem angeführten Beispiel kann bei niederen Ablaufgehalten  $x_{Fa}$  der Unterschied  $100 \cdot s - \eta$  auf ein vielfaches von dem berechneten Wert 90 - 68 = 22steigen, wie es Bild 174 zeigt. Aus ihm





Gehalt an Leichtersiedendem im Destillat  $x_E = 75$  Mol-%, Rücklaufverhältnis v = 4.

geht hervor, wie irreführend und abwegig es ist, den Wert  $100 \cdot s$  als Wirkungsgrad anzusehen.

Auf einem Rektifizierboden ist der Kreuzstrom zwischen Flüssigkeit und Dampf um so vollkommener verwirklicht, je länger der Flüssigkeitsweg ist und um so mehr dadurch eine Flüssigkeitsdurchmischung vermieden wird. Dies beweisen Ergebnisse von Vergleichsversuchen<sup>2</sup>, welche in Bild 175 wiedergegeben sind, in dem als Abszisse das Rücklaufverhältnis und als Ordinate das gemessene Verstärkungsverhältnis sowie die jeweilige Bodenablaufkonzentration aufgetragen sind. Die Versuche wurden an einer Säule mit 110 mm Durchmesser und mit dem Gemisch Äthylalkohol-Wasser durchgeführt. Ein langer Flüssigkeitsweg wurde durch Anwendung eines ringförmigen Siebbodens erzielt. Dieser ergab eine bessere Wirkung als der Siebboden ohne zwangsläufige Flüssigkeitsführung. Darüber hinaus geht aus Bild 175 die gleiche Abhängigkeit

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 187. <sup>2</sup> Siehe Fußnote 1, S. 206.

#### 212 Bestimmung der Abmessungen der Rektifiziersäule mit Austauschböden.

des s von v hervor, wie aus den theoretischen Ergebnissen des Bildes 173. Es muß jedoch beachtet werden, daß bei großen Säulendurchmessern dem günstigen Einfluß eines langen Flüssigkeitsweges der nachteilige



Bild 175. Versuchsergebnisse von Siebböden mit erzwungener und ohne zwangsläufige Flüssigkeitsführung.



Bild 176. Schema für die gegensinnige Flüssigkeitsführung.



Einfluß des ungleichmäßigen Flüssigkeitsstromes über den Boden überlagert ist, dem durch bauliche Maßnahmen entgegengewirkt werden kann (s. Abschnitt H, I, e).

Den vorstehenden Ableitungen liegt der Fall zugrunde, daß der Dampf einem Rektifizierboden an allen Stellen mit derselben Zusammensetzung zuströmt. Dies trifft jedoch nur für den untersten Boden einer Säule zu, dem die Dämpfe unmittelbar aus einer Destilliereinrichtung zugeleitet werden. Über den Böden selbst entweicht jedoch der Dampf

mit einer Zusammensetzung, die sich längs des Flüssigkeitsweges ändert. Diese Änderung hängt bei sonst gleichen Bedingungen von der Richtung ab, in welcher sich die Flüssigkeit auf den einzelnen Böden bewegt.

Meist gelangt der Rücklauf in der Nähe des Säulenmantels an einer Stelle auf den Boden, welche im Säulenquerschnitt dem Ablaufrohr gegenüberliegt und die Flüssigkeit bewegt sich auf einem Boden in entgegengesetzter Richtung zu derjenigen auf dem darunter- und dem darüberliegenden Boden. Es liegt dann eine gegensinnige Flüssigkeitsführung vor. Sie ist aus Bild 176 ersichtlich, in dem die bei einer Dreiteilung des Querschnittes sich ergebenden Konzentrationen gekennzeichnet sind. Nimmt man an, daß der über jedem



Bild 178. Plan für die gleichsinnige Flüssigkeitsführung.

Boden in einem bestimmten Querschnittsteil aufsteigende Dampf mit der Flüssigkeit im Phasengleichgewicht steht, welche denselben Teil verläßt,

 $(x'_{D_1}'')/|x'_{F_1}; x'_{D_1}'|/|x'_{F_1}; x'_{D_1}'|/|x_{F_2}$  usw.), (188) so folgt in Anlehnung an die Gleichungen 179 bis 181:

$$\frac{x'_{D_1} - x'_{D_2}}{x'_{F_1} - x_{F_2}} = 3 \cdot \frac{v}{v+1}$$
, (189)

$$\frac{x_{D_1}' - x_{D_2}'}{x_{F_1}' - x_{F_1}'} = 3 \cdot \frac{v}{v+1}, \qquad (190)$$

$$\frac{x_{D_1}^{\prime} - x_{D_2}^{\prime}}{x_{F_1} - x_{F_1}^{\prime}} = 3 \cdot \frac{v}{v+1}.$$
(191)

Ist der Gehalt  $x_{D3}$  des dem untersten Boden an allen Stellen mit gleicher Zusammensetzung zuströmenden Dampfes gegeben, so können nach dem an Hand des Bildes 170 gezeigten Verfahren die Dampfgehalte über den Böden 2 und 1 (s. Bild 176) in den einzelnen Teilen und auch die Flüssigkeitskonzentrationen an den Stellen, wo der Rücklauf die betreffenden Teile verläßt, ermittelt werden. In Bild 177 ist diese Ermittlung für die Dreiteilung des Säulenquerschnittes und für ein Rücklaufver-



Bild 179. Siebbodensäule mit zwangsläufiger und gleichsinniger Flüssigkeitsführung (Gesellschaft für Lindes Eismaschinen).

hältnis von  $v = \infty$  durchgeführt, für welches die Verstärkungsgerade mit der Diagonale des Schaubildes zusammenfällt. In Bild 177 sind die dem Bild 176 entsprechenden Gehalte angegeben. Mit zunehmender Zahl der Aufteilungen nähern sich die über den Böden sich einstellenden mittleren Gehalte an Leichtersiedendem im Dampf einem Wert, der bei unendlichfacher Aufteilung erreicht wird. An Hand des Bildes 172 wurde gezeigt, daß dieser Endwert mit genügender Genauigkeit schon bei einer endlichen und nicht hochliegenden Aufteilungszahl erreicht wird. Die Veränderung der Flüssigkeits- und Dampfkonzentration über einem Boden erhält man, indem die für die einzelnen Querschnittsteile sich ergebenden Gehalte in der Flüssigkeit und im Dampf über dem Flüssigkeitsweg aufgetragen werden.

In der gleichen Weise wie für die gegensinnige Flüssigkeitsführung kann die Anreicherung eines Bodens und die Veränderung der Gehalte in der Flüssigkeit und im Dampf auch für die *gleichsinnige Flüssigkeitsführung* ermittelt werden. Bei ihr strömt gemäß Bild 178 die Flüssigkeit auf jedem Boden in derselben Richtung. Bild 179 zeigt, daß diese Flüssigkeitsführung auch durch Anwendung ringförmiger Austauschböden verwirklicht werden kann, bei denen Zu- und Ablauf unmittelbar nebeneinander liegen, und die Räume zwischen dem Zu- und Ablauf durch eine Wand getrennt sind.

Für die gekennzeichneten Fälle der Flüssigkeits- und Dampfführung kann die bestmögliche Anreicherung an Leichtersiedendem im Dampf und die Veränderung der Konzentrationen über den Böden nicht nur zeichnerisch, sondern auch rein rechnerisch gelöst werden. Während auf die erstgenannte Weise das theoretische Verstärkungsverhältnis im Falle der Dampfdurchmischung für ein technisch wichtiges Gemisch für verschiedene Rücklaufverhältnisse in Abhängigkeit von der Bodenablaufkonzentration zahlenmäßig bestimmt wurde (s. Bild 173), sollen im folgenden die erwähnten Fälle auf die zweitgenannte Art behandelt werden.

# 3. Rechnerisches Verfahren zur Bestimmung der theoretischen Anreicherung und der Konzentrationsänderung über den Austauschböden sowie des Wirkungsgrades bei Kreuzstrom zwischen Flüssigkeit und Dampf.

Es ist möglich, die theoretische Anreicherung mit Hilfe von in allen Teilen rechnerischen Verfahren zu ermitteln, wobei jedoch sehr weitgehende Annahmen gemacht werden müssen, welche die Durchführung dieses Verfahrens erst ermöglichen<sup>1</sup>.

Im Gegensatz dazu findet man aber eine sehr einfache und genaue rechnerische Lösung, wenn man auf die Grundgedanken des im vorigen Abschnitt erläuterten Verfahrens<sup>2</sup> aufbaut, den Auswertungsgang jedoch nicht zeichnerisch, sondern rechnerisch durchführt<sup>3</sup>.

Bild 180 zeigt, daß man sich auch bei diesem Verfahren den Querschnitt einer Säule in mehrere, z. B. n gleiche Teile zerlegt denkt. Von der Bodenablaufstelle ab gerechnet erhält man dann einen ersten, einen zweiten, einen k-ten bis zu einem n-ten Teil. Die Flüssigkeitsmenge F

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> HAUSEN, H.: Wirkungsgrad von Rektifikationsböden und theoretische Bodenzahl. Forsch. Ing.-Wes. Bd. 7 (1936) S. 177.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Siehe Fußnote 1, S. 206.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> KIRSCHBAUM, EMIL u. W. QUADE: Ein neues, genaues und einfaches Verfahren zur Bestimmung der Trennwirkung von Austauschböden. Forsch. Ing.-Wes. Bd. 8 (1937) Heft 2, S. 63—67.

[Mol/h] fließt dem Boden mit einem Gehalt an Leichtersiedendem von  $x_{Fe}$  [Mol-%] zu und mit  $x_{Fa}$  [Mol-%] vom Boden ab. In den k-ten Teil hinein gelangt sie mit  $x_{F(k)}$  [Mol-%] und sie verläßt diesen mit  $x_{F(k-1)}$  [Mol-%]. Von der gesamten in der Säule aufsteigenden Dampfmenge D [Mol/h] strömt dem betrachteten k-ten Teil nur der Bruchteil D/n [Mol/h] mit  $x_{Du}$  [Mol-%] an Leichtersiedendem zu und von ihm strömt die gleiche Dampfmenge mit  $x_{Do}$  [Mol-%] ab.

### a) Mathematische Fassung und Grenzübergang auf unendlichfache Aufteilung.

Die dem k-ten Teil insgesamt zuströmende Menge an Leichtersiedendem ist gleich derjenigen, welche ihn verläßt. Daraus folgt die den Beziehungen 179 bis 181 ent-

sprechende Grundgleichung:

$$\frac{x_{D_o} - x_{D_u}}{x_{F(k)} - x_{F(k-1)}} = n \frac{F}{D}$$
. (192)

Um den Grenzübergang auf unendlichfache Aufteilung vornehmen zu können, wird das Teilungsverhältnis

$$t_{(k)} = k/n \qquad (193)$$

eingeführt. Es stellt das Verhältnis der Zahl des betrachteten Teiles zur Gesamtzahl der

Teile dar. Unter der Annahme, daß der Flüssigkeitsweg in jedem Querschnittsteil gleich lang ist und die Länge l aufweist, ist der Zahlenwert für  $t_k$  auch bestimmt durch das Verhältnis der Weglänge durch die k Teile zu der ganzen Weglänge der n Teile:

$$t_k = \frac{k \cdot l}{n \cdot l} \,. \tag{193a}$$

Der Unterschied des Teilungsverhältnisses zweier benachbarter Teile ist dann gegeben durch die Beziehung:

$$t_{(k)} - t_{(k-1)} = 1/n . (194)$$

Wird der Wert für n aus Gleichung 194 in Gleichung 192 eingeführt, so erhält man die Ausgangsgleichung:

$$\frac{x_{F(k)} - x_{F(k-1)}}{t_{(k)} - t_{(k-1)}} = \frac{D}{F} \left( x_{D_0} - x_{D_u} \right).$$
(195)

Die linke Seite dieser Gleichung stellt einen Differenzenquotienten dar. Er geht in den Differentialquotienten  $\frac{dx_F}{dt}$  über, wenn die Aufteilungszahl unendlich groß wird. Man erhält dann:

$$\frac{d x_F}{d t} = \frac{D}{F} \left( x_{D_0} - x_{D_u} \right) \,. \tag{196}$$

Der Wert t kann in Anbetracht der Beziehung 193a gedeutet werden als das Verhältnis des Abstandes der betrachteten Stelle vom Boden-



des Säulenquerschnittes.

ablauf zu der gesamten Weglänge. An der Bodenablaufstelle hat dieser den Zahlenwert 0 und an der Zulaufstelle den Wert 1. Die Gleichung 196 stellt die allgemeinste Form dar, welche den Zusammenhang zwischen dem Verlauf der Flüssigkeitskonzentration auf einem Boden und dem Verlauf der Dampfkonzentrationen unterhalb und oberhalb des gleichen Bodens wiedergibt. In ihr bedeutet  $x_F$  den Gehalt an Leichtersiedendem in der Flüssigkeit an einer bestimmten Stelle des Bodens und  $x_{Du}$  sowie  $x_{Do}$  den Gehalt im Dampf senkrecht unter- und oberhalb derselben Stelle. Sie wird in der angeschriebenen Form zur Auffindung der Anreicherung eines Bodens für die beiden Fälle der gegen- und gleichsinnigen Flüssigkeitsführung auf einem Boden benutzt. Wenn jedoch im Falle der Dampfdurchmischung der Dampf dem Boden an allen Stellen mit gleicher Konzentration zuströmt, kann Gleichung 196 durch Trennung der Veränderlichen integriert werden, wobei man die Beziehung erhält:

$$\int_{x_{Fe}}^{x_{Fu}} \frac{d x_F}{x_{Do} - x_{Du}} = \frac{D}{F} t .$$
 (197)

Die obere Grenze  $x_{Fe}$  des Integrals der linken Seite der Gleichung 197 stellt den Gehalt an Leichtersiedendem in der Flüssigkeit dar, welche dem Boden zuströmt, und die untere Grenze  $x_{Fa}$  den Gehalt im Bodenablauf.

### b) Auswertung der gewonnenen Beziehungen.

 $\alpha$ ) Dampfdurchmischung. Im folgenden soll zunächst gezeigt werden, wie Gleichung 197 benutzt wird, um bei gegebenem  $x_{Fa}$  den Verlauf von  $x_F$  und  $x_{Do}$  zu finden. Es sei in diesem Beispiel das Gemisch Äthylalkohol-Wasser gewählt, dessen Gleichgewichtskurve in Bild 181 dargestellt ist. Der Gehalt an Leichtersiedendem im Erzeugnis habe einen Wert von  $x_E = 75$  Mol-% Alkohol und das molare Rücklaufverhältnis ist v = 4. Durch die beiden letztgenannten Größen sind gemäß Bild 181 die Punkte A und B festgelegt, durch deren Verbindung sich die Verstärkungsgerade ergibt. Sie hat gegen die Waagerechte den Neigungswinkel  $\alpha$ , der mit den strömenden Mengen durch die Beziehung

$$\frac{F}{D} = \operatorname{tg} \alpha \tag{198}$$

verknüpft ist, wobei tg  $\alpha$  abgelesen werden kann und eine bekannte konstante Größe darstellt. In Bild 181 ist tg  $\alpha = 4/5 = 0.8$ . Die Bodenablaufkonzentration sei gegeben mit  $x_{Fa} = 24$  Mol-%. Ihr Abszissenwert schneidet auf der Verstärkungsgeraden an Punkt C den Ordinatenwert  $x_{Du}$  ab. Für alle  $x_F > x_{Fa}$  kann, wie es aus Bild 181 ersichtlich ist, die Differenz  $x_{Do} - x_{Du}$  als Ordinatenabschnitt zwischen der Gleichgewichtskurve und der Waagerechten in dem Abstand  $x_{Du}$  vom Ordinatenursprung abgelesen werden. Es ist vollkommener Austausch angenommen, wobei an einer bestimmten Stelle des Bodens  $x_{Do}$  mit  $x_F$  im Phasengleichgewicht steht  $(x_{Do}/||/x_F)$ . Es besteht die Möglichkeit, einen Einzelwirkungsgrad einzuführen, indem man für  $x_{Do}$  einen kleineren Wert einsetzt als hier für den vollkommenen Stoffaustausch des Phasengleichgewichts zugrunde gelegt ist. Über den jeweiligen  $x_F$ -Werten werden die Kehrwerte von  $x_{Do} - x_{Du}$  aufgetragen, was eine  $\frac{1}{x_{Do} - x_{Du}}$ -Kurve ergibt (s. Bild 181). Unter ihr schneidet das Abszissenelement  $dx_F$  die Fläche  $\frac{dx_F}{x_{Do} - x_{Du}}$  ab. Ermittelt man von  $x_{Fa}$  ab bis zu einem beliebigen  $x_F$  die Flächenstücke unterhalb der  $\frac{1}{x_{Do} - x_{Du}}$ -Kurve und trägt die Zahlenwerte als Ordinate über  $x_F$  auf, so erhält man die



Bild 181. Bestimmung des Verlaufes der Flüssigkeitskonzentration für den Fall der Dampfdurchmischung.

in Bild 181 eingezeichnete Integralkurve. Die erwähnten Zahlenwerte der Flächenstücke stellen gemäß den Gleichungen 197 und 198 den Betrag  $t/tg \alpha$  dar. Er nimmt für t=1 den Ordinatenwert 1/0,8=1,25 an und wird von der Integralkurve im Punkte D erreicht. Letzterer liefert die gesuchte Bodenzulaufkonzentration  $x_{Fe}$ . Entsprechend kann eine beliebige Flüssigkeitskonzentration für z. B. t=0,5, also für den halben Flüssigkeitsweg, durch Punkt E gefunden werden. Trägt man das zu jedem t gehörige  $x_F$  auf, so erhält man die in Bild 181 unten gezeichnete  $x_F$ -Linie, wobei in das gleiche Bild noch die  $x_{Do}$ -Linie eingetragen werden kann, da bei einem bestimmten t das  $x_{Do}$  mit  $x_F$  im Phasengleichgewicht steht. Der Mittelwert  $x_{Dom}$  der Dampfkonzentration braucht nicht erst durch Flächenausmittlung gefunden zu werden. Er wird bereits durch  $x_{Fe}$  auf der Verstärkungsgeraden in Punkt F (Bild 181) abgeschnitten.

 $\beta$ ) Gleich- und gegensinnige Flüssigkeitsführung. Der behandelte Fall der Dampfdurchmischung liegt bei dem untersten Boden aller Aus-



Bild 182. Bestimmung des Verlaufes der Flüssigkeitskonzentration für die gleichsinnige Flüssigkeitsführung.

nete Linie für  $x_{Du_1}$  stellt die Konzentration im Dampf über dem ersten (untersten) Boden dar, wobei an jeder Stelle  $x_{Du_1}$  und  $x_{F_1}$  Phasengleichgewichtsgehalte darstellen. Mit diesen Angaben soll der Verlauf der Konzentration in der Flüssigkeit und im Dampf auf bzw. über dem zweituntersten Boden ermittelt werden. Die Zulaufkonzentration des ersten Bodens stellt gleichzeitig die Ablaufkonzentration  $x_{Fa}$ des betrachteten zweiten Bodens dar, so daß damit der Ausgangspunkt der Linie, welche den Verlauf der Flüssigkeitskonzentration

tauschsäulen vor. Die über diesem liegenden Böden können so gebaut sein, daß sich die Flüssigkeit auf allen Böden in gleicher Richtung oder daß sie sich auf einem Boden in entgegengesetzter Richtung zu derjenigen auf dem darüber- und darunterliegenden Boden bewegt. Soll die Konzentrationsverteilung auf einem Boden für diese beiden Fälle ermittelt werden, dann muß auf die Gleichung 196 zurückgegriffen werden, weil nämlich dann  $x_{Du}$  keine konstante Größe ist, sondern sich mit t ändert. Die zahlenmäßige Auswertung der Gleichung 196 soll für das Beispiel der gleichsinnigen

Flüssigkeitsführung an Hand des Bildes 182 gezeigt werden, das für die selben Verhältnisse gilt wie Bild 181. In ersterem ist die Flüssigkeitskonzentration  $x_{F_1}$  in Abhängigkeit von t für den untersten Boden gegeben. Sie wurde mit Hilfe des gezeigten Verfahrens für die Dampfdurchmischung bestimmt. Die gestrichelt eingezeichauf dem zweiten Boden angibt, durch den Ordinatenwert  $x_{Fa}$  bei t=0 gegeben ist.

Gleichung 196 wird nach dem bekannten Verfahren von RUNGE<sup>1</sup> unter Zuhilfenahme der Isoklinen gelöst. Diese Linien stellen in dem  $t, x_F$ -Bild den geometrischen Ort aller Punkte dar, in welchen  $\frac{dx_F}{dt}$ denselben Wert hat. Es soll z. B. die Linie für  $\frac{dx_F}{dt} = 30$  eingezeichnet werden. Für t = 0.5 wird an der  $x_{Du1}$ -Linie ein  $x_{Du}$  von 35,05 abgelesen. Da  $\frac{D}{F} = \frac{1}{\operatorname{tg}\alpha}$  mit 1,25 gegeben ist, gilt:

$$1,25 (x_{Do} - 35,05) = 30.$$

Daraus wird  $x_{Do}$  zu 59,05 Mol-% errechnet. Mit Dampf mit diesem  $x_{Do}$  steht die Flüssigkeit mit  $x_F = 36,6$  Mol-% im Phasengleichgewicht. Dieser Zahlenwert wird über t = 0,5 aufgetragen. Danach werden für das gleiche  $\frac{dx_F}{dt}$  die zu anderen *t*-Werten gehörigen  $x_F$ -Werte bestimmt. Die Verbindungslinie dieser Punkte stellt die Isokline für  $\frac{dx_F}{dt} = 30$  dar. Auf die gleiche Weise werden weitere Isoklinen in bestimmten Abständen in das Bild eingetragen, wie es aus Bild 182 ersichtlich ist. Im Schnittpunkt einer Isoklinen mit der gesuchten  $x_F$ -Kurve ist die Neigung der letzteren durch den Zahlenwert gegeben, der zu der betreffenden Isoklinen gehört. Man kann deshalb von dem genannten Ausgangspunkt, der durch  $x_{Fa}$  bei t=0 festgelegt ist, beginnend, einen Polygonzug einzeichnen, indem man die einzelnen geraden Stücke so aneinanderreiht. daß sie sich jeweils in der Mitte zwischen zwei Isoklinen schneiden. Auf diese Weise erhält man eine  $x'_F$ -Kurve (s. Bild 182), die schon sehr nahe an der gesuchten  $x_F$ -Kurve liegt. Eine zweite schon hinreichend genaue Annäherung erhält man, indem man aus den Schnittpunkten der  $x'_F$ -Kurve mit den Isoklinen die Abhängigkeit des  $\frac{d x'_F}{dt}$  von t ermittelt. Die so erhaltene und in Bild 182 unten wiedergegebene Kurve wird danach graphisch integriert, indem sie durch einen treppenförmigen Linienzug ersetzt wird. Dabei müssen die Überschußflächen einander gleich sein, wie es in Bild 182 durch die schraffierten Flächen angedeutet ist. Nach Annahme eines Integrationspoles erhält man die gesuchte, im oberen Teil des Bildes dick eingezeichnete  $x_F$ -Kurve. Aus Bild 182 geht hervor, daß die  $x'_F$ -Kurve tatsächlich sehr wenig von der  $x_F$ -Kurve abweicht. Eine Wiederholung des Integrationsverfahrens zur Erhöhung der Genauigkeit ist deshalb überflüssig.

Der Verlauf der Dampfkonzentration über dem zweituntersten Boden ist durch das Phasengleichgewicht mit der Flüssigkeit festgelegt.

Noch einfacher als der hier gezeigte Fall liegt derjenige der gegensinnigen Flüssigkeitsführung. Bei ihm hat die  $x_F$ -Kurve in ihrem untersten Punkte eine waagerechte Tangente. In Gleichung 196 wird nämlich für t=0 der Unterschied  $x_{Do}-x_{Du}$  und damit auch  $\frac{dx_F}{dt}$  gleich Null.

219

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Hütte, 26. Aufl., Bd. 1, S. 185.

## c) Konzentrationsverlauf und theoretisches Verstärkungsverhältnis in einer Trennsäule.

Wie sich die Konzentrationen in der Flüssigkeit und im Dampf in einer Trennsäule ändern, zeigt für die praktisch möglichen Fälle der Flüssigkeitsdurchmischung, der Dampfdurchmischung, der gegensinnigen



Bild 183. Planmäßige Darstellung der möglichen Strömungszustände in einer Rektifiziersäule. Gehalt an Leichtersiedendem in der Flüssigkeit und im Dampf in Abhängigkeit vom Flüssigkeitsweg.

und der gleichsinnigen Flüssigkeitsführung Bild 183. Im oberen Teil des Bildes ist schematisch gezeigt, wie die genannten vier Fälle verwirklicht werden können, während im unteren Teil des Bildes die Konzentrationsverläufe in Abhängigkeit vom Flüssigkeitsweg dargestellt sind. Vom untersten Boden läuft in allen vier Fällen die Flüssigkeit mit 1,87 Mol-% Äthalylkohol im Äthylalkohol-Wassergemisch ab und sie gelten für einen Destillatgehalt von  $x_E = 75$  Mol-% Alkohol sowie für ein Rücklaufverhältnis von v = 4. Der Verlauf der Flüssigkeitskonzentration auf dem untersten Boden ist mit  $x_{F_1}$ , derjenige auf dem zweituntersten Boden mit  $x_{F_2}$  usw. bezeichnet, während  $x_{D_0}$  den Gehalt im Dampf unter

dem ersten Boden angibt,  $x_{D1}$ den Konzentrationsverlauf im Dampf über dem untersten Boden,  $x_{D2}$  den Konzentrationsverlauf im Dampf über dem zweituntersten Boden Die Mittelwerte der usw. Gehalte an Leichtersiedendem bei der Dampfdurchmischung sind mit  $x_{D_1}^m$ ,  $x_{D_2}^m$ usw. bezeichnet. Schon die Lage des Punktes Z, der den Gehalt an Leichtersiedendem angibt, mit dem die Flüssigkeit auf den zweituntersten Boden gelangt, läßt erkennen, welcher der vier Fälle der günstigste ist.

Der Vergleich zwischen den einzelnen Strömungszuständen wird besonders klar, wenn man die theoretischen

Die so erhaltenen mischung. theoretischen Verstärkungsverhältnisse  $s_F^{\times}$ ,  $s_D^{\times}$ ,  $s_{geg}^{\times}$  und  $s_{gl}^{\times}$  sind in Bild 184 in Abhängigkeit der Bodenablaufkonzenvon tration aufgetragen. Die Kur- $s_{h}^{x}$ , ven weisen bei einer bestimmten Flüssigkeitskonzentration einen Kleinstwert auf. In Bild 184 liegt die Linie 4 am höchsten. Dies bedeutet, daß die gleichsinnige Flüssigkeitsführung die beste Wirkung ergibt. Gemäß Linie 1 stellt die Flüssigkeitsdurchmischung mit einem Zahlenwert des theoretischen Verstärkungsverhältnisses von  $s_F^{\times} = 1$  den weit-



Bild 184. Die theoretischen Verstärkungsverhältnisse einer Verstärkungssäule für den Fall der Flüssigkeitsdurchmischung, der Dampfdurchmischung, der gegensinnigen und der gleichsinnigen Flüssigkeitsführung (Gemisch Äthvlalkohol-Wasser).

Anreicherungen an Leichtersiedendem im Dampf der gekennzeichneten Fälle teilt durch die Anreicherung beim Falle 1 der Flüssigkeitsdurchmischung. Die so erhaltenen





aus ungünstigsten Fall dar. Bei ihr steht der von einem Boden aufströmende Dampf im Phasengleichgewicht mit der vom gleichen Boden abströmenden Flüssigkeit. Der Verlauf der Konzentration auf Rektifizierböden ist durch Versuche bestimmt worden<sup>1</sup> und ergibt mit den

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 81.

theoretisch ermittelten Linien des Bildes 183 eine sehr gute Übereinstimmung.

Das angegebene Verfahren ist sowohl für die Verstärkungssäule als auch für die Abtriebsäule anwendbar. Auswertungsergebnisse für beide Säulen und für das Gemisch Benzol-Toluol für den Fall der Dampfdurchmischung zeigt Bild 185. Es ist angenommen, daß das Gemisch mit Siedetemperatur in den Apparat strömt. In beiden Säulen nimmt das theoretische Verstärkungsverhältnis mit zunehmender Bodenablaufkonzentration ab.

#### d) Der wirkliche Wirkungsgrad.

Auf Grund der Gleichung 187 ist allgemein der wirkliche Wirkungsgrad durch das Verhältnis der wirklichen Anreicherung zur theoretischen Anreicherung oder auch durch das Verhältnis des wirklichen zum theoretischen Verstärkungsverhältnis gegeben. Da bei sonst gleichen Bedingungen das theoretische Verstärkungsverhältnis bei den 4 gekennzeichneten Fällen der Flüssigkeits- und Dampfführung verschieden ist, ergibt sich bei gleichem wirklichem Verstärkungsverhältnis für jeden der genannten 4 Fälle ein verschiedener wirklicher Wirkungsgrad, der durch das Zahlenverhältnis des für die vier Fälle gleichen Verstärkungsverhältnisses zu dem bei den vier Fällen verschiedenen theoretischen Verstärkungsverhältnis gegeben ist.

# V. Bauliche Ausführungen von Rektifizierböden.

Beim Sieb- und Glockenboden bestehen in der Anordnung der Rücklaufrohre keinerlei Unterschiede. An die Stelle der beim baulich sehr einfachen Siebboden vorhandenen ebenen Platte mit Bohrungen treten jedoch beim Glockenboden die mit Dampfhälsen und Glocken oder Tunnel versehenen Böden, welche in ihren baulichen Einzelheiten große Abwei-



chungen aufweisen. Aus den Bildern 134, 151 und 152 geht nicht nur der Aufbau, sondern



Bild 186. Gezahnte Glocken niederer Bauart (C. Canzler, Düren, Rhld.).

Bild 186a. In den Boden eingefalzter Dampfhals.

auch die Verschiedenheit der Größe und Form der Glocken hervor. Ihr Einfluß auf die Wirkung ist bereits an Hand des Bildes 153 gezeigt. Die Vielgestaltigkeit der Ausführung beweist, daß noch keine allgemein anerkannten Richtlinien für die zweckmäßigste Gestaltung gefunden sind. Es sei beispielsweise nur die Frage der günstigsten Form des Randes der Glocken erwähnt. Dieser wird gezackt, mit Schlitzen versehen, welche nach unten offen oder durch einen zylindrischen Ring abgeschlossen sind, oder er ist durch eine *einfache Kreislinie* ohne Zacken oder Schlitze begrenzt. Letztere haben unweigerlich den Vorteil, daß der Dampf bei kleinen Dampfgeschwindigkeiten und kleinen Dampfdichten gleichmäßiger verteilt unter den Glocken hervorströmt. Besonders bei großen Säulendurchmessern spielt diese Erscheinung eine Rolle. Bei größeren Belastungen haben jedoch Zacken und Schlitze

zur Folge, daß sich verschieden große Durchdringtiefen des Dampfes ergeben, indem die Dampfteilchen, welche unmittelbar an der Zackenwurzel in die Flüssigkeit treten, einen kürzeren Weg in ihr zurückzulegen haben als diejenigen Dampfteilchen, welche näher an der Bodenwandung die Glocke verlassen. Der Verfasser führte Vergleichsversuche durch mit Böden, wie sie Bild 151 zeigt, und mit solchen Austauschböden, bei welchen von denen nach Bild 151 abweichend der Glocken-

rand nicht gezackt, sondern durch eine Kreislinie in der Höhe der Zackenwurzel begrenzt war. In beiden Fällen ergab sich bei einer im freien Säulenquerschnitt herrschenden Dampfgeschwindigkeit, welche oberhalb 0,3 m/s lag, dieselbe Wirkung. Bei den Versuchen wurde das Gemisch



Bild 188. Schlitzglocke mit vergrößertem Glockenumfang für den Dampfaustritt (C. Canzler, Düren, Rhld.).



Bild 187. Schlitzglocke (C. Canzler, Düren, Rhld.).

Äthylalkohol - Wasser unter Atmosphärendruck getrennt.



Bild 189. Glocke mit gegen die Bodenplatte abgeschlossenen Schlitzen (C. Canzler, Düren, Rhld.).

Die Ausführungen der Bilder 186 bis 194 lassen die verschiedenen Glockenformen erkennen. Die niedere Glocke nach Bild 186 hat gegenüber hohen Glocken nicht nur den Vorteil der Baustoffersparnis, sondern auch noch den, daß die Flüssigkeit oberhalb der Glocke zusammenschlagen kann, was eine Vergrößerung der Austauschfläche zwischen den beiden Phasen zur Folge hat. Dies kann jedoch dann nicht erreicht werden, wenn mit Rücksicht auf Ablagerungen und der damit verbundenen Verstopfungsgefahr nur eine Glocke oder wenige große gewählt werden dürfen. Derartige große Glocken werden vielfach nicht durch Füße mit dem Boden verbunden, wie es Bild 191 zeigt, sondern sie werden einfach beispielsweise auf den Dampfhals vermittels Rippen aufgelegt, vondenen drei unter der Glocke angeordnet sind. Abweichend von Bild 186 wird der Dampfhals bei gut verformbarem Baustoff, z. B. bei Kupfer,

#### 224 Bestimmung der Abmessungen der Rektifiziersäule mit Austauschböden.

in den Boden nach der in Bild 186a dargestellten Weise eingefalzt. Im Gegensatz dazu wird der Dampfhals bei der Schlitzglocke nach Bild 187 nur an den Boden angedrückt. Die in Bild 188 gezeigte Ausführung bezweckt durch die besondere Form der Glocke einerseits den Dampf längs eines möglichst großen Glockenumfanges in die Flüssigkeit



Bild 190. Rektifizierboden mit Schlitzglocken, Ablaufwehren und Stauleiste S aus Kupfer (C. Canzler, Düren, Rhld.).

treten zu lassen und andererseits oberhalb dieser Dampfzuströmstelle möglichst viel Raum zur Ausbreitung einer Schaum- oder Sprudelschicht freizugeben. Werden die Schlitze gegen den Boden durch einen Rand geschlossen, so wird dadurch der engste Dampfdurchströmquerschnitt verkleinert. Die Art und Weise, in welcher der Dampf in die Flüssigkeit tritt, nähert sich derjenigen des Siebbodens, ohne daß bei kleinen Belastungen Flüssigkeit durch den Boden nach unten strömen kann. Die engen Querschnitte haben aber eine Erhöhung des Druckverlustes im Dampf zur Folge, der wohl einerseits die obere Belastungsgrenze erniedrigt und eine entsprechende Erhöhung der Siedetemperatur in der Destillierblase zur Folge hat, was besonders bei Vakuumbetrieb nachteilig ist, der aber andererseits sich dahingehend auswirkt, daß der Dampf gleichmäßig verteilt durch den Boden strömt. Meist wird die Glocke aus walzbarem Baustoff mittels dreier besonderer, mit der Glocke selbst vernieteter Füßchen mit dem Boden durch Niete verbunden.



Bild 191. Austauschboden aus Gußeisen mit kleinen Bodenabstand.

Für den Gesamtentwurf von Austauschböden haben im Hinblick auf eine möglichst günstige Wirkung zwei Gesichtspunkte eine besondere Bedeutung. Einerseits soll die Flüssigkeitsdurchmischung vermieden und der Kreuzstrom weitestgehend verwirklicht werden, andererseits soll aber bei dem sich durch den Kreuzstrom ergebenden langen Flüssigkeitsweg die Flüssigkeit sich möglichst gleichmäßig verteilt über den Boden bewegen und auch der Dampf gleichmäßig verteilt durch den Boden strömen. Bei langen durch große Säulendurchmesser bedingten Flüssigkeitszulaufes höher anstauen als beim Ablaufbecher, was zur Folge haben

Kirschbaum, Destillier- und Rektifiziertechnik.

226 Bestimmung der Abmessungen der Rektifiziersäule mit Austauschböden.

kann, daß der Dampf in der Nähe des Ablaufes in größerer Menge durch den Boden tritt als in der Nähe des Zulaufes. Zwischen den beiden genannten Gesichtspunkten muß der richtige Mittelweg gewählt werden.

Die Wahl langer Zu- und Ablaufwehre wird dem erstgenannten Gesichtspunkt gerecht, wie es die Bilder 134, 151, 152, 190, 192 und 193



Bild 192. Ansicht eines Rektifizierbodens mit Schlitzglocken.

zeigen. Zu letzterem ist noch bemerkenswert, daß die Glocken reihenweise an einem Balken aufgehängt sind, so daß sie in senkrechter Richtung leicht verstellt werden können. In Sonderfällen werden die Glocken



Bild 193. Glockenboden mit an Tragschienen befestigten Glocken (Rheinische Maschinen- und Apparatebau-Anstalt Peter Dinkels & Sohn, G. m. b. H., Mainz).

auch einzeln verstellbar ausgeführt. Gemäß Bild 192 kann die Flüssigkeit auch in der Umfangsrichtung dem Ablaufbecher zu- und vom Zulauf abströmen. Bei sehr großen Säulendurchmessern (2 bis 3 m) wird der Ab- und Zulaufrand dem Mantel angepaßt (s. Bild 194). Die Böden derartiger und oft im Freien aufgestellter Säulen werden meist zerlegbar<sup>1</sup> gebaut, so daß die einzelnen Teile des Bodens durch Mann-

<sup>1</sup> CHILLAS, R. B. u. H. M. WEIR: Design of fractionating columns. Industr. Engng. Chem. Bd. 22 (März 1930) Nr. 3.



Bild 194. Zerlegbarer Rektifizierboden mit Tunneln<sup>1</sup>.

löcher geführt werden können. Die Flüssigkeitsführung nach Bild 195 darf unter Beobachtung der beiden genannten Gesichtspunkte nur für kleinere Säulenquerschnitte, schätzungsweise

bis zu 1m Durchmesser, gewählt werden.

In dem Bild stellt  $a_1$  eine zwischen zwei Böden angeordnete Trennwand,  $b_1$  und  $b_2$  die Flüssigkeitszu- und -ablaufwehre auf einem Boden und  $a_2$  die Trennwand in dem Raum unter diesem Boden dar. Dadurch ist die gleichsinnige Flüssigkeitsführung verwirklicht. Meist wird die gegen-

sinnige Flüssigkeitsführung gewählt, weil sie die Bild 195. Schema der gleicheinfachste Bauweise und Anordnung ergibt. sinnigen Flüssigkeitsführung. Um den Flüssigkeitsweg auf den Böden abzu-

kürzen, kann auch die Flüssigkeit in radialer Richtung geführt werden, indem sie auf dem einen Boden von der Mitte nach außen und auf dem darunter angeordneten Boden von außen nach innen strömt.



<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 226.

# J. Rektifikation in Füllkörpersäulen. I. Allgemeines.

Wenn sich auch im allgemeinen Dampf und Flüssigkeit auf den Rektifizierböden einer Säule im Kreuzstrom bewegen, so ist doch die Hauptströmungsrichtung über die ganze Säule betrachtet dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigkeit von oben nach unten und der Dampf von unten nach oben im Gegenstrom zueinander strömen. Der Zweck der Böden ist lediglich der, zwischen den beiden Phasen eine möglichst große *Berührungsfläche* und andere für den Wärme- und Stoffaustausch günstige Bedingungen herbeizuführen.

Sowohl der *Gegenstrom* zwischen Flüssigkeit und Dampf, als auch eine Berührungsfläche zwischen den beiden Phasen können aber auch dadurch erreicht werden, daß das Innere einer Säule mit sogenannten



Bild 196. Verschiedene Füllkörperarten.

Füllkörpernaufgefüllt wird, welche von einem Rost getragen werden. Auf diese Füllkörper wird die Flüssigkeit möglichst gleichmäßig verteilt aufgegeben, welche die Füllkörperoberfläche benetzend und berieselnd nach unten fließt. Ihr entgegen strömen von unten nach oben die Dämpfe (oder Gase). Unter der

Voraussetzung vollständiger Benetzung der Füllkörperoberfläche bietet letztere unmittelbar ein Maß für die Größe der Berührungsfläche zwischen Dampf und Flüssigkeit. Der Weg der Phasen in der Füllkörperschicht soll möglichst lang und die Strömung derart sein, daß sich günstige Verhältnisse für den Wärme- und Stoffaustausch ergeben. RASCHIG hat erkannt, daß Ringe aus irgendwelchen Baustoffen die letztgenannte Bedingung am besten dann erfüllen, wenn ihr Durchmesser gleich der Höhe ist. In diesem Falle lagern sich die Ringe im Innern einer Schicht ungeordnet, d. h. derart, daß die Achse des Zylinders eine schräge Lage einnimmt. Beide Phasen müssen dann einen Zickzackweg in der Füllkörperschicht zurücklegen. Unter Beachtung der verschiedenen Anwendungsfälle sind die Füllkörper nach den folgend angegebenen Hauptgesichtspunkten zu beurteilen:

1. Größe der Oberfläche je Raumeinheit,

2. Baustoff und Anschaffungskosten,

3. Strömung der Phasen und deren Verteilung in der Füllkörperschicht,

4. Druckverlust im Dampf (oder Gas).

Es gibt eine sehr große Anzahl von Füllkörpern, deren Form als das Ergebnis des Bestrebens angesehen werden kann, einem oder mehreren der angeführten Gesichtspunkte weitestgehend gerecht zu werden. Die Oberfläche, die allgemein in m<sup>2</sup> je m<sup>3</sup> Füllraum angegeben wird, hängt von der Füllkörpergröße und -form ab. Bild 196 zeigt drei marktgängige Füllkörperarten. Der PRVM-Ring<sup>1</sup> unterscheidet sich vom RASCHIG-Ring<sup>2</sup> durch Wulste im Mantel des Ringes und durch das

Vorhandensein eines Zwischensteges im Innern des Ringes. Der Sattel-Füllkörper<sup>3</sup> läßt durch seine Form das Bestreben nach Erzielung eines kleinen Druckverlustes erkennen. Diese Füllkörper weisen je nach ihrer Abmessung folgende Oberflächen auf (Angaben nach Drucksachen):

1. RASCHIG-Ringe (Porzellan):

	Abmessung					läck	ıe
$15 \times 15$	mm (2	mm	Wandstärke	) 330	$m^2$	je	$m^3$
$25 \times 25$	,, (2	.,	,,	) 220	,,	,,	,,
$35 \times 35$	,, (3	,,	"	) 160		,,	,,
$50 \times 50$	,, (4	. ,,	,,	) 110	,,	,,	,,
$50 \times 50$	,, (4	• • •	,,	) 110	,,	,,	,

Für 25 mm-Ringe aus Schwarzblech (Wandstärke 0,8 mm) wird ein Festvolumen von 8% des Füllvolumens angegeben.

2. Sattel-Füllkörper (Porzellan):

Abmessung	Oberfl	erfläche			
6 mm	$1150 \text{ m}^2$	je	$m^3$		
15 ,,	450 ,,	,,	,,		
25 ,,	260 ,,	,,	,,		
50 ,,	120 ,,	,,	,,		

3. PRYM-Ringe (Metall):

Abmessung	Oberfläche						
2  mm	$2000 \text{ m}^2 \text{ je m}^3$						
6 ,,	1000 ,, ,, ,,						
8 ,,	700 ,, ,, ,,						
15 ,,	400 ,, ,, ,,						
25 ,,	255 ,, ,, ,,						
40 ,,	140 ,, ,, ,,						

Die freieste Wahl des Baustoffes gestattet wohl der RASCHIG-Ring, indem er aus den verschiedensten walzbaren und gußfähigen Metallen, Porzellan, Steinzeug, Glas, Kohlenstoff, Gummi u. a. m.

hergestellt werden kann. Dies beeinflußt wesentlich die Gestehungskosten. Für die PRYM-Ringe kommen Metalle in Frage, für die Sattel-Füllkörper Porzellan, Metall, nicht aber Steinzeug. Neben den



Bild 197. Absatzweise und mit Unterdruck arbeitender Rektifizierapparat mit Füllkörpersäule (Chemische Fabrik Dr. F. Raschig, G. m. b. H., Ludwigshafen/Rh.).

erwähnten Füllkörpern gibt es noch eine Reihe anderer Arten wie Vollkörper, Hohlkugeln, Dreikante, Drahtspiralen, die verschiedensten Arten von Horden, Koksstücke usw., deren Behandlung hier zu weit führen würde. Der Vorteil der Füllkörper liegt im wesentlichen in der freien

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Herstellerin Firma Prym & Co., Stolberg (Rhld.).

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Herstellerin Firma Dr. F. Raschig, G. m. b. H., Ludwigshafen/Rh.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Herstellerin Firma Ditt und Frees, Wiesbaden.

Wahl der Baustoffe, indem sie beispielsweise aus dem vielseits angriffsbeständigen Porzellan oder Steinzeug herstellbar sind, ferner auch in dem kleinen Druckverlust, der vor allem bei der Destillation und Rektifikation bei Unterdruck ins Gewicht fällt.

Der Aufbau von Rektifizierapparaten mit Füllkörpersäulen ist gleich demjenigen von absatzweise oder stetig arbeitenden Apparaten mit Austauschböden. Der Unterschied besteht nur darin, daß im erstgenannten Falle das Innere der Verstärkungs- oder Abtriebsäule nicht mit Austauschböden ausgestattet, sondern lediglich mit Füllkörpern aufgefüllt ist, die auf Rosten gelagert sind. Bild 197 zeigt den Aufbau einer absatzweise und unter Vakuum arbeitenden Füllkörperkolonne.

# II. Bestimmung der Säulenhöhe mit Hilfe der vergleichsmäßigen theoretischen Bodenzahl. Vergleich zwischen verschiedenen Füllkörpern.

Einen Vergleich der Wirkung von Füllkörpersäulen mit derjenigen von Säulen mit Austauschböden liefert die Angabe der Anzahl von Böden, welche bei Annahme von Flüssigkeitsdurchmischung und vollkommenem Austausch dieselbe Wirkung haben wie eine Schicht Füllkörper von gegebener Höhe. Die Bestimmung dieser vergleichsmäßigen theoretischen Bodenzahl ist in Bild 198 gezeigt. Ihm liegt ein Verstärkungsverhältnis von  $v = \infty$  zugrunde, so daß die Verstärkungsgerade mit der Diagonale des  $x_{F}$ ,  $x_{D}$ -Bildes zusammenfällt, in das im linken Teil des Bildes 198 die Gleichgewichtskurve des bei Vergleichsversuchen<sup>1</sup> verwendeten Gemisches Äthvlalkohol-Wasser eingetragen ist. Ist der Gehalt  $x_B$  [Mol-%] an Leichtersiedendem in der Destillierblase gegeben, auf welcher die Füllkörpersäule aufgesetzt ist, so gibt der Punkt 0 durch seinen Ordinatenwert den Gehalt des der Blase entweichenden Dampfes und durch seinen Abszissenwert den Gehalt des in die Blase strömenden, vom untersten (1.) der theoretisch arbeitenden Böden abfließenden Rücklaufes an. Der Ordinatenwert des Punktes 1 liefert den Gehalt im Dampf über dem 1. Boden, der Ordinatenwert des Punktes 2 den Alkoholgehalt im Dampf über dem 2. Boden usw. Die Punkte 0, 1, 2, 3 usw. liegen auf der Verstärkungsgeraden und stellen Eckpunkte des Treppenlinienzuges zwischen der Gleichgewichtskurve und der Verstärkungsgeraden dar, der allgemein zur Bestimmung der theoretischen Bodenzahl benützt wird (s. Abschnitt D, IV und E, I). Im rechten Teil des Bildes 198 ist über der theoretischen Bodenzahl n<sub>t</sub> der Gehalt an Leichtersiedendem im Dampf über dem jeweiligen Boden aufgetragen, wobei der Punkt 0 auf der Abszissenachse der Stelle über der Flüssigkeit in der Blase entspricht. Ist außer der Blasenkonzentration noch der Destillatgehalt  $x_E$  [Mol-%] bekannt, der bei vollständiger Kondensation des Dampfes im Rücklaufkondensator auch gleich der Konzentration des Rücklaufes ist, welcher vom Rücklaufkondensator auf die Füllkörpersäule zurückströmt, so liefert der Schnittpunkt der Abszissenparallele im Abstand  $x_E$  von der Abszisse mit der  $x_D$ ,  $n_t$ -Kurve im

 $<sup>^{1}</sup>$  Auch diese Versuchsergebnisse des Verfassers sind bislang noch nicht veröffentlicht.

rechten Teil des Bildes 198 als Abszissenwert die theoretische Anzahl von Böden, deren Wirkung derjenigen einer Füllkörpersäule gleich ist, an der die Gehalte  $x_R$  und  $x_E$  gemessen sind.

Mit diesem Verfahren zur Bestimmung einer vergleichsmäßigen theoretischen Bodenzahl  $n_t$  ist es nicht erforderlich, auf eine ganze Zahl abrunden zu müssen, wie es für die Festlegung der einer praktischen



Bild 198. Bestimmung der theoretischen Bodenzahl (Gemisch Äthylalkohol-Wasser, Rücklaufverhältnis  $v = \infty$ , Atmosphärendruck).

Ausführung zugrunde zu legenden Bodenzahl notwendig ist. Es ist vielmehr die Anzahl der mit Flüssigkeitsdurchmischung und vollkommenem Austausch arbeitenden Böden zur Erzielung einer bestimmten Trennwirkung, z. B. der Trennung von  $x_B$  auf  $x_E$  [Mol-%], als Wirkungsmaßstab eingeführt.

In Bild 199 sind Versuchsergebnisse<sup>1</sup> des Verfassers wiedergegeben, die an einer unmittelbar auf der Destillierblase angeordneten Säule mit 400 mm Durchmesser und einer Schichthöhe von 1 m sowie mit dem Gemisch Äthylalkohol-Wasser und vollständigem Rücklauf  $(v = \infty)$ durchgeführt wurden. Die Rücklaufflüssigkeit wurde mittels eines SEGNERschen Flüssigkeitsverteilerrades gleichmäßig verteilt auf die Füllkörperschicht aufgegeben. Die Flüssigkeit in der Destillierblase enthielt bei allen Versuchen, deren Ergebnisse in den Bildern 198, 199, 201 und 202 wiedergegeben sind, etwa 10 Gew.-% Alkohol. Auf der Abszisse des

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 230.

Bildes 199 ist die im freien Säulenquerschnitt herrschende Dampfgeschwindigkeit  $w_D$  [m/s] und auf der Ordinate die vergleichsmäßige theoretische Bodenzahl  $n_t$  aufgetragen. Je größer  $n_t$  ist, desto besser ist die Wirkung der Füllkörperschicht. Jede der Kurven gilt für eine bestimmte Füllkörperform und -größe. Die Füllkörper bestanden aus unglasiertem Porzellan. Der "Vollkörper" ist in Bild 200 dargestellt. Nach Bild 199 nimmt mit steigender Belastung die Wirkung zunächst



Bild 199. Abhängigkeit der vergleichsmäßigen theoretischen Bodenzahl von der Belastung für verschiedene Füllkörper aus Porzellan.

Säulendurchmesser 400 mm, Schichthöhe 1 m, Äthylalkohol-Wasser, Rücklaufverhältnis  $v = \infty$ .

ergibt sich, daß jeder Füllkörperform und -größe eine ganz bestimmte günstigste Dampfgeschwindigkeit zukommt, bei welcher die theoretische



Bild 200. Untersuchter Voll-Füllkörper (D.R.P. 591 820).

Bodenzahl einen Höchstwert erreicht. Bei den Vollkörpern mit der Abmessung  $26 \times 38$  mm liegt sie bei  $w_{Dg} = 0.85$  m/s, bei den RASCHIG-Ringen bei 1,1 m/s und bei den Sattel-Füllkörpern bei  $w_{Dg} = 1,6$  m/s. Wenn danach auch bei gleicher Leistung die Sattelfüllkörper einen kleineren Säulenquerschnitt ergeben als RASCHIG-Ringe gleicher Abmessung, so sind doch auch die An-

schaffungskosten und dabei die Tatsache zu beachten, daß in vielen Fällen RASCHIG-Ringe aus dem billigeren Steinzeug gewählt werden können, während Sattelkörper aus diesem Baustoff nicht herstellbar sind. Für die Bemessung des Säulenquerschnittes wird bei Vorliegen von Belastungsschwankungen eine Dampfgeschwindigkeit gewählt, welche unterhalb der genannten günstigsten Geschwindigkeiten liegt, weil nach Überschreiten der günstigsten Geschwindigkeit die Wirkung sehr schnell abnimmt. Nach Bild 199 wird bei den drei Füllkörperarten von etwa gleicher Abmessung bei der günstigsten Belastung eine vergleichsmäßige theoretische Bodenzahl von  $n_{tg} = 5,1$  erreicht. Legt man bei einem Bodenabstand der Glockenböden von 200 mm ein Verstärkungsverhältnis von s = 0,8 zugrunde, dem gemäß Bild 133 eine Dampfgeschwindigkeit

ab, weil die Berührungszeit zwischen den Phasen sinkt. NachErreichen einesKleinstwertes, der für den Vollkörper und für den Sattel-Füllkörper bei etwa  $n_t = 3.9$ sowie für den RASCHIG-Ring bei  $n_t = 4.3$  liegt, gibt das Anwachsen der Austauschzahlen mit steigender Geschwindigkeit den Ausschlag, wobei gleichzeitig im Innern der Säule eine Vergrößerung der Berührungsfläche der Phasen durch Flüssigkeitsaufteilung vorzuliegen scheint, wie durch die bei den Versuchen verwendeten Glasmäntel beobachtet werden konnte. Es

von 0,7 m/s zugeordnet ist, so entspricht einer theoretischen Bodenzahl von 5,1 eine wirkliche Bodenzahl von 5,1:0,8, so daß die Säule mit

Böden bei den gewählten Versuchsbedingungen eine größere Höhe als die Füllkörpersäule beigleicher Wirkung aufweisen müßte.

Es wäre möglich, daß die Oberflächenbeschaffenheit der Füllkörper ihre Trennwirkung beeinflußt. indem eine rauhe, porige Oberfläche gleichmäßiger von der Flüssigkeit benetzt wird als eine glatte Oberfläche. Vergleichsversuche des Verfassers<sup>1</sup> mit porösen und glasierten RASCHIG-Ringen zeigen jedoch (s. Bild 201), daß die Oberflächenbeschaffenheit gegenüber anderenEinflüssen keine praktisch zu beachtende Rolle spielt.

Von besonderer Bedeutung ist jedoch der Einfluß der Füllkörpergröße auf Wirkung und Belastbarkeit bei sonst gleicher Füllkörperform. Die Versuchsergebnisse<sup>1</sup> des Bildes 202 lehren, daß kleinere Füllkörper eine bessere Trennwirkung aufweisen, dafür aber eine kleinere günstigste auf den freien Säulenquerschnitt bezogene Dampfgeschwindigkeit aufweisen als große Füllkörper. Der Verlauf der Versuchskurven des Bildes 202 ist nicht nur durch die Berührungszeit und die ebenfalls von der Geschwindigkeit abhängigen Austauschzahlen, sondern auch durch



Bild 201. Vergleich zwischen der Wirkung von porösen und glasierten Raschig-Ringen aus Porzellan mit einer Abmessung von 25 mm.

Säulendurchmesser 400 mm, Schichthöhe 1 m, Äthylalkohol-Wasser, Rücklaufverhältnis  $v = \infty$ .



Bild 202. Die Wirkung verschieden großer Füllkörper gleicher Bauart in Abhängigkeit von der Belastung (poröse Raschig-Ringe aus Porzellan). Säulendurchmesser 400 mm, Schichthöhe 1 m, Äthylalkohol-Wasser, Rücklaufverhältnis  $v = \infty$ .

die bei den Versuchen beobachtete Erscheinung bedingt, daß bei Geschwindigkeiten, welche über der günstigsten liegen, innerhalb der Füllkörperschicht die Flüssigkeit teilweise durchmischt wird, indem sie an

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 230.

bestimmten Stellen nach oben gerissen wird und an anderen Stellen nach unten rieseln kann. Nach Überschreiten der günstigsten Geschwindigkeit wird die Flüssigkeit im unteren Teil in der Mitte der Säule nach oben getragen. Im oberen Teil staut sie sich über den ganzen Querschnitt und läuft vornehmlich in der Nähe des Mantels nach unten. Da unterhalb des Rostes der Versuchsanordnung noch ein Glasschuß angeordnet war, konnte beobachtet werden, daß bei Geschwindigkeiten, die oberhalb der günstigsten liegen, der Großteil der Flüssigkeit in dicken Bächen am Säulenumfang ablief.

In Zahlentafel 4 sind die wichtigsten Versuchsergebnisse des Bildes 202 zusammengestellt und die Produkte  $n_{tg} \cdot w_{Dg}$  sowie  $0 \cdot w_{Dg}$  angegeben, welche gestatten, wenigstens angenähert die Verhältnisse für andere Füllkörpergrößen vorauszusagen als für diejenigen, für welche Zahlentafel 4 gilt. In ihr bedeutet  $w_{Dg}$  die günstigste Dampfgeschwindigkeit, bei welcher die vergleichsmäßige theoretische Bodenzahl den Höchstwert  $n_{tg}$  erreicht. Für RASCHIG-Ringe mit der Abmessung von 25 mm ist  $w_{Dg} = 1,1$  m/s und  $n_{tg} = 5,1$ . Ferner bedeutet 0 [m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>] die Füllkörperoberfläche je m<sup>3</sup> Füllraum.

Zahlentafel 4. Günstigste Geschwindigkeiten  $w_{Dg}$ , vergleichsmäßige theoretische Bodenzahlen  $n_{tg}$  und Berechnungsgrößen für RASCHIG-Ringe aus Porzellan.

Abmessung mm	$w_{Dg}$ m/s	$n_{tg}$	$n_{tg} \cdot w_{Dg}$	$0 \cdot w_{Dg}$
8 25 35	$0,34 \\ 1,1 \\ 1,45$	9 5,1 3,85	3 5,6 5,6	$600 \cdot 0,35 = 210 \ 220 \cdot 1,1 = 242 \ 160 \cdot 1,45 = 232$

Es ist ersichtlich, in welcher Weise mit steigender Füllkörperabmessung die günstigste Dampfgeschwindigkeit wächst und die günstigste theoretische Bodenzahl sinkt. Das Produkt  $n_{tg} \cdot w_{Dg}$  ist bei den Ringen mit den Abmessungen 25 und 35 mm gleich, während das Produkt  $0 \cdot w_{Da}$ bei den untersuchten Füllkörpern angenähert denselben Wert 240 aufweist. Mit der letztgenannten Zahl ist es möglich, aus der gegebenen zu einer beliebigen Abmessung gehörigen Füllkörperoberfläche 0 auf die günstigste Geschwindigkeit und mit dieser sowie dem Produkt  $n_{ta} \cdot w_{Da}$  auf die günstigste theoretische Bodenzahl  $n_{ta}$  schließen zu können. Auf diese Weise erhält man wenigstens angenähert Werte, welche für die Berechnung und den Betrieb erforderlich sind. Sie gelten für die Bedingung der Versuche<sup>1</sup>, bei denen die Flüssigkeit in der Blase mit etwa 10 Gew.-% Athylalkohol auf einen Destillatgehalt von im Mittel 90 Gew.-% Alkohol angereichert wurde. Das mittlere spez. Gewicht des Dampfes betrug also 1,3 kg/m<sup>3</sup>. Wie die günstigste Dampfgeschwindigkeit in Füllkörperschichten aus dem Druckverlust im Dampf bestimmt wird, geht aus Erläuterungen über den Druckverlust in Füllkörperschichten hervor (s. Abschnitt J IV 2).

Bei gegebener Konzentration  $x_B^*$  eines zu trennenden Gemisches kann nach dem in Bild 198 gezeigten Verfahren eine theoretische Boden-

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 230.

zahl  $n_t^{\times}$  ermittelt werden, welche erforderlich ist, um einen ebenfalls gegebenen Destillatgehalt  $x_E^{\times}$  zu erreichen. Ist auf Grund von Versuchsergebnissen, wie sie beispielsweise in den Bildern 199, 201 und 202 dargestellt sind, der Wirkung einer 1 m hohen Füllkörperschicht eine theoretische Bodenzahl von  $n_t$  zugeordnet, so ergibt sich für die Verstärkung zwischen den gegebenen Konzentrationen  $x_B^{\times}$  und  $x_E^{\times}$  eine Füllkörperschichthöhe in [m] von

$$H_F = \frac{n_t^{\mathsf{x}}}{n_t} \,. \tag{199}$$

Diese Beziehung liefert dann die genauesten Werte für  $H_F$ , wenn  $n_t$  als Mittelwert über den zwischen  $x_B^*$  und  $x_E^*$  liegenden Konzentrationsbereich des zu trennenden Gemisches gegeben ist. Im andern Falle begnügt man sich mit der vereinfachenden Annäherung, von der man auch bei der Bestimmung der Bodenzahl Gebrauch macht (s. Abschnitt D IV und E I), bei der lediglich die theoretische Bodenzahl als die auszumittelnde Größe auftritt, während das mittlere Verstärkungsverhältnis (s. Abschnitt D IV 3a) als unabhängig von der Konzentration und von der Beschaffenheit der Stoffe angesehen wird. Die Annäherung läuft dann darauf hinaus, daß die der Wirkung einer 1 m hohen Füllkörperschicht entsprechende vergleichsmäßige theoretische Bodenzahl  $n_t$  ebenfalls als unabhängig von der Konzentration und der Art der zu trennenden Stoffe angesehen wird. Indessen fehlen Versuchsergebnisse zu dieser Frage, aus denen man die Zuverlässigkeit dieser Annahmen ablesen könnte.

Die Versuchsergebnisse der Bilder 199, 201 und 202 gelten für eine Schichthöhe von 1 m, für welche angenommen werden kann, daß in ihr die strömenden Stoffe gleichmäßig verteilt waren. Für größere Schichthöhen treffen jedoch diese Annahmen nicht mehr zu, so daß sich dafür kleinere theoretische Bodenzahlen ergeben (s. Abschnitt J III).

# III. Bestimmung der Säulenhöhe mit Hilfe der Wärmeübergangszahl zwischen den Phasen. Flüssigkeitsverteilung in der Säule.

### 1. Bestimmung der Füllkörperschichthöhe.

Für die Rektifizierapparate mit Füllkörpersäulen gelten die gleichen Mengen- und Wärmebilanzgleichungen wie für die Austauschsäulen mit Böden. Deshalb hat auch die Gleichung 60 für die Verstärkungsgerade volle Gültigkeit für mit Füllkörpern ausgestattete Verstärkungssäulen. In der genannten Gleichung bedeutet dann  $x_D$  [Mol-%] den mittleren Gehalt an Leichtersiedendem im Dampf in einem beliebigen Säulenquerschnitt und  $x_F$  [Mol-%] den mittleren Gehalt in der Flüssigkeit im selben waagerechten Querschnitt. Die Verstärkungsgerade ist in Bild 203 zusammen mit der Gleichgewichtskurve eines idealen Gemisches in einem  $x_F$ ,  $x_D$ -Bild mit dem Ursprung  $O_1$  dargestellt. Sie verläuft zwischen den Punkten A und B. Durch einen auf der Verstärkungsgeraden liegenden Punkt C ist der Zusammenhang zwischen den Gehalten  $x_D$  und  $x_F$  in einem bestimmten Säulenquerschnitt gegeben. Sie entsprechen nicht einem Gleichgewichtszustand. Der Dampf hat vielmehr eine höhere Temperatur als die Flüssigkeit. Der Unterschied zwischen der Dampftemperatur  $t_d$  und der Flüssigkeitstemperatur  $t_F$  läßt sich mit der Annahme, daß  $t_D$  und  $t_F$  Kondensations- und Siedetemperaturen darstellen, daß also der Dampf nicht überhitzt und die Flüssigkeit nicht unter die Siedetemperatur gekühlt ist, auf die folgende Weise ermitteln. Die Siedeund Taulinie wird ebenfalls in Bild 203 eingetragen, wobei Punkt  $O_2$ als Ursprung des Bildes gewählt wird. Der Linienzug CD liefert dann bereits die zu  $x_D$  gehörige Kondensationstemperatur  $t_D$  und der Linienzug CEF die  $x_F$  zugeordnete Siedetemperatur  $t_F$ . Auch das Gefälle  $\vartheta = t_D - t_F$  ist



Bild 203. Bestimmung des Temperaturgefälles zwischen Dampf und Rücklauf.

in Bild 203 angegeben. Dieses Gefälle hat zur Folge, daß Wärme vom Dampf an die Flüssigkeit übergeht. Es kondensiert deshalb Dampf.

Die Kondensationswärme wandert in das Innere des Flüssigkeitsfilmes bis zu einer Stelle. an der die Siedetemperatur zu der dort vorhandenen Flüssigkeitskonzentration herrscht. An dieser Stelle verdampft Flüssigkeit und der neu entstandene Dampf entweicht aus der nach unten rieselnden Flüssigkeitsschicht und vermischt sich mit der übrigen Dampfmasse. Die Flüssigkeits-

grenzschicht, durch welche der neugebildete Dampf hindurchwandern muß, hat eine höhere Temperatur als die Kernmasse des Flüssigkeitsstromes. Ist die Wärme- und Stoffübergangszahl zwischen dem Dampf und seiner Berührungsfläche mit der Flüssigkeit sehr viel größer als die Wärme- und Stoffübergangszahl zwischen dieser Berührungsfläche und der Flüssigkeit, was hier vorausgesetzt ist, so kann die Temperatur und Konzentration in der Dampfmasse in einem bestimmten Querschnitt bis zur Berührungsfläche mit der Flüssigkeit als unveränderlich angesehen werden, während in letzterer selbst sich von der Berührungsfläche ab ein Temperaturabfall und ein Konzentrationsanstieg einstellt. An der Berührungsfläche befinden sich im Augenblick des Niederschlagens Flüssigkeit und Dampf im Phasengleichgewicht.

Auf die geschilderten Anschauungen aufbauend läßt sich das folgende Verfahren zur Bestimmung der Säulenhöhe und zur versuchsmäßigen Ermittlung der Wärmeübergangszahl zwischen Dampf und Flüssigkeit ableiten<sup>1</sup>, das Ergebnisse liefert, auf deren Richtigkeit aus anderweitigen Versuchsablesungen über die Flüssigkeitsverteilung in Füllkörperschichten geschlossen werden kann.

Längs einer unendlich kleinen Säulenhöhe dH werde aus der durch den Säulenquerschnitt strömenden Dampfmenge D [Mol/h] mit dem Gehalte  $x_D$  die unendlich kleine Dampfmenge dC mit dem Gehalte  $x_F^{\times}$ niedergeschlagen, was die Bildung einer unendlich kleinen Dampfmenge  $dD_v$  mit dem Gehalte  $x_D^{\times}$  aus der Flüssigkeit mit dem Gehalte  $x_F$  zur Folge hat. Dabei gelten die Gleichgewichtsbedingungen:  $x_D^{\times}/// x_F$  und  $x_F^{\times}/// x_D$ . Durch den Teilniederschlag wird die Restdampfmenge (D-dC)auf  $x_D + dx_{Dn}$  verstärkt, wobei  $dx_{Dn}$  nach Gleichung 27 wird:

$$d x_{Dn} = \frac{d C}{D} \left( x_D - x_F^{\times} \right) . \tag{200}$$

Auf die unendlich kleine Höhe dH entfällt die Füllkörperoberfläche dF, die mit ersterer durch die Beziehung verbunden ist:

$$dF = K \cdot dH \,. \tag{201}$$

Der Wert K [m] stellt also die Oberfläche eines Füllvolumens mit 1 m Schichthöhe dar. Sie ist deshalb vom Säulendurchmesser  $d_s$  [m] und von der Oberfläche O [m<sup>2</sup>] je m<sup>3</sup> Füllraum abhängig:

$$K = O \cdot \frac{d_s^2 \pi}{4} \,. \tag{202}$$

Für Porzellan-RASCHIG-Ringe von 25 mm Größe ist  $O = 220 \text{ m}^2/\text{m}^3$ . Für sie und für einen Säulendurchmesser von  $d_s = 0.5 \text{ m}$  wird

$$K = 220 \cdot \frac{0.5^2 \pi}{4} = 43.2 \text{ m}.$$

Die Mantelfläche, an der ebenfalls Flüssigkeit nach unten rieseln kann, ist im Vergleich zur Füllkörperoberfläche sehr klein. Sie macht von letzterer bei einem Säulendurchmesser von 1 m und bei RASCHIG-Ringen mit einer Abmessung von 25 mm nur 1,8% aus.

Wird die auf die Einheit der Füllkörperoberfläche bezogene Wärmeübergangszahl zwischen Dampf und Berührungsfläche mit der Flüssigkeit mit  $\alpha$  [kcal/m<sup>2</sup>·h·°C] und die molare Verdampfungswärme mit r[kcal/Mol] bezeichnet, so ist die längs dH niedergeschlagene Kondensatmenge in Anbetracht der Gleichung 201 bestimmt durch:

$$dC = \frac{K \cdot dH \cdot \vartheta \cdot \alpha}{r} \,. \tag{203}$$

Wegen der Unveränderlichkeit der molaren Verdampfungswärme ist die Niederschlagsmenge gleich der neugebildeten Dampfmenge

$$dC = dD_v, (204)$$

so daß D und die Rücklaufmenge F [Mol/h] unveränderlich sind. Aus den geschilderten Stoffaustauschvorgängen ergibt sich die für die Höhe dH geltende Mengengleichung:

$$(D - dC)(x_D + dx_{Dn}) + dD_v \cdot x_D^{\times} = x_D + dx_D, \qquad (205)$$

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> KIRSCHBAUM, E.: Die Theorie der Rektifikation in Füllkörpersäulen. Chem. Fabrik Bd. 4 (1931) S. 38, 51, 63.

worin  $dx_D$  die durch teilweisen Niederschlag und Wiederverdampfung hervorgerufene Gesamtanreicherung an Leichtersiedendem im Dampf längs der Höhe dH bedeutet.

Aus ihr folgt mit den Gleichungen 200, 203 und 204 die für die Anreicherung  $dx_D$  erforderliche Höhe:

$$dH = \frac{D \cdot r}{K} \cdot \frac{1}{x_D^{\times} - x_F^{\times}} \cdot \frac{1}{\vartheta} \cdot \frac{1}{\alpha} \cdot dx_D.$$
(206)

Strömt der Füllkörpersäule der Dampf mit einem Gehalte  $x_{DB}$  z. B. aus der Destillierblase zu und soll er von der Füllkörperschicht mit dem Destillatgehalt  $x_E$  abströmen, so ist die erforderliche Höhe aus der Beziehung

$$H = \frac{x_D = x_E}{K} \int \cdot \frac{1}{x_D^{\times} - x_F^{\times}} \cdot \frac{1}{\vartheta} \cdot \frac{1}{\alpha} \cdot dx_D$$
(207)

zu ermitteln, in welcher r und K unveränderlich sind und die Unveränderliche D durch das Produkt E(v+1) ersetzt werden kann, in dem  $E \lceil Mol/h \rceil$ 



Bild 204. Bestimmung der Rechnungsgrößen  $x_D^{\times}$  und  $x_F^{\times}$  für die gesamte Verstärkung.

die Destillatmenge darstellt. Die Bestimmung des einem beliebigen Gehalte  $x_D$  zugeordneten Konzentrationsunterschieds  $x_D^{\times} - x_F^{\times}$  ist in Bild 204 gezeigt. Der Zusammenhang zwischen den in einem beliebigen Querschnitt sich einstellenden Dampf- und Flüssigkeitskonzentrationen  $x_D$  und  $x_F$  ist durch den auf der Verstärkungsgerade liegenden Punkt C gegeben, während sowohl  $x_D$  und  $x_F^{\times}$  als auch  $x_F$  und  $x_D^{\times}$  einander zugeordnete Gleichgewichtsgehalte darstellen.

Soll in einem Blasenapparat mit Füllkörpersäule ein Zweistoffgemisch von einem Gehalt  $x_{FB}$  in der Blasenfüllung auf den Destillatgehalt  $x_E$  getrennt werden, so werden aus der Gleichgewichtskurve.

den Siede- und Taulinien des Gemisches und der Verstärkungsgeraden die Größen  $\vartheta$  und  $x_D^{\times} - x_F^{\times}$  für verschiedene zwischen  $x_{DB}$  und  $x_E$  liegende  $x_D$ -Werte bestimmt, wie es an Hand der Bilder 203 und 204 sowie im rechten Teil des Bildes 205 gezeigt ist. Der Rücklaufkondensator übe keine verstärkende Wirkung aus, so daß der aus der Füllkörpersäule aufsteigende Dampf und der auf sie aus dem Kondensator strömende Rücklauf die gleiche Zusammensetzung haben. Der aus der Blase aufsteigende Dampf mit dem Gehalte  $x_{DB}$  steht mit der Flüssigkeit in der Destillierblase mit dem Gehalt  $x_{FB}$  im Gleichgewicht. Das Rücklaufverhältnis v = F/E wird für die Füllkörpersäule auf dieselbe Art wie für die Säule mit Austauschböden (s. Abschnitt D V) ermittelt. Im linken Teil des Bildes 205 sind innerhalb der Grenzen  $x_{DB}$  und  $x_E$  die Kehrwerte von  $\vartheta$  und  $x_D^{\times} - x_F^{\times}$  sowie der Kehrwert einer mittleren gleichbleibend gedachten Wärmeübergangszahl  $\alpha$  und der Kehrwert des Produktes  $(x_D^{\times} - x_F^{\times}) \cdot \vartheta \cdot \alpha$  über  $x_D$  aufgetragen. Der schraffierte Flächenstreifen mit der Breite  $dx_D$  stellt den Wert

$$df = \frac{1}{(x_D^{\times} - x_F^{\times}) \cdot \vartheta \cdot \alpha} \cdot dx_D$$



Bild 205. Berechnungskurven für die Bestimmung der Höhe einer absatzweise arbeitenden Füllkörpersäule.

und die Fläche DEFG unterhalb der  $\frac{1}{(x_D^{\times} - x_F^{\times}) \cdot \vartheta \cdot \alpha}$ -Kurve den gesuchten Integralwert:

$$\begin{aligned}
& t = x_E \\
& f = \int \frac{1}{(x_D^{\times} - x_F^{\times}) \cdot \vartheta \cdot \alpha} \cdot dx_D \\
& x_D = x_{DB}
\end{aligned} \tag{208}$$

dar. Damit ist die Füllkörperschichthöhe bestimmt zu

$$H = \frac{D \cdot r}{K} \cdot f \,. \tag{209}$$

Auf die gezeigte Art kann nicht nur die Schichthöhe der Verstärkungs-, sondern auch der Abtriebsäule ermittelt werden<sup>1</sup>. Aus Messungen muß lediglich der Zahlenwert für die Wärmeübergangszahl bekannt sein.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 237.

# 2. Die Wärmeübergangszahl zwischen Dampf und der Berührungsfläche mit der Flüssigkeit.

Die Kenntnis der Wärmeübergangszahl zwischen Dampf und Flüssigkeit ist nicht nur für die Berechnung der Säulenhöhe nach dem vorstehend erläuterten Verfahren unerläßlich, sondern sie gibt auch durch ihre Veränderung in der Füllkörperschicht einen Anhaltspunkt über die



Zu Bild 206 und Bild 207.

Schaulinien					a	b	c	d
Rücklaufverhältnis					5,53	15,65	4,65	7,67
Dampfgeschwindigkeit $w_D$ in	n	m/s	•	•	0,163	0,116	0,192	0,256

Vollkommenheit des Austausches und über die damit zusammenhängenden Strömungsverhältnisse in den einzelnen Säulenquerschnitten. Die Wärmeübergangszahl wird aus Gleichung 206:

$$\alpha = \frac{D \cdot r}{K} \cdot \frac{1}{x_D^{\lambda} - x_F^{\lambda}} \cdot \frac{1}{\vartheta} \cdot \frac{d x_D}{d H} \,. \tag{210}$$

Wird durch Versuche der Dampfgehalt  $x_D$  in verschiedenen Höhenlagen gemessen, so sind damit nach Auftragen des  $x_D$  über H der Differentialquotient  $\frac{dx_D}{dH}$  in Gleichung 210 und aus den sonstigen Versuchsablesungen auch die übrigen Größen der rechten Seite der genannten Gleichung bekannt. Die Werte  $\vartheta$  und  $(x_D^{\times} - x_F^{\times})$  werden nach den Verfahren der Bilder 203 und 204 ermittelt. Derartige Versuchsablesungen an einer Säule mit 110 mm Durchmesser sind in Bild 206 und die dazugehörigen Auswertungen in Bild 207 wiedergegeben<sup>1</sup>. Mit besonderem

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> KIRSCHBAUM, EMIL: Neue Fragen und Erkenntnisse aus der Rektifikationstechnik. Z. VDI Bd. 75 (1931) Nr. 39.

Bedacht wurde der Rücklauf des untersuchten Gemisches Äthylalkohol-Wasser mit einem Rohr in der Mitte der Säule auf die Füllkörperschicht aufgegeben. Weil dann die obersten Füllkörperschichten nicht über den ganzen Säulenquerschnitt gleichmäßig berieselt sind, ergibt sich im obersten Teil der Säule für alle gewählten Betriebsbedingungen eine sehr kleine Wärmeübergangszahl. Mit zunehmender Rieselhöhe, welche den Abstand von der Auftreffstelle der Flüssigkeit auf die Füllkörper bis zu einem betrachteten Querschnitt darstellt, nimmt  $\alpha$  zunächst stark zu,

um an einer bestimmten Stelle einen Höchstwert zu erreichen und danach wieder sehr stark abzunehmen.

Die Ursache für diesen auffallenden Verlauf des  $\alpha$  über der Rieselhöhe findet man im wesentlichen in der Flüssigkeitsverteilung in der Füllkörperschicht. Gerade die Über-einstimmung der Meßergeb-nisse über die Flüssigkeitsverperschicht. Gerade die Überteilung und über die Wärmeübergangszahl ist ein Beweis für die Zuverlässigkeit der aufgestellten Theorie mit dem Ergebnis der Gleichung 206. In Bild 208 ist die Fließdichte, welche die in der Zeiteinheit durch 1 m<sup>2</sup> Säulenquerschnitt strömende Flüssigkeitsmenge angibt, für verschiedene Stellen der Schicht und damit in Abhängigkeit vom Abstand der Stelle von der Säulenmitte und in Abhängigkeit von der Rieselhöhe aufge-



Bild 207 a. Wärmeübergangszahl  $\alpha$  in Abhängigkeit von der Rieselhöhe (Säulendurchmesser 300 mm, 8 mm Raschig-Ringe aus Porzellan, Destillatgehalt  $\xi_{\rm E} = 93$  Gew.-% Alkohol im Äthylalkohol-Wassergemisch, Dampfgeschwindigkeit  $w_D = 0.27$  m/s).

tragen. Sie wurde aus Versuchen mit einer Säule von 110 mm Durchmesser und unter Verwendung von Wasser als Versuchsflüssigkeit erhalten. Die gleichen kennzeichnenden Versuchskurven der Bilder 206, 207 und 208 wurden übrigens auch an Säulen mit 300 mm Durchmesser erhalten<sup>1</sup> (s. Bild 207a, bisher nicht veröffentlicht). Bild 208 zeigt, daß die in der Säulenmitte durch ein Rohr aufgegebene Flüssigkeit sich mit zunehmender Rieselhöhe in Richtung zum Säulenmantel bewegt und daß große Ringe die Flüssigkeit rascher nach außen leiten als kleine. Ähnliche für verschiedene Zustände geltende Ergebnisse zeigt Bild 209, in dem die Rieselhöhe als Abszisse und als Ordinate der sogenannte Schwerpunktsabstand aufgetragen ist. Der Schwerpunkt wird gemäß Bild 209 dadurch

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> WEIMANN, M.: Untersuchungen über die Rektifikation in Füllkörpersäulen. Diss. Techn. Hochschule Karlsruhe 1932.

Kirschbaum, Destillier- und Rektifiziertechnik.

gefunden, daß die Flüssigkeitsmengen, welche durch bestimmte Kreisringe des Säulenquerschnitts fließen, als Kräfte $P_1,\,P_2,\,P_3$ usw. aufgefaßt und



Bild 208. Fließdichte in Abhängigkeit von der Rieselhöhe und vom Abstand von der Säulenmitte.

diese Kräfte im Schwerpunkt der längs einer Geraden aufgeschnittenen und gerade ausgestreckten Kreisringfläche angreifend gedacht werden.



Bild 209. Verlagerung des Schwerpunktes der Flüssigkeit in Füllkörperschichten.

Die Resultierende dieser Kräfte wirkt dann im Schwerpunktsabstand  $x_s$  vom Mittelpunkt der Säule. In der Abbildung bedeuten  $d_S$  den Säulendurchmesser und d die Abmessung der Porzellan-RASCHIG-Ringe. Aus dem Vergleich der Kurven geht hervor, daß große Ringe die Flüssigkeit stärker nach außen leiten und daß von einer gewissen Rieselhöhe ab der Schwerpunktsabstand den gleichen Wert beibehält. Einer gleichmäßigen Flüssigkeitsverteilung entspricht ein  $x_s$  von  $0,67 \cdot \frac{d_s}{2}$ . Als Versuchsflüssigkeit wurde Wasser verwendet. Die Schwerpunktsverlagerung zeigte sich als unabhängig von der Menge der aufgegebenen Rieselflüssigkeit.

Ein Grund für die festgestellte Bewegung der Flüssigkeit liegt in der Tatsache, daß sich die Füllkörper am Säulenmantel geordnet anlagern, daß größere Durchströmquer- $\mathbf{so}$ schnitte entstehen können. Bild 210 zeigt, daß sich beispielsweise Ringe vorwiegend mit der Kreisringfläche an den Mantel oder mit der Ringachse senkrecht zur Mantelfläche legen. Dadurch fehlen auch schräge Ableitungswände, welche die Flüssigkeit vom Mantel wegführen könnten. In der Schicht selbst lagern an einen Füllkörper an seiner Fläche gegen



Bild 210. Lagerung von Füllkörperringen an der Säulenwand.

den Umfang mehr Füllkörper an als gegen die Mitte, so daß auch dadurch ein Ableiten der Flüssigkeit gegen den Mantel möglich ist. Im Hinblick auf die geschilderten Erscheinungen soll das Verhältnis des

Säulendurchmessers zur Füllkörperabmessung einen bestimmten Wert, nämlich etwa 10 nicht unterschreiten. Dasselbe Ergebnis liefern auch Versuche über Druckverluste in Füllkörpersäulen (s.Abschnitt J IV). Es wird auch angegeben<sup>1</sup>, daß bei großen Säulendurchmessern die Flüssigkeit sich nicht beachtlich nach dem Säulenmantel zu bewegt.



Bild 211. Flüssigkeitsverteilung unter dem Tragrost einer Füllkörpersäule.

Stets aber ist noch eine nachteilige Erscheinung festzustellen, nämlich die der *Bachbildung*, welche von der Oberflächenspannung der Flüssigkeiten herrührt. Sie hat zur Folge, daß die Füllkörper nicht überall von der Flüssigkeit in dünner Schicht berieselt werden, sondern daß sich die Flüssigkeit mit zunehmender Rieselhöhe zu Flüssigkeitsbächen zusammenzieht. Bild 211 zeigt, wie Wasser von etwa 20° C, das

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> BAKER, THEODORE, THOMAS H. CHILTON U. HARCOURT C. VERNON: The course of liquor flow in packed towers. Amer. Inst. Chem. Engrs. 1935.


Blid 212. Erhöhung der Wärmeübergangszahl  $\alpha$  durch Einbau eines konischen Verteilerbodens. a) a-Werte oberhalb, b) unterhalb des Verteilerbodens;  $a_0$ ) Verlauf der Schaulinie ohne Verteilerboden; Rücklaufverhältnis v=8; Dampfgeschwindigkeit  $w_D =$ 

0.22 m/s; Raschig-Ringe  $8 \times 8 \text{ mm}$ aus Porzellan.



Bild 213. Konischer Verteilerboden<sup>1</sup>.

<sup>1</sup> DRP. 592906 (Herstellerin Prym & Co., Stolberg/Rhld.).

gleichmäßig in einer Menge von 200 l/h mittels einer Brause aufgegeben wurde, den Rost einer 1,5 m hohen Säule mit einem Durchmesser von 300 mm verläßt. die mit Porzellan-RASCHIG-Ringen mit 8 mm Abmessung aufgefüllt ist. Wird atmosphärische Luft mit einer Geschwindigkeit von etwa 0,5 m/s durch die Schicht gesaugt, so nimmt die Zahl der aus der Füllkörperschicht kommenden Flüssigkeitsstrahlen von 60 auf 30 ab und letztere reichern sich mehr in der Nähe des Umfanges an. Es ist möglich, daß die Bachbildung von der Füllkörpergröße und -form sowie von der Art und Menge der Rieselflüssigkeit beeinflußt wird.

Wird in der Füllkörperschicht eine Vorrichtung eingebaut, welche die nachteilige Flüssigkeitsverteilung beseitigt und die Bäche unterbindet, so wird dadurch die Wirkung verbessert. Bei der Rektifikation zeigt sich dies in einer Erhöhung der Wärmeübergangszahl. In Bild 212 gibt Linie a den gemessenen Verlauf der Wärmeübergangszahl an, welcher in denjenigen nach Linie  $a_o$  bei Betrieb ohne Anwendung einer Verteilervorrichtung übergehen würde. Der Einbau

eines konischen Verteilerbodens<sup>1</sup>, welcher in Bild 213 schematisch dargestellt ist, erhöht  $\alpha$  von 5000 auf etwa 13000 kcal/m<sup>2</sup> · h · ° C. Das

Flächenstück zwischen der Ordinate für die Rieselhöhe und der  $a_o$ -Linie einerseits sowie der b-Linie andererseits gibt einen Maßstab für die Einsparung an Säulenhöhe durch Anwendung der genannten Verteilervorrichtung. Ähnliche Versuchsergebnisse wurden an Füllkörpersäulen erhalten<sup>2</sup>, deren Durchmesser größer ist als 110 mm, für den Bild 212 gilt. Für eine gute Wirkung einer Füllkörpersäule ist deshalb nicht nur die gleichmäßige Aufgabe der Flüssigkeit mittels Brausen, Spritztellern oder Verteilerräder u. a. Bedingung. auch die gleichmäßige sondern

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Siehe Fußnote 1, S. 241.

Verteilung der Flüssigkeit in der Füllkörperschicht und die Unterbindung der Flüssigkeitsbäche.

# IV. Druckverluste in Füllkörpersäulen.

Füllkörper werden sowohl von Flüssigkeit berieselt zum Rektifizieren und zur Durchführung anderer Stoffaustauschvorgänge, als auch unberieselt zum Ausscheiden von Schwebeteilchen aus Gasen und Dämpfen benützt. Die Vorausberechnung des Druckverlustes, den der Dampf oder das Gas beim Durchströmen einer Füllkörperschicht erleidet, ist deshalb für die beiden genannten Fälle von besonderer Bedeutung, weil

nur mit ihr die Siedetemperatur in der Destillierblase eines mit einer Füllkörpersäule ausgestatteten Apparates ermittelt werden kann und die Bestimmung des Kraftbedarfes des Gebläses, welches Gase durch die Füllkörperschicht drückt, möglich ist.

### 1. Unberieselte Füllkörper.

Den größten Einfluß auf den Druckverlust hat die Gas- bzw. Dampfgeschwindigkeit w [m/s]. Als Rechnungsgröße ist für sie die im freien Säulenquerschnitt herrschende Geschwindigkeit eingeführt. Auf Grund von im Apparatebaulaboratorium der Technischen Hochschule Karlsruhe (des Verfassers) durchgeführten Versuchen<sup>1</sup> ergibt gemäß Bild 214 und 215 die Abhängigkeit des Druckverlustes von der Geschwindigkeit in einem Schaubild,



Druckverluste von Porzellan-Raschig-Ringen und Sattelkörpern in Abhängigkeit von der Luftgeschwindigkeit. Schichthöhe 1 m.

in welchem auf den Koordinaten die Werte in doppeltlogarithmischem Maßstab aufgetragen sind, eine Gerade. Die Versuche wurden an einer Säule mit  $d_S = 300$  mm Durchmesser und mit atmosphärischer Luft mit einer Dichte von 1,2 kg/m<sup>3</sup> durchgeführt. Für Porzellanringe mit einer Abmessung von 8 bis 25 mm wächst danach der Druckverlust

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> MACH, E.: Druckverluste und Belastungsgrenzen von Füllkörpersäulen. VDI-Forsch.-Heft 375 (Nov./Dez. 1935). Berlin: VDI-Verlag G. m. b. H.

im Mittel mit  $w^{1,85}$  und für Sattelfüllkörper mit derselben Abmessung mit  $w^{1,82}$ . Im allgemeinen nimmt mit abnehmender Füllkörperabmessung der Exponent der Geschwindigkeit ab, indem gleichzeitig der Druckverlust wächst. Dies geht aus Bild 216 hervor, in dem der Druck-



Bild 215. Druckverluste von verschiedenen Prym-Körpern in Abhängigkeit von der Luftgeschwindigkeit. Schichthöhe I m. verlust über dem Kehrwert der Füllkörperabmessung d [m] aufgetragen ist. Das Steigen des Druckverlustes mit abnehmender Füllkörperabmessung bei sonst gleichen Bedingungen hat

allgemein und damit auch bei berieselten Füllkörpern Gültigkeit. Die Zähigkeit des Gases hat auf Grund theoretischer Betrachtungen nur einen äußerst geringen Einfluß auf den Druckverlust. Versuchsmäßig konnte er überhaupt nicht festgestellt werden. Das spezifische Gewicht $\gamma$ [kg/m<sup>3</sup>] des Gases oder der Dämpfe spielt jedoch eine große Rolle, wie die in Bild 217 wiedergegebenen Versuchsergebnisse zeigen. Bedeutet H die Füllkörperschichthöhe in m, so kann zusammenfassend der Druckverlust AP von unberieselten Porzellan-

RASCHIG-Ringen mit Abmessungen von 8 bis 25 mm durch die Beziehung

$$\Delta P = 0.27 \cdot H \cdot \frac{w^{1.85} \cdot \gamma^{0.83}}{d^{1.27}} \,[\text{mm W.-S.}]$$
(211)

und für Porzellan-Sattelfüllkörper von denselben Abmessungen durch die Gleichung

$$\Delta P = 0.13 \cdot H \cdot \frac{w^{1.82} \cdot \gamma^{0.83}}{d^{1.4}} \,[\text{mm W.-S.}]$$
(212)

wiedergegeben werden. Danach ergibt sich für 25 mm-RASCHIG-Ringe (d = 0.025 m) aus Porzellan je m Schichthöhe (H = 1 m) und für atmosphärische Luft  $(\gamma = 1.2 \text{ kg/m}^3)$  ein Druckverlust von  $\Delta P = 33 \text{ mm W.-S.}$  Die einzelnen Größen müssen stets in den angegebenen Meßeinheiten beim Gebrauch der Gleichungen 211 und 212 eingeführt werden. Der Druckverlust eines zweckmäßig gebauten Rostes beträgt etwa 20% von

dem einer 1 m hohen Schicht. Dieser Zahlenwert gilt auch angenähert für berieselte Füllkörper. Verschmutzungen und schon ein geringer Anteil an zerbrochenen Körpern können den Druckverlust leicht um 20 bis 40% steigern. Bei einem Versuch ergab ein Anteil von 2% an zerbrochenen Körpern eine Druckverluststeigerung um 20%.



Bild 216. Druckverluste von Füllkörpern in Abhängigkeit vom Kehrwert der Füllkörperabmessung d. Luftgeschwindigkeit 1 m/s. Schichthöhe 1 m.

Je kleiner das Verhältnis z des Säulendurchmessers  $d_S$  zur Füllkörperabmessung d ist, einen um so größeren Strömungsquerschnitt



Bild 217. Druckverluste von Raschig-Ringen 8×8mm und von Sattelkörpern 10×10 mm in Abhängigkeit von dem spez.Gewicht des Gases; Gasgeschwindigkeit 1 m/s, Schichthöhe 1 m.

lassen die Füllkörper an der Säulenwand frei, um so mehr Luft strömt an der Wand entlang. Dieser Einfluß der *Randgängigkeit*<sup>1</sup> wirkt sich dahingehend aus, daß der Druckverlust nach Unterschreiten des Verhältnisses von etwa z=10 beachtlich abnimmt<sup>2</sup>. Aus diesem Grunde soll dieses Zahlenverhältnis beim Entwurf von Füllkörpersäulen nicht unterschritten werden.

Die Bestimmung des Druckverlustes in Füllkörperschichten wird durch Anwendung der Kurventafel V<sup>3</sup> im Anhang besonders einfach, in welcher die Berechnungsgleichungen zeichnerisch ausgewertet sind.

### 2. Berieselte Füllkörper.

Der Druckverlust berieselter Füllkörper ist größer als derjenige trockener Füllkörper. Er steigt mit zunehmender Rieselmenge, wenn

- <sup>1</sup> Dieses Wort wurde auf Vorschlag von Dr. HEGELMANN gewählt.
- <sup>2</sup> Siehe Fußnote 1, S. 245.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Aufgestellt von E. MACH auf Grund von im Apparatebaulaboratorium der Technischen Hochschule Karlsruhe durchgeführten Versuchen.

auch der Haupteinfluß durch die Gas- oder Dampfgeschwindigkeit gegeben ist, welche auf den freien Säulenquerschnitt bezogen wird. Bild 218 zeigt<sup>1</sup>, daß der Druckverlust zunächst mit steigender Geschwindigkeit w bis zu einem Werte wächst, an dem die Versuchslinien einen Knick aufweisen. Dieser erste Knick gibt die *untere Grenzgeschwin*-



Bild 218. Druckverluste von berieselten Porzellan-Raschig-Ringen 15×15mm und Sattelkörpern 25×25mm in Abhängigkeit von der Luftgeschwindigkeit. Schichthöhe 1m, Rieselflüssigkeit: Wasser.

none 1 m, Rieseliussigkeit: Wasser. a ohne Berieselung, b 1 m<sup>3</sup>/m<sup>2</sup>h Berieselung, c 2 m<sup>3</sup>/m<sup>2</sup>h Berieselung, d 4 m<sup>3</sup>/m<sup>2</sup>h Berieselung, e 8 m<sup>3</sup>/m<sup>2</sup>h Berieselung, f 12 m<sup>3</sup>/m<sup>2</sup>h Berieselung. *digkeit*  $w_u$  an, von der ab sich die Flüssigkeit im Innern der Schicht zu stauen beginnt. Eine große Zahl von Versuchen mit verschiedenen Füllkörpern, Gasen und Flüssigkeiten ergab, daß diese Geschwindigkeit stets einem Druckvon 50bis verlust 70 mm W.-S. je m Schichthöhe entspricht. Da auf Grund weiterer Beobachtungen<sup>2</sup> die günstigste Wirkung in Rektifiziersäulen dann auftritt, wenn der Druckverlust etwa 50 bis 70 mm W.-S./m beträgt, ist es zweckmäßig, die Belastung mittels eines Druckverlustanzeigers so einzustellen, daß der Druckverlust den genannten Werten entspricht oder unter Einschluß eines Sicherheitszuschlages etwas unter den angeführten Werten liegt. Mit steigender Geschwindigkeit über den Wert  $w_u$  hinaus nimmt gemäß Bild 218 der Druckverlust stärker zu als bei  $w < w_u$ . Versuchskurven einen bis die zweiten Knick aufweisen, welcher eine obere Grenzgeschwindigkeit wa angibt. Von dieser Belastung ab wird sehr viel Flüssigkeit im Innern der Schicht gestaut und zum Teil nach oben gerissen. Über den Füllkörpern bildet sich eine sprudelnde Flüssigkeitsschicht. Für den praktischen

Betrieb kommen nur die Geschwindigkeiten in Betracht, welche unterhalb der unteren Grenzgeschwindigkeit  $w_u$  liegen. Deshalb ist diese für verschiedene Füllkörper in Abhängigkeit von der (in m<sup>3</sup> je m<sup>2</sup> Säulenquerschnitt und je Stunde angegebenen) Rieselmenge in Bild 219 aufgetragen. Für Porzellan-RASCHIG-Ringe mit einer Abmessung von 25 mm, welche von atmosphärischer Luft umströmt sind, liegt  $w_u$  um 1 m/s. Der Bereich für  $w \langle w_u$  wird auch mit Hauptgeschwindigkeitsbereich bezeichnet.

<sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 245. <sup>2</sup> Siehe Fußnote 1, S. 241.

Die in den Bildern 218 und 219 enthaltenen Versuchsergebnisse gelten für den Fall, daß die Flüssigkeit gleichmäßig in der Schicht verteilt ist. Sie wurden an einer Säule mit 300 mm Durchmesser erhalten, auf welche die Flüssigkeit mittels eines Verteilerrades aufgegeben wurde. Bei ungleichmäßiger Flüssigkeitsverteilung, besonders bei Bachbildung, kann der Druckverlust gegenüber dem bei gleichmäßiger Flüssigkeitsverteilung kleiner werden. Indessen kann dieser Einfluß<sup>1</sup> im Hinblick



Bild 219. Untere Grenzgeschwindigkeiten einiger Füllkörper in Abhängigkeit von der Berieselungsmenge. Berieselungsflüssigkeit: Wasser, Gas: Luft.

darauf vernachlässigt werden, daß die Genauigkeit der Vorausberechnung des Druckverlustes von berieselten Säulen nicht so groß ist wie bei trockenen Füllkörpern, weil im erstgenannten Falle eine dichtere Schichtung oder Verschmutzung den Druckverlust mehr erhöhen als in unberieselten Füllkörperschichten.

Neben der Rieselmenge hat auch die Zähigkeit der Flüssigkeit einen Einfluß auf den Druckverlust. Er läßt sich für das Hauptgeschwindigkeitsgebiet am einfachsten aus der Grundgleichung

$$\Delta P = k_b \cdot H \cdot w^n \text{ mm W.-S.}$$
(213)

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 245.

berechnen, in der  $k_b$  die Widerstandszahl für berieselte Füllkörper bedeutet. Sie stellt den Druckverlust für eine Schichthöhe von 1 m und eine Gasgeschwindigkeit von 1 m/s dar und ist auf Grund von Versuchsergebnissen<sup>1</sup> aus der Beziehung zu errechnen:

$$k_b = k_i + 0,005 \, k_i^{\prime \prime \prime } \tilde{B}. \tag{214}$$

*B* bedeutet die Rieselmenge in m<sup>3</sup>/m<sup>2</sup>·h und  $k_i$  die Widerstandszahl der benetzten (befeuchteten, nicht berieselten) Füllkörper, also für B=0. Sie ist vom Druckverlust trockener Füllkörper, vom spez. Gewicht  $\gamma$  [kg/m<sup>3</sup>] des Gases oder der Dämpfe und von der Zähigkeit der Flüssigkeit abhängig:

$$k_i = k_t \cdot \gamma^{0,83} \cdot (1 + 0,124 \cdot E). \tag{215}$$

In dieser Gleichung bedeutet E die Zähigkeit der Flüssigkeit in ° Engler sowie  $k_t$  die Widerstandszahl der trockenen Füllkörper. Letztere stellt den Druckverlust in mm W.-S. dar für 1 m Schichthöhe trockener Füllkörper, für eine Geschwindigkeit von w = 1 m/s und für ein spez. Gewicht des Gases von  $\gamma = 1$  kg/m<sup>3</sup>. Sie kann für Ringe und Sättel mit den Gleichungen 211 und 212 berechnet werden. Ist die Zähigkeit in Poisen ( $\eta$  in g·cm<sup>-1</sup>·sek<sup>-1</sup>) gegeben, dann wird:

$$k_i = k_t \cdot \gamma^{0,83} \,(1+1,25 \cdot \eta).$$
 (215 a)

Der Geschwindigkeitsexponent n in Gleichung 213 hat im Mittel den Wert 1,9<sup>2</sup>. Bei Berieselung mit Wasser kann

$$k_i = 1,4 k_t$$
 (215 b)

gesetzt werden.

Bei der Ermittlung des Druckverlustes in berieselten Füllkörperschichten geht man derart vor, daß man zuerst die Widerstandszahl  $k_t$ für trockene Füllkörper mit Hilfe der Gleichungen 211 und 212 berechnet, daraus mit Gleichung 215, 215a oder 215b die Zahl  $k_i$  und mit Hilfe der Gleichung 214 die Widerstandszahl  $k_b$  bestimmt, welche nach Gleichung 213 den Druckverlust liefert.

Den Niederschlag der erläuterten Versuchsergebnisse und Berechnungsgleichungen bildet die Kurventafel V, welche aus 4 Teiltafeln besteht, die gestatten, ohne Rechnung den Druckverlust für gegebene Verhältnisse zu bestimmen. Die Tafel gilt wie die aufgeführten Gleichungen nur für den Hauptgeschwindigkeitsbereich  $(w \leq w_u)$  und damit nur für diejenigen Fälle, bei denen der Druckverlust je m Schichthöhe höchstens 50 bis 70 mm W.-S. beträgt. Diese umfassen aber dasjenige Geschwindigkeitsgebiet, welches allein praktisch interessiert.

Beispiel: Durch eine mit Porzellan-RASCHIG-Ringen mit einer Abmessung von 25 mm gefüllte Säule mit 1 m Durchmesser strömen stündlich 2300 m<sup>3</sup> Gas, das ein spez. Gewicht von  $\gamma = 0.8$  kg/m<sup>3</sup> besitzt. Es werden stündlich 16 m<sup>3</sup> Flüssigkeit mit einer Zähigkeit von 6° E aufgegeben. Die Geschwindigkeit errechnet sich damit zu w = 0.82 m/s und die Rieselmenge zu B = 20.5 m<sup>3</sup>/m<sup>2</sup>·h. In der Kurventafel V ergibt der gestrichelt gezeichnete Linienzug einen Druckverlust von 53 mm W.-S. je m Schichthöhe. Ausgehend von der gegebenen Füllkörpergröße wird

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 245.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Siehe Zahlentafel 3 der Arbeit nach Fußnote 1, S. 245.

durch den angegebenen Linienzug in Teiltafel 1 das spez. Gewicht des Gases, in Teiltafel 2 die Zähigkeit der Flüssigkeit, in Teiltafel 3 die Rieselmenge und in Teiltafel 4 die Gas- oder Dampfgeschwindigkeit berücksichtigt. Auf der Ordinate der letztgenannten Teiltafel wird der gesuchte Druckverlust abgelesen.

Es zeigt sich, daß in Übereinstimmung mit den Ergebnissen des Bildes 219 mit steigender Füllkörperabmessung auch die untere Grenzgeschwindigkeit steigt, bei der sich die beste Rektifizierwirkung ergibt. Bei gegebener Leistung wird deshalb bei großen Füllkörperabmessungen der Säulenquerschnitt kleiner als bei kleinen Füllkörpern. In umgekehrter Richtung verändert sich aber gemäß Bild 202 die erforderliche Füllkörperhöhe. Außer dem Vorliegen sehr großer Leistungen kann auch Verschmutzungs- und Verstopfungsgefahr die Wahl großer Füllkörper als zweckmäßig erscheinen lassen.

# K. Ausführung von Einzel- und Zubehörteilen.

# I. Wärmeaustauscher.

Neben der Austauschsäule bilden Wärmeaustauschapparate die Hauptteile eines Rektifizierapparates. Wie bei der einfachen Destillierblase



Bild 220. Destillierblase eines stetig arbeitenden Rektifizierapparates mit Heizschlange (C. Canzler, Düren, Rhld.).

muß auch beim absatzweise und beim stetig arbeitenden Rektifizierapparat in einer *Destilliereinrichtung* aus Flüssigkeit Dampf erzeugt werden. Die Bilder 43, 46, 47, 48 und 54 zeigen beispielsweise Ausführungen von Destillierblasen, wie sie vornehmlich beim Blasenapparat oder beim absatzweise arbeitenden Apparat verwendet werden. Für die stetig arbeitenden Rektifizierapparate mit Verstärkungs- und Abtriebsäule ist zu ergänzen, daß dann, wenn der Ablauf aus Wasser besteht, meist Wasserdampf als Heizmittel durch gelochte Rohre in die Ablaufflüssigkeit unter dem untersten Boden der Abtriebsäule eingeblasen wird. Sollen Ablauf und Heizdampf nicht miteinander in Berührung kommen, so kann bei kleineren Leistungen eine Heizschlange (s. Bild 220) oder bei größeren zu erzeugenden Dampfmengen ein Heizkörper mit geraden Rohren verwendet werden, der unmittelbar unter der Rektifiziersäule angeordnet ist. Durch Anordnung eines weiten Fallrohres im Heizkörper gemäß Bild 221 ist ein Flüssigkeitsumlauf ermöglicht. Der scheinbare



Bild 221. Destilliereinrichtung eines stetig arbeitenden Rektifizierapparates, bestehend aus einem unter der Säule angeordneten Heizkörper mit geraden senkrechten Rohren (C. Canzler, Düren, Rhld.).

Flüssigkeitsstand wird durch einen Regler auf gleicher Höhe gehalten, indem ein in der Ablaufleitung eingebautes Regelventil von einem Schwimmer betätigt wird. Bild 222 zeigt einen neben der Trennsäule angeordneten Heizkörper mit senkrechten Rohren, der für sehr große Leistungen in Frage kommt. Auch in ihm findet ein den Wärmeübergang fördernder Flüssigkeitsumlauf statt. Durch ein in die Rücklaufleitung eingebautes Regelventil kann derjenige scheinbare Flüssigkeitsstand eingestellt werden, bei dem sich die größte Leistung ergibt<sup>1</sup>. Der scheinbare Flüssigkeitsstand stellt sich in einem Rohr ein, welches unten mit dem Raum unter dem unteren Einwalzboden und oben mit dem Raum über dem oberen Einwalzboden verbunden ist.

Die aus der Säule kommenden Dämpfe werden ganz oder teilweise im *Rücklaufkondensator* niedergeschlagen, der entweder unmittelbar auf die Säule aufgesetzt oder neben ihr angeordnet ist. Für den erstgenannten Fall zeigen die Bilder 223 und 224 Ausführungen mit senkrechten und waagerechten Rohren. In besonderen Fällen (z. B. Spiritusindustrie)

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe dazu DRP. Nr. 620997 (Canzler, Düren).

werden diese aus Kupfer ausgeführt und in Gußwände eingewalzt (Bild 224). Auch dann, wenn der Rücklaufkondensator getrennt von der Säule aufgestellt wird, kommen die beiden genannten Anordnungen



Bild 222. Destilliereinrichtung eines stetig arbeitenden Rektifizierapparates, bestehend aus einem neben der Säule angeordneten Heizkörper mit senkrechten langen Rohren (C. Canzler, Düren, Rhld.)

in Frage. Bild 54 zeigt beispielsweise einen getrennt aufgestellten Rücklaufkondensator mit geraden Rohren.

Als Schlußkühler werden bei mittleren und größeren Leistungen Wärmeaustauscher mit geraden Rohren<sup>1</sup> (s. Bild 54) und für kleinere Ausführungen Schlangenkühler (s. Bild 197) verwendet. Die Größe der Wärmeaustauschfläche der zu einem Rektifizierapparat gehörigen Wärmeaustauscher kann mittels bekannter Unterlagen<sup>1</sup> errechnet werden.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 105.



Bild 223. Auf die Verstärkungssäule aufgesetzter Rücklaufkondensator mit senkrechten Rohren (Zimmermann & Jansen, G. m. b. H., Düren, Rhld.).



Bild 224. Auf die Verstärkungssäule aufgesetzter Rücklaufkondensator mit waagerechten Rohren (Apparatebauanstalt Eisenach, Küstrin).

# II. Regeleinrichtung.

Unter den Zubehörteilen kommt der Einrichtung eine besondere Bedeutung zu, durch welche die Leistung auf einer gewünschten Höhe gehalten wird. Je größer die Dampfgeschwindigkeit und damit die Leistung ist, um so größer ist auch der Druckverlust in dem durch die



Bild 225. Selbsttätig arbeitender Dampfdruckregler (Maschinenbau-Akt.-Ges. Golzern-Grimma, Grimma, Sa.).

Rektifiziersäule strömenden Dampf. Der Druckunterschied zwischen dem Dampfraum in der Destillierblase einerseits und im Kondensator andererseits ist deshalb ein Maßstab für die augenblickliche Belastung des Apparates. Steht beispielsweise der Schlußkühler einer mit Böden ausgestatteten Säule mit der Atmosphäre in Verbindung, so läuft die *Leistungsregelung* auf eine Gleichhaltung des Überdruckes im Dampfraum der Destillierblase gegenüber der Atmosphäre hinaus. In vielen Fällen besteht der Ablauf aus Wasser. Dafür hat sich der in Bild 225 dargestellte Schwimmerregler durch seine genaue Regelung bewährt. Auf den Flüssigkeitsspiegel im unteren Gefäß wirkt der Überdruck in der Destillierblase, der durch ein besonderes Standrohr angezeigt wird und für den auch der Höhenunterschied zwischen den Flüssigkeitsspiegeln im unteren und oberen Behälter des Reglers ein Maß ist. Letztere sind durch ein Ausgleichsrohr miteinander verbunden. Will der Druck in der Destillierblase steigen, so steigt auch der Spiegel im oberen Flüssigkeitsbehälter. Der in ihm untergebrachte Schwimmer betätigt dann über einen Hebel ein in die Dampfzufuhr eingebautes Regelventil und läßt weniger Dampf zur Destillierblase strömen. In umgekehrter Richtung verläuft der Regelvorgang dann, wenn der in der Destillierblase herrschende Überdruck unter einen bestimmten Sollwert sinken will. Um die Soll-Leistung verändern zu können, ist der obere Flüssigkeitsbehälter in senkrechter Richtung verstellbar angeordnet.

Weil bei Füllkörpersäulen Wirkung und Druckverlust in einer bestimmten Beziehung zueinander stehen (s. Abschnitt J II IV), ist es empfehlenswert, auch bei diesen Säulen den Druckverlust auf der Höhe zu halten, bei der sich die günstigste Wirkung ergibt.

# L. Molekulardestillation.

Die Molekulardestillation unterscheidet sich von der üblichen Destillation dadurch, daß die Verdampfung einer Flüssigkeit unter solchen Bedingungen vorgenommen wird<sup>1</sup>, bei denen letztere nicht siedet. Der Dampf entweicht dann der Flüssigkeitsoberfläche etwa so, wie wenn Flüssigkeit in einen Gasstrom hinein verdunstet. Die größte Verdampfungsgeschwindigkeit V [g/sec · cm<sup>2</sup>], bis zu der ein Sieden nicht eintritt, ist vom Druck p [mm Q.-S.], dem Molekulargewicht  $\mu$  des Stoffes und seiner absoluten Temperatur T [°K] abhängig<sup>2</sup>:

$$V = 5.83 \cdot 10^{-2} \cdot p \cdot \sqrt{\frac{\mu}{T}}.$$
 (216)

Für Triolein, welches bei 250° K einen Dampfdruck von 0,0043 mm Q.-S. besitzt, wird  $V = 0,0326 \cdot 10^{-2} \text{ g/sec} \cdot \text{cm}^2$ , so daß theoretisch auf einer Fläche von 100 cm<sup>2</sup> etwa 2 g in der Minute verdampft werden können.

Die Erreichung der durch die Bedingung 216 bestimmten idealen Verdampfungsgeschwindigkeit ist jedoch an eine bestimmte Bedingung geknüpft, daß nämlich alle Dampfmoleküle, welche die Flüssigkeitsoberfläche verlassen, nicht zu ihr zurückkehren. Dies ist nur möglich, wenn sie auf ihrem Wege aufgefangen, d. h. an einer Kühlfläche niedergeschlagen werden. Dadurch ist die Geschwindigkeit der molekularen Destillation durch die Geschwindigkeit der Kondensation bedingt. Die Lage der Kondensationsfläche in Bezug auf die Verdampfungsfläche und die übrigen Bedingungen müssen deshalb so beschaffen sein, daß die für die Gültigkeit der Gleichung 216 genannten Bedingungen möglichst weitgehend erfüllt sind. Dies wird dadurch

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> FAWCETT, E. W.: Molekular-Destillation. Kolloid-Z. Bd. 86 (1939) Heft 1.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> LANGMUIR, I.: Phys. Rev. Bd. 8 (1916) S. 149.

erreicht, daß Verdampfungs- und Kondensationsfläche parallel zueinander angeordnet und ihr Abstand so groß gewählt wird, daß er etwas kleiner ist als die mittlere freie Weglänge der Moleküle. Diese hängt vom Druck und vom Molekulargewicht des Stoffes ab. Mit sinkendem Druck nimmt die freie Weglänge zu. Bei der praktischen Ausübung der Molekulardestillation hält man einen Druck von etwa  $10^{-4}$  mm Q.-S. in dem freien Raum zwischen Verdampfungs- und Kondensationsfläche aufrecht. Dies führt zu einer Verwendung des Abstandes zwischen den beiden genannten Flächen von 2 bis 3 cm. Die Aufrechterhaltung des genannten Druckes über der Verdampfungsoberfläche ist nur möglich. wenn die Dämpfe von der Stelle ihres Entstehens bis zu derienigen ihrer Kondensation einen entsprechend kleinen Weg zurückzulegen haben, der bei der gekennzeichneten Lage der Verdampfungs- und Kondensationsfläche 2 bis 3 cm lang ist. Die Menge der aus der Flüssigkeit ausgeschiedenen Gase muß entsprechend klein sein, was eine Vorentgasung notwendig macht. Aber selbst dieser kleinen Gasmenge muß ein kurzer Weg von der Flüssigkeitsoberfläche bis zum Anschluß der Vakuumerzeugungseinrichtung an der Destilliervorrichtung zur Verfügung stehen. Möglicherweise in dem zu destillierenden Stoff enthaltenes Wasser oder leicht verdampfende Flüssigkeiten müssen ebenfalls in einem besonderen der eigentlichen Destillation vorgeschalteten Arbeitsgang unter Vakuum ausgetrieben werden. Auch der Temperaturunterschied zwischen Verdampfungs- und Kühlfläche muß groß genug sein, um den gesamten erzeugten Dampf niederschlagen zu können. Im allgemeinen genügt ein Temperaturunterschied von 100° C. Beachtet man, daß die Moleküle die Flüssigkeitsoberfläche, welche der Verdampfungsoberfläche gleich ist, unter verschiedenen Winkeln verlassen, so ist einzusehen, daß unter den Bedingungen der Molekulardestillation bestenfalls 90% der idealen Verdampfungsgeschwindigkeit erreicht werden können.

Wenn auch Moleküle zwischen den Verdampf- und Kühlflächen gegenseitig aufeinandertreffen können, so verläuft doch der Hauptfluß der Moleküle in einer Richtung. Es gibt deshalb keinen eigentlichen stationären Druck der destillierenden Moleküle und auch kein Gleichgewicht zwischen den beiden Phasen. Unter den Bedingungen der Molekulardestillation gibt es daher auch keine bestimmte Destillationstemperatur, die man mit der einem bestimmten Druck zugeordneten Siedetemperatur vergleichen könnte. Die Destillation ist bei jeder Temperatur möglich und die Bestandteile verdampfen unabhängig voneinander. Der Einfluß einer Temperaturerhöhung der destillierenden Flüssigkeit zeigt sich lediglich in einer Vergrößerung der Destillationsgeschwindigkeit.

Mit der Molekulardestillation ist es möglich, Flüssigkeit zu destillieren, die sich bei den Temperaturen und Verhältnissen der üblichen Destillation und Rektifikation zersetzen oder überhaupt nicht destillieren würden. Dies ist nicht nur eine Folge des niederen absoluten Druckes, sondern auch der Tatsache, daß die Moleküle zwischen Verdampfungs- und Kühlfläche nur wenig aufeinanderstoßen können, da sie sich im wesentlichen nur nach einer Richtung bewegen. Durch Molekulardestillation werden beispielsweise aus Mineralölrückständen Sonderöle und Fette bereitet. Sie hat sich als brauchbar bewährt für die Trennung der Bitumina und von Steinkohlenteerprodukten sowie für die Behandlung aller Triglyzeridöle, ferner bei der Herstellung von Vitaminen.

Die Molekulardestillation kann absatzweise und stetig durchgeführt werden, wenn auch ihre Vorteile bei der zweitgenannten Arbeitsweise am vollkommensten zur Geltung kommen. Bild 226 zeigt den Aufbau



Bild 226. Molekular-Destillationsrohr für stetigen Betrieb. (Jenaer Glaswerk Schott u. Gen., Jena).

des Destillationsrohres eines stetig arbeitenden Apparates aus Glas. Die vorentgaste Flüssigkeit wird auf die Außenfläche eines von innen elektrisch beheizten Rohres aufgegeben und fließt zu einem Film ausgebreitet nach unten. Der Rückstand läuft vom unteren Ende des Rohres ab, an dem auch die Temperatur mittels eines Thermoelementes gemessen wird. Das Destillat wird an der wassergekühlten, gleichachsig mit dem Heizrohr angeordneten Zylinderfläche niedergeschlagen und wird am unteren Ende des Kühlmantels aufgefangen. Der Gesamtaufbau eines stetig arbeitenden Molekulardestillationsapparates geht aus Bild 227 Die gesamte Heizwärme wird hervor. der Glasapparatur mittels elektrischen Stromes zugeführt, indem die Mäntel der Vorentgaser (B, C) mit einer Heizwicklung versehen werden, das Destillationsrohr (E) mit Strom gespeist wird und auch die Diffusionspumpen (K, L)elektrisch beheizt sind. Kühlwasser muß dem Destillationsrohr und den Diffusionspumpen zur Verfügung stehen. Sowohl den Diffusionspumpen als auch der (Öl-Rotations-) Vorpumpe sind mit flüssiger Luft gefüllte Ausfriergefäße vorgeschaltet, die verhindern, daß Dämpfe in die Pumpen gelangen. Mit der Anlage nach Bild 227 kann eine Flüssigkeit in zwei Teile getrennt werden. Ist eine

Zerlegung in mehr als zwei Bestandteile verlangt, so werden mehrere Destillationsrohre hintereinander geschaltet, so daß der von einem Destillationsrohr ablaufende Rückstand dem folgenden Destillationsrohr als Aufgabeflüssigkeit zuströmt. Stetig arbeitende Molekulardestillationsapparate aus Glas weisen im allgemeinen eine stündliche Leistung<sup>1</sup> von 50 bis 250 g Destillat auf.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Nach Unterlagen des Jenaer Glaswerkes Schott u. Gen., Jena.



Bild 227. Plan eines stetig arbeitenden Molekular-Destillationsapparates mit einem Destillationsrohr. Jenaer Glaswerk Schott u. Gen., Jena).

Die zu zerlegende Flüssigkeit gelangt vom Vorratskolben A zunächst in zwei elektrisch beheizte Vorentgaser B und C, wovon der erste mit Raschig-Ringen aus Glas gefüllt ist. In den zweiten wird die Flüssigkeit über einen Glasfilterkegel aufgegeben. Mittels des Verteilers D wird die Flüssigkeit zu einem Film auf der Außenfläche des Heizrohres E mit einer Länge von 400 mm ausgebreitet das vom Kühlmantel F umgeben ist. Der Rückstand sammelt sich im Behälter G und das Destillat im Behälter H. Die Vorentgaser sind über Ausfriertaschen J, die in Dewar-Gefäße mit flüssiger Luft eintauchen, an die zur Vor-Vakuumpumpe führende Leitung angeschlossen. Die Öldiffusionspumpen K und L, welche zusammen das Hochvakuum erzeugen, sind über die Ausfriertasche M mit dem Destillator verbunden. Das Hauptrohrsystem 1 wird meist an Ort und Stelle aus Duran-Glasrohr von 15—16 mm Außendurchmesser zusammengesetzt. Am tiefsten Punkt der Hauptleitung ist ein Hahn N vorgesehen, aus dem das im Rohrsystem sich etwa ansammelnde Öl abgelassen werden kann.

# M. Anhang<sup>1</sup>.

# I. Gleichgewichtszustände von Zweistoffgemischen.

(Abhängigkeit der Dampfzusammensetzung und der Siedetemperatur von der Flüssigkeitszusammensetzung bei konstantem Druck p.)

Der leichter siedende Stoff ist stets der erstgenannte.

Die Zahl der Numerierung der Stoffpaare in den folgenden Zahlentafeln bedeutet die Zahl, welche der Gleichgewichtskurve desselben Stoffpaares in den Kurventafeln I, II, III und IV beigeschrieben ist.

# Kurventafel I.

#### Tetrachlorkohlenstoff-Äthylazetat<sup>2</sup>. n = 745 mm Q.-S.

2. Äthylbromid-Benzol<sup>2</sup>.

#### p = 760 mm Q.-S.

1	•				
Gew% Tetrachlor- kohlenstoff i. d. Flüssigkeit	Gew% Tetrachlor- kohlenstoff im Dampf	$\operatorname{Siedetemp}_{C}$	Gew% Äthylbromid i. d. Flüssig- keit	Gew% Äthylbromid im Dampf	Siedetemp. ° C
0	0	76,50	0	0	80.25
10	10,7	76,06	10	26,6	74,86
20	21,1	75,56	20	46,8	70,00
30	31,2	75,10	30	61,4	65,39
40	41,2	74,74	40	72,0	60,84
<b>50</b>	51,1	74,35	50	80,4	56,52
60	60,4	74,07	60	86,4	52,59
70	70,4	74,10	70	91,0	48,78
80	80,4	74,34	80	94,6	45,10
90	90,2	74,89	90	97,6	41,49
100	100	75,92	100	100	38,38

#### 3. Chloroform - Methylalkohol<sup>2</sup>.

p = 757 mm Q.-S., ausgezeichneter Punkt: 87,4 Gew.-% Chloroform, 53,43° C.

Gew% Chloroform i. d. Flüssigkeit	Gew% Chloroform im Dampf	$\overset{{\rm siedetemp.}}{\overset{\circ}{\rm C}}$	Gew% Chloroform i. d. Flüssigkeit	Gew% Chloroform im Dampf	Siedetemp. ° C
0	0	64,86	60	78,0	55,94
10	25,2	64,05	70	81,5	54,52
<b>20</b>	41,7	62,38	80	84,2	<b>53</b> ,66
30	54,1	60,68	90	88,7	53,65
40	64,0	59,07	100	100	61,37
50	72,3	57,52			

<sup>1</sup> Ich danke meinem Mitarbeiter, Herrn Dipl.-Ing. KARL KIENZLE, für seine wertvolle Mitarbeit bei der Aufstellung der Kurventafeln I, II, III und IV sowie der dazugehörigen Zahlentafeln des Anhanges.

<sup>2</sup> TYRER, DAN.: Latent heats of vaporisation of mixed liquids. J. chem. Soc. Trans. Lond. Bd. 101 (1912) S. 81 u. 1104.

#### Kurventafel I.

		J			
p = 760  mm	n QS., aus	gezeichneter	Punkt: 28,0 Gev	v% Alkohol,	70,8° C.
Gew % Alkohol i. d. Flüssigkeit	Gew% Alkohol im Dampf	Siedetemp. ° C	Gew% Alkohol i. d. Flüssigkeit	Gew% Alkohol im Dampf	${\stackrel{ m Siedetemp.}{\circ}} {\stackrel{ m c}{ m C}}$
0,5	3,7	83,4	45,6	31,9	71,0
0,8	5,6	81,6	53,5	35,3	71,3
1,0	9,7	78,7	$58,\! 6$	37,0	71,4
0,9	13,5	76,6	60,8	39,2	71,7
2,0	15,9	74,2	65,4	41,5	72,2
2,5	17,1	73,0	69,4	44,7	72,7
4,5	19,7	71,6	72,7	50,2	73,0
11,6	24,7	71,2	76,5	53,8	73,4
26,7	27,3	70,8	81,3	60,5	74,2
26,9	27,9	70,8	85,3	65,3	75,0
29,2	28,1	70,8	90,0	73,4	75,6
37,3	29,7	70,9	93,4	79,9	76,2

# 4. Äthylalkohol-Trichloräthylen<sup>1</sup>.

#### 5. Methylalkohol-Trichloräthylen<sup>1</sup>.

$p = 760 \mathrm{mm}$	QS., au	sgezeichneter	Punkt: 34,0 Gev	v% Alkohol,	59,4° C.
Gew% Alkohol i. d. Flüssigkeit	Gew% Alkohol im Dampf	Siedetemp. ° C	Gew% Alkohol i. d. Flüssigkeit	Gew% Alkohol im Dampf	Siedetemp. ° C
0,1	1,1	83,5	24,7	32,3	59,6
0,7	5,3	78,2	31,0	33,3	59,4
0,8	7,7	75,3	38,7	34,8	59,4
0,8	10,3	72,6	51,6	38,9	59,5
0,8	12,6	71,1	59,3	42,7	59,8
1,0	11,6	70,1	64,4	45,1	60,1
1,1	16,4	67,3	69,6	48,4	60,4
1,3	17,9	66,1	74,2	52,4	60,7
1,3	21,1	64,1	80,3	57,2	61,0
2,5	26,6	60,9	82,5	61,5	61,4
7,0	31,2	60, 4	86,5	69,0	61,8
9,4	31,2	60,1	91,8	76,1	62,5
11,2	30,8	60,1	96,7	86,1	63,3

# 6. Äthylalkohol-Benzol<sup>1</sup>.

$p = 760  \mathrm{mn}$	n QS., au	sgezeichneter	Punkt: 32,5	Gew% Alkohol,	67,9° C.
Gew% Alkohol i. d. Flüssigkeit	Gew% Alkohol im Dampf	Siedetemp. ° C	Gew% Alkohol i. Flüssigkei	Gew% d. Alkohol t im Dampf	$\overset{o}{\operatorname{Siedetemp.}}_{\operatorname{C}}$
1,8	3,6	78,0	43,6	35.2	68.0
1,6	7,0	77,1	48,2	36.1	68.1
$^{2,2}$	12,8	75,0	52,9	37,3	68.2
3,1	12,8	74,6	55,9	38,9	68.3
4,4	16,6	72,8	60,3	40,0	68.6
4,6	20,6	71,2	64,2	41.4	68.8
6,4	23,6	70,3	70,1	43.4	69.1
7,6	26,1	69,0	72,7	45.9	69.6
9,0	29,6	68,5	76,1	49,4	70.1
15,8	30,1	68,3	81,0	53,6	71.2
22,2	30,7	68,1	84,2	56,3	71.8
22,6	31,4	68,0	86,3	60.8	73.1
26,6	31,6	67,9	93,4	73.0	74.7
30,7	32,7	67,9	94,8	77.7	75.3
35,3	33,6	67,9	96,4	78,7	75.6
39,2	34,1	68,0	98,9	91,3	76,8

<sup>1</sup> FRITZWEILER, R. u. K. R. DIETRICH: Der Azeotropismus und seine Anwendung für ein neues Verfahren zur Entwässerung des Äthylalkohols. Beih. Z. Ver. dtsch. Chem., Angew. Chem. u. Chem. Fabrik 1933, Nr. 4. Berlin W. 35: Verlag Chemie.

#### 7. Methylalkohol-Benzol<sup>1</sup>.

p = 760  m	im QS., aus	gezeichneter I	Punkt: 39,0 Gew	% Alkohol	, 57,9° C.
Gew% Alkohol i. d. Flüssigkeit	Gew% Alkohol im Dampf	${\stackrel{{\rm siedetemp.}}{{\stackrel{{}^{\circ}}{{ m C}}}}}$	Gew% Alkohol i. d. Flüssigkeit	Gew% Alkohol im Dampf	Siedetemp. °C
2,2	14,5	70,9	37,3	39,0	57,7
1,1	16,5	69,4	50,1	40,9	57,6
2,2	20,7	66,8	63,3	45,4	58,1
2,7	23,0	65,7	74,8	51,7	58,9
2,7	24,8	64,2	77,9	54,2	59,6
4,1	28,5	61,4	85,0	62,1	60,4
6,7	34,9	59,2	87,4	65,3	61,2
6,3	35,2	59,0	93,1	77,8	62,4
14,4	36,2	58,0	96,7	87,3	63,4
25,5	37,2	57,8			

#### 8a. n-Pentan-n-Heptan<sup>2</sup>.

#### m - 10 3 ata

#### 8b. n-Pentan-n-Heptan<sup>2</sup>.

p = 10,3 ata.			p = 20,6 ata.		
Gew% n-Pentan i. d. Flüssigkeit	Gew% n-Pentan im Dampf	Siedetemp. °C	Gew% n-Pentan i. d. Flüssigkeit	Gew% n-Pentan im Dampf	Siedetemp ° C
0,0	0,0	202,7	0,0	0.0	246.5
7,4	18,2	190,8	7,4	12,8	235.9
15,3	33,3	180,2	15,3	25,3	226.1
23,5	46,4	170,7	23,5	37,7	216.8
32,5	58,0	162,2	32,5	49,6	208.1
42,0	67,8	154,6	42,0	60,6	199.7
52,1	76,4	147,7	52,1	70,2	191,9
62,8	83,3	141,6	62,8	78,4	184.6
74,3	89,4	136,0	74,3	86,1	177.7
86,5	94,8	130,9	86,5	93,0	171.0
100,0	100,0	126,1	100,0	100,0	164.6

#### 8c. n-Pentan-n-Heptan<sup>2</sup>. 9. Phenol-o-Kresol<sup>4</sup>.

p = 31,1 ata.			p = 760  mm QS.		
Gew% n-Pentan i. d. Flüssigkeit	Gew% n-Pentan im Dampf	Siedetemp. °C	Gew% Phenol i. d. Flüssigkeit	Gew% Phenol im Dampf	Siedetemp. ° C
19,8	19,8	$253,5^{3}$	0,0	0.0	191.8
23,5	26,1	248,8	18,1	22,7	
32,5	37,9	239,5	33,6	40,0	
42,0	49,2	230,7	34,75	40,4	
52,1	60,1	222,3	58,9	64,8	
62,8	70,7	214,1	75,5	80,0	
74,3	80,6	206,3	81,25	85,92	
86,5	90,9	198,6	93,6	95,0	
100,0	100,0	191,3	100,0	100,0	182,0

<sup>1</sup> Siehe Fußnote 1, S. 261. <sup>2</sup> CUMMINGS, L. W. T., F. W. STONES u. M. A. VOLANTE: High pressure rectification, II, n-pentan-n-heptan-system. Industr. Engng. Chem. Bd. 25 (1933) S. 728.

<sup>3</sup> Kritischer Punkt.
 <sup>4</sup> RHODES, F. H., J. H. WELLS u. G. W. MURBAY: Vapor-composition relationships in the systems phenol-water and phenol-cresol. Industr. Engng. Chem. Bd. 17 (1925) Nr. 11, S. 1199.

Kurventafel I.

10. Phenol-m-Kresol <sup>1</sup> . p = 760  mm QS.			11. Phenol-p-Kresol <sup>1</sup> .			
			<b>p</b> =	p = 760  mm QS.		
Gew% Phenol i. d. Flüssigkeit	Gew% Phenol im Dampf	Siedetemp. °C	Gew% Phenol i. d. Flüssigkeit	Gew% Phenol im Dampf	Siedetemp. °C	
0,0 16,0 27.2	0,0 26,2	202,1	0,0 20,0 21.6	0,0 30,0 22.0	202,5	
27,3 51,2 72,0	41,3 64,2 83,1		21,0 32,7 56,9	52,0 44,4 69,8		
91,25 97,75 100,0	94,75 98,6 100,0	182,0	74,5 91,5 100,0	84,0 94,5 100,0	182,0	

Phenol bildet mit den Kresolen ideale Gemische. Die Gemische Phenol-m-Kresol und Phenol-p-Kresol haben praktisch dieselbe Gleichgewichtskurve.

Gew.-%

Propan i. d. Flüssigkeit

0,0

8,0

16,3

25,1

34,3

43,9

54,1 64,5

75,7

87,5

100,0

#### 12a. Propan-Isobutylen<sup>2</sup>. p = 14.1 ata.

#### 12b. Propan-Isobutylen<sup>2</sup>.

Propan im Dampf

0.0

14,9

28,5

40,2

50,6

60,2

69,2

77,6

85,4

92,5

100.0

Siedetemp.

105,8

98,6

92,6 87,1

82,7

78,2

73,8

69,8

66,0

62,7

58,2

	<i>r</i> ==,= atar		
Gew% Propan i. d. Flüssigkeit	Gew % Propan im Dampf	Siedetemp. °C	
0,0	0,0	85,5	
8,0	16,7	77,1	
16,3	31,7	70,5	
25,1	43,6	65,5	
34,3	54,0	61,0	
43,9	63,3	57,1	
54,1	72,3	53,2	
64,5	80,4	50,3	
75,7	87,1	46,6	
87,5	93,3	42,7	
100,0	100,0	38,3	

#### 12c. Propan-Isobutylen<sup>2</sup>.

# 12d. Propan-Isobutylen<sup>2</sup>.

p = 28,2 ata.			p = 35,2 ata.		
Gew% Propan i.d. Flüssigkeit	Gew% Propan im Dampf	Siedetemp. °C	Gew% Propan i. d. Flüssigkeit	Gew% Propan im Dampf	Siedetemp. ° C
0,0	0,0	122,0	0,0	0,0	137,2
8,0	13,1	116,0	8,0	11,7	129,0
16,3	25,4	109,8	16,3	22,7	123,0
25,1	36,8	103,7	25,1	33,1	116,4
34,3	47,1	98,2	34,3	43,4	111,3
43,9	56,9	93,8	43,9	53,5	106,4
54,1	66,2	89,4	54,1	63,1	102,2
64,5	75,1	85,5	64,5	72,5	97,6
75,7	83,6	81,6	75,7	81,6	93,8
87,5	91,7	77,1	87,5	90,5	90,5
100,0	100,0	72,6	100,0	100,0	87,1

<sup>1</sup> Siehe Fußnote 4, S. 262.

<sup>2</sup> SCHEELINE, H. W. u. E. R. GILLILAND: Vapor-liquid equilibrium in the system propane-isobutylene. Industr. Engng. Chem. Bd. 31 (1939) S. 1050.

p = 21,1 ata. Gew.-%

#### 12e. Propan-Isobutylen<sup>1</sup>. n = 42.2 ata.

	$r \rightarrow r$						
Gew% Propan i. d. Flüssigkeit	Gew% Propan im Dampf	$\overset{\text{siedetemp.}}{\overset{\circ}{C}}$	Gew% Propan i. d. Flüssigkeit	Gew% Propan im Dampf	Siedetemp. °C		
10,1	10,1	139,0 <sup>2</sup>	54,1	60,1	113,1		
16,3	17,8	134,0	64.5	69,9	108,2		
25,1	28,5	127,5	75,7	79,5	104,3		
34,3	39,8	122,5	87,5	89,3	100,0		
43,9	50,4	117,5	100,0	100,0	93,3		

# 13a. Äthylalkohol-Wasser<sup>3</sup>.

	100	a. monyrain	.01101- 11 4550	r •	
$p = 760  \mathrm{mm}$	n QS., ausg	gezeichneter Pu	unkt: 95,57 Gev	v% Alkohol	, 78,15° C.
Gew% Alkohol i. d. Flüssigkeit	Gew% Alkohol im Dampf	$\operatorname{siedetemp.}_{\circ \mathrm{C}}$	Gew% Alkohol i. d. Flüssigkeit	Gew% Alkohol im Dampf	$\overset{\mathrm{siedetemp}}{\overset{\circ}{\mathrm{C}}}$
0	0,0	100	50	77.1	81.9
1	9,5	98.75	55	78,2	81.45
<b>2</b>	19,3	97,65	60	79,4	81.0
3	27,1	96,65	65	80,7	80,6
4	33,4	95,8	70	82,2	80,2
<b>5</b>	38,0	94,95	75	83,9	79,8
7,5	46,35	93,05	80	85,9	79,35
10	52,0	91,45	85	88,3	78,95
15	59,5	88,95	90	91,3	78,5
20	64,8	87,15	91	91,95	78,42
25	68,6	85,75	92	92,65	78,33
30	71,4	84,65	93	93,43	78,27
35	73,3	83,75	94	94.2	78.2
40	74,7	83,1	95	95,04	78,15
<b>45</b>	75.9	82,45	100	100,0	78,3

#### 13b. Äthylalkohol - Wasser 3.

#### p = 50 mm Q.-S., kein ausgezeichneter Punkt.

Gew% Alkohol i. d. Flüssigkeit	Gew% Alkohol im Dampf	$\overset{siedetemp.}{\overset{\circ}{C}}$	Gew% Alkohol i. d. Flüssigkeit	Gew% Alkohol im Dampf	$\overset{siedetemp}{\overset{\circ}{C}}$
0	0	38,05	55	80,35	24,3
<b>5</b>	24,5	35,15	60	81,5	23,9
10	44,0	32,8	65	82,65	23,6
15	55,5	30,9	70	84,0	23,25
<b>20</b>	63,2	29,4	75	85,45	22,9
25	68,7	28,15	80	87,3	22,6
30	72,5	27,1	85	89,45	22,25
35	75,0	26,25	90	92,1	21,95
40	76,8	25,6	95	95,5	21,7
45	78,1	25,05	100	100,0	21,55
50	79,25	24,6			

<sup>1</sup> Siehe Fußnote 2, S. 263.

<sup>2</sup> Kritischer Punkt.

<sup>3</sup> KIRSCHBAUM, EMIL U. F. GERSTNER: Gleichgewichtskurven, Siede- und Taulinien von Äthylalkohol-Wasser-Gemischen bei Unterdrücken. VDI-Beih. Verfahrenstechnik 1939, Nr. 1, S. 10. (In dieser Veröffentlichung sind die Gleichgewichtszustände auch für die Drücke von p = 500, 250 und 100 mm Q.-S. abs. angegeben.)

# Kurventafel II.

p = 760	mm QS., at	sgezeichneter	Punkt: 42,5 Ge	w% Wasser,	92,7° C.
Gew% Wasser i. d. Flüssigkeit	Gew% Wasser im Dampf	${\stackrel{\mathrm{siedetemp.}}{\overset{\mathrm{o}}{\mathrm{C}}}}$	Gew % Wasser i. d. Flüssigkeit	Gew% Wasser im Dampf	Siedetemp. °C
0,0	0,0	117,4	24,9	42,4	92,8
1,1	8,1	111,5	90,5	42,6	92,7
1,3	9,3	110,6	92,1	43,1	93,0
1,5	10,4	109,6	93,0	43,3	92,8
1,8	11,7	108,8	94,0	45,7	93,4
7,7	29,2	97,9	94,4	46,8	93,4
8,4	30,2	97,2	95,4	50,5	93,7
9,1	31,5	96,7	96,5	52,5	95,4
9,7	32,2	96,3	97,7	65,0	96,8
19,3	40,5	93,5	98,6	76,1	98,3
20,0	40,9	93,4	99,3	83,5	98,4
23,2	42,4	92,9	99,7	92,6	99,4
23,9	42,5	92,9	100,0	100,0	100,0
24,5	42,1	92,9			,

14. Wasser-n-Butylalkohol<sup>1</sup>.

15. Wasser-Isobutylalkohol<sup>1</sup>. n = 760 mm Q.S. ausgezeichneter Punkt: 33 Gew.-% Wasser, 89.2° C

p = 100	mm QD., a	usgezeichneter	I uliku. 55 Gew	· /0 Wassel,	<b>69,2</b> U.
Gew% Wasser i. d. Flüssigkeit	Gew% Wasser im Dampf	$\operatorname{Siedetemp}_{\circ C}$	Gew % Wasser i. d. Flüssigkeit	Gew % Wasser im Dampf	Siedetemp. ° C
0,0	0,0	107,1	33,0	32,9	89.2
3,7	14,0	97,7	33,0	32,8	89,2
4,1	15,0	97,1	32,9	32,6	89,2
4,4	15,9	96,6	83,5	32,8	89,5
4,8	16,4	96,0	85,3	33,0	89,5
13,8	29,0	90,3	88,0	32,9	89,6
14,2	29,4	90,2	88,2	33,4	89,5
14,6	29,6	90,2	90,3	33,2	89,5
14,5	28,9	90,1	91,5	33,3	90,1
23,9	32,0	89,5	92,2	33,9	89,9
24,3	32,1	89,5	94,2	37,9	91,5
24,6	32,1	89,5	95,2	39,8	91,9
24,9	32,1	89,5	96,3	46,6	93,4
26,6	32,7	89,5	97,5	55,2	95,1
26,9	32,7	89,5	97,9	58,4	95,9
27,2	32,7	89,4	98,5	66,1	96,8
27,4	32,5	89,4	98,6	68,4	97.1
29,6	32,9	89,4	99,0	76,4	98,1
29,7	33,2	89,4	99,4	84,8	98,9
29,9	33,1	89,4	100,0	100,0	100.0
33,0	33,0	89,2		,	.,.

<sup>1</sup> STOCKHARDT, I. S. u. C. M. HULL: Vapor-liquid equilibria and boiling-point composition relations for systems n-butanol-water and isobutanol-water. Industr. Engng. Chem. Bd. 23 (1931) S. 1438.

16.	Brom-W	asser	ι.
	750	0 9	

	p = 750  mm Q5.					
Gew% Brom i. d. Flüssigkeit	Gew% Brom im Dampf	Gew% Brom i. d. Flüssigkeit	Gew% Brom im Dampf			
0,20	<b>39,48</b>	1,94	91,1			
0,40	59,7	2,10	93,2			
0,695	72,1	2,16	92,85			
1,02	81,5	2,29	96,0			
1,38	88,35	2,85	97,6			
1,59	92,1	3,14	97,7			

# 17. Salzsäure - Wasser<sup>2</sup>.

#### p = 751,3 mm Q.-S.,ausgez. Punkt: 20,4 Gew.-% Salzsäure.

#### 18. Azeton-Methylalkohol<sup>2</sup>. p = 755 mm Q.-S.

anagen Dunle	4. 00 1 Carry	0/ Salagänna	-,	-	
Gew% Salzsäure i.	Gew% Salzsäure	Siedetemp.	Gew % Azeton i. d. Flüssigkeit	Gew% Azeton im Dampf	Siedetemp. °C
d. Flüssigkeit	im Dampf	- 0	9,6	23,4	61,9
8,67	0,21	101,5	31,8	51,8	58,3
12,45	0,75	103,1	45,2	62,0	56,8
15,97	2,80	105,5	58,8	68,3	55,6
18,09	7,55	107,2	67,0	73,5	55,4
20,09	18,49	107,8	81,4	83,3	54,9
20,79	22,97	107,6	89,9	88,7	54,7
21,36	27,54	107,5	92,9	92,1	55,0
21,79	31,00	107,3	95,8	96,0	55,2

#### 19. Äthylazetat-Äthylalkohol<sup>3</sup>.

p = 760  mm	n QS., ausg	gezeichneter	Punkt: 37,9 Gew9	% Äthylazeta	t, 71,8° C.
Gew% Äthylazetat i. d. Flüssigkeit	Gew% Äthylazetat im Dampf	Siedetemp. °C	Gew% Äthylazetat i. d. Flüssigkeit	Gew% Äthylazetat im Dampf	Siedetemp. °C
0,0	0,0	78,3	17,6	25,9	72,8
0,85	1,9	77,7	21,7	29,05	72,4
3,1	6,7	76,4	28,8	33,7	72,0
3,7	7,4	76,1	48,1	44,15	71.8
5,0	10,1	75,6	62,4	55,7	72,6
6,85	12,7	75,0	77,9	67.75	74.4
7,1	13,3	74,9	82,5	72,8	75.0
9,6	15,9	74.2	85,7	78.4	75.5
12,55	20,1	73,6	95,3	87.4	76.7
13,15	20,8	73.5	100.0	100.0	77.1
15,9	23,7	73,1			,-

<sup>1</sup> RHODES, F. H. u. C. H. BASCOM: Vapor-composition relationships in the system bromine-water. Industr. Engng. Chem. Bd. 19 (1927) S. 480.

<sup>2</sup> OTHMER, D. F.: Composition of vapors from boiling binary solutions. Industr. Engng. Chem. Bd. 20 (1928) S. 743.

<sup>3</sup> FURNAS, C. C. u. W. B. LEIQHTON: Vapor-liquid equilibrium data. Industr. Engng. Chem. Bd. 29 (1937) S. 709.

#### Kurventafel II.

#### 20. Äthylazetat-Essigsäure<sup>1</sup>.

	P			
Gew% Äthylazetat im Dampf	Siedetemp. °C	Gew% Äthylazetat i. d. Flüssigkeit	Gew% Äthylazetat im Dampf	Siedetemp. ° C
0,0	118,2	20,9	53,8	
6,3		22,4	53,4	
6,9		29,05	65,0	
10,2		29,85	64,7	
14,0		38,85	73,05	
16,3		39,75	73,05	
14,3		49,0	82,7	
24,1		61,6	91,45	
25,4		62,3	90,5	
31,6		75,4	97,2	
30,4		81,5	98,4	
41,3		92,35	99,6	
46,9		94,1	99,4	
49,55		100,0	100,0	77,1
	Gew% Äthylazetat im Dampf 0,0 6,3 6,9 10,2 14,0 16,3 14,3 24,1 25,4 31,6 30,4 41,3 46,9 49,55	Gew% Äthylazetat im Dampf         Siedetemp. °C           0,0         118,2           6,3         6,9           10,2         14,0           16,3         14,3           24,1         25,4           31,6         30,4           41,3         46,9           49,55         5	$\begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $	$\begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $

#### n = 760 mm Q.-S.

#### 21. Azeton-n-Butylalkohol<sup>2</sup>. p = 760 mm Q.-S.

		*	-		
Gew% Azeton i. d. Flüssigkeit	Gew% Azeton im Dampf	Siedetemp. °C	Gew% Azeton i. d. Flüssigkeit	Gew% Azeton im Dampf	Siedetemp. ° C
0	0	117,4	50	94.5	
<b>2</b>	15,5	,	55	95,6	
5	34,3		60	96,2	
10	54,9		65	96,9	
15	68,5		70	97.4	
20	76.6		75	97,9	
25	81.9		80	98,4	
30	85,7		85	98,8	
35	88,8		90	99,2	
40	91,4		95	99,6	
<b>45</b>	93,2		100	100,0	56,3

#### 22. n-Butylalkohol-n-Butylazetat<sup>2</sup>.

#### p = 760 mm Q.-S., ausgezeichneter Punkt: 63,2 Gew.-% Butylalkohol, 116,2° C.

•	• • 0		•		
Gew% Butylalkohol i. d. Flüssig- keit	Gew% Butylalkohol im Dampf	Siedetemp. ° C	Gew% Butylalkohol i. d. Flüssig- keit	Gew% Butylalkohol im Dampf	Siedetemp. ° C
7.2	15,0	121,75	57,4	58,9	116,2
14,3	24,1	120,1	60,9	61,6	116,2
21,1	30,9	119,1	62,8	63,9	116,6
26,5	35,7	118,4	63,2	63,2	116,2
32,7	40,6	117,8	63,4	63,7	116,55
34,0	41,8	117,5	66,4	65,7	116,55
40,0	45,8	117,3	75,4	73,5	116,3
43,2	48,9	117,1	80,3	78,3	116,8
44,2	49,5	116,8	86,9	84,4	117,0
46,3	50,8	116,6	93,8	91,1	117,0
49,7	53,3	116,4	96,8	94,4	117,0
53,7	56,3	116,3	99,0	98,1	117,0

<sup>1</sup> Siehe Fußnote 3, S. 266. <sup>2</sup> BRUNJES, A. S. u. C. C. FURNAS: Vapor-liquid equilibrium data for commer-cially important systems of organic solvents. Binary systems n-Butanol-n-Butyl Acetat and n-Butanol-Aceton. Industr. Engng. Chem. Bd. 27 (1935) S. 396.

#### 23a. Ammoniak-Wasser<sup>1</sup>. n-1 at a

		P =	1 000.		
Gew% Ammoniak i. d. Flüssigkeit	Gew% Ammoniak im Dampf	Siedetemp. ° C	Gew% Ammoniak i. d. Flüssigkeit	Gew% Ammoniak im Dampf	$\overset{\rm Siedetemp}{\circ}_{\rm C}^{\rm C}$
<b>2</b>	22,5	91,5	20	91,6	46,2
4	41,0	84,8	25	95,5	36,6
6	54,5	79,0	30	97,8	27,4
8	64,8	73,5	35	99,0	18,2
10	72,2	68,4	40	99,6	10,0
15	84,4	57,1			

#### 23b. Ammoniak-Wasser<sup>1</sup>.

#### 24 a. Stickstoff - Sauerstoff<sup>2</sup>.

p = 10 ata.			p=1 ata.			
Gew% Ammoniak i. d. Flüssigkeit	Gew% Ammoniak im Dampf	$\operatorname*{Siedetemp.}_{\circ \mathrm{C}}$	Gew % Stickstoff i. d. Flüssigkeit	Gew% Stickstoff im Dampf	Siedetemp. ° Kelvin	
<b>2</b>	13,6	172,8	3,45	12,5	88,9	
4	25,4	166,5	7,1	23,65	87,9	
6	35,4	160,5	11,05	33,6	87,0	
8	44,7	154,7	15,25	42,7	86,1	
10	53,0	149,3	20,0	50,9	85,2	
15	68,8	135,8	25,15	58,4	84,2	
20	79,8	123,7	30,9	65,0	83,3	
25	86,9	112,0	37,3	71,1	82,3	
30	91,7	100,9	44,45	76,6	81,4	
35	94,8	90,3	53,3	82,4	80,4	
40	96,6	80,5	63,6	87,4	79,4	
50	98,7	62,1	76,05	92,6	78,4	
60	99,5	48,0	90,7	97,4	77,6	
70	99,8	39,0	· ·	-		
80	99,9	32.4				

#### 24b. Stickstoff - Sauerstoff<sup>2</sup>.

#### 25. Azetaldehyd - Wasser <sup>3</sup>. n = 760 mm = 0.8

$p\!=\!5$ ata.			$p = 760 \mathrm{mm}$ QS.		
Gew % Stickstoff i. d. Flüssigkeit	Gew% Stickstoff im Dampf	Siedetemp. ° Kelvin	Gew % Azetaldehyd i.d.Flüssigkeit	Gew% Azetaldehyd im Dampf	Siedetemp. ° C
3,6	8,0	107,3	0,0	0,0	100,0
10,7	24,5	105,5	1,1	44,8	93,5
19,75	38,75	103,5	2,3	70,9	82,0
30,1	52,7	101,5	9,3	88,0	63,0
42,65	66,1	99,5	21,35	95,2	43,0
57,85	78,3	97,6	37,9	97,0	33,0
66,1	83,75	96,7	51,1		29,0
76,7	89,75	95,6	70,9		25.3
88,65	95,5	94,6	78,5		24,6
	_		88,0		23,8

<sup>1</sup> WUCHERER, J.: Messung von Druck, Temperatur und Zusammensetzung der flüssigen und dampfförmigen Phase von Ammoniak-Wassergemischen im Sätti-gungszustand. Z. ges. Kälteind. Bd. 39 (1932) S. 97 u. 136. <sup>2</sup> DODGE u. DUNBAR: J. Amer. chem. Soc. Bd. 44 (1927) S. 608. <sup>3</sup> PERRY, J. H.: Chem. Engineers' Handbook, p. 1127. New York u. London: McGraw-Hill Book Company, Inc. 1934.

26. Benzol-Toluol.			27. n-Hexan-Benzol <sup>1</sup> .			
p = 760  mm	n QS., ideal	es Gemisch.	p =	760 mm Q.	-S.	
Gew% Benzol i. d. Flüssigkeit	Gew% Benzol im Dampf	Siedetemp. ° C	Gew % n-Hexan i. d. Flüssigkeit	Gew% n-Hexan im Dampf	Siedetemp. °C	
0.0	0,0	110,6	0,5	1,0	79,95	
8,65	18,5	106,1	2,7	6,5	79,15	
17,5	33,8	102,2	4,7	9,0	78,5	
26,6	46,5	98,6	8,1	16,5	77,5	
36,1	57,5	95,2	23,1	35,6	74,35	
45,8	67,3	92,1	45,8	57,0	71,3	
55,9	75,7	89,4	73,1	77,0	69,2	
66,5	83,0	86,8	78,0	80,5	69,0	
77.3	89,5	84,4	89,8	90,2	68,75	
88,3	95,0	82,3	96,9	97,0	68,7	
94,0	97,5	81,2	99,1	99,1	68,7	
100.0	100.0	80,2				

#### 28. 2,2,4-Trimethylpentan-n-Oktan<sup>2</sup>.

Gew% 2,2,4-Tri- methylpentan i. d. Flüssig- keit	Gew% 2,2,4-Tri- methylpentan im Dampf	Siedetemp. °C	Gew% 2,2,4-Tri- methylpentan i. d. Flüssig- keit	Gew% 2,2,4-Tri- methylpentan im Dampf	Siedetemp. ° C
0.0	0,0	125,4	48,8	67,5	112,6
5,1	10,5	124,05	56,0	73,5	110,7
10,7	19,7	122,55	58,8	75,5	110,0
16,0	29,0	121, 15	65,8	81,0	108,1
20,8	35,6	119,9	69,8	83,5	107,1
24,8	40,9	118,85	73,9	85,4	106,0
28.1	45,0	118,0	78,8	89,0	104,75
32,1	50,0	116,95	83,5	91,5	103,5
36,0	53,5	115,95	89,2	94,5	102,0
39,2	57,5	115,1	93,3	96,9	100,95
42,4	61,0	114,25	100,0	100,0	99,2
46,4	65,0	113,2			

p = 760 mm Q.-S.

Die Siedelinie für das Gemisch 2,2,4-Trimethylpentan-n-Octan ist eine Gerade.

#### Kurventafel III.

#### 29. Tetrachlorkohlenstoff-Benzol<sup>3</sup>.

p = 760 mm Q.-S.

Gew% Tetrachlor- kohlenstoff i. d. Flüssigkeit	Gew% Tetrachlor- kohlenstoff im Dampf	Siedetemp. ° C	Gew% Tetrachlor- kohlenstoff i. d. Flüssigkeit	Gew% Tetrachlor- kohlenstoff im Dampf	Siedetemp. ° C
0,0	0,0	80,0	53,0	56,0	78,2
23,9	27,0	79,3	57,4	60,3	78,0
35,2	38,7	78,8	68,7	70,5	77,6
40,8	44,5	78,6	76,2	77,7	77.4
45,3	48,4	78,5	83,7	84,4	77,1

<sup>1</sup> TONGBERG, C. O. u. F. JOHNSTON: Vapor-liquid equilibria for n-Hexane-Benzene mixtures. Industr. Engng. Chem. Bd. 25 (1933) S. 733. <sup>2</sup> BROMILEY, E. C. u. D. QUIGGLE: Vapor-liquid equilibria of hydrocarbon mixtures. Industr. Engng. Chem. Bd. 25 (1933) S. 1136. <sup>3</sup> PERRY, J. H.: Chemical Engineers' Handbook, p. 1127, 1128, 1130 u. 1131. New York, p. London, McGraw Hill Book, Company, Lug. 1934.

New York u. London: McGraw-Hill Book Company, Inc. 1934.

		4	•		
Gew% Tetrachlor- kohlenstoff i. d. Flüssigkeit	Gew% Tetrachlor- kohlenstoff im Dampf	Siedetemp. °C	Gew% Tetrachlor- kohlenstoff i. d. Flüssigkeit	Gew% Tetrachlor- kohlenstoff im Dampf	Siedetemp. ° C
0,0 9,3 24 5	0,0 19,5	110,4	68,0 75,0 85.7	83,7 87,8 02.7	
40,4 55,7	41,8 62,0 75,1		96,7	93,1 98,4	75,9
			1		

#### 30. Tetrachlorkohlenstoff-Toluol<sup>1</sup>. p = 762 mm Q.-S.

# 31. Schwefelkohlenstoff-Tetrachlorkohlenstoff<sup>1</sup>.

#### p = 760 mm Q.-S.

Gew% Schwefelkoh- lenstoff i.d. Flüssigkeit	Gew% Schwefel- kohlenstoff im Dampf	Siedetemp. °C	Gew% Schwefelkoh- lenstoff i. d. Flüssigkeit	Gew% Schwefel- kohlenstoff im Dampf	$\overset{\mathrm{Siedetemp.}}{^{\circ}\mathrm{C}}$
0,0	0,0	76,7	24,1	46,0	59.3
1,5	4,3	74,9	35,9	59,5	55,3
3,1	8,3	73,1	49,2	70,6	52,3
5,8	15,1	70,3	60,9	78,0	50,4
7,7	19,8	$68,\! 6$	75,3	87,1	48,5
14,6	32,6	63,8	100,0	100,0	46,3

#### 32. Schwefelkohlenstoff-Azeton<sup>1</sup>.

# p = 760 mm Q.-S., ausgezeichneter Punkt: 72,3 Gew.-% Schwefelkohlenstoff.

Gew% Gew% Schwefelkoh- Schwefel- Siedetemp. lenstoff i. d. kohlenstoff °C Flüssigkeit im Dampf	Gew% Schwefelkoh- lenstoff i. d. Flüssigkeit	Gew% Schwefel- kohlenstoff im Dampf	$\operatorname{siedetemp}_{\mathrm{C}}$
0,0 $0,0$ $56,2$	60,3	68,9	39.3
2,5 10,8 54,0	71,2	72,0	39.1
6,2 $23,0$ $51,4$	83,2	76,0	39,3
16,9 41,6 46,6	84,3	77,5	39,6
23,1 51,1 44,0	90,7	80,7	40,5
35,1 $59,5$ $41,4$	97,7	91,1	43,5
44,6 63,95 40,3	100,0	100,0	46,3
51,7 66,1 39,8			,

#### 33. Benzol-Äthylenchlorid<sup>1</sup>.

#### p = 760 mm Q.-S.

Gew% Benzol i. d. Flüssigkeit	Gew% Benzol im Dampf	Siedetemp. °C	Gew% Benzol i. d. Flüssigkeit	Gew% Benzol im Dampf	Siedetemp. °C
0,0	0,0	83,7	46,7	<b>48,1</b>	81.6
10,5	11,1	83,0	57,7	58,9	81.4
16,5	17,6	82,7	73,1	74,2	80,9
27,0	28,5	82,3	85,2	86,3	80,6
31,0	32,1	82,2	100,0	100,0	80,2
41,4	<b>42,4</b>	81,9			

<sup>1</sup> Siehe Fußnote 3, S. 269.

#### Kurventafel III.

#### 34. Wasser-Furfurol<sup>1</sup>.

p = 760	mm QS.,	ausgezeichneter	Punkt: 64,8 Ge	w% Wasser,	97,9° C.
Gew% Wasser i.d. Flüssigkeit	Gew% Wasser im Dampf	$\operatorname{Siedetemp.}_{\mathrm{C}}$	Gew% Wasser i. d. Flüssigkeit	Gew% Wasser im Dampf	Siedetemp. ° C
0,0	0,0	161,7	7,4	64,0	98.7
0,4	2,0	158,8	15,7	64,8	97,9
0,8	4,2	154,8	64,8	64,8	97,9
1,2	9,5	146,0	81,7	64,8	97,9
1,6	28,5	122,5	90,2	68,1	98,07
2,0	44,1	109,5	94,9	76,1	98,56
4,4	60,0	100,6	100,0	100,0	100,0

### 35. Isopropylalkohol-Wasser<sup>1</sup>.

p = 760 mm Q.-S., ausgezeichneter Punkt: 88,6 Gew.-% Isopropylalkohol,  $80,5^{\circ}$  C.

Gew% Isopropyl- alkohol i. d. Flüssigkeit	Gew% Isopropyl- alkohol im Dampf	Siedetemp. ° C	Gew% Isopropyl- alkohol i. d. Flüssigkeit	Gew% Isopropyl- alkohol im Damp	Siedetemp. ° C
0,0	0,0	100,0	58,8	82,2	81,0
3,3	43,8	95,0	77,1	85,1	80,7
6,3	63,1	90,0	88,6	88,6	80,5
9,3	71,6	86,7	93,1	91,8	81.0
17,5	77,4	83,5	96,8	94,2	82,3
37,1	81,0	81,5			

# 36. Salpetersäure-Wasser<sup>1</sup>.

p = 760 mm Q.-S., ausgezeichneter Punkt: 68,5 Gew.-% Salpetersäure, 121,9°C.

Gew % Salpetersäure i. d. Flüssig- keit	Gew% Salpetersäure im Dampf	Siedetemp. °C	Gew% Salpetersäure i. d. Elüssig- keit	Gew % Salpetersäure im Dampf	Siedetemp. ° C
24,2	2,2	106,5	70,2	84,1	121.0
32,9	5,9	112,0	75,3	91.75	118.0
50,0	19,9	118,5	79,9	96,7	112.0
61,0	41,1	121,6	84,9	97,7	99.0
68,5	68,5	121,9			,.

#### 37. Toluol-n-Oktan<sup>2</sup>.

#### p = 760 mm Q.-S.

Gew% Toluol i. d. Flüssigkeit	Gew% Toluol im Dampf	Siedetemp. °C	Gew% Toluol i.d. Flüssigkeit	Gew% Toluol im Dampf	Siedetemp. °C
8,0	13,7	123,15	61,4	68,6	113,35
25,7	25,4 35,8	120,85	71,6	74,0 76,7	112,7 112,3
29,8 35.6	40,6 47.2	118,2 117 2	75,8	80,0	111,95
42,5	53,3	116,0	82,8	82,0 85,8	111,00 111,35
47,3	57,2	115,3	88,6	90,5	110,95
56,3	65,0	113,95	55,1	94,3	110,7

<sup>1</sup> Siehe Fußnote 3, S. 269. <sup>2</sup> BROMILEY, E. C. u. D. QUIGGLE: Vapor-liquid equilibria of hydrocarbon mixtures. Industr. Engng. Chem. Bd. 25 (1933) S. 1136.

p = 750	mm QS.,	ausgezeichneter	Punkt 22,0 Gew.	-% Azeton,	63,93° C.
Gew% Azeton i. d. Flüssigkeit	Gew% Azeton im Dampf	Siedetemp. ° C	Gew% Azeton i. d. Flüssigkeit	Gew% Azeton im Dampf	$\operatorname{Siedetemp}_{\mathrm{C}}$
0	0,0	61,25	60	70,6	59,91
10	5,3	63,02	70	79,7	58,83
20	18,5	63,84	80	87,65	57,79
30	34,1	63, 41	90	94,7	57,00
40	47,7	62, 19	100	100,0	55.97
50	60,2	61,03			,

#### 38. Azeton-Chloroform<sup>1</sup>.

#### 39. Tetrachlorkohlenstoff-Äthylalkohol<sup>1</sup>.

p = 745 mm Q.-S.,

ausgezeichneter Punkt: 84,2 Gew.-% Tetrachlorkohlenstoff, 63,86° C.

Gew% Tetrachlor- kohlenstoff i. d. Flüssigkeit	Gew% Tetrachlor- kohlenstoff im Dampf	$\overset{\mathrm{siedetemp.}}{\overset{\circ}{\mathrm{C}}}$	Gew% Tetrachlor- kohlenstoff i. d. Flüssigkeit	Gew% Tetrachlor- kohlenstoff im Dampf	Siedetemp. ° C
$\begin{array}{c} 0\\ 10\\ 20\\ 30\\ 40\\ 50\end{array}$	$0,0 \\ 40,0 \\ 54,6 \\ 64,7 \\ 72,0 \\ 76,8 $	77,9174,8272,4470,2568,3566,64	60 70 80 90 100	79,481,583,287,1100,0	$\begin{array}{c} 65,32\\ 64,42\\ 63,88\\ 64,30\\ 75,92 \end{array}$

#### 40. Äthyläther-Tetrachlorkohlenstoff<sup>1</sup>.

#### p = 760 mm Q.-S.

#### 41. Chloroform-Benzol<sup>1</sup>.

#### p = 760 mm Q.-S.

Gew% Äthyläther i. d. Flüssigkeit	Gew% Äthyläther im Dampf	$\operatorname*{Siedetemp.}_{\circ \mathrm{C}}$	Gew% Chloroform i. d. Flüssigkeit	Gew% Chloroform im Dampf	Siedetemp. ° C
0	0,0	77,75	0	0,0	80.65
10	32,2	73,70	10	13,6	79,86
20	52,8	69,73	20	27,2	79.03
30	65,4	65,54	30	40,6	78,13
40	74,6	61,44	40	53,0	77,15
50	81,5	57,16	50	65,0	75,95
60	87,3	53,09	60	75,0	74,60
70	92,0	48,98	70	83,0	72.84
80	95,72	44,84	80	90,0	70,48
90	98,28	41,35	90	96,1	67,00
100	100,00	34,75	100	100,0	$61,\!45$

L

<sup>1</sup> TYRER, DAN.: Latent heats of Vaporisation of mixed liquids. J. chem. Soc. Trans. Lond. Bd. 101 (1912) S. 81 u. 1104.

#### Kurventafel IV.

#### 42a. Wasser-Phenol<sup>1</sup>.

Gew% Wasser in der FlüssigkeitGew% Wasser im DampfGew% Wasser in der FlüssigkeitGew% Wasser im Dampf2,4949,8660,3088,293,3165,4473,4588,864,4074,0683,3989,429,4284,2189,4390,4910,6084,5589,8890,5110,8084,893,1191,8726,1287,8895,7194,1328,8687,2697,7196,1350,1088,1893,1191,87	p = 760  mm	QS., ausgezeichnet	er Punkt: 90,6 Gew.	-% Wasser.
$\begin{array}{cccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	Gew% Wasser in der Flüssigkeit	Gew% Wasser im Dampf	Gew% Wasser in der Flüssigkeit	Gew% Wasser im Dampf
$\begin{array}{cccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	2,49	49,86	60,30	88,29
$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	3,31	65,44	73,45	88,86
$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	4,40	74,06	83,39	89,42
$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	9,42	84,21	89,43	90,49
$ \begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	10,60	84,55	89,88	90,51
$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	10,80	84,8	93,11	91,87
28,86         87,26         97,71         96,13           50,10         88,18         97,71         96,13	26,12	87,88	95,71	94,13
50,10 88,18	28,86	87,26	97,71	96,13
	50,10	88,18		

#### 42b. Wasser-Phenol<sup>1</sup>.

$p{=}260~{ m mm}$	QS., ausgezeichnet	ter Punkt: 95,6 Gew.	·% Wasser.
Gew% Wasser in der Flüssigkeit	Gew% Wasser im Dampf	Gew% Wasser in der Flüssigkeit	Gew% Wasser im Dampf
1,54	41,10	39,73	91,15
4,95	79,72	82,99	91,86
6,87	82,79	89,95	92,77
7,73	84,45	93,38	94,19
19,63	89,91	95,74	95,64
28,44	91,05		

#### 42c. Wasser-Phenol<sup>1</sup>.

p	=40  mm  QS.	8., kein bestimmter	ausgezeichneter	Punkt.
Gew% W in der Flüs	asser Gew% sigkeit im I	Wasser O Dampf in	Gew% Wasser der Flüssigkeit	Gew% Wasser im Dampf
2,09	) 69	69,05	67,65	95,70
4,58	3 82	32,69	96,26	96,46
11,20	) 91	91,99	96,98	97,37
24,43	5 95	95,53	98,06	98,08

#### 43. Methylalkohol-Wasser<sup>2</sup>.

#### p = 730 bis 750 mm Q.-S.

	-	-	
Gew %	Gew %	Gew %	Gew%
Methylalkohol	Methylalkohol	Methylalkohol	Methylalkohol
in der Flüssigkeit	im Dampf	in der Flüssigkeit	im Dampf
0	0,0	40	76,7
1	7,3	50	81,2
4	23,5	60	84,8
6	31,5	70	88,3
10	43,4	80	92,1
<b>20</b>	61,0	90	96,0
30	70,5	100	100.0

<sup>1</sup> RHODES, F. H., J. H. WELLS u. G. W. MURRAY: Vapor composition relationships in the systems Phenol-Water and Phenol-Cresol. Industr. Engng. Chem. Bd. 17 (1925) S. 1199.

<sup>2</sup> CORNELL, L. W. u. R. E. MONTONNA: Liquid-Vapor equilibria in the systems Ethanol-Water, Methanol-Water and acetic Acid-Water. Industr. Engng. Chem. Bd. 25 (1933) S. 1331.

18

Kirschbaum, Destillier- und Rektifiziertechnik.

#### 44. Wasser-Essigsäure<sup>1</sup>. n = 720 big 750 mm 0 S

	p = 130 bis 1	Jo mm - QD.	
Gew% Wasser in der Flüssigkeit	Gew % Wasser im Dampt	Gew% Wasser in der Flüssigkeit	Gew% Wasser im Dampf
0	0,0	50	62,0
4	6,8	60	70,0
10	16,1	70	77,6
<b>20</b>	29,6	80	85,0
30	41,8	90	92,5
40	52,8	100	100,0

#### 45. Essigsäure-Essigsäureanhvdrid<sup>2</sup>

#### 46. Wasser-Ameisensäure<sup>2</sup>.

p = 750  mm QS.		p = 750  mm QS., ausgez. Punkt: 23,5 Gew % Wasser.		
10	23,2	10	6,0	
20	42,3	20	18,2	
30	56,5	23,5	23,5	
40	65,2	30	34,8	
50	72,4	40	50,2	
60	78,6	50	64,4	
70	84,1	60	75,8	
80	89,7	70	83,6	
90	95,0	80	90,2	
		90	95.8	

#### 47. Benzol-Essigsäure<sup>3</sup>.

p = 758 mm Q.-S., ausgezeichneter Punkt: 98,5 Gew.-% Benzol.

Gew% Benzol i. d. Flüssigkeit	Gew% Benzol im Dampt	Siedetemp. ° C	Gew% Benzol i. d. Flüssigkeit	Gew% Benzol im Dampf	Siedetemp. ° C
0.0	0.0	118.7	40,2	75,5	85,8
1.2	7.7	115,1	59,7	83,3	82,8
3,6	29,2	109,0	90,7	94,6	80,0
9.4	45,9	100.0	96,1	97,0	79,8
21,4	65,4	91,5		,	

48. Wasser-Schwefelsäure<sup>4</sup>.

p = 700	mm QS.,	ausgezeichneter	Punkt: 1,5 Gew	% wasser,	333° U.
Gew % Wasser i. d. Flüssigkeit	Gew% Wasser im Dampf	Siedetemp. °C	Gew% Wasser i. d. Flüssigkeit	Gew% Wasser im Dampf	Siedetemp. °C
1,5	1,5	335	14,0	94,3	236
2,0	8,6	331	16,0	95,9	<b>224</b>
4,0	34,8	311	18,0	97,0	213
6,0	54,0	293	20,0	97,8	203
8,0	70,0	$\boldsymbol{278}$	25,0	99,0	182
10,0	82,3	262	30,0	99,7	165
12,0	91,1	<b>249</b>	35,0	100,0	151

<sup>1</sup> Siehe Fußnote 2, S. 273.

= 00

Schrifttum für Gleichgewichtskurven des Gemisches Wasser-Essigsäure bei Unterdruck: D. B. KEYES: Liquid-vapor composition curves of acetic acid and water at subatmospheric pressures. Industr. Engng. Chem. Bd. 25 (1933) S. 569.

<sup>2</sup> OTHMER, D. F.: Composition of vapors from boiling binary solutions. Industr. Engng. Chem., Anal. Ed. Bd. 4 (1932) S. 232. <sup>3</sup> OTHMER, D. F.: Composition of vapors from boiling binary solutions. Industr.

Engng. Chem. Bd. 20 (1928) S. 743.

<sup>4</sup> ZEISBERG, F.C.: Thermal considerations in sulphuric acid concentration. Chem. metall. Engng. Bd. 27 (1922) S. 22.

#### Kurventafel IV.

#### 49. n-Heptan-Toluol<sup>1</sup>.

		p=760 m	nm QS.		
Gew% n-Heptan i.d. Flüssigkeit	Gew% n-Heptan im Dampf	Siedetemp. °C	Gew% n-Heptan i. d. Flüssigkeit	Gew% n-Heptan im Dampf	Siedetemp. °C
0,0	0,0	110,4	52,2	59,9	101,8
8,6	14,3	108,75	59,3	65,8	101,0
10.1	16.3	108,45	69,7	74,2	100, 15
21.2	30.5	106.35	86,8	88,2	98,95
30.7	40.4	104.75	93,5	94,2	98,6
37.1	46.0	103.8	100,0	100,0	98,4
43,0	51,4	102,95		- , -	,

### 50. n-Heptan-Methylcyclohexan<sup>1</sup>.

#### p = 760 mm Q.-S.

Gew% n-Heptan i. d. Flüssigkeit	Gew% n-Heptan im Dampf	Siedetemp. ° C	Gew% n-Heptan i. d. Flüssigkeit	Gew% n-Heptan im Dampf	Siedetemp. °C
0.0	0,0	100,8	56,5	58,3	99,10
3,15	3,6	100,7	60,4	62,3	99,00
5,9	6,3	100,62	65,2	67,1	98,90
9,7	10,5	100,52	71,4	73,3	98,80
13,6	14,6	100,40	76,1	77,6	98,72
18,3	19,5	100,30	80,0	81,4	98,70
22,0	23,4	100,20	84,6	85,7	98,60
27.6	29.4	100,04	88,2	89,3	98,57
32,2	33,8	99,93	90,8	91,5	98,52
36,8	38,7	99,80	93,2	94,1	98,50
40,7	42,5	<b>99,7</b> 0	95,5	96,35	98,46
46,1	48,0	99,50	98,0	98,6	98,42
50,7	52,7	99,30	100,0	100,0	<b>98,4</b> 0

#### 51. Azeton-Wasser<sup>2</sup>.

### p = 760 mm Q.-S.

Gew% Azeton i. d. Flüssigkeit	Gew% Azeton im Dampf	Siedetemp. ° C	Gew% Azeton i. d. Flüssigkeit	Gew% Azeton im Dampf	Siedetemp. °C
0	0,0	100,0	55	<b>93,</b> 6	62,7
5	62,6	88,2	60	94,0	62,0
10	78,4	80,0	65	94,3	61,4
15	84,2	75,2	70	94,6	60,8
20	87,6	71,9	75	94,9	60,3
25	89,8	69,4	80	95,3	59,7
30	91,0	67,6	85	95,7	59,0
35	91,8	66,2	90	96,3	58,2
40	92,5	65,2	95	97,5	57,3
<b>45</b>	93,0	64,3	100	100,0	56,4
50	93,3	63,4			-

<sup>1</sup> BROMILEY, E. C. u. D. QUIGGLE: Vapor-liquid equilibria of hydrocarbon mixtures. Industr. Engng. Chem. Bd. 25 (1933) S. 1136. <sup>2</sup> HAUSBRAND, E.: Die Wirkungsweise der Rektifizier- und Destillierapparate, S. 209 u. 226. Berlin: Julius Springer 1921.

18\*

p = 760  mm  QS.							
Gew% Methylalkohol in der Flüssigkeit	Gew% Methylalkohol im Dampf	Gew% Methylalkohol in der Flüssigkeit	Gew% Methylalkohol im Dampf				
0	0,0	55	67,9				
5	7,5	60	71,9				
10	14,2	65	75,6				
15	20,9	70	79,3				
20	27,4	75	82,8				
25	34,0	80	86,3				
30	40,4	85	89,9				
35	46,7	90	93,4				
40	52,8	95	96,8				
<b>45</b>	58,6	100	100,0				
50	63,6		·				

#### 52. Methylalkohol-Äthylalkohol<sup>1</sup>.

# II. Die Verdampfungswärme $\rho$ in kcal/kg der in den Zahlentafeln für die Gleichgewichtszustände von Zweistoffgemischen aufgeführten Stoffe bei dem Druck p = 760 mm Q.-S., soweit bekannt.

Stoff	Ver- dampfungs- wärme <u>o</u> kcal/kg	Stoff	Ver- dampfungs- wärme <i>q</i> kcal/kg
Azetaldehyd	136,2	Hexan (n-)	79,3
Azeton	125,0	Kresol(m)	100,6
Ameisensäure	118,0	Methylalkohol	262,8
Ammoniak	327,0	Methylcyclohexan	76,9
Äthylazetat	88,0	Oktan(n-)	70,95
Äthylalkohol	206,4	$Pentan(n-) \dots \dots \dots \dots$	85,0
Äthyläther	86,0	Phenol	122,0
Äthylbromid	59,9	Propan	107,0
Äthylenchlorid	77,3	Propylalkohol (i-)	159,35
Benzol	94,5	Salpetersäure	115,0
Brom	48,0	Salzsäure	106,0
Butylazetat	73,8	Sauerstoff	51,0
Butvlalkohol (n-)	141.3	Stickstoff	47.6
Butvlalkohol (i-)	138.1	Schwefelkohlenstoff	84.1
Chloroform	59.0	Schwefelsäure	122.1
Essigsäure	96,75	Tetrachlorkohlenstoff	46.35
Essigsäureanhydrid :	66.2	Toluol	86.8
Furfurol.	. 107.5	Trichloräthylen	57.24
Heptan (n-)	76,3	Wasser	540

<sup>1</sup> Siehe Fußnote 2, S. 275.

# III. Die spezifische Wärme und das spezifische Gewicht der in den Zahlentafeln für die Gleichgewichtszustände von Zweistoffgemischen aufgeführten Stoffe im flüssigen Zustande.

$\mathbf{Stoff}$	Temp. °C	Spez. Wärme kcal/kg °C	Temp. °C	Spez. Gew. kg/l
Azetaldehvd			<b>20</b>	0.783
Azeton	0	0.506	20	0.791
	3-22.6	0.514		-,
	24.2 - 49.4	0.538		
Ameisensäure	0	0.436	15	1.2273
	15.5	0.509		-,-=+0
	20-100	0.524		
Ammoniak	60	1.05	15	0.618
	0	1 10	10	0,010
	40	116		
	80	1 29		
Äthvlazotat	0	0.46	20	0.900
	20	0,10	20	0,000
Äthulalkohol	20	0,545	15	0 7036
	25	0,505	10	0,7350
	50	0,555		
	100	0,000		
Ätheläthen	100	0,82	15	0.79
Atnylather	20	0,521	15	0,72
	30	0,945		
	80	0,087		
X (1	120	0,800	90	1 4555
Athylbromid	-20	0,206	20	1,4000
	5-10	0,216		
	10-15	0,213		
X.1 1 11 11	15-20	0,214	0	1.00
Athylenchlorid	20	0,299	0	1,28
	30	0,304		
	50	0,313		
	60	0,318	20	0.0701
Benzol	20	0,415	20	0,8791
D	50	0,430	25	0.100
Brom	13-45	0,107	25	3,102
Butylazetat	19,4	0,4985	2.0	
Butylalkohol (n-)	21-115	0,687	20	0,810
Butylalkohol (i-)	0	0,505	20	0,802
<b>CH 1</b>	20	0,55		
Chloroform	0	0,232	20	1,489
-	30	0,234		
Essigsäure	0	0,467	15	1,0545
	20	0,488		
	40	0,505		
	80	0,545		
Essigsäureanhydrid			15	1,0797
Furfurol	0	0,367		1,159
	20 - 100	0,416		
Heptan (n-)	0-50	0,507	<b>20</b>	0,684
	20	0,490		· · -
	30	0,518		
$Hexan(n-) \dots \dots \dots \dots$	0-50	0,527	<b>20</b>	0,66
	20 - 100	0,600		1
	20	0.45		
Kresol (0-)	0-20	0,499	15,5	1,0516
				,

Stoff	Temp. °C	Spez. Wärme kcal/kg °C	Temp. °C	Spez. Gew kg/l
Kresol (m-)	0-20	0.479	15.5	1.0387
$\operatorname{Kresol}(p)$ .	20-100	0.487	15.5	1.0388
Methylalkohol	5	0.576	15.5	0.796
	20	0.60		- ,
	40	0.617		
Methylevelohexan			20	0.7693
Oktan (n-)	0-50	0,505	20	0,7026
( )	20 - 123	0.578		,
Pentan (n-)	0	0.51		0.626
	20	0.52		-,
Phenol	14 - 26	0.561	25	1.071
Propan	0	0.576	15	0.541
Propylalkohol (i-)	0	0,555	15	0.7896
15 ( )	20	0,630		,
Salpetersäure (100%).	20	0,41	15	1,5217
Salzsäure (17%)	<b>20</b>	0,74	0	0,908
Sauerstoff	57—73° Kelvin	0,398	90.2° Kelvin	1,142
Stickstoff	64—76° Kelvin	0,475	77° Kelvin	0,811
Schwefelkohlenstoff	0	0,235	20	1,2634
	20	0,238		,
	30	0.242		
Schwefelsäure	0	0,335	15	1,8357
	<b>20</b>	0,345		
	40	0,355		
Tetrachlorkohlenstoff	0	0,198	20	1,595
	<b>20</b>	0,201		
	30	0,203		
Toluol	0	0,39	20	0,866
	<b>20</b>	0,40		
	50	0,43		
	100	0,47		
Trichloräthylen	20	0,223	20	1,464
Wasser	15	1,000	15	0,999

# IV. Die Molekulargewichte der in den Zahlentafeln für die Gleichgewichtszustände von Zweistoffgemischen aufgeführten Stoffe.

								•	
Acetaldehyd							44,05	Kresol	108.06
Aceton							58,08	Methylalkohol	32.04
Ameisensäure .							46,03	Methylcyclohexan	98.09
Ammoniak							17.03	Oktan	114.14
Äthvlacetat							88.10	Pentan	72.14
Äthvlalkohol .							46.05	Phenol	94.05
Äthvläther							74.12	Propan	44.06
Äthvlbromid .							108.98	Propylalkohol	60.09
Äthvlenchlorid.							98.95	Salpetersäure	63.01
Benzol						÷	78.11	Salzsäure	36 46
Brom							159.83	Sauerstoff	32,00
Butvlacetat							116.09	Stickstoff	28,02
Butylalkohol .							74.12	Schwefelkohlenstoff	76 13
Butylen				-		•	56 10	Schwefelsäure	98,08
Chloroform					•	·	119.39	Tetrachlorkohlenstoff	153 84
Essigsäure							60.03	Toluol	92 13
Essigsäureanhyd	lri	d.					102.05	Trichloräthylen	131 40
Furfurol					Ē	•	96.03	Trimethylpentan	114 14
Heptan						÷	100.19	Wasser	18.02
Hexan						÷	86.17	Wasser	10,02
	•		•	•	•	•			

# Namenverzeichnis.

Adams, Mc. H. 172. Ashraf, F. A. 185. Bahlke, W. H. 52. Baker, E. M. 185. Baker, Th. 243. Barbaudy, J. 31. Bascom, C. H. 266. Berthelot, D. 16. Boe, C. 121. Bošnjakowič, F. 92, 121. Bromiley, E. C. 269, 271, 275.Brown, G. Gr. 178, 185. Brunjes, A. S. 267. Cabe, Mc. W. L. 64. Carey, J. S. 172. Chillas, R. B. 226. Chilton, H. 243. Clark, S. 64. Claude 185. Cope, jr., J. Q. 157. Cornell, L. W. 273. Cubbage, T. L. 185. Cummings, L. W. T. 262. Dietrich, K. R. 261. Dodge 34, 268. Donald, F. 103. Duhem, P. 6. Dunbar 34, 268. Eaton, G. L. 99. Eucken, A. 52, 117. Fawcett, E. W. 256. Fenske, M. R. 151. Fischer, W. 47. Fortrey 32. Fritzweiler, R. 149, 261. Furnas, C. C. 266, 267. Galitzine 16. Gerstner, F. 19, 264.

Gilliland, E. R. 263. Griswold, J. 172. Grumbt, J. A. 33, 92. Gummings, L. W. T. 34. Hausbrand, E. 8, 275. Hausen, H. 7, 117, 120,  $\cdot 214.$ Holbrook, G. E. 185. Hull, C. M. 265. Huntington, R. L. 185. Jenny, F. J. 185. Johnston, F. 269. Keussler, O. v. 38. Keyes, D. B. 274. Kienzle, K. 260. Kirschbaum, Emil 19, 39, 41, 69, 70, 80, 81, 105, 167, 170, 176, 187, 206, 214, 237, 240, 264. Klar, M. 149. Landolt-Börnstein 57, 101. Langmuir, J. 256. Leiqhton, W. B. 266. Lewis, G. N. 6. Lewis, W. K. 151, 157, 172. Linde, H. 78. Mach, E. 245, 247. Margules, M. 6. Matheson, G. L. 157. Merkel, Fr. 49. Merriman, J. 33. Montonna, R. E. 273. Murphree, E. V. 64. Murray, G. W. 262, 273. Nelson, E. F. 100. Othmer 103, 266, 274. Peavy, C. 185. Perry, J. H. 268, 269.

Peters jr., W. A. 64. Planck, M. 5. Prahl, W. 19. Quade, W. 24, 214. Quiggle, D. 271, 275. Randall, M. 6. Rechenberg, C. 19, 21. Rhodes, F. H. 262, 266, 273. Robinson 64. Scheeline, H. W. 263. Schimunek, J. 102. Schreinemakers, F. 30. Schwab, A. 102. Sherwood, T. K. 185. Siegel, C. L. 177. Smoley 151. Souders jr., M. 178, 185. Stockhardt, J. S. 12, 265. Stones, F. W. 34, 262. Strang, L. C. 185. Tapp, W. 102. Thormann, K. 54. Tongberg, C. O. 269. Tyrer, D. 50, 260, 272. Vernon, C. 243. Volante, M. A. 34, 262. Volland, G. 199. Watson, K. M. 100. Weimann, M. 241. Weir, H. M. 99, 226. Wells, J. H. 262, 273. Wilson, R. E. 52. Wrewsky 33. Wucherer, J. 34, 268. Young, S. 19, 32.

Zeisberg, F. C. 274.
## Sachverzeichnis.

Ablaufbecher 169, 177, 225. Abtriebsäule 88, 109, 134, 158. Abtriebsboden 91. Abtriebsgerade 89, 142. Abtriebslinie 118. Äthyläther 272, 276, 277, 278. Äthylalkohol 261, 264, 266, 272, 276, 277, 278. Äthylazetat 260, 266, 267, 276, 277, 278. Athylbromid 260, 276, 277, 278. Äthylenchlorid 270, 276, 277, 278. Ameisensäure 274, 276, 277, 278. Ammoniak 34, 268, 276, 277, 278. Anreicherung, theoretische 68, 136, 206, 214.wirkliche 68. Anschaffungskosten von Rektifizierapparaten 76, 97, 181. Anziehungskräfte, molekulare 16, 19. Argon 149. Aufenthaltszeit der Flüssigkeit 172. Aufstellung von Rektifizierapparaten 105.Ausgezeichneter Punkt 8, 14, 18, 21. Austauschboden 59. Austauschsäule 117. Austauschverhältnis 69. Azetaldehyd 268, 276, 277, 278. Azeton 266, 267, 270, 272, 275, 276, 277, 278. Bachbildung 243. Belastung 167. Belastungsbereich 200. Belastungsgrenze 169. Belastungsschwankung 200. Benzol 27, 46, 260, 261, 262, 269, 270, 272, 274, 276, 277, 278. Betriebsmittelverbrauch 76. Blasenapparat 53. Blasenfüllung 56. Blasenfüllungskurve 56. Bodenabstand 180. Bodenzahl 64, 69, 70, 71, 127, 146, 157, 160.- theoretische 64, 66, 134, 160.

vergleichsmäßige theoretische 230.
 wirkliche 130.

- Brom 266, 276, 277, 278.
- Butylalkohol 265, 267, 276, 277, 278. Butylazetat 267, 276, 277, 278.

Chloroform 260, 272, 276, 277, 278.

Dampfdurchmischung 205, 210, 216, 220. Dampfgeschwindigkeit 165, 166. Dampfisotherme 24, 26, 28. Dampfkonzentration 4. Dampfzustandslinie 148. Dephlegmator 62. Destillation 53. - fraktionierte 1, 53. Wasserdampf- 9. Destillationsfeld 23, 30, 31. Destillationslinie 30. Destillierblase 53, 58. Destilliereinrichtung 251, 252. Destillieren 1. Dreistoffgemisch 22, 141, 147. Druckverlust 169, 202. Durchströmtiefe 192.

Einlaufboden 89, 90. Eintauchtiefe 181, 187. Einzelwirkungsgrad 216. Enddruck 36, 37. Enthalpie, freie 5. Entwässerungsverfahren 33. Erdölfraktion 99. Essigsäure 267, 274, 276, 277, 278. Essigsäureanhydrid 274, 276, 277, 278. Eutektikum 33. Eutektischer Punkt 33.

Fließdichte 241. Flüchtigkeit, relative 155. Flüssigkeit, Aufenthaltszeit der 172. Mitreißen von 168, 184, 196. Flüssigkeitsabscheidevorrichtung 187. Flüssigkeitsdurchmischung 205, 208, 220. Flüssigkeitsführung 227. gegensinnige 205, 218, 220. gleichsinnige 205, 214, 218, 220. Flüssigkeitsisotherme 24, 26, 28. Flüssigkeitsstau 169. Flüssigkeitsverteilung 181, 241. Flüssigkeitszustandslinie 148. Fraktion 1. Fraktionierte Destillation 1, 53. Füllkörper 228. Füllkörpersäule 228.

Mindestbodenzahl 155.

Mindestheizwärme 137.

Mindestrücklauf 137.

Füllkörperschichthöhe 235. Furfurol 271, 276, 277, 278. Fuselöl 141.

Gaskühler 61. Gaskühlung 62. Gemisch, azeotropisches 18. — ideales 14, 16, 21. — teilweise lösliches 11, 12. — unlösliches 12. Gewicht, spezifisches 277. Gleichgewicht siedender Mehrstoffgemische 5. Gleichgewichtsgerade 158. Gleichgewichtskurve 13, 15. Gleichgewichtszustand 260. Glockenabstand 192. Glockenboden 59, 166, 200, 226. Glockengröße 189. Glockenzahl 189. Grenzgeschwindigkeit 172. — obere 248. - untere 248.

Hauptgerade 133. Heptan 262, 275, 276, 277, 278. Herstellungskosten 200. Hexan 269, 276, 277, 278.

Isobutylalkohol 265. Isobutylen 263, 264. Isopropylalkohol 271, 276, 278. Isotherme 121.

Kohlendioxyd 34. Kondensationslinie 14. Kondensationswärme 50. Kondensatorkühler 62. Konzentration 1, 97. Konzentrationsverlauf 220. Kresol 262, 263, 276, 277, 278. Kreuzstrom 206, 208, 214, 225.

Leistungsregelung 255. Löslichkeit, teilweise 11, 12. Luftkühler 61. Luttersäule 112.

Maischesäule 112. Maximumdampfdruck 11, 19, 20. Maximumsiedepunkt 16, 18, 21, 22. Mehrstoffgemische, Gleichgewicht siedender 5. Mengenleistung 172. Methylalkohol 260, 262, 266, 273, 276, 278.Methylcyclohexan 275, 276, 278.

Mindestrücklaufverhältnis 73, 94, 96, 109, 130, 147, 149, 155. Mindestrücklaufwärme 82, 130, 137. Minimumdampfdruck 16, 17. Minimumsiedepunkt 14, 19, 22, 31. Mischung 90. Mischungswärme 121. Mitreißen von Flüssigkeit 168, 184, 196. Mol 2. Molekulardestillation 256. Molekulargewicht 278. — mittleres 2. Nebenbestandteile 141. Niederschlag, teilweiser 39, 40, 42, 46, 59, 62, 71, 72. Oberflächenspannung 172. Oktan 269, 271, 276, 278. Pentan 262, 276, 278. Phasen, Strömungsrichtung 205. Phasengleichgewicht 66. Phenol 262, 263, 273, 276, 278. Propan 263, 264, 276, 278. Punkt, ausgezeichneter 8, 14, 18, 21. — eutektischer 33. Querschnittsgerade 127, 132. Randgängigkeit 247. Rektifikation 1. Rektifizierapparat 1. absatzweise arbeitender 64. Anschaffungskosten 76, 97, 181. — Aufstellung 105. - stetig arbeitender 88. Rektifizierboden 59, 166, 222. - bauliche Ausführung 222. — Wirkung von 167. Rektifiziervorgang 77. Rieselhöhe 241. Rückfluß 59. Rücklauf 59, 65. Rücklaufkondensator 61, 252. Rücklaufrohre, Schluckfähigkeit 169. Rücklaufscheidelinie 149. Rücklaufverhältnis 65, 76. Rücklaufwärme 82, 83, 85, 125, 126. Rückstand 57. Säulenhöhe 230. Säulenquerschnitt 166. Salpetersäure 17, 271, 276, 278. Salzsäure 266, 276, 278. Sauerstoff 34, 268, 276, 278. Kirschbaum: Destillier- und Rektifiziertechnik.

18a

## Sachverzeichnis.

Schaumfähigkeit 172. Schaumschicht 181. Schlitzglocken 226. Schluckfähigkeit der Rücklaufrohre 169. Schlüsselkomponente 151. Schlußkühler 62, 253. Schrägstellung 194. Schwefeldioxyd 34. Schwefelkohlenstoff 270, 276, 278. Schwefelsäure 274, 276, 278. Seitenprodukt 163. Sicherheitszuschlag 177. Siebboden 59, 195, 200. Siedelinie 14, 15, 18, 20, 121, 126. Siedetemperatur auf dem Einlaufboden 108. Sprudelschicht 181. Stickstoff 34, 268, 276, 278. Stoffaustausch 41, 77. Strömungsrichtung der Phasen 205. Stufenzahl 141. Taulinie 14, 16, 18, 20, 121, 126. Teilniederschlag 39, 40, 42, 46, 59, 62, 72, 71. Tetrachlorkohlenstoff 260, 269, 270,

272, 276, 278. Toluol 27, 46, 269, 270, 271, 275, 276, 278.

Trichloräthylen 261, 276, 278. Trimethylpentan 269.

Umrechnungskurve 3.

Verdampfungsdruck, kritischer 34. Verdampfungsgeschwindigkeit 256. Verdampfungswärme 50, 53, 276. — molare 51. Verdampfungswärmen von Gemischen 49. Verschmutzung 200. Verstärkungsgerade 65, 142, 157, 235. Verstärkungskurve 45, 47. Verstärkungslinie 118. Verstärkungssäule 59, 88, 125, 127. Verstärkungsverhältnis 69. — theoretisches 206, 210, 220, 221. Verteilerboden 244. Vielstoffgemisch 149. Vorlage 53.

Wärme, spezifische 277.
Wärmeaustausch 41, 77.
Wärmeaustauschapparat 251.
Wärmeinhalt, freier 5.
Konzentrationsbild 121.
Wärmeverbrauch 98, 100.
Wärmeverlust 116.
Wasser 264, 265, 266, 268, 271, 273, 274, 275, 276, 278.
Wasserdampfdestillation 9.
Wirkungsgrad 206, 211, 214, 222.

Xylol, m- 27.

Zuflußtemperatur 90. Zulaufstutzen 115. Zustandsänderung 157. Zweistoffgemische, lösliche 14. — unlösliche 7.

 $\mathbf{282}$ 

## Druckfehlerberichtigung.



Für Bild 70 auf Seite 85 Abhängigkeit der Erzeugnismenge vom Rücklaufverhältnis ist obiges Bild einzusetzen.

Ferner auf der gleichen Seite:

In	Zeile	4:	Stat	t ,,u	nterha	ilb d	ler E	= f(v)-Kurv	7 <b>e</b> "	die B	uchstaben " <i>a b c`d</i> ".
In	Zeile	7	und	16:	Statt	$\operatorname{der}$	Zahl	,,205''	die	Zahl	,,122''.
,,	,,	16	,,	23:	,,	,,	,,	,,1560000''	"	"	,,927000''.
,,	,,	23		:	,,	,,	,,	,,510"	,,	,,	,,305".

Kirschbaum, Destillier- und Rektifiziertechnik.

Additional information of this book

(Destillier- und Rektifiziertechnik; 978-3-662-05531-1\_OSFO) is provided:



http://Extras.Springer.com