

Rolf Bode-Staud

Trennleistungen von strukturierten Packungen im Miniplant- und Technikumsmaßstab

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.dnb.de> abrufbar.

1. Aufl. – Göttingen: Cuvillier, 2026

Zugl.: (TU) Braunschweig, Univ., Diss., 2025

Herausgeber:

Stephan Scholl, Wolfgang Augustin

ICTV – Institut für Chemische und Thermische Verfahrenstechnik

Langer Kamp 7

38106 Braunschweig

Telefon + 49 (0)531 391 2781

Telefax + 49 (0)531 391 2792

ictv@tu-braunschweig.de

www.ictv.tu-bs.de

CUVILLIER VERLAG GmbH, Göttingen 2026

Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen

Telefon: 0551-54724-0

Telefax: 0551-54724-21

www.cuvillier.de

Diese Publikation wurde durch Mittel aus dem Publikationsfonds
NiedersachsenOPEN unterstützt, der von [zukunft.niedersachsen](http://www.zukunft.niedersachsen.de) finanziert wird.

Dieses Werk ist lizenziert unter einer Creative Commons Namensnennung 4.0
International Lizenz (CC BY 4.0). <https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>

Sie können das Material frei weiterverbreiten und bearbeiten, auch für kommerzielle Zwecke, sofern Sie die Quelle ordnungsgemäß zitieren. Sie müssen außerdem einen Link zur Lizenz angeben und auf Änderungen hinweisen. Alle Rechte an Inhalten, die nicht unter diese Lizenz fallen, bleiben vorbehalten.

1. Auflage, 2026

Gedruckt auf umweltfreundlichem, säurefreiem Papier aus nachhaltiger Forstwirtschaft.

ISSN 1860-1316

eISSN 3053-8300

ISBN 978-3-68952-488-3

eISBN 978-3-68952-489-0

ORCID <https://orcid.org/0000-0002-8777-4062>

DOI https://doi.org/10.61061/ISBN_9783689524883

Trennleistungen von strukturierten Packungen im Miniplant- und Technikumsmaßstab

Von der Fakultät für Maschinenbau
der Technischen Universität Braunschweig
zur Erlangung der Würde

eines Doktor-Ingenieurs (Dr.-Ing.)

genehmigte Dissertation

von: Rolf Bode-Staud

geboren in: Soest

eingereicht am: 05.05.2025

mündliche Prüfung am: 31.07.2025

Vorsitz: Prof. Dr.-Ing. Thomas Vietor

Gutachter: Prof. Dr.-Ing. Stephan Scholl

Gutachter: Prof. Dr.-Ing. Jens-Uwe Repke

Vorwort

„Destillieren ist wunderschön. Erstens, weil es eine langsame, philosophische und stille Beschäftigung ist, die Sie beschäftigt, Ihnen aber Zeit gibt, über andere Dinge nachzudenken, ähnlich wie Fahrradfahren. Denn, weil es sich dabei um eine Metamorphose von Flüssigkeit zu Dampf (unsichtbar) und von dort wieder zu Flüssigkeit handelt. Aber auf dieser doppelten Reise, auf und ab, wird Reinheit erreicht, ein zweideutiger und faszinierender Zustand, der mit der Chemie beginnt und sehr weit reicht. Und schließlich, wenn man mit dem Destillieren beginnt, erlangt man das Bewusstsein, ein über Jahrhunderte geweihtes Ritual zu wiederholen.“ (Levi, 1975)

Im Verlauf meiner Arbeiten an dieser Dissertation wurde mir bewusst, dass der Destillationsprozess weit mehr ist als ein rein stofftrennungstechnischer Vorgang. Er vereint Aspekte der Chemie, Physik, des Maschinen- und Anlagenbaus und auch der Literatur, Philosophie und Kunst. Das genannte Zitat verdeutlicht die Vielfalt, mit der Destillieren beschrieben werden kann. Diese Denkansätze und weitere Aspekte haben mich bei folgenden umfangreichen Forschungsarbeiten inspiriert.

Danksagung

Für die Betreuung und Ermöglichung der Forschungsarbeiten möchte ich Herrn Prof. Dr.-Ing. Stephan Scholl herzlich danken. Besonders möchte ich mich für die große Unterstützung und das entgegengebrachte Vertrauen beim Aufbau mehrerer Rektifikationsanlagen, insbesondere der Technikumsanlage, bedanken. Darüber hinaus möchte ich mich für die vielfältige und anwendungsnahe Ausbildung bedanken. Die jederzeit möglichen konstruktiven Gespräche, während der umfangreichen Forschungsarbeiten haben mich stets motiviert, Antworten auf neue Forschungsfragen zu finden. Weiterhin möchte ich mich bei Herrn Prof. Dr.-Ing. Jens-Uwe Repke für die projektübergreifende Begleitung meiner Forschungsarbeiten bedanken. Ebenso gebührt Herrn Prof. Dr.-Ing. Thomas Vietor mein Dank für die Übernahme des Vorsitzes der Prüfungskommission.

Am Institut für Chemische und Thermische Verfahrenstechnik (ICTV) gilt mein besonderer Dank meiner Arbeitsgruppenleiterin Frau Dr.-Ing. Katharina Jasch, die mich während meiner gesamten Zeit mit einer hervorragenden Betreuung unterstützt hat. Ein weiterer Dank gilt meinen Kolleginnen und Kollegen am ICTV, die ein wunderbares Arbeitsklima geschaffen haben. Insbesondere danke ich meiner langjährigen Bürokollegin Dr.-Ing. Laura Strodtmann und meinem Forschungspartner Dr.-Ing. Sven Gutperl sowie Lukas Rohwer für eine humorvolle und glückliche Zeit, mit vielen gemeinsam bewältigten Herausforderungen. Mein besonderer Dank gilt ebenso den stetigen Mitarbeitern des Instituts. Nur durch die enge Zusammenarbeit und die tatkräftige Unterstützung von Karl Karrenführer und Sven Lorenzen in der mechanischen Werkstatt, Jörg Leppelt in der elektrotechnischen Werkstatt und Mario Lüttkenhaus in der glastechnischen Werkstatt konnte der umfangreiche Aufbau von zwei Rektifikationsanlagen zur Erhebung der Ergebnisse dieser Dissertation erzielt werden. Ebenso danke ich Marion Harms und dem gesamten Office-Team für eure administrative Unterstützung und Geduld. Des Weiteren möchte ich mich bei den chemisch-technischen Assistentinnen Anke Schmidt-Radeleff, Sabine Knoblauch und Simone Schulze, die mit vielen Mikroskopaufnahmen der Packungsgeometrien sprichwörtlich Licht in das Dunkle der unterschiedlichen Trennleistungen von Packungen gebracht hatte, bedanken.

Mein besonderer Dank für seine Diskussions-, Lern- und Hilfsbereitschaft gilt meinem langjährigen Studenten Kai Schröder. Nur durch die Unterstützung und den engagierten Einsatz der Studierenden Kevin Mesarek, Jannis Schröder, Rorik Herbst, Wonbea Jang, Tim Klinker, Xiaotian Wu, Xiaobo Zhang, Dorian Röhring, Xinyu Gu, Yu Yang, Ali Moafi Madani, Mehdi Bakshian und Abbas Roshan wurde der Betrieb von zwei Rektifikationsanlagen und die Erhebung der umfangreichen Datenbasis möglich. Das Arbeiten mit euch und weiteren HiWis hat mir großen Spaß bereitet und mich persönlich und fachlich weitergebildet.

Im Rahmen des Forschungsprojektes „ReProvAP“ danke ich folgenden Doktoranden (Amelie Merkel RU Bochum, René Pöschmann TU Berlin, Maximilian Neumann und Marc Xia TU München), sowie folgenden Industriepartnern für die Bereitstellung der Messdaten und die enge Zusammenarbeit: BASF SE (J. Paschold, S. Müller), ENVIMAC Engineering GmbH (Dr. J. Mackowiak, R. Chromik), EVONIK Industries AG (Dr. C. Hiller, Dr. J. Neukäufer, Dr. S. Harding), SULZER Chemtech AG (Dr. I. Außner, Dr. A. Gäbler) sowie bei RVT Process Equipment GmbH (Dr. J.L. Solá). Für weiteren wissenschaftlichen Austausch zu dieser Arbeit danke ich außerdem Prof. Ž. Olujić (TU DELFT, NL), Prof. M. Schultes (RASCHIG GmbH, D), Dr. J. Bausa (COVESTRO AG, D), Prof. B. Hanley (Louisiana State University, USA)

Schließlich geht mein persönlicher Dank an meine Eltern, welche mir diese Arbeit ermöglicht haben. Abschließend möchte ich mich bei allen Kommilitonen, Freunden und Familienmitgliedern, welche mich unterstützt haben, bedanken. Zum guten Schluss möchte ich meiner Frau von Herzen für dein Verständnis, deine ständige Unterstützung und Liebe danken, mit der du mir Kraft verleihst.

In dankbarer Erinnerung an die Doktorandenzeit,

Rolf Bode-Staud

Inhaltsverzeichnis

Kurzfassung	XI
Abstract.....	XIII
Symbolverzeichnis.....	XV
Abbildungsverzeichnis	XIX
Tabellenverzeichnis	XXV
1 Einleitung.....	1
2 Stand des Wissens.....	2
2.1 Grundlagen der Rektifikation	2
2.2 Strukturierte Packungen	5
2.2.1 Aufbau und Entwicklung	5
2.2.2 Geometrische Packungsparameter	7
2.2.3 Mikrostruktur und Perforation	7
2.3 Fluidodynamik in Packungskolonnen	8
2.3.1 Gas- und Flüssigkeitsbelastung	8
2.3.2 Druckverlust und Hold-up	9
2.3.3 Strömungsbedingungen in strukturierten Packungen.....	12
2.4 Quantifizierung der Trennleistung	13
2.4.1 Gleichgewichtsstufenmodell	13
2.4.2 Unvollständige Gleichgewichtseinstellungen	15
2.4.3 Transfereinheitenmodell	15
2.4.4 Gemischspezifischer Vergleich des Gleichgewichtsstufen- und des Transfereinheitenmodells.....	17
2.4.5 Stofftransportmodellierung und Unsicherheiten	20
2.4.6 Publierte Stofftransportmodelle	22
2.5 Einfluss von Gemischeigenschaften und Stofftrennung	26
2.5.1 Strömungsformen und Phasengrenzflächen von wässrigen und organischen Gemischen in Packungskanälen	26
2.5.2 Benetzung und Marangoni Effekt	27
2.6 Experimentelle Trennleistungsbestimmung	29
2.6.1 Trennleistungsverlauf	30
2.6.2 Kolonnendurchmesser	32
2.6.3 Trennleistungsbuckel „Hump“	33

2.6.4	Packungs- und Betthöhe.....	34
2.6.5	Fluidverteilung.....	35
2.7	<i>Scale-up und Auslegungsmethode</i>	37
2.7.1	Geometrischer Wandeinfluss	39
2.7.2	Randabweiser und Randgängigkeit	41
2.7.3	Scale-up Methoden	41
2.8	<i>Kritische Würdigung des Standes des Wissens und Forschungsfragen</i>	43
3	Methodisches Vorgehen	46
3.1	<i>Ziele und Lösungsweg</i>	46
3.2	<i>Stoffgemische</i>	46
3.2.1	Gemischauswahl	46
3.2.2	Thermodynamische Stoffeigenschaften	48
3.2.3	Physikalische Stoffeigenschaften.....	49
3.3	<i>Versuchsmatrix und Packungscharakterisierung</i>	50
3.3.1	Versuchsmatrix.....	50
3.3.2	Packungscharakterisierung.....	51
3.4	<i>Aufbau und Betrieb von Rektifikationsanlagen</i>	55
3.4.1	Anlagenaufbau DN50	55
3.4.2	Anlagenaufbau DN150	56
3.4.3	Kolonnenwandisolierung und -beheizung.....	58
3.4.4	Fluidverteilung.....	59
3.4.5	Rücklaufunterkühlung	59
3.4.6	Druck- und Temperaturmessung	59
3.4.7	Versuchsdurchführung und Stationarität	60
3.4.8	Probenahme.....	61
3.4.9	Analytik.....	62
3.5	<i>Datenauswertung</i>	62
3.5.1	Berechnung der Trennleistung	62
3.5.2	Stufengewichtete Mittelung	63
3.5.3	Fluiddynamische Berechnungen	64
3.5.4	Wärmebilanzierung	66
3.5.5	Datenverarbeitung und Unsicherheitsbetrachtung.....	67
4	Experimentelle Ergebnisse und Diskussion	69

4.1	<i>Apparative und Gemischeinflussparameter auf die Trennleistung</i>	69
4.1.1	Thermische Randbedingung der Kolonnenwand und Rücklaufunterkühlung	69
4.1.2	Randabweiser	74
4.1.3	Geometrische Randeffekte	75
4.1.4	Maßstabs- und Gemischeinfluss	77
4.1.5	Trennleistungsverläufe	82
4.1.6	Packungshöhe und Endeffekte	84
4.2	<i>Thermophysikalische Gemischparameter</i>	87
4.2.1	Stabilisierungsfaktor (M-Index)	88
4.2.2	Einfluss der Gemischzusammensetzung auf die Trennleistung	90
4.2.3	Trennleistungsabhängigkeit von Stoffparametern	93
4.3	<i>Gemischabhängige Fluiddynamik</i>	98
5	Stoffübergangsmodellierung vs. GGW-Stufenmodell	101
5.1	<i>Belastungsabhängiger Trennleistungsverlauf</i>	101
5.2	<i>Paritätsdiagramme der Modellergebnisse</i>	102
5.3	<i>Mittlere Relative Abweichungen (MRD)</i>	105
5.4	<i>Modellierung der zusammensetzungsabhängigen Trennleistung</i>	108
5.5	<i>Modellierung Stoffübergangsparameter</i>	110
5.5.1	Effektive Phasengrenzfläche	110
5.5.2	Gas- und flüssigkeitsseitige Stoffübergangskoeffizienten	112
5.5.3	Diffusionskoeffizienten	114
5.5.4	Anteil des Stoffübergangswiderstands in der flüssigen Phase (<i>LRF</i>)	115
5.5.5	Hold-up	117
5.6	<i>Strippingfaktoreinfluss auf HTU_{OG}, HTU_{Mod} und $HETP_{Exp}$</i>	118
6	Gemisch- und Maßstabsübertragung	123
7	Zusammenfassung und Ausblick	130
8	Literaturverzeichnis	134
9	Anhang	151

Kurzfassung

Die vorliegende Dissertation behandelt die experimentelle und modellbasierte Untersuchung von Trennleistung und Druckverlust von nicht-perforierten, mikrostrukturierten Packungen bei der Rektifikation. Dabei werden insbesondere der Einfluss des Kolonnendurchmessers, der Rand- und Wandeckeffekte sowie der Fluidmechanik vom Miniplant- bis zum Technikumsmaßstab systematisch analysiert, um bekannte Lücken bei der Maßstabs- und Gemischübertragung zu schließen. Herkömmliche Stofftransportmodelle basieren fast ausschließlich auf Pilotmaßstabsdaten und berücksichtigen durchmesserabhängige Effekte nicht oder wie im Song-Modell (2018) nur unzureichend. Dazu zählt der zunehmende Einfluss von Randspalten und Wandbenetzung in kleineren Miniplant- und Technikumskolonnen.

Experimentelle Messungen mit dem Standardstoffgemisch C6/C7 zeigen, dass die Maßstabsvergrößerung bis in den Pilotmaßstab (DN250) zu Reduktionen der Trennleistung (*HETP*) von bis zu 29 % bei Mellapak-ähnlichen (S)500.Y- und 23 % bei RMP-N-ähnlichen (R)500.Y-Packungen führt. Höhere Flüssigkeitsbelastungen bei 950 mbar abs (bis zu 42 % höher als bei 300 mbar abs) verbessern die Wandbenetzung und verstärken den Einfluss von Randabweisern, was zu signifikanten Trennleistungsunterschieden zwischen DN50- und DN150-Kolonnen führt. Bei Trennleistungsmessungen mit Ethanol/Wasser-Gemischen erzielen S500.Y-Packungen unter Vakuumbedingungen (300 mbar abs) die höchsten Trennleistungen bei gleichzeitig geringen Druckverlusten. Niedrigere Packungsbetthöhen (0,19 m ... 1 m) erzeugen eine geringere Flüssigkeitsmaldistribution und damit höhere Trennleistungen. Höhere Packungsbetten gehen dagegen mit Stoßstellen und linear ansteigenden *HETP*-Werten einher, die eine Extrapolation auf übliche Betthöhen von ca. 3 m ermöglichen.

Der Vergleich mit sieben etablierten Stoffübergangsmodellen zeigt anhand von Paritätsdiagrammen von experimentellen und modellierten Trennleistungen, dass insbesondere bei R500.Y Packungen die Trennleistung für C6/C7-Gemische systematisch überschätzt und für die Gemische Ethanol/1-Butanol und Ethanol/Wasser unterschätzt wird. Von den untersuchten Modellen weist über alle Gemische gemittelt das SRP-Modell (Fair et al., 2000) die geringsten mittleren relativen Abweichungen (*MRD*) zwischen experimentellen und modellierten Trennleistungen auf, gefolgt von den Modellen DOP (Del Carlo et al., 2006) und DELFT (Olujć, 2014). Für C6/C7-Systeme erreichen die Modelle W&H (Wilfert und Hanley, 2023) und B&S (Billet und Schultes, 1999) Abweichungen von 17 % bzw. 19 %, während für wässrige Gemische die Modelle DOP (22 %) und SRP (23 %) die experimentellen Werte am genauesten wiedergeben. Besonders hervorzuheben ist, dass das W&H-Modell die effektive Phasengrenzfläche für C6/C7-Gemische mit einem modellierten Benetzungsgrad im Bereich von 69 % wiedergibt, was dem experimentell ermittelten Wert von 68 % entspricht (Pöschmann et al., 2024).

Die Analyse der Diffusionskoeffizienten zeigt weiterhin, dass insbesondere für Ethanol/Wasser in der Gasphase höhere Werte und eine stärkere Gemischabhängigkeit vorliegen als in der Flüssigphase. Unter Vakuumbedingungen dominieren die gasseitige Stoffübergangskoeffizienten (k_G), während bei atmosphärischem Druck flüssigkeitsseitige Stoffübergangskoeffizienten (k_L) überwiegen. Das SRP-Modell berechnet ähnliche Trennleistungen wie das DOP-Modell, indem die geringere spezifische effektive Phasengrenzfläche durch höhere k_G -Werte kompensiert wird.

Insgesamt zeigen die Ergebnisse, dass geometrische, thermische und stoffspezifische Effekte, wie vor allem der Marangoni-Effekt und durchmesserabhängige Randphänomene, die Trennleistung und Fluidmechanik in Rektifikationskolonnen im Miniplant- und Technikumsmaßstab maßgeblich beeinflussen. Die gewonnenen Erkenntnisse tragen zur Optimierung der Auslegung und Skalierung von Rektifikationskolonnen bei und liefern eine umfangreiche Datenbasis für die Weiterentwicklung von Stoffübergangsmodellen.

Die im Rahmen dieser Dissertation vorgestellte Weiterentwicklung von Stoffübergangsmodellen verwendet belastungsabhängige Korrekturfunktionen anstelle der bisher üblichen einzelnen belastungsunabhängigen Korrekturfaktoren und berücksichtigt die dargestellte Durchmesserabhängigkeit der spezifischen Trennoberflächen im Miniplant- und im Technikumsmaßstab. Dieser Modellansatz ermöglicht die Abbildung des charakteristischen Buckels (Engl. Hump), der in den bisher publizierten Stoffübergangsmodellen nicht abgebildet wird.

Die Anwendung des Modellansatzes mit der Berücksichtigung von Randspalt, Randabweisern und der Kolonnenwand verbessert die Vorhersage der Trennleistungen und der Trennleistungsverläufe bei C6/C7- und Ethanol/Wasser-Gemischen. Dies spiegelt sich durch die Reduzierung der Abweichungen zu experimentellen Trennleistungen um einen (SRP) bzw. drei (DELFT) Prozentpunkte auf einen minimalen $\overline{MRD}$ -Wert von 24 % (SRP) wider. Der Modellansatz ermöglicht zudem eine Gemisch- und Maßstabsüberübertragung vom Miniplant- in den Technikums- oder Pilotmaßstab, wie die Anwendung mit dem SRP-Modell zeigt. Dieser Ansatz kann zur Übertragung von Trennleistungsmessungen auf industrielle Maßstäbe angewendet werden.

Abstract

This dissertation investigates the separation performance and pressure drop of non-perforated, microstructured packings during rectification by means of experiments and modelling. In particular, the influence of the column diameter, the edge and wall effects as well as the fluid dynamics are systematically analysed from the miniplant to the pilot plant scale in order to close known gaps in scale and mixture transfer. Conventional mass transfer models are based almost exclusively on pilot scale data and do not take diameter-dependent effects into account or, as in the Song model (2018), only insufficiently. This includes the increasing influence of edge gaps and wall wetting in smaller miniplant and pilot plant columns.

Experimental measurements with standard stock mixture C6/C7 show that the increase in scale-up to pilot scale (DN250) leads to reductions in separation performance (*HETP*) of up to 29 % for Mellapak-like (S)500.Y and 23 % for RMP-N-like (R)500.Y packings. Higher liquid loads at 950 mbar abs (up to 42 % higher than at 300 mbar abs) improve wall wetting and increase the influence of edge deflectors, resulting in significant separation performance differences between DN50 and DN150 columns. In separation performance measurements with ethanol/water mixtures, S500.Y packings achieve the highest separation performance under vacuum conditions (300 mbar abs) with low pressure losses. Lower packing bed heights (0.19 m ... 1 m) produce lower liquid maldistribution and thus higher separation efficiencies. On the other hand, higher packing beds are associated with contact points between packing elements and linear increases in *HETP* values. This enables extrapolation to standard bed heights of approximately 3 meters.

A comparison with seven established mass transfer models using parity diagrams of experimental and modeled separation performance shows that the separation performance for C6/C7 mixtures is systematically overestimated for R500.Y packings and underestimated for high-boiling mixtures (ethanol/1-butanol, ethanol/water). Of the models investigated, the SRP model (Fair et al., 2000) shows the smallest mean relative deviation (*MRD*) between experimental and modeled separation performance, followed by the DOP (Del Carlo et al., 2006) and DELFT (Olujić, 2014) models. For C6/C7 systems, the W&H (Wilfert and Hanley, 2023) and B&S (Billet and Schultes, 1999) models achieve deviations of less than 20 %, while for aqueous mixtures the DOP (22 %) and SRP (23 %) models most accurately reproduce the experimental values. It should be particularly emphasized that the W&H model reproduces the effective phase interface for C6/C7 mixtures with a modeled wetting degree in the range of 69 %, which corresponds to the experimentally determined value of 68 % (Pöschmann et al., 2024).

The analysis of the diffusion coefficients also shows that, particularly for ethanol/water, higher values and a stronger mixture dependence are present in the gas phase than in the liquid phase. The gas-side mass transfer coefficients dominate under vacuum conditions, while liquid-side mass transfer coefficients predominate at atmospheric pressure. Despite diverging k_L -values, these differences are balanced out by varying effective phase interfaces, so that the DOP and SRP models show similar experimental separation performance.

Overall, the results show that geometric, thermal and substance-specific effects, such as Marangoni effects and diameter-dependent edge phenomena in particular, have a significant influence on separation performance and fluid dynamics in rectification columns on a miniplant and pilot plant scale. The knowledge gained contributes to the optimisation of the design and scaling of rectification columns and provides a comprehensive database for the further development of mass transfer models.

The model correlation approach presented in this dissertation uses load-dependent correction functions instead of the previously used individual load-independent correction factors and considers the dependence on the diameter of the specific separation surfaces on a miniplant and pilot plant scale.

This model extension provides the ability to reproduce the characteristic hump, which is not represented in previously published mass transfer models. The application of the modelling approach with consideration of the edge gap, edge deflectors and the column wall improves the prediction of the separation performance and the separation performance curves for C6/C7 and ethanol/water mixtures. This is reflected in the reduction of the deviations from the experimental separation performance by one (SRP) or three (DELFT) percentage points to a minimum $\overline{MRD}$ value of 24 % (SRP). The modelling approach also enables a mixture and scale transfer from the miniplant to the pilot plant scale, as the application with the SRP model shows. This approach can be used to transfer separation efficiency measurements to industrial scales.

Symbolverzeichnis

Lateinische Buchstaben

A	m^2	Fläche
a_{pa}	$m^2 \cdot m^{-3}$	spezifische Packungsoberfläche
B	m^{-2}	Tropfstellendichte
C_V und C_L	—	packungsspezifische Modellkonstanten
C_G	—	Kapazitätsfaktor
$\dot{D}$	$kg \cdot s^{-1}$	Destillatstrom
D_L, D_G	$m^2 \cdot s^{-1}$	Diffusionskoeffizienten in der Flüssig- und Gasphase
d	mm	Durchmesser
$\dot{F}_L$	$kg \cdot s^{-1}$	Feed-Strom
F_G	$Pa^{0,5}$	Gasbelastungsfaktor
f_i^V	—	Fugazität
Fr_L	—	Froude-Zahl
$\dot{G}$	$kg \cdot s^{-1}$	Dampfstrom
g	$m \cdot s^{-2}$	Erdbeschleunigung
Gz_L	—	Graetz-Zahl
g^E	$J \cdot mol^{-1}$	freie Exzessenthalpie
H, h	m	Höhe
$h_{L,dyn}$	$m^3 \cdot m^{-3}$	dynamischer Flüssigkeits-Hold-up pro Packungsvolumen
Δh_v	$kJ \cdot kg^{-1}$	molare Verdampfungswärme
HTU	—	Height of transfer units (Übertragungseinheitenhöhe)
Ka	—	Kapitza-Zahl
K_1	—	Gleichgewichtskoeffizient
k_G, k_L	$m \cdot s^{-1}$	gas- und flüssigkeitsseitiger Stoffübergangskoeffizient
k_{OG}	$m \cdot s^{-1}$	Gesamtstoffdurchgangswiderstand bezogen auf Gasseite
L	m	charakteristische Länge
$\dot{L}$	$kg \cdot s^{-1}$	Flüssigkeitsstrom
$l_{G,pe}$	—	Gasströmungslänge im Kanal eines Packungselements
Ma	—	Marangoni-Zahl im B&S Modell (Billet und Schultes, 1999)
M	$g \cdot mol^{-1}$	Molare Masse
M -Index	$m \cdot N \cdot m^{-1}$	Stabilisierungsindex / M- Index
n_{th}	—	theoretische Trennstufenzahl
NTU	—	Number of transfer units (Übertragungseinheitenanzahl)
p	bar	Druck
p_1^0	bar	Sättigungsdampfdruck
Pe	—	Péclet-Zahl
$\dot{Q}$	kW	Wärmestrom
R	$J \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1}$	allgemeine Gaskonstante
$\dot{R}$	$kg \cdot s^{-1}$	Rücklaufstrom
Re_L	—	Reynolds-Zahl
S	—	Korrelationsfaktor $S = \ln(\lambda) \cdot \ln(\lambda)^{-1}$
s	—	Seitenlänge der Packungswellenstruktur
ΔS_b	$J \cdot mol^{-1}$	molare Verdampfungswärme
Sc	—	Schmidt-Zahl
$\dot{S}_L, \dot{S}_G$	$kg \cdot s^{-1}$	Sumpfumlaufstrom (fl.) und Brüdenstrom aus dem Sumpf

Sh_G	—	Sherwood-Zahl
Su	—	Scale-up Faktor
T	$^{\circ}C, K$	Temperatur
u_{Gs}	$m \cdot s^{-1}$	Leerrohrgeschwindigkeit
$\dot{V}_G$	$m^3 \cdot m^{-2}$	Gasvolumenstrom
v	$m \cdot s^{-1}$	Gasvolumenstrom
We_L	—	Weber-Zahl
w_L	$m^3 \cdot m^{-2} \cdot h^{-1}$	Flüssigkeitsbelastung
x	$mol_1 \cdot mol_{Ges}^{-1}$	Zusammensetzung in der Flüssigkeitsphase
y	$mol_1 \cdot mol_{Ges}^{-1}$	Zusammensetzung in der Gasphase

Indizes

äq	Äquimolare Zusammensetzung
boil, b	Siedepunkt (boiling), Bulk
ch	Kanal (channel)
col	Kolonnen (column)
D, K	Destillat, Kopf
eff	effektive Phasengrenzfläche, effektiver Fließwinkel
geom	geometrische Mittelwert
Ges	Gesamt
h, hG	hydraulischer Durchmesser
i	Innendurchmesser, laufende Nummer
Le	effektive Geschwindigkeit
Ls	Leerrohrgeschwindigkeit
LS, 1	Leichtsieder
LT	kritische Reynolds-Zahl, die den Übergang von laminar zu turbulent kennzeichnet
min	minimal
p	geometrische Packungsblechoberfläche nach (Olujić, 1997)
pa	korrigierte geometrische Trennoberfläche (Packungsblech-, Randabweiser- und Kolonnenwandoberfläche)
pe	Packungselement
SS, 2	Schwersieder
uP, S	Unter der Packung, Sumpf
Wand-ad	Abweichung der thermischen Randbedingung (diabat) vom adiabaten Zustand
Lab	Labormaßstab
Ind	Industrießmaßstab

Griechische Buchstaben

α	—	Anstellwinkel der Blechfaltung, Fließwinkel
$\alpha_{1,2}$	—	relative Flüchtigkeit
γ_1	—	Aktivitätskoeffizient
Δ	—	Differenz
δ_L	mm	Filmdicke
ε	—	Hohlraumanteil

η_L	$kg \cdot m^{-1} \cdot s^{-1}$	dynamische Viskosität
θ, θ_R	°	Kontaktwinkel, Rückzug-Kontaktwinkel
λ	—	Stripping Factor (Steigung der GGW-Kurve)
μ	—	Chemisches Potential
v	—	Rücklaufverhältnis
ξ_{GL}	—	Reibungskoeffizient
ρ_G, ρ_L	$kg \cdot s^{-1}$	Gas- und Flüssigkeitsdichte
σ_L	$N \cdot m^{-1}$	Oberflächenspannung
φ, ϕ	—	Anteil der flüssigkeitsbenetzten Querschnittsfläche, relative Sättigung
∞	—	unendlicher Grenzwert

Abkürzungen

B&S	Billet und Schultes-Modell nach (Billet und Schultes, 1999)
COSMO-RS	Conductor-like Screening Model for Real Solvents
DELFT	DELFT-Modell nach (Olujć, 2014)
DN50, DN150	Nominaler Kolonnendurchmesser (nominal diameter)
DOP	Del Carlo, Olujć und Paglanti -Modell nach (Del Carlo et al., 2006)
EoS	kubische Zustandsgleichung
FRI	Fractionation Research Inc.
GGW	Gleichgewicht
HETP	Height Equivalent to one Theoretical Plate
H&C	Hanley und Chen-Modell nach (Hanley und Chen, 2012)
LRF	Flüssigseitiger Stoffübergangswiderstand (Liquid Resistant Fraction)
M-Index	Stabilisierungsindex (Marangoni-Effekt) nach (Moens, 1972)
MRD	Median Relative Deviation; Mittlere relative Abweichung
MZ, MC	Messzelle (Measuring Cell)
NRTL	Non Random Two Liquid Modell zur Berechnung von Aktivitätskoeffizienten
NTSM	Number of Theoretical Stages per Meter
OG	Overall Gas, Gesamtstoffdurchgangswiderstand
R500.Y, S500.Y	RMP-N-, Mellapak- ähnlicher Packungstyp
Song	Song-Stoffübergangsmodell nach (Song et al., 2018, 2017)
SRP	Separations Research Program, TX, USA
UNIFAC	UNiversal Functional Activity Coefficient-Modell
UNIQUAC	UNiversal QUasi-Chemical-Modell zur Berechnung von Aktivitätskoeffizienten
VLE	Gas- Flüssigkeitsphasengleichgewicht (vapor - liquid equilibrium)
W&H	Wilfert und Hanley Stoffübergangsmodell nach (Wilfert und Hanley, 2023)

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2.1: Schematische Darstellung der Gas- und Flüssigkeitströme bei Trennleistungsmessungen mit Gegenstrom und totalem Rücklauf in einer Rektifikationskolonne (links) und die resultierenden molaren Stoffanteile der theoretischen Stufen im x-y-Diagramm	2
Abbildung 2.2: Gleichgewichtskurven verschiedener Gemische (a) mit Angabe der relativen Flüchtigkeiten $\alpha_{1,2}$ in Abhängigkeit der Zusammensetzung für 950 mbar abs (b)	4
Abbildung 2.3: (1) Stilisierte Makro-Faltstruktur (Lavalle et al., 2018), RMP-N ähnliches 500.Y strukturiertes Packungselement in verschiedenen Perspektiven: (2) Frontansicht auf Bleche und Randabweiser aus Metallgewebe, (3) Seitenansicht der gewellten Bleche, (4) Draufsicht des Packungskerns mit hervorgehobenen Rand- und Eckspalten zwischen Blech und Kolonnenwand.	6
Abbildung 2.4: Belastungsdiagramm einer strukturierten Packung nach (Green und Perry, 2007; Gutperl, 2026).....	9
Abbildung 2.5: Schematische Darstellung des statischen (b) und des dynamischen (c) Hold-up nach (Kraume, 2004) in einer strukturierten Packung anhand einer computertomographischen Aufnahme (a) nach (Schug, 2018)	10
Abbildung 2.6: Einfluss des F-Faktors auf den Flüssigkeits-Hold-up pro Packungsvolumen (oben) und den Druckverlust in einer Packungskolonnen mit Stau- und Flutgrenze (unten) bei drei unterschiedlichen Flüssigkeitsbelastungen nach (Jammula et al., 2020; Mackowiak, 2010; Schug, 2018; Suess und Spiegel, 1992).....	11
Abbildung 2.7: Schematische Darstellung einer Packungskolonnen für die Ableitung des Transfereinheitenmodell nach (Stichlmair et al., 2021)	16
Abbildung 2.8: Abhängigkeit des Korrelationsfaktors S zwischen HTU_{OG} und $HETP$ in Abhängigkeit von λ nach (Fair et al., 2000).....	18
Abbildung 2.9: Vergleich von (a) GGW-Stufen- und (b) Transfereinheitenmodell in Reinstoffecken mittels (c) n_{th} -Werten, (d) NTU_{OG} -Werten in Abhängigkeit der relativen Zusammensetzungsänderung bei konstanter Packungshöhe mit verschiedenen Gemischen (950 mbar abs) nach (King, 1980; Stichlmair et al., 2021).....	19
Abbildung 2.10: Beispiel eines charakteristischen Trennleistungsverlauf in Abhängigkeit der Gasbelastung einer Packungskolonnen nach (Kister, 1992).....	31
Abbildung 2.11: Definition der Kolonnenmaßstäbe, welche als Stufen beim Scale-up dienen, nach (Hofen et al., 1990).....	38
Abbildung 2.12: Herausforderungen bei der Trennleistungsmessung im Labor- und Miniplantmaßstab nach (Deibele und Dohrn, 2006).....	39
Abbildung 2.13: Kolonnenwandeneinfluss bei $a_p = 500 \text{ m}^2\cdot\text{m}^{-3}$ Packung in Abhängigkeit des Kolonnendurchmessers bei den in dieser Dissertation betrachteten Kolonnenmaßstäben nach (Deibele et al., 1997; Spriewald et al., 2003), sowie die Unterschiede zwischen der Datengrundlage und den Maßstäben (s. Tabelle 2-3) hinter den Datensätzen der publizierten Stoffübergangsmodelle.	40
Abbildung 3.1: Trennung unterschiedlicher Gemische mit jeweils zwei theoretischen Trennstufen im x-y-Diagramm nach der McCabe-Thiele-Stufenmethode	47

Abbildung 3.2: (a) VLEs; (b) Triebkraft $y_i - x_i$; (c) relative Flüchtigkeit $\alpha_{1,2}$; (d) Stripping-Faktor λ als Funktion der Zusammensetzung für verschiedene Gemische bei 950 mbar abs bei totalem Rücklauf	48
Abbildung 3.3: Vergleich der Rektifikationsanlagen und Packungselemente in der Drauf- und Frontalansicht nach (Neumann et al., 2025). Die Begleitheizungen sind in rot und die passive Isolierung in grau dargestellt	51
Abbildung 3.4: Mikroskopische Aufnahme der Maschen des Randabweiser (RAW) - Materials.....	54
Abbildung 3.5: Photographien der Packungen bei Variation der Randabweiserkonfiguration	54
Abbildung 3.6: Vereinfachtes Fließbild der DN50 Rektifikationsanlage an der TU Braunschweig	56
Abbildung 3.7: Vereinfachtes Fließbild der DN150 Rektifikationsanlage an der TU Braunschweig	57
Abbildung 3.8: Vergleich zwischen <i>HETP</i> Berechnung und zwei HTU/NTU Ansätzen	63
Abbildung 3.9: Vergleich von globaler und arithmetische Stufenmittelung bei der F_G -Wert Berechnung 64	
Abbildung 4.1: Schematische Darstellung der Wärme-, Gas- und Flüssigkeitsströme und verschiedenen Wandströmungsregimen in der Kolonne bei fünf verschiedenen thermischen Randbedingungen: (a) stark unterkühlt; (b) unterkühlt; (c) adiabat; (d) überhitzt; (e) stark überhitzt, bei -5 K unterkühlten Rücklaufstrom im Vergleich zur Kopftemperatur	70
Abbildung 4.2: Aus der Kolonne austretender Wärmestrom Q_{aus} in Abhängigkeit von dem eintretenden Wärmestromen Q_{ein} mit Angaben von $\Delta T_{Wand-ad}$ und der Wandtemperatur zur T_{Wand} als Maß für die Abweichung von der adiabaten Randbedingung	70
Abbildung 4.3: Trennleistung als Funktion der thermischen Randbedingungen der Kolonnenwand für zwei unterschiedlich unterkühlte Rücklaufstromtemperaturen	71
Abbildung 4.4: Trennleistungs- (a) und Druckverlustverlauf mit und ohne Gas-/Flüssiggegenstrom (b) in Abhängigkeit der Gasbelastung. Vergleich von überhitzten ($\Delta T_{Wand-ad} = +2.2$ K; $+7.5$ K) und unterkühlten ($\Delta T_{Wand-ad} = -0.8$ K) thermische Kolonnenwandbedingungen bei -5 K Rücklaufunterkühlung im DN50 Miniplantmaßstab	73
Abbildung 4.5: Trennleistungs- (a) und Druckverlustverläufe mit exponentiellen Trendlinien (b) bei verschiedenen Randabweiserkonfigurationen von R500.Y- und S500.Y Packungen	74
Abbildung 4.6: Durchmesserabhängige Randeinflüsse: (a) Randabweiseranteil, (b) Rand- und Eckspaltanteil, (c) Wandanteil und (d) Anteil der an der Wand endenden Gasströmungskanäle.	76
Abbildung 4.7: Zunahme der <i>HETP</i> -Werte bei geometrischer Maßstabsübertragung nach der Modellgleichung von (Kister, 1992) (a) und nach experimentellen Trennleistungsergebnissen bei 950 mbar abs in Abhängigkeit der Abnahme der spezifischen Wandflächenanteils $A_{Wall} \cdot V_{col}^{-1}$ (b)	77
Abbildung 4.8: Trennleistungs- (links) und Druckverlustergebnisse (rechts) mit C6/C7-Gemisch.....	79
Abbildung 4.9: Trennleistungs- (links) und Druckverlustergebnisse (rechts) mit EtOH/BuOH-Gemisch ...	80
Abbildung 4.10: Trennleistungs- (links) und Druckverlustergebnisse (rechts) mit EtOH/Wasser-Gemisch	81
Abbildung 4.11: Typische Trennleistungsverläufe nicht-perforierter Packungen mit EtOH/Wasser-Gemisch mit Hump und bei 300 mbar abs aufreißen des Flüssigkeitsfilms durch Unterbenetzung	83
Abbildung 4.12: Einfluss der Flüssigkeitsverteilung und Einlaufstrecke auf die Trennleistung (links) und Druckverlust (rechts) bei 950 mbar abs (C6/C7) im Maßstab DN150 mit -15 K unterkühlten Rücklauf....	83

Abbildung 4.13: Packungshöhenvariation der R500.Y Packung im DN50 Maßstab (950 mbar abs) im Mittenbettzusammensetzungsbereich von $x_m = 0,4 \dots 0,6 \text{ mol}_{\text{C}_6} \cdot \text{mol}_{\text{Ges}}^{-1}$	84
Abbildung 4.14: Packungshöhenvariation der R500.Y Packung im DN150 Maßstab (300 mbar abs) im Mittenbettzusammensetzungsbereich von $x_m = 0,3 \dots 0,5 \text{ mol}_{\text{EtOH}} \cdot \text{mol}_{\text{Ges}}^{-1}$	85
Abbildung 4.15: Trennleistung in Abhängigkeit der Packungshöhe zur Ermittlung der Endeffekte (R500.Y)	85
Abbildung 4.16: Tropfstellenkonfiguration im DN50 (a) und DN150 Maßstab (b) mit Angaben zur Tropfstellendichte B und Verteilungsgüte D_Q (b), (d) nach (Moore und Rukovena, 1987; Schultes et al., 2009).....	86
Abbildung 4.17: Physikalische Stoffeigenschaften der Stoffgemische in Abhängigkeit der Zusammensetzung unter Siedebedingungen	88
Abbildung 4.18: Marangoni-Index „M-Index“ (Stabilisierungsfaktor der Filme) in Abhängigkeit der Zusammensetzung der Gemische C6/C7, EtOH/BuOH und EtOH/Wasser.....	89
Abbildung 4.19: Trennleistung in Abhängigkeit des M-Index der Gemische bei 950 und 300 mbar abs... 90	
Abbildung 4.20: Trennleistungen (oben) und Druckverlust (unten) in Abhängigkeit der Gasbelastung (links) und von der variierten Zusammensetzung in der Packungsmitte x_m (rechts) bei 300 mbar abs (EtOH/Wasser) und 950 mbar abs (C6/C7; EtOH/BuOH)	91
Abbildung 4.21: Trennleistungen in Abhängigkeit der stufengemittelten physikalischen Stoffeigenschaften und resultierenden Diffusionskoeffizienten verschiedener Gemische.....	94
Abbildung 4.22: Trennleistungen in Abhängigkeit der stufengemittelten Oberflächenspannung und physikalischer Stoffeigenschaften und resultierenden Diffusionskoeffizienten verschiedener Gemische	96
Abbildung 4.23: Verhältnis der Gasbelastung im Kolonnenkopf (K) und unter der Packung (uP) der untersuchten Stoffsysteme im DN150-Maßstab ($h_{pa} = 0,57 \text{ m}$) bei zwei Drücken und mit Angabe der Zusammensetzung in der Packungsbettmitte (x_m) und Fotos von den frontal ausgerichteten, flutenden Packungslagen	98
Abbildung 4.24: Trennleistungen (links) und Druckverluste (rechts) der untersuchten Stoffsysteme im DN150-Maßstab ($h_{pa} = 0,57 \text{ m}$) bei 950 mbar abs und 300 mbar abs	100
Abbildung 5.1: Gasbelastungsabhängige Auftragung der experimentiellen und modellierten Trennleistung mit C6/C7 Stoffgemisch bei 950 mbar nach unterschiedlichen Maßstäben und Packungstypen	101
Abbildung 5.2: Paritätsdiagramme mit der Auftragung der Trennleistungen nach publizierten Stoffübergangsmodellen ($HETP_{Mod}$) in Abhängigkeit der GGW-Stufenbasierten Trennleistungen, basierend auf experimentellen Messungen ($HETP_{Exp}$), für drei verschiedene Gemische bei zwei Drücken	103
Abbildung 5.3: Mittlere relative Abweichung (MRD) zwischen den experimentell ermittelten GGW-Stufenbasierten und den nach verschiedenen Modellen modellierten Trennleistungen	106
Abbildung 5.4: Gemittelte Mittlere Relative Abweichung (MRD) der modellierten zu experimentell ermittelten Trennleistungen mit Angabe zur Anzahl der Datensätze pro Gemisch	107
Abbildung 5.5: Zusammensetzungsvariation mit experimentellen (c) und modellierten Trennleistungen nach nach den Modellen W&H (a) und B&S (b) von EtOH/Wasser im Maßstab DN150 bei 300 mbar abs	

mit R500.Y in zwei verschiedenen Packungshöhen in Abhängigkeit von den dargestellten theoretischen Trennstufenzahlen (d-f)	109
Abbildung 5.6: Effektive Phasengrenzfläche a_{eff} in Abhängigkeit der Flüssigkeitsbelastung w_L aufgetragen nach verschiedenen Stoffübergangsmodellierungen (a), (b) und nach Stoffgemischen (c), (d) für 950 mbar abs (links) und 300 mbar abs (rechts)	111
Abbildung 5.7: Flüssigseitiger Stoffübergangskoeffizienten in Abhängigkeit der Gasbelastung nach unterschiedlichen Modellen (a), (b) und Gemischen (c), (d) bei zwei Prozessdrücken.....	113
Abbildung 5.8: Gasseitige Stoffübergangskoeffizienten in Abhängigkeit der Gasbelastung nach unterschiedlichen Modellen (a), (b) und Gemischen (c), (d) bei zwei Prozessdrücken.....	114
Abbildung 5.9: Diffusionskoeffizienten der Gasphase bei 300 mbar abs und 950 mbar abs.....	115
Abbildung 5.10: Diffusionskoeffizienten der Flüssigkeitsphase bei 300 mbar abs und 950 mbar abs.....	115
Abbildung 5.11: Flüssigseitiger Stoffübergangswiderstand (LRF) in Abhängigkeit der Gasbelastung für die Modelle SRP(a), (b), DELFT (c),(d), DOP (e), (f) und W&H (g), (h) bei zwei Prozessdrücken	116
Abbildung 5.12: Flüssigkeits-Hold-up pro Packungsvolumen in Abhängigkeit der Flüssigkeitsbelastung von dem DOP- (a),(b); DELFT-(c),(d) Modellen bei zwei Drücken.....	117
Abbildung 5.13: Lineare Auftragung von $HTU_{OG,Exp}$ und $HTU_{OG,Mod}$ in Abhängigkeit von λ	118
Abbildung 5.14: Nach Stoffübergangsmodellen berechnete HTU_G und HTU_L in Abhängigkeit von λ ...	119
Abbildung 5.15: Nach Stoffübergangsmodellen berechnete $HTU_{OG,Mod}$ (links) und Trendlinien der Verläufe von $HETP_{Mod}$ (rechts) in Abhängigkeit von S	120
Abbildung 5.16: Trendlinienvläufen von nach Stoffübergangsmodellen berechnete $HETP_{Mod}$ mit nach Abbildung 4.22 ergänzten Fit (s. Abbildung 9.9) von $HETP_{Exp}$ (links) und nach Stoffgemisch gegliederten (rechts) in Abhängigkeit von λ	121
Abbildung 6.1: Berechnungsschritte (1 ... 5) für den Modellansatz zur Gemisch- und Maßstabsübertragung mithilfe vom durchmesserabhängigen a_{pa} und stoffsystemabhängigen Korrekturfunktionen $R(F_G, d_i)_{sys}$	124
Abbildung 6.2: Über alle Gemische ermittelte MRD -Werte für verschiedene Modelle basierend auf geometrischer Packungsoberfläche a_p und mit a_{sek} korrigierte Trennoberfläche a_{pa}	125
Abbildung 6.3: Korrekturfunktion $R(F_G, d_i)$ in Abhängigkeit von Kolonnendurchmessern d_i im Miniplant- und Technikumsmaßstab und des Stoffgemisches basierend auf Modellierungsergebnissen nach dem SRP-Modell	126
Abbildung 6.4: Vergleich $HETP_{Exp}(F_G)$ - mit $HETP_{BS}(F_G)$ - und $HETP_{Mod}(F_G)$ -Werte mit C6/C7-Gemisch (950 mbar abs, 960 mbar abs) basierend auf dem SRP-Modell in den Kolonnenmaßstäben DN50 (a), DN80 (b), DN150 (c) und DN250 (d).....	127
Abbildung 6.5: Vergleich gemittelter $HETP_{Exp}$ - mit $HETP_{BS}$ - und $HETP_{Mod}$ -Werte (950 mbar abs, 300 mbar abs) basierend auf dem SRP-Modell	128
Abbildung 9.1: Dichte Kalibrierkurven in Abhängigkeit des Stoffmengenanteile der verwendeten Gemische	153
Abbildung 9.2: Kalibrierkurve Brechungsindex über Stoffmengenanteil von C6/C7.....	153

Abbildung 9.3: Flüssigkeitsdichten des binären Stoffgemisches Ethanol/Butanol bei verschiedenen Temperaturen (Cano-Gómez et al., 2012).	155
Abbildung 9.4: Flüssigkeitsdichten des binären Stoffgemisches Ethanol/Wasser bei verschiedenen Temperaturen (Khattab et al., 2012).	155
Abbildung 9.5: Flüssigkeitsviskosität des binären Stoffgemisches Ethanol/Wasser bei 1 bar und verschiedenen Temperaturen (Khattab et al., 2012).	158
Abbildung 9.6: Redlich-Kister Parameter des C6/C7-Gemisches Abhängigkeit der Temperatur	161
Abbildung 9.7: Berechnete Exzessvolumen der verwendeten Gemischzusammensetzungen	162
Abbildung 9.8: Darstellung von Stripping Faktoren und der Stufengmittlung	163
Abbildung 9.9: Fit durch alle $HETP_{Exp}$ nach Boltzmann-Ansatz	177
Abbildung 9.10: Nach Stoffübergangsmodellen berechnete $HTU_{OG,Mod}$ und Trendlinien der Verläufe von $HETP_{Mod}$ in Abhängigkeit von λ (links) und S (rechts)	178
Abbildung 9.11: $HETP_{Mod}$ berechnet nach Stoffübergangsmodellen und Trendlinien der $HETP_{Mod}$ - Verläufe in Abhängigkeit und S nach Stoffgemisch und Modell	179
Abbildung 9.12: Maßstabsabhängige MRD nach dem DOP-Modell, gemittelt über n_{MRD} Gemische	180
Abbildung 9.13: Korrekturfunktion $R(F_G)$ von $HETP_{Mod}(F_G)$ basierend auf dem DOP-Modell	180
Abbildung 9.14: Graphische Darstellung der Koeffizienten aus der Tabelle 9-13 der gemisch- und maßstabsspezifischen Korrekturfunktion nach dem SRP-Modell	182
Abbildung 9.15: Korrekturfunktion $R(F_G, d_i)_{sys}$ in Abhängigkeit von Kolonnendurchmessern d_i im Miniplant-, Technikums- und Pilotmaßstab und des Stoffgemisches basierend auf Modellierungsergebnissen nach dem SRP-Modell	183
Abbildung 9.16: Flüssigseitiger Stoffübergangswiderstand (LRF) in Abhängigkeit der Gasbelastung für die Modelle DOP (e), (f) und W&H (g), (h) bei zwei Prozessdrücken	185
Abbildung 9.17: Hold-up in Abhängigkeit der Flüssigkeitsbelastung von dem SRP- (e),(f); B&S- (g),(h) Modellen bei zwei Drücken	186
Abbildung 9.18: Statischer Hold-up mit C6/C7 bei 950 mbar abs von den Packungstypen R500.Y und S500.Y	187
Abbildung 9.19: Effekt von Fehlern der relativen Flüchtigkeit $\alpha_{1,2}$ auf die Trennleistung unterschiedlich weitsiedender Gemische nach (Kister, 1992).	189
Abbildung 9.20: Fehlervergleich für alle Trennleistungsmessergebnisse mit Monte-Carlo Simulation und experimenteller Mehrfachbestimmung	190
Abbildung 9.21: Schematische Darstellung der DN150 Kolonne mit Wärmeströmen, Gas- und Flüssigkeitsströmen und verschiedenen Wandströmungenregimen bei zwei thermischen Randbedingungen: (a) - 12 K unterkühlt (unisoliert); (b) annähernd adiabat (isoliert) bei - 5 K unterkühlten Rücklaufstrom	195
Abbildung 9.22: Trennleistungs- (a) und Druckverlustverläufe (b) bei der Variation der thermischen Randbedingung im DN150 Maßstab	196

Abbildung 9.23: Bilanzraum der DN50 Rektifikationsanlage mit den ein- und ausgehenden Wärmeströmen.	198
Abbildung 9.24: Quantifizierung der Trennleistungsdifferenz bei C6/C7 (DN150, $h_{pa} = 0,57$ m, TU BS) ..	199
Abbildung 9.25: Quantifizierung der Trennleistungsdifferenz bei EtOH/BuOH (DN150, $h_{pa} = 0,57$ m, TU BS) ..	199
Abbildung 9.26: Dreidimensionale Darstellung der Trennleistungsmessungen mit Zusammensetzungsvariation.....	200
Abbildung 9.27: Makroskopische Photographien der vermessenen DN50 und DN150 Packungselemente aus folgenden Perspektiven: Draufsicht (a), (e); Untenansicht (b), (h); Frontalansicht auf die Wellenstruktur (c), (g) und Seitenansicht in die Dreieckskanäle (d), (f).....	201
Abbildung 9.28: Visualisierung des weiß hinterlegten freien Randspalts bei zwei unterschiedlichen Packungsrotationen (90° , 45°) im DN50 Maßstab bei fünf Packungselementen mit je sechs Blechlagen in der Draufsicht aus (Neumann et al., 2025)	203
Abbildung 9.29: RVT Packung (links) mit unterschiedlichen Randabweiserkonfigurationen bei hohen F-Faktoren kurz vor oder im Flutpunkt mit C6/C7-Gemisch (950 mbar abs) in der DN50 Rektifikationsanlage (rechts)	205
Abbildung 9.30: Foto (links) und stark vereinfachtes Fließbild (rechts) der DN150 Rektifikationsanlage	205
Abbildung 9.31: Flüssigkeitsverteiler in der DN150 Anlage (links) und Flüssigkeitssammler und Widerverteiler (mitte) und Flüssigkeitssammler DN50 Kolonne (rechts)	206
Abbildung 9.32: Technische Zeichnung des Einbauzustands des Sammlers unter des Packungsbettes (DN150)	206
Abbildung 9.33: Vergleich von globaler und arithmetische Stufenmittelung am Beispiel von λ - Werten	208

Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-1: Vergleich von n_{th} , NTU_{OG} , $\alpha_{1,2}$ und λ aus Abbildung 2.9	20
Tabelle 2-2: Vergleich der Unterschiede in der Parameterberechnung des DOP und des DELFT-Modells	22
Tabelle 2-3: Vergleich der Datengrundlage der publizierten Stofftransportmodelle	24
Tabelle 2-4: Literaturübersicht zu empfohlenen apparativen Einflussfaktoren bei standardisierten Trennleistungsmessungen	30
Tabelle 2-5: Empfohlene Tropfstellendichten B in Packungskolonnen	37
Tabelle 3-1: Stoffparameter der verwendeten Reinstoffe bei Siedetemperatur bei 1 bar abs	49
Tabelle 3-2: Differenzen (Schwersieder - Leichtsieder) zwischen Stoffparameter der verwendeten Reinstoffe der binären Gemische bei Siedetemperatur bei 1 bar abs	50
Tabelle 3-3: Versuchsmatrix zur Übersicht der in diesem Umfang dargestellten Versuchsreihen nach Experimentalgruppen, Stoffgemischen, Kolonnenmaßstab, Packungsbethöhe und Packungstyp.	51
Tabelle 3-4: Geometrieparameter der RMP-ähnlichen R500 Y Packung im Maßstab DN50 und DN150... ..	52
Tabelle 4-1: Prozentuale Änderung zwischen Stoffparameter der verwendeten Reinstoffe bei Siedetemperatur bei 1 bar abs durch Quotientenbildung (Leichtsieder / Schwersieder)	98
Tabelle 6-1: Tabellarische Darstellung der Modellierung mittels Regressionsanalysen zur Kombination der maßstabsabhängigen Korrekturfunktionen $R(F_G, d_i)$ zu einer zusammengesetzten Skalierungs- und Gemischübertragungsgleichung $R(F_G, d_i)_{sys}$	125
Tabelle 9-1: Kalibrierfunktionen der Temperatursensoren zur Berechnung der korrigierten Temperaturen T basierend aus den Eingangstemperaturmesswerten T_0	151
Tabelle 9-2: Verwendete DIPPR-Parameter zur Bestimmung der Reinstoffstattdichten der Flüssigkeit ..	154
Tabelle 9-3: DIPPR-Parameter zur Berechnung des Sättigungsdampfdrucks nach Gl. (9.4)	156
Tabelle 9-4: Verwendete DIPPR-Parameter zur Bestimmung der Flüssigkeitsviskositäten der Reinstoffe ..	156
Tabelle 9-5: Verwendete DIPPR-Parameter zur Bestimmung der Oberflächenspannung der Reinstoffe ..	158
Tabelle 9-6: Diffusionsvolumina der verwendeten Komponenten	160
Tabelle 9-7: DIPPR-Parameter zur Berechnung der Verdampfungsenthalpie nach Gl. (9-22)	160
Tabelle 9-8: Redlich-Kister Parameter für die Berechnung des Exzessvolumens des C6/C7 Gemisches ..	161
Tabelle 9-9: Verwendete NRTL-Parameter zur Bestimmung der Aktivitätskoeffizienten	163
Tabelle 9-10: Verwendete zweite Virialkoeffiziente B_{2V} in $m^3 \cdot kmol^{-1}$	164
Tabelle 9-11: Eingegrenzte Auswahl weitsiedender Gemische (wässrig und nicht-wässrig) sowie idealer und viskoser Stoffsysteme	165
Tabelle 9-12: Übersicht über Teststoffsysteme mit idealen, viskosen, wässrigen, weit- und engsiedenden Systemeigenschaften sowie Prozessparametern, Gefahrenhinweisen und Preisen	166
Tabelle 9-13: Koeffizienten der polynomischen gemisch- und maßstabsspezifischen Korrekturfunktion ..	181

Tabelle 9-14: Koeffizienten der kubischen bzw. quadratischen gemisch- und maßstabsspezifischen Korrekturfunktion aus Abbildung 9.14	182
Tabelle 9-15: Ermittelte Standardabweichungen der Zusammensetzung der Gemische in mol _i ·mol _{ges} ⁻¹ · 100 % (Mol-%)	189
Tabelle 9-16: Spezifische geometrische Oberflächen der RMP-N-ähnlichen R500.Y Packung	202
Tabelle 9-17: Spezifische geometrische Oberflächen der Mellapak-ähnlichen S500.Y Packung	202
Tabelle 9-18: Rohdaten der Trennleistungsmessungen mit dem Packungstyp RMP-N-ähnliche R500.Y, DN50 ($d_i = 152$ mm), $h_{pe} = 190$ mm, Technische Universität Braunschweig	211
Tabelle 9-19: Rohdaten der Trennleistungsmessungen mit dem Packungstyp RMP-N-ähnliche R500.Y, DN50 ($d_i = 50$ mm), $h_{pe} = 93,83$ mm, Technische Universität Braunschweig	213
Tabelle 9-20: Rohdaten der Trennleistungsmessungen mit dem Packungstyp Mellapak-ähnliche S500.Y, DN50 ($d_i = 50$ mm), $h_{pe} = 102,5$ mm, Technische Universität Braunschweig	215
Tabelle 9-21: Rohdaten der Trennleistungsmessungen mit dem Packungstyp RMP-N-ähnliche R500.Y · 1.5 R- RAW, DN50 ($d_i = 50$ mm), $h_{pe} = 93,83$ mm, Technische Universität Braunschweig	215
Tabelle 9-22: Rohdaten der Trennleistungsmessungen mit dem Packungstyp RMP-N ähnliche R500.Y · 1.5 S-RAW, DN50 ($d_i = 50$ mm), $h_{pe} = 93,83$ mm, Technische Universität Braunschweig	216
Tabelle 9-23: Rohdaten der Trennleistungsmessungen mit dem Packungstyp Mellapak-ähnliche S500.Y, DN50 ($d_i = 50$ mm), $h_{pe} = 102,5$ mm, BASF AG	216
Tabelle 9-24: Rohdaten der Trennleistungsmessungen mit dem Packungstyp Mellapak-ähnliche S500.Y, DN80 ($d_i = 80$ mm), $h_{pe} = 102,5$ mm, EVONIK AG	218
Tabelle 9-25: Rohdaten der Trennleistungsmessungen mit dem Packungstyp RMP-N-ähnliche R500.Y, DN50 ($d_i = 50$ mm), $h_{pe} = 93,83$ mm, ENVIMAC Engineering GmbH	220
Tabelle 9-26: Rohdaten der Trennleistungsmessungen mit dem Packungstyp Packungstyp Mellapak-ähnliche S500.Y, DN250 ($d_i = 250$ mm), $h_{pe} = 205$ mm, SULZER Chemtech AG	223
Tabelle 9-27: Rohdaten der Trennleistungsmessungen mit dem Packungstyp Mellapak ähnliche 500.Y, Messzelle ($d_{i,äquivalent} = 84$ mm), $h_{pe} = 206$ mm, TU Berlin	223

1 Einleitung

Die Rektifikation, abgeleitet vom lateinischen „recte facere“, das „berichtigen und verbessern“ bedeutet (Behr et al., 2010), stellt ein zentrales Verfahren in der thermischen Trenntechnik dar. Als eine der bedeutendsten Technologien zur Aufreinigung homogener Flüssigkeitsgemische hat die Rektifikation, oft auch als Gegenstromdestillation oder als äquimolare Gegendiffusion (Onda et al., 1968) bezeichnet, immense Relevanz in der chemischen, petrochemischen, biotechnologischen und pharmazeutischen Industrie (Mersmann et al., 2005). Statistiken belegen, dass Rektifikationsprozesse etwa 40 % des Energiebedarfs der chemischen Industrie in den USA einnehmen, wodurch diese Trenntechnik nicht nur einen erheblichen Teil der Produktionskosten verursacht, sondern auch signifikant zum globalen Gesamtenergiebedarf beiträgt (Humphrey, 1995; Kiss et al., 2012; Marin-Gallego et al., 2022).

Im Jahr 2022 wurden in Deutschland 21 % der energetisch verwendeten Energieträger für die Herstellung chemischer Erzeugnisse aufgewendet (Statistisches Bundesamt, 2023). Diese Zahlen verdeutlichen das enorme Einsparpotenzial der chemischen Industrie in Bezug auf Energiebedarf und klimarelevante Emissionen. Vor diesem Hintergrund wird die Motivation zur Optimierung der betrieblichen Effizienz sowie zur Senkung des Energiebedarfs durch innovative Ansätze in der Rektifikation deutlich. So wird geschätzt, dass durch gezielte Forschungs- und Entwicklungsaktivitäten in der Destillation eine Energieeinsparung von bis zu 8 % möglich sei (Cresko et al., 2015).

Die Bestimmung der erforderlichen Packungshöhe stellt bei der Auslegung von Destillationskolonnen eine größere Herausforderung dar, als die Bestimmung des Durchmessers (Eiden et al., 1995). Vor diesem Hintergrund werden zur Bestimmung der Packungshöhe Pilotversuche durchgeführt, welche für die herausfordernde Maßstabsübertragung von Rektifikationsprozessen verwendet werden. Diese Versuche sind überwiegend mit hohen Kosten und hohem zeitlichen Aufwand verbunden. Zusätzlich steht während der Verfahrensentwicklung oft nicht ausreichend Eduktvolumen für die erforderlichen Tests im Pilotmaßstab zur Verfügung. In der industriellen Praxis sind daher experimentelle Trennleistungsmessungen im Labor- oder Technikumsmaßstab erforderlich. Allerdings gibt es Grenzen hinsichtlich der Miniaturisierung. Mit abnehmendem Kolonnendurchmesser wachsen der Einfluss der Kolonnenwand und die Unsicherheiten bei der Übertragbarkeit der Ergebnisse auf großtechnische Anlagen. Dennoch ist es von größter Bedeutung, Skalierungsfaktoren für die Maßstabsübertragung zu identifizieren, da die Trennleistung für die Auslegung, den Betrieb und die Wirtschaftlichkeit von Rektifikationskolonnen entscheidend ist.

Diese Arbeit zielt darauf ab, Messungen der Trennleistung bei der Rektifikation von idealen und nicht-idealen Stoffgemischen durchzuführen sowie deren Druckverluste in strukturierten Packungen zu analysieren. Die vorliegende Dissertation liefert wesentliche Erkenntnisse hinsichtlich der Trennleistung und Druckverluste bei der Rektifikation in Kolonnen. Dabei stehen Rand- und Wandeffekte sowie durchmesserabhängige Einflüsse und stoffspezifische Eigenschaften auf die Trennleistung im Fokus. Darüber hinaus trägt die erhobene experimentelle Datenbasis zur Validierung von sieben etablierten Stoffübergangsmodellen bei. Zudem wird vor dem Hintergrund der Skalierung von Rektifikationskolonnen eine Modellerweiterung zur Verbesserung der Genauigkeit bei der Trennleistungsmodellierung präsentiert. Damit soll die Lücke zwischen akademischer Forschung und industriellem Bedarf verringert wird.

Diese Arbeit grenzt sich durch die Untersuchung von ungelochten, mikrostrukturierten Packungen im Miniplant-, Technikums- und Pilotmaßstab mit Packungshöhen von ≤ 1 m von Trennleistungsmessungen mit gelochten Packungen mit Packungshöhen von ca. 3 m im Pilotmaßstab ab, die üblicherweise für die Entwicklung von Stoffübergangsmodellen verwendet werden.

2 Stand des Wissens

Im Folgenden wird der aktuelle Stand des Wissens zur Rectifikation mit Fokus auf die experimentelle und modellbasierte Bestimmung von Trennleistungen im Miniplant- und Technikumsmaßstab vorgestellt. Dabei wird zunächst auf die thermodynamischen Grundlagen und den Aufbau von Rectifikationsanlagen eingegangen. Anschließend werden die geometrischen Eigenschaften strukturierter Packungen vorgestellt, gefolgt von einer Analyse der Fluidodynamik in Packungskolonnen. Das darauffolgende Kap. 2.4 ist der Quantifizierung der Trennleistung mit Hilfe verschiedener Modelle gewidmet. Darüber hinaus wird der aktuelle Stand der Literatur zur Abhängigkeit der Trennleistung und der Fluidodynamik von den physikalischen Eigenschaften der Stoffgemische dargestellt. Besonderes Augenmerk wird auf die standardisierten Methoden zur experimentellen Trennleistungsmessung und deren Einflüsse auf die Trennleistungsergebnisse gelegt. Abschließend werden in Kap. 2.7 Ansätze zur Maßstabsübertragung und Auslegungsmethoden mittels experimentell ermittelten Trennleistungsdaten dargestellt.

2.1 Grundlagen der Rectifikation

Der Begriff der Rectifikation beschreibt eine mehrstufige Destillation. Im Unterschied zur einfachen Destillation wird bei der Rectifikation aufsteigender Dampf (G) mit herabfließender Flüssigkeit (L) im Gegenstrom in Kontakt gebracht und ein Stoffaustausch ermöglicht (Behr et al., 2010; Christen, 2010). Ein Rectifikationsaufbau besteht dafür aus einem Verdampfer am Kolonnensumpf sowie einem Kondensator am oberen Ende der Trennkolonne, der den Dampf kondensiert (s. Abbildung 2.1). Bei einem externen Kondensator wird das Kondensat als Rücklaufstrom zurück in den Kopf der Kolonne gefördert. Im Produktionsbetrieb wird mit dem Verhältnis aus dem Rücklaufstrom R und dem Destillatstrom D das Rücklaufverhältnis $v = R \cdot D^{-1}$ eingestellt.

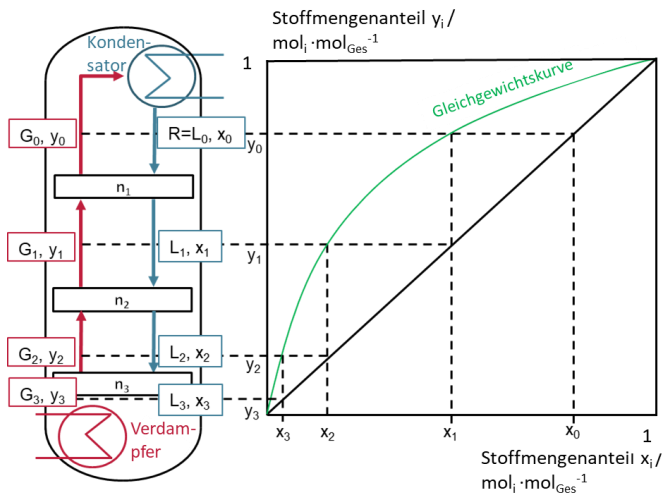


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung der Gas- und Flüssigkeitsströme bei Trennleistungsmessungen mit Gegenstrom und totalem Rücklauf in einer Rectifikationskolonne (links) und die resultierenden molaren Stoffanteile der theoretischen Stufen im x-y Diagramm

Im Trennleistungsmessbetrieb wird der Rektifikationsanlage kein Destillat entnommen. Diese Betriebsweise wird als „totaler Rücklauf“ bezeichnet und weist nach $\lim_{D \rightarrow 0} (R \cdot D^{-1}) = \infty$ ein unendliches Rücklaufverhältnis v auf. Aufgrund der Gegenstromführung finden wiederholt Verdampfungs- und Kondensationsprozesse statt, welche zu einer erhöhten Trennleistung im Vergleich zu einer einfachen Destillation führen (Kiss et al., 2018; Marin-Gallego et al., 2022). Bei einer teilweisen Verdampfung eines Zweistoffgemisches kommt es zur Anreicherung der flüchtigeren Komponente (Leichtsieder) in der Dampfphase (y_i) und der im thermodynamischen Gleichgewicht stehenden weniger flüchtigen Komponente (Schwersieder) in der Flüssigphase (x_i). Die Trennleistung von Stoffgemischen beruht auf den unterschiedlichen relativen Flüchtigkeiten der Komponenten und den resultierenden Gleichgewichtskurven der zu trennenden Stoffgemische (Kiss et al., 2018; Marin-Gallego et al., 2022) (s. Abbildung 2.1).

Zur Beschreibung der Trennleistung wird z.B. in dem x-y-Diagramm mit der McCabe-Thiele Methode (s. 2.4.1) die Anzahl der theoretischen Trennstufen (n_i) quantifiziert. Die damit einhergehenden Fachbegriffe werden im Folgenden näher erläutert und hergeleitet.

Die relative Flüchtigkeit $\alpha_{1,2}$ eines binären Gemisches mit den Komponenten 1 und 2 kann als Maß für den Aufwand zur Trennung eines Gemisches verstanden werden und ist nach Gl. (2-1) (Nietsche 2014) definiert.

$$\alpha_{1,2} = \frac{K_1}{K_2} = \frac{\left(\frac{y}{x}\right)_1}{\left(\frac{y}{x}\right)_2}; \text{ ideale Gemische: } \alpha_{1,2} = \frac{p_1^0}{p_2^0}; \text{ reale Gemische: } \alpha_{1,2} = \frac{\gamma_1 \cdot p_1^0}{\gamma_2 \cdot p_2^0} \quad (2-1)$$

Die Verteilung der Komponente 1 zwischen der Dampfphase mit der Zusammensetzung y_1 und der Flüssigphase mit der Zusammensetzung x_1 wird durch den Gleichgewichtskoeffizienten K_1 dargestellt (Gl. (2-1)). Der Gleichgewichtskoeffizient, auch K -Wert genannt, ist eine Funktion der Siedetemperatur $T_{b,i}$ des Reinstoffes i , des Drucks p_{ges} und ist im Allgemeinen von der Stoffgemischzusammensetzung abhängig. Für ideale Gemische hingegen wird K_i häufig als konstant angenommen (Christen, 2010; Górak und Sorensen, 2014).

Die relative Flüchtigkeit $\alpha_{1,2}$ ist das Verhältnis der Gleichgewichtskoeffizienten, welches auch unter der Bezeichnung Trennfaktor bekannt ist (Krell, 1982). Im Gleichgewichtszustand von zwei Phasen (Dampf und Flüssigkeit) kann die thermodynamische Beschreibung der relativen Flüchtigkeit, definiert durch die Phasengehalte einer Komponente relativ zu einer anderen, beschrieben werden. Die relative Flüchtigkeit $\alpha_{1,2}$ kann für ideale Gemische somit als Verhältnis der Sättigungsdampfdrücke p^0 der Gemischkomponenten beschrieben werden. (Gilmont et al., 1950)

Bei weitsiedenden und nicht-idealen Gemischen hängt $\alpha_{1,2}$ hingegen von der Zusammensetzung ab (s. Abbildung 2.2). Zur Berücksichtigung von Nicht-Idealitäten sind in Gl. (2-1) die Aktivitätskoeffizienten γ_1 und γ_2 eingebracht. Die Zusammensetzung in der Dampfphase y_1 nach dem Durchlaufen einer theoretischen destillativen Trennstufe kann durch Umstellen der Gl. (2-2) unter Verwendung der Beziehung $x_1 = 1 - x_2 \wedge y_1 = 1 - y_2$ nach Gl. (2-2) berechnet werden:

$$y_1 = \frac{x_1 \cdot \alpha_{1,2}}{x_1 (\alpha_{1,2} - 1) + 1} \wedge x_1 = \frac{y_1}{\alpha_{1,2} (1 - y_1) + y_1}; \alpha_{1,2} \neq 0 \quad (2-2)$$

Aus der graphischen Auftragung von y_1 gegen x_1 resultiert die Gleichgewichtskurve für das binäre Gemisch bestehend aus den Komponenten 1 und 2, welche den Einfluss des gemischspezifischen $\alpha_{1,2}$ veranschaulicht (s. Abbildung 2.2). Dabei wird die leichtsiedendere Komponente mit höherem

Dampfdruck mit dem Index 1 angegeben. Höhere relative Flüchtigkeiten führen zu konvexeren Gleichgewichtskurven mit höheren molaren Anteilen in der Dampfphase.

Bei dem in Abbildung 2.2 dargestellten Ethanol/Wasser-Gemisch tritt bei einem Ethanolanteil von $x_1 = 0,89 \text{ mol}_{\text{EtOH}} \cdot \text{mol}_{\text{Ges}}^{-1}$ eine relative Flüchtigkeit von $\alpha_{1,2} = 1$ und damit ein azeotroper Punkt im x-y-Diagramm auf. In diesem Punkt sind die Zusammensetzungen im Dampf und in der Flüssigkeit identisch, sodass keine destillative Trennung möglich ist. Im Rahmen dieser Arbeit führen Unterschiede von $\alpha_{1,2}$ bei weitsiedenden Gemischen, die bei Stoffmengenanteilen nahe des Reinstoffs oder des Azeotropen Punkts besonders hoch ausfallen (s. Abbildung 2.2), zu unterschiedlichen Trennleistungen. Dies wird in Kap. 2.4.4 vertieft behandelt.

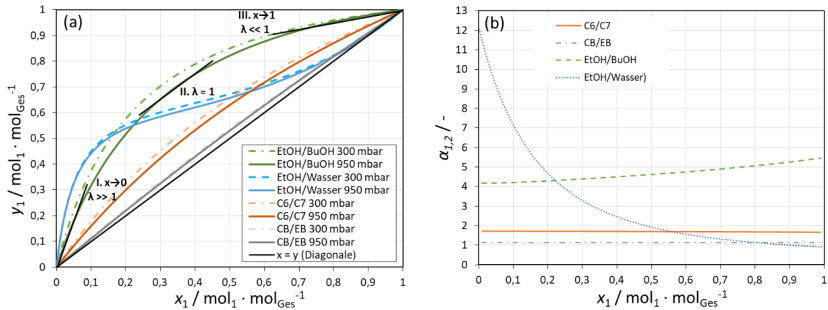


Abbildung 2.2: Gleichgewichtskurven verschiedene Gemische (a) mit Angabe der relativen Flüchtigkeiten $\alpha_{1,2}$ in Abhängigkeit der Zusammensetzung für 950 mbar abs (b)

Bei idealen Gemischen fallen die Wechselwirkungen der Komponenten aufgrund ähnlicher molekularer Struktur gleich hoch aus. Bei moderaten Drücken (≤ 1 bar abs) (Privat et al., 2013) kann mit der Kombination der Gesetze von Dalton ($p_i = p_{\text{ges}} \cdot y_i$) zur Beschreibung der Gasphase und Raoult zur Beschreibung der Flüssigphase ($p_{\text{ges}} = p_1 + p_2 = x_1 \cdot p_1^0 + x_2 \cdot p_2^0$) der Absolutdruck und das Gas-Flüssigkeits-Phasengleichgewicht (VLE) berechnet werden.

Die Verwendung von Aktivitätskoeffizienten der flüssigen Phase nach dem γ - φ -Ansatz (Privat et al., 2013) ermöglicht die Anwendung des Raoult'schen Gesetzes auf nicht-ideale Gemische. Dieser γ - φ -Ansatz nach Gl. (2-3) basiert allgemein auf der Bedingung, dass gleiche chemische Potentiale $\mu_{g,i} = \mu_{l,i}$ und gleiche Fugazitäten $f_i^V = f_i^L$ in der gasförmigen und in der flüssigen Phase vorliegen.

$$f_i^V = f_i^L \Leftrightarrow \Phi_i^V \cdot y_i \cdot p_{\text{ges}} = x_i \cdot \gamma_i \cdot \Phi_i^0(T) \cdot p_i^0(T) \cdot e^{\left[\frac{1}{R \cdot T} \cdot \int_{p_i^0}^{p_{\text{ges}}} \bar{v}_i^L \cdot dp \right]} \quad (2-3)$$

Der letzte Exponentialterm ist der sogenannte Poynting-Faktor, welcher den Einfluss des Drucks auf die flüssige Phase beschreibt. Bei Drücken < 50 bar abs beträgt der Poynting-Korrekturfaktor ungefähr eins (Privat et al., 2013; Skogestad, 2008). Bei niedrigen bis moderaten Drücken (< 5 bar abs) und abhängig von den Stoffgemischeigenschaften kann in der Rektifikation die Dampfphase mit dem idealen Gasgesetz annäherungsweise beschrieben werden (Sattler, 2001). Unter diesen Bedingungen betragen die Fugazitätskoeffizienten $\Phi_i^V(T, p, y_i) = 1$ und $\Phi_i^0(T) = 1$.

Dies vereinfacht den γ - φ -Ansatz zur erweiterten Raoult'schen Gl. (2-4). Wenn die Wechselwirkungen zwischen den Molekülen der gelösten Komponenten gleich sind wie die zwischen der gelösten Komponente und dem Lösungsmittel, dann verhält sich die Mischung ideal und das VLE kann mithilfe von Aktivitätskoeffizienten $\gamma_i = 1$ beschrieben werden (Pöschmann et al., 2023; Stephan et al., 2013).

$$\gamma_i \cdot p_{ges} = x_i \cdot \gamma_i \cdot p_i^0 \quad (2-4)$$

Die Aktivitätskoeffizienten γ_i sind nach Gl. (2-4) hauptsächlich abhängig von T_b und der Flüssigkeitszusammensetzung x_i und beschreiben die Nicht-Idealität der flüssigen Phase. Wenn die Wechselwirkungen zwischen den gleichartigen Molekülen größer als zwischen ungleichartigen sind, dann tritt eine positive Abweichung vom Raoult'schen Gesetz mit Aktivitätskoeffizienten $\gamma_i > 1$ auf. Im umgekehrten Fall weist die Lösung negative Abweichungen ($\gamma_i < 1$) auf. (Sattler, 2001)

Für die Berechnung von Aktivitätskoeffizienten zur Vorhersage vom VLE nicht-idealer Gemische können Modellierungsansätze zu Mischungsregeln verwendet werden. Diese beinhalten die Energie- (und Covolumen-) Parameter von kubischen Zustandsgleichungen (EoS) und oft einer lokalen Zusammensetzung (Kontogeorgis und Coutsikos, 2012). Beispielmodelle sind NRTL, UNIQUAC, UNIFAC oder COSMO-RS (Bradtmöller, 2017), welche Modelle der freien Exzessenthalpie (g^E) darstellen.

Neben nicht-idealen Gemischen werden in dieser Arbeit auch weitsiedende Gemische mit Siedetemperaturdifferenzen bis zu 39 K untersucht. Da dieser Siedetemperaturunterschied nicht größer als 40 K ist und die Molekülstrukturen relativ ähnlich sind, kann für die behandelten Rektifikationsprozesse die Pictet-Trouton-Regel angewendet werden (Wisniak, 2003). Diese Regel besagt, dass die Entropiezunahme beim Verdampfen, genauer der Quotient aus der molaren Verdampfungswärme ΔS_b und der absoluten Siedetemperatur T_b , konstant ist.

2.2 Strukturierte Packungen

Kolonneneinbauten dienen der Verbesserung des Stoff- und Wärmeübergangs zwischen dem aufsteigenden Dampf und der herabfließenden Flüssigkeit (Christen 2010). Diese trennwirksamen Einbauten haben die Aufgabe, Phasengrenzflächen für den Stoffübergang bereitzustellen. Allgemein gibt es Boden- und Packungskolonnen. Bei Packungskolonnen wird darüber hinaus zwischen Zufallspackungen und strukturierten Packungen unterschieden.

Im Vergleich zu Füllkörpern bieten strukturierte Packungen mehrere Vorteile, insbesondere eine höhere mechanische Belastbarkeit und einen geringeren spezifischen Druckverlust, der auf ihre offenere Struktur und die Filmströmung zurückzuführen ist. Diese Eigenschaften führen zu einer ausgeprägten Flexibilität und Anpassungsfähigkeit während des Betriebs (Dmitrieva et al., 2005; Olujić et al., 2013, 2000) und resultieren in einer erhöhten Trennwirkung sowie in einer reduzierten erforderlichen Packungshöhe (Schug, 2018). Daher haben sich in der Destillation strukturierte Packungen seit mehreren Jahrzehnten etabliert.

Die Auswahl zwischen verschiedenen Arten von Einbauten und deren Detailkonstruktion hängt neben den genannten Faktoren von zahlreichen weiteren Einflussfaktoren wie Produktspezifikation, Verschmutzungsanfälligkeit, Kapazität und Durchsatz, Investitions- und Betriebskosten, Erfahrung und Know-how ab. Eine vertiefte Behandlung dieser Aspekte findet sich in der Literatur (Fischer et al., 2003; Górak und Schoenmakers, 2014; Kister, 1992). Im Vergleich zu regellosen Zufallspackungen mit Füllkörpern besitzen strukturierte Packungen eine wiederholende Geometrie. Eine strukturierte Packung besteht aus Packungselementen, welche ein Packungsbett bilden. Die Packungshöhe der Kolonne ergibt sich aus der Summe der Höhe der eingesetzten Packungsbetten.

2.2.1 Aufbau und Entwicklung

Strukturierte Packungselemente bestehen aus mehreren Lagen gefalteter Bleche oder Drahtnetze, die in der Regel perforiert und gelocht sind. Diese mit entgegengesetzter Neigung nebeneinander angeordneten Blech- oder Drahtnetzlagen bilden eine Wabenstruktur, in welcher Dampf und Flüssigkeit im Gegenstrom

fließen und welche eine große Kontaktfläche zwischen Dampf- und Flüssigphase ermöglicht. Je größer die spezifische Packungsoberfläche, desto enger wird die Wabenstruktur. Dadurch steigen der Druckverlust und in der Regel die Trennleistung (Gutperl, 2026; Kister, 1992). Diese Wabenstruktur wird durch eine Faltblattstruktur ermöglicht, welche gefaltete Dreieckskanäle bildet.

Die Packungshersteller wenden unterschiedliche Herstellungsverfahren an, sodass sich die strukturierten Packungen in der Mikro- und Makrostruktur sowie der Perforation (Spiegel und Duss, 2014) unterscheiden. So weisen Packungen der Firma Koch-Glitsch (ehemals Julius Montz GmbH) sinusförmige abgerundete Faltstrukturen auf, während bei anderen Herstellern ein spitz zulaufender, dreieckiger Querschnitt (s. Abbildung 2.3 (1)) üblich ist (Kister, 1992; Shetty und Cerro, 1997).

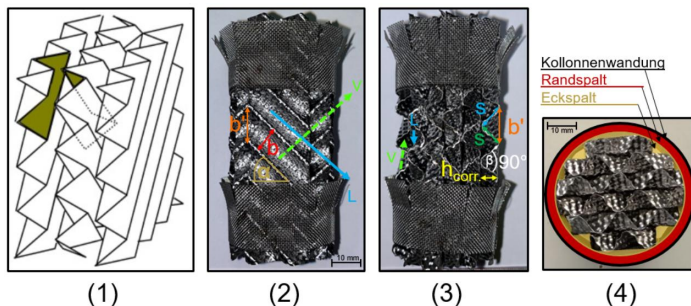


Abbildung 2.3: (1) Stilisierte Makro-Faltstruktur (Lavalle et al., 2018), RMP-N ähnliches 500.Y strukturiertes Packungselement in verschiedenen Perspektiven: (2) Frontansicht auf Bleche und Randabweiser aus Metallgewebe, (3) Seitenansicht der gewellten Bleche, (4) Draufsicht des Packungskerns mit hervorgehobenen Rand- und Eckspalten zwischen Blech und Kolonnenwand

Die Makro- und Mikrostrukturgeometrie des strukturierten Packungstyps „Mellapak™“ (Meier et al., 1979) wurde seit der Vorstellung in dem Jahr 1974 (Spiegel, 2013) mit dem Ziel weiterentwickelt, möglichst hohe Stoffübergangsraten und hohe Durchsätze bei geringen Druckverlusten (Billet, Reinhard 1998) zu erreichen. Dies wurde unter anderem mithilfe einer Mikrostruktur bewerkstelligt. Diese Mikrostruktur stellt einen geringen Widerstand für den Gasfluss dar und unterstützt die Flüssigkeitsausbreitung und Erneuerung der Flüssigkeitsoberfläche (Spiegel und Duss, 2014). Damit verbundene erhöhte Trennleistungen wurden im Jahr 2000 mit der Generation sogenannter Hochleistungspackungen erreicht, bei denen die Kanalgeometrie an den Stoßstellen der Packungselemente angepasst wurde (Ž. Olujić, 2019; Schultes, 2013). Als neueste Entwicklung wurde eine neue Packungsgeneration „MellapakEvo™“ vorgestellt, welche auf einer neuen Perforation und Blechgeometrie basiert. Diese verspricht höhere Trennleistungen und Kapazität bei geringeren Druckverlusten und damit geringerem Energiebedarf (SULZER Chemtech AG, 2024). Insbesondere bei Vakuumrektifikationsprozessen mit geringen Flüssigkeitsbelastungen werden Gewebepackungen eingesetzt. Diese haben den Vorteil einer höheren Benetzung des Drahtgewebes durch darin auftretende Kapillareffekte im Vergleich zu Blechpackungen, welche bei geringen Flüssigkeitsbelastungen nicht vollständig benetzt werden (Olujić et al., 2009).

Die Orientierung der Packungselemente wird gegenüber dem darunter liegenden Element um 90 ° rotiert, um eine großflächige radiale Verteilung und Vermischung zu gewährleisten (Stoter et al., 1993). Diese Rotation führt jedoch zu einem erheblichen Druckverlust aufgrund der abrupten Änderung der Gasströmungsrichtung bei jedem Übergang zwischen den Packungslagen (Olujić et al., 1999).

Bei dem Zickzack-Weg des Dampfes durch das Packungsbett nach oben erfährt die Dampfströmung abrupte Änderungen der Strömungsrichtung. Dies und die Gas-Gas-Wechselwirkung an der Grenzfläche, die an den Kreuzungen der Gasströmungskanäle entsteht, tragen zum Gesamtdruckverlust bei (Olujić, 1997). Bei Laborkolonnen mit Innendurchmessern < 80 mm und hohen Randeffekten relativ zur Querschnittsfläche wird eine Rotation der Packungslagen um 45° anstatt um 90° wie im Technikums- und Industriemaßstab realisiert, um den Eckspalt um 85 % zu verkleinern (Neumann et al., 2025). Diese geringere Rotation hat im Labormaßstab mit 50 mm und im Industriemaßstab mit 900 mm Innendurchmesser keinen Einfluss auf die Trennleistung und den Druckverlust gezeigt (Pavlenko et al., 2019).

2.2.2 Geometrische Packungsparameter

Die Geometrie der Packungsbleche wird durch die Abmessungen der Wellung über die Parameter Wellenhöhe ($h_{corr.}$), Länge der Wellenbasis (b), horizontaler Wellenabstand (b'), Seitenlänge der Welle (s), und dem Neigungswinkel (α) der Wellen zur Horizontalen charakterisiert (s. Abbildung 2.3) (Spiegel und Duss, 2014). Der Neigungswinkel α beträgt üblicherweise 45° oder 60° (Bradt Möller, 2017) und beeinflusst die Kontaktfläche, die Turbulenz und damit auch den Stoffübergang. Bleche mit einem höheren Neigungswinkel von 60° ermöglichen der Gas- und Flüssigphase in einem steileren Winkel zur Vertikalen zu strömen, was den Druckverlust und die Trennleistung verringert (Bradt Möller, 2017), aber die Kapazität erhöht (Olujić, 2000). Die 60° -Packung zeigt daher ein breiteres Belastungsspektrum mit einer Verschiebung des Beladungspunkts zu einem höheren F-Faktor (Olujić et al., 2000).

Eine 45° -Packung verlängert den Strömungsweg und erhöht die Verweilzeit (Fair et al., 2000; Olujić und et al., 1997; Verschoof et al., 1999) sowie die Turbulenz der Dampfströmung (Bradt Möller, 2015). Diese Effekte erhöhen die Trennleistung. Bei Hochleistungspackungen nähert sich der Neigungswinkel α der Wellen am oberen und unteren Ende der Packungselemente der vertikalen Achse (90°) an. Dies ermöglicht eine weniger abrupte, aber gleichmäßige und kontinuierliche Änderung der Strömungsrichtung an den Stoßstellen. Dies führt zu einer Verringerung des Druckverlustes, der Scherkraft zwischen Gas- und Flüssigphase und der Gasgeschwindigkeit, was zu einer Kapazitätssteigerung von Hochleistungspackungen (MellapakPlus™) von 50 % im Vergleich zur Mellapak™ führt (SULZER AG, 2024). Dieser Vergleich zeigt, dass diese reduzierten Effekte an den Stoßstellen der Packungselemente (vgl. 2.6.5) zu einer Erhöhung der Trennleistung um 30 %-Punkte führen (SULZER Chemtech AG, 2024).

2.2.3 Mikrostruktur und Perforation

Neben makroskopischen Faltstrukturen weisen moderne Packungen häufig mikrostrukturierte Oberflächen auf (Kapoustina et al. 2019). Mikrostrukturierte Oberflächen, wie Dellen und Riffelungen, haben geometrische Abmessungen von $0,1 \mu\text{m}$ bis $1000 \mu\text{m}$ (Kohrt, 2012; Repke et al., 2011). Sie dienen der verbesserten Feinverteilung und Benetzung von Flüssigkeiten (Bertling et al., 2023; Meier et al., 1979). Damit verbunden ist eine Steigerung der effektiven Oberfläche um 10 % (Tsai et al., 2011) und des flüssigkeitsseitigen Stofftransports.

Studien zeigen, dass Packungen mit mikrostrukturierten oder auch sogenannten texturierten Oberflächen den Stofftransport in Destillationstestsystemen um 20 % ... 100 % (Schultes, 2013) erhöhen können. Untersuchungen mit einer mikrostrukturierten B1-500.Y Packung zeigten eine Erhöhung des flüssigseitigen volumetrischen Stoffübergangskoeffizienten um 90 % (Kohrt, 2012) sowie an Tropfen- und Rinsalströmung an geneigten Platten um bis zu 80 % (Repke et al., 2011). Diese Verbesserung des flüssigseitigen Stofftransports hängt unter anderem vom Verhältnis des Abstandes und der Maxima der Dellen ab (Davies und Warner, 1969), sowie vom Verhältnis von Filmdicke (Kapoustina, 2019) und der Höhe (Spitze-Tal-Wert) bzw. der Amplitude der Dellen (Zhao und Cerro, 1992).

Ursachen für die Erhöhung des Stofftransports sind eine erhöhte turbulente Wirbelbildung im Flüssigkeitsfilm und ein verbesserter Flüssigkeitsrückhalt durch das Aufbringen einer Mikrostruktur (Tong et al., 2012). Weitere Effekte, wie eine verbesserte Benetzung der Oberfläche, tragen ebenfalls zur Effizienzsteigerung bei (Kohrt 2012). Insbesondere bei geringen Gas- und Flüssigkeitsbelastungen unterhalb des Staupunkts (Kohrt, 2012) konnte der signifikant stofftransportverstärkende Einfluss der Mikrostruktur nachgewiesen werden (Kapoustina, 2019).

Die Perforation von Packungsblechen mit 4 mm Löchern führt zu einer Vergrößerung der Gas-Flüssigkeits-Grenzfläche, einer verbesserten lokalen Flüssigkeitserneuerung und einem modifizierten Hold-up. (Bertling 2024; Meier et al., 1979). Die Perforation ermöglicht bei hohen oder inhomogenen Flüssigkeitsbelastungen die Entweichung des Gases in benachbarte Kanäle (Yan et al., 2023). Dies führt nach Gl. (9-26) zu einem größeren effektiven Dampfströmungswinkel α_{eff} und zu vorteilhaften, geringeren Druckverlusten. Obwohl die Perforation zu einer Verringerung der geometrischen Packungsoberfläche um 10 % führt (Olujic et al., 2012, 2004), ist die Trennleistung von perforierten Packungen bei niedrigen Gasbelastungen (Repke et al., 2011) und bei hohen Gasbelastungen, aufgrund von Tropfen- und Sprayströmungen, höher als die von nicht-perforierten Packungen (Pöschmann et al., 2024).

Perforierte Packungen werden aufgrund dieser Vorteile als Standardkonfiguration für Trennleistungsmessungen und darauf basierende Stoffübergangsmodelle verwendet. Weiterführende Literatur für detaillierte Erläuterungen befindet sich im Anhang K.3.

2.3 Fluidodynamik in Packungskolonnen

Die Fluidodynamik in der Packung resultiert aus der Belastung von Dampf- und Flüssigkeitsströmungen und ist mit dem Druckverlust charakterisierbar. Diese Fluidbelastung bestimmt die Kapazität der Packung und ist abhängig von der Benetzung der Packungsoberfläche (Kister, 1990).

2.3.1 Gas- und Flüssigkeitsbelastung

Zur Charakterisierung der Fluidodynamik der Packung werden die durchströmenden Gas- und Flüssigkeitsvolumenströme betrachtet. Dies wird bei der Auslegung und dem Betrieb von Packungen durch die folgenden Kenngrößen berücksichtigt.

In Abhängigkeit von F_G (2-5) kann der Innendurchmesser d_i in m und die Querschnittsfläche der leeren Kolonne A_K in m^2 und damit die Kapazität der Kolonne festgelegt werden (Schug 2018). A_K und der Gasvolumenstrom $\dot{V}_G$ in $m^3 \cdot s^{-1}$ bedingt die in der ungepackten Kolonne auftretende Leerrohrgeschwindigkeit u_{Gs} in $m \cdot s^{-1}$. Der Gasbelastungsfaktor F_G ist außerdem von der Gasdichte ρ_G in $kg \cdot m^{-3}$ abhängig. Die Herleitung von F_G erfolgt gemäß der Druckgleichung nach Bernoulli. Die Quadrierung von F_G entspricht näherungsweise dem Staudruck (Kister, 1992), welcher zudem als dynamischer Druckabfall bezeichnet wird.

$$F_G = u_{Gs} \cdot \sqrt{\rho_G} = \frac{\dot{V}_G}{A_K} \cdot \sqrt{\rho_G} = \frac{\dot{m}_G}{A_K \cdot \sqrt{\rho_G}} \quad (2-5)$$

In der englischsprachigen Literatur wird häufig der Kapazitätsfaktor mit C_G verwendet (Cai, 2014). Dieser hängt mit F_G über $C_G = F_G \cdot \sqrt{\rho_L - \rho_G}$ zusammen. Auch in der deutschsprachigen Literatur wird mit C_G und F_G die Kapazität der Packung charakterisiert (Bradtmöller, 2017; Kammermaier, 2008).

Die Flüssigkeitsbelastung w_L in $m^3 \cdot m^{-2} \cdot h^{-1}$ wird mit dem Verhältnis aus dem zwischen der Packung herabfließenden Flüssigkeitsvolumenstrom $\dot{V}_L$ in $m^3 \cdot s^{-1}$ und A_K beschrieben (2-6).

$$w_L = \frac{\dot{V}_L}{A_K} \quad (2-6)$$

Bei Packungskolonnen ist die minimale Flüssigkeitsbelastung ein strengeres Auslegungskriterium als bei Bodenkolonnen. Wird die Flüssigkeitsbelastungsgrenze unterschritten (s. Abbildung 2.4), kommt es zum Aufreißen des Flüssigkeitsfilms und zur Reduzierung der Benetzung der Packungsblechoberflächen und der Trennleistung. Aus diesem Grund werden bei geringeren Flüssigkeitsbelastungen von bis zu $0,05 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$ strukturierte Gewebepackungen verwendet (Goedecke, 2006).

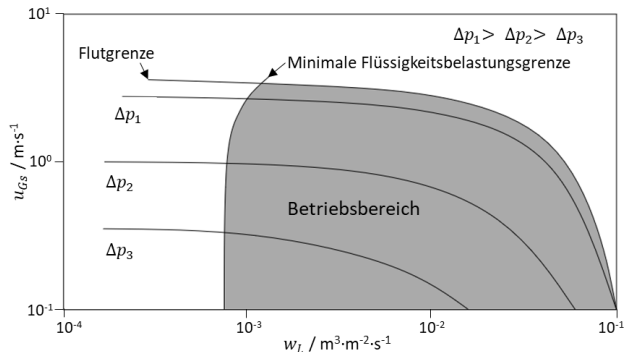


Abbildung 2.4: Belastungsdiagramm einer strukturierten Packung nach (Green und Perry, 2007; Gutperl, 2026)

In dem Belastungsdiagramm in Abbildung 2.4 wird deutlich, dass die obere Belastungsgrenze, d.h. Flutgrenze, den Betriebsbereich begrenzt. Die Gasbelastung bestimmt die Trennleistung und damit in der Anwendung schließlich die Kosten der Packungen für eine bestimmte Trennaufgabe (Christen, 2010).

2.3.2 Druckverlust und Hold-up

Der Flüssigkeitsinhalt einer Packung wird als Hold-up bezeichnet. Der Hold-up bedingt den Druckverlust, der als bedeutende fluiddynamische Größe zur Charakterisierung von Packungskolonnen verwendet wird.

Hold-up

Der Hold-up in der Packung beeinflusst die Trennleistungsmessung (Nitsche, 2014). Der gesamte Hold-up einer Packungskolonne setzt sich aus einem dynamischen Anteil und einem statischen Anteil zusammen (Maćkowiak, 2003; Mersmann et al., 2005; Zakeri et al., 2011).

Der statische Hold-up $h_{L,stat}$ basiert auf Flüssigkeit, welche aufgrund von Adhäsions- und Kapillarkräften in der Packung verbleibt, z. B. in der Prägung der Mikrostruktur oder als Zwickelflüssigkeit an den Kontaktstellen der Bleche (Suess und Spiegel, 1992), s. Abbildung 2.5.

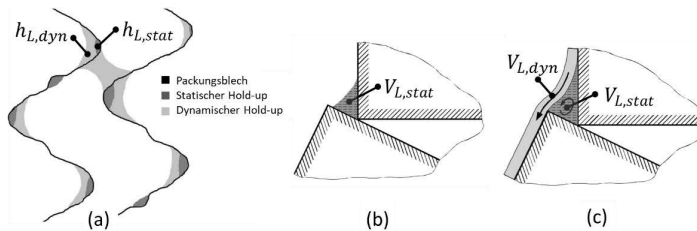


Abbildung 2.5: Schematische Darstellung des statischen (b) und des dynamischen (c) Hold-up nach (Kraume, 2004) in einer strukturierten Packung anhand einer computertomographischen Aufnahme (a) nach (Schug, 2018)

Der statische Hold-up $h_{L,stat}$ ist eine Funktion der physikalischen Stoffeigenschaften der Flüssigkeit (Dichte ρ_L , dynamische Viskosität η_L und Oberflächenspannung σ_L), der charakteristischen Packungseigenschaften (Hohlraumanteil ε und spezifische Packungsoberfläche a_{pa}), der Flüssigkeitsbelastung w_L und der Erdbeschleunigung g (Zakeri et al., 2011).

Untersuchungen von Sidi-Boumedine und Raynal (2005) zum statischen Hold-up an Kontaktpunkten der Bleche zeigen, dass das Verhältnis des statischen Hold-up von Packungen mit $\alpha = 45^\circ$ bzw. $\alpha = 60^\circ$ dem Verhältnis der Anzahl der Kontaktpunkte entspricht. Unabhängig von der Flüssigkeitsbelastung und der Viskosität betrug der Anteil der Zwickelflüssigkeit am gesamten Hold-up für Wasser/Glycerin-Gemische 22 % ... 24 % (Janzen et al., 2013). Unter Gas-Flüssigkeit-Tropfenströmungsbedingungen beträgt der statische Hold-up bis zu 25 % oder 33 % des gesamten Hold-up (Aferka et al., 2007; Kramer, 1998).

Der Hauptteil (67 % ... 75 %) des Hold-up entfällt auf den größeren dynamischen Hold-up $h_{L,dyn}$ (Stichlmair und Fair 1998). Der dynamische Hold-up basiert auf dem Flüssigkeitsinhalt, der während des Betriebes aktiv an der Flüssigkeitsströmung teilnimmt und somit die Flüssigkeitgeschwindigkeit erhöht. In der Regel führt ein erhöhter dynamischer Hold-up zu höheren Trennleistungen (Nitsche, 2014; Ono und Erhard, 2011).

Wenn die Flüssigkeitsbelastung erhöht wird, folgt der Flüssigkeitsfilm nicht mehr der Form der strukturierten Wand. Es bilden sich in Bereichen, die dem statischen Hold-up zuzuordnen sind, Rezirkulationszonen (s. Abbildung 2.5). Diese Rezirkulationszonen wachsen mit zunehmender Reynolds-Zahl und erhöhen damit die Strömungsgeschwindigkeiten und Turbulenzen, die den Stoffaustausch fördern. Es existieren detaillierte Untersuchungen zum Hold-up für verschiedene Strömungsregime in Filmströmungen in Abhängigkeit von der dimensionslosen Reynolds-Zahl und der Amplitude der Mikrostruktur (Haroun et al., 2012; Zhao und Cerro, 1992).

Druckverlust

Der Druckverlust wird spezifisch auf die Packungshöhe bezogen. Ein geringer spezifischer Druckverlust ist insbesondere bei der rektifikativen Auftrennung von temperatursensiblen Produkten in Packungskolonnen relevant, bei denen eine möglichst geringe Sumpftemperatur angestrebt wird (Behr et al., 2010; Schultes, 1998). Der Druckverlust in einer Kolonne setzt sich aus dem hydrostatischen Druck der Flüssigkeitsbelastung und dem dynamischen Strömungswiderstand des Dampfes zusammen (Christen, 2010). Der dynamische Strömungswiderstand wird auch als Gas-Gas-Druckverlust bezeichnet, da er auf die Reibung und die Richtungsänderung des Gasstroms entlang des Flüssigkeitsstroms durch die Packungen zurückzuführen ist und mit steigender Dampfgeschwindigkeit zunimmt. Zusätzlich werden

Druckverluste durch Richtungsänderungen, insbesondere beim Übergang zwischen Packungselementen und beim Auftreffen auf die Kolonneninnenwand, berücksichtigt (Olujic et al., 1999). Der dynamische Druckabfall in den Packungsschichten wird von den Packungsherstellern als Funktion des Gasbelastungsfaktors F_G angegeben. Eine erhöhte Flüssigkeitsbelastung führt zu höheren Filmdicken und zu einem größeren Hold-up, d.h. dem Verhältnis zwischen Flüssigkeitsvolumen V_l und dem Packungsvolumen V_{pa} . Dieses Flüssigkeitsvolumen verengt den freien Querschnitt für den Gasstrom, erhöht den Druckverlust und verringert die Kapazität, was zum Erreichen des Anstau- und Flutpunktes der Packung führt (Bradt Möller, 2017; Brunazzi und Paglianti, 1997).

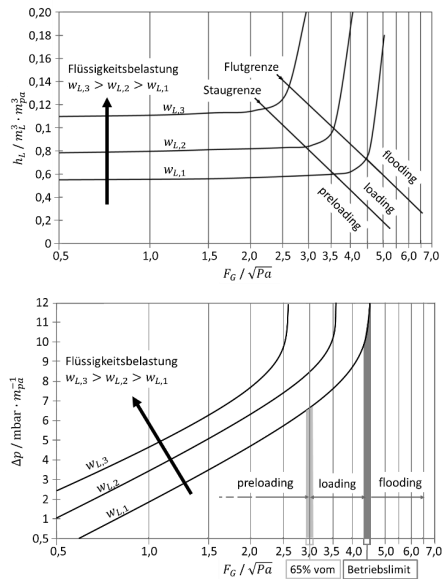


Abbildung 2.6: Einfluss des F-Faktors auf den Flüssigkeits-Hold-up pro Packungsvolumen (oben) und den Druckverlust in einer Packungskolonne mit Stau- und Flutgrenze (unten) bei drei unterschiedlichen Flüssigkeitsbelastungen nach (Jammula et al., 2020; Mackowiak, 2010; Schug, 2018; Suess und Spiegel, 1992)

Anhand der in Abbildung 2.6 dargestellten Flut- und Staugrenzen lassen sich drei Betriebsbereiche unterscheiden, die nach folgenden Definitionen (Kister, 1990, 1992; Spiegel und Duss, 2014) beschrieben werden können: Preloading-, Loading- und Flooding-Bereich.

Im Preloading-Bereich übt die Gasphase einen geringen Einfluss auf die Strömung der Flüssigkeit aus und der Hold-up der Packung wird dort als konstant angenommen (Jammula et al., 2022, 2020). Dies führt zu einem Druckverlustanstieg, welcher annähernd proportional zum Quadrat der Gasgeschwindigkeit ist (Kister, 1992). Die Staugrenze ist bei etwa 65 % des F-Faktors am Flutpunkt $F_{G,Fl}$ definiert (Mackowiak, 1990). Der Flutpunkt befindet sich auf der Flutgrenze und kennzeichnet das Ende des Betriebsbereichs. Diese Angabe anhand der maximalen Gasbelastung, die durch den Flutpunkt gegeben ist, wird auch als Kapazität des damit verbundenen maximalen Gasdurchflusses angegeben. Der Loading-Bereich umfasst Gasbelastungen oberhalb des Staupunktes und unterhalb des Flutpunktes (flooding point). Dieser Bereich ist für den Betrieb von Packungskolonnen von Bedeutung, da unter diesen Bedingungen stabile

Betriebszustände und hohe Stofftransportraten vorliegen. Diese hohen Stofftransportraten beruhen auf verstärkten Wechselwirkungen zwischen der Gasströmung und der aufgestauten flüssigen Phase, die z. B. zu einer erhöhten Welligkeit (Bradt Möller, 2017) und einer Vergrößerung der effektiven Stoffübergangsfläche führen. Kolonnen werden in der Regel für einen Betrieb im Bereich von 75 % ... 80 % der maximalen Gasbelastung ausgelegt, die am Flutpunkt vorliegt (Spiegel und Meier, 1994). Der Hold-up und der Druckverlust steigen bei Zunahme der Gasbelastung mitsamt der Trennleistung (Spiegel und Duss, 2014) bis zum Flutpunkt an. Ab diesem Punkt wird die Flüssigkeit in Schwebelage gehalten und in Richtung des Kolonnenkopfes transportiert (Bradt Möller, 2017). Im Flutpunkt ist ein stabiler Gegenstrombetrieb nicht mehr möglich. Im Rahmen dieser Arbeit wird diese Kapazität auf die Definition des Flutpunkts für Mellapak und ähnliche strukturierte Packungen von $\Delta p = 12 \text{ mbar} \cdot \text{m}^{-1}$ (Lockett et al., 2006) bezogen. In einer älteren Veröffentlichung (Spiegel und Meier, 1994) wird der Flutpunkt allgemein bei $\Delta p = 10 \text{ mbar} \cdot \text{m}^{-1}$ angegeben. Eine andere Definition legt den Flutpunkt bei Kapazitäten von 105 % ... 110 % fest, da bei diesen zugrundeliegenden Gasbelastungen unter bestimmten fluiddynamischen Bedingungen (s. Kap. 4.3) ein Betrieb möglich sein kann (Spiegel und Duss, 2014). Im Vergleich zu nicht-perforierten Packungen weisen perforierte Packungselemente einen anderen Flutmechanismus auf. Dieser beruht bei perforierten Packungen auf der Entstehung von Tropfen in fluidisierten Betten im Gegensatz zum reinen Mitreißen von Tröpfchen in nicht-perforierten Packungen (Mackowiak, 2010).

Die Druckverluste geben Aufschluss über den freien Strömungsquerschnitt des Gases und daher über die Fluidodynamik. Es existieren mehrere auf die Packungsgeometrie aufbauende Modelle (Elisabetta Brunazzi und Paglianti, 1997; Mackowiak, 2010; Verschoof et al., 1999) zur Vorausberechnung des Druckverlusts von strukturierten Packungen. Im Rahmen dieser Arbeit wird auf eine Vorausberechnung verzichtet, da im Vergleich zwischen Miniplant- und Technikumsmaßstab die Druckverluste zwischen Packung und Kolonnenwand durch unterschiedlich große Randspalten und Randabweiserkonfigurationen (Plate et al., 2021) beeinflusst werden. Diese komplexen Vorgänge im Randspalt und an den Randabweisern zwischen Kolonnenwand und strukturierter Packung werden in den Modellen nicht abgebildet.

2.3.3 Strömungsbedingungen in strukturierten Packungen

Zur Beschreibung der Fluidodynamik und der Benetzung werden dimensionslose Kennzahlen verwendet (Zakeri et al., 2011). Die Beschreibung der auftretenden Strömungsformen erfolgt anhand der drei dimensionslosen Kennzahlen: Reynolds-Zahl Re_L , Froude-Zahl Fr_L und Weber-Zahl We_L (Onda et al., 1968; M. G. Shi und Mersmann, 1985; Tsai et al., 2008), siehe (2-7).

$$Re_L = \frac{\rho_L \cdot u_L \cdot L}{\eta_L} = \frac{u_L \cdot L}{\nu_L}; We = \frac{\rho_L \cdot (u_L - u_G)^2 \cdot L}{\sigma}; Fr_L = \frac{u_G}{\sqrt{g \cdot L}} \quad (2-7)$$

Je nach Kenngröße wird die Betrachtung einer Phase (z.B. Reynolds in der Flüssigkeitsströmung) oder mehrerer Phasen (z.B. Relativgeschwindigkeit der Gas- und Flüssigkeitsphase) in die Dimensionsanalyse einbezogen (Hanley und Chen, 2012). Die charakteristische Länge L berechnen Autoren unterschiedlich mit $L = (a_{pa})^{-1}$ (Onda et al., 1968), $L = d_h = 4 \cdot \varepsilon \cdot (a_{pa})^{-1}$ (Hanley und Chen, 2012; Rejl et al., 2015) oder mit der Länge der Kanäle L_{ch} (Rejl et al., 2015) sowie $L = s$, der Seitenlänge der Wellung (Rocha et al., 1993). Die Reynolds-Zahlen können sich für die im Umfang dieser Arbeit verwendeten 500.Y Packungen um den Faktor vier unterscheiden (Bradt Möller, 2017). Am häufigsten verwendet wird $L = d_h$, wie anhand mehrerer Modelle (Hanley und Chen, 2012; Rejl et al., 2015; Verschoof et al., 1999) ersichtlich wird. Die Froude-Zahl Fr_L beschreibt das Verhältnis von Trägheits- zu Schwerkraft und ermöglicht somit eine Abschätzung des Hold-up in einer Packung. Außerdem definiert die Weber-Zahl We_L das Verhältnis von Trägheits- zu Oberflächenkraft des abfließenden Flüssigkeitsfilms auf Packungsoberflächen (Bradt Möller 2017).

Übergang von laminarer zu turbulenter Strömung in Packungskanälen

Im Bereich von $Re_L = 16 \dots 400$ zeigt sich eine sinusförmige Ausprägung der Wellenströmung in senkrecht abfließenden Fallfilmen. Bei $Re_L > 400$ hingegen fällt die Wellenform unregelmäßig aus (Christen, 2010). Dieses Phänomen der zunehmenden Welligkeit, welches zusätzliche Phasengrenzflächen generiert, lässt sich in der Rektifikation auch auf strukturierten Packungen beobachten (Bradtmöller 2017).

Obwohl Re_G mit dem hydraulischen Durchmesser der Packung als charakteristischem Maß berechnet wird und bei Berechnungen geringe Werte (Potenz 10^2) ergeben, wird aufgrund der komplexen Kanalgeometrie und der Rauheit der Rohrwände generell eine turbulente Strömung in Packungen angenommen. Nur bei geringen Gasbelastungen und geringen Kopfdrücken tritt in Abhängigkeit vom Anstellwinkel α laminare Gasströmung auf (Spiegel und Duss, 2014).

Der Wert der kritischen $Re_{G,LT}$ -Zahl für den Übergang von laminarer zu turbulenter Strömung in Packungen ist abhängig vom Wellungswinkel α (Spiegel und Duss, 2014). Für die in diesem Umfang relevante Geometrie mit $\alpha = 45^\circ$ existieren folgende experimentell ermittelte Werte.

Die Hauptströmung wird hauptsächlich durch Wand- und Biegereibung beeinflusst und fällt mit $Re_{G,LT} = 1875$ (Sacher und Repke, 2019) oder 1455 (Rejl et al., 2015) geringer aus als bei Rohrströmungen mit 2100 (Rehm et al., 2012; Tuoc, 2010). In Bereichen nahe der offenen Kanalseiten treten Turbulenzen durch Kreuzreibung und das Aufteilen einer Stromlinie aus einem Kanal in einen oder mehrere andere Kanäle auf. Dieses Aufteilen der Stromlinien wird als Mischungsverhältnis bezeichnet und tritt bei Reynolds-Zahlen in der Größenordnung von einigen hundert (Rejl et al., 2015), wie zum Beispiel $Re_{G,LT} = 330$ (Sacher und Repke, 2022), auf. Dies liegt darin begründet, dass gerade der Gasströmungsweg in den Kanälen mit Kreuzreibung komplexer ist als die Kanalströmung (Mackowiak, 2010; Rejl et al., 2015). In den Kanälen bilden sich lokal turbulente Strömungen aus, sodass das Strömungsverhalten der Gasphase generell als turbulent angenommen wird (Rejl et al., 2015).

Für Flüssigkeitsströmungen in Dreieckskanälen wurden Strömungsablösungen und damit turbulente Strömungen ab $Re_{L,LT} = 136$ in Abhängigkeit von der Filmdicke berechnet (Haroun et al., 2012). Es gibt darüber hinaus eine Vielzahl von tomographischen Messungen (Flechsig et al., 2022; Lavalley et al., 2018) und CFD Simulationsstudien (Valluri et al., 2005), welche die Flüssigkeitsströmungen auch unter Berücksichtigung der Mikrostrukturierung betrachtet haben. Für die fluiddynamische Berechnung wird in den meisten Stoffübergangsmodellen (s. D.1) die Reynolds-Zahl zwischen der Gas- und Flüssigkeitsströmung Re_{LG} verwendet. Dazu wird die effektive Gas- und Flüssigkeitsgeschwindigkeit in den Kanälen addiert, wodurch Reynolds-Zahlen im Bereich von 2500 ... 5300 resultieren (Haidl et al., 2017).

2.4 Quantifizierung der Trennleistung

Zur Quantifizierung der Trennleistung stehen zwei grundlegende Berechnungsmethoden zur Verfügung: Die Gleichgewichtsmethode und die Stoffübergangsmethode. Die stoffübergangsbasierte Berechnungsmethode wird im Detail in 2.4.3 vorgestellt und in 2.4.4 mit dem Gleichgewichtsstufenmodell aus 2.4.1 verglichen.

2.4.1 Gleichgewichtsstufenmodell

Das Gleichgewichts- (GGW) Stufenmodell dient der quantitativen Analyse von Trennprozessen in kolonnenartigen Apparaturen zur Trennung binärer und mehrkomponentiger Gemische.

Nach dem GGW-Stufenmodell wird die Anzahl der idealen theoretischen Stufen n_{th} typischer Weise mithilfe der Fenske- und der graphischen McCabe-Thiele-Methode bestimmt (Starkweather et al., 2014). Alternativ kann das minimale Rücklaufverhältnis (v_{min}) algebraisch über die Gleichung von Underwood bestimmt werden. Mit Hilfe des Gilliland-Diagramms, das auf empirischen Daten basiert, kann das

Verhältnis von n_{th} und v für ideale und nicht-ideale Gemische angewendet werden (Christen, 2010). Ideale Trenn- oder Gleichgewichtsstufen lassen sich durch ausreichende Kontaktzeit und vollständige Durchmischung der Flüssig- und Dampfphase charakterisieren, aufgrund dessen eine vollständige Phasengleichgewichtseinstellung auf jeder Stufe angenommen wird. Darüber hinaus tritt kein Tropfenmitriss (Entrainment) auf.

Für strukturierte Packungen wird als Maß für die Trennleistung das Verhältnis von Höhe der Packung zur Anzahl der theoretischen Stufen ($HETP = H_{pa} / n_{th}$) verwendet. Die Trennleistung wird somit als Height Equivalent to a Theoretical Plate (HETP) oder als reziproker Parameter Number of Theoretical Stages per Meter (NTSM) definiert.

Die McCabe-Thiele-Methode erlaubt eine grafische Analyse der Trennstufen, wobei die folgenden Annahmen zugrunde liegen (McCabe und Thiele, 1925):

- Konstante molare Verdampfungsenthalpien aller Komponenten ($\Delta h_v = \text{konst.}$)
- Vernachlässigung von Mischungsenthalpien und Wärmeverlusten (adiabate Kolonne)
- Vernachlässigung von Druckverlusten
- Totale Kondensation

Die Wärmeverluste der Kolonne sind nach (McCabe und Thiele, 1925) vernachlässigbar, da die Auswirkungen und Veränderung der Siedepunkte, mit Ausnahme von weitsiedenden Gemischen, in der Regel gering sind. Durch diese Annahmen bleiben innerhalb eines Kolonnenabschnittes ohne Energiezufuhr oder -abfuhr Dampf- $\dot{G}$ und Flüssigkeitsströme $\dot{L}$ konstant. In diesem Modell bestimmt das VLE die Trennung (s. Abbildung 2.1). Je größer die Abweichung der Gleichgewichtslinie von der Diagonalen ausfällt (s. Abbildung 2.1), desto größer ist die treibende Kraft für den Stoffaustausch, sodass die absolute theoretische Trennstufenanzahl n_{th} sinkt. Trennstufen sind dabei theoretische Schritte, die Verdampfung und Kondensation darstellen und nicht den praktischen Stufen, d.h. der Kolonneneinbauten wie z.B. Böden, entsprechen (Olujić et al., 2008).

Für den Fall von totalem Rücklauf ($v = \infty$; $\dot{L}/\dot{G} = 1$) kann die Fenske-Gleichung (2-8) verwendet werden. Unter weiteren Annahmen, wie konstante relative Flüchtigkeit $\alpha_{1,2}$ und ideales Verhalten (Fenske, 1932) kann mit den Zusammensetzungen von Destillat x_D und Sumpf x_S die minimale Trennstufenzahl n_{th} berechnet werden. Dies stellt ein Maß der integral über der Kolonne geltenden Trennleistung dar.

$$n_{th} = \frac{\ln \left(\frac{x_D \cdot (1 - x_S)}{x_S \cdot (1 - x_D)} \right)}{\ln \bar{\alpha}_{1,2}} - 1; \quad \bar{\alpha}_{1,2} = \sqrt{\alpha_{1,2D} \cdot \alpha_{1,2S}} \quad (2-8)$$

Generell wird bei der Mittelwertbildung zu $\bar{\alpha}_{1,2}$ die Verwendung des geometrischen Mittels empfohlen (Olujić et al., 2008). Diese basiert auf $\alpha_{1,2S}$ bei minimalem und $\alpha_{1,2D}$ bei maximalem Anteil der leichtsiedenden Komponente sowie auf der arithmetisch gemittelten Mischungstemperatur (Gutperl, 2026; King, 1980).

Im Gegensatz zu der integralen Berechnung existiert auch ein Ansatz, der als rigorose Methode bekannt ist. Bei diesem Ansatz werden einzelne Stufen als Bilanzräume definiert und eine stufenweise Berechnung der Kolonne mit den Variablen Stufentemperatur und Gas- und Flüssigkeitsströme mit zugehörigen Zusammensetzungen unter Berücksichtigung des MESH-Gleichungssystems (Material balance; Equilibrium condition; Summation condition; Heat balance) (Wang, und Henke, 1966) durchgeführt. Dieses Gleichungssystem kann nur iterativ gelöst werden. Dazu existieren verschiedene Lösungsmethoden und Lösungsalgorithmen, wie beispielsweise das Newton-Verfahren (Kister, 1992). Hierdurch können interner Rückfluss durch unterkühlten Rücklauf sowie durch Wärmeverluste aufgrund von unzureichender Isolierung berücksichtigt werden (Ottenbacher et al. 2011). Bei Trennleistungsmessungen mit Kolonnendurchmessern von 0,15 m, 0,43 m und 1,22 m wurden nur vernachlässigbare (Chlorbenzol/Ethylbenzol (CB/EB): < 0,03 %) bzw. geringe (C6/C7: < 2 %) Abweichungen zwischen der

rigorosen und der Fenske-Methode festgestellt (Valenz et al. 2013). Dies belegt die Vergleichbarkeit dieser beiden GGW-basierten Methoden für diese ideale Gemische.

Die Methode der Gleichgewichtsstufenberechnung ist besonders präzise für die Quantifizierung der Trennleistung von binären Gemischen. Gleichgewichtsstufenberechnungen sind exakt bei nicht-idealen Gemischen, bei denen die relative Flüchtigkeit variieren kann, sowie bei Mehrstoffgemischen (Neumann et al., 2025).

Die integrale Beschreibung der Trennleistung über einen *HETP*-Wert basierend auf dem GGW-Stufenansatz führt insbesondere bei der Untersuchung nicht-idealer (Bradt Möller, 2017) Stoffgemische mit stark unterschiedlichen Trennfaktoren zu Ungenauigkeiten. Als Folge unterliegt die Steigung der Gleichgewichtskurve größeren Schwankungen als bei idealen Gemischen. Die Steigung der Gleichgewichtskurve wird über den Stripping-Faktor λ gemäß Gl. (2-9) berücksichtigt (Fair et al., 2000; Olujic et al., 2008; Olujic, 2014).

$$\lambda = m \cdot \frac{\dot{G}}{\dot{L}} = \frac{m}{\frac{\dot{L}}{\dot{G}}} = m \cdot \frac{u_{GS} \cdot \rho_G \cdot M_{WL}}{u_{LS} \cdot \rho_L \cdot M_{WG}}; \text{ binäre Gem.: } \lambda = m = \frac{dy}{dx} = \frac{\bar{\alpha}_{1,2}}{[1 + x \cdot (\bar{\alpha}_{1,2} - 1)]^2} \quad (2-9)$$

2.4.2 Unvollständige Gleichgewichtseinstellungen

Neben den VLE-Verhalten wird der Parameter *HETP* zudem auch signifikant von physikalischen Stoffeigenschaften, wie der Gas- und Flüssigkeitsdichte, der Flüssigkeitsviskosität und der Oberflächenspannung, beeinflusst. (Böcker und Ronge, 2005; Bradtmöller et al., 2015; Bradtmöller, 2017; Ressemann et al., 2024; Starrantino et al., 2023; Tsai et al., 2008, 2009). Um zu berücksichtigen, dass das Gleichgewicht aufgrund von Stoffeigenschaften nicht vollständig erreicht wird, gibt es Stufenwirkungsgrade, wie beispielsweise der bekannteste Murphree-Wirkungsgrad (Bausa und Steimel, 2018; Murphree, 1925). Bei diesem unvollständigen Gleichgewichtsansatz werden keine Stoffübergangskoeffizienten benötigt, weshalb dieser Ansatz für binäre Gemische Anwendung findet. Für Mehrkomponentensysteme oder für Systeme, in denen Reaktionen zu berücksichtigen sind, wird eher das Transfereinheitenmodell (Rate-based-Modell) eingesetzt (Górák und Schoenmakers, 2014).

2.4.3 Transfereinheitenmodell

Für die Berechnung und Vorhersage des Stofftransports zwischen dampfförmiger und flüssiger Phase werden Transfereinheitenmodelle (Rate-based-Modelle) erforderlich, welche die Strömungsverhältnisse und Stoffeigenschaften beachten. Aufbauend auf dem Transfereinheitenmodell sind Stofftransportmodelle entwickelt worden, welche lokal in der Packung die Trennleistung modellieren. Dazu werden Stoffübergangskoeffizienten für die Gas- und Flüssigphase sowie für effektiv benetzte Oberflächen (a_{eff}) abgeschätzt.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden verschiedene Stofftransportmodelle betrachtet. Grundlegend setzt sich der Stofftransport aus dem Transport a) in der Flüssigphase zur Grenzfläche und b) über die Phasengrenze bis in die Gasphase zusammen.

- Zur Bestimmung des Stofftransports von der Flüssigkeit „Bulk“ zur Gas-Flüssigkeitsgrenzfläche wurden Stofftransportmodelle basierend auf der Penetrations- (Higbie 1935), Oberflächenerneuerungs- (Danckwerts, 1951) und Filmtheorie (Nernst 1904) entwickelt. Alle diese Theorien greifen auf unterschiedliche Korrelationen des Diffusionskoeffizienten $D_{1,2}^T$ und des Stofftransports zurück.
- Für die Beschreibung des Stoffübergangs zwischen Gas- und Flüssigphase wird in der Regel das Zweifilmmodell herangezogen (Lewis und Whitman, 1924; Spiegel und Meier, 1994). Dieses stark vereinfachte Modell basiert auf der Ausbildung von jeweils einer gasförmigen und einer flüssigen, stagnierenden Grenzschicht konstanter Dicke δ_G an einer Grenzfläche, welche als Filme

bezeichnet werden. Der Transport von Molekülen findet mittels einer stationären Diffusion sowohl in einer Gasphasen- als auch in einer Flüssigphasengrenzschicht statt, wobei jede Grenzschicht einen spezifischen Widerstand für den Massentransport aufweist. Der Stoffübergang wird durch die gaseitigen- (k_G) und flüssigkeitsseitigen (k_L) Stoffübergangskoeffizienten beschrieben.

Der Widerstand in der Flüssigphase am gesamten Stofftransportwiderstand ist geringer als in der Gasphase, aber darf mit 12 % ... 18 % (Arwika und Sandall, 1980) bzw. mit 20 % ... 50 % (Chen und Chuang, 1995) nicht unterschätzt werden (Olujić, 2014). In der Literatur besteht somit ein weitgehender Konsens darüber, dass der größte Widerstand für den Stofftransport auf der Gasseite auftritt (Stichlmair et al., 2021; Xia et al., 2023). Aufgrund dessen wird bei Stofftransportberechnungen der Gesamtstoffdurchgangswiderstand k_{OG} auf die Gasphase bezogen und mit dem Index OG (Overall Gas) gekennzeichnet. (Kraume, 2020, 2004)

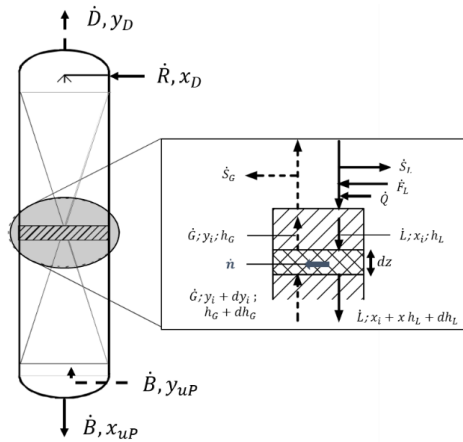


Abbildung 2.7: Schematische Darstellung einer Packungskolonne für die Ableitung des Transfereinheitenmodell nach (Stichlmair et al., 2021)

Das Modell der Transfereinheiten geht von der Betrachtung eines differentiellen Massentransferelementes mit der Elementhöhe dz bzw. einer differentiellen Massenübertragungsfläche dA sowie Feed- $(\dot{F}_L)$, Seitenströmen $(\dot{S}_G, \dot{S}_L)$ und Wärmeströmen $\dot{Q}$ (s. Abbildung 2.7) in der Kolonne aus (Chilton und Colburn, 1935). Mit Hilfe einer Komponentenbilanz und der Annahme von fehlender Rückvermischung über die Kolonnenhöhe kann, basierend auf der Zweifilmtheorie, eine Differentialgleichung für den Stoffaustausch aufgestellt werden. Im Gegensatz zum GGW-Stufenmodell werden beim Ansatz mit Übergangseinheiten die folgenden Parameter getrennt für die Flüssig- und Gasphase berechnet:

- Trennaufgabe:** Mit der Anzahl der Übertragungseinheiten (NTU) in der Gas- (NTU_G) und Flüssigphase (NTU_L) werden gemischabhängige Parameter, wie die Konzentrationsänderung in der Dampf- dy und Flüssigkeitsphase dx sowie die Triebkraft des Stoffaustausches, zusammengefasst berechnet. Die Triebkraft entspricht der Differenz zwischen der Zusammensetzung im Bulk y^b, x^b und an der Phasengrenzfläche y^i, x^i .
- Anlagen- und Packungsparameter:** Mit der Höhe einer Übertragungseinheit (HTU_G und HTU_L) werden hingegen anlagen- und packungsspezifische Kenngrößen, welche für die Auslegung von Packungskolonnen relevant sind, berechnet.

Die Packungshöhe H_{pa} ergibt sich aus der Integration der Differentialgleichung und damit des Stoffübergangs mit den Zusammensetzungen unter der Packung (uP) und im Destillat (D) nach Gl. (2-10).

$$H_{pa} = \underbrace{\frac{\dot{G}}{k_G \cdot a_{eff} \cdot A_{col}}}_{HTU_G} \cdot \underbrace{\int_{y_{uP}}^{y_D} \frac{1}{y^i - y^b} dy}_{NTU_G} = \underbrace{\frac{\dot{L}}{k_L \cdot a_{eff} \cdot A_{col}}}_{HTU_L} \cdot \underbrace{\int_{x_D}^{x_{uP}} \frac{1}{x^i - x^b} dx}_{NTU_L} \quad (2-10)$$

Dabei werden die effektive Oberfläche a_{eff} und die Kolonnenquerschnittsfläche A_{col} sowie der Stoffübergangskoeffizient k_G und k_L berücksichtigt. Wird der Phasenübergang über die Phasengrenze (i) hinweg berechnet, wird ein sofortiger Stoffaustausch (Taylor und Kooijman, 2014) angenommen und die Gleichgewichtszusammensetzung y^* , x^* zur Berechnung der Triebkraft verwendet.

Die algebraische Integration der Gl. (2-11) (Gutperl, 2026) oder die graphische Ermittlung der Fläche zwischen der Gleichgewichtskurve und Bilanzkurve (Bartlok, 2002; Chilton und Colburn, 1935; Stichlmair et al., 2021) führt zur Bestimmung von NTU_{OG} . Darüber existiert für den Fall $\lambda \neq 1$ die alternative Beschreibung für NTU_{OG} nach Gl. (2-11) mithilfe von n_{th} und λ (Fair et al., 2008; King, 1980).

$$NTU_{OG} = \int_{y_{uP}}^{y_D} \frac{1}{y^* - y^b} dy = n_{th} \cdot \frac{\ln(\lambda)}{\lambda - 1} \quad (2-11)$$

Nach der Parametertrennung von kolonnenspezifischen und gemischspezifischen NTU und HTU (s. o.) wird die Trennleistung der Packung nach Gl. (2-12) mit der Höhe einer Übergangseinheit (HTU_{OG}) berechnet.

$$HTU_{OG} = HTU_G + \lambda \cdot HTU_L = \frac{u_{Gs}}{k_G \cdot a_{eff}} + \lambda \cdot \frac{u_{Ls}}{k_L \cdot a_{eff}} \quad (2-12)$$

Die Berechnung der flüssigseitigen (HTU_L) und dampfseitigen (HTU_G) Werte erfolgt über die Leerrohrgeschwindigkeit der Flüssigkeit- u_{Ls} bzw. Gasphase u_{Gs} .

2.4.4 Gemischspezifischer Vergleich des Gleichgewichtsstufen- und des Transfereinheitenmodells

In der Praxis wird das GGW-Stufenmodell gegenüber der Transfereinheitenmodellierung bevorzugt, da es einen geringeren Komplexitätsgrad aufweist (Stichlmair et al., 2021). Dies ist besonders vorteilhaft für Berechnungen von Mehrkomponentensystemen (Kister, 1992; Neumann et al., 2025). Dieses Konzept ist besonders nützlich, da es bei nahezu konstanten $HETP$ -Werten über den üblichen Belastungsbereich eine praktische Bewertung der Effizienz von Kolonnen ermöglicht und geringere Abweichungen bei unterschiedlichen Druckverhältnissen aufweist (Čmelíková et al., 2021). Das GGW-Stufenmodell ist jedoch anfällig für Unsicherheiten im VLE, insbesondere bei Realstoffgemischen (Deibele und Brandt, 1985; Kister, 1992).

Im Gegensatz dazu sind stoffübergangsbasierte Modelle, die auf dem Zwei-Filmmodell basieren, komplexer und erlauben die Berechnung von Stoffübergangskoeffizienten für Gas- und Flüssigkeitsphasen sowie die Abschätzung der effektiven Phasengrenzfläche. Trotz ihrer Grundlagen in realen Kolonnenprozessen ist die industrielle Anwendung dieser Modelle begrenzt, da sie ohne Kenntnis des spezifischen Stoffübergangswiderstands keinen signifikanten Vorteil gegenüber dem Gleichgewichtsstufenmodell bieten (Ronge, 1995). Aus diesem Grund wird häufig das Konzept der minimalen Anzahl der Gleichgewichtsstufen (n_{th}) zur Bestimmung der Trennleistung verwendet, da es die Übertragung der Berechnungsmethoden von Bodenkolonnen auf Packungskolonnen ermöglicht (Bartlok, 2002). Das Transfereinheitenmodell erlaubt eine detailliertere Analyse des Stofftransports in strukturierten Packungskolonnen mit kontinuierlichem Dampf-Flüssigkeitskontakt (Stichlmair et al., 2021).

Durch die Gegenüberstellung der unterschiedlichen Berechnungsweisen der benötigten Packungshöhe in Gl. (2-13) wird deutlich, dass beim Transfereinheitenmodell die Berechnung des Stripping Faktors λ explizit durchgeführt wird. Beim GGW-Stufenmodell wird die Steigung bei der Bestimmung der $HETP$ -Werte implizit berücksichtigt.

$$H_{pa} = n_{th} \cdot HETP = n_{th} \cdot HTU_{OG} \cdot \frac{\ln(\lambda)}{\lambda - 1} = n_{th} \cdot HTU_{OG} \cdot S = HTU_{OG} \cdot NTU_{OG} \quad (2-13)$$

HETP-Werte werden oft anhand der Gleichungen (2-13) geschätzt und können aufgrund des Stripping Faktors schwanken, während *HTU_{OG}* konstant bleibt (Stichlmair et al., 2021). King (King, 1980) empfiehlt daher, *HETP* für jede Gleichgewichtsstufe zu berechnen, während Sherwood et al. (1975) vorschlagen, die theoretischen Stufen der Verstärkungs- und Abtriebsabschnitte unabhängig voneinander zu betrachten. Für die Berechnung der *HETP*-Werte jeder Stufe erfolgt die Anwendung von *HTU_{OG}*. Um die Gesamthöhe der Kolonne zu ermitteln, werden die Höheninkremente entlang des Bettes summiert. (Fair et al., 2008) schlagen eine Methode zur Umrechnung von *n_{th}* in *NTU_{OG}* vor, wobei *HTU_{OG}* durch geeignete Näherungen oder Massentransfermodelle (s. 2.4.6) geschätzt wird. Letztlich wird die gesamte Kolonnenhöhe mithilfe der Rechnung basierend auf *HTU_{OG}* und *NTU_{OG}* bestimmt.

Stripping-Faktor λ

Dem Stripping-Faktor kommt im Rahmen dieser Arbeit bei der Gegenüberstellung der Modelle mit unterschiedlich eng- und weitsiedenden Gemischen eine zentrale Bedeutung zu. Bei der in diesem Kontext behandelten Betriebsweise mit totalem Rücklauf entspricht der Stripping-Faktor der Steigung der Gleichgewichtskurve. In Gleichung (2-13) wurde der Korrelationsfaktor *S* verwendet, um die Beziehung zwischen den Trennleistungsparametern *HTU_{OG}* und *HETP* zu beschreiben.

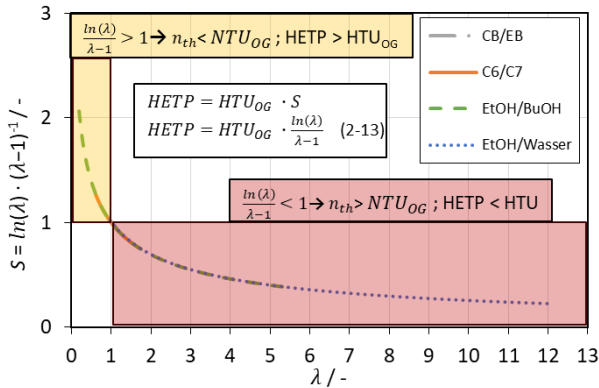


Abbildung 2.8: Abhängigkeit des Korrelationsfaktors *S* zwischen *HTU_{OG}* und *HETP* in Abhängigkeit von λ nach (Fair et al., 2000)

Die Abbildung 2.8 veranschaulicht, wie negative und positive Stripping-Faktoren λ mit *HETP* zusammenhängen, indem λ zu entweder höheren oder niedrigeren *HETP*-Werten im Vergleich zu den *HTU_{OG}*-Werten führt.

Unter Berücksichtigung von Gl. (2-9) kann die in Gl. (2-14) dargestellte Beziehung zwischen dem *HETP*-Wert und den Berechnungen zum Stoffübergang formuliert werden.

$$v \rightarrow \infty: \lambda = m \rightarrow HETP = \frac{u_{GS}}{k_G \cdot a_{eff}} \cdot \left[1 + \lambda \cdot \frac{k_G}{k_L} \cdot \frac{\rho_G}{\rho_L} \cdot \frac{M_{wL}}{M_{wG}} \right] \cdot \frac{\ln(\lambda)}{\lambda - 1} = HTU_{OG} \cdot \frac{\ln(\lambda)}{\lambda - 1} \quad (2-14)$$

Wie aus den Gleichungen (2-11) und (2-12) ersichtlich ist, besteht beim Transfereinheitenmodell eine explizite Abhängigkeit von λ (Katayama und Yoshida, 1968). Der Vergleich der grundlegenden

Trennleistungsmodelle kann bei totalem Rücklauf auf Basis von Gl. (2-9) mit Hilfe von λ in drei Fällen (s. Abbildung 2.9a,b) unterschieden werden (Koshy und Rukovena, 1986).

$$\text{I. } \lambda < 1, \quad x_1 \rightarrow 1 \quad HTU_{OG} < HETP \quad NTU_{OG} > n_{th}$$

Es werden mehr NTU_{OG} Einheiten als n_{th} Stufen benötigt, um dieselbe Zusammensetzungsdifferenz zu erzielen.

$$\text{II. } \lambda \approx 1, \quad \bar{x}_1 \approx \text{äquimolar} \quad HTU_{OG} \approx HETP \quad NTU_{OG} \approx n_{th}$$

Für parallele GGW-Kurven zur Diagonalen stimmen die Trennleistungsergebnisse beider Modellansätze überein. Bei einer symmetrischen Trennung mitteln sich negative und positive Steigungen zu der mittleren Steigung von $\lambda = m \approx 1$. Eine symmetrische Trennung wird in der Literatur häufig durch Produktzusammensetzungen, die äquidistant um $0,5 \text{ mol}_{\text{LS}} \cdot \text{mol}_{\text{Ges}}^{-1}$ liegen, charakterisiert (Chilton und Colburn, 1935; Čmelíková et al., 2021; Koshy und Rukovena, 1986).

Es ist zu beachten, dass GGW-Kurven für nicht-ideale Gemische asymmetrisch sind und daher die Zusammensetzung auf der mittleren Höhe der Packung für die Durchführung von Trennleistungsexperimenten so bestimmt werden muss, dass der geometrische Mittelwert von λ über den untersuchten Zusammensetzungsbereich möglichst nahe bei eins liegt (z.B. $0,4 \text{ mol}_{\text{EtOH}} \cdot \text{mol}_{\text{Ges}}^{-1}$ s. Abbildung 2.2).

$$\text{III. } \lambda \gg 1, \quad x_1 \rightarrow 0 \quad HTU_{OG} > HETP \quad NTU_{OG} < n_{th}$$

Es werden weniger NTU_{OG} Einheiten als n_{th} Stufen benötigt, um dieselbe Zusammensetzungsdifferenz zu erzielen.

Für den Vergleich von n_{th} -Werten und NTU_{OG} -Werten kann im Falle eines linearen GGW-Kurvenverlaufs eine analytische Lösung zur Bestimmung der theoretischen Trennstufenzahl und Transfereinheitenzahl angewendet werden (King, 1980; Stichlmair et al., 2021). Diese Approximation kann in der Nähe von Schnittpunkten der GGW-Geraden mit der Diagonalen verwendet werden, z.B. in den Reinstoffecken.

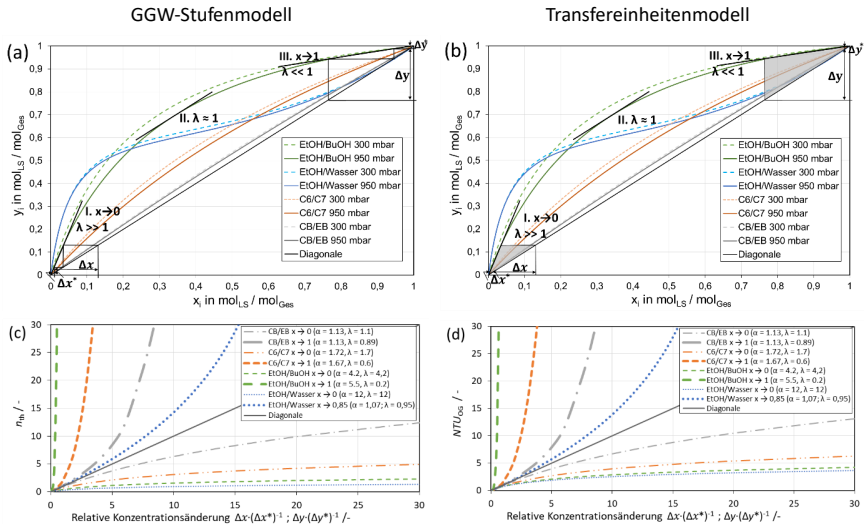


Abbildung 2.9: Vergleich von (a) GGW-Stufen- und (b) Transfereinheitenmodell in Reinstoffecken mittels (c) n_{th} -Werten, (d) NTU_{OG} -Werten in Abhängigkeit der relativen Zusammensetzungsänderung bei konstanter Packungshöhe mit verschiedenen Gemischen (950 mbar abs) nach (King, 1980; Stichlmair et al., 2021)

Der Vergleich der Gemische in Abbildung 2.9 zeigt, dass die Anzahl an GGW-Stufen und Transfereinheiten von idealen Gemischen in beiden Reinstoffecken ($x_i \rightarrow 0$; $x_i \rightarrow 1$) innerhalb der Modelle ähnlich groß ausfallen. Bei dem nicht-idealen EtOH/Wasser Gemisch liegen nahe dem azeotropen Punkt ($x_i \rightarrow 0,85 \text{ mol}_{\text{LS}} \cdot \text{mol}_{\text{Ges}}^{-1}$) mehr Stufen bzw. Einheiten vor als in der unteren Reinstoffecke ($x_i \rightarrow 0 \text{ mol}_{\text{LS}} \cdot \text{mol}_{\text{Ges}}^{-1}$). Die Destillation in derart „engen“ oberen Reinstoffbereichen ist sehr energieineffizient und ist Gegenstand aktueller Forschung zur Steigerung der Energieeffizienz und Kostenreduktion, z.B. durch Wärmepumpen oder hybride Trennverfahren (Skiborowski und Kruber, 2024). Die Energieeffizienz in der Destillation ist als das Verhältnis der minimalen Exergie zur Trennung des Gemisches (oft die Gibbs-Energie) zur tatsächlich benötigten Exergie in der Destillation definiert. In der unteren Reinstoffecke führen aufgrund der hohen Steigung von $m = \lambda = 12,1$ und relativen Flüchtigkeit $\alpha_{1,2} = 12$ bereits wenige Trennstufen zu einer großen Änderung der Stoffmengenanteile.

Der Vergleich der Modelle anhand der Gemische aus Abbildung 2.9 (c) zu (d) in Tabelle 2-1 verdeutlicht, dass je stärker die Steigung und damit der Stripping-Faktor von eins abweicht, desto größer fällt die Differenz aus NTU_{OG} und n_{th} aus.

Tabelle 2-1: Vergleich von n_{th} , NTU_{OG} , $\alpha_{1,2}$ und λ aus Abbildung 2.9

Parameter	CB/EB		C6/C7		EtOH/BuOH		EtOH/Wasser	
Grenzzusammensetzung in $\text{mol}_i/\text{mol}_{\text{Ges}}$	$x \rightarrow 0$	$x \rightarrow 1$	$x \rightarrow 0$	$x \rightarrow 1$	$x \rightarrow 0$	$x \rightarrow 1$	$x \rightarrow 0$	$x \rightarrow 0,85$
$\alpha_{1,2}$	1,13	1,13	1,72	1,65	4,2	5,5	12	1,07
λ	1,13	0,89	1,72	0,60	4,18	0,19	12,10	0,95
$1 - (n_{th}/NTU_{OG})$	5,7%	-6,2%	22%	-30%	45%	-160%	63%	-3%

2.4.5 Stofftransportmodellierung und Unsicherheiten

Das Konzept der Transfereinheiten ist auf Stoffaustauschvorgänge in realen Packungen übertragbar. Grundlegend setzt sich die Modellierung des Stofftransports aus der Beschreibung der Fluidodynamik und des Stoffübergangskoeffizienten zusammen.

Zur Beschreibung der Fluidodynamik werden meistens Korrelationen zwischen dem Hold-up und dem damit verbundenen Druckabfall, die Weber-, Froude- und Reynolds-Zahl (s. 2.3.3) verwendet (Onda et al., 1968; Shi und Mersmann, 1985; Tsai et al., 2009). Zur Modellierung des Druckverlustes sind verschiedene Modelle veröffentlicht (Bravo et al., 1986; Brunazzi und Paglianti, 1997; Mackowiak, 2010; Olujić, 1997; Shilkin und Kenig, 2005; Spiegel und Meier, 1992), die zum Teil in den folgenden vorgestellten Stofftransportmodellen angewendet werden.

Der Stofftransport bedarf der Modellierung der gas- und flüssigkeitsseitigen Stoffübergangskoeffizienten, sowie der Abschätzung der Benetzung mithilfe der effektiven Packungsoberfläche.

Stoffübergangskoeffizienten

Die flüssigseitigen Stoffübergangskoeffizienten basieren bei den Stoffübergangsmodellen, auf der Penetrationstheorie (s. 2.4.3) (DELFT, DOP, SONG) oder auf Korrelationen von benetzten Wänden („wetted wall correlations“) (SRP, Hanley & Chen, Billet & Schultes). Die meisten Stoffübergangsmodelle verwenden dimensionslose Kennzahlen wie Sherwood-Zahl (Sh_G), Schmidt- (Sc) und die Kapitza-Zahl (Ka) im Zusammenhang mit Stofftransport. Mit Sh_G ist nach Gl. (2-15) das Verhältnis der konvektiven zu den diffusionsgetriebenen Massentransportprozessen und mit Sc_G das Verhältnis von Impuls- zu diffusivem Stofftransport beschreibbar. Dabei steht $D_{1,2}$ für den gemischspezifischen Diffusionskoeffizienten und L für die charakteristische Länge. Analog zur Geschwindigkeit bei der Reynolds-Zahl (s. 2.3.3) wird diese charakteristische Länge in den Modellen unterschiedlich definiert.

$$Sh_G = \frac{k_L \cdot L}{D_{1,2}}; Sc_G = \frac{\eta}{\rho \cdot D_{1,2}}; Ka_L = \frac{\sigma^3 \cdot \rho_L}{\eta_L^4 \cdot g}; Gz_L = Re_L \cdot Sc_L \cdot \frac{\delta}{H} \quad (2-15)$$

Darüber hinaus ist für die Berechnung der Durchmischung an den Kontaktstellen der Bleche die Graetz-Zahl (Gz_L) relevant. Diese ist abhängig von der Filmdicke δ_L und der Höhe H , welche bei vollständiger Durchmischung der Kanalhöhe H_{ch} und bei partialer Durchmischung der Lauflänge der Flüssigkeit durch das Packungsbett $H = H_{pa} \cdot \sin(\alpha)^{-1}$ entspricht (Brunazzi und Paglianti, 1997). Mit der Chilton-Colburn-Korrelation (Chilton und Colburn, 1935) kann unter laminaren Strömungsbedingungen und in Abhängigkeit von Re_G und Sc_G die gasbezogene Sherwood-Zahl Sh_G bestimmt werden.

$$Sh_G = C \cdot Re_G^m \cdot Sc_G^n \quad (2-16)$$

In Gl. (2-16) nimmt die Konstante C für alle Modellgleichungen basierend auf der Theorie der benetzten Wände (s. 2.4.5) einen Wert im Bereich von 0,18 ... 0,0497 an (Fair und Bravo, 1990). Die Exponenten m und n der Reynolds- bzw. Schmidt-Zahlen liegen abhängig von den Strömungsregimen zwischen $m = 0,5$ (laminar) und $m = 0,585$... 0,8 (turbulent) mit $n = 1/3$ (Rejl 2015, Bradtmöller 2017).

Unsicherheiten in der Trennleistungsmodellierung

Die Modellierung zwischen *HETP* und der volumenspezifischen geometrischen Packungsoberfläche a_{pa} hat sich bislang als geeignet erwiesen. Allerdings hat sich über den gesamten Bereich von chemischen Stoffsystemen bislang keine derart entwickelte Korrelation als zuverlässig erwiesen, Kolonnenbetriebsbedingungen und Packungstopologien *HETP*-Werte exakt zu modellieren. (Wilfert und Hanley, 2023)

Die Unsicherheiten in der Modellierung der Trennleistung sind maßgeblich auf Abweichungen der physikalischen Eigenschaften und Durchflussraten zwischen standardisierten Testsystemen und industriellen Anlagen zurückzuführen. In der Literatur wird angenommen, dass bei 80 % ... 90 % der Anwendungsfälle eine Fehlermarge von $\pm 20\%$... 30% (Haas et al., 2022) bzw. $\pm 30\%$ besteht, unabhängig von System, Kolonnendruck und Details der Oberflächentopologie der Packung (Wilfert und Hanley, 2023). Weiterhin sind Unsicherheiten in der Vorhersage der Trennleistung auch von der Anzahl der Messungen sowie den verwendeten Rektifikationsanlagen abhängig. Typischerweise beträgt die Abweichung zwischen berechneten und gemessenen Werten in Kolonnen etwa $\pm 10\%$ (Pfennig, 2006). Bei der Anwendung mehrerer Datensätze für einen Packungstypen können jedoch auch Abweichungen von $\pm 20\%$... 30% auftreten. (Billet und Schultes, 1993)

Bei schäumenden, foulinganfälligen oder hochviskosen Medien kann die Unsicherheit der effektiven Stoffaustauschfläche sogar bis zu $\pm 100\%$ betragen (Billet und Schultes, 1993; Bradtmöller, 2017). Andere etwas komplexere Modelle (Carillo et al., 2000; Lockett, 1986; Wang et al., 2005) erreichen *HETP*-Vorhersagen mit reduzierten Unsicherheiten, wie beispielsweise von 25% für das wässrige und weitsiedende Stoffsystem Methanol/Wasser (vgl. Lockett, 1986) (Wilfert und Hanley, 2023).

Die Extrapolation von Modellen auf industrielle Kolonnen kann in 10% ... 20% der Fälle zu einer Trennleistungsabweichung von bis zu $\pm 80\%$ führen, insbesondere wenn physikalische Eigenschaften wie Viskositäten und Oberflächenspannungen (Zuiderweg und Harmens, 1958) oder Flüssigkeitsbelastungen von den Testsystemen abweichen. Bei der Betrachtung unterschiedlicher idealer Prüfsysteme (Onken und Arlt, 1989; Zuiderweg, 1969) sind 90% aller Prüfdaten mittels Stofftransfermodelle mit einer Genauigkeit von $\pm 20\%$ prognostizierbar. (Billet und Schultes, 1993)

In keinem bekannten Stofftransportmodell wird die Flüssigkeitsfehlverteilung mit zunehmender Packungshöhe berücksichtigt (Wang et al., 2005). Auch der Packungsdurchmesser geht nur vereinzelt in Stoffübergangsmodelle ein, wie beispielsweise explizit in dem mechanistischen Modell von Shi und Mersmann (M. G. Shi und Mersmann, 1985) und dem darauf aufbauenden von Billet und Schultes (Billet und Schultes, 1993) bzw. implizit im Modell nach Song (Song et al., 2018). In diesen wird zwischen

benetzter Oberfläche und effektiver Oberfläche unterschieden und ein Korrekturfaktor für den Packungsdurchmesser (Billet und Schultes, 1993) bzw. die spezifische Packungsoberfläche (Song et al., 2018) eingefügt.

2.4.6 Publierte Stofftransportmodelle

Im Folgenden werden Unterschiede zwischen den Modellansätzen und -annahmen sowie zwischen den zugrundeliegenden Daten von einer Mischung aus bewährten und neueren Korrelationen aus der Literatur, vorgestellt. In der vorliegenden Arbeit erfolgt ein Gegenüberstellen der Modelle in einer Übersichtstabelle (s. Tabelle 2-3). Die detaillierte Vorstellung der aufgelisteten Stofftransportmodelle mit der jeweiligen Modellierung des Stoffübergangs und der Fluidodynamik befindet sich im Anhang C.

DELFT und DOP

Im Umfang dieser Ausarbeitung werden zwei verschiedene Versionen des DELFT-Modells behandelt. Das DOP Modell (Del Carlo et al., 2006), welches nach den Autoren Del Carlo, Olujić und Paglanti benannt und eine Vorgängerversion des ebenfalls untersuchten aktuellsten DELFT-Modells (Olujić, 2014) ist. Diese beiden Modell-Versionen unterscheiden sich in relevanten Punkten zur Modellierung von weitsiedenden Gemischen. Das Stoffübergangsmodell von der TU Delft (Niederlande) wurde von Ž. Olujić ausschließlich für strukturierte Packungen in der Rektifikation entwickelt und im Gegensatz zu dem DOP-Modell seit der ersten Vorstellung 1999 kontinuierlich weiterentwickelt. Es zeichnet sich durch die ausschließliche Verwendung von Makro-Packungsgeometriedaten aus und wird daher als mechanistisches, semi-theoretisches Modell bezeichnet (Wang et al., 2005; Wilfert und Hanley, 2023). Alle weiteren in Tabelle 2-3 aufgelisteten Modelle sind empirische Modelle, die auf experimentell gemessenen Trennleistungen in Abhängigkeit der dargestellten Parameter basieren.

Im Vergleich zu dem DOP-Modell (Del Carlo et al., 2006) umfasst die neueste Version des DELFT-Modells (Olujić, 2014) eine angepasste Korrelation der flüssigkeitsseitigen Stoffübergangskoeffizienten. Eine angepasste Definition der Expositionslänge des Flüssigkeitsfilms soll einer Überschätzung der Trennleistung gegenüber gemessenen Effizienzen entgegenwirken (Olujić, 2014).

Tabelle 2-2: Vergleich der Unterschiede in der Parameterberechnung des DOP und des DELFT-Modells

Parameter \ Modell	DOP (Del Carlo et al., 2006)	DELFT (Olujić, 2014)
Unterscheidung zwischen laminaren und turbulenten Gas-Strömungsbedingungen	Nein	Ja
Modellierung Hold-up	Nur für Mellapak Packungen	Allgemeingültig
hydraulischer Durchmesser eines Gasströmungskanals	$d_{hG} = \frac{4 \cdot \varepsilon}{a_{pa}}$	$d_{hG}(b, h, \delta, s)$ Gl. (9-39)
Flüssigkeits-Hold-up	$h_L = \delta \cdot a_{pa}$	$h_{L,preload}(a_{pa}, \delta, u_{LS}, \eta_L, \rho_L)$ Gl. (9-49) $h_{L,load}(a_{pa}, \delta, u_{LS}, \eta_L, \rho_L, \Delta p)$ Gl. (9-50)

Für die Expositionslänge des Gasstroms greift das DELFT-Modell zur Beschreibung des gaseitigen Stofftransports unter turbulenten Bedingungen auf folgende Parameter zurück: Die maximale Gas-Strömungslänge durch einen Dreieckskanal $l_{G,pe}$ (9-43), den Reibungskoeffizienten ξ_{GL} (9-45) der Packungsoberfläche sowie dem Anteil der flüssigkeitsbenetzten Querschnittsfläche in jedem Packungskanal φ (9-42), welcher mit dem Wert $\varphi \approx 0,59$ für 90° Faltungswinkel der Bleche (Olujić et al.,

2012) als Korrekturfaktor verstanden werden kann. Relevant vor dem Hintergrund dieser Arbeit ist, dass diese Parameter alle von der Packungsgeometrie, aber nicht vom Kolonnendurchmesser abhängen.

Der grundlegendste Unterschied zwischen dem DELFT und DOP Modell ist das überarbeitete Flüssigkeitsfilmmodell, welches einen turbulenten und einem laminaren Dampfphasen-Massentransferkoeffizienten kombiniert (s. Tabelle 2-2). Dies führt zu einer Verdopplung des Flüssigphasenwiderstands im DELFT-Modell im Vergleich zum auf der Penetrationstheorie basierenden DOP Modell, das identische Kontaktzeiten annimmt. Dieser Effekt resultiert in konservativeren Vorhersagen von Trennleistungen (Olujic et al., 2012) durch das DELFT-Modell (Olujic, 2014).

Die Tatsache, dass modellierte *HETP* - Werte, die auf der installierten Fläche als effektive Fläche ($a_{eff} = a_{pa}$) basieren, im Vakuum signifikant über den gemessenen *HETP*-Werten liegen, deutet darauf hin, dass nicht die effektive Fläche, sondern der dampfseitige Stoffübergangskoeffizient als Hauptursache für die größeren Abweichungen in den Vorgängermodellen (Del Carlo et al., 2006) anzusehen ist (Olujic, 2014).

SRP

In diesem Rahmen wird das Modell von Bravo, Rocha und Fair (Separations Research Program - SRP und University of Texas in Austin (USA)) als SRP-Modell bezeichnet. Dieses Modell ist auf einer großen Datenbasis von experimentellen Trennleistungs- und Hold-up Messungen entwickelt worden und bildet die Grundlage für die in diesem Umfang untersuchten Stofftransportmodelle (Bravo et al., 1985, 1986, 1992; Rocha et al., 1993). Die grundlegende Entwicklung des Modells beruht auf der Annahme, dass sowohl die Trennleistung als auch die Fluidodynamik der Packung von dem Flüssigkeits-Hold-up abhängen (Wang et al., 2005).

Hanley und Chen (H&C)

Das von Hanley und Chen entwickelte Stofftransportmodell basiert auf einem Regressionsverfahren auf der Grundlage einer Dimensionsanalyse für strukturierte und für zufällige Packungen (Wang et al., 2005). Die Faktoren und Exponenten wurden an experimentelle Daten aus Trennleistungsergebnissen mit binären Stoffgemischen und Sauer gasabsorptionsdaten angepasst. Aus diesem Grund liefert das Hanley und Chen (H&C) Modell auch Stoffübergangskorrelationen für destillative und absorptive Stofftransportberechnungen, wie z.B. die CO_2 -Abtrennung mit Aminen (Hanley und Chen, 2012).

Das Modell berücksichtigt nicht den Bereich niedriger und hoher Belastung, so dass Verringerungen der Trennleistung durch Entnetzungeffekte des Flüssigkeitsfilms oder Verringerungen der Trennleistung ab dem Flutpunkt nicht abgebildet werden. Aufgrund dessen ist das H&C-Modell nicht in der folgenden Tabelle 2-3 aufgeführt. Ebenso finden trennleistungssteigernde Turbulenzen im Lastbereich ab dem Staupunkt (s. 2.3.2) keine Berücksichtigung (Bradtmöller, 2017; Hanley und Chen, 2012; Wang et al., 2005).

Tabelle 2-3: Vergleich der Datengrundlage der publizierten Stofftransportmodelle

Parametersätze	Symbol [Einheit]	ReProvAP Forschungs- projekt	DELFT (Olujić, 2014)	DOP (Del Carlo et al., 2006)	SRP (Olujić et al., 2000) „BRF“	W&H (Wilfert und Hanley, 2023)	B&S (Billet&Schul tes,1999)	Song (Song et al., 2018)
Entwicklungsmethode		Empirisch	Semitheo- retisch *	Empirisch	Empirisch	Empirisch Regression	Empirisch	Empirisch
Zufalls- (r) & struktu- rierte (s)-X,Y Packung	typ_{pa} [-]	s-Y	s-X,Y	r, s-X,Y	s-X,Y	s-X,Y	r, s-X,Y	r, s-X,Y Metall Kunststoff
Nicht-perforiert (np), Perforiert (p); (k. A.)**		np,	np, p	np,p	np, p	k.A., p	np, p	np,p
Anzahl Kolonnen	k [-]	5	> 5	> 6	1	>2	1	1
Durchmesser	d [m]	0,05; 0,08; 0,15; 0,25	0,2; 0,45; 0,8; 1,2; 1,4	0,16 ... 1,2	0,43	0,05; 1,2	0,1 ... 1,2	0,43
Anzahl Packungstypen	n_{pa} [-]	2	9	17	6	18	70	20
Packungshöhen	h_{pa} [m]	0,6	3 ... 3,4	3; 8	3	1,6 ... 9	1,3 ... 3	< 3
Anzahl Stoffsysteme	$n_{Gemisch}$ [-]	3	5	4	1	7	46	3
Anzahl TL-Messpunkte	n_{HETPs} [-]	436				444	3500	
Oberflächenanspannung	σ_L [kg s ⁻² 10 ⁻³]	2 ... 63	8 ... 39	2 ... 20	14 ... 27	5,2 ... 27	0,7 ... 74	64 ... 73
Viskosität Gas	ν_L [m ² s ⁻¹ 10 ⁻⁶]	2,3 ... 400	0,7 ... 10,5	0,2 ... 10,4	3,6 ... 14	6,6 ... 12	0,14...126	
Viskosität Flüssigkeit	ν_L [m ² s ⁻¹ 10 ⁻⁶]	0,3 ... 1,23	0,28 ... 0,6	0,3 ... 0,7	1,6 ... 4,8	0,19 ... 5,18	0,14...1,66	0,54 ... 5,8
Dichte Gas	ρ_G [kg m ⁻³]	0,2 ... 3,1	1,1 ... 13	0,66 ... 85	0,2 ... 6,3	0,07 ... 28	0,07 ... 97	
Dichte Flüssigkeit	ρ_L [kg m ⁻³]	618 ... 969	561 ... 854	383 ... 927	684 ... 788	487 ... 1130	361...1237	1100 ... 1170
Diffusionskoeff. Gas	D_G [m ² s ⁻¹ 10 ⁻⁶]	4,4 ... 69,7	1 ... 37	0,36 ... 37	2 ... 56	0,6 ... 115	0,29...87,4	
Diffusionskoeff. Flüssig	D_L [m ² s ⁻¹ 10 ⁻⁹]	1,6 ... 7,6	2,7 ... 9,2	2,3 ... 26	2,8 ... 9,2	2,1 ... 11,8	0,29 ... 6,5	0,02 ... 2
Gemischdatensätze (vollständige Listen s. Quellen)	>6x C6/C7 >1x CB/EB 2x px/ox	C6/C7 EtOH/BuOH EtOH/W.	>6x C6/C7 >1x CB/EB 2x px/ox Luft/W	13x C6/C7 7x CB/EB 1x i-but/n-but 1x MeOH/W.	C6/C7 Flüssigkeits- verteiler- variation	CB/EB, px/ox, 2Met./2Butyl. i-/n-Butan Aspen V11 Stoffdaten	C6/C7; CB/EB Toluol/n-Okt. EtOH/W MeOH/BuOH Tr-/Cis- Dec.	Glycerin/Wass er/ Toluol Absorptions- messungen

* Semi-theoretisches Modell wurde mit angegebenen Daten nicht entwickelt, sondern validiert;

** Keine Angabe möglich

Wilfert und Hanley (W&H)

Im Gegensatz zu herkömmlichen Korrelationsmodellen berücksichtigt das W&H-Stofftransportmodell die starke Abhängigkeit der Trennleistung von physikalischen Stoffeigenschaften, wie z.B. geringe Diffusionskoeffizienten $D_{12,L}$ in viskosen Gemischen (Bradt Möller et al., 2015).

Dazu gehört auch die Berücksichtigung von energetischen Wechselwirkungen des Flüssigkeitsfilms mit der Packungsoberfläche, wie z.B. Marangoni-Effekte, die durch Gradienten in der Grenzflächenspannung entstehen. Da es im Rahmen dieser Ausarbeitung gilt, sehr unterschiedliche Stoffeigenschaften mit verschiedenen Stoffsystemen zu untersuchen, wurde diese Korrelation mit ausgewählt. Die Marangoni-Effekte sind insbesondere für wässrige und damit polare Systeme relevant, welche als Datenbasis bei der Entwicklung dieses W&H-Modells eingeflossen sind.

Die Korrelation unterscheidet sich von herkömmlichen empirischen und semi-mechanistischen und packungsgeometriebasierten Modellen durch die Verwendung einer alternativen Datenanalysemethode, welche die gleichzeitige Berücksichtigung von *HETP*- und Stoffübergangsfläche ermöglicht. Zu diesem Zweck wurde in das W&H-Modell eine große Anzahl an experimentellen Daten, einschließlich 444 *HETP*-Werten unter totalen Rücklauf und 409 Messungen der Massenübertragungsfläche für verschiedene Stoffsysteme, Betriebsdrücke und Packungsdesigns implementiert. Bei der Datenanalysemethode sind komplexe nichtlineare Regressionsanalysen zur Ermittlung von Korrelationsfaktoren durchgeführt und somit eine neue Korrelationsgleichung für die Vorhersage von *HETP*-Werten und Massenübertragungsflächen auf der Grundlage dieser experimentellen Daten neu entwickelt worden.

Das Modell verwendet analog zu den Modellen von Hanley und Chen, SRP und DOP auch den hydraulischen Durchmesser $d_h = 4 \cdot \varepsilon \cdot a_{pa}^{-1}$ und die Leerrohrgeschwindigkeiten. Die Definitionen der dimensionslosen Kennzahlen entsprechen denen des Modells von Hanley und Chen (s. Gl. (9-66)).

Billet und Schultes (B&S)

Im Gegensatz zu den anderen Modellen greift das Billet und Schultes Modell (B&S) zur Bestimmung von a_{eff} und k_G , k_L nicht auf die Seitenlänge der Welle (s) (s. Abbildung 2.3, Kap. 2.2.2) sondern auf regressive, packungsspezifische Modellkonstanten C_V und C_L zurück. Daher sind die Anwendung des Modells und die Sensitivitätsergebnisse in Abhängigkeit von der verwendeten Regressionsdatenbank und notwendigerweise bereits untersuchten Packungen begrenzt. Es finden, wie bei anderen Modellen, die Leerrohrgeschwindigkeiten $u_{L,S}$ und $u_{G,S}$ Verwendung.

Song

Das zu den neueren Modellen gehörende Song-Modell (Song et al., 2017) wurde mit dem Schwerpunkt entwickelt, erhöhte σ_L und damit verbundene reduzierte k_L abzubilden, wie sie z.B. in wässrigen Amingemischen bei der CO₂-Gaswäsche sowie in Elektrolyt- oder Polymerlösungen auftreten. Entwickelt wurde ein neues Modell für k_L auf der Grundlage der Daten von 20 strukturierten Zufallsfüllkörper und strukturierten, hybriden Metall- und Kunststoffpackungen. Es wurden Glycerin-Wasser Gemische mit 9 der 20 Packungen durchgeführt. Das entwickelte Modell für k_L basiert auf experimentell ermittelten Werten für $k_L \cdot a_{eff}$ und nicht auf modellierten Werten von a_{eff} .

Eine Besonderheit des Modells ist, dass die Oberflächenspannung in den zugrundeliegenden Daten nicht signifikant variiert und somit kein Einfluss auf k_L angenommen wird. Aus diesem Grund sind oberflächenspannungsabhängige dimensionslose Kennzahlen wie We oder Ca bei der Regression der Stoffübergangskoeffizienten in der Flüssigkeitsphase, welche nach der Gl. (9-77) ermittelt werden, ausgeschlossen. Daher zeigt das Song-Modell im Vergleich zum B&S-Modell und dem DELFT-Modell (Billet und Schultes, 1999; Olujić, 2014) keine Sensitivität gegenüber Veränderungen physikalischer

Stoffeigenschaften und darüber hinaus eine geringere Vorhersagegenauigkeit für Kohlenwasserstoffe unter Vakuum (Starrantino et al., 2023).

2.5 Einfluss von Gemischeigenschaften und Stofftrennung

Für den Vergleich verschiedener Packungs- und Mikrostrukturtypen mit unterschiedlichen Gemischen in dieser Arbeit ist die Betrachtung von thermophysikalischen Stoffeigenschaften auf die Stofftrennung relevant. Die physikalischen Eigenschaften von wässrigen und organischen Gemischen führen zu unterschiedlichem Strömungsverhalten (Tropfen-, Rinnsal- und Filmströmung) und Benetzungsphänomenen (Makro- und Mikrostruktur, Marangoni-Effekt), was Auswirkungen auf die packungsspezifische Trennleistung hat.

2.5.1 Strömungsformen und Phasengrenzflächen von wässrigen und organischen Gemischen in Packungskanälen

Wässrige Gemische wie MeOH/Wasser zeigen eine erhöhte Kapazität und Trennleistung als organische Gemische (C6/C7), bedingt durch höhere Gas- und Flüssigkeitsbelastungen bei identischem F-Faktor, deren Einfluss größer ausfällt als Unterschiede in der Oberflächenspannung (Olujic et al., 2007).

Abhängig von den physikalischen Eigenschaften wie Kontaktwinkel, Viskosität der Flüssigkeit und vom Gradienten der Oberflächenspannungen treten in Packungen Rinnsalströmungen auf. Bei wässrigen Gemischen ist die Stoffaustauschfläche daher oft kleiner als die benetzte Packungsfläche, denn die hohen Oberflächenspannungen fördern Flüssigkeitsbrücken zwischen den Packungsblechen. Das führt dazu, dass Wasser bevorzugt als Zwickelflüssigkeit in die Kontaktstellen der Packungsbleche fließt (Bradt Möller, 2017). Untersuchungsergebnisse mit der Mellapak 500.Y Packung zeigen, dass die Stoffaustauschfläche bei Berieselung mit Wasser im Vergleich zur benetzten Oberfläche um durchschnittlich 24 % kleiner ausfällt. (Schug, 2018) Diese Ergebnisse stehen im Einklang zu den Untersuchungen von (Repke et al., 2011), welche beim Übergang von Tropfen- zu Rinnsalregime die Reduktion des Stofftransports um 15 % ... 25 % quantifizieren. Dieser Übergang wird bedingt durch Betriebsparameter Strömungsgeschwindigkeit und Flüssigkeitsbelastung. Tropfen- und Rinnsalströmungen treten bei Unterschreitung des Rückzugs-Kontaktwinkels θ_R auf. Eine Übersicht zur Berechnung von Rinnsalen findet sich in (Repke et al., 2007). Bei mehrphasigen Strömungen, insbesondere bei Gemischen, sind einphasige Korrelationen nicht ohne weiteres anwendbar (Repke et al., 2007).

Um diesem Effekt entgegenzuwirken, kann die Oberfläche der Packungen durch Oxidation angeraut und Mikrostrukturen sowie Perforationen eingebracht werden. Bei Flüssigkeiten mit geringer Viskosität kann die Mikrostrukturierung den $k_L \cdot a_{eff}$ -Wert um 35 % ... 90 % steigern (Kohrt, 2012). Untersuchungen an strömenden Wasserfilmen ($Re_L = 10 \dots 200$) über doppelt sinusförmig strukturierten Mellapak 500.Y Oberflächen zeigten bei niedrigen Fließgeschwindigkeiten geringe Flüssigkeitsansammlung in den Tälern und ein parabolisches Geschwindigkeitsprofil innerhalb des Films (Valluri et al., 2005). Bei höheren Fließgeschwindigkeiten entwickeln sich turbulenteren Strömungsbedingungen und der dynamische Hold-up steigt bei erhöhten Flüssigkeitsbelastungen an (s. Abbildung 2.5). In der unmittelbaren Umgebung einer Mikrostruktur, in deren statischen Hold-up sich auch Rezirkulationszonen ausbilden können, ist der lokale Stoffaustausch erhöht (Kapoustina et al., 2019).

Eine erhöhte Vorbenetzung begünstigt geschlossene Flüssigkeitsfilme auf mikrostrukturierten Oberflächen. Die Wahl von Materialien mit hoher Oberflächenenergie ist insbesondere bei wässrigen Gemischen entscheidend, da der Einfluss der Oberflächenenergie des Feststoffs auf die Benetzung von der Oberflächenspannung der Flüssigkeit abhängt (Zbytovský et al., 2019). Bei dem organischen Gemisch (n-

Heptan/Methylcyclohexan) hingegen erweist sich die Materialwahl als weniger relevant (Hüttinger und Bauer, 1982).

2.5.2 Benetzung und Marangoni Effekt

Entscheidend für den Stoffübergang ist die effektiven Phasengrenzfläche a_{eff} , die von der Benetzung abhängt. Die Benetzung wird mit dem Anteil der effektiven Phasengrenzfläche an der geometrischen Packungsoberfläche a_{eff}/a_{pa} definiert. In der Literatur beschriebene Stoffübergangsmodelle verwenden unterschiedliche Korrelationen zur Vorhersage von a_{eff} , die alle mit dem Hold-up über $a_{eff}/a_{pa} \sim u_L^{0,4}$ korrelieren (Schug, 2018). Es gibt Modelle, die a_{eff} basierend auf der Packungsgeometrie (Tsai et al., 2011) korrelieren und Modelle, die die Reynolds-, Froude- und Weber-Zahl sowie Benetzungseigenschaften, wie die Oberflächenspannung σ und Kontaktwinkel θ , (Billet und Schultes, 1999; Fair et al., 2000; Onda et al., 1968; Wang et al., 2005) berücksichtigen.

Strömungsformen und ihre Auswirkungen auf die Benetzung

Die Größe der Phasengrenzfläche ist von der Strömungsform und Flüssigkeitsbelastung abhängig. Bei einer Rieselströmung oder Rinnsalströmung (Repeke et al., 2007) ist der Benetzungsgrad geringer als bei einer Filmströmung. Bei zusätzlicher Oberfläche durch Zerstäubung und Spraybildung, beispielsweise durch Perforation (s. 2.2.3), kann der Benetzungsgrad auch größer als die geometrische Packungsoberfläche ausfallen. Dies kann auftreten, auch wenn die Lochung der Bleche die geometrische Packungsoberfläche a_{pa} um bis zu 10 % reduziert, was einem Lochanteil Ω von 0,1 entspricht (Olujić et al., 2012, 2004). Der Einfluss der Flüssigkeitsbelastung auf a_{eff} wird in den Korrelationen in Abhängigkeit der Reynolds-Zahl und damit auch von der Dichte der Flüssigkeit und der Viskosität beschrieben.

Modelle zur Ermittlung der effektiven Phasengrenzfläche

Zur vollständigen Beschreibung der Stoffübergangseigenschaften in Abhängigkeit von der Benetzung von Packungen unterschiedlicher Geometrie müssen für jede Packung der volumetrische Stoffübergangskoeffizient auf der Gasseite $k_G \cdot a_{eff}$, der volumetrische Stoffübergangskoeffizient $k_L \cdot a_{eff}$ auf der Flüssigkeitsseite und a_{eff} experimentell bestimmt werden. (Haas et al., 2022)

Die Korrelationen für den benetzten Oberflächenanteil basieren auf der Trennung der Produkte $k_L \cdot a_{eff}$ und $k_G \cdot a_{eff}$ und wurden von Onda (1968) (Onda et al., 1968) für Ab- und Desorption in Füllkörperpackungen entwickelt. Im Onda-Modell wird angenommen, dass die benetzte Packungsoberfläche der effektiven Gas-Flüssig-Phasengrenzfläche entspricht. Dieser Ansatz wurde in anschließend entwickelten Modellen (M. G. Shi und Mersmann, 1985; Zech und Mersmann, 1978) übernommen und verbessert (Bradtmöller, 2017; Górak und Sorensen, 2014; Wang et al., 2005). Bei der Erweiterung um Rektifikationsdaten für strukturierte Packungen wurde dieser Ansatz indirekt (Gualito et al., 1997; Rocha et al., 1993) übernommen. Weitere Modelle für strukturierte Packungen (Billet und Schultes, 1993; Bravo et al., 1992; Brunazzi und Paglianti, 1997; Hanley und Chen, 2012; Tsai et al., 2008), die alternative Ansätze wie Abhängigkeiten von We_L und Fr_L (Tsai et al., 2011) und ausschließlich Messdaten von Mellapak Packungen (de Brito et al., 1994) verwenden, versprechen realistischere Benetzungsvorhersagen (Bradtmöller, 2017), da diese Instabilitäten in der Flüssigkeitsströmung, wie z. B. Kräuseln, Wellen, Ablösung des Films in der Flüssigkeit und Sprays abbilden (Fernandes, 2011). Eine Übersicht über Modelle zur Berechnung der effektiven Phasengrenzfläche für strukturierte Packungen findet sich in Shojaei et al. (2011).

Im Gegensatz zur Gasabsorption existieren für die benetzte geometrische Oberfläche von verwendeten Packungen unter destillativen Bedingungen relativ wenige Daten (Asano, 2006). Es konnte jedoch gezeigt werden, dass die Onda-Korrelation für verschiedene binäre organische und wässrige Systeme (z.B. Methanol/Wasser) über weite Bereiche von Flüssigkeitszusammensetzungen für rektifikative Stofftrennung anwendbar ist (Koichi, 1982). Anhand der Abweichungen zwischen gemessener oder berechneter Trennleistungen kann auf den Fehler der Korrelation für a_{eff}/a_p rückgeschlossen werden (Tsai et al., 2008).

Bedeutung der Oberflächenspannung und der Flüssigkeitsviskosität

Der Einfluss der Oberflächenspannung und der Viskosität der Flüssigphase wird im Rahmen dieser Arbeit variiert. Es ist bekannt, dass eine Reduktion der Oberflächenspannung ($\sim 35 \text{ mN}\cdot\text{m}^{-1}$) mit der M500.Y Packung zu einer um 50 % erhöhten Benetzung führte. Dies wird auf unvollständige Benetzung durch Kapillarpänomene in wässrigen Mischungen mit höherer Oberflächenspannung ($\sim 72 \text{ mN}\cdot\text{m}^{-1}$) und um 30° höhere Kontaktwinkel zurückgeführt (Tsai et al., 2008), die röntgenographisch nachgewiesen wurden (Green et al., 2007). Bei weiteren Untersuchungen zu a_{eff} mit drei strukturierten Packungen (M250Y, M500Y, Flexipac 1Y) wurden geringere Effekte der Oberflächenspannung und keine Effekte der Viskosität auf die Benetzung beobachtet (Tsai et al., 2009).

Beim Viskositätseinfluss auf die resultierende Trennleistung besteht der Konsens einer erhöhten Trennleistung mit abnehmender Flüssigkeitsviskosität, welche auf höhere Diffusionsfähigkeit der Flüssigkeit und damit einen geringeren Widerstand gegen den Stoffaustausch in der Flüssigphase begründet ist (Biddulph, 1977; Bradtmöller, 2017; Kister, 1992). Zudem argumentiert (Kister, 1992), dass die Destillation von Flüssigkeiten mit höherer Viskosität zur Bildung größerer Blasen führt, die eine geringere Grenzfläche für den Stofftransport bereitstellen.

Die Auswirkungen der physikalischen Eigenschaften von Flüssigkeiten im Zusammenspiel mit der Oberflächenstrukturierung auf die benetzte Fläche von metallischen und keramischen Packungsplatten wurden in (Nicolaiewsky et al., 1999) nicht-perforierte Packungsbleche mit Mikrostrukturierung experimentell untersucht. Die Messungen von Kontaktwinkeln zeigen, dass die Texturierung von Oberflächen die Benetzungseigenschaften verbessern. Der Einfluss der Perforation auf a_{eff} wird im DELFT-Modell direkt oder im SRP-Modell indirekt mit dem „enhancing“ Faktor berücksichtigt.

Marangoni-Effekt

Die benetzte Packungsoberfläche und damit die Trennleistung werden durch die Marangoni-Konvektion beeinflusst. Dieser Effekt beruht auf Unterschieden der Oberflächenspannungen, die aus unterschiedlichen Stoffeigenschaften resultieren und signifikante Auswirkungen auf die effektive Grenzfläche haben können.

Insbesondere bei Ethanol/Wasser-Gemischen vermutete Furnas (1939), dass die Benetzbarkeit der Packung mit zunehmendem Alkoholgehalt aufgrund einer geringeren Oberflächenspannung zunimmt. Der von Zuiderweg und Harmens (1958) eingeführte Stabilisierungsindex (M-Index) beeinflusst nach Gl. (2-17) die Oberflächenspannung direkt die Stofftransferrate (Čmelíková et al., 2023).

$$M = -\frac{d\sigma}{dx} \cdot (y^* - x) \quad (2-17)$$

Zuiderweg und Harmens (1958) kategorisieren die Stoffsysteme in positive ($M > 0 \text{ mN}\cdot\text{m}^{-1}$), neutrale ($M \approx 0 \text{ mN}\cdot\text{m}^{-1}$) und negative Gemische ($M < 0 \text{ mN}\cdot\text{m}^{-1}$), basierend auf den Oberflächenspannungs-

effekten der hochsiedenden Komponenten (Bader et al., 2015; Čmelíková et al., 2023). Positive Systeme zeichnen sich dadurch aus, dass sich der Schwersieder mit höherer Oberflächenspannung in der Flüssigphase anreichert, was zu einer Stabilisierung und Verbesserung der Benetzbarkeit durch lokale Zusammensetzungs- und Oberflächenspannungsgradienten führt. So wurde beispielsweise in mehreren unabhängigen Messungen für das positive System Methanol/Wasser 25 % (Kataivanova und Stefanov, 2015) bzw. ca. 27 % (Olujic et al., 2007) höhere Trennleistungen gegenüber dem neutralen System Chloroform/Benzol bzw. dem neutraleren C6/C7 Gemisch (Olujic et al., 2007) gemessen. In dieser Arbeit wurde das stark positive Gemisch EtOH/Wasser mit einer maximalen Änderung der Oberflächenspannung von $\left(\frac{d\sigma}{dx}\right)_{EtOH/W,max} = 64 \text{ mN}\cdot\text{m}^{-1}$ und das leicht positive Gemisch EtOH/BuOH mit der geringeren maximalen Änderung der Oberflächenspannung von $\left(\frac{d\sigma}{dx}\right)_{EtOH/BuOH,max} = 1,1 \text{ mN}\cdot\text{m}^{-1}$ (s. Abbildung 4.18) untersucht.

Im Gegensatz dazu liegt bei negativen Stoffsystemen der Schwersieder mit einer geringeren Oberflächenspannung vor und verstärkt Ungleichmäßigkeiten im Flüssigkeitsfilm, was zu Rinnsalen und einer Verschlechterung der Benetzbarkeit führt (Furnas, 1939; Moens, 1972). Im Rahmen dieser Arbeit werden die negativen Gemische C6/C7 mit $\left(\frac{d\sigma}{dx}\right)_{C6/C7,min} = -0,9 \text{ mN}\cdot\text{m}^{-1}$ und EtOH/BuOH mit $\left(\frac{d\sigma}{dx}\right)_{EtOH/BuOH,min} = -0,2 \text{ mN}\cdot\text{m}^{-1}$ untersucht. Ob Flüssigkeitsfilme aufreißen, hängt zudem von der kritische Lochgröße a im Flüssigkeitsfilm ab. Abhängig von der Oberflächenspannungsdifferenz und der Filmdicke reißen Flüssigkeitsfilme auf. Der Übergang zwischen dem Aufreißen oder Schließen von Löchern wird in der Literatur durch die Péclét-Zahl (Pe) beschrieben. (Taylor, 1995)

Bei neutralen Gemischen ist entweder die Oberflächenspannungsänderung oder die Triebkraft des Stoffaustauschs gering, wodurch der Effekt als nicht merklich zu bewerten ist. Für das neutrale System Methanol/Ethanol gegenüber dem positiven System Isopropanol/Wasser wurden beispielsweise 22 % ... 25 % geringere Trennleistungen beobachtet (Karaivanova und Stefanov, 2013).

Diese Erkenntnisse unterstreichen die Notwendigkeit, den Marangoni-Effekt in moderne, weit verbreitete Modelle zur Stoffübertragung zu integrieren, da dessen Bedeutung für die Trennleistung nach wie vor nicht umfassend berücksichtigt wird (Hanley und Chen, 2012; Olujic et al., 2012; Rocha et al., 1993; Wilfert und Hanley, 2023). Dieser Effekt wird nur mit der Marangoni-Zahl Ma im Modell von Billet und Schultes (1999) berücksichtigt, worin eine Verringerung der effektiven Phasengrenzfläche für die negativen Systeme mit nicht vernachlässigbarem flüssigkeitsseitigem Stoffübergangswiderstand angenommen wird. Die Trennung der Einflussfaktoren, wie des Marangoni-Effekts, der Maldistribution und der Verteilung der Stofftransportwiderstände, ist aber mit Herausforderungen verbunden (Čmelíková et al., 2023).

2.6 Experimentelle Trennleistungsbestimmung

Für die experimentelle Bestimmung der Trennleistung von strukturierten Packungen existieren standardisierte Messmethoden. Neben mehreren Veröffentlichungen zur standardisierten Methodik zur destillativen Trennleistungsmessung (Olujic et al., 2008; Starkweather et al., 2014) gibt es die VDI Richtlinie 2761 (2020) mit Durchführungsvorschriften von ähnlichen ab- und desorptiven Stoffübergangsmessungen. Da es bei Trennleistungsmessungen viele Einflussfaktoren gibt, ist eine standardisierte Methode für die Vergleichbarkeit von Trennleistungsdaten und Kolonnenleistungsdaten (Druckabfall, Kapazitätsgrenze, Flüssigkeitsrückhaltevermögen, Stoffübertragungseffizienz usw.) notwendig.

Neben den im Folgenden vertieft vorgestellten apparativen und methodischen Einflussfaktoren der Packungskolonnen ist die Strömungsdynamik der notwendigen peripheren Einbauten relevant und sollte mit der gleichen Priorität untersucht werden (Olujic et al., 2008). Dies trifft beispielsweise auf Anordnung

der Zuführungsrohre, Verteilerkonstruktionen, Flashing-Feed-Vorrichtungen usw. zu, da diese peripheren Einbauten für die ordnungsgemäße Funktionalität der Kolonne ebenso wichtig sind wie die strukturierten Packungen.

Eine Übersicht zu den relevanten apparativen Einflussfaktoren Kolonneninnendurchmesser d_i , Packungsbethöhe h_{pa} , Tropfstellendichte B und Kolonnenwandbeheizung auf die Trennleistungsmessung ist in der nachfolgenden Tabelle 2-4 dargestellt und wird im Folgenden näher erläutert.

Tabelle 2-4: Literaturübersicht zu empfohlenen apparativen Einflussfaktoren bei standardisierten Trennleistungsmessungen

Apparative Einflussfaktoren	Einheit	TU DELFT (Olujć et al., 2008)	AICHE (Starkweather et al., 2014)	VDI (VDI 2761, 2020)	Weitere Veröffentlichungen
empfohlener Kolonnen-durchmesser d_i	m	$\geq 0,35$		$d_i \geq 75/a_{pa}$ $d_i \geq h_{pa,el.}$	$\geq 0,3 \text{ m}^{[1]}$
Packungsbethöhe h_{pa}	m, -	4 m $n_{th} = 15$	$n_{th} = 10 \dots 15$		1,5 m ... 3 m ^[2]
Aktive Kolonnen-wandbeheizung benötigt	-		bei $\geq 5 \%$ Fehler in Wärmebilanz		$\frac{h_{pa}}{d_i} \geq 16^{[3]}$ $T \geq 150 \text{ °C};$ $d_i < 50 \text{ mm}^{[4]}$
Tropfstellendichte B	m ⁻²	100 ... 150		250	$> 200 \dots 500^{[5]}$

^[1] (Billet und Schultes, 1993; Kister, 1992); ^[2] (Kister, 1992); ^[3] (Eckert und Walter, 1964); ^[4] (Schoenmakers und Spiegel, 2014); ^[5] (Hofen et al., 1990)

2.6.1 Trennleistungsverlauf

Die in einem Packungsbett ablaufenden hydraulischen Prozesse und der Stoffübergang sind komplex und nicht vollständig verstanden (Kister, 1992). Der Trennleistungsverlauf in Abhängigkeit von der Gasbelastung für strukturierte Packungen ist abhängig von dem Kolonnenaufbau (z.B. Kolonnendurchmesser, Flüssigkeitsverteiler, Packungstyp), dem Stoffgemisch und den Betriebsparametern. Aus diesen Gründen sind Abweichungen gegenüber der Beispielkurve möglich. In Abbildung 2.10 ist daher ein beispielhafter, experimentell ermittelter Trennleistungsverlauf mit folgenden charakteristischen Punkten nach (Kister, 1992) dargestellt.

- A Der Punkt A stellt in der Regel einen minimalen Grenzwert für die Flüssigkeitsverteilung an Packungen dar, welcher bei $5 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$ (wässrige Gemische) bzw. bei $2 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$ (organische Gemische) liegt (Stichlmair et al., 2021). Packungs- und gemischspezifisch kann die minimale Flüssigkeitsbelastungsgrenze nach (Schmidt, 1979) berechnet werden. Bei geringerer Flüssigkeitsbelastung und Benetzung sinkt die Trennleistung. Unabhängig davon, welchen Grenzwert der Punkt A darstellt, ist er äußerst empfindlich gegenüber Fehlverteilungen. Die Lage des Punkts A ist zudem abhängig vom Gemisch und von ggf. auftretenden Entnetzungeffekten wie beispielsweise Filmaufreißen, welche zur Bildung von Trennleistungsminima führen können (Ehlers und Fieg, 2014; Fu et al., 2012).

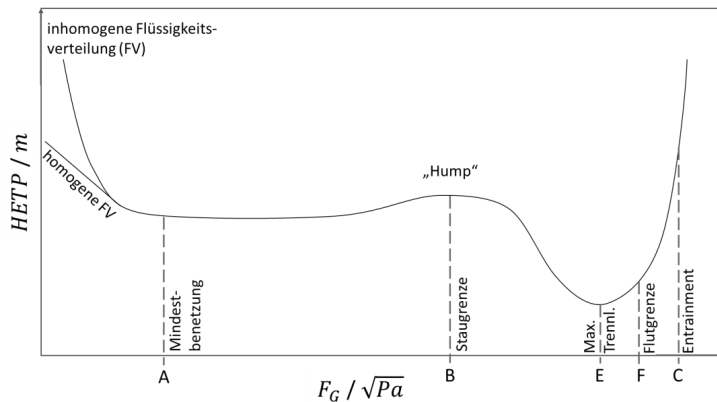


Abbildung 2.10: Beispiel eines charakteristischen Trennleistungsverlauf in Abhängigkeit der Gasbelastung einer Packungskolonne nach (Kister, 1992)

A-B In diesem Bereich treten turbulente Flüssigkeitsströmungen und hohe Benetzungsgrade auf. Eine konstante Trennleistung ist von wesentlicher Bedeutung und ermöglicht eine auf diesen Bereich abgestimmte Kolonnenauslegung. Im Allgemeinen führt eine Erhöhung der Dampf- und Flüssigkeitsbelastung zu höheren Benetzungsgraden und Stoffübergangskoeffizienten (Fair et al., 2000; Rocha et al., 1996; Spiegel und Meier, 1992). Gleichzeitig führen diese zu einer Verringerung der Gasverweilzeit, was sich reduzierend auf die Trennleistung auswirkt. Je nach Packungstyp kompensieren sich diese gegenläufigen Effekte und führen zu einem konstanten Trennwirkungsgrad, der unabhängig von der Belastung ist.

Es sind jedoch eine Vielzahl von Trennleistungsverläufen veröffentlicht, welche ein Absinken der Trennleistung im Bereich A-B zeigen (Bradt Möller, 2017; Cai und Bravo, 2022; Kister, 1992). Dieses Absinken gefolgt von einer Steigerung der Trennleistung durch den erhöhten Stoffübergangskoeffizienten führt zu der Ausbildung eines Buckels (Engl. Hump) in der Trennleistungskurve. Es existieren verschiedene Erklärungsansätze für diesen Effekt (s. 2.6.3), welcher charakteristisch bei strukturierten Blechpackungen unter bestimmten Bedingungen auftritt.

B B stellt die Staugrenze dar und liegt in der Nähe eines lokalen Maximums des $HETP$ -Werts. Es gibt nicht immer ein explizites Maximum der $HETP$ -Werte (Kister, 1992; Kunesch, 1987). Insbesondere bei Gewebepackungen ist bekannt, dass kein Maximum auftritt (Kister, 1992; Kurtz et al., 1991). Dies kann mit der Fluidodynamik an den Packungsstößen zusammenhängen (Olujic et al., 2000).

B-E Die Flüssigkeitsphase wird insbesondere bei höheren F-Faktoren intensiv in Kontakt mit dem aufsteigenden Dampfstrom gebracht. An den Übergängen zwischen den Packungselementen wird die Flüssigkeit axial über den Querschnitt verteilt. Dies verbessert die aktive Benetzung, den Flüssigkeits-Hold-up und folglich steigt die Leistung der Packung (Olujic et al., 2004) bis zu einem Maximum der Trennleistung im Punkt E. Dieser Bereich eignet sich nicht für die Auslegung, auch wenn der Kolonnenbetrieb in der gesamten Region A-F in der Regel stabil läuft.

F,C Aufgrund des einsetzenden „Entrainments“ ab dem Flutpunkt F werden Belastungen im Punkt C vermieden.

2.6.2 Kolonnendurchmesser

Bei strukturierten Packungen hängt der empfohlene Kolonnendurchmesser von der verwendeten Packung ab und wird wie folgt bestimmt: $d_i \geq 75/a_{pa}$, wobei a_{pa} die spezifische geometrische Packungsoberfläche und d_i der Kolonneninnendurchmesser sind. (VDI 2761, 2020). Um aussagekräftige Trennleistungsmessungen für Scale-up-Zwecke zu erhalten, wird außerdem empfohlen, einen Mindestdurchmesser von 0,3 m (Billet und Schultes, 1993; Kister, 1992), 0,35 m (Olujć et al., 2008) oder 0,4 m (Ottenbacher et al., 2011) zu verwenden. Vorhersagen, die auf Daten aus dem Labor- und Miniplant Maßstab basieren, können in Abhängigkeit der Packungsoberfläche zu einer Überschätzung des Druckabfalls und damit des Kolonnendurchmessers führen, wenn sie auf Kolonnen im industriellen Maßstab angewendet werden (Cai, 2014; Olujć, 1999).

Für den Stoffübergang bei den zur Rektifikation verwandten Ab- und Desorptionsprozessen ist der Kolonnendurchmesser in Abhängigkeit von der eingesetzten Packung zu wählen, um valide Scale-up-geeignete Messergebnisse zu generieren. Zudem wurde festgelegt, dass der Kolonnendurchmesser mindestens der Höhe eines Packungselements entsprechen sollte (VDI 2761, 2020). Das Minimum des Kolonnendurchmessers bei rektifikativen Trennleistungsmessungen sollte der doppelten Elementhöhe der strukturierten Packung entsprechen. Kleinere Kolonnendurchmesser als 0,4 m für 0,2 m hohe Elemente bzw. 0,2 m für halbhöhe (0,1 m) Packungselemente führen zu Messungen, die durch Wandeffekte dominiert werden. (Ottenbacher et al., 2011)

Einfluss auf Trennleistung

In der Literatur gibt es widersprüchliche Aussagen zum Einfluss vom Kolonnendurchmesser auf die Trennleistung. Die größte Datenbasis besteht für den Vergleich von 250.Y Packungen im Technikums- und Pilotkolonnenmaßstab.

Aus Labor- und Technikumskolonnenmaßstäben mit Durchmessern kleiner 305 mm (Billet, 1979; Zuiderweg et al., 1987) ist eine Reduktion der Trennleistung mit zunehmendem Kolonnendurchmesser bekannt (Billet, 1979; Kister, 1992). Die Abnahme der Trennleistung mit zunehmendem Kolonnendurchmesser wird in nahezu allen Quellen (Billet, 1979; Groenhof, 1977; Kister, 1992; Zuiderweg et al., 1987) mit einer Zunahme der Maldistribution erklärt (Kister, 1992). In der Absorption wurden im Vergleich von zwei verschiedenen Kolonnendurchmessern (150, 422 mm) 15 % niedrigere $k_G \cdot a_{eff}$ -Werte für den kleineren Durchmesser bestimmt, während die Kolonnendurchmesser keinen Einfluss auf $k_L \cdot a_{eff}$ -Werte zeigten (Schlager et al., 2022).

Andererseits belegen Vergleichsmessungen mit dem C6/C7 Testsystem (0,33 bar abs ... 1,65 bar abs) von Technikums- und Pilotkolonnen mit Durchmessern von 0,15 m, 0,43 m und 1,22 m keinen signifikanten Durchmesserereinfluss auf die Trennleistung (Valenz et al., 2013). Darüber hinaus konnte die Unabhängigkeit der Trennleistung vom Kolonnendurchmesser mit dem CB/EB-Testsystem und einer M250.Y-Packung in Kolonnen mit Durchmessern von 0,22 m und 1 m (Billet, 1995) und von 0,15 m, 0,25 m und 1 m (Meier et al., 1979) bestätigt werden. Gewebepackungen von Koch-Glitsch bzw. des Typs BX und CY von Sulzer (Billet, 1979; Eckert et al., 1974; Kister, 1992) sowie für Gempak (Wu und G.K., 1987) zeigten ebenfalls keine Durchmesserabhängigkeit.

Einfluss auf Druckverlust

Hinsichtlich des Einflusses des Durchmessers auf den Druckverlust wird ebenfalls kein Konsens berichtet.

In den systematischen experimentellen Untersuchungen mit Eigendampf von Wasser von Olujć (1999) zeigte sich, dass bei kleineren Kolonnendurchmessern (0,2 m; 0,45 m; 0,8 m) höhere Druckverluste mit

nicht-perforierten Packungen gemessen wurden. Im Einklang zu diesen Ergebnissen steht das Modell von Brunazzi und Paglianti (E. Brunazzi und Paglianti, 1997), welches die Druckverluste aufgrund von Änderungen der Gasströmungsrichtung an den Übergängen zwischen den Packungselementen berechnet. Dieses Modell basiert auf der von (Boucher et al., 1973) entwickelten Herleitung. Diese besagt, dass der Druckverlust mit zunehmendem Kolonnendurchmesser abnimmt, da die Strömung einer geringeren Anzahl von Richtungsänderungen unterliegt (E. Brunazzi und Paglianti, 1997). Diese Änderungen der Strömungsrichtung erfolgen, wenn Packungskanäle an der Kolonnenwand enden und werden auch als Biegungen (Engl. „bends“) bezeichnet. Abhängig von der Packungselementhöhe und dem Neigungswinkel α der Kanäle ergeben sich die Biegungen pro Packungselement und damit der Packungshöhe.

Im Gegensatz dazu stehen die Trennleistungsmessungen mit perforierten Packungen im Maßstab von 0,15 m, 0,43 m und 1,22 m (Valenz et al., 2013), welche unterhalb des Staupunkts (s. Abbildung 2.10) keinen signifikanten Einfluss auf den Druckverlust zeigen.

Der Flutpunkt ist abhängig vom Kolonnendurchmesser. Mit abnehmendem Kolonnendurchmesser verschiebt sich der Flutpunkt zu geringeren Gasbelastung (Schultes, 2013; Valenz et al., 2013). In kleinen Kolonnen ist zu beachten, dass der Anteil des Rand- und Eckspalte entlang der Kolonnenwände höher ausfällt. Dies führt zu einem geringeren Druckverlust im Vergleich zu Kolonnen mit größerem Durchmesser (Valenz et al., 2013). Dies ist insbesondere für die in dieser Arbeit vorgestellten Messungen mit Durchmessern von 0,15 m und 0,05 m relevant. Allgemein ist anzumerken, dass in größeren Kolonnendurchmessern Druckverlustdaten und Trennleistungsdaten fehleranfälliger sind, da die Wahrscheinlichkeit von Verteilungsfehlern erhöht ist (Valenz et al., 2013).

2.6.3 Trennleistungsbuckel „Hump“

Die Beobachtung, dass *HETP*-Werte im mittleren Belastungsbereich bzw. im Belastungsbereich um ca. 80 % der Flutgrenze (Cai et al., 2003) bis in der Nähe der Staugrenze (Olujic 2020) ansteigen, um anschließend zum Flutpunkt abzusinken, wird als „Buckel“ (Engl. Hump) beschrieben. Die publizierten Informationen zum Hump reichen von Daten aus Pilotanlagen über den Technikums- und Miniplantmaßstab (Bradt Möller, 2017; Pöschmann et al., 2023; Staud et al., 2024) bis hin zu kommerziellen Erfahrungen mit Einzelanwendungen (Nooijen et al., 1997; Roy und Mercer, 1987).

Bei ungeordneten Packungen tritt kein vergleichbarer Hump-Effekt auf, da die Quervermischung der Flüssigkeit größer ist als bei strukturierten Packungen (Cai 2003). Strukturierte Packungen lassen nur eine geringe oder bei nicht-perforierten Blechen gar keine Quervermischung der Flüssigkeit zu. Im Allgemeinen verschlechtert sich die Stoffaustauschleistung mit zunehmendem *F*-Faktor bis zum Staupunkt bei $\alpha = 45^\circ$ angestellten Packungsblechen stärker als bei Packungsblechen mit $\alpha = 60^\circ$ (Olujic et al., 2000). Das bedeutet, dass der Hump bei $\alpha = 45^\circ$ Packungsblechen ausgeprägter auftritt (Bradt Möller, 2017; Pöschmann et al., 2023; Staud et al., 2024).

Von diesem reproduzierbar auftretendem Effekt wird insbesondere bei höheren Drücken (4 bar abs mit C6/C7 (Olujic 2020); 11, 21, 27 bar abs mit dem Stoffsystem iso-Butan/n-Butan (iC4/nC4) (Fitz et al., 1999)) in der Literatur berichtet (Cai et al., 2003; Fitz et al., 1999). Es existieren verschiedene Erklärungsansätze:

- I. Entmischung der Zweiphasenströmung: Dieser Effekt tritt bei höheren relativen Volatilitäten und längeren Bettlängen (mind. 10 Packungselemente) auf und führt zu einer Reduktion des Druckverlusts (Zuiderweg et al., 1997). Kürzere Bettlängen sind weniger anfällig. Eine optimale anfängliche Flüssigkeitsverteilung wirkt vorbeugend. (Cai und Bravo, 2022; Cai et al., 2003)
- II. Dampfmitriss: Bedingt durch die Zunahme des Flüssigkeitsvolumens im Bereich A-B (s. Abbildung 2.10) soll Dampfmitriss in der vertikalen Strömungsrichtung in den Kanälen die Begründung darstellen. Dafür spricht, dass insbesondere bei hohen Flüssigkeitsdurchsätzen und Drücken in engen Strömungskanälen bei Packungen mit hohen spezifischen Oberflächen ($500 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-3} \dots 750 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$) eine Reduzierung der Trennleistung auftreten kann. (Kister, 1992)

- III. Flüssigkeit an Packungsstoßstellen: Bei hohen Flüssigkeitsbelastungen (4 bar, C6/C7) tropft Flüssigkeit in die Spalte der Packungsstöße, wodurch sich ein flüssigkeitsähnlicher Vorhang bildet, der die Querschnittsfläche für den Dampf verringert. Dies führt zu einer höheren Geschwindigkeit der Tropfen und zu einem ausgeprägteren Hump. (Olujić 2000)
- IV. Flüssigkeitsrückvermischung: Ein Indiz dafür ist, dass nach der Verbesserung der Flüssigkeitsaufgabe durch Absenken des Verteilers und dem Hinzufügen von Führungsrohren kein "Buckel" mehr beobachtet wurde (Fitz, et al., 1999; Hufton et al., 1988; Zuiderweg et al., 1997).
- V. Rückvermischung des Dampfes: Teile des leichtsiederreichen Dampfes steigen bei mittlerer Belastungen ab anstatt auf und reduzieren die Trennleistung (Nooijen et al., 1997).

Nach aktuellem Stand des Wissens existiert kein Stoffübergangsmodell, welches die Komplexität der experimentell ermittelten Hump-Verläufe verlässlich reproduziert oder abbilden kann (Cai et al., 2003; Sarrantino et al., 2023).

2.6.4 Packungs- und Betthöhe

Trennleistungsmessungen zeigen eine signifikante Abhängigkeit der Trennleistung von der Höhe der Packungsbetten (Valenz et al., 2013). Die Packungshöhe ist die Summe der Höhe aller Packungsbetten. Die Betthöhe einer gepackten Kolonne zur Trennleistungsmessung ist in der Regel kürzer als die einer industriellen Kolonne (Cai, 2014).

Massentransferuntersuchungen zeigen, dass eine signifikante Abhängigkeit von der Gesamthöhe des strukturierten Packungsbettes (Brunazzi und Paglianti, 1997) besteht. Bei Messungen mit Mellapak 250.Y Packungen und Betthöhen von 1,4 m, 4,4 m und 6,6 m führten Betthöhen ohne Wiederverteiler über 4,4 m zu einer leichten Abnahme des Massentransfers von 5 % (Meier et al., 1979). Daher wird eine Packungshöhe von $h_{pa} = 7$ m, aufgeteilt in zwei Betten mit je 3,5 m Betthöhe oder Betthöhen von 1,5 m ... 3 m (Kister, 1992) oder auch von 4 m ... 6 m (Olujić, 2008) oder Betthöhen von insgesamt 15 ... 20 theoretischen Stufen, als geeignet angesehen (Neumann et al., 2025; Olujić et al., 2008).

Kürzere Betten erbringen höhere Trennleistungen, da die homogene Flüssigkeitsverteilung mit zunehmender Betthöhe ab- und die Maldistribution entlang des Bettes zunehmen kann (Billet, 1995; Ottenbacher et al., 2011; Valenz et al., 2013; Čmelíková et al., 2021). Aufgrund dessen sind mit geringeren Betthöhen (< 1,5 m) gemessene Trennleistungen kritisch zu beurteilen, da sie zur Überschätzung der Trennleistungen führen könnten (Ottenbacher et al., 2011).

Bei der Wahl der Packungshöhe sind zwei Randbedingungen zu berücksichtigen. Einerseits muss die Packungshöhe groß genug sein, um den Einfluss von Endeffekten zu minimieren, andererseits muss sie klein genug sein, um noch messbare Zusammensetzungen am Kopf und unter der Packung zu erhalten (VDI 2761, 2020).

Maldistribution

Neben der Maldistribution bei höheren Packungsbetten ist zu beachten, dass die aktuellen Berechnungsmodelle für den flüssigkeitsseitigen Stoffübergangskoeffizienten diesen Einfluss nicht berücksichtigen (Ponter und Au-Yeung, 1982; Mangers und Ponter, 1980). Bei Packungshöhen kleiner als einem Meter bleibt die Höhe der Transfereinheit nahezu konstant. Für Packungshöhen über einem Meter kann jedoch eine auf die Flüssigkeitsfilmströmung bezogene kritische Reynolds-Zahl von etwa 100 definiert werden. Unterhalb des kritischen Wertes ist die Durchmischung an den Verbindungspunkten der Bleche unvollständig, während oberhalb dieses Wertes der flüssigkeitsseitige Stoffaustausch unabhängig von der Betthöhe ist. (Brunazzi und Paglianti, 1997)

Ein- und Auslaufeffekte

Der Begriff „Ein- und Auslaufeffekte“ bezeichnet die Verteilung von Gas- und Flüssigkeitsströmungen. Diese Effekte werden auch als „Endeffekte“ bezeichnet (s. Kap. 2.6.5) (Billet, 1995). Einlaufeffekte treten bei ungünstig gewählter Tropfstellendichte des Flüssigkeitsverteilers auf und können im oberen Teil des Packungsbettes zu unzureichender Benetzung und damit zu einer Reduktion der Trennleistung führen. Auslaufeffekte treten am unteren Ende des Packungsbettes auf, wenn Flüssigkeit aus der Packung in den Sumpf tropft, wobei die Tropfen eine zusätzliche Stoffübergangsfläche erzeugen. Dies erschwert die Anwendung der Trennleistungsergebnisse bei der Vorhersage der Effizienz bei anderen Packungshöhen und damit das Scale-up (Ottenbacher et al., 2011) und wird im Song-Modell (Song et al., 2017) berücksichtigt.

Insbesondere bei geringen Betthöhen sind Endeffekte relevant, denn die oberste und unterste Packungslage, welche von Endeffekten betroffen sind, nehmen bei kurzen Packungsbetthöhen einen großen Anteil an der Gesamtbetthöhe ein. Diese Effekte können insbesondere bei der Skalierung auf größere Maßstäbe zu Fehlern bei der Berechnung der Trennleistung führen. Wenn aufgrund von Austrittszusammensetzung eine Packungshöhe von unter einem Meter erforderlich wird, ist der mögliche Einfluss von Endeffekten nach (Billet, 1995) zu berücksichtigen.

2.6.5 Fluidverteilung

Bei der Beschreibung von inhomogener Flüssigkeitsverteilung in Packungskolonnen wird zwischen „Small-Scale-Maldistribution“ und „Large-Scale-Maldistribution“ unterschieden. Small-Scale-Maldistribution bezeichnet die natürliche Ungleichverteilung der Flüssigkeit auf Kanal- oder Füllkörperebene, während Large-Scale-Maldistribution die großräumige Ungleichverteilung über den gesamten Querschnitt beschreibt (Hoeck et al., 1986). Theoretische Beschreibungen basierend auf experimentellen Untersuchungen sind vielfach veröffentlicht (Potthoff, 1992; Porter et al., 1968; Billingham und Lockett, 2002; Schneider, 2004).

Unterschiedliche Verteilungseffekte, wie Flüssigkeitskanalisierung und Wandströmung, beeinflussen die Trennleistung erheblich. Flüssigkeitsmaldistribution bezieht sich hauptsächlich auf diese Phänomene und wird durch Oberflächenspannung sowie die Tendenz der Phasen, den Weg des geringsten Widerstands zu wählen, verursacht (Hanusch et al., 2018; Young, 1922; Kirschbaum, 1970). Fehlverteilungseffekte können die Trennleistung einer Kolonne erheblich beeinträchtigen, indem sie diese um den Faktor zwei bis drei verringern (Kister, 1990). Um Maldistribution vorzubeugen, wird unter der Packung die Flüssigkeit gesammelt und mittels Wiederverteiler homogen auf das nächste Packungsbett verteilt.

Packungsstoßstellen und Flüssigkeitsverteiler zur Fluidverteilung

Packungsstoßstellen und Flüssigkeitsverteiler dienen zur Gas- und Flüssigkeitsverteilung und beeinflussen die fluidodynamischen Parameter Hold-up und Druckverlust, was wiederum die Trennleistung beeinflusst (Aferka et al., 2011; Plate et al., 2021; Roesler John et al., 2018; Stoter, 1993). Flüssigkeitssammler und Wiederverteiler sollten je nach Packungstyp etwa alle 6 m oder alle 10 ... 15 theoretischen Stufen eingesetzt werden (Kister, 1992). Die axiale Gasdurchmischung hängt stark von der Gleichmäßigkeit der Dampfverteilung im Bett ab, die wiederum von der Gleichmäßigkeit der Flüssigkeitsverteilung im Bett abhängt (Macías-Salinas und Fair, 2000). Die Verteilung des Dampfes ist weniger kritisch als die der flüssigen Phase, vorausgesetzt, es steht ausreichend Raum über dem Dampfeintritt zur Verfügung (Olujic et al., 2008; Ottenbacher et al., 2011). Bei einer Betthöhe von 1,69 m ($250 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$) wurde beispielsweise kein Einfluss der Dampfverteilung auf die Trennleistung, Kapazität und Druckverlust beobachtet (Cai et al., 2003).

Randabweiser zur Fluidverteilung

Wandströmungen und Strömungen entlang des Packungsbettes müssen durch regelmäßige Umverteilung ausgeglichen werden, um eine optimale Trennleistung zu gewährleisten (Billingham und Lockett, 2002). Randabweiser oder auch sogenannte Wandabstreifer leiten sowohl Flüssigkeit als auch Gas von der Wand zurück in die Packung, verhindern Bypass-Strömungen und erhöhen den Druckverlust, insbesondere bei benetzten Randabweisern (Stoter et al., 1993; Plate et al., 2021). Tomographische Messungen zeigen, dass die Benetzung der Packung durch Randabweiser ungleichmäßig ist und die maximale Benetzung in den von Randabweisern umschlossenen Bereichen erfolgt. Dies kann zu lokalem Fluten und Verschiebung des Staupunkts führen (Aferka et al., 2011; Plate et al., 2021). Bei höheren Flüssigkeitsbelastungen in dem Packungskern steigt der Einfluss der Randabweiser auf den Druckverlust, da das Gas verstärkt an der Wand entlangströmt (Plate et al., 2021). Des Weiteren führen Randabweiser zu einer Erhöhung der Widerstandsbeiwerte von trockenen Druckverlust (Olujć, 1999; Žarko Olujć, 2019) über den gesamten F-Faktor-Bereich und erschweren die Übertragung von Druckverlusten zwischen Maßstäben. Bei hohen F-Faktoren zeigt sich jedoch eine leichte Abnahme der Abweichung zwischen Packungen mit und ohne Randabweiser (Plate et al., 2021).

Tropfstellendichte und Anordnung

Für eine homogene initiale Flüssigkeitsverteilung durch Rohr-, Topf- oder Kastenverteiler (Billet, 1995; VDI 2761, 2020) ist die Verteilung der Tropfpunkte über den Kolonnenquerschnitt und dem Packungsbett von Bedeutung. Insbesondere bei großskaligen Kolonnen (Hufton et al., 1988) ist ein gleichmäßiger Tropfenvolumenstrom (Hanusch et al., 2018; Olujć et al., 2008; Ottenbacher et al., 2011) relevant, denn davon hängt die Benetzung und Trennleistung der obersten Packungslagen ab. Flüssigkeitsverteiler sollten eine geringe Querschnittsverengung der Kolonne von weniger als 50 % und ein „Turndown“-Verhältnis von ≥ 10 aufweisen (Olujć et al., 2008). Das Turndown-Verhältnis ist das Verhältnis zwischen dem maximalen und dem minimalen Durchfluss, der von einem Flüssigkeitsverteiler gleichmäßig verteilt werden kann. Die Tropfstellenverteilung im Kolonnenquerschnitt ist wichtiger als ein gleichmäßiger Tropfvolumenstrom, welcher standardmäßig um 5 % vom durchschnittlichen Durchfluss abweichen darf (Hanusch et al., 2018; Olujć et al., 2008). Im Gegensatz zu Topf- und Kastenverteiler, welche bei Packungskolonnen ab einem Durchmesser von 1,2 m eingesetzt werden, eignen sich Rohrverteiler aufgrund einer hohen homogenen Flüssigkeitsverteilung durch Bohröffnungen, welche als Tropfstellen fungieren, insbesondere für den Einsatz in Packungskolonnen mit Durchmessern kleiner als 1,2 m (Kister, 1990).

Eine zu geringe Tropfstellendichte führt zu einer geringeren Trennleistung, eine zu hohe Tropfstellendichte zu einer höheren Trennleistung (VDI 2761, 2020). Um eine repräsentative Flüssigkeitsverteilung für Stofftransportmessungen zu realisieren, ist die Auslegung der Tropfstellenanzahl in Abhängigkeit der spezifischen geometrischen Packungsoberfläche relevant. In der Literatur existieren in Abhängigkeit der spezifischen geometrischen Packungsoberfläche a_{pa} und des Kolonnendurchmessers d_i unterschiedliche Angaben hinsichtlich der empfohlenen und eingesetzten Tropfstellendichte B , welche die Tropfstellenanzahl pro m^2 darstellt.

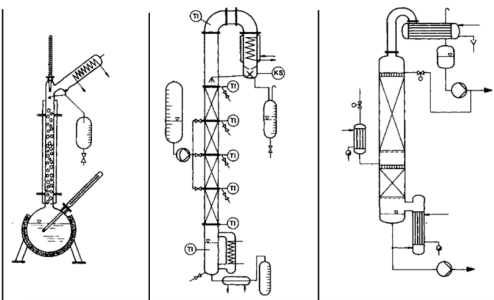
Tabelle 2-5: Empfohlene Tropfstellendichten B in Packungskolonnen

B in m^{-2}	a_p in $\text{m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$	d_i in mm	Quelle
60 ... 100			(Kister, 1990; Moore und Rukovena, 1987; Strigle, 1987)
100 ... 150	250 ... 500		(Olujic et al., 2008; Starkweather et al., 2014)
150	≤ 500		(Ottenbacher et al., 2011)
1960	500	51	(Bradtmöller, 2017)
4970	500	51	(Gutperl, 2026, 2016)
≥ 200 ... 500		50 ... 80	(Hofen et al., 1990)
283	250, 450	150	(Bessou et al., 2010)
250	< 200	300 ... 600	(VDI 2761, 2020)
400	≥ 200	300 ... 600	(Billet, 1995; VDI 2761, 2020)
108	250, 500	427	(Tsai et al., 2008)

Durchmesser- und packungsunabhängige Literaturangaben geben empfohlene minimale Tropfstellenanzahlen von 60 m^{-2} ... 100 m^{-2} (Goeddecke, 2006) an. Die Angabe einer Tropfstellendichte von 150 m^{-2} für die Trennleistungsmessung von Packungen mit einer spezifischen Oberfläche von mindestens $500 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$ (Ottenbacher et al., 2011) ist unabhängig vom Durchmesser der Kolonne gültig. Im Gegensatz zu Technikums- und Pilotmaßstäben ist im Miniplantmaßstab mit Durchmessern von 50 mm ... 80 mm und in kleineren Laborkolonnen die initiale Flüssigkeitsaufgabe unkritisch, denn eine Tropfstelle in Form eines Auslaufrohrs ist ausreichend (Hufton et al., 1988; Zuiderweg et al., 1987). Im Gegensatz dazu können Dampf-Fehlverteilungen im Labormaßstab mit geringeren Packungsbetthöhen problematischer sein als in größeren Kolonnenmaßstäben mit höheren Packungsbetthöhen (Neumann et al., 2025).

2.7 Scale-up und Auslegungsmethode

Die Übertragung von Experimenten vom Labormaßstab auf den industriellen Maßstab ist vor dem Hintergrund effizienter Ressourcennutzung und Minimierung von Kosten sowie Sicherheitsvorschriften entscheidend für die Dimensionierung strukturierter Packungskolonnen (Ashour et al., 2023; Hofen et al., 1990). Um industrielle Packungskolonnen optimal auszulegen, sind frühzeitige Trennleistungsmessungen im Labor-, Miniplant- oder auch Pilot-Maßstab notwendig. Diese Maßstäbe werden nach Durchmesser und Volumenströmen definiert (Deibele und Dohrn, 2006; Hofen et al., 1990) und unterscheiden sich apparativ beispielsweise durch interne oder externe Verdampfer und Kondensatoren (s. Abbildung 2.11).



Maßstab	Labor	Miniplant	Technikum und Pilot
Durchmesser	10 ... 30 mm	40 ... 100 mm	> 100 mm
Feedstrom	0,1 ... 1 L	0,2 ... 1 L/h	100 ... 10.000 L/h

Abbildung 2.11: Definition der Kolonnenmaßstäbe, welche als Stufen beim Scale-up dienen, nach (Hofen et al., 1990)

Insbesondere werden experimentelle Trennleistungsmessungen benötigt, wenn Eigenschaften des Stoffsystems stark von Standardtestsystemen, deren Stofftransportergebnisse entsprechenden Stofftransportkorrelationen und Experimenten im Miniplantmaßstab zugeordnet werden können, abweichen oder keine bestehenden Kolonnendaten vorhanden sind (Düssel et al., 2006).

Gegenüber Trennleistungsmessungen im Technikumsmaßstab zeichnen sich Messungen in Miniplantkolonnen und im Labormaßstab durch einen geringeren Kosten- und Apparatenaufwand aus. Angesichts des häufig limitierten Flüssigkeitsvolumens aus Labormaßstabexperimenten und kostspieliger Medien für Scale-up-Versuche sind solche Apparate erforderlich, um Einsatz- und Abfallmengen zu reduzieren und dennoch ein sicheres Design zu ermöglichen. Zudem stellen geringe Vorlagevolumina ein reduziertes Sicherheitsrisiko im Fall einer Betriebsstörung dar (Düssel et al., 2006). In vielen Fällen beginnen die Anforderungen zur Gefährguthandhabung im Labor oder Transport ab einem Volumen von 100 mL für flüssige Gefahrstoffe, vereinzelt liegen diese für hochgiftige oder gefährliche Substanzen auch geringer (United Nations, 2023).

Die Herausforderungen bei der Maßstabübertragung von Destillationsanlagen aus dem Labormaßstab lassen sich aufgrund des sensiblen Betriebsverhaltens und aufgrund von Wandeckeffekten entsprechend Abbildung 2.12 unterteilen (Deibele und Dohrn, 2006). Zu diesen Wandeckeffekten zählen als wichtigste Größe die Wärmeverluste, welche zu den häufigsten Fehlern bei Trennleistungsmessungen im kleinen Maßstab beitragen (Cai, 2014). Weiterhin sind die Randgängigkeit bei Packungskolonnen (s. 2.7.2) und durch geringe absolute Ströme die Regelung von konstanten Rücklaufmassenströmen und Rücklauftemperaturen herausfordernd (s. Abbildung 2.12)

Aufgrund dieser Herausforderungen ist der Scale-up basierend auf dem Labormaßstab (z.B. DN30) nur mithilfe eines kalibrierten Aufbaus sinnvoll und wird nicht empfohlen (Ashour et al., 2023; Staud et al., 2024; Zlokarnik, 2006), denn durch das erhöhte Verhältnis von Mantelfläche zu Packungsvolumen fallen die Scale-up-Faktoren deutlich größer aus. (Deibele und Dohrn, 2006; Plate et al., 2021; Schoenmakers und Spiegel, 2014)

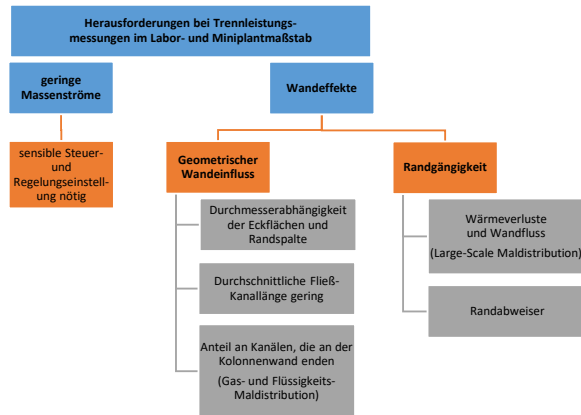


Abbildung 2.12: Herausforderungen bei der Trennleistungsmessung im Labor- und Miniplantmaßstab nach (Deibele und Dohrn, 2006)

Wichtig bei der Maßstabsübertragung ist, dass das Verhältnis zwischen der kleinsten Stoffübergangs- und Grenzflächeneinheit zu den Apparateabmessungen nicht zu groß wird. Das bedeutet, dass zum Beispiel Tropfen oder Blasen als Stoffübergangseinheit nicht zu groß im Vergleich zu den Apparateabmessungen werden dürfen, sodass der Einfluss der Apparate nicht zu groß wird (Deibele und Dohrn, 2006; Spiegel und Meier, 2003).

Der Scale-up von Trennleistungsergebnissen ist nicht nur maßstabsabhängig, sondern auch stoffsystemabhängig. Weichen die Eigenschaften des Stoffsystems stark von Standardprüfsystemen ab oder sind keine Kolonnendaten verfügbar, sind aufgrund dessen Labor- und Technikumsuntersuchungen für den industriellen Betrieb erforderlich (Düssel et al., 2006). Bei speziellen Stoffsystemen, wie hochviskosen Flüssigkeiten oder Feststoffsuspensionen, sind daher Trennleistungsexperimente und fluiddynamische Studien in größeren Kolonnen erforderlich, um eine präzise Auslegung zu gewährleisten (Pfennig, 2006). Eine Genauigkeit von 10 % (Pfennig, 2006) wird im Allgemeinen als ausreichend erachtet, um die Trennleistung vom Labormaßstab auf den Technikumsmaßstab zu überführen, wobei berücksichtigt werden muss, dass auch Spurenkomponenten, wie Tenside, die Phasengrenzflächeneffekte signifikant beeinflussen können.

In den letzten Jahren wurden neben Labor- und Miniplant-Kolonnen auch Messungen an Einzelblechen in Messzellen durchgeführt, um aufgrund der geringeren Maldistribution kontrollierbare scale-up-fähige Trennleistungsergebnisse zu erhalten (Neumann et al., 2025; Plate et al., 2021; Pöschmann et al., 2024). Aktuelle Entwicklungen neuer Stoffübergangsmodelle (Wilfert und Hanley, 2023) konzentrieren basierend auf physikalischen und chemischen Eigenschaften, um die Effizienz, Wirtschaftlichkeit und Sicherheit bei der Übertragung von Labormessungen auf den industriellen Maßstab zukünftig zu erhöhen (Neumann et al., 2025; Xia et al., 2023).

2.7.1 Geometrischer Wandeinfluss

Der Grund für die Definition der Maßstäbe (Deibele und Dohrn, 2006; Hofen et al., 1990) anhand des Durchmessers basiert auf der Tatsache, dass durch die Verkleinerung des Durchmessers der Querschnitt und damit der Durchsatz quadratisch abnimmt. Die Wandfläche nimmt jedoch nur linear ab. Mit abnehmendem Durchmesser nimmt daher der Einfluss der Randeffekte stark zu (s. Abbildung 2.13).

Die am häufigsten verwendete Kolonnendurchmesser für Labor- und Miniplantkolonnen ist 50 mm. Oberhalb von 100 mm, dem Bereich der Technikumkolonnen und des Pilot- und Produktionsmaßstabes, ist der Wandinfluss weitgehend unabhängig vom Durchmesser (Deibele und Dohrn, 2006).

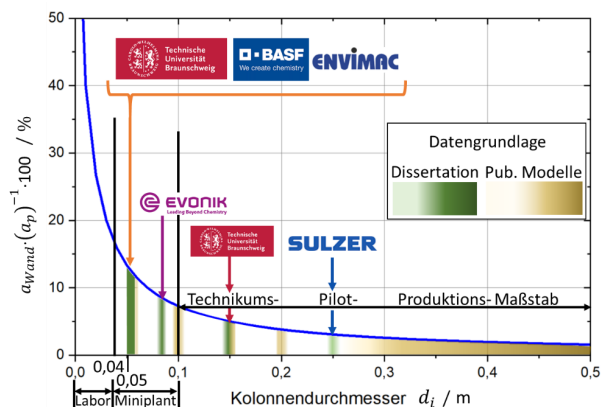


Abbildung 2.13: Kolonnenwandinfluss bei $a_p = 500 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$ Packung in Abhängigkeit des Kolonnendurchmessers bei den in dieser Arbeit betrachteten Kolonnenmaßstäben nach (Deibele et al., 1997; Spriewald et al., 2003), sowie die Unterschiede zwischen der Datengrundlage und den Maßstäben (s. Tabelle 2-3) hinter den Datensätzen der publizierten Stoffübergangsmodelle.

Scale-up-fähige Ergebnisse aus dem Miniplantmaßstab bis ca. 1 m Kolonnendurchmesser sind bei Packungskolonnen mit minimalen Durchmessern von 0,04 m ... 0,05 m möglich (Ashour et al., 2023; Deibele und Dohrn, 2006; Hofen et al., 1990; Schoenmakers und Spiegel, 2014; Spriewald et al., 2003). Trennleistungsergebnisse im Maßstab DN50 zeigten bei Messungen mit dem Rombopack-9M-Packungstyp bei verschiedenen Partnern vergleichbare Ergebnisse (Spriewald et al., 2003). Trennleistungsergebnisse im DN30-Maßstab weisen hohe Schwankungen auf. Dies wird auf Wandeffekte, der Randgängigkeit und der Wärmeverluste sowie Wandströmungen zurückgeführt. Diese Effekte stellen Herausforderungen bei der Modellierung der Fluidodynamik und dem verbundenen Stoffübergang miniaturisierter Laboraufbauten (Spriewald et al., 2003) dar. (Ashour et al., 2023; Schoenmakers und Spiegel, 2014; Spriewald et al., 2003; Staud et al., 2024).

Der Druckverlust von strukturierten Packungen schwankt in Kolonnen mit Durchmessern unter 0,91 m (Kister, 1992). Druckverlustdaten mit strukturierten Packungen (Starkweather 2014) deuten darauf hin, dass kleinere Kolonnen höhere Druckverluste aufweisen, möglicherweise durch eine höhere Anzahl an Umlenkungen der Strömungslinien des Dampfes (Olujić et al., 1999) sowie der höheren Anzahl an der Wand endenden Kanäle. Vorhersagen basierend auf akademischen Daten im Labor- und Miniplantmaßstab können daher gravierende Überschätzungen des Druckabfalls z.B. durch Randabweiser (Starkweather et al., 2014) und des Kolonnendurchmessers in industriellen Kolonnen nach sich ziehen (Mersmann, 1980; Mersmann et al., 2005; Olujić, 1999).

Es ist vielfach belegt, dass auch die Trennleistungen im Miniplant-Maßstab höher ausfallen als in Kolonnen mit größeren Durchmessern (Deibele et al., 1997; Deibele und Dohrn, 2006; Düssel et al., 2006; Spriewald et al., 2003). Der Rückgang der Trennleistung mit steigendem Durchmesser wird mit höheren Turbulenzen aufgrund von Unterschieden im Randspalt begründet. (Deibele 1997) Wie Messungen (Meier et al., 1979) belegen, kann ab dem Durchmesser von 0,16 m die Trennleistung unabhängig vom Durchmesser ausfallen,

sodass Ergebnisse aus dem DN150 Technikumsmaßstab mit großer Sicherheit auf industrielle Kolonnen übertragbar sind.

Zusammengefasst zeigen die geometrischen Maßstabseinflüsse, dass die Berücksichtigung von Wandoberflächen und Randabweiserkonfiguration entscheidend für die Maßstabsübertragung von Laborergebnissen auf Pilot- oder industrielle Maßstäbe ist. (Deibele 1997)

2.7.2 Randabweiser und Randgängigkeit

Randabweiser oder auch Wandabstreifer genannte Packungselementbänderolen sind in Kolonnen mit strukturierten Packungen entscheidend zur Reduzierung von Flüssigkeitsströmungen entlang der Wände und damit zur Reduzierung der Randgängigkeit (Stoter et al., 1993).

Insbesondere meist vollständig benetzte Geweberandabweiser leiten neben der Flüssigkeit auch Gas zurück in die Packung und erhöhen somit den Widerstand für Gasströmungen. Besonders bei hohen Flüssigkeitsbelastungen (von $20 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$ mit 1,2-Propandiol) steigt der Druckverlust bei geringerer Randspaltbreite und höherer Anzahl von Randabweisern an (Plate et al., 2021).

Die Benetzung der Packungsblech- oder Gewebeoberfläche wird in Bereichen der Randabweiser verbessert (Aferka et al., 2011). Das kann dafür sorgen, dass der Staupunkt durch lokales Fluten verschoben und somit die Kapazität der Packung verringert wird (Plate et al., 2021). Dies ist im Umfang dieser Arbeit mit Messungen in unterschiedlichen Maßstäben und Anteilen an Geweberandabweisern relevant. Messungen im DN30-Maßstab zeigen, dass Geweberandabweiser 33 % ... 50 % höhere Trennleistungen als Blechrandabweiser erzielen (Deibele, 2003). Dies ist auch darauf zurückzuführen, dass Gewebe mindestens die vierfache und Gewebepackungen die doppelte theoretische Trennstufenzahl gegenüber M500.Y Blechpackungen aufweisen (Schoenmakers und Spiegel, 2014).

Im DN150-Maßstab erhöht der Einsatz von Randabweisern zwischen Packungssegmenten die Trennleistung um 100 % im Vergleich zu Packungen ohne Randabweiser, was die Bedeutung der Flüssigkeitsverteilung verdeutlicht (Bessou, 2010). Bezogen auf den Druckverlust ist bekannt, dass der Einfluss des Randspalts bei Kolonnendurchmessern von 0,5 m ... 1 m vernachlässigbar wird, da in diesem Maßstab der Großteil des Druckverlusts durch die Flüssigkeit in der benetzten Packung erzeugt wird. (Mackowiak, 2010; Plate et al., 2021)

In wässrigen Systemen überwinden wesentliche Flüssigkeitsströmungen die Randabweiser, wodurch diese unwirksam werden (Roesler John et al., 2018). Diese Wandströmungen verursachen Bypass-Effekte, welche die Filmgeschwindigkeit in den Blechkanälen und somit dort den flüssigkeitsseitigen Stoffübergang $k_L \cdot a_{eff}$ verringern (Bessou, 2010; Roesler John et al., 2018). Der Einsatz von geeigneten Randabweisern ermöglicht die Ermittlung höhenunabhängiger $k_L \cdot a_{eff}$ in kleinen Kolonnen. Die Beseitigung von Wandeffekten durch den Einsatz von Randabweisern konnte bei einer Packungshöhe von 0,63 m (sechs Packungselemente) $k_L \cdot a_{eff}$ um bis zu 60 % erhöhen (Brunazzi & Paglianti, 1997).

2.7.3 Scale-up Methoden

Der Scale-up-Prozess erfolgt in mehreren Schritten, welche vielfach in der Literatur dargestellt sind (Deibele et al., 1997; Eiden et al., 1995; Plate et al., 2021). Zunächst wird das zu trennende Gemisch in einer sogenannten „kalibrierten“ Kolonne im Labor- oder Miniplantmaßstab getrennt, wobei die erforderliche trennwirksame Packungshöhe h_{pa} bestimmt wird (Düssel et al., 2006). Der Begriff "kalibrierte Kolonne" bedeutet, dass der Aufbau mit verschiedenen Gemischen qualifiziert wurde und mithilfe eines empirischen Modells die Trennleistung bestimmt werden kann (Eiden et al., 1995). Eine "kalibrierte Kolonne" ist demnach eine Kolonne mit einer bekannten Trennleistung für unterschiedliche

Gasbelastungen (F-Faktor) und Betriebsdrücke, basierend auf Standard-Testgemischen (Ashour et al., 2023).

Die erzielten Ergebnisse werden mit Daten aus standardisierten Referenzsystemen (C6/C7, CB/EB) (Onken und Arlt, 1989; Zuiderweg, 1969, 1952) aus anerkannten Messinstituten (Fractionation Research Inc. - FRI, Separation Research Program - SRP) verglichen, um daraus Scale-up-Faktoren abzuleiten, die häufig Sicherheitszuschläge aufgrund von Messungenauigkeiten erfordern (Hölemann und Gorák, 2006; Schoenmakers und Spiegel, 2014; Schultes, 2013). Diese Zuschläge basieren oft auf Expertenwissen (Ottenbacher et al., 2011) und werden anhand existierender Industriekolonnen geschätzt (Schultes, 2013).

Kleinere Kolonnen im Labormaßstab sind anfällig für Wandeffekte, wie Wandströmungen und Wärmeverluste, welche die Trennleistung $HETP_{lab}$ beeinflussen (Schoenmakers und Spiegel, 2014). Derartige Effekte sind in Technikums- und Pilotanlagen vernachlässigbar. Die Durchmessergränze, ab der Randeffekte weitgehend vernachlässigbar werden, liegt bei 100 mm (Deibele und Dohrn, 2006).

Um diese Wandeffekte zu berücksichtigen, wird für den Scale-up empfohlen, die im Labor und Miniplantmaßstab gemessenen Trennleistung $HETP_{lab}$ (Kister, 1992), mit dem in Gl. (2-18) dargestellten angenäherten geometrischen Korrekturterm ($4 \cdot d_{col}^{-1} \cdot a_{pa}^{-1}$) (Wu und G.K., 1987) in den Industriemaßstab ($HETP_{ind}$) zu skalieren. Somit wird die benetzte Wandfläche A_{wand} und die Packungsfläche A_{pa} , welche die Trennleistung im Labor- und Miniplantmaßstab beeinflussen, berücksichtigt.

$$\frac{HETP_{ind}}{HETP_{lab}} = \left(1 - \frac{A_{wand}}{A_{pa}}\right)^{-1} = \left(1 - \frac{4}{d_{col} \cdot a_{pa}}\right)^{-1} \quad (2-18)$$

Die Anwendung dieses Maßstabübertragungsansatzes erfordert eine konsistente Flüssigkeitsverteilung durch die identische Anzahl von Tropfpunkten pro m² im Verteiler und die gleiche Montage der Packung (Kister, 1992; Schoenmakers und Spiegel, 2014).

Außerdem tragen benetzte Randabwieser an der Packungswand signifikant zur effektiven Trennfläche bei (Aferka et al., 2011), weshalb deren Fläche entsprechend in A_{pa} berücksichtigt werden sollte (Bradt Möller, 2017). Dabei ist nicht nur die geometrische Übertragung auf größere Maßstäbe relevant, sondern auch die Übertragung auf spezielle Stoffgemische, welche nicht die idealen Eigenschaften wie die standardmäßig etablierten Testsysteme (CB/EB oder C6/C7) aufweisen und ggf. auch „störende“ Eigenschaften wie Schaumbildung oder hohe bzw. unterschiedliche Oberflächenspannungen, wie z.B. bei wässrigen Gemischen haben.

Maßstabs- und Stoffsystemübertragung

Für die Gemischübertragung und Maßstabsübertragung von Kolonnen existiert die Skalierungskorrelation (2-19) von (Schoenmakers und Spiegel, 2014).

$$HETP_{real,ind} = \frac{HETP_{real,lab}}{HETP_{test,lab}} \cdot HETP_{test,pil} \quad (2-19)$$

Bei diesem Korrelationsansatz wird die Trennleistung für das reale, zu trennende Gemisch im industriellen Maßstab $HETP_{real,ind}$ auf Basis von Laborexperimenten an einer kalibrierten Kolonne mittels des realen Gemisches $HETP_{real,lab}$ und Trennleistungsergebnissen in einer Referenzkolonne bzw. Kolonne im Pilotmaßstab mit einem standardisierten Testgemisch $HETP_{test,pil}$ berechnet.

Für spezielle Stoffsysteme (z. B. höher viskose Systeme, Feststoffsuspensionen) mit besonderen Anforderungen (z. B. niedriges Entrainment oder kleiner Druckverlust) oder für spezielle Anwendungen (z. B. Reaktivdestillationsböden mit hohen Ablaufwehren) sind zur Absicherung der Auslegung demnach sehr aufwendige Trennleistungsexperimente erforderlich. Derartige Versuche benötigen zudem fluiddynamische Untersuchungen in Kolonnen mit einem Durchmesser von mindestens 150 mm. (Pfennig, 2006)

Dennoch ist der Ansatz in Bezug auf apparative, zeitliche und stoffliche Ressourcen aufwendig. Um aufwendige und zeitintensive Experimente in mehreren Maßstäben zu reduzieren oder gänzlich zu vermeiden, wird daher in der aktuellen Forschung die Auslegung eines Apparates nur basierend auf Messungen von physikalischen und chemischen Stoffsystemeigenschaften der Realstoffgemische angestrebt (Neumann et al., 2025). In Realstoffsystemen stellen oberflächenaktive Komponenten wie Partikel oder Tenside hierbei entscheidende Einflussfaktoren dar, denn diese beeinflussen die Phasengrenzflächen (Henschke, 1995). Dieses herausfordernde Forschungsziel verdeutlicht die Notwendigkeit der Berücksichtigung der Stoffsystemübertragung beim Scale-up.

Geometrie-, Maßstabs- und Stoffsystemübertragung

Folgende Ansätze führen für eine kombinierte Maßstabs-, Einbauten- und Stoffsystemübertragung einen Scale-up Faktor (Su) ein. Nach dem Ansatz von (Düssel et al., 2006) wird nach Gl. (2-20) mit dem Scale-up Faktor die Höhe der industriellen Betriebskolonne $H_{real,ind}$ abgeschätzt. Die Bestimmung von Su ist aufgrund von Unterschieden im Stoffübergangsverhalten zwischen Test- und Realstoffgemisch und in der Praxis stets ungleich eins und erfordert geschätzte oder vergleichende Berechnungen. Die Trennleistung der Betriebskolonne $HETP_{real,ind}$ wird über die dort verwendeten Einbauten abgeschätzt. Das Verhältnis der Trennleistung ($HETP_{real,ind}/HETP_{real,lab}$) wird dabei unter Beachtung des geometrischen Maßstabesinflusses geschätzt.

$$H_{real,ind} = Su \cdot \frac{NTSM_{real,lab}}{NTSM_{real,ind}} \cdot H_{test,lab} = Su \cdot \frac{HETP_{real,ind}}{HETP_{real,lab}} \cdot H_{test,lab} \quad (2-20)$$

Der Ansatz von (Eiden et al., 1995) untergliedert den Scale-up Prozess kleinschrittiger und verwendet zur Berechnung von Su mehrere Korrekturfaktoren für die Laborkolonne (l) die Betriebskolonne (b) und die Referenzkolonne (r) (s. (2-21)).

$$H_{real,ind} = n_{th,ind} \cdot (NTSM_{real,ind} - Su)^{-1} = n_{th,ind} \cdot \left(\frac{1}{HETP_{real,ind}} - Su \right)^{-1}; Su = \frac{l}{r \cdot b} \quad (2-21)$$

2.8 Kritische Würdigung des Standes des Wissens und Forschungsfragen

Die Analyse des Wissensstands zu Einflussfaktoren auf die Trennleistung von Kolonnen identifiziert signifikante Lücken, insbesondere hinsichtlich durchmesserabhängiger Trennleistungsergebnisse. Dies betrifft sowohl experimentell gemessene Trennleistungen als auch die Stoffübergangsmodellierung im Miniplant- und Technikumsmaßstab (s. Abbildung 2.13).

Bei Miniplant-Kolonnen kann das hohe Verhältnis von Kolonnenwandoberfläche zu Kolonnenvolumen zur Wandunterkühlung führen, eine der häufigsten Fehlerquellen bei Trennleistungsmessungen (Cai, 2014). Dieser Einfluss muss systematisch untersucht und quantifiziert werden. Zudem steigt bei der Reduzierung des Kolonnendurchmessers das Verhältnis von Randspalt zu Querschnittsfläche und von Randabweiser- zu Packungsoberfläche. Die Konsequenzen für die Trennleistung sowie die Druckverluste sind bislang nicht hinreichend erforscht. Empfehlungen für einen Minstdurchmesser von 0,3 m zur Gewährleistung

zuverlässiger Daten sind nicht allgemein gültig (Billet, 1979; Olujić, 1999; Valenz, 2013), dazu widersprüchliche Ergebnisse zeigen, dass der Kolonnendurchmesser bereits ab 0,15 m keinen Einfluss auf die Trennleistung hat (Valenz et al., 2013; Meier, 1997). Des Weiteren herrscht zum Einfluss des Rand- und Eckspalts auf den Druckverlust kein Konsens: Während Valenz et al. (2013) von einem geringeren Druckverlust sprechen, berichten Olujić (1999) über höhere Druckverluste bei abnehmenden Durchmessern in nicht-perforierten Packungen. Insgesamt fehlen systematische Untersuchungen zu Wandeffekten bei der Trennleistung und den Druckverlusten im Miniplant- und Technikumsmaßstab, während der Randspalt in kleinen Kolonnen einen signifikanten Einfluss auf fluiddynamische Größen aufweist (Maćkowiak, 2010). Dabei können Randabweiser die Trennleistung erhöhen, insbesondere wenn sie hoch benetzt sind (Aferka et al., 2011; Schoenmakers und Spiegel, 2014), was in den aktuellen Modellen und experimentellen Ansätzen oft nicht hinreichend berücksichtigt wird.

Bei der Stofftransportmodellierung für nicht-perforierte Packungen in Miniplant-Kolonnen im Vergleich zum Technikums- und Pilotmaßstab ist die Berücksichtigung durchmesserabhängiger Effekte (Wandeeinfluss, Randabweiser, Packungshöhe und Packungsstöße) von entscheidender Bedeutung, da diese signifikante Einflussfaktoren auf die Trennleistung darstellen.

Die bestehenden Modelle zur Beschreibung der Trennleistung basieren oder sind validiert mit Daten aus dem Pilotmaßstab und weisen mehrere signifikante Lücken in Bezug auf thermophysikalische Eigenschaften von Gemischen in Kombination mit durchmesserabhängigen Effekten auf. Damit verbunden fehlt bislang die Berücksichtigung von durchmesserabhängigen Rand- und Eckspalten sowie der Einfluss von nicht-perforierten Packungen auf den Stoffübergang.

Die Wissenslücke bei der Skalenübertragung in der Stofftransportmodellierung zeigt sich darin, dass der Durchmesser nur in wenigen Modellen als Einflussfaktor berücksichtigt wird. Im Vergleich zu standardisierten Testsystemen erweist sich die Vorhersage von Trennleistungen von nicht-perforierten Packungen in Kombination von Gemisch-Stoffeigenschaften, wie nicht-idealen und wässrigen Gemischen für Stofftransportmodelle, als problematisch (Schultes, 2013). Daher werden in der industriellen Praxis Sicherheitsfaktoren bei der Übertragung auf andere Maßstäbe und Gemische verwendet.

Nach aktuellem Stand des Wissens gibt es kein Stoffübergangsmodell, das die exakte Beschreibung der Trennleistung von nicht-perforierten Packungen und die Komplexität der experimentell ermittelten $HETP(F_G)$ -Verläufe mit Hump in Kolonnen zuverlässig reproduzieren oder abbilden kann (Cai et al., 2003; Starrantino et al., 2023).

Aus der kritischen Würdigung des Stands des Wissens lässt sich die Notwendigkeit einer vertiefenden und detaillierteren Untersuchung der genannten Faktoren ableiten. Ziel ist es, Ungenauigkeiten in der experimentellen Trennleistungsbestimmung im Miniplant-Maßstab sowie der Modellierung im Miniplant- und Technikums-Maßstab zu identifizieren, zu quantifizieren und zu überwinden. Dies ist erforderlich, um eine optimierte Beschreibung der Trennleistungen von nicht-perforierten Packungen für den Scale-up mit unterschiedlichen Stoffeigenschaften zu erlangen.

Forschungsfragen

Auf der Basis der Lücken aus dem Stand des Wissens werden folgende Forschungsfragen hergeleitet:

1. Welche Einflüsse auf die Trennleistung im Miniplantmaßstab können auf der Basis experimenteller Daten von nicht-perforierten Packungen identifiziert werden?
2. Welche Stoffeigenschaften von idealen eng- (C6/C7) und weitersiedenden Gemischen (EtOH/BuOH) und von nicht-idealen wässrigen EtOH/Wasser-Gemischen bedingen eine Abhängigkeit der Trennleistung und der Fluidodynamik?
3. Wie korrelieren diese Einflussfaktoren beim geometrischen Maßstabsübertrag bzw. Scale-up mit der Trennleistung, und welchen Einfluss hat der Durchmesser der Anlage auf die Messung der Trennleistung, insbesondere beim Vergleich von Eckspalten und Druckverlusten?
4. Wie exakt geben die etablierten Stoffübergangsmodelle die experimentellen Trennleistungen von unterschiedlichen nicht-perforierten Packungstypen im Miniplant- und im Technikumsmaßstab wider?
5. Kann ein Modellansatz entwickelt werden, der unter Berücksichtigung des charakteristischen Buckel (Hump)-Verlaufs, Randabweiser- und Wandeinflüssen auf die geometrische Oberfläche eine genauere Beschreibung von Trennleistungen nicht-gelochter Packungen mit Maßstabs- und Stoffsystemübertragung von Miniplant- zu Technikumskolonnen ermöglicht?

3 Methodisches Vorgehen

Zur Beantwortung der Forschungsfragen wird in diesem Abschnitt das methodische Vorgehen dargestellt. Dabei werden die erforderlichen experimentellen Untersuchungen, die Anforderungen an die Stoffgemische und Rektifikationskolonnen sowie die Berechnungsgrundlagen dargelegt.

3.1 Ziele und Lösungsweg

Um den Einfluss von Randeffekten auf die Trennleistung vollumfänglich zu analysieren, bedarf es experimenteller Untersuchungen in verschiedenen Kolonnenmaßstäben. Im Miniplantmaßstab ist das erklärte Ziel, konstante Betriebsbedingungen sicherzustellen, um den Einfluss von Wärmeverlusten auf die Trennleistung isoliert quantifizieren zu können. So wird beispielsweise angestrebt, die Abweichungen im F-Faktor auf $\pm 7\%$ bzw. $\pm 19\%$ zu begrenzen.

Außerdem wird der Einfluss der Kolonnenbegleitbeheizung mit Unterkühlungs- und Überhitzungsbedingungen zur Abbildung der thermischen Randbedingung genutzt. Des Weiteren wird der Einfluss der thermischen Randbedingung auf die Trennleistung quantifiziert, indem definierte Temperaturdifferenzen zwischen -16 K und $+19\text{ K}$ eingestellt werden.

Ein weiteres Ziel der Untersuchungen im Miniplantmaßstab ist die Quantifizierung des Einflusses von Randabweisern und deren spezifische Oberfläche auf die experimentellen Trennleistungen sowie die Berücksichtigung dieser Einflussgröße in Modellgleichungen zur Beschreibung der Trennleistung.

Um die Skalierbarkeit der Ergebnisse vom Miniplantmaßstab ausgehend zu überprüfen und gleichzeitig die Unsicherheiten bei der Bestimmung der Trennleistung zu minimieren, sind vergleichbare Trennleistungsmessungen im Technikums- und Pilotmaßstab durchzuführen. Hierbei spielen insbesondere die Abhängigkeit des Druckverlustes vom Kolonnendurchmesser und dem Randspalt eine entscheidende Rolle.

Dieser maßstabübergreifende Untersuchungsansatz ermöglicht die Quantifizierung von Unsicherheiten bei der experimentellen Bestimmung der Trennleistung, welche die Grundlage für die Entwicklung von Stoffübergangsmodellen bildet. Mit den Daten soll ein genauerer Ansatz für Stofftransportmodelle für nicht-perforierte strukturierte Packungen erstellt werden, welches die unterschiedlichen Rand- und Geometrieeffekte zwischen Miniplant und Technikumsmaßstab explizit berücksichtigt.

3.2 Stoffgemische

Um die Forschungsfrage 2 (s. Kap. 2.8) zu beantworten, wird untersucht, wie verschiedene Stoffeigenschaften von idealen engsiedenden Gemischen (C6/C7), weitersiedenden Gemischen (EtOH/BuOH) und nicht-idealen wässrigen EtOH/Wasser-Gemischen die Trennleistung und die Fluidodynamik beeinflussen.

3.2.1 Gemischauswahl

Aufbauend auf der Sammlung von etablierten und nicht-etablierten Stoffgemischen (s. Tabelle 9-11 und Tabelle 9-12) wurden nach im Rahmen dieser Arbeit festgelegten Kriterien Siedepunktdifferenz, Trennfaktor, Viskosität, Gefährdungspotential, Handhabbarkeit wie z.B. Flüchtigkeit und Geruchsintensität, Korrosivität, Azeotropie, Datenverfügbarkeit und Preis folgende Stoffgemische ausgewählt.

1. Cyclohexan/n-Heptan (C6/C7): ideales, engsiedendes Gemisch ($\gamma \approx 1$)

(C6/C7 ≥ 99 %, Acros Organics, Fischer Scientific Inc.)

In Abgrenzung zu dem etablierten, idealen, engsiedenden Stoffsystem aus Chlorbenzol (CB) und Ethylbenzol (EB) weist das C6/C7-Gemisch eine stärkere druck- und zusammensetzungsabhängige relative Flüchtigkeit auf. Demgegenüber steht der Nachteil beim Einsatz von CB/EB, dass nur Berieselungsdichten bis $B = 25 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$ unter totalen Rücklaufbedingungen bei atmosphärischem Druck realisiert werden können (Kister, 1992; Ottenbacher et al., 2011). Dies ist auf das höhere Flüssigkeits-Gas-Dichte-Verhältnis von CB/EB im Vergleich zu C6/C7 zurückzuführen. Für den im Rahmen dieser Arbeit angestrebten Vergleich mit wässrigen Gemischen mit Flüssigkeitsbelastungen bis zu $B = 35 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$ und Umgebungsdruck ist das C6/C7 -Gemisch daher vorteilhafter.

2. Ethanol/1-Butanol (EtOH/BuOH): ideales weitsiedendes Gemisch ($\gamma \approx 1$)

(Ethanol: $\geq 99,86$ %, VWR Chemicals; 1-Butanol: $\geq 99,5$ %, Carl Roth GmbH & Co. KG)

Dieses Gemisch ist im Vergleich zu den anderen ausgewählten Gemischen das am wenigsten in der Literatur untersuchte, was vermutlich mit der weitsiedenden Eigenschaft zusammenhängt. Die Komponente 1-Butanol ist in diesem Umfang die Komponente mit der höchsten Viskosität.

3. Ethanol/Wasser (EtOH/Wasser): nicht-ideales wässriges weitsiedendes Gemisch ($\gamma \neq 1$)

(Ethanol: $\geq 99,86$ %, VWR Chemicals; Deionisiertes Wasser $\leq 2 \text{ } \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$)

Die Definition von "weitsiedend" bezieht sich auf die Siedetemperaturdifferenz der Reinstoffe und wurde auf $> 20 \text{ K}$ (s. Tabelle 3-2) festgelegt. Nahe des azeotropen Punkts liegt bei dem EtOH/Wasser-Gemisch auch engsiedende Bedingungen vor. Um Effekte der thermodynamischen und physikalischen Stoffeigenschaften zu trennen, wurden ein weitsiedendes wässriges und ein weitsiedendes organisches Gemisch ausgewählt, welche ähnliche thermodynamische Stoffeigenschaften, wie z.B. ähnliche maximale Triebkräfte (s. Abbildung 3.2b), aufweisen. Dadurch wird die differenzierte Betrachtung von thermodynamischen und physikalischen Effekten ermöglicht.

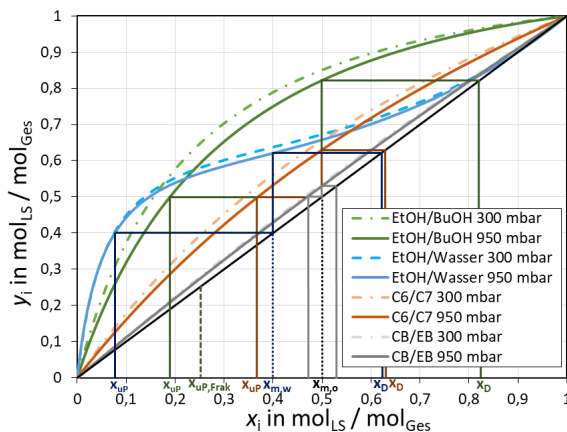


Abbildung 3.1: Trennung unterschiedlicher Gemische mit jeweils zwei theoretischen Trennstufen im x-y-Diagramm nach der McCabe-Thiele-Stufenmethode

Zur Beantwortung der Forschungsfrage nach dem Trennleistungseinfluss von weitsiedenden und engsiedenden Gemischen bei möglichst konstanten Geometrieinflüssen (Anzahl der Stoßstellen etc.) muss für alle Gemische eine relativ geringe Packungshöhe von ≤ 1 m verwendet werden. Die Ursache hierfür liegt in der geringen Anzahl theoretisch notwendiger Trennstufen, die bei den ausgewählten weitsiedenden Gemischen im Vergleich zum Standardgemisch C6/C7 zur Trennung des Gemisches erforderlich sind.

Zur Visualisierung der geringeren benötigten Trennstufenzahl sind in Abbildung 3.1 zwei Trennstufen für jedes Gemische dargestellt. Aufgrund der gemischspezifischen relativen Flüchtigkeiten (s. 2.4.6) resultieren unterschiedliche Zusammensetzungen im Destillat x_D am Kopf und unterhalb der Packung $x_{u,p}$. Dabei liegt auf der mittleren Höhe der Packung bei den organischen Gemischen eine äquimolare Zusammensetzung von $x_{m,o} = 0,5 \text{ mol}_{\text{EtOH}} \cdot \text{mol}_{\text{Ges}}^{-1}$ vor, während bei dem wässrigen Gemisch dort die Zusammensetzung von $x_{m,w} = 0,4 \text{ mol}_{\text{EtOH}} \cdot \text{mol}_{\text{Ges}}^{-1}$ vorliegt.

3.2.2 Thermodynamische Stoffeigenschaften

Unter den thermodynamischen Stoffeigenschaften werden die relative Flüchtigkeit, der Trennfaktor, der Aktivitätskoeffizient, die Triebkräfte und der Stripping-Faktor zusammengefasst. Diese Stoffeigenschaften sind abhängig von der Zusammensetzung des Gemisches. In Abbildung 3.2 werden ausgewählte Stoffeigenschaften dargestellt.

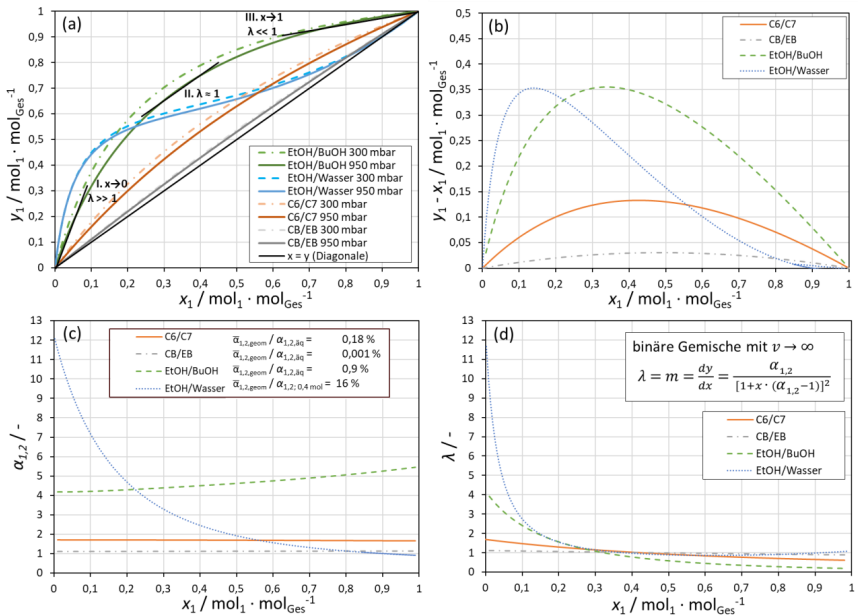


Abbildung 3.2: (a) VLEs; (b) Triebkraft $y_i - x_i$; (c) relative Flüchtigkeit $\alpha_{1,2}$; (d) Stripping-Faktor λ als Funktion der Zusammensetzung für verschiedene Gemische bei 950 mbar abs bei totalem Rücklauf

Der Stripping-Faktor λ ist nach (2-9) definiert und wird in Abhängigkeit des Stoffanteils x_1 und der relativen Flüchtigkeit $\alpha_{1,2}$ bestimmt. Die relative Flüchtigkeit der in dieser Arbeit untersuchten Gemische variiert zwischen 0,18 % ... 12 % (s. Abbildung 3.2a). Diese Variabilität von $\alpha_{1,2}$ wurde durch den Quotienten des geometrischen Mittelwertes aller relativen Flüchtigkeitwerte $\bar{\alpha}_{1,2,geom}$ und der relativen Flüchtigkeit bei äquimolarer Zusammensetzung $\alpha_{1,2,aq}$ ermittelt.

Wie in Abbildung 3.2d dargestellt, ist die Steigung $m = \lambda$ bei nicht-idealen Gemischen maßgeblich von der Zusammensetzung des Gemisches abhängig. Da der *HETP*-Wert von der GGW-Kurvensteigung bzw. dem Stripping-Faktor λ abhängt, kann der *HETP*-Wert aus Messungen mit verschiedenen Packungen und verschiedenen Zusammensetzungsbereichen nicht hinreichend genau verglichen werden (Čmelíková et al., 2021; Neukäufer et al., 2023). Daher existieren auch Auftragungen von *HETP* in Abhängigkeit von λ (Taylor und Duss, 2019).

Das EtOH/Wasser Gemisch weist bei $x_{EtOH} \rightarrow 0$ eine besonders hohe Steigung der GGW-Kurve (s. Abbildung 3.2d) und damit eine hohe Triebkraft (s. Abbildung 3.2b) auf. Es ist belegt, dass in der Folge die Trennleistung in niedrigen Zusammensetzungsbereichen erhöht wird (Marshall und Sutherland, 1927; Mendes, 2011).

Bei engsiedenden Gemischen wie Chlorbenzol/Ethylbenzol ($\alpha_{1,2} < 1,12$) kann $\lambda \approx m \approx 1$ angenommen (s. Abbildung 3.2 (a)) und die molaren Massen als ungefähr gleich groß $M_{wL} \approx M_{wG}$ betrachtet werden (Ž. Olujić, 2019). Die idealen Standard Test-Gemische (CB/EB, und Para-/Orthoxylyl) mit niedrigen relativen Flüchtigkeiten erfüllen die Anforderungen $\alpha_{1,2} < 1,2$, sodass $NTU_{OG} = n_{th}$ gilt.

In dieser Arbeit werden auch weitsiedende Gemische mit $\alpha_{1,2} > 1,3$ rektifiziert, bei denen NTU_{OG} und n_{th} voneinander abweichen und für die $HTU_{OG} \neq HETP$ gilt. Dementsprechend werden neben dem Standardgemisch C6/C7 auch weitsiedendere EtOH/BuOH Gemische mit symmetrischen "konvergenten" Gleichgewichtskurven sowie nicht-ideale EtOH/Wasser Gemische mit nach (Chilton und Colburn, 1935) bezeichnete unsymmetrischen „divergente“ Gleichgewichtskurven eingesetzt.

Die untere Reinstoffecke befindet sich an den unteren Grenzen bei $x_1 \rightarrow 0 \text{ mol}_{EtOH} \cdot \text{mol}_{Ges}^{-1}$. Die obere Reinstoffecke liegt bei $x_1 \rightarrow 1 \text{ mol}_{EtOH} \cdot \text{mol}_{Ges}^{-1}$. Eine Ausnahme davon bildet das EtOH/Wasser-Gemisch aufgrund des azeotropen Punkts bei $x_1 \rightarrow 0,89 \text{ mol}_{EtOH} \cdot \text{mol}_{Ges}^{-1}$.

3.2.3 Physikalische Stoffeigenschaften

Für die Beantwortung der in Kap. 2.8 genannten Forschungsfragen 2 und 3 sind die physikalischen Stoffeigenschaften entscheidend. Diese in Tabelle 3-1 dargestellten physikalischen Stoffeigenschaften beeinflussen die fluiddynamischen Berechnungen (s. Kap. 3.5.3), die experimentellen Trennleistungen und die berechneten Trennleistungen auf Basis von Stoffübergangsmodellierungen.

Tabelle 3-1: Stoffparameter der verwendeten Reinstoffe bei Siedetemperatur bei 1 bar abs

Stoffparameter	Einheit	C6	C7	1-Butanol	Ethanol	Wasser
T_s	°C	78,8	96	118	78	99,6
ρ_L	kg · m ⁻³	720,5	632,2	761,7	736,2	948
ρ_g	kg · m ⁻³	2,74	3,09	2,28	1,56	0,58
Δh_v	kJ · kg ⁻¹	355,2	330,4	642,0	850,4	2265
μ_L	mPa · s	0,58	0,37	1,6	0,46	0,29
σ_L	mN · m ⁻¹	18,1	12,8	20	17,5	58,2

Die Stoffeigenschaften Dichte, Viskosität, Gemischtemperatur für die Gas- und Flüssigphasen der Gemische sind mit DIPPR-Gleichungen berechnet worden. Die Berechnungen der physikalischen Stoffeigenschaften sowie der benötigten DIPPR-Parameter sind in Anhang B aufgeführt.

Die Gegenüberstellung der maximalen Differenzen der physikalischen Stoffeigenschaften in Tabelle 3-2 zeigt die Abweichungen der physikalischen Eigenschaften zwischen wässrigen und organischen Gemischen. Nur die Siedetemperaturdifferenz ΔT_s und die Viskosität der Flüssigkeit $\Delta \mu_L$ fallen im Vergleich zu den Stoffeigenschaften von EtOH/Wasser ähnlich zum C6/C7-Gemisch aus.

Tabelle 3-2: Differenzen (Schwersieder - Leichtsieder) zwischen Stoffparametern der verwendeten Rein-
stoffe der binären Gemische bei Siedetemperatur bei 1 bar abs

Stoffparameter	Einheit	C6/C7	Ethanol/1-Butanol	Ethanol/Wasser
ΔT_s	K	17,2	40	21,6
$\Delta \rho_L$	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	-88,3	25,5	211,8
$\Delta \rho_g$	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	0,35	0,72	-0,98
$\Delta(\Delta h_v)$	$\text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1}$	-24,8	-208,4	1414,6
$\Delta \mu_L$	$\text{mPa} \cdot \text{s}$	-0,21	1,14	-0,17
$\Delta \sigma_L$	$\text{mN} \cdot \text{m}^{-1}$	-5,3	2,5	40,7

Für die Berechnungen der physikalischen Stoffeigenschaften des C6/C7-Gemisches wurden die Parameter aus (Pöschmann et al., 2023) verwendet. Die zur Verfügung gestellten Koeffizienten und Gleichungen für das EtOH/BuOH- und EtOH/Wasser-Gemisch stammen aus der Stoffdatenbank PaDaBa der BASF SE.

Die in Tabelle 3-1 und Tabelle 3-2 dargestellten physikalischen Stoffeigenschaften sind in Abbildung 4.17 im Kontext der Diskussion der Ergebnisse in Abhängigkeit der Gemischzusammensetzung aufgetragen.

3.3 Versuchsmatrix und Packungscharakterisierung

3.3.1 Versuchsmatrix

Die gesamte Versuchsmatrix (s. Tabelle 3-3) gliedert sich nach zwei Packungstypen in zwei Gruppen (A, B). In den Rektifikationskolonnen ist entweder ein RMP-N®-ähnlicher (*RVT Process Equipment GmbH*) oder ein Mellapak®-ähnlicher (*Sulzer Chemtech AG*) Packungstyp untersucht. Im Folgenden wird der Mellapak-ähnliche Packungstyp mit der Bezeichnung „S500.Y“ und der RMP-N-ähnliche Packungstyp mit „R500.Y“ bezeichnet. Zur Validierung der Trennleistungsergebnisse aus dem DN50 Maßstab wurden beide Packungstypen in einer Anlage vermessen.

Die Trennleistungsmessungen wurden bei zwei Drücken 950 mbar abs und 300 mbar abs durchgeführt. Messungen bei einem Zwischendruck, z.B. $p = 330$ mbar abs sind üblich (Ottenbacher et al., 2011), werden aber als überflüssig angesehen, da der zusätzliche Informationsgewinn möglicherweise minimal ist (Olujic et al., 2008).

Tabelle 3-3: Versuchsmatrix zur Übersicht der hier dargestellten Versuchsreihen nach Experimentalgruppen A und B, Stoffgemischen, Kolonnenmaßstab, Packungsbethöhe und Packungstyp.

		Messzelle	Miniplantmaßstab				Technikum-/Pilotmaßstab	
Gruppe A	Mellapak® ähnliche 500.Y	MC (TU Berlin)	DN50 C6/C7 (TU BS)		DN50 (BASF)	DN80 (EVONIK)		DN250 (SULZER)
Gruppe B	RMP-N ähnliche 500.Y		DN50 (TU BS)	DN50 (ENVIMAC)			DN150 (TU BS)	
Ideal engsied.- organisch		X	X	X	X	X	X	X
950 mbar Bethöhe / m	C6/C7	0,2	0,563	0,46; 1,5	0,612	0,615	0,57	1,012
300 mbar Bethöhe / m		0,2	0,563	0,46; 1,5	0,612	0,615	0,57	1,012
weitsiedend - wässrig		X	X	X	X	X	X	
950 mbar Bethöhe / m	EtOH / Wasser		0,563	0,46	0,408	0,615	0,57	
300 mbar Bethöhe / m			0,563	0,46	0,408	0,615	0,19; 0,57	
weitsiedend - organisch	Ethanol / 1-Butanol	X	X	X	X	X	X	
950 mbar Bethöhe / m			0,563	0,46	0,612	0,615	0,57	
300 mbar Bethöhe / m			0,563	0,46	0,612	0,615	0,57	

3.3.2 Packungscharakterisierung

Die Packungsbetten unterscheiden sich durch unterschiedliche Packungselementhöhen. Für Miniplant-Kolonnen mit geringer Packungshöhe (ca. 2 m) wird die Verwendung von halbhohen Packungselementen empfohlen, um die Anzahl der Packungsstoßstellen zu erhöhen. Dadurch werden die Packungskolonnen im Labormaßstab hinsichtlich des Verhältnisses von Packungshöhe zu Durchmesser besser mit den Kolonnen im Industriemaßstab vergleichbar. (Neumann et al., 2025)

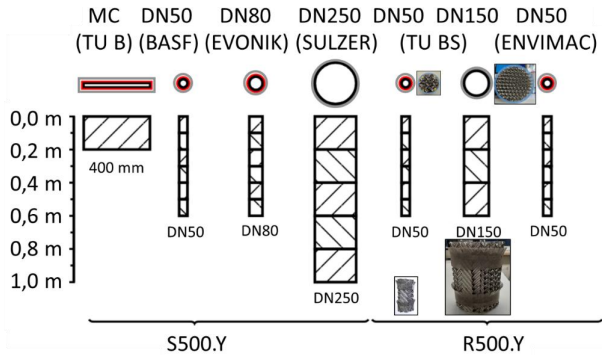


Abbildung 3.3: Vergleich der Rektifikationsanlagen und Packungselemente in der Drauf- und Frontalansicht nach (Neumann et al., 2025). Die Begleitheizungen sind in rot und die passive Isolierung in grau dargestellt

Mit abnehmendem Packungsdurchmesser sind Randspalte und Randabweiser in ihrer Größe und Rolle nicht zu vernachlässigen. Packungen im Miniplant-Maßstab erlauben keine ideale Packung, d.h. ein erheblicher Randspalt des Querschnitts bleibt ungefüllt und kann vom Gas zum Umströmen der Packung („Bypass“) genutzt werden. Daher wird jede Packungslage um 45 ° ($\leq$ DN80) oder um 90 ° ($\geq$ DN150) gegenüber der angrenzenden Packungslage gedreht. Der Rotationswinkel der Packung führt zu einer Umlenkung des Gases in die schrägen Kanäle des nachfolgenden Elements, reduziert den Bypassanteil der Gasströmung und führt in Übereinstimmung mit der Literatur (Fitz, et al., 1999; Neumann et al., 2025; Pavlenko et al., 2019; Staud et al., 2024) keinen signifikanten Einfluss auf den Druckverlust.

Diese packungscharakteristischen Geometrieparameter (s. Tabelle 3-4) ähneln sich zwischen der R500.Y und S500.Y und der Mellapak 500.Y Packung (Haidl et al., 2017), mit Ausnahme der Blechstärke, welche bei der S500.Y Packung etwa doppelt so groß ausfällt wie die Blechstärke der R500.Y Packungsbleche.

Tabelle 3-4: Geometrieparameter der RMP-ähnlichen R500 Y Packung im Maßstab DN50 und DN150

Parameter	Sim.	Einheit	DN50	DN150	Gleichung, sofern berechnet
Packungsmaße (Höhe x Durchmesser)	$h_{pa.el.}$ x $d_{pa.el.}$	mm	95 x 45	95 x 45	gemessen
Anzahl Elemente	$n_{pa.el.}$	-	6	3	gemessen
Packungshöhe	h_{pa}	m	0,563	0,57	gemessen
Anstellwinkel	α	°	45	45	gemessen
Wellenkanten- winkel	β	°	90	90	gemessen
Seitenlänge senkrecht zur Kanalachse	s	mm	8,18(7)	8,18(7)	$s = \sqrt{\left(\frac{b^2}{4} + h_{corr}^2\right)}$; Gl. (3-1)
Basislänge der Wellung	b	mm	9,933(5)	10,00(4)	gemessen
corrugation base horizontal	b'	mm	14,38(6)	14,78(5)	gemessen
corrugation height	h_{corr}	mm	6,5(8)	6,5(8)	gemessen
Blechstärke	δ	mm	0,1(2)	0,1(2)	gemessen
Porosität	ε	%	97,5 *	97,5 *	$\varepsilon = 1 - (a_p \cdot \delta \cdot 2^{-1})$; Gl. (3-2)
Höhe Randabweiser	h_{RAW}	mm	29,3(2)	50,0(2)	gemessen
Geometrische spez. Oberfläche	a_p	m ² ·m ⁻³	506,8	505,3	$a_p = 4 \cdot s \cdot b^{-1} \cdot h_{corr}^{-1}$; Gl. (3-3)
spezifische Rand- und Eckspaltfläche	a_{spalt}	m ² ·m ⁻³	231,8	64,9	$a_{spalt} = (A_{cs} - \sum A_{Bleche}) / A_{cs}$ Gl. (3-4)
Spezifische Oberfläche Randabweiser	$a_{RAW,el}$	m ² ·m ⁻³	89,2	27,4	$a_{RAW,el} = \frac{2 \cdot h_{RAW} \cdot d_{p,el} \cdot \pi \cdot a_{RAW}^{**}}{h_{p,el} \cdot d_{i,col} \cdot \pi}$ Gl. (3-5)
Spez. Oberfläche der inneren Kolonnenwandung	a_{wand}	m ² ·m ⁻³	80	28,5	$a_{col} = \frac{h_{pa,el} \cdot d_i \cdot \pi}{h_{p,el} \cdot \pi / 4 \cdot d_{i,col}^2}$ Gl. (3-6)
Oberfläche der Mikrostruktur	a_{Mikro}	m ² ·m ⁻³	42,2	42,2	***
Sekundäre Oberfläche	a_{sek}	m ² ·m ⁻³	211,4	98,1	$a_{sek} = a_{RAW,el} + a_{wand} + a_{Mikro}$ Gl. (3-7)
Korrigierte geom. Oberfläche	a_{pa}	m ² ·m ⁻³	486,4	538,5	$a_{pa} = a_p + a_{sek} - a_{spalt}$; Gl. (3-8)

* gleich, wie bei M500.Y (Bradt Möller und Scholl, 2015)

** nach (Blass, 1964)

*** linear extrapoliert auf $h_{corr} = 6,5$ mm aus a_{Mikro} von $h_{corr} = 6$ mm nach (Xia et al., 2023)

Die Bezeichnung 500 steht für die nominale spezifische geometrische Oberfläche in $\text{m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$. Die relativ hohe spezifische Oberfläche von $500 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$ wurde eingesetzt, um insbesondere im Miniplant-Maßstab den Querschnitt zu einem hohen Grad auszufüllen und möglichst geringe Randspalte zu erreichen. Für die in dieser Arbeit untersuchten 500.Y Packung mit $\alpha = 45^\circ$ fällt die Anzahl an Biegungen der Strömungsrichtungen (s. 2.6.2-Druckverlust) im Vergleich zu Packungen im DN50-Maßstab mit $\alpha = 60^\circ$ um 29 % höher aus (Green und Perry, 2007). Für die im Folgenden behandelten Miniplantkolonne ergeben sich durch die unterschiedlichen Konfigurationen der Packungselemente 83 % mehr Biegungen als in der Technikumskolonie im Maßstab DN150 (Aferka et al., 2011).

Der Gesamtwert der Porosität beträgt $\varepsilon = 97,1\%$ wenn alle Querschnitte berücksichtigt werden. Ein höherer Wert, nämlich $\varepsilon = 97,5$ ergibt sich, wenn nur Querschnitte ohne Randabweiser berücksichtigt werden. Dieser letzte Wert entspricht der vom Hersteller angegebenen Nennporosität, bei der der Beitrag der Randabweiser berücksichtigt wird. Die korrigierte geometrische Oberfläche liegt mit $485 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$ (DN50, TU BS) geringfügig höher als der aus tomographischen Messungen bekannte Wert $450 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$. (Aferka et al., 2011)

Randabweiser

Die Randabweiser können erheblich zur effektiven Trennoberfläche beitragen, wenn sie benetzt werden. In solchen Fällen sollte die Oberfläche der benetzten Randabweiser durch die Annahme von a_{wand} oder a_p entsprechend berücksichtigt werden (Aferka et al., 2011; Bradtmöller, 2017).

Daher werden in diesem Rahmen die durch Randabweiser erhöhte spezifische Oberfläche pro Packungselement berechnet. Diese Werte $a_{RAW} = 27,4 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-3} \dots 89,2 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$ (s. Tabelle 3-4) liegen in dem Bereich von dem Literaturwert $a_{RAW,el} = 43 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$ (Green und Perry, 2007). Dies verifiziert die hier berechneten spezifischen Oberflächen der Randabweiser.

Die Oberfläche der Randabweiser wurde über die spezifische Oberfläche nach (Blass, 1964) berechnet. Die dazu verwendeten Geometriedaten stammen aus mikroskopischen Messungen (s. Abbildung 3.4). Das Randabweisergewebe ist ein Siebgewebe, dessen Porosität nach Gl. (3-9) und dessen spezifische geometrische Oberfläche nach Gl. (3-10) berechnet wurde.

$$\varepsilon = 1 - \frac{\pi}{4} \cdot \frac{\frac{L_{KM}}{d} + \frac{L_{SM}}{d}}{\sigma_q^2 \cdot (\sigma_{LK} + 1)} \quad (3-9)$$

$$a_{RAW,el} = \frac{4}{d} \cdot (1 - \varepsilon) \quad (3-10)$$

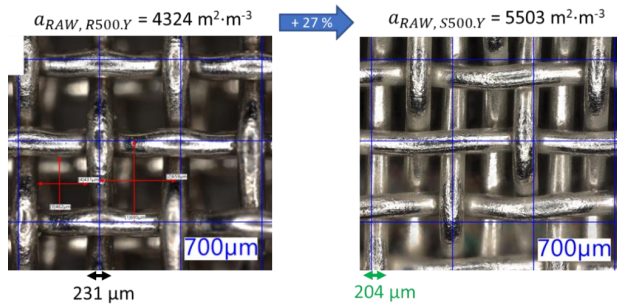


Abbildung 3.4: Mikroskopische Aufnahme der Maschen des Randabweiser (RAW) - Materials

Die Flüssigkeit sammelt sich bevorzugt im Querschnitt an, die von einem Randabweiser umgeben sind. Diese lokalen Flüssigkeitsansammlungen können zu einem vorzeitigen Fluten führen. (Aferka et al., 2011)

Ergebnisse aus vergleichbaren Messungen wie in dieser Arbeit in einer DN150 mit geringen Packungshöhen von 0,42 m ... 1,68 m (M250.Y) zeigen, dass es mit effektiveren Randabweisern möglich ist, höhenunabhängige $k_L \cdot a$ -Werte zu messen, die denen entsprechen, die in einer Kolonne mit DN300 mm Durchmesser und Standard-Wandabstreifern erzielt wurden (Roesler John et al., 2018). Dies verdeutlicht die Relevanz der Randabweiserkonfiguration, insbesondere im Miniplantmaßstab.

Um den Einfluss der Randabweiser systematisch zu untersuchen und zugleich einen Vergleich der beiden Packungstypen R500.Y und S500.Y zu ermöglichen wurden verschiedene Randabweiserkonfigurationen betrachtet.

1. Dazu wurden im ersten Schritt der Randabweiseranteil der R500.Y um 50 % erhöht, wobei das Höhenverhältnis von Randabweiser (RAW) zu Packungselement (pa.el) wie bei der S500.Y konstant bleibt (s. Abbildung 3.5).
2. Im zweiten Untersuchungsschritt wurde der S500.Y-Randabweiser mit ebenfalls gleichen Höhen- und Zungenlängen an die R500.Y-Packung montiert, um den Einfluss des Randabweisers zu isolieren. Mit der Zungenlänge wird die Einschnitttiefe an den Geweberandabweisern bezeichnet.

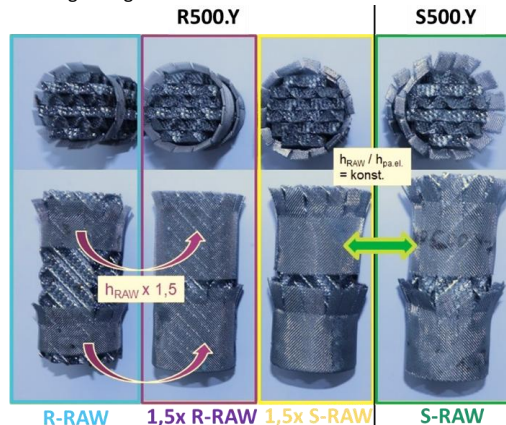


Abbildung 3.5: Photographien der Packungen bei Variation der Randabweiserkonfiguration

Die verbleibenden Unterschiede betreffen den Randspalt, das Material, die Blechdicke und die Mikrostruktur des Packungsblechs. Die S-Randabweiser haben eine 66,5 % größere Oberfläche als die modifizierten R-Randabweiser, welche hauptsächlich auf einen engeren Abstand zwischen den Drähten und die größere Gewebedicke zurückzuführen ist.

Die S-Randabweiser, wie auch die modifizierten R-Randabweiser, ummanteln die gesamte Packung (s. Abbildung 3.5). Insgesamt ist die spezifische Oberfläche der Mellapak-ähnlichen 500.Y (S500.Y) Packung 14,1 % größer und der Anteil der Randabweiser an der gesamten spezifischen Oberfläche ist im Vergleich zu der modifizierten RMP-N-ähnlichen 500.Y (R500.Y) Packung um 11 % größer.

Die Vergrößerung der RAW-Höhe erwirkt eine Steigerung der spezifischen Randabweiseroberfläche um 66,7 %. Dadurch ist der Anteil der Randabweiser an der gesamten spez. Oberfläche der Packung um 7 % gestiegen, während die gesamte Oberfläche der Packung um 23,8 % gestiegen ist. Außerdem hat, wie in Abbildung 3.5 dargestellt, die von den Randabweisern ummantelte Fläche der Packungsbleche deutlich zugenommen.

3.4 Aufbau und Betrieb von Rektifikationsanlagen

Der Aufbau und der Betrieb von Rektifikationsanlagen zur Trennleistungsmessung sind von zentraler Bedeutung, da diese die folgenden häufigsten Fehlerursachen bedingen: 1. Instrumentierung, 2. Probenahme, 3. Zusammensetzungsanalyse, 4. Wärmeverluste und 5. instabile Zustände (Cai, 2014). Nach der Vorstellung des Aufbaus von zwei Rektifikationsanlagen wird auf die Berücksichtigung dieser Fehlerursachen im Apparateaufbau und im Betrieb eingegangen.

3.4.1 Anlagenaufbau DN50

Die verwendete Rektifikationskolonne im DN50 Miniplantmaßstab ist in der Abbildung 3.6 vereinfacht dargestellt. Die Anlage beinhaltet einen begleitbeheizten Glaskolonnenschuss, welcher durch das Thermalöl (Renolin Therm 320) beheizt oder gekühlt werden kann. Die nach Ein- und Auslauftemperaturen TR302 und TR303 geregelte Wandtemperatur wird genutzt, um Versuche mit adiabatischen, überhitzten oder unterkühlten Bedingungen durchzuführen.

Die Flüssigkeitsvorlage von 3,3 L im Sumpf wird mithilfe des elektrischen Einsteckheizers (Friedrich Schulze GmbH; EHK 6,6 kW) verdampft. Der Leistungseintrag wird gesteuert und damit die resultierenden Gas- und Flüssigkeitsmassenströme sowie die Gasbelastung. Der Dampf aus dem Naturumlaufverdampfer wird über einen Kamin-Gasverteiler, der auch als Flüssigkeitssammler dient, in die Kolonne eingeleitet. Der Abstand des untersten Packungselements zum Boden beträgt mindestens 300 mm, der Abstand zum Sammler 85 mm. Dies übersteigt die empfohlene Länge von mindestens dem inneren Kolonnendurchmesser (50 mm) (Ottenbacher et al., 2011).

Am Kolonnenkopf befindet sich ein Glaswärmeübertrager, der den Brüden total kondensiert. Der vollständige Rücklauf aus dem Destillatbehälter wird über Einstellungen der Handventile V103 und V104 für a) Trennleistungsmessungen im Gegenstrom in den Kopf der Kolonne gepumpt (Zahnradpumpe P100; 201877-F; Scherzinger Pumpen GmbH & Co.KG) oder b) zur Messung des Wandstroms und des Druckverlusts ohne Gegenstrom für Versuche mithilfe der Pumpe P100 in den Sumpf geleitet. Der Massenrückfluss wird mit einem Coriolis-Durchflussmesser (Optimass 3400 C, KROHNE Messtechnik GmbH) gemessen. Die Unterkühlung des flüssig eintretenden Rücklaufstroms bezogen auf die Kopftemperatur TR103 wird mithilfe des elektrischen Vorheizers (3,6 kW; FLUENT; Watlow Electric Manufacturing Co.) geregelt. Bei zukünftigen Versuchen sollte zusätzlich zum Durchlauferhitzer zur Vorwärmung ein Heizdraht um das Metallrohr gelegt und verwendet werden, um eine trägere und weniger sprunghafte Temperaturregelung zu ermöglichen. Der Prozessdruck wurde über eine drehzahlgeregelte Vakuumpumpe (Vario 2000, Vacuumbrand GmbH), welche in Reihe nach einem Behälter und einer Kühlfalle

angeschlossen war, eingestellt. Die Kühlfallen wurden mit einem Eiswasser/Aceton-Gemisch ($-15\text{ }^{\circ}\text{C}$... $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$) betrieben.

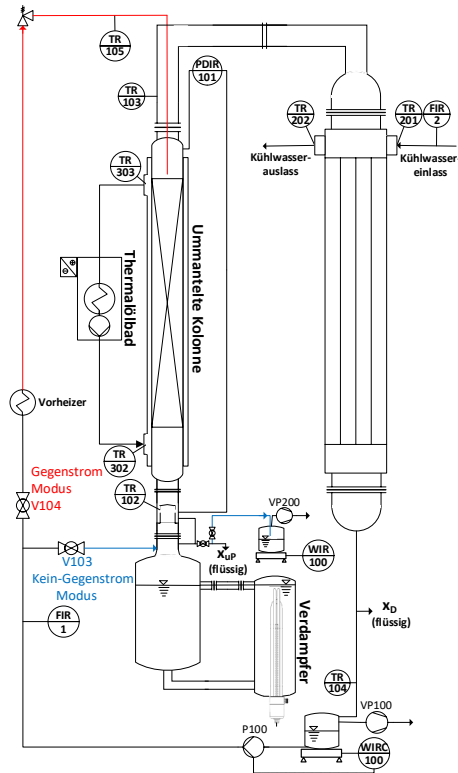


Abbildung 3.6: Vereinfachtes Fließbild der DN50 Rektifikationsanlage an der TU Braunschweig

3.4.2 Anlagenaufbau DN150

Der Aufbau der verwendeten DN150 Anlage im Technikumsmaßstab (s. Abbildung 3.7) beinhaltet einen Zwangsumlaufverdampfer ($A_V = 2,1\text{ m}^2$, $\sim 55\text{ kW}$), eine Glaskolonne (2,7 m), und einen Kondensator ($A_V = 2,3\text{ m}^2$). Der Verdampfer besteht aus einem Rohrbündelwärmeübertrager mit 22 Rohren mit den Abmessungen $ID \times s \times l = 20 \times 2 \times 1500\text{ mm}$.

Dieser Rohrbündelwärmeübertrager wird mantelseitig mittels Heizdampf (12 ... 14 bar abs, max. $188\text{ }^{\circ}\text{C}$) betrieben, welcher mit den Regelventilen V101 und V102 zwischen 1 ... 7 bar abs (max. $165\text{ }^{\circ}\text{C}$) geregelt eintritt und somit die Heizleistung bestimmt. Das vollständig auskondensierte Heizdampfkondensat wird im Behälter B101 gesammelt und der Massenstrom wird zur Wärmebilanzierung mit der Waage W100 ermittelt.

Die Flüssigkeit im Kolonnensumpf wird durch die Pumpe P200 umgewälzt und durch den Wärmeübertrager geleitet, wo ein Teil der Flüssigkeit verdampft. Der Dampf steigt durch die Glaskolonne

nach oben in das Packungsbett. Das Packungsbett (0,2 m - 1 Element; 0,57 m - 3 Elemente) wird ganz oben in der Kolonne montiert, um zu vermeiden, dass Leerschüsse oberhalb der Packung überhitzt werden müssen. Somit wird wilder Rücklauf (Wandstrom) vermieden, welcher zu undefinierter Trennleistung außerhalb der Packung führt.

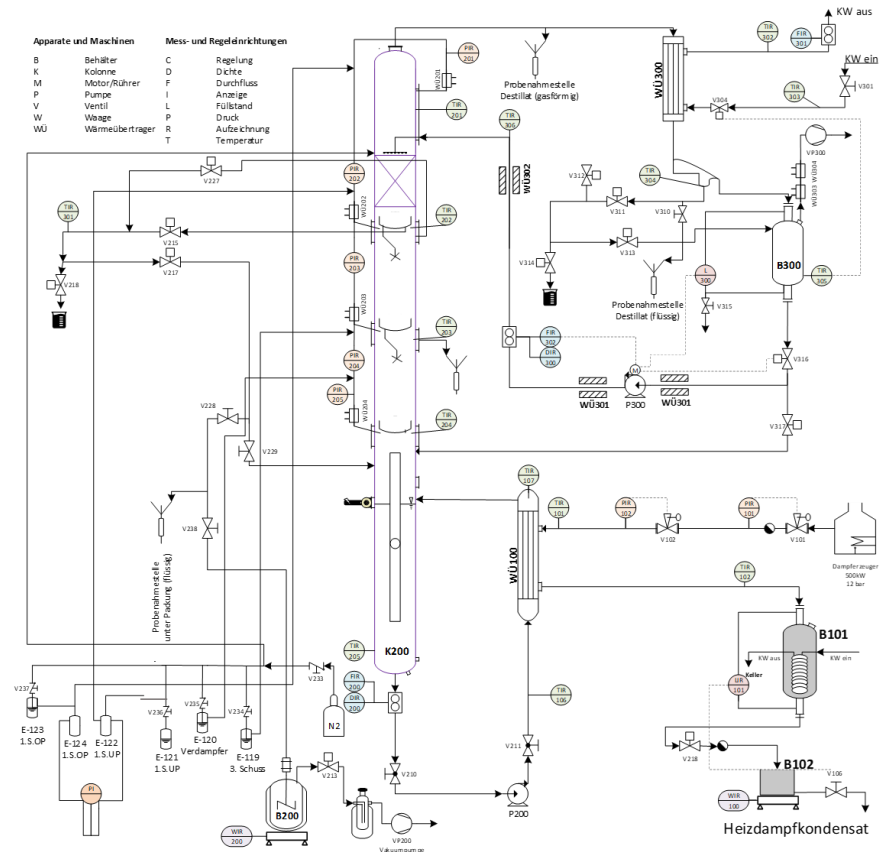


Abbildung 3.7: Vereinfachtes Fließbild der DN150 Rektifikationsanlage an der TU Braunschweig

Darüber hinaus wurde die aus dem Packungsbett abfließende Flüssigkeit direkt unter dem Packungsbett gesammelt, sodass keine sekundäre Stoffübergangsoberfläche (Song et al., 2018, 2017) durch Tropfen, die in den Sumpf abtropfen, entsteht. Unterhalb des Packungsbettes befindet sich in einem Abstand von 130 mm ein Flüssigkeitssammler, welcher über den gesamten Querschnitt die Flüssigkeit sammelt und so eine Querschnittsprobe ermöglicht.

Um die im Gegenstrom geführte Flüssigkeit in der Packung mit dem aufsteigenden Gas in Kontakt zu bringen und einen Wärme- und Stoffaustausch zu ermöglichen, befindet sich 10 mm oberhalb der Packung ein Flüssigkeitsverteiler ($B = 656,15 \text{ m}^2$). Der Einfluss des Flüssigkeitsverteilers und der Tropfstellendichte sowie der Abstand zwischen Packung und Sammler wurde ebenfalls untersucht (Wu, 2023).

Am Kolonnenkopf befindet sich der Kondensator WÜ300, dessen Kühlwasserzufuhr in Abhängigkeit von der Temperatur des im Behälter B300 aufgefangenen Destillats geregelt wird. Der Füllstand in B300 wird mit einer Radarsonde (Levelflex FMP51; Endress+Hauser GmbH & Co. KG) gemessen, die zur Dämpfung von Füllstandsschwankungen in einem Bypass geführt wird. Mithilfe der Zahnradpumpe P300 (205565-A; Scherzinger Pumpen GmbH & Co.KG) wird der Füllstand auf einen konstanten Wert geregelt, um einen konstanten Rücklaufstrom zu erhalten. Der Betriebsdruck wird mit einer Vakuumpumpe geregelt, die an den Behälter B300 angeschlossen ist. Zwischen der Vakuumpumpe und dem Behälter B300 sind oberhalb des B300 zwei Hochleistungskühler (WÜ303 und WÜ304) installiert, die mit einem Gemisch ($0,3 \text{ g}_{\text{MEG}} \cdot \text{g}_{\text{Ges}}^{-1}$) aus Monoethylenglykol/Wasser ($-18 \text{ }^{\circ}\text{C}$) leicht flüchtige Komponenten kondensieren und in den Behälter B300 zurückfließen lassen. Dadurch werden Verluste über lange Versuchszeiten erfolgreich vermieden.

Aufgrund des stark unterkühlten kondensierten Destillats ist zur Anwärmung des Rücklaufstroms auf die gewünschte Temperatur (s. 3.4.5) der gleiche Durchlauferhitzer wie in der DN50 Anlage WÜ302 (3,6 kW; FLUENT; Watlow Electric Manufacturing Co.) und eine Heizschnur WÜ301 (1,7 kW; HSTDD/200; Hillesheim GmbH) als Begleitheizung installiert. Der Rücklaufmassenstrom wird mittels des Coriolis-Durchflussmessgeräts F302 (Optimass 1300C S15, KROHNE Messtechnik GmbH) ermittelt.

3.4.3 Kolonnenwandisolierung und -beheizung

Für reproduzierbare, skalenunabhängige Trennleistungsergebnisse müssen Wandeffekte, die bei der Miniaturisierung von Kolonnen zunehmen, minimiert werden. Dazu müssen adiabatische thermische Randbedingungen, insbesondere im Miniplantmaßstab, gewährleistet werden (Deibele et al., 1997; Deibele und Dohrn, 2006; Graham et al., 2020; Schoenmakers und Spiegel, 2014). Die Einhaltung adiabatischer Bedingungen ist relevant, da durch überhitzte oder unterkühlte Kolonnenwände der Einfluss der Benetzung von Kolonnenwänden und wandnahen Randabweisern auf die Trennleistung zunimmt (Staud et al., 2024). In Miniplant-Anlagen können inhomogene axiale und radiale Dispersionseffekte signifikante Auswirkungen auf die Trennleistung haben (Fitz, et al., 1999; Hufton et al., 1988; Zuiderweg et al., 1997). In Kolonnen im Miniplant-Maßstab mit einem Höhen-Durchmesser-Verhältnis von 16 entfällt auf den Wandeffect, selbst mit Isolierung (Eckert und Walter, 1964), etwa 15 % der Trennleistung (Deibele et al., 1997).

Die Miniplant- und kleineren Technikumskolonnen der Maßstäbe (DN50, DN80) bestehen aus Glaskolonnen und besitzen daher eine aktive elektrische Begleitbeheizung, welche zusätzlich mit einer passiven wärmeisolierenden Dämmschicht isoliert wurden (s. Abbildung 3.3). Neben der Öl-Begleitheizung (DN50, TU BS) wurden vakuumierte, verspiegelte Kolonnen, welche mit einem luftgefüllten Spalt eingeschalt und mit elektrischen Begleitheizungen beheizt werden, eingesetzt (DN50, S500.Y, $h_{pa} = 0,61 \text{ m}$). Mit einer Vakuumisolierung von einer 1 m hohen Kolonne mit 50 mm Innendurchmesser werden Wärmeverluste von $0,2 \text{ W}\cdot\text{K}^{-1}$ erreicht (Deibele und Dohrn, 2006). Ziel bei dem Betrieb von elektrischen Begleitheizungen ist es, eine Temperaturdifferenz von $<0,2 \text{ K}$ zwischen der Kolonneninnentemperatur und dem Heizmantel zu erreichen (Deibele und Dohrn, 2006).

Da im Vergleich zu Miniplantkolonnen im Technikumsmaßstab eine passive Temperaturkontrolle durch das Aufbringen von Isolierschichten mit Dämmmaterialien wie Mineralwolle oder Kautschuk (Armaflex HT®) ausreichend ist (Ashour et al., 2023; Bradtmöller, 2017; Deibele und Dohrn, 2006), sind bei Kolonnen im Maßstab DN150 und DN250 keine aktiven Begleitbeheizungen betrieben worden.

In diesen Technikums- und Pilotmaßstab sowie in industriellen Kolonnen sind die Wärmeverluste durch die Kolonnenwände an die Umgebung aufgrund des geringen Oberflächen-zu-Volumenverhältnisses praktisch vernachlässigbar (Ashour et al., 2023; Roach, 2017; Walk et al., 2021). Der Einfluss der Wand nimmt linear mit dem Höhen-Durchmesser-Verhältnis der Kolonnen zu. Unterkühlte Wände verursachen

Wärmeverluste über die Kolonnenwand und führen zu Flüssigkeitsfilmen an Kolonnenwänden, der eine Flüssigkeitsfehlverteilung darstellt. (Eckert und Walter, 1964) Das Zuführen von Wärme über die Kolonnenwand reduziert diese Maldistribution (Ashour et al., 2023). Weitere Informationen zu den Anforderungen an die aktive und passive Dämmung (siehe Anhang H, H.1) sowie zu den im diesem Umfang eingestellten Wandtemperaturen finden sich in (Staud et al., 2024).

3.4.4 Fluidverteilung

Der Flüssigkeitsverteiler im Kolonnenkopf wurde unter Beachtung der Vorgabe < 50 mm (Neumann et al., 2025) mit einem Abstand von 10 mm ... 20 mm oberhalb des Packungsbettes montiert. Eine ungleichmäßige Dampfströmung wurde durch die Gestaltung des Flüssigkeitssammlers und des Einleitrohrs vermieden. Der freie Strömungsquerschnitt im Flüssigkeitssammler füllt < 40 % von den Kolonnenquerschnitten aus (Olujć et al., 2008).

Im Vergleich zu den üblicherweise genutzten Flüssigkeitsverteilern (s. Tabelle 2-5), sind in dieser Arbeit Flüssigkeitsverteiler mit einer erhöhten Tropfstellendichte von 656 m^{-2} (DN150) und 509 m^{-2} (DN50) eingesetzt worden. Dies ist vor dem Hintergrund relevant, dass Maldistribution von Dampf oder Flüssigkeit insbesondere bei Systemen mit hohen Stufenzahlen zu erheblichen Trennleistungsverlusten führt (Kister, 1992). Die Maldistribution in den Packungskolonnen ist aufgrund fehlender Querschnittsverteilung, wie sie beispielsweise bei Boden-Kolonnen bestehen, problematisch (Stichmair und Fair, 1998). Detaillierte Ausführungen zu den verwendeten Flüssigkeitsverteilern finden sich im Anhang L.

3.4.5 Rücklaufunterkühlung

Es wurde die Rücklaufunterkühlung minimiert und sichergestellt, dass der Rücklaufstrom flüssig in die Kolonne eintritt. Die Verteilung, insbesondere von stark unterkühlten Rücklaufströmen des kondensierten Brüdens, sorgt für eine teilweise Kondensation des aufsteigenden Dampfes, was zu einem erhöhten Flüssigkeitsstrom innerhalb der Packung führt (Starkweather et al., 2014; Staud et al., 2024).

Experimente zeigen, dass eine Rücklaufunterkühlung von ideal-engsiedenden CB/EB-Gemischen von -5 K empfohlen wird, um Kondensationseffekte zu minimieren und einen gleichmäßigen Rückfluss zu gewährleisten (Ottenbacher et al., 2011). Entsprechend dieser Literaturempfehlung beträgt die Unterkühlung der Rücklaufströme in den beiden Rektifikationsanlagen (DN50 und DN150) bezogen auf die Kolonnenkopftemperatur bei C6/C7 im Mittel $-5,7 \pm 2,8 \text{ K}$. Die Kopftemperatur wird mit dem Thermoelement TR103 (DN50) bzw. TR201 (DN150) gemessen und die Vorwärmer passen mit einem PI-Regler den Stellgrad an, so dass die Rücklauftemperatur TR105 (DN50) bzw. TR306 (DN150) den Sollwert erreicht. Bei Versuchen mit 300 mbar und Wasser/Ethanol Gemischen musste bei der DN50 Kolonne ein zusätzlicher elektrischer Abnehmer an den Kondensator angeschlossen werden, um die Leistung zu drosseln und die Schwankungen in der Regelung zu reduzieren.

Die Unterkühlung bei EtOH/BuOH betrug $-9,2 \pm 0,3 \text{ K}$ und bei EtOH/Wasser $-6,2 \pm 0,4 \text{ K}$. Die größere Unterkühlung bei EtOH/BuOH wurde benötigt, um das Verdampfen des weitsiedenden Gemisches zu verhindern und einen flüssigen Rücklauf zu ermöglichen. Bei EtOH/Wasser war dies aufgrund der hohen spez. Verdampfungsenthalpie nicht notwendig.

3.4.6 Druck- und Temperaturmessung

Bei Absolut- und Differenzdruckmessungen über Rohranschlüsse am Kolonnenkopf und unterhalb von Trenneinbauten sind folgende Aspekte beachtet worden:

Kondensation durch Wärmeverluste in den Rohrverbindungen zwischen Messstutzen und Druckaufnehmer ist unvermeidlich. Verstopfungen und Messwertschwankungen sind die Folge. Zur

Vorbeugung sind wie empfohlen (Starkweather et al., 2014) bei der DN50-Rektifikationsanlage PTFE-Rohre mit einem Innendurchmesser von 13 mm ... 25 mm und Wandstärke von 2 mm verwendet worden. Die Drucksensoren sind oberhalb des Rohranschlusses montiert, damit Kondensat in die Kolonne abfließen kann.

Für valide Messergebnisse mit geringen Messwertschwankungen wird alternativ empfohlen, die Rohrverbindungen mit Inertgas (z.B. Stickstoff) zu begasen, um das Eindringen von Flüssigkeit zu verhindern. Dadurch werden die Rohrverbindungen von nicht selbstständig abfließendem Kondensat freigespült. Der sogenannte Spülstrom mit Inertgas sollte regelbar sein. (Olujčić et al., 2008; Ottenbacher et al., 2011; Starkweather et al., 2014) Diese Aspekte sind bei der DN150 Rektifikationsanlage mit einem N_2 -Spülstrom durch Regelung mittels der Volumenstromregler E119 ... E124 von $0,12 \text{ L} \cdot \text{h}^{-1}$ (1 Blase/Sekunde) (Wu, 2023) berücksichtigt. Zusätzlich sind nach (Bradt Möller, 2017) vor jedem Drucksensor in der DN50 und DN150 Anlage Dimrothkühler montiert, welche den anstehenden Dampf kühlen und somit verlässliche Messwerte generieren.

Die Drucksensoren sind vor dem Anlagenbetrieb kalibriert worden. Die Differenzdrücke bei der DN150 Anlage sind außerdem mit den Differenzen der Absolutdrucksensoren (P201, P205) validiert worden. Bei der DN50 Anlage wurde aufgrund des veränderlichen Luftdrucks der Differenzdruck täglich abgelesen und als „Offset“ abgezogen, sodass nur der über die Packung gemessene Differenzdruck verwendet worden ist. Die Standardmessunsicherheit kann mit $u(\Delta p) = 0,1 \text{ mbar}$ angegeben werden.

Die Temperaturmessungen in der DN150 Kolonne wurden mittels Pt-100 Sensoren der Klasse A (TIR 201 ... 204) und Thermoelementen des Typs T (TIR 101 ... TIR 306) durchgeführt. In der DN50 Kolonne kamen ausschließlich Thermoelemente des Typs T zum Einsatz. Die Standardmessunsicherheit am Agilent beträgt $u(T)_{\text{Pt-100}} \leq 0,1 \text{ K}$ und $u(T)_{\text{Typ T}} \leq 1 \text{ K}$. Zur Berechnung der Gesamtmessunsicherheit wurde zudem die Unsicherheit der Thermoelemente bzw. der PT-100-Sensoren, die Messunsicherheit des Fühlers und die der Leitung berücksichtigt. Vor der Installation wurden alle Temperatursensoren kalibriert (s. Anhang A.1).

3.4.7 Versuchsdurchführung und Stationarität

Die Trennleistungsmessungen wurde gemäß der empfohlenen Vorgehensweise (Olujčić, 2008) (Schoenmakers und Spiegel, 2014) durchgeführt, um vergleichbare Versuchsbedingungen zu gewährleisten und die Reproduzierbarkeit zu erhöhen. Dazu wurde der erste Versuch des Versuchstages mit der höchsten Belastung, die zum Fluten der Packung führt, gestartet. Damit wird sichergestellt, dass die Packung und auch die Randabweiser vor Beginn der Messungen vollständig benetzt sind. Ausgehend von der höchsten Belastung mit $F_G > 1 \text{ Pa}^{0.5}$ wurde die Gasbelastung in vorgegebenen Schritten reduziert. Beim Übergang auf eine neue Kolonnenbelastung wurden Zeitintervalle von ca. 45 min eingehalten, um einen stationären Zustand zu erreichen. Bei geringen Gasbelastung von $F_G < 1 \text{ Pa}^{0.5}$ wird nach dem Fluten der Kolonne mit dem niedrigsten F-Faktor die Beladung schrittweise erhöht. Bei einer täglichen Prüfung wird dieses Anfahrprogramm wiederholt und jeden Tag werden ein oder zwei benachbarte Punkte gemessen.

Hinsichtlich des für die Trennleistungsmessung erforderlichen stationären Zustandes kann zwischen Stationarität der Fluidodynamik und der Stationarität des Stoffaustausches unterschieden werden (Cai, 2014). Die fluiddynamische Stationarität ist durch konstante Druckabfälle, Flüssigkeitsstaus und Strömungsgeschwindigkeiten gekennzeichnet.

Das stationäre, fluiddynamische Gleichgewicht wurde in Übereinstimmung mit (Cai, 2014) nach 30 ... 60 Minuten (Miniplantmaßstab) nach dem Anfahren der Kolonne erreicht und wurde anhand konstanter Differenzdruckmesswerte nachgewiesen. Das Erreichen von hydraulischen stationären Zuständen benötigte mehr Zeit, wenn die F-Faktoren nacheinander verringert wurden, als wenn der F-Faktor

schrittweise erhöht wird (Olujć et al., 2008). Dies hängt mit dem Flüssigkeits-Hold-up zusammen, dessen Abnahme bei Verringerung des F-Faktors langsamer erfolgt als die Zunahme des Hold-up bei Erhöhung des F-Faktors (Olujć et al., 2008). Bei abnehmenden Druckverlusten und damit stationärem Flüssigkeits-Hold-up wurde daher, wie von (Olujć et al., 2008) empfohlen, darauf geachtet, die Gasbelastung langsamer zu reduzieren oder länger als 60 min auf den stationären Zustand zu warten. Der stationäre Zustand bzgl. des Stofftransports wurde in Übereinstimmung mit (Cai, 2014) nach 120 ... 180 min (Technikumsmaßstab) bzw. nach 30 ... 90 Minuten (DN50 Miniplantmaßstab) erreicht und konnte durch konstante Zusammensetzungs- und Temperaturprofile nachgewiesen werden.

Um dies sicherzustellen, wurde das gesamte Sumpfvolumen von z.B. max. 3,3 L (DN50) dreimal umgewälzt. Insbesondere bei geringen Gasbelastungen mit kleineren Massenströmen sind die Umwälzraten geringer als bei hohen Belastungen, sodass bis zum Erreichen des stationären Betriebszustandes längere Anfahrzeiten erforderlich sind. Nach Erreichen der stationären Bedingungen wurden alle Trennleistungsversuche und feuchte Druckverlustmessungen (mit Gegenstrom) 30 min ... 45 min aufgezeichnet. Bei trockenen Druckverlustmessungen (ohne Gegenstrom) wurde das Kondensat direkt in den Sumpf geleitet und mindestens 15 min ein stationärer Zustand aufgezeichnet. Wenn die Zusammensetzung in der Mitte der Packung nicht innerhalb der Grenzen von 45 ... 55 mol₁ / mol_{ges} (C6/C7, EtOH/BuOH) bzw. 35 ... 45 mol₁ / mol_{ges} (EtOH/Wasser) lag, wurde diese entweder durch die Anpassung des Füllstands im Destillatbehälter oder durch die Zugabe eines Reinstoffs angepasst.

3.4.8 Probenahme

Da Temperaturmessungen insbesondere bei engsiedenden Testgemischen in der Regel nicht ausreichen, um den stofftransportspezifischen stationären Betrieb zuverlässig zu bestimmen (Starkweather et al., 2014), wurden im Intervall von 30 min ... 45 min Mehrfachmessungen der Gemischzusammensetzung durchgeführt (Cai, 2014). Änderte sich die Zusammensetzung zwischen zwei aufeinander folgenden Probenahmen um weniger als 0,02 mol₁ / mol_{ges}, wurde von einem stationären Zustand ausgegangen. Bei den Messungen im Maßstab DN50 ist dies mit mindestens einer Dreifachprobe pro Betriebspunkt pro Stoffgemisch nachgewiesen worden.

Bei den Versuchen an der DN150 Anlage wurden zur Ermittlung von Messfehlern ein Betriebszustand über 6 h aufrechterhalten und die Schwankungen in der Zusammensetzung quantifiziert. Sobald ein nach Druck-, Dichte- und Temperaturverläufen zu beurteilender hydraulischer und stationärer Gleichgewichtszustand des Stoffübergangs erreicht war, wurden wie empfohlen (Olujć et al., 2008), fast ausschließlich Flüssigkeitsproben aus dem Rücklauf und unterhalb der Packung sowie teilweise aus dem Sumpf des Verdampfers entnommen und analysiert (s. Abbildung 3.6, Abbildung 3.7). Zum Entnehmen der Probe wurde die Datenaufzeichnung gestoppt. Nur bei den Versuchen mit dem Gemisch EtOH/Wasser bei geringer Gasbelastung ($< 1 \text{ Pa}^{0.5}$) und einem Druck von 300 mbar abs wurde auf gasförmige Probenahme aus dem Bründenrohr (DN150) oder der Destillatprobenahmestelle (DN50) angewendet. Dabei wurde darauf geachtet, dass kein Tropfenmitriss oder Kondensation in der Probenahmeleitung und im Gefäß auftrat. (Cai, 2014; Olujć et al., 2008; Starkweather et al., 2014)

Für die Wiederholbarkeit der Probengewinnungen wurden die Probenleitungen (Destillat: V310 ... V313) in der DN150 Anlage vor und nach der Probenahme gespült, sowie die Probenahmeverrichtung erst entleert und anschließend auf 20 mbar abs evakuiert und somit Restflüssigkeit verdampft. Da partielle Verflüchtigung der Probe beim Einfüllen und Analysieren der flüssigen Probe zu erheblichen Fehlern führen kann, wurde die Probenflüssigkeit möglichst kurz unter Umgebungsdruck und Sauerstoffkontakt abgefüllt. Um Messfehler vorzubeugen, wurden wie empfohlen (Olujć et al., 2008) mindestens drei Wiederholungen der Probenahme pro Betriebszustand durchgeführt.

Insbesondere bei Trennleistungsmessungen im Labor- und Miniplantmaßstab mit geringen Vorlagevolumina ist es wichtig, dass die Probenahme den stationären Zustand des Stofftransportprozesses nicht verändert. Vor diesem Hintergrund (Cai, 2014) sind geringe Probenvolumina $< 1000 \mu\text{L}$ verwendet worden.

Zur Identifizierung von Fehlverteilungen und zur Subtraktion von Endeffekten wird die Empfehlung von (Starkweather et al., 2014) eingehalten, dass alle 0,6 m eine Probeentnahme erfolgen soll. Für die Empfehlung, alle 0,21 m der Betthöhe (Čmelíková et al., 2021) eine Probenahme durchzuführen, war aufgrund fehlender Zugänglichkeit nicht möglich. Stattdessen wurde die Querschnittsbeprobung der lokalen Lanzenbeprobung vorgezogen.

3.4.9 Analytik

Für die Analytik der Proben wurde eine maximale Messunsicherheit der Analytik von $10^{-3} \text{ mol}_i / \text{mol}_{\text{Ges}}$ definiert. Diese Messunsicherheit wurde mit mehreren Ringtauschungen von Proben zwischen verschiedenen Messinstitutionen zur Kalibrierung der Analytik validiert. Für C6/C7- und EtOH/BuOH-Proben werden die Zusammensetzungen mit Hilfe von Brechungsindexmessungen bestimmt. Für das EtOH/Wasser-Gemisch ist dies nicht möglich, da bei der Auftragung des Brechungsindex über die Zusammensetzung ein Wendepunkt bei ca. $74 \text{ g}_{\text{EtOH}} \cdot \text{g}_{\text{Ges}}^{-1}$ auftritt (Scott, 1946).

Daher wurde für die Analytik des wässrigen Gemisches die Zusammensetzung über die Dichte bestimmt (s. Anhang A.2). Insgesamt wurden bei jeder Probenahme zur Dichtemessung von wässrigen Gemischen 4 mL unter der Packung und 4 mL Destillat nach dem Kondensator entnommen. Durch die Probenahmen wurde ein größerer Leichtsiederanteil als Schwertsiederanteil entnommen. Da jeder Punkt dreifach bestimmt wurde, hätte ein Verlust an Leichtsiedern in der Rektifikationsanlage DN50 mit einem Vorlagevolumen von 3,3 L eine Abnahme des Ethanolanteils um bis zu $0,1 \text{ mol}_{\text{EtOH}} \cdot \text{mol}_{\text{Ges}}^{-1}$ in der Mitte der Packung über den Versuchstag zur Folge.

Um die Zusammensetzung konstant zu halten, wurde der Füllstand des Destillatbehälters bei der DN50 Anlage nach jeder Probenahme angepasst (s. 3.4.7). Im DN150 Maßstab sind die Verluste aufgrund des Vorlagevolumens von 23 L vernachlässigbar. Um Fehler durch Wasserverunreinigungen der organischen Gemische zu vermeiden, wurden die Anlagen beim Gemischwechsel zweifach mit Ethanol gespült, wie von (Olujć et al., 2008) empfohlen.

3.5 Datenauswertung

Die in dieser Arbeit errechneten Ergebnisse sind mithilfe eines Python-Programmcodes ermittelt worden.

3.5.1 Berechnung der Trennleistung

Aufgrund der Parametertrennung von kolonnenspezifischen- und gemischspezifischen Parametern wird in dieser Arbeit neben dem GGW-Stufenansatz auf den Transfereinheitenansatz zurückgegriffen. Die Trennleistung wird nach Gl. (2-12) mit der Höhe einer Übergangseinheit (HTU_{OG}) über in die in Abbildung 3.8 dargestellten Verknüpfungen berechnet.

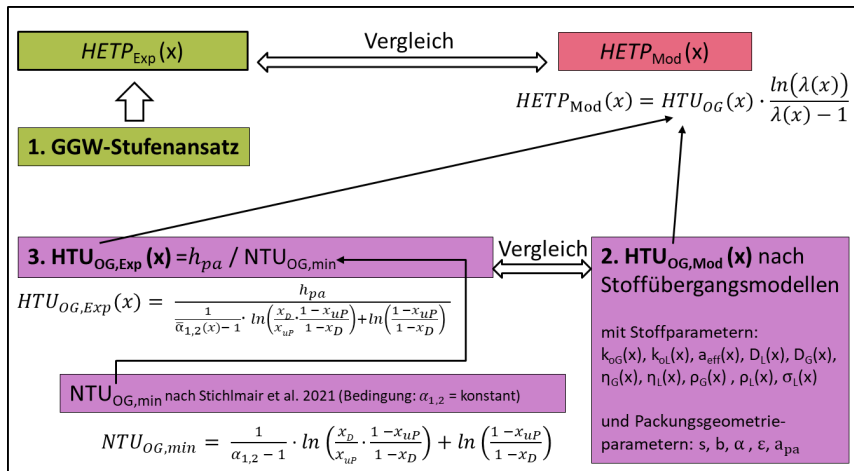


Abbildung 3.8: Vergleich zwischen *HETP*-Berechnung und zwei HTU/NTU-Ansätzen

1. $HETP_{exp}(x)$ basierend auf dem GGW-Stufenansatz erfolgte über die Bestimmung der theoretischen Trennstufenanzahl analog zu der Konstruktion nach McCabe-Thiele (McCabe und Thiele, 1925) und wird im Folgenden als experimentelle Trennleistung bezeichnet. Dazu wurden auf die im Anhang B.10 dargestellten $NRTL$ -Parameter für die Bestimmung der gemischspezifischen VLEs zurückgegriffen. Anteilige Stufen wie $x_{uP, Frak}$ (s. Abbildung 3.1) werden durch lineare Interpolation zwischen der Zusammensetzung unter der Packung und der letzten berechneten Stufe bestimmt (Pöschmann et al., 2023).

Um eine Vergleichbarkeit zu den experimentellen $HETP_{Exp}(x)$ -Werten des theoretischen Trennstufenmodells zu erhalten, sind die modellierten $HTU_{OG}(x)$ -Werte nach (Stichlmair et al., 2021) in $HETP_{Mod}(x)$ -Wert übertragen worden. Diese Übertragung mittels λ ist für weitsiedendere und nicht-ideale Gemische anwendbar (Stichlmair et al., 2021). Es sind folgende zwei Ansätze zur Berechnung von $HTU_{OG}(x)$ -Werten verfolgt worden.

- Primär ist mithilfe von den in Anhang C aufgeführten Stoffübergangsmodellen basierend auf den zusammensetzungsabhängigen physikalischen Stoffeigenschaften und Packungsgeometrien $HTU_{OG,Mod}(x)$ bestimmt worden.
- Zusätzlich wird zur Quantifizierung des Einflusses von λ der Ansatz von (Stichlmair et al., 2021) zur Berechnung der minimalen Anzahl von Übergangseinheiten $NTU_{OG,min}(x)$ mit Hilfe von Zusammensetzungen am Kopf und unter der Packung angewendet. Da dieser Ansatz nur für ideale und binäre Gemische (C6/C7) mit konstantem $\alpha_{1,2}$ anwendbar ist, wurde für weitsiedende Gemische die Zusammensetzungsabhängigkeit der relativen Flüchtigkeit durch die Verwendung von $\bar{\alpha}_{1,2}(x)$ berücksichtigt.

3.5.2 Stufengewichtete Mittelung

Um die Vergleichbarkeit der Betriebsbedingungen und der Stoffeigenschaften zwischen verschiedenen Messungen zu gewährleisten, werden diese bei der Angabe der Ergebnisse von engstehenden Gemischen auf die Mitte des Packungsbettes (Olujić et al., 2008; Ottenbacher et al., 2011; VDI 2761, 2020) bezogen.

Da sich die thermophysikalischen Eigenschaften und infolgedessen die Gasbelastung je nach Stufe unterschiedlich stark ändern, sollte die mittlere Gasbelastung bei nicht weitsiedenden und nicht-idealen Gemischen unter Berücksichtigung dieser ungleichmäßigen Änderung bestimmt werden. Dies ist damit zu begründen, dass sich die Zusammensetzungen und damit die physikalischen Eigenschaften der Gemische sowie Triebkräfte über die Packungshöhe stärker ändern als bei idealen engsiedenden Gemischen.

Es wird in dieser Arbeit für die Berechnung von Gasbelastungen, Strippingfaktoren und Stoffeigenschaften nicht die verbreitete "globale Stufenmittelung" oder die einfache arithmetische Mittelwertbildung (Neumann et al., 2025) angewendet, sondern die exaktere Mittelwertbildung nach der "arithmetischen Stufenmittelung". Die Unterschiede in der Zählweise und der Berechnung sind in Abbildung 3.9 beispielhaft visualisiert und mit einem Rechenbeispiel im Anhang M.1 dargelegt.

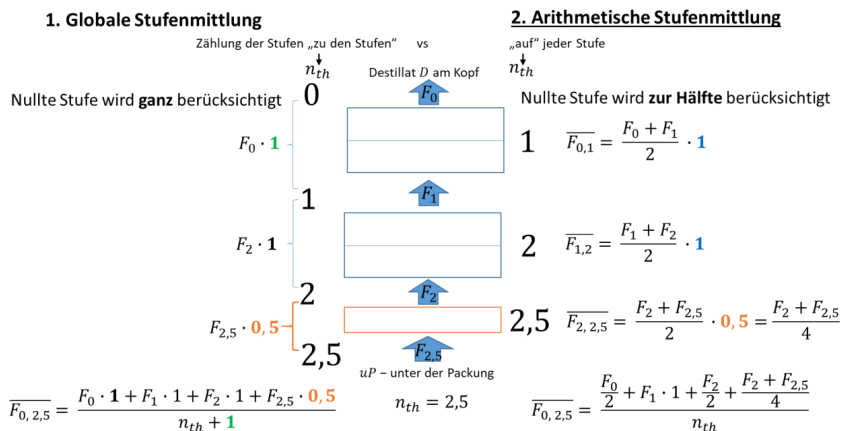


Abbildung 3.9: Vergleich von globaler und arithmetischer Stufenmittelung bei der F_G -Wert Berechnung

Der Hauptunterschied ist, dass bei der globalen Methode die nullte Stufe als eine ganze Stufe in die Summe eingeht, während bei der arithmetischen die nullte Stufe nur zur Hälfte und somit mit einer geringeren Gewichtung in die Stufenmittelung eingeht. Somit wird bei der arithmetischen Stufenmittelung eine Überbewertung der nullten Stufe vermieden. Die Unterschiede der F_G -Werte zwischen den Methoden der stufenbasierten Mittelwertbildung sind insbesondere für das nicht-ideale, hochsiedende EtOH/Wasser-Gemisch signifikant. Dahingegen treten bei idealen Gemischen, wie C6/C7, nur geringe Unterschiede zwischen F_G -Werten über die Packungshöhe auf.

3.5.3 Fluidodynamische Berechnungen

Gasbelastung

Die Berechnung der Gasbelastung unterscheidet sich in Abhängigkeit der Betriebsart (mit oder ohne Gegenstrom) sowie der thermischen Randbedingung der Kolonnenwand. Im Allgemeinen wurde die arithmetisch gemittelte Gasbelastung in der Mitte des Packungsbettes wie empfohlen (Olujć et al., 2008) nach der Formel (3-11) mit den wie folgt berechneten Dampfmassenströmen verwendet.

$$F_{G,i} = \frac{1}{2} \cdot \left(\frac{\dot{m}_{G,K}}{\sqrt{\rho_{g,K}} \cdot \frac{\pi \cdot d_i^2}{4}} + \frac{\dot{m}_{G,uP}}{\sqrt{\rho_{g,uP}} \cdot \frac{\pi \cdot d_i^2}{4}} \right) \quad (3-11)$$

Zur Korrektur der Partialkondensation, welche durch den Kontakt mit dem unterkühlten Rücklaufmassenstrom (RL) und dem Dampfmassenstrom auftritt, wird Formel (3-12) verwendet. Somit wird der exakte Dampfmassenstrom am Kolonnenkopf (K) $\dot{m}_{G,K}$ bestimmt.

$$\dot{m}_{G,K} = \dot{m}_{L,RL} \cdot \left(1 + \frac{c_{p,RL} \cdot (T_K - T_{RL})}{\Delta h_{v,K}} \right) \quad (3-12)$$

Durch die Stofftrennung der Gemische ändert sich der Massenstrom in Abhängigkeit der Packungshöhe. Der Massenstrom unterhalb des Packungsbettes wird nach Formel (3-13) mithilfe des Gasmassenstroms am Kopf und mit dem Quotienten der Verdampfungsenthalpien am Kopf und unter dem Packungsbett berechnet (Bradt Möller, 2017). Diese Berechnung wurde an der DN150 Anlage mit experimentellen Massenstrommessungen durch das Sammeln des Rücklaufs in B200 validiert.

$$\dot{m}_{G,uP} = \dot{m}_{G,K} \cdot \left(\frac{\Delta h_{v,K}}{\Delta h_{v,uP}} \right) \quad (3-13)$$

Zur Bestimmung des Rücklaufmassenstroms bei der DN150 Anlage wird im Gegensatz zu der DN50 Anlage (FIR1) nicht der Coriolis-Massendurchflusssensor FIR302 verwendet, weil unter anderem bei trockenen Druckverlustmessungen dieser nicht durchflossen wird. Stattdessen wird zur Bestimmung des F-Faktors für die DN150 Anlage die Formel (3-14) verwendet. Diese ist aus der Kühlwasserbilanz hergeleitet und basiert auf den Temperaturen des Kühlwassers KW und des Destillatstroms vom Kolonnenkopf beim Eingang (ein) und beim Ausgang (aus) des Kondensators.

$$\dot{m}_{G,K,KW} = \frac{\dot{m}_{KW} \cdot c_{p,KW} \cdot (T_{KW,aus} - T_{KW,ein})}{\Delta h_{LG,K} + c_{p,RL} \cdot (T_{K,ein} - T_{K,aus})} \quad (3-14)$$

Die Untersuchung der thermischen Randbedingung der Kolonnenwand in der DN50 Anlage erfordert die Unterscheidung der F-Faktorberechnung unterhalb der Packung zwischen adiabaten und diabaten Bedingungen. Unter adiabatischen Bedingungen ist die Berechnung der F-Faktoren $F_{G,uP,ad}$ mithilfe des Verhältnisses der Verdampfungsenthalpien (3-11) ... (3-13) genauer als die Berechnung des Gasmassenstroms aus der Verdampferleistung. Insbesondere bei geringeren Stellgraden des Elektroheizers und F-Faktoren wurden Abweichungen (7 % ... 14 %) detektiert. Zu begründen ist dies mit dem Schaltmechanismus des elektronischen Relais (SSR), welches beim Schalten der Wechselspannungen beim Nulldurchgang des Sinussignals ausschaltet und somit ca. 7 % weniger Leistung einträgt.

Unter diabatischen Bedingungen ($F_{G,uP,di}$) hingegen konnte festgestellt werden, dass die eingetragene Verdampferleistung ($\dot{Q}_V$) (3-15) verwendet werden muss, da durch die Nichtberücksichtigung von Wärmeverlusten die daraus entstehende Wandströmung zu Abweichungen führt (Staud et al., 2024).

$$F_{G,uP,di} = u_{G,uP} \cdot \sqrt{\rho_{G,uP}} = \frac{\dot{m}_{G,uP}}{\rho_{G,uP} \cdot A_{cs,col}} \cdot \sqrt{\rho_{G,uP}} = \frac{\dot{Q}_V}{\Delta h_{v,uP}} \cdot \frac{1}{A_{cs,col} \cdot \sqrt{\rho_{G,uP}}} \quad (3-15)$$

Flüssigkeitsbelastung

Die Flüssigkeitsbelastung in der Packungsmittel ist als arithmetisches Mittel aus dem Flüssigkeitsrücklauf am Kopf ($\dot{m}_{L,K}$) und unter der Packung ($\dot{m}_{L,uP}$) über den Kolonnenquerschnitt berechnet (3-16).

$$w_L = \frac{1}{2} \cdot \left(\frac{\dot{m}_{L,K}}{\rho_{L,K} \cdot \frac{\pi \cdot d_i^2}{4}} + \frac{\dot{m}_{L,uP}}{\rho_{L,uP} \cdot \frac{\pi \cdot d_i^2}{4}} \right) \quad (3-16)$$

Druckverlust

Der Differenzdruck der Packung Δp_{Roh} wird durch den Differenzdrucksensor PIDR 101 (VEGADIF 65, VEGA Grieshaber KG) (DN50) bzw. PIR 202 (Keller PD41-X, KELLER Messtechnik AG) (DN150) aufgezeichnet. Die Drucksensoren besitzen einen Messbereich von $30 \pm 0,045$ mbar (DN50) bzw. $30 \pm 0,06$ mbar (DN150) (s. Kap. L.3). Um exakte Werte für den spezifischen Druckabfall $\Delta p \cdot h_{pa}^{-1}$ zu ermitteln, wird der gemessene spezifische Druckabfall $\Delta p_{Roh} \cdot h_{pa}^{-1}$ um den hydrostatischen Druck in den mit Stickstoff gefüllten Verbindungsrohren (ID = 10 mm) korrigiert, siehe Gl. (3-17) (Staud et al., 2024).

$$\Delta p \cdot h_{pa}^{-1} = \Delta p \cdot \Delta z^{-1} = \frac{1}{h_{pa}} \cdot \left[\Delta p_{Roh} - \left(\frac{M_{N_2}}{R \cdot T_{atm}} \cdot p_K \right) \cdot g \cdot \Delta H \right] \quad (3-17)$$

Die Höhe zwischen den Anschlusspunkten der Druckmessschläuche ΔH beträgt 0,75 m (DN50) bzw. 1,2 m (DN150).

3.5.4 Wärmebilanzierung

Für die Interpretation der Ergebnisse wird im Folgenden auf die Wärmebilanz um die DN50 Kolonne eingegangen. Diese Wärmebilanz ist für die Bestimmung der Kolonnenwandtemperatur, welche zu einer adiabaten Randbedingung führt, relevant. Darüber hinaus ist in Gl. (3-14) die Bilanz um den Kondensator beschrieben, auf Basis derer die Rücklaufmassenströme im Technikums- (DN150) berechnet sind. Die Wärmebilanz über die gesamte Anlage ist im Anhang H.4 beschrieben.

Zur Bestimmung von $T_{ad} = 84,6$ °C wird die Wärmebilanz der Rektifikationskolonne herangezogen. Die Wärmebilanz um die Kolonnen nach Gl. (3-18) umfasst den eingetragenen Wärmestrom $\dot{Q}_{ein}$ durch den Verdampfer $\dot{Q}_{verd}$ und den unterkühlten Rücklaufstrom $\dot{Q}_R$, sowie den austretenden Wärmestrom $\dot{Q}_{aus}$ (s. Abbildung 9.23). Der austretende Wärmestrom setzt sich zusammen aus Wärmeverlusten über die Kolonnenwand $\dot{Q}_{wand}$ und aus dem im Kondensator vom Destillatstrom auf das Kühlwasser ausgetragenen Wärmestrom. Dieser Wärmestrom berechnet sich auf Grundlage des Rücklaufmassenstroms $\dot{m}_{FIR1}$, der Eintrittstemperatur des Brüdens in den Kondensator (TR_{103}) und der Austrittstemperatur des kondensierten Destillats (TR_{104}) nach Gl. (3-19) ... (3-20) aus der Summe des sensiblen Anteils $\dot{Q}_{D,sen}$ und des latenten Anteils $\dot{Q}_{D,lat}$.

$$\dot{Q}_{wand} = \dot{Q}_{ein} - \dot{Q}_{aus} = \dot{Q}_{verd} + \dot{Q}_R - \dot{Q}_{D,lat} - \dot{Q}_{D,sen} \quad (3-18)$$

$$\dot{Q}_{D,lat} = \dot{m}_{FIR1} \cdot \Delta h_{v,D} \quad (3-19)$$

$$\dot{Q}_{D,sen} = \dot{m}_{FIR1} \cdot c_{p,L} \cdot (TR_{103} - TR_{104}) \quad (3-20)$$

In Abbildung 4.2 wird $\dot{Q}_{out}$ mit dem zugeführten Wärmestrom $\dot{Q}_{ein}$ in die Kolonne verglichen. Jeder Messpunkt stellt ein Triplikat dar. Die Standardabweichungen werden unter Verwendung des Gaußschen Fehlerfortpflanzungsgesetzes (Standardunsicherheit Typ B) abgeleitet. Dies berücksichtigt die Schwankungen der berechneten Wärmekapazität $c_{p,L}$ und Verdampfungsenthalpien $\Delta h_{v,D}$, welche in Abhängigkeit von der gemessenen Zusammensetzung des Destillats bestimmt wurden.

3.5.5 Datenverarbeitung und Unsicherheitsbetrachtung

Datenverarbeitung

Beide Rektifikationskolonnen wurden mit der Software „LabView“ betrieben. Bei der DN150-Kolonne kam der Datenlogger NI cDAQ-9189 (National Instruments AG) mit elektronischer Kanalumschaltung zum Einsatz, bei der DN50-Anlage der Datenlogger Agilent 34970A (Keysight Technologies, Inc.) mit elektromechanischer Kanalumschaltung.

Die Abtastrate hängt beim Agilent als auch beim cDAQ von der Anzahl der zu erfassende Kanäle ab. Am Agilent kann mit dem Modul 34901A mit einer Abtastrate von maximal 47 Temperaturmesspunkten pro Sekunde bei einer Auflösung von 0,1 °C bei Pt100-Temperaturmessensoren aufgezeichnet werden. Das cDAQ kann mit dem Modul NI 9216 im Hochgeschwindigkeitsmodus mit einer Abtastrate von maximal 400 Datenpunkten pro Sekunde bei Pt100-Temperaturfühlern aufzeichnen. Im Hochauflösungsmodus beträgt die Umwandlungszeit 200 ms pro Kanal und somit fünf Datenpunkte pro Sekunde. Diese Abtastraten beziehen sich auf einen Kanal. Die ermittelten Messfehler aufgrund von Schwankungen der Zusammensetzungen wurden für die Bestimmung der Trennleistung mit Fehlerfortpflanzung berücksichtigt (s. Anhang F.2).

Unsicherheitsbetrachtung

Die Unsicherheitsbetrachtung von Trennleistungsmessungen basiert auf den in der GUM ISO/IEC GUIDE 98-3:2008 (ISO, 2008) formulierten Vorgaben. Dabei wird die Fehlerquelle und damit verbundene Unsicherheit der einzelnen Messgrößen auf die Zielgrößen $HETP$ und F_g wie folgt systematisch erfasst:

1. Messunsicherheit der Eingangswerte

Die primären Messgrößen wie Temperatur, Druck, Zusammensetzung der Durchströme sowie die Zusammensetzungen des Destillats im Kolonnenkopf und unter der Packung unterliegen Messfehlern. Zusätzlich können Unsicherheiten in α_{12} , insbesondere bei Werten unter ca. 1,5 bis 2,0, zu erheblichen Abweichungen (bis zu ca. 20 %) in der Abschätzung der Anzahl theoretischer Stufen führen (Kister, 1992; Peacock, 1967; Zeck, 1990). Die Unsicherheiten werden zunächst über statistische Auswertungen der wiederholten Versuchsreihen (Standardunsicherheit Typ A) abgeschätzt.

2. Fehlerfortpflanzung

Da die zur Beschreibung der Trennleistung herangezogenen Zielgrößen aus zahlreichen unsicherheitsbehafteten Größen berechnet werden, wird der Einfluss dieser Einzelunsicherheiten mittels des Gaußschen Fehlerfortpflanzungssatzes berücksichtigt (Standardunsicherheit Typ B). Hier fließen systematische Fehler aus der Analyse von Gemischzusammensetzungen wie x_D , x_{up} ein, deren Unsicherheiten sowohl aus der Probenahme als auch aus der anschließenden Analytik resultieren (Zeck, 1990). Diese Unsicherheiten sind zudem abhängig von der Grundvoraussetzung eines stationären Zustands und beeinflussen sowohl experimentelle Trennleistungsergebnisse als auch physikalische Stoffeigenschaften, was wiederum Auswirkungen auf die Stoffübergangsmodellierung hat.

3. Unsicherheit der Zielwerte

Bei der Bestimmung der Zielgrößen der Trennstufenzahl n wird die gesamte Unsicherheit unter Berücksichtigung der Beiträge aus Typ A und Typ B ermittelt. Unter der Annahme statistisch unabhängiger Einflussgrößen wird nach Gl. (3-21) die kombinierte Standardunsicherheit berechnet.

$$u(n) = \sqrt{\left(\frac{\partial n}{\partial x_D} (u(x_D))\right)^2 + \left(\frac{\partial n}{\partial x_{uP}} (u(x_{uP}))\right)^2 + \left(\frac{\partial n}{\partial \alpha_{1,2}} (u(\alpha_{1,2}))\right)^2} \quad (3-21)$$

Die Standardunsicherheit der jeweiligen Einflussgröße x_D , x_{uP} , $\alpha_{1,2}$ ergibt sich z. B. aus der Messunsicherheit der verwendeten Messgeräte. Eine Übersicht über die für diese Arbeit relevanten Messunsicherheiten sowie Beispiele befindet sich im Anhang L.3 und F.3.

4. Betriebstechnische und instrumentelle Parameter

Die Standardunsicherheit der jeweiligen Einflussgröße x_D , x_{uP} , $\alpha_{1,2}$ ergibt sich z.B. aus den Unsicherheiten von experimentellen Messgrößen wie auch betrieblichen Parametern wie Durchflussraten, Temperaturen, Drücken und durch verwendete Pumpen, Ventile und Regelgeräten. Auch Messfehler, die durch Unsicherheiten der verwendeten Messgeräte, sowie auf Stromwandlungen, Schnittstellen oder Leitungslängen entstehen, müssen berücksichtigt werden (Cai, 2014; Starkweather et al., 2014).

5. Praktische Umsetzung

Im konkreten Anwendungsfall werden sämtliche Messfehler, die beispielsweise aus Schwankungen der Mischungszusammensetzungen oder aus variierenden Betriebsbedingungen resultieren, in die Fehlerfortpflanzungsrechnung einbezogen (siehe Anhang F). Dies gewährleistet die Validität und Aussagekraft der ermittelten Zielgrößen ($HETP$, F_g , $\alpha_{1,2}$) gemäß den in der ISO/IEC GUIDE 98-3:2008 (ISO, 2008) definierten Kriterien.

4 Experimentelle Ergebnisse und Diskussion

Im Folgenden wird die Quantifizierung und Bewertung apparativer und thermophysikalischer Gemischeigenschaften auf die Trennleistung dargestellt und diskutiert. Dazu werden zunächst Untersuchungen zu apparativen Einflüssen bei Trennleistungsmessungen im Miniplantmaßstab vorgestellt. Anschließend werden experimentelle Ergebnisse zur Trennleistung im Technikumsmaßstab vorgestellt. Darüber hinaus werden verschiedene Gemische und deren Eigenschaften und Auswirkungen auf Trennleistungsmessungen bewertet.

Die Trennleistungsmessungen wurden im Rahmen des Forschungsprojekts „*ReProvAP*“ (Reduzierung der klimarelevanten Prozessemissionen durch die verbesserte Auslegung von strukturierten Packungskolonnen) (Neumann et al., 2025) erhoben. Dieses wurde durch die Europäische Union (NextGenerationEU) und des Bundesministeriums für Bildung und Forschung (BMBF, FKZ 01LJ2002A-H) bewilligt.

4.1 Apparative und Gemischeinflussparameter auf die Trennleistung

Zur Beantwortung der Forschungsfrage 1 hinsichtlich der Einflüsse auf die Trennleistung im Miniplantmaßstab werden als apparative Einflussparameter der Anteil und die thermische Randbedingung der Kolonnenwand sowie die Randabweiser an den Packungen detailliert untersucht. Außerdem wird in Kombination mit der Maßstabsvariationen auch die Gemischabhängigkeit untersucht.

4.1.1 Thermische Randbedingung der Kolonnenwand und Rücklaufunterkühlung

Zur Quantifizierung des Einflusses der thermischen Randbedingung auf Trennleistung und Fluidodynamik werden im Miniplant- sowie im Technikumsmaßstab (DN150) experimentelle Untersuchungen durchgeführt. Im Miniplantmaßstab kann dabei gleichzeitig der Einfluss der Rücklaufunterkühlung auf Fluidodynamik- und Trennleistung Betrachtung finden.

Ermittlung der adiabatischen Randbedingung und Variation diabatischer Zustände

Um den Einfluss der thermischen Randbedingung sowie der Rücklaufunterkühlung (-5 K, -55 K) isoliert zu untersuchen wurde beim Einstellen diabatischer Zustände im Gegensatz zu anderen bekannten experimentellen Untersuchungen die Gasbelastung konstant gehalten ($F_{G,-5\text{ K}} = 0,57 \pm 0,04 \text{ Pa}^{0,5}$ bzw. $F_{G,-55\text{ K}} = 0,52 \pm 0,11 \text{ Pa}^{0,5}$). Dies wurde durch die Anpassung der Heizleistung des Verdampfers, des Rücklaufvorwärmers und der Kolonnenwand (s. Abbildung 4.1) erreicht.

Um die Abweichung der thermischen Randbedingungen vom adiabatischen Zustand (s. Abbildung 4.1c) zu quantifizieren, wird die Temperaturdifferenz zwischen T_{Wand} und T_{ad} als $\Delta T_{Wand-ad}$ ausgedrückt.

$$\Delta T_{Wand-ad} = T_{Wand} - T_{adiabat} \quad (4-1)$$

Die Wandtemperatur, welche im Miniplantmaßstab zu adiabatischen thermischen Bedingungen führt, wurde entsprechend der wissenschaftlichen Praxis (Deibele und Dohrn, 2006) mit Hilfe einer Wärmebilanz um die Packungskolonne (s. Kap. 3.5.4) und Interpolation (s. Abbildung 4.2 Tabelle rechts) und optisch durch ausbleibende Kondensationseffekte zu $T_{ad} = 84,6 \text{ °C}$ bestimmt.

Die Wandtemperatur ΔT_{ad} , welche zu adiabatischen thermischen Bedingungen führt, resultiert aus der Auftragung des aus der Kolonne austretenden Wärmestroms $\dot{Q}_{aus}$ in Form des Brüdenstroms, gegen die aufsummierten zugeführten Wärmeströme $\dot{Q}_{ein}$ (s. Abbildung 4.2). Diese Wandtemperatur ΔT_{ad} ergibt

sich aus dem Schnittpunkt der Diagonalen ($\dot{Q}_{ein} = \dot{Q}_{aus}$) mit der linearen Regressionsgerade zwischen den Wärmebilanzen gemittelten Wärmestromverhältnissen (s. Abbildung 4.2 links). Die Ergebnisse der Wärmebilanz mit der ölbeheizten Kolonne nahe den adiabaten Randbedingungen ($-0,8$ K, $+0,5$ K) belegen die Einhaltung des tolerierbaren Fehlers von $\pm 5\%$ (Starkweather et al., 2014). Die diabaten Randbedingungen mit ≤ -8 K und $\geq +8$ K liegen hingegen oberhalb dieser empfohlenen Fehlergrenze für Trennleistungsmessungen.

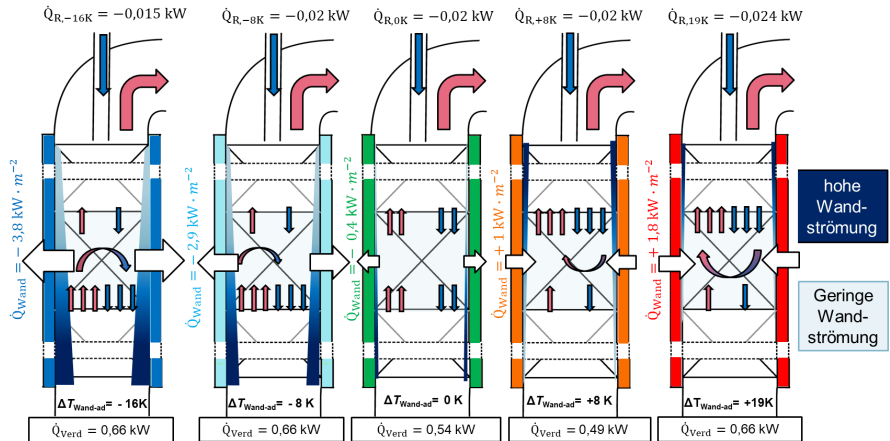


Abbildung 4.1: Schematische Darstellung der Wärme-, Gas- und Flüssigkeitsströme und verschiedene Wandströmungsregime in der Kolonne bei fünf verschiedenen thermischen Randbedingungen: (a) stark unterkühlt; (b) unterkühlt; (c) adiabatisch; (d) überhitzt; (e) stark überhitzt, bei -5 K unterkühlten Rücklaufstrom im Vergleich zur Kopttemperatur

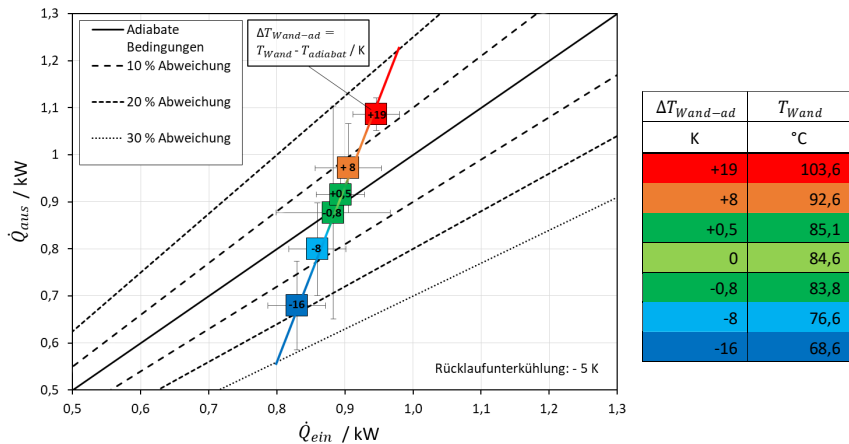


Abbildung 4.2: Aus der Kolonne austretender Wärmestrom $\dot{Q}_{aus}$ in Abhängigkeit von dem eintretenden Wärmestrom $\dot{Q}_{ein}$ mit Angaben von $\Delta T_{Wand-ad}$ und der Wandtemperatur zur T_{Wand} als Maß für die Abweichung von der adiabaten Randbedingung

Einfluss auf Trennleistung bei konstanter Belastung

Bei unterkühltem Rücklauf (-5 K und -55 K) beeinflusst die thermische Randbedingung an der Kolonnenwand die Trennleistung um Beträge bis zu 19 %. Bei einer unterkühlten Wand resultierten im Vergleich zum adiabatischen Zustand um bis zu 12 % erhöhte Trennleistungen. Umgekehrt sinkt die Trennleistung bei Kolonnenwandtemperaturen in überhitzten diabatischen Bereichen um bis zu 7 %. Die geringere Benetzung der inneren Oberfläche durch die überhitzte Kolonnenwand verringert die effektive Trennfläche und damit die Trennleistung. Umgekehrt erhöht eine unterkühlte Kolonnenwand mit Wandströmung die Trennleistung. Es kann angenommen werden, dass an einer unterkühlten Wand der Schwersieder verstärkt auskondensiert und dies zu gesteigerten Trennleistungen führt. Dieser Erkenntnisse widersprechen der gegenteiligen Vermutung von (Eckert und Walter, 1964) und belegen experimentelle, theoretischen Modellierungsergebnisse (Orlando Jr. et al., 1997).

Die Erhöhung der Unterkühlung von -5 K auf -55 K führte im Mittel zu einer Reduktion der Trennleistung um 5,2 %, wobei sich diese Reduktion bei konstanten thermischen Randbedingungen nach Anwendung des Mann-Whitney-U-Tests nicht signifikant unterscheidet (Staud et al., 2024).

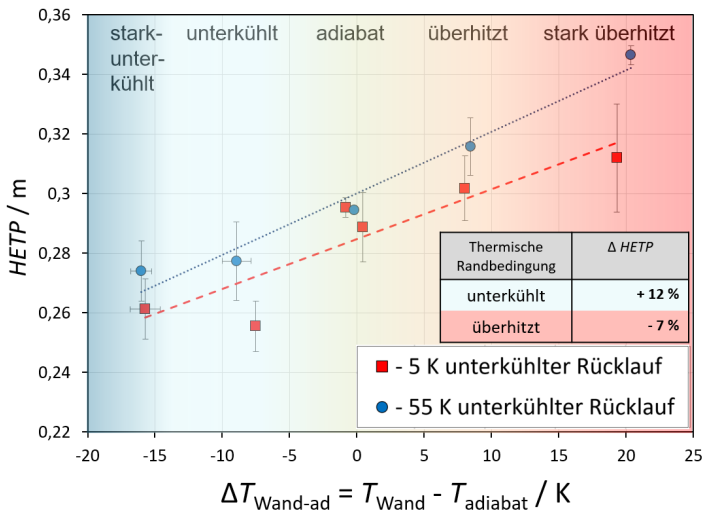


Abbildung 4.3: Trennleistung als Funktion der thermischen Randbedingungen der Kolonnenwand für zwei unterschiedlich unterkühlte Rücklaufströme

Einfluss auf Fluidodynamik bei konstanter Belastung

Diabatische thermische Zustände der Miniplantkolonne und stark unterkühlte Rücklaufströme (hier -55 K unterkühlt) beeinflussen die Fluidodynamik durch Veränderung des Gasbelastungsprofils sowie der Flüssigkeitsverteilung in der Packungskolonne (Staud et al., 2024). Bei unterkühlten Zuständen konnte beispielsweise ein erhöhter Wandstrom festgestellt werden (Ashour et al., 2023; Staud et al., 2024).

Die Reynolds-Zahlen für die Gasphasenströmung in den Kanälen für die in Abbildung 4.3 dargestellten Messungen werden nach Sacher und Repke (2022) zu $Re_{ch} = 536 \dots 770$ bestimmt. Dies deutet, ebenfalls nach Rejl et al. (2015), auf turbulente Strömungsverhältnisse innerhalb der Packungen hin, selbst bei relativ geringen Gasbelastungen von $F_G \approx 0,5 \sqrt{Pa}$ nahe dem Umgebungsdruck.

Dies unterstützt die allgemeine Annahme einer turbulenten Gasströmung, die durch die komplexe Kanalgeometrie bedingt ist. Laminare Gasströmung tritt nur bei geringen Gaslasten und niedrigen Kopfdücken auf (Spiegel und Duss, 2014). Basierend auf den gewonnenen experimentellen Daten konnten die Reynolds-Zahlen in den Eck- und Randspalten nicht berechnet werden. Da Sacher und Repke (2022) das Auftreten von Turbulenz in den Bereichen nahe der offenen Kanalseiten bei etwa $Re_{ch} > 330$ beschreiben, können auch an diesen Randbereichen turbulente Strömungsregime angenommen werden.

Der Effekt leicht unterschiedlicher Gasbelastungen dominiert die geringen Druckverlustmesswerte, sodass weder ein Einfluss der thermischen Randbedingung der Kolonne noch ein Einfluss von starker Rücklaufunterkühlung auf den Druckverlust festgestellt werden konnte. Bei einer Variation der Belastung konnten Einflüsse auf den Druckverlust nachgewiesen werden. Daher wird an dieser Stelle auf den nächsten Absatz und für weiterführende Informationen zum Einfluss auf die Fluidodynamik auf (Staud et al., 2024) verwiesen.

Belastungsvariation unter variierten thermischen Randbedingungen

Zur Charakterisierung des Einflusses der thermischen Randbedingung über den gesamten Belastungsbereich und zur Validierung von drei unterschiedlichen Rektifikationsaufbauten im Maßstab DN50 werden Trennleistungs- und Druckverlustergebnisse verglichen. Der Einfluss der thermischen Randbedingung auf die Trennleistungen wird im Gegensatz zum vorhergehenden Abschnitt mit konstanter Belastung in diesem Abschnitt mit Ergebnissen aus Kolonnen mit unterschiedlichen Beheizungsrichtungen (Öl, elektrische Beheizung) und unter variiertter Belastung (s. Abbildung 4.4) verglichen. Es liegen darüber hinaus auch Unterschiede in der Packungsbethöhe, den Gas- und Flüssigkeitsverteilern vor.

Die Druckverlustmessungen an den DN50 Kolonnen S500.Y, $h_{pa} = 0,61$ m (BASf) und R500.Y, $h_{pa} = 0,46$ m (ENVIMAC) mit Angaben zur Kolonnenwandtemperatur stützen veröffentlichte Druckverlustergebnisse der TU BS (Staud et al., 2024). Unter den überhitzten Wandbedingungen $\Delta T_{\text{Wand-ad}} = +2,2$ K (DN50, R500.Y, $h_{pa} = 0,57$ m), $\approx +3$ K (R500.Y, $h_{pa} = 0,46$ m), $+7,5$ K (DN50, S500.Y, $h_{pa} = 0,61$ m) nehmen beide Druckverlustkurven (ohne Gegenstrom und mit Gegenstrom) ähnliche Werte an und zeigen den gleichen Kurvenverlauf. Die Druckverlustmessungen bei überhitzter Wand und ohne Gegenstrom zeigen geringere Druckabfälle als bei unterkühlter Wand mit $\Delta T_{\text{Wand-ad}} = -0,3$ K und $-0,8$ K (R500.Y, $h_{pa} = 0,57$ m, TU BS), insbesondere bei niedrigen Gasbelastungen von $F_G < 1 \sqrt{Pa}$. Diese reduzierten Druckabfälle sind in der doppeltlogarithmischen Auftragung (s. Abbildung 4.4b) an einem linearen Verlauf zu erkennen. Dieser Verlauf deutet auf geringere bzw. keine Kondensationseffekte und Flüssigkeitsströmung nahe der Wand (Wilder Rücklauf) hin, welcher in (Staud et al., 2024) experimentell quantifiziert wurde. Die feuchten Druckverluste fallen bei unterkühlter Wand unabhängig vom Packungstyp höher aus als die Druckverluste bei überhitzter Wand.

Die Ergebnisse der Trennleistung (s. Abbildung 4.4a) müssen abhängig von der thermischen Randbedingung der Wand und von dem Packungstyp interpretiert werden: Die R500.Y Ergebnisse zeigen ab dem Staupunkt bei $F_G = 1,3 \sqrt{Pa}$ ähnliche Trennleistungen. Unterhalb der Staugrenze weichen zwei Punkte aus dem DN50 Maßstab (R500.Y, $h_{pa} = 0,46$ m, ENVIMAC) von denen der DN50 Anlage (R500.Y, $h_{pa} = 0,57$ m, TU Braunschweig) mit niedrigeren *HETP*-Werte ab. Die Begründung wird darin vermutet, dass in der Anlage (R500.Y, $h_{pa} = 0,46$ m, ENVIMAC) ein Packungselement weniger vermessen wurde. Dies kann gerade im Miniplantmaßstab zu geringerer Maldistribution und höheren Trennleistungen führen.

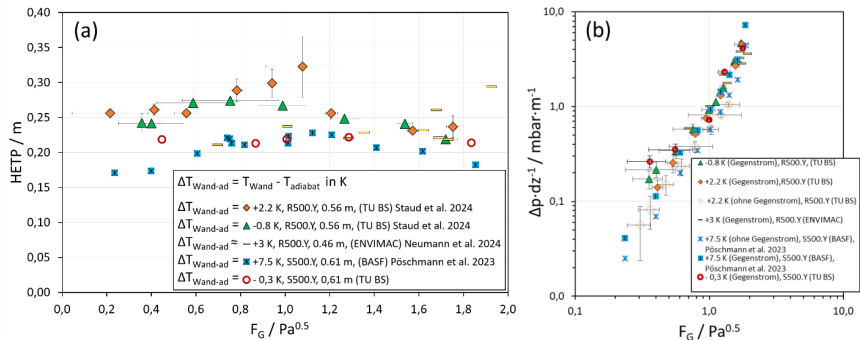


Abbildung 4.4: Trennleistungs- (a) und Druckverlustverlauf mit und ohne Gas-/Flüssiggegenstrom (b) in Abhängigkeit der Gasbelastung. Vergleich von überhitzter ($\Delta T_{\text{Wand-ad}} = +2,2 \text{ K}$; $+7,5 \text{ K}$) und unterkühlter ($\Delta T_{\text{Wand-ad}} = -0,8 \text{ K}$) thermische Kolonnenwand bei -5 K Rücklaufunterkühlung im DN50 Miniplantmaßstab

Aufgrund dessen sind die Trennleistungsdaten nur bedingt vergleichbar und stellen keinen Widerspruch zu dem Trend erhöhter Trennleistungen bei unterkühlter Kolonnenwand dar. Die Isolierungstechniken der Anlage DN50, S500.Y, $h_{pa} = 0,61 \text{ m}$ (BASF) und der Anlage DN50, R500.Y, $h_{pa} = 0,57 \text{ m}$ (TU Braunschweig) sind aufgrund des unterschiedlichen apparativen Aufbaus - elektrische Begleitheizung einer Luftisolierschicht bei der Anlage S500.Y, $h_{pa} = 0,61 \text{ m}$ (BASF) gegenüber einer ölbeheizten Isolierung bei der (TU Braunschweig) - nicht direkt vergleichbar. Die etwa doppelt so hohe Wärmekapazität von Thermoöl im Vergleich zu Luft kann zu erheblichen Unterschieden in den ab- oder zugeführten Wärmeströmen führen.

Die Trennleistungsergebnisse des S500.Y Packungstyps zeigen im „preloading“-Bereich eine bis zu 30 % höhere Trennleistung. Derselbe Packungstyp, welcher in der Anlage DN50, S500.Y, $h_{pa} = 0,61 \text{ m}$ bei der BASF gemessen wurde, ist im Anschluss in der Miniplantanlage an der TU Braunschweig vermessen worden. Die ähnlichen reproduzierbaren Trennleistungsergebnisse (s. rote Kreise in Abbildung 4.4) bestätigen den Unterschied in der Trennleistungen zwischen den beiden Packungstypen und validieren die Trennleistungsergebnisse an der DN50 Miniplantanlage an der TU Braunschweig.

Messergebnisse zur thermischen Randbedingung im Maßstab DN150 ohne Begleitbeheizung zeigen divergierende Ergebnisse und deuten darauf hin, dass die thermische Randbedingung an der Kolonnenwand im Technikumsmaßstab keinen signifikanten Einfluss auf die Trennleistung hat. Der Wärmeverlust durch die wandseitige Isolierung im Vergleich zum durch den Gasstrom transportierten Wärmestrom wird als vernachlässigbar angesehen, was die Bedeutung der Isolierung hinsichtlich energetischer Effizienz und der Optimierung der Trennleistung unterstreicht.

Die Ergebnisse zum Einfluss der thermischen Randbedingung lassen sich wie folgt zusammenfassen:

1. Variation der Randbedingung führt im Betrag zu Trennleistungsänderungen von bis zu 19 %. Die Unterkühlung von Kolonnenwandungen steigert die Trennleistung um bis zu 12 % und überhitzte diabatische Randbedingungen senkt die Trennleistung um bis zu 7 %.
2. Die Druckverluste mit Gegenstrom fallen bei unterkühlter Kolonnenwand höher aus als die Druckverluste bei überhitzter Wand. Reduzierte Druckabfälle ohne Gegenstrom deuten auf nachgewiesene geringere bzw. keine Kondensationseffekte und Flüssigkeitsströmung nahe der Wand (Wilder Rücklauf) hin.

4.1.2 Randabweiser

Die Randabweiser (RAW) spielen mit abnehmendem Kolonnendurchmesser eine relevantere Rolle. Das Ergebnis der systematischen Untersuchung der Auswirkungen zwei unterschiedlicher Randabweisermaterialien in Kombination mit dem R500.Y-Packungsblech ist, dass die S500.Y-Randabweiser mit 5 mm längeren Zungen (1,5x S-RAW) als bei den R500.Y-Randabweisern (1,5x R-RAW) die Flüssigkeit weniger effektiv von der Wandung zurück in die Packung führen. An dieser Stelle ist zu erwähnen, dass die Wicklung der S500.Y, 1,5x S-RAW-Packung aufgrund der größeren Randspalte weniger eng an den Packungsblechen anlag. Aus diesen Unterschieden resultiert über den gesamten Gasbelastungsbereich gemittelt eine um 18 % verringerte Trennleistung.

Die Kombination aus dem R500.Y-Packungsblech und den ineffektiveren S500.Y-Randabweisern (Abbildung 3.5 - gelbe Packungskonfiguration) erbrachte die geringste Trennleistung. Die HETP-Werte der R500.Y-Packung mit den 1,5-fach höheren Randabweisern (gelb) gegenüber der Original-R500.Y-Packung (cyan-blau) liegen deutlich über den anderen Messwerten (s. Abbildung 4.5). Bei einer linearen Darstellung des Druckverlustdiagramms wird deutlich, dass die R500.Y-Randabweiser mit 1,5-facher Höhe (violett) höhere Druckverluste verursachen als die ursprünglich kürzeren R500.Y-Randabweiser (cyan-blau). Die R500.Y-Packung mit dem S500.Y-Randabweiser mit 1,5-fachen RAW-Anteil (gelb) weisen unter Gegenstrom niedrigere Druckverluste als die R500.Y-Packung mit R500.Y-Randabweisern mit demselben 1,5-fachen Höhenverhältnis (violett) auf. Diese höheren Druckverluste stützen die Beobachtung, dass die 30 % kürzeren Zungen der R500.Y-Randabweiser den Randspalt effektiver für den Dampfstrom verschließen und Flüssigkeit und Dampf effektiver in die Packung leiten als die S500.Y-Randabweiser.

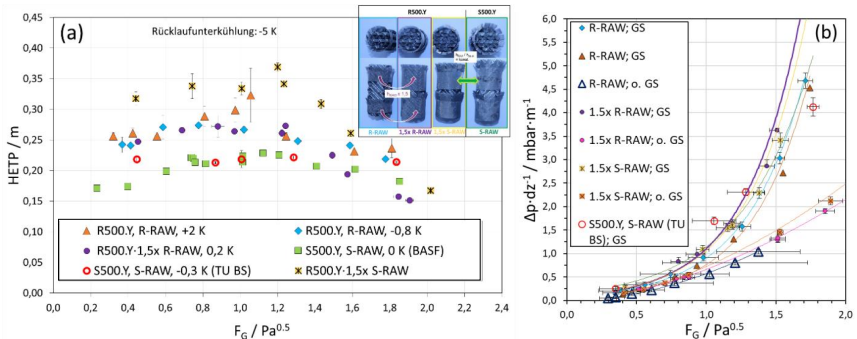


Abbildung 4.5: Trennleistungs- (a) und Druckverlustverläufe im Gegenstrom (GS) und ohne Gegenstrom (oGS) mit exponentiellen Trendlinien (b) bei verschiedenen Randabweiserkonfigurationen von R500.Y- und S500.Y Packungen

Die unterschiedliche Gewebestruktur wird bei dem Vergleich der trockenen Druckverluste (ohne Flüssigkeitsgegenstrom) deutlich. Die Druckverluste der S500.Y-Randabweiser (orange) mit dichter Gewebestruktur fallen höher aus als die der R500.Y-Randabweiser (pink) mit größeren Maschenweite (s. Abbildung 3.4). Die Trennleistungsergebnisse (s. Abbildung 4.5) belegen, dass die S500.Y-Packung trotz der weniger effektiveren Randabweiser eine höhere Trennleistung erzielt als die R500.Y-Packung mit effektiveren Randabweisern.

Durch die Isolierung und Quantifizierung des Randabweiser-Einflusses bleiben für die Begründung der Trennleistungsdifferenzen die Unterschiede in den Rand- und Eckspalten (s. Abbildung 2.3) sowie der daraus folgenden Porosität, des Materials und die Mikrostruktur des Packungsblechs. Aufgrund des

Auftretens der Trennleistungsdifferenzen unterhalb der Staugrenze bei $F_G \approx 1,3 \sqrt{Pa}$ ist der Einfluss sehr wahrscheinlich auf die Unterschiede in den Mikrostrukturen zurückzuführen. Denn unterhalb des Staupunkts ist der signifikante stofftransportverstärkende Einfluss der Mikrostruktur (Kohrt 2012) durch erhöhte turbulente Wirbelbildung im Flüssigkeitsfilm (Tong et al., 2012) und durch eine Erhöhung der Benetzung nachgewiesen (Kapoustina, 2019). Detaillierte experimentelle Untersuchungen zwischen den Randabweisern haben gezeigt, dass die R500.Y-Packung (s. Abbildung 3.4) einen 32 % größeren statischen Hold-up aufweist als die S500.Y-Packung (s. Anhang E). Als Begründung für diesen größeren statischen Hold-up kommen insbesondere die Unterschiede in der Mikrostrukturierung und der Gewebestruktur in Frage. Um zu beurteilen, ob die Mikrostruktur der R500.Y Packung einen größeren statischen Hold-up bindet als das Randabweisergewebe mit einer großen Maschenweite, müssen Hold-up Messungen ohne Randabweiser durchgeführt werden. Auffällig ist, dass sich die Dellentiefen der Mikrostrukturen zwischen den beiden Packungstypen ähneln, sich die Dellengeometrie aber unterscheidet.

Trotz der Tatsache, dass ein Metallgewebe gegenüber strukturiertem Packungsblech eine bis zu vierfach höhere Trennleistung erbringen kann (Schoenmakers und Spiegel, 2014), hat sich in dieser Untersuchung mit Randabweiservariationen gezeigt, dass die veränderte Fluidodynamik einen größeren Effekt auf die Trennleistung hatte als die geometrische spezifische Oberfläche des Randabweisergewebes. Daher ist die Randabweiserkonfiguration relevant für vergleichbare und skalierbare Trennleistungsergebnisse, insbesondere im Miniplantmaßstab. Die Ergebnisse zum Randabweisereinfluss (Forschungsfrage 1) lassen sich wie folgt zusammenfassen:

1. Die Geometrie der Randabweiser, insbesondere die Zungenlänge und Wicklung, beeinflusst die Fluidodynamik und somit die Trennleistung stärker als die spezifische Oberfläche des Randabweisergewebes.
2. Unterschiedliche Gewebestruktur wird bei dem Vergleich der trockenen Druckverluste detektierbar.
3. S500.Y-Packungen erzielen trotz weniger effektiver Randabweiser eine höhere Trennleistung als R500.Y-Packungen mit effektiveren Randabweisern.
4. Trennleistungsdifferenzen unterhalb der Staugrenze werden auf Unterschiede in den Mikrostrukturen zurückgeführt.

4.1.3 Geometrische Randeffekte

Die eingesetzten Kolonnen (s. Abbildung 2.13) führen zu unterschiedlich hohen Randeffekten, die in Abbildung 4.6 für die untersuchten Packungen und Kolonnenmaßstäbe gegenübergestellt sind. Unter Randeffekten wird der Einfluss der spezifischen Wandoberfläche und der Randabweiseroberfläche in Bezug auf die Packungsoberfläche definiert, welche die Fluidodynamik im Randspalt und damit die Trennleistung beeinflusst.

Der Anteil der spezifischen geometrischen Oberfläche der Randabweiser a_{RAW} an der mit dem Randspalt und Randabweisern korrigierten, realen geometrischen Trennoberfläche a_{pa} nimmt mit abnehmendem Kolonnendurchmesser zu.

Da die S500.Y Packungen höhere Randabweiser aufweisen und deren Gewebe größere spezifische Oberflächen besitzen als die R500.Y Packungen, fällt der Randabweiseranteil $a_{RAW} \cdot a_{pa}^{-1}$ der S500.Y Packungen höher aus. Maximal beträgt dieser Randabweiseranteil bei der S500.Y Packung im Kolonnenmaßstab DN50 38 % und bei der R500.Y Packung im Kolonnenmaßstab DN150 minimal 5 %.

Der Anteil des Packungs- zum Kolonnenquerschnitt drückt den Anteil des Rand- (RS) und Eckspalts (ES) auf die Querschnittsfläche (CS) aus. Dieses Verhältnis des Packungs- zum Kolonnenquerschnitt (s. Abbildung 4.6b) ist ebenfalls mit 58 % am höchsten bei der S500.Y Packung im DN50-Maßstab. Der Rand- und

Eckspaltanteil ist höher als bei den R500.Y Packungen, da die äußeren Blechlagen 3,5 ... 4,2 ($\pm 0,6$) mm kürzer gefertigt wurden. Der Anteil der spezifischen Wandfläche an der realen geometrischen Packungsoberfläche a_{pa} (s. Abbildung 4.6d) ist mit maximal 16 % bei der R500.Y Packung am höchsten, da diese die geringste spezifische Packungsoberfläche besitzt.

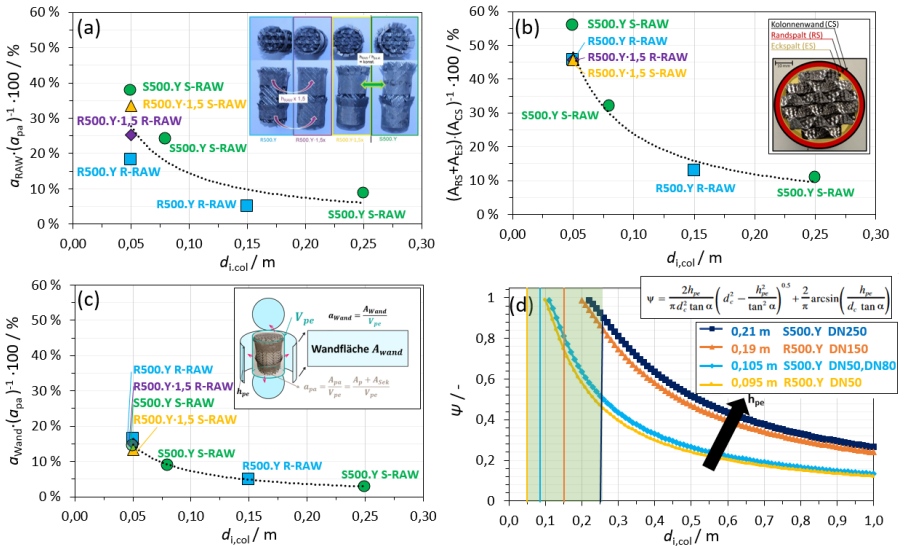


Abbildung 4.6: Durchmesserabhängige Randeinflüsse: (a) Randabweiseranteil, (b) Rand- und Eckspaltanteil, (c) Wandanteil und (d) Anteil der an der Wand endenden Gasströmungskanäle

Der Randeinfluss der Kolonnenwand kann zusätzlich durch den Anteil der an der Kolonnenwand endenden Gasströmungskanäle Ψ (Olujić, 1999) in Abhängigkeit von der Packungselementhöhe h_{pe} quantifiziert werden. Bei allen Packungselementen mit $d_{pe} < h_{pe}$ und $\alpha = 45^\circ$ enden 100 % der Gasströmungskanäle an der Kolonnenwand. Dies ist bei allen in dieser Arbeit untersuchten Packungen der Fall. Größere Kolonnendurchmesser besitzen eine geringere Anzahl an Umlenkungen der Gasströmung. Dies führt unter anderem zu geringeren Druckverlusten, wie nachfolgend in Abbildung 4.11 dargestellt und theoretisch im DELFT-Modell (Olujić, 1999) beschrieben. Es sind im Rahmen des Verbundprojekts „ReProvAP“ Experimente im DN250 Maßstab durchgeführt worden, deren Ergebnisse hier berichtet werden.

Der Vergleich der Packungen in unterschiedlichen Maßstäben verdeutlicht die unterschiedlichen geometrischen Anteile an der absoluten spezifischen Packungsoberfläche a_{pa} . Es ist zu erkennen, dass der Rand- und Eckspalt im DN50-Maßstab ein ähnlicher Anteil der Querschnittsfläche einnehmen können wie die Packung (s. Abbildung 4.6b).

Die Ergebnisse zu den geometrischen Randeinflüssen (Forschungsfrage 3) lassen sich wie folgt zusammenfassen:

1. Der Anteil der spezifischen geometrischen Oberfläche der Randabweiser an der realen Packungsoberfläche nimmt mit abnehmendem Kolonnendurchmesser zu. Bei S500.Y-Packungen (DN50) beträgt dieser maximal 38 %, während er bei R500.Y-Packungen (DN150) minimal 5 % erreicht.

- Der höchste Anteil des Rand- und Eckspaltanteils zum Kolonnenquerschnitt (56 %) besteht bei der S500.Y-Packung im DN50-Maßstab.
- 100 % der Gasströmungskanäle enden bei den untersuchten Packungen an der Kolonnenwand außer bei der Packung im Maßstab DN250 (85 %), was zu geringeren Druckverlusten führt.

4.1.4 Maßstabs- und Gemischeinfluss

Der Forschungsfrage 3 wird darüber hinaus in diesem Abschnitt mit der Korrelation der Trennleistung mit den zuvor evaluierten Einflussfaktoren (s. Kap. 4.1.1, 4.1.2, 4.1.3) beim geometrischen Maßstabsübertrag bzw. Scale-up beantwortet. Die modellierte geometrische Maßstabsübertragung nach (Kister, 1992) sagt eine maximale 10-prozentige bei der Skalierung von 0,05 m zu 0,25 m (S.500.Y) bzw. 14-prozentige Trennleistungsreduzierung bei Skalierung von Kolonnendurchmessern von 0,05 m zu 0,15 m voraus (s. Abbildung 4.7a). Die experimentellen Untersuchungen der beiden Packungstypen im Miniplant- und Technikumsmaßstab belegen bei dem C6/C7-Gemisch mit 25 % eine wesentlich höhere Trennleistungsreduzierung als nach (Kister, 1992) modelliert. Diese Maßstabsabhängigkeit wird in Abbildung 4.7b durch die Gegenüberstellung der über denselben Belastungsbereich arithmetisch gemittelten $HETP$ -Werte für alle Gemische quantifiziert.

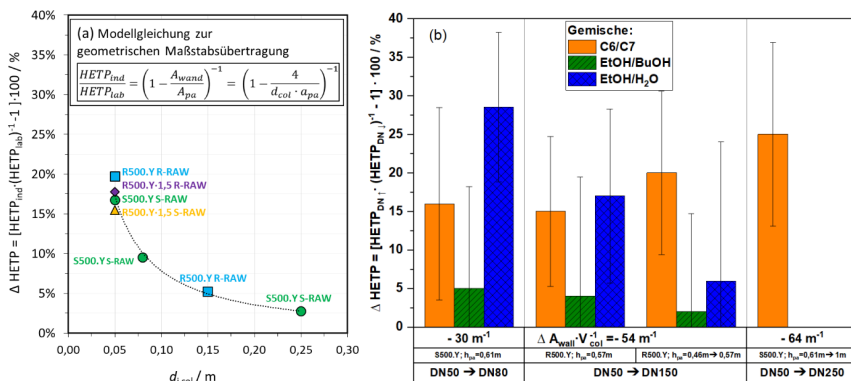


Abbildung 4.7: Abnahme der $HETP$ -Werte bei geometrischer Maßstabsübertragung nach der Modellgleichung von (Kister, 1992) (a) und nach experimentellen Trennleistungsergebnissen bei 950 mbar abs in Abhängigkeit der Abnahme des spezifischen Wandflächenanteils $A_{\text{wand}} \cdot V_{\text{col}}^{-1}$ (b)

Die in der Abbildung 4.7b dargestellten Trennleistungsdaten werden in den folgenden Abbildungen dargestellt und zeigen bei fast allen Messungen einen Buckel (Hump) im $HETP_{\text{Exp}}(F_G)$ -Verlauf. Aus diesen belastungsabhängigen Trennleistungen resultieren hohe Standardabweichungen.

Geringere Wandeffekte mit zunehmenden Durchmessern führen fast immer zu geringeren Trennleistungen. Diese Abnahme der Trennleistung bei zunehmendem Kolonnendurchmesser kann bei allen experimentellen Messungen bei 950 mbar abs beobachtet werden und verdeutlicht den Einfluss von Rand- und Kolonnenwandeffekten (Deibele und Dohrn, 2006).

Die zugrundeliegenden C6/C7 Trennleistungsdaten belegen mit der R500.Y Packung eine im Mittel 15 % und maximal um 23 % geringere Trennleistung in dem DN150 Maßstab im Vergleich zu den Ergebnissen im DN50 Maßstab. Bei der Packung S500.Y verringert sich bei einer Maßstabsvergrößerung von DN50 auf DN250 das Verhältnis $A_{\text{wall}} \cdot V_{\text{col}}^{-1}$ um 64 m⁻¹ und die Trennleistung im Mittel um 25 % und maximal bis zu

29 %. Daher ist bei der Maßstabübertragung vom DN50 Miniplant- auf den DN250 Pilotmaßstab mit dem Standardgemisch C6/C7 ein überschlägiger Maßstabsübertragungsfaktor von ca. 1,3 ($HETP_{DN50} \cdot 1,3 = HETP_{DN250}$) anzuwenden. Dabei wird die Abhängigkeit der Trennleistung von der Belastung (Hump) vernachlässigt. Die Maßstabsabhängigkeit der Trennleistungsmessergebnisse mit dem C6/C7 System wird bei 950 mbar abs bei beiden Packungstypen deutlich (s. Abbildung 4.8).

Die Trennleistungen fallen bei dem höheren Druck mit zunehmendem Kolonnendurchmesser geringer aus, während bei 300 mbar abs diese Maßstabsabhängigkeit nicht beobachtet wird. Dies ist durch abnehmenden Trennleistung durch abnehmenden Randeinfluss erklärbar. Bei 950 mbar abs fällt die Flüssigkeitsbelastung mit $w_L = 11,5 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$ (300 mbar abs) im Mittel um 42 % höher aus als bei 300 mbar abs ($w_L = 6,6 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$). Dies führt zu höheren Benetzungsgraden der Kolonnenwand und der anliegenden Randabweiser, welche bis 17 % bzw. 37 % der spezifischen verfügbaren Kolonnenoberfläche darstellt. Aufgrund dessen fällt die Trennleistung im Vakuum in der Regel geringer aus als bei atmosphärischem Druck.

Diese Trennleistungsergebnisse unterstützen die Aussage von (Schultes 2013), dass Vorhersagen der experimentellen Trennleistung mit Abweichungen von $\pm 20 \% \dots \pm 30 \%$ zu erwarten sind, wenn mehrere Datensätze für einen Packungstyp verwendet werden.

In den dargestellten Trennleistungsergebnissen mit C6/C7 liegen die Abweichungen im Mittel bei 15 %, wenn nur die Miniplant- und Technikumsmaßstäbe $\leq \text{DN150}$ betrachtet werden. Der Vergleich von Miniplant- zu Pilotmaßstab von DN50 zu DN250 zeigt 25 % Abweichung. Die Trennleistungsverläufe zeigen alle einen charakteristischen Verlauf mit einem Hump bei ca. $F_G = 1 \sqrt{Pa} \dots 1,2 \sqrt{Pa}$ mit einem maximalen $HETP$ -Wert. Nur bei der R500.Y Packung bei 300 mbar abs tritt kein ansteigender $HETP$ -Verlauf auf. Bei allen Gemischen fallen die Trennleistungen der S500.Y Packung höher aus als die der R500.Y Packung. Im Kap. 4.1.2 wird der Trennleistungsunterschied mit der Mikrostrukturierung begründet. Die Druckverluste zeigen keinen einheitlichen Trend im Maßstabsvergleich. Bei der R500.Y Packung fällt der Druckverlust unterhalb des Staupunkts bei $F_G = 1,2 \sqrt{Pa}$ im Technikumsmaßstab DN150 höher aus als im Pilotmaßstab (S500.Y Packung) und Miniplantmaßstab (R500.Y-Packung).

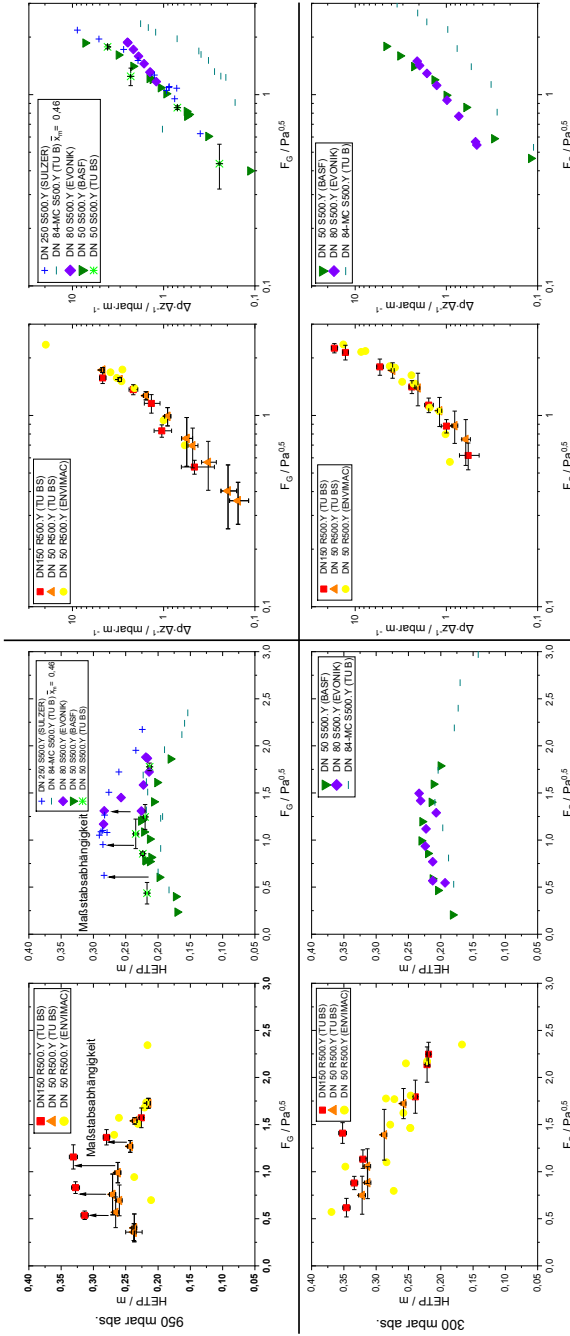


Abbildung 4.8: Trennleistungs- (links) und Druckverlustergebnisse (rechts) mit C6/C7-Gemisch

Die geringeren Druckverluste im Miniplantmaßstab, trotz der mehr als doppelten Anzahl von Stoßstellen, werden mit dem größeren Randspaltanteil (s. 4.1.3) begründet, durch den die Gasströmung an einem Packungselement vorbeiströmen kann. Diese Ergebnisse stehen im Einklang mit dem Modell von (Boucher et al., 1973; Brunazzi und Paglianti, 1997), wonach die Druckverluste mit zunehmendem Durchmesser aufgrund der abnehmenden Anzahl von Umlenkungen des Gaststroms an der Kolonnenwand abnehmen. Nach (Boucher et al., 1973; Brunazzi und Paglianti, 1997) ist ab einem Grenzdurchmesser von 0,21 m keine durchmesserabhängige Änderung der Druckverluste zu erwarten. Die Ergebnisse aus einer Messzelle, welche im Rahmen des Verbundprojektes *ReProVAP* erzeugt wurden, zeigen signifikant geringere Druckverluste als in den Kolonnen. Dies ist auf das Fehlen von Stoßstellen zurückzuführen, die wesentlich zum Druckverlust und zur Flüssigkeitsverteilung beitragen. Darüber hinaus deuten diese geringen Druckverluste auf eine geringe Maldistribution hin.

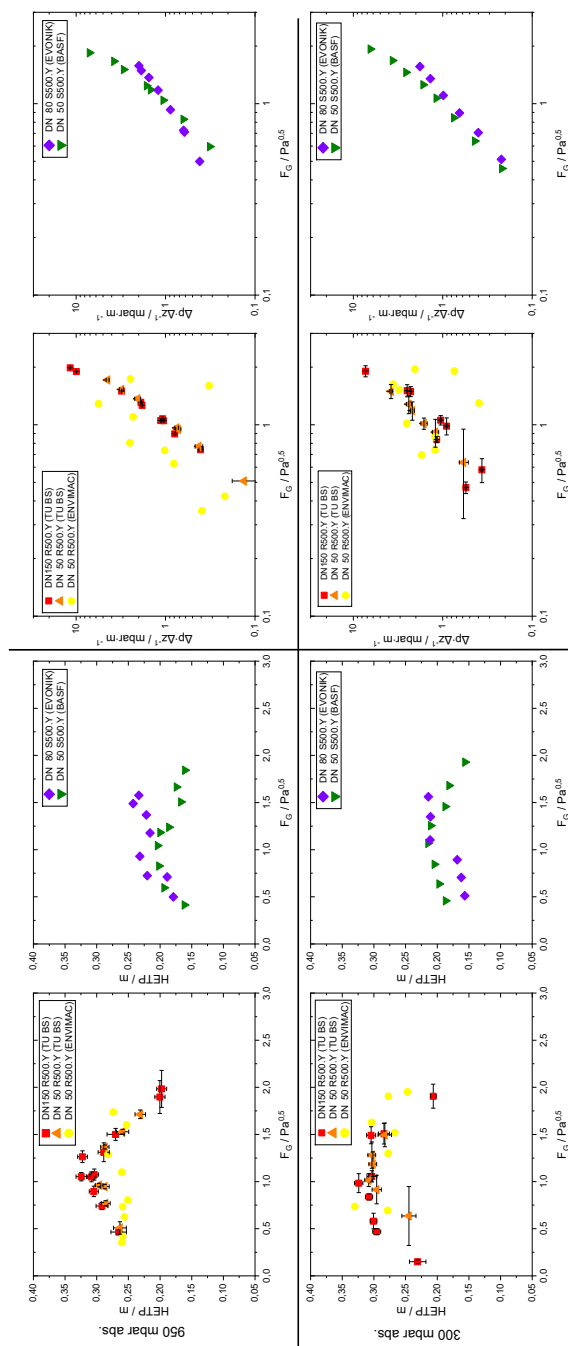


Abbildung 4.9: Trennleistungs- (links) und Druckverlustergebnisse (rechts) mit EtOH/BuOH-Gemisch

Im Gegensatz zu der deutlichen maßstabsabhängigen Trennleistung bei dem organisch engstehenden C6/C7 Gemisch, fallen bei dem weitsiedenden EtOH/BuOH-Gemisch die *HETP*-Werte im Technikumsmaßstab nur geringfügig höher aus (s. Abbildung 4.9). Es gibt geringe (R500.Y, $h_{pa} = 0,46$ m, ENVIMAC) bis keine Maßstabsabhängigkeit (TU BS) der Trennleistung auf (s. Abbildung 4.9).

Als Übertragungsfaktor ist für die Maßstabsübertragung von DN150 auf DN50 mit dem organisch engstehenden Gemisch C6/C7 ein hoher Faktor 1,3 erforderlich. Dagegen ist für das organisch weitsiedende Gemisch EtOH/BuOH ein niedriger Übertragungsfaktor von 1,05 ausreichend. Die Druckverluste zeigen nahe atmosphärischen Druck keinen maßstabsabhängigen Trend. Bei 300 mbar abs hingegen fallen die Druckverluste in Technikumskolonnen geringer aus.

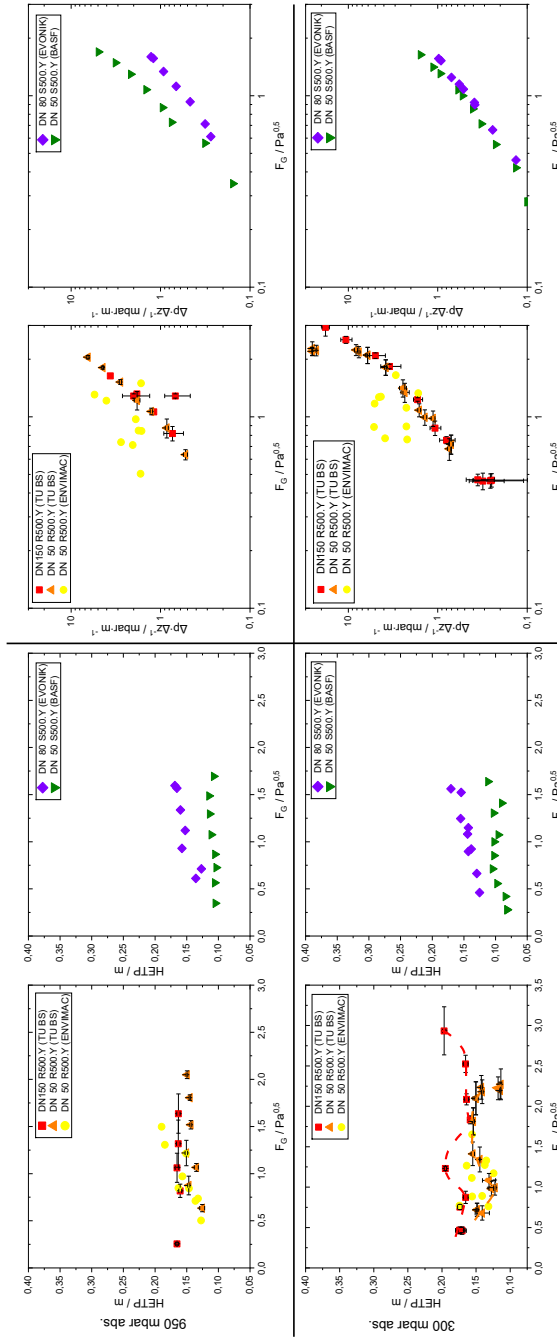


Abbildung 4.10: Trennleistungs- (links) und Druckverlustergebnisse (rechts) mit EtOH/Wasser-Gemisch

Die Trennleistungen mit dem nicht-idealen EtOH/Wasser-Gemisch fallen im Vergleich zu EtOH/BuOH- und C6/C7-Gemischen im Mittel am höchsten aus (s. Abbildung 4.10). Als ein Grund für diese hohe Trennleistung wird der Marangoni-Effekt in Kap. 4.2.1 erörtert. Die Trennleistungsergebnisse zeigen wie in Abbildung 4.10 dargestellt eine Maßstabsabhängigkeit bei beiden Packungstypen und Drücken. Bei der Maßstabsvergrößerung von DN50 auf DN150 sinkt $A_{wall} V_{co}^{-1}$ um 54 m^{-1} und die Trennleistung für das Gemisch EtOH/H₂O im Mittel um 17 %, bei 300 mbar abs sogar um bis zu 33 %.

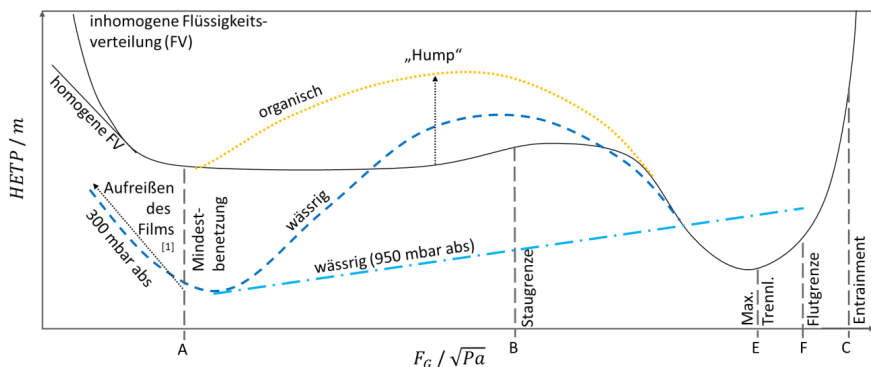
Im Vergleich der Druckverluste der organischen Gemische sind keine auffälligen Unterschiede zu erkennen. Allerdings sind die Druckverluste der EtOH/Wasser-Messreihen bei der S500.Y Packung geringer als bei den R500.Y Packung, außer bei der 950 mbar abs Datenreihe der DN50 Anlage mit der Packung S500.Y und $h_{pa} = 0,61$ m. Das deutet darauf hin, dass anhand von Differenzdruckmessungen nicht auf unterschiedliche Benetzung und Hold-up geschlossen werden kann. Ausgenommen davon ist das EtOH/Wasser-Gemisch mit der S500.Y Packung. Diese niedrigeren Druckverluste in Kombination mit den höchsten Trennleistungen sind auffällig. Da in der Regel hohe Druckverluste mit gesteigertem dynamischen Hold-up zu höheren Trennleistungen führen (Nitsche, 2014; Ono und Erhard, 2011), deuten diese Ergebnisse auf geringen dynamischen Hold-up und geringe Maldistribution hin. Diese Ergebnisse belegen, dass bei dem nicht-idealen wässrigen Ethanolgemisch nicht allein von der Oberflächenspannung der Reinstoffe auf die Benetzung und Trennleistung geschlossen werden kann. Stattdessen wird die Trennleistung von verschiedenen thermophysikalischen Parametern und Effekten beeinflusst, worauf im folgenden Kap. 4.2 detailliert eingegangen wird.

Zur Beantwortung der Forschungsfrage 3 lassen sich die Ergebnisse zur Maßstabs- und Gemischabhängigkeit wie folgt zusammenfassen:

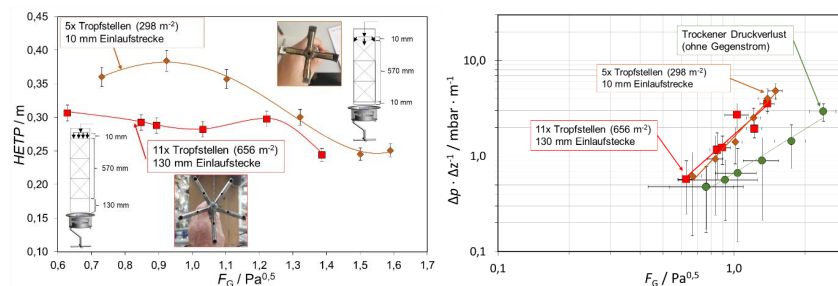
1. Modellierung der geometrische Maßstabsübertragung nach (Kister, 1992) sagt eine Trennleistungsreduzierung von maximal 10 % (S500.Y) und 14 % (R500.Y) voraus.
2. Experimentelle Ergebnisse des Standardstoffgemisches C6/C7 zeigen höhere maximale Trennleistungsreduzierungen von 29 % (S500.Y) und 23 % (R500.Y). Die Begründung hängt mit höherer Flüssigkeitsbelastung bei 950 mbar abs (42 % höher als bei 300 mbar abs) zusammen, welche zur besseren Benetzung an der Kolonnenwand und einem höheren Einfluss von Randabweiser- und Kolonnenwandeffekten führt.
3. Trennleistungen mit EtOH/BuOH-Gemischen weisen eine geringe Maßstabsabhängigkeit auf.
4. Bei EtOH/Wasser sind die höchsten Trennleistungen mit bei S500.Y auffällig geringe Druckverluste (insbesondere 300 mbar abs) gegenüber zur R500.Y Packungen gemessen worden. Dies deutet auf geringen dynamischen Hold-up und geringere Maldistribution hin
5. Druckverluste fallen bei 300 mbar abs im Technikumsmaßstab im Vergleich zum Miniplantmaßstab geringer aus, was von geringer Maldistribution zeugt.

4.1.5 Trennleistungsverläufe

Bei 300 mbar abs (Abbildung 4.10) belegen die EtOH/Wasser-Messungen mit der R500.Y-Packung einen Verlauf mit zunehmenden *HETP*-Werten bei sinkenden *F*-Faktoren im Bereich geringer Filmdicken. Diese Besonderheit im Verlauf wurde bisher auf Basis von theoretischen Simulationen berichtet (Ehlers und Fieg, 2014). Demnach ist dieser Verlauf auf das Aufreißen von Filmen bei geringen Belastungen zurückzuführen. In Kombination mit dem Buckel (Hump), welcher mit höheren Stoffübergangskoeffizienten bei geringen Filmdicken begründet werden kann, ist der Verlauf mit einem Polynom vierten Grades modellierbar (s. Abbildung 4.11). Die Trennleistungsverläufe bei dem EtOH/Wasser-Gemisch (Abbildung 4.10) unterscheiden sich von den Verläufen der anderen Gemische. Der Verlauf bei 950 mbar abs zeichnet sich durch einen konstanteren Verlauf aus.



Die Trennleistungskurven mit C6/C7 und EtOH/BuOH zeigen einen deutlichen Buckel (Hump). Trennleistungsmessungen mit C6/C7 bei 300 mbar abs im Maßstab DN150 bestätigen, dass eine optimale anfängliche Flüssigkeitsverteilung auf die Packung (Cai 2003) und die Beachtung einer Einlaufstrecke der Gasströmung unterhalb der Packung Maldistribution vorbeugt. Eine mehr als verdoppelte Tropfstellendichte und eine Einlauflänge, welche mit 130 mm annähernd dem Kolonnendurchmesser (152 mm) entspricht, führt zudem zu einer im Mittel um 24 % erhöhten Trennleistung (s. Abbildung 4.12). Die gesteigerte Trennleistung ist auf die effektivere Flüssigkeitsverteilung zurückzuführen, welche sich anhand höherer Druckverluste bei F-Faktoren unterhalb $1\sqrt{Pa}$ widerspiegelt.



Der Buckel (Hump) tritt auch bei perforierten M250.Y ($d_i = 1,2$ m) (Fitz 1999) und M500.Y ($d_i = 0,05$ m) Packungen (Bradt Möller, 2017) weniger ausgeprägt auf. Daher kann davon ausgegangen werden, dass die Hump-Verläufe nicht ausschließlich auf die fehlende Perforierung der verwendeten Packungsbleche zurückzuführen sind. Stattdessen ist der Strömungswinkel α_{eff} entscheidend, welcher durch den Anstellwinkel α der Kanäle beeinflusst wird. Dafür spricht, dass bei Packungen mit $\alpha = 60^\circ$ (X-Konfiguration) kein Hump auftritt. Darüber hinaus sind höhere Stoffübergangskoeffizienten bei geringen Filmdeken aufgrund geringer Flüssigkeitsbelastungen als Begründung für den Hump anzuführen.

Folgende Einflüsse auf den Trennleistungsverlauf (Forschungsfrage 1) werden zusammengefasst:

1. EtOH/Wasser-Messungen mit R500.Y-Packung zeigen fallende *HETP*-Werte bei geringen *F*-Faktoren, wahrscheinlich bedingt durch das Aufreißen der Flüssigkeitsfilme.
2. Optimale Flüssigkeitsverteilung und Einlaufstrecke steigern die Trennleistung um bis zu 24 % und minimieren das Auftreten von Flüssigkeitsmaldistribution.

4.1.6 Packungshöhe und Endeffekte

Die Trennleistungsergebnisse mit C6/C7 (s. Abbildung 4.13) und EtOH/Wasser (Abbildung 4.14) belegen eine höhere Trennleistung bei geringeren Packungshöhen und stehen im Einklang mit dem allgemein anerkannten Konsens (Billet, 1995; Kister, 1992; Olujić et al., 2008; Starkweather et al., 2014), dass die Trennleistung von der Packungshöhe abhängt.

In dieser Arbeit werden überwiegend Packungsbethhöhen von 0,19 m ... 1 m eingesetzt. Dies entspricht 6 % ... 33 % der nach (Kister, 1992) empfohlenen Packungsbethhöhe von 1,5 m ... 3 m. Die folgenden Messergebnisse mit Packungshöhen bis 1,5 m sind daher relevant für die Einordnung und Interpretation der hier erzielten Trennleistungsergebnisse mit relativ geringen Packungshöhen im Vergleich zu den empfohlenen Packungshöhen, auf denen die bisher veröffentlichten Stoffübergangsmodellen basieren (s. 2.4.6).

Die Ergebnisse mit dem Standardtestsystem C6/C7 mit der empfohlenen Packungshöhe von 1,5 m ergeben im überlappenden Belastungsbereich von $0,5 \text{ Pa}^{0,5}$... $1,5 \text{ Pa}^{0,5}$ eine um 22 % geringere Trennleistung als mit 0,563 m Packungshöhe. Diese Erkenntnis ist für den Vergleich mit Stoffübergangsmodellen relevant. Aufgrund der ähnlichen vermessenen Belastungsbereiche und Trennleistungsverläufe von EtOH/Wasser (s. Abbildung 4.14) und C6/C7 Messungen wurden die Trennleistungen über den gesamten Belastungsbereich gemittelt. Dies ist näherungsweise zulässig, da z.B. die Messergebnisse C6/C7 in der Anlage (R500.Y, $h_{pa} = 0,46 \text{ m}$, ENVIMAC) um ca. $1 \sqrt{Pa}$ nur eine Verschiebung des typischen parabelförmigen Trennleistungsverlaufs zeigen.

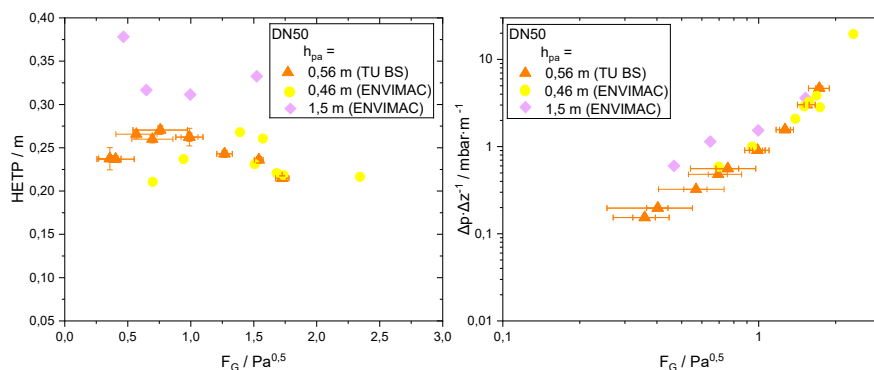


Abbildung 4.13: Packungshöhenvariation der R500.Y Packung im DN50 Maßstab (950 mbar abs) im Mittenbettzusammensetzungsbereich von $x_m = 0,4 \dots 0,6 \text{ mol}_{C6} \cdot \text{mol}_{Ges}^{-1}$

Die fast gleiche Trennleistungszunahme von 21 % kann im DN150 Maßstab mit EtOH/Wasser im Vergleich von 0,19 m (1PE - Packungselementlage) mit 0,57 m (3PE) Packungsbethhöhe nachgewiesen werden.

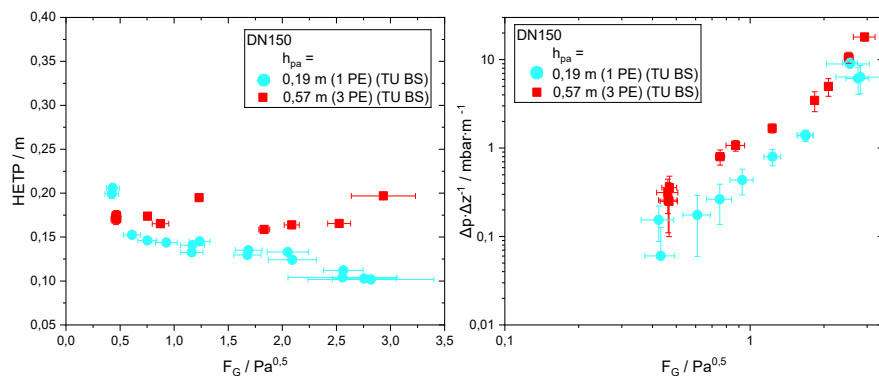


Abbildung 4.14: Packungshöhenvariation der R500.Y Packung im DN150 Maßstab (300 mbar abs) im Mittenbettzusammensetzungsbereich von $x_m = 0,3 \dots 0,5 \text{ mol}_{\text{ETOH}} \cdot \text{mol}_{\text{Ges}}^{-1}$

Die höheren Trennleistungen bei geringeren Packungsbethhöhen sind auf geringere Maldistributionseffekte zurückzuführen, welche in höheren Packungsbetten mit Stoßstellen vorherrschen. Die Stoßstellen zwischen Packungselementen verteilen die Flüssigkeit selbst bei nur zwei Stoßstellen (3PE) nicht effektiv genug, sodass die trennleistungsreduzierende Maldistribution die Flüssigkeitsverteilung an den Stoßstellen übertrifft. Höhere Packungsbetten führen zudem zu höheren spezifischen Druckverlusten (s. Abbildung 4.13 und Abbildung 4.14 rechts). Diese erhöhten Druckverluste stehen im Zusammenhang mit der Maldistribution und der daraus resultierenden Randgängigkeit und angenommenen Benetzung der Randabweiser sowie insbesondere mit der Anzahl der Stoßstellen zwischen den Packungselementen. Es ist bekannt, dass an den Stoßstellen ein relativ hoher Hold-up auftritt, der zu entsprechend erhöhten Druckverlusten führt (Aferka et al., 2011; Plate et al., 2021; Roesler John et al., 2018; Stoter, 1993).

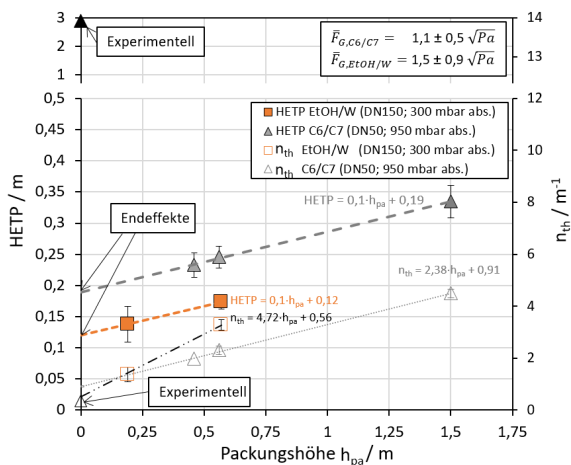


Abbildung 4.15: Trennleistung in Abhängigkeit der Packungshöhe zur Ermittlung der Endeffekte (R500.Y)

Die in diesem Maßstab untersuchten relativen Flüchtigkeiten erfordern Packungshöhen von < 1 m. Entscheidend bei diesen geringen Packungshöhen ist, dass der Parameter „Packungshöhe“ konstant gehalten und damit mögliche Endeffekte nach (Billet, 1995) berücksichtigen werden. Die Endeffekte setzen sich aus den ein- und austretenden Gas- und Flüssigkeitsströmen zusammen und nehmen gemischspezifisch gemäß Abbildung 4.15 im DN50 Maßstab mit 0,12 m (C6/C7) und im Maßstab DN150 mit 0,19 m (EtOH/Wasser) nennenswerte Anteile an.

Der Bestimmtheitsgrad der Geradengleichungen, welche die arithmetisch gemittelte Trennleistung in Abhängigkeit der Packungshöhe mit dem C6/C7-Gemisch beschreibt, beträgt $R^2 = 1$. Aufgrund dessen steigt die Trennleistung mit der Packungshöhe zwischen Packungshöhen von 0,4 m und 0,57 m bis 1,5 m Packungshöhe linear an (s. Abbildung 4.15). Die experimentell bestimmte Trennleistung der Kolonne ohne Packung belegt einen positiven Einlaufeffekt. Dies ist an geringeren n_{th} - und höheren $HETP$ -Werten zu erkennen.

Endeffekte werden häufig mit hocheffektiven Flüssigkeitsverteilern begründet. Die Flüssigkeitsverteiler im DN50 und DN150 Maßstab besitzen jeweils hohe Tropfstellendichte aber mit Werten zwischen $D_Q = 10 \dots 70$ geringe Verteilungsgüten D_Q (s. Abbildung 4.16). Dieser Ansatz gilt für regellose Packungen nach (Moore und Rukovena, 1987) und zählt die verwendeten Verteiler zu „handelsüblichen Verteilern“. Die Verteilungsgüte D_Q hängt von der Tropfstellenanzahl und der Tropfstellenverteilung im Kolonnenquerschnitt ab. Zur Bestimmung der Verteilungsgüte D_Q wird jede Tropfstelle durch Kreisflächen dargestellt (s. Abbildung 4.16b,d), welche der Summe der Querschnittsfläche der Kolonne entsprechen.

Ein weiterer Grund für das Auftreten von Endeffekten ist das Abtropfen des Flüssigkeitsstroms aus der Packung in den Sumpf (Tropfenkolonne) bzw. bis zur Probenahmestelle. Dies kann ausgeschlossen werden, da die Proben mit minimal empfohlenem Abstand (s. 3.4.8) unterhalb der Packung entnommen wurden. Der Einfluss der Endeffekte auf die Trennleistung im DN50 und DN150 Maßstab fällt gemischunabhängig ähnlich hoch aus. Dies wird durch die gleiche Geradensteigungen deutlich. Dieser Trend wird darüber hinaus auch von der unterschiedlichen Packungsstoßstellenanzahl beeinflusst, dessen Einfluss auf die Endeffekte mit diesen Daten nicht beurteilt werden kann.

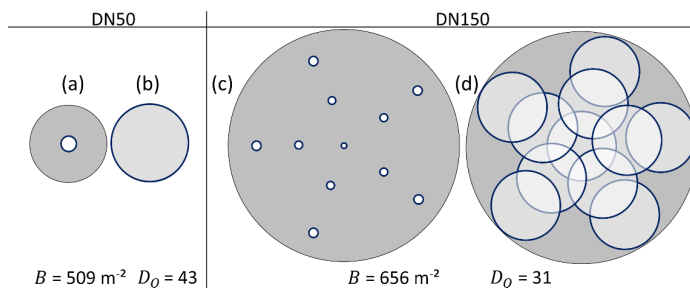


Abbildung 4.16: Tropfstellenkonfiguration im DN50 (a) und DN150 Maßstab (b) mit Angaben zur Tropfstellendichte B und Verteilungsgüte D_Q (b), (d) nach (Moore und Rukovena, 1987; Schultes et al., 2009)

Aufgrund des linearen Anstiegs der $HETP$ -Werte mit der Packungshöhe können mit linearer Extrapolation die für das C6/C7-Gemisch ermittelten Trennleistungsdaten auf Basis von Packungshöhen von 0,4 m ... 0,6 m mit Trennleistungsdaten mit höheren Packungen aus der Literatur abgeschätzt werden. Das spricht auch dafür, dass Vergleiche von Stofftransportmodellierungen auf der Basis von Messergebnissen

aus der Literatur (mit Packungshöhen von ca. 3 m) mit den in dieser Arbeit vorgestellten Trennleistungsergebnissen mit kürzeren Packungshöhen möglich sind.

Zur Beantwortung der Forschungsfrage 1 werden folgende Einflüsse auf die Trennleistung im Miniplantmaßstab mithilfe der Untersuchungen von Packungshöhen- und Endeffekten zusammengefasst:

6. Höhere Trennleistungen bei geringeren Packungshöhen (0,19 m ... 1 m) sind konsistent mit dem allgemeinen Wissensstand, dass die Trennleistung von der Packungshöhe abhängt.
7. Geringere Maldistribution bei niedrigeren Packungsbetthöhen führt zu höheren Trennleistungen, während höhere Betthöhen und Stoßstellen mit höheren Druckverlusten einhergehen.
8. Endeffekte sind gemischspezifisch und zeigen einen linearen Anstieg der *HETP*-Werte mit zunehmender Packungshöhe (0,19 m ... 1,5 m). Dies ermöglicht die Extrapolation der Trennleistung basierend auf 0,6 m Betthöhen zu höheren Betthöhen sowie Vergleiche mit Ergebnissen aus Stofftransportmodellierungen bei hohen Packungsbetthöhen von ca. 3 m aus der Literatur.

4.2 Thermophysikalische Gemischparameter

Neben den Gemischkomponenten spielt auch deren Gemischzusammensetzung eine entscheidende Rolle bei der Messung der Trennleistung. Zur Bewertung der Forschungsfrage 2, welche Stoffeigenschaften von unterschiedlich idealen und weitsiedenden Gemischen (s. Abschnitt 4.1.4) eine Abhängigkeit der Trennleistung und Fluidodynamik bedingen, wird in diesem Kap. 4.2 bzw. 4.3 die gemischspezifische Trennleistung mit Hilfe von thermophysikalischen Gemischparametern und der Variation der Gemischzusammensetzung erörtert und nach diesen Kapitel zusammengefasst beantwortet (s. Abbildung 4.17).

Um die Sensitivität der Trennleistungen gegenüber Schwankungen in der Gemischzusammensetzung und damit die zugrunde liegende Abhängigkeit der thermophysikalischen Eigenschaften der Gemische zu beurteilen, wurden die Zusammensetzungsbereiche sowohl des Destillats als auch der Flüssigkeit unter der Packung variiert.

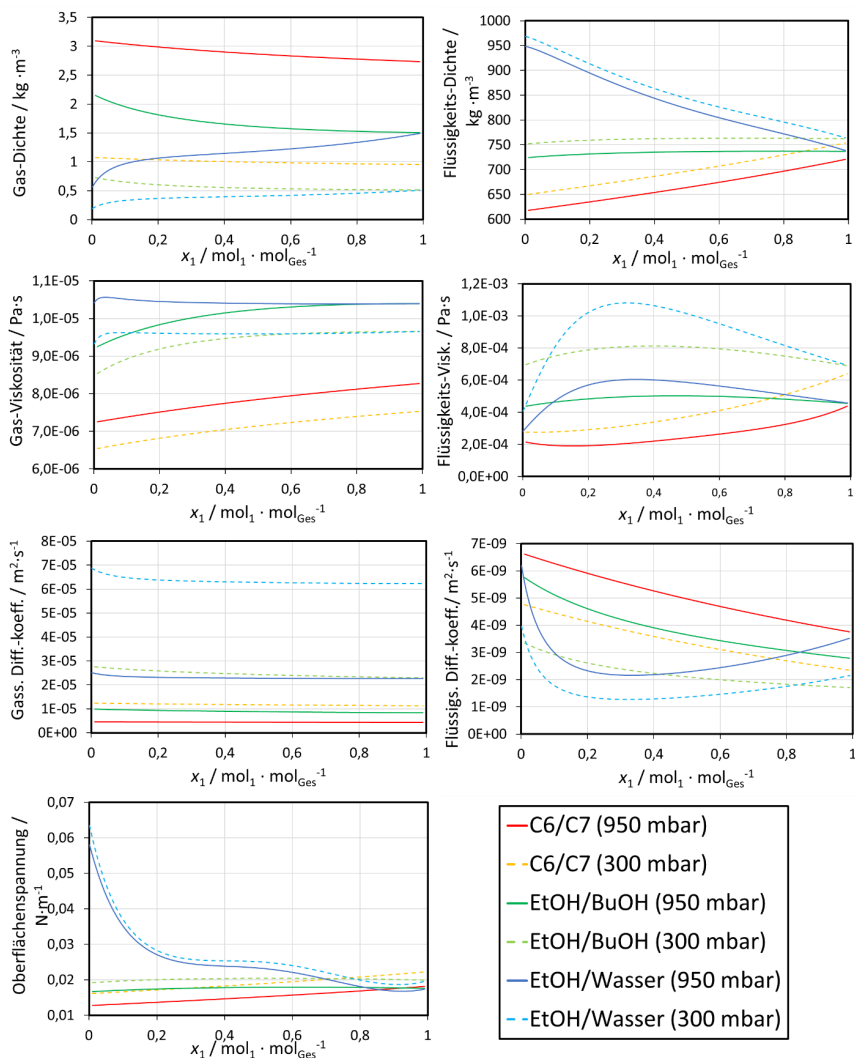


Abbildung 4.17: Physikalische Stoffeigenschaften der Stoffgemische in Abhängigkeit der Zusammensetzung unter Siedebedingungen

4.2.1 Stabilisierungsfaktor (M-Index)

Čmelíková et al. (2023) untersuchten den M-Index von drei bezogen auf die Oberflächenspannungen sehr ähnlich benetzenden Gemische bei der äquimolaren Zusammensetzung in Packungsmitte. Im Vergleich dazu sind in Abbildung 4.18 Gemische dargestellt, welche negativere und positivere M-Indizes aufweisen

als von (Čmelíková et al., 2023) untersucht und welche nach dem Marangoni-Effekt (Moens, 1972) stärker abweichendes Benetzungsverhalten besitzen.

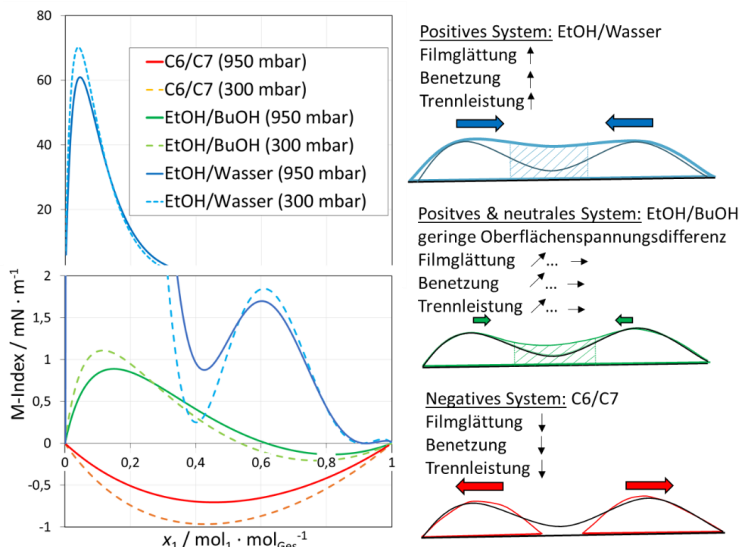


Abbildung 4.18: Marangoni-Index „M-Index“ (Stabilisierungsfaktor der Filme) in Abhängigkeit der Zusammensetzung der Gemische C6/C7, EtOH/BuOH und EtOH/Wasser

Negative M-Index-Werte bedeuten geringere Oberflächenspannungsdifferenzen. Diese führen aufgrund des Marangoni-Effekts zur Destabilisierung von Flüssigkeitsfilmen und einer geringeren benetzten Oberfläche. Bei positiven M-Indizes werden Flüssigkeitsfilme stabilisiert. EtOH/Wasser und EtOH/BuOH besitzen einen positiven M-Index, d.h. aufreißende Filme können sich basierend auf den Marangoni-Effekt selbst „heilen“ und schließen.

Insbesondere bei niedrigen EtOH-Zusammensetzung kann aufgrund von hohen Verstärkungsfaktoren von der Transformation von Rinnsalströmung hin zu Filmströmung ausgegangen werden (Zhang et al., 2014). Der in der Abbildung 4.19 gezeigte Anstieg der Trennleistung mit steigendem Ethanolanteil in der Flüssigkeit stimmt mit Beobachtungen von Fallfilmen an geneigten Edelstahlplatten (Zhang et al., 2014) überein. Die Ergebnisse der Trennleistung in Abhängigkeit des M-Index in Abbildung 4.19 zeigen folgenden Trend auf: Je positiver das Gemisch mit steigendem M-Index ist, desto höher ist die resultierende Trennleistung. Vergleichbare Ergebnisse, die explizit hohe M-Zahlen > 14 (Kataivanova und Stefanov, 2013) in strukturierten Packungen untersuchen, sind aus der Literatur nicht bekannt. Diese Ergebnisse stimmen mit Studien zu Zufallspackungen und Bodenkolonnen (Kataivanova und Stefanov, 2013) überein, in denen festgestellt wurde, dass der Oberflächenspannungsgradient in Systemen mit positiver Oberflächenspannung den größten Einfluss auf *HETP*-Werte hat, während der Oberflächenspannungsgradient in Systemen mit negativer Oberflächenspannung keine Auswirkungen hat. Für das System C6/C7 haben die Diffusivitäten und Viskositäten der Flüssigkeiten den größten Einfluss auf den *HETP*. (Bader et al., 2015)

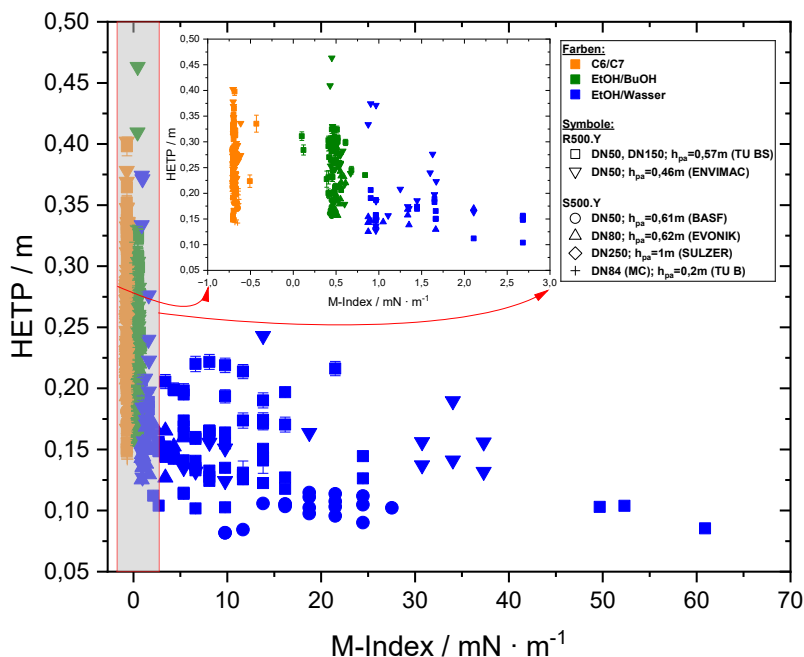


Abbildung 4.19: Trennleistung in Abhängigkeit des M-Index der Gemische bei 950 und 300 mbar abs

4.2.2 Einfluss der Gemischzusammensetzung auf die Trennleistung

Über die Variation der arithmetisch gemittelten Zusammensetzung in der Packungsmitte (s. Abbildung 4.20) wird die Sensitivität der experimentellen Trennleistung bezüglich der Gemischzusammensetzung und damit auf unterschiedliche physikalische Stoffeigenschaften ermittelt.

C6/C7 (ideal, organisch, engsiedend)

Die Abhängigkeit der Trennleistung von der Gemischzusammensetzung ist für das System C6/C7 für alle Kolonnendatensätze mit Zusammensetzungsbereichsvariation in den Anlagen DN250 S500.Y; DN50, R500.Y, ($h_{pa} = 0,57 \text{ m}$ und $h_{pa} = 0,46 \text{ m}$) mit zunehmender Trennleistung bei abnehmendem Leichtsiederanteil (C6) nachgewiesen worden (s. Abbildung 4.20). Im Gegensatz zu der deutlichen Zusammensetzungsabhängigkeit der Trennleistung ist in den zugehörigen Druckverlusten bei keinem der Datensätze eine signifikante Abhängigkeit zu belegen. Der Trennleistungsverlauf stimmt mit den Ergebnissen von (Čmelíková et al., 2021) überein. Die Zusammensetzungsänderung um $0,6 \text{ mol}_{C6} \cdot \text{mol}_{Ges}^{-1}$ ($0,2 \dots 0,8 \text{ mol}_{C6} \cdot \text{mol}_{Ges}^{-1}$) führt zu einer Änderung der Trennleistung von maximal 45 %. Čmelíková et al. (2021) führt keine Begründung zu diesem Verlauf an.

An dieser Stelle bedarf es der Erläuterung von stofftransportbestimmenden physikalischen Stoffeigenschaften der Flüssigkeitsviskosität und der Oberflächenspannung des C6/C7-Gemisches. Mit steigendem C6-Anteil erhöhen sich die Flüssigkeitsviskosität und die Oberflächenspannung (s. Abbildung 4.17). In der Folge sinkt die Benetzung der Packung, was einen Anstieg des HETP-Wertes begründet. Eine

Erhöhung der Oberflächenspannung führt zu einer verstärkten Bildung von Flüssigkeitsrinsalen und aufreißenden Flüssigkeitsfilmen, wodurch die Benetzung reduziert wird. Da beide Stoffeigenschaften zu Benetzungseffekten führen, welche die Trennleistung steigern, ist keine separate Quantifizierung der Effekte möglich. Je höher der Stoffmengenanteil des stärker benetzenden n-Heptans (C7), desto höher die resultierende Trennleistung. Das n-Heptan zeigt die geringste Oberflächenspannung und Flüssigkeitsviskosität aller untersuchten Reinstoffe (s. Abbildung 4.17). Da der M-Index einen symmetrischen, parabelförmigen Verlauf unter $1 \text{ mN} \cdot \text{m}^{-1}$ aufweist (s. Abbildung 4.18) ist nach (Čmelíková et al., 2023) ein um $\Delta HETP_{Ma} = 0,035 \text{ m}$ geringerer trennleistungsreduzierender Marangoni-Effekt (Ma) nachgewiesen.

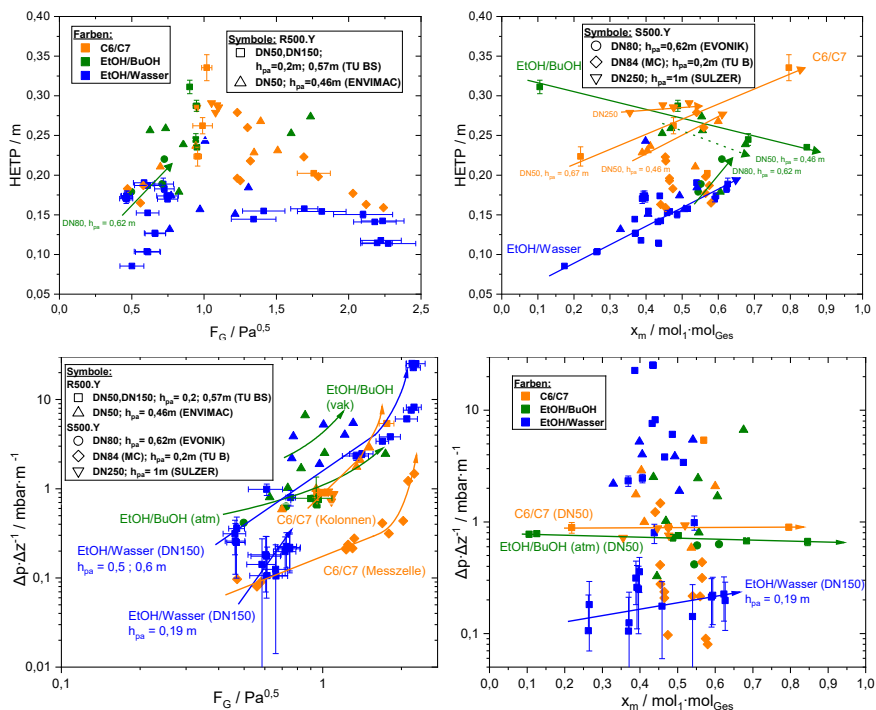


Abbildung 4.20: Trennleistungen (oben) und Druckverlust (unten) in Abhängigkeit der Gasbelastung (links) und von der Zusammensetzung in der Packungsmasse x_m (rechts) bei 300 mbar abs (EtOH/Wasser) und 950 mbar abs (C6/C7; EtOH/BuOH)

EtOH/BuOH (ideal, organisch, weitsiedend)

Die Trennleistungs- und Druckverlustergebnisse mit dem EtOH/Butanol Gemisch zeigen die Messungen in der DN50-Kolonne eine mit steigendem mittlerem EtOH-Anteil zunehmende Trennleistung und leicht sinkenden Differenzdruck. Der Einfluss der zugrundeliegenden F-Faktoren auf die Trennleistung ist hier jedoch größer einzuschätzen als der Einfluss der Zusammensetzung auf den Druckverlust. Die DN50 (TU BS) Trennleistungsergebnisse stellen den aussagekräftigsten Verlauf dar, denn die Daten stammen aus Messreihen von den Untersuchungen des Zusammensetzungseinflusses, während die anderen Messwerte

aus variierten Belastungen außerhalb der Spezifikation der Mittenbettzusammensetzung stammen. Bei den DN50 (TU BS) Werten wurde die Gasbelastung konstant bei $1 \text{ Pa}^{0,5}$ gehalten und der größte Zusammensetzungsbereich zwischen $0,1 \dots 0,8 \text{ mol}_{\text{EtOH}} \cdot \text{mol}_{\text{Ges}}^{-1}$ vermessen. Diese mit dem Leichtsiederanteil steigende Trennleistung unterscheidet sich grundlegend vom Abfall der Trennleistung mit steigendem Leichtsiederanteil für Gemische C6/C7 und EtOH/Wasser. Die physikalischen Stoffeigenschaften der organischen Gemische (beide 950 mbar abs) unterscheiden sich beim zusammensetzungsabhängigen Verlauf nur in der Flüssigkeitsviskosität. Im Vergleich weiterer Stoffeigenschaften (s. Abbildung 4.17) zeigen sich ähnliche Verläufe mit Unterschieden wie höheren absoluten Gas- und Flüssigkeitsviskositäten beim EtOH/BuOH Gemisch. Mit keiner der physikalischen Stoffeigenschaften kann der gemessenen EtOH/BuOH Verlauf begründet werden. Auch der M-Index widerspricht den zunehmenden Trennleistungen und begründet bis zum Stoffmengenanteil von $0,6 \text{ mol}_{\text{EtOH}} \cdot \text{mol}_{\text{Ges}}^{-1}$ mit Werten > 0 (positives Gemisch) eine höhere Trennleistung als bei höheren Zusammensetzungen.

Drei Trennleistungsmesspunkte in der Anlage DN80 (S500.Y, $h_{pa} = 0,62 \text{ m}$) belegen einen gegensätzlichen Trend. Die Ergebnisse aus der Anlage DN50, R500.Y, $h_{pa} = 0,46 \text{ m}$ basierend auf zwei Drücken stützen in dem geringeren Zusammensetzungsbereich ($0,45 \dots 0,65 \text{ mol}_{\text{EtOH}} \cdot \text{mol}_{\text{Ges}}^{-1}$) mit streuenden Messpunkten den Verlauf der gesammelten DN50 (TU BS) Ergebnisse. Die 300 mbar abs Messungen belegen auffälligerweise mit geringeren HETP-Werten eine höhere Trennleistung in Zusammenhang mit höheren Druckverlusten.

Die Druckverlustdaten aus der Anlage DN50, R500.Y, $h_{pa} = 0,46 \text{ m}$ (ENVIMAC) streuen (s. Abbildung 4.20). Die Druckverlustdaten aus den anderen Maßstäben zeigen ähnliche Druckverluste beider organischen Gemische C6/C7 und EtOH/BuOH, welche geringer ausfallen als die Druckverluste des wässrigen Gemisches EtOH/Wasser mit denselben Packungshöhen zwischen 0,5 m und 0,6 m.

EtOH/Wasser (nicht-ideal, wässrig, weitsiedend)

Die Zusammensetzungsvariation mit einem Packungselement $h_{pa} = 0,19 \text{ m}$ deutet mit steigendem EtOH-Anteil auf einen steigenden Druckverlust hin, welche aufgrund von hohen Standardabweichungen nur ein Trend darstellen. Die hohen Trennleistungen des EtOH/Wasser-Gemisches stehen aufgrund des geringsten flüssigseitigen Diffusionskoeffizienten, der hohen Oberflächenspannung des Wassers und der daraus resultierenden geringeren Benetzung im Widerspruch zu geringeren Trennleistungen der anderen Gemische. Insbesondere bei hohen Wasseranteilen liegen besonders hohe Oberflächenspannungen vor. Unter Vakuum (300 mbar abs) werden die niedrigsten Gasdichten und höchsten gaseitigen Diffusionskoeffizienten beobachtet (s. Abbildung 4.21), die mehr als doppelt so hoch ausfallen wie bei den anderen Gemischen unter atmosphärischem Druck. Der Einfluss des gaseitigen Diffusionskoeffizienten auf die Trennleistung ist hoch (Neumann et al., 2025). Unter atmosphärischem Druck liegen ähnlich hohe gaseitige Diffusionskoeffizienten wie bei EtOH/BuOH vor. Die Trennleistungen von EtOH/BuOH fallen im Vergleich zu EtOH/Wasser jedoch aufgrund von 25 % höheren Flüssigkeitsviskosität (s. Abbildung 4.17) geringer aus.

Im System EtOH/Wasser zeigen die verfügbaren Daten einen deutlichen konsistenten Trend: Die Trennleistung nimmt mit höherem EtOH-Anteil ab. Dies lässt sich insbesondere bei niedrigen EtOH-Gehalten durch die hohe Triebkraft und den Marangoni-Effekt erklären. Bei geringen EtOH-Anteilen fällt der M-Index mit Werten bis zu $87 \text{ mN} \cdot \text{m}^{-1}$ besonders hoch aus. Dies führt zum „Heilen“ von aufgerissenen Filmen und zu hohen Trennleistungen.

Der geringste vermessene Ethanol-Anteil in der Packungsmittel beträgt $0,17 \text{ mol}_{\text{EtOH}} \cdot \text{mol}_{\text{Ges}}^{-1}$ und weist die höchste Trennleistung auf (s. Abbildung 4.20). In diesem Punkt liegt die höchste erreichte Triebkraft von

$y - x = 0,35 \text{ mol}_{\text{EtOH}} \cdot \text{mol}_{\text{Ges}}^{-1}$ vor. Der in mehreren Maßstäben belegten linearen $HETP(x_m)$ -Verlauf unterscheidet sich von den nicht-linearen Änderungen der physikalischen Stoffeigenschaften $D_L, \eta_L, \eta_G, \rho_G, \sigma_L$ (s. Abbildung 4.17) insbesondere bei EtOH/Wasser und EtOH/BuOH. Linear korreliert hingegen ebenfalls die Dichte der Flüssigphase, welches ein Indiz für eine Abhängigkeit des $HETP$ -Werts von diesem physikalischen Parameter darstellt.

In Simulationsstudien mit dem Modell der Hydrodynamischen Analogien (HA-Modell) (Kenig und Blagov, 2014) basierend auf dem Tsai-Modell (Tsai et al., 2011) für die Modellierung von a_{eff} wurden ähnliche Trennleistungen errechnet (Ehlert et al., 2024). In diesen Simulationen wurden keine Marangoni-Effekte berücksichtigt und der Stofftransport an der Phasengrenze mit den Randbedingungen der Kontinuität des übergehenden Stoffstroms und dem thermodynamischen Gleichgewicht beschrieben. Das HA-Modell berücksichtigt die Oberflächenspannung bei der Berechnung von a_{eff} und der Navier-Stokes-Gleichungen.

Dass diese hohen Trennleistungen ohne die Berücksichtigung des Marangoni-Effekts simuliert wurden, ist ein Indiz dafür, dass derart hohe Trennleistungen vor allem mit den Diffusionskoeffizienten und der Triebkraft zu erklären sind. Dagegen spricht, dass die Triebkräfte der EtOH/Wasser-Gemische geringer sind als die der EtOH/BuOH Mischungen (s. Abbildung 4.21).

Um die Erhöhung der Trennleistung im EtOH/Wasser-Gemisch durch den Marangoni-Effekt wissenschaftlich zu quantifizieren, sind weiterführende Untersuchungen zur Benetzung, z.B. wie in (Čmelíková et al., 2023) beschrieben mit Infrarotkameras, erforderlich.

Zusammenfassend kann die Abhängigkeit der Trennleistung von Stoffparametern und von der Zusammensetzung in der Packungsmitte nachgewiesen werden. Ähnliche Trends in dem Differenzdruck konnten nicht eindeutig nachgewiesen werden. Lediglich der Trennleistungsverlauf mit C6/C7-Gemischen kann mit den zusammensetzungsabhängigen Verläufen der physikalischen Stoffeigenschaften (s. Abbildung 4.17) erklärt werden.

4.2.3 Trennleistungsabhängigkeit von Stoffparametern

Für eine detaillierte Auswertung und Interpretation wird hier die im Forschungsprojekt *ReProvAP* gesammelte Datenbasis von 427 Trennleistungsmessungen zum Einfluss weiterer Stoffeigenschaften und Gleichgewichtsparameter auf die experimentell bestimmten Trennleistungen verwendet (s. Abbildung 4.21). Die Druckabhängigkeit der physikalischen Stoffeigenschaften wird durch zwei getrennte Punktwolken pro Gemisch deutlich. Die Reduktion der Stoffeigenschaftsschwankungen bei den Trennleistungsmessungen ist dabei proportional zur Verringerung der Breite der Punktwolken.

Dichten

Die Gas- und Flüssigkeitsdichten sind konstant mit Ausnahme bei dem EtOH/Wasser-Gemischen. Die Flüssigkeitsdichte des EtOH/Wasser-Gemisches streut aufgrund der hohen relativen Änderung der Dichte mit der Zusammensetzung (s. Abbildung 4.17). Es ist auffällig, dass bei diesem wässrigen Gemisch die Trennleistung mit sinkender Gasdichte ansteigt. Dieser Einfluss der Gasdichte lässt sich bei beides Drücken erkennen und wird mit geringeren Mittenbettzusammensetzungen (x_m) begründet.

Viskositäten

Die Pfeile in Abbildung 4.21 verdeutlichen den Trend der Trennleistungen bei abnehmender Mittenbettzusammensetzung. Mit sinkender Flüssigkeitsviskosität steigt die Trennleistung beim

EtOH/Wasser-Gemisch stark und beim EtOH/BuOH-Gemisch nur geringfügig. Im Gegensatz dazu nimmt die Trennleistung des engsiedenden C6/C7-Gemisches mit steigender Flüssigkeitsviskosität und Mittenbettzusammensetzung zu. Dieser Trend wurde in drei unterschiedlichen Anlagen skalenübergreifend erfasst und widerspricht dem ansteigenden Verlauf der Flüssigkeitsviskosität in Abhängigkeit von der Zusammensetzung (s. Abbildung 4.21) sowie dem in (Čmelíková et al., 2021) nachgewiesenen Absinken der Trennleistung mit zunehmender C6-Zusammensetzung. Dieser gegensätzliche Verlauf wird damit erklärt, dass der F-Faktor variiert und die niedrigen HETP-Werte auf geringere Gasbelastungen zurückzuführen sind. Höhere F-Faktoren um den Hump bei ca. $1 \text{ Pa}^{0,5}$ liegen oberhalb dieses Trends. Die Ergebnisse zeigen eine starke Abhängigkeit der Trennleistung von der Flüssigkeitsviskosität, während die Gasviskosität eine geringere Abhängigkeit zeigt.

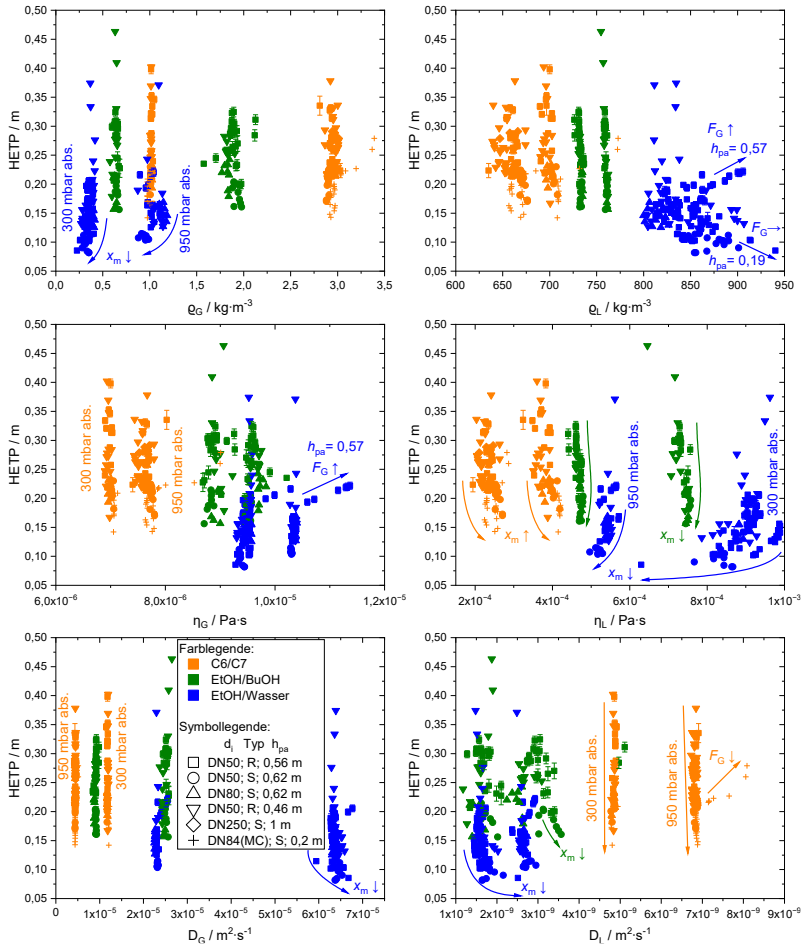


Abbildung 4.21: Trennleistungen in Abhängigkeit der stufengemittelten physikalischen Stoffeigenschaften und resultierenden Diffusionskoeffizienten verschiedener Gemische

Diffusionskoeffizienten

Zur Berechnung der Diffusionskoeffizienten in der Gas- und Flüssigphase wurden bewährte Modelle aus der Literatur verwendet (vgl. Anhang B.6). Eine Erhöhung des Diffusionskoeffizienten führt zu einer Verringerung des Stoffübergangswiderstands und wie in Abbildung 4.21 zu erkennen zu einer Erhöhung der Stoffübergangsrate. Die Diffusionskoeffizienten in der Gasphase zeigen bei isothermer Auftragung einen konstanten Verlauf und haben bei konstantem x_m und damit verbundenen konstanten Temperatur in der Packungsmitte einen geringen Einfluss auf die Trennleistung, mit Ausnahme der Daten für EtOH/Wasser bei 300 mbar abs. Diese zeigen einen Anstieg des gaseitigen Diffusionskoeffizienten bei niedrigen Mittenbettzusammensetzungen, was die Trennleistung erhöht. Im Gegensatz dazu zeigen die Diffusionskoeffizienten in der Flüssigphase bei allen Gemischen eine starke Abhängigkeit von der Zusammensetzung (s. Abbildung 4.21). Sie steigen bei organischen Gemischen mit abnehmendem Leichtsiederanteil kontinuierlich an. Das Verhalten des nicht-idealen wässrigen Gemisches weicht davon ab. Die Diffusionskoeffizienten der Flüssigphase zeigen ein Minimum (s. Abbildung 2.24) und weisen auf einen starken Anstieg der Diffusionsraten bei niedrigen Zusammensetzungen hin, was mit sinkenden *HETP*-Werten korreliert.

Diese Graphen zeigen den Einfluss von Stoffparametern auf den Stoffübergang. Die Berücksichtigung von Stoffübergangsparametern in der Flüssigphase sind besonders relevant für Stoffübergangsmodelle, wie durch zahlreiche Veröffentlichungen und zugehörige Modelle mit ähnlichem Fokus auf physikalische Stoffeigenschaften belegt ist (Olujić, 2014; Song et al., 2017, 2018; Starrantino et al., 2023).

Oberflächenspannung

Die Oberflächenspannung variiert im Vergleich bei den organischen Gemischen (s. Abbildung 4.22) nur geringfügig (C6/C7) bzw. kaum (EtOH/BuOH). Daher kann der Einfluss der Oberflächenspannung bei dem EtOH/BuOH-Gemisch vernachlässigt werden. Der Einfluss des Stabilisierungsfaktors, welcher auf der Oberflächenspannungsdifferenz basiert, ist hingegen nicht konstant (s. 4.2.1).

Die Hypothese, dass eine geringere Oberflächenspannung zu einer effektiveren Benetzung und zu höheren Trennleistungen führt, wird durch die Daten des EtOH/Wasser-Gemisches widerlegt. Die Trennleistung fällt umso höher aus, je größer die Oberflächenspannung mit höheren Wasser-Anteil ist. Als Begründung für diesen gegensätzlichen Trend ist der Marangoni-Effekt anzuführen, welcher mit zunehmenden Wasser-Anteil größer ausfällt und den Übergang von einer Rinnsalströmung zu einer Filmströmung unterstützt.

Triebkraft und Relative Flüchtigkeit

Diese Begründung wird mit dem Verlauf der Trennleistung in Abhängigkeit der Triebkraft ($y-x$) belegt. Denn, obwohl die Triebkräfte bei dem EtOH/Wasser-Gemisch geringer ausfallen als bei dem EtOH/BuOH-Gemisch, treten höhere Trennleistungen auf. Für den Vergleich innerhalb eines Gemisches bei einem Druck und einer konstanten Zusammensetzung steigt die Trennleistung mit erhöhter Triebkraft. Gerade bei gleichen Triebkräften zeigt sich, dass die auf dem VLE basierende Triebkraft durch höhere Trennleistungen bei Messungen mit EtOH/Wasser überdeckt wird. Diese Überdeckung ist durch die Reduzierung der Mittenbettzusammensetzung ($x_m \downarrow$) nachweisbar geworden.

Die stufengemittelten relativen Flüchtigkeiten des EtOH/BuOH-Gemisches liegen zum Großteil oberhalb der relativen Flüchtigkeiten der Messungen mit dem EtOH/Wasser-Gemisch (s. Abbildung 4.22). Auch im selben Bereich von $\alpha_{1,2} = 4 \dots 6$ ist die Trennleistung des EtOH/Wasser-Gemisches größer. Damit wird der Einfluss der relativen Flüchtigkeit egalisiert. Diese Beobachtung stützt die Schlussfolgerung, dass der auf

Oberflächenspannungsdifferenzen basierende Marangoni-Effekt die Trennleistung, die dem VLE entspringt, übersteigt.

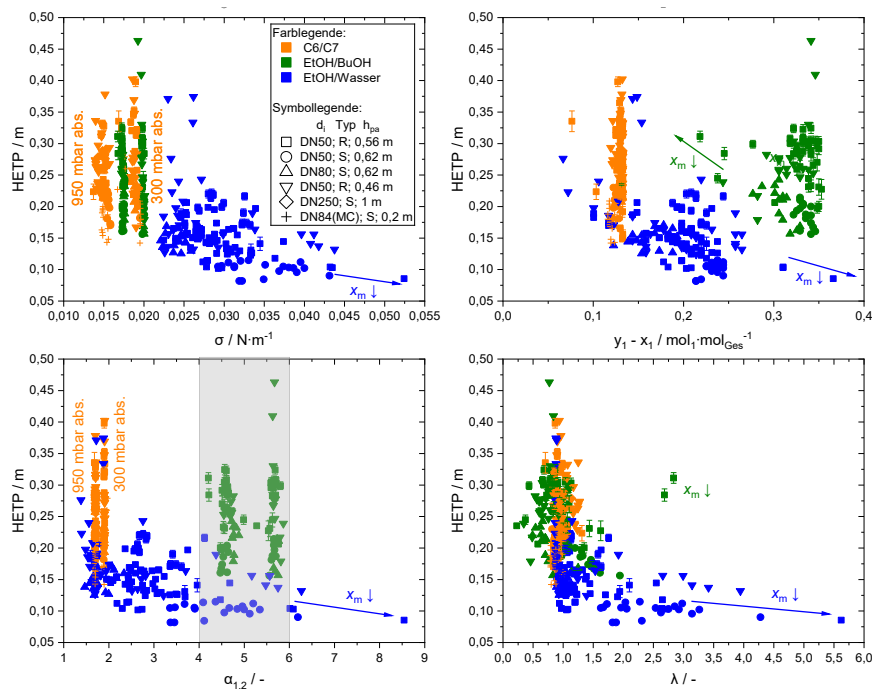


Abbildung 4.22: Trennleistungen in Abhängigkeit der stufengemittelten Oberflächenspannung und physikalischer Stoffeigenschaften und resultierenden Diffusionskoeffizienten verschiedener Gemische

Strippingfaktor

In der Auftragung von *HETP* über den stufengemittelten Strippingfaktor λ (s. Abbildung 4.22) werden bei reduzierten Mittenbettzusammensetzungen für EtOH/BuOH-Messungen geringere und für EtOH/Wasser- und C6/C7-Messungen höhere Trennleistungen als im Mittel gemessen.

Die Trennleistungen von den weitsiedenden EtOH/BuOH- und insbesondere aus den EtOH/Wasser-Ergebnissen zeigen eine große Abhängigkeit von den stufengemittelten Strippingfaktoren.

Als Beispiel für die Stufenmittelung sind die λ -Ergebnisse in Abbildung 9.8 mit den in Abbildung 3.2d dargestellten Strippingfaktoren validiert.

Der Verlauf der Strippingfaktoren stimmt mit denen im Abschnitt 4.2.2 dargestellten steigenden (EtOH/Wasser) und sinkenden (EtOH/BuOH) Trennleistungsergebnissen bei geringen Leichtsiederanteilen überein. Sie belegen in Übereinstimmung mit der Literatur (Taylor und Duss, 2019) eine Abhängigkeit der Trennleistung von der Steigung der GGW-Kurven und erweitern diese um die Abweichungen der EtOH/BuOH-Ergebnisse.

Die Interpretation der experimentellen Trennleistungsergebnisse mit Bezug auf die thermophysikalischen Gemischeigenschaften zur Beantwortung der Forschungsfrage 2 lassen sich wie folgt zusammenfassen:

1. Reduzierte Mittenbettzusammensetzungen rufen bei C6/C7- und bei EtOH/BuOH-Gemischen geringere und bei EtOH/Wasser höhere Trennleistungen hervor, ohne einen erkennbaren Druckverlusteinfluss.
2. Für das C6/C7-System kann die Abnahme der Trennleistung mit abnehmender C6-Zusammensetzung auf die Veränderung der Flüssigkeitsviskosität und der Oberflächenspannung sowie auf eine beeinträchtigte Benetzung zurückgeführt werden.
3. Ein erhöhter Ethanolanteil im EtOH/BuOH-Gemisch führt zu erhöhter Trennleistung und leicht sinkendem Differenzdruck, wobei der Einfluss des zugrunde liegenden F-Faktors stärker ins Gewicht fällt als der Zusammensetzungseffekt. Die physikalischen Stoffeigenschaften allein erklären den Verlauf nicht vollständig.
4. Eine Trennleistungszunahme korreliert mit einem positiveren M-Index, der eine Stabilisierung der Flüssigkeitsfilme anzeigt. Die Ergebnisse zeigen, dass der Oberflächenspannungsgradient (M-Index) einen signifikanten Einfluss auf die *HETP*-Werte hat.
5. Die Diffusionskoeffizienten in der Flüssigphase zeigen eine starke Abhängigkeit von der Zusammensetzung des EtOH/Wasser-Gemisches. Trotz ähnlich geringer flüssigkeitsseitigen Diffusionskoeffizienten, wie bei EtOH/BuOH fällt der gasseitige Diffusionskoeffizient bei EtOH/Wasser 2,6-mal höher aus.
6. Im Gegensatz zu Literaturergebnissen zum Einfluss der Oberflächenspannung (Starrantino et al., 2023) zeigen EtOH/Wasser-Ergebnisse mit höheren Oberflächenspannungen bei höheren Wasseranteilen höhere Trennleistungen, da der Marangoni-Effekt den vermuteten trennleistungsmindernden Effekt hoher Oberflächenspannungen auf die Benetzung überwiegt. Die lineare Zunahme der Trennleistung mit steigendem Wasseranteil steht im Widerspruch zum Anstieg der Oberflächenspannung σ_L und zum fallenden Verlauf von D_L , ρ_G und stimmt mit steigendem D_G und dem linear steigendem ρ_L überein.
7. Höhere Trennleistungen mit EtOH/Wasser-Gemischen bei gleichen Zusammensetzungsdifferenzen ($y_i - x_i$) und Triebkräften wie bei idealen organischen Gemischen entkräften die Wirkung der Zusammensetzungsdifferenzen als Hauptursache für den Stoffübergang und bekräftigen die Wirkung des Marangoni-Effekts.
8. Steigende stufengemittelte Strippingfaktoren korrelieren mit steigender Trennleistung. Dies ist mit EtOH/BuOH- und EtOH/Wasser-Ergebnissen belegt.

4.3 Gemischabhängige Fluidodynamik

Neben gemischabhängiger (s. Kap. 4.1.4) und zusammensetzungsabhängiger Trennleistung (TL) treten stoffdatenabhängige Fluiddynamiken auf. Die Fluidodynamik unterscheidet sich aufgrund von unterschiedlichen Druckverlusten, Verdampfungsenthalpien und Gasdichten und daraus resultierenden F-Faktoren zwischen den wässrigen und organischen Gemischen. In Abbildung 4.23 ist der Quotient der Gasbelastungen am Kolonnenkopf (K) und unter der Packung (uP) dargestellt. Die Auftragung verdeutlicht anhand der unterschiedlichen Verläufe des Gasbelastungs-verhältnis die gemischabhängige Fluidodynamik.

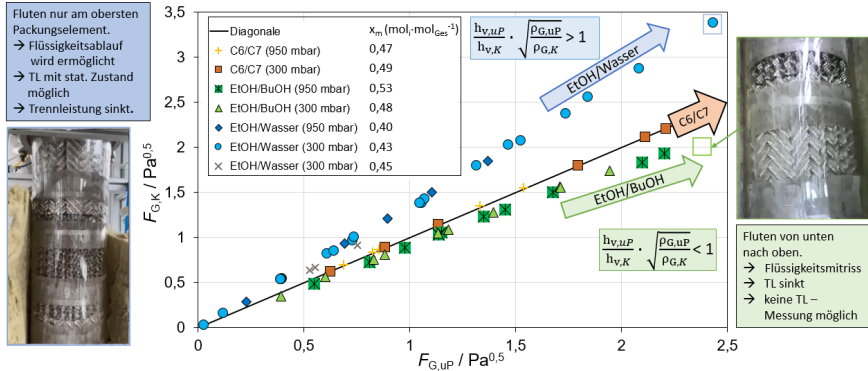


Abbildung 4.23: Verhältnis der Gasbelastung im Kolonnenkopf (K) und unter der Packung (uP) der untersuchten Stoffsysteme im DN150-Maßstab ($h_{pa} = 0,57$ m) bei zwei Absolutdrücken und mit Angabe der Zusammensetzung in der Packungsbettmitte (x_m) und Fotos von den frontal ausgerichteten, flutenden Packungslagen

Tabelle 4-1: Vergleich der Stoffparameter der verwendeten Reinstoffe bei Siedetemperatur bei 1 bar abs durch Quotientenbildung (Leichtsieder/Schwersieder)

Stoffparameter	Einheit	C6/C7	Ethanol/1-Butanol	Ethanol/Wasser
$T_{s,1} \cdot T_{s,2}^{-1}$	K	0,82	0,66	0,78
$\rho_{L,1} \cdot \rho_{L,2}^{-1}$	kg · m ⁻³	1,14	0,097	1,29
$\rho_{G,1} \cdot \rho_{G,2}^{-1}$	kg · m ⁻³	0,89	0,68	0,37
$\Delta h_{v,1} \cdot \Delta h_{v,2}^{-1}$	kJ · kg ⁻¹	1,08	1,32	2,66
$\mu_{L,1} \cdot \mu_{L,2}^{-1}$	mPa · s	1,57	0,29	0,63
$\sigma_{L,1} \cdot \sigma_{L,2}^{-1}$	mN · m ⁻¹	1,41	0,88	3,33

Verschiedene Gasbelastungsverhältnisse führen zu Unterschieden im Flutverhalten über die Packungshöhe, die auf Änderungen der Gemischeigenschaften infolge der Gemischtrennung zurückzuführen sind. Dies ist durch die Gasbelastung am Kolonnenkopf (K) und unter der Packung (uP) begründet, die insbesondere von den Verdampfungsenthalpien (Δh_v) sowie von der Wurzel der Gasdichten ($\sqrt{\rho_g}$) der jeweiligen Gemische (s. Tabelle 4-1) abhängen. Das Verhältnis der Gasdichten der Reinstoffe fällt am größten bei dem EtOH/Wasser-Gemisch aus und zeigt somit die größte Abhängigkeit der Gasdichten von der Zusammensetzung.

Das Gasbelastungsverhältnis von K und uP korreliert nach Formel (4-2) mit ρ_g und Δh_v und kann mithilfe der Formeln (2-5), (2-6), (3-12) hergeleitet werden (s. Anhang M.2).

$$\frac{F_{G,K}}{F_{G,uP}} \sim \frac{\Delta h_{v,uP}}{\Delta h_{v,K}} \cdot \sqrt{\frac{\rho_{g,uP}}{\rho_{g,K}}} \quad (4-2)$$

Ist das Produkt in der Formel (4-2) größer als eins, liegt eine höhere Gasbelastung im Kolonnenkopf als unter der Packung vor. Dies führt beispielsweise bei dem Ethanol/Wasser-Gemisch zum Fluten am oberen Packungselement (s. Abbildung 4.23). Das Fluten setzt vornehmlich an den Kontaktstellen der Packungen ein, da in diesen Stellen ein erhöhter Hold-up und erhöhter Druckverlust vorliegt. Bei EtOH/Wasser fällt die Verdampfungsenthalpie der leichtsiedenden Komponente (EtOH) niedriger aus. Auch oberhalb des Flutpunkts konnte der Gegenstrombetrieb durch Rückfluss, welcher aus der Packung abfloss, beobachtet werden. Die Packung ist nur in einem Bereich geflutet, da sich die Belastung innerhalb der Packung stark ändert. Dies ermöglicht die Durchführung von stationären Trennleistungsmessungen (TL) oberhalb des Flutpunkts (s. DN50 und DN150 Ergebnisse in Abbildung 4.10). Das Fluten mit dem EtOH/Wasser-Gemisch beginnt am obersten Packungselement. Diese Fluidodynamik ermöglichte Versuche bei höheren Gasbelastungen, die bei 950 mbar abs durch die Leistung des Dampfkessels von 48 kW limitiert waren. Auch bei maximaler Gasbelastung kam es ausschließlich im obersten Packungselement zum Fluten, was auf die variierende Änderung der Gasbelastung über die Packungshöhe zurückgeführt wird.

Wenn die Verdampfungsenthalpie der hochsiedenden Komponente niedriger ist und das Produkt somit kleiner als eins ist, tritt Flüssigkeitsmitriss (Entrainment) und Fluten zuerst beim untersten Packungselement ein, wie bei EtOH/BuOH und C6/C7 beobachtet. Ab der Belastung am Flutpunkt kann kein stationärer Zustand oberhalb des Flutpunktes mehr erreicht werden. Eine weitere Steigerung der Belastung führte zu einem kontinuierlichen Anstieg des Druckverlusts aufgrund der Verengung der Strömungskanäle durch erhöhten Hold-up.

Die Differenz der Gasbelastungen $F_{G,K}$ und $F_{G,uP}$ ist abhängig von den Gemischeigenschaften der Reinstoffe, dem Trennfaktor, der Trennleistung und der Länge des Packungsbettes. Begrenzt ist das Verhältnis, wenn unter- bzw. oberhalb der Packung Reinstoffe oder ein azeotroper Punkt vorliegen. Die Differenz und auch das Verhältnis von $F_{G,K}$ und $F_{G,uP}$ und auch die Spannweite der Zusammensetzungen am Kolonnenkopf und unterhalb der Packung und damit die Trennleistung fallen am höchsten bei dem nicht-idealen EtOH/Wasser Gemisch aus. Dies belegt die Abhängigkeit der abweichenden Stoffeigenschaften der Komponenten EtOH und Wasser. Bei geringeren EtOH-Anteilen in der Packungsmitte ($x_m = 0,45 \text{ mol} \cdot \text{mol}_{\text{Ges}}^{-1}$) wandert die Trenngrenze im Packungsbett nach oben und das Gasbelastungsverhältnis fällt geringer aus.

Im Vergleich der organischen Gemische wird deutlich, dass für das engsiedende C6/C7-Gemisch aufgrund ähnlichen $\rho_{g,K}$ und Δh_v die Gasbelastung unterhalb der Packung nur geringfügig höher ausfällt als die Gasbelastung oberhalb der Packung (s. Abbildung 4.23). Die Druckverluste organischer Gemische fallen ähnlich hoch aus (s. Abbildung 4.24) und weichen von den geringeren Druckverlusten von EtOH/Wasser-Gemisch deutlich ab. Die erhöhten Druckverluste sind mit den 46 % ... 200 % höheren Gasdichten der organischen Gemische gegenüber des EtOH/Wasser-Gemisches und mit geringerer Benetzung durch höhere Oberflächenspannungen des wässrigen Gemisches (s. Tabelle 3-1) begründbar.

Das Belastungsverhältnis der EtOH/BuOH-Daten in Abbildung 4.23 zeigen aufgrund geringerer Verdampfungsenthalpien von BuOH als von EtOH (s. Tabelle 3-1) geringere Gasbelastungen unterhalb als oberhalb des Packungsbettes. Da die absolute Differenz zwischen den Δh_v bei EtOH/BuOH größer als bei C6/C7 aber geringer als bei EtOH/Wasser ist, weichen die Gasbelastungen bei C6/C7 am wenigsten (in negative Richtung) und bei EtOH/Wasser am stärksten (in positiver Richtung) voneinander ab (s. Abbildung 4.23)

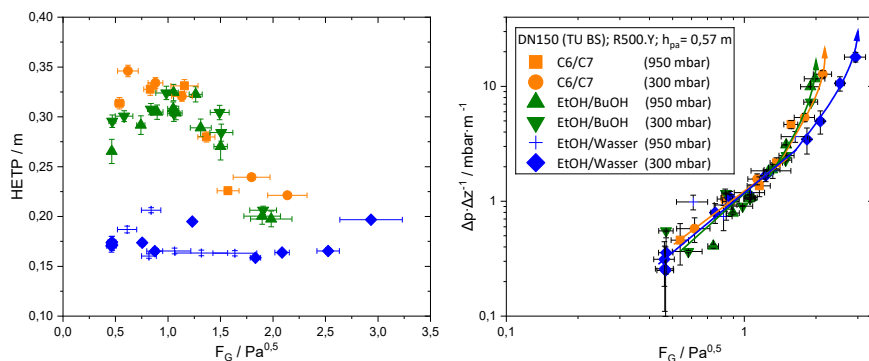


Abbildung 4.24: Trennleistungen (links) und Druckverluste (rechts) der untersuchten Stoffsysteme im DN150-Maßstab ($h_{pa} = 0,57 m$) bei 950 mbar abs und 300 mbar abs

Große Differenzen in der Gasbelastung innerhalb eines Packungsbett erschweren die Aussagekraft von Trennleistungsmessungen, da ein $HETP$ -Wert für einen breiten F-Faktorbereich angewendet wird. Eine Mittelwertbildung des F-Faktors wirkt präventiv. Allerdings kann eine Mittelwertbildung z. B. in industriellen Anwendungen dazu führen, dass die Kapazitätsgrenze der Packung früher erreicht, wird als nach der Auslegung prognostiziert. Dies kann der Fall sein, wenn die lokale Belastung den Flutpunkt erreicht, während die mittlere Belastung noch innerhalb des Auslegungsbereichs liegt.

Die in diesem Kap. 4 vorgestellten experimentellen Messergebnisse zeigen Grenzen bei der Trennleistungsberechnung mit dem Gleichgewichtsstufenmodell auf, da die physikalischen Stoffeigenschaften nicht berücksichtigt werden. Darüber hinaus wird ebenfalls die Fluidodynamik nicht berücksichtigt. Aufgrund dessen wird im Folgenden die Betrachtung der Fluidodynamik und die Trennleistung mithilfe von Stoffübergangsmodellierungen in Abhängigkeit der physikalischen Stoffeigenschaften diskutiert.

Abschließend werden zur Beantwortung der Forschungsfrage 2 die Erkenntnisse zur stoffabhängigen Fluidodynamik zusammenfasst:

1. Eine Formel zur Beschreibung des Gasbelastungsverhältnis zwischen Kolonnenkopf und unterhalb der Packung wurde vorgestellt.
2. Unterschiedliche Gasbelastungsverhältnisse zwischen den untersuchten Gemischen beeinflussen das Flutverhalten und die Trennleistung, insbesondere bei EtOH/Wasser, bei dem Fluten im Gegensatz zu den organischen Gemischen im obersten Packungselement beginnt
3. In der Praxis kann eine Mittelwertbildung der Gasbelastungen bei der Packungskolonnenauslegung für Gemische mit großen Unterschieden in Verdampfungsenthalpien und Gasdichten zu einer fehlerhaften frühen Erreichung der Kapazitätsgrenze und Fluten am Kolonnenkopf führen.
4. Experimentelle und theoretisch begründete Ergebnisse zeigen Grenzen des Gleichgewichtsstufenmodells auf, da diese physikalische Stoffeigenschaften wie Verdampfungsenthalpien und Gasdichten, welche das Verhältnis der Gasbelastungen und damit die Fluidodynamik und Druckverluste beeinflussen, nicht abbilden.

5 Stoffübergangsmodellierung vs. GGW-Stufenmodell

In diesem Abschnitt wird die 4. Forschungsfrage evaluiert. Diese thematisiert die Abweichungen von etablierten Stoffübergangsmodellierungen bei der Abbildung der experimentellen Trennleistungen. Zudem wird untersucht, wie sensitiv bestehende Modelle bei der Berechnung des Stoffübergangs von verschiedenen Packungstypen und Stoffgemischen im Miniplant- und Technikumsmaßstab reagieren.

5.1 Belastungsabhängiger Trennleistungsverlauf

Dafür sind zunächst Vergleiche der modellierten Trennleistungen ($HETP_{Mod}$) aus den Stoffübergangsmodellierungen mit experimentellen Trennleistungsergebnissen basierend auf den GGW-Stufenmodell ($HETP_{Exp}$) dargestellt. Der Vergleich der Trennleistungskurven in Abhängigkeit der Gasbelastung zeigt einen ansteigenden Verlauf der modellierten $HETP_{Mod}$ mit zunehmender Gasbelastung. Die Verläufe von $HETP_{Exp}$ weisen ab dem Staupunkt einen abnehmenden Verlauf auf.

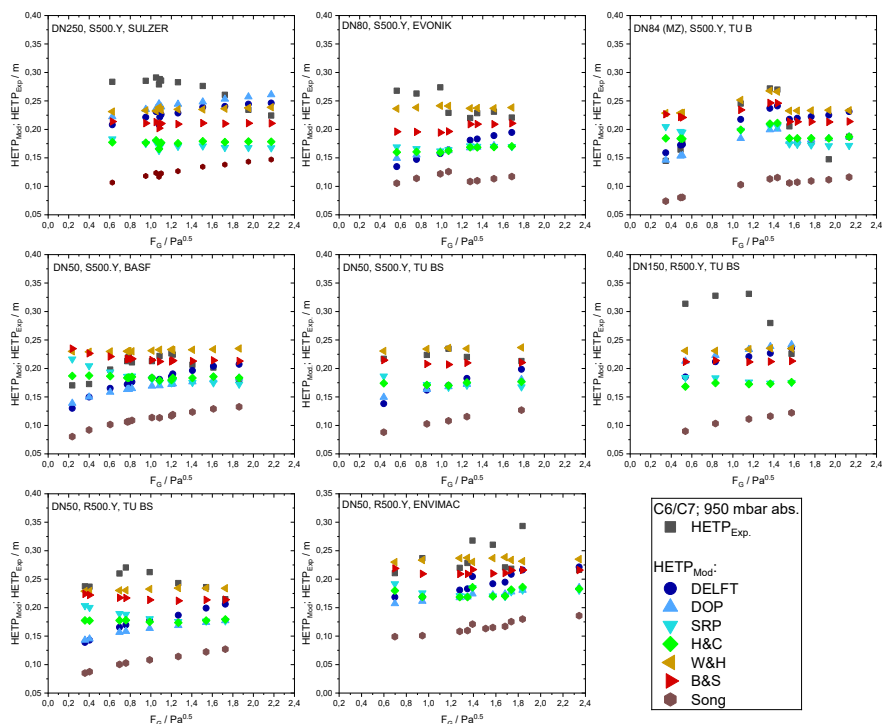


Abbildung 5.1: Vergleich der experimentellen und modellierten Trennleistung abhängig von der Gasbelastung mit C6/C7 Stoffgemisch bei 950 mbar abs nach unterschiedlichen Maßstäben und Packungstypen

Die Graphen in Abbildung 5.1, zeigen eine Gegenüberstellung der experimentell bestimmten $HETP$ -Werte mit den nach den verschiedenen Stoffübergangsmodellen berechneten Werten. Keines der untersuchten veröffentlichten Modelle ist in der Lage, den charakteristischen Hump bei $F_G = 0,8 \text{ Pa}^{0,5} \dots 1,2 \text{ Pa}^{0,5}$ bei

Packungshöhen von $h_{pa} = 0,46 \text{ m} \dots 1 \text{ m}$ in Kolonnen abzubilden (Wilfert und Hanley, 2023). Im Gegensatz dazu belegen die Ergebnisse aus der Messzelle (MZ) (Pöschmann et al., 2023) mit einem Buckel (Hump) bei ca. $1,4 \text{ Pa}^{0,5}$, dass die Stoffübergangsmodelle für eine Einzellage mit einem isolierten Einzelkanal in der Lage sind, den Hump abzubilden. Das SRP- und das H&C Modell zeigen den am stärksten ausgeprägten und das Song-Modell den am geringsten ausgeprägten Hump-Verlauf. Als Begründung dafür, dass die Modelle die Trennleistung in der Messzelle abbilden und nicht in den Kolonnen, wird die geringe Maldistribution in der Messzelle angeführt. Die effektive Phasengrenzfläche a_{eff} kann als ideal benetzt angenommen werden (Pöschmann et al., 2024) und damit gleich der geometrischen spezifischen Oberfläche gesetzt werden. Dies hängt mit dem Fehlen von Packungselementstößen, Rotationen und der geringen Packungshöhe in der Messzelle zusammen, welche im Vergleich zu den Packungsbetthöhen der Kolonnen 34 % ... 37 % beträgt.

Auffallend ist, dass die modellierten Trennleistungen im DOP-Modell am ehesten den Trennleistungen im Technikumsmaßstab entsprechen. In den Miniplant-Kolonnen DN50 weisen die Ergebnisse der DOP-Modellierung mit die größten Abweichungen auf. Dies ist insbesondere auf die Datenbasis des DOP-Modells aus dem Pilot- und Technikumsmaßstab zurückzuführen. Das DELFT-Modell berechnet mit der Belastung ansteigende $HETP_{Mod}$ und damit verbundene Annäherung zu $HETP_{Exp}$. Dieser Anstieg der $HETP_{Mod}$ stimmt nicht mit dem experimentell erwarteten Absinken der $HETP_{Exp}$ -Werte überein, belegt aber die vorteilhafte Unterscheidung des Hold-up unterhalb und oberhalb des Loading-Punkts im DELFT-Modell. Die modellierten Trennleistungen nach dem Wilfert und Hanley Modell (W&H) treffen bei den Messungen mit dem C6/C7-Gemisch bei 950 mbar abs die $HETP_{Exp}$ am exaktesten. Die in Abbildung 5.1 dargestellten Daten repräsentieren nur einen Betriebsdruck mit zwei verschiedenen Packungstypen. Die Trennleistung der S500.Y-Packung fällt höher aus als die der R500.Y Packung (s. 4.1.2) und kann mit geringeren Abweichungen modelliert werden als die Ergebnisse mit der R500.Y-Packung. Als Begründung ist die Datenbasis der Stoffübergangsmodelle anzuführen. Diese Datenbasis besteht fast ausschließlich aus Messungen mit perforierten Packungen mit daraus resultierenden erhöhten Trennleistungen.

Abschließend können zwei Hauptaussagen der belastungsabhängigen Darstellung der Stoffübergangsmodellierungsergebnisse zusammenfasst werden:

1. Kein bestehendes Stoffübergangsmodell kann den charakteristischen Hump im mittleren F-Faktor-Bereich in Kolonnen abbilden (Wilfert und Hanley, 2023). In einer Messzelle mit geringerer Maldistribution gelingt dies hingegen schon (s. Abbildung 5.1).
2. Die Abweichungen zwischen experimentellen und modellierten Trennleistungen sind bei der R500.Y-Packung höher als bei der S500.Y Packung. Dies ist auf die höhere Trennleistung der S500.Y-Packung zurückzuführen, die eher den Trennleistung von perforierten Packungen entspricht, welche fast ausschließlich die Datenbasis der Stoffübergangsmodelle bilden.

5.2 Paritätsdiagramme der Modellergebnisse

Für die Bewertung der Vorhersagegenauigkeit der Modelle ist die Betrachtung der 950 mbar abs und der 300 mbar abs Ergebnisse von verschiedenen Gemischen nötig. Für eine übersichtliche Darstellung sind $HETP_{Mod}$ und $HETP_{Exp}$ in Abbildung 5.2 in Paritätsdiagrammen gegenübergestellt.

Modellierte Trennleistungen korrelieren unterschiedlich mit den experimentellen Ergebnissen. Die verschieden gefärbten Punktwolken der Modelle sind bis auf bei EtOH/BuOH voneinander getrennt. Die $HETP_{Exp}$ weichen bei den S500.Y-Packungsergebnissen zueinander weniger stark ab als die $HETP_{Mod}$ -Ergebnisse, mit Ausnahme der C6/C7-Trennleistungsergebnisse bei der R500.Y Packung. Diese $HETP_{Mod}$ -Ergebnisse belegen die großen Unterschiede zwischen den Modellen.

Die Abweichungen zwischen modellierten und experimentellen Trennleistungen der R500.Y Packung fallen bei allen Modellen höher aus als mit demselben Gemisch C6/C7 mit der S500.Y Packung und mit Vergleichsdaten in der Literatur (Del Carlo et al., 2006).

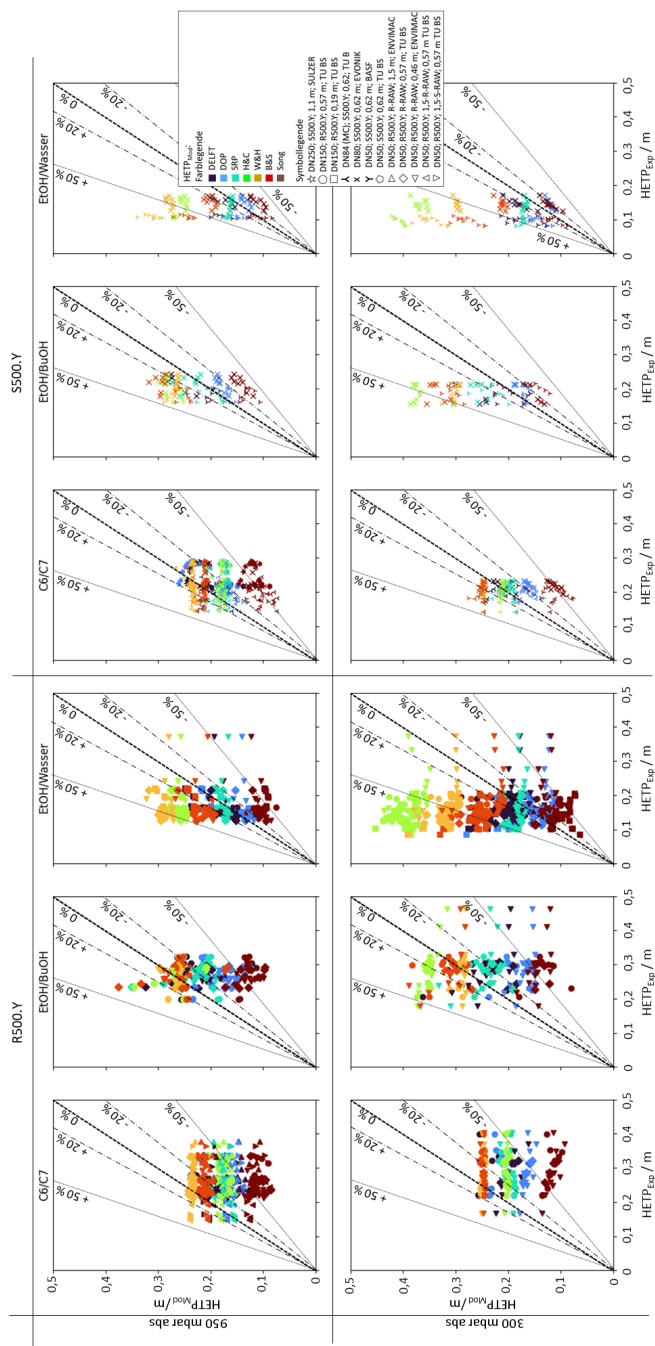


Abbildung 5.2: Paritätsdiagramme mit der Auftragung der Trennleistungen nach publizierten Stoffübergangsmodellen ($HETP_{Mod}$) in Abhängigkeit der GGW-stufenbasierten Trennleistungen, basierend auf Experimenten ($HETP_{Exp}$) für drei verschiedene Gemische und zwei Drücke

Darüber hinaus zeigen die C6/C7-Messreihen der R500.Y Packung einen horizontalen Verlauf mit hohen Abweichungen zwischen experimentellen und modellierten Trennleistungen. Dieser Verlauf ist nicht ungewöhnlich, da dieser in der Literatur mit ähnlich variierten Gemischen und zugehörigen Stoffeigenschaften ebenfalls vorzufinden ist (Duss und Taylor, 2018).

Dies ist darauf zurückzuführen, dass die Stoffübergangsmodellierungen die Trennleistung der strukturierten Packung überschätzen. Die Trennleistung der R500.Y Packung fällt wie in 4.1.2 beschrieben geringer aus als die der S500.Y Packung. Die Abweichungen zwischen $HETP_{Mod}$ und $HETP_{Exp}$ sind bei 300 mbar abs (C6/C7) geringer, da $HETP_{Exp}$ bei den S500.Y Messungen ähnlich hoch ausfällt (s. Abbildung 4.8). Allgemein korrelieren $HETP_{Exp}$ mit den $HETP_{Mod}$ bei S500.Y-Daten stärker, was durch höhere Steigungen der Datenreihen erkenntlich ist.

Insbesondere die modellierten Daten von Song und DOP der Anlage DN50, S500.Y, $h_{pa} = 0,61$ m (BASF), DN80 (S500.Y, $h_{pa} = 0,62$ m, EVONIK) und TU B Messzelle (MC) sagen ähnliche Trennleistungen voraus, wenn auch mit konstanten Abweichungen (Offset) von -20 % ... -50 % je nach Gemisch. Bei den EtOH/BuOH- und EtOH/Wasser-Gemischen weichen die modellierten Trennleistungen stärker ab und streuen stärker als bei den C6/C7-Gemischen. Insbesondere bei 300 mbar abs sind höhere Abweichungen als nahe des atmosphärischen Prozessdrucks zu verzeichnen.

Im Mittel unterschätzen alle Modelle die Trennleistungen mit dem EtOH/Wasser Gemisch mit Ausnahme des Song- und des DOP-Modells. Im Gegensatz zum DOP-Modell berücksichtigt das Song-Modell für den Stoffübergang keine Abhängigkeit von Oberflächenspannungen. Allerdings beruht dieses Modell auf Messungen mit Glycerin-Wasser-Gemischen. Das Billet und Schultes-Modell adressiert als einziges bekanntes Modell explizit den Marangoni-Effekt mit eigener Kennzahl (Ma). Trotzdem unterschätzt das B&S-Modell die Trennleistung mit Abweichungen > 20 %. Nach (Schultes, 2013) können stark unterschiedliche Gemisch-Stoffeigenschaften für Stofftransportmodelle nicht mit der gewünschten Genauigkeit (< 20 %) vorhergesagt werden. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen mit nicht-perforierten Packungen im Miniplant- und Technikumsmaßstab stützen diese Aussage für die untersuchten nicht-idealen und wässrigen Gemische mit Ausnahme des DOP-Modells, welches die Ergebnisse für die S500.Y im DN80 Maßstab (S500.Y, $h_{pa} = 0,6$ m) mit Abweichungen unter < 20 % bestimmt.

$HETP_{Exp}$ -Werte können bei dem System C6/C7 und Drücken von 1,00 bar abs ... 1,65 bar abs bei Messungen an verschiedenen Prüfinstituten um bis zu 20 % abweichen (Billet und Schultes, 1993). Die experimentellen Ergebnisse aus Miniplant- und Technikumsanlagen (s. 4.1.4) mit geringeren Durchmesser als von (Billet und Schultes, 1993) referenziert, belegen höhere Maßstabsabhängigkeiten mit Abweichungen der $HETP_{Exp}$ -Werte von 21 % ... 29 %. Eine Maßstabsabhängigkeit findet nur in dem Stoffmodellierungs-ansatz nach (M. G. Shi und Mersmann, 1985; Zech und Mersmann, 1978) explizite Berücksichtigung. Dieser Modellansatz sagt ebenso wie die in Abbildung 5.1 dargestellten Ergebnisse sinkende Trennleistungen mit steigendem Kolonnendurchmessern voraus.

Die Paritätsdiagramme liefern zwei folgende Kernaussagen hinsichtlich der Forschungsfrage 4:

1. Die modellierten Trennleistungen beschreiben mit großen Abweichungen die experimentellen Trennleistungsergebnisse. Insbesondere bei den R500.Y-Packungen für das C6/C7-Gemisch wird eine systematische Überschätzung der Trennleistung durch die Stoffübergangsmodellierungen festgestellt.
2. Die Paritätsdiagramme zeigen für die S500.Y eine Unterschätzung der Trennleistung für die weitsiedenderen Gemischen EtOH/BuOH und EtOH/Wasser, insbesondere unter Vakuum, mit Ausnahme der Modelle DOP und Song.

5.3 Mittlere Relative Abweichungen (*MRD*)

Zur Bewertung der Abweichungen zwischen den Modellvorhersagen und den experimentellen Trennleistungsergebnissen wird die Mittlere Relative Abweichung (*mean relative deviation – MRD*) in % nach Gl. (5-1) herangezogen.

$$MRD = \frac{\sum_{i=1}^n |HETP_{Mod,i} - HETP_{Exp,i}|}{HETP_{Exp,i}} \cdot 100 \quad (5-1)$$

Das regressionsbasierte W&H-Modell weist die genaueste Beschreibung der experimentellen Trennleistung bei 950 mbar abs für die Gemische C6/C7 und EtOH/BuOH auf (s. Abbildung 5.3). Besonders hervorzuheben sind die C6/C7-Ergebnisse des H&C-Modells der S500.Y-Packung im Maßstab DN50 und DN80 bei 300 mbar abs, welche mit Abweichungen $\leq 6\%$ eine hohe Übereinstimmung mit den experimentell ermittelten Trennleistungen demonstrieren.

Die Ergebnisse der R500.Y Packung zeigen höhere Abweichungen von gemittelten $MRD = 31\% \pm 5,8\%$. Diese Tendenz ist auch in den C6/C7-Ergebnissen des empirischen SRP-Modells und des semi-mechanistischen DELFT-Modells deutlich zu erkennen, insbesondere bei 300 mbar abs. Die bessere Übereinstimmung der modellierten Trennleistungen mit der S500.Y-Packung gegenüber der R500.Y-Packung verdeutlichen die Begründung, dass auf perforierten Packungen basierenden Modelle, die höhere Trennleistungen der S500.Y-Packung stärker übereinstimmen. Die bessere Übereinstimmung der modellierten Trennleistungen mit der S500.Y-Packung gegenüber der R500.Y-Packung verdeutlicht die Begründung, dass die auf perforierten Packungen basierenden Modelle die höheren Trennleistungen der S500.Y-Packung exakter abbilden. Im Gegensatz dazu zeigen sowohl das W&H- als auch das H&C-Modell bei dem wässrigen Gemisch EtOH/Wasser, insbesondere im Vakuum bei 300 mbar abs, die größten Abweichungen. Das SRP-Modell erzielt gemittelt über alle untersuchten Gemische Abweichungen unter 30 % und zeigt damit die geringste Übereinstimmung mit den experimentellen Trennleistungsergebnissen.

In den Prognosen der DELFT-, DOP- und SRP-Modelle werden hingegen die geringsten Abweichungen über alle drei betrachteten Gemische beobachtet. An den Abweichungen $> 20\% \dots 50\%$ für nicht-ideale und wässrige Gemische ist erkennbar, dass stark unterschiedliche Stoffeigenschaften (s. 4.1.4) die Genauigkeit der Modellvorhersagen erheblich beeinträchtigen.

Für eine weitere Zusammenfassung der messreihenabhängigen *MRD* -Werte wird der arithmetisch gemittelte $\overline{MRD}$ -Wert mithilfe der Anzahl an Datensätzen pro Gemisch (n) nach Gleichung (5-2) verwendet.

$$\overline{MRD} = \frac{\sum_{j=1}^n MRD}{n} \quad (5-2)$$

In Abbildung 5.4 ist für die zusammengefassten Abweichungen der Modelle $\overline{MRD}$ mit der Standardabweichung als Fehlerbalken dargestellt. Die geringste Abweichung für das Standard-Stoffgemisch C6/C7 zeigt das W&H-Modell. Dieses empirische Modell stellt keine mechanistischen Zusammenhänge oder Bezüge zu Packungsgeometrien her. Die Ergebnisse bestätigen für das C6/C7-Standardtestgemisch jedoch die Wirksamkeit dieses nichtlinearen Regressionsmodellansatzes mit den ermittelten Korrelationsvorfaktoren und -exponenten der Korrelationsgleichung der Sherwood-Zahlen für die Gas- und Flüssigphase und der effektiven Phasengrenzfläche (s. Gl. (9-67) ... (9-70)). Die im Rahmen dieser Arbeit erhobenen C6/C7- und EtOH/BuOH-Ergebnisse der Trennleistungsmessung folgen somit auch der vereinfachten Schätzregel $HETP_Y \approx 106/a_{pa}$, die der bekannten Abschätzung $HETP_Y \approx 100/a_{pa}$ von (Harrison und France, 1989) entspricht.

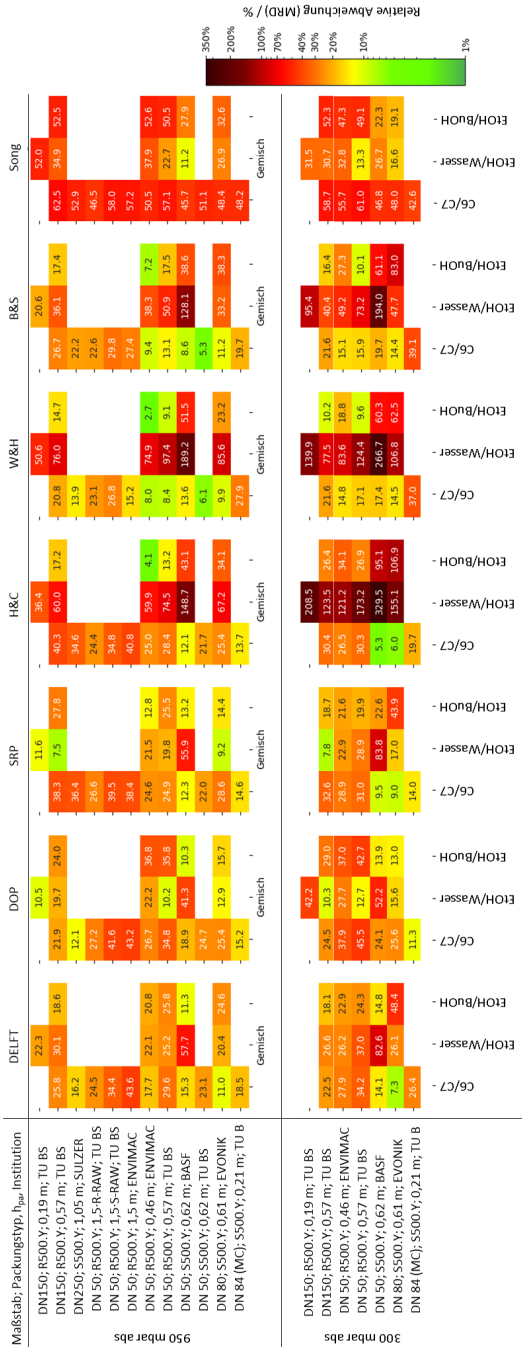


Abbildung 5.3: Mittlere relative Abweichung (MRD) zwischen den experimentell ermittelten GGW-stufenbasierten Modellen und den nach verschiedenen Stoffübergangsmodellen modellierten Trennleistungen

Trotz der als zu gering anerkannten modellierten Trennleistung von Packungen mit hoher spezifischer Oberfläche (Wilfert und Hanley, 2023) wird dagegen die experimentelle Trennleistung für das nicht-ideale EtOH/Wasser-Gemisch mit außergewöhnlich hohen Abweichungen abgeschätzt. Diese EtOH/Wasser-Ergebnisse zeigen die Grenzen dieses Regressionsansatzes auf und werden mit fehlenden Korrelationen des Druckverlusts und des daraus resultierenden Hold-up interpretiert. Im Gegensatz zu organischen Gemischen ist dies bei wässrigen Gemischen mit komplexen physikalischen Zusammenhängen der Phasengrenzflächen und spezifischen Packungsflächen relevant. Fluidynamische Effekte und Benetzungssphänomene wie der Marangoni-Effekt, welche den Hold-up beeinflussen, werden durch die Modellierung der Phasengrenzflächen nach Gleichung (9-67) nicht vollständig abgebildet. Dies ist der Grund für hohe Ungenauigkeiten bei der Vorhersage der Trennleistung des wässrigen Gemisches.

Das SRP-Modell zeigt die im Mittel über alle Gemische betrachtet geringste Abweichung ($24 \% \pm 14 \%$), vor dem DOP-Modell ($25 \% \pm 12 \%$) und dem DELFT-Modell ($25 \% \pm 13 \%$). Gemischspezifisch zeigt das W&H-Modell bei C6/C7 die geringsten Abweichungen von $24 \% \pm 12 \%$. Beim EtOH/BuOH-Gemisch zeigt das SRP-Modell ($22 \% \pm 9 \%$) und beim EtOH/Wasser-Gemisch das DOP-Modell mit $23 \% \pm 14 \%$ die geringsten Abweichungen.

Beim wässrigen Gemisch zeigen die Modelle DOP (23 %) mit einer Korrelation basierend auf Packungsgeometrieparametern und SRP (24 %) mit der Korrelation von dimensionslosen Kennzahlen in Kombination mit Packungsgeometriefaktoren die geringsten Abweichungen.

Obwohl das B&S-Modell den beim EtOH/Wasser-Gemisch relevanten Marangoni-Effekt explizit berücksichtigt, fällt $\overline{MRD}$ mit 70 % im Vergleich zu dem neutraleren EtOH/BuOH oder dem negativen C6/C7-Gemisch relativ hoch aus.

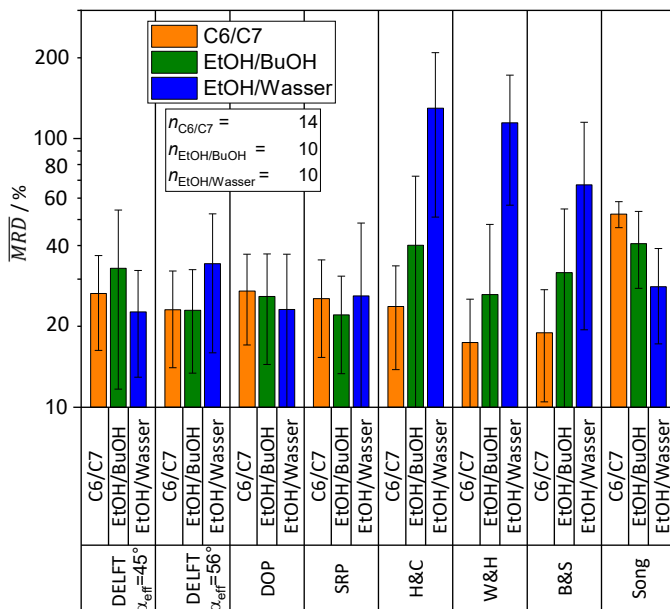


Abbildung 5.4: Gemittelte Mittlere Relative Abweichung ($\overline{MRD}$) der modellierten zu experimentell ermittelten Trennleistungen mit Anzahl n der Datensätze pro Gemisch

In den DOP- und DELFT-Modellen wird die Länge des Strömungswegs gemäß Gl. (9-26) durch den effektiven Fließwinkel der Flüssigkeit α_{eff} bestimmt. Dieser entspricht dem Winkel der steilsten möglichen Falllinie. Aufgrund der im Modell angenommenen Perforation wird ein größerer effektiver Gasströmungswinkel $\alpha_{eff} = 56^\circ$ als der Anstellwinkel der Packungswellen von $\alpha_{eff} = 45^\circ$ (Y) angenommen. Dies ergibt über alle Gemische gemittelt ein um 0,85 % höhere $\overline{MRD}$ als mit $\alpha_{eff} = 56^\circ$ nach Gl. (9-26). Diese Anpassung $\alpha_{eff} = 45^\circ$ an die nicht-perforierte Packung führt zu einer um 34 % ($\Delta \overline{MRD} = -12$) genaueren Abbildung der experimentellen Trennleistungsergebnisse mit EtOH/Wasser. Dies führt jedoch auch zu einer Zunahme der Abweichungen für die organischen Gemische C6/C7 (+43 %, $\Delta \overline{MRD} = +10$) und EtOH/BuOH (+15 %, $\Delta \overline{MRD} = +3$). Ein Vorteil dieses semi-mechanistischen DELFT-

Modellen gegenüber anderen Modellen ist, dass Parameter wie α_{eff} und Ω für nicht-perforierte Packungen eine Anpassung der Parameter ermöglichen. Diese Ergebnisse mit angepassten Parametern für nicht-perforierte Packungen ($\alpha_{eff} = 45^\circ$, $\Omega = 0$) zeigen, dass diese Parameter nicht zu einer verbesserten Vorhersagegenauigkeit der Trennleistung für das Standard-Teststoffgemisch C6/C7 führen.

Zusammenfassend können zur Beantwortung der Forschungsfrage 4 nach den Abweichungen der Stoffübergangsmodelle folgende Ergebnisse festgestellt werden:

1. Die Mittlere relative Abweichung (MRD) variiert allgemein über alle Gemische betrachtet bei dem SRP-Modell am geringsten, gefolgt vom DOP- und dem DELFT-Modell.
2. Das Modell von Wilfert und Hanley (2023), gefolgt vom Modell von Billet und Schultes (1992), modelliert die experimentelle Trennleistungen von C6/C7-Gemischen mit Abweichungen $< 20\%$ am genauesten auf der Basis von Korrelationsfaktoren und -exponenten (W&H) bzw. empirischen packungsspezifischen Modellkonstanten (B&S). Die $\overline{MRD}$ -Werte der EtOH/BuOH-Gemische belegen, dass das SRP-Modell (22 %) mit dem DELFT-Modell (22 %) die Trennleistung von dem weitsiedenden Gemisch am exaktesten modelliert.
3. Die eingeführte Anpassung des effektiven Fließwinkels für nicht-perforierte Packungen ($\alpha_{eff} = 45^\circ$, $\Omega = 0$) zeigen bei dem DELFT-Modell keine verbesserte Vorhersagegenauigkeit der Trennleistung für das Standard-Teststoffgemisch C6/C7 oder EtOH/BuOH. Beim wässrigen Gemisch zeigt das DELFT-Modell (22,6 %) mit der Anpassung von $\alpha_{eff} = 45^\circ$ jedoch mit dem DOP-Modell (23,1%) die geringsten Abweichungen. Bei beiden Modellen werden zur Modellierung von α_{eff} zutreffende Korrelationen basierend auf Packungsgeometrieparametern angewendet. Das SRP-Modell (25 %) zeigt mit der Korrelation von dimensionslosen Kennzahlen in Kombination mit Packungsgeometriefaktoren zur Modellierung von α_{eff} den nächstgenaueren Ansatz für die Modellierung der Trennleistungen.

5.4 Modellierung der zusammensetzungsabhängigen Trennleistung

Zur Untersuchung der Sensitivität der Trennleistungsmodelle bezüglich einer Variation der EtOH/Wasser-Zusammensetzung und der damit verbundenen Variation der physikalischen Stoffeigenschaften sind in Abbildung 5.5a die experimentellen Trennleistungen dargestellt. In Abbildung 5.5c ist außerdem die Charakterisierung der Packungstrennleistung über den gesamten Belastungsbereich mit einer Packungshöhe von 0,57 m, bestehend aus drei Packungselementen (PE), dargestellt. Zusätzlich ist die Trennleistung bei Variation der Zusammensetzung mit einem Packungselement (1 PE) bei einer konstanten Gasbelastung $F_G = 0,66 \pm 0,09 \text{ Pa}^{0,5}$ vergleichend aufgetragen.

Wie bereits in Kap. 5.1 ... 5.3 quantifiziert, unterschätzen die Modelle die Trennleistungen der Packungen mit dem EtOH/Wasser-Gemisch. Nach der experimentellen Zusammensetzungsvariation zur Untersuchung der Trennleistung bei variierenden physikalischen Stoffeigenschaften (s. 4.2.2) ist in Abbildung 5.5 der Vergleich zu modellierten Trennleistungen dargestellt. Dazu sind $HETP_{Mod}$ - und $HETP_{Exp}$ -Werte an folgenden Positionen über die Kolonnenhöhe aufgetragen. Neben der Position unter (uP) und oberhalb der Packung (D) sind $HETP_{Mod}$ -Werte auf den Packungshöhen, an denen die GGW-basierten theoretischen Trennstufen erreicht werden, dargestellt. Für die Packungshöhe von 0,57 m werden drei theoretische Stufen berechnet.

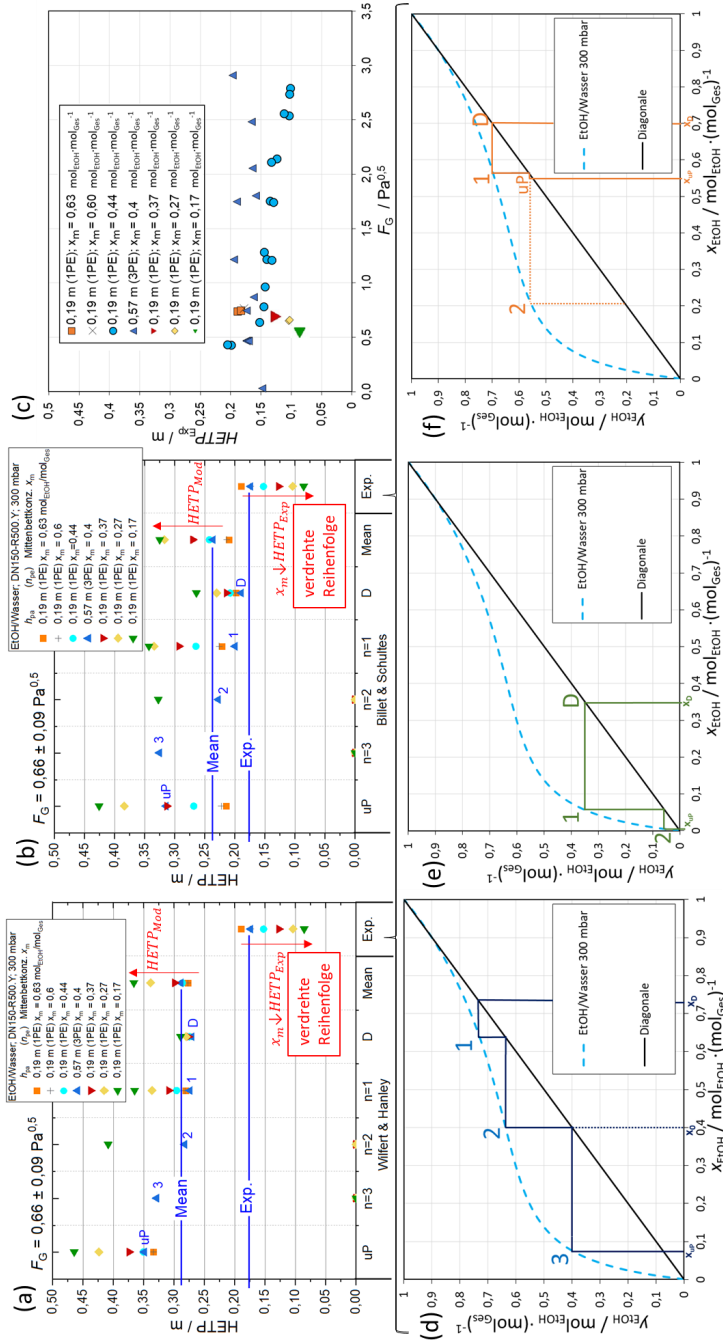


Abbildung 5.5: Zusammensetzungsvariation mit experimentellen (c) und modellierten Trennleistungen nach den Modellen W&H (a) und B&S (b) von EtOH/Wasser im Maßstab DN150 bei 300 mbar mit R500-Y in zwei verschiedenen Packungshöhen in Abhängigkeit von den dargestellten theoretischen Trennstufenzahlen (d-f)

$HETP_{Mod}$ nimmt vom Kopf der Packung nach unten ab. Durch die Zusammensetzungsvariation mit einem Packungselement (1 PE) können die Trennleistungen im verstärkt weitsiedend/wässrigen- und engsiedend/organischen Zusammensetzungsbereich (s. Abbildung 5.5d,e,f) evaluiert werden. Die stufengemittelten Trennleistungen ($HETP_{Mod,Mean}$), welche auch zuvor in Kap. 5.1 ... 5.3 interpretiert wurden, sagen eine geringere Trennleistung mit abnehmender EtOH-Zusammensetzung voraus. Dieser Trend ist bei allen modellierten Trennleistungen der dargestellten W&H- und B&S-Modelle zu erkennen. Dieser Verlauf hängt damit zusammen, dass beide Modelle mit steigender Oberflächenspannung, höhere $HETP_{Mod}$ -Werte vorhersagen.

Die experimentellen $HETP_{Exp}$ -Werte belegen hingegen den gegensätzlichen Verlauf. Demnach steigt die Trennleistung mit abnehmender EtOH-Zusammensetzung. Dieser experimentell belegte Trend korreliert mit der Zunahme der relativen Flüchtigkeit und des Strippingfaktors. Ein Erklärungsansatz ist der Marangoni-Effekt, welcher zu größeren Trennleistungssteigerungen führt, als durch das B&S-Modell vorhergesagt wird. Gleichzeitig ist dieser gegensätzliche Trend ein wesentlicher Grund für die hohen Abweichungen der Modelle bei dem EtOH/Wasser-Gemisch.

Zusammenfassend können aus dem Vergleich der experimentellen und modellierten Trennleistungen bei Zusammensetzungsvariation mit EtOH/Wasser-Gemischen folgende Aussagen getroffen werden:

1. Experimentelle Trennleistungen von EtOH/Wasser-Gemischen zeigen, dass die Modelle die Trennleistung unterschätzen.
2. Entgegen der experimentell zunehmenden Trennleistung bei abnehmender EtOH-Mittenbettzusammensetzung berechnen die Modelle W&H und B&S abnehmende Trennleistung mit abnehmenden Ethanolgehalt. Dieser gegensätzliche Trend ist ein wesentlicher Grund für die hohen Abweichungen dieser Stoffübergangsmodelle bei der Trennleistungsmodellierung vom EtOH/Wasser-Gemisch.

5.5 Modellierung Stoffübergangsparameter

Um weiterführende Evaluationen und Interpretation von $\overline{MRD}$ der Modelle zu ermöglichen, werden die detaillierten Modellierungen der Stoffübergangskoeffizienten, der effektiven spezifischen Oberflächen und des Stoffübergangswiderstands in der Flüssigphase betrachtet.

5.5.1 Effektive Phasengrenzfläche

Die effektive Phasengrenzfläche a_{eff} ist ein einflussreicher stoffabhängiger Parameter für die Trennleistung. Die Stoffübergangsmodelle berechnen a_{eff} für die Packungen mit einer geometrischen spezifischen Oberfläche von $a_p = 500 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$ mit verschiedenen Modellansätzen.

Die Ergebnisse (s. Abbildung 5.7) beschreiben eine geringere Phasengrenzfläche als die geometrische Packungsoberfläche, mit Ausnahme der Modellgleichung (9-63) von Hanley und Chen. Diese H&C-Modellgleichung bestimmt höhere Phasengrenzflächen $a_{eff} > 700 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$, welche fragwürdig sind. Denn es liegt keine Perforation der Packungen vor, die z.B. durch Spraybildung die Phasengrenzfläche derart um mehr als 40 % ... 60 % erhöhen (Bertling et al., 2023). Mit zunehmender Flüssigkeitsbelastung und Turbulenz steigt a_{eff} bei allen Modellen, ebenfalls mit Ausnahme des H&C-Modells.

Das DOP-Modell beschreibt die Phasengrenzfläche unter Vakuum von 300 mbar abs mit einem Wert von $387 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-3} \leq a_{eff} \leq 420 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$ nahe des atmosphärischen Drucks. Dies entspricht Benetzungsgraden von 77 % (300 mbar abs) bzw. 84 % (950 mbar abs). Experimentell wurde mit dem C6/C7-Gemisch mithilfe der Messzelle ein Benetzungsgrad von 68 % ermittelt (Pöschmann et al., 2024), was $a_{eff} = 340 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$ entspricht. Dieser Benetzungsgrad stimmt mit Simulationsergebnissen mit dem Modell der

Hydrodynamischen Analogie (HA)-Modell (Ehlert et al., 2024) und dem Benetzungsgrad vom W&H-Modell (69 %; 950 mbar abs) überein, welches basierend auf allen C6/C7-Messergebnissen die experimentellen Trennleistungen mit 17 % (s. Abbildung 5.4) am exaktesten abbildet.

Für organische Gemische wurde im Rahmen dieser Ausarbeitung die durchschnittliche Flüssigkeitsbelastung von $w_L = 8 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$ erreicht. Die folgenden Modelle zur Beschreibung von a_{eff} schätzen für organische Gemische, dass ca. $a_{eff}/a_{pa} = 98 \%$ (Del Carlo et al., 2006), 88 % (Tsai et al., 2008), 80 % (Brunazzi et al., 1995), 59 % (Shi und Mersmann, 1985) und 48 % (Billet und Schultes, 1999) benetzt werden. Bei wässrigen Gemischen schätzen die Modelle bei einer Flüssigkeitsbelastung von $w_L = 4 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$, dass ca. $a_{eff}/a_{pa} = 72 \%$ (Brunazzi et al., 1995), 66 % (Tsai et al., 2008), 50 % (Del Carlo et al., 2006), 16 % (Billet und Schultes, 1999) oder nur 10 % (Shi und Mersmann, 1985) der geometrischen Oberfläche benetzt sind. Dies zeigt, dass sich die modellierten effektiven Phasengrenzflächen gerade bei wässrigen Gemischen um bis zu 56 % unterscheiden. Insbesondere das Billet und Schultes-Modell berechnet vergleichsweise geringe Phasengrenzflächen (s. Abbildung 5.6a,b), obwohl es als einziges Modell explizit Marangoni-Effekte berücksichtigt.

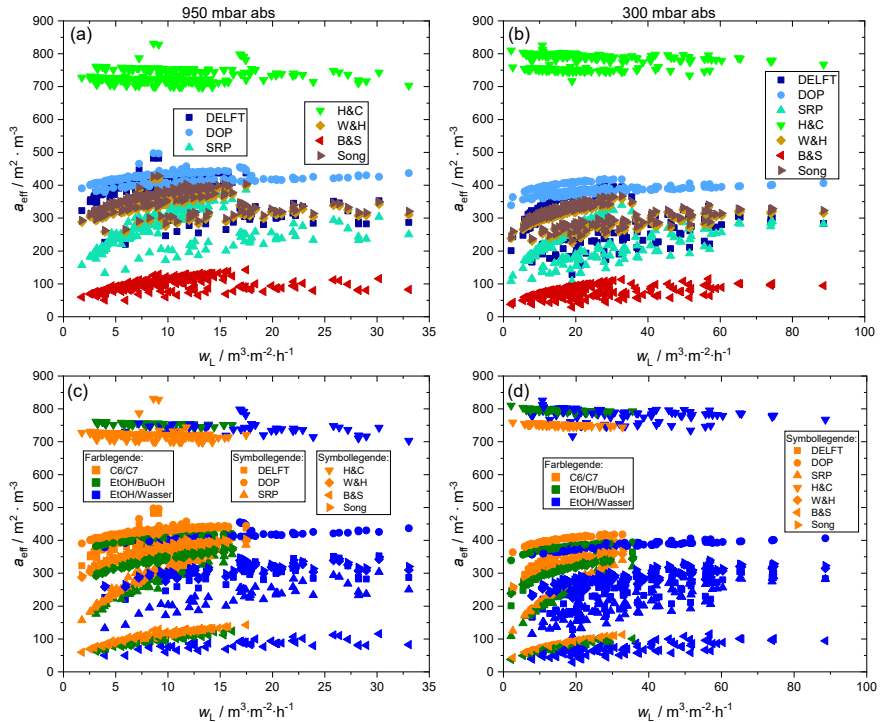


Abbildung 5.6: Effektive Phasengrenzfläche a_{eff} in Abhängigkeit der Flüssigkeitsbelastung w_L aufgetragen nach verschiedenen Stoffübergangsmodellierungen (a), (b) und nach Stoffgemischen (c), (d) für 950 mbar abs (links) und 300 mbar abs (rechts)

Über alle Gemische betrachtet ist das DOP-Modell nach dem SRP-Modell die genaueste Annäherung an die experimentellen Trennleistungen (s. Abbildung 5.4). Die unterschiedlichen Verläufe von $a_{eff}(w_L)$ mit

stärker ansteigendem a_{eff} beim SRP-Modell im Vergleich zum moderater ansteigenden a_{eff} beim DOP-Modell veranschaulichen die unterschiedlichen Modellgleichungen. Die fehlende Berücksichtigung der Oberflächenspannung in der Modellgleichung des DOP-Modells (9-22) führt zu einer geringeren Abhängigkeit der effektiven Phasengrenzfläche a_{eff} von dem Gemisch als bei dem SRP-Modell. Das SRP-Modell (9-61) und das auf dem Onda-Modell basierende DELFT-Modell verwenden dimensionslose Kennzahlen und sagen mit $\bar{a}_{eff,SRP,EtOH/Wasser} = 100 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$ (300 mbar abs) ... $250 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$ (950 mbar abs) und $\bar{a}_{eff,DELFT,EtOH/Wasser} = 223 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$ (300 mbar abs) ... $275 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$ (950 mbar abs) deutlich geringere Phasengrenzflächen voraus.

Im DELFT-Modell wurden die Ursachen für einen Effizienzverlust untersucht, was zu einem empirischen Korrekturterm führte, der bei einer $500 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$ -Packung die a_{eff} um etwa 10 % ... 15 % verringerte (Olujć et al., 2004). Ob diese Schätzungen jedoch die Realität genau widerspiegeln und ob die Diskrepanz zwischen beobachteter und modellierter Trennleistung nur auf einen Verlust der Kontaktfläche zurückzuführen ist, bleibt fraglich. Um dies zu untersuchen und zu visualisieren, folgt die Auswertung der Stoffübergangskoeffizienten. Dabei wird geprüft, ob das SRP-Modell niedrigere Phasengrenzflächen mit höheren Stoffübergangskoeffizienten kompensiert, um zu ähnlich hohen Trennleistungsprognosen (s. Abbildung 5.2) zu gelangen.

5.5.2 Gas- und flüssigkeitsseitige Stoffübergangskoeffizienten

Generell kann festgestellt werden, dass die jeweiligen steigenden Verläufe der gasseitigen- (Abbildung 5.7) und flüssigkeitsseitigen Stoffübergangskoeffizienten (Abbildung 5.8) bei allen Modellen ähnlich ausfallen. Lediglich die Steigungen und die absoluten Beträge unterscheiden sich.

Auffällig ist, dass die flüssigkeitsseitigen Stoffübergangskoeffizienten k_L (s. Abbildung 5.7) nahe dem atmosphärischen Druck höher liegen als bei Vakuumrektifikationen. Dies wird auf höhere Flüssigbelastungen w_L und erhöhte Temperaturen zurückgeführt. Die höchsten k_L -Werte werden für C6/C7 berechnet. Dagegen werden die höchsten gasseitigen Stoffübergangskoeffizienten k_G (s. Abbildung 5.8) für das EtOH/Wasser-Gemisch und bei 300 mbar abs berechnet. Der Effekt der höchsten k_G -Werte für EtOH/Wasser übertrifft aufgrund von hohen Trennleistungen die für EtOH/Wasser bestimmten höchsten flüssigkeitsseitigen Stofftransportwiderstände (s. Kap. 5.5.4).

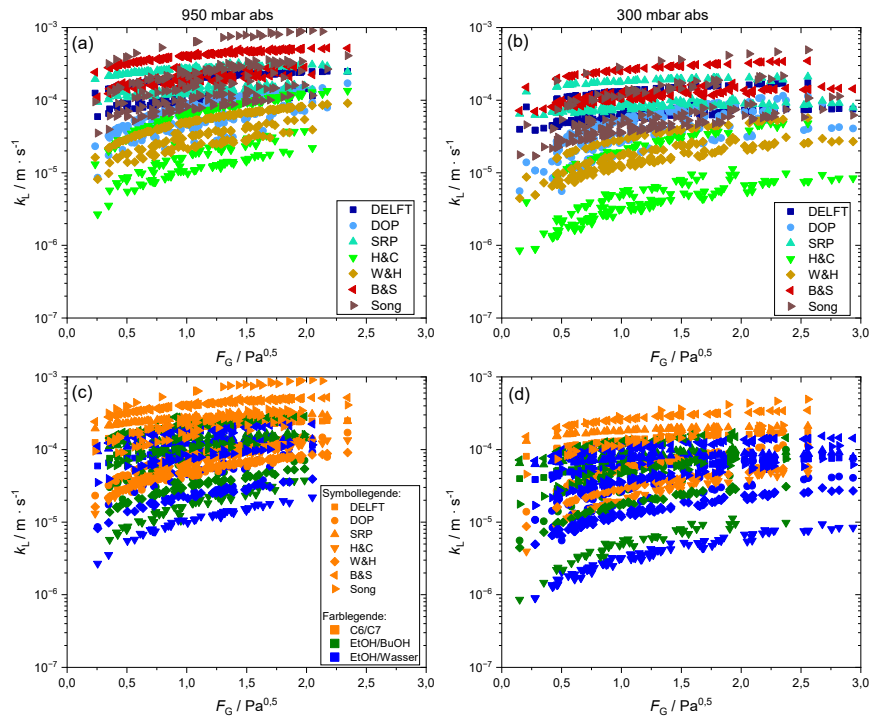


Abbildung 5.7: Flüssigseitige Stoffübergangskoeffizienten in Abhängigkeit der Gasbelastung nach unterschiedlichen Modellen (a), (b) und Gemischen (c), (d) bei zwei Prozessdrücken

Während die k_G -Werte bei den gut abschneidenden DOP- und SRP-Modellen ähnlich ausfallen, unterscheiden sich die k_L -Werte (s. Abbildung 5.7). Der flüssigkeitsseitige Stoffübergangskoeffizient beim SRP-Modell beträgt nur das 0,45-fache desjenigen beim DOP-Modell, nähern sich aber mit zunehmender Gasbelastung an. Dieser Unterschied, zwischen dem SRP- und dem DOP-Modell kompensiert die geringeren effektiven Phasengrenzflächen a_{eff} beim SRP-Modell (s. Abbildung 5.6), sodass beide Modelle in der Lage sind, die experimentellen Trennleistungen ähnlich genau zu beschreiben. Der Vergleich des SRP-Modells mit dem DELFT-Modell zeigt, dass die Unterschiede, die bei niedrigen Gasbelastungen auftreten, bei hohen Gasbelastungen ausgeglichen werden.

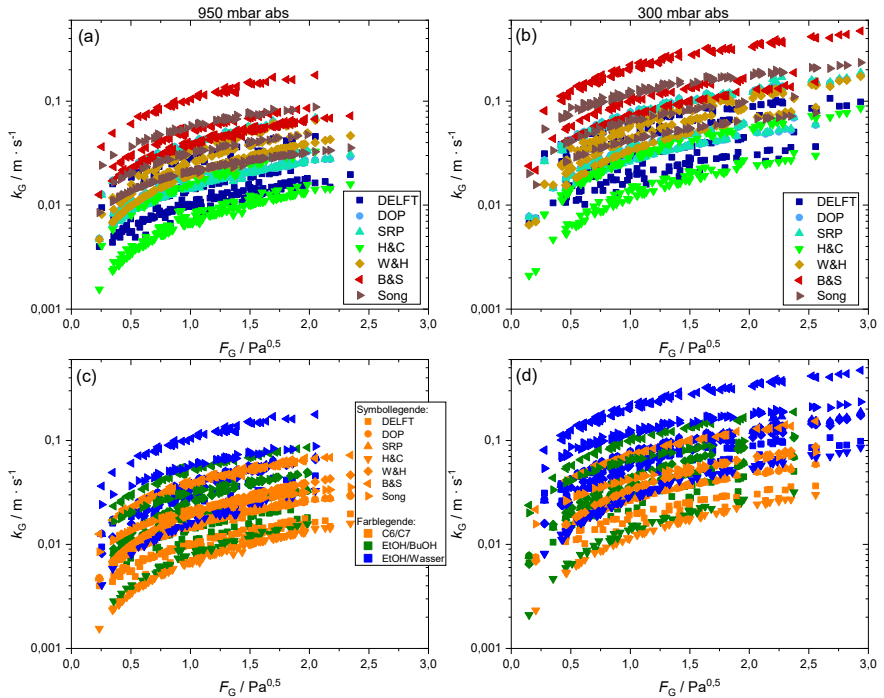


Abbildung 5.8: Gasseitige Stoffübergangskoeffizienten in Abhängigkeit der Gasbelastung nach unterschiedlichen Modellen (a), (b) und Gemischen (c), (d) bei zwei Prozessdrücken

5.5.3 Diffusionskoeffizienten

Die Diffusionskoeffizienten der Gas- bzw. Flüssigphase wurden für alle Stoffübergangsmodelle nach den in B.8 beschriebenen einheitlichen Berechnungen ermittelt. Die Diffusionskoeffizienten wurden im Kopf oberhalb der Packung (D) und unterhalb der Packung (uP) bestimmt und sind in den folgenden Abbildung 5.9 und Abbildung 5.10 dargestellt. Im Allgemeinen sind die Diffusionskoeffizienten unterhalb der Packung höher als die Diffusionskoeffizienten am Kopf. Eine in der Literatur anerkannte Begründung hierfür ist, dass die Strippingfaktoren unter der Packung näher bei eins liegen (Rejl et al., 2010). Unterstützt wird diese Begründung durch besonders hohe Diffusionskoeffizienten bei dem EtOH/BuOH-Gemisch, welche auf erhöhte Strippingfaktoren bei geringeren Mittenbettzusammensetzungen beruhen (s. Abbildung 5.10a).

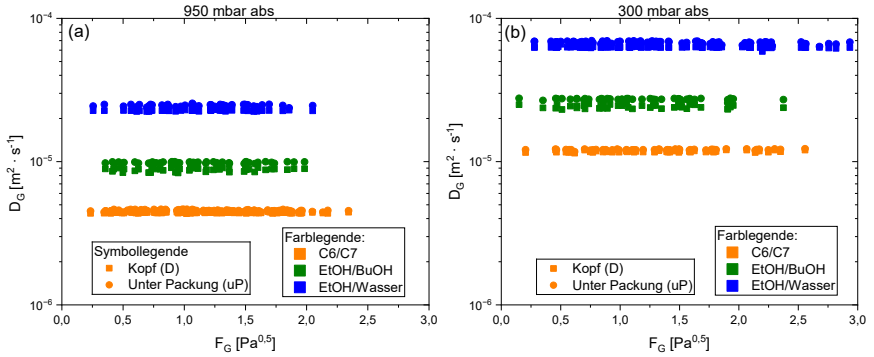


Abbildung 5.9: Diffusionskoeffizienten der Gasphase bei 300 mbar abs und 950 mbar abs

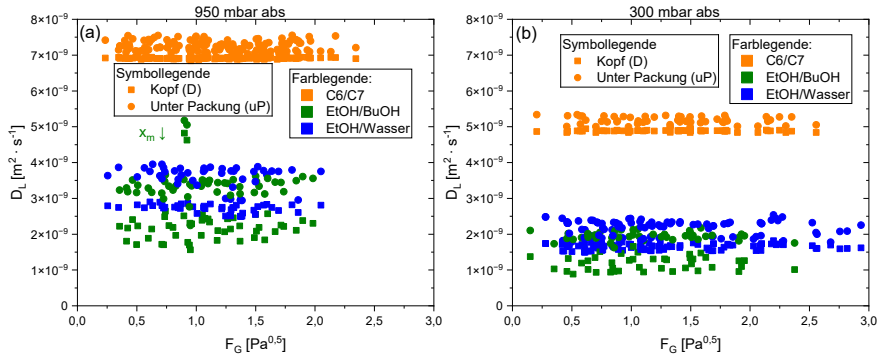


Abbildung 5.10: Diffusionskoeffizienten der Flüssigphase bei 300 mbar abs und 950 mbar abs

Hervorzuheben ist, dass sich die Diffusionskoeffizienten in der Gasphase in Abhängigkeit von der Gemischzusammensetzung deutlicher unterscheiden als die Diffusionskoeffizienten in der Flüssigphase. Diese Gemischabhängigkeit von D_G fällt mit $9 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ (950 mbar abs) und $6 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ (300 mbar abs) höher aus als von D_L mit $6 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ (950 mbar abs, 300 mbar abs). Die mit EtOH/Wasser gemessenen höheren Trennleistungen sind auf die hohen D_G -Werte zurückzuführen. Die mittleren HETP-Werte von C6/C7 werden mit den höchsten D_L -Werten erklärt, welche die geringen D_G -Werte von $3 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ kompensieren. Die geringsten Trennleistungen des EtOH/BuOH-Gemisches korrelieren mit mittleren D_G -Werten ($\approx 9 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) und den geringsten D_L -Werten ($\approx 1 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1} \dots 5 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$).

Im Verhältnis sind die Diffusionskoeffizienten der Gasphase unter Vakuum höher als bei 950 mbar abs. Im Gegensatz dazu sind die Diffusionskoeffizienten in der Flüssigphase bei Ethanol/Butanol und C6/C7 bei 300 mbar abs niedriger als nahe atmosphärischem Druck.

5.5.4 Anteil des Stoffübergangswiderstands in der flüssigen Phase (LRF)

Die Berechnung des Anteils des Stoffübergangswiderstands in der flüssigen Phase (LRF) wurde nach (Olujic und Seibert, 2014) und den Korrelationsgleichungen für k_L der Stoffübergangsmodelle (s. Kap. C) durchgeführt. In Abbildung 5.11 sind die Modelle SRP und DELFT mit den geringsten LRF-Werten

dargestellt. In Abbildung 9.16 sind darüber hinaus für das DOP- und das W&H- Modell, die LRF-Werte für die beiden Absolutdrücke dargestellt.

Bei allen in Abbildung 5.11 aufgeführten Modellen ist der Anteil des flüssigseitigen Stoffübergangswiderstands für das Ethanol-Wasser-Gemisch am höchsten, gefolgt vom C6/C7-Gemisch. Dieser höchste Widerstand in der Flüssigphase (höchste LRF -Werte) für das EtOH/Wasser-Gemisch stimmt mit den niedrigsten Flüssigphasen-Stoffübergangskoeffizienten k_L und den höchsten Gasphasen-Stoffübergangskoeffizienten k_G überein.

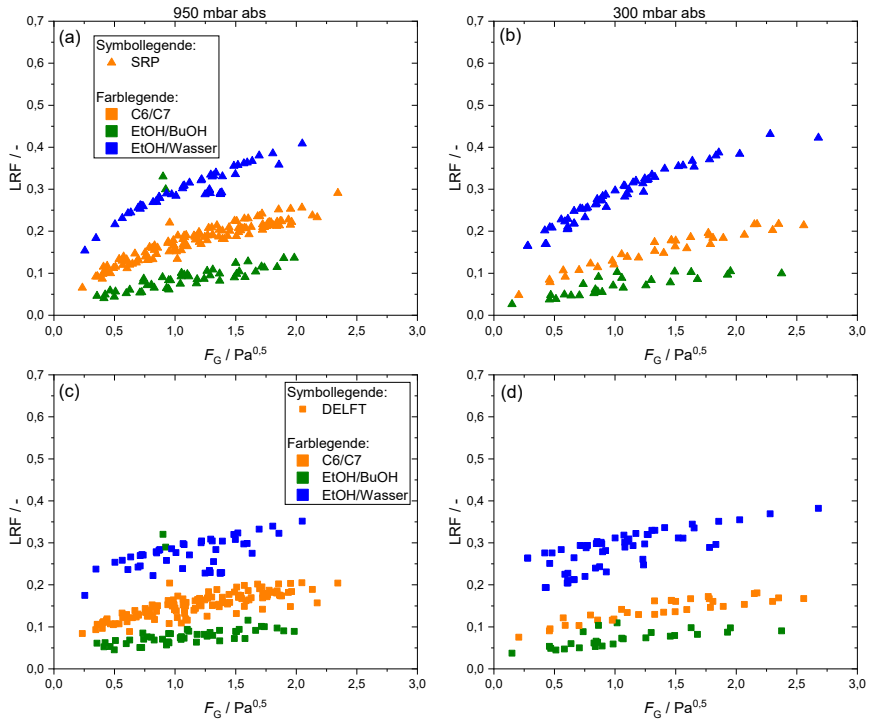


Abbildung 5.11: Flüssigseitiger Stoffübergangswiderstand (LRF) in Abhängigkeit der Gasbelastung für die Modelle SRP (a), (b), DELFT (c), (d), DOP bei zwei Prozessdrücken

Die niedrigsten LRF -Werte ergeben sich für das EtOH/BuOH-Gemisch, was den niedrigsten Trennleistungen entspricht. Der Stoffübergangswiderstand steigt bei allen Modellen mit zunehmender Gasbelastung an. Eine Ausnahme bildet hier das DOP-Modell, das relativ konstante bis leichtfallende LRF -Verläufe aufweist (s. Anhang D.5). Der Flüssigphasenwiderstand liegt nur bei dem DELFT-Modell für organische Gemische im Bereich von 12 % ... 18 % des Gesamtwerstandes und stimmt mit experimentellen Literaturergebnissen überein (Arwikaar und Sandall, 1980).

Das W&H-Modell und das DOP-Modell (s. Abbildung 9.16) berechnen den Stofftransportwiderstand in der Flüssigphase zwischen 30 % ... 70 % und liegen damit über dem bereits hohen in der Literatur (Chen und Chuang, 1995) bekannten Wert von 50 %. Ist die Steigung der Gleichgewichtslinie größer als eins, wie

beispielsweise bei EtOH/Wasser, bestätigen die Beobachtungen von (Rejl et al., 2010) diese Ergebnisse von hohen Stofftransportwiderständen. Diese hohen und zwischen den Modellen unterschiedlichen LRF -Werte bekräftigen den in der Modellentwicklung eingeschlagenen Trend zur stärkeren Gewichtung des k_L -Wertes durch Korrekturen, wie beispielsweise in (Olujić, 2014).

5.5.5 Hold-up

Die Modellierung des Hold-up zeigt für die in Abbildung 5.12 dargestellten Modelle einen mit der Flüssigkeitsbelastung ansteigenden Verlauf.

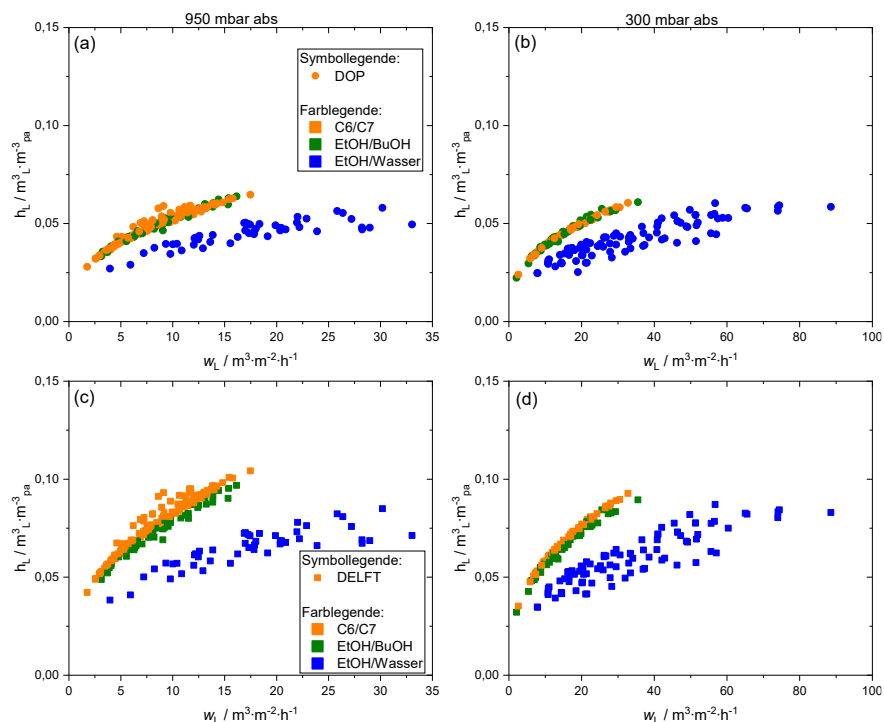


Abbildung 5.12: Flüssigkeits-Hold-up pro Packungsvolumen in Abhängigkeit der Flüssigkeitsbelastung von dem DOP-, (a), (b); DELFT-, (c), (d) Modellen bei zwei Drücken

Das Modell DOP beschreibt mit einer konservativen Abschätzung den geringsten Hold-up, der in Abhängigkeit vom Stoffgemisch im Vergleich zu den anderen dargestellten Modellen wenig streut. Alle Modelle schätzen den Hold-up analog zur effektiven Phasengrenzfläche des wässrigen Ethanolgemisches geringer ein als den der organischen Gemische. Im Gegensatz zur Phasengrenzfläche, die für das C6/C7-Gemisch am höchsten beschrieben wird, zeigen die Modelle für das viskosere Ethanol/Butanol-Gemisch geringere Hold-up-Werte. Eine Ausnahme bildet das DOP-Modell, das fast keine Unterschiede zwischen den Hold-up-Werten der organischen Gemische vorhersagt.

Das SRP-Modell (s. Abbildung 9.17) zeigt eine lineare Steigung des Hold-up mit der Flüssigkeitsbelastung und ist mit den am stärksten streuenden Werten am sensitivsten gegenüber unterschiedlichen

Stoffeigenschaften der Gemische. Die anderen in Abbildung 5.12 dargestellten Modelle modellieren den Hold-up mit einer Potenz kleiner eins. Das B&S-Modell ermittelt insbesondere bei 300 mbar abs Hold-up-Ergebnisse für das nicht-ideale wässrige Ethanol-Gemisch, welche am geringsten von denen der idealen organischen Gemische abweichen (s. Anhang D.6). Zudem fallen die Hold-up-Werte des positiven EtOH/BuOH-Gemisches höher aus als die des negativen C6/C7-Gemisches. Dies verdeutlicht, dass das B&S-Modell den Marangoni-Effekt abbildet und im Vergleich zu den alternativen Modellen für EtOH/Wasser zu höheren Hold-up-Werten führt.

Analog zu den experimentellen Ergebnissen der Trennleistung ähneln sich die modellierten Hold-up-Werte der organischen Gemische, während die Hold-up-Werte der wässrigen Gemische mit geringeren Werten abweichen. Als Begründung kann die erhöhte Oberflächenspannung angeführt werden, die neben verringerten effektiven Phasengrenzflächen (s. Kap. 5.5.1) auch zu verringerten Hold-up führt. Geringere Hold-up-Werte werden generell mit niedrigeren Trennleistungen in Zusammenhang gebracht (s. Kap. 2.3.2). Die experimentellen Trennleistungsmessungen fallen für das EtOH/Wasser-Gemisch höher aus, als bei organischen Gemischen und stellen die Relevanz des geringen Hold-up in Frage. Die Ergebnisse lassen den Schluss zu, dass die Stoffübergangskoeffizienten und der zusätzliche Marangonieffekt die Trennwirkung der reduzierten effektiven Oberfläche und des Hold-up überwiegen.

5.6 Strippingfaktoreinfluss auf HTU_{OG} , HTU_{Mod} und $HETP_{Exp}$

Im Folgenden werden $HTU_{OG,Mod}$ -Werte aus der Stoffübergangsmodellierung mit experimentellen $HTU_{OG,Exp}$ -Werten aus der Stoffübergangsberechnung mit den experimentellen $HETP_{Exp}$ -Ergebnissen aus dem GGW-Stufenansatz verglichen (s. Abbildung 5.13). Somit wird untersucht, ob der Einfluss des Strippingfaktors signifikant gedämpft werden kann, um so eine differenziertere Bewertung und Diskussion der Auswirkungen von Stoffdaten- und Geometrieparametern auf die Trennleistung zu ermöglichen. Dieser Vergleich des Stoffübergangsansatzes $HTU_{OG,Mod}$ und des GGW-Stufenansatzes $HTU_{OG,Exp}$ ist in Abbildung 3.8 dargestellt. Die lineare Auftragung von $HTU_{OG,Exp}$ (λ) verdeutlicht die Abhängigkeit von den eingesetzten Packungshöhen und Kolonnendurchmessern, welche in den $HETP_{Exp}$ -Werten nicht in gleicher Weise erkennbar ist. Dies wird insbesondere beim C6/C7-Gemisch deutlich, welches mit mehreren Packungshöhen vermessen wurde und zudem eine Maßstabsabhängigkeit (s. 4.1.4) aufweist.

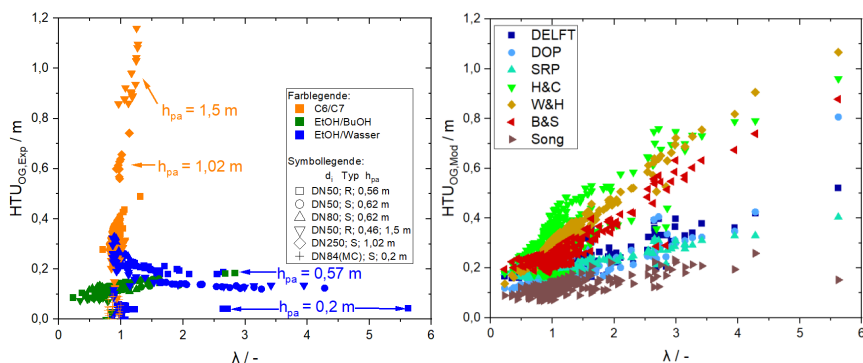


Abbildung 5.13: Lineare Auftragung von $HTU_{OG,Exp}$ und $HTU_{OG,Mod}$ in Abhängigkeit von λ

Die Differenzen zwischen den $HTU_{OG,Mod}$ - und $HTU_{OG,Exp}$ -Werten sind ausgeprägt. Bei den $HTU_{OG,Exp}$ -Werten des EtOH/Wasser-Gemisch zeigt sich ein abfallender Trend. Im Gegensatz dazu steht der steigende

Verlauf für das EtOH/BuOH-Gemisch, welches zudem nahezu maßstabsunabhängige $HETP_{Exp}$ -Trennleistungen nachweist (s. 4.1.4). Es ist anzumerken, dass die Berechnung von $HTU_{OG,Exp}$ unter der Annahme konstanter Stoffmengenströme, konstanter relativer Flüchtigkeit und konstanter Verdampfungsenthalpien erfolgt, welche bei weitsiedenden Gemischen nicht zutreffen.

Die $HTU_{OG,Mod}$ -Werte, berechnet nach den Stoffübergangsmodellen, zeigen eine linear steigende Abhängigkeit von λ . Die Modelle H&C, W&H und B&S schreiben mit höheren Steigungen der $HTU_{OG,Mod}$ -Verläufe λ einen höheren Einfluss zu als die anderen Modelle.

Die HTU_{OG} -Werte basieren auf den Höhen der Transfereinheiten in der Gas- (HTU_G) und Flüssigphase (HTU_L). Um die Modellierungsergebnisse ohne den Einfluss des Strippingfaktors zu beurteilen, müssen die HTU_G (Gl. 2-12) und HTU_L -Werte betrachtet werden und sind dafür in Abbildung 5.14 gegenübergestellt. Die HTU_G -Ergebnisse des DELFT- und des SRP-Modells fallen mit denen vom B&S-Modell am höchsten aus und weisen die größten Streuungen auf. Bei der Berechnung von HTU_L hingegen liefern das DELFT- und das SRP-Modell die geringsten Höhen der Transfereinheiten.

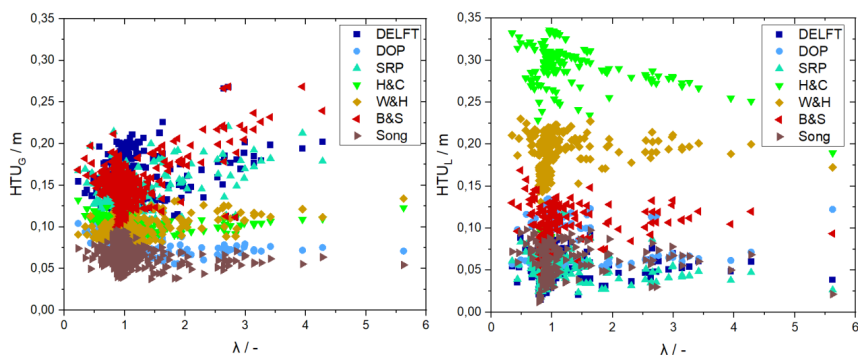


Abbildung 5.14: Mit Stoffübergangsmodellen berechnete HTU_G - und HTU_L -Werte in Abhängigkeit von λ

Das ungenaue Modell von H&C schätzt die flüssigkeitsseitigen Transfereinheiten deutlich höher ein als die anderen Modelle. Das Modell W&H, das die genauesten Vorhersagen für C6/C7 Gemische ($\lambda \approx 1$) liefert, schätzt jedoch auch HTU_L höher ein als die anderen Modelle. Dies deutet darauf hin, dass die Limitierung des Stoffübergangs hauptsächlich auf der Gasseite liegt, aber der Widerstand auf der Flüssigkeitsseite nicht zu vernachlässigen ist.

Diese Ergebnisse in Abbildung 5.14 deuten darauf hin, dass die niedrigen Stoffübergangskoeffizienten k_L und k_G , die im W&H-Modell für das C6/C7-Gemisch berechnet wurden, in Kombination mit der belegten Phasengrenzfläche a_{eff} die experimentell ermittelten $HETP$ -Werte am exaktesten treffen.

Die Modelle DOP und Song modellieren die niedrigsten HTU_G -Werte. Es ist auffällig, dass das SRP- und das DELFT-Modell mit der Kombination der deutlich höheren HTU_G -Werte und den kleineren HTU_L -Werten die experimentellen $HETP$ -Werte am genauesten wiedergeben. Diese Kompensation von HTU_L durch HTU_G verdeutlicht die höhere Gewichtung von HTU_L durch die Multiplikation mit λ . Für weitersiedende Gemische mit $\lambda > 1,5$ beschreibt das Song-Modell die experimentelle Trennleistung am genauesten. Das SRP- und das DOP-Modell geben dagegen die Trennleistungen mit $\lambda < 1,5$ besser wieder.

Hintergrund sind die Stoffübergangskoeffizienten k_L und k_G , die vom DOP-Modell am niedrigsten und vom SRP-Modell am höchsten abgeschätzt werden. Außerdem berechnet das SRP-Modell a_{eff} am

niedrigsten und das DOP-Modell am höchsten. Das Song-Modell modelliert ähnlich wie das W&H die nachgewiesene spezifische Oberfläche für das C6/C7-Gemisch mit $a_{eff} \approx 300 \text{ m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$.

Die hohen k_L - und k_G -Werte im Song- und B&S-Modell führen zu geringen HTU_{OG} -Werten, welche zur Überschätzung der Trennleistung insbesondere bei organischen Gemischen führt (s. Abbildung 5.2). Bei wässrigen Gemischen fällt diese Überschätzung geringer aus. Dies ist auf die Datenbasis des Song-Modells zurückzuführen, die auch wässrige Gemische enthält.

Das SRP- und das DOP-Modell modelliert geringere k_L -, k_G - und a_{eff} -Werte als das Song- und B&S-Modell. Dies führt zu geringeren Trennleistungen. Entscheidender Unterschied sind modellabhängige Berechnungen der dimensionslosen Kennzahlen und der Fluidgeschwindigkeiten, wie beispielsweise der verbreiteten Berechnung der Leerrohrgeschwindigkeiten (DOP- und SRP-Modell) oder der effektiven Geschwindigkeiten (DELFT-Modell).

Zur Berechnung des $HETP_{Mod}$ wird $HTU_{OG,Mod}$ mit dem Faktor $S = \ln(\lambda) \cdot (\lambda - 1)^{-1}$ multipliziert. Je höher λ , desto geringer fällt S aus (s. Abbildung 2.8). Die Auftragung $HTU_{OG,Mod}$ über S (s. Abbildung 5.15) belegt, dass bei geringen λ -Werten (hohe S -Werte) alle Modelle geringe $HTU_{OG,Mod} < 0,2 \text{ m}$ berechnen. Der Einfluss auf $HETP_{Mod}$ ist demnach geringer als bei hohen λ -Werten (geringe S -Werte), welche vor allem bei H&C, W&H und B&S mit $HTU_{OG,Mod} > 0,6 \text{ m}$ aufweisen.

Diese sinkenden Verläufe in Abbildung 5.15 begründen die Abnahme von $HETP_{Mod}$ bei den Modellen W&H, B&S und DOP bis zu einem Wert von $S = 0,9$. Bis auf die Modelle W&H zeigen alle Modelle ab einem Wert von $S = 1$ ansteigende $HETP_{Mod}$ -Werte. Auch in der Auftragung $HETP_{Mod}(\lambda)$ zeigen alle Modelle bis auf die Modelle W&H eine stark ansteigende Trennleistung bis $S = 1$. Ab diesem Wert zeigen alle Modelle bis auf die Modelle H&C, Song und SRP eine mit steigendem Strippingfaktor abnehmende Trennleistung.

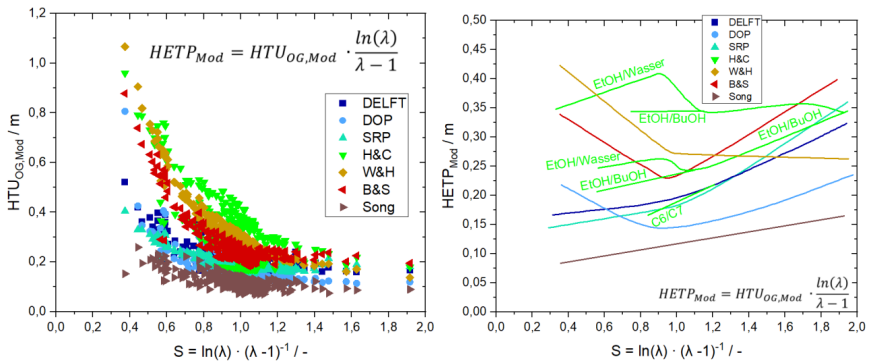


Abbildung 5.15: Nach Stoffübergangsmodellen berechnete $HTU_{OG,Mod}$ (links) und Trendlinien der Verläufe von $HETP_{Mod}$ (rechts) in Abhängigkeit von S

In beiden Auftragungen von $HETP_{Mod}$ in Abhängigkeit von S (Abbildung 5.15) und λ (s. Abbildung 5.14) zeigt sich anhand der größten Abweichungen zwischen den modellierten Trennleistungen, dass für das H&C-Modell die Trennleistungen in Abhängigkeit der Gemische am unterschiedlichsten ausfallen. Zu begründen ist dies mit der Tatsache, dass nur bei dem H&C-Modell bei der Berechnung der dimensionslosen Kennzahlen der hydraulische Durchmesser ($d_h = 4 \cdot \varepsilon \cdot a_{pa}^{-1}$) und damit die benetzte Oberfläche direkt, ohne Verrechnung mit Packungsgeometriemaßen wie im DELFT-Modell, einfließt.

In beiden Darstellungen von $HETP_{Mod}$ in Abhängigkeit von λ und S zeigen sich für das H&C-Modell die größten Abweichungen in den modellierten Trennleistungen für verschiedene Gemische. Das H&C-Modell ist somit das Modell, welches die Trennleistung am gemischsensitivsten beschreibt.

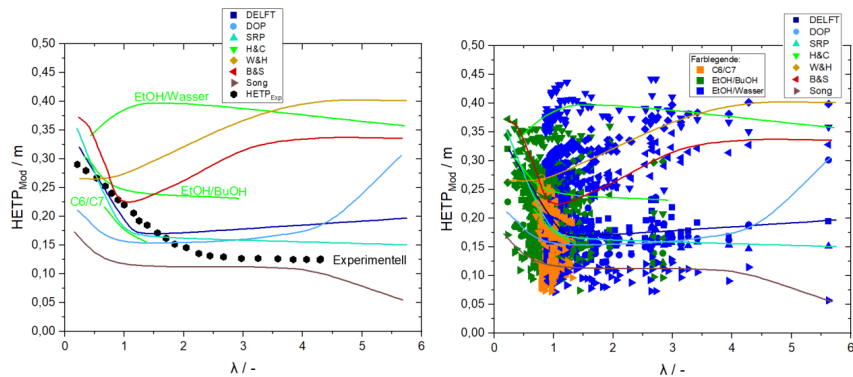


Abbildung 5.16: Trendlinienverläufe von nach Stoffübergangsmodellen berechneten $HETP_{Mod}$ mit nach Abbildung 4.22 ergänzten Fit (s. Abbildung 9.9) von $HETP_{Exp}$ (links) und nach Stoffgemisch gegliedert (rechts) in Abhängigkeit von λ

Die Aufschlüsselung der $HETP_{Mod}$ -Werte nach Gemischen (Abbildung 5.16-links) zeigt, dass die Modelle insbesondere die Trennleistung von EtOH/Wasser-Gemischen unterschätzt, indem die $HETP_{Mod}$ -Werte überschätzt werden. Die Trennleistungen von C6/C7 werden hingegen überschätzt. Im Vergleich zu den experimentellen $HETP$ -Werten ist hervorzuheben, dass die Modelle Song und SRP die experimentellen Trennleistungen der EtOH/Wasser-Gemische am exaktesten abbilden.

Zur Evaluation der Abweichungen der Stoffübergangsmodelle (Forschungsfrage 4) werden folgende Ergebnisse aus der Modellierung der Stoffübergangsparameter zusammengefasst:

1. Das W&H-Modell modelliert für das C6/C7-Gemisch sowohl die Trennleistung als auch die effektive Phasengrenzfläche am genauesten. Der Benetzungsgrad von 69 % (W&H-Modell) stimmt mit dem Ergebnis von 68 % aus einem neuen Ansatz zur Bestimmung von a_{eff} mit einer Messzelle und einer Kolonne im Pilotmaßstab (Pöschmann et al., 2024) überein, sodass dieser Benetzungsgrad am verlässlichsten scheint.
2. Diffusionskoeffizienten in der Gasphase unterscheiden sich je nach Gemisch deutlicher als die Diffusionskoeffizienten in der Flüssigphase und sind in der Gasphase bei EtOH/Wasser am höchsten.
3. Die Diffusionskoeffizienten zeigen, dass D_G unterhalb der Packung höher ausfällt als am Kopf und gemischabhängiger sind, besonders bei Ethanol/Wasser. Dagegen sind die in der Flüssigkeitsphase im Vakuum um den Faktor 10^{-3} (EtOH/BuOH und C6/C7) geringer als bei annähernd Atmosphärendruck.
4. Die höchsten flüssigkeitsseitigen Stoffübergangskoeffizienten zeigen die C6/C7-Ergebnisse, während EtOH/Wasser die höchsten gasseitigen Stoffübergangskoeffizienten aufweist. Bei atmosphärischem Druck belegen die flüssigkeitsseitigen Stoffübergangskoeffizienten aufgrund höherer Flüssigkeitsbelastung größere k_L -Werte. Unter Vakuum dominieren, insbesondere bei dem EtOH/Wasser-Gemisch, die gasseitigen Stoffübergangskoeffizienten. Obwohl das DOP- und das SRP-Modell unterschiedliche k_L -Werte voraussagen, gleichen sich diese Unterschiede durch variierte

effektive Phasengrenzflächen aus, sodass beide Modelle die experimentellen Trennleistungen ähnlich gut abbilden.

5. Das W&H-Modell und das DOP-Modell beschreiben den Stofftransportwiderstand in der Flüssigphase (*LRF*) zwischen 30 % ... 70 % und liegen damit über dem bereits aus der Literatur bekannten hohen Wert von 50 % (Chen und Chuang, 1995). Ist die Steigung der Gleichgewichtslinie größer als eins, wie z.B. bei EtOH/Wasser, resultieren besonders hohe *LRF*-Werte. Diese hohen und von Modell zu Modell unterschiedlichen *LRF*-Ergebnisse stehen im Einklang mit Beobachtungen in der Literatur (Rejl et al., 2010). Diese Ergebnisse unterstützen den Trend, k_L in Stoffübergangsmodellen höher zu gewichten.
6. Die organischen Gemische zeigen in allen dargestellten Modellen einen ähnlichen Hold-up, nur das wässrige Gemisch zeigt große Abweichungen, die auf eine erhöhte Oberflächenspannung zurückgeführt werden. Das DOP-Modell schätzt den Hold-up konservativ und geringer als andere Modelle, während das SRP-Modell die höchsten Hold-up-Werte und als einziges Modell eine lineare Abhängigkeit des Hold-up von der Flüssigkeitsbelastung zeigt. Das B&S-Modell berücksichtigt den Marangoni-Effekt und berechnet im Verhältnis zu den organischen Gemischen höhere Hold-up-Werte für EtOH/Wasser-Gemische.
7. Aus den höchsten experimentellen Trennleistungen für EtOH/Wasser wird geschlossen, dass die Stoffübergangskoeffizienten und der zusätzliche Marangoni-Effekt die Trennwirkung der reduzierten effektiven Oberfläche und des Hold-up überwiegen.
8. Stoffübergangsmodelle modellieren unterschiedliche Abhängigkeiten der Trennleistung vom Strippingfaktor λ . Als sensitivstes Modell in Bezug auf die Gemischzusammensetzung zeichnet sich das Modell H&C aus. Song und SRP modellieren den Verlauf der experimentellen Trennleistungen von EtOH/Wasser-Gemischen in Abhängigkeit von Strippingfaktoren $\lambda > 1,5$ am genauesten.

6 Gemisch- und Maßstabsübertragung

1. Ziel

Das Ziel dieses Kapitels ist die Erweiterung von Stoffübergangsmodellen, welche eine verbesserte Beschreibung von Trennleistungen ermöglicht, unabhängig vom zugrunde liegenden Stoffübergangsmodell. Es soll die bestehende Lücke bei der Anwendung von Stoffübergangsmodellierungen im Miniplant- und Pilotmaßstab geschlossen werden, da die Stoffübergangsmodelle zumeist auf Daten aus dem Pilot- und Industriemaßstab basieren. Damit wird die Beantwortung der Forschungsfrage 5 adressiert, ob ein Modellansatz entwickelt werden kann, der die in Kap. 4.1 dargestellte Durchmesserabhängigkeit von Trennleistungsmessungen berücksichtigt.

2. Annahme

Es wird angenommen, dass Stoffübergangsmodelle aus dem Pilotmaßstab, wie in der Literatur (Bradtmöller, 2017) vereinzelt dargestellt, auch für den Miniplant- und Technikumsmaßstab adaptiert werden können. Somit erstreckt sich der Gültigkeitsbereich des entwickelten Modells auf den Miniplant- und Technikumsmaßstab.

3. Voraussetzung

Die Grundlage der Weiterentwicklung von Stoffübergangsmodellen ist die systematisch erhobene experimentelle Datenbasis, die trennleistungsrelevante Effekte identifizieren und quantifizieren. Diese Daten ermöglichen deren Berücksichtigung und Bewertung der Stoffübergangsmodelle.

4. Vorgehen

Die Weiterentwicklung veröffentlichter Stoffübergangsmodelle wird mithilfe von empirischen Datenansätzen mit folgendem Vorgehen umgesetzt:

- 4.1 Der folgende Modellansatz erweitert die nach (Song et al., 2017) in Gl. (9-81) vorgestellten sekundären Trennoberflächen des Verteilers, der Kolonnenwand und von abtropfenden Flüssigkeitsströmen, um packungsspezifische Trennoberflächen. Die Berücksichtigung der packungsspezifischen Trennoberflächen durch Wandoberflächen (a_{Wand}), Randspalte (a_{Spalt}) und Randabweiserflächen (a_{RAW}) mit der korrigierten Trennoberfläche a_{pa} stellt eine Weiterentwicklung beim Einsatz von Stoffübergangsmodellen im Miniplant- und Technikumsmaßstab dar. Diese Parameter sind abhängig vom Kolonnendurchmesser und werden zur Abbildung der experimentell aufgezeigten Maßstabsabhängigkeit (s. Kap. 4.1.4) der Trennleistungen bei C6/C7- und EtOH/Wasser-Messungen zwischen Miniplant, Technikum und Pilotmaßstab verwendet (s. Schritte 1,2 in Abbildung 6.1)
- 4.2 Darüber hinaus werden Korrekturfunktionen auf Basis der in dieser Arbeit durchgeführten experimentellen Untersuchungen integriert. Diese sind basierend auf Regressionsanalysen in der Lage, den charakteristischen Hump der experimentellen Daten abzubilden, wodurch eine exaktere Es wird die Bestimmung von Trennleistungen bei der Maßstabs- und Gemischübertragung ermöglicht, sowohl für wässrige als auch für organische Gemische. Somit wird eine zuverlässiger Scale-up der experimentellen Ergebnisse gefördert.

5. Alleinstellungsmerkmal

Die breite experimentelle Datenbasis aus Trennleistungsmessungen mit drei unterschiedlichen Gemischen in sechs Rektifikationskolonnen mit ähnlichen „kurzen Packungsbetten“ (3x DN50, 1x DN80, 1x DN150 und 1x DN250) (s. Kap. 4.1.4) erlaubt es, anstelle von üblichen einzelnen Korrekturfaktoren im Scale-up (s. Kap. 2.7.3), die nach Abbildung 6.1 berechneten Korrekturfunktionen in Abhängigkeit der Gemische und Maßstäbe zu erstellen und anzuwenden. Diese Datenbasis deckt kritische Maldistributionseffekte von Flüssigkeiten und Gasen im Labor-, Miniplant- und Technikumsmaßstab ab (Deibele und Dohrn, 2006; Schoenmakers und Spiegel, 2014).

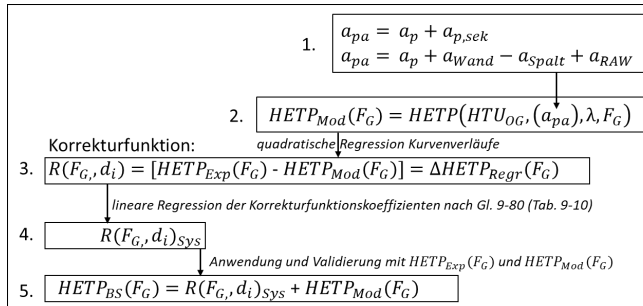


Abbildung 6.1: Berechnungsschritte (1 ... 5) für den Modellansatz zur Gemisch- und Maßstabsübertragung mithilfe vom durchmesserabhängigen a_{pa} und stoffsystemabhängigen Korrekturfunktionen $R(F_G, d_i)_{Sys}$

Die Modellerweiterung setzt sich aus der Berechnung der geometrischen Trennoberfläche a_{pa} (Schritte 1,2) und der Erweiterung aller Stoffübergangsmodelle auf Grundlage einer Korrelation von experimentellen Daten zu Korrekturfunktionen (Schritte 3, 4) zusammen und ermöglicht eine gemisch- und maßstabsspezifische Beschreibung der Trennleistung (Schritt 5). Die Schritte werden im Folgenden vorgestellt:

1. Berechnung von a_{pa} mit der sekundären Trennoberflächen a_{sek} (s. Tabelle 9-16 und Tabelle 9-17)

2. Berechnung von $HETP_{Mod}(F_G)$ mit korrigierter spezifischer Trennoberfläche a_{pa}

Die korrigierten Trennoberflächen a_{pa} fallen bei allen Packungstypen 5 % ... 18 % größer aus (s. Anhang K.1) als die geometrische spezifische Packungsblechoberfläche a_p , bis auf bei dem R500.Y Packungstyp im DN50 Maßstab. Die Ergebnisse (s. Abbildung 6.2) zeigen, dass die Korrektur von a_p zu a_{pa} mit a_{sek} die mittlere Abweichung ($\overline{MRD}$) unterschiedlich beeinflusst.

Die korrigierte Trennoberfläche a_{pa} (s. Anhang K.1) führt bei dem DELFT- und dem SRP-Modell zu einer Reduzierung der $\overline{MRD}$ -Werte um 10 % (DELFT) bzw. 3 % (SRP) und erhöhen somit die Vorhersagegenauigkeit der Modelle. Dies verdeutlicht die erhöhte Sensitivität dieser Modelle bei der Modellierung der Phasengrenzfläche a_{eff} . Zurückzuführen ist dies auf die Berechnung der empirischen Modellgleichungen mit Enhancement-Faktoren (SRP) nach Gl. (9-61) bzw. auf die Verwendung von a_{pa} im Exponenten (DELFT) nach Gl. (9-51) und (9-53) (s. Anhang D.4). Die Modelle DOP, H&C, W&H berechnen um 1 % und das Song-Modell um 4 % höhere $\overline{MRD}$ -Werte aufgrund der Verwendung von geringeren

Exponenten im Vergleich zu den Modellen DELFT- und SRP (s. Anhang D.4). Da das SRP-Modell mit a_{pa} den geringste $\overline{MRD}$ -Wert von 24 % aufweist, wird das SRP-Modell für das weitere Vorgehen beispielhaft zugrunde gelegt.

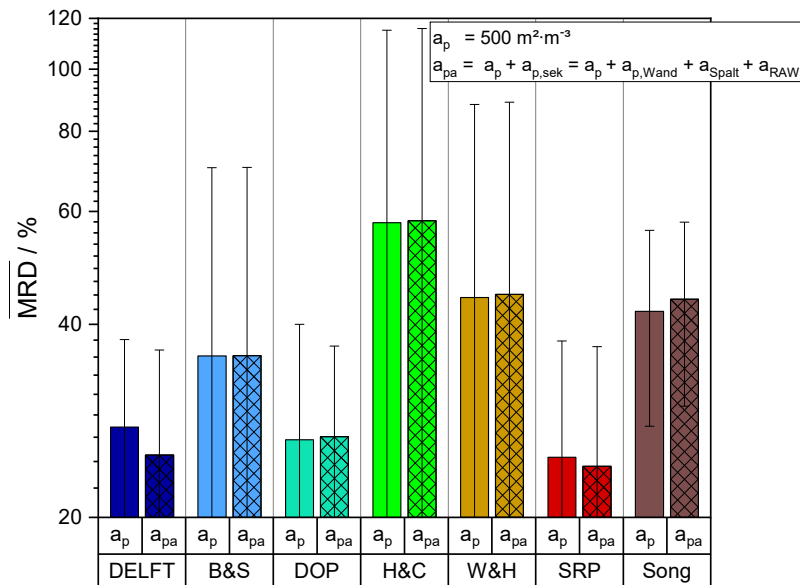


Abbildung 6.2: Über alle Gemische ermittelte $\overline{MRD}$ -Werte für verschiedene Modelle basierend auf geometrischer Packungsoberfläche a_p und mit a_{sek} korrigierte Trennoberfläche a_{pa}

3. Gemisch- und maßstabsspezifische Korrekturfunktionen $\Delta HETP_{Reg}(F_G)$ mithilfe von polynomialen Regressionskurven $R(F_G, d_i)$

Nach der Auftragung von $HETP_{Exp}(F_G)$ und $HETP_{Mod}(F_G)$ werden quadratische Regressionskurven ermittelt.

Tabelle 6-1: Tabellarische Darstellung der Modellierung mittels Regressionsanalysen zur Kombination der maßstabsabhängigen Korrekturfunktionen $R(F_G, d_i)$ zu einer zusammengesetzten Skalierungs- und Gemischübertragungsgleichung $R(F_G, d_i)_{Sys}$

Packungstyp	d_i	C6/C7	Ethanol/1-Butanol	Ethanol/Wasser
R500.Y	50	$R(F_G, 50 \text{ mm})$	$R(F_G, 50 \text{ mm})$	$R(F_G, 50 \text{ mm})$
S500.Y	80	$R(F_G, 80 \text{ mm})$	$R(F_G, 80 \text{ mm})$	$R(F_G, 80 \text{ mm})$
R500.Y	152	$R(F_G, 152 \text{ mm})$	$R(F_G, 152 \text{ mm})$	$R(F_G, 152 \text{ mm})$
S500.Y	250	$R(F_G, 250 \text{ mm})$	$R(F_G, 250 \text{ mm})$	$R(F_G, 250 \text{ mm})$
Regressions-analyse	50 ... 250	$R(F_G, d_i)_{C6/C7}$	$R(F_G, d_i)_{EtOH/BuOH}$	$R(F_G, d_i)_{EtOH/Wasser}$

Dabei zeigen $HETP_{Exp}(F_G)$ -Werte zumeist ein exponiertes Maximum (Hump), während bei $HETP_{Mod}(F_G)$ -Werten kein Hump modelliert wird. Anschließend wird die Differenz der jeweiligen Regressionskurven $\Delta HETP_{Regr}(F_G)$ ermittelt. Dazu werden im Rahmen einer Regressionsanalyse aus den Koeffizienten der Regressionskurven durch Interpolation bivariate Korrekturfunktionen in der Form $R(F_G, d_i)$ berechnet (s. Tabelle 6-1).

4. Modellansatz zur Maßstabs- und Gemischübertragung

Zur Ermittlung von gemischspezifischen und maßstabsabhängigen Korrekturfunktionen $R(F_G, d_i)_{sys}$ werden die maßstabspezifischen Korrekturfunktionen $R(F_G, d_i)$ verschiedener Kolonnendurchmesser in einer linearen Regressionsanalyse kombiniert (s. Tabelle 6-1, und Abbildung 9.15). Zu diesem Zweck wird nach Gl. (9-83) die Methode der kleinsten Fehlerquadrate zwischen den Koeffizienten der Korrekturfunktion (s. Tabelle 9-14) angewendet. Zur Veranschaulichung der kombinierten, gemischspezifischen Korrekturfunktionen sind in Abbildung 6.3 die durchmesserabhängigen Korrekturfunktionen für den mittleren Faktor aller experimentellen Daten von $F_G = 1,2 \text{ Pa}^{0.5}$ dargestellt.

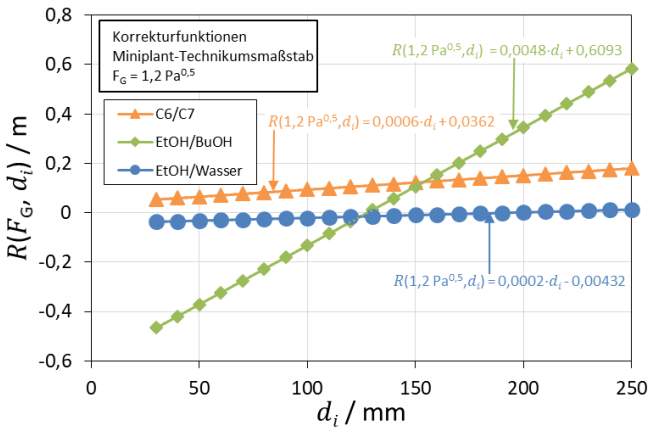


Abbildung 6.3: Korrekturfunktion $R(F_G, d_i)$ in Abhängigkeit von Kolonnendurchmessern d_i im Miniplant- und Technikumsmaßstab und des Stoffgemisches basierend auf Modellierungs- und Ergebnissen nach dem SRP-Modell

Die Verläufe der Korrekturfunktionen zeigen für das C6/C7-Gemisch positive $R(F_G, d_i)$ -Werte, die mit zunehmendem Kolonnendurchmesser ansteigen. Dieses Gemisch zeigt bei allen Vergleichen mit abnehmendem Kolonnendurchmesser steigende Maßstabsabhängigkeiten (s. Abbildung 4.7). Für das EtOH/Wasser-Gemisch hingegen resultieren negative $R(F_G, d_i)$ -Werte. Die zugrunde liegenden experimentellen Daten zeigen eine Abnahme der Skalenabhängigkeit mit zunehmendem Kolonnendurchmesser (s. Abbildung 4.7). Die geringste Skalenabhängigkeit zeigt das EtOH/BuOH-Gemisch und die größte Abhängigkeit der Korrekturfunktion vom Kolonnendurchmesser. An dieser Stelle ist anzumerken, dass die Extrapolation von Trennleistungsdaten dieses Modellansatzes auf industrielle Maßstäbe mit Kolonnendurchmessern $> 250 \text{ mm}$ (s. Abbildung 9.17) und damit außerhalb des

Gültigkeitsbereichs ($d_i = 50 \text{ mm} \dots 250 \text{ mm}$), eine Absicherung mit experimentellen Trennleistungsmessdaten erfordert.

5. Anwendung der Skalierungs- und Gemischübertragungsgleichung

Zur Validierung und Bewertung der Weiterentwicklung von Stoffübergangsmodellen werden abschließend $HETP_{BS}(F_G)$ -Werte ermittelt (s. Abbildung 6.2). In der Auftragung der $HETP(F_G)$ -Werte ist zu erkennen, dass die Weiterentwicklung mit Korrekturfunktion den charakteristische Hump abbilden kann (s. Abbildung 6.4c,d). Die schwarzen experimentelle Trennleistungsdaten ($HETP_{Exp}$) dienen der Validierung und Beurteilung der Verläufe der $HETP_{Mod}(F_G)$ - und $HETP_{BS}(F_G)$ -Werte. Die Abweichungen zwischen den nach dem SRP-Modell berechneten $HETP_{BS}(F_G)$ - und $HETP_{Exp}$ -Werten sind geringer als zwischen den $HETP_{Mod}$ - und den $HETP_{Exp}$ -Werten. Dies belegt für das C6/C7-Gemisch bei 950 mbar abs ... 960 mbar abs eine Verbesserung der Vorhersage des Trennleistungen mithilfe der Korrekturfunktionen.

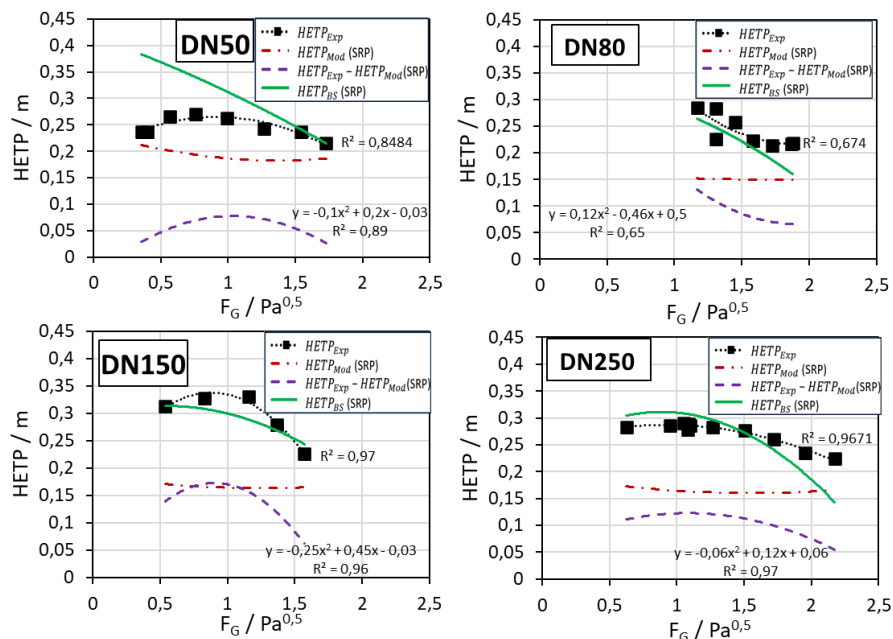


Abbildung 6.4: Vergleich $HETP_{Exp}(F_G)$ mit $HETP_{BS}(F_G)$ - und $HETP_{Mod}(F_G)$ -Werte mit C6/C7-Gemisch (950 mbar abs, 960 mbar abs) basierend auf dem SRP-Modell in den Kolonnenmaßstäben DN50, DN80, DN150 und DN250

Der Vergleich der unterschiedlichen $HETP$ -Werte gemittelt über 300 mbar abs und 950 mbar abs Trennleistungsmessungen für verschiedene Gemische (s. Abbildung 6.5) zeigt, dass das Modell mit Korrekturfunktionen ($HETP_{BS}$) für das C6/C7-Gemisch die Ergebnisse der experimentellen Trennleistungsmessung gut annähern. Die Abweichung zwischen allen arithmetisch gemittelten $HETP_{BS}$ und $HETP_{Exp}$ beträgt 11 %. Für das EtOH/Wasser-Gemisch beträgt die Abweichung von $\overline{HETP_{Exp}}$ zu $\overline{HETP_{BS}}$ 8 % statt

nur 2 % zu $\overline{HETP}_{Mod}$. Für das EtOH/BuOH-Gemisch hingegen ist die $\overline{HETP}_{BS}$ um 11 % höher als die experimentellen $\overline{HETP}_{Exp}$ und stellen eine um 15 % genauere Annäherung als nach dem SRP-Modell dar.

Die geringe Maßstabsabhängigkeiten der $HETP_{Exp}$ -Werte von 2 % ... 5 % (s. Abbildung 4.7) bei EtOH/Wasser-Gemisch ist durch experimentelle Messungen mehrfach bestätigt (s. Kap. 4.1.4). Zur Maßstabsübertragung mit diesem Gemisch ist alternativ die Verwendung von Korrekturfaktor von $1,02 \dots 1,05 \cdot HETP_{Exp,DN50} = HETP_{Exp,DN150}$ möglich.

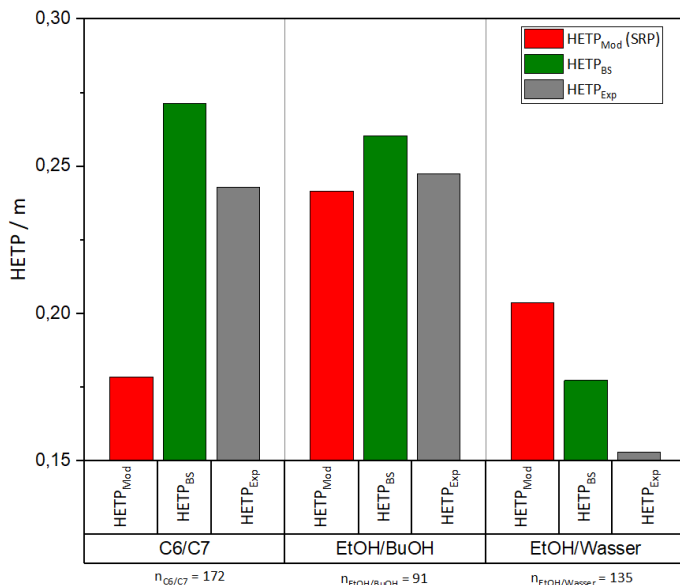


Abbildung 6.5: Vergleich gemittelter $\overline{HETP}_{Exp}$ - mit $\overline{HETP}_{BS}$ - und $\overline{HETP}_{Mod}$ -Werte (950 mbar abs, 300 mbar abs) basierend auf dem SRP-Modell

Mit Bezug auf die Forschungsfrage 5 werden folgende Punkte aus diesem Kapitel zur Entwicklung eines Modells mit Korrekturfunktionen festgehalten:

1. Das entwickelte Modell berücksichtigt durch übersichtliche mathematische Umformungen die Anwendbarkeit im Anwenderumfeld und gleichzeitig die wissenschaftlich relevante Verbesserung der Genauigkeit der Abschätzung der Trennleistung.
2. Das Modell mit Korrekturfunktionen angewendet auf das SRP-Modell zeigt für C6/C7- und Ethanol/Wasser-Gemische eine wesentliche Verbesserung ($\Delta 15\% \dots 17\%$) gegenüber der SRP-Modellierung und ist im Gegensatz zu allen bislang veröffentlichten Modellen in der Lage, den charakteristischen Trennleistungsverlauf mit Hump abzubilden.
3. Dies belegt, dass im Miniplantmaßstab die sekundäre spezifische Oberfläche der Packungen relevant ist und insbesondere unter Verwendung des C6/C7-Systems aufgrund der ausgeprägten Verläufe mit Hump berücksichtigt werden muss.
4. Die Korrekturfunktionen für EtOH/BuOH-Gemische weichen von den genannten Gemischen ab und führen zu einer Überschätzung der Trennleistung.

5. Ein Scale-up der Trennleistung von C6/C7- und EtOH/Wasser-Gemischen mit dem Modell mit Korrekturfunktionen kann für das EtOH/Wasser-Gemisch vom Miniplantmaßstab in den Technikumsmaßstab sowie für C6/C7-Trennleistungen in den Pilotmaßstab ($d_i = 250 \text{ mm}$) erfolgen. Die Extrapolation auf industrielle Maßstäbe ($d_i > 250 \text{ mm}$) und damit außerhalb des Gültigkeitsbereichs des Modells erfordert eine Validierung, ebenso wie mit anderen Gemischen.

7 Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieser Dissertation wird experimentell die Trennleistung bei der Rektifikation mit nicht-perforierten mikrostrukturierten Packungen in unterschiedlichen Maßstäben untersucht. Darüber hinaus werden im Vergleich zu den experimentellen Trennleistungen basierend auf dem Gleichgewichtsstufenansatz modellierte Trennleistungen auf der Grundlage von Stoffübergangsmodellen und damit auf Stoff- und Packungseigenschaften dargestellt. Die vorliegende Ausarbeitung befasst sich mit der geometrischen und gemischabhängigen Maßstabsübertragung sowie dem Einfluss des Anlagendurchmessers auf die Trennleistung im Miniplant- (3x DN50), Technikums- (DN80, DN150) und Pilotmaßstab (DN250) sowie in einer Messzelle (äquivalent zu DN84). Der Schwerpunkt liegt dabei auf Gemischeigenschaften, Wandeffekten, Druckverlusten und Fluidodynamik. Dazu wurden mit der Mellapak-ähnlichen 500.Y (S500.Y) und RMP-N-ähnlichen 500.Y (R500.Y) zwei strukturierte Packungstypen bei zwei Drücken (300 mbar abs; 950 ... 960 mbar abs) mit dem idealen Standardteststoffgemisch Cyclohexan/n-Heptan, dem idealen Ethanol/1-Butanol-Gemisch und mit dem nicht-idealen Ethanol/Wasser-Gemisch vermessen.

Die an der TU Braunschweig durchgeführten Trennleistungsmessungen stammen aus den Maßstäben DN50 und DN150. Die Messungen in den Maßstäben DN50 (ENVIMAC Engineering GmbH, BASF SE), DN80 (EVONIK Industries AG), Messzelle - äquivalent zu - DN84 (TU Berlin) und DN250 (SULZER Chemtech AG) wurden durch genannte Forschungs- und Industriepartner erhoben.

Experimentelle Trennleistungsmessungen

Experimentelle Ergebnisse zeigen, dass der Maßstabsübertrag zu einer Trennleistungsreduzierung von bis zu 29 % (S500.Y) bzw. 23 % (R500.Y) führt. Dies ist unter anderem auf die bis zu 42 % höheren Flüssigkeitsbelastungen bei 950 mbar abs als bei 300 mbar abs zurückzuführen. Diese höhere Belastung verbessert die Benetzung an der Kolonnenwand, verstärkt aber auch den Einfluss von Randabweisern und Wandeffekten, wodurch signifikante Unterschiede zwischen DN50 und DN150 Kolonnen entstehen. Maldistribution von Flüssigkeitsströmung an der Kolonnenwand durch ineffektive Randabweisern führt zur Trennleistungsminderung.

EtOH/BuOH-Gemische zeigen nur eine geringe Maßstabsabhängigkeit. Für Ethanol/Wasser-Gemische insbesondere in S500.Y-Packungen bei Vakuumbedingungen (300 mbar abs) werden die höchsten Trennleistungen mit gleichzeitig geringen Druckverlusten gemessen, was auf eine optimale Flüssigkeitsverteilung und Marangoni-Effekte hinweist.

Weiterhin korrelieren Packungshöhen und Endeffekte unmittelbar mit der Trennleistung. Niedrigere Packungsbethöhen (0,19 m ... 1 m) begünstigen eine geringere Maldistribution und damit höhere Trennleistungen, während höhere Bethöhen zu Stoßstellen, vermehrten Druckverlusten und einer linearen Erhöhung der *HETP*-Werte führen. Diese Trends ermöglichen eine Extrapolation der experimentellen Daten auf industrielle Maßstäbe mit Bethöhen von ca. 3 m.

Experimentelle Untersuchungen im Miniplant-Maßstab zeigen, dass thermische Randbedingungen, wie eine unterkühlte Kolonnenwand, die Trennleistung um bis zu 12 % erhöhen. Die Druckverluste unter Gegenstrombedingungen ändern sich aufgrund der quantifizierten Wandströmung, welche auch als "wilder Rücklauf" bezeichnet wird. Überhitzte (diabatische) Bedingungen reduzieren die Trennleistung um bis zu 7 %.

Die Untersuchung der durchmesserabhängigen Effekte deckt eine zentrale Lücke im Stand des Wissens auf: Bislang fehlen systematische Untersuchungen und Modellierungen dieser Effekte hinsichtlich einheitlicher Aussagen bezüglich Mindestdurchmessern für Trennleistungsmessungen in Kolonnen

(0,15 m vs. 0,3 m; Billet, 1979; Olujić, 1999; Valenz, 2013). Insbesondere der noch nicht abschließend erforschte Einfluss von Rand- und Eckspalten sowie Randabweisern auf die Trennleistung und die Druckverluste wird hier bewertet. Entsprechende Ergebnisse demonstrieren, dass im Miniplant-Maßstab bereits geringe Unterschiede in der Konfiguration der Randabweiser zu einer Beeinflussung der Fluidodynamik und zu signifikanten Abweichungen der Trennleistung führen. Darüber hinaus konnten durch gleiche Randabweiserkonfigurationen an den zwei Packungstypen (S500.Y, R500.Y) im DN50-Maßstab Trennleistungsdifferenzen auf Unterschiede in den Mikrostrukturen zurückgeführt werden. Dieses Ergebnis wird durch die Tatsache unterstützt, dass diese Trennleistungsdifferenzen unterhalb der Staugrenze auftreten. In diesem Bereich ist der Einfluss der Mikrostrukturierung nachweislich von großer Bedeutung.

Darüber hinaus werden stoffabhängige Fluidodynamiken analysiert, die insbesondere das Gasbelastungsverhältnis zwischen Kolonnenkopf und unterhalb der Packung betreffen. Diese Untersuchungen belegen, dass unterschiedliche Gasbelastung das Flutverhalten und die Druckverluste signifikant beeinflussen. Dies zeigt Grenzen herkömmlicher Gleichgewichtsstufenmodelle auf, da in diese wesentliche physikalische Parameter, wie Verdampfungsenthalpien und Gasdichten unzureichend berücksichtigt werden (Olujić und Seibert, 2014).

Im Vergleich der Stoffgemische zeigt sich eine deutliche Abhängigkeit der Trennleistung von den physikalischen Eigenschaften der Systeme. So führt im idealen C6/C7-System eine Erhöhung der C6-Anteile zu erhöhten Flüssigkeitsviskositäten und Oberflächenspannungen, welche die Benetzung und damit die Trennleistung um bis zu 45 % reduziert. Ein erhöhter Ethanolanteil bei dem EtOH/BuOH-Gemisch führt zu einer höheren Trennleistung bei leicht sinkendem Differenzdruck über das Packungsbett, wobei der F-Faktor einen stärkeren Einfluss ausübt als die Zusammensetzung. Die physikalischen Stoffeigenschaften allein erklären den $HETP(x_m)$ -Verlauf nicht vollständig. Bei dem nicht-idealen EtOH/Wasser-System nimmt bei sinkendem Ethanolgehalt die Trennleistung zu. Dies wird durch ausgeprägte Marangoni-Effekte, hohe gaseitige Diffusionskoeffizienten sowie erhöhte Triebkräfte bei niedrigen Ethanolanteilen erklärt. Die EtOH/Wasser-Ergebnisse deuten darauf hin, dass positive M-Index-Werte und stabilisierte Flüssigkeitsfilme maßgeblich zur Erhöhung der Trennleistung beitragen. Diese Effekte überwiegen im wässrigen Gemisch den trennleistungsmindernden Effekt hoher Oberflächenspannungen auf die Benetzung. Da für das wässrige EtOH/Wasser-Gemisch bei ähnlichen Triebkräften höhere Trennleistungen gemessen wurden als für das ideale organische EtOH/BuOH-Gemisch, bestätigen diese EtOH/Wasser-Ergebnisse die Wirkung des Marangoni-Effekts und mindern die Bedeutung der Triebkräfte (Song et al., 2023; Chen und Chuang, 1995) für den Stoffübergang.

Vergleich mit Stoffübergangsmodellierung

Zur Validierung und Bewertung von Stoffübergangsmodellen werden modellierte Trennleistungen aus sieben etablierten Stoffübergangsmodellen mit den experimentell gewonnenen Trennleistungsergebnissen verglichen. Der Vergleich zeigt, dass keines der aktuell publizierten Modelle den charakteristischen „Hump“ im mittleren F-Faktor-Bereich in Kolonnen mit Maldistribution adäquat abbilden kann (Wilfert und Hanley, 2023). Die Trennleistungen mitsamt Hump in der Messzelle werden hingegen von den meisten Modellen abgebildet. Diese Ergebnisse belegen, dass der $HETP(F_G)$ -Verlauf mit geringer Maldistribution von Gas- und Flüssigkeitsströmungen im Messzellenmaßstab mit bestehenden Modellen abgebildet werden kann. Diese Beobachtung stützt die Vermutung, dass Maldistribution in Kolonnen, verursacht durch Packungslagen, Packungselementstoßstellen, Randspalt, Randabweiser, Wandeinfluss und Flüssig- und Gasverteilung, die effektive Phasengrenzfläche belastungsabhängig auf komplexe Weise beeinflussen, welche die Stoffübergangsmodelle nicht abbilden

können. Die bestehenden Stofftransportmodelle basieren überwiegend auf Daten aus dem Pilotmaßstab und vernachlässigen genannte durchmesserabhängige Effekte (Cai et al., 2003; Starrantino et al., 2023).

Paritätsdiagramme verdeutlichen, dass insbesondere bei R500.Y-Packungen (nicht-perforiert) systematische Überschätzungen der Trennleistung für C6/C7-Gemische und eine Unterschätzung für die Gemische EtOH/BuOH und EtOH/Wasser auftreten. Unter den verglichenen Modellen weist das SRP-Modell die geringsten mittleren relativen Abweichungen (MRD) auf, gefolgt von den DOP- und DELFT-Modell. Für C6/C7-Gemische erreichen das Modell von Wilfert und Hanley (2023) sowie das Modell von Billet und Schultes (1999) Abweichungen von unter 20 %, während bei wässrigen Gemischen die Modelle DOP (22 %) und SRP (23 %) die experimentellen Trennleistungen am genauesten abbilden. Zudem modelliert das W&H-Modell die effektive Phasengrenzfläche für C6/C7-Gemische am exaktesten, indem der modellierte Benetzungsgrad von 69 % mit dem experimentell ermittelten Benetzungsgrad von 68 % (Pöschmann et al., 2024) annähernd übereinstimmt. Die Analyse von Diffusionskoeffizienten zeigt, dass insbesondere bei EtOH/Wasser in der Gasphase erheblich höhere Werte und eine stärkere Gemischabhängigkeit vorliegen als in der Flüssigphase. Dadurch dominieren unter Vakuumbedingungen in wässrigen Gemischen die gaseitigen Stoffübergangskoeffizienten. Bei atmosphärischem Druck hingegen überwiegen aufgrund der höheren Flüssigkeitsbelastung die flüssigkeitsseitigen Diffusionskoeffizienten. Unterschiede in den berechneten k_L -Werten verschiedener Modelle gleichen sich durch divergierende effektive Phasengrenzflächen aus, sodass Modelle wie DOP und SRP in der Lage sind, die experimentellen Trennleistungen ähnlich exakt abzubilden.

Über alle Gemische gemittelt zeigt das SRP-Modell mit einem $\overline{MRD}$ -Wert von 24 % die geringste Abweichung zwischen modellierter und experimenteller Trennleistung. Diese hohen Abweichungen von > 20 % zwischen modellierten und experimentell gemessenen Trennleistungen unterstreicht den Bedarf an Weiterentwicklungen von Stoffübergangsmodellen für den Einsatz mit nicht-perforierten Packungen in Miniplant- und Technikumskolonnen.

Durch eine hier entwickelten Modellansatz mit Korrekturfunktionen wird die Anwendung beliebiger Stoffübergangsmodelle auf Miniplant- und Technikumskolonnen ermöglicht. Der Modellansatz stellt eine Weiterentwicklung dar, indem die Berücksichtigung der Durchmesserabhängigkeit von Trennleistungen in Kolonnen implementiert wurde. Diese Durchmesserabhängigkeit wurde durch die Berücksichtigung sekundärer Trennflächen zusätzlich zu der Packungsoberfläche auf der Basis bestehender Stoffübergangsmodelle realisiert.

Mit der Anwendung dieser Weiterentwicklung auf Kolonnen im Miniplant- und Technikumsmaßstab konnte gezeigt werden, dass die Vorhersage der Trennleistung und des Trennleistungsverlaufs von Gemischen, die eine starke Maßstabsabhängigkeit aufweisen (C6/C7, EtOH/Wasser), verbessert werden kann. Insbesondere für C6/C7- und EtOH/Wasser-Gemische ist die Modellerweiterung mit Korrekturfunktionen im Gegensatz zu bisher publizierten Modellen in der Lage, den charakteristischen Hump, der häufig bei nicht-perforierten und Y-Typ Packungen auftritt, abzubilden.

Die Modellerweiterung mit Korrekturfunktionen führen bei dem EtOH/BuOH-Gemisch, welche eine geringe Maßstabsabhängigkeit zeigt, zu einer Überschätzung der Trennleistung. Aufgrund der geringen Maßstabsabhängigkeit der Trennleistungen bei dem EtOH/BuOH-Gemisch ist ein Scale-up dieses organischen, weitsiedenden Gemisches ohne Anwendung von Korrekturfunktionen. Stattdessen können bei dem Scale-up von Trennleistungsdaten mit dem EtOH/BuOH-Gemisch niedrige Korrekturfaktoren von $1,02 \dots 1,05 \cdot HETP_{Exp,DN50} = HETP_{Exp,DN150}$ angewendet werden. Die Weiterentwicklung mit Korrekturfunktionen ermöglicht eine verlässliche Extrapolation der Trennleistungsdaten mit dem nicht-idealen EtOH/Wasser-Gemisch vom Miniplant- in den Technikumsmaßstab, sowie mit dem

Standardstoffsyst $\ddot{u}$ m C6/C7 in den Pilotma $\ddot{u}$ stab (250 mm). Dies erm $\ddot{o}$ glicht neben der Gemisch $\ddot{u}$ bertragung auch den Scale-up von Messungen mit nicht-perforierten Packungen.

Ausblick

Der Ausblick auf weitere Fragestellungen, die sich aus dieser Arbeit ergeben, richtet sich auf die Einbeziehung der gro $\ddot{u}$ en Datenbasis von Trennleistungsmessungen im Miniplant- und Technikumsma $\ddot{u}$ stab zur Verbesserung bestehender und bei der Entwicklung neuer Stoff $\ddot{u}$ bergangsmodelle. Dar $\ddot{u}$ ber hinaus stellt sich die Frage nach der Anwendbarkeit der vorgestellten Ergebnisse zur Skalierung im Vergleich zu Messungen aus dem Industriema $\ddot{u}$ stab und zu dem Skalierungsansatz nach (Eiden et al., 1990) mit Realstoffsyst $\ddot{u}$ men. Ferner sind Untersuchungen mit perforierten M500.Y-Packungen in DN50- und DN150-Packungen m $\ddot{o}$ glich, um den Einfluss der Perforation auf die Trennleistung und die Druckverluste zu quantifizieren.

Die Begr $\ddot{u}$ ndung f $\ddot{u}$ r den Hump im Trennleistungsverlauf von nicht-perforierten Packungen und gesteigerten Stoff $\ddot{u}$ bergangskoeffizienten durch geringe Filmdicken sollte mit Ergebnissen von nicht-perforierten 500.X-Packungstypen und Packungsblechen mit einem Neigungswinkel von $\alpha = 60^\circ$ erforscht und validiert werden. Dies ist mit Blick auf die Ergebnisse von perforierten 500.X-Packungen (Bradtm $\ddot{o}$ ller, 2017), welche keinen Hump im Trennleistungsverlauf zeigen, relevant.

Die Weiterentwicklung mit Fehlerfunktionen und durchmesserabh $\ddot{a}$ ngigen spezifischen Trennoberfl $\ddot{a}$ chen ist auf experimentelle Daten aus Trennleistungsmessungen mit perforierten Packungen anwendbar. Insbesondere ist als Ausblick die Anwendung auf weitere Stoffsyst $\ddot{u}$ me und die Extrapolation auf den industriellen Ma $\ddot{u}$ stab mit Kolonnendurchmessern von $d_i > 250$ mm von Bedeutung.

8 Literaturverzeichnis

- Aferka, S., Crine, M., Saroha, A.K., Toye, D., Marchot, P., 2007. In situ measurements of the static liquid holdup in Katapak-SP12TM packed column using X-ray tomography. *Chem. Eng. Sci.* 62, 6076-6080. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2007.06.025>
- Aferka, S., Viva, A., Brunazzi, E., Marchot, P., Crine, M., Toye, D., 2011. Tomographic measurement of liquid hold up and effective interfacial area distributions in a column packed with high performance structured packings. *Chem. Eng. Sci.* 66, 3413-3422. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2011.01.022>
- Arwika, K.J., Sandall, O.C., 1980. Liquid phase mass transfer resistance in a small scale packed distillation column. *Chem. Eng. Sci.* 35, 2337-2343. [https://doi.org/10.1016/0009-2509\(80\)87012-6](https://doi.org/10.1016/0009-2509(80)87012-6)
- Asano, K., 2006. Mass Transfer: From Fundamentals to Modern Industrial Applications, in: *Mass Transfer*. John Wiley & Sons, Ltd, pp. 209-258. <https://doi.org/10.1002/3527609180.ch10>
- Ashour, M.A., Stucke, D., Neukäuffer, J., Grützner, T., 2023. Revisiting heat losses in lab-scale distillation columns: Quantification, improvement, and influence on miniaturized 3D-printed packings. *Chem Eng J Adv* 16, 100531. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2023.100531>
- Bader, A.J., Afacan, A., Sharp, D., Chuang, K.T., 2015. Effect of liquid-phase properties on separation efficiency in a randomly packed distillation column. *Can. J. Chem. Eng.*, 2 93, 1119-1125. <https://doi.org/10.1002/cjce.22198>
- Bartlok, G., 2002. Untersuchungen zur Neuverteilung der Rücklaufflüssigkeit in Packungskolonnen, TU Dresden. <https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:swb:14-1038918418015-57600>
- Bausa, J., Steimel, J., 2018. Extending Murphree Tray Efficiency from Mass to Heat Transfer in Distillation [Online Document]. URL [/paper/Extending-Murphree-Tray-Efficiency-from-Mass-to-in-Bausa-Steimel/25e3eea49dcc4663f3a2fcb1f051c4ad3fae1e26](https://paper/Extending-Murphree-Tray-Efficiency-from-Mass-to-in-Bausa-Steimel/25e3eea49dcc4663f3a2fcb1f051c4ad3fae1e26) (2nd of October 2021).
- Behr, A., Agar, D.W., Jörisen, J., 2010. Thermische Trennverfahren I (Destillation und Rektifikation), in: Behr, A., Agar, D.W., Jörisen, J. (Eds.), *Einführung in die Technische Chemie*, alg. Spektrum Akademischer Verlag, Heidelberg, pp. 75-92. https://doi.org/10.1007/978-3-8274-2195-1_7
- Bertling, R., Hack, M., Ausner, I., Horschitz, B., Wehrli, M., Kenig, E.Y., 2023. Simulation of liquid flow in structured packings using CFD-methods. *Chem. Eng. Sci.* 269, 118405. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2022.118405>
- Bessou, V., Rouzineau, D., Prévost, M., Abbé, F., Dumont, C., Maumus, J.-P., Meyer, M., 2010. Performance characteristics of a new structured packing. *Chem. Eng. Sci.* 65, 4855-4865. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2010.05.029>
- Biddulph, M.W., 1977. Predicted comparisons of the efficiency of large valve trays and large sieve trays. *AIChE J.* 23, 770-771. <https://doi.org/10.1002/aic.690230522>
- Billet, R., 1995. *Packed Towers: In Processing and Environmental Technology*. Wiley-VCH, Weinheim ; New York, ISBN: 978-3-527-60598-9
- Billet, R., 1979. *Distillation engineering*. Heyden, London, ISBN-10, 0471255807
- Billet, R., Schultes, M., 1999. Prediction of Mass Transfer Columns with Dumped and Arranged Packings: Updated Summary of the Calculation Method of Billet and Schultes. *Chem. Eng. Res. Des.* 77, 498-504. <https://doi.org/10.1205/026387699526520>

- Billet, R., Schultes, M., 1993. Predicting mass transfer in packed columns. *Chem. Eng. Technol.* 16, 1-9. <https://doi.org/10.1002/ceat.270160102>
- Blass, E., 1964. Geometrische und strömungstechnische Untersuchungen an Drahtgeweben. *Chem Ing Tech* 36, 747-758. <https://doi.org/10.1002/cite.330360706>
- Böcker, S., Ronge, G., 2005. Distillation of Viscous Systems. *Chem. Eng. Technol.* 28, 25-28. <https://doi.org/10.1002/ceat.200407050>
- Boucher, D.F., Alves, G.E., Perry, R.H., Chilton, T.H., 1973. *The Chemical Engineers' Handbook*. Perry, and C. Chilton, 5th ed, p. 5-22. McGraw Hill.
- Bradt Möller, C., 2017. Einfluss erhöhter Viskosität auf die Trennleistung von strukturierten Packungen in der Rektifikation, <https://doi.org/10.1002/cite.201250354>. Cuvillier Verlag, Göttingen.
- Bradt Möller, C., Janzen, A., Crine, M., Toye, D., Kenig, E., Scholl, S., 2015. Influence of Viscosity on Liquid Flow Inside Structured Packings. *Ind. Eng. Chem. Res.* 54, 2803-2815. <https://doi.org/10.1021/ie502015y>
- Bradt Möller, C., Scholl, S., 2015. Geometry and viscosity effects on separation efficiency in distillation. *Chem Eng Res Des, Distillation and Absorption* 99, 75-86. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2015.03.013>
- Bravo, J.L., Rocha, J.A., Fair, J.R., 1992. Comprehensive model for the performance of columns containing structured packings. pp. A489-A507.
- Bravo, J.L., Rocha, J.A., Fair, J.R., 1986. PRESSURE DROP IN STRUCTURAL PACKINGS. *Hydrocarb. Process.* 65, 45-49.
- Bravo, J.L., Rocha, J.A., Fair, J.R., 1985. MASS TRANSFER IN GAUZE PACKINGS. *Hydrocarb. Process.* 64, 91-95.
- Brunazzi, E., Nardini, G., Paglianti, A., Petarca, L., 1995. Interfacial area of mellapak packing: Absorption of 1,1,1-trichloroethane by Genosorb 300. *Chem. Eng. Technol.* 18, 248-255. <https://doi.org/10.1002/ceat.270180405>
- Brunazzi, Elisabetta, Paglianti, A., 1997. Liquid-Film Mass-Transfer Coefficient in a Column Equipped with Structured Packings. *Ind. Eng. Chem. Res.* 36, 3792-3799. <https://doi.org/10.1021/ie970045h>
- Brunazzi, E., Paglianti, A., 1997. Mechanistic Pressure Drop Model for Columns Containing Structured Packings. *AIChE J.* 43, 317-327. <https://doi.org/10.1002/aic.690430205>
- Cai, T., Bravo, J., 2022. Why Not Structured Packings In High Pressure Distillation?, AIChE Spring Meeting, San Antonio, Texas.
- Cai, T.J., 2014. Chapter 3 - Column Performance Testing Procedures, in: Górák, A., Schoenmakers, H. (Eds.), *Distillation*. Academic Press, Boston, pp. 103-154. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-386876-3.00003-X>
- Cai, T.J., Chen, G.X., Fitz, C.W., Kunesh, J.G., 2003. Effect of Bed Length and Vapour Maldistribution on Structured Packing Performance. *Chem. Eng. Res. Des., International Conference on Distillation and Absorption* 81, 85-93. <https://doi.org/10.1205/026387603321158230>
- Cano-Gómez, J.J., Iglesias-Silva, G.A., Ramos-Estrada, M., Hall, K.R., 2012. Densities and Viscosities for Binary Liquid Mixtures of Ethanol + 1-Propanol, 1-Butanol, and 1-Pentanol from (293.15 to 328.15) K at 0.1 MPa. *J. Chem. Eng. Data* 57, 2560-2567. <https://doi.org/10.1021/je300632p>

- Carillo, F., Martín, A., Roselló, A., 2000. A Shortcut Method for the Estimation of Structured Packings HEPT in Distillation. *Chem. Eng. Technol.*, 2 23, 425-428. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1521-4125\(200005\)23:5<425::AID-CEAT425>3.0.CO;2-8](https://doi.org/10.1002/(SICI)1521-4125(200005)23:5<425::AID-CEAT425>3.0.CO;2-8)
- Chen, G.X., Chuang, K.T., 1995. Liquid-Phase Resistance to Mass Transfer on Distillation Trays. *Ind. Eng. Chem. Res.* 34, 3078-3082. <https://doi.org/10.1021/ie00048a019>
- Chilton, T.H., Colburn, A.P., 1935. Distillation and Absorption in Packed Columns A Convenient Design and Correlation Method. *Ind. Eng. Chem.* 27, 255-260. <https://doi.org/10.1021/ie50303a004>
- Christen, D.S., 2010. *Praxiswissen der chemischen Verfahrenstechnik*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg. <https://doi.org/10.1007/978-3-540-88975-5>
- Čmelíková, T., Valenz, L., Lyko Vachková, E., Rejl, F.J., 2021. Basic separation efficiency and hydraulic data of MellapakPlus 452.Y structured packing under distillation conditions. *Chem Eng Res Des* 172, 175-185. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2021.05.026>
- Čmelíková, T., Valenz, L., Mařík, K., Rejl, F.J., 2023. Mass transfer under distillation of positive, neutral, and negative system in the I.D. 0.3 m column packed with structured packing. *Chem. Eng. Res. Des.* 196, 52-60. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2023.06.007>
- Colebrook, C.F., White, C.M., 1937. Experiments with fluid friction in roughened pipes. *Proc. R. Soc. Lond. Ser. - Math. Phys. Sci.* 161, 367-381. <https://doi.org/10.1098/rspa.1937.0150>
- Cresko, J., Shenoy, D., Lindell, H., Sabouni, R., 2015. Quadrennial technology review 2015—Chapter 6: Innovating clean energy technologies in advanced manufacturing. Wash. DC US DOE.
- Dankwerts, P.V., 1951. Significance of Liquid-Film Coefficients in Gas Absorption. *Ind. Eng. Chem.* 43, 1460-1467. <https://doi.org/10.1021/ie50498a055>
- de Brito, M.H., von Stockar, U., Bangerter, A.M., Bomio, P., Laso, M., 1994. Effective Mass-Transfer Area in a Pilot Plant Column Equipped with Structured Packings and with Ceramic Rings. *Ind. Eng. Chem. Res.* 33, 647-656. <https://doi.org/10.1021/ie00027a023>
- Deibele, L., Brandt, H.-W., 1985. Fehlerbetrachtung bei der Messung der theoretischen Bodenzahl von Destillationskolonnen. *Chem. Ing. Tech.* 57, 439-442. <https://doi.org/10.1002/cite.330570510>
- Deibele, L., Dohrn, R. (Eds.), 2006. *Miniplant-Technik in der Prozessindustrie*. Wiley. <https://doi.org/10.1002/3527609024>
- Deibele, L., Goedecke, R., Schoenmakers, H., 1997. Investigations into scale up of laboratory columns with different internal fittings. Presented at the Proceedings of Distillation & Absorption Conference, Maastricht, May 1997.
- Del Carlo, L., Olujić, Ž., Paglianti, A., 2006. Comprehensive Mass Transfer Model for Distillation Columns Equipped with Structured Packings. *Ind. Eng. Chem. Res.* 45, 7967-7976. <https://doi.org/10.1021/ie060503z>
- Dmitrieva, G.B., Berengarten, M.G., Klyushenkova, M.I., Pushnov, A.S., 2005. Effective Designs of Structured Packings for Heat and Mass Exchange Processes. *Chem. Pet. Eng.* 41, 419-423. <https://doi.org/10.1007/s10556-005-0132-4>
- Duss, M., Taylor, R., 2018. Predict Distillation Tray Efficiency. *React. Sep.* 24-31
- Düssel, R., Stichlmair, J., Groebel, M., 2006. Rektifikation, in: *Fluidverfahrenstechnik*. John Wiley & Sons, Ltd, pp. 689-798. <https://doi.org/10.1002/9783527623631.ch8>

- Eckert, C.A., Hsieh, C.K., McCabe, J.R., 1974. Molecular thermodynamics for chemical reaction design. *AIChE J.* 20, 20-36. <https://doi.org/10.1002/aic.690200103>
- Eckert, J.S., Walter, L.F., 1964. What Affects Packed Bed Distillation. *Hydrocarb. Process. Pet. Refin.*, Vol. 43 The United States Stoneware Company
- Ehlers, C., Fieg, G., 2014. Experimental validation of a flexible modeling approach for distillation columns with packings. *AIChE J.* 60, 3833-3847. <https://doi.org/10.1002/aic.14560>
- Ehlert, T., Pöschmann, R., Müller, S., Paschold, J., Brösigke, G., Repke, J.-U., 2024. Modellierung kleinskaliger Trennapparate mit Strukturpackungen und der Scale-Up mit dem Ansatz der hydrodynamischen Analogien. *Jahrestreffen der Fachgruppe Fluidverfahrenstechnik 2024*, Bochum.
- Eiden, U., Kaiser, R., Schuch, G., Wolf, D., 1995. Scale-up von Destillationskolonnen. *Chem. Ing. Tech.* 67, 269-279. <https://doi.org/10.1002/cite.330670303>
- Fair, J., Bravo, J., 1990. Distillation columns containing structured packing. *Chem. Eng. Prog.*
- Fair, J.R., Seibert, A.F., Behrens, M., Saraber, P.P., Olujić, Z., 2000. Structured Packing Performance Experimental Evaluation of Two Predictive Models. *Ind. Eng. Chem. Res.* 39, 1788-1796. <https://doi.org/10.1021/ie990910t>
- Fair, J.R., Steinmeyer, D.E., Penney, W.R., Crocker, B.B., 2008. "Absorption" in "Perry's chemical engineering handbook" 8th edition section 14 Gas Absorption and Gas-Liquid System Design. 8th edition. McGraw-Hill: New York.
- Fenske, M.R., 1932. Fractionation of Straight-Run Pennsylvania Gasoline. *Ind. Eng. Chem.* 24, 482-485. <https://doi.org/10.1021/ie50269a003>
- Fernandes, M., 2011. HETP Evaluation of Structured and Randomic Packing Distillation Column, in: Marko, J. (Ed.), *Mass Transfer in Chemical Engineering Processes*. InTech. <https://doi.org/10.5772/19671>
- Fischer, L., Bühlmann, U., Melcher, R., 2003. Characterization of High-Performance Structured Packing. *Chem. Eng. Res. Des. - CHEM ENG RES DES* 81, 79-84. <https://doi.org/10.1205/026387603321158221>
- Fitz, Carl W., Kunesch, J.G., Shariat, A., 1999. Performance of Structured Packing in a Commercial-Scale Column at Pressures of 0.02–27.6 bar. *Ind. Eng. Chem. Res.* 38, 512-518. <https://doi.org/10.1021/ie9709300>
- Flechsig, S., Sohr, J., Schubert, M., Hampel, U., Kenig, E.Y., 2022. A new tomography-based approach for the fluid dynamic description of conventional structured packings and sandwich packings. *Chem. Eng. Process. - Process Intensif.* 171, 108530. <https://doi.org/10.1016/j.cep.2021.108530>
- Fu, B.R., Tsou, M.S., Pan, C., 2012. Boiling heat transfer and critical heat flux of ethanol-water mixtures flowing through a diverging microchannel with artificial cavities. *Int. J. Heat Mass Transf.* 55, 1807-1814. <https://doi.org/10.1016/j.jheatmasstransfer.2011.11.051>
- Furnas, C.C., 1939. Man's Use of Materials and Energy. *Teach. Coll. Rec.* 40, 1-6. <https://doi.org/10.1177/016146813904000402>
- Gilmont, R., Weinman, E.A., Kramer, F., Miller, E., Hashmall, F., Othmer, D.F., 1950. Thermodynamic Correlation of Vapor-Liquid Equilibria - Determination of Activity Coefficients from Relative Volatility. *Ind. Eng. Chem.* 42, 120-126. <https://doi.org/10.1021/ie50481a033>
- Goeddecke, R., 2006. *Fluidverfahrenstechnik: Grundlagen, Methodik, Technik, Praxis*, 1st ed. John Wiley & Sons, Ltd. <https://doi.org/10.1002/9783527623631>

- Górák, A., Schoenmakers, H., 2014. Distillation: Operation and Applications. Academic Press, Elsevier, London, Hardback ISBN: 9780123868763, eBook ISBN: 9780123868770.
- Graham, G., Bunning, D., Rader, J., 2020. Design and Operation Considerations for Distillation Experiments in Chemical Engineering Progress 39-47
- Green, C.W., Farone, J., Briley, J.K., Eldridge, R.B., Ketcham, R.A., Nightingale, B., 2007. Novel Application of X-ray Computed Tomography: Determination of Gas/Liquid Contact Area and Liquid Holdup in Structured Packing. Ind. Eng. Chem. Res. 46, 5734-5753. <https://doi.org/10.1021/ie0701827>
- Green, D.W., Perry, R.H., 2007. Perry's Chemical Engineers' Handbook, Eighth Edition, 8th ed. McGraw Hill.
- Groenhof, H.C., 1977. Scaling-up of packed columns Part I. Chem. Eng. J. 14, 181-191. [https://doi.org/10.1016/0300-9467\(77\)85016-8](https://doi.org/10.1016/0300-9467(77)85016-8)
- Gualito, J.J., Cerino, F.J., Cardenas, J.C., Rocha, J.A., 1997. Design Method for Distillation Columns Filled with Metallic, Ceramic, or Plastic Structured Packings. Ind. Eng. Chem. Res. 36, 1747-1757. <https://doi.org/10.1021/ie960625z>
- Gutperl, S., 2026. Separation Performance Measurements in Distillation: Finite and Infinite Reflux Ratio Operation, 1. Auflage. ed, ICTV-Schriftenreihe. Cuvillier Verlag, Göttingen
- Haas, M., Richard Behrens, Friedemann Gaitzsch, 2022. Rate-based Column Design - The Need to Know. Presented at the Distillation and Absorption, Toulouse (Frankreich), <https://skoge.folk.ntnu.no>
- Haidl, J., Rejl, F.J., Valenz, L., Moucha, T., Petříček, R., 2017. General mass-transfer model for gas phase in structured packings. Chem. Eng. Res. Des. 126, 45-53. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2017.07.034>
- Hanley, B., Chen, C.-C., 2012. New mass-transfer correlations for packed towers. AIChE J. 58, 132-152. <https://doi.org/10.1002/aic.12574>
- Hanusch, F., Rehfeldt, S., Klein, H., 2018. Liquid Maldistribution in Random-Packed Columns: Experimental Investigation of Influencing Factors. Chem. Eng. Technol. 41, 2241-2249. <https://doi.org/10.1002/ceat.201800467>
- Haroun, Y., Raynal, L., Legendre, D., 2012. Mass transfer and liquid hold-up determination in structured packing by CFD. Chem. Eng. Sci. 75, 342-348. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2012.03.011>
- Harrison, M.E., France, J., 1989. Distillation Column Troubleshooting. Part II. Chem. Eng. 121
- Henschke, M., 1995. Dimensionierung liegender Flüssig-flüssig-Abscheider anhand diskontinuierlicher Absetzversuche, HBZ: HT006514863, VDI-Verl., Düsseldorf, <https://katalog.slub-dresden.de/id/0-129170291>.
- Higbie, R. 1935. „The rate of absorption of a pure gas into a still liquid during short periods of exposure". *Trans. Am. Inst. Chem. Eng.*, 31, 365-389
- Hofen, W., Körfer, M., Zetzmann, K., 1990. Scale-up-Probleme bei der experimentellen Verfahrensentwicklung. Chem. Ing. Tech. 62, 805-812. <https://doi.org/10.1002/cite.330621006>
- Hoffmann, I., Malayil Kalathil, F., Lopian, T., Touraud, D., Czakkel, O., Plazanet, M., Alba-Simionesco, C., 2022. Unexpected molecular dynamics of ethanol in hydrogen-bonded binary mixtures, ethanol-octanol and ethanol-water. EPJ Web Conf. 272, 01003. <https://doi.org/10.1051/epjconf/202227201003>

- Hölemann, K., Gorák, A., 2006. Absorption, in: Fluidverfahrenstechnik. John Wiley & Sons, Ltd, pp. 799-905. <https://doi.org/10.1002/9783527623631.ch9>
- Hsu, Y.-D., Chen, Y.-P., 1998. Correlation of the mutual diffusion coefficients of binary liquid mixtures. *Fluid Phase Equilibria* 152, 149-168. [https://doi.org/10.1016/S0378-3812\(98\)00375-6](https://doi.org/10.1016/S0378-3812(98)00375-6)
- Hufton, J.R., Bravo, J.L., Fair, J.R., 1988. Scale-up of laboratory data for distillation columns containing corrugated metal-type structured packing. *Ind. Eng. Chem. Res.* 27, 2096-2100. <https://doi.org/10.1021/ie00083a023>
- Humphrey, J.L., 1995. Separation processes: Playing a critical role. *Chem. Eng. Prog.* 91, <https://www.osti.gov/biblio/131708>
- Hüttinger, K.J., Bauer, F., 1982. Benetzung und Stoffaustausch in Filmkolonnen. *Chem. Ing. Tech.* 54, 449-460. <https://doi.org/10.1002/cite.330540508>
- ISO, 2008. ISO/IEC Guide 98-3:2008, <https://www.iso.org/standard/50461.html>
- Jacobsen, B., 1955. Association Numbers in Liquid Systems from Intermolecular Free Length Relationships. *Acta Chem. Scand* 9 (6), 997– 1006
- Jammula, A.K., Whiteley, J.R., Resetarits, M.R., Cai, T.J., 2022. New Liquid Holdup Models in Both Preloading and Flooding Regions and a Flood Velocity Model to Identify Flooding for Sheet Metal Structured Packings. *Ind. Eng. Chem. Res.* 61, 694-705. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.1c03651>
- Jammula, A.K., Whiteley, J.R., Resetarits, M.R., Cai, T.J., 2020. New Liquid Holdup and Load Point Models in the Loading Region for Sheet Metal-Structured Packings and Performance Comparisons with Literature Models. *Ind. Eng. Chem. Res.* 59, 15309-15316. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.0c01533>
- Janzen, A., Steube, J., Aferka, S., Kenig, E.Y., Crine, M., Marchot, P., Toye, D., 2013. Investigation of liquid flow morphology inside a structured packing using X-ray tomography. *Chem. Eng. Sci.* 102, 451-460. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2013.08.035>
- Kammermaier, F., 2008. Neuartige Einbauten zur Unterdrückung der Maldistribution in Packungskolonnen. Technische Universität München, <https://mediatum.ub.tum.de/doc/646530/Diss.pdf>
- Kapoustina, V., 2019. Planare Laserinduzierte Fluoreszenz zur experimentellen Analyse des Gastransports in Filmströmungen in Anwesenheit einer einzelnen Mikrostruktur (Dissertation). Technische Universität Berlin (Germany); <https://depositonce.tu-berlin.de/items/2893c962-6d24-47c1-a5d1-716a177d64e5>
- Kapoustina, V., Guffart, J., Hien, A., Strischakov, J., Medina, I., Rädle, M., Repke, J.-U., 2019. Influence of a single microstructure on local mass transfer in liquid film flows. *Chem. Eng. Res. Des.* 146, 352-362. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2019.04.022>
- Karaivanova, M., Stefanov, Z., 2013. Effect of Marangoni by rectification of mixtures of alcohols. *Science & technologies*, 21-24, 2013. 3, <https://www.sustz.com/journal/Volumelll/Number4/Papers/MarianaKaraivanova.pdf>
- Kataivanova, M., Stefanov, Z., 2015. The Infufluence of Marangoni Effect by Rektifikation of Mixtures Chloroform - Benzene and Methanol - Water. *Materials, Methods & Technologies*, Volume 9; <https://www.scientific-publications.net/en/article/1000799/>
- Katayama, T., Yoshida, F., 1968. Relationship between H.E.T.P. and H.T.U.. *J. Chem. Eng. Jpn.* 1, 42-44. <https://doi.org/10.1252/jcej.1.42>

- Kendall, J., Monroe, K.P., 1917. The viscosity of Liquids. II. The viscosity-composition curve for ideal liquid mixtures. ¹. J. Am. Chem. Soc. 39, 1787-1802. <https://doi.org/10.1021/ja02254a001>
- Kenig, E.Y., Blagov, S., 2014. Chapter 10 - Modeling of Distillation Processes, in: Górák, A., Sorensen, E. (Eds.), Distillation. Academic Press, Boston, pp. 383-436. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-386547-2.00010-7>
- Khattab, I.S., Bandarkar, F., Fakhree, M.A.A., Jouyban, A., 2012. Density, viscosity, and surface tension of water+ethanol mixtures from 293 to 323K. Korean J. Chem. Eng. 29, 812-817. <https://doi.org/10.1007/s11814-011-0239-6>
- King, C.J., 1980. Separation Processes: Second Edition. McGraw-Hill: New York; <https://escholarship.org/uc/item/1b96n0xv>
- Kiss, A.A., Flores Landaeta, S.J., Infante Ferreira, C.A., 2012. Towards energy efficient distillation technologies - Making the right choice. Energy, Asia-Pacific Forum on Renewable Energy 2011 47, 531-542. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2012.09.038>
- Kiss, A.A., Geertman, R., Wierschem, M., Skiborowski, M., Gielen, B., Jordens, J., John, J.J., Van Gerven, T., 2018. Ultrasound-assisted emerging technologies for chemical processes. J. Chem. Technol. Biotechnol. 93, 1219-1227. <https://doi.org/10.1002/jctb.5555>
- Kister, H.Z., 1992. Distillation design. McGraw-Hill, New York, ISBN 0-07-034909-6, <https://doi.org/10.1002/apj.5500020411>
- Kister, H.Z., 1990. Distillation Operation. McGraw Hill Professional, <https://www.scribd.com/document/467717163/Distillation-Operation>
- Kohrt, M., 2012. Experimentelle Untersuchung von Stofftransport und Fluidodynamik bei Rieselfilmströmungen auf mikrostrukturierten Oberflächen. <https://doi.org/10.14279/depositonce-3208>
- Koichi, Kosuge., 1982. Mass and Heat Transfer in Ternary Distillation of Methanol/Ethanol/Water Systems by a Wetted-Wall Column, Journal of Chemical Engineering of Japan, Vol. 15, <https://doi.org/10.1252/jcej.15.268>
- Kontogeorgis, G.M., Coutsikos, P., 2012. Thirty Years with EoS/G^E Models—What Have We Learned? Ind. Eng. Chem. Res. 51, 4119-4142. <https://doi.org/10.1021/ie2015119>
- Koshy, T., Rukovena, F., 1986. Reflux and surface tension effects on distillation. Hydrocarb. Process, https://www.academia.edu/67251038/Reflux_and_surface_tension_effects_on_distillation
- Kramer, G.J., 1998. Static liquid hold-up and capillary rise in packed beds. Chem. Eng. Sci. 53, 2985-2992. [https://doi.org/10.1016/S0009-2509\(98\)80001-8](https://doi.org/10.1016/S0009-2509(98)80001-8)
- Kraume, M., 2020. Transportvorgänge in der Verfahrenstechnik: Grundlagen und apparative Umsetzungen. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg. <https://doi.org/10.1007/978-3-662-60012-2>
- Kraume, M., 2004. Packungskolonnen, in: Kraume, M. (Ed.), Transportvorgänge in der Verfahrenstechnik: Grundlagen und apparative Umsetzungen, VDI-Buch. Springer, Berlin, Heidelberg, pp. 499-526. https://doi.org/10.1007/978-3-642-18936-4_17
- Krell, E., 1982. Handbook of Laboratory Distillation. Elsevier, 2nd Edition, Volume 2, eBook ISBN: 9780080875491

- Kunesh, J.G., 1987. Practical Tips on Tower Packing. Chem Eng 101. V. 94 (No. 18), p. 101, <https://www.scribd.com/document/438039537/Kunesh-Practical-Tips-on-Tower-Packing-pdf>
- Kurtz, D.P., Mc Nulty, K.J., Morgen, R.D., 1991. Stretch the capacity of high-pressure distillation columns. Stretch Capacity High-Press. Distillation Columns 87, 43-49
- Lavalle, G., Lucquiaud, M., Wehrli, P., Valluri, P., 2018. Cross-flow structured packing for the process intensification of post-combustion carbon dioxide capture. Chem. Eng. Sci. 178, 284-296. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2017.12.022>
- Levi, P., 1975. The Periodic Table. ISBN: 9780241956816; Imprint: Penguin General UK
- Lewis, W.K., Whitman, W.G., 1924. Principles of Gas Absorption. Ind. Eng. Chem. 16, 1215-1220. <https://doi.org/10.1021/ie50180a002>
- Lockett, M.J., 1986. Distillation tray fundamentals. Cambridge University New York, <https://www.scribd.com/document/395264115/Kundoc-com-Distillation-Tray-Fundamentals>
- Lockett, M.J., Victor, R.A., Billingham, J.F., 2006. Structure Structured packing flooding: Its measurement and prediction. Distillation & Absorption Symposium Series No. 152, London, United Kingdom
- Macías-Salinas, R., Fair, J.R., 2000. Axial mixing in modern packings, gas, and liquid phases: II. Two-phase flow. AIChE J. 46, 79-91. <https://doi.org/10.1002/aic.690460111>
- Macías-Salinas, R., García-Sánchez, F., Eliosa-Jiménez, G., 2003. An equation-of-state-based viscosity model for non-ideal liquid mixtures. Fluid Phase Equilibria 210, 319-334. [https://doi.org/10.1016/S0378-3812\(03\)00169-9](https://doi.org/10.1016/S0378-3812(03)00169-9)
- Maćkowiak, J., 2010. Fluid Dynamics of Packed Columns. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg. <https://doi.org/10.1007/b98397>
- Maćkowiak, J., 2003. Grundlagen der Auslegung von Packungskolonnen für Flüssig/Flüssig-Systeme, in: Maćkowiak, J. (Ed.), Fluidodynamik von Füllkörpern und Packungen: Grundlagen der Kolonnenauslegung, VDI-Buch. Springer, Berlin, Heidelberg, pp. 301-334. https://doi.org/10.1007/978-3-642-55575-6_7
- Maćkowiak, J., 1990. Determination of flooding gas velocity and liquid hold-up at flooding in packed columns for gas/liquid systems. Chem. Eng. Technol. 13, 184-196. <https://doi.org/10.1002/ceat.270130125>
- Marin-Gallego, M., Mizzi, B., Rouzineau, D., Gourdon, C., Meyer, M., 2022. Concentric Heat Integrated Distillation Column (HIDIC): a new specific packing design, characterization and pre-industrial pilot unit validation. Chem. Eng. Process. - Process Intensif. 171, 108643. <https://doi.org/10.1016/j.cep.2021.108643>
- Marshall, M.J., Sutherland, B.P., 1927. Effectiveness of Laboratory Rectifying Columns. Ind. Eng. Chem. 19, 735-738. <https://doi.org/10.1021/ie50210a030>
- McCabe, W.L., Thiele, E.W., 1925. Graphical Design of Fractionating Columns. Ind. Eng. Chem. 17, 605-611. <https://doi.org/10.1021/ie50186a023>
- Meier, W., Hunkeler, R., Stöcker, W.-D., 1979. Sulzer Mellapak - Eine neue, geordnete Packung für Stoffaustausch-Apparate. Chem. Ing. Tech. 51, 119-122. <https://doi.org/10.1002/cite.330510210>
- Mendes, M., 2011. HETP Evaluation of Structured and Randomic Packing Distillation Column. <https://doi.org/10.5772/19671>

- Mersmann, A., 1980. Destillieren, Rektifizieren, Absorbieren, in: Mersmann, A. (Ed.), Thermische Verfahrenstechnik: Grundlagen und Methoden. Springer, Berlin, Heidelberg, pp. 188-249. https://doi.org/10.1007/978-3-662-13211-1_8
- Mersmann, A., Kind, M., Stichlmair, J., 2005. Thermische Verfahrenstechnik: Grundlagen und Methoden, 2., wesentlich erw. und aktualis. Aufl. ed, Verfahrenstechnik. Springer, Berlin Heidelberg New York.
- Moens, F.P., 1972. The effect of composition and driving force on the performance of packed distillation columns-I. Chem. Eng. Sci. 27, 275-283. [https://doi.org/10.1016/0009-2509\(72\)85064-4](https://doi.org/10.1016/0009-2509(72)85064-4)
- Moore, F., Rukovena, F., 1987. Flüssigkeits- und Gasverteilung in handelsüblichen Füllkörperkolonnen. Cav Chem. Anlagen Verfahr. 35, 33-41
- Murphree, E.V., 1925. Rectifying Column Calculations. Ind. Eng. Chem. 17, 747-750. <https://doi.org/10.1021/ie50187a044>
- Neukäufer, J., 2023. Additive Fertigung in der thermischen Trenntechnik: Entwicklung skalierbarer Destillationskolonnen für den Labormaßstab. Dissertation, Universität Ulm (Germany)
- Neukäufer, J., Ashour, M.A., Sarajlic, N., Klein, H., Rehfeldt, S., Hallmann, H., Meinicke, S., Paschold, J., Knösche, C., Grützner, T., 2023. Development of enhanced three-dimensional printed packings for scale-up of distillation columns: A successful case study. AIChE J. 69, e17902. <https://doi.org/10.1002/aic.17902>
- Neumann, M., Xia, M., Pöschmann, R., Merkel, A., Staud, R., Schneider, H., Ehlert, T., Paschold, J., Müller, S., Harding, L.-S., Hiller, C., Neukäufer, J., Ausner, I., Gäbler, A., Chromik, R., Mackowiak, Jan, Mackowiak, Jerzy, Sola Cervera, J.L., Geipel, C., Brinkmann, J., Bausa, J., Zeck, S., Hapke, M., Forner, F., Habla, F., Knaup, M., Schulz, R., Schultes, M., Harlacher, T., Lutters, N., Kenig, E., Jasch, K., Paschetag, M., Scholl, S., Grünewald, M., Brösigke, G., Repke, J.-U., Klein, H., Rehfeldt, S., 2025. Towards Reliable HETP Values: Lessons Learned from Standardized Separation Efficiency Measurements. <https://doi.org/10.2139/ssrn.4962152>
- Nernst, W. 1904. „Theorie der Reaktionsgeschwindigkeit in heterogenen Systemen". Z. Phys. Chem., 47, 52–55, <https://www.degruyterbrill.com/document/doi/10.1515/zpch-1904-4704/html>
- Nicolaiewsky, E.M.A., Tavares, F.W., Rajagopal, K., Fair, J.R., 1999. Liquid film flow and area generation in structured packed columns. Powder Technol. 104 (1)
- Nitsche, M., 2014. Kolonnen-Fibel. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-41919-5>
- Nooijen, J.L., Kusters, K.A., Pek, J.J.B., 1997. The performance of packing in high pressure distillation applications. IChemE Symp Ser 142, 885-897
- Olujic, 2008. Standardization of Structured Packing Efficiency Measurements. Conference Paper. <http://www.tkk.fi/Units/ChemEng/efce/2008/presentations/Olujic-document.pdf> (2008).
- Olujic, Ž., 2019. Corrugated sheet structured packing, Workshop “Current Topics on Packed Columns” University of Liege, 2 April 2019, Liege, Belgium
- Olujic, Žarko, 2019. Predicting the Pressure Drop of Corrugated Sheet Structured Packings in Deep Vacuum Applications. Chem. Biochem. Eng. Q. 33, 303-323. <https://doi.org/10.15255/CABEQ.2018.1574>
- Olujic, Ž., 2014. Predicting the Liquid Phase Mass Transfer Resistance of Structured Packings. Chem. Biochem. Eng. Q. J. 28, 409-424. <https://doi.org/10.15255/CABEQ.2014.19344>

- Olujic, Ž., 1999. Effect of Column Diameter on Pressure Drop of a Corrugated Sheet Structured Packing. *Chem. Eng. Res. Des.* 77, 505-510. <https://doi.org/10.1205/026387699526539>
- Olujic, Z., 1997. Development of a complete simulation model for predicting the hydraulic and separation performance of distillation columns equipped with structured packings. *Chem. Biochem. Eng. Q.* 11, 1, 31-46
- Olujic, Ž., Behrens, M., Colli, L., Paglianti, A., 2004. Predicting the efficiency of corrugated sheet structured packings with large specific surface area. *Chem. Biochem. Eng. Q.* 18, 89-96.
- Olujic, Ž., Behrens, M., Spiegel, L., 2007. Experimental Characterization and Modeling of the Performance of a Large-Specific-Area High-Capacity Structured Packing. *Ind. Eng. Chem. Res.* 46, 883-893. <https://doi.org/10.1021/ie051146f>
- Olujic, Z., et al., 1997. LDESP: A simulation and optimisation environment for structured packings (No. 142). Hemisphere Publishing Corporation, Institution of Chemical Engineers Symposium Series.
- Olujic, Ž., Jödecke, M., Shilkin, A., Schuch, G., Kaibel, B., 2009. Equipment improvement trends in distillation. *Chem. Eng. Process. Process Intensif.* 48, 1089-1104. <https://doi.org/10.1016/j.CEP.2009.03.004>
- Olujic, Z., Joedecke, M., Schuch, G., 2008. Standardization of Structured Packing Efficiency Measurements. Presented at the Distillation Topical Conference and Separations Division Conference, New Orleans, Louisiana, USA - New York, NY
- Olujic, Ž., Kaibel, B., Jansen, H., Rietfort, T., Zich, E., 2013. Fractionation Research Inc. Test Data and Modeling of a High-Performance Structured Packing. *Ind. Eng. Chem. Res.* 52, 4888-4894. <https://doi.org/10.1021/ie302715x>
- Olujic, Ž., Kamerbeek, A.B., de Graauw, J., 1999. A corrugation geometry based model for efficiency of structured distillation packing. *Chem. Eng. Process. Process Intensif.* 38, 683-695. [https://doi.org/10.1016/S0255-2701\(99\)00068-9](https://doi.org/10.1016/S0255-2701(99)00068-9)
- Olujic, Ž., Rietfort, T., Jansen, H., Kaibel, B., Zich, E., Frey, G., Ruffert, G., Zielke, T., 2012. Experimental Characterization and Modeling of High Performance Structured Packings. *Ind. Eng. Chem. Res.* 51, 4414-4423. <https://doi.org/10.1021/ie202585t>
- Olujic, Ž., Rietfort, T., Jansen, H., Zich, E., 2015. Performance characteristics of an intermediate area high performance structured packing. *Chem. Eng. Res. Des., Distillation and Absorption* 99, 14-19. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2015.03.004>
- Olujic, Ž., Seibert, A.F., 2014. Predicting the Liquid Phase Mass Transfer Resistance of Structured Packings. *Chem. Biochem. Eng. Q. J.* 28, 409-424. <https://doi.org/10.15255/CABEQ.2014.19344>
- Olujic, Ž., Seibert, A.F., Fair, J.R., 2000. Influence of corrugation geometry on the performance of structured packings: an experimental study. *Chem. Eng. Process. Process Intensif.* 39, 335-342. [https://doi.org/10.1016/S0255-2701\(99\)00095-1](https://doi.org/10.1016/S0255-2701(99)00095-1)
- Onda, K., Takeuchi, H., Okumoto, Y., 1968. Mass Transfer Coefficients between Gas and Liquid Phases in Packed Columns. *J. Chem. Eng. Jpn.* 1, 56-62. <https://doi.org/10.1252/jcej.1.56>
- Onken, U., Arlt, W., 1989. Recommended Test Mixtures for Distillation Columns, 2nd ed. Institution of Chemical Engineers (IChemE), Railway Terrace, Rugby, UK, ISBN: 0852952481, 9780852952481

- Onnes, H.K., 1991. Expression of the equation of state of gases and liquids by means of series.", in: Gavroglu, K., Goudaroulis, Y. (Eds.), Through Measurement to Knowledge, Boston Studies in the Philosophy of Science. Springer Netherlands, Dordrecht, pp. 146-163. https://doi.org/10.1007/978-94-009-2079-8_6
- Ono, K., Erhard, A., 2011. Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry. https://doi.org/10.1002/14356007.o17_o02
- Orlano Jr., S., Kosuge, H., Asano, K., 1997. Prediction of the Separation Performance of Ternary Packed Column Distillation Having Structured Packing Using Heat and Mass Transfer Model. J. Jpn. Pet. Inst. 40, 78-86. <https://doi.org/10.1627/jpi1958.40.78>
- Ottenbacher, M., Olujić, Ž., Adrian, T., Jödecke, M., Großmann, C., 2011. Structured packing efficiency—Vital information for the chemical industry. Chem Res Eng Des, Special Issue on Distillation & Absorption 89, 1427-1433. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2011.02.012>
- Pavlenko, A.N., Pecherkin, N.I., Zhukov, V.E., Nazarov, A.D., Meski, G., Houghton, P., 2019. Effect of the angle of rotation of structured packing layers on separation efficiency in distillation column. J. Phys. Conf. Ser. 1369, 012036. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1369/1/012036>
- Peacock, D.G., 1967. The selection of test mixtures for distillation columns. Chem. Eng. Sci. 22, 957-961. [https://doi.org/10.1016/0009-2509\(67\)80160-X](https://doi.org/10.1016/0009-2509(67)80160-X)
- Pfennig, A., 2006. Geht es noch kleiner ?, in: Miniplant-Technik. John Wiley & Sons, Ltd, pp. 407-417. <https://doi.org/10.1002/3527609024.ch8>
- Plate, D., Brinkmann, J.H., Grünewald, M., 2021. Einfluss von Randspalt und Randabweiser auf die Fluidodynamik einer Messzelle zur HETP-Bestimmung. Chem. Ing. Tech. 93, 1223-1229. <https://doi.org/10.1002/cite.202000213>
- Poling, B.E., Prausnitz, J.M., O'Connell, J.P., 2001. The properties of gases and liquids, 5th ed. ed. McGraw-Hill, New York, <https://rushim.ru/books/physchemie/the-properties-of-gases-and-liquids.pdf>.
- Pöschmann, R., 2025. Entwicklung einer Methode zur Charakterisierung und dem Scale-up von strukturierten Packungen. <https://doi.org/10.14279/depositonce-23961>
- Pöschmann, R., Goerdten, P., Ausner, I., Gäbler, A., Brösigke, G., Repke, J.-U., 2024. Measuring cells as a potential tool for the design and retrofit of columns with structured packings. Sep. Purif. Technol. 128011. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2024.128011>
- Pöschmann, R., Paschold, J., Mueller, S., Harding, L.-S., Lachmann, N., Hiller, C., Ausner, I., Gäbler, A., Illner, M., Brösigke, G., Repke, J.-U., 2023. Will laboratory and pilot plant columns soon become superfluous? - A concept for the determination of structured packing characteristics in a measuring cell under distillation conditions. Sep Purif Technol 325, 124617. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2023.124617>
- Privat, R., Jaubert, J.-N., Privat, Y., 2013. A simple and unified algorithm to solve fluid phase equilibria using either the gamma-phi or the phi-phi approach for binary and ternary mixtures. Comput. Chem. Eng. 50, 139-151. <https://doi.org/10.1016/j.compchemeng.2012.11.006>
- Rehm, B., Haghshenas, A., Paknejad, A., Al-Yami, A., Hughes, J., Schubert, J. (Eds.), 2012. CHAPTER 2 - Flow Drilling: Underbalance Drilling with Liquid Single-Phase Systems, in: Underbalanced Drilling: Limits and Extremes. Gulf Publishing Company, pp. 39-108. <https://doi.org/10.1016/B978-1-933762-05-0.50009-7>

- Rejl, F.J., Valenz, L., Haidl, J., Kordač, M., Moucha, T., 2015. On the modeling of gas-phase mass-transfer in metal sheet structured packings. *Chem. Eng. Res. Des.* 93, 194-202. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2014.06.004>
- Rejl, F.J., Valenz, L., Linek, V., 2010. "Profile Method" for the Measurement of kLa and kVa in Distillation Columns. Validation of Rate-Based Distillation Models Using Concentration Profiles Measured along the Column. *Ind. Eng. Chem. Res.* 49, 4383-4398. <https://doi.org/10.1021/ie901690m>
- Repke, J.-U., Ausner, I., Paschke, S., Hoffmann, A., Wozny, G., 2007. On the Track to Understanding Three Phases in One Tower. *Chem. Eng. Res. Des.* 85, 50-58. <https://doi.org/10.1205/cherd06087>
- Repke, J.-U., Kohrt, M., Wozny, G., 2011. Untersuchungen mehrphasiger Strömungen an einfachen geneigten Platten als potenzielles Auslegungswerkzeug für technische Trennapparate. *Chem. Ing. Tech.* 83, 1107-1114. <https://doi.org/10.1002/cite.201100048>
- Ressemann, A., Illner, M., Repke, J.-U., 2024. Local Separation Performance for Distillation Processes in Rotating Packed Beds: Transferability and Applicability. *Ind. Eng. Chem. Res.* <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.4c01422>
- Roach, B.J., 2017. A design model for dividing wall distillation columns (Thesis). The University of Texas at Austin, USA. <https://doi.org/10.15781/T2CC0V89J>
- Rocha, J.A., Bravo, J.L., Fair, J.R., 1996. Distillation columns containing structured packings: A comprehensive model for their performance. 2: Mass-transfer model. *Ind. Eng. Chem. Res.* 35. <https://doi.org/10.1021/ie940406i>
- Rocha, J.A., Bravo, J.L., Fair, J.R., 1993. Distillation columns containing structured packings: a comprehensive model for their performance. 1. Hydraulic models. *Ind. Eng. Chem. Res.* 32, 641-651.
- Roesler John, Alix Pascal, Royon-Lebeaud Aude, Valenz Lukas, Haidl Jan, Rejl Frantisek, 2018. Evaluation of the kLa of structured packings in small diameter columns - the key role of wall-wipers. *Chem Eng Trans* 69, 49-54. <https://doi.org/10.3303/CET1869009>
- Ronge, G., 1995. Überprüfung unterschiedlicher Modelle für den Stoffaustausch bei der Rektifikation in Packungskolonnen, VDI-Verl., Düsseldorf, ISSN: 0506-3108; 0178-9503
- Roy, P., Mercer, A.C., 1987. The Use of Structured Packing in a Crude Oil Atmospheric Distillation Column. Presented at the Inst. Chem. Eng. Symp. Ser., p. A103
- Sacher, J., Repke, J.-U., 2022. An enhanced mesoscale model for laminar and turbulent three-dimensional simulations of the gas phase flow with concentration mixing in structured packing columns. *Chem. Eng. Process. - Process Intensif.* 181, 109101. <https://doi.org/10.1016/j.cep.2022.109101>
- Sacher, J., Repke, J.-U., 2019. Development of a mesoscale model for the gas phase fluid dynamics in structured packings based on fundamental experiments and CFD investigations. *Chem. Eng. Res. Des.* 147, 430-442. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2019.04.032>
- Sattler, K., 2001. Thermische Trennverfahren: Grundlagen, Auslegung, Apparate, 1st ed. Wiley, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim. 10.1002. <https://doi.org/10.1002/3527603328>
- Schlager, M., Haushofer, G., Triebel, A., Wolf-Zöllner, V., Lehner, M., 2022. Determination of volumetric mass transfer coefficients of structured packings at two different column diameters. *Chem. Eng. Res. Des.* 186, 462-472. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2022.08.002>
- Schmidt, R., 1979. The lower capacity limits of packed column. EFCE Publications, I. Chem. E. Symp. Series No. 56, EFCE Publications. Series No. 3, vol. 2, p. 3.1/1-3.1/13.

- Schoenmakers, H., Spiegel, L., 2014. Chapter 10 - Laboratory Distillation and Scale-up, in: Górak, A., Olujić, Ž. (Eds.), *Distillation*. Academic Press, Boston, pp. 319-339. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-386878-7.00010-3>
- Schröder, K., 2023. Trennleistungsmessung mit idealem und nicht-idealem Stoffgemisch in einer DN150 Rektifikationskolonne. Technische Universität Braunschweig
- Schröder, K., 2022. Inbetriebnahme einer DN150 Rektifikationskolonne, Charakterisierung der strukturierten Packung und Trennleistungsmessungen mit idealem Stoffgemisch (Bachelorarbeit). Technische Universität Braunschweig, Braunschweig
- Schug, S., 2018. Untersuchung der Fluidodynamik in Packungskolonnen mittels Computertomographie, Dissertation. Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg (FAU), <https://dnb.info/1155006143>
- Schultes, M., 2013. Research on Mass Transfer Columns: passé? *Chem. Eng. Technol.* 36, 1539-1549. <https://doi.org/10.1002/ceat.201300192>
- Schultes, M., 1998. Füllkörper oder Packungen? Wem gehört die Zukunft? *Chem. Ing. Tech.* 70, 254-261, CODEN: CITEAH; ISSN: 0009-286X
- Schultes, M., Grosshans, W., Müller, S., Rink, M., 2009. A Modern Liquid Distributor Part 2. *Hydrocarb. Eng.*, <https://raschig-usa.com/wp-content/uploads/2020/pdf>
- Scott, T.A., 1946. Refractive Index of Ethanol-Water Mixtures and Density and Refractive Index of Ethanol-Water-Ethyl Ether Mixtures. *J. Phys. Chem.* 50, 406-412. <https://doi.org/10.1021/j150449a003>
- Shetty, S., Cerro, R.L., 1997. Fundamental Liquid Flow Correlations for the Computation of Design Parameters for Ordered Packings. *Ind. Eng. Chem. Res.* 36, 771-783. <https://doi.org/10.1021/ie960627j>
- Shi, M.G., Mersmann, A., 1985. Effective interfacial area in packed columns. *Ger. Chem. Eng.* 8, 87-96.
- Shilkin, A., Kenig, E.Y., 2005. A new approach to fluid separation modelling in the columns equipped with structured packings. *Chem. Eng. J.* 110, 87-100. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2005.03.018>
- Shojaee, S., Hosseini, S.H., Rafati, A., Ahmadi, G., 2011. Prediction of the Effective Area in Structured Packings by Computational Fluid Dynamics. *Ind. Eng. Chem. Res.* 50, 10833-10842. <https://doi.org/10.1021/ie200088d>
- Skiborowski, M., Kruber, K.F., 2024. Exergy-based optimization for the synthesis of heat pump assisted distillation columns, in: Manenti, F., Reklaitis, G.V. (Eds.), *Computer Aided Chemical Engineering*, 34 European Symposium on Computer Aided Process Engineering / 15 International Symposium on Process Systems Engineering. Elsevier, pp. 1351-1356. <https://doi.org/10.1016/B978-0-443-28824-1.50226-X>
- Skogestad, S., 2008. *Chemical and Energy Process Engineering*. CRC Press, Boca Raton. <https://doi.org/10.1201/9781420087567>
- Song, D., Seibert, A.F., Rochelle, G.T., 2018. Mass Transfer Parameters for Packings: Effect of Viscosity. *Ind. Eng. Chem. Res.* 57, 718-729. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.7b04396>
- Song, D., Seibert, A.F., Rochelle, G.T., 2017. Effect of Liquid Viscosity on Mass Transfer Area and Liquid Film Mass Transfer Coefficient for GT-OPTIMPAK 250Y. *Energy Procedia*, 13th International Conference on Greenhouse Gas Control Technologies, GHGT-13, 14-18 November 2016, Lausanne, Switzerland 114, 2713-2727. <https://doi.org/10.1016/j.egypro.2017.03.1534>

- Spiegel, L., Meier, W., 1994. Performance characteristics of various types of MELLAPAK packings (productivity, pressure differential, and deficiency). *Chem. Pet. Eng.* 30, 118-125. <https://doi.org/10.1007/BF01147885>
- Spiegel, D.L., 2013. 50 Years of Structured Packing. [Online Dokument] abgerufen am 05.05.2025 unter URL https://efce.info/efce_media/Downloads/wpfs/50YearsPacking_engl.pdf
- Spiegel, L., Duss, M., 2014. Chapter 4 - Structured Packings, in: Górak, A., Olujić, Ž. (Eds.), *Distillation*. Academic Press, Boston, pp. 145-181. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-386878-7.00004-8>
- Spiegel, L., Meier, W., 2003. Distillation Columns with Structured Packings in the Next Decade. *Chem. Eng. Res. Des.*, International Conference on Distillation and Absorption 81, 39-47. <https://doi.org/10.1205/02638760321158177>
- Spiegel, L., Meier, W., 1992. Generalized pressure drop model for structured packings. Presented at the Institution of Chemical Engineers Symposium Series, pp. B85-B94
- Spiegel, L., Meier, W., 1987. Correlations of the performance characteristics of the various Mellapak types. *Inst. Chem. Eng. Symp. No. 104* (1987), pp. A203
- Spriewald, J., Heimann, F., Kobus, A., Proplesch, R., 2003. Scale-up von Destillationskolonnen: Kolonnendurchmesser 50 mm - eine unüberwindbare Grenze. Presented at the Fachausschuss Thermische Zerlegung von Gas- und Flüssigkeitsgemischen, Weimar
- Starkweather, B., Agrawal, A., Fischer, J., Lowell, P., Schultes, M., Seibert, F., Xu, S.X., Cai, T.J., Holden, B., Olson, R., 2014. *AIChE Equipment Testing Procedure - Trayed and Packed Columns: A Guide to Performance Evaluation*, 3rd Edition.
- Starrantino, A., McCarley, K., Mohammad, S., Cai, T., Aichele, C., 2023. The influence of physical properties on structured packing HETP correlations. *Chem. Eng. Res. Des.* 192, 468-476. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2023.02.040>
- Statistisches Bundesamt, 2023. Energieverbrauch der Industrie 2022 um 9,1 % gegenüber dem Vorjahr gesunken. [Online Dokument] https://www.destatis.de/DE/Presse/Pressemitteilungen/2023/11/PD_23_432_435.html (abgerufen am 30.05.24)
- Staud, R., Heller, D., Knüpfer, L., Heitkam, S., Einfalt, D., Jasch, K., Scholl, S., 2022. Minimal-Invasive Method for the Evaluation of Liquid Fractions in Foams with a Point Level Sensor. *Chem. Eng. Technol.* 45, 1397-1403. <https://doi.org/10.1002/ceat.202200072>
- Staud, R., Schröder, K., Mesarek, K., Schröder, J., Herbst, R., Jasch, K., Scholl, S., 2024. Impact of Thermal Column Wall Conditions and Subcooled Reflux on Separation Performance in Miniplant Distillation Columns. <https://doi.org/10.2139/ssrn.4939755>
- Staud, R., Sun, Z., Xu, S., Scholl, S., Jasch, K., 2023. Fluid dynamic and separation performance of foam loaded packed distillation columns. *Chem. Eng. Res. Des.* 193, 801-809. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2023.04.006>
- Stephan, P., Schaber, K., Stephan, K., Mayinger, F., 2013. *Thermodynamik: Grundlagen und technische Anwendungen Band 1: Einstoffsysteme*, Springer-Lehrbuch. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-30098-1>
- Stichlmair, J., Klein, H., Rehfeldt, S., 2021. *Distillation: Principles and Practice*, 1st ed. Wiley. <https://doi.org/10.1002/9781119414674>

- Stoter, C.F., 1993. Modelling of maldistribution in structured packings: From detail to column design. Doctoral thesis. TU Delft: <https://repository.tudelft.nl/record/uuid:66fe849e-a57c-40e4-8b64-bd7ce9d8ebb5>
- Stoter, F., Olujić, Ž., De Graauw, J., 1993. Modelling and measurement of gas flow distribution in corrugated sheet structured packings. *Chem. Eng. J. Biochem. Eng. J.* 53, 55-66. [https://doi.org/10.1016/0923-0467\(93\)80007-J](https://doi.org/10.1016/0923-0467(93)80007-J)
- Strigle, R.F., 1987. *Random Packings and Packed Towers: Design and Applications*. Gulf Publishing Company, Book Division, <https://archive.org/details/randompackingspa0000stri>
- Stryjek, R., Vera, J.H., 1986. PRSV: An improved peng—Robinson equation of state for pure compounds and mixtures. *Can. J. Chem. Eng.* 64, 323-333. <https://doi.org/10.1002/cjce.5450640224>
- Suess, P., Spiegel, L., 1992. Hold-up of Mellapak structured packings. *Chem. Eng. Process. Process Intensif.* 31, 119-124. [https://doi.org/10.1016/0255-2701\(92\)85005-M](https://doi.org/10.1016/0255-2701(92)85005-M)
- SULZER AG, 2024. Mellapak™ und MellapakPlus™ [Online Dokument]. URL <https://www.sulzer.com/de-de/germany/shared/products/mellapak-and-mellapakplus> (20th of June 2024)
- SULZER Chemtech AG, 2024. Sulzer MellapakEvo™. [Online Dokument]. URL <https://www.sulzer.com/en/shared/products/mellapakevo>
- Taylor, G.I., 1995. The dynamics of thin sheets of fluid. III. Disintegration of fluid sheets. *Proc. R. Soc. Lond. Ser. Math. Phys. Sci.* 253, 313-321. <https://doi.org/10.1098/rspa.1959.0196>
- Taylor, R., Duss, M., 2019. A paper about the slope of the equilibrium line. *Chem. Eng. Res. Des.* 148, 429-439. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2019.05.060>
- Taylor, R., Kooijman, H.A., 2014. Chapter 3 - Mass Transfer in Distillation, in: Górak, A., Sorensen, E. (Eds.), *Distillation*. Academic Press, Boston, pp. 97-143. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-386547-2.00003-X>
- Thitakamol, B., Veawab, A., Aroonwilas, A., 2015. Development of a mechanistic foam model for alkanolamine-based CO₂ absorbers fitted with sheet-metal structured packing. *Int J Greenh Gas Control* 33, 77-88. <https://doi.org/10.1016/j.ijggc.2014.12.008>
- Tong, Z.Y., Hong, W.R., Marek, A., Repke, J.U., 2012. Effect of Triangular Corrugations on Dynamic Characteristics of Film Flow. *Procedia Eng., CHISA 2012* 42, 540-554. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2012.07.446>
- Tsai, R.E., Schultheiss, P., Kettner, A., Lewis, J.C., Seibert, A.F., Eldridge, R.B., Rochelle, G.T., 2008. Influence of Surface Tension on Effective Packing Area. *Ind. Eng. Chem. Res.* 47, 1253-1260. <https://doi.org/10.1021/ie070780l>
- Tsai, R.E., Seibert, A.F., Eldridge, R.B., Rochelle, G.T., 2011. A dimensionless model for predicting the mass-transfer area of structured packing. *AIChE J.* 57, 1173-1184. <https://doi.org/10.1002/aic.12345>
- Tsai, R.E., Seibert, A.F., Eldridge, R.B., Rochelle, G.T., 2009. Influence of viscosity and surface tension on the effective mass transfer area of structured packing. *Energy Procedia*, 1/2 widerspricht unserer Kernthese? 1, 1197-1204. <https://doi.org/10.1016/j.egypro.2009.01.157>
- Tuoc, K., 2010. On The Critical Reynolds Number For Transition From Laminar To Turbulent Flow. <https://doi.org/10.48550/arXiv>

- Tyn, M.T., Calus, W.F., 1975. Diffusion coefficients in dilute binary liquid mixtures. *J. Chem. Eng. Data* 20, 106-109. <https://doi.org/10.1021/je60064a006>
- United Nations, 2023. Empfehlungen für die Beförderung gefährlicher Güter - Handbuch über Prüfungen und Kriterien. https://opus4.kobv.de/opus4-bam/files/57317/UN-Pruefhandbuch_2023.pdf
- Valenz, L., Haidl, J., Linek, V., 2013. The Effect of Column Diameter and Packing Height on the Pressure Drop and on the HETP of Structured Packings. *Ind. Eng. Chem. Res.* 52, 5967-5974. <https://doi.org/10.1021/ie302397q>
- Valluri, P., Matar, O.K., Hewitt, G.F., Mendes, M.A., 2005. Thin film flow over structured packings at moderate Reynolds numbers. *Chem. Eng. Sci.* 60, 1965-1975. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2004.12.008>
- VDI 2761, 2020. VDI 2761 Blatt 2 - Thermische Trennverfahren in der Verfahrenstechnik - Messung und Auswertung von Fluidodynamik und Stofftransport in gepackten Kolonnen - Absorption und Desorption.
- Verschoof, H.-J., Olujić, Z., Fair, J.R., 1999. A General Correlation for Predicting the Loading Point of Corrugated Sheet Structured Packings. *Ind. Eng. Chem. Res.* 38, 3663-3669. <https://doi.org/10.1021/ie990009d>
- Walk, M., Hamacher, J., Downs, J.J., Miller, S.M., Owens, S., Eldridge, R.B., 2021. Validation of Differential Temperature Control for a Dividing Wall Distillation Column. *Ind. Eng. Chem. Res.* 60, 1341-1355. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.0c04570>
- Wang, G.Q., Yuan, X.G., Yu, K.T., 2005. Review of Mass-Transfer Correlations for Packed Columns. *Ind Eng Chem Res*, 1 44, 8715-8729. <https://doi.org/10.1021/ie050017w>
- Wang, J.C., Henke, G.E., 1966. Tridiagonal Matrix for Distillation. *Hydrocarb. Process* 45, 155.
- Wilfert, J., Hanley, B.F., 2023. Progress Toward a Comprehensive Model for Mass Transfer in Structured Packings. *Ind. Eng. Chem. Res.* 62, 8021-8032. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.3c00769>
- Wilke, C.R., Chang, P., 1955. Correlation of diffusion coefficients in dilute solutions. *AIChE J.* 1, 264-270. <https://doi.org/10.1002/aic.690010222>
- Wisniak, J., 2003. Raoul-Pierre Pictet—The liquefaction of oxygen and achievement of low temperatures. *IJCT Vol103 May 2003*
- Wisniak, J., 1999. Interpretation of the Second Virial Coefficient. *J. Chem. Educ.* 76, 671. <https://doi.org/10.1021/ed076p671>
- Wong, D.S.H., Sandler, S.I., 1992. A theoretically correct mixing rule for cubic equations of state. *AIChE J.* 38, 671-680. <https://doi.org/10.1002/aic.690380505>
- Wu, K.Y., G.K., C., 1987, New Mass-Transfer Correlations for Packed Towers. 104. I. *Chem. E. Symposium*, p. B225
- Wu, X., 2023. Trennleistungsmessung mit idealem und nicht-idealem organischen Stoffgemisch in einer DN150 Rektifikationskolonne (Bachelorarbeit). Technische Universität Braunschweig
- Xia, M., Neumann, M., Rehfeldt, S., Klein, H., 2023. Improving design and scale-up of columns with structured packings by means of CFD. *Chem. Eng. Res. Des.* 193, 54-64. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2023.03.019>

- Yan, F., Wang, D., Liu, Y., Wang, R., Hu, B., Zhang, S., Zhang, W., Tang, M., 2023. Study on the flow structures and distribution law of rotational-perforated coupling flow in tridimensional rotational flow sieve tray. *Chem. Eng. Sci.* 279, 118931. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2023.118931>
- Zakeri, A., Einbu, A., Wiig, P., Øi, L., Svendsen, H., 2011. Experimental Investigation of Pressure Drop, Liquid Hold-Up and Mass Transfer Parameters in a 0.5 m Diameter Absorber Column. *Energy Procedia* 4, 606-613. <https://doi.org/10.1016/j.egypro.2011.01.095>
- Zbytovský, J., Sommer, T., Zapletal, M., Trejbal, J., 2019. Comparison of various column packing materials efficiency for hydrocarbons and aqueous mixtures. *Chem Biochem Eng Q Online*, 1 33, 183-190. <https://doi.org/10.15255/CABEQ.2018.1565>
- Zech, J.B., Mersmann, A., 1978. Flüssigkeitsströmung und flüssigkeitsseitiger Stoffaustausch in berieselten Füllkörperschüttungen. *Chem. Ing. Tech.* 50, 549-549. <https://doi.org/10.1002/cite.330500715>
- Zhang, H., Yuan, X., Yu, K., Kalbassi, M.A., Liu, B., 2014. Influence of the Marangoni Effect on Mass Transfer in Inclined Falling Films. *Chem. Eng. Technol.* 37, 1095-1102. <https://doi.org/10.1002/ceat.201300713>
- Zhao, L., Cerro, R.L., 1992. Experimental characterization of viscous film flows over complex surfaces. *Int. J. Multiph. Flow* 18, 495-516. [https://doi.org/10.1016/0301-9322\(92\)90048-L](https://doi.org/10.1016/0301-9322(92)90048-L)
- Zlokarnik, M., 2006. Scale-Up in Chemical Engineering | Wiley Online Books. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Zuiderweg, F.J., 1969. Recommended test mixtures for distillation columns. Institution of Chemical Engineers, London.
- Zuiderweg, F.J., 1952. Vacuum distillation I: Test mixtures for evaluation of low pressure columns. *Chem. Eng. Sci.* 1, 164-174. [https://doi.org/10.1016/0009-2509\(52\)87013-7](https://doi.org/10.1016/0009-2509(52)87013-7)
- Zuiderweg, F.J., Harmens, A., 1958. The influence of surface phenomena on the performance of distillation columns. *Chem. Eng. Sci.* 9, 89-103. [https://doi.org/10.1016/0009-2509\(58\)80001-9](https://doi.org/10.1016/0009-2509(58)80001-9)
- Zuiderweg, F.J., Lahm, L., Hoek, P.J., 1987. The effect of liquid distribution and redistribution on the separating efficiency of packed columns. *ICHEME Symp Ser* 104, A217.
- Zuiderweg, F.J., Olujić, Ž., Kunes, J.G., 1997. Liquid Back-mixing in Structured Packing in High-Pressure Distillation. *InstChem Eng Symp Ser* 865.

9 Anhang

A Kalibrierung

A.1 Kalibrierung der Temperatursensoren

Um Messabweichungen und -unsicherheiten der Temperatursensoren zu reduzieren, wurden die verwendeten Temperatursensoren vor dem Einbau gegen einen Referenztemperatursensor (ISOTECH 930-14-61/P795, Dostmann electronic, Wertheim/Deutschland) kalibriert. Die Abweichungen des Referenzsensors gegenüber einer externen Referenz sind in (Gutperl, 2026) angegeben. Die Abweichungen des Referenzsensors vom externen Referenznormal wurden jedoch vernachlässigt. (Gutperl, 2026)

Die Thermoelemente wurden so kalibriert, dass die gemessene Temperatur der zu kalibrierenden Thermoelemente mit der Temperatur des Referenzthermometers P795 verglichen wird. Alle Thermoelemente und das Referenzthermometer wurden in das Öl des Kalibrierthermostats eingelegt. Die Solltemperatur für einen kalibrierten Thermostat wurde mithilfe eines Kalibrierungsprogramms geregelt. Die Messungen wurden an verschiedenen Temperaturmesspunkten (35 °C ... 150 °C) durchgeführt. Wenn die Zieltemperatur des Thermostats erreicht war, dauerte die Messung 10 Minuten. Die Messdaten wurden gleichzeitig aufgezeichnet. Die Abweichungen zwischen Thermoelementen und Referenzthermometer wurden ermittelt.

Die linearen Regressionsparameter zur Anpassung der Temperaturmessung auf den Referenztemperatursensor sind in Tabelle 9-1 aufgeführt. Diese Regressionsgleichungen wurden in das Labview-Programm implementiert und somit die aufgrund von Fehlern durch unterschiedliche Leitungslängen und Sensorfertigungen gemessenen Temperaturen korrigiert. Die Auswertung der Regressionen aller Temperatursensoren über den gesamten Temperaturbereich ergab eine maximale Standardunsicherheit von 0,13 K.

Tabelle 9-1: Kalibrierfunktionen der Temperatursensoren zur Berechnung der korrigierten Temperaturen T basierend aus den Eingangstemperaturmesswerten T_0

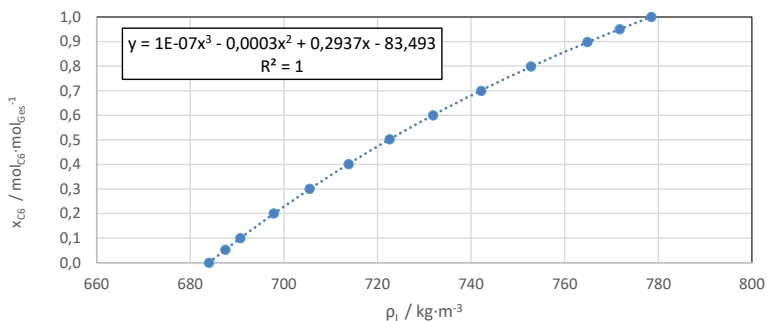
Kolonne	Sensorbezeichnung	Kalibrierfunktion	Bestimmtheitsgrad R^2 / -
DN150	T101	$T = 0,9955 \cdot T_0 - 0,273$	1
DN150	T102	$T = 0,9993 \cdot T_0 - 0,4802$	1
DN150	T103	$T = 0,9471 \cdot T_0 + 3,9869$	1
DN150	T104	$T = 0,9894 \cdot T_0 - 0,0303$	1
DN150	T105	$T = 0,9911 \cdot T_0 + 0,5766$	1
DN150	T107	$T = 0,9997 \cdot T_0 - 0,5002$	1
DN150	T201	$T = 0,9994 \cdot T_0 + 0,0284$	1
DN150	T202	$T = 0,9997 \cdot T_0 + 0,0609$	1
DN150	T203	$T = 1,0033 \cdot T_0 - 0,7047$	1
DN150	T204	$T = 1,0028 \cdot T_0 - 0,8453$	1

DN150	T301	$T = 0,995 \cdot T_0 + 0,7761$	1
DN150	T302	$T = (T302i - 0.9964 + 0.7872) \cdot 1.0034 - 0.2835$	1
DN150	T303	$T = (T303i - 0.9962 + 0.7951) \cdot 1.0015 - 0.2936$	1
DN150	T304	$T = (T304i - 1.0074 - 1.55) \cdot 0.9907 + 2.0772$	1
DN150	T305	$T = 1.0063 \cdot T_0 - 1.56$	1
DN150	T306	$T = 0,9964 \cdot T_0 + 0,7872$	1
DN50	T100	$T = 0,9966 \cdot T_0 - 0,4757$	1
DN50	T101	$T = 0,9955 \cdot T_0 - 0,7433$	1
DN50	T102	$T = 1,0226 \cdot T_0 - 1,7633$	0,9999
DN50	T103	$T = 0,9993 \cdot T_0 + 0,188$	1
DN50	T104	$T = 0,9895 \cdot T_0 + 0,227$	1
DN50	T105	$T = 0,9994 \cdot T_0 - 0,8793$	1
DN50	T201	$T = 0,9896 \cdot T_0 - 0,2968$	1
DN50	T202	$T = 0,9924 \cdot T_0 - 0,2399$	1
DN50	T302	$T = 0,9976 \cdot T_0 + 0,4909$	1
DN50	T303	$T = 1,003 \cdot T_0 + 0,708$	1

A.2 Kalibrierkurven

Die folgenden Kalibrierkurven und Stoffdatenbeschreibungen wurden im Rahmen dieser Dissertation im Rahmen von insgesamt fünf Bachelorarbeiten, fünf Studienarbeiten und sieben Masterarbeiten erarbeitet, z. B. (Schröder, 2023, 2022).

Die Kalibrierkurven für die Ermittlung der Zusammensetzung der Gemische sind auf Basis der Dichte und des Brechungsindex erstellt. Die Dichte wurde mit dem Messgerät DMA 4100 M (Anton Paar, Ostfildern/Deutschland) und der Brechungsindex mit einem Refraktometer (Abbemat 500, Anton Paar, Ostfildern/Deutschland) gemessen. Abschließend wurden gemischspezifische Kalibrierkurven ermittelt. Die Unsicherheiten des Messgeräts und des Messverfahrens sind in (Gutperl, 2026) aufgeführt.



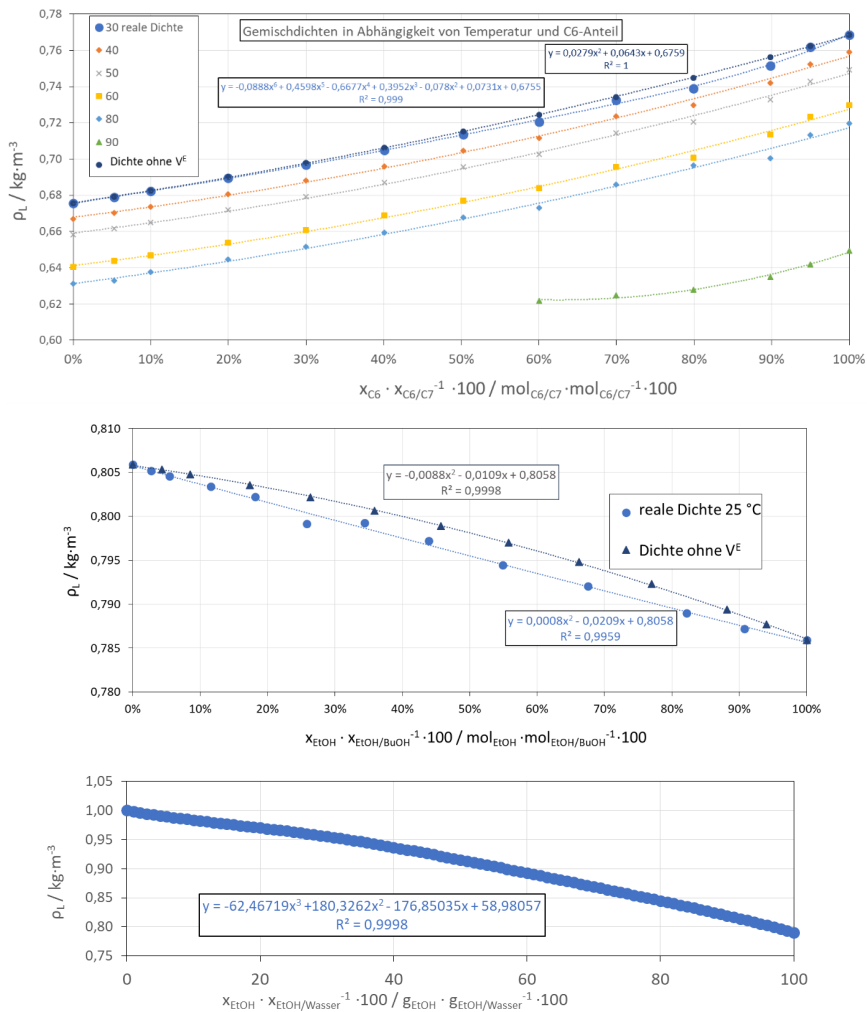


Abbildung 9.1: Dichte Kalibrierkurven in Abhängigkeit des Stoffmengenanteile der verwendeten Gemische

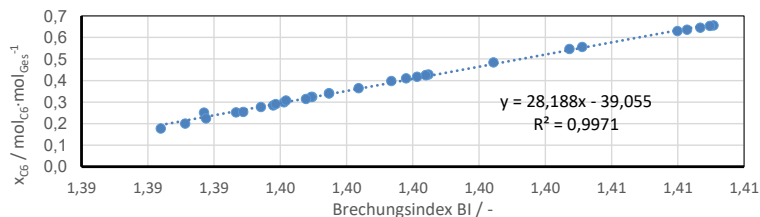


Abbildung 9.2: Kalibrierkurve Brechungsindex über Stoffmengenanteil von C6/C7

B Stoffdaten

Folgende Parameter stammen aus der Datenbank PaDaBa (BASF) und wurden zur Regression folgender Stoffeigenschaften verwendet.

B.1 Flüssigkeitsdichte

Zur Bestimmung der Reinstoffdichten der Flüssigkeiten wurde die DIPPR-Gleichung (9-1) verwendet. Die dazu genutzten projektinternen Parameter sind in Tabelle 9-2 dargestellt.

$$\rho_L = \frac{A}{B \left(1 + \left(1 - \frac{T}{C}\right)^D\right)} \cdot M_i \quad (9-1)$$

Tabelle 9-2: Verwendete DIPPR-Parameter zur Bestimmung der Reinstoffdichten der Flüssigkeit

	A	B	C	D
Cyclohexan	0,0881355	0,271866	0,26248	0,288267
n-Heptan	0,61374	-0,26248	539,25	-0,28
Ethanol	2,82248	0,362684	496,988	0,28
1-Butanol	1,67003	0,352211	534,604	0,28
Wasser	0,47680016	0,086835975	637,28745	0,089149657

Zur Bestimmung der Flüssigkeitsdichte des Gemisches wurde für Ethanol/Butanol eine kubische Mischungsregel (s. Formel (9-2)) verwendet. Die mit diesem Modell ermittelten Flüssigkeitsdichten des Gemisches sind in Abbildung 9.3 dargestellt. Im Vergleich zu Literaturdaten aus (Cano-Gómez et al., 2012) weichen die modellierten Dichten um maximal 0,38 % bzw. 2,94 kg·m⁻³ von den Literaturdaten ab, wobei die Abweichung mit steigender Temperatur zunimmt und Literaturdaten nur bis 55 °C vorliegen, beim Anlagenbetrieb aber Temperaturen von bis zu 115 °C auftreten.

$$\rho_m = \left(x_1 \cdot \sqrt[3]{\rho_1} + x_2 \cdot \sqrt[3]{\rho_2}\right)^3 \quad (9-2)$$

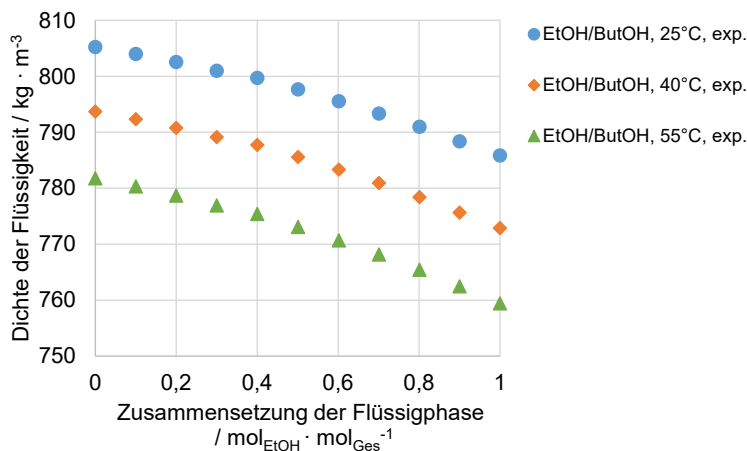


Abbildung 9.3: Flüssigkeitsdichten des binären Stoffgemisches Ethanol/Butanol bei verschiedenen Temperaturen (Cano-Gómez et al., 2012)

Zur Bestimmung der Flüssigkeitsdichte des binären Gemisches Ethanol/Wasser wurde die in (Khattab et al., 2012) ermittelte empirische Korrelation (9-3) verwendet. Diese wurde für einen Temperaturbereich zwischen 20 °C und 50 °C bestimmt. Ein Vergleich mit Literaturdaten von (Khattab et al., 2012), dargestellt in Abbildung 9.4, ergibt in diesem Temperaturbereich einen maximalen Fehler von 0,7 %, bzw. 6,7 kg·m⁻³. Für den in dieser Arbeit benötigten Temperaturbereich bis 100 °C zeigt die Korrelation dennoch angemessene Extrapolierbarkeit.

$$\ln \rho_m = x_{H_2O} \cdot \ln \rho_{H_2O} + x_{EtOH} \cdot \ln \rho_{EtOH} - 30,808 \cdot \left[\frac{x_{H_2O} \cdot x_{EtOH}}{T} \right] - 18,273 \cdot \left[\frac{x_{H_2O} \cdot x_{EtOH} \cdot (x_{H_2O} - x_{EtOH})}{T} \right] + 13,890 \cdot \left[\frac{x_{H_2O} \cdot x_{EtOH} \cdot (x_{H_2O} - x_{EtOH})^2}{T} \right] \quad (9-3)$$

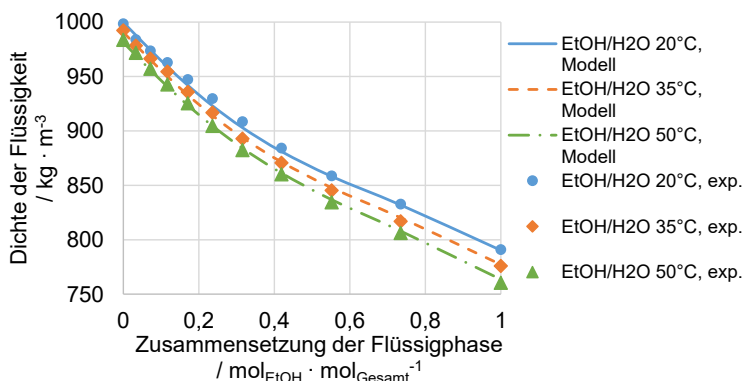


Abbildung 9.4: Flüssigkeitsdichten des binären Stoffgemisches Ethanol/Wasser bei verschiedenen Temperaturen (Khattab et al., 2012)

B.2 Sättigungsdampfdrücke

Für die Messung und Modellierung der Trennleistung ist die korrekte Bestimmung der Dampf-Flüssigkeitsgleichgewichtsdaten wichtig. Dafür ist eine genaue Bestimmung des Trennfaktors $\alpha_{1,2}$ erforderlich. Dieser ist eine Funktion der Zusammensetzung und des Druckes. Um die Abweichungen vom idealen Verhalten abzubilden, wurde das NRTL-Modell verwendet, um die Aktivitätskoeffizienten γ_{li} zu bestimmen, die für die Berechnung des Trennfaktors bei nicht-idealen Gemischen benötigt werden, da die Bestimmung aus dem Quotienten der Sättigungsdampfdrücke der Reinstoffe nicht ausreichend ist.

Die Sättigungsdampfdrücke wurden mittels DIPPR-Gleichung (9-4) bestimmt. Dabei wurden die im Rahmen des Projekts *ReProvAP* vereinheitlichten Parameter verwendet, die in Tabelle 9-3 dargestellt sind.

$$p^0 = e^{\left(A + \frac{B}{T} + C \cdot \ln(T) + D \cdot T^E\right)} \quad (9-4)$$

Tabelle 9-3: DIPPR-Parameter zur Berechnung des Sättigungsdampfdrucks nach Gl. (9-4)

	A	B	C	D	E
Cyclohexan	84,4726	-6429,5	-9,498069	7,7002E-06	2
n-Heptan	93,4237	-7197,1	-10,75981	8,2928E-06	2
Ethanol	92,292	-9151,44	-9,61285	3,8415·10 ⁻¹⁸	6
1-Butanol	59,14	-6608,54	-4,91506	0	6
Wasser	64,366	-6955,96	-5,80223	3,1149E-9	3

B.3 Wärmekapazität

Die Wärmekapazitäten c_p , welche nicht nur für die Gasbelastung, sondern auch für die Wärmebilanzierung relevant sind, wurden mit Gl. (9-5) berechnet.

$$c_p = A + B \cdot T + C \cdot T^2 + D \cdot T^3 + E \cdot T^4 \quad (9-5)$$

B.4 Flüssigkeitsviskosität

Zur Bestimmung der Flüssigkeitsviskositäten der Reinstoffe wurde die DIPPR-Gleichung (9-6) verwendet.

$$\eta_L = e^{A + \frac{B}{T} + C \cdot \ln T + D \cdot T^E} \quad (9-6)$$

Die dazu projektintern genutzten Parameter sind in Tabelle 9-4 dargestellt.

Tabelle 9-4: Verwendete DIPPR-Parameter zur Bestimmung der Flüssigkeitsviskositäten der Reinstoffe

	A	B	C	D	E
Cyclohexan	-131,965	5911,5	18,8193	-2,37438E-5	2
n-Heptan	-74,1428	2923,0	10,215	-1,92145E-5	2
Ethanol	-2,855082	1207,822	-1,405914	-3,1951E-17	6
1-Butanol	-33,73827	3143,958	3,024497	-3,3753E-17	6
Wasser	-76,749593	4855,5245	9,3857487	-1,9192E-17	6

Zur Bestimmung der Flüssigkeitsviskosität des binären Gemisches wurde für Ethanol/Butanol eine Kubische Mischungsregel verwendet (9-7) (Kendall und Monroe, 1917). Beim Vergleich mit Literaturdaten aus (Cano-Gómez et al., 2012) ergibt sich im Temperaturbereich von 20 °C bis 55 °C ein maximaler Fehler von 6,4 %, bzw. 0,2 mPas. Dabei ist zu beachten, dass dieser Fehler bei 20 °C und für reines Butanol auftrat. Die im Projekt verwendeten DIPPR-Parameter für die Flüssigkeitsviskosität von Butanol weichen bei niedrigen Temperaturen zunehmend von den Literaturdaten ab. Bei höheren Temperaturen reduziert sich die Differenz zwischen den Flüssigkeitsviskositäten von Ethanol und Butanol, womit sich der Fehler reduziert.

$$\eta_{L,m} = (x_{\text{EtOH}} \cdot \sqrt[3]{\eta_{L,\text{EtOH}}} + x_{\text{ButOH}} \cdot \sqrt[3]{\eta_{L,\text{ButOH}}})^3 \quad (9-7)$$

Das Viskositätsverhalten des binären Gemisches Ethanol/Wasser ist nicht-ideal. Aufgrund der sich ausbildenden Wasserstoffbrückenbindungen treten bei Gemischen von Wasser mit Monoalkoholen bei einem Stoffmengenanteil des Alkohols von 25 % Maxima bei der Flüssigkeitsviskosität des Gemisches auf (Hoffmann et al., 2022). Dadurch ist die Verwendung der in Formel (9-8) dargestellten Mischungsregel für die Beschreibung des Viskositätsverhaltens dieses Gemisches nicht geeignet. Daher wurde zur Bestimmung der Flüssigkeitsviskosität des Gemisches ein auf Zustandsgleichungen basiertes Modell verwendet, welches sich zur Beschreibung nicht-idealer Stoffsysteme eignet (Macías-Salinas et al., 2003).

Das Modell basiert auf Eyrings Theorie der Flüssigkeitsviskosität (Macías-Salinas et al., 2003). Zur Berechnung der für das Modell benötigten Fugazitäten wurde die Kubische Peng-Robinson-Stryjek-Vera-Zustandsgleichung verwendet (Stryjek und Vera, 1986). Um das nicht-ideale Verhalten des Gemisches abzubilden wurden die Wong-Sandler-Mischungsregeln verwendet (Wong und Sandler, 1992).

$$\eta_{L,m} = \frac{(\eta \cdot V)_{\text{ID}}}{V_m} e^{[\sum_{i=1}^c x_i (\ln \phi_i - \ln \phi_i^0)]} \quad (9-8)$$

Die Berechnung der Gemischviskosität ist in Formel (9-8) gegeben. Die zur Anwendung des Modells benötigten Van-Laar Parameter des Gemisches weisen eine Temperaturabhängigkeit auf. Zur Beschreibung dieser wurden die in (Macías-Salinas et al., 2003) angegebenen Parameter über einen Exponentialansatz interpoliert. Die Formeln zur Bestimmung dieser Parameter sind in Formel (9-9) und Formel (9-10) angegeben. Die verwendeten Gleichungen zur Bestimmung der Fugazitäten ϕ_i und ϕ_i^0 mitsamt der Mischungsregeln sind der Literatur nach (Macías-Salinas et al., 2003; Wong und Sandler, 1992) zu entnehmen.

$$A_{1,2} = 28,6383505791 \cdot e^{(-0,0119071451 \frac{T}{T_C})} \quad (9-9)$$

$$A_{2,1} = 3,2712356167 \cdot e^{(-0,0056417139 \frac{T}{T_C})} \quad (9-10)$$

Die modellierten Flüssigkeitsviskositäten sind in Abbildung 9.5 dargestellt. Der beschriebene Peak der Viskosität bei einem Ethanolanteil von $x_m = 25 \text{ mol} \cdot \text{mol}_{\text{Ges}}^{-1} \cdot 100 \%$ wird durch das Modell treffend ermittelt. Dennoch treten bei steigenden Temperaturen höhere Abweichungen zu den in (Khattab et al., 2012) genannten experimentellen Daten auf. Der maximale Fehler beträgt bei 50 °C 26 % bzw. $0,22 \text{ mN m}^{-1}$. Für die zur Modellierung verwendeten Parameter werden in (Macías-Salinas et al., 2003) absolute durchschnittliche Abweichungen von 1,8 % ... 0,3 % für den Temperaturbereich von 2 °C ... 77 °C angegeben. Es ist dabei auffällig, dass bei 50 °C die experimentellen Daten aus (Khattab et al., 2012) das Maximum der Viskosität nicht mehr bei dem beschriebenen Stoffmengenanteil des Ethanols von 25 % erreicht wird. Insofern sollte die Genauigkeit des verwendeten Modells für zukünftige Nutzung bei höheren Temperaturen weiter untersucht werden.

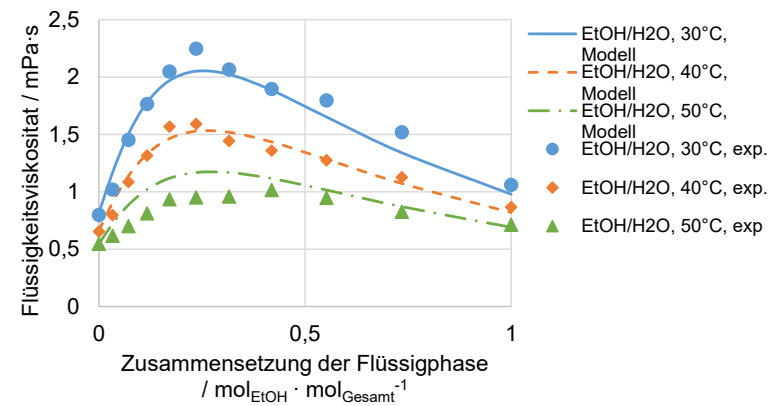


Abbildung 9.5: Flüssigkeitsviskosität des binären Stoffgemisches Ethanol/Wasser bei 1 bar abs und verschiedenen Temperaturen (Khattab et al., 2012)

B.5 Oberflächenspannung

Zur Bestimmung der Oberflächenspannung der Reinstoffe wurde die DIPPR-Gleichung (9-11) verwendet. Die dazu genutzten projektinternen Parameter sind in Tabelle 9-5 dargestellt.

$$\sigma_L = A(1 - T_r)^{B+CT_r+DT_r^2+ET_r^3}$$
$$T_r = \frac{T}{T_c}$$

(9-11)

Tabelle 9-5: Verwendete DIPPR-Parameter zur Bestimmung der Oberflächenspannung der Reinstoffe

	A	B	C	D	E	T _c / K
Cyclohexan	0,050841	0,49456	0,81822	0	0	553,58
n-Heptan	0,053485	1,24201	0	0	0	540,26
Ethanol	2,457594	23,35471	-56,124	55,70065	-21,02863	513,92
1-Butanol	0,049482298	0,92944123	0	0	0	563,05
Wasser	0,18548	2,717	-3,554	2,047	0	647,13

Zur Bestimmung der Oberflächenspannung des Gemisches wurde für Ethanol/Butanol die Formel (9-12) verwendet (Ottenbacher et al., 2011).

$$\sigma_{L,m} = \left[\frac{\sum_i x_i \left(\frac{M_i}{\rho_{L,i}} \right)^4 \sqrt{\sigma_{L,i}}}{\sum_i x_i \left(\frac{M_i}{\rho_{L,i}} \right)} \right]^4 \quad (9-12)$$

Für das Gemisch Ethanol/Wasser wurde die (Khatab et al., 2012) beschriebene empirische Gleichung Gl. (9-13) verwendet.

$$\begin{aligned} \ln \sigma_{L,m} = & x_{H_2O} \cdot \ln \sigma_{H_2O} + x_{EtOH} \cdot \ln \sigma_{EtOH} - 488,012 \left[\frac{x_{H_2O} \cdot x_{EtOH}}{T} \right] \\ & - 640,785 \left[\frac{x_{H_2O} \cdot x_{EtOH} (x_{H_2O} - x_{EtOH})}{T} \right] \\ & - 1073,310 \left[\frac{x_{H_2O} \cdot x_{EtOH} (x_{H_2O} - x_{EtOH})^2}{T} \right] \end{aligned} \quad (9-13)$$

B.6 Diffusionskoeffizienten

Zur Berechnung der Diffusionskoeffizienten D_{12} der Gas- und Flüssigphase wurden empirische Modelle verwendet. Für das Gemisch Ethanol/Butanol wurden die Diffusionskoeffizienten der Flüssigphase nach Gl. (9-14) bei unendlicher Verdünnung nach der von Wilke und Chang beschriebenen Methode berechnet (Wilke und Chang, 1955).

$$D_{12,L}^0 = \frac{7,41 \cdot 10^{-9} \sqrt{a_1 M_2} \cdot T}{\eta_{L,2} \cdot V_1^{0,6}} \quad (9-14)$$

Für den Assoziationsfaktor a_1 wird von (Wilke und Chang, 1955) für Ethanol ein Wert von 1,5 angegeben. Für die Ermittlung der Assoziationsfaktoren wird von Wilke und Chang ein Zusammenhang zu den Assoziationsfaktoren und den von Jacobsen (Jacobsen, 1955) beschriebenen Assoziationsnummern beschrieben. Für die Bestimmung des Assoziationsfaktor von 1-Butanol wurde daher zwischen Ethanol mit einem Assoziationsfaktor von 1,25 und einer Assoziationsfaktor von 2,7 und nicht-assoziierenden Stoffen mit Assoziationsfaktoren und Assoziationsnummern von eins interpoliert. Für 1-Butanol ist eine Assoziationsnummer von zwei bekannt (Jacobsen, 1955), wodurch der Assoziationsfaktor zu 1,33 bestimmt wurde.

Zur Bestimmung des Diffusionskoeffizienten in dem Gemisch wurden die Diffusionskoeffizienten bei unendlicher Verdünnung mit den Molanteilen und der Viskosität der Reinstoffe bezogen auf die Viskosität des Gemisches gewichtet (Bradt Möller et al., 2017).

$$D_{12,L} = \frac{D_{21,L}^0 \cdot x_1 \cdot \eta_{L,1} + D_{12,L}^0 \cdot x_2 \cdot \eta_{L,2}}{\eta_{L,m}} \quad (9-15)$$

Für Ethanol/Wasser wurden die Diffusionskoeffizienten der Flüssigphase bei unendlicher Verdünnung nach der Methode von Tyn und Calus (Tyn und Calus, 1975) berechnet (s. Formel (9-16)).

$$D_{12,L}^0 = 8,93 \cdot 10^{-8} \left(\frac{V_1}{V_2^2} \right)^{\frac{1}{6}} \left(\frac{P_2}{P_1} \right)^{0,6} \frac{T}{\eta_m} \quad (9-16)$$

$$P_i = V_i \cdot \sigma_i^{\frac{1}{4}} \quad (9-17)$$

Wenn Wasser in Lösung vorliegt, sollte nach (Poling et al., 2001) für das molare Volumen $V_{\text{H}_2\text{O}}$ ein Wert von $37,4 \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$ und für den Parachor $P_{\text{H}_2\text{O}}$ $105,2 \text{ cm}^3 \text{ g}^{0,2} \text{ s}^{0,5} \text{ mol}^{-1}$ verwendet werden. Mit diesen Anpassungen werden in (Poling et al., 2001) bei Temperaturen von 15°C bzw. 25°C für $D_{12,\text{L}}^0$ bzw. $D_{21,\text{L}}^0$ Fehler von 1,6 % bzw. 1,7 % angegeben.

Zur Berechnung des Diffusionskoeffizienten in dem Gemisch wurde das von Hsu und Chen (Hsu und Chen, 1998) entwickelte UNIDIF-Modell verwendet. In (Hsu und Chen, 1998) werden für das System Ethanol/Wasser in einem Temperaturbereich von 40°C bis 73°C absolute durchschnittliche Abweichungen von 5,2 % angegeben.

Für die Berechnung der Diffusionskoeffizienten der Gasphase wird in (Poling et al., 2001) die Methode von Fuller empfohlen (Formel (9-18)). Die Diffusionsvolumina der verwendeten Komponenten sind in Tabelle 9-6 aufgelistet. In (Poling et al., 2001) wird für diese Methode über eine großer Reihe verschiedener Gemische eine durchschnittliche Abweichung von 4 % zu experimentellen Werten angegeben.

$$D_{12,G} = \frac{1,43 \cdot 10^{-7} \cdot T^{1,75} \cdot \left(\frac{1}{M_1} + \frac{1}{M_2}\right)^{0,5}}{p \cdot \sqrt{2} \cdot \left[\left(\sum_{j=1}^n \Delta v_{1,j}\right)^{\frac{1}{3}} + \left(\sum_{j=1}^n \Delta v_{2,j}\right)^{\frac{1}{3}} \right]^{\frac{1}{2}}} \quad (9-18)$$

Tabelle 9-6: Diffusionsvolumina der verwendeten Komponenten

	Cyclohexan	n-Heptan	Ethanol	1-Butanol	Wasser
Diffusionsvolumina $\sum \Delta v_i [\text{cm}^3]$	123,12	148,26	51,77	92,81	13,1

B.7 Verdampfungsenthalpie

Die für den Massenstrom unter der Packung relevante Verdampfungsenthalpie Δh_v wurde mit Gl. (9-19) berechnet.

$$\Delta h_v = A + (1 - T_r)^{(B+C \cdot T_r + D \cdot T_r^2 + E \cdot T_r^3)} \quad (9-19)$$

Mit der reduzierten Temperatur $T_r = T/T_c$, wobei T_c die kritische Temperatur des Gemisches und T die Temperatur im Kolonnensumpf entspricht.

Tabelle 9-7: DIPPR-Parameter zur Berechnung der Verdampfungsenthalpie nach Gl. (9-22)

	A	B	C	D	E
Cyclohexan	58459100	1,40636	-1,59156	0,6598912	0
n-Heptan	49733800	0,383079	0	0	0
Ethanol	77203200	0,801164	-0,840102	0,560234	0
1-Butanol	68846900	1,40081	-2,15879	1,2081	0
Wasser	52495400	0,3379934	-0,2236528	0,2530071	0

B.8 Exzessvolumen und Redlich-Kister-Parameter

Die Redlich-Kister-Parameter A_i werden zur Berechnung des Exzessvolumens in binären Gemischen nach Gl. (9-20) verwendet.

$$V_m^E = x_1 \cdot x_2 \cdot \sum_{i=0}^i A_i \cdot (1 - 2 \cdot x)^i \quad (9-20)$$

Dabei wird das Exzessvolumen, d. h. die Differenz zwischen dem tatsächlichen Volumen und dem idealen Gemischvolumen, als Funktion der Zusammensetzung durch folgende in den Diagrammen eingefügte Polynome ausgedrückt. Die Parameter dieses Polynoms geben an, wie stark die Wechselwirkungen zwischen den Komponenten das Volumen vom idealen Verhalten abweichen lassen.

Tabelle 9-8: Redlich-Kister Parameter für die Berechnung des Exzessvolumens des C6/C7 Gemisches

T / °C	T / K	A ₀	A ₁	A ₂
30	303	-0,001676863	0,000278961	2,77571E-05
40	313	-0,001774129	0,000267817	4,78514E-06
50	323	-0,001893417	0,000236651	2,40897E-05
60	333	-0,002013052	0,000226937	-8,88141E-06
70	343	-0,002017154	8,81052E-05	-0,000277081
80	353	-0,002473053	8,00199E-05	

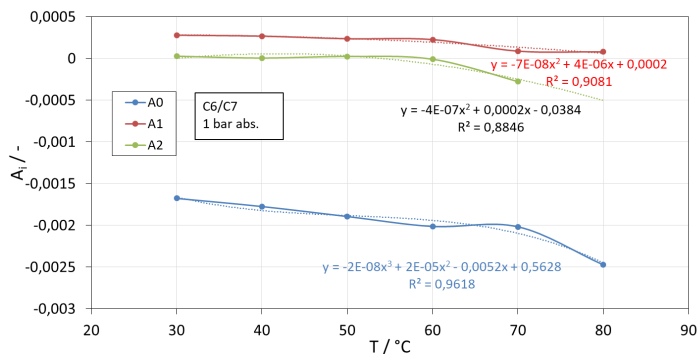


Abbildung 9.6: Redlich-Kister Parameter des C6/C7-Gemisches Abhängigkeit der Temperatur

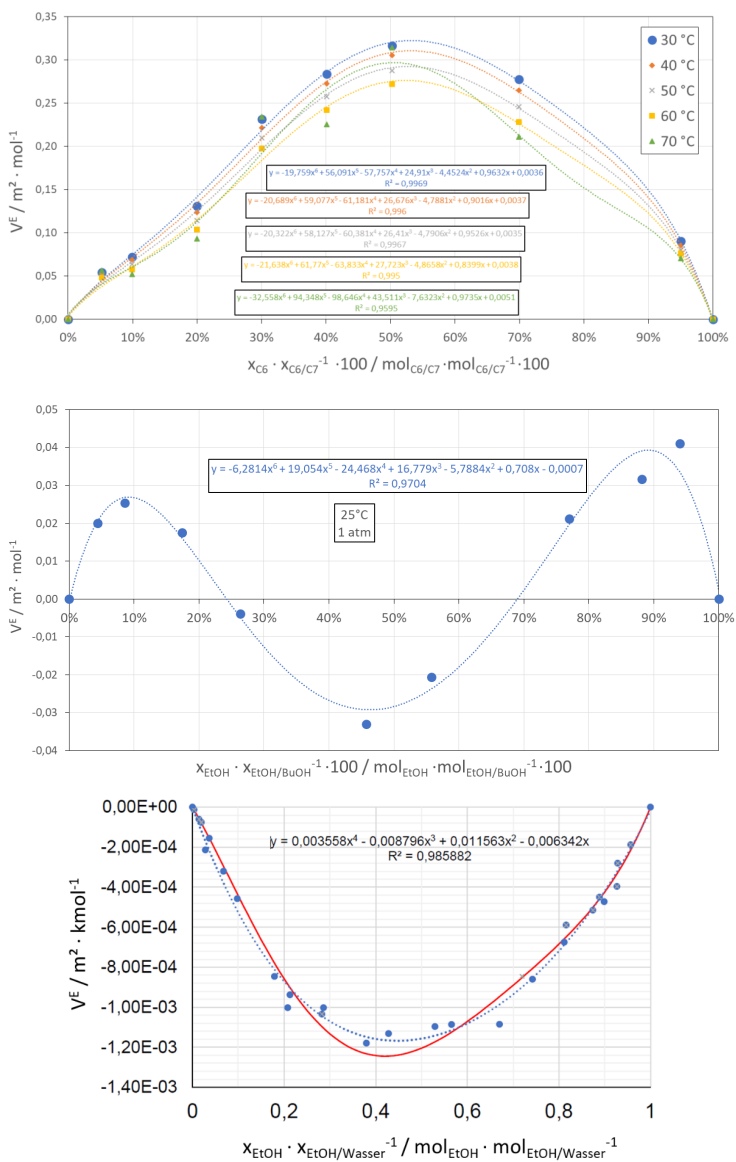


Abbildung 9.7: Berechnete Exzessvolumen der verwendeten Gemische

B.9 Stripping-Faktor und Stufenmittelung

Zur Darstellung der Stufenmittelung und der Übereinstimmung der berechneten Stripping Faktoren ist in der nachfolgenden Abbildung 9.8 die Stripping Faktoren am Kopf (K), unter der Packung (uP) und stufengemittelt (m) in Abhängigkeit der Zusammensetzung unterhalb der Packung dargestellt.

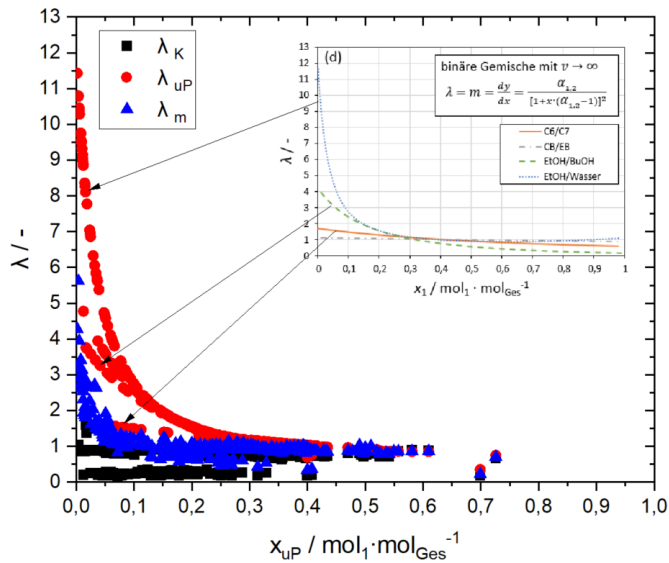


Abbildung 9.8: Darstellung von Stripping Faktoren und der Stufenmittelung mit zugeordneten Gemischen

B.10 NRTL-Parameter

Die für die zur Bestimmung der Aktivitätskoeffizienten verwendeten NRTL-Parameter entstammen ebenfalls dem Projekts *ReProvAP*. Für das Gemisch Ethanol/Butanol wurde für die zwei untersuchten Druckstufen 950 abs und 300 mbar abs dabei zwei unterschiedliche Parametersätze verwendet, um eine genauere Bestimmung der Aktivitätskoeffizienten zu erreichen. Die verwendeten Parameter sind in Tabelle 9-9 dargestellt.

Tabelle 9-9: Verwendete NRTL-Parameter zur Bestimmung der Aktivitätskoeffizienten

Gemisch	Druck [mbar]	A ₁₂	A ₂₁	B ₁₂	B ₂₁	C ₁₂ = C ₂₁
Ethanol/ Butanol	950*	-7,36144	12,06923	2457,2506	-4121,9577	0,3
	300**	-3,1262264	4,643909	873,97314	-1320,6301	0,3
Ethanol/ Wasser	950 & 300	-2,370148	5,237912	658,4101	-1063,74	0,2
C6/C7	950 & 300	-0,29959	0,09356	54,2	38,3	0,3

Parameter aus PADABA: Binary Interaction Parameters (BIPs) nach * Schult 01/2023; ** Schult 11/2022

B.11 Virialkoeffizienten

Virialgleichungen sind Erweiterungen der allgemeinen Gasgleichung und stellen ein Modell der thermodynamischen Zustandsgleichungen für Vielteilchensysteme dar. Es drückt mithilfe Virialkoeffizienten den Druck eines Gases im lokalen Gleichgewicht als Potenzreihe der Dichte aus und liefert systematische Korrekturen des idealen Gasgesetzes. (Onnes, 1991)

Der Virialkoeffizient A ist als konstanter Wert von eins definiert, der sicherstellt, dass die Gleichung auf den Ausdruck für ein ideales Gas reduziert wird, wenn die Gasdichte gegen Null geht. Der zweite und dritte Virialkoeffizient wurden untersucht und für viele Flüssigkeiten tabellarisch aufgeführt. (Wisniak, 1999) Der zweite Virialkoeffizient in $\text{m}^3 \cdot \text{kmol}^{-1}$ (s. (9-21)) beschreibt den Beitrag des paarweisen Potenzials zum Druck des Gases.

$$B_{2V} = A + \frac{B}{T} + \frac{C}{T^3} + \frac{D}{T^8} + \frac{E}{T^9}; T \text{ in Kelvin} \quad (9-21)$$

Er hängt mit der Boyle-Temperatur, dem Restvolumen eines Gases und dem Joule-Thomson-Effekt zusammen. Daraus lassen sich singuläre Werte der Temperatur bestimmen, bei denen das Gas nur in seiner Zustandsgleichung oder in bestimmten Eigenschaften des idealen Gases scheinbar ideales Verhalten zeigt.

Tabelle 9-10: Verwendete zweite Virialkoeffizienten B_{2V} in $\text{m}^3 \cdot \text{kmol}^{-1}$

Gemisch	Druck [mbar]	A	B	C	D	E
Cyclohexan	950 & 300	0,1814	-187,8	-2,748·10 ⁺⁷	-5,483·10 ⁺¹⁹	1,035·10 ⁺²²
n-Heptan	950 & 300	0,2746	-291	-4,108·10 ⁺⁷	-8,8·10 ⁺¹⁹	-1,285·10 ⁺²²
Ethanol	950 & 300	0,044	-55,7	-12900000	-6,49·10 ⁺¹⁹	-2,58·10 ⁺¹⁹
1-Butanol	950 & 300	0,127	-99,38	-51840000	3,4224·10 ⁺²⁰	-1,5134·10 ⁺²³
Wasser	950 & 300	0,02222	-26,38	-16750000	3,894·10 ⁺¹⁹	-3,133·10 ⁺²¹

B.12 Tabellarische Übersicht über Teststoffsysteme

Tabelle 9-11: Eingegrenzte Auswahl weitsiedender Gemische (wässrig und nicht-wässrig) sowie idealer und viskoser Stoffsysteme

Parameter Position	Gemischtyp	Gemisch Komponenten	Abkürzung	Siedepunktdifferenzen Δb_p	Trennfaktor α (1 bar abs)	Azeotrope	Analytik	Viskosität η , mPas
0	"ideal - nicht wässrig"	Cyclohexan/n-heptan	C6/C7	K	1,7	-	-	-
1	"ideal - nicht wässrig"	Chlorbenzol/Ethylbenzol	C6/EB	3,8	0,91	-	Dichte oder GC	C6: 0,8 EB: 0,7
2	"viskos"	2-methyl-2-butanol/ 2-methyl-1-propanol	MB/MP	5,4	0,82	-	GC FID	MB: 4,6 MP: 4,2
3	"weitsiedend - wässrig"	Methanol/Wasser	MeOH/H ₂ O	35,3	3,78	-	Dichte (oder GC WLD)	H ₂ O
4	"weitsiedend - wässrig"	Ethanol/Wasser	EtOH/H ₂ O	22	1,85	-	Dichte (oder GC WLD)	-
5	"weitsiedend - wässrig"	1-Methoxy-2-propanol/Wasser	MetProp/Wasser	18	1,88	Racemat und Azeotrop	Dichte (oder GC WLD)	-
6	"weitsiedend - wässrig"	Propylglycol/Wasser	Wasser/PropGlyc	51	0,18	Glycolmonalkylether verhalten sich inert gegenüber Leichtmetallen wie Aluminium oder Magnesium. Am Siedepunkt ist jedoch eine langsame oberflächliche Korrosion zu beobachten [8]	Dichte (oder GC WLD)	-
7	"weitsiedend - wässrig"	Aceton/H ₂ O	Ac/H ₂ O	45	5,11	-	-	-
8	"weitsiedend - nicht wässrig"	Ethanol/Butanol	EtOH/BuOH	40	4,56	-	Dichte (oder GC WLD)	-
9	"weitsiedend - nicht wässrig"	Ethanol/Pentanol	EtOH/PentOH	60	9,5	-	Dichte (oder GC WLD)	-
10	"weitsiedend - nicht wässrig"	Hexan/Oktan	Hex/Okt	56	5,55	-	Dichte (oder GC WLD)	H ₂ O
11	"weitsiedend - nicht wässrig"	Hexan/Nonan	Hex/Non	82	12,46	-	Dichte (oder GC WLD)	EtOH: 1,79 HexOH: 5,3
12	"weitsiedend - nicht wässrig"	Ethanol/Hexanol	EtOH/HexOH	79	19,92	-	Dichte (oder GC WLD)	-

Tabelle 9-12: Übersicht über Teststoffsysteme mit idealen, viskosen, wässrigen, weit- und engsiedenden Systemeigenschaften sowie Prozessparametern, Gefahrenhinweisen und Preisen

Stoff (Gemisch-System)	System					Prozessparameter			
	Ideal (Benchmarksysteme m)	Viskos	Wässrig + Weitsiedend	Weitsiedend	Trennfaktor α_j (0,2 bar abs.)	Trennfaktor α_j (1 bar abs.)	Siedetemp. 0,2 bar abs.	Siedetemp. 1 bar abs.	Siedetemp.-Differenz
Chlorbenzol (CB/EB)	X	(X) + Polybutadien PBD)			1.12267643	1.102228	81,4	131,9	50,5
Ethylbenzol (CB/EB)	X	(X) + Polybutadien PBD)					84,7	135,7	51
1,2-Dichlorbenzol (DCB/TCB)	x				2,48685	2.13738	124	179	55
1,2,4-Trichlorbenzol (DCB/TCB)	x						124	213	89
Cis-Decahydronaphthalin (Cis-trans-Dekalin)	X			1,30764	1,212099943	135	196	61	
Trans-Decahydronaphthalin (Cis-trans-Dekalin)	X					127	187	60	
Ethanol (MeOH/EtOH)	X			197.163.080.875.151	1,693794713	42	78	36	
Methanol (MeOH/EtOH)	X					28,3	64,1	35,8	
Pyridine (Pyridine/ Wasser)	X			0,74	0,63	67,4	114,7	47,3	
Cyclopentanol CP/CH		X		0,747209071	0,822242788	97	140	43	
Cyclohexanol CP/CH		X				115	162	47	
2-methyl-2-butanol (MB/MP)		X				63	101,8	38,8	
2-methyl-1-propanol (MB/MP)		X				69,3	107,2	37,9	
Monoethylenglycol (MEG/H ₂ O)		X	X	71,64180082	33,24207357	149,6	196,6	47	
Ethanol/ Wasser (EtOH/H ₂ O)			X	3,044068961	2,758545299	42	78	36	
Propan-1,2,3-triol /Wasser (Glycerin/H ₂ O)		X	X	0,050281176	0,05121417	233,2	287,2	54	
Methanol/ (MeOH/H ₂ O)			X	4,993617285	3,974944484	28,3	64,1	35,8	
Wasser (...H ₂ O)			X			60,1	99,6	39,5	
Aceton (Aceton/Wasser)			X	0,065615779	1/8,06789108048911	15,5	55,7	40,2	
Butan-1-ol (Butan-1-ol/Wasser)			X + Azeotrope	1,379311012	1,228108493	78,1	117,3	39,2	
Hexan-1-ol (Hexan-1-ol/EtOH)			X	0,051	0,03	112,7	157,2	44,5	
Hexan-1-ol (Hexan-1-ol/Wasser)			X	0,217868239	0,293899932	112,7	157,2	44,5	
Heptan-1-ol (Heptan-1-ol/Wasser)			X	0,223326444	0,363061022	129,1	176,1	47	
Pentan-1-ol (Pentan-1-ol/Wasser)			X	0,436390945	0,57575093	95	138	43	
Propan-1-ol (Propanol/Wasser)			X + Azeotrope						
Butanon/Wasser			X + Azeotrope						
2-Methyl-2-Propanol/Wasser			X + Azeotrope						
Ethanol/Butanol				X	4,56			40	
Ethanol/ Pentanol				X	9,5			60	
Hexan/Oktan				X	5,55			56	
Hexan/Nonan				X	12,46			82	
Ethanol/ Hexanol				X	19,92			79	

[illegible]

C Vergleich der Stofftransportmodellierung

C.1 DOP (Del Carlo et al., 2006)

Im Jahr 2006 wurde von Del Carlo, Olujić und Paglianti (Del Carlo et al., 2006) eine Erweiterung des DELFT-Modells für Destillationsprozesse vorgestellt. Die zentralen Weiterentwicklungen bestehen darin, dass im Gegensatz zum zuvor vorgestellten DELFT-Modellen für die Modellierung keine experimentellen Daten zur Bestimmung des Hold-up benötigt werden und dass im Vergleich zum zuerst publizierten DELFT-Modell (Olujić et al., 1999) nicht zwischen laminarem und turbulentem Stoffübergang der Gasphase unterschieden wird.

Stofftransport

Die effektive benetzte Phasengrenzfläche wird nach Gl. (9-22) unter Verwendung des hydraulischen Durchmessers des Packungskanals d_h bestimmt.

$$a_{\text{eff}} = a_{pa} \left(\frac{d_h \cdot \sin \alpha}{4 \cdot \epsilon} \right) \cdot h_L^{1,5} \cdot \left(\frac{\rho_L \cdot g}{3 \cdot \eta_L \cdot u_{Ls}} \right)^{0,5} \quad \text{mit } d_h = \frac{4 \cdot \epsilon}{a_{pa}} \quad (9-22)$$

Für den gaseitigen Stofftransportkoeffizient (9-23) wird die Sheerwoodzahl mithilfe der dimensionslosen Schmidt-Zahl und die relative Reynolds-Zahl (9-24) basierend auf der relativen effektiven Geschwindigkeit zwischen den beiden Phasen berechnet (9-25).

$$k_G = \frac{Sh_G \cdot D_{12,G}}{d_h} \quad (9-23)$$

$$Sh_G = 0,054 \cdot Re_{G,\text{eff}}^{0,8} \cdot Sc_G^{0,33} \quad (9-24)$$

$$u_{\text{rel}} = u_{Ge} \cdot u_{Le} = \frac{u_{Gs}}{(1 - h_L) \cdot \sin(\alpha_{\text{eff}})} \cdot \frac{u_{Ls}}{\epsilon \cdot h_L \cdot \sin(\alpha_{\text{eff}})} \quad (9-25)$$

Die relative effektive Geschwindigkeit u_{rel} wird mithilfe der effektiven Fluidgeschwindigkeiten (u_{Ge} , u_{Le}) aus den Leerrohrgeschwindigkeiten ermittelt. Dies ist notwendig, da der Strömungsweg durch die Dreieckskanäle und den Neigungswinkel α (s. 2.2.2) verlängert wird. Diese Verlängerung des Strömungsweges erhöht die Gasgeschwindigkeit und führt zu größeren Turbulenzen (Bradt Möller, 2017).

Eine Erhöhung des Strömungsweges des Flüssigfilms ($>$ Faktor 2) führt zu einem fast halbierten k_L -Wert, einem entsprechend erhöhten HTU_L -Wert, einem deutlich erhöhten Stofftransportwiderstand der flüssigen Phase (Liquid phase resistance - LRF) und einer verringerten Effizienz ($HETP$ steigt um ca. 5 % ... 12 %). (Ž. Olujić, 2019)

Im DOP- und im DELFT-Modell wird nach Gl. (9-26) die Länge des Strömungsweges durch den effektiven Fließwinkel der Flüssigkeit α_{eff} bestimmt, welcher dem Winkel der steilsten möglichen Falllinie entspricht.

$$\alpha_{\text{eff}} = \arctan \left[\frac{\cos(90 - \alpha)}{\sin(90 - \alpha) \cdot \cos\left(\arctan\left(\frac{b}{2 \cdot h}\right)\right)} \right] \quad (9-26)$$

Für den flüssigkeitsseitigen Stoffübergangskoeffizienten k_L wird zunächst die Filmdicke δ bestimmt.

$$= \left(\frac{3 \cdot \eta_L \cdot u_{LS}}{\rho_L \cdot g \cdot h_L \cdot (\sin(\alpha_{eff}))^2} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (9-27)$$

Zur Berechnung der Sherwood-Zahl sind dann die folgenden dimensionslosen Kennzahlen zu bestimmen. Die Bestimmung des flüssigkeitsseitigen Stoffübergangskoeffizienten erfolgt schließlich mit der Gl. (9-33).

$$Re_L = \frac{\rho_L \cdot (4 \cdot \delta) \cdot \left(\frac{u_{LS}}{h_L \cdot \sin(\alpha_{eff})} \right)}{\eta_L} \quad (9-28)$$

$$Sc_L = \frac{\eta_L}{\rho_L \cdot D_L} \quad (9-29)$$

$$Ka = \frac{\sigma^3 \cdot \rho_L}{\eta_L^4 \cdot g} \quad (9-30)$$

$$Gz = \frac{Re \cdot Sc_L \cdot \delta \cdot \sin(\alpha_{eff})}{h_{Pe}} \quad (9-31)$$

$$Sh_L = \frac{16,43 \cdot Gz^{0,915}}{Ka^{0,09}} \quad (9-32)$$

$$k_L = \frac{Sh_L \cdot D_{12,L}}{4 \cdot \sigma} \quad (9-33)$$

Fluiddynamik

Die Modellierung des Hold-up der Flüssigkeit erfolgt nach den Gleichungen (9-34), (9-35), (9-36) unter Verwendung der Flüssigkeitsleerrohrgeschwindigkeit u_{LS} (superficial liquid velocity) und gilt nur für Mellapak-Packungen. Aufgrund der ähnlichen Geometrie der in dieser Arbeit verwendeten Packung kann dieses Modell wie folgt angewendet werden.

$$h_L = c_1 \cdot a_p^{0,83} (3600 \cdot u_{LS})^{c_2} \left(\frac{\eta_L}{\eta_{L,0}} \right)^{0,25} \quad \text{mit } \eta_{L,0, \text{Wasser}} (20^\circ \text{C}) = 1,00 \cdot 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{s} \quad (9-34)$$

$$c_1 = 0,0169, c_2 = 0,37 \quad \text{für } u_{LS} < 0,011 \frac{\text{m}}{\text{s}} \quad (9-35)$$

$$c_1 = 0,0075, c_2 = 0,59 \quad \text{für } u_{LS} > 0,011 \frac{\text{m}}{\text{s}} \quad (9-36)$$

C.2 DELFT (Olujć, 2014)

Der Stoffübergangskoeffizient der Gasphase setzt sich aus einem laminaren und einem turbulenten Anteil zusammen, dessen Verteilung abhängig von der Sherwood-Zahl ist (Olujć et al., 1999).

Diese Daten dienen der Validierung von Vorhersagemodellen, wobei beobachtet wurde, dass bei hohen Werten der Steigung der Gleichgewichtslinie der Anteil des Widerstands der flüssigen Phase am Gesamtwiderstand den des Dampfes übertreffen kann (Olujć, 2014).

Stofftransport

Die Berechnung der laminaren und turbulenten Sherwood-Zahlen ist in den Gl. (9-37) und Gl. (9-38) angegeben und hängt wiederum von den folgenden zwei dimensionslosen Kennzahlen ab.

$$Sh_{G,lam} = 0,664 \cdot Sc_G^{\frac{1}{3}} \sqrt{Re_{Gvr} \cdot \frac{d_{hG}}{l_{G,pe}}} \quad (9-37)$$

$$Sh_{G,turb} = \frac{Re_{Gvr} \cdot Sc_G \cdot \frac{\xi_{GL} \cdot \varphi}{8}}{1 + \sqrt{\frac{\xi_{GL} \cdot \varphi}{8} (Sc_G^{\frac{2}{3}} - 1)}} \left[1 + \left(\frac{d_{hG}}{l_{G,pe}} \right)^{\frac{2}{3}} \right] \quad (9-38)$$

Der hydraulische Durchmesser eines Gasströmungskanal d_{hG} wird nach Gl. (9-39) im Unterschied zum DELFT 2006 Modell unter Verwendung der Filmdicke δ nach Gl. (9-27) bestimmt.

$$d_{hG} = \frac{\frac{(b \cdot h - 2 \cdot \delta \cdot s)^2}{b \cdot h}}{\left[\left(\frac{b \cdot h - 2 \cdot \delta \cdot s}{2 \cdot h} \right)^2 + \left(\frac{b \cdot h - 2 \cdot \delta \cdot s}{b} \right)^2 \right]^{0,5} + \frac{b \cdot h - 2 \cdot \delta \cdot s}{2 \cdot h}} \quad (9-39)$$

Die Schmidt-Zahl der Gasphase Sc_G ist nach Gl. (9-40) definiert und wird zur Beschreibung des Verhältnisses von diffusivem Impulstransport zu diffusivem Stofftransport verwendet.

$$Sc_G = \frac{\eta_G}{\rho_G \cdot D_{12,G}} \quad (9-40)$$

Die relative Reynolds-Zahl Re_{Gvr} berücksichtigt das Verhältnis zwischen den Relativgeschwindigkeiten von Gas- und Flüssigkeitsphase und den aus der Viskosität der Gasphase resultierenden Zähigkeitskräften. Da die Fluide durch die Packungsbleche umgelenkt werden, müssen die effektiven Fluidgeschwindigkeiten aus den Leerrohrgeschwindigkeiten ermittelt werden (s. Gl. (9-25)).

$$Re_{Gvr} = \frac{\rho_G \cdot (u_{Le} + u_{Ge}) \cdot d_{hG}}{\mu_G} \quad (9-41)$$

Die Sherwood-Zahl unter turbulenten Regime greift auf die maximale Gas-Strömungslänge durch einen Dreieckskanal $l_{G,pe}$ (9-43) und auf den Reibungskoeffizienten ξ_{GL} (9-45) der Packungsoberfläche sowie den Anteil der flüssigkeitsbenetzten Querschnittsfläche in jedem Packungskanal φ (9-42) zurück.

$$\varphi = \frac{2 \cdot s}{b + 2 \cdot s} \quad (9-42)$$

Nach (Olujć et al., 2012) wurde φ eingeführt, um einen potenziell verbesserten Stoffübergang aufgrund von Gas/Gas-Wechselwirkungen in sich kreuzenden Strömungskanälen zu berücksichtigen. Ohne Berücksichtigung der spezifischen Packungsgröße ergibt sich $\varphi \approx 0,59$ für Faltungswinkel der Bleche von ca. 90 ° (Olujć et al., 2012).

Für die Bestimmung der Trennleistung von Hochleistungspackungen unter Verwendung des engsiedenden Testsystems $\alpha_{1,2} < 1,3$ Chlorbenzol/Ethylbenzol (CB/EB) setzten Olujć et al. (2012) den Faktor φ aufgrund einer Unterschätzung der Trennleistung auf den Wert $\varphi = 1$. Dies führte zu einem Anstieg des Dampfseitigen Stoffübergangskoeffizienten k_G um 70 %. Infolgedessen empfahlen Olujć et al. (2012), $\varphi = 1$ zu setzen, um die Übereinstimmung zwischen experimenteller und vorhergesagter Trennleistung in solchen Fällen zu verbessern. Im Rahmen dieser Arbeit werden jedoch weitsiedendere Gemische mit

relativen Flüchtigkeiten von $\alpha_{1,2} > 1,7$ und keine Hochleistungspackungen eingesetzt werden, gilt es den Anpassungsvorschlag von Olujić (2012) von $\varphi = 100\%$ gegenüber $\varphi = 59\%$ zu untersuchen. Damit wird die Vergleichbarkeit der Trennleistungsbestimmung mit anderen Quellen (Bradt Möller, 2017; Gutperl, 2026; Olujić, 2014; Olujić et al., 2012) gewährleistet.

$$l_{G,pe} = \frac{d_{pa}}{\cos(\alpha)} \quad (9-43)$$

Die charakteristische Weglänge für die Gasströmung $l_{G,pe}$ berechnet sich trigonometrisch nach $l_{G,pe} = h_{pe} / \cos(\alpha)$ mit der Höhe des Packungselements h_{pe} und dem Neigungswinkel der Dreieckskanäle (Olujić, 2014). Für die in diesem Umfang untersuchten kleinen Kolonnenmaßstäben mit geringeren Packungskerndurchmessern als Packungselementhöhen ($d_{pe} < h_{pe}$) wird analog zu anderen Messungen im DN50 Maßstab (Bradt Möller, 2017; Gutperl, 2026) mit ($d_{pe} < h_{pe}$) der Packungskerndurchmesser d_{pe} zur Berechnung der charakteristischen maximalen Weglänge verwendet (9-43). Der Grund dafür ist, dass die Länge eines Strömungskanals stärker durch d_{pe} als durch h_{pe} begrenzt wird. Die Kanäle der untersuchten Packungen im Rahmen dieser Arbeit sind im Mittel kürzer, weil die äußeren Blechlagen schmaler als d_{pe} sind. Durch diese Änderung der originalen Modellberechnung wird die Stofftransportmodellierung durchmesserabhängig.

Ebenfalls durchmesserabhängig ist der Anteil der Gaskanäle, die an der Kolonnenwand enden somit zu unterschiedlich häufigen Umlenkungen führen. Dies wird mit dem Widerstandsbeiwert Ψ berücksichtigt. Dieser Einfluss wird im Modell DELFT (Olujić, 2014) nicht in die Berechnung des Stoffübergangs, sondern nur bei der Berechnung des Druckverlustes berücksichtigt. Dieser wird im Rahmen dieser Ausarbeitung nicht verwendet, da auf gemessene Druckverluste zurückgegriffen wird.

$$\Psi = \frac{2 \cdot h_{pe}}{\pi \cdot d_i^2 \cdot \tan(\alpha)} \cdot \left(d_i^2 - \frac{h_{pe}^2}{\tan^2(\alpha)} \right) + \frac{2}{\pi} \arcsin \left(\frac{h_{pe}}{d_i \cdot \tan(\alpha)} \right) \quad (9-44)$$

Der Reibungskoeffizienten ξ_{GL} wird bei der Druckverlust- und Sherwood-Zahl-Berechnung eingesetzt. Die Berechnung erfolgt mit der Colebrook-White-Gleichung, die empirisch für turbulente Strömungen in rauen Rohren entwickelt wurde (Colebrook und White, 1937).

$$\xi_{GL} = \left\{ -2 \cdot \log \left[\frac{\frac{\delta}{d_{hG}}}{3,7} - \frac{5,02}{\text{Re}_{Grv}} \log \left(\frac{\frac{\delta}{d_{hG}}}{3,7} + \frac{14,5}{\text{Re}_{Grv}} \right) \right] \right\}^{-2} \quad (9-45)$$

Der Stoffübergangskoeffizient in der Flüssigphase k_L wird in dieser Arbeit nach der aktuellsten veröffentlichten Korrelation (9-46) berechnet (Olujić, 2014). Diese greift im Nenner anstatt auf hydraulische Durchmesser eines Gasströmungskanals d_{hG} (Olujić et al., 2004), auf den Hold-up h_L zurück. Außerdem wird die Flüssigkeitsleerrohrgeschwindigkeit u_{LS} anstelle der effektiven Geschwindigkeit u_{Le} verwendet. Diese Anpassungen führen zu einer größeren resultierenden Fließlänge des Flüssigkeitsfilms, die bei der ursprünglichen Korrelation mit dem hydraulischen Durchmesser möglicherweise unterschätzt wurde.

$$k_L = \frac{D_{12,L} \cdot u_{LS}}{\sqrt{\pi \cdot \varepsilon \cdot h_L \cdot s}} = \sqrt{\frac{D_{12,L} \cdot u_{LS}}{\pi \cdot \varepsilon \cdot h_L \cdot \sin(\alpha_{eff}) * \left(\frac{s}{\sin(\alpha_{eff})} \right)}} \quad (9-46)$$

Der Stoffübergangskoeffizient in der Gasphase k_G wird gemäß Gleichung (9-47) geometrisch gemittelt aus einem laminaren und turbulenten Anteil (9-48) berechnet. Die Berechnungsmethode zur Schätzung des Dampfphasendiffusionskoeffizienten $D_{12,G}$ ist in Anhang B.5 dokumentiert.

$$k_G = \sqrt{k_{G,lam}^2 + k_{G,turb}^2} \quad (9-47)$$

$$k_{G,lam} = \frac{Sh_{G,lam} \cdot D_{12,G}}{d_{hG}} ; k_{G,turb} = \frac{Sh_{G,turb} \cdot D_{12,G}}{d_{hG}} \quad (9-48)$$

Fluidodynamik

Die Bestimmung des Flüssigkeits-Hold-up $h_{L,load}$ (9-49) wurde abweichend von (Olujić et al., 2004) um den Einfluss der Gasströmung auf die Flüssigkeitsströmung nach (Olujić et al., 2007) erweitert. Hierzu werden experimentelle Daten für den spezifischen Druckverlust $\Delta p/\Delta z$ in $\text{Pa} \cdot \text{m}^{-1}$ verwendet (9-50).

$$h_{L,preload} = a_{pa} \cdot \left(\frac{3 \cdot u_{LS} \cdot \eta_L}{a_{pa} \cdot \rho_L \cdot g \cdot \sin(\alpha_{eff})} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (9-49)$$

$$h_{L,load} = h_{L,preload} + 0,2 \cdot \left(1 + 150 \cdot \left(\frac{\Delta p}{\rho_L \cdot g} \right)^2 \right) \cdot \left(\frac{u_{LS}^2 \cdot a_{pa}}{g \cdot \sin(\alpha_{eff})} \right)^{0,25} \quad (9-50)$$

Zur Berechnung der benetzten effektiven Packungsoberfläche a_{eff} wird das Onda-Modell (Onda et al., 1968) mit mehreren Korrekturtermen für Packungen mit großer spezifischer Oberfläche modifiziert. Die kritische Oberflächenspannung σ_c ab dessen Wert der Flüssigkeitsfilm auf der Packung aufreißt wurde auf $\sigma_c = 0,075 \text{ mN} \cdot \text{m}^{-1}$ gesetzt (Onda et al., 1968). Es ist kritisch zu hinterfragen, ob dieser konstant angenommene Wert für σ_c für Gemische mit abweichenden Oberflächenspannungen und Benetzungsverhalten (s. 2.5.2), wie z.B. bei wässrigen Gemischen, sinnvoll ist.

$$a_{eff,Onda} = (1 - \Omega) \cdot a_{pa} \cdot \left\{ 1 - \exp \left[-1,45 \cdot \left(\frac{\sigma_c}{\sigma} \right)^{0,75} \cdot Re_{LS}^{0,1} \cdot Fr_{LS}^{-0,05} \cdot We_{LS}^{0,2} \right] \right\} \quad (9-51)$$

Die verwendeten dimensionslosen Kennzahlen sind wie folgt definiert:

$$Re_{LS} = \frac{u_{LS} \cdot \rho_L}{a_p \cdot \eta_L} ; We_{LS} = \frac{u_{LS}^2 \cdot \rho_L}{a_p \cdot \sigma} ; Fr_{LS} = \frac{u_{LS}^2 \cdot a_{pa}}{g} \quad (9-52)$$

$$a_{eff,Delft} = a_{eff,Onda} \cdot \left(\frac{\sin 45^\circ}{\sin(\alpha_{eff})} \right)^n \quad (9-53)$$

$$n = \left(1 - \frac{a_{pa}}{250} \right) \left(1 - \frac{\alpha_{eff}}{45^\circ} \right) + \ln \left(\frac{a_{eff,Onda}}{250} \right) + \left(0,49 - \sqrt{\frac{1,013}{p_{ges}}} \right) \left(1,2 - \frac{\alpha_{eff}}{45^\circ} \right) \quad (9-54)$$

Für Packungselemente mit Perforation, die den überwiegenden Teil der in der Literatur veröffentlichten Daten darstellen, überschätzt Gleichung (9-51) die effektive Oberfläche. Zur Berücksichtigung des Anteils der Packungsoberfläche, der durch Perforationslöcher entsteht, wird Ω als Korrektur eingeführt. In dieser Arbeit wird für die perforierten Packungen $\Omega = 0$, während für perforierte Packungen $\Omega = 0,1$ empfohlen wird (Olujić et al., 2004).

Basierend auf dem Gesamtwiderstand für den Stoffaustausch aus den Gleichungen (2-13) und (2-14) kann im Falle eines vollständigen Rücklaufs der Anteil des flüssigkeitsseitigen Seitenwiderstandes LRF (liquid resistance fraction) mit Gl. (9-55) ausgedrückt werden.

$$LRF = \frac{m \cdot HTU_L}{HTU_G + m \cdot HTU_L} = \frac{m \cdot \frac{k_G}{k_L} \cdot \frac{u_{Ls}}{u_{Gs}}}{1 + m \cdot \frac{k_G}{k_L} \cdot \frac{u_{Ls}}{u_{Gs}}} = \frac{m \cdot \frac{k_G}{k_L} \cdot \frac{\rho_G}{\rho_L}}{1 + m \cdot \frac{k_G}{k_L} \cdot \frac{\rho_G}{\rho_L}} \quad (9-55)$$

Aus Gl. (9-55) wird ersichtlich, dass LRF mit steigendem m und ρ_G/ρ_L , k_G/k_L zunimmt. Für eng siedende Testgemische ($\alpha_{1,2} < 1,2$) mit $m \approx 1$ steigt ρ_G/ρ_L mit zunehmendem Druck (Olujić, 2014).

C.3 SRP Bravo, Rocha und Fair (Fair et al., 2000)

Stofftransport

Der Stoffübergangskoeffizient der Flüssigphase wird analog zum Modell von DELFT nach Gleichung (9-47) berechnet. Der Stoffübergangskoeffizient der Gasphase wird nach Gleichung (9-56) bestimmt. Die effektiven Fluidgeschwindigkeiten u_{Ge} und u_{Le} werden analog zum DELFT-Modell nach Gleichung (9-25) berechnet, jedoch mit dem Neigungswinkel α anstelle des effektiven Fließwinkels α_{eff} .

$$k_G = 0,054 \cdot \left(\frac{\rho_G \cdot (u_{Ge} + u_{Le}) \cdot s}{\eta_g} \right)^{0,8} \cdot \left(\frac{\eta_g}{D_{G,12} \cdot \rho_G} \right)^{0,333} \cdot \left(\frac{D_{G,12}}{s} \right) \quad (9-56)$$

Die Berechnung des Stoffübergangskoeffizienten der Flüssigphase nach Gl. (9-57) stammt aus einer Vorgängerversion (Rocha et al., 1996) des SRP-Modells und wurde in das DELFT-Modell 2004 mit der Änderung der charakteristischen Länge $d_{h,G}$ anstatt s übernommen (Olujić et al., 2004). Da $s \approx d_{h,G}$ gilt, ist $k_{L,SRP}$ folglich um 30 % kleiner als $k_{L,DELFT2004}$ (Bradtmöller, 2017). Nach (Tsai et al., 2010) soll das SRP-Modell für wässrige Gemische weniger gut geeignet sein (Stichlmair et al., 2021).

$$k_L = 2 \cdot \sqrt{\frac{D_{12,G} \cdot u_{Le}}{\pi \cdot 0,9 \cdot s}} \quad (9-57)$$

Fluidodynamik

Im SRP-Modell wird das Packungsbett als eine Reihe paralleler, geneigter Fallfilmkolonnen betrachtet. Die Auslegungsparameter der Packung werden durch empirische Koeffizienten und Reibungskoeffizienten für den trockenen Druckverlust berücksichtigt. Die im folgenden Abschnitt behandelten Gleichungen stammen aus (Fair et al., 2000) und dienen der Beschreibung strukturierter Packungen.

$$h_L = \left(\frac{4 \cdot F_t}{s} \right)^{\frac{2}{3}} \cdot \left(\frac{3 \cdot \mu \cdot u_{Ls}}{\rho_L \cdot \varepsilon \cdot g_{eff} \cdot \sin \alpha} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (9-58)$$

Der gesamte Hold-up wird wie auch im DELFT-Modell durch die Filmdicke nach Nusselt beschrieben, wobei in diesem Modell ebenfalls die unvollständige Benetzung der Packung durch den Faktor F_t (Gl. (9-59)) berücksichtigt wird. Für die Berechnung von F_t wird die effektive Schwerkraft g_{eff} benötigt, für deren Berechnung experimentelle Daten für den spezifischen Druckverlust und den spezifischen Druckverlust

beim Fluten erforderlich sind. Für den Kontaktwinkel der Flüssigkeit auf der Packung wurde $\cos(\theta) = 0,9$ angenommen (Bradt Möller et al., 2017).

$$F_t = \frac{29,12 \cdot (We_{LS} \cdot Fr_{LS})^{0,15} \cdot S^{0,359}}{Re_{LS}^{0,2} \cdot \epsilon^{0,6} \cdot (1 - 0,93 \cdot \cos(\theta)) \cdot (\sin \alpha)^{0,3}} \quad (9-59)$$

$$g_{eff} = \frac{g \cdot (\rho_L - \rho_G)}{\rho_L} \left(1 - \frac{\left(\frac{\Delta p}{\Delta z} \right)_{preload}}{\left(\frac{\Delta p}{\Delta z} \right)_{flood}} \right) \quad (9-60)$$

Die Berechnung der effektiv benetzten Oberfläche erfolgt nach Gleichung (9-61). Zusätzlich zum Benetzungsfaktor F_t wird der „surface enhancement factor“ F_{se} verwendet, der als Anpassung an die Phasengrenzfläche dient und 0,35 beträgt (Fair et al., 2000).

$$a_{eff} = a_p \cdot F_t \cdot F_{se} \quad (9-61)$$

Die für die Berechnung der dimensionslosen Kennzahlen wird im SRP-Modell ebenfalls die Leerrohrgeschwindigkeit der Flüssigkeit verwendet. Im Unterschied zu den anderen Modellen wird aber als charakteristische Länge die Länge der Packungswellenseite s angewendet.

$$Re_{LS} = \frac{\rho_L \cdot u_{LS} \cdot s}{\eta_L}; We_{LS} = \frac{(\rho_L \cdot u_{LS}^2 \cdot s)}{\sigma}; Fr_{LS} = \frac{u_{LS}^2}{s \cdot g} \quad (9-62)$$

C.4 Hanley & Chen (Hanley und Chen, 2012)

$$\frac{a_{eff}}{a_{pa}} = 0,539 Re_G^{0,145} \cdot Re_L^{-0,153} \cdot We_L^{0,2} \cdot Fr_L^{-0,2} \cdot \left(\frac{\rho_v}{\rho_L} \right)^{-0,033} \cdot \left(\frac{\mu_v}{\mu_L} \right)^{0,090} \cdot \left(\frac{\cos \alpha}{\cos \frac{\pi}{4}} \right)^{4,708} \quad (9-63)$$

Die Stoffübergangskoeffizienten berechnen sich mit den Gleichungen (9-64), (9-65) unter Verwendung des hydraulischen Durchmessers $d_h = 4 \cdot \epsilon \cdot a_{pa}^{-1}$.

$$k_L = 0,33 \cdot Re_{LS} \cdot Sc_{LS}^{\frac{1}{3}} \cdot \left(\frac{D_{12,L}}{d_h} \right) \quad (9-64)$$

$$k_G = 0,0084 \cdot Re_{GS} \cdot Sc_{GS}^{\frac{1}{3}} \cdot \left(\frac{D_{12,G}}{d_h} \right) \quad (9-65)$$

Die verwendeten dimensionslosen Kennzahlen, sind nach Gl. (9-66) definiert und werden, wie bei allen anderen in dieser Arbeit verwendeten Modellen, mit den Leerrohrgeschwindigkeiten berechnet.

$$Re_{LS} = \frac{d_h \cdot u_{LS} \cdot \rho_L}{\eta_L}; Re_{GS} = \frac{d_h \cdot u_{GS} \cdot \rho_G}{\eta_G}; We_{LS} = \frac{d_h \cdot u_{LS}^2 \cdot \rho_L}{\sigma}; Fr_{LS} = \frac{u_{LS}^2}{d_h \cdot g} \quad (9-66)$$

C.5 Wilfert & Hanley (Wilfert und Hanley, 2023)

Die ermittelten Berechnungsvorschriften der effektiven Phasengrenzfläche a_{eff} s. Gl. (9-67), der Sherwood-Zahl sind in Gl. (9-68) und (9-69) mit gefitteten Korrelationsparametern aufgeführt.

$$a_{eff} = 0,6315 \cdot Re_{GS}^{0,0169} \cdot We_{LS}^{0,169} \cdot Fr_{LS}^{-0,1093} \cdot a_{pa} \quad (9-67)$$

$$h_G = 0,0474 \cdot Re_{GS} \cdot Sc_G \cdot \left(\frac{\cos(\alpha)}{\cos(\pi/4)} \right)^{1,017} \quad (9-68)$$

$$Sh_L = 0,1672 \cdot Re_{LS}^{0,75} \cdot Sc_L^{0,75} \cdot \left(\frac{\cos(\alpha)}{\cos(\pi/4)} \right)^{0,538} \quad (9-69)$$

Es ist anerkannt, dass die effektive Phasengrenzfläche für Packungen mit geringer spezifischer Oberfläche im Allgemeinen zu hoch und für Packungen mit größerer geometrischer Oberfläche zu niedrig vorhergesagt wird. (Wilfert und Hanley, 2023) schlussfolgern, dass Gl. (9-70), die komplexe zugrundeliegende Physik im Zusammenhang mit Phasengrenzflächen und Oberflächenbenetzungsphänomenen nicht vollständig abbildet.

$$k_G = \frac{Sh_G \cdot D_{12,G}}{d_h} ; k_L = \frac{Sh_L \cdot D_{12,L}}{d_h} \quad (9-70)$$

Die Korrelation ist nach eigenen Angaben genauer als bisherige Modelle und kann für einen größeren Bereich von Betriebsbedingungen und Fluideigenschaften verwendet werden. Es ist darauf hinzuweisen, dass dieser Modellansatz im Vergleich zu den meisten anderen Modellen nicht explizit auf den Druckverlust und den damit zusammenhängenden Hold-up eingeht. Darüber hinaus ist anzumerken, dass die folgenden ermittelten Korrelationsgleichungen hinsichtlich ihrer Eignung zur Vorhersage der Leistung von Packungskolonnen sowohl für die CO₂-Abscheidung mit Amingaswäschen als auch für die für diese Arbeit relevanten Mellapak-Packungen in Y-Konfiguration mit einem Neigungswinkel von $\alpha = 45^\circ$ untersucht wurden. Überraschender Weise konnte bei isolierter Betrachtung von nur Y-Konfigurationstrennleistungen mit der Angabe der Trennleistung durch $HETP_Y \approx 106/a_{pa}$ mit einer relativ hohen Übereinstimmung mit der bekannten Schätzregel $HETP_Y \approx 100/a_{pa}$ von (Harrison und France, 1989) gefunden werden.

C.6 Billet und Schultes (Billet und Schultes, 1999)

Im Gegensatz zu den anderen Modellen greift das Billet und Schultes Modell (B&S) zur Bestimmung von a_{eff} und k_G, k_L nicht auf die Seitenlänge der Welle (s) (s. Abbildung 2.3, 2.2.2) sondern auf regressive packungsspezifische Modellkonstanten, C_V und C_L zurück. Daher sind die Anwendung des Modells und die Sensitivitätsergebnisse in Abhängigkeit von der verwendeten Regressionsdatenbank und notwendigerweise bereits untersuchten Packungen begrenzt. Es wird wie bei anderen Modellen die Leerrohrgeschwindigkeiten u_{LS} und u_{GS} verwendet. Die Stoffübergangskoeffizienten berechnen sich nach den Gleichungen (9-71) und (9-72) unter Verwendung des hydraulischen Durchmessers $d_h = 4 \cdot \varepsilon \cdot a_{pa}^{-1}$.

$$k_G = C_V \cdot \frac{1}{\sqrt{\varepsilon - h_L}} \cdot \frac{\sqrt[3]{a_{pa}}}{\sqrt{d_h}} \cdot D_{12,G} \cdot \left(\frac{u_{GS}}{a_{pa} \cdot v_G} \right)^{\frac{3}{4}} \cdot \left(\frac{v_G}{D_{12,G}} \right)^{\frac{1}{3}} \cdot \left(\frac{a_{eff}}{a_{pa}} \right) \quad (9-71)$$

$$k_L = C_L \cdot 12^{\frac{1}{6}} \cdot \sqrt{\frac{u_{LS}}{d_h}} \cdot \sqrt{\frac{D_{12,L}}{d_h}} \cdot a_{pa} \cdot \left(\frac{a_{eff}}{a_{pa}} \right) \quad (9-72)$$

Die Modellkonstanten sind $C_V = 0,398$ und $C_L = 1,417$ für die RMP-N bzw. Mellapak-ähnliche 500.Y sind dieselben wie für die äquivalente Raschig Pak 500.Y.

$$a_{eff} = 1,5 \cdot (a_{pa} \cdot d_h)^{-\frac{1}{2}} \cdot (Re_{LS})^{-\frac{1}{5}} \cdot (Fr_{LS})^{-0,45} \cdot (We_{LS})^{\frac{3}{4}} \quad (9-73)$$

Die dimensionslosen Kennzahlen sind analog zum H&C-Modell definiert (9-66). Der Hold-up wird bis zum Flutpunkt nach der Gl. (2-20) berechnet.

$$h_L = \left(12 \cdot \frac{1}{g} \cdot v_L \cdot u_{Ls} \cdot a_{pa}^2 \right)^{\frac{1}{3}} \text{ für } u_G \leq u_{Gs} \quad (9-74)$$

Das Billet und Schultes Modell führt als einziges Modell explizit einen Faktor zur Berücksichtigung der Oberflächenreduzierung des Marangoni-Effekts (s. 2.5.2) bei negativen Gemischen ein. Für die beiden in dieser Arbeit eingesetzten negativen Gemische C6/C7 und EtOH/ BuOH (s. 2.5.2) wird mit der Marangoni-Zahl (9-75) die reduzierte effektive Phasengrenzfläche (9-76) bestimmt.

$$Ma_L = \frac{d\sigma_L}{dx} \cdot \frac{(x - x^*)}{D_{1,2L} \cdot \eta_L \cdot a_{pa}} \cdot \frac{HTU_L}{HTU_{OL}} \quad (9-75)$$

$$(a_{eff}) \frac{d\sigma_L}{dx} < 0 = (a_{eff})_{GL2-71} \cdot (1 - 2,4 \cdot 10^{-4} \cdot \sqrt{|Ma_L|}) \quad (9-76)$$

Es ist bekannt, dass die Billet und Schultes-Korrelation für die in diesem Umfang untersuchten Flüssigkeitsbelastungen $w_{L,C6/C7} = 1 \dots 21,4 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$ die Mellapak 250.Y die effektive Phasengrenzfläche für organische Gemische im Vergleich zu anderen Modellen (DELFT, Brunnazzi, Shi und Mersmann, Valenz) am geringsten abschätzt. Zum Vergleich zu dem DELFT Modell bei $B = 10 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$ um 40 % geringer als das DELFT Modell.

Bei wässrigen Systemen wurden im Umfang dieser Arbeit Belastungen von $w_{L,EtOH/Wasser} = 0,72 \dots 9,6 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$ vermessen. In diesem Bereich schätzt das Billet und Schultes Modell 75 ... 70 % geringere effektive Oberflächen als das DELFT Modell.

Im Vergleich zum DELFT- oder Song Modell zeigte das Billet und Schultes Modell bei Untersuchungen zur Sensitivität auf Stoffeigenschaften bei erhöhter Viskosität keine reduzierte Trennleistung und schnitt damit weniger exakt ab (Starrantino et al., 2023).

Für das weitsiedende MeOH/Wasser-Gemisch prognostizierten Billet und Schultes einen Anstieg der $HETP$ um 15 % nach einer Erhöhung der Oberflächenspannung um 20 % und eine Abnahme der $HETP$ um 15 % nach einer Verringerung der Oberflächenspannung um 20 %. Werden die Modelle von Billet und Schultes ohne die Regeln der Oberflächenspannung verwendet, wären die Ergebnisse ähnlich wie bei Aspen und Song, aber sensitiver, da der Exponent der Oberflächenspannung im B&S-Modell größer ist. (Starrantino et al., 2023)

C.7 Song (Song et al., 2018, 2017)

Das Modell nach Song wurde mit dem Schwerpunkt entwickelt, erhöhte σ_L und damit verbundene reduzierte k_L abzubilden, wie sie z.B. in wässrigen Amingemischen bei der CO_2 -Gaswäsche sowie in Elektrolyt- oder Polymerlösungen auftreten. Auf der Grundlage der Daten von 20 strukturierten, Zufallsfüllkörper und strukturierten und hybriden Metall- und Kunststoffpackungen wurde ein Modell von k_L entwickelt. Es wurden Glycerin-Wasser Gemische mit 9 der 20 Packungen durchgeführt. Das entwickelte Modell für k_L basiert auf experimentell ermittelten $k_L \cdot a_{eff}$ und nicht aus modellierten a_{eff} .

Eine Besonderheit des Modells ist, dass die Oberflächenspannung im Experiment nicht signifikant variiert wurde und kein Einfluss auf k_L angenommen wird. Aus diesem Grund wurden oberflächenspannungsabhängige dimensionslose Kennzahlen wie We oder Ca bei der Regression zu (9-77) ausgeschlossen.

$$k_L = 0,12 \cdot u_L^{0,565} \cdot \left(\frac{\mu_L}{\rho_L} \right)^{-0,4} \cdot D_L^{0,5} \cdot g^{\frac{1}{6}} \cdot a_{pa}^{-0,065} \cdot \left(\frac{h_{pa}}{1,8} \right)^{-0,54} \quad (9-77)$$

$$k_G = 0,28 \cdot u_G^{0,62} \cdot \left(\frac{\mu_G}{\rho_G} \right)^{-0,12} \cdot D_G^{0,5} \cdot a_{pa}^{0,38} \cdot (\sin(2 \cdot \alpha))^{0,65} \quad (9-78)$$

Das Song-Modell ist relevant, da es eine exaktere Berücksichtigung von Wandeffecten und Packungshöhen ermöglicht, was für die Maßstabsübertragung wichtig ist. Allerdings wird die Gemischübertragung nicht abgebildet.

Da das Song-Modell auf der Penetrationstheorie basiert wird für die Beschreibung des Stoffübergangs in der Flüssigphase neben Re auch die Galileo-Zahl Ga verwendet (9-79)

$$Sh_{Ls} = 0,12 \cdot Re_{Ls}^{0,565} \cdot Sc_{Ls}^{0,5} \cdot Ga_{Ls}^{1/6} \cdot \left(\frac{h_{pa}}{1,8} \right)^{-0,54} \quad \text{mit } Ga_{Ls} = \frac{g \cdot d^3 \cdot \rho_G \cdot \rho_L^2}{\mu_L^2} \quad (9-79)$$

Der Fokus auf die Packungsgeometrie wird durch Beschreibung des Stoffübergangs in der flüssigen- und gasförmigen Phase mithilfe der expliziten Verwendung der Packungshöhe (9-80) deutlich. Dies stellt ein Alleinstellungsmerkmal dar.

$$Sh_G = 0,28 \cdot Sc_G^{0,5} \cdot Re_{GS}^{0,565} \cdot Ga_L^{1/6} \cdot \left(\frac{h_{pa}}{1,8} \right)^{-0,54} \quad (9-80)$$

Das Modell berücksichtigt erstmals explizit die anlagenspezifische Peripherie der Packung sowie Ein- und Auslauffeffekte, die als sogenannte Sekundäreffekte als spezifische Oberflächen a_{sek} eingehen. Diese umfassen die Trennoberflächen der Verteiler, der Kolonnenwand und durch internen Tropfenrückfluss (Tropfenkolonne) und werden zur effektiven Phasengrenzfläche addiert (2-21) (Song et al., 2018).

$$a_{e,Ges} = a_{eff,pa} + a_{sek} = a_{eff,pa} + a_{top} + a_{wand} + a_{up} \quad (9-81)$$

Song et al. geben an, dass im Vergleich zur Kolonnenmantelfläche die anderen genannten Sekundäreffekte oft vernachlässigbare spezifische Trennflächen liefern und daher $a_{sek} \approx a_{wand}$ gilt. Den Wandeinfluss a_{wand} auf $a_{eff,pa}$ quantifiziert Song et al. auf 5 % (DN50) ... 2 % (DN150).

C.8 Fit von $HETP_{Exp}$

Zum Fitten der $HETP_{Exp}$ nach dem GGW-Stufenansatz wurde der nicht-lineare Fit nach Boltzmann-Ansatz durchgeführt.

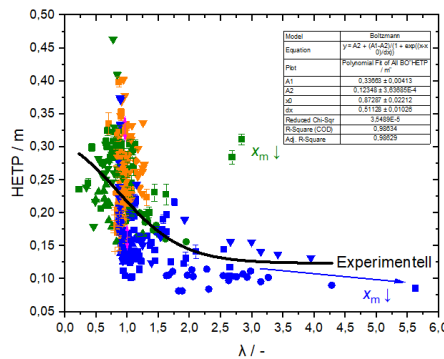


Abbildung 9.9: Fit durch alle $HETP_{Exp}$ nach Boltzmann-Ansatz

C.9 $HETP_{Mod}$ -Abhängigkeit von λ und S

Zum Fitten der $HETP_{Exp}$ nach dem GGW-Stufenansatz wurde der nicht-lineare Fit nach Boltzmann-Ansatz durchgeführt.

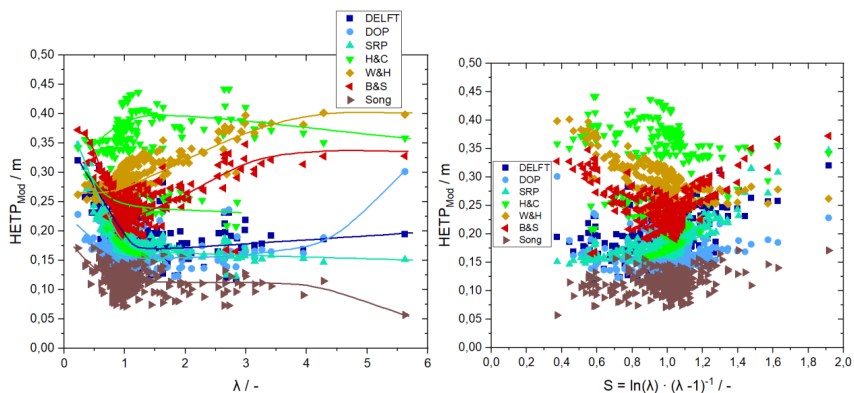


Abbildung 9.10: Nach Stoffübergangsmodellen berechnete $HTU_{OG,Mod}$ und Trendlinien der Verläufe von $HETP_{Mod}$ in Abhängigkeit von λ (links) und S (rechts)

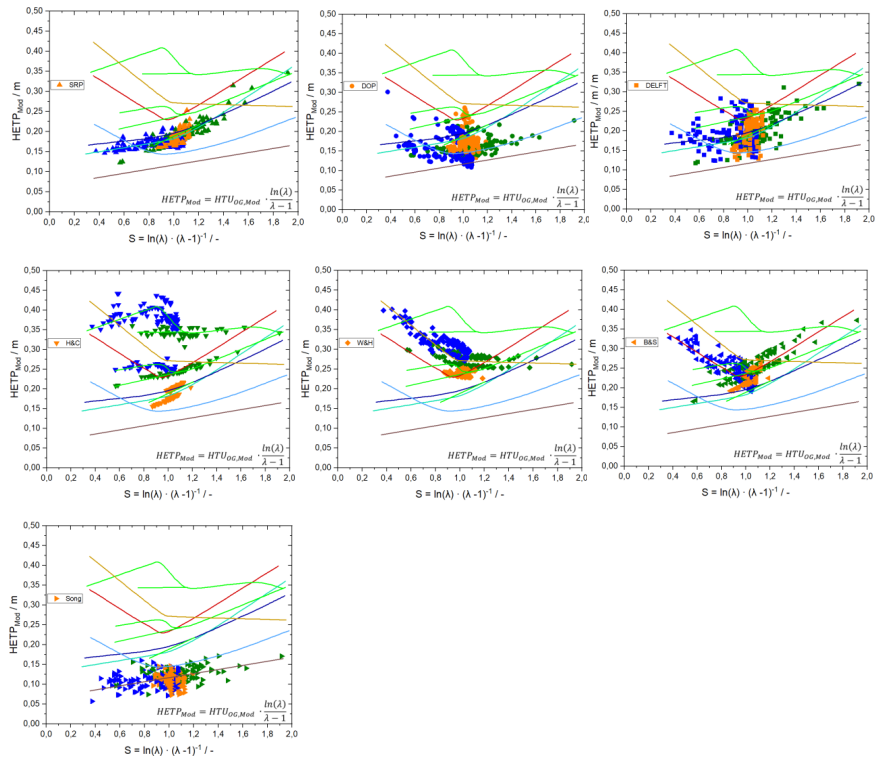


Abbildung 9.11: $HETP_{Mod}$ berechnet nach Stoffübergangsmodellen und Trendlinien der $HETP_{Mod}$ -Verläufe in Abhängigkeit und S nach Stoffgemisch und Modell

C.10 Maßstabsabhängige $\overline{MRD}$

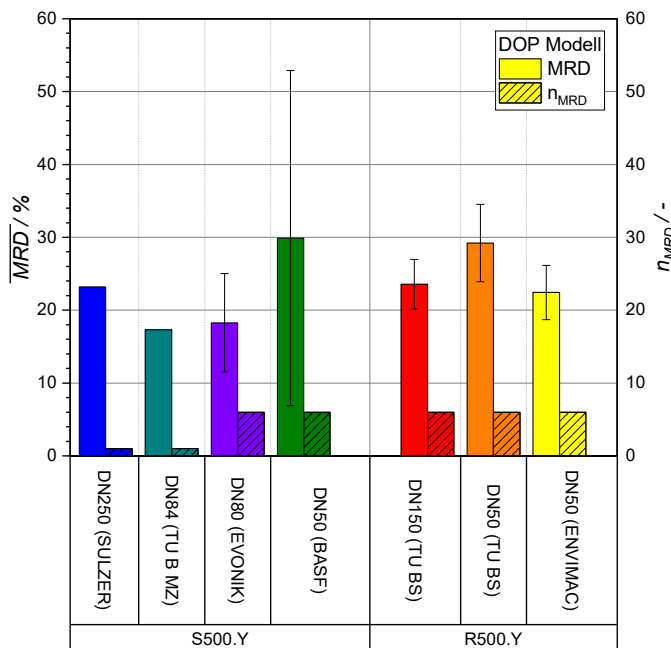


Abbildung 9.12: Maßstabsabhängige $\overline{MRD}$ nach dem DOP-Modell, gemittelt über n_{MRD} Gemische

C.11 Modell mit Korrekturfunktion zur Maßstabs- & Gemischübertragung

Nach dem Anwenden von quadratischen Regressionen auf die Kurvenverläufe von $HETP(F_G)$ (s. Abbildung 9.13) werden die resultierenden Koeffizienten mit einer weiteren kubischen bzw. quadratischen Regression angenähert. Trotz Bestimmtheitsgraden von $R^2 = 1$ in Abbildung 9.15 zwischen den vermessenen Durchmessern, treten gemischspezifische Fehler durch Abweichungen der Regressionskurve gegenüber den Koeffizienten auf.

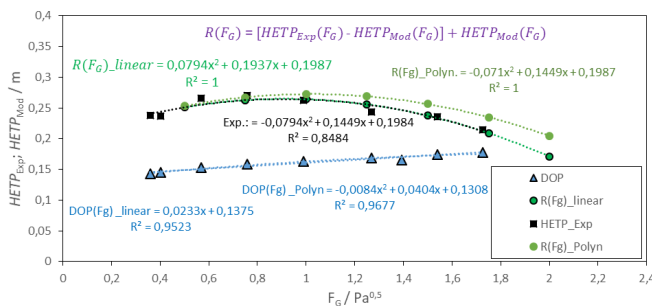


Abbildung 9.13: Korrekturfunktion $R(F_G)$ von $HETP_{Mod}(F_G)$ basierend auf dem DOP-Modell

Tabelle 9-13: Koeffizienten der polynomischen gemisch- und maßstabsspezifischen Korrekturfunktion

C6/C7 950 mbar				
d_i	$a \cdot F_G^2$	$b \cdot F_G$	c	R^2
50	-0,1071	0,2214	-0,0369	1
80	0,1067	-0,411	0,442	1
150	-0,2492	0,3775	-0,0309	1
250	0,0019	0,1228	0,0563	1
EtOH/BuOH 950 mbar				
d_i	$a \cdot F_G^2$	$b \cdot F_G$	c	R^2
50	-0,3756	0,231	-0,0611	1
80	-0,1254	0,18011	-0,3405	1
150	-0,1871	0,3941	-0,0751	1
EtOH/Wasser 950 mbar				
d_i	$a \cdot F_G^2$	$b \cdot F_G$	c	R^2
50	-0,006	0,0404	-0,1015	1
80	-0,04323	0,1363	-0,0834	1
150	0,0017	-0,006	-0,0176	1

Die systemspezifische Korrekturfunktion wird mithilfe der linearen Regression und den gemisch- und maßstabsspezifischen Korrekturfunktion (s. Tabelle 9-13) ermittelt. Dafür wird nach Gl. (9-82) die Summe der kleinsten Fehlerquadrate berechnet.

$$\begin{aligned}
 R(F_G, d_i)_{sys} = & \frac{\sum_{i=1}^n (d_i - \bar{d}_i) \cdot (a_i - \bar{a}_i)}{\sum_{i=1}^n (d_i - \bar{d}_i)^2} \cdot (F_G)^2 + \frac{\sum_{i=1}^n (d_i - \bar{d}_i) \cdot (b_i - \bar{b}_i)}{\sum_{i=1}^n (d_i - \bar{d}_i)^2} \cdot F_G \\
 & + \frac{\sum_{i=1}^n (d_i - \bar{d}_i) \cdot (c_i - \bar{c}_i)}{\sum_{i=1}^n (d_i - \bar{d}_i)^2}
 \end{aligned} \quad (9-82)$$

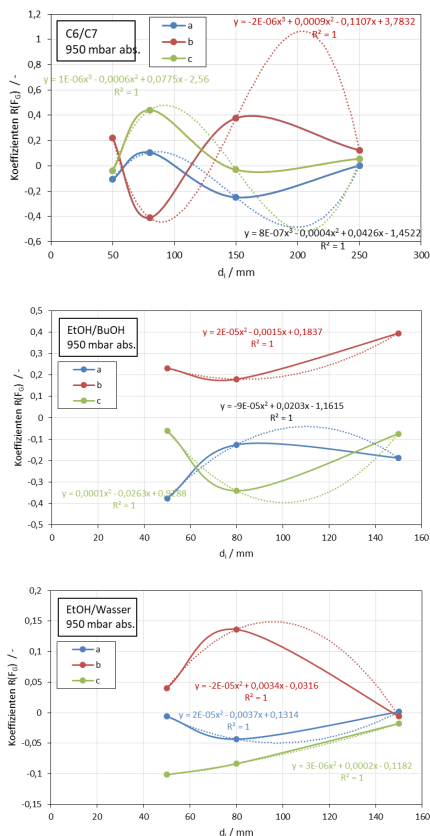


Abbildung 9.14: Graphische Darstellung der Koeffizienten aus der Tabelle 9-13 der gemisch- und maßstabsspezifischen Korrekturfunktion nach dem SRP-Modell

Tabelle 9-14: Koeffizienten der kubischen bzw. quadratischen gemisch- und maßstabsspezifischen Korrekturfunktion aus Abbildung 9.14

Gemisch	d^3	d^2	d	1	Koeffizienten
	$3(d_i)$	$2(d_i)$	$1(d_i)$	$0(d_i)$	
C6/C7	0,0000008	-0,0004	0,0426	1,4522	a(d _i)
	-0,000002	0,0009	-0,1107	3,7832	b(d _i)
	0,000001	0,0006	0,0775	2,5	c(d _i)
EtOH/BuOH		-0,00009	0,0203	-0,1615	a(d _i)
		0,00002	-0,0015	0,1837	b(d _i)
		0,0001	-0,0263	0,9288	c(d _i)
EtOH/Wasser		-0,00002	-0,0037	0,1314	a(d _i)
		-0,00002	0,0034	0,0316	b(d _i)
		0,000003	0,0002	0,01182	c(d _i)

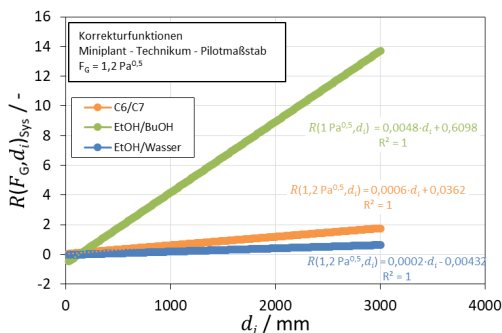


Abbildung 9.15: Korrekturfunktion $R(F_G, d_i)_{\text{sys}}$ in Abhängigkeit von Kolonnendurchmessern d_i im Miniplant-, Technikums- und Pilotmaßstab und des Stoffgemisches basierend auf Modellierungsergebnissen nach dem SRP-Modell

D Tabellarische Vergleich Berechnungen der Stofftransportmodellierung

Zur übersichtlichen Gegenüberstellung der verschiedenen Stofftransportmodelle werden im Folgenden die Berechnungsvorschriften tabellarisch gegenübergestellt.

D.1 Dimensionslose Kennzahlen Reynolds, Weber, Froud

DOP:	$\text{Re}_L = \frac{\rho_L \cdot (4 \cdot \delta) \cdot \left(\frac{u_{LS}}{h_L \cdot \sin(\alpha_{\text{eff}})} \right)}{\eta_L}$
DELFT:	$\text{Re}_{LS} = \frac{u_{LS} \cdot \rho_L}{a_p \cdot \eta_L}; \text{We}_{LS} = \frac{u_{LS}^2 \cdot \rho_L}{a_p \cdot \sigma}; \text{Fr}_{LS} = \frac{u_{LS}^2 \cdot a_p}{g}$
SRP:	$\text{Re}_{LS} = \frac{\rho_L \cdot u_{LS} \cdot s}{\eta_L}; \text{We}_{LS} = \frac{(\rho_L \cdot u_{LS}^2 \cdot s)}{\sigma}; \text{Fr}_{LS} = \frac{u_{LS}^2}{s \cdot g}$
HC; WH:	$\text{Re}_{LS} = \frac{d_h \cdot u_{LS} \cdot \rho_L}{\eta_L}; \text{We}_{LS} = \frac{d_h \cdot u_{LS} \cdot \rho_L}{\sigma}; \text{Fr}_{LS} = \frac{u_{LS}^2}{d_h \cdot g}$

D.2 Stoffübergangskoeffizienten der Flüssigphase

DOP:	$k_L = \frac{Sh_L \cdot D_{12,L}}{4 \cdot \sigma}$
DELFT:	$k_L = \sqrt{\frac{D_{12,L} \cdot u_{LS}}{\pi \cdot \varepsilon \cdot h_L \cdot s}} = \sqrt{\frac{D_{12,L} \cdot u_{LS}}{\pi \cdot \varepsilon \cdot h_L \cdot \sin(\alpha_{\text{eff}}) \cdot \left(\frac{s}{\sin(\alpha_{\text{eff}})} \right)}}$

SRP:	$k_L = 2 \cdot \sqrt{\frac{D_{12,G} \cdot u_{Le}}{\pi \cdot 0,9 \cdot s}}$
HC:	$k_L = 0,33 \cdot Re_{LS} \cdot Sc_{LS}^{\frac{1}{3}} \cdot \left(\frac{D_{12,L}}{d_h}\right)$
WH:	$k_L = \frac{Sh_L \cdot D_{12,L}}{d_h}$

D.3 Stoffübergangskoeffizienten der Gasphase

DOP:	$k_G = \frac{Sh_G \cdot D_{12,G}}{d_h}$
DELFT:	$k_G = \sqrt{k_{G,lam}^2 + k_{L,lam}^2} ; k_{G,lam} = \frac{Sh_{G,lam} \cdot D_{12,G}}{d_{hG}} ; k_{G,tur} = \frac{Sh_{G,tur} \cdot D_{12,G}}{d_{hG}}$
SRP:	$k_G = 0,054 \cdot \left(\frac{\rho_G \cdot (u_{Ge} + u_{Le}) \cdot s}{\eta_g}\right)^{0,8} \cdot \left(\frac{\eta_g}{D_{G,12} \cdot \rho_G}\right)^{0,333} \cdot \left(\frac{D_{G,12}}{s}\right)$
HC:	$k_G = 0,0084 \cdot Re_{GS} \cdot Sc_{GS}^{\frac{1}{3}} \cdot \left(\frac{D_{12,G}}{d_h}\right)$
WH:	$k_G = \frac{Sh_G \cdot D_{12,G}}{d_h}$

D.4 Effektive Phasengrenzfläche

DOP:	$a_{eff} = a_{pa} \left(\frac{d_h \cdot \sin \alpha}{4 \cdot \epsilon}\right) \cdot h_L^{1,5} \cdot \left(\frac{\rho_L \cdot g}{3 \cdot \eta_L \cdot u_{LS}}\right)^{0,5}$
DELFT:	$a_{eff} = a_{eff,0} \cdot \left(\frac{\sin 45^\circ}{\sin(\alpha_{eff})}\right)^{\left(1 - \frac{a_{pa}}{250}\right) \left(1 - \frac{\alpha_{eff}}{45^\circ}\right) + \ln\left(\frac{\alpha_{eff,Onda}}{250}\right) + \left(0,49 - \sqrt{\frac{1,013}{P_{ges}}}\right) \left(1,2 - \frac{\alpha_{eff}}{45^\circ}\right)}$
SRP:	$a_{eff} = a_p \cdot \frac{29,12 \cdot (We_{LS} \cdot Fr_{LS})^{0,15} \cdot S^{0,359}}{Re_{LS}^{0,2} \cdot \epsilon^{0,6} \cdot (1 - 0,93 \cdot \cos(\theta)) \cdot (\sin \alpha)^{0,3}} \cdot 0,35$
HC:	$\frac{a_{eff}}{a_{pa}} = 0,539 Re_G^{0,145} Re_L^{-0,153} \cdot We_L^{0,2} \cdot Fr_L^{-0,2} \cdot \left(\frac{\rho_v}{\rho_L}\right)^{-0,033} \cdot \left(\frac{\mu_v}{\mu_L}\right)^{0,090} \cdot \left(\frac{\cos \alpha}{\cos \frac{\pi}{4}}\right)^{4,708}$
WH:	$a_{eff} = 0,6315 \cdot Re_{GS}^{0,0169} \cdot We_{LS}^{0,169} \cdot Fr_{LS}^{-0,1093} \cdot a_{pa}$

D.5 LRF Modellierungs-Ergebnisse

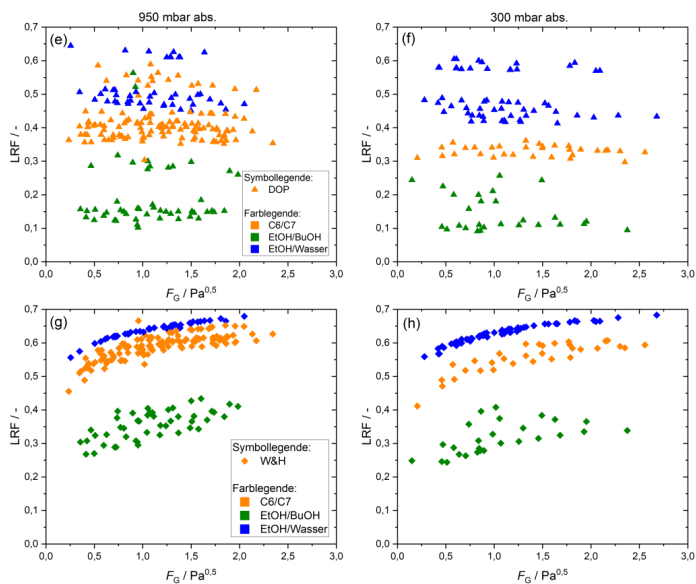


Abbildung 9.16: Flüssigseitiger Stoffübergangswiderstand (LRF) in Abhängigkeit der Gasbelastung für die Modelle DOP (e), (f) und W&H (g), (h) bei zwei Prozessdrücken

D.6 Hold-up der Modellierungsergebnisse

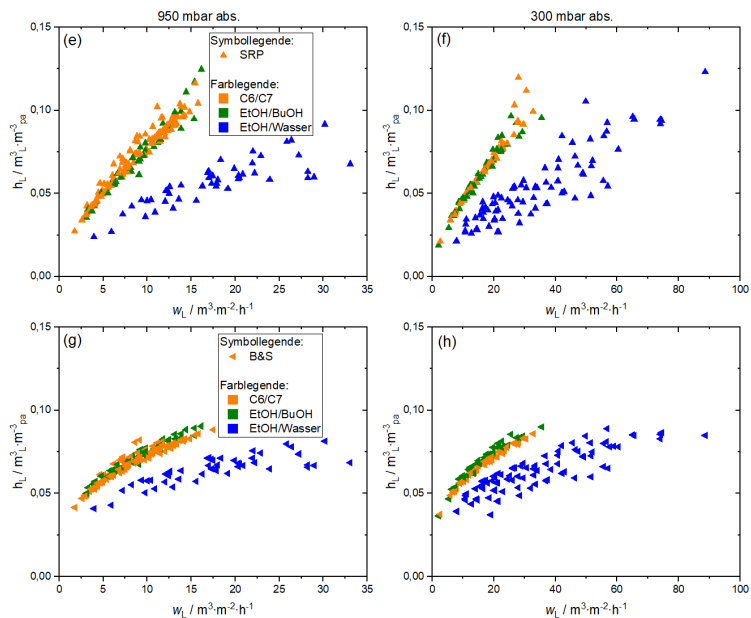


Abbildung 9.17: Hold-up in Abhängigkeit der Flüssigkeitsbelastung von dem SRP- (e),(f); B&S- (g),(h) Modellen bei zwei Drücken

E Statische Hold-Up Messungen

Durch eine Extrapolation bekannter Hold-up Werte ähnlicher Mellapak 500.Y Packungen wurde der statische Hold-up mit dem C6/C7 Gemisch für das in dieser Arbeit verwendeten Packung auf $h_L = 0,014 \frac{m_{Flüssigkeit}^3}{m_{Packung}^3}$ ermittelt (Rösch 2015).

Der statischen Hold-up $h_{L,stat}$ wird unter Verwendung von Gleichungen (9-83) und (9-84) nach (Bradtmöller et al., 2017) bestimmt.

$$h_{L,stat} = \frac{m_2 - m_1}{\rho_L \cdot V_{pe}} \quad (9-83)$$

$h_{L,stat}$ = Statischer Hold-up in $m_{FL}^3 \cdot m_{pa}^{-3}$

m_1 = Ausgangsgewicht der leeren Kolonne in kg

m_2 = Endgewicht der benetzten Kolonne in kg

ρ_L = Dichte der Flüssigkeit in $kg \cdot m^{-3}$

Das Volumen der Packungen V_P ergibt sich mithilfe der folgenden Formel.

$$V_{pe} = \pi \cdot r_{pe}^2 \cdot h_{pe} \quad (9-84)$$

V_{pe} = Volumen der Packungselements in m^{-3}

r_{pe} = Radius des Packungselements in mm

h_{pe} = Höhe des Packungselements in mm

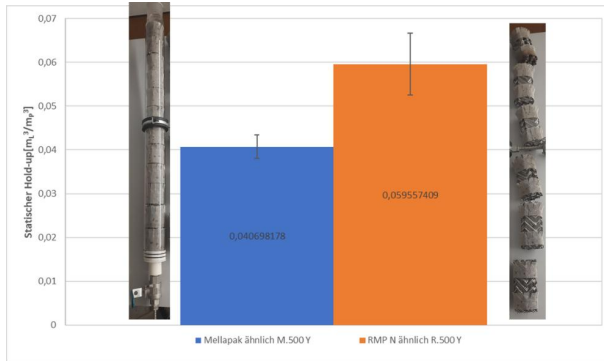


Abbildung 9.18: Statischer Hold-up mit C6/C7 bei 950 mbar abs von den Packungstypen R500.Y und S500.Y

F Fehlerdiskussion

Zusammenfassend erfolgt die Unsicherheitsbetrachtung in der Destillations-Trennleistungsmessung in zweistufiger Vorgehensweise: Zunächst wird durch statistische Analyse der Versuchsreihen (Typ-A Unsicherheit) eine Ersteinschätzung des Messfehlers vorgenommen, gefolgt von der Einbeziehung systematischer Beiträge mittels des gaußschen Fehlerfortpflanzungssatzes (Typ-B Unsicherheit). Dieses Vorgehen, ergänzt durch die Berücksichtigung der Einflussgrößen wie Mischungszusammensetzungen, relative Flüchtigkeiten sowie betriebstechnische Parameter, entspricht den Empfehlungen des GUM und den entsprechenden Quellen (Cai, 2014; Kister, 1992; Neumann et al., 2025; Peacock, 1967; Starkweather et al., 2014)

F.1 Einfluss von Fehlern der relativen Flüchtigkeit $\alpha_{1,2}$ auf Trennleistung

Im Hinblick auf die unterschiedlichen Trennfaktoren der untersuchten Gemische ist die Abschätzung der Abweichung der relativen Flüchtigkeit auf die Trennleistung relevant. Folgende Abschätzung des Fehlers von $\alpha_{1,2}$ auf die Trennleistung beruht auf der Ableitung der Fenske-Gleichung (Fenske, 1932) und ist somit nur für ideale Gemische anwendbar. Darüber hinaus gibt es auch eine rigorose Methode, mit welcher für Mehrkomponenten-Kohlenwasserstoffgemische und auch für nicht-idealen Stoffgemischen die Steigung der Gleichgewichtskurve approximiert und somit die Trennstufenanzahl bestimmt werden kann (Taylor und Duss 2018).

Mit der sich nach (Fenske, 1932) ergebenden Gl. (9-85) kann der Einfluss der relativen Flüchtigkeit auf die Trennleistung unter der Annahme einer konstanten Packungshöhe beschrieben werden.

$$\frac{dHETP}{HETP} = \frac{-d\alpha}{\alpha_{1,2} \cdot \ln(\alpha_{1,2})} \quad (9-85)$$

Als Differential wird der Unterschied zwischen bestimmter und korrekter relativer Flüchtigkeit bzw. Trennleistung eingesetzt und zur Gl. (9-86) umgeformt.

$$\frac{HETP_{bestimmt} - HETP_{korrekt}}{HETP_{korrekt}} = \left(\frac{-\alpha_{1,2,bestimmt} + \alpha_{1,2,korrekt}}{\alpha_{1,2,korrekt}} \right) \cdot \frac{1}{\ln(\alpha_{1,2})} \quad (9-86)$$

Die Differentiale können als prozentuale Fehler bezeichnet werden (9-87).

$$Fehler \ HETP \ in \ \% = - \frac{(Fehler \ \alpha_{1,2} \ in \ \%)}{\ln(\alpha_{1,2})} \quad (9-87)$$

Abbildung 9.19 zeigt eine grafische Darstellung der Gl. (9-87) für verschiedene Gemische mit unterschiedlichen relativen Flüchtigkeiten.

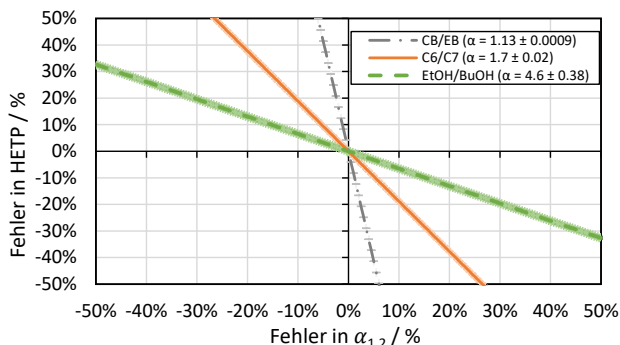


Abbildung 9.19: Effekt von Fehlern der relativen Flüchtigkeit $\alpha_{1,2}$ auf die Trennleistung unterschiedlich weitsiedender Gemische nach (Kister, 1992).

Bei niedrigen relativen Volatilitäten ($\alpha_{1,2} < 1,2$) haben kleine Fehler im VLE signifikante Auswirkungen auf die Trennleistung. VLE-Fehler betragen selten weniger als $\pm 2 \dots 3 \%$ (Kister, 1992). Bei weitsiedenderen Gemische $\alpha_{1,2} > 1,5$, wie sie in dieser Arbeit verwendet wurden, haben VLE-Fehler nur einen vernachlässigbaren Einfluss auf die Trennleistung (Kister, 1992). (9-86)

Da die Fenske-Gleichung konstante Stoffströme über die Kolonne und ein ideales Verhalten des Gemisches voraussetzt (Fenske, 1932), ist in Abbildung 9.19 nicht das nicht-ideale Gemisch EtOH/Wasser ($\alpha_{1,2} = 2,8 \pm 2,7$) aufgetragen. Die sehr große Standardabweichung von $\pm 2,7$ zeigt, dass die relative Flüchtigkeit stark von der Zusammensetzung abhängt.

F.2 Fehlerermittlung mittels Monte-Carlo Simulation und Mehrfachbestimmung

Die Abweichungen der experimentell ermittelten Trennleistungen wurden theoretisch durch Monte-Carlo-Simulation und experimentell durch Bestimmung der Trennleistung mittels Mehrfachprobenahme ermittelt.

Tabelle 9-15: Ermittelte Standardabweichungen der Zusammensetzung der Gemische in $\text{mol}_i \cdot \text{mol}_{\text{Ges}}^{-1} \cdot 100 \%$ (Mol-%)

Probenahmestelle	C6/C7	EtOH/BuOH	EtOH/Wasser
Kopf	0,3	0,39	0,13
Unter Packung	0,3	1,10	0,74

Zur Abschätzung des Fehlers der Trennleistung mittels Monte-Carlo-Simulation wurden 100.000 Monte-Carlo-Simulationen unter Verwendung der Standardabweichungen der Betriebsparameter Kopfdruck, Differenzdruck, Zusammensetzung im Destillat und unter der Packung sowie der daraus resultierenden Schwankungen der relativen Flüchtigkeit durchgeführt.

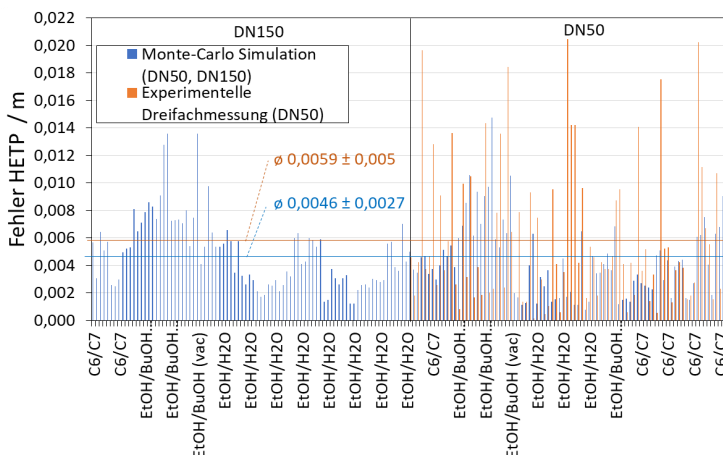


Abbildung 9.20: Fehlervergleich für alle Trennleistungsmessergebnisse mit Monte-Carlo Simulation und experimenteller Mehrfachbestimmung

Die Ergebnisse der Monte-Carlo Simulation (Abbildung 9.20) führen im Mittel zu relativen Fehlern von 2 % bezogen auf den mittleren *HETP*-Wert aller 427 Trennleistungsmessungen.

Bei der Durchführung der DN50-Experimente wurde die relative Abweichung von 3 % der *HETP*-Werte aus Dreifachbestimmungen ermittelt. Dies deutet darauf hin, dass der Probenahmefehler ca. 1 % beträgt und diese geringen Abweichungen auf einen stationären Zustand der Messungen hindeuten. Diese relative Abweichung von 3 % wird üblicherweise bei dem idealen C6/C7-Gemisch angenommen (Neukäufer, 2023) und ist nach diesen Ergebnissen auch auf nicht-ideale und weitsiedende Gemische übertragbar.

F.3 Beispielfehlerrechnung von Durchflussmessern

Als Beispiel für die Fehlerberechnung in dieser Arbeit werden zwei Krohne Durchflussmesser angeführt

Sensor: FIR 301 - Massendurchflussmesser Kühlwasser (DN150 Kolonne)

Modell: Krohne IFC 010 D

Messprinzip: Magnetisch/Induktiv

Der IFC 010 D hat im Maßstab DN 15 einen kleinsten Messbereichsendwert von 0,1909 m³/h, was einer Fließgeschwindigkeit von 0,3 m/s entspricht. Bei einem Maximalwert von 0,3 m³/h beträgt die Fehlerquote 0,5 % des Messwerts plus 0,062 % vom Messbereichsendwert.

Beispiel für die Fehlerberechnung beim Messwert von

a) 0,3 m³/h: Fehler = 0,5 % · 0,3 m³/h + 0,062 % · 1 m³/h = ± 0,00212 m³/h, was einem relativen Fehler von 0,707 % entspricht.

b) 0,08 m³/h: Die Fließgeschwindigkeit beträgt 0,1257 m/s. Da die Geschwindigkeit unter 0,4 m/s liegt, ergibt sich eine Toleranz von ± 0,002 m/s. Der Einfluss auf den Durchfluss wird mit Q-Toleranz (0,08 m³/h) = ± 0,001273 m³/h berechnet, was einem relativen Fehler von 1,59 % entspricht.

Zusätzlich muss zum Messfehler auch der Fehler der Stromschnittstelle addiert werden:

Für $0,08 \text{ m}^3/\text{h}$: Fehler = $\pm 0,001273 \text{ m}^3/\text{h} + 0,062 \% \cdot 1 \text{ m}^3/\text{h} = \pm 0,00189 \text{ m}^3/\text{h}$, was einen relativen Fehler von 2,36 % ergibt.

Insgesamt zeigt sich, dass der Messwert trotz des niedrigen Durchflusses präzise bleibt, wobei der Fehler der Stromschnittstelle bei kleineren Durchflussmengen an Einfluss gewinnt. Die Ungenauigkeiten bei den Messwerten von Temperatur, Druck und Massenströmen betragen unter 0,1 % vom Maximalwert, wobei Kalibrierreihen (s. Anhang A) die Messgenauigkeit weiter erhöhen können.

Sensor FIR 302 - Massendurchflussmesser Produktrücklauf (DN150 Kolonne)

Modelltyp Krohne Optimass 1300C S15

Messbereich: 0 - 6500 kg/h = 4-20 mA

Messprinzip: Magnetisch/Induktiv angeschlossen an NI9219

Messbereich $\pm 25 \text{ mA}$

Messwert-Fehler: $\pm 0,6 \% \cdot \text{MW}$

Messbereichs-Fehler: $\pm 100 \text{ ppm} \cdot \text{MB}$

$\rightarrow \text{Strom [mA]} \cdot 0,6 \% + 100/1.000.000 \cdot (25 - -25) \text{ mA} = \text{Strom [mA]} \cdot 0,6 \% + 0,005 \text{ mA}$

Umrechnung auf Massenstrom:

$\text{MW kg/h} \cdot 0,6 \% + 6500 \text{ kg/h} / 20 \text{ mA} \cdot 0,005 \text{ mA}$

$\rightarrow \text{MW kg/h} \cdot 0,6 \% + 1,625 \text{ kg/h}$

Sensorbauteil Optimass 1000 Messwertaufnehmer

$\pm 0,15\%$ vom Messwert + Nullpunktstabilität

Nullpunktstabilität = $\pm 0,01\%$ vom maximalen Durchfluss

$\rightarrow \text{MW kg/h} \cdot 0,15\% + 0,01\% \cdot 6500 \text{ kg/h}$

= $\text{MW kg/h} \cdot 0,15\% + 6,5 \text{ kg/h}$

Sensorbauteil MFC 300 Messumformer siehe Bild im Anhang:

$\pm 0,10\%$ vom Messwert $\pm$ Nullpunktstabilität (abhängig vom Messwertaufnehmer)

$\rightarrow$ also "hier nur" $\pm 0,10\%$ vom Messwert = $\text{MW kg/h} \cdot 0,10\%$

Elektronik des Stromausgangs: $\pm 5 \mu\text{A}$

$\rightarrow$ Messbereichs-Fehler:

$5 \mu\text{A} / 20 \text{ mA} \cdot 6500 \text{ kg/h}$ [unser max. Messwert hier = max. Messbereich]

= $1,625 \text{ kg/h}$

$\rightarrow$ Gesamt-Messunsicherheit Umformer: $\text{MW kg/h} \cdot 0,10\% + 1,625 \text{ kg/h}$

Für den Größtfehler werden alle Messunsicherheiten addiert:

NI9219: MW kg/h · 0,6 % + 1,625 kg/h

Optimass 1000: MW kg/h · 0,15% + 6,5 kg/h

MFC 300: MW kg/h · 0,10% + 1,625 kg/h

Ergebnis: MW kg/h · 0,85% + 9,75 kg/h

G Einfluss von Rücklaufunterkühlung auf Fluidodynamik und Trennleistung

Durch die Verteilung des unterkühlten Rücklaufs des kondensierten Brüdens oberhalb der Packung kommt es zu einer teilweisen Kondensation des aufsteigenden Dampfes. Dies führt zu einem zusätzlichen Flüssigkeitsstrom, der in der Packung nach unten strömt, sodass der Flüssigkeitsstrom innerhalb der Packung größer ist als der Rücklaufstrom am Kolonnenkopf. Insbesondere bei totalem Rücklauf Trennleistungsmessungen wird erwartet, dass der Effekt durch Rücklaufunterkühlung größer ist als bei Rektifikationskolonnen mit kontinuierlich abgezogenen Produktströmen, da der Rückfluss innerhalb der Packung infolge der Rücklaufunterkühlung proportional größer ist. (Cai 2014; King 1980 Cai et al., 2013).

In vergleichbaren Experimenten an anerkannten Testinstituten für Trennleistung, wie Fractionation Research Inc. (FRI), Separation Research Program (SRP), Bayer Technology Services GmbH (BTS) und TU Delft, wird die Temperatur des Rücklaufs 10 ... 20 K unterhalb der Siedetemperatur eingestellt (Olujic et al., 2008). Um Kondensationseffekten vorzubeugen und einen gleichmäßigen, flüssigen internen Rücklauf sicherzustellen, wird für Trennleistungsversuche eine möglichst geringe Rücklaufunterkühlung zur Kolonnenkopftemperatur von -5 K empfohlen (Ottenbacher, et al. 2011). Eine derart geringe Unterkühlung ist notwendig, um schlagartige Verdampfung des Rücklaufstroms zu verhindern (Olujic et al., 2008). In der Literatur finden sich jedoch widersprüchliche Aussagen zu den Auswirkungen eines unterkühlten Rücklaufs auf die Trennleistung.

Destillationsforscher sind sich einig, dass ein solcher unterkühlter Rücklauf einen geringen Einfluss auf die Trennleistung und die Kapazität der Kolonne hat (Cai 2014). Bei Trennleistungsmessungen mit strukturierten Packungen und Gesamtbethhöhen von 2,6 m und 3 m mit Paraxylol/Orthoxylol (px/ox) bei einem bar abs zeigte eine übermäßige Unterkühlung des externen Rücklaufs keinen Einfluss auf das Temperaturprofil und die Trennleistung (Olujic et al., 2015).

Einige Autoren schlagen hingegen vor, dass dieser aufgrund seiner negativen Auswirkungen vermieden werden sollte (Kister, 1992; Ottenbacher et al., 2011). Daher wird in Berechnungsbeispielen für stark unterkühlte Rücklaufströme eine zusätzliche theoretische Stufe zum Rektifikationsabschnitt vorgesehen, um eine Rücklaufstromwiedererwärmung zu ermöglichen (Kister, 1992). Die Auswirkung des unterkühlten Rücklaufs auf die Leistung von Destillationskolonnen ist in der Praxis nicht zu vernachlässigen und kann zu einer teilweisen Kondensation des Dampfes in der Nähe der Einspritzstelle des unterkühlten Rücklaufs führen und den Wärme- und Stoffübergang beeinträchtigen (Ito und Asano, 1982). Wenn lokale Kondensationseffekte zu einer Fehlverteilung der Flüssigkeit führen, kann dies die Kontaktfläche zwischen der Dampf- und der Flüssigphase verringern und die Trennleistung beeinträchtigen. Während eine erhöhte Flüssigkeitsbelastung durch lokale Unterkühlung zu einem erhöhten Druckverlust führen kann, bewirken Kondensationseffekte des Gasstroms etwas geringere Dampfgeschwindigkeiten und damit einen geringeren Druckabfall im Vergleich zur Produktseite des geteilten Segments (Sangal et al., 2018). In der Rohölindustrie konnte die Energieeffizienz durch die Vermeidung eines unterkühlten Rücklaufs verbessert werden (Bandyopadhyay 2002).

H Thermische Randbedingungen von Kolonne

H.1 Techniken zur Gewährleistung adiabatischer Randbedingungen

Dies kann mithilfe von präziser Temperaturkontrolle der Kolonne mittels passiver und aktiver Heiztechniken erreicht werden. Eine zuverlässige Aussage über die Qualität der Isolierung und Adiabasie kann nur durch eine experimentell ermittelte Wärmebilanz der gesamten Apparatur getroffen werden (Christen, 2010; Deibele und Dohrn, 2006). Diese Techniken verhindern Wärmeverluste durch Konduktion, Konvektion und Strahlung. Um das Temperaturprofil in der Kolonne nicht von außen zu beeinflussen, sollte diese adiabatische thermische Randbedingung idealerweise ausschließlich durch passive Temperaturkontrolle mithilfe von Wandisolierung und nicht durch eine aktive Beheizung der Kolonnenwand erreicht werden (Düssel et al., 2006; Schoenmakers und Spiegel, 2014). Die Wärmebilanz einer isolierten Kolonne sollte mit einem Fehler von $\pm 5\%$ und die Stoffbilanz mit einer Abweichung von $\pm 2\%$ zu schließen sein (Starkweather et al., 2014). Eine Komponentenbilanz wird als nicht nötig angesehen (Starkweather et al., 2014). In der Literatur finden sich unterschiedliche Aussagen zur Frage, ob eine aktive oder passive Temperierung zur Erreichung dieser Richtlinie sinnvoll ist.

Passive Isolierungstechniken

Passive Isolierungstechniken umfassen vakuumgefüllte Mäntel oder Dämmmaterialien wie Mineralwolle oder Kautschuk (Armaflex HT®) mit mindestens 30 mm Schichtdicke (Ashour et al., 2023; Bradtmöller, 2017; Deibele und Dohrn, 2006). Eine überhitzte thermischen Randbedingung der Kolonnenwandung von 5 K zeigte bei vakuumverspiegelten Kolonnen mit elektrischer Begleitheizung eine Reduzierung der Trennleistung gegenüber adiabaten Bedingungen (Staud et al., 2024), während (Spriewald et al., 2003) keine Reduzierung nachweist. Bei größeren Temperaturdifferenzen sind aktive Heizungssysteme erforderlich, um zusätzliche interne Flüssigkeitsströmungen durch Kondensation an der inneren Wand zu verhindern (Ashour et al., 2023). Eine passive Beheizung in Form einer Isolationsumhüllung ist bei Destillationstemperaturen $< 150\text{ °C}$ und Kolonnendurchmessern $> 50\text{ mm}$ ausreichend (Schoenmakers und Spiegel, 2014). Eine allgemeinere Regel besagt, dass eine passive Isolierung bei einem Verhältnis von Höhe zu Durchmesser von ≤ 8 ausreichend ist (Eckert und Walter, 1964).

Anforderung an aktive Heizsysteme

Bei einer Vakuumisolierung erreicht eine 1 m hohe Kolonne mit 50 mm Innendurchmesser einen Wärmeverlust von $0,2\text{ W/K}$. Bis zu einer Temperaturdifferenz von 80 K zwischen Kolonneninnentemperatur und Umgebung ist eine Vakuumisolierung nicht mehr ausreichend (Deibele und Dohrn, 2006).

Eine aktive Wandbeheizung wird erforderlich bei größeren Temperaturdifferenzen und bei Kolonnen mit einem Verhältnis von Höhe zu Durchmesser ≥ 16 (Eckert und Walter, 1964). Vor allem bei Laborkolonnen und Miniplant-Kolonnen treten erhebliche spezifische Wärmeverluste auf, die durch aktive Beheizung elementweise ausgeglichen werden müssen, um einen adiabaten Kolonnenbetrieb zu ermöglichen und Wandeffekten vorzubeugen (Ashour et al., 2023; Neukäufer et al., 2022; Deibele und Dohrn, 2006; Shulman et al., 1955). Somit sollte in jedem Element das Gleichgewicht so wenig wie möglich durch die Temperaturregelung entsprechend der Temperatur in der Säule beeinflusst werden. Ziel ist es, eine Temperaturdifferenz von $< 0,2\text{ K}$ zwischen der Säuleninnentemperatur und dem Heizmantel zu erreichen (Deibele und Dohrn, 2006).

H.2 Thermische Randbedingung im Technikumsmaßstab

Die Untersuchung der thermischen Randbedingung bei DN150 zeigt, dass deren Einfluss auf die Trennleistung als gering einzustufen ist. In Übereinstimmung mit dem Fourier'schen Gesetz zur Wärmeleitung wurde der Wärmeverlust zwischen dem Kolonnenglas und der Umgebung approximiert. Die Ergebnisse weisen darauf hin, dass der Wärmeverlust in der unisolierten Versuchsanlage mit 0,69 kW signifikant höher ist als im isolierten Zustand, wo er auf 0,19 kW reduziert werden kann. Die Isolierung vermag somit den Wärmeverlust um 0,5 kW zu senken.

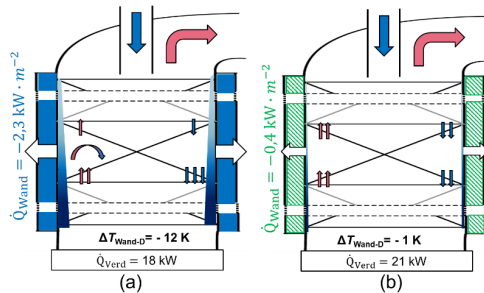


Abbildung 9.21: Schematische Darstellung der DN150 Kolonne mit Wärmeströmen, Gas- und Flüssigkeitsströmen und verschiedenen Wandströmungsregimen bei zwei thermischen Randbedingungen: (a) - 12 K unterkühlt (unisoliert); (b) annähernd adiabat (isoliert) bei - 5 K unterkühlten Rücklaufstrom

Der Wärmeverlust zwischen Kolonnenglas und der Umgebung ergab sich unter Anwendung des Fourier'schen Gesetzes der Wärmeleitung und ermittelte sich aus der Bilanzierung gemäß Gl. (9-88).

$$T - T_i = - \frac{\dot{Q}}{\lambda \cdot 2\pi \cdot l} \cdot \ln \left(\frac{r}{r_i} \right) \quad (9-88)$$

Wobei für die Wärmeleitfähigkeit λ von Glasmantel $0,9 \text{ W}/(\text{m K})$ verwendet wurde. Der Packungsbereich l ist $0,6 \text{ m}$ hoch. Der innere und äußere Durchmesser der Kolonne ist $0,152 \text{ m}$ und $0,162 \text{ m}$. Beim unisolierten Mantel beträgt der Wärmeverlust durch den Kolonnenmantel $0,69 \text{ kJ/s}$, während er bei einem isolierten Mantel etwa $0,19 \text{ kJ/s}$ beträgt. Die Isolierung kann den Wärmeverlust um $0,5 \text{ kJ/s}$ reduzieren. Es wurde beobachtet, dass bei 950 mbar die äußere Kolonnenwandtemperatur beim unisolierten Mantel etwa 12 K niedriger lag als die Kolonneninnentemperatur. Der Wärmeverlust an der wandseitigen Isolierung wurde auf $0,19 \text{ kJ/s}$ bestimmt. Der Wärmestrom, der durch den Gasstrom eingeführt wird, variiert zwischen $4,25 \text{ kJ/s}$ und 14 kJ/s . Der Wärmeverlust an der Wand bei der Berechnung des Destillatmassenstroms unterhalb der Packung ist vernachlässigbar.

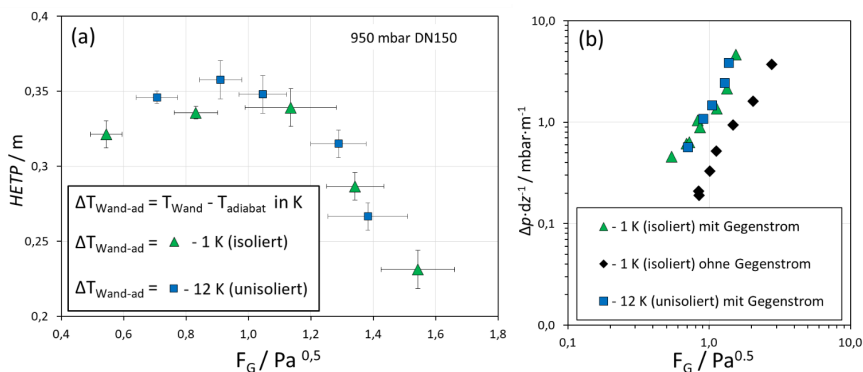


Abbildung 9.22: Trennleistungs- (a) und Druckverlustverläufe (b) bei der Variation der thermischen Randbedingung im DN150 Maßstab

Im Vergleich zu den DN50 Trennleistungsergebnissen ergeben sich bei der Untersuchung der DN150 Anlage keine signifikanten Differenzen zwischen isoliert und unisolierten Betrieb. Lediglich unter Bedingungen geringer Gasbelastungen unterhalb des Staupunkts wird bei stärkerer Unterkühlung geringere Trennleistung gemessen (s. Abbildung 9.22a). Dies deutet darauf hin, dass die trennleistungssenkende Maldistribution aufgrund der fehlenden Isolierung die trennleistungssteigende Benetzung, wie sie im DN50 Maßstab wirkt, überwiegt. Als Indiz dient die um 10 % geringere spezifische Oberfläche im DN150 Maßstab im Vergleich zu DN50 Kolonne (s. Abbildung 4.6). Der Druckverlust in der DN150 Anlage steigt durch Unterkühlung ab dem Staupunkt ($F_G = 1,3 \sqrt{Pa}$) an - ein Phänomen, das im DN50-Maßstab nur unter niedrigen Gasbelastungen festgestellt wurde. Die höheren Druckverluste im DN150-Maßstab (s. Abbildung 9.22b) zeigen an, dass die Wandströmung bei höheren Gasbelastungen Auswirkungen auf den Druckverlust aber nicht die Trennleistung ausübt.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass die Ergebnisse zur thermischen Randbedingung im Packungsbereich der Versuchsanlage im Kontext der Trennleistung divergieren und darauf hindeuten, dass die thermische Randbedingung an der Kolonnenwand bei DN150 keinen signifikanten Einfluss auf die Trennleistung hat. Diese Ergebnisse widersprechen den Erkenntnissen von Ashour et al. (2023), die den Einfluss des Durchmessers auf die Trennleistung untersuchten, und erfordern eine sorgfältige Betrachtung der thermischen und hydrodynamischen Bedingungen im jeweiligen Anlagemaßstab. Der Wärmeverlust durch die wandseitige Isolierung im Vergleich zur Wärmemenge wird als vernachlässigbar angesehen, die durch den Gasstrom transportiert wird, was die Bedeutung der Isolierung hinsichtlich energetischer Effizienz und der Optimierung der Trennleistung unterstreicht.

H.3 Wandrückflussmessung

Die Wandrückflussmessungen in der DN50 Rektifikationsanlage an der TU BS durchgeführt. Diese werden wie die trockenen Druckverlustmessungen im Modus ohne Gegenstrom durchgeführt. Der Druckverlust wurde nach Erreichen des stationären Zustands für 15 Minuten aufgezeichnet, bevor die Wandrückflussmessung durchgeführt. Es wurden reines C6, reines C7 und ein C6/C7-Testgemisch mit einem C6-Stoffmengenanteil von $0,45 \text{ mol}_{C6} \cdot \text{mol}_{Gesamt}^{-1}$ in der Packungsmitte verwendet. Zur Überprüfung der Zusammensetzung wurde für den ersten und letzten Versuch der Versuchsreihe jeweils eine Probe

entnommen und wie in Kap. 3.4.8 beschrieben ausgewertet. Die Zusammensetzung wurde zusammen mit dem Massenstrom von FIR1 zur Berechnung der Gasbelastung am Kopf nach Gleichung 3.6 verwendet. Die Gasbelastung unter der Packung wurde nach Gleichung 3.10 berechnet. Zusätzlich zu den F-Faktoren werden die thermischen Randbedingungen durch Anpassung der Wandtemperaturen variiert. Als adiabatische Randbedingungen werden die Siedetemperaturen von C6 (78°C), C7 (98°C) und des C6/C7-Gemisches (84,6°C) verwendet.

Der Massenstrom des Wandrückflusses wird mit einer separaten Waage (W200) erfasst. Der Wandrückfluss wird über die Probenahmestelle unter der Packung in einen Behälter auf der Waage geleitet. Dieser Vorgang dauert bis zu 20 Sekunden. Eine Probe mit größerem Volumen würde aufgrund des kleinen Kolonnenvolumens dazu führen, dass die Kolonne ihr minimales Sumpfvolumen erreicht, bevor die Versuchsreihe beendet ist. Um sicherzustellen, dass der gesamte Wandfluss trotz des Drucks von 950 mbar abfließt, wurde dieser mit der Vakuumpumpe VP200 und einem Unterdruck von 20 mbar abgesaugt. Der Unterdruck von 20 mbar wurde so niedrig wie möglich gewählt, da höhere Druckdifferenzen zu einem Anstieg des Massenstroms und damit zu verfälschten Daten führen. Daher muss der Druck während der gesamten Probenahme überwacht werden. Zur Abschätzung der Wiederholbarkeit wurden zwei Dreifachbestimmungen durchgeführt, die eine Abweichung von 9 % ergaben. Außerdem befindet sich in der Probenahmestelle ein Totvolumen von 7 mL, das vom aufgefangenen Volumen abgezogen wird.

H.4 Gesamtwärmebilanz (DN50 Anlage)

Nachfolgend wird die Wärmebilanz der Anlage dargestellt. Sie dient sowohl zur Berechnung der Verluste als auch zur Überprüfung der Messsysteme. Um die Gesamtbilanz über die gesamte Rektifikationsanlage zu berechnen wurde der Wärmeverlust $\dot{Q}_{verl}$ nicht aus der Kolonnenbilanz mit $\dot{Q}_{wand}$ berechnet, sondern der Wärmestrom durch die ölbeheizte Kolonnenwand nach Gl. (9-91) abgeschätzt.

Dazu wurde für das Thermalöl (Renolin Therm 320) nur die Ein- (TR_{302}) und Austrittstemperaturen (TR_{303}) gemessen. Der experimentell ermittelte Massenstrom ist mit $\dot{m}_{öl} = 40,94 \text{ g} \cdot \text{s}^{-1}$ als konstant angenommen worden. Die Wärmekapazität war vom Hersteller für verschiedene Temperaturen gegeben.

Zu beachten galt es, dass bei den unterkühlten Versuchen durch das Öl Wärmeströme abgeführt wurden.

$$\dot{Q}_{öl} = \dot{m}_{öl} \cdot c_{p,öl} \cdot (T_{öl,ein} - T_{öl,aus}) \quad (9-89)$$

Der gesamte Wärmeeintrag, kann dadurch mit Gl 3.15 beschrieben werden.

$$\dot{Q}_{ein} = \dot{Q}_{verd} + \dot{Q}_{VW} + \dot{Q}_{öl} \quad (9-90)$$

Die Verluste über die gesamte DN50 Anlage ergaben sich aus der Differenz der gesamten eingeführten Wärme und der von dem Kühlwasser abgezogenen Wärme.

$$\dot{Q}_{verl} = \dot{Q}_{ein} - \dot{Q}_{KW} \quad (9-91)$$

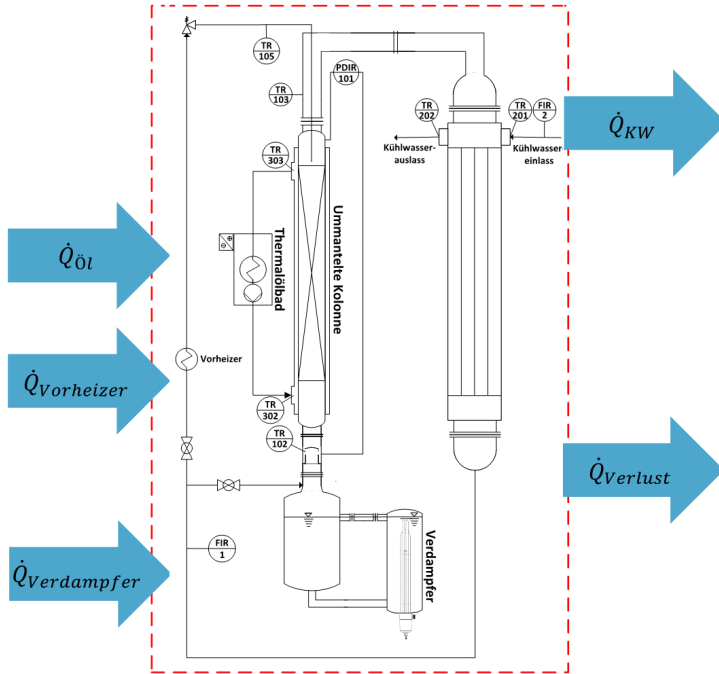


Abbildung 9.23: Bilanzraum der DN50 Rektifikationsanlage mit den ein- und ausgehenden Wärmeströmen

Der elektrische Verdampfer betreibt die Anlage und gibt abhängig von dem Stellgrad Wärmeenergie in die Anlage, welche über Gl. (9-92) berechnet werden kann. Nur bei den Versuchen mit EtOH/H₂O bei 300 mbar abs mit geringen Gasbelastungen musste der Verdampfer durch einen zusätzlich gedrosselt werden, wodurch die genaue Leistung unbekannt ist. Zusätzlich wurde die zugeführte elektrische Leistung mithilfe eines Leistungsaufnehmers gemessen und aufgezeichnet.

$$\dot{Q}_{Ver} = 6,6 \text{ kW} \cdot \text{Stellgrad} \quad (9-92)$$

Der Wärmestrom des Vorwärmers $\dot{Q}_{VW}$, welcher bei allen Versuchen bis auf den trockenen Druckverlusten und Wandrückfluss Versuchen verwendet wurde, kann mit Gl. (9-93) beschrieben werden. Hierbei wird die Leichtsiederzusammensetzung x_1 durch die Probenahme gemessen und die Wärmekapazitäten berechnet (s. B.3). Der Kondensatstrom $\dot{m}_{L,R}$ wird durch FIR1 gemessen, TR_{103} und TR_{104} .

$$\dot{Q}_{VW} = \dot{m}_{L,R} \cdot (c_{p,L,1} \cdot x_1 + (1 - x_{LS}) \cdot c_{p,L,2}) \cdot (T_{TR103} - T_{TR104}) \quad (9-93)$$

Der Wärmestrom, der auf den Kühlwasserstrom übergeht, wird durch (9-94) beschrieben. Der Massenstrom wird durch FIR2 gemessen und die Ein- und Austrittstemperaturen durch T201 und T202. Die Wärmekapazität wird ebenfalls durch Gl. berechnet.

$$\dot{Q}_{KW} = \dot{m}_{KW} \cdot c_{p,H_2O} \cdot (T_{KW,ein} - T_{KW,aus}) \quad (9-94)$$

I Mittelwertbildung von Trennleistungen im gemeinsamen Belastungsbereich

Für die Mittelwertbildung ist das Auswerteverfahren zur Quantifizierung der Trennleistungsunterschiede bei 950 mbar und 300 mbar in den beiden folgenden Abbildungen dargestellt. Der Vergleich der *HETP*-Messpunkte erfolgt nur im Bereich der gemeinsam gemessenen *F*-Faktoren. Dies ist an den linear interpolierten Geraden zwischen den *HETP*-Messwerten zu erkennen, die nur im überlappenden *F*-Faktorbereich existieren und den ausgewerteten Bereich darstellen.

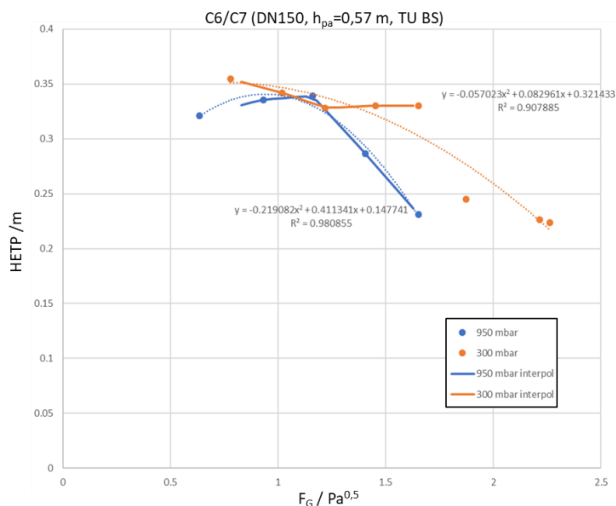


Abbildung 9.24: Quantifizierung der Trennleistungsdifferenz bei C6/C7 (DN150, $h_{pa} = 0,57$ m, TU BS)

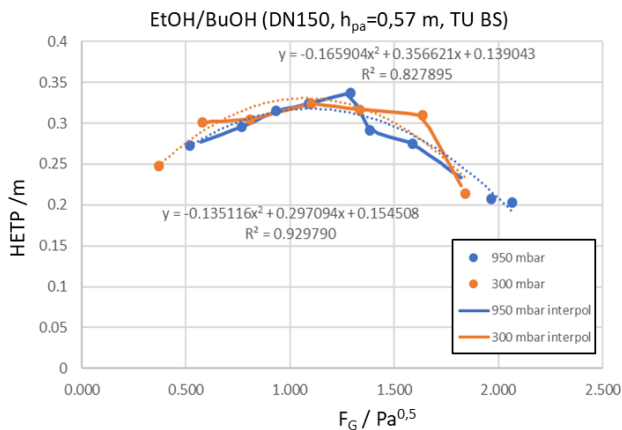


Abbildung 9.25: Quantifizierung der Trennleistungsdifferenz bei EtOH/BuOH (DN150, $h_{pa} = 0,57$ m, TU BS)

J Zusammensetzungsvariation 3D Graphen

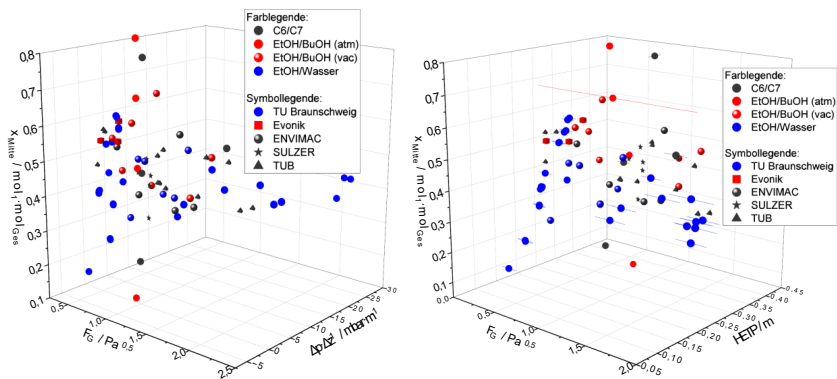


Abbildung 9.26: Dreidimensionale Darstellung der Trennleistungsmessungen mit Zusammensetzungsvariation

K Packungsgeometrie und -Montage

K.1 Packungsgeometrie

Im Folgenden werden die geometrischen Eigenschaften der verwendeten Randabweiser Varianten und den Einfluss auf die gesamte Packungsgeometrien sowie die spezifischen geometrischen Oberflächen unter Beachtung von sekundären Effekten in unterschiedlichen Kolonnendurchmessern dargestellt.

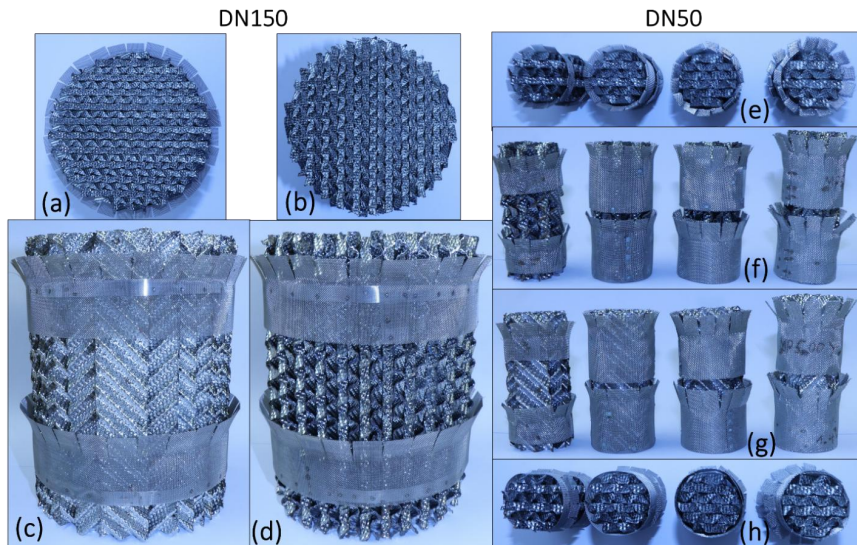


Abbildung 9.27: Makroskopische Fotografien der vermessenen DN50 und DN150 Packungselemente aus folgenden Perspektiven: Draufsicht (a), (e); Untenansicht (b), (h); Frontalansicht auf die Wellenstruktur (c), (g) und Seitenansicht in die Dreieckskanäle (d), (f)

Tabelle 9-16: Spezifische geometrische Oberflächen der RMP-N-ähnlichen R500.Y Packung

RVT R.500 Y	Spezifische Oberflächen $\text{m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$	DN150	DN50	DN50· 1.5x R- RAW	DN50· 1.5x S-RAW
nominelle spezifische Oberfläche	a_p	505,3	506,8	506,8	506,8
Korrigierte spez. Packungsoberfläche a_{pa}	a_{pa}	538,5	486,4	531,0	598,4
reduzierte Spezifische Oberfläche	$a_{p,red} = a_p - a_{Spalt}$	440,4	275,1	275,1	275,1
spez. Oberfläche Randabweiser bezogen auf Kolonnenelementvolumen	$a_{RAW,el}$	27,4	89,2	133,8	201,1
spez. Oberfläche Kolonneninnenwand	a_{Wand}	28,5	80,0	80,0	80,0
Oberfläche der Mikrostruktur	a_{Mikro}	42,2	42,2	42,2	42,2
Sekundäre Oberfläche: $a_{sek} = a_{RAW,el} + a_{Wand} + a_{Mikro}$	a_{Sek}	98,1	211,4	255,9	323,3
Eck- und Randspalt spez. Oberfläche	a_{Spalt}	64,9	231,8	231,8	231,8

Tabelle 9-17: Spezifische geometrische Oberflächen der Mellapak-ähnlichen S500.Y Packung

SULZER S.500 Y	Spez. Oberfläche	EVONIK	SULZER	BASF
	$\text{m}^2 \cdot \text{m}^{-3}$	DN80	DN250	DN50
nominelle spezifische Oberfläche	a_p	506,8	506,8	506,8
Korrigierte spez. Packungsoberfläche a_{pa}	a_{pa}	575,6	556,5	558,3
reduzierte Spezifische Oberfläche	$a_{p,red} = a_p - a_{Spalt}$	345,7	452,3	224,4
spez. Oberfläche Randabweiser bezogen auf Kolonnenelementvolumen	$a_{RAW,el}$	137,7	46,0	211,7
spez. Oberfläche Kolonneninnenwand	a_{Wand}	50,0	16,0	80,0
Oberfläche der Mikrostruktur	a_{Mikro}	42,2	42,2	42,2
Sekundäre Oberfläche $a_{sek} = a_{RAW,el} + a_{Wand} + a_{Mikro}$	a_{Sek}	229,9	104,2	333,9
Eck- und Randspalt spez. Oberfläche	a_{Spalt}	161,1	54,5	282,4

K.2 Packungsrotation bei Packungseinbau

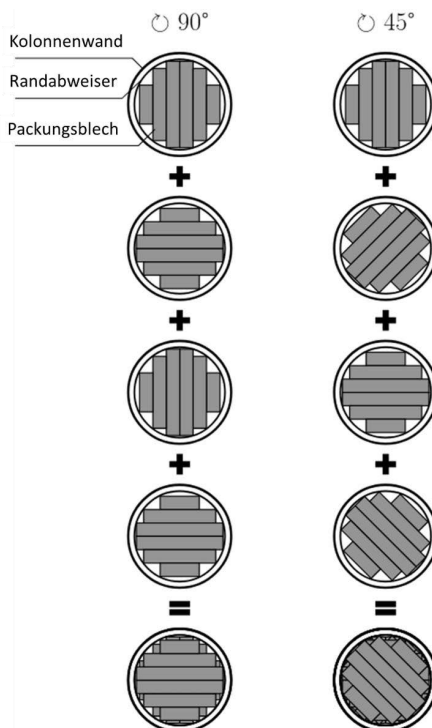


Abbildung 9.28: Visualisierung des weiß hinterlegten freien Randspalts bei zwei unterschiedlichen Packungsrotationen (90°, 45°) im DN50 Maßstab bei fünf Packungselementen mit je sechs Blechlagen in der Draufsicht aus (Neumann et al., 2025)

K.3 Perforation

Die Lochung der Bleche, auch bekannt als Perforation, mit einem typischen Durchmesser von 4 mm (Olujčić et al., 2000), sorgt für die Grobverteilung der Flüssigkeit auf den Lamellen (Bertling 2024; Meier et al., 1979) und den Druckausgleich zwischen den Kanälen. Die Anordnung der Löcher beeinflusst die Strömungswege, reduziert die mittlere Geschwindigkeit der flüssigen Phase und erhöht die Gas-Flüssigkeits-Grenzfläche sowie die lokale Flüssigkeitserneuerung und den Hold-up in der Packung. Die Löcher werden mit aufsteigendem Gas durchflossen und verbessern die Flüssigkeitsverteilung auf den Packungsblechen. Wässrige Phasen fließen nicht und organische Phasen nur in geringem Maße durch die Löcher (Bertling 2024; Fair et al., 2000; Olujčić et al., 1999).

Das Durchfließen von Flüssigkeit wirkt sich nachteilig auf die Flüssigkeitsverteilung aus und führt zu einem geringeren Flüssigkeitsgehalt (Hold-up) (Fair et al., 2000). Bei perforierten Packungen mit hoher Gasbelastung können Tropfen- und Sprayströmungen entstehen, wodurch die Stoffübergangsfläche und -effizienz erhöht werden. Während perforierte Packungen die Flüssigkeitsverteilung insbesondere bei niedrigen Flüssigkeitsbelastungen verbessern (Repke et al., 2011), wird die geometrische Oberfläche der

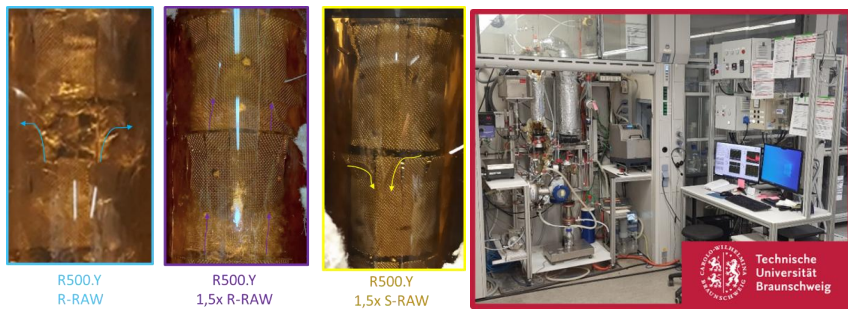
Packungsbleche aufgrund der Perforation um bis zu 10 % reduziert (Olujić et al., 2012, 2004). Die Annahme, dass diese Lochfläche als inaktive Packungsoberfläche betrachtet werden kann, gilt allgemein für Kohlenwasserstoffe im Pre-Loading-Bereich, wo Flüssigkeit als Film an der Oberfläche fließt. Bei Flüssigkeiten mit geringer Oberflächenspannung, wie organischen Medien, kann diese reduzierte Fläche aufgrund der hohen Benetzungsgrade relevant sein (Olujić et al., 2004). Medien mit geringer Oberflächenspannung neigen dazu, die Löcher zu umfließen (Olujić et al., 2015). In wässrigen Systemen hingegen neigen Flüssigkeiten bei hohen Belastungen dazu, die Löcher zu überbrücken (Olujić et al., 2004). Dies kann ebenfalls bei organischen Medien vorkommen und dadurch die Kapazität der Packung bezüglich des Durchsatzes verringern (Olujić et al., 2000). Überbrückte Löcher zwingen den Dampf ebenso wie nicht-perforierte Packungen, dem Kanal zu folgen. Dies hat im Vergleich zu perforierten Blechen mit freien Löchern einen erhöhten Druckverlust zur Folge (Olujić et al., 2012). Der Einsatz von perforierten Packungen in schaumfähigen Medien kann aufgrund dessen nachteilig sein, da der Kreuzstrom von Gas und Flüssigkeit an den ggf. überbrückten Löchern zu einer erhöhten Anfälligkeit für Schaum und einem Anstieg des Druckverlusts unter Schaumbelastung führt (Staud et al., 2023, 2022; Thitakamol et al., 2015).

Die Perforation ermöglicht bei hohen Flüssigkeitsbelastungen die Entweichung des Gases in benachbarte Kanäle (Yan et al., 2023) und führt zu vorteilhaften, geringeren Druckverlusten. Bei perforierten Packungen strömt der Dampf in einem effektiven Winkel α_{eff} Gl. (9-26), der größer ist als der Neigungswinkel der Wellen α (Olujić et al., 2000), wodurch die Trennleistung gesteigert wird. Da in diesem Umfang nur nicht-perforierte Packungen untersucht werden, aber die überwiegende Mehrheit publizierter Trennleistungsmessungen perforierte Packungen verwenden, sind experimentelle Vergleiche von perforierten und nicht-perforierten Packungen relevant. Es gibt nur wenige systematische Vergleiche, welche sich zudem widersprechen.

Messungen mit perforierten und nicht-perforierten Packungen mit hohen spezifischen Oberflächen von $400 \text{ m}^2\cdot\text{m}^{-3}$ bis $500 \text{ m}^2\cdot\text{m}^{-3}$ zeigen unterhalb des Staupunkts keinen signifikanten Einfluss der Perforation auf die Trennleistung, während die nicht-perforierte Packung eine höhere Kapazität aufweist (Olujić et al., 2012). Die perforierte BSH-Packung (ehem. Julius Montz GmbH) bietet geringere Druckverluste und höhere Kapazitäten, was auf die reduzierte spezifische geometrische Oberfläche durch die Perforation zurückzuführen ist (Olujić et al., 2000). Der Vergleich zu nicht-perforierten Packungen zeigt signifikante Trennleistungssteigerungen um bis zu 60 % durch bessere Flüssigkeitsverteilung bei perforierten Packungen, wobei die nicht-perforierte Packung im Pilotmaßstab DN250 einen Benetzungsgrad von 68 % erreicht (Pöschmann et al., 2024).

K.4 Fluidodynamik bei Randabweiservariation im DN50 Maßstab

In der Abbildung 9.29 sind durch die Randabweiservariation unterschiedliche Fluidodynamiken dargestellt. Bei der ursprünglichen Konfiguration des R500.Y kann der Gas- und Flüssigkeitsstrom zwischen den Randabweisern zur Wand entweichen, während beim R500.Y mit 1,5x R-RAW die Flüssigkeit durch die Randabweiser effizient von der Wand in die Packung abgeleitet wird. Beim Eintritt in das Packungselement sind Turbulenzonen durch Verwirbelungen zwischen Randabweiser und Wand erkennbar. Bei der Variante 1,5x S-RAW sind deutlich Rinnsale der Flüssigkeitsströmung zu erkennen, die zwischen den Zungen der Randabweiser abfließen.



L.2 Flüssigkeitsverteiler, -sammler und -wiederverteiler

Die verbauten Flüssigkeitssammler halten einen Abstand zum Packungsbett von mindestens dem Durchmesser der Kolonne ein (Ottenbacher et al., 2011). Die Packungen sollten indes einen Mindestdruckverlust von ca. 0,5 ... 1 mbar/m aufweisen, um eine gleichmäßige Verteilung zu gewährleisten (Harrison und France, 1989).



Abbildung 9.31: Flüssigkeitsverteiler in der DN150 Anlage (links) und Flüssigkeitssammler und Wiederverteiler (mitte) und Flüssigkeitssammler DN50 Kolonne (rechts)

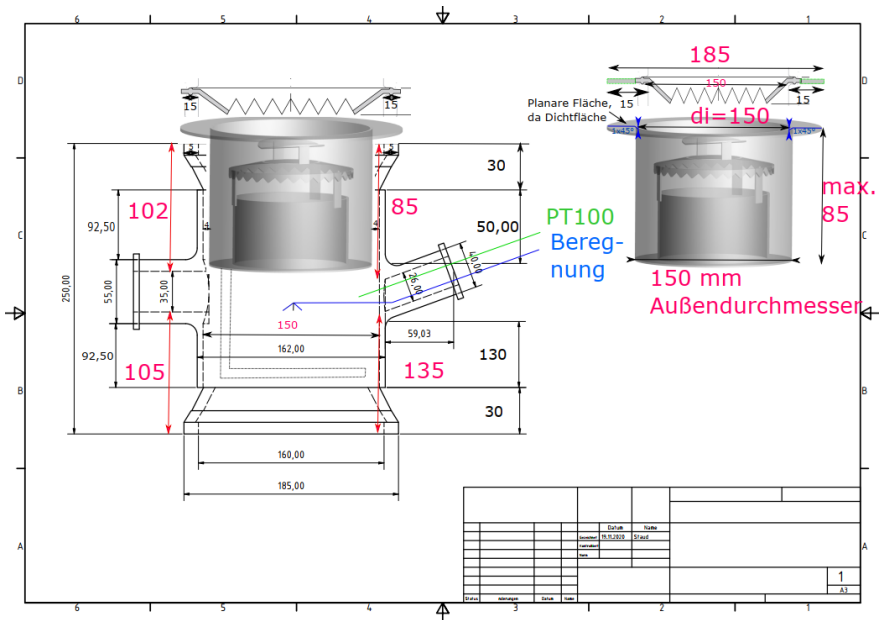


Abbildung 9.32: Technische Zeichnung des Einbauszustands des Sammlers unter des Packungsbettes (DN150)

L.3 Messsensorübersicht

Sensorkennzeichnung, Typ, Messbereich, Unsicherheit bezogen auf den Vollausschlag (Full Scale -FS)

Drucksensoren

PIR201, PIR205 Keller PAA-35X 0-1,2 bar abs 0,1 % FS

PIR103, PIR301 Keller PRD-33X 0-0,35 bar Diff. +-1 %FS

PIR202, PIR203, PIR204 Keller PD41-X +-30 mbar bar Diff. 0,2 %FS

P103 Keller PAA-35XHTC 0-3 bar abs 0,5 % FS

FIR 200 Krohne Optimass 1300C S15

4-20 mA = Massenstrom 0 - 6500 kg/h → NI9219 4x Analog In

4-20 mA = Dichte 600 - 1200 kg/m³ → NI9219 4x Analog In

FIR 302 Krohne Optimass 1300C S15

4-20 mA = Massenstrom 0 -1800 kg/h → NI9219 4x Analog In

FIR 301 Krohne IFC010D

4-20 mA = Durchfluss KW 0-2 m³/h → NI9219 4x Analog In

Pt-100:

T201, T202, T203, T204, T205, T306 → NI9216 8x RTD

Thermoelemente Typ T:

T101-T107 = 7 Stück → NI9213 16x TC

T301-T306 = 6 Stück → NI9213 16x TC

M Berechnung von Gasbelastungen

M.1 Arithmetische Stufenmittelung von F_G , λ mit Beispielrechnung

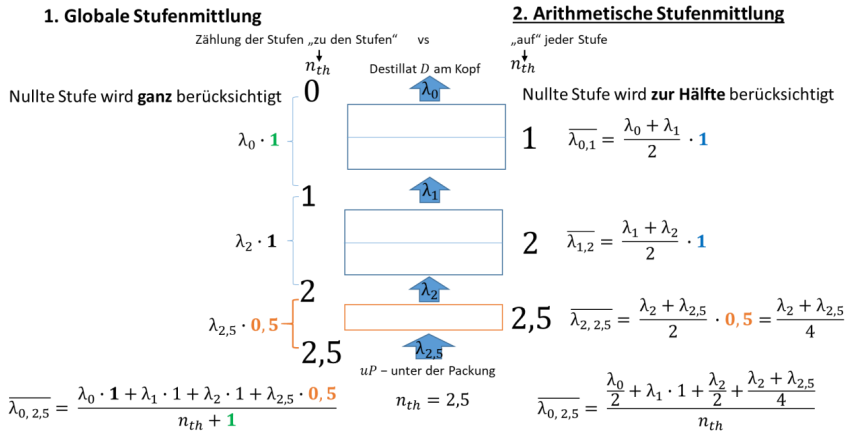


Abbildung 9.33: Vergleich von globaler und arithmetische Stufenmittelung am Beispiel von λ -Werten

Beispielvergleich: Arithmetische Mittelung vs. Arithmetische Stufenmittelung von Gasbelastungen

Die Arithmetische Mittelung nach (Neumann et al., 2025) unterscheidet sich von der arithmetischen Stufenmittelung, wie folgendes Beispiel illustriert:

1. $n_{th} = 2$ (ungebrochenen, geraden Stufenzahl)

$$F_0 = 0,5$$

$$F_1 = 0,75$$

$$F_2 = 1$$

Arithmetisch über alle Stufen gemittelt (Neumann et al., 2025):

$$\overline{F_{0,2}} = (0,5 + 0,75 + 1) / n_{th} = 2,25 / 2 = \mathbf{1,125 \text{ Pa}^{0,5}}$$

Arithmetische Stufenmittelung auf jeder Stufe (BS):

$$\overline{F_{0,2}} = [(0,5 + 0,75) / 2 \cdot 1 + (0,75 + 1) / 2 \cdot 1] / 2 = \mathbf{0,75 \text{ Pa}^{0,5}}$$

2. $n_{th} = 2,5$ (gebrochenen Stufenzahl)

$$F_0 = 0,5$$

$$F_1 = 0,75$$

$$F_2 = 1$$

$$F_{2,5} = 1$$

Arithmetisch über alle Stufen gemittelt (Neumann et al., 2025):

$$\overline{F_{0,2,5}} = (0,5 + 0,75 + 1 + 1,25) / n_{th} = 3,5 / 2,5 = \mathbf{1,4 \text{ Pa}^{0,5}}$$

Arithmetische Stufenmittelung auf jeder Stufe (BS):

$$\overline{F_{0,2,5}} = [(0,5 + 0,75) / 2 \cdot 1 + [(0,75 + 1) / 2 \cdot 1] / 2 + [(1 + 1,5) / 2 \cdot 1] / 2 \cdot 0,5 = 2,06 / n_{th} = \mathbf{1,725 \text{ Pa}^{0,5}}$$

Implementierung der Berechnung im Python-Programmcode am Beispiel des Strippingfaktors:

2. Arithmetische Stufenmittelung

auf jeder Stufe

n_{th}

Nullte Stufe wird zur Hälfte berücksichtigt

$$1 \quad \overline{\lambda}_{0,1} = \frac{\lambda_0 + \lambda_1}{2} \cdot 1$$

Berechnung des HETPs in der Mitte jeder Stufe

$$2 \quad \overline{\lambda}_{1,2} = \frac{\lambda_1 + \lambda_2}{2} \cdot 1$$

$$2,5 \quad \overline{\lambda}_{2,2,5} = \frac{\lambda_2 + \lambda_{2,5}}{2} \cdot 0,5$$

$$\overline{\lambda}_{0,2,5} = \frac{\lambda_0}{2} + \lambda_1 \cdot 1 + \frac{\lambda_2}{2} + \frac{\lambda_2 + \lambda_{2,5}}{4}$$

```
if Stufenmittelung == "Global":
    print("Bitte Stufenmittelung durch")
    with_stages_eigenschaften = media_properties * 0.5
    with_stages_eigenschaften = np.zeros((length, 1))
    full_stages_int = full_stages.astype(int)
    i = 0
    while i < length:
        n = 0
        while n < full_stages_int[i]:
            with_stages_eigenschaften[i, 1] += stagewise_properties[i, n, 1]
            n += 1
        with_stages_eigenschaften[i, 1] += stagewise_properties[int(full_stages_int[i]) - 1, 1] * 0.5
        with_stages_eigenschaften[i, 1] += stagewise_properties[i, full_stages_int[i] - 1, 1] * 0.5 * broken_stage_size[i]
        i += 1
    with_stages_eigenschaften = broken_stage_size[:, 1].repeat(1) * 0.5
    avg = with_stages_eigenschaften + broken_stage_size * broken_stage_size * broken_stage_size
    average_values = np.divide(sum, total_stages).T
    print("Durchschnitt")
```

M.2 Gasbelastungsverhältnis

Das Gasbelastungsverhältnis zwischen Kolonnenkopf (K) und unter der Packung (uP) korreliert nach Formel (4-2) mit ρ_g und Δh_v und wird im Folgenden mithilfe der Formeln (2-5), (2-6) und (3-12) hergeleitet.

$$\dot{m}_{G,K} = \dot{m}_{L,RL} \cdot \left(1 + \frac{c_{p,RL} \cdot (T_K - T_{RL})}{\Delta h_{v,K}} \right) \quad (9-95)$$

$$F_{G,K} = \frac{\dot{m}_{L,RL} \cdot \left(1 + \frac{c_{p,RL} \cdot (T_K - T_{RL})}{\Delta h_{v,K}} \right)}{\sqrt{\rho_{g,K}} \cdot \frac{\pi \cdot d_i^2}{4}} \quad (9-96)$$

$$F_{G,uP} = \frac{\dot{m}_{G,K} \cdot \left(\frac{\Delta h_{v,K}}{\Delta h_{v,uP}} \right)}{\sqrt{\rho_{g,K}} \cdot \frac{\pi \cdot d_i^2}{4}} \quad (9-97)$$

$$\begin{aligned} \frac{F_{G,K}}{F_{G,uP}} &= \frac{\dot{m}_{L,RL} \cdot \left(1 + \frac{c_{p,RL} \cdot (T_K - T_{RL})}{\Delta h_{v,K}} \right) \cdot \sqrt{\rho_{g,uP}}}{\dot{m}_{G,K} \cdot \left(\frac{\Delta h_{v,K}}{\Delta h_{v,uP}} \right) \cdot \sqrt{\rho_{g,K}}} \\ &= \frac{\dot{m}_{L,RL} \cdot \left(1 + \frac{c_{p,RL} \cdot (T_K - T_{RL})}{\Delta h_{v,K}} \right)}{\dot{m}_{L,RL} \cdot \left(1 + \frac{c_{p,RL} \cdot (T_K - T_{RL})}{\Delta h_{v,K}} \right) \cdot \left(\frac{\Delta h_{v,K}}{\Delta h_{v,uP}} \right)} \cdot \left(\frac{\sqrt{\rho_{g,uP}}}{\sqrt{\rho_{g,K}}} \right) \\ &= \left(\frac{\Delta h_{v,uP}}{\Delta h_{v,K}} \right) \cdot \left(\frac{\sqrt{\rho_{g,K}}}{\sqrt{\rho_{g,uP}}} \right) = \frac{\Delta h_{v,uP}}{\Delta h_{v,K}} \cdot \sqrt{\frac{\rho_{g,uP}}{\rho_{g,K}}} \end{aligned} \quad (9-98)$$

N Rohdaten

Die Rohdaten der in dieser Arbeit vorgestellten Trennleistungsmessungen mit verschiedenen Packungstypen und Rektifikationsanlagen sind in den folgenden Tabellen dargestellt.

Tabelle 9-18: Rohdaten der Trennleistungsmessungen mit dem RMP-N-ähnlichen Packungstyp R500.Y, DN150 ($d_i = 152$ mm), $h_{pe} = 190$ mm, Technische Universität Braunschweig

p	h_{pa}	System	x_D	x_{uP}	T_K	T_{uP}	$\dot{m}_R$	$\frac{\Delta p}{h_{pa}}^{-1}$	F_G	HETP
mbar	m		mol ₁ · mol _{ges} ⁻¹		°C	°C	$\frac{kg}{h}$	$\frac{mbar}{m}$	$\sqrt{Pa}$	m
945	0,57	C6/C7	0,591	0,365	86,38	90,69	90,95	1,05	0,831	0,328
945	0,57	C6/C7	0,643	0,321	85,29	91,39	168,75	4,66	1,572	0,226
945	0,57	C6/C7	0,560	0,338	86,97	91,27	124,66	1,36	1,157	0,331
945	0,57	C6/C7	0,577	0,314	86,86	91,45	147,02	2,16	1,365	0,280
944	0,57	C6/C7	0,526	0,296	87,54	91,86	59,73	0,46	0,538	0,314
304	0,57	C6/C7	0,700	0,309	50,98	58,33	139,07	12,78	2,137	0,221
302	0,57	C6/C7	0,685	0,290	51,01	58,84	145,61	16,89	2,248	0,219
302	0,57	C6/C7	0,630	0,269	52,13	58,45	117,54	5,36	1,796	0,239
301	0,57	C6/C7	0,602	0,324	52,61	57,29	74,09	1,56	1,133	0,321
300	0,57	C6/C7	0,575	0,311	52,71	57,51	57,73	1,00	0,880	0,334
310	0,57	C6/C7	0,639	0,382	52,13	57,33	41,06	0,58	0,618	0,346
300	0,57	C6/C7	0,636	0,381	51,94	56,69	92,03	2,39	1,410	0,352
949	0,57	EtOH/BuOH (atm)	0,798	0,060	90,15	114,65	158,00	11,63	1,984	0,197
953	0,57	EtOH/BuOH (atm)	0,778	0,059	90,66	114,90	151,85	9,92	1,897	0,200
946	0,57	EtOH/BuOH (atm)	0,755	0,146	91,86	112,22	106,50	1,88	1,312	0,289
946	0,57	EtOH/BuOH (atm)	0,730	0,186	92,07	112,13	85,53	1,13	1,053	0,324
946	0,57	EtOH/BuOH (atm)	0,739	0,163	92,41	112,45	72,88	0,79	0,896	0,305
945	0,57	EtOH/BuOH (atm)	0,705	0,124	92,83	112,94	60,43	0,41	0,741	0,292
945	0,57	EtOH/BuOH (atm)	0,768	0,131	90,67	112,81	38,06	0,08	0,465	0,265
946	0,57	EtOH/BuOH (atm)	0,729	0,115	93,19	113,70	123,00	3,09	1,501	0,270
945	0,57	EtOH/BuOH (atm)	0,773	0,193	91,05	111,56	85,19	1,05	1,050	0,308
945	0,57	EtOH/BuOH (atm)	0,758	0,174	91,02	111,75	87,04	1,08	1,075	0,304

946	0,57	EtOH/BuOH (atm)	0,762	0,207	89,60	110,90	101,52	1,83	1,264	0,323
299	0,57	EtOH/BuOH (vac)	0,742	0,120	66,08	84,38	73,33	2,28	1,492	0,304
298	0,57	EtOH/BuOH (vac)	0,717	0,107	67,10	84,54	52,39	1,05	1,056	0,303
299	0,57	EtOH/BuOH (vac)	0,850	0,206	60,86	82,87	39,56	1,17	0,838	0,308
298	0,57	EtOH/BuOH (vac)	0,796	0,135	63,07	83,82	22,55	0,55	0,470	0,296
298	0,57	EtOH/BuOH (vac)	0,772	0,063	61,06	84,92	7,11	1,58	0,150	0,231
302	0,57	EtOH/BuOH (vac)	0,956	0,178	52,87	83,00	85,39	7,29	1,906	0,206
300	0,57	EtOH/BuOH (vac)	0,866	0,171	59,62	82,36	70,91	2,50	1,508	0,284
300	0,57	EtOH/BuOH (vac)	0,820	0,207	61,26	83,19	46,65	0,91	0,984	0,324
299	0,57	EtOH/BuOH (vac)	0,854	0,195	61,24	83,24	27,74	0,36	0,582	0,301
301	0,57	EtOH/H ₂ O	0,735	0,062	50,65	68,17	23,31	0,36	0,469	0,171
301	0,57	EtOH/H ₂ O	0,732	0,061	50,72	68,24	23,20	0,25	0,467	0,174
301	0,57	EtOH/H ₂ O	0,729	0,055	50,73	68,31	23,07	0,26	0,463	0,174
300	0,57	EtOH/H ₂ O	0,729	0,050	50,71	68,35	23,08	0,31	0,462	0,170
302	0,57	EtOH/H ₂ O	0,753	0,124	50,51	66,55	36,61	0,80	0,755	0,174
298	0,57	EtOH/H ₂ O	0,746	0,077	50,40	67,44	42,87	1,07	0,874	0,165
302	0,57	EtOH/H ₂ O	0,699	0,049	50,89	69,40	142,59	18,00	2,934	0,197
300	0,57	EtOH/H ₂ O	0,746	0,078	50,48	68,00	122,90	10,62	2,525	0,165
300	0,57	EtOH/H ₂ O	0,750	0,087	50,55	67,30	101,72	4,97	2,087	0,164
299	0,57	EtOH/H ₂ O	0,758	0,094	50,34	67,08	89,06	3,46	1,833	0,159
300	0,57	EtOH/H ₂ O	0,737	0,123	50,44	66,36	58,96	1,67	1,231	0,195
950	0,57	EtOH/H ₂ O	0,755	0,210	76,67	93,38	21,05	0,04	0,256	0,165
948	0,57	EtOH/H ₂ O	0,736	0,099	76,82	96,23	134,37	3,65	1,637	0,163
948	0,57	EtOH/H ₂ O	0,734	0,093	76,99	95,84	108,90	1,84	1,318	0,163
948	0,57	EtOH/H ₂ O	0,734	0,100	76,98	95,75	87,66	1,19	1,062	0,165
949	0,57	EtOH/H ₂ O	0,740	0,105	76,88	95,68	68,11	0,74	0,818	0,160
300	0,57	EtOH/H ₂ O	0,761	0,302	50,24	61,64	39,04	0,93	0,839	0,206
299	0,57	EtOH/H ₂ O	0,770	0,310	50,07	61,56	27,23	0,14	0,586	0,190
297	0,57	EtOH/H ₂ O	0,772	0,316	50,03	61,84	28,44	0,99	0,611	0,187
948	0,19	EtOH/H ₂ O	0,556	0,278	83,99	89,97	80,63	2,00	1,374	0,222
949	0,19	EtOH/H ₂ O	0,563	0,289	83,97	90,11	81,86	1,99	1,387	0,220
949	0,19	EtOH/H ₂ O	0,592	0,284	80,29	90,33	96,07	1,99	1,284	0,169

949	0,19	EtOH/H ₂ O	0,592	0,274	80,41	90,45	96,27	0,68	1,284	0,164
948	0,19	EtOH/H ₂ O	0,550	0,264	84,18	90,47	81,46	0,69	1,376	0,219
948	0,19	EtOH/H ₂ O	0,553	0,263	84,63	90,56	82,45	0,69	1,374	0,214
949	0,19	EtOH/H ₂ O	0,575	0,286	82,59	90,81	87,15	0,67	1,289	0,198
949	0,19	EtOH/H ₂ O	0,569	0,267	83,65	90,85	85,46	0,63	1,249	0,194
302	0,19	EtOH/H ₂ O	0,687	0,240	51,48	64,24	116,01	8,93	2,556	0,104
301	0,19	EtOH/H ₂ O	0,681	0,272	51,33	64,35	115,41	9,22	2,563	0,112
301	0,19	EtOH/H ₂ O	0,624	0,297	53,39	63,06	78,69	1,55	1,758	0,156
300	0,19	EtOH/H ₂ O	0,630	0,282	53,86	62,70	55,62	0,80	1,235	0,145
299	0,19	EtOH/H ₂ O	0,630	0,278	53,89	62,50	41,79	0,44	0,928	0,144
299	0,19	EtOH/H ₂ O	0,625	0,273	53,96	62,37	33,89	0,26	0,752	0,146
298	0,19	EtOH/H ₂ O	0,626	0,292	54,33	62,26	27,39	0,18	0,610	0,152
307	0,19	EtOH/H ₂ O	0,671	0,182	51,32	65,70	129,09	6,35	2,819	0,102
305	0,19	EtOH/H ₂ O	0,664	0,172	51,08	65,78	126,18	6,12	2,757	0,103
299	0,19	EtOH/H ₂ O	0,625	0,204	52,78	64,31	94,60		2,092	0,124
299	0,19	EtOH/H ₂ O	0,619	0,222	52,96	64,34	92,27		2,051	0,133
298	0,19	EtOH/H ₂ O	0,615	0,235	54,24	63,64	52,67		1,169	0,141
297	0,19	EtOH/H ₂ O	0,616	0,214	54,29	63,70	52,68		1,163	0,133
300	0,19	EtOH/H ₂ O	0,344	0,004	60,84	68,93	21,43		0,501	0,085
299	0,19	EtOH/H ₂ O	0,496	0,034	57,48	68,39	27,96	0,18	0,605	0,104
299	0,19	EtOH/H ₂ O	0,494	0,032	57,47	68,46	28,29	0,11	0,613	0,103
300	0,19	EtOH/H ₂ O	0,589	0,153	55,28	65,57	30,39	0,12	0,661	0,127
300	0,19	EtOH/H ₂ O	0,588	0,151	55,44	65,65	30,50	0,11	0,663	0,126
301	0,19	EtOH/H ₂ O	0,604	0,200	54,57	64,01	76,74	1,39	1,688	0,135
301	0,19	EtOH/H ₂ O	0,602	0,181	54,53	64,06	76,54	1,40	1,677	0,130
299	0,19	EtOH/H ₂ O	0,595	0,297	54,84	61,83	18,07	0,15	0,424	0,199
299	0,19	EtOH/H ₂ O	0,595	0,306	54,86	61,94	18,09	0,06	0,433	0,206
301	0,19	EtOH/H ₂ O	0,686	0,501	51,92	55,98	33,08	0,22	0,747	0,174
301	0,19	EtOH/H ₂ O	0,687	0,494	51,89	56,01	33,13	0,21	0,748	0,170
300	0,19	EtOH/H ₂ O	0,696	0,557	51,60	54,52	31,73	0,20	0,718	0,189
300	0,19	EtOH/H ₂ O	0,697	0,549	51,56	54,51	32,09	0,23	0,725	0,183

Tabelle 9-19: Rohdaten der Trennleistungsmessungen mit dem RMP-N ähnlichen Packungstyp R500.Y, DN50 ($d_i = 50$ mm), $h_{pe} = 93,83$ mm, Technische Universität Braunschweig

p	h_{pa}	System	x_D	x_{uP}	T_K	T_{uP}	$\dot{m}_R$	$\frac{\Delta p}{h_{pa}^{-1}}$	F_G	HETP
mbar	m		mol ₁ · mol _{ges} ⁻¹		°C	°C	$\frac{kg}{h^{-1}}$	$\frac{mbar}{m^{-1}}$	$\sqrt{Pa}$	m
949	0,563	C6/C7	0,615	0,337	86,03	90,43	11,60	0,91	0,990	0,262
950	0,563	C6/C7	0,605	0,310	86,30	90,41	14,86	1,57	1,268	0,243

950	0,563	C6/C7	0,669	0,364	85,20	89,83	4,67	0,20	0,403	0,237
949	0,563	C6/C7	0,657	0,384	85,52	89,70	6,66	0,32	0,569	0,266
949	0,563	C6/C7	0,648	0,379	85,43	89,49	8,80	0,56	0,758	0,270
950	0,563	C6/C7	0,651	0,346	85,47	89,76	18,00	3,03	1,540	0,236
950	0,563	C6/C7	0,675	0,372	85,08	89,44	4,16	0,15	0,358	0,237
950	0,563	C6/C7	0,686	0,353	84,83	89,41	20,10	4,67	1,726	0,215
300	0,563	C6/C7	0,676	0,371	51,34	54,36	9,64	2,05	1,392	0,288
300	0,563	C6/C7	0,688	0,409	51,16	54,17	7,33	1,19	1,059	0,314
300	0,563	C6/C7	0,705	0,429	51,05	53,83	6,17	0,81	0,884	0,313
300	0,563	C6/C7	0,697	0,427	51,33	53,66	5,24	0,61	0,750	0,322
300	0,563	C6/C7	0,720	0,388	51,22	54,61	11,95	3,88	1,723	0,258
950	0,563	EtOH/BuOH (atm)	0,802	0,202	86,08	108,21	8,20	0,75	0,963	0,296
949	0,563	EtOH/BuOH (atm)	0,796	0,179	86,98	107,98	8,09	0,72	0,947	0,287
949	0,563	EtOH/BuOH (atm)	0,811	0,123	87,09	110,75	14,55	4,45	1,714	0,231
948	0,563	EtOH/BuOH (atm)	0,818	0,167	84,55	109,04	4,26	0,13	0,508	0,263
949	0,563	EtOH/BuOH (atm)	0,818	0,198	85,24	106,43	11,57	2,05	1,367	0,287
949	0,563	EtOH/BuOH (atm)	0,829	0,172	85,41	107,82	12,96	3,11	1,529	0,259
950	0,563	EtOH/BuOH (atm)	0,815	0,192	85,64	107,78	6,53	0,43	0,771	0,286
300	0,563	EtOH/BuOH (vac)	0,788	0,112	61,75	82,46	7,42	3,79	1,496	0,283
300	0,563	EtOH/BuOH (vac)	0,803	0,162	61,73	80,13	6,40	2,39	1,281	0,303
300	0,563	EtOH/BuOH (vac)	0,804	0,160	61,85	80,19	5,91	2,19	1,185	0,302
300	0,563	EtOH/BuOH (vac)	0,735	0,109	64,52	82,52	4,64	1,21	0,915	0,296
300	0,563	EtOH/BuOH (vac)	0,806	0,173	62,66	81,34	5,04	1,62	1,016	0,308
300	0,563	EtOH/BuOH (vac)	0,826	0,103	59,58	81,74	3,17	0,59	0,635	0,245
951	0,563	EtOH/H ₂ O	0,737	0,062	78,43	97,01	10,85	1,83	1,219	0,150
951	0,563	EtOH/H ₂ O	0,777	0,246	81,76	91,01	7,49	0,85	0,874	0,147
951	0,563	EtOH/H ₂ O	0,767	0,145	77,18	91,21	15,53	4,42	1,807	0,145
951	0,563	EtOH/H ₂ O	0,762	0,159	77,20	90,18	17,61	6,49	2,050	0,150
951	0,563	EtOH/H ₂ O	0,757	0,034	77,22	94,78	5,71	0,53	0,634	0,126
951	0,563	EtOH/H ₂ O	0,745	0,048	77,29	97,83	11,96	2,81	1,519	0,143

921	0,563	EtOH/H ₂ O	0,767	0,088	76,29	95,02	9,19	1,27	1,066	0,135
300	0,563	EtOH/H ₂ O	0,726	0,012	51,58	67,05	7,25	2,33	1,342	0,144
300	0,563	EtOH/H ₂ O	0,750	0,064	51,47	62,17	7,38	2,45	1,413	0,155
300	0,563	EtOH/H ₂ O	0,780	0,050	51,15	59,80	5,14	1,13	0,981	0,128
300	0,563	EtOH/H ₂ O	0,781	0,157	51,07	63,33	3,63	0,71	0,720	0,149
300	0,563	EtOH/H ₂ O	0,774	0,158	51,23	67,03	9,16	3,81	1,814	0,154
300	0,563	EtOH/H ₂ O	0,783	0,247	51,15	65,17	8,45	3,41	1,693	0,158
300	0,563	EtOH/H ₂ O	0,773	0,025	51,07	66,62	5,31	1,39	0,995	0,122
300	0,563	EtOH/H ₂ O	0,780	0,085	51,23	67,95	11,06	7,60	2,181	0,141
300	0,563	EtOH/H ₂ O	0,781	0,100	51,27	67,43	11,29	8,20	2,235	0,142
300	0,563	EtOH/H ₂ O	0,784	0,189	51,32	66,91	10,49	6,07	2,099	0,150
300	0,563	EtOH/H ₂ O	0,765	0,024	50,95	68,49	5,77	1,61	1,084	0,131
300	0,563	EtOH/H ₂ O	0,748	0,015	50,86	68,31	3,62	0,74	0,680	0,141
322	0,563	EtOH/H ₂ O	0,802	0,066	51,97	70,08	64,17	25,36	2,197	0,115
301	0,563	EtOH/H ₂ O	0,805	0,066	51,07	69,38	58,81	25,22	2,273	0,114
302	0,563	EtOH/H ₂ O	0,764	0,009	52,26	71,44	61,45	22,74	2,223	0,118

Tabelle 9-20: Rohdaten der Trennleistungsmessungen mit dem Mellapak ähnlichen Packungstyp S500.Y, DN50 ($d_i = 50$ mm), $h_{pe} = 102,5$ mm, Technische Universität Braunschweig

p	h_{pa}	System	x_D	x_{uP}	T_K	T_{uP}	$\dot{m}_R$	$\frac{\Delta p}{h_{pa}^{-1}}$	F_G	HETP
mbar	m		$\text{mol}_i \cdot \text{mol}_{\text{Ges}}^{-1}$		°C	°C	$\frac{\text{kg}}{\text{h}^{-1}}$	$\frac{\text{mbar}}{\text{m}^{-1}}$	$\sqrt{Pa}$	m
951	0,612	C6/C7	0,586	0,249	81,15	91,22	9,68	0,71	0,855	0,224
950	0,612	C6/C7	0,560	0,242	87,08	91,90	12,51	-2,16	1,066	0,235
950	0,612	C6/C7	0,636	0,285	86,30	90,96	14,58	2,30	1,245	0,220
949	0,612	C6/C7	0,640	0,284	85,33	91,38	5,07	0,24	0,436	0,217
950	0,612	C6/C7	0,651	0,288	85,96	91,16	20,80	4,12	1,777	0,213

Tabelle 9-21: Rohdaten der Trennleistungsmessungen mit dem RMP-N-ähnlichen Packungstyp S500.Y · 1.5 R- RAW, DN50 ($d_i = 50$ mm), $h_{pe} = 93,83$ mm, Technische Universität Braunschweig

p	h_{pa}	System	x_D	x_{uP}	T_K	T_{uP}	$\dot{m}_R$	$\frac{\Delta p}{h_{pa}^{-1}}$	F_G	HETP
mbar	m		$\text{mol}_i \cdot \text{mol}_{\text{Ges}}^{-1}$		°C	°C	$\frac{\text{kg}}{\text{h}^{-1}}$	$\frac{\text{mbar}}{\text{m}^{-1}}$	$\sqrt{Pa}$	m
951	0,563	C6/C7	0,647	0,276	85,61	91,92	17,80	0,24	1,52	0,19
950	0,563	C6/C7	0,600	0,322	86,38	91,45	11,07	1,45	0,94	0,26
950	0,563	C6/C7	0,581	0,315	86,55	91,79	9,74	2,75	0,83	0,27
951	0,563	C6/C7	0,615	0,294	86,29	91,94	16,94	0,86	1,45	0,22
951	0,563	C6/C7	0,607	0,327	86,24	91,39	13,91	0,86	1,19	0,26

951	0,563	C6/C7	0,680	0,238	84,83	92,89	20,81	2,48	1,79	0,16
951	0,563	C6/C7	0,611	0,316	85,51	91,92	5,13	3,76	0,44	0,24
950	0,563	C6/C7	0,583	0,307	86,26	91,97	7,85	0,23	0,67	0,26
951	0,563	C6/C7	0,597	0,327	86,54	91,59	14,14	0,50	1,20	0,27
951	0,563	C6/C7	0,679	0,225	84,90	93,09	21,41	0,90	1,84	0,15
951	0,563	C6/C7	0,700	0,237	84,44	92,69	21,34	1,75	1,84	0,15

Tabelle 9-22: Rohdaten der Trennleistungsmessungen mit dem RMP-N-ähnlichen Packungstyp 500.Y · 1.5
S-RAW, DN50 ($d_i = 50$ mm), $h_{pe} = 93,83$ mm, Technische Universität Braunschweig

p	h_{pa}	System	x_D	x_{uP}	T_K	T_{uP}	$\dot{m}_R$	$\frac{\Delta p}{h_{pa}^{-1}}$	F_G	HETP
mbar	m		$\text{mol}_1 \cdot \text{mol}_{\text{Ges}}^{-1}$		°C	°C	$\frac{\text{kg}}{\text{h}} \cdot \text{h}^{-1}$	$\frac{\text{mbar}}{\text{m}} \cdot \text{m}^{-1}$	$\sqrt{Pa}$	m
950	0,563	C6/C7	0,742	0,397	83,69	89,81	17,61	5,39	1,76	0,20
949	0,563	C6/C7	0,636	0,419	85,65	89,67	7,06	2,37	0,60	0,34
949	0,563	C6/C7	0,658	0,427	85,22	89,13	5,04	4,20	0,43	0,32
950	0,563	C6/C7	0,621	0,420	85,93	89,61	13,66	0,41	1,17	0,36
950	0,563	C6/C7	0,659	0,377	85,19	90,23	18,04	0,28	1,54	0,26
950	0,563	C6/C7	0,721	0,299	84,08	91,78	22,74	1,56	1,96	0,17
950	0,563	C6/C7	0,635	0,412	86,01	89,47	11,46	3,43	0,98	0,33
950	0,563	C6/C7	0,631	0,414	86,10	89,61	14,04	8,46	1,20	0,34
950	0,563	C6/C7	0,638	0,397	85,93	89,79	16,28	1,29	1,39	0,30

Tabelle 9-23: Rohdaten der Trennleistungsmessungen mit dem Mellapak-ähnlichen Packungstyp S500.Y,
DN50 ($d_i = 50$ mm), $h_{pe} = 102,5$ mm, BASF AG

p	h_{pa}	System	x_D	x_{uP}	T_K	T_{uP}	$\dot{m}_R$	$\frac{\Delta p}{h_{pa}^{-1}}$	F_G	HETP
mbar	m		$\text{mol}_1 \cdot \text{mol}_{\text{Ges}}^{-1}$		°C	°C	$\frac{\text{kg}}{\text{h}} \cdot \text{h}^{-1}$	$\frac{\text{mbar}}{\text{m}} \cdot \text{m}^{-1}$	$\sqrt{Pa}$	m
949	0,612	C6/C7	0,731	0,360	83,18	89,08	16,89	2,16	1,41	0,207
949	0,612	C6/C7	0,734	0,375	82,99	88,99	12,13	0,94	1,01	0,213
949	0,612	C6/C7	0,773	0,398	82,62	88,43	7,21	0,33	0,60	0,198
949	0,612	C6/C7	0,809	0,395	82,21	88,40	4,75	0,11	0,40	0,173
949	0,612	C6/C7	0,748	0,372	82,48	88,97	19,36	3,12	1,61	0,201
949	0,612	C6/C7	0,745	0,329	82,26	89,53	21,80	7,24	1,86	0,181
949	0,612	C6/C7	0,811	0,392	81,94	89,13	2,77	0,04	0,24	0,170
949	0,612	C6/C7	0,719	0,377	83,03	89,08	14,19	1,43	1,21	0,224
949	0,612	C6/C7	0,754	0,396	82,80	88,27	9,72	0,56	0,82	0,211
949	0,612	C6/C7	0,734	0,388	82,34	88,58	7,30	0,53	0,79	0,220
949	0,612	C6/C7	0,733	0,384	82,34	88,55	8,04	0,55	0,78	0,219

949	0,612	C6/C7	0,736	0,378	82,87	88,67	8,69	0,55	0,77	0,213
948	0,612	C6/C7	0,681	0,337	83,03	89,50	10,96	1,33	1,20	0,227
948	0,612	C6/C7	0,678	0,327	83,01	89,56	9,87	1,08	1,09	0,222
300	0,612	C6/C7	0,783	0,397	50,05	53,88	6,93	1,00	0,99	0,230
299	0,612	C6/C7	0,781	0,335	50,08	54,96	12,42	4,57	1,79	0,201
300	0,612	C6/C7	0,772	0,344	50,27	54,90	11,08	3,22	1,59	0,211
300	0,612	C6/C7	0,769	0,348	50,53	54,88	9,77	2,27	1,40	0,215
300	0,612	C6/C7	0,825	0,356	49,62	56,10	1,43	0,03	0,21	0,182
299	0,612	C6/C7	0,787	0,350	50,08	55,07	3,23	0,12	0,46	0,204
300	0,612	C6/C7	0,755	0,357	50,49	54,77	8,31	1,36	1,19	0,229
300	0,612	C6/C7	0,755	0,341	50,59	55,29	5,96	0,61	0,86	0,220
300	0,612	C6/C7	0,765	0,339	50,64	55,25	4,10	0,30	0,59	0,213
949	0,612	EtOH/BuOH (atm)	0,857	0,033	87,49	113,02	12,58	2,94	1,51	0,167
949	0,612	EtOH/BuOH (atm)	0,851	0,025	88,34	114,49	15,43	7,07	1,84	0,161
949	0,612	EtOH/BuOH (atm)	0,862	0,054	88,47	112,47	10,44	1,63	1,24	0,186
949	0,612	EtOH/BuOH (atm)	0,889	0,084	87,58	111,38	8,80	1,06	1,04	0,204
949	0,612	EtOH/BuOH (atm)	0,889	0,082	87,43	111,75	6,96	0,63	0,83	0,202
948	0,612	EtOH/BuOH (atm)	0,911	0,090	86,10	111,07	4,98	0,32	0,60	0,194
949	0,612	EtOH/BuOH (atm)	0,861	0,041	87,86	112,65	13,98	3,78	1,66	0,174
949	0,612	EtOH/BuOH (atm)	0,932	0,054	85,82	112,85	3,38	0,08	0,41	0,161
949	0,612	EtOH/BuOH (atm)	0,854	0,062	82,21	112,11	9,86	1,47	1,18	0,200
300	0,612	EtOH/BuOH (vac)	0,895	0,013	61,70	85,83	9,31	6,44	1,93	0,156
299	0,612	EtOH/BuOH (vac)	0,951	0,078	61,01	83,71	2,22	0,22	0,46	0,187
300	0,612	EtOH/BuOH (vac)	0,930	0,066	60,27	84,35	3,10	0,44	0,64	0,197
300	0,612	EtOH/BuOH (vac)	0,916	0,062	61,61	82,80	4,11	0,75	0,84	0,204
300	0,612	EtOH/BuOH (vac)	0,905	0,080	62,13	82,74	5,23	1,18	1,07	0,214
299	0,612	EtOH/BuOH (vac)	0,916	0,078	61,83	82,99	6,14	1,66	1,26	0,210

299	0,612	EtOH/BuOH (vac)	0,913	0,046	61,72	84,06	7,10	2,58	1,46	0,187
300	0,612	EtOH/BuOH (vac)	0,905	0,037	62,04	84,35	8,18	3,64	1,68	0,181
949	0,408	EtOH/H ₂ O	0,719	0,039	77,86	86,22	9,73	1,45	1,07	0,111
949	0,408	EtOH/H ₂ O	0,706	0,029	78,01	89,40	11,74	2,15	1,29	0,114
949	0,408	EtOH/H ₂ O	0,697	0,024	78,07	88,10	13,57	3,19	1,49	0,115
949	0,408	EtOH/H ₂ O	0,693	0,011	78,19	90,80	15,68	4,94	1,69	0,107
949	0,408	EtOH/H ₂ O	0,723	0,024	77,82	86,03	7,94	0,95	0,87	0,105
949	0,408	EtOH/H ₂ O	0,726	0,019	77,66	86,82	6,64	0,75	0,73	0,103
949	0,408	EtOH/H ₂ O	0,732	0,036	77,71	88,74	5,11	0,32	0,56	0,106
949	0,408	EtOH/H ₂ O	0,736	0,037	77,59	85,65	3,13	0,16	0,35	0,105
299	0,408	EtOH/H ₂ O	0,712	0,004	51,64	66,28	5,46	1,18	1,00	0,102
299	0,408	EtOH/H ₂ O	0,710	0,002	51,58	68,87	7,84	2,64	1,41	0,090
299	0,408	EtOH/H ₂ O	0,724	0,008	51,38	60,11	7,05	2,17	1,30	0,103
298	0,408	EtOH/H ₂ O	0,730	0,005	51,28	65,71	5,86	1,34	1,07	0,096
298	0,408	EtOH/H ₂ O	0,722	0,006	51,34	60,90	4,63	0,88	0,85	0,102
298	0,408	EtOH/H ₂ O	0,726	0,012	51,32	59,94	3,84	0,68	0,71	0,105
298	0,408	EtOH/H ₂ O	0,741	0,009	51,21	60,64	3,01	0,44	0,56	0,097
299	0,408	EtOH/H ₂ O	0,772	0,012	51,07	66,08	2,27	0,21	0,42	0,084
299	0,408	EtOH/H ₂ O	0,790	0,016	51,01	64,05	1,49	0,13	0,28	0,082
299	0,408	EtOH/H ₂ O	0,700	0,012	51,63	63,48	8,83	3,70	1,64	0,112
299	0,408	EtOH/H ₂ O	0,789	0,015	51,00	64,02	1,49	0,12	0,28	0,082

Tabelle 9-24: Rohdaten der Trennleistungsmessungen mit dem Mellapak-ähnlichen Packungstyp S500.Y, DN80 ($d_i = 80$ mm), $h_{pe} = 102,5$ mm, EVONIK AG

p	h_{pa}	System	x_D	x_{uP}	T_K	T_{uP}	$\dot{m}_R$	$\frac{\Delta p}{h_{pa}^{-1}}$	F_G	HETP
mbar	m		$\text{mol}_i \cdot \text{mol}_{\text{Ges}}^{-1}$		°C	°C	$\frac{\text{kg}}{\text{h}} \cdot \text{h}^{-1}$	$\frac{\text{mbar}}{\text{m}^{-1}}$	$\sqrt{Pa}$	m
302	0,615	C6/C7	0,743	0,349	50,37	54,19	27,46	2,09	1,50	0,233
300	0,615	C6/C7	0,766	0,338	50,52	54,08	10,16	0,48	0,57	0,213
301	0,615	C6/C7	0,766	0,338	50,73	54,45	13,87	0,73	0,77	0,212
301	0,615	C6/C7	0,742	0,331	50,93	54,50	16,90	0,98	0,93	0,224
301	0,615	C6/C7	0,731	0,316	50,78	54,58	20,32	1,28	1,12	0,223
301	0,615	C6/C7	0,721	0,274	50,73	54,65	23,55	1,63	1,29	0,207
302	0,615	C6/C7	0,711	0,308	51,19	55,06	26,02	1,97	1,42	0,231
300	0,615	C6/C7	0,745	0,274	50,88	54,81	9,77	0,46	0,54	0,193
963	0,615	C6/C7	0,663	0,307	85,38	90,84	48,48	2,49	1,88	0,219
961	0,615	C6/C7	0,634	0,355	86,04	89,98	29,82	1,20	1,17	0,284

961	0,615	C6/C7	0,626	0,346	86,07	89,95	33,46	1,40	1,31	0,283
962	0,615	C6/C7	0,633	0,328	85,97	90,06	37,09	1,64	1,45	0,257
962	0,615	C6/C7	0,650	0,301	85,83	90,27	40,54	1,89	1,59	0,223
962	0,615	C6/C7	0,649	0,286	85,71	90,63	44,13	2,15	1,72	0,214
963	0,615	C6/C7	0,657	0,298	85,67	90,90	48,12	2,46	1,87	0,217
962	0,615	C6/C7	0,636	0,293	86,07	90,06	33,36	1,41	1,31	0,226
301	0,615	EtOH/BuOH (vac)	0,956	0,132	54,11		17,21	1,38	1,35	0,211
301	0,615	EtOH/BuOH (vac)	0,949	0,129	54,82		20,01	1,80	1,56	0,214
300	0,615	EtOH/BuOH (vac)	0,960	0,146	53,86		14,04	0,99	1,10	0,211
300	0,615	EtOH/BuOH (vac)	0,984	0,072	51,47		6,40	0,22	0,51	0,157
300	0,615	EtOH/BuOH (vac)	0,964	0,049	53,27		8,82	0,40	0,71	0,162
300	0,615	EtOH/BuOH (vac)	0,949	0,046	54,51		11,19	0,65	0,89	0,168
962	0,615	EtOH/BuOH (atm)	0,926	0,210	82,50		34,05	1,98	1,58	0,234
961	0,615	EtOH/BuOH (atm)	0,959	0,130	80,03		10,56	0,41	0,50	0,179
961	0,615	EtOH/BuOH (atm)	0,961	0,260	80,11		15,56	0,63	0,73	0,220
961	0,615	EtOH/BuOH (atm)	0,943	0,245	81,32		20,01	0,88	0,93	0,232
961	0,615	EtOH/BuOH (atm)	0,929	0,162	82,13		25,23	1,21	1,18	0,216
962	0,615	EtOH/BuOH (atm)	0,935	0,192	81,79		29,41	1,53	1,37	0,222
963	0,615	EtOH/BuOH (atm)	0,909	0,203	83,44		32,30	1,86	1,49	0,243
961	0,615	EtOH/BuOH (atm)	0,956	0,148	80,18		15,12	0,62	0,71	0,189
298	0,615	EtOH/H ₂ O	0,775	0,179	50,47		20,65	1,58	1,56	0,171
300	0,615	EtOH/H ₂ O	0,820	0,221	50,39		6,03	0,22	0,46	0,125
300	0,615	EtOH/H ₂ O	0,809	0,155	50,49		8,79	0,40	0,66	0,130
298	0,615	EtOH/H ₂ O	0,805	0,241	50,34		11,78	0,63	0,90	0,143
298	0,615	EtOH/H ₂ O	0,817	0,355	50,30		11,94	0,63	0,92	0,138
295	0,615	EtOH/H ₂ O	0,809	0,308	50,14		14,03	0,84	1,08	0,144
297	0,615	EtOH/H ₂ O	0,802	0,287	50,37		16,18	1,14	1,25	0,155
299	0,615	EtOH/H ₂ O	0,799	0,245	50,48		19,95	1,50	1,52	0,154
294	0,615	EtOH/H ₂ O	0,805	0,243	50,09		15,01	0,93	1,15	0,143

959	0,615	EtOH/H ₂ O	0,767	0,232	77,35		34,02	1,28	1,60	0,169
962	0,615	EtOH/H ₂ O	0,793	0,233	77,41		13,03	0,27	0,61	0,136
961	0,615	EtOH/H ₂ O	0,777	0,222	77,54		19,84	0,47	0,93	0,158
961	0,615	EtOH/H ₂ O	0,769	0,120	77,54		24,35	0,67	1,12	0,152
961	0,615	EtOH/H ₂ O	0,756	0,104	77,55		29,24	0,93	1,34	0,160
962	0,615	EtOH/H ₂ O	0,757	0,148	77,52		34,01	1,20	1,57	0,165
961	0,615	EtOH/H ₂ O	0,792	0,121	77,46		15,50	0,32	0,71	0,127

Tabelle 9-25: Rohdaten der Trennleistungsmessungen mit dem RMP-N-ähnlichen Packungstyp R500.Y, DN50 ($d_i = 50$ mm), $h_{pe} = 93,83$ mm, ENVIMAC Engineering GmbH

p	h_{pa}	System	x_D	x_{uP}	T_K	T_{uP}	$\dot{m}_R$	$\frac{\Delta p}{h_{pa}^{-1}}$	F_G	HETP
mbar	m		mol ₁ ·mol _{ges} ⁻¹		°C	°C	$\frac{kg}{h^{-1}}$	$\frac{mbar}{m^{-1}}$	$\sqrt{Pa}$	m
947	1,495	C6/C7	0,670	0,157	83,80	93,10	18,10	3,61	1,52	0,333
947	1,495	C6/C7	0,731	0,248	82,00	90,00	5,49	0,60	0,47	0,378
947	1,495	C6/C7	0,671	0,065	82,20	92,80	4,99	0,45	0,43	0,237
946	1,495	C6/C7	0,699	0,159	82,70	93,10	7,64	1,14	0,65	0,317
946	1,495	C6/C7	0,615	0,097	83,30	93,60	7,08	0,80	0,60	0,297
945	1,495	C6/C7	0,498	0,085	86,50	95,10	12,29	1,27	1,02	0,336
947	1,495	C6/C7	0,698	0,101	82,90	93,60	8,02	0,79	0,68	0,263
947	1,495	C6/C7	0,667	0,080	83,20	94,20	11,79	2,21	1,00	0,255
946	1,495	C6/C7	0,664	0,083	83,20	93,50	9,99	0,93	0,85	0,259
947	1,495	C6/C7	0,697	0,151	84,20	94,60	11,87	1,54	1,00	0,311
945	1,495	C6/C7	0,546	0,061	86,70	94,10	9,76	0,86	0,81	0,273
949	1,495	C6/C7	0,675	0,068	83,20	94,70	21,33	3,71	1,81	0,239
948	1,495	C6/C7	0,639	0,052	83,80	94,00	12,60	1,57	1,07	0,229
945	1,495	C6/C7	0,538	0,059	86,00	95,10	11,81	1,24	0,99	0,274
948	1,495	C6/C7	0,580	0,062	83,10	94,30	8,87	1,11	0,75	0,263
948	1,495	C6/C7	0,572	0,064	83,20	94,40	6,62	0,70	0,56	0,268
944	0,460	C6/C7	0,529	0,278	87,80	91,80	18,39	2,89	1,51	0,231
944	0,460	C6/C7	0,539	0,277	87,60	91,80	20,52	3,83	1,68	0,221
944	0,460	C6/C7	0,526	0,302	88,20	92,20	19,23	3,26	1,57	0,260
944	0,460	C6/C7	0,534	0,288	87,20	91,20	11,45	1,00	0,94	0,237
943	0,460	C6/C7	0,707	0,492	84,00	88,10	16,65	2,09	1,39	0,268
943	0,460	C6/C7	0,688	0,416	81,50	90,70	27,59	19,57	2,34	0,216
943	0,460	C6/C7	0,677	0,406	84,90	89,60	20,91	2,83	1,74	0,218
943	0,460	C6/C7	0,677	0,396	84,50	89,80	8,38	0,59	0,70	0,211
298	0,460	C6/C7	0,620	0,411	52,60	51,40	7,56	1,20	1,05	0,348
298	0,460	C6/C7	0,739	0,326	52,30	52,00	16,81	13,48	2,35	0,167

298	0,460	C6/C7	0,682	0,391	51,40	49,40	12,87	4,17	1,81	0,246
298	0,460	C6/C7	0,686	0,435	52,60	47,80	7,90	1,52	1,10	0,284
298	0,460	C6/C7	0,642	0,357	52,00	51,60	15,35	8,59	2,15	0,254
298	0,460	C6/C7	0,637	0,382	51,40	49,30	12,66	3,65	1,78	0,285
298	0,460	C6/C7	0,636	0,370	51,40	48,00	5,68	1,02	0,80	0,273
298	0,460	C6/C7	0,638	0,313	51,60	51,00	15,49	7,70	2,17	0,221
298	0,460	C6/C7	0,614	0,354	52,00	48,20	10,71	3,04	1,50	0,278
298	0,460	C6/C7	0,593	0,303	53,20	50,60	10,52	2,28	1,47	0,247
298	0,460	C6/C7	0,603	0,405	51,70	49,90	4,08	0,91	0,57	0,369
298	0,460	C6/C7	0,606	0,341	52,80	49,50	12,69	3,85	1,77	0,272
298	0,460	C6/C7	0,605	0,326	53,00	52,70	11,66	2,41	1,62	0,258
298	0,460	C6/C7	0,593	0,303	53,20	50,60	10,52	2,20	1,47	0,247
948	0,460	EtOH/BuOH (atm)	0,821	0,288	82,70	106,90	15,23	2,46	1,74	0,274
947	0,460	EtOH/BuOH (atm)	0,841	0,329	82,90	110,70	11,29	5,61	1,29	0,282
948	0,460	EtOH/BuOH (atm)	0,828	0,247	82,60	110,90	7,02	2,50	0,80	0,251
946	0,460	EtOH/BuOH (atm)	0,840	0,274	83,60	106,70	5,48	0,80	0,63	0,256
946	0,460	EtOH/BuOH (atm)	0,819	0,258	82,70	109,50	3,11	0,39	0,36	0,260
946	0,460	EtOH/BuOH (atm)	0,833	0,270	82,00	110,80	3,68	0,22	0,42	0,259
946	0,460	EtOH/BuOH (atm)	0,724	0,166	85,10	112,20	14,32	0,33	1,60	0,253
946	0,460	EtOH/BuOH (atm)	0,763	0,207	84,00	112,70	9,75	2,30	1,10	0,260
946	0,460	EtOH/BuOH (atm)	0,746	0,192	83,40	112,20	6,51	1,02	0,73	0,259
299	0,460	EtOH/BuOH (vac)	0,813	0,232	57,80	75,30	6,71	0,39	1,30	0,277
298	0,460	EtOH/BuOH (vac)	0,822	0,175	60,60	78,00	10,11	2,04	1,95	0,247
298	0,460	EtOH/BuOH (vac)	0,782	0,244	57,80	75,70	8,47	3,59	1,63	0,304
298	0,460	EtOH/BuOH (vac)	0,646	0,226	59,10	74,00	5,47	2,52	1,02	0,410
298	0,460	EtOH/BuOH (vac)	0,648	0,254	60,50	73,70	4,57	1,22	0,86	0,463
298	0,460	EtOH/BuOH (vac)	0,710	0,216	61,60	63,70	3,94	1,22	0,74	0,330

317	0,460	EtOH/BuOH (vac)	0,841	0,263	59,90	79,40	10,10	0,74	1,91	0,277
309	0,460	EtOH/BuOH (vac)	0,811	0,211	59,70	80,00	8,00	3,09	1,52	0,267
302	0,460	EtOH/BuOH (vac)	0,788	0,210	58,10	79,00	3,62	1,72	0,69	0,278
299	0,460	EtOH/H ₂ O	0,761	0,610	50,20	48,90	12,82	1,57	2,68	0,276
297	0,460	EtOH/H ₂ O	0,769	0,581	49,80	48,00	10,97	13,50	2,28	0,223
297	0,460	EtOH/H ₂ O	0,765	0,478	50,60	52,70	9,02	9,63	1,86	0,198
298	0,460	EtOH/H ₂ O	0,744	0,494	50,80	52,60	9,79	4,59	2,03	0,240
298	0,460	EtOH/H ₂ O	0,732	0,093	51,60	51,40	4,55	5,15	0,89	0,156
297	0,460	EtOH/H ₂ O	0,756	0,117	47,50	55,10	6,81	1,65	1,33	0,135
295	0,460	EtOH/H ₂ O	0,753	0,061	48,20	56,30	6,11	5,07	1,17	0,124
296	0,460	EtOH/H ₂ O	0,695	0,059	49,30	57,00	6,57	4,54	1,27	0,164
296	0,460	EtOH/H ₂ O	0,658	0,015	48,50	57,90	5,88	2,24	1,12	0,156
296	0,460	EtOH/H ₂ O	0,669	0,010	49,10	56,80	4,78	2,24	0,89	0,141
296	0,460	EtOH/H ₂ O	0,653	0,005	49,50	54,10	4,13	2,20	0,76	0,132
296	0,460	EtOH/H ₂ O	0,669	0,407	49,70	45,80	5,09	2,96	1,08	0,374
296	0,460	EtOH/H ₂ O	0,746	0,413	45,90	47,30	4,07	4,80	0,85	0,208
296	0,460	EtOH/H ₂ O	0,766	0,433	42,90	49,20	3,48	5,98	0,73	0,186
296	0,460	EtOH/H ₂ O	0,771	0,400	49,60	52,10	2,35	5,67	0,48	0,171
297	0,460	EtOH/H ₂ O	0,742	0,243	48,40	45,10	3,83	3,87	0,77	0,174
298	0,460	EtOH/H ₂ O	0,643	0,011	52,10	60,90	8,84	2,93	1,65	0,156
298	0,460	EtOH/H ₂ O	0,665	0,008	50,50	55,60	6,91	4,30	1,27	0,137
298	0,460	EtOH/H ₂ O	0,679	0,380	49,70	51,70	5,24	3,76	1,10	0,334
946	0,460	EtOH/H ₂ O	0,625	0,051	78,40	96,20	13,23	1,65	1,50	0,190
946	0,460	EtOH/H ₂ O	0,718	0,093	77,50	96,40	10,66	4,02	1,21	0,151
946	0,460	EtOH/H ₂ O	0,740	0,117	77,30	94,20	6,51	2,76	0,74	0,132
947	0,460	EtOH/H ₂ O	0,735	0,347	77,30	92,70	10,97	5,46	1,31	0,184
946	0,460	EtOH/H ₂ O	0,759	0,336	77,10	91,20	7,18	1,63	0,84	0,146
947	0,460	EtOH/H ₂ O	0,745	0,265	76,90	94,40	8,26	1,89	0,97	0,157
948	0,460	EtOH/H ₂ O	0,759	0,264	77,10	92,30	6,12	2,04	0,71	0,136
946	0,460	EtOH/H ₂ O	0,769	0,256	77,30	92,70	4,33	1,67	0,50	0,127
947	0,460	EtOH/H ₂ O	0,733	0,226	77,50	92,90	7,24	1,76	0,85	0,163

Tabelle 9-26: Rohdaten der Trennleistungsmessungen mit dem Mellapak-ähnlichen Packungstyp S500.Y, DN250 ($d_i = 250$ mm), $h_{pe} = 205$ mm, SULZER Chemtech AG

p	h_{pa}	System	x_D	x_{uP}	T_K	T_{uP}	$\dot{m}_R$	$\frac{\Delta p}{h_{pa}^{-1}}$	F_G	HETP
mbar	m		$\text{mol}_1 \cdot \text{mol}_{\text{Ges}}^{-1}$		°C	°C	$\frac{\text{kg}}{\text{h}} \cdot \text{h}^{-1}$	$\frac{\text{mbar}}{\text{m}^{-1}}$	$\sqrt{Pa}$	m
959	1,024	C6/C7	0,558	0,152	88,31	96,81	312,67	0,72	1,08	0,279
957	1,024	C6/C7	0,663	0,231	86,21	95,38	313,73	0,88	1,09	0,288
954	1,024	C6/C7	0,696	0,256	85,70	95,10	317,82	0,87	1,10	0,286
959	1,024	C6/C7	0,715	0,271	85,39	94,50	177,73	0,40	0,63	0,283
960	1,024	C6/C7	0,684	0,242	86,04	95,54	367,99	1,26	1,26	0,283
958	1,024	C6/C7	0,697	0,257	85,78	95,13	273,65	0,76	0,95	0,285
956	1,024	C6/C7	0,747	0,226	84,76	95,87	557,87	5,12	1,95	0,234
955	1,024	C6/C7	0,751	0,212	84,59	96,19	621,15	8,83	2,17	0,224
958	1,024	C6/C7	0,736	0,303	84,81	94,28	302,61	0,93	1,05	0,291
959	1,024	C6/C7	0,721	0,242	85,27	95,49	494,95	2,74	1,72	0,261
960	1,024	C6/C7	0,726	0,272	85,17	94,96	436,20	1,91	1,51	0,276

Tabelle 9-27: Rohdaten der Trennleistungsmessungen mit dem Mellapak-ähnlichen Packungstyp S500.Y, Messzelle ($d_{i,\text{äquivalent}} = 84$ mm), $h_{pe} = 206$ mm, TU Berlin (Pöschmann, 2025)

p	h_{pa}	System	x_D	x_{uP}	T_K	T_{uP}	$\dot{m}_R$	$\frac{\Delta p}{h_{pa}^{-1}}$	F_G	HETP
mbar	m		$\text{mol}_1 \cdot \text{mol}_{\text{Ges}}^{-1}$		°C	°C	$\frac{\text{kg}}{\text{h}} \cdot \text{h}^{-1}$	$\frac{\text{mbar}}{\text{m}^{-1}}$	$\sqrt{Pa}$	m
290	0,206	C6/C7	0,698	0,525			18,60	0,97	1,89	0,18
290	0,206	C6/C7	0,709	0,527			22,60	2,07	2,30	0,17
290	0,206	C6/C7	0,706	0,526			20,30	1,64	2,07	0,17
290	0,206	C6/C7	0,690	0,537			14,70	0,76	1,50	0,20
290	0,206	C6/C7	0,686	0,536			12,90	0,53	1,33	0,21
290	0,206	C6/C7	0,694	0,536			9,60	0,32	0,98	0,20
290	0,206	C6/C7	0,704	0,541			6,90	0,28	0,70	0,19
290	0,206	C6/C7	0,710	0,540			4,50	0,11	0,46	0,18
290	0,206	C6/C7	0,716	0,497			25,10	3,47	2,56	0,14
960	0,206	C6/C7	0,519	0,394			26,20	0,39	1,60	0,22
960	0,206	C6/C7	0,535	0,395			18,40	0,24	1,09	0,19
960	0,206	C6/C7	0,538	0,399			13,30	0,17	0,79	0,20
960	0,206	C6/C7	0,553	0,376			34,50	1,79	2,05	0,15
960	0,206	C6/C7	0,514	0,393			27,30	0,41	1,70	0,22
960	0,206	C6/C7	0,517	0,392			21,30	0,28	1,30	0,22
960	0,206	C6/C7	0,534	0,396			18,10	0,21	1,07	0,20
960	0,206	C6/C7	0,536	0,400			9,70	1,03	0,58	0,20

960	0,206	C6/C7	0,548	0,400			6,90	0,10	0,41	0,18
960	0,206	C6/C7	0,538	0,370			32,90	1,47	1,95	0,16
960	0,206	C6/C7	0,519	0,377			28,90	0,71	1,72	0,19
960	0,206	C6/C7	0,509	0,384			24,40	0,32	1,49	0,22
960	0,206	C6/C7	0,517	0,364			31,20	1,22	1,85	0,17

O Veröffentlichungen im Rahmen dieser Dissertation

Zeitschriftenbeiträge

Journal	Veröffentlichungs-Titel
Chemical Research und Design	Strodtmann, L., Staud, R., Klinke, T., Jasch, K., Scholl, S., 2022. Quantification of evaporation-induced foaming ability. Chem. Res. Eng. Des. 179, 502-509. https://doi.org/10.1016/j.cherd.2022.01.021t
Chemical Engineering Technology	Staud, R., Heller, D., Knüpfer, L., Heitkam, S., Einfalt, D., Jasch, K., Scholl, S., 2022. Minimal-Invasive Method for the Evaluation of Liquid Fractions in Foams with a Point Level Sensor. Chemical Engineering & Technology 45, 1397-1403. https://doi.org/10.1002/ceat.202200072
Chemical Research und Design	Staud, R., Sun, Z., Xu, S., Scholl, S., Jasch, K., 2023. Fluid dynamic und separation performance of foam loaded packed distillation columns. Chemical Engineering Research and Design 193, 801-809. https://doi.org/10.1016/j.cherd.2023.04.006
Separation und Purification Technology	Staud, R., Schröder, K., Mesarek, K., Schröder, J., Herbst, R., Jasch, K., Scholl, S., 2024. Impact of thermal column wall conditions und subcooled reflux on separation performance in miniplant distillation columns. Separation und Purification Technology 130479. https://doi.org/10.1016/j.seppur.2024.130479
Separation und Purification Technology	Neumann, M., Xia, M., Pöschmann, R., Merkel, A., Staud, R., Schneider, H., Ehlert, T., Paschold, J., Müller, S., Harding, L.-S., Hiller, C., Neukäufer, J., Ausner, I., Gäbler, A., Chromik, R., Mackowiak, Jan, Mackowiak, Jerzy, Sola Cervera, J.L., Geipel, C., Brinkmann, J., Bausa, J., Zeck, S., Hapke, M., Forner, F., Habla, F., Knaup, M., Schulz, R., Schultes, M., Harlacher, T., Lutters, N., Kenig, E., Jasch, K., Paschtag, M., Scholl, S., Grünewald, M., Brösigke, G., Repke, J.-U., Klein, H., Rehfeldt, S., 2025. Towards Reliable HETP Values: Lessons Learned from Standardized Separation Efficiency Measurements. https://doi.org/10.2139/ssrn.4962152
Education for Chemical Engineers	Bode-Staud, R., Rohwer, L., Malek, L., Fricke, A., Scholl, S., 2025. Individualised Process Simulation Examination: A Novel Online Take-Home Approach within a Flipped Classroom. Education for Chemical Engineers. https://doi.org/10.1016/j.ece.2025.04.003

Vorträge

Konferenz	Vortrags-Titel
Jahrestreffen ProcessNet-Fachgruppe Fluidverfahrenstechnik, Adsorption und Extraktion, Berchtesgaden, Germany, 26.02.-28.02.2020	Staud, R., Heller, D., Jasch, K, Einfalt, D., Scholl, S., Kölling, R.: „Optimierungs- und Bekämpfungsstrategien für Schaumdynamiken in Destillationsanlagen der chemischen und Lebensmittelindustrie“
ECCE 13th European Congress of Chemical Engineering und 6th European Congress of Applied Biotechnology, Berlin/online, Germany, 20.09.-23.09.2021	Staud, R., Jasch, K., Scholl, S.: „Investigation of Foam Dynamics in Distillation Columns“
	Staud, R., Malek, L., Fricke, A., Rohwer, L., K., Scholl, S.: „Teaching Process Simulation und Take-Home Exam“
Jahrestreffen der ProcessNet-Fachgruppen Fluidverfahrenstechnik und Hochdruckverfahrenstechnik, Bochum, Germany, 14.02.-15.02.2022	Staud, R., Jasch, K, Scholl, S: „Experimental investigation of foam in packed distillation columns“
DA2022, 12 th International conference on Distillation & Absorption, Toulouse, France, 18.09-21.09.2022	Staud, R., Zhenlong S., Xu S., Jasch, K, Scholl, S: „Experimental Investigation of Foam in Packed Distillation Columns“
ECCE 14th European Congress of Chemical Engineering und 7th European Congress of Applied Biotechnology, Berlin, Germany, 17.09.-21.09.2023	Measurement of separation performances of structured packings with ideal und non-ideal mixtures using distillation plants in DN50 und DN150 scale

Poster

Konferenz	Poster-Titel
Jahrestreffen Fluidverfahrenstechnik und Adsorption 2023 21.-23. März 2023 im DECHEMA-Haus in Frankfurt am Main	Experimentelle Einflussanalyse für standardisierte Messungen der Trennleistung von strukturierten Packungen im Labor- und Technikumsmaßstab.
ECCE 14th European Congress of Chemical Engineering und 7th European Congress of Applied Biotechnology, Berlin, Germany, 17.09.-21.09.2023	Rohwer, L., Staud, R, Malek, L., Fricke, A., Scholl, S.: Teaching Process Simulation in the Context of Process Design, ECCE 14 & ECAB 7, Berlin, 17.09.-21.09.2023

ISSN 1860-1316

ISBN 978-3-68952-488-3



9

783689 524883



Cuvillier Verlag Göttingen
Internationaler wissenschaftlicher Fachverlag