

# Schlussbericht

zu dem IGF-Vorhaben

**"Standardisierung von Stofftransportmessungen in der Ab-/Desorption"**

der Forschungsstelle(n)

1 Technische Universität Dortmund

Fakultät Bio- und Chemieingenieurwesen, Lehrstuhl für Fluidverfahrenstechnik

2 Ruhr-Universität Bochum

Institut für Thermo- und Fluidynamik, Lehrstuhl für Fluidverfahrenstechnik

Das IGF-Vorhaben **17116 N/1** der Forschungsvereinigung GVT - Forschungs-Gesellschaft  
Verfahrens-Technik e.V. wurde über die



im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom



Bundesministerium  
für Wirtschaft  
und Energie

aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Prof. Dr.-Ing. Andrzej Górak

Dortmund, 30.06.2013

Ort, Datum

Prof. Dr.-Ing. Marcus Grünewald

Name und Unterschrift des/der Projektleiter(s)  
an der/den Forschungsstelle(n)

## Zusammenfassung:

Im Rahmen des Projekts "Standardisierung von Stofftransportmessungen in der Ab-/Desorption" wurde eine einheitliche Methode zur Bestimmung der Stoffdurchgangs- und Stoffübergangparameter sowie der effektiven Phasengrenzfläche für Absorptions- und Desorptionsprozesse entwickelt. Dazu wurde eine experimentelle Methode entwickelt, die eine genaue Anleitung zur Durchführung von Stofftransportexperimenten in Technikumskolonnen darstellt. Der Einsatz für strukturierte Packungen (Mellapak 250.Y) und für Füllkörper (Pall Ring 25M/50M) wurde dabei berücksichtigt. Zur Entwicklung dieser Methode wurden unterschiedliche Einflussfaktoren betrachtet:

- Equipment (Gasverteiler, Flüssigverteiler, etc.)
- Durchführung (Vorbehandlung der trennwirksamen Einbauten, Probennahme, etc.)
- Betriebsbedingungen (stationärer Zustand, Gas-/Flüssigkeitsbelastungen, etc.)

Die experimentelle Methode wurde in einer Absorptionskolonne mit einem Innendurchmesser von 288 mm entwickelt. Die Gültigkeit dieser Methode wurde durch Übertragung auf eine Absorptionskolonne mit einem Innendurchmesser von 600 mm in Vergleichsexperimenten (Hydrodynamik und Stofftransport) gezeigt.

Es wurde weiterhin die Berechnungsmethoden der notwendigen physikalischen/chemischen Eigenschaften der Stoffsysteme analysiert und entsprechend in ein Auswertungstool implementiert. Weiterhin umfasst dieses Tool eine Auswertung der Messergebnisse nach dem HTU-NTU Modell zur Bestimmung der gas- und flüssigkeitsseitigen Stofftransportparameter  $k_G$  und  $k_L$  sowie der effektiven Phasengrenzfläche  $a$ . Es wurden auf Basis der experimentellen Methode Experimente mit folgenden Stoffsystemen zur Bestimmung der jeweiligen volumetrischen Stoffdurchgangparameter ( $K_G a$  und  $K_L a$ ) durchgeführt:

System	Gas	Flüssigkeit	Bestimmung	Bedingung
1	CO <sub>2</sub> -Luft	NaOH-H <sub>2</sub> O	$a$	Schnelle Reaktion pseudo-erster Ordnung
2	Luft	CO <sub>2</sub> -H <sub>2</sub> O	$k_L a$	Stofftransportwiderstand auf der Flüssigkeitsseite
3	NH <sub>3</sub> -Luft	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -H <sub>2</sub> O	$k_G a$	Stofftransportwiderstand auf der Gasseite

Auf Basis dieses Tools können nun entsprechend sämtliche Experimente mit den o.g. Stoffsystemen nach der standardisierten Methode ausgewertet werden. Es konnte gezeigt werden, dass besonders die Bestimmung der effektiven Phasengrenze mit größter Sorgfalt durchgeführt werden muss, da sie den deutlichsten Einfluss auf die Modellierung von Absorptionsprozessen zeigt. Die entwickelte experimentelle und theoretische Methode tragen zur Steigerung der Qualität, Transparenz und Vergleichbarkeit für zukünftige und bereits in der Literatur beschriebene Stofftransportmessungen bei.

**"Das Ziel des Vorhabens wurde erreicht"**

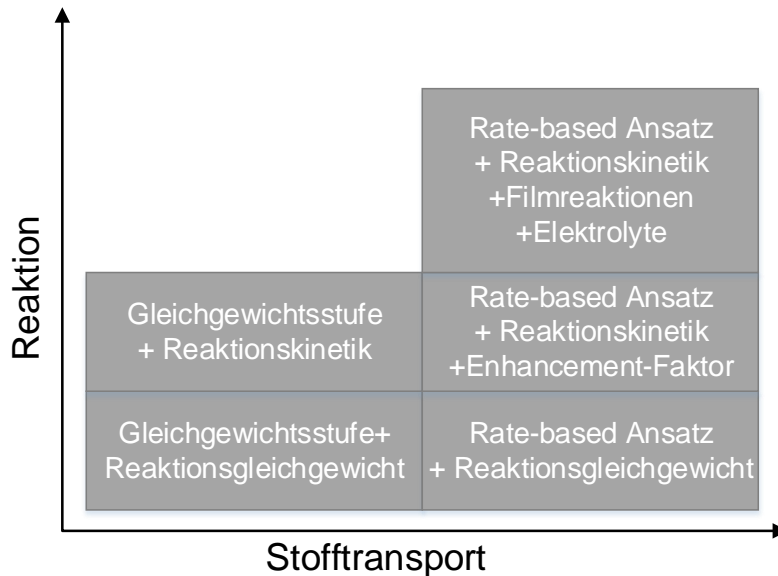
## 1. Einleitung

Absorptionsprozesse werden in sämtlichen Anwendungsbereichen der chemischen Industrie, sowie der Energiewirtschaft eingesetzt. Absorption bezeichnet die Abtrennung einer Zielkomponente  $i$  aus einem Gasstrom durch wechselwirkenden Kontakt mit einem Flüssigkeitsstrom, dem sogenannten Absorbens. Bei der physikalischen Absorption (oder Physisorption) wird die Trennung ausschließlich auf Basis der physikalischen Löslichkeit der Zielkomponente  $i$  im Absorbens hervorgerufen. In der reaktiven Absorption (oder Chemisorption) stellt sich eine erhöhte Kapazität des Lösungsmittels durch eine chemische Reaktion der Zielkomponente  $i$  in der flüssigen Phase ein, die durch eine Verschiebung des Reaktionsgleichgewichts erfolgt.

Die Anwendung rigoroser Modelle für eine detaillierte Kolonnenauslegung ist gängige Praxis in der chemischen Industrie. Diese ermöglichen eine Reduzierung des experimentellen Aufwands und der damit verbundenen Kosten für die detaillierte Auslegung von Kolonnen, sowie trennwirksamer und nicht-trennwirksamer Einbauten und der Peripherie [1–3]. Dazu werden sogenannte „rate-based“ Ansätze in der Prozessmodellierung eingesetzt. Diese rigorose Modellierung umfasst die Beschreibung der Thermodynamik und der Reaktionskinetik eines chemischen Systems, sowie die Hydrodynamik in der Kolonne und den Stoffübergang zwischen den Phasen. Speziell für die Reaktivabsorption beinhalten Modelle mit einem sehr hohen Detailgrad eine detaillierte Berechnung der Reaktionskinetik der Reaktion im Flüssigkeitsfilm, sowie der Elektrolytchemie im System, wie in Abbildung 1 dargestellt ist.

Für eine erfolgreiche Auslegung eines Absorptionsprozesses ist die richtige Wahl der verwendeten Modelle entscheidend, da die Modelle unter Umständen nur einen begrenzten Gültigkeitsbereich besitzen. Die Kenntnis des Kolonnendurchmessers, des flüssigen Hold-Ups und des Druckverlustes sind notwendig, um die Effizienz der Trennung in einer Absorptionskolonne vorhersagen zu können [2]. Besonders die experimentelle und modell-basierte Bestimmung des Stofftransports in einer Packung wies in der Vergangenheit große Ungenauigkeiten auf [3]. Stofftransportparameter gelten neben ihrem Einsatz in der Modellierung auch als Vergleichsmöglichkeiten unterschiedlicher Packungen und Füllkörper. Die Angabe der Stofftransportparameter durch den Packungshersteller ermöglicht dem Endanwender die Einschätzung welche Packung für das jeweilige Trennproblem geeignet ist. Somit ist die experimentelle Bestimmung der

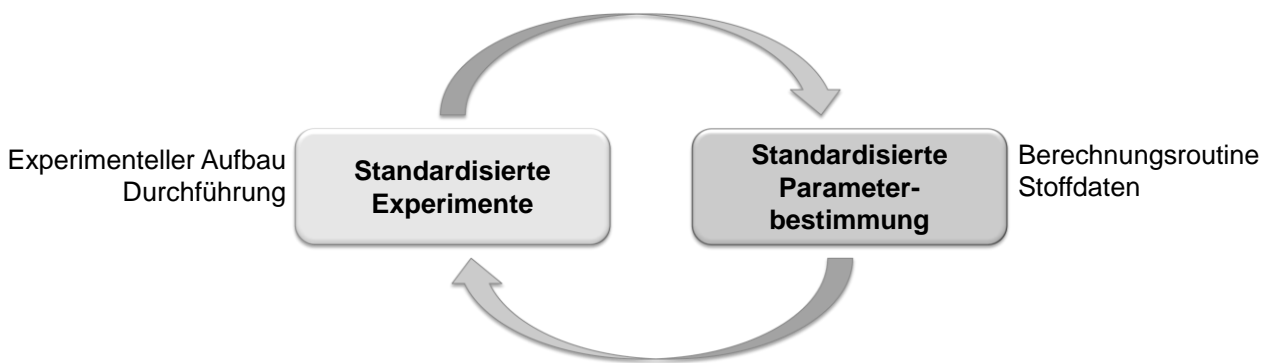
Stofftransportparameter von größter Bedeutung, da sie die Grundlage für sämtliche Stofftransportkorrelationen bilden, die wiederum in Prozessmodellen implementiert werden. Während für die Rektifikation bereits gängige Methoden zur Bestimmung der Stoffübergangparameter existieren, ist dies in der Absorption bisher noch zu vermissen [4–6].



**Abbildung 1: Modellkomplexität zur Auslegung von Absorptionsprozessen [2]**

### 1.1. Forschungsziel

Das Forschungsziel dieses Projektes ist die Entwicklung einer standardisierten Methode für Stoffübergangsmessungen in der Absorption und Desorption, die prinzipiell in zwei Bereiche unterteilt werden kann, wie Abbildung 2 zeigt. Zum einen in einen experimentellen Teil, der in Kapitel 2 beschrieben wird und zum anderen in der Parameterbestimmung, die in Kapitel 4 erläutert wird. 64 stellt dabei die Verknüpfung dieser beiden Teilbereiche da und zeigt, dass die in Kapitel 2 entwickelte Methode auf die in Kapitel 4 eingesetzte Absorptionskolonne übertragen werden kann. Ziel dieses Forschungsberichtes ist es, einen bestmöglichen Anwendungsleitfaden zur Bestimmung der Stofftransport-Parameter aufzustellen.



**Abbildung 2: Übersicht der Entwicklung einer standardisierten Methode für Stofftransportmessungen in der Absorption und Desorption**

Ziel der standardisierten Methode ist eine transparente Bestimmung der Parameter, wodurch eine erhöhte Zuverlässigkeit und Vergleichbarkeit der Stoffübergangparameter aus der Literatur gewährleistet werden soll. Dies resultiert in der Verringerung der eingesetzten Sicherheitsfaktoren bei der Auslegung einer Absorptionskolonne zur Folge, sowie in der Reduktion von Investitions- und Betriebskosten des Prozesses. Insbesondere bei der Maßstabsvergrößerung von Absorptionsprozessen mit großen Volumenströmen, wie beispielsweise bei der CO<sub>2</sub>-Abtrennung aus Kraftwerken, führt eine Überdimensionierung von Anlagenteilen zu einem drastischen Anstieg der Investitions- und Betriebskosten [7].

Diese Arbeit beschreibt systematisch und schrittweise das Vorgehen vom der Durchführung der Experimente bis zur Bestimmung der Stofftransportparameter und präsentiert beispielhaft den Aufbau und sowie die Ergebnisse der Stofftransportmessungen, die an einer Absorptionskolonne mit einem inneren Durchmesser von  $d_i=0.6$  m experimentell ermittelt wurden. Diese Methode bezieht sich auf Messungen des Stofftransports für wässrige Stoffsysteme mit niedriger Viskosität (vergleichbar mit Wasser) unter dem Einsatz von metallischen Füllkörpern und strukturierten Packungen. Die Experimente sind deshalb beispielhaft mit der strukturierten Packung Mellapak 250.Y von Sulzer Chemtech Ltd. und zum anderen mit Füllkörpern Pall Ring 25/50 der Vereinigten Füllkörper Fabriken GmbH & Co durchgeführt worden.

## 2. Experimentelle Methode

In diesem Kapitel werden die im Projekt durchgeführten experimentellen Untersuchungen erläutert und die Ergebnisse diskutiert, die schließlich zur Entwicklung einer standardisierten experimentellen Methode genutzt werden.

### 2.1. Versuchsaufbau- und Durchführung

In diesem Unterkapitel wird die Anlagenkonfiguration und die Versuchsdurchführung an der Ruhr-Universität Bochum (RUB) erläutert, welche zur Entwicklung der experimentellen Methode genutzt wird. Dabei werden der Aufbau und die Durchführung an der RUB vor der Entwicklung der Standardmethode beschrieben. Hierzu zählen ebenfalls die Vorbehandlung und der Einbau der trennwirksamen Einbauten. Aufbauend auf den Erkenntnissen der experimentellen Untersuchungen wird die neuentwickelte, standardisierte Methode in Kapitel 4.2 separat angewendet.

#### 2.1.1. Anlagenkonfiguration der Anlage an der RUB

Die RUB verfügt über 2 baugleiche Anlagen mit einem Innendurchmesser  $d_i = 288$  mm, die im Rahmen dieses Projektes eingesetzt werden. Die Abbildung 3 zeigt das Verfahrensfliesschema nach DIN ISO 10628 der verwendeten Versuchsanlagen.

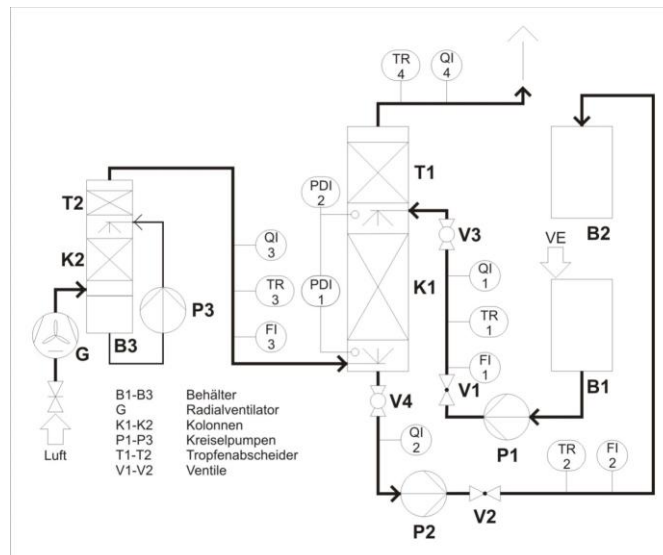


Abbildung 3: Verfahrensfliesschema der Versuchsanlage an der RUB

Es werden über die Kolonneneinbauten in der Hauptkolonne (K1) zwei Phasen, eine Gas- und eine Flüssigphase, im Gegenstrom zueinander geführt. Die Flüssigphase wird aus dem Vorlagebehälter (B1) mittels einer Zulaufpumpe (P1) zum Kopf der Hauptkolonne (K1) gepumpt und dort über einen Flüssigkeitsverteiler gleichmäßig über den gesamten Querschnitt der Hauptkolonne (K1) verteilt. Die Flüssigkeit rieselt dann als Flüssigkeitsfilm an der Oberfläche der zu vermessenden Kolonneneinbauten im Gegenstrom zur Gasphase nach unten in das untere Ende der Hauptkolonne (K1). Von dort wird die Flüssigkeit über eine Ablaufpumpe (P2) in den Vorlagebehälter (B2) gefördert.

Als Gasphase wird Raumluft aus der Umgebung mittels eines Radialventilators (G) in das untere Ende einer Luftbefeuchterkolonne (K2) gefördert, wo sie im Gegenstrom mit Wasser gesättigt wird. Zur Befeuchtung der Luft wird Wasser, aus dem Vorratsbehälter (B3) mit einer Befeuchterpumpe (P3) im Kreislauf gefördert. Nach der Luftbefeuchterkolonne (K2) strömt die mit Wasser gesättigte Luft, durch einen Tropfenabscheider (T2) und wird dann über einen Gasverteiler unterhalb der zu untersuchenden Kolonneneinbauten gleichmäßig über den Querschnitt der Hauptkolonne (K1) verteilt. Von unten strömt die Luft aufwärts im Gegenstrom zur herunter rieselnden Flüssigphase, am Kopf der Hauptkolonne (K1) durch den Tropfenabscheider (T1) und dann aus der Versuchsanlage heraus in die atmosphärische Abgasleitung.

Die Pumpen (P1), (P2) und (P3) sind Flüssigkeitskreiselpumpen der Baureihe UP der Firma Schmitt Kreiselpumpen. Die Regelung und Bestimmung der Flüssigkeitsvolumenströme erfolgt durch die Handventile (V1) und das Rotameter (FI1) für den Flüssigkeitseingang, und (V2) und (FI2) für den Flüssigkeitsausgang. Zur Steuerung des Gasvolumenstromes wird am Radialventilator (G) ein Schieber verstellt und die Ermittlung des Gasvolumenstromes erfolgt nach DIN EN ISO 5167 über die Messung des Druckverlustes an einer genormten Messblende. Mit Hilfe von U-Rohrmanometern werden die Druckverluste über die Hauptkolonne (K1) und über die genormte Messblende ermittelt.

Die eine der Anlagen des Lehrstuhls verfügen zudem über Frequenzumrichter, mit denen die Drehzahl der Pumpen und Gebläse steuerbar sind.

Die Temperaturmessung erfolgt bei beiden Anlagen über Thermoelemente vom Typ K im Flüssigkeitseingangsstrom (TR1), Flüssigkeitsausgangsstrom (TR2), Gaseingangsstrom (TR3) und Gasausgangsstrom (TR4).

### 2.1.2. Betriebsbereich der verwendeten Versuchsanlage

Die Anlagen- und Betriebsparameter der verwendeten Versuchsanlage sind in der Tabelle 1 aufgeführt.

**Tabelle 1: Anlagen- und Betriebsparameter der Versuchsanlage der RUB**

<b>max. Betthöhe</b>	H	2	m
<b>Kolonneninnendurchmesser</b>	$d_i$	0,288	m
<b>max. Gasvolumenstrom</b>	$V_{\max}$	900	m <sup>3</sup> /h
<b>max. Gasbelastungsfaktor</b>	$F_{v, \max}$	4	Pa <sup>0,5</sup>
<b>möglicher Flüssigkeitsvolumenstrom</b>	L	0,261-2,61	m <sup>3</sup> /h
<b>Flüssigkeitsbelastung</b>	$u_L$	4 bis 40	m <sup>3</sup> /(m <sup>2</sup> h)
<b>Temperaturen</b>	Umgebungstemperatur		
<b>Druck</b>	Umgebungsdruck		

### 2.1.3. Vorbehandlung und Einbau der trennwirksamen Einbauten

Vor dem Einbau der trennwirksamen Einbauten, sei es Füllkörper oder strukturierte Packungen, wird eine Vorbehandlung durchgeführt, um die Einbauten von möglichen Öl- bzw. Schmutzresten durch die Herstellung zu säubern. Dies gilt vor allem bei der Verwendung von metallischen Einbauten, wie sie im Projekt Verwendung finden. Zur Entfernung möglicher Verschmutzungen werden die Einbauten in einem temperierten Natronlaugebad gespült. Die beteiligten Hersteller trennwirksamer Einbauten empfehlen hierfür eine Temperatur von 50 bis 70°C und eine anschließende Neutralisation der Natronlauge durch eine Spülung mit entionisiertem Wasser. Die, innerhalb des Projektes, bereitgestellten trennwirksamen Einbauten Mellapak 250.Y und Pall Ring 25M bzw. 50M wurden vor der Anlieferung an die Forschungsstellen durch den Hersteller entfettet und gesäubert.

Der Einbau der Füllkörper in die Kolonne erfolgt durch Einschütten der Einbauten in die leere (mit Luft gefüllte) Kolonne, um eine regellose Schüttung der Füllkörper zu realisieren. Dabei werden nacheinander kleine Chargen der Gesamtcharge an Füllkörper in die Kolonne gefüllt, um eine gleichmäßige Verteilung der Einbauten zu garantieren. Hierbei werden durch visuelle Kontrolle mögliche Fehlstellen innerhalb der Schüttung erkannt und



von Hand beseitigt. Die einzelnen Chargen werden vor Einbau in die Kolonne gewogen, um über die Gesamtmasse der eingebauten Füllkörper die Gesamtfüllkörperanzahl bestimmen zu können. Ein Vergleich der ermittelten Füllkörperanzahl pro m<sup>3</sup> mit Herstellerangaben gibt eine erste Aussage über die Verteilungsgüte der Füllkörper innerhalb der Schüttung. Als Auflagerost bzw. Halterost dient ein grobmaschiges Gitter mit einer Drahtstärke von 1mm und einer Maschenweite von 10mm.

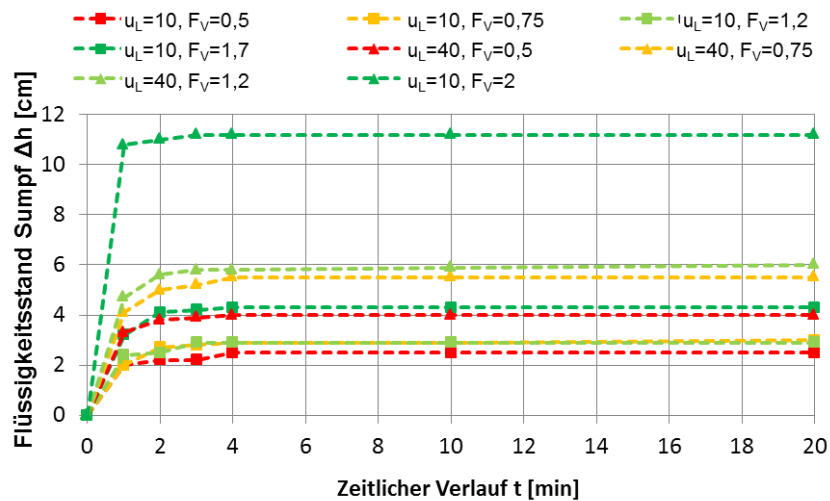
Beim Einbau der strukturierten Packungselemente wird die jeweilige axiale Orientierung der Elemente zueinander berücksichtigt. Im Falle der verwendeten Mellapak 250.Y betrug der Versatz der einzelnen Elemente zueinander 90°. Zudem wurde beim Einbau der Elemente der Winkel zwischen verwendeten Rohrverteiler und Packungsplatten so gewählt, dass er ebenfalls 90° betrug. Es ist zu beachten, dass bei Verwendung von anderen trennwirksamen Einbauten die Herstellerangaben bzgl. der Einbauwinkel zu beachten sind, um zusätzliche Einflussfaktoren während der experimentellen Untersuchungen zu vermeiden.

Zusätzlich zur Vorbehandlung der Füllkörper und Packungen wird vor jeder experimentellen Untersuchung die Benetzung der Einbauten mit der verwendeten Waschflüssigkeit sichergestellt. Hierzu werden die eingebauten Trennelemente innerhalb der Kolonne bei hoher Flüssigkeits- bzw. Gasbelastung geflutet. Dies wird für eine Dauer von fünf Minuten unter stationären Bedingungen durchgeführt.

#### **2.1.4. Vorversuche zur Einstellzeit des stationären Betriebes**

Im folgenden Kapitel werden die sog. *Vorversuche* zur Bestimmung der notwendigen Einstellzeit der Anlage bis zum Erreichen des stationären Betriebes am jeweiligen Betriebspunkt erläutert. Hiermit soll sichergestellt werden, dass alle untersuchten Parameter repräsentativ und keinen Schwankungen durch den Betrieb der Anlage unterliegen sind. Zu den Vorversuchen zählen Messungen des zeitlichen Verlaufes sowohl des Holdups als auch der Konzentration bei Probenentnahme, sowohl der Gas- als auch Flüssigkeitsphase der Flüssigphase. Der Parameter Druckverlust kann bei den Untersuchungen vernachlässigt werden, da er sich mit Einstellen der Betriebsbedingungen von Gas- und Flüssigkeitsbelastung direkt einstellt und bereits nach wenigen Sekunden ermittelt werden kann, da er einen konstanten Wert beibehält. In

Abbildung 4 ist der zeitliche Verlauf des Flüssigkeitsstandes im Sumpf bei der Bestimmung des Holdups zu erkennen, wie er im Kapitel 2.1.5 genauer erläutert wird.

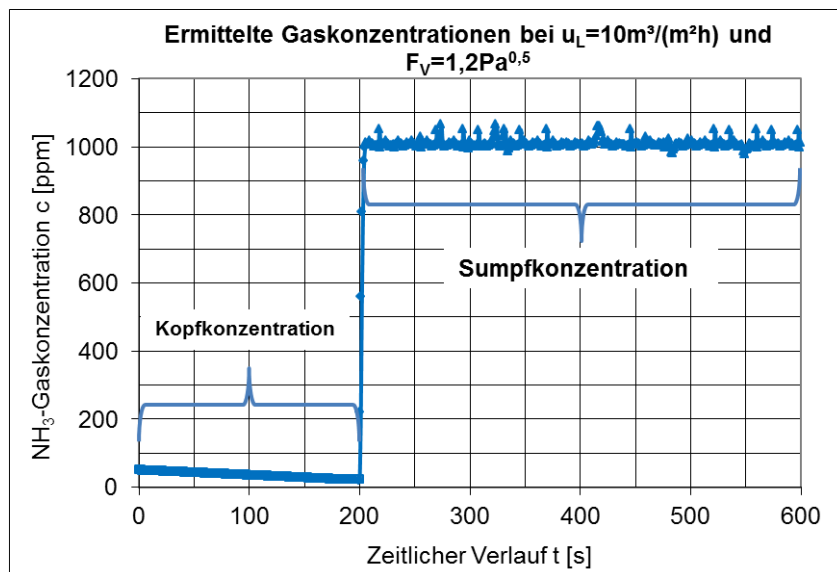


**Abbildung 4: Zeitlicher Verlauf (t in min) des Flüssigkeitsstandes (Δh in cm) im Sumpf der Absorptionskolonne bei der Ermittlung des Holdups**

Es ist zu erkennen, dass bei den betrachteten Gas- und Flüssigkeitsbelastungen von  $F_V = 0,5$  bis  $2 \text{ Pa}^{0,5}$  bzw.  $u_L = 10$  bis  $40 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$  ein konstanter Flüssigkeitsstand, und somit keine weitere abfließende Flüssigkeit aus dem Bett, bereits nach einer Wartezeit von 4min erreicht ist. Somit stellt sich die verwendete Wartezeit von bisher 10min als eine ausreichende Einstellzeit zur volumetrischen Bestimmung des Flüssigkeitsinhaltes dar. Es ist zu beachten, dass die dargestellte Methode abhängig von der verwendeten Anlage und der trennwirksamen Einbaute ist, in diesem Fall der strukturierten Packung Mellapak 250.Y. Daher wird eine erhöhte Wartezeit von 10min gewählt, um eine Sicherstellung einer ausreichenden Wartezeit für verschiedene Einbauten zu garantieren.

In Abbildung 5 ist der zeitliche Verlauf der ermittelten Gaskonzentrationen zu erkennen, dessen experimentelle Bestimmung in Kapitel 2.1.6 beschrieben wird. Hierbei wurde das

Stoffsystem Ammoniak-Luft/Wasser für die Untersuchungen verwendet, das sich durch die Möglichkeit einer einfachen Gasanalyse mittels UV/Vis-Spektroskopie auszeichnet. Eine genaue Beschreibung der Versuchsbeschreibung zur Stofftransportmessungen ist in Kapitel 2.1.6 zu finden.



**Abbildung 5: Zeitlicher Verlauf ( $t$  in s) der Ammoniakkonzentration ( $c$  in ppm) an drei verschiedenen Messstellen der Absorptionskolonne**

Wie in der Abbildung 5 zu erkennen ist wurde über der Versuchszeit die ermittelte Gaskonzentration an Ammoniak aufgetragen. Hierbei fällt auf, dass die Konzentrationsverläufe relativ geringen Schwankungen unterlegen waren, die bei maximal ca. 50ppm betragen. Diese Abweichungen konnten ebenfalls bei divergenten Gas- und Flüssigkeitsbelastungen beobachtet werden. Bei den verwendeten Messstellen handelt es sich sowohl um Messstellen am Kolonnenkopf bzw. –sumpf, die direkt aus der Kolonne entzogen wurden. Eine detaillierte Betrachtung der Probenentnahme ist dem Kapitel 2.2.6 zu entnehmen. Zudem fällt auf, dass eine Ermittlung der jeweiligen Gaskonzentration bereits nach wenigen Minuten möglich wäre, da konstante Konzentrationen bereits nach 120s, unter Berücksichtigung der vorhandenen Messschwankungen, erreicht wurden. In Hinblick auf einer Sicherstellung repräsentativer Werte der Konzentrationsmessung wurde eine Wartezeit von fünf Minuten, angelehnt an die vorhandene Versuchsdurchführung der

RUB, festgelegt. Diese Einstellzeit, beginnend mit der Dosierung des Ammoniakgases in den Gasfeed der Anlage garantiert eine ausreichende Repräsentativität der Ergebnisse hinsichtlich einer hohen Reproduzierbarkeit.

Es ist anzumerken, dass ebenfalls eine Untersuchung hinsichtlich des zeitlichen Verlaufs der Konzentrationen der entnommenen Flüssigkeitsproben durchgeführt wurde. Dabei wurden sowohl Flüssigkeitsproben aus dem Sumpf der Kolonne als auch aus der Flüssigkeitszuleitung der Kolonne entnommen. Hierbei wurden jeweils Proben nach einer Einstellzeit, also nach Dosierung des Ammoniakgases auf die gewünschte Eingangskonzentration, von drei bzw. sechs Minuten entnommen. Hierbei wurden keine nennenswerten Abweichungen der ermittelten Flüssigkeitskonzentrationen der Proben an Ammoniak ermittelt, die maximale relative Abweichung der Proben lag bei 2,5 % und kann damit als repräsentativ, aufgrund der hohen Reproduzierbarkeit, angesehen werden. Ähnlich den Untersuchungen der Gaskonzentration konnte die Ergebnisse ebenfalls für divergente Gas- und Flüssigkeitsbelastungen beobachtet werden. Es ist anzumerken, dass die jeweilige Anlagenkonfiguration zur Probenentnahme eine Beeinflussung der Einstellzeit zur Folge haben kann. Daher wird generell eine selbstständige Durchführung der vorgestellten Vorversuche für die Bestimmung der Einstellzeiten empfohlen, um diese anlagenspezifischen Daten im Vorfeld der experimentellen Untersuchungen zu bestimmen.

### **2.1.5. Versuchsdurchführung der hydrodynamischen Untersuchungen**

Die hydrodynamischen Untersuchungen dienen dazu, den spezifischen Druckverlust und den spezifischen Holdup der Kolonneneinbauten in Abhängigkeit der Gas- und Flüssigkeitsbelastung zu charakterisieren. Dazu werden neben einer Messreihe ohne Flüssigkeitsbelastung, um den trockenen Druckverlust zu bestimmen, zusätzlich vier Messreihen bei unterschiedlichen konstanten Flüssigkeitsbelastungen mit variabler Gasbelastung durchgeführt.

Vor Beginn einer Messung, wird die Kolonne geflutet, d.h. sie wird zwei Minuten bei größtmöglicher Gas- und Flüssigkeitsbelastung betrieben, um die Oberfläche der Kolonneneinbauten vor einer Messreihe zu befeuchten und die Kolonne auf Dichtigkeit und Funktionsfähigkeit zu überprüfen.

Danach wird die konstante Flüssigkeitsbelastung der bevorstehenden Messreihe eingestellt und die kleinst- und größtmögliche Gasbelastung für diese Flüssigkeitsbelastung bestimmt. Es werden dann sieben Betriebspunkte, beginnend mit der kleinsten und endend mit der größten Gasbelastung, gewählt und nacheinander gemessen.

Dabei werden die Gasbelastung, die Flüssigkeitszufuhr und der Füllstand im Sumpf der Hauptkolonne (K1) bei einem Betriebspunkt konstant gehalten. Die Einstellung eines stationären hydrodynamischen Zustandes in der Kolonne erfolgt bereits nach ungefähr einer Minute, danach werden jeweils die Druckverluste und die Temperaturen vermessen. Das Ende der Untersuchung eines Betriebspunktes ist die Bestimmung des Flüssigkeitsinhaltes, dazu werden zeitgleich der Flüssigkeitszu- und -ablauf geschlossen, indem die Zulaufpumpe (P1) und die Ablaufpumpe (P2) ausgeschaltet und zugleich der Zulaufhahn (V3) und der Ablaufhahn (V4) geschlossen (s.g. Schnellschlussmethode). Bei abgeschaltetem Radialventilator (G) sammelt sich der Flüssigkeitsinhalt der Kolonneneinbauten im Sumpf der Hauptkolonne (K1) und das Volumen wird nach einer Abtropfzeit von 10 Minuten bestimmt. Anschließend werden der Zulaufhahn (V3) und der Ablaufhahn (V4) wieder geöffnet, Radialventilator (G) und Pumpen (P1) und (P2) wieder eingeschaltet und der nächste Betriebspunkt eingestellt und vermessen.

Durch die dargestellte Versuchsdurchführung werden notwendige Parameter zur weiteren experimentellen Untersuchung ermittelt. Neben den ermittelten Verläufen des spez. Druckverlustes bzw. Holdups ist es nun möglich eine Aussage über das Stau- bzw. Flutverhalten der verwendeten trennwirksamen Einbauten zu treffen. Vor allem die Bestimmung des Staupunktes ist hinsichtlich der folgenden Stofftransportmessungen von besonderer Bedeutung, da die vorgestellten experimentellen Untersuchungen zum Stofftransport bei Gasbelastungsfaktoren unterhalb des Staupunktes durchgeführt werden, um eine nahezu konstante Trennleistung innerhalb der Kolonne zu garantieren.

### **2.1.6. Versuchsdurchführung der Stofftransportmessungen**

Im Rahmen des Projektes werden an der RUB die Stofftransportmessungen mit dem Stoffsystem Ammoniak-Luft/vollentionisiertes Wasser durchgeführt. Folgend wird die Versuchsdurchführung für Stofftransportmessungen vor der Entwicklung der standardisierten Methode dargestellt.

Die Stofftransportmessungen werden, wenn möglich, bei den gleichen Flüssigkeitsbelastungen durchgeführt wie die hydrodynamischen Untersuchungen. Die Gasbelastung wird in fünf Betriebspunkten von der minimalen betrachteten Gasbelastung bis zu einer Gasbelastung unterhalb des ermittelten Staupunktes gesteigert.

Der gasförmige Ammoniak wird der mit Wasser gesättigten Luft kontinuierlich eingespeist. Zur Einstellung eines stationären Zustands werden 5 Minuten abgewartet, beginnend mit dem Moment der Ammoniak Einspeisung (vgl. Kapitel 2.1.4). Zu erkennen ist der stationäre Zustand daran, dass die Temperaturen nach der Einstellung eines Betriebspunktes wieder konstante Werte erreichen und somit die Absorptionswärme abgeführt wurde.

Nachdem ein stationärer Betriebspunkt durch den Abgleich der Gas- und Flüssigkeitsvolumenströme bzw. Temperaturen sicher gestellt wurde, werden die Konzentration an Ammoniak im Gasein- und -ausgang online gemessen und am Flüssigkeitsein- und -ausgang Proben entnommen. Die Gas- bzw. Flüssigkeitseintrittskonzentration werden jeweils durch Proben aus den Zuleitungen der Kolonne entnommen, während die Gasaustrittskonzentration durch eine Messstelle am Kolonnenkopf und die Flüssigkeitsaustrittskonzentration durch eine Probenentnahme im Kolonnensumpf entnommen wird. Die Bestimmung des Molanteils an Ammoniak in der Gasphase erfolgt über UV/VIS-Spektroskopie mit einem X-Stream Gasanalysator der Firma Emerson Process Management. Die Dosierung des Ammoniakgases wird über die gemessene Gaskonzentration reguliert, wobei darauf geachtet wird, dass eine nahezu gleiche Gaseintrittskonzentration bei jedem Betriebspunkt vorliegt, um eine Vergleichbarkeit der Messungen zu garantieren.

Die Stoffmengenkonzentration an Ammoniak in den Flüssigkeitsproben wird direkt über Titration gegen Salzsäure bis pH 4,8 bestimmt. Hierbei repräsentiert das verbrauchte Volumen an Salzsäure der Menge an Ammoniak in der Probe (vgl. Gleichung 1).

$$c_{\text{Probe}} = \frac{c_{\text{Säure}} * V_{\text{Säure}}}{V_{\text{Probe}}} \quad (1)$$

### 2.1.7. Versuchsprotokoll

Die hydrodynamischen Untersuchungen werden mit dem System Wasser/Luft in der oben beschriebenen Versuchsanlage durchgeführt.

Die Untersuchungen zum Stofftransport wurden für das System Ammoniak-Luft/Wasser in der oben beschriebenen Versuchsanlage durchgeführt.

Im Einzelnen wurden folgende Größen in Abhängigkeit von der Gasbelastung  $F_V$  bei Variation der Flüssigkeitsbelastung  $u_L$  bestimmt:

- spez. Druckverlust  $\Delta p/H$  in Pa/m mit dem System Leitungswasser/Luft
- spez. Flüssigkeitsinhalt  $h_L$  in % mit dem System Leitungswasser/Luft
- Trennleistung  $HTU_{OV}$  in m bzw.  $NTU_{OV}$  mit  $NH_3$ -Luft/ vollentionisiertes Wasser (VE Wasser)

Eine genauere Beschreibung des verwendeten HTU-NTU Models ist dem Kapitel 4.1.2 zu entnehmen.

### 2.1.8. Messunsicherheiten der Technikumsanlage RUB

Vorab wurden die Messunsicherheiten der ermittelten Größen abgeschätzt. Die Messunsicherheit der U-Rohrmanometer beläuft sich auf ca. 2 mmWS, d.h. ca. 10 Pa. Bei höheren Gasbelastungen beginnen die Flüssigkeitsspiegel in den Schenkeln des U-Rohres oft zu schwingen, d.h. zusätzlich zum Ablesefehler kommt dann die Mittelung eines minimalen und maximalen Werts zum Einsatz.

Zunächst liegt bei der zuvor beschriebenen volumetrischen Bestimmung des Flüssigkeitsinhaltes eine Messunsicherheit bei der Messung des Flüssigkeitsstandes im Sumpf vor. Die in den Sumpf rieselnde Flüssigkeit regt die Flüssigkeitsoberfläche zu Schwingungen an, welche für einen Ablesefehler des Füllstands von mehreren mm führt. Bei einem Sumpffinnendurchmesser von 434 mm ergibt dies eine Messunsicherheit von bis zu 700 ml bei hohen Flüssigkeitsbelastungen. Die Messunsicherheit durch Schwankungen relativiert sich bei niedrigeren Flüssigkeits- bzw. Gasbelastungsfaktoren, da die Flüssigkeitsoberfläche in diesem Fall weniger zu Schwankungen neigt. Daher lässt sich für die Bestimmung des spez. Holdups eine relative Messabweichung von 10% erkennen.

Mit dem am Lehrstuhl verwendeten 2-Kanal Ammoniak-Messgerät für die Gasphase (UV/VIS-Spektroskopie) kann der Stoffmengenanteil an Ammoniak im Bereich von 0-3000 bzw. 0-30000ppm ermittelt werden, wobei erfahrungsgemäß eine Messsicherheit von  $\pm 300$  ppm besteht, die durch die Herstellerangaben nicht bestätigt werden kann. Mit Bezug auf die absoluten Konzentrationen ergibt sich hieraus eine relative Abweichung von 10%.

Die Analysemethode der Titration zur Bestimmung der Konzentration an Ammoniak in den Flüssigkeitsproben weist erfahrungsgemäß eine mittlere Abweichung an Salzsäure von 0,04 ml bei Doppelbestimmung auf. Dies entspricht einer relativen Messabweichung von maximal 2%, bezogen auf den jeweiligen Gesamtverbrauch von Salzsäure.

Die Messunsicherheit der Temperaturerfassung liegt bei Thermoelementen des Typs K laut Hersteller bei  $\pm 1,0$  K.

Aufbauend auf den aufgeführten Messunsicherheiten wird in Abstimmung mit dem industriellen Konsortium für die folgenden experimentellen Untersuchungen eine relative Messunsicherheit von 10% vorausgesetzt. Ausgehend von den dargestellten Messunsicherheiten sind die Abweichungen in der Bestimmung der Gaskonzentration als gravierendsten anzusehen.

Es ist zu beachten, dass diese Messunsicherheit zum Teil auf Erfahrungswerten beruht und eine eigenständige Untersuchung der Reproduzierbarkeit der Messergebnisse innerhalb des Projektes durchgeführt wurde. Eine detaillierte Betrachtung der Reproduzierbarkeit der Messergebnisse und somit der Messabweichungen ist dem Kapitel 2.2.7 zu entnehmen.



## **2.2.Ergebnisdiskussion der Experimente**

In diesem Unterkapitel werden die Ergebnisse der im Projekt durchgeführten experimentellen Untersuchungen dargestellt und diskutiert. Als Grundlage für die untersuchten Einflussparameter diente eine Befragung des beteiligten industriellen Konsortiums mit Hilfe eines erstellten Konfigurationsbogens, der den jeweiligen Standard der einzelnen Partner, die Stofftransportmessungen durchführen, zeigen sollte. Neben der Darstellung des jeweiligen Versuchsaufbaus und der Durchführung experimenteller Untersuchungen konnten ebenfalls die einzelnen Auswertungsmethoden durch die beteiligten Partner dargestellt werden. Nach der Auswertung des Konfigurationsbogens zeigten sich bereits Unterschiede in den Anlagenkonfigurationen, z.B. in der Tropfstellenanzahl des Flüssigkeitsverteilers und relativ hohe Übereinstimmungen in der Versuchsdurchführung, z.B. in der Positionierung der Probenentnahmestellen. Aufbauend auf den erkannten Unterschieden in den einzelnen Anlagenkonfigurationen wurde ein Versuchsplan für mögliche Einflussfaktoren der Stofftransportmessungen in der Ab- und Desorption erarbeitet. In Tabelle 2: Übersicht aller durchgeführten experimentellen Untersuchungen ist eine Übersicht der betrachteten Einflussgrößen durch experimentelle Untersuchungen aufgezeigt.

In der Versuchsanlage der RUB kann die Anlagenkonfigurationen flexibel variiert werden, um die identifizierten Unterschiede in den Anlagenkonfigurationen nachzustellen. Dazu wurden identifizierte Einflussgrößen untersucht, indem die Anlagenkonfiguration nacheinander umgerüstet und Untersuchungen zur Hydrodynamik und zum Stofftransport durchgeführt wurden. Als Auswertungsparameter dienen hierbei der spezifische Druckverlust, der spezifische Holdup und die Trennwirksamkeit der Einbauten nach dem HTU/NTU Modell. Die Ergebnisse werden durch jeweilige Reproduktionsmessungen auf ihre Plausibilität untersucht. In Tabelle 2 ist eine Übersicht aller durchgeführten experimentellen Untersuchungen aufgelistet.

**Tabelle 2: Übersicht aller durchgeführten experimentellen Untersuchungen**

<b>Einflussgröße</b>	<b>Variation</b>
Gasverteiler	Bauart
	Positionierung des Gasverteilers
Flüssigkeitsverteiler	Bauart
Betriebsmittel	Wasserqualität
	Luftbefeuchtung
Demister	Betrieb ohne Demister
	Betrieb mit Demister
Packungshöhe	Betthöhen zwischen 0,5 und 2m
Probenentnahme	Integrale Messungen
	Profilmessungen
Reproduzierbarkeit	Alte experimentelle Methode
	Standardisierte experimentelle Methode

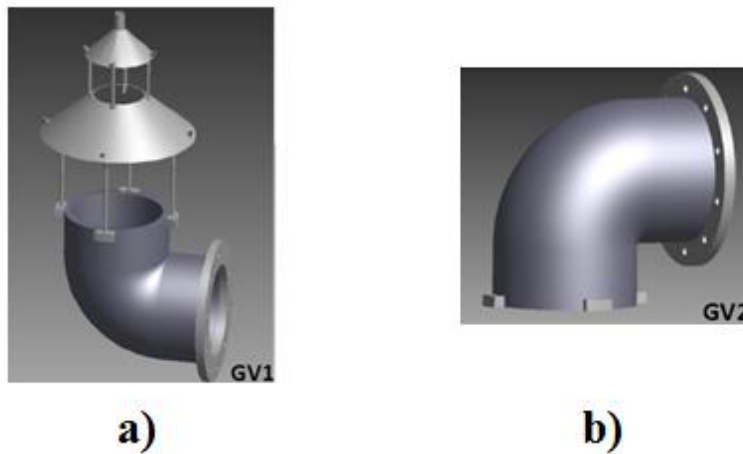
Zusätzlich Parameter bzw. mögliche Einflussgrößen werden in den jeweiligen Kapiteln festgesetzt. Die Ergebnisse der Untersuchungen zu den einzelnen Einflussgrößen werden jeweils in einem eigenständigen Unterkapitel dargestellt und interpretiert. Dabei werden die Ergebnisse der Diskussionen, die bei den Projektmeetings auftraten, ebenfalls zusammengefasst wiedergegeben. Die aus den experimentellen Untersuchungen resultierenden Empfehlungen werden bereits in den Unterkapiteln jeweils beschrieben und dienen schließlich als Grundlage für die neuentwickelte standardisierte experimentelle Methode, die in Kapitel 4.2 letztlich vollständig angewendet wird.

### **2.2.1. Gasverteiler**

#### **Untersuchungen zum Einfluss der Gasverteilerbauart**

Die Umfrage mithilfe des Konfigurationsbogens ergab, dass die beiden in Abbildung 6 gezeigten Gasverteilerbauarten am häufigsten bei den beteiligten Unternehmen und Forschungsstellen eingesetzt werden. Aufbauend auf dieser Erkenntnis werden nun Untersuchungen zur Einflussgröße Gasverteilerbauart durchgeführt. Hierbei werden

Messreihen mit Hilfe der beiden betrachteten Gasverteiler in derselben Technikumsanlage durchgeführt und miteinander verglichen.



**Abbildung 6: Schematische Darstellung der laut Konfigurationsbogen am häufigsten verwendeten Gasverteiler a) Gasverteiler 1 (GV 1) und b) Gasverteiler 2 (GV 2)**

Der Gasverteiler 1, links in Abbildung 6, (im Folgenden abgekürzt mit GV 1) ist der am Lehrstuhl für Fluidverfahrenstechnik an der Ruhr-Universität Bochum standardmäßig eingesetzte Gasverteiler. Mithilfe eines Flansches im Sumpf ist es möglich den Gasverteiler innerhalb der Technikumsanlage zu wechseln. GV 1 leitet das Gas direkt nach oben zur Packung.

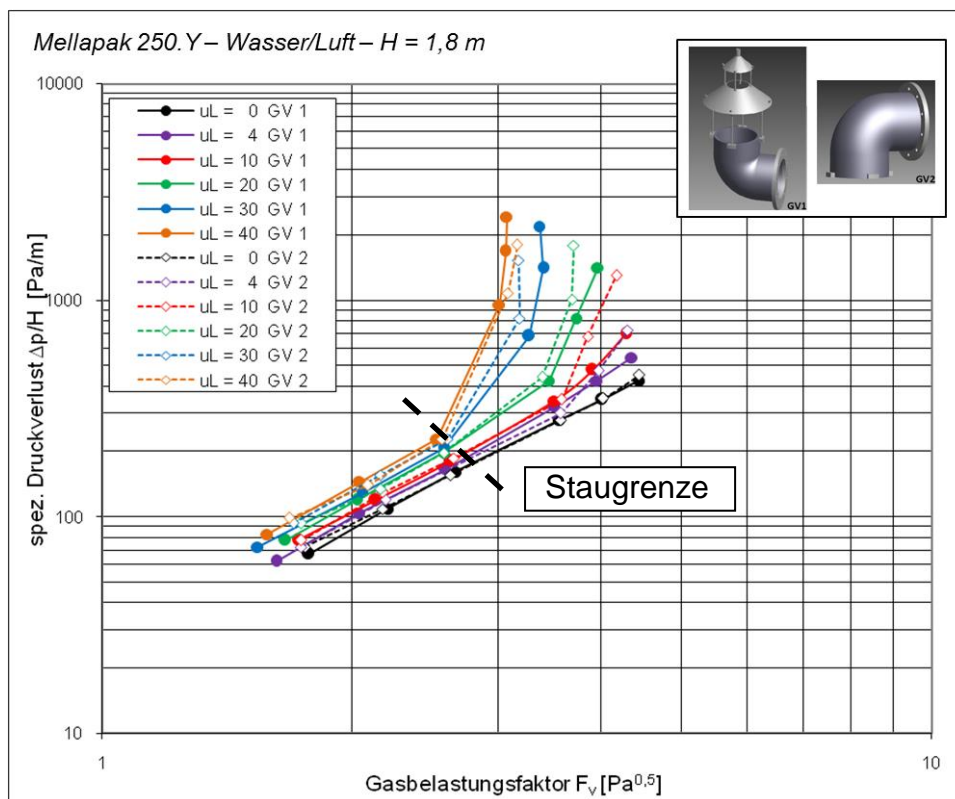
Als weitere Bauart wurde der Gasverteiler 2, rechts in Abbildung 9, innerhalb der Anlage verbaut. Der Gasverteiler besteht aus einem 90°-Bogen, deren Öffnung zum Boden des Kolonnensumpfes zeigt. Dieser Aufbau wird als Gasverteiler 2 bezeichnet (im Folgenden abgekürzt mit GV 2). Dieser Gasverteiler leitet die Luft erst in den Sumpf, bevor diese dann nach oben in die Packung umgelenkt wird. Dieser Aufbau verhindert ein Einlaufen der aus der Packung austropfenden Flüssigkeit in den Gasverteilereintritt und es kann auf die aufwendige „Hut-Konstruktion“ von GV1 verzichtet werden. Nachteilig könnte an diesem Gasverteiler allerdings ein intensiver Kontakt zwischen Gas- und Flüssigphase im Sumpf der Kolonne sein, sodass bereits außerhalb der Packung Stofftransport stattfindet. Es wurde der spez. Druckverlust an einer Schüttung aus Pall-Ring 25mm mit dem GV 1 ermittelt. Danach mussten die Füllkörper entnommen und die Kolonnenschüsse abgebaut werden, um den Gasverteiler zu wechseln. Anschließend wurden die gleichen Füllkörper wieder eingefüllt und die Untersuchungen bei gleicher Betthöhe wiederholt.

Die Unterschiede zwischen den ermittelten Ergebnissen in der Anlage mit GV1 und GV 2 betragen bis zu 15%, d.h. sie liegen außerhalb der Messunsicherheit. Bei Verwendung des GV 2 wurde ein niedrigerer spez. Druckverlust ermittelt als mit GV 1. Diese Abweichungen können allerdings nicht durch die variierte Gasverteilung verursacht worden sein, sondern eine Folge der unterschiedlichen Anordnungen der Füllkörper in der Schüttung nach dem Gasverteilerwechsel sein.

Die Erfahrung zeigt, dass die Füllkörper in einer regellosen Füllkörperschüttung nie gleich angeordnet sind und sich somit zwei Schüttungen immer unterscheiden. Je kleiner die einzelnen Füllkörper sind, desto geringer ist dieser Einfluss. Oberhalb eines Verhältnisses von Füllkörpergröße zu Kolonnendurchmesser von 1/10 wird dieser Einfluss sehr groß [8]. Bei einer Pall-Ring 25mm-Schüttung liegt das Verhältnis bereits bei  $25/288 = 0,09$ , d.h. sehr nahe an diesem Erfahrungswert.

Daraus ergibt sich, dass Aussagen über den Einfluss verschiedener Anlagenkonfigurationen die eine Entnahme/Neubefüllung erfordern anhand von Füllkörperschüttungen nicht aussagekräftig sind und es wurden alle weiteren Untersuchungen hinsichtlich des Gasverteilers im Rahmen dieses Projektes an der strukturierten Packung Mellapak 250.Y durchgeführt.

In der Abbildung 7 ist der experimentell ermittelte spezifische Druckverlust ( $\Delta p/H$  in Pa/m) als Funktion von der Gasbelastung ( $F_V$  in  $\text{Pa}^{0,5}$ ) und der Flüssigkeitsbelastung ( $u_L$  in  $\text{m}^3/(\text{m}^2 \text{ h})$ ) unter Einsatz der strukturierten Packung Mellapak 250.Y dargestellt.



**Abbildung 7: Ermittelter spez. Druckverlust ( $\Delta p/H$ ) in Abhängigkeit von der Gas- und Flüssigkeitsbelastung ( $F_V$ ;  $u_L$ ) bei Verwendung von 2 unterschiedlichen Gasverteilern (GV 1 und GV 2)**

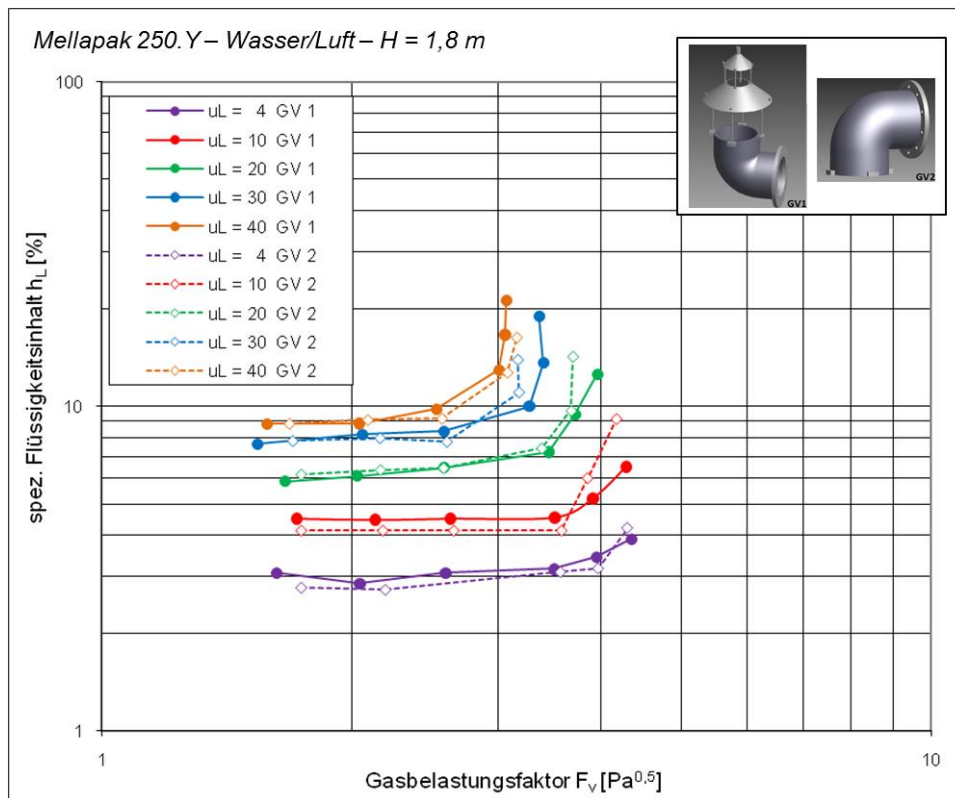
Die Untersuchungen zum Einfluss des Gasverteilers auf den spez. Druckverlust ergaben für beide Gasverteiler GV 1 und GV 2 im Rahmen der Messabweichungen gleiche Ergebnisse für alle Flüssigkeitsbelastungen.

Dies bestätigt die Vermutung, dass der anhand einer Pall-Ring-Schüttung ermittelte Unterschied nicht ausschließlich eine Folge der variierten Gasverteilung aufgrund variierender Füllkörperschüttungen war. Der Einfluss auf den ermittelten spez. Druckverlust aufgrund der Anordnung der Füllkörper konnte durch die Verwendung einer strukturierten Packung somit eliminiert werden.

Die Unterschiede zwischen den Ergebnissen mit GV 1 und GV 2 liegen zwar unterhalb von  $\pm 10 \%$ , aber tendenziell liegt der ermittelte Staupunkt der Packung bzw. die spez. Druckverluste bei den Flüssigkeitsbelastungen 4 bis  $30 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$  bei kleineren Gasbelastungen bei der Verwendung des GV2. Eine mögliche Erklärung dafür könnte eine ungleichmäßigere Verteilung der Gasphase über den Querschnitt bei Verwendung von GV1 sein, wodurch die Flüssigkeit teilweise an der Gasphase vorbei strömen kann und dadurch die Packung erst bei etwas höherer Gasbelastung zu stauen beginnt. Bei

40 m<sup>3</sup>/(m<sup>2</sup>h) wurde eine gegenteilige Tendenz ermittelt. Eine genaue Begründung für diese Tendenz konnte mit den bisherigen Daten nicht ermittelt werden.

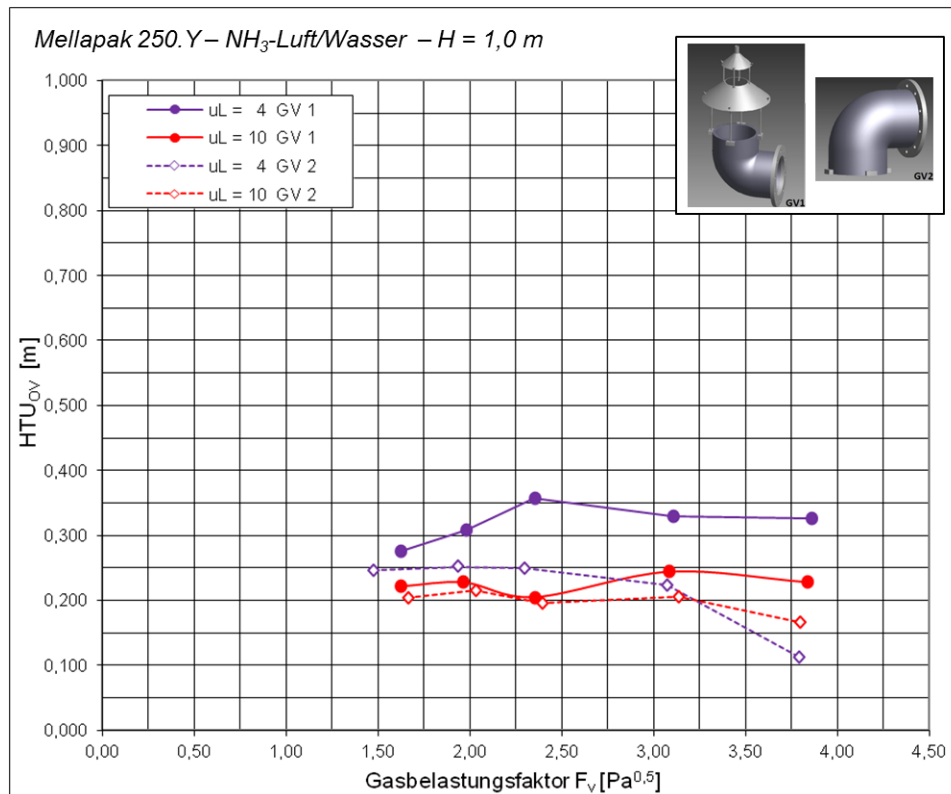
In Abbildung 8 ist der experimentell ermittelte Flüssigkeitsinhalt ( $h_L$  in %) als Funktion von der Gasbelastung ( $F_V$  in Pa<sup>0,5</sup>) und der Flüssigkeitsbelastung ( $u_L$  in m<sup>3</sup>/(m<sup>2</sup> h)) dargestellt.



**Abbildung 8: Ermittelte spez. Flüssigkeitsinhalt ( $h_L$ ) in Abhängigkeit von der Gas- und Flüssigkeitsbelastung ( $F_V$ ;  $u_L$ ) bei Verwendung von 2 unterschiedlichen Gasverteilern (GV 1 und GV 2)**

Der Abbildung 8 ist zu entnehmen, dass die Untersuchungen mit GV 1 und GV 2 für jede Flüssigkeitsbelastung die gleichen spez. Flüssigkeitsinhalte ergaben, d.h. auch für den spez. Flüssigkeitsinhalt wurde kein Einfluss des Gasverteilers auf die Ergebnisse ermittelt, da die Unterschiede im Rahmen der Messunsicherheit lagen. Ebenso ist hier ein tendenziell früherer Staupunkt für GV2 zu erkennen, analog zu den Ergebnissen des spez. Druckverlustes bei Flüssigkeitsbelastungen von 4 bis 30 m<sup>3</sup>/(m<sup>2</sup>h). Die erkannte gegenteilige Tendenz bei einer Flüssigkeitsbelastung von 40 m<sup>3</sup>/(m<sup>2</sup>h), analog zu den Ergebnissen des spez. Druckverlustes konnte hierbei ebenfalls beobachtet werden. Eine genaue Begründung für das Verhalten des GV1 bei dieser Flüssigkeitsbelastung konnte durch die gegebenen experimentellen Untersuchungen nicht gegeben werden.

In der Abbildung 9 ist die experimentell ermittelte Trennleistung ( $HTU_{OV}$ -Wert in m) als Funktion von der Gasbelastung ( $F_V$  in  $\text{Pa}^{0,5}$ ) und der Flüssigkeitsbelastung ( $u_L$  in  $\text{m}^3/(\text{m}^2 \text{ h})$ ) dargestellt.



**Abbildung 9: Ermittelte Trennleistung ( $HTU_{OV}$ ) in Abhängigkeit von der Gas- und Flüssigkeitsbelastung ( $F_V$ ;  $u_L$ ) bei Verwendung von 2 unterschiedlichen Gasverteilern (GV 1 und GV 2)**

Die Untersuchungen zum Stofftransport konnten mit GV 1 bis zu einer Flüssigkeitsbelastung von  $u_L = 20 \text{ m}^3/(\text{m}^2 \text{ h})$ , aber bei Verwendung von GV 2 nur bis  $10 \text{ m}^3/(\text{m}^2 \text{ h})$  durchgeführt werden, deshalb enthält das Diagramm nur eine Gegenüberstellung von  $u_L = 4$  und  $10 \text{ m}^3/(\text{m}^2 \text{ h})$ .

Bei einer Flüssigkeitsbelastung von  $4 \text{ m}^3/(\text{m}^2 \text{ h})$  wurden mit dem GV 2 bis zu 40 % höhere Trennleistungen ermittelt als bei Verwendung von GV 1. Bei  $10 \text{ m}^3/(\text{m}^2 \text{ h})$  fiel der Unterschied mit bis zu 20 % wesentlich geringer aus. Diese Abweichungen liegen außerhalb der beschriebenen Messabweichung von 10%.

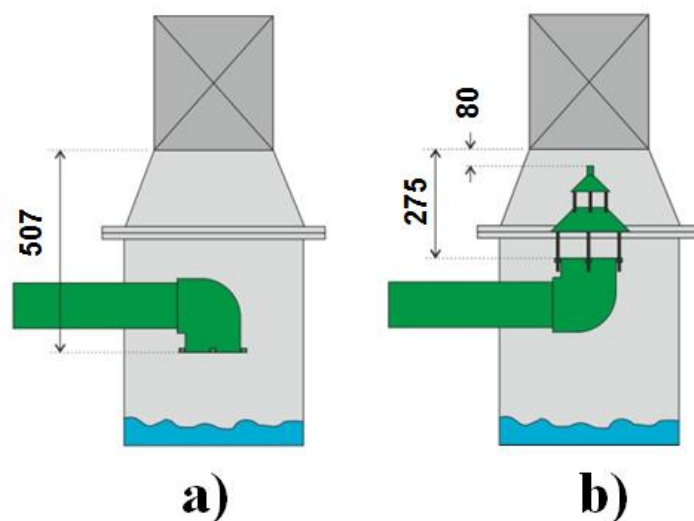
Eine höhere ermittelte Trennleistung könnte dadurch begründet sein, dass die Gasverteilung über den GV 1 über den Querschnitt weniger gleichmäßig ist als mit GV 2. Dadurch könnten Gas- und Flüssigphase einander ausweichen, die Flüssigkeit würde die Packungsoberfläche schlechter benetzen und die zum Stofftransport benötigte

Phasengrenzfläche wäre reduziert, dass wiederum eine Verringerung der HTU Werte zur Folge hat.

Erfahrungswerte aus der Praxis besagen, dass der Abstand zwischen Gasaustritt und unterem Packungsende mindestens der Länge des Kolonneninnendurchmessers entsprechen sollte, um eine gleichmäßige Verteilung der Gasphase über den Querschnitt zu gewährleisten. Um diese zu überprüfen wurden Untersuchungen zum Einfluss der Variation des Abstandes auf die Hydrodynamik und den Stofftransport durchgeführt.

### Untersuchungen zum Einfluss divergenter Gasfeedpositionen

In der Abbildung 10 ist der Kolonnensumpf der verwendeten Technikumsanlage schematisch dargestellt, wobei der Sumpf, der Gasverteiler (links mit GV 2 und rechts mit GV 1) und das erste Packungselement erkennbar sind.



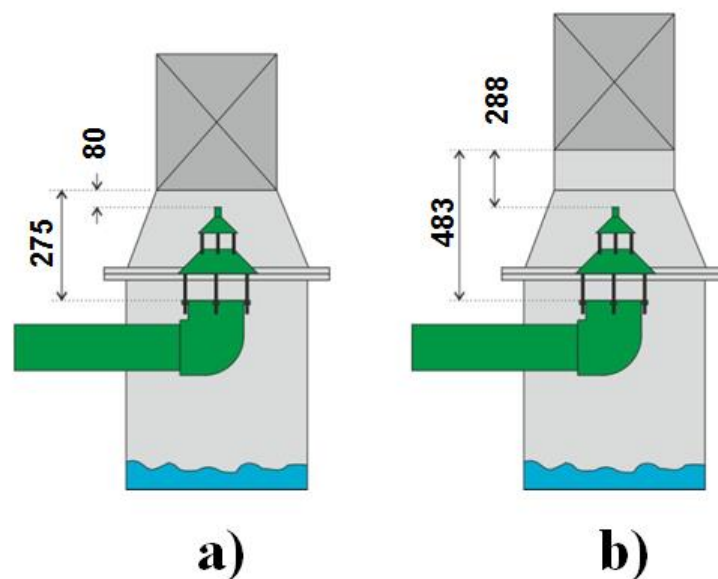
**Abbildung 10: Abstand zwischen Gasverteiler und unterem Packungsende für a) GV 2 und b) GV 1 (Maße in mm)**

Es sind in der schematischen Darstellung jeweils die Abstände zwischen Gasaustritt und unterem Packungsende angegeben. Für den GV 2 ist diese Strecke klar definiert, da der Gasaustritt in einer Ebene parallel zum unteren Packungsende liegt. Der Abstand entspricht mit 507 mm der Forderung nach einer Strecke von mindestens dem Kolonneninnendurchmesser von 288 mm.

Die Bestimmung des Abstandes des Gasaustritts zum unteren Packungsende für den GV 1 ist dagegen problematisch. Der Gasaustritt liegt hier nicht in einer parallelen Ebene



zum unteren Packungsende, sondern das Gas strömt aus der „Hut-Konstruktion“ über die Höhe verteilt aus. Der maximale Abstand vom unteren Packungsende bis zum Beginn des Gasaustritts liegt mit 275 mm sehr nahe an der Forderung von mindestens 288 mm. Deshalb wurde der minimale Abstand von der Spitze der Hut-Konstruktion bis zum unteren Packungsende mit 80 mm als Maß gewählt. Diese Strecke ist deutlich kleiner als gefordert und es wurden Untersuchungen zur Variation dieses Abstandes mit GV 1 durchgeführt. In der Abbildung 11 ist die Variation des Abstandes zwischen der Spitze der Hut-Konstruktion und dem unteren Packungsende schematisch dargestellt.

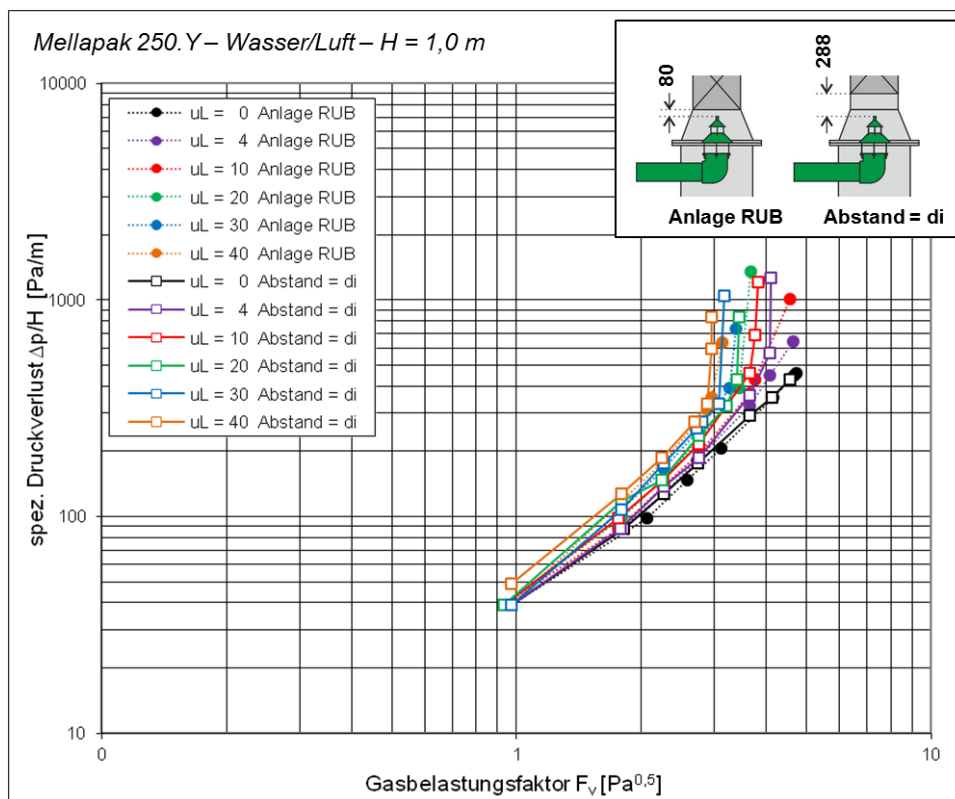


**Abbildung 11: Variation des Abstandes zwischen dem Gasverteiler (GV 1) und dem unteren Packungsende (Maße in mm)**

Die Abbildung 11 a) zeigt den standardmäßigen Einbau einer strukturierten Packung mit einem Abstand von 80 mm zwischen der Spitze des GV 1 und dem unterem Packungsende (im Folgenden abgekürzt mit „Anlage RUB“).

Dieser Abstand wurde um 208 mm auf die Forderung einer Mindestlänge von einem Kolonneninnendurchmessers vergrößert und es wurden Untersuchungen zur Hydrodynamik und zum Stofftransport durchgeführt (abgekürzt mit „Abstand = di“).

In der Abbildung 12 ist der experimentell ermittelte spezifische Druckverlust ( $\Delta p/H$  in Pa/m) als Funktion von der Gasbelastung ( $F_V$  in Pa<sup>0,5</sup>) und der Flüssigkeitsbelastung ( $u_L$  in m<sup>3</sup>/(m<sup>2</sup> h)) dargestellt.

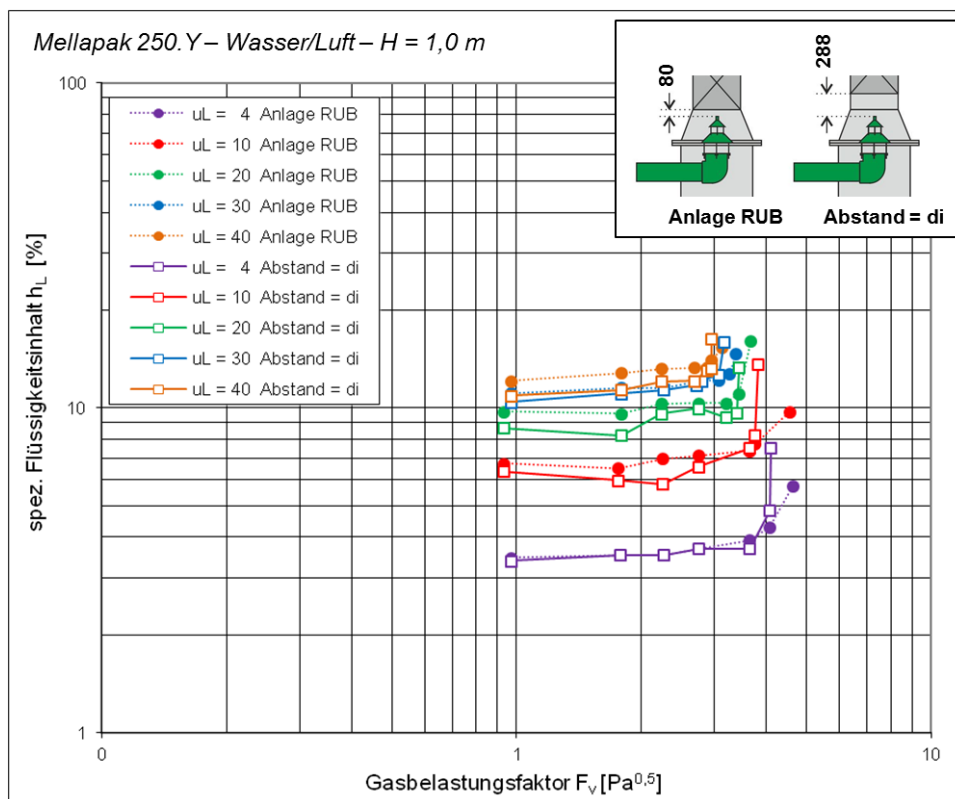


**Abbildung 12: Ermittelter spez. Druckverlust ( $\Delta p/H$ ) in Abhängigkeit von der Gas- und Flüssigkeitsbelastung ( $F_V$ ;  $u_L$ ) bei Variation des Abstandes zwischen unterem Packungsende und GV 1 (Anlage RUB = 80 mm und Abstand = di = 288 mm)**

Im Rahmen der Messunsicherheit wurden bei Variation des Abstandes zwischen unterem Packungsende und GV 1 für alle Flüssigkeitsbelastungen gleiche Ergebnisse für den spez. Druckverlust ermittelt.

Tendenziell liegen die ermittelten Staupunkte der Packung, bei der Verwendung des Abstandes  $d_i=288\text{mm}$ , bei den unterschiedlichen Flüssigkeitsbelastungen bei kleineren Gasbelastungen. Eine mögliche Erklärung dafür könnte eine gleichmäßigere Verteilung der Gasphase über den Querschnitt bei Verwendung eines größeren Abstandes sein, was mit den Erfahrungen aus der Praxis übereinstimmt.

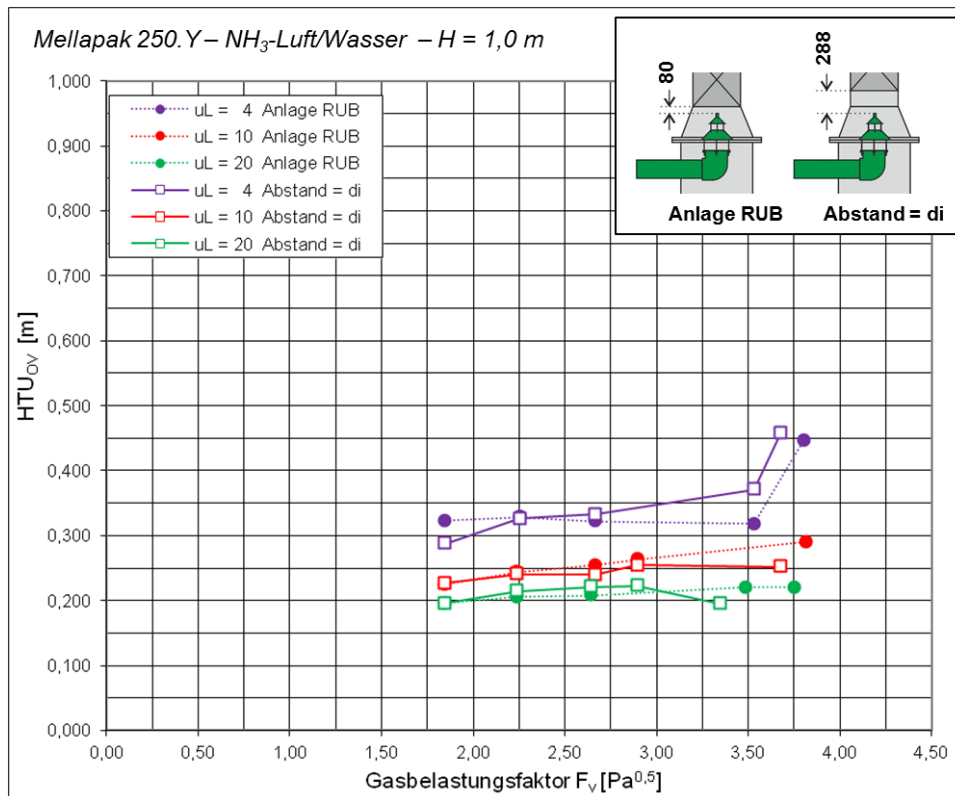
In der Abbildung 13 ist der experimentell ermittelte Flüssigkeitsinhalt ( $h_L$  in %) als Funktion von der Gasbelastung ( $F_V$  in  $\text{Pa}^{0,5}$ ) und der Flüssigkeitsbelastung ( $u_L$  in  $\text{m}^3/(\text{m}^2 \text{ h})$ ) dargestellt.



**Abbildung 13: Ermittelter spez. Flüssigkeitsinhalt ( $h_L$ ) in Abhängigkeit von der Gas- und Flüssigkeitsbelastung ( $F_V$ ;  $u_L$ ) bei Variation des Abstandes zwischen unterem Packungsende und GV 1 (Anlage RUB = 80mm und Abstand =  $d_i$  = 288mm)**

Die Untersuchungen zum spez. Flüssigkeitsinhalt ergaben gleiche Ergebnisse wie die für den spez. Druckverlust, d.h. kein Einfluss des Abstandes auf die ermittelten Ergebnisse im Rahmen der Messunsicherheit. Analog zeigten sich tendenziell niedrigere Werte des Holdups für die Gasbelastungen am Stau- und Flutpunkt bei der Verwendung des Abstandes  $d_i=288\text{mm}$ . Zudem zeigten sich bei der Verwendung des Abstandes  $d_i=288\text{mm}$  und Gasbelastungsfaktoren unterhalb des Staupunktes tendenziell geringere spez. Holdup Werte.

In der Abbildung 14 ist die experimentell ermittelte Trennleistung ( $\text{HTU}_{OV}$ -Wert in m) als Funktion von der Gasbelastung ( $F_V$  in  $\text{Pa}^{0,5}$ ) und der Flüssigkeitsbelastung ( $u_L$  in  $\text{m}^3/(\text{m}^2 \text{ h})$ ) dargestellt.



**Abbildung 14: Ermittelte Trennleistung ( $HTU_{OV}$ ) in Abhängigkeit von der Gas- und Flüssigkeitsbelastung ( $F_V$ ;  $u_L$ ) bei Variation des Abstandes zwischen unterem Packungsende und GV 1 (Anlage RUB = 80mm und Abstand =  $d_i$  = 288mm)**

Bei Flüssigkeitsbelastungen von 4 bis 10 m<sup>3</sup>/(m<sup>2</sup>h) ergaben sich Unterschiede bei Variation des Abstandes von bis zu 15 %, allerdings sind hier keine eindeutigen Tendenzen zu erkennen. Bei 4 m<sup>3</sup>/(m<sup>2</sup>h) wurde mit größerem Abstand bei hoher Gasbelastung eine geringere Trennleistung und bei 10 m<sup>3</sup>/(m<sup>2</sup>h) eine höhere Trennleistung ermittelt.

Bei 20 m<sup>3</sup>/(m<sup>2</sup>h) lagen die ermittelten Unterschiede im Rahmen der Messunsicherheit und ergaben somit keinen Einfluss des Abstandes auf die Ergebnisse. Hier kann tendenziell ein Absinken der Trennleistung bei hoher Gasbelastung erkannt werden, welches möglicherweise auf einen Staupunkt bei kleinerer Gasbelastung zurückzuführen ist. Es ist hierbei zu beachten, dass bei den experimentellen Untersuchungen bereits zu erkennen war, dass eine Flüssigkeitsbelastung von 4 m<sup>3</sup>/(m<sup>2</sup>h) Fehlverteilungen innerhalb der Kolonne förderte. Aufgrund des geringen zugeführten Volumenstroms kam es zu optisch erkennbaren Ungleichverteilung der Flüssigkeit innerhalb der Kolonne, charakterisiert durch nicht benetzte Abschnitte der Schüttung/Packung. Daher wurde zum damaligen

Zeitpunkt bereits diskutiert, ob eine Verwendung dieser Flüssigkeitsbelastung als sinnvoll zu erachten ist, da eine vollständige Benetzung der trennwirksamen Einbauten nicht realisiert werden konnte. Aufgrund dessen wurde im späteren Verlauf des Projektes auf eine Verwendung der Flüssigkeitsbelastung von  $4 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$  abgesehen.

## Fazit

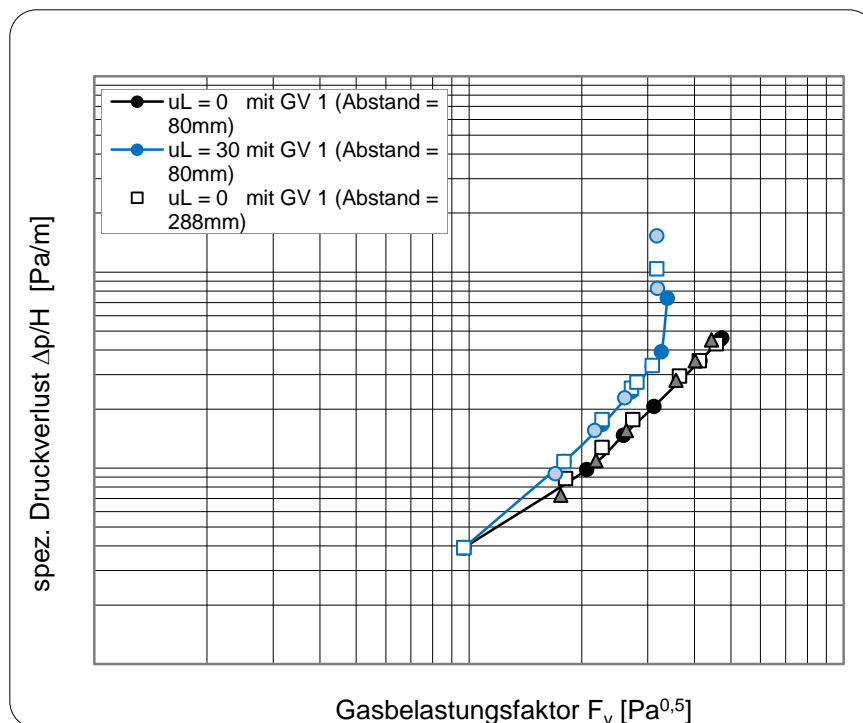
Es wurde bestätigt, dass die Verwendung strukturierter Packungen besser geeignet ist als Füllkörperschüttungen, um den Einfluss der Variation der Anlagenkonfiguration zu ermitteln, besonders wenn ein Entleeren/Neubefüllen der Kolonne erforderlich ist.

Die Variation der Gasverteilerbauart, d.h. der Strömungsführung der Gasphase im Sumpf, hatte keinen Einfluss auf die ermittelten Ergebnisse zum spez. Druckverlust und zum spez. Flüssigkeitsinhalt. Die aus den ermittelten Ergebnissen abgeschätzten Stau- und Flutpunkte lagen allerdings tendenziell bei der Verwendung des GV 2 bei kleinerer Gasbelastung und kleineren Flüssigkeitsbelastungen bis  $30 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$ .

Die Variation des Abstandes zwischen unterem Packungsende und dem GV 1 hatte ebenfalls im Rahmen der Messunsicherheit keinen Einfluss auf den ermittelten spez. Druckverlust und den spez. Flüssigkeitsinhalt. Die Stau- und Flutpunkte werden bei größerem Abstand tendenziell bei kleineren Gasbelastungen abgeschätzt.

Die Variation der Gasverteilerbauart wirkt sich auch auf den Abstand vom Gasaustritt zum unteren Packungsende aus. Bei Verwendung von GV 2 beträgt der Abstand 507 mm, welcher wesentlich größer ist als der bei GV 1 mit 80 mm. Dies könnte bedeuten, dass nicht die Gasverteilerbauart, sondern der größere Abstand die Ursache für die tendenziell kleiner abgeschätzte Gasbelastung am Stau- und Flutpunkt ist.

In der Abbildung 15 ist der experimentell ermittelte spezifische Druckverlust ( $\Delta p/H$  in Pa/m) als Funktion von der Gasbelastung ( $F_V$  in  $\text{Pa}^{0,5}$ ) dargestellt.



**Abbildung 15: Ermittelter spez. Druckverlust ( $\Delta p/H$ ) in Abhängigkeit von der Gasbelastung ( $F_v$ ) bei Variation der Gasverteilerbauart und des Abstandes bei Flüssigkeitsbelastung ( $u_L$ ) von 0 und  $30 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$**

In Abbildung 15 ist eine deutliche Übereinstimmung der Ergebnisse aller drei Messreihen sichtbar, weil alle Unterschiede im Rahmen der Messunsicherheit liegen.

Zur genauen Ermittlung des Stau- und Flutpunktes einer Packung ist allerdings erfahrungsgemäß eine größere Anzahl von Messpunkten je Flüssigkeitsbelastung, besonders in der Nähe der erwarteten Gasbelastung am Stau- und Flutpunkt, vorteilhaft. Da die Unterschiede in den Ergebnissen bei Variation der Gasverteilung und des Abstandes zwischen Packung und Verteiler allerdings im Rahmen der Messunsicherheit liegen, werden im Rahmen dieses Projektes keine detaillierten experimentellen Untersuchungen dazu durchgeführt.

Die Untersuchungen zum Stofftransport ergaben bei Verwendung von GV 2 höhere ermittelte Trennleistungen, als bei Verwendung von GV 1. Bei einer Flüssigkeitsbelastung von  $4 \text{ m}^3/(\text{m}^2 \text{ h})$  bis zu 40 % und bei  $10 \text{ m}^3/(\text{m}^2 \text{ h})$  bis zu 20 % und damit außerhalb der Messunsicherheit.

Der GV 2 verteilt die Gasphase möglicherweise gleichmäßiger über den Querschnitt, sodass die Flüssigphase ebenfalls gleichmäßig verteilt wird und eine größere

Phasengrenzfläche gebildet wird, als mit GV 1. Dies begünstigt den Stofftransport und würde dazu führen, dass größere Werte für die Trennleistung ermittelt werden.

Die z.T. sehr großen Unterschiede bis zu 40 % aber auch durch den Ort der Probenentnahme beeinflusst worden sein. GV 2 leitet die Gasphase in den Sumpf, wo diese in Kontakt mit der Flüssigkeit im Sumpf tritt. Der Ammoniakgehalt wird aber in den zu- und abführenden Rohrleitungen (vgl. Kapitel 2.1.6) bestimmt, d.h. wenn Stofftransport im Sumpf stattfindet wird dieser mit erfasst. Besonders bei hohen Gasbelastungen konnte ein intensiver Kontakt zwischen Gas- und Flüssigkeit im Sumpf beobachtet werden. Es wird vermutet, dass bei Verwendung von GV 2 deshalb ein Teil des Stofftransports bereits im Sumpf stattfindet und dass dieses Phänomen einen großen Einfluss auf die Unterschiede in der ermittelten Trennleistung zwischen GV 1 und GV 2 hat.

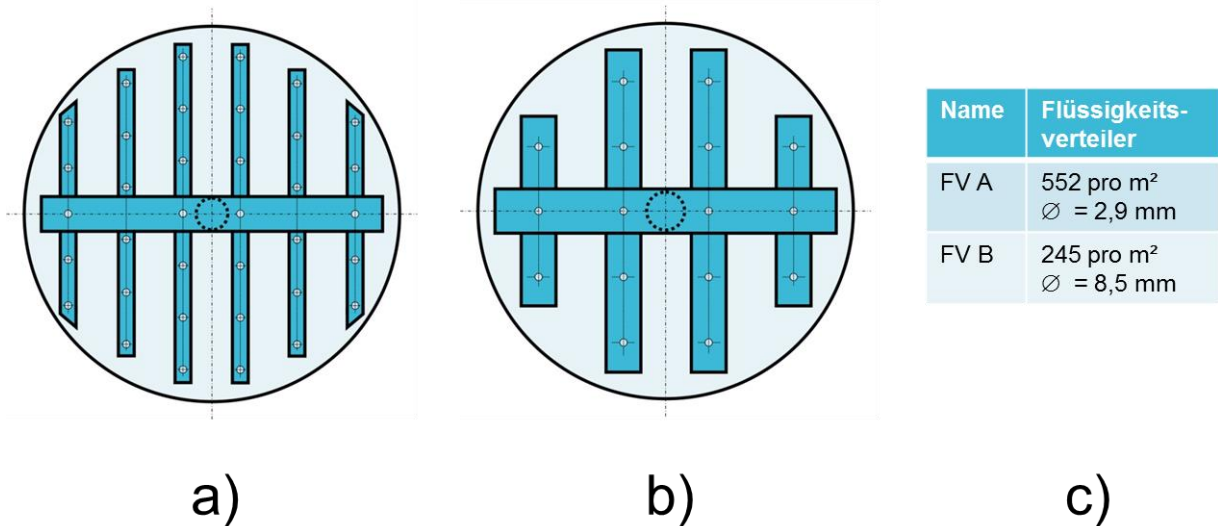
Die Variation des Abstandes zwischen GV 1 und unterem Packungsende hatte nur einen geringen Einfluss auf die ermittelte Trennleistung, welcher hier evtl. ebenfalls auf die Probenentnahme zurückzuführen ist. Hierbei ist zu beachten, dass die Variation des Abstandes zwischen GV1 bzw. GV2 und dem unterem Packungsende einen erhöhten Einfluss auf den Stofftransport zeigte. Daher ist für eine standardisierte Anlagenkonfiguration, der Einfluss der Gasverteilerbauart von geringerem Interesse als der Abstand des Gasaustrittes zum unteren Packungsende bzw. zum Kolonnenboden. ***Es wird daher empfohlen den Abstand des Gasaustritts zum unteren Packungsende, sowie zur Oberfläche der Sumpfflüssigkeit, bevorzugt jeweils mit dem einfachen- bis einhalbfachen Kolonnendurchmesser zu wählen, um die Ausbildung eines vollentwickelten Strömungsprofils zu gewährleisten. Zusätzlich wird für die Verwendung von Gasverteilern mit einem Gasaustritt zum Kolonnenboden gerichtet, ähnlich GV2, den Einbau einer Prallplatte zu realisieren, um die Interaktion zwischen Gas- und Flüssigphase innerhalb des Kolonnensumpfes zu minimieren.***

### 2.2.2. Flüssigkeitsverteiler

Im Rahmen dieses Projektes wurden experimentelle Untersuchungen mit zwei verschiedenen Flüssigkeitsverteilern durchgeführt, die sich innerhalb der Befragung des Konsortiums als gängiger Verteilerbauart herausstellten. Dabei handelt es sich um Rohrverteiler mit einer divergenten Tropfstellenanzahl je nach Anwendungsfall.



Um einen größtmöglichen Einfluss auf die experimentellen Untersuchungen durch die Variation des Flüssigkeitsverteilers zu erzeugen, eigneten sich die ausgewählten Verteiler, durch ihre differente Tropfstellendichte (Tropfstellenanzahl pro m<sup>2</sup>), Innendurchmesser der Löcher und der Verteilergeometrie (Anordnung der Löcher über den Kolonnenquerschnitt). In der Abbildung 16 ist jeweils die Draufsicht der beiden Flüssigkeitsverteiler und eine Übersicht über die jeweiligen Parameter dargestellt.



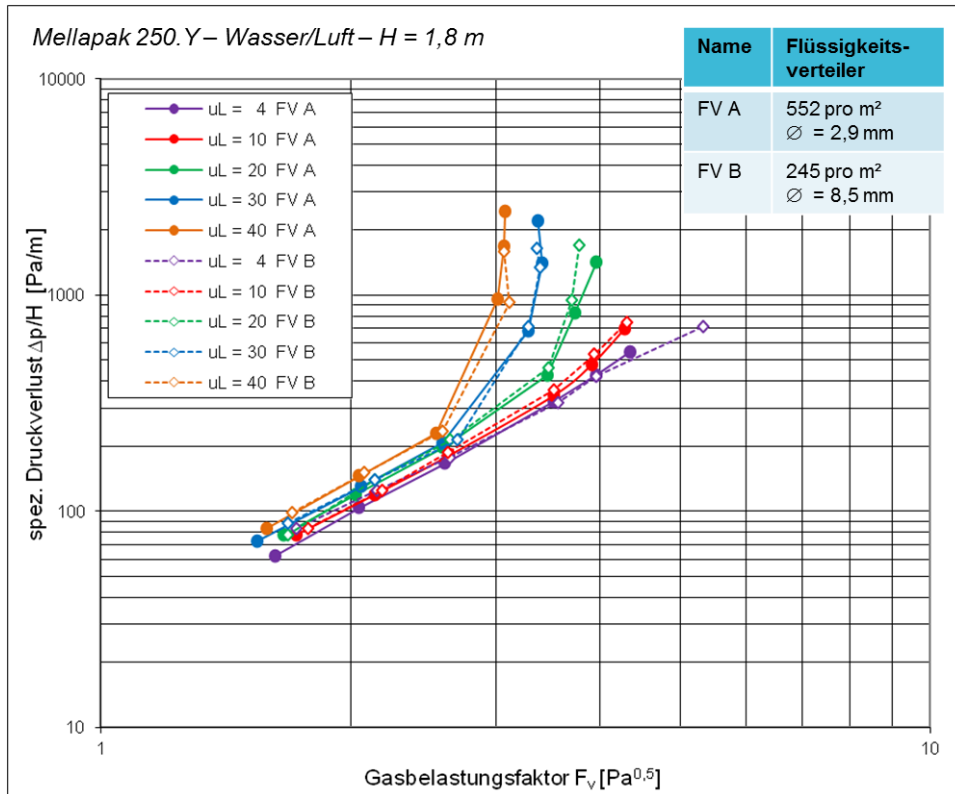
**Abbildung 16: Schematische Darstellung der verwendeten Flüssigkeitsverteiler mit a) Flüssigkeitsverteiler A (FV A), b) Flüssigkeitsverteiler B (FV B) und c) Angabe der Parametertabelle**

Der Flüssigkeitsverteiler A (abgekürzt FV A) besitzt eine Tropfstellendichte von 552 Löchern pro m<sup>2</sup> und der Flüssigkeitsverteiler B (abgekürzt FV B) mit 245 Löchern pro m<sup>2</sup> eine annähernd halbierte Tropfstellendichte. Flüssigkeitsverteiler in Kolonnen im industriellen Maßstab haben nur Tropfstellendichten von ca. 100 Löchern pro m<sup>2</sup>, dies würde aber für eine Absorptionskolonne im Technikumsmaßstab mit einem Durchmesser von nur 288 mm eine Tropfstellenzahl von nur 7 Löchern bedeuten.

Die Verteilung in einer Absorptionskolonne im Technikumsmaßstab ist aufgrund des hohen Oberflächen/Volumen-Verhältnisses der Erfahrung nach schlechter als in Kolonnen im industriellen Maßstab, sodass wahrscheinlich für Absorptionskolonnen im Technikumsmaßstab eine höhere Tropfstellendichte als in der Praxis üblich empfohlen werden muss. Um dies zu überprüfen, wurden Untersuchungen zur Hydrodynamik und Stofftransportmessungen durchgeführt.

Es wurde bei Verwendung beider Flüssigkeitsverteiler (FV A und FV B) jeweils der Druckverlust über die Kolonne ermittelt, wobei der Abstand zwischen dem Flüssigkeitsverteiler und dem oberen Packungsende jeweils 15 cm betrug.

In der Abbildung 17 ist der experimentell ermittelte spezifische Druckverlust ( $\Delta p/H$  in Pa/m) als Funktion von der Gasbelastung ( $F_V$  in  $\text{Pa}^{0,5}$ ) und der Flüssigkeitsbelastung ( $u_L$  in  $\text{m}^3/(\text{m}^2 \text{ h})$ ) dargestellt.



**Abbildung 17: Ermittelter spez. Druckverlust ( $\Delta p/H$ ) in Abhängigkeit von der Gas- und Flüssigkeitsbelastung ( $F_V$ ;  $u_L$ ) bei Verwendung von 2 unterschiedlichen Flüssigkeitsverteilern (FV A und FV B)**

Die Unterschiede zwischen den Ergebnissen mit FV A und FV B sind kleiner als 10% und liegen damit im Rahmen der Messunsicherheit. Das bedeutet, dass die Variation des Flüssigkeitsverteilers keinen Einfluss auf den ermittelten spez. Druckverlust hat.

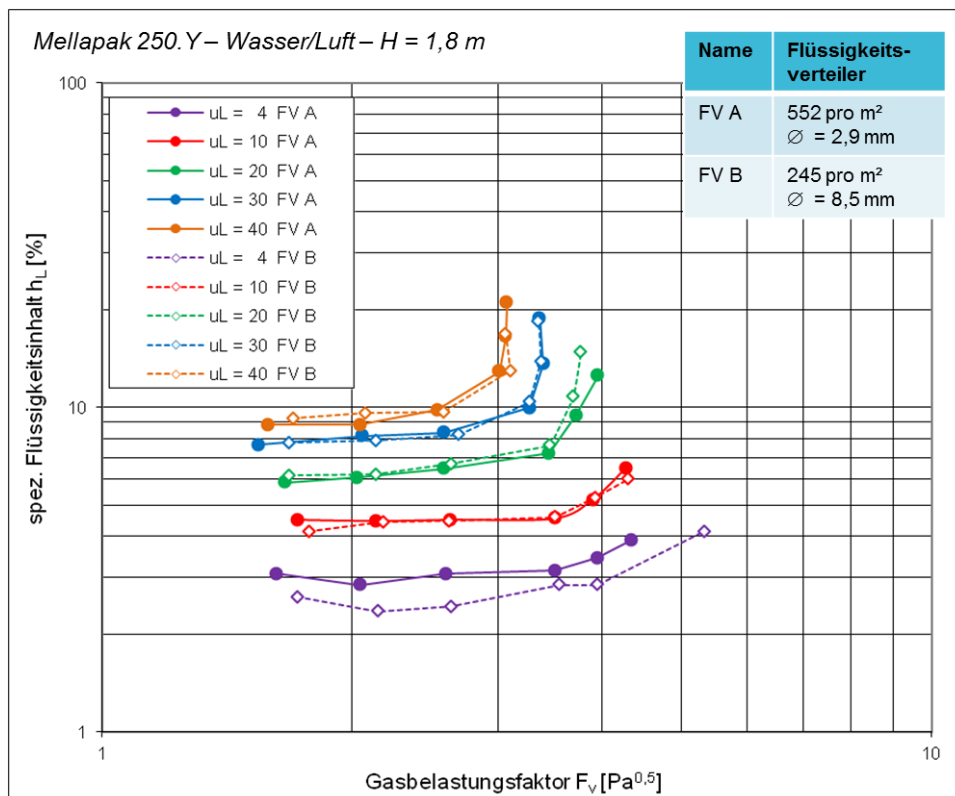
Es war zu erwarten, dass FV A, mit seiner höheren Tropfstellendichte, die Flüssigkeit besser über den Kolonnenquerschnitt verteilt als FV B. Dies konnte auch durch visuelle Beobachtungen während der Untersuchungen nicht bestätigt werden.

Die Vorgänge in der Kolonne konnten nur von außen beobachtet werden (durch den transparenten PVC-Mantel der Kolonne). Das Austropfverhalten der Flüssigkeit aus der

Packung kann abgeschätzt werden, aber die Verteilung der Flüssigkeit innerhalb der Packung ist nicht zu erkennen.

Eine mögliche Erklärung für den geringen Einfluss der Tropfstellendichte ist, dass die Tropfstellendichte so weit oberhalb der Mindesttropfstellendichte liegt, dass eine Erhöhung der Tropfstellendichte hier keine bessere Verteilung mehr bewirkt.

In der Abbildung 18 ist der experimentell ermittelte Flüssigkeitsinhalt ( $h_L$  in %) als Funktion von der Gasbelastung ( $F_V$  in  $\text{Pa}^{0,5}$ ) und der Flüssigkeitsbelastung ( $u_L$  in  $\text{m}^3/(\text{m}^2 \text{ h})$ ) dargestellt.



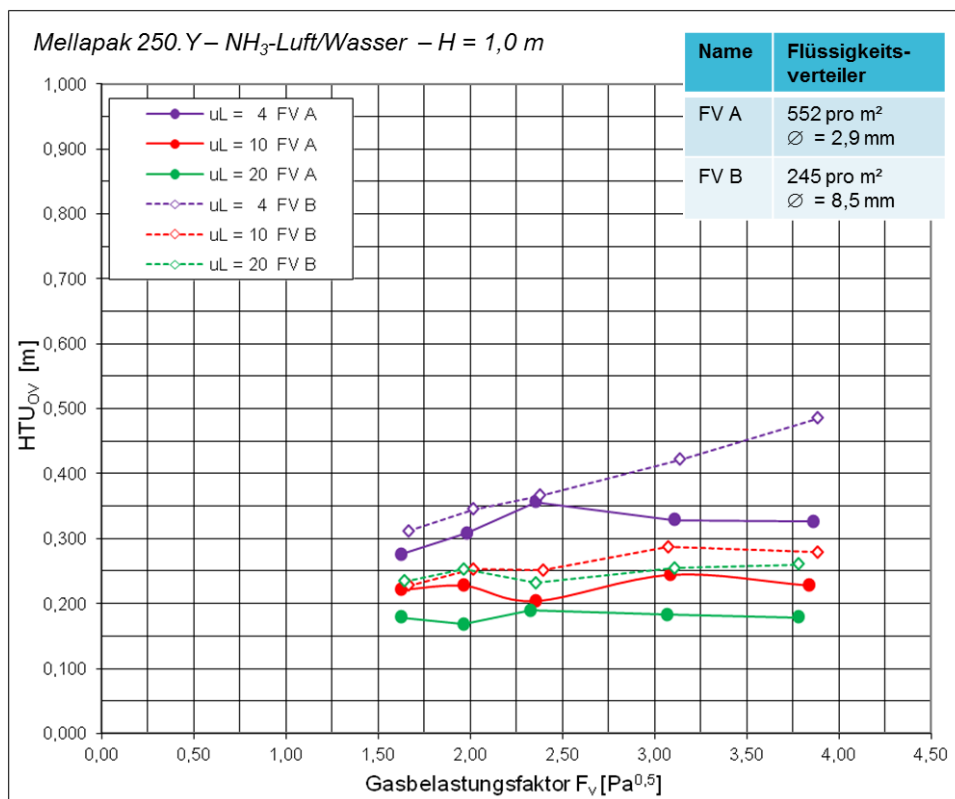
**Abbildung 18: Ermittelter spez. Flüssigkeitsinhalt ( $h_L$ ) in Abhängigkeit von der Gas- und Flüssigkeitsbelastung ( $F_V$ ;  $u_L$ ) bei Verwendung von 2 unterschiedlichen Flüssigkeitsverteilern (FV A und FV B)**

Für alle Flüssigkeitsbelastungen die größer sind als  $u_L = 4 \text{ m}^3/(\text{m}^2 \text{ h})$  liegen die ermittelten Flüssigkeitsinhalte mit FV A und FV B sehr nahe beieinander. Auch hier liegen die ermittelten Unterschiede bei Werten von kleiner als 10 % und damit im Rahmen der Messunsicherheit. Die Variation des Flüssigkeitsverteilers hat bei Flüssigkeitsbelastungen größer als  $4 \text{ m}^3/(\text{m}^2 \text{ h})$  also keinen Einfluss auf den ermittelten spez. Flüssigkeitsinhalt. Wie auch beim Druckverlust ist hier zu vermuten, dass der Grund dafür eine Tropfstellendichte weit oberhalb der Mindesttropfstellendichte ist.

Die Unterschiede zwischen den ermittelten Flüssigkeitsinhalten bei einer Flüssigkeitsbelastung von  $u_L = 4 \text{ m}^3/(\text{m}^2 \text{ h})$  betragen bis zu 20 %, und sind damit nicht im Rahmen der Messunsicherheit. Hier zeigt der FV B einen kleineren ermittelten Flüssigkeitsinhalt, was durch eine schlechtere Flüssigkeitsaufgabe zu begründen werden kann.

Die Flüssigkeitsverteilung bei dieser Flüssigkeitsbelastung war allerdings bei der Verwendung beider Flüssigkeitsverteiler ungleichmäßig, dies konnte durch visuelle Beobachtungen festgestellt werden. Bei dieser geringen Flüssigkeitsbelastung werden teilweise große Bereiche der strukturierten Packung nicht mit Flüssigkeit benetzt. Bei allen anderen Flüssigkeitsbelastungen konnten bei visuellen Beobachtungen keine Unterschiede der Flüssigkeitsverteilung bei Variation der Flüssigkeitsverteiler erkannt werden.

In der Abbildung 19 ist die experimentell ermittelte Trennleistung ( $\text{HTU}_{\text{OV}}$ -Wert in m) als Funktion von der Gasbelastung ( $F_V$  in  $\text{Pa}^{0,5}$ ) und der Flüssigkeitsbelastung ( $u_L$  in  $\text{m}^3/(\text{m}^2 \text{ h})$ ) dargestellt.



**Abbildung 19: Ermittelte Trennleistung (HTU<sub>OV</sub>) in Abhängigkeit von der Gas- und Flüssigkeitsbelastung ( $F_V$ ;  $u_L$ ) bei Verwendung von 2 unterschiedlichen Flüssigkeitsverteilern (FV A und FV B)**

Es traten beim ermittelten HTU-Wert bei Variation des Flüssigkeitsverteilers für alle untersuchten Flüssigkeitsbelastungen Unterschiede bis zu 50 % auf. Diese Unterschiede liegen nicht im Rahmen der Messunsicherheit, d.h. die Variation des Flüssigkeitsverteilers hat einen Einfluss auf die ermittelte Trennleistung.

Aufgrund der divergenten Geometrie und der geringeren Tropfstellenanzahl ist es möglich, dass der FV B die Flüssigkeit schlechter über den Kolonnenquerschnitt verteilt als FV A, was zu einer verminderten ermittelten Trennleistung der Packung führen würde.

Die hydrodynamischen Untersuchungen zeigten oberhalb von 4 m<sup>3</sup>/(m<sup>2</sup> h) allerdings keinen Einfluss des Flüssigkeitsverteilers, d.h. sie konnten diese Vermutung nicht bestätigen. Daher liegt es nahe, dass es eine andere Ursache für die Unterschiede gibt und hier könnte beispielsweise die Probenentnahme außerhalb der Kolonne einen Einfluss bringen. Zwischen dem Flüssigkeitsverteiler und dem oberen Packungsende findet über eine Strecke von 150 mm Stofftransport statt. Der Abstand wurde bei den Untersuchungen nicht variiert, um eine Vergleichbarkeit der Flüssigkeitsverteiler zu gewährleisten. Allerdings ist es möglich, dass durch die unterschiedliche Dispergierung der Flüssigkeit in

diesem Bereich unterschiedliche Phasenkontaktflächen zur Verfügung standen und die feinere Dispergierung der Flüssigkeit mit FV A eine Erhöhung der ermittelten Trennleistung bewirkt haben könnte. Eine Konsequenz hieraus ist die generelle Festsetzung des Abstandes des verwendeten Flüssigkeitsverteilers zum oberen Bettende.

## **Fazit**

Im Rahmen der Messunsicherheit hatte die Variation des Flüssigkeitsverteilers bei keiner Flüssigkeitsbelastung einen Einfluss auf den ermittelten spez. Druckverlust und bei Flüssigkeitsbelastungen größer als  $u_L = 4 \text{ m}^3/(\text{m}^2 \text{ h})$  auch keinen Einfluss auf den ermittelten spez. Flüssigkeitsinhalt.

Die verwendeten Flüssigkeitsverteiler weisen jeweils Tropfstellendichten weit oberhalb der Mindesttropfstellendichte auf. Dies könnte zur Folge haben, dass beide die Flüssigkeit gut auf die Packung aufgeben und eine Erhöhung der Tropfstellendichte von 245 auf 552 Löcher pro  $\text{m}^2$  keine bessere mehr bewirkt.

Nur die ermittelten Ergebnisse des Flüssigkeitsinhaltes bei der Flüssigkeitsbelastung von  $u_L = 4 \text{ m}^3/(\text{m}^2 \text{ h})$ , bilden eine Ausnahme. Die ermittelten Flüssigkeitsinhalte bei einer Verwendung von der FV B waren bis zu 20 % kleiner als die mit FV A. Diese Unterschiede sind damit nicht im Rahmen der Messunsicherheit und lassen mit FV B eine schlechtere Flüssigkeitsaufgabe als mit FV A vermuten.

Durch visuelle Beobachtungen während der Untersuchungen konnten keine Unterschiede in der Flüssigkeitsverteilung bei Variation der Flüssigkeitsverteiler festgestellt werden. Bei der Flüssigkeitsbelastung von  $u_L = 4 \text{ m}^3/(\text{m}^2 \text{ h})$  war die Verteilung bei der Verwendung beider Flüssigkeitsverteiler ungleichmäßig, d.h. es waren teilweise große Bereiche der strukturierten Packung nicht mit Flüssigkeit benetzt und Unterschiede zwischen den Verteilern waren hier nicht mehr erkennbar. In der industriellen Praxis wird - laut Erfahrung der Projektpartner - eine Flüssigkeitsbelastung von  $u_L = 4 \text{ m}^3/(\text{m}^2 \text{ h})$  sehr selten verwendet, daher wurde für nachfolgende experimentelle Untersuchungen darauf verzichtet diese Flüssigkeitsbelastung anzufahren.

Für alle untersuchten Flüssigkeitsbelastungen wurden bei Verwendung von FV B geringere Trennleistungen ermittelt, also mit FV A, dargestellt durch die erhöhten HTU Werte des FV B. Diese Unterschiede lagen mit bis zu 50 % außerhalb der Messunsicherheit.

Eine mögliche Erklärung dafür ist eine Reduktion der Trennleistung durch eine schlechtere Flüssigkeitsaufgabe bei Verwendung von FV B, aber dies konnte durch die hydrodynamischen Untersuchungen nicht bestätigt werden.

Der Gehalt an Ammoniak wurde für die Gas- und Flüssigphase jeweils außerhalb der Kolonne in den zu- und abführenden Rohrleitungen bestimmt. Wenn außerhalb der Packung, also im Kopf der Kolonne Stofftransport stattfindet, dann erhöht dieser aufgrund der gewählten Probenentnahmestellen die ermittelte Trennleistung der Packung.

Der Flüssigkeitsverteiler FV A stellt gegenüber FV B durch eine feinere Verteilung der Flüssigkeit, in Form von Tropfen und Strahlen, eine größere Flüssigkeitsoberfläche für den Stofftransport zwischen Austritt aus dem Verteiler und oberem Packungsende dar. **Daher empfiehlt es sich einen maximalen Abstand des Flüssigkeitsverteilers zum oberen Packungsbeginn von 15cm zu wählen.** Zudem zeigte sich in den Untersuchungen durch einen Mindestabstand von mindestens 4cm eine optisch verbesserte Distribution der Flüssigkeit auf, die durch die Erfahrungen der beteiligten industriellen Partner bestätigt werden konnte.

Um auszuschließen, dass der ermittelte Einfluss des Flüssigkeitsverteilers auf einen unerwünschten erhöhten Stofftransport außerhalb der Packung zurückzuführen ist, wurden weiterführende Untersuchungen durchgeführt hinsichtlich einer Variation der Probenentnahmestelle, d.h. eine Probenentnahme direkt nach Eintritt in die Packung oder kurz davor. Eine detaillierte Betrachtung dieser lokalen Konzentrationsmessung ist in Kapitel 2.2.6 zu finden.

Eine eindeutige Aussage zur Bauart eines standardisierten Flüssigkeitsverteilers kann durch die durchgeführten experimentellen Untersuchungen nicht gegeben werden. Es wird allerdings klar, dass die Tropfstellenanzahl einen nicht vernachlässigbaren Einfluss auf die Trennwirksamkeit der Kolonne hat. Die Tropfstellenanzahl sollte so gewählt werden, dass die hydrodynamischen Parameter, im Besonderen der spez. Druckverlust, ausgebildet sind und die Einlauflänge der Flüssigkeit vernachlässigt werden kann, d.h. die Tropfstellenanzahl muss abhängig vom Füllkörper gewählt werden. Bei einer zu geringen Tropfstellenzahl benötigt die Flüssigkeit eine gewisse Einlauflänge, bis die Strömung voll ausgebildet ist. Im Bereich dieser Einlauflänge kommt es zu einer schlechteren Trennleistung als im restlichen Teil des Bettes. Dadurch wirkt sich eine zu kleine Tropfstellenanzahl negativ auf den berechneten volumetrischen Stoffdurchgangskoeffizienten aus. Bei einer zu hohen Tropfstellenanzahl kommt es im oberen Bereich des Bettes zu

einer besseren Flüssigkeitsverteilung als es durch die Füllkörper erreicht werden würde, dadurch kommt es hier zu einer verbesserten Trennleistung, dargestellt durch verringerte HTU Werte, und hätte einen zu großen volumetrischen Stoffdurchgangskoeffizienten zur Folge. Vergleichbare Effekte wurden bereits in vorangegangenen Forschungsarbeiten beobachtet [8,9] Im betrachteten Fall bedeutet dies, dass ***für Technikumsanlagen im Maßstab von DN 300 bis 600 und den verwendeten trennwirksamen Einbauten eine Tropfstellenzahl von ca. 400 1/m<sup>2</sup> empfohlen werden kann, um eine ausreichende bzw. repräsentative Flüssigkeitsdistribution für Stofftransportmessungen zu realisieren.***

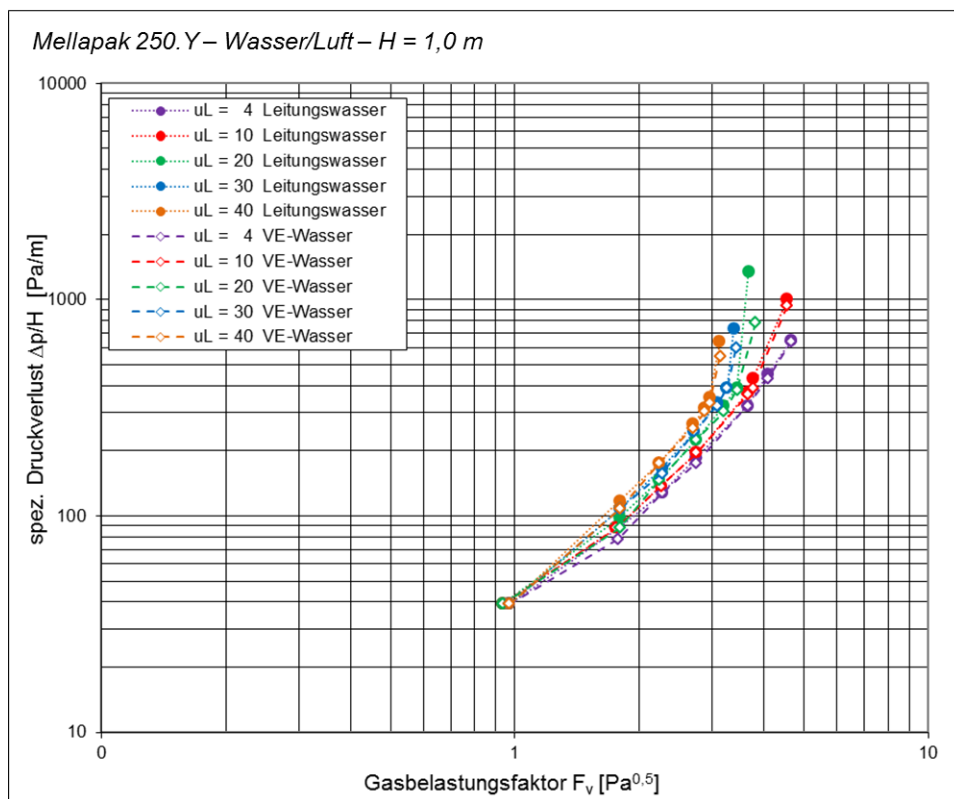
### **2.2.3. Betriebsmittel**

Die Umfrage anhand des Konfigurationsbogens ergab, dass die Mehrheit der Projektpartner kein Leitungswasser sondern gereinigtes Wasser (vollentionisiertes Wasser abgekürzt VE Wasser) für alle Untersuchungen verwendet.

Da durch die Reinigung des Leitungswassers die Betriebskosten stark erhöht werden, wurden Untersuchungen zur Notwendigkeit dessen durchgeführt. Es wurde die Wasserreinheit variiert und Untersuchungen zur Hydrodynamik und zum Stofftransport durchgeführt.

In der Abbildung 20 ist der experimentell ermittelte spezifische Druckverlust ( $\Delta p/H$  in Pa/m) als Funktion von der Gasbelastung ( $F_V$  in Pa<sup>0,5</sup>) und der Flüssigkeitsbelastung ( $u_L$  in m<sup>3</sup>/(m<sup>2</sup> h)) dargestellt.

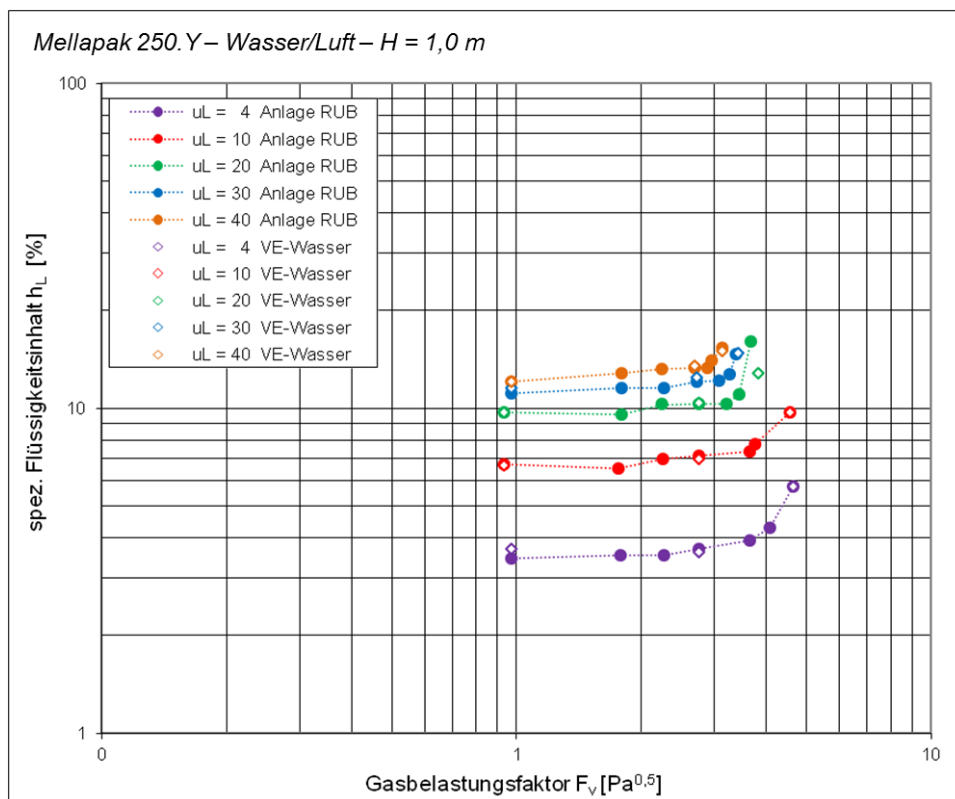




**Abbildung 20: Ermittelter spez. Druckverlust ( $\Delta p/H$ ) in Abhängigkeit von der Gas- und Flüssigkeitsbelastung ( $F_V$ ;  $u_L$ ) bei Verwendung von 2 unterschiedlichen Wasserreinheiten (VE Wasser und Leitungswasser)**

Die ermittelten Ergebnisse für den spez. Druckverlust bei Verwendung von Leitungswasser und VE Wasser ergaben keinen Einfluss im Rahmen der Messunsicherheit.

In der Abbildung 21 ist der experimentell ermittelte Flüssigkeitsinhalt ( $h_L$  in %) als Funktion von der Gasbelastung ( $F_V$  in  $\text{Pa}^{0,5}$ ) und der Flüssigkeitsbelastung ( $u_L$  in  $\text{m}^3/(\text{m}^2\text{ h})$ ) dargestellt.

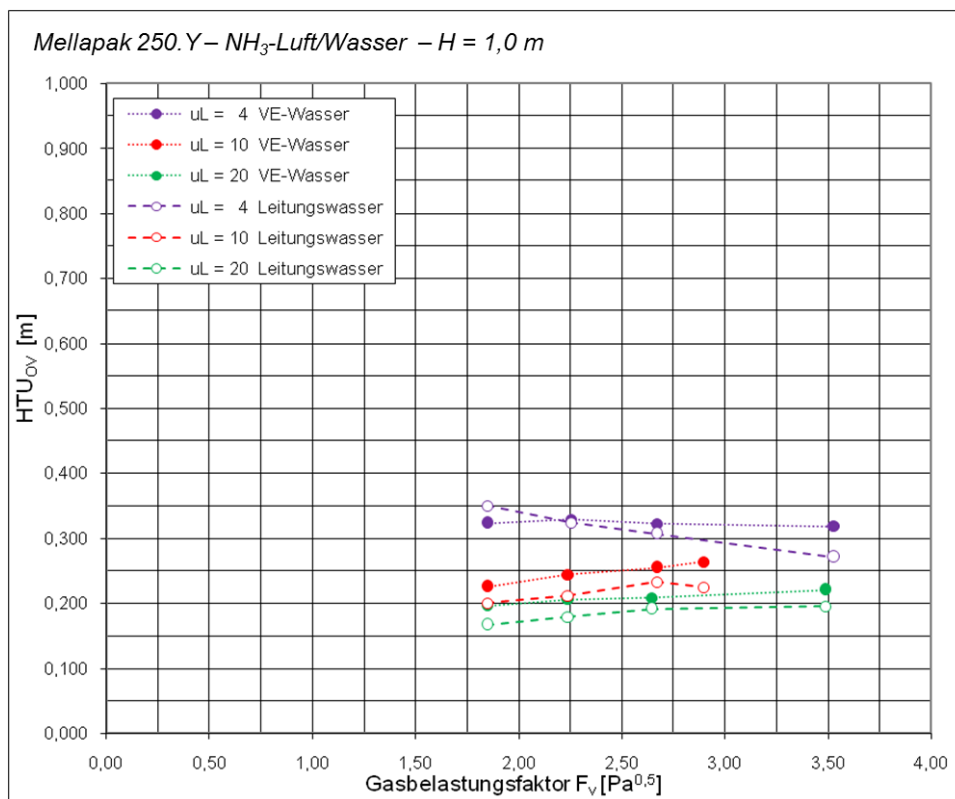


**Abbildung 21: Ermittelter spez. Flüssigkeitsinhalt ( $h_L$ ) in Abhängigkeit von der Gas- und Flüssigkeitsbelastung ( $F_V$ ;  $u_L$ ) bei Verwendung von 2 unterschiedlichen Wasserreinheiten (VE-Wasser und Leitungswasser)**

Analog ergaben die ermittelten Ergebnisse für den spez. Flüssigkeitsinhalt, dass bei Verwendung von Leitungswasser und VE Wasser im Rahmen der Messunsicherheit ein Unterschied auftritt.

Die Untersuchungen zeigen eine sehr gute Reproduzierbarkeit der Untersuchungen zum spez. Druckverlust und zum spez. Flüssigkeitsinhalt.

In der Abbildung 22 ist die experimentell ermittelte Trennleistung ( $HTU_{OV}$ -Wert in m) als Funktion von der Gasbelastung ( $F_V$  in  $Pa^{0,5}$ ) und der Flüssigkeitsbelastung ( $u_L$  in  $m^3/(m^2 h)$ ) dargestellt.



**Abbildung 22: Ermittelte Trennleistung ( $HTU_{OV}$ ) in Abhängigkeit von der Gas- und Flüssigkeitsbelastung ( $F_V$ ;  $u_L$ ) bei Verwendung von 2 unterschiedlichen Wasserreinheiten (VE-Wasser und Leitungswasser)**

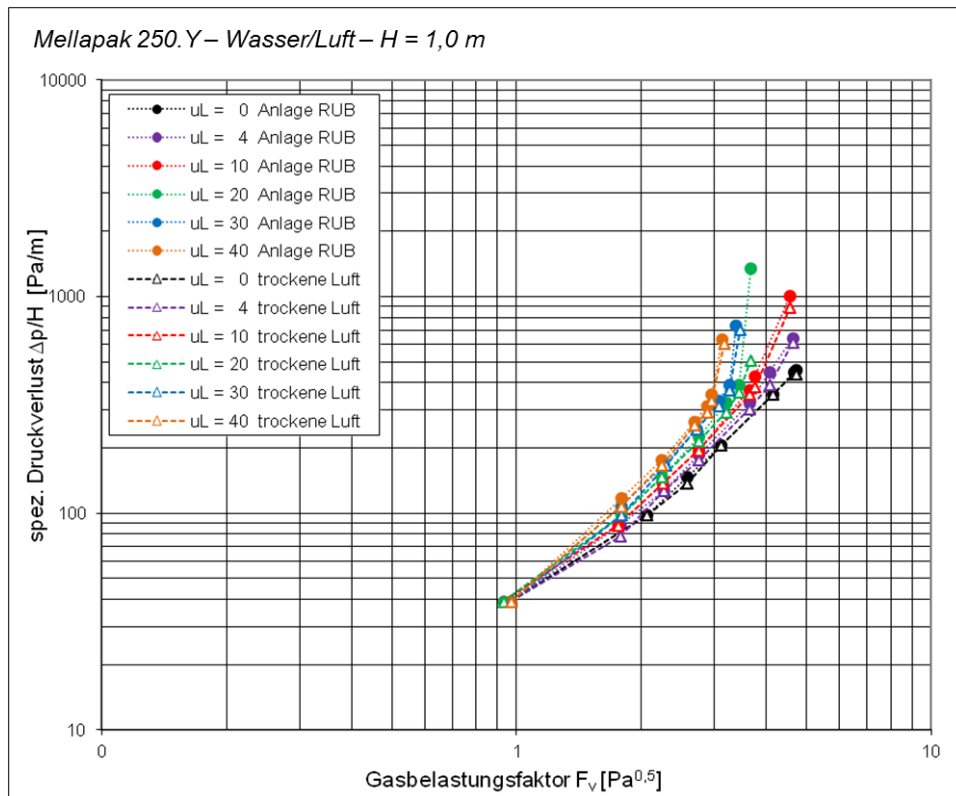
Bei den Untersuchungen zur Trennleistung wurden bei Verwendung von Leitungswasser im Gegensatz zu VE Wasser Unterschiede bis zu 15 % ermittelt. Diese liegen gerade außerhalb der Messunsicherheit von 10 % und zeigen tendenziell eine Erhöhung der ermittelten Trennleistung bei Verwendung von Leitungswasser.

Durch im Leitungswasser vorhandene Verunreinigungen, könnten chemische Reaktionen mit dem im Wasser gelöstem Ammoniak auftreten, welche den Stofftransport begünstigt. Diese Verfälschung der ermittelten Ergebnisse sollte vermieden werden. Für die anderen Stoffsysteme wird im Rahmen dieses Projektes auf die Durchführung von Untersuchungen mit Variation der Wasserreinheit verzichtet, da hier ähnliches Verhalten zu erwarten ist.

Um vereinheitlichte Wasserreinheit hinsichtlich der Wasserhärte zu gewährleisten und diesen Einfluss bezüglich Ablagerungen auszuschließen, wird für den Leitfaden eine Verwendung von VE Wasser für Stofftransportuntersuchungen mit allen Stoffsystemen vorgegeben.

Um eine adäquate Befeuchtung der Luft zu realisieren, werden in der Praxis meistens Luftbefeuchterkolonnen eingesetzt, die vor der eigentlichen Absorptionskolonne vorgeschaltet werden. Diese sollen die Luft mit der Flüssigphase (i.d.R. Wasser) im Idealfall bis zur Sättigung beladen. Der Betrieb einer Luftbefeuchterkolonne erhöht die Investitions- und Betriebskosten und den Platzbedarf der Absorptionsanlage. Es müssen zusätzliche Pumpen zur Kreislaufförderung der Flüssigphase angeschafft und betrieben werden. Außerdem sind die Luftbefeuchterkolonnen oft baugleich zur Absorptionskolonne und bewirken durch die verwendeten Füllkörper oder Packungen ebenfalls einen Druckverlust, welcher die erforderliche Gebläseleistung erhöht. Zur Bestätigung der Notwendigkeit einer Luftbefeuchtung wurden Untersuchungen mit und ohne Luftbefeuchtung durchgeführt.

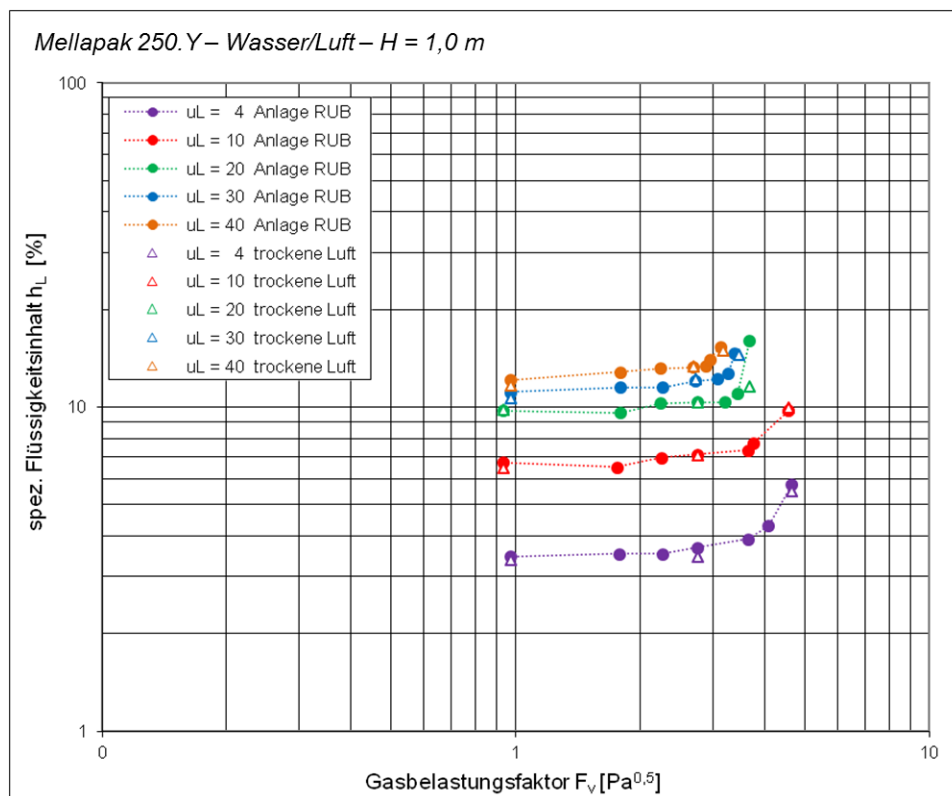
In der Abbildung 23 ist der experimentell ermittelte spezifische Druckverlust ( $\Delta p/H$  in Pa/m) als Funktion von der Gasbelastung ( $F_V$  in Pa<sup>0,5</sup>) und der Flüssigkeitsbelastung ( $u_L$  in m<sup>3</sup>/(m<sup>2</sup> h)) dargestellt.



**Abbildung 23: Ermittelter spez. Druckverlust ( $\Delta p/H$ ) in Abhängigkeit von der Gas- und Flüssigkeitsbelastung ( $F_V$ ;  $u_L$ ) mit (Anlage RUB) und ohne Luftbefeuchtung (trockene Luft)**

Es zeigte sich, dass eine Befeuchtung der Luft keinen Einfluss auf den ermittelten spez. Druckverlust hat.

In der Abbildung 24 ist der experimentell ermittelte Flüssigkeitsinhalt ( $h_L$  in %) als Funktion von der Gasbelastung ( $F_V$  in  $\text{Pa}^{0,5}$ ) und der Flüssigkeitsbelastung ( $u_L$  in  $\text{m}^3/(\text{m}^2\text{ h})$ ) dargestellt.

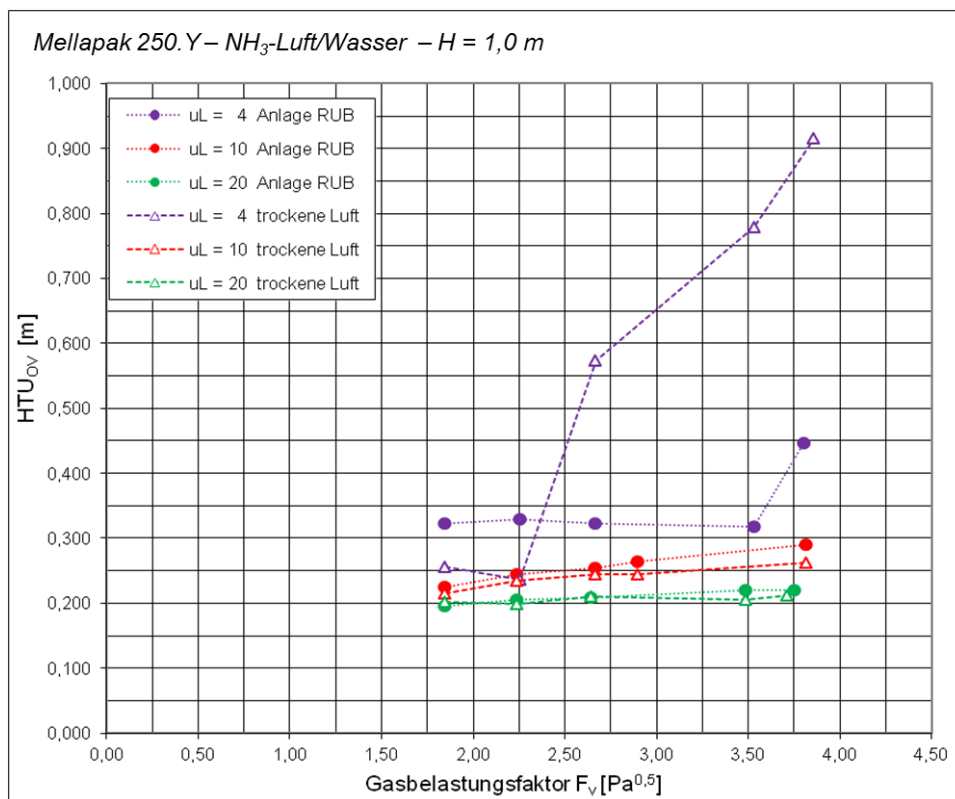


**Abbildung 24: Ermittelte spez. Flüssigkeitsinhalt ( $h_L$ ) in Abhängigkeit von der Gas- und Flüssigkeitsbelastung ( $F_V$ ;  $u_L$ ) mit (Anlage RUB) und ohne Luftbefeuchtung (trockene Luft)**

Die ermittelten Ergebnisse für den spez. Flüssigkeitsinhalt bei Verwendung von befeuchteter und nicht befeuchteter Luft ergaben, analog zum Druckverlust, keinen Einfluss im Rahmen der Messunsicherheit.

Die Untersuchungen zeigen eine sehr gute Reproduzierbarkeit bei der Ermittlung des spez. Druckverlustes und zum spez. Flüssigkeitsinhalts.

In der Abbildung 25 ist die experimentell ermittelte Trennleistung ( $HTU_{OV}$ -Wert in m) als Funktion von der Gasbelastung ( $F_V$  in  $\text{Pa}^{0,5}$ ) und der Flüssigkeitsbelastung ( $u_L$  in  $\text{m}^3/(\text{m}^2 \text{ h})$ ) dargestellt.

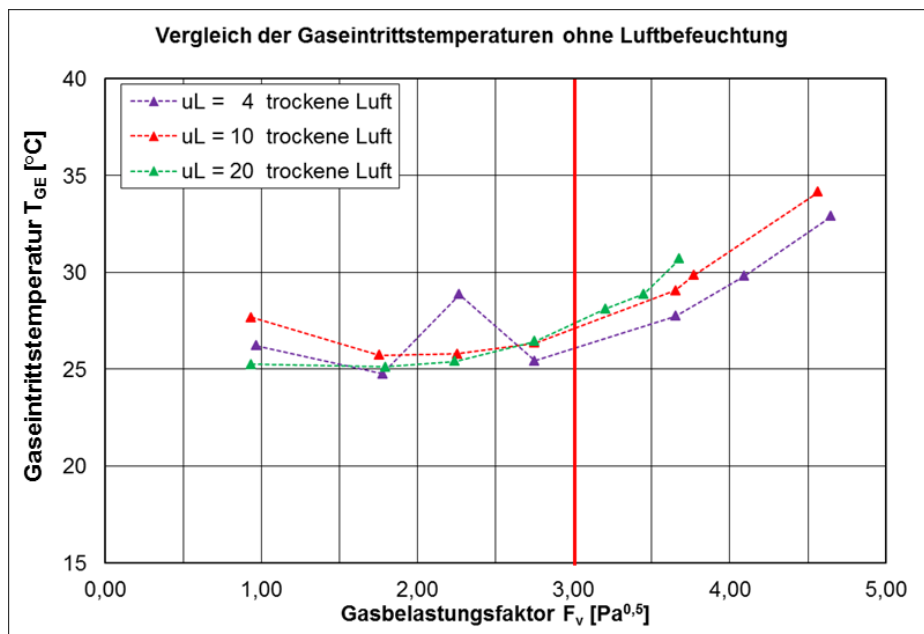


**Abbildung 25: Ermittelte Trennleistung ( $HTU_{OV}$ ) in Abhängigkeit von der Gas- und Flüssigkeitsbelastung ( $F_V$ ;  $u_L$ ) bei Verwendung von 2 unterschiedlichen relativen Luftfeuchtigkeiten (Anlage RUB gesättigte Luft und trockene Luft)**

Für die ermittelte Trennleistung anhand des Stoffsystems Ammoniak-Luft/Wasser ergab die Verwendung von befeuchteter und nicht befeuchteter Luft bei einer Flüssigkeitsbelastung von 20 m<sup>3</sup>/(m<sup>2</sup>h) im Rahmen der Messunsicherheit keinen Unterschied.

Bei 10 m<sup>3</sup>/(m<sup>2</sup>h) traten Unterschiede bis zu 15 % und bei kleiner Flüssigkeitsbelastung von 4 m<sup>3</sup>/(m<sup>2</sup>h) sehr große Unterschiede oberhalb von 100 % auf. Temperatureffekte durch eine Verdunstung der Flüssigphase konnten nicht identifiziert werden, da diese von unerwünschtem Wärmetransport in der Kolonne überlagert wurden. Allerdings erwärmt das Gebläse die angesaugte Raumluft auf bis zu 33°C und hat damit im Gaseingang eine um bis zu 10°C höhere Temperatur als die Flüssigphase. Dieser Temperaturunterschied wird normalerweise durch die Verwendung einer Luftbefeuchterkolonne ausgeglichen und die Luft tritt gesättigt und auf Raumtemperatur zurückgekühlt in die Kolonne ein. Diese erheblichen Temperaturunterschiede führten zu den betrachteten Unterschieden in der Trennleistung bei niedrigen Flüssigkeitsbelastungen. Hierzu zeigt Abbildung 26 die

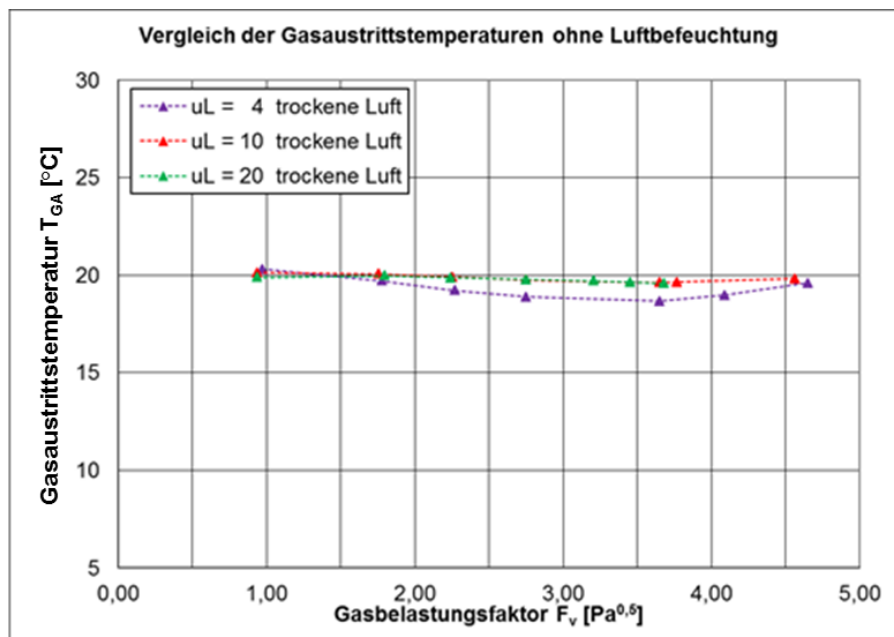
experimentell ermittelte Gaseintrittstemperaturen ( $^{\circ}\text{C}$ ) als Funktion von der Gasbelastung ( $F_V$  in  $\text{Pa}^{0,5}$ ) und der Flüssigkeitsbelastung ( $u_L$  in  $\text{m}^3/(\text{m}^2 \text{ h})$ ). Es ist zu erkennen, dass vor allem bei hohen Gasbelastungsfaktoren von  $3 \text{ Pa}^{0,5}$  eine erhöhte Temperatur zu beobachten ist (vgl. rote Linie). Diese Tendenz ist für alle Flüssigkeitsbelastungen zu erkennen. Im Vergleich mit Abbildung 25 zeigt sich allerdings nur für die Flüssigkeitsbelastungen von  $u_L = 4$  und  $10 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$  eine Abweichung der Trennleistung außerhalb der Messunsicherheit von 10%. Daher ist zu erkennen, dass Temperaturdifferenzen innerhalb der Kolonne bei erhöhten Flüssigkeitsbelastungen ausgeglichen werden können.



**Abbildung 26: Ermittelte Gaseintrittstemperaturen in Abhängigkeit von der Gas- und Flüssigkeitsbelastung ( $F_V$ ;  $u_L$ ) bei Verwendung von trockener Luft**

In Abbildung 27 sind hierzu die experimentell ermittelten Gaseintrittstemperaturen ( $^{\circ}\text{C}$ ) als Funktion von der Gasbelastung ( $F_V$  in  $\text{Pa}^{0,5}$ ) und der Flüssigkeitsbelastung ( $u_L$  in  $\text{m}^3/(\text{m}^2 \text{ h})$ ) dargestellt. Es ist zu erkennen, dass die Temperaturen des Gases innerhalb der Kolonnen über den gesamten Gasbelastungsbereich auf einen konstanten Wert von ca.  $20^{\circ}\text{C}$  abgekühlt werden. Durch das erhöhte Flüssigkeitsvolumen bei einer Belastung von  $u_L = 20 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$  scheinen die entstehenden Temperaturdifferenzen zwischen Gasein- und ausgang geringeren Einfluss auf die Stofftrennleistung zu nehmen als bei geringeren Flüssigkeitsvolumenströmen (vgl. Abbildung 25).





**Abbildung 27: Ermittelte Gasaustrittstemperaturen in Abhängigkeit von der Gas- und Flüssigkeitsbelastung ( $F_v$ ;  $u_L$ ) bei Verwendung von trockener Luft**

Durch den Einbau eines Wärmetauschers in die Gaseingangsleitung könnte die Luft vor dem Eintritt in die Kolonne auf die Flüssigkeitseingangstemperatur gebracht werden. Da in der verwendeten Versuchsanlage kein Wärmetauscher vorhanden ist, wird dieses Phänomen im Rahmen dieses Projektes nicht weiter vertieft.

Um eine Verdunstung der Flüssigphase, besonders bei niedrigen Flüssigkeitsbelastungen und bei Verwendung von anderen Flüssigkeiten als Wasser, auszuschließen wird eine Luftbefeuchtung mit der Flüssigphase empfohlen.

### Fazit

Für die Spezifikationen der Betriebsmittel können folgende Empfehlungen aufgeführt werden:

**Bei Untersuchungen zur Hydrodynamik kann Leitungswasser verwendet werden, aber wenn es möglich ist sollte VE Wasser bevorzugt verwendet werden**, um eine Schonung der Versuchsanlage durch Komponenten des Leitungswassers (Kalk, Schwebstoffe, usw.) zu vermeiden. Stofftransportmessungen sollten immer mit VE Wasser durchgeführt werden, um eine gleichbleibende Wasserqualität und somit eine Vergleichbarkeit der Versuchsergebnisse zu garantieren.

**Die Luft sollte vor Eintritt in die Absorptionskolonne befeuchtet, im Idealfall gesättigt, werden, um eine Konditionierung des Gaseintritts hinsichtlich Feuchtigkeit und Temperatur zu realisieren und ebenfalls eine Vergleichbarkeit der Versuchsergebnisse zu garantieren.** Zwischen Lufteingang und Flüssigkeitseingang sollten Temperaturdifferenzen vermieden werden und können durch die Verwendung einer separaten Luftbefeuchterkolonne oder eines Wärmetauschers durchgeführt werden.

#### **2.2.4. Demister**

Die Verwendung eines Demisters innerhalb des Kolonnenkopfes zur Abscheidung von mitgerissener Flüssigkeit im Gasstrom war ebenfalls Gegenstand der experimentellen Untersuchungen. Der Einfluss eines Demisters auf die Ergebnisse von Hydrodynamik bzw. Stofftransport wurde durch einen Vergleich von Messungen mit und ohne eingebauten Demister im Kolonnenkopf realisiert. Diskussionen im Konsortium ergaben, dass durch den Einbau eines Tropfenabscheiders eine mögliche Beeinflussung der untersuchten Parameter möglich wäre. Hierzu zählt vor allem eine unerwünschte Absorption des austretenden Gases an abgeschiedenen Tropfen der Waschflüssigkeit innerhalb des Demisters.

Der eingebaute Demister wurde durch eine zweireihige geregelte Füllkörperschüttung am Kolonnenkopf aufgebaut. Die zylindrischen Füllkörper wurden dabei über den Kolonnenquerschnitt flächendeckend angeordnet. Bei den Messungen wurden die Messstellen für den spezifischen Druckverlust als auch für die Gasaustrittskonzentration jeweils vor und nach dem Demister variiert, um einen Einfluss des Demisters kenntlich zu machen.

Der Vergleich der experimentellen Untersuchungen sowohl der Hydrodynamik als auch der Stofftrennleistung zeigten keinerlei Einfluss durch den Einbau eines Demisters. Die Abweichungen des spezifischen Druckverlustes, des Holdups und der  $HTU_{OV}$  Werte zeigten maximale relative Abweichungen von kleiner 5% und lagen somit innerhalb der möglichen Messabweichungen.

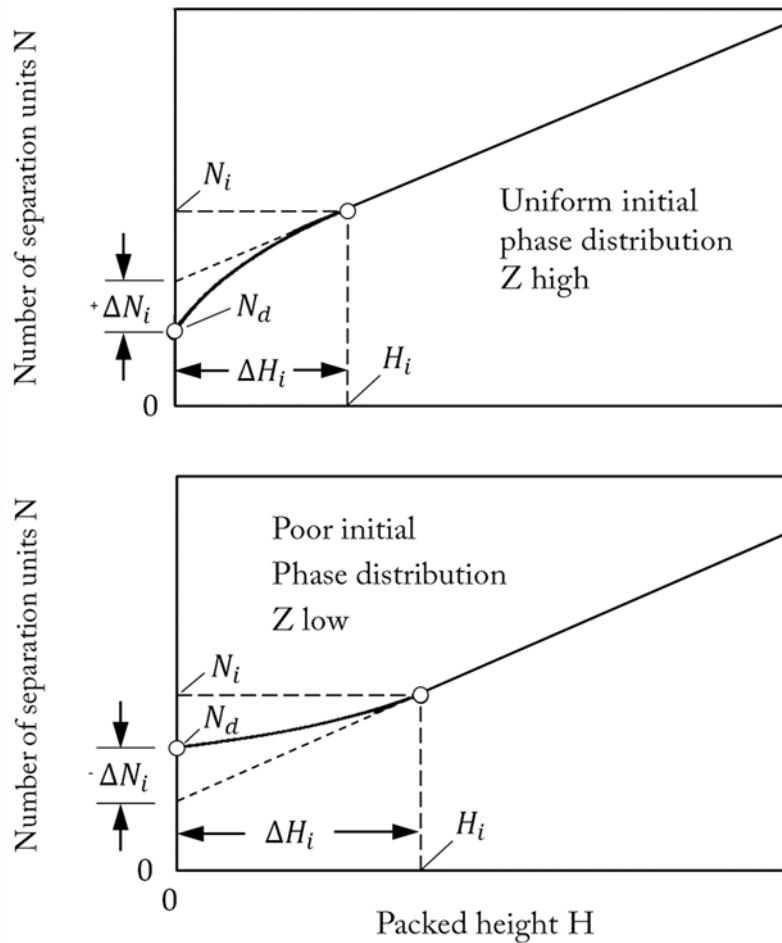
#### **Fazit**

Bei dem betrachteten Stoffsystem  $NH_3$ -Luft/Wasser zeigten sich keine Effekte die auf ein Entrainment hinweisen. Sowohl die Ergebnisse der hydrodynamischen Untersuchungen

als auch die Resultate der Stofftrennleistungen waren innerhalb der betrachteten Messabweichungen. Es ist zu beachten, dass die Messmethode zur Untersuchung der Stofftrennleistung lediglich Messpunkte unterhalb des Staupunktes beinhaltet, ein Tropfenmitriss durch die Gasphase zu verhindern. ***Daher wird empfohlen, die Stofftransportmessungen unterhalb des Staupunktes durchzuführen um einen möglichen Tropfenmitriss zu vermeiden.*** Weiterhin kann der Einbau eines Demisters ebenfalls empfohlen werden, da er im Rahmen der durchgeführten Untersuchungen keinerlei Einfluss auf die Ergebnisse der untersuchten Parameter ausübte. Eine eigenständige Betrachtung des Einflusses bei anderen Stoffsystemen wird allerdings empfohlen, da eine generelle Aussage bei differenten Demistern als auch Stoffsystemen im Rahmen dieses Projektes nicht gegeben werden kann.

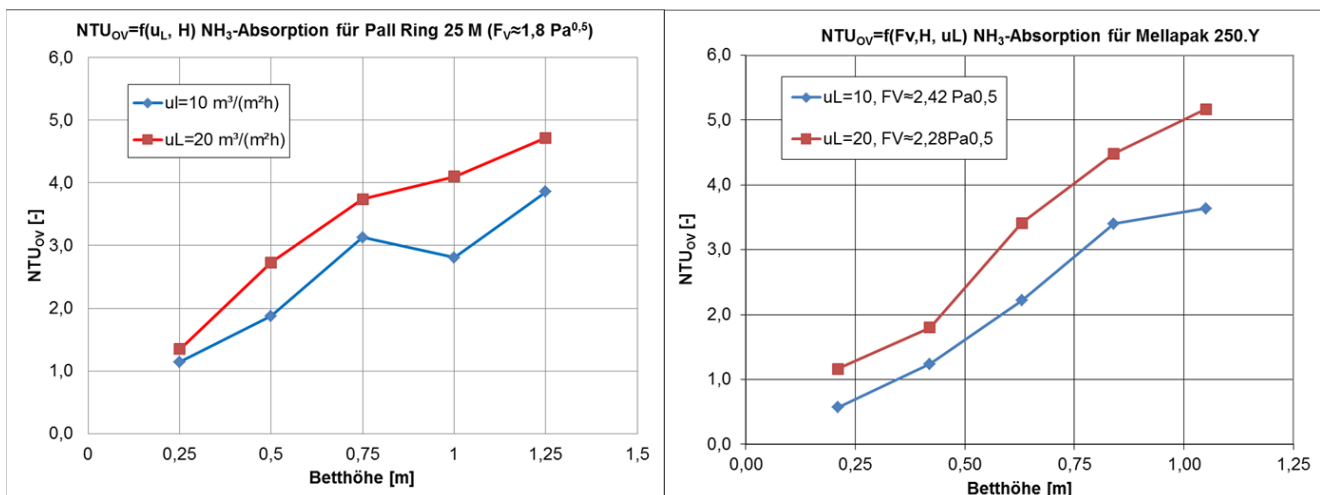
### **2.2.5. Betthöhe**

Im Rahmen des Projektes wurden ebenfalls Untersuchungen zum Einfluss der Betthöhe auf die ermittelten Ergebnisse zur Hydrodynamik und zum Stofftransport durchgeführt. Hierbei sollte eine effektive minimale Packungshöhe gefunden werden, um mögliche Maldistributionseffekte innerhalb der Kolonne ausschließen zu können und somit einheitliche und repräsentative experimentelle Untersuchungen zu realisieren. Hierbei wurde hinsichtlich des Einflusses der Betthöhe auf die Ergebnisse des Stofftransportes ein Ansatz von Billet [9] verfolgt, wie er in Abbildung 28 zu sehen ist. In Abhängigkeit der anfänglichen Flüssigkeitsdistribution durch den Verteiler, ausgedrückt durch die Tropfstellenanzahl  $Z$ , ergeben sich für Anzahl der Übertragungseinheiten ( $N$  bzw.  $NTU$ ) über die Betthöhe  $H$  betrachtet unterschiedliche Verläufe. Somit werden innere und äußere Distributionseffekte in Bezug zueinander gesetzt. Es ist zu erkennen, dass abhängig von der anfänglichen äußeren Distribution des Verteilers eine entsprechende innere Verteilung der Flüssigkeit resultiert. Dies bedeutet, dass bei einer schlechten Anfangsdistribution durch den Verteiler, diese Distribution mit zunehmender Betthöhe verbessert wird und schließlich in einem linearen Beziehung zwischen Trennwirksamkeit ( $NTU$ ) und Betthöhe (vgl. Abbildung 28, unten). Somit kann, nach diesem Ansatz, nach einer Überschreitung der Höhe  $H_T$  sichergestellt werden, dass Distributionseffekte überwunden wurden und somit eine minimal notwendige Betthöhe erreicht ist.



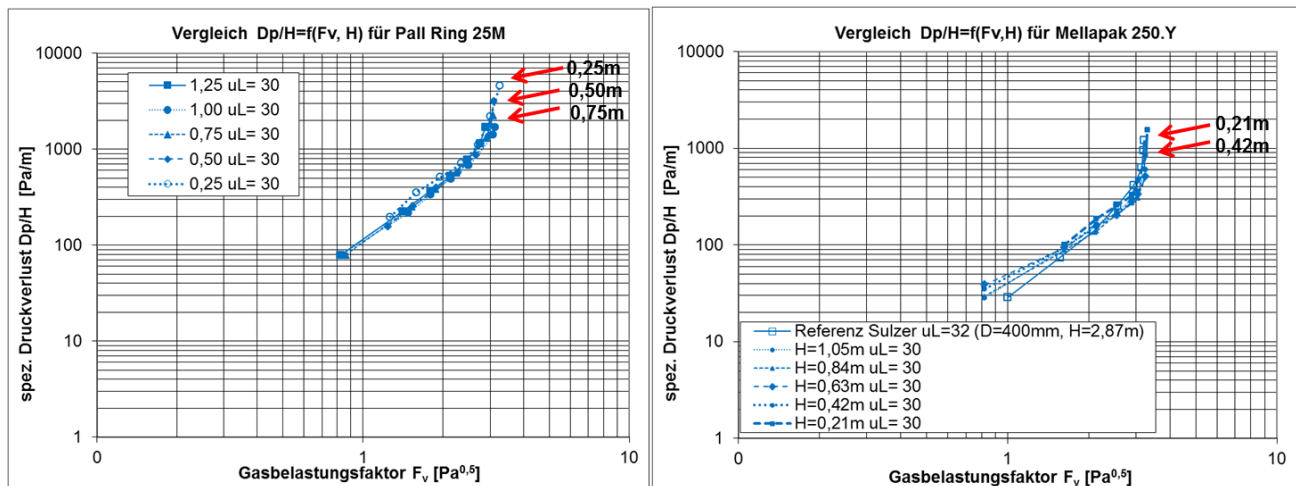
**Abbildung 28: Ansatz nach Billet [9] zum Einfluss der Flüssigkeitsverteilung in Abhängigkeit der Betthöhe auf die Trennleistung**

Ausgehend von dem vorangestellten Ansatz wurden Messreihen bei unterschiedlichen Betthöhen hinsichtlich der Hydrodynamik und der Stofftrennleistung durchgeführt. Ziel war es hierbei, die minimal notwendige Betthöhe im betrachteten Technikumsmaßstab für das verwendete Stoffsystem zu bestimmen. Hierzu wurden jeweils experimentelle Untersuchungen mit den beiden ausgewählten trennwirksamen Einbauten Pall Ring 25 bzw. Mellapak 250.Y bei variierenden Betthöhen zwischen 0,21 bzw. 0,25m und 1,05 bzw. 1,25m durchgeführt. Es ist zu beachten, dass bei der Reduzierung der Betthöhen die Position der Flüssigkeitsverteiler ebenfalls angepasst wurde und die empfohlenen Abstände aus Kapitel 3.2.2 eingehalten wurden. In Abbildung 29 sind jeweils die experimentell ermittelten Trennleistungen ( $NTU_{OV}$ -Wert) als Funktion der Betthöhe (m) und der Flüssigkeitsbelastung ( $u_L$  in  $m^3/(m^2 h)$ ) für beide trennwirksamen Einbauten dargestellt.



**Abbildung 29: Ermittelte Trennleistung ( $NTU_{OV}$ ) in Abhängigkeit von der Gas- und Flüssigkeitsbelastung ( $F_V$ ;  $u_L$ ) bei unterschiedlichen Betthöhen**

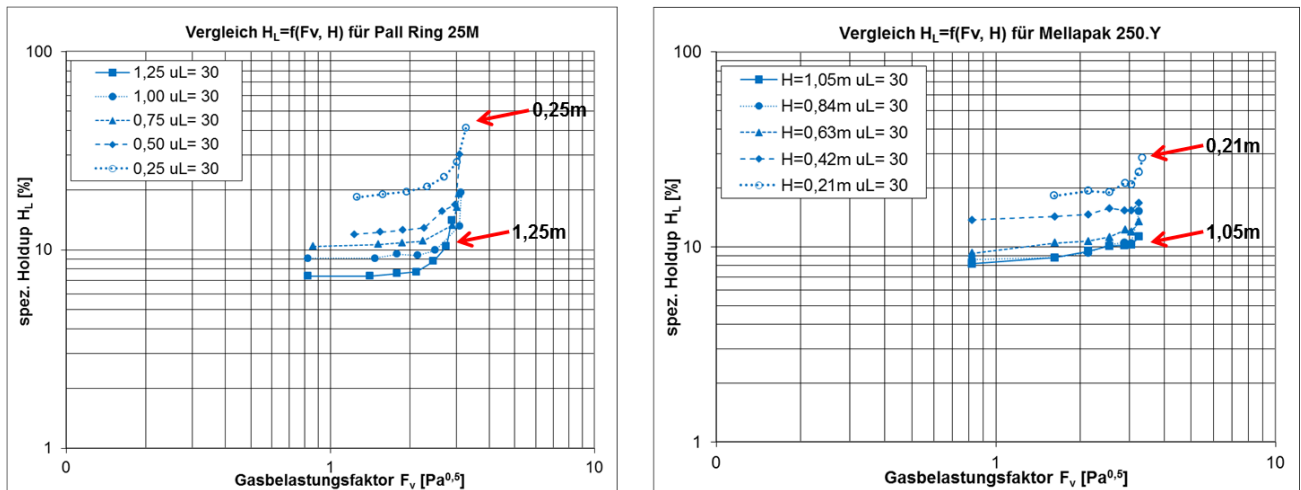
Es ist zu erkennen, dass sich im Vergleich mit Abbildung 29 eine deutliche Abhängigkeit der Stofftrennleistung von der Betthöhe zu erkennen ist. Allerdings lässt sich keine eindeutige lineare Beziehung erkennen, lediglich bei den Ergebnissen bei einer Flüssigkeitsbelastung von  $u_L = 20 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$  lassen sich ansatzweise eine lineare Beziehung, vor allem bei höheren Betthöhen, erkennen. Diese Ergebnisse stimmen mit den bisherigen Erfahrungen des Konsortiums der beteiligten industriellen Partner bzw. vorangegangenen Forschungsarbeiten überein, da zum einen Maldistributionseffekte mit steigenden Flüssigkeitsbelastungen abnehmen und zum anderen mit steigender Bettlänge die Flüssigkeit eine uniforme Verteilung bzw. natürliche Verteilung („natural flow“) ausbildet, die zu einem annähernden linearen Verlauf führt [10]. Da der Vergleich der  $NTU$  Werte über der Betthöhe keine eindeutige Aussage über eine minimale notwendige Betthöhe gibt, sind in Abbildung 30 jeweils die experimentell ermittelten spez. Druckverlust ( $\Delta p/H$ ) als Funktion der Gasbelastung ( $F_V$  in  $\text{Pa}^{0,5}$ ) für verschiedene Betthöhen und beide trennwirksamen Einbauten dargestellt. Exemplarisch werden die Ergebnisse für eine Flüssigkeitsbelastung von  $u_L = 30 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$  aufgezeigt, wobei sich die dargestellten Phänomene ebenfalls für alle weiteren betrachteten Flüssigkeitsbelastungen beobachten ließen.



**Abbildung 30: Ermittelter spez. Druckverlust ( $\Delta p/H$ ) in Abhängigkeit von der Gasbelastung ( $F_v$ ) bei unterschiedlichen Betthöhen**

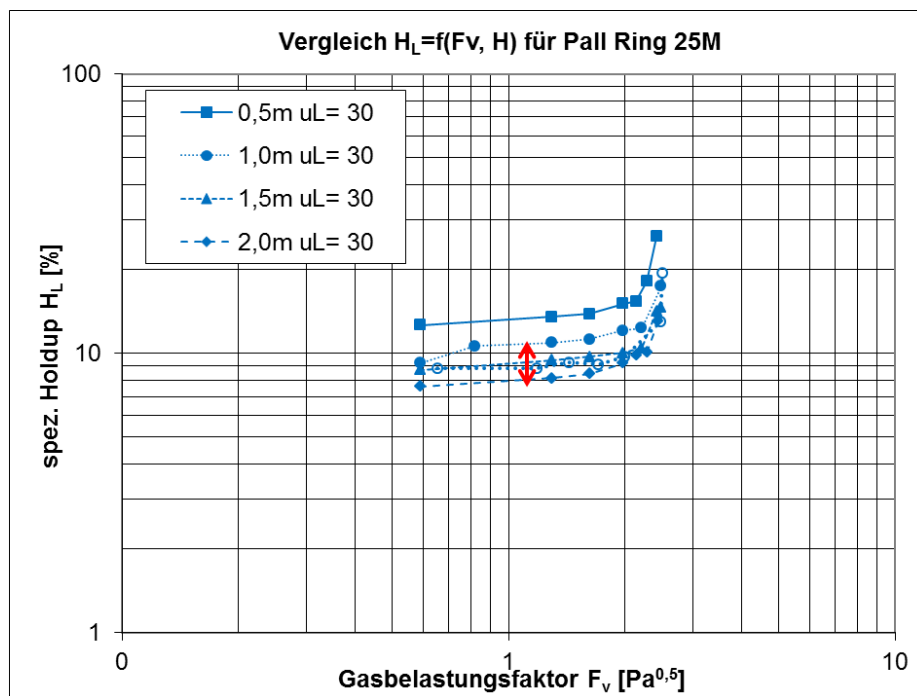
Es wird ersichtlich, dass die Druckverluste in den beiden doppellogarithmischen Diagrammen für die jeweiligen Betthöhen sehr gute Übereinstimmungen aufzeigen, wobei leichte Abweichungen nur bei sehr kleinen Gasbelastungsfaktoren zu erkennen sind. Aufgrund der Auftragungsart und der geringen absoluten Druckverluste bei kleinen Gasbelastungsfaktoren sind Abweichungen hierbei besonders deutlich zu erkennen, befinden sich aber innerhalb der angegebenen Messabweichung. Zudem zeigt sich, dass sich bei der Betrachtung des spez. Druckverlustes oberhalb des Staupunktes erhöhte Druckverluste bei nahezu gleichbleibendem Gasbelastungsfaktor für unterschiedliche Betthöhen zu erkennen sind. Es wird deutlich, dass mit steigender Betthöhe der spezifische Druckverlust sinkt und sich somit bei der kleinsten Betthöhen der höchste spezifische Druckverlust oberhalb des Staupunktes zeigt (vgl. Abbildung 30, rote Pfeile). Dies spricht für weitere Effekte hinsichtlich der Distribution, da diese Effekte oberhalb des Staupunktes mit steigender Turbulenz der Phasen zunehmen.

Hierzu sind in Abbildung 31 die ermittelten spez. Flüssigkeitsinhalte ( $h_L$ ) in Abhängigkeit der Gasbelastung ( $F_v$ ) für verschiedene Betthöhen und beide trennwirksamen Einbauten dargestellt. Es ist zu beachten, dass bei den Messungen des spez. Flüssigkeitsinhaltes das Flüssigkeitsvolumen des Verteilers bzw. der Rohrleitung bereits von den Ergebnissen abgezogen wurde, um eine mögliche Schwankung zu vermeiden.



**Abbildung 31: Ermittelter spez. Flüssigkeitsinhalt ( $h_L$ ) in Abhängigkeit von der Gasbelastung ( $F_V$ ) bei unterschiedlichen Betthöhen**

Hier zeigt sich, wie der spezifische Flüssigkeitsinhalt bei unterschiedlichen Betthöhen, außerhalb der Messabweichung, variiert. Es ist deutlich zu erkennen, dass mit steigender Betthöhe der spezifische Holdup sinkt, ebenfalls unterhalb des Staupunktes, wo allerdings vergleichbare spez. Druckverluste vermessen wurden (vgl. Abbildung 20). Dies lässt den Rückschluss zu, dass sich bei konstanter Flüssigkeitsbelastung eine divergente Verteilung der Phasen mit zunehmender Betthöhe einstellt und somit zu den Ergebnissen des spezifischen Flüssigkeitsinhaltes führte. Eine Erklärung für diese Distributionseffekte wäre eine ungleichmäßige Gasströmung innerhalb der verschiedenen Betthöhen. Zwar wurde der Abstand des Gasverteilers zum Bett nach den, in Kapitel 2.2.1, Empfehlungen auf einen Mindestabstand von einem Kolonnendurchmesser gebracht (hier: 288 mm), allerdings muss sich das Strömungsprofil des Gases mit Eintritt in die Packung wiederum anpassen. Dies bedeutet, dass in der unteren Wegstrecke des Bettes noch eine ungleichmäßige Gasströmung vorherrscht, die durch das Bett ein gleichmäßiges Strömungsprofil erhält. Dadurch kann es wiederrum zu lokalen Aufstauen von Flüssigkeit kommen, die den Holdup im unteren Teil des Bettes erhöhen. Mit steigender Betthöhe und damit höheren absoluten Flüssigkeitsinhalten werden diese Anteile egalisiert und die Einlaufeffekte des Gases haben eine geringere Auswirkung auf den Flüssigkeitsinhalt. Diese Erklärung wird durch die Ergebnisse weiterer Holdupmessungen bei höheren Betthöhen unterstützt, die in Abbildung 32 zu sehen sind. In Abbildung 32 sind die ermittelten spez. Flüssigkeitsinhalte ( $h_L$ ) in Abhängigkeit von der Gasbelastung ( $F_V$ ) bei unterschiedlichen Betthöhen bis 2m Gesamthöhe aufgetragen.



**Abbildung 32: Ermittelter spez. Flüssigkeitsinhalt ( $h_L$ ) in Abhängigkeit von der Gasbelastung ( $F_v$ ) bei unterschiedlichen Betthöhen bis 2m Gesamthöhe**

Es wird klar, dass die zuvor genannten Effekte der Gasmaldistribution mit zunehmender Betthöhe und konstanter Flüssigkeitsbelastung weiter abnehmen und die Ergebnisse des spez. Holdups ab einer Betthöhe von 1 m sehr eng beieinander liegen (vgl. Abbildung 32, roter Pfeil).

### Fazit

Die experimentellen Untersuchungen zur minimal erforderlichen Betthöhe haben gezeigt, dass es eine hohe Abhängigkeit der Hydrodynamik und der Trennleistung von der Betthöhe gibt. Es zeigte sich, dass durch die verfolgten Ansätze keine eindeutige Aussage zu einer allgemeingültigen minimalen Betthöhe gegeben werden konnte. Allerdings wurde aufgezeigt, dass **bei dem betrachteten Stoffsystem eine minimal erforderliche Betthöhe von 1 m notwendig ist, um eine verringerte Distributionseffekte in der Hydrodynamik als auch der Trennleistung aufzuzeigen und vergleichbare Ergebnisse beim spez. Flüssigkeitsinhalt zu erhalten.**

Daher wird die dargestellte Methode zur hydrodynamischen Untersuchung des spezifischen Holdups empfohlen, um eine **notwendige minimale Betthöhe für den jeweiligen Anwendungsfall zu bestimmen.** Da eine Vermessung des spez. Holdups



eine einfache und kostengünstige Methode zur Untersuchung des Distributionsverhaltens und letztlich eine Aussage zur eindeutigen Überwindung von Einlaufeffekten darstellt, wird diese durch dieses Projekt empfohlen.

### **2.2.6. Probenentnahme**

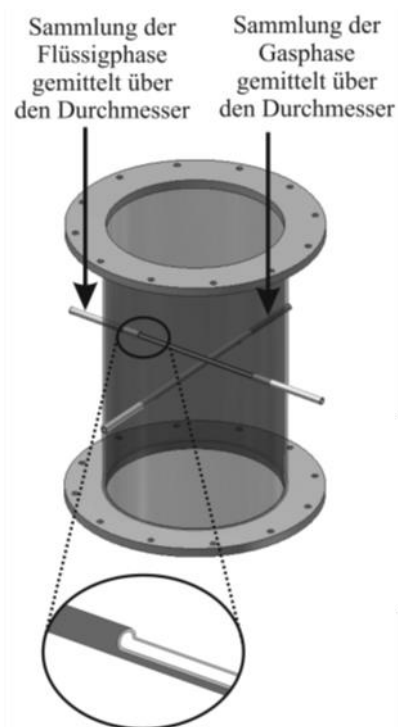
Einer der wichtigsten Aspekte innerhalb des Versuchsaufbaus bzw. bei der Versuchsdurchführung stellt die Probenentnahme von Gas- und Flüssigkeitsproben bei den experimentellen Untersuchungen des Stofftransportes dar. Hierbei stellten sich durch die Ergebnisse des Konfigurationsbogens mehrere Einflussgrößen bei der Konzentrationsbestimmung heraus. Neben den Möglichkeiten der integralen bzw. lokalen Probenentnahme, stellten sich weitere Unterschiede in der Vorrichtung zur Probenentnahme heraus. Im Folgenden werden Untersuchungen hinsichtlich der Probenentnahmemethode durchgeführt. Hierfür wurden Stofftransportmessungen unter Berücksichtigung einer integralen und lokalen Probenentnahme durchgeführt und hinsichtlich ihrer Reproduzierbarkeit analysiert. Diese Reproduktionsmessungen wurden mit der, in Kapitel 2.1.5, Versuchsdurchführung für Stofftransportmessungen realisiert. Bei allen Messreihen wurden keine Veränderungen an der Anlagenkonfiguration durchgeführt, um eine Vergleichbarkeit der Messergebnisse zu gewährleisten.

Folgend wird zunächst die Methode zur integralen Probenentnahme beschrieben. Nachdem ein stationärer Betrieb der Anlage nach den in Kapitel 2.1.5 beschriebenen Kriterien erreicht wird, können die Gas- und Flüssigkeitsproben entnommen werden. Für die Flüssigkeitseingangskonzentration wird aus der Zuleitung der Kolonne eine 100ml umfassende Flüssigkeitsprobe aus dem System entnommen. Für die Flüssigkeitsaustrittskonzentration wird durch einen Auslass am Kolonnenboden eine ebenfalls 100ml umfassende Probe aus dem Sumpf der Kolonne entnommen. Es ist dabei darauf zu achten, dass durch die Regulierung der Ablaufpumpe ein möglichst geringer Flüssigkeitsstand innerhalb des Sumpfes vorherrscht um mögliche Verdünnungs- bzw. Mischungseffekte zu vermeiden.

Die Bestimmung der Gaskonzentration werden jeweils Proben über Leitungen in den Gasanalysator geführt. Der Gasanalysator besitzt eine eigene Pumpe, wodurch eine kontinuierliche Probenentnahme des Gases realisiert wird. Für die

Gaseintrittskonzentration wird eine Probe am Gaszulaufrohr der Kolonne, also vor dem Gasverteiler, über einen Seitenauslass entnommen. Bei der Bestimmung der Gasaustrittskonzentration dient ein Auslass am Kolonnenkopf als Messstelle. Zur Identifizierung eines möglichen Flüssigkeitsmitrisses in der Gaszuleitung des Detektors wurde eine Waschflasche vor der Zuleitung des Gasanalysators eingebaut. Es ist zu bemerken, dass während des Projektes keinerlei Flüssigkeitsmitriss innerhalb der Waschflasche zu erkennen war.

Die Methode zur lokalen Probenentnahme bzw. für sog. *Profilmessungen* basiert auf der vorangestellten Probenentnahme. Allerdings sind die Messpunkte nicht wie zuvor in den Zuleitungen bzw. Kolonnenkopf oder –sumpf zu finden, sondern werden durch sog. *Probenstäbe*, die in die Kolonne eingeführt werden, realisiert. In Abbildung 33 ist eine Skizze dieser Probenstäbe zur lokalen Probenentnahme zu sehen.

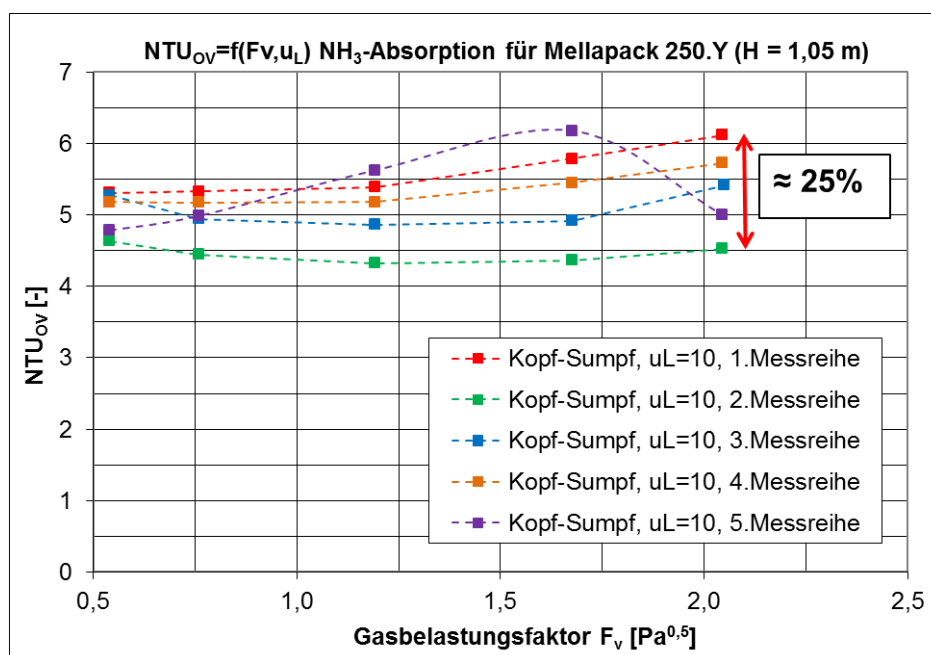


**Abbildung 33: Skizze der verwendeten Vorrichtung zur lokalen Konzentrationsbestimmung von Gas- und Flüssigphase**

Wie es in Abbildung 33 zu erkennen ist, ermöglicht die verwendete Vorrichtung die Entnahme einer gemittelten Probe über den gesamten Innendurchmesser oder nur über einen bestimmten Bereich des Durchmessers durch zwei Rohre, welche statt Bohrungen jeweils einen Schlitz besitzen. Die Flüssigphase sammelt sich in dem nach oben geöffneten Rohr und wird an den offenen Endes des Rohres über Schläuche

zusammengeführt und die Gasphase strömt analog in das nach unten geöffnete Rohr und wird ebenfalls über Schläuche zusammengeführt. Durch Variation der Schlitzlänge kann der Bereich des Durchmessers, aus welchem die Proben entnommen werden sollen, gesteuert werden. Innerhalb des Projektes wurden Stäbe mit Schlitz für den Kernbereich der Kolonne verwendet, wodurch Flüssigkeit und Gas aus dem Randbereich der Kolonne nicht aufgenommen wurde.

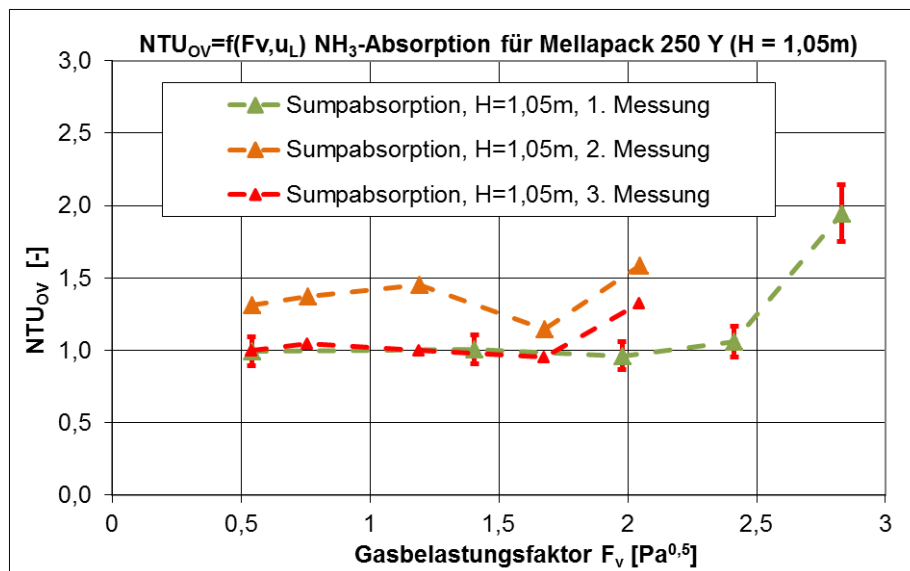
In Abbildung 34 sind die Ergebnisse der ermittelten Trennleistung ( $NTU_{OV}$ ) in Abhängigkeit von der Gasbelastung ( $F_V$ ) für die dargestellte integrale Probenentnahme zu erkennen.



**Abbildung 34: Ermittelte Trennleistung ( $NTU_{OV}$ ) in Abhängigkeit der Gasbelastung ( $F_V$ ) bei Verwendung der integralen Probenentnahme für fünf Messreihen**

Es ist ersichtlich, dass mit der bisher verwendeten integralen Probenentnahme und experimentellen Messmethode eine hohe Abweichung in den Ergebnissen der experimentell ermittelten Trennleistung von bis zu 25% vorherrscht. Die Messreihen wurden in einer Zeitspanne von zehn Tagen durchgeführt, wobei keinerlei nennenswerten Schwankungen bei der Raumtemperatur bzw. -druck zu verzeichnen waren. Die Reproduzierbarkeit der experimentellen Ergebnisse war durch die bisherige experimentelle Methode somit als relativ gering anzusehen. Allerdings zeigt ein Vergleich der integralen Methode mit der lokalen Probenentnahme weitere sogar höhere Messabweichungen. In Abbildung 35 sind die die Ergebnisse der ermittelten Trennleistung

( $NTU_{OV}$ ) in Abhängigkeit von der Gasbelastung ( $F_V$ ) für eine lokale Probenentnahme dargestellt. Hierbei wurden die Probenstäbe direkt unterhalb der Packung angebracht. Zusätzlich wurden Proben aus dem Sumpf der Kolonne, wie in der integralen Probenentnahme beschrieben, entnommen, um eine Absorptionwirkung des Sumpfes zu untersuchen.



**Abbildung 35: Ermittelte Trennleistung ( $NTU_{OV}$ ) in Abhängigkeit der Gasbelastung ( $F_V$ ) bei Verwendung der lokalen Probenentnahme für drei Messreihen**

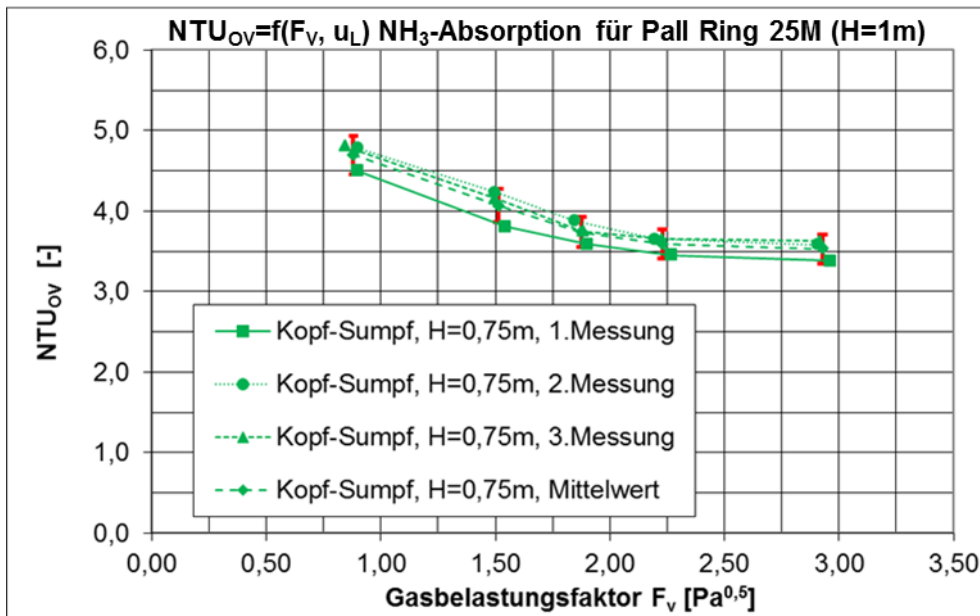
Es ist ersichtlich, dass die Abweichungen der Messreihen zueinander sogar noch höher ausfallen, als bei der integralen Probenentnahme, bis zu 30%. Hierbei wurde ebenfalls deutlich, dass die ursprüngliche experimentelle Methode auch bei der Verwendung der vorgestellten lokalen Probenentnahme zur Profilmessung keine verlässlichen Ergebnisse zur Ermittlung der Trennleistung generieren. Während der experimentellen Untersuchungen war zu erkennen, dass die Ermittlung der Gaskonzentration mittels Probenstab im Betrieb der Anlage unter hohen Schwankungen stand, wodurch eine eindeutige Bestimmung erschwert wurde. Durch den apparativen Aufbau der Probenstäbe konnte nicht mit absoluter Sicherheit garantiert werden, dass sich Flüssigkeitstropfen innerhalb der Stäbe ansammelten und damit die Ergebnisse der Konzentrationsmessung beeinflussen.

Zusammenfassend lässt sich erkennen, dass die dargestellte Methode zur lokalen Konzentrationsmessung, die sog. *Profilmessung*, keine verlässlichen Ergebnisse aufgrund der geringen Reproduzierbarkeit der experimentellen Ergebnisse liefert. Zudem konnte

innerhalb des Projektes die Repräsentativität der erhaltenen Proben durch die Stäbe nicht garantiert werden, da die eingebauten Probenstäbe nur einen geringen Teil der Querschnittsfläche der Kolonne abdecken und somit eine einheitliche Probenentnahme über den Querschnitt nicht garantiert werden kann. Somit wird, in Absprache mit dem Konsortium, die integrale Messmethode zur Konzentrationsbestimmung empfohlen. Zwar zeigen sich mit der bisher verwendeten experimentellen Methode zwar ebenfalls hohe Abweichungen der einzelnen Messreihen zueinander, doch zeigte sich im Verlauf des Projektes, dass sich die durch die, in den vorangegangenen Kapiteln vorgestellten Empfehlungen, eine drastische Erhöhung der Reproduzierbarkeit erzielen lies. Ein Vergleich der ursprünglichen experimentellen Methode mit Ergebnissen der neuentwickelten standardisierten Methode ist im folgenden Kapitel 2.2.7 ersichtlich.

### **2.2.7. Reproduzierbarkeit**

Im folgenden Kapitel soll eine Betrachtung der Reproduzierbarkeit der experimentellen Ergebnisse durch die Verwendung der neuentwickelten experimentellen Methode zur standardisierten Stofftransportmessung durchgeführt werden. Eine Betrachtung der vorhanden Abweichungen von Stofftransportmessungen mit Hilfe der, in Kapitel 2.1.6, vorgestellten Versuchsdurchführung wurde bereits im vorangegangenen Kapitel dargestellt und diskutiert. In Abbildung 36 ist die ermittelte Trennleistung ( $NTU_{OV}$ ) in Abhängigkeit von der Gasbelastung ( $F_V$ ) unter Berücksichtigung der standardisierten experimentellen Methode für drei Messreihen und einer Flüssigkeitsbelastung von  $u_L = 30 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$  aufgetragen.



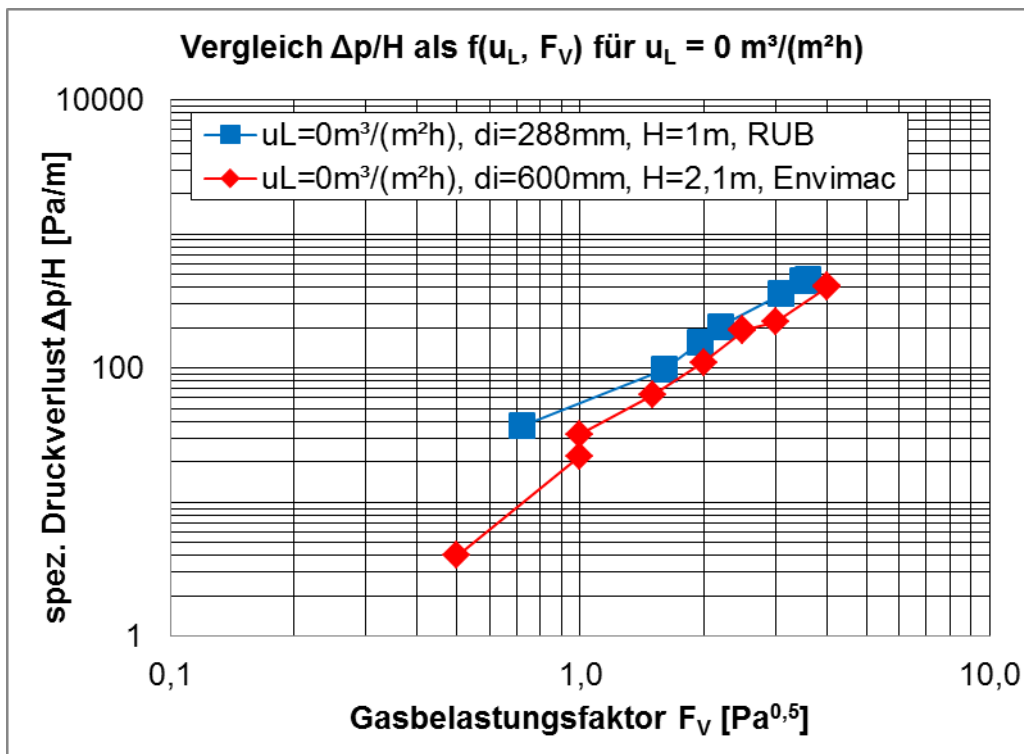
**Abbildung 36: Ermittelte Trennleistung (NTU<sub>OV</sub>) in Abhängigkeit der Gasbelastung (F<sub>V</sub>) unter Berücksichtigung der standardisierten experimentellen Methode für drei Messreihen**

Unter Berücksichtigung der standardisierten experimentellen Methode zeigt sich eine maximale Abweichung von 5% der NTU-Werte zueinander bei Betrachtung von drei Messreihen. Es ist zu beachten, dass diese Reproduzierbarkeit ebenfalls mit der strukturierten Packung Mellapak 250.Y für divergente Gas- und Flüssigkeitsbelastungen erreicht werden konnte und die dargestellten Ergebnisse repräsentativ für diese Messreihen sind. Im Vergleich mit den vorangestellten Ergebnissen der Reproduktionsmessungen (vgl. Abbildung 34) konnte eine erhebliche Verbesserung der experimentellen Ergebnisse hinsichtlich Reproduktion und somit eine Verminderung der Messabweichungen erzielt werden. Ein Vergleich der experimentellen Resultate bezüglich spez. Druckverlust und Trennwirksamkeit wird im folgenden Kapitel zwischen der bisher verwendeten Technikumsanlage der RUB, mit einem Innendurchmesser von 288 mm, und der Technikumsanlage der Firma ENVIMAC Engineering GmbH, mit einem Innendurchmesser von 600 mm, vorgestellt und komplettiert damit die Anwendbarkeit der neu entwickelten standardisierten Methode. Eine genaue Beschreibung des Versuchsaufbaus der Firma ENVIMAC Engineering GmbH ist in Kapitel 4.2.1 zu finden.

### 3. Vergleichsexperimente

Um Aussagen zur generellen Anwendbarkeit der standardisierten experimentellen Methode zu erhalten, wurden zusätzlich sog. *Vergleichsexperimente* durch die Firma ENVIMAC Engineering GmbH in einer Technikumsanlage mit einem Innendurchmesser von 600 mm durchgeführt. Ziel der Vergleichsmessungen sind eine Übertragung der experimentellen Methode auf eine Anlage mit einem erhöhten Durchmesser und ein sog. Benchmarking der Technikumsanlage vor den eigentlichen Versuchen zur Bestimmung der Stoffübergangskoeffizienten in Kapitel 4.

Es ist zu beachten, dass bei allen Vergleichsexperimenten in beiden Technikumsanlagen die strukturierte Packung Mellapak 250.Y verwendet wurde. In Abbildung 37 sind die ermittelten spezifischen spez. Druckverluste ( $\Delta p/H$ ) in Abhängigkeit von der Gasbelastung ( $F_V$ ) für beide vorgestellten Technikumsanlagen im unberieselten Betrieb dargestellt.

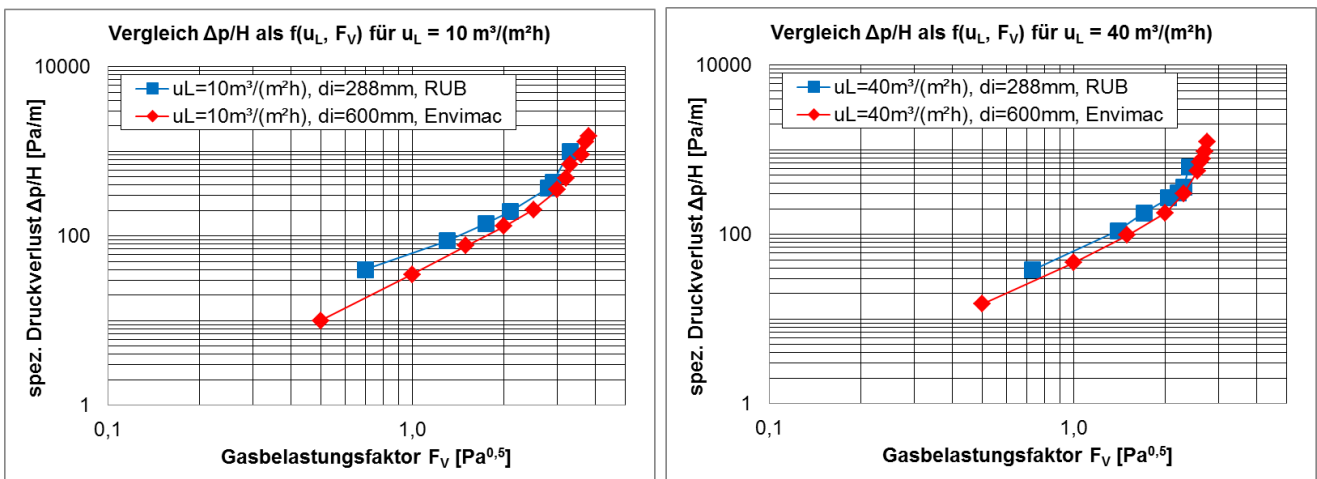


**Abbildung 37: Ermittelte spez. trockener Druckverluste ( $\Delta p/H$  in  $\text{Pa}^{0,5}$ ) in Abhängigkeit der Gasbelastung ( $F_V$ ) für die Technikumsanlagen mit  $d_i=288$  bzw.  $600\text{mm}$**

Es ist zu erkennen, dass beide Anlagen eine gute Übereinstimmung der Ergebnisse aufweisen und die Verläufe der Druckverlustkurve ebenfalls übereinstimmen. Ebenso

zeigte die kleinere Technikumsanlage der RUB den charakteristischen höheren Druckverlust auf, als die, im Durchmesser größere, Anlage der Firma ENVIMAC. Diese parallele Verschiebung des Druckverlustes ist bereits durch vorangegangene Forschungsarbeiten [8] bekannt und ist in allen den durchgeführten Vergleichsmessungen wiederzufinden. Es wurde klar, dass die maximale Abweichung der beiden Anlagen hinsichtlich des trockenen Truckverlustes bei einer relativen Abweichung von 20% lag. In Absprache mit dem Konsortium wurde dies als ein Erfolg im Vergleich zu bisherigen Arbeiten gewertet, in denen ähnlichen Vergleich in erhöhten Abweichungen resultierten, vor allem hinsichtlich der Stofftransportmessungen [17].

In Abbildung 38 sind die ermittelten sind exemplarisch die ermittelten spezifischen spez. Druckverluste ( $\Delta p/H$ ) in Abhängigkeit von der Gas- und Flüssigkeitsbelastung ( $F_V$ ;  $u_L$ ) für beide vorgestellten Technikumsanlagen im berieselten Betrieb dargestellt.

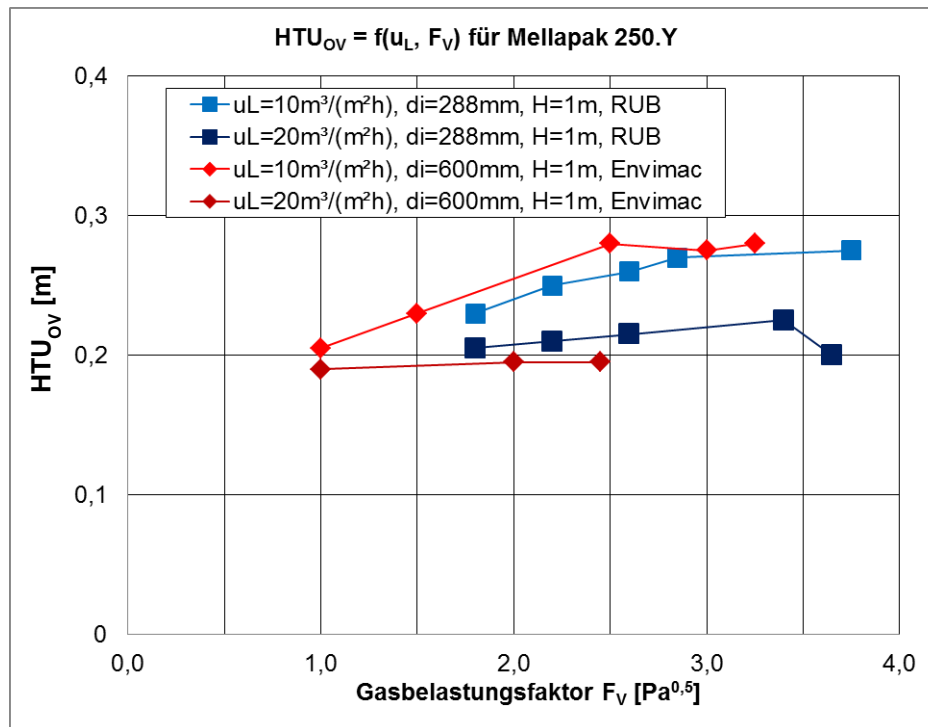


**Abbildung 38: Ermittelte spez. Druckverluste ( $\Delta p/H$  in Pa<sub>0,5</sub>) in Abhängigkeit der Gasbelastung ( $F_V$ ) für die Technikumsanlagen mit  $d_i=288$  bzw. 600mm**

Die Abbildungen für die jeweiligen Flüssigkeitsbelastungen von  $u_L = 10$  und  $40 \text{ m}^3/(\text{m}^2\text{h})$  bestätigten die bereits für den unberieselten Betrieb gezeigte Übereinstimmung der spez. Druckverluste der Anlage. Unter Berücksichtigung der bereits erwähnten charakteristischen Druckerhöhung durch den verringerten Kolonnendurchmesser, zeigten die beiden Technikumsanlagen vergleichbaren Ergebnissen, wobei hohe Übereinstimmungen vor allem bei höheren Gasbelastungsfaktoren auftraten.



Zuletzt sind in Abbildung 39 die ermittelten Trennleistungen ( $NTU_{OV}$ ) in Abhängigkeit der Gas- und Flüssigkeitsbelastung ( $F_V$ ;  $u_L$ ) für die Technikumsanlagen mit  $d_i=288$  bzw. 600mm für das Stoffsystem  $NH_3$ -Luft/  $H_2O$  dargestellt.



**Abbildung 39: Ermittelten Trennleistungen ( $HTU_{OV}$ ) in Abhängigkeit der Gas- und Flüssigkeitsbelastung ( $F_V$ ;  $u_L$ ) für die Technikumsanlagen mit  $d_i=288$  bzw. 600mm**

Es wird deutlich, dass die Kurvenverläufe beider Anlagen miteinander vergleichbar sind und eine geringe Abweichung von kleiner 10% zueinander aufweisen. Dies stellte ein zufriedenstellendes Ergebnis für die neuentwickelte experimentelle Methode dar, wodurch nun die Entwicklung der standardisierten Auswertungsmethode hinsichtlich der Bestimmung der Stofftransportparameter vorangetrieben werden konnte.

## 4. Bestimmung von Stofftransportparametern

Eine weit verbreitete Modellvorstellung zur Auslegung von Packungskolonnen ist die Zwei-Film Theorie [11]. Diese basiert auf der Annahme, dass auf beiden Seiten der Grenzfläche zwischen Gas- und Flüssigkeitsphase eine dünne Schicht existiert, auch Film genannt, wie in Abbildung 40 dargestellt ist. Im gas- und flüssigseitigen Kern der Phase wird eine ideale Durchmischung angenommen. Der Film weist im Gegensatz zum Kern der jeweiligen Phase nur eine vernachlässigbar geringe Konvektionsbewegung auf. Das bedeutet, dass der Stoffübergang durch den Film ausschließlich diffusionskontrolliert abläuft und somit der Stofftransportwiderstand nur im Film vorliegt [12].

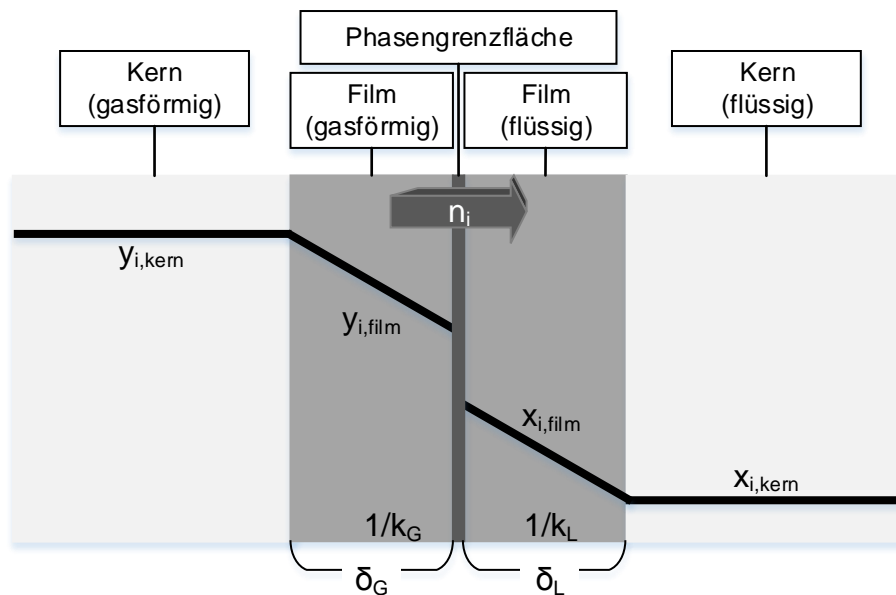


Abbildung 40: Schematische Darstellung der Zwei-Film Theorie [10]

In vielen Fällen wird die Zwei-Film Theorie zur Beschreibung des Stofftransports über die effektive Phasengrenzfläche herangezogen und umfasst dabei eine vertikale Diskretisierung der Kolonne sowie eine Diskretisierung des flüssigkeitsseitigen Films mit ein [1].

Zum Verständnis der Absorptionseffektivität einer Kolonne, d.h. wieviel der gasförmigen Komponente  $i$  absorbiert wird, ist die Kenntnis des Stoffstroms der Zielkomponente  $i$   $\dot{n}_i$  von einer in die andere Phase unerlässlich. Dieser kann nach Gleichung (2) bestimmt werden [14].

$$\dot{n}_i = k_{G,i} \cdot a \cdot V_C \cdot (y_i - y_i^*) = E \cdot k_{L,i} \cdot a \cdot V_C \cdot (x_i - x_i^*) \quad (2)$$

$V_C$  beschreibt dabei das Volumen der Packung in der Kolonne unter der Annahme, dass ausschließlich der Stofftransport in der Packung durch Probenentnahme über- und unterhalb der Packung analysiert wird. Damit wird deutlich, dass die Bestimmung der phasenspezifischen Stoffübergangskoeffizienten  $k_L$  auf der Flüssigkeitsseite und  $k_G$  auf der Gasseite für den Einsatz von „rate-based“ Modellen notwendig ist. Die effektive Phasengrenzfläche  $a$  beschreibt dabei die Kontaktfläche zwischen der Gas- und der Flüssigkeitsphase, an der der Stoffübergang effektiv stattfindet. Der gesamte Stofftransportwiderstand zwischen der Gas- und der Flüssigkeitsphase ist nach Gleichung (3) und (4) definiert, in der  $K_G a$  und  $K_L a$  die volumetrischen Stoffdurchgangskoeffizienten auf der Gas- bzw. Flüssigkeitsseite darstellen. Hierbei entspricht  $a$  der effektiven Phasengrenzfläche. Der gesamte Stoffdurchgangswiderstand kann als Summe der Stofftransportwiderstände auf beiden Seiten der Phasengrenzfläche beschrieben werden. Die Phasengrenzfläche selbst stellt kein Stofftransportwiderstand dar, da sie nur infinitesimal kurz ist und damit einfach von einer Komponente  $i$  überwunden werden kann.

$$\frac{1}{K_G a} = \frac{1}{k_G a} + \frac{He}{E \cdot k_L a} \quad (3)$$

$$\frac{1}{K_L a} = \frac{1}{k_L a} + \frac{1}{He \cdot k_G a} \quad (4)$$

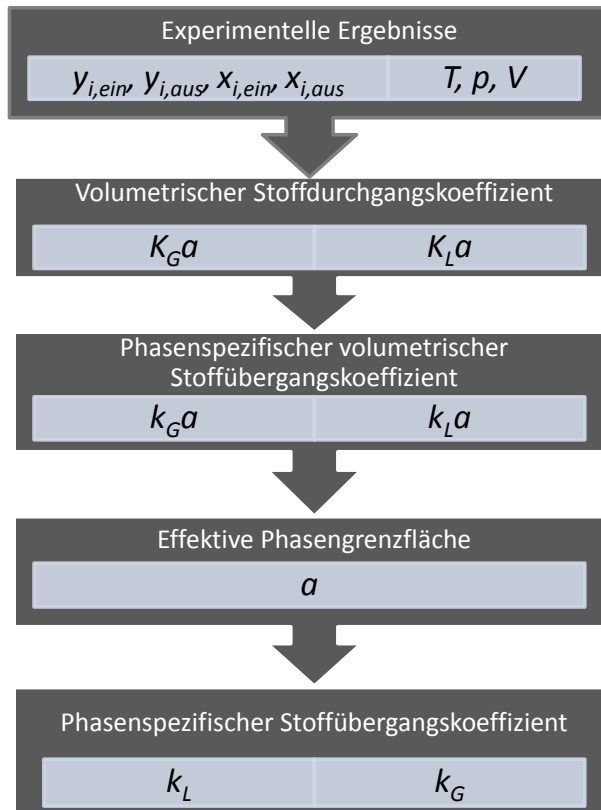
Die Gleichung (3) und (4) beinhalten den Henry-Koeffizienten  $He$ , der die physikalische Löslichkeit von gasförmigen Komponenten in einer Flüssigkeit beschreibt. Weiterhin ist der Enhancementfaktor  $E$  eine wichtige Größe zur Beschreibung des Stoffdurchgangs in der reaktiven Absorption. Er beschreibt das Verhältnis zwischen dem Stofftransport mit und ohne chemische Reaktion:

- $E = 1$ : Stofftransport ist von der Reaktion unbeeinflusst; Reaktion in der Kernphase
- $E > 1$ : Reaktion beschleunigt Stofftransport, Reaktion teilweise im Film

Im folgenden Abschnitt ist das Vorgehen zur Bestimmung der Stofftransportparameter detailliert beschrieben, das wie in Abbildung 41 dargestellt in mehrere Schritte unterteilt ist.

Die Ergebnisse der Stofftransportmessungen fassen grundsätzlich den Molanteil der Zielkomponente  $i$  im Gasstrom  $y_{i,in}$  und  $y_{i,out}$  und im Flüssigkeitsstrom  $x_{i,in}$  und  $x_{i,out}$ , sowie

die Betriebsbedingungen zusammen. Darauf basierend können die volumetrischen Stoffdurchgangskoeffizienten  $K_G a$  und  $K_L a$  direkt bestimmt werden. Dieses Vorgehen ist in Kapitel 4.1.1 beschrieben, während Kapitel 4.1.2 die Annahmen zur Bestimmung der phasenspezifischen volumetrischen Stoffübergangskoeffizienten  $k_G a$  und  $k_L a$ , ebenso wie die Grenzfläche  $a$  beschreibt. Kapitel 4.2 beschreibt dann die Bestimmung der Stofftransportparameter nach der zuvor beschriebenen Methode.



**Abbildung 41: Überblick der in diesem Projekt durchgeführten Parameterbestimmung**

#### 4.1.1. Volumetrische Stoffdurchgangskoeffizienten

Zur Bestimmung des volumetrischen Stoffdurchgangskoeffizienten wird das HTU-NTU Modell angewandt, in dem die Kolonnenhöhe  $H$  durch das Produkt aus der Höhe einer Übertragungseinheit  $HTU$  (engl. Height of a transfer unit) mit der Anzahl an Übertragungseinheiten  $NTU$  (engl. Number of transfer units) ausgedrückt wird [15]. Die

nachfolgende Gleichung (5) zeigt den Zusammenhang auf Grundlage des gaseitigen Stoffübergangs. Die flüssigkeitsseitige Berechnung erfolgt analog.

$$H = HTU_{OG} \cdot NTU_{OG} \quad (5)$$

$NTU$  kann nach Gleichung (6) allgemein als das Triebkraftintegral angesehen werden, wobei die Differenz des chemischen Potentials als Triebkraft fungiert. Zur Berechnung werden dazu die Ein- und Ausgangskonzentrationen des Absorptivs eingesetzt.

$$NTU_{OG} = \int_{y_{i,1}}^{y_{i,2}} \frac{dy_i}{y_i - y_i^*} \quad (6)$$

Abhängig vom Absorptionsprozess kann das in Gleichung (6) gezeigte Triebkraftintegral ebenso für die Physisorption umformuliert werden. Dabei beschreibt  $y_i^*$  den Molenanteil der Zielkomponente  $i$  der Gasphase im Gleichgewicht.

$$NTU_{OG} = \frac{y_{i,1} - y_{i,2}}{(y_{i,1} - y_{i,1}^*) - (y_{i,2} - y_{i,2}^*)} \cdot \ln \left( \frac{(y_{i,1} - y_{i,1}^*)}{(y_{i,2} - y_{i,2}^*)} \right) \quad (7)$$

Für die Reaktivabsorption ist folgende Vereinfachung für Gleichung (6) anzunehmen. Die Konzentration der Zielkomponente  $i$  im Kern der Flüssigkeitsphase wird aufgrund der chemischen Reaktion im flüssigen Film vernachlässigt.

$$NTU_{OG} = \ln \left( \frac{y_{i,1}}{y_{i,2}} \right) \quad (8)$$

Der volumetrische Stoffdurchgangskoeffizient  $K_G a$  kann mit nachfolgender Gleichung berechnet werden, wobei  $HTU$  mit Hilfe der Gleichung (5) und Gleichung (7) oder (8) bestimmt wird:

$$K_G a = \frac{\dot{V}_G}{HTU_{OG} \cdot A_C} \quad (9)$$

### 4.1.2. Phasenspezifische Stoffübergangskoeffizienten

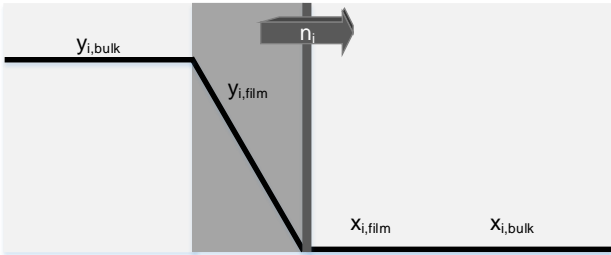
Zur Bestimmung der jeweiligen phasenspezifischen Stoffübergangskoeffizienten ist ein definierter Satz von Stoffsystemen notwendig, wobei der Stofftransportwiderstand der einzelnen Systeme jeweils auf einer Seite des Films liegen sollte. Somit ist eine Kombination aus drei verschiedenen Stoffsystemen notwendig, um die Stoffübergangskoeffizienten auf der Flüssigkeitsseite  $k_L$  und auf der Gasseite  $k_G$ , ebenso wie die effektive Phasengrenzfläche  $a$  bestimmen zu können. Tabelle 3 zeigt die Annahmen, die zur Auswahl der jeweiligen Systeme führen. Voraussetzung für die Wahl von System 1 und 2 ist ein einseitig gelagerter Stofftransportwiderstand im Film. Denn in diesem Fall entspricht der volumetrische Stoffübergangsparameter  $k_G a$  oder  $k_L a$  dem volumetrischen Stoffdurchgangsparameter  $K_G a$  oder  $K_L a$ .

An System 1 wird die Anforderung gestellt, dass die Konzentration der Zielkomponente an der Grenzfläche aufgrund einer instantanen Reaktion im Flüssigkeitsfilm zu vernachlässigen ist. Der gaseitige volumetrische Stoffübergangsparameter (siehe Gleichung (3) )entspricht somit dem gaseitigen volumetrischen Stoffdurchgangskoeffizienten, da kein Stofftransportwiderstand auf der Flüssigkeitsseite existiert (siehe Gleichung (10)).

$$k_G a = K_G a \tag{10}$$

Daraus folgt, dass  $k_L a$  annähernd unendlich ist. Das in dieser Arbeit zur Auswertung eingesetzte Stoffsystem ist die Absorption von  $\text{NH}_3$  in  $1\text{N H}_2\text{SO}_4$ . Alternative Systeme sind in Tabelle 4 aufgelistet.

**Tabelle 3: Übersicht der chemischen Systeme zur Bestimmung der Stofftransportparameter**

	Annahme	Parameter
System 1	Gaseitiger Stofftransportwiderstand	$k_G a$
Reaktivabsorption		

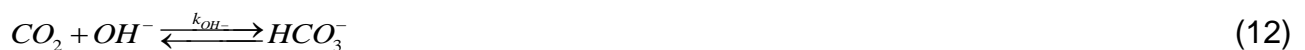
System 2	Flüssigkeitsseitiger Stofftransportwiderstand	$k_L a$
Desorption		
System 3	Schnelle Reaktion pseudo-erster Ordnung an der effektiven Phasengrenzfläche	$a$
Reaktivabsorption		

Die Voraussetzung für System 2 ist, ein Stoffsystem zu finden, dessen Stofftransportwiderstand nur auf der Flüssigkeitsseite liegt und somit der flüssigseitige volumetrische Stoffübergangparameter dem flüssigkeitsseitigen volumetrischen Stoffdurchgangparameter entspricht. Das wiederum bedeutet, dass  $k_G a$  nahezu unendlich ist.

$$k_L a = K_L a \quad (11)$$

Hierfür eignen sich Desorptionsexperimente unter Verwendung von Gasen, die eine niedrige Löslichkeit in der Flüssigkeitsphase besitzen, wie beispielsweise die Desorption von  $\text{CO}_2$  aus Wasser.

Zur Bestimmung der Phasengrenzfläche wird System 3 eingesetzt, wobei sich hierfür bereits in der Vergangenheit die  $\text{CO}_2$  Absorption in eine wässrige  $\text{NaOH}$  Lösung bewährt hat [17,18]. Dieses System weist eine schnelle Reaktion pseudo-erster Ordnung auf, unter der Annahme eines Überschusses an Hydroxidionen (vgl. Gleichung (12)), was die Annahme einer konstanten Ionenkonzentration in der Flüssigkeitsphase zulässt [16]. Der geschwindigkeitsbestimmende Schritt ist die Hinreaktion in Gleichung (12), die durch die Reaktionsgeschwindigkeitskonstante  $k_{OH^-}$  bestimmt wird [17].



Dieses System erlaubt die Annahme, dass aufgrund der schnellen Reaktion die Konzentration der Zielkomponente in der Flüssigkeitsphase vernachlässigbar ist und der Enhancementfaktor  $E$  dieser Reaktion bei  $Ha > 3$  der Hatta-Zahl  $Ha$  entspricht [15]. Die Hatta-Zahl  $Ha$  wiederum kann mit Hilfe der Reaktionsgeschwindigkeitskonstante  $k_{OH^-}$ , dem Diffusionskoeffizienten von  $CO_2$  in der Flüssigkeitsphase  $D_{L,CO_2}$ , sowie der Konzentration der Hydroxidionen  $c_{OH^-}$  und dem flüssigkeitsseitigem Stoffübergangskoeffizienten  $k_L$  ausgedrückt werden:

$$E = Ha = \frac{\sqrt{k_{OH^-} \cdot D_{L,CO_2} \cdot c_{OH^-}}}{k_L} \quad (13)$$

**Tabelle 4: Übersicht der möglichen Stoffsysteme zur Bestimmung der Stofftransportparameter**

	<b>Chemisches System</b>	<b>Parameter</b>
System 1	NH <sub>3</sub> -Luft/H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> Alternative: SO <sub>2</sub> -Luft/NaOH	$k_G a$
System 2	Luft/CO <sub>2</sub> -Wasser Alternative: Luft/Toluol-Wasser; Luft/O <sub>2</sub> -Wasser	$k_L a$
System 3	CO <sub>2</sub> -Luft /NaOH	$a$

Wird Gleichung (13) in Gleichung (3) eingesetzt, ergibt sich eine Beschreibung des flüssigseitigen Stoffübergangskoeffizienten, die unabhängig vom Stoffstrom ist und damit eine direkte Bestimmung der effektiven Phasengrenzfläche  $a$  ermöglicht. Wird der gasseitige Stoffübergangskoeffizient  $k_G$  aus Gleichung (3) vernachlässigt, kann somit der theoretische, gasseitige Stoffdurchgangskoeffizient mit Hilfe nachfolgender Gleichung berechnet werden:

$$K_{G,theor.} = \frac{\sqrt{k_{OH^-} \cdot D_{L,CO_2} \cdot c_{OH^-}}}{He_{CO_2}} \quad (14)$$

Die Geschwindigkeitskonstante  $k_{OH^-}$  für die Reaktionskinetik von  $CO_2$  mit 1N NaOH kann auf Basis diverser in der Literatur veröffentlichter empirischer Gleichungen bestimmt werden [18–21]. Der Diffusionskoeffizient  $D_{L,CO_2}$  wird durch nachfolgende empirische



Korrelationen berechnet oder durch komplexere Methoden wie beispielsweise durch die Gleichung von Wilke und Chang [19,22]. Diese komplexeren Methoden ziehen die Stoffeigenschaften mit in die Berechnung ein. Auf Grundlage des theoretisch identifizierten Stoffübergangsparameters  $K_{G,theor.}$  und des experimentell abgeleiteten volumetrischen Stoffdurchgangsparameters  $K_{Ga}$ , kann die Phasengrenzfläche nach Gleichung (15) berechnet werden.

$$a = \frac{K_G \cdot a}{K_{G,theor.}} \quad (15)$$

Aus Basis der ermittelten effektiven Phasengrenzfläche  $a$  und der volumetrischen Stoffübergangskoeffizienten des Systems, können nun die phasenspezifischen Parameter mit Hilfe von Gleichung (16) bestimmt werden. Es gilt die Annahme, dass die volumetrischen Stoffübergangskoeffizienten  $k_G a$  und  $k_L a$  als das Produkt aus der effektiven Phasengrenzfläche  $a$  und den Stoffübergangskoeffizienten  $k_G$  und  $k_L$  ausgedrückt werden können.

$$k_G = \frac{k_G \cdot a}{a} \quad \text{und} \quad k_L = \frac{k_L \cdot a}{a} \quad (16)$$

Diese Beziehung unterstreicht die Relevanz der entwickelten standardisierten Methode zur Bestimmung der Stoffübergangsparameter, da bisher die Verwendung von Stoffübergangsparameter  $k_G$  oder  $k_L$  und effektiver Phasengrenzfläche  $a$  aus unterschiedlichen Veröffentlichungen bzw. unterschiedlichen Experimenten schwierig war. Grund dafür ist die unterschiedliche Durchführung der Experimente sowie die entsprechende Parameterbestimmung. Eine Kombination von Parametern, die von verschiedenen Autoren stammen, führt wohlmöglich zu erhöhten Ungenauigkeiten in den Berechnungen und der Dimensionierung der Absorptionskolonnen.

Darüber hinaus ist die effektive Phasengrenzfläche  $a$  der wichtigste Parameter in der Modellierung chemischer Absorptionsprozesse. Denn die Bestimmung der phasenspezifischen Stoffübergangskoeffizienten hängt in höchstem Maße von der effektiven Phasengrenzfläche  $a$  ab, wie Gleichung (16) zeigt.

Die Übertragung der gewonnenen Daten von einem Stoffsystem auf ein anderes, kann mit Hilfe der Proportionalität von Sherwood Zahl  $Sh_G$  und der Schmidt Zahl  $Sc_G$ , basierend auf der Filmtheorie durchgeführt werden, hier beispielhaft für die Gasphase gezeigt [20]:

$$Sh_G \sim (Sc_G)^{1/3} \quad (17)$$

Die Sherwood-Zahl  $Sh_G$  beschreibt dabei das Verhältnis zwischen dem konvektiven und dem diffusiven Stoffübergang, während die Schmidt-Zahl  $Sc_G$  das Verhältnis zwischen der viskosen und der molekularen Diffusionsrate darstellt.

$$\frac{k_G L}{D_G} = \left( \frac{\eta_G}{\rho_G \cdot D_G} \right)^{1/3} \quad (18)$$

Für das untersuchte wässrige System ist die dynamische Viskosität  $\eta_G$ , die Dichte des Gases  $\rho_G$  und die charakteristische Länge  $L$  nahezu als konstant anzunehmen. Dies wiederum führt zu einem als konstant anzunehmenden Verhältnis zwischen dem Stoffübergangskoeffizienten  $k_G$  und des Diffusionskoeffizienten  $D_G$  in der Gasphase:

$$\frac{k_G}{(D_G)^{2/3}} = const. \quad (19)$$

#### 4.1.3. Sensitivitätsanalyse

Eine Sensitivitätsanalyse der beschriebenen Methode zeigt, welche gemessenen Werte während der Experimente den größten erkennbaren Einfluss auf die Bestimmung der Stoffübergangparameter haben. Dazu wurden die gemessenen experimentellen Parameter in dem Bereich ihrer Genauigkeit auf Basis Messmethode variiert. Um ein detailliertes Verständnis über den Einfluss der Eingangsparameter auf die Bestimmung der Stoffübergangparameter zu geben, wurde eine lokale Sensitivitätsanalyse nach der Methode von Morris' „Elementary Effects“ durchgeführt [23]. Die Darstellung von Morris entspricht einer sogenannten „One-at-a-time“ Methode, die besagt, dass nur ein Parameter zu einer bestimmten Zeit geändert wird. Nach dieser Methode wird die Sensitivmessung  $\mu_i^*$  bestimmt, die mit Hilfe dieses Ausdrucks die Wichtigkeit der Eingangsparameter darstellt [29].

$$\mu_i^* = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n |EE_i^j| \quad (20)$$

### Abbildung 42: Sensitivitätsmaß $\mu^*$ in Abhängigkeit der unterschiedlichen Eingangsparameter

Abbildung 42 und Abbildung 43 zeigen die Auswertung des Morris Screenings beispielhaft für das System CO<sub>2</sub> Absorption in 1 N NaOH für die Bestimmung der HTU und NTU Werte sowie des gaseitigen Stoffdurchgangskoeffizienten.

Die Varianz  $\sigma^2$  ein Maß für eine starke Abhängigkeit der Eingangsvariablen voneinander oder eines nicht-linearen Effektes von Eingangsparametern auf die Ausgangsparameter darstellt [21].

$$\sigma^2 = \sum_{i=1}^n \frac{(EE_i - \mu)^2}{n} \tag{21}$$

Es ist zu erkennen, dass die Konzentration den größten Einfluss als Messwert auf Bestimmung des NTU-Wertes ausmacht. Zudem ist für die Auswertung der volumetrischen Stofftransportparameter eine exakte Berechnung des Gas- und Flüssigkeitsvolumenstroms unerlässlich. Die ist im Folgenden beispielhaft gezeigt anhand von

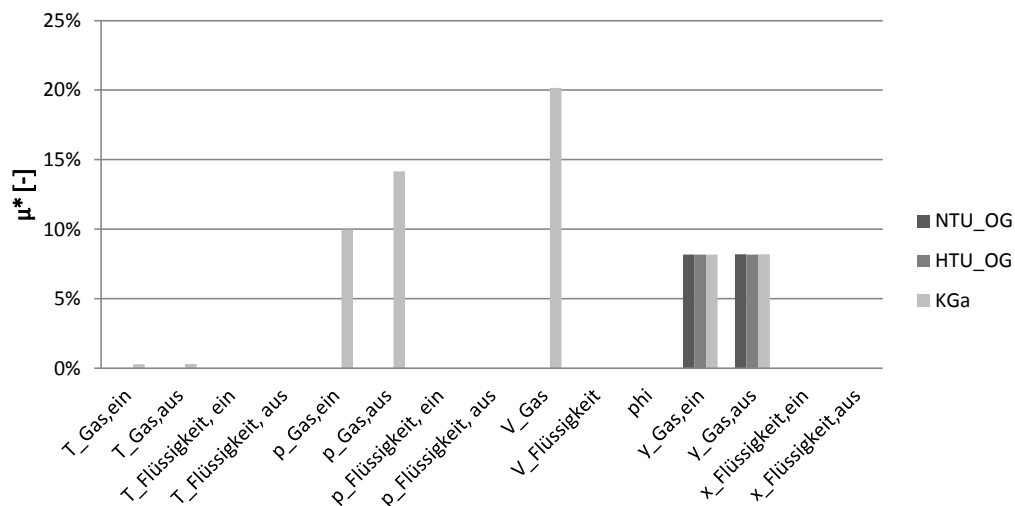
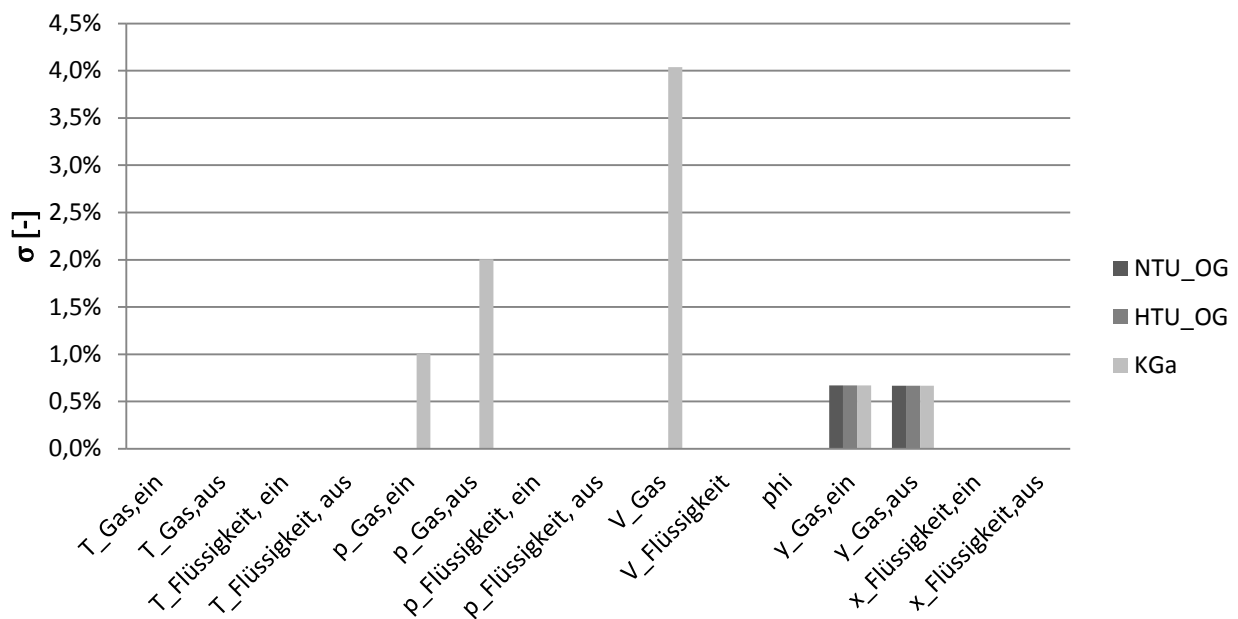


Abbildung 42: Sensitivitätsmaß  $\mu^*$  in Abhängigkeit der unterschiedlichen Eingangsparameter



**Abbildung 43: Varianz  $\sigma^2$  in Abhängigkeit der unterschiedlichen Eingangsparameter**

Weiterhin wurde eine globale Sensitivitätsanalyse, die auf der Methode von Sobol et al. [24] basiert, angewendet. Es zeigte sich, dass die Wechselwirkungen zwischen den Eingangsparametern zur Bestimmung der phasenspezifischen Parameter kleiner als 4% sind und somit vernachlässigt werden können.

#### 4.1.4. Physikalische und chemische Eigenschaften

Neben den Experimenten zur Bestimmung der Stofftransportparameter, ist es ebenso wichtig die physikalischen und chemischen Eigenschaften des Stoffsystems genau zu kennen. Dabei wird beispielsweise bei der Berechnung der Triebkraft der Einfluss von Nicht-Idealitäten in der Flüssigphase unter Berücksichtigung der Elektrolytchemie durchgeführt [25, 26]. Die nachfolgend aufgelisteten Methoden in Tabelle 5 werden in der standardisierten Stoffübergangparameterbestimmung eingesetzt.

**Tabelle 5: Methoden zur Bestimmung der Daten für das chemische System**

Eigenschaften	Phase	Methode	Literatur
Dichte	Gas	Ideales Gasgesetz	
	Flüssig	DIPPR 100	[25]
Diffusionskoeffizient	Gas	Fuller	[21]
	Flüssig	Wilke und Chang	[18][21][19]
		Frank et al. (nur NH <sub>3</sub> )	[26]
Viskosität	Flüssig	DIPPR 105	
Phasengleichgewicht		Edwards	[27][28]
Henry-Konstante $H_e$		Edwards	[27][28]
Dissoziationskonstante $K_{Diss}$		Edwards	[15][16]
Reaktionsgeschwindigkeitskonstante $k_{OH^-}$		Pohorecki	[18]

#### 4.2. Experimentelle Bestimmung der Stofftransportparameter

Die im folgenden Kapitel dargestellten Experimente wurden allesamt aufbauend auf der in Kapitel 3 entwickelten experimentellen Methode durchgeführt. Die folgenden Ergebnisse sind jeweils auf Basis der Betriebsbedingungen aufgetragen, d.h. explizit Gas- und Flüssigkeitsbelastung. Diese Werte sind in Abhängigkeit von der Querschnittsfläche der Kolonne aufgetragen, um einen Vergleich der abgeleiteten experimentellen Werte mit Messungen aus Kolonnen mit einem anderen Durchmesser zu ermöglichen. Die spezifische Gasbelastung wird dargestellt durch den F-Faktor  $F_v$ , der mit Hilfe der Kolonnenquerschnittsfläche  $A_C$  und des Gasvolumenstroms  $V_G$  wie folgt berechnet wird:

$$F_v = \frac{\dot{V}_G}{A_C} \cdot \sqrt{\rho_G} \quad (22)$$

Außerdem ist die spezifische Flüssigkeitsbelastung definiert über das Verhältnis aus dem Flüssigkeitsvolumenstrom  $\dot{V}_L$  zum Kolonnenquerschnitt  $A_C$ .

$$u_L^A = \frac{\dot{V}_L}{A_C} \quad (23)$$

#### 4.2.1. Experimenteller Aufbau

Die Stofftransportexperimente wurden an einer im Gegenstrom betriebenen Packungskolonnen mit einem Innendurchmesser von 0,6 m der Firma ENVIMAC Engineering GmbH durchgeführt. Der gesamte experimentelle Aufbau ist in dem Prozessfließbild in Abbildung 44 dargestellt.

**Tabelle 6: Anlagen- und Betriebsparameter der Versuchsanlage von ENVIMAC**

<b>max. Betthöhe</b>	H	4	m
<b>Kolonneninnendurchmesser</b>	$d_i$	0,600	m
<b>max. Gasbelastungsfaktor</b>	$F_{v, \max}$	6	$\text{Pa}^{0,5}$
<b>Flüssigkeitsbelastung</b>	$u_{L, \max}$	170	$\text{m}^3/(\text{m}^2 \text{ h})$
<b>Temperaturen</b>	Umgebungstemperatur		
<b>Druck</b>	Umgebungsdruck		

Die Flüssigkeit wird in dem Tank B1 gelagert und wird von dort aus zum Kopf der Kolonne gefördert. Dort wird sie mit Hilfe eines Flüssigkeitsverteilers, in der Bauart eines Rohrverteilers, über den gesamten Kolonnenquerschnitt verteilt. Der Flüssigkeitsverteiler wurde, abhängig von der eingesetzten Packung ausgewählt:

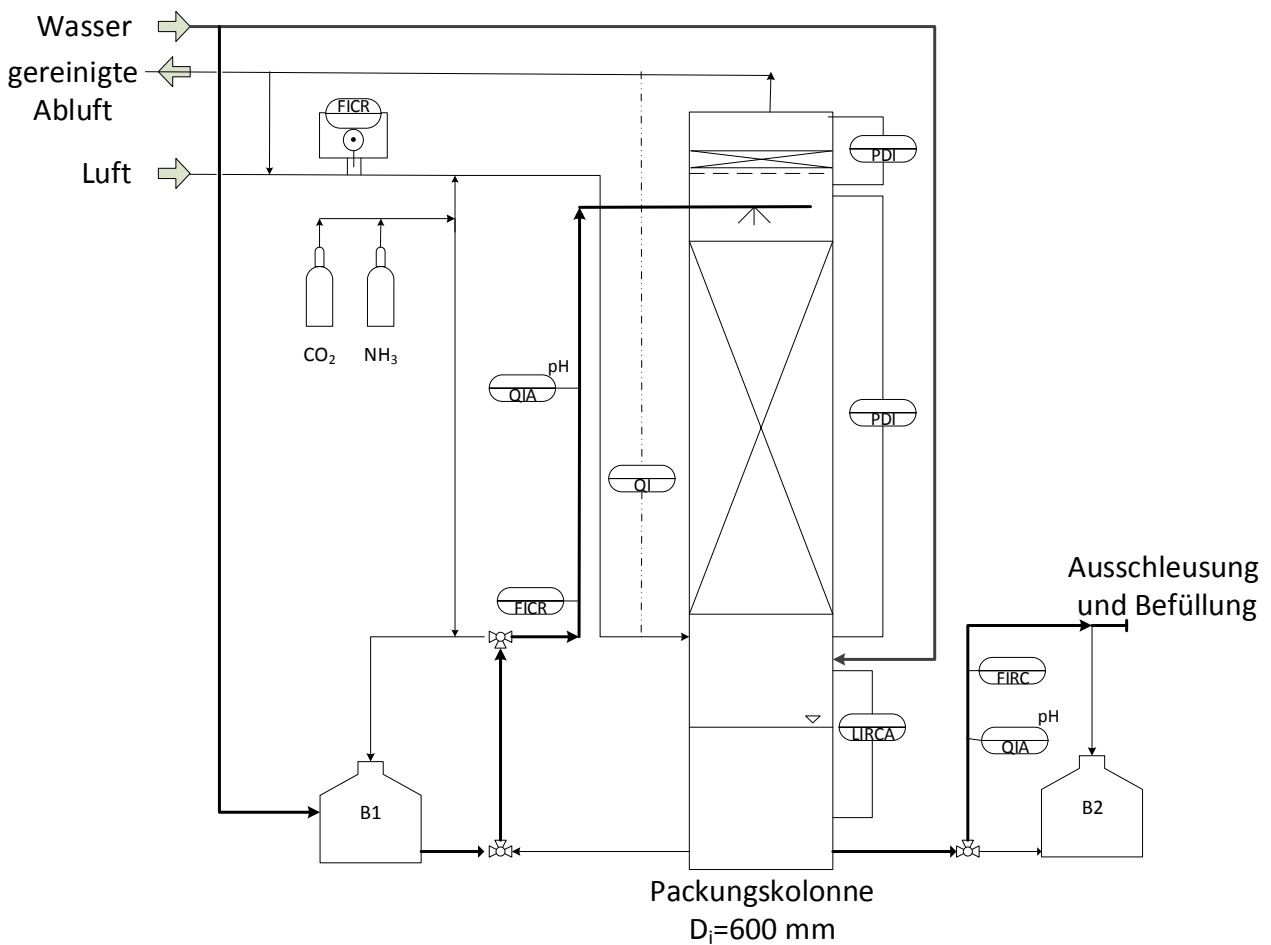
- Mellapak 250.Y: Verteiler mit 430 Tropfstellen pro  $1 \text{ m}^2$
- PallRing 50M: Verteiler mit 230 Tropfstellen pro  $1 \text{ m}^2$

Das eingesetzte Gas ist Druckluft und wird je nach untersuchtem chemischen System mit einer zusätzlichen Zielgaskomponente versetzt. Das Gas wird am Sumpf der Kolonne eingegeben und am Kopf der Kolonne nach einem Tropfenabscheider wieder abgeführt. Die Konzentration der Zielkomponente  $i$  in der Gas- und Flüssigphase wird jeweils ober- und unterhalb der Packung gemessen. Ein Gasanalysator des Typs Brühl & Kjaer 1302 wird zur Gasphasenanalyse und eine Standardtitrationmethode zur Bestimmung der Konzentration in der Flüssigphase eingesetzt [29]. Der detaillierte apparative Aufbau der Absorptionskolonne ist Tabelle 7 zu entnehmen.

**Tabelle 7: Detaillierter apparativer Aufbau der Testanlage**

	<b>Typ</b>	<b>Spezifikation</b>
<b>Packung</b>	Mellapak 250.Y by Sulzer Chemtech	$a_0 = 250 \text{ m}^2\text{m}^{-3}$
	Ltd.	$a_0 = 105 \text{ m}^2\text{m}^{-3}$
	Pall Ring 50M by VFF	

<b>Packungshöhe</b>		H=1-3 m
<b>Gasverteiler</b>	Offenes Rohr mit 90° Winkel nach unten Abstand zur Packung ca. 0.35 m	$d_{\text{Pipe}}=0.25 \text{ m}$
<b>Flüssigkeitsverteiler</b>	Rohrverteiler Abstand zur Packung < 100 mm	230/430 Tropfstellen /m <sup>2</sup>
<b>Probeentnahme</b>	Gasanalysator: Brühl+Kjaer 1302 Flüssigphasenanalyse: Titration	Ober- und unterhalb der Packung

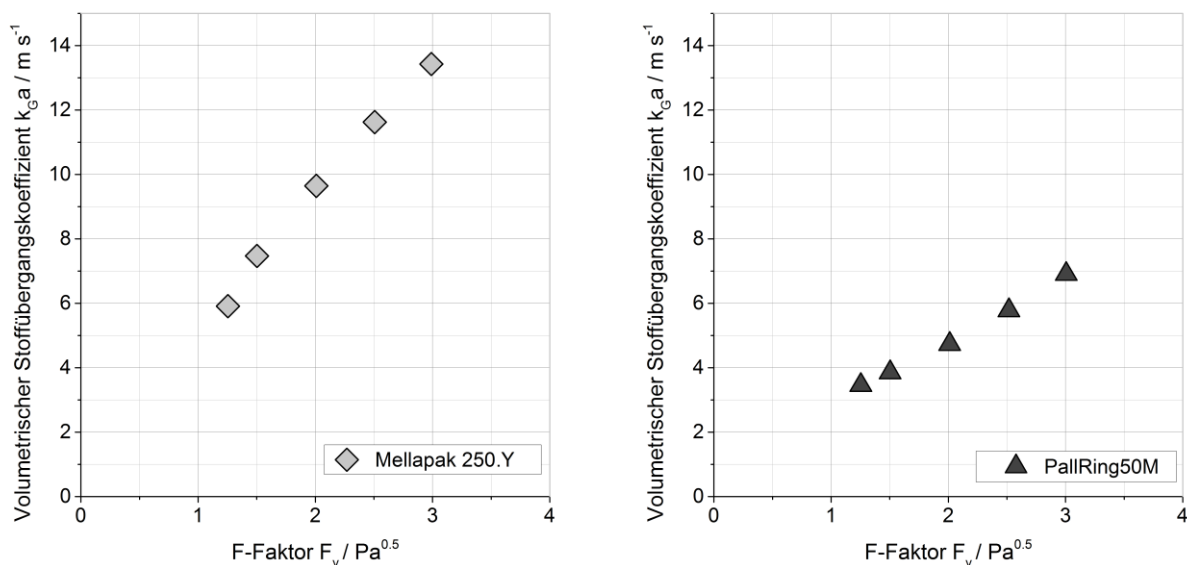


**Abbildung 44: Fließbild der Absorptions-Testanlage**

#### 4.2.2. Ergebnisse für System 1: Messung $k_{Ga}$

Ein Vergleich der bestimmten Werte für den gaseitigen volumetrischen Stofftransportkoeffizienten  $k_{Ga}$  für die Mellapak 250.Y und den Pall Ring 50 M sind Abbildung 45 zu entnehmen. Dazu wurden Experimente zur chemischen Absorption von

NH<sub>3</sub> aus Luft in 1M wässriger H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Lösung durchgeführt. Die Flüssigkeitsbelastung wurde konstant auf  $u_L = 7.5 \text{ m}^3 \text{ m}^{-2} \text{ h}^{-1}$  eingestellt, während die Gasbelastung  $F_V$  zwischen 1 und 3 Pa<sup>0.5</sup> variiert wurde. Die Gas- und Flüssigkeitsvolumenströme wurden anhand von vorhergehenden Hydrodynamikmessungen ausgewählt, um einen Betrieb der Kolonne bei der Analyse des Stofftransports in einem Bereich unterhalb Staupunkts realisieren zu können.



**Abbildung 45: NH<sub>3</sub>-Luft/1M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Wasser: volumetrischer gaseitiger Stoffübergangskoeffizient  $k_{Ga}$  bei  $u_L = 7.5 \text{ m}^3 \text{ m}^{-2} \text{ h}^{-1}$ ,  $p = 1 \text{ bar}$ ,  $T=286 \text{ K}$**

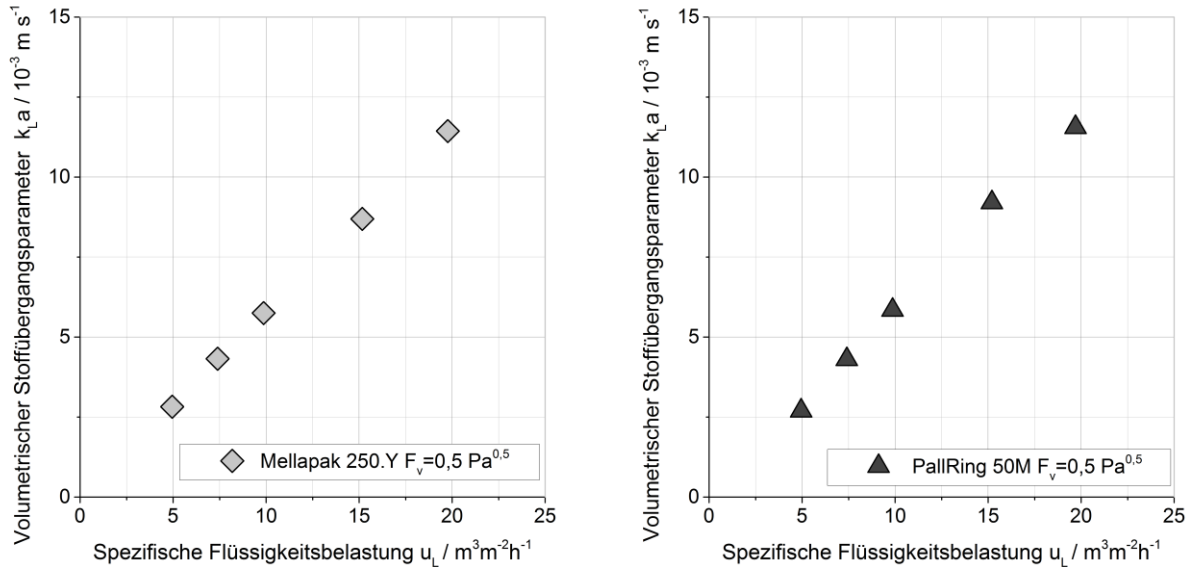
Der Stoffübergangskoeffizient zeigt eine lineare Anhängigkeit für beide Packungen vom F-Faktor. Dies war zu erwarten, da  $k_{Ga}$  direkt aus Gleichung (9) abgeleitet wird. Der Unterschied zwischen der Mellapak250.Y und dem Pall Ring 50 M liegt bei annäherungsweise 50% für das untersuchte chemische System, was aufgrund der Unterschiede der spezifischen Oberfläche zu erwarten war.

#### 4.2.3. Ergebnisse für System 2: Messung $k_L a$

Abbildung 46 zeigt die Ergebnisse des volumetrischen Stoffübergangskoeffizienten, der durch CO<sub>2</sub> Desorptionsexperimente aus Wasser bestimmt worden ist. Dabei wurde die Gasbelastung konstant auf  $F_V = 0.5 \text{ Pa}^{0.5}$  gehalten, während die Flüssigkeitsbelastung zwischen 5 und 30  $\text{m}^3 \text{ m}^{-2} \text{ h}^{-1}$  variiert wurde.



Der volumetrische Stoffübergangparameter  $k_L a$ , der nach Gleichung (9) bestimmt wird, weist eine lineare Abhängigkeit der Flüssigkeitsbelastung auf. Die Verläufe für die Mellapak 250.Y und den Pall Ring 50 M zeigen vergleichbare Werte für unterschiedliche Flüssigkeitsbelastungen.



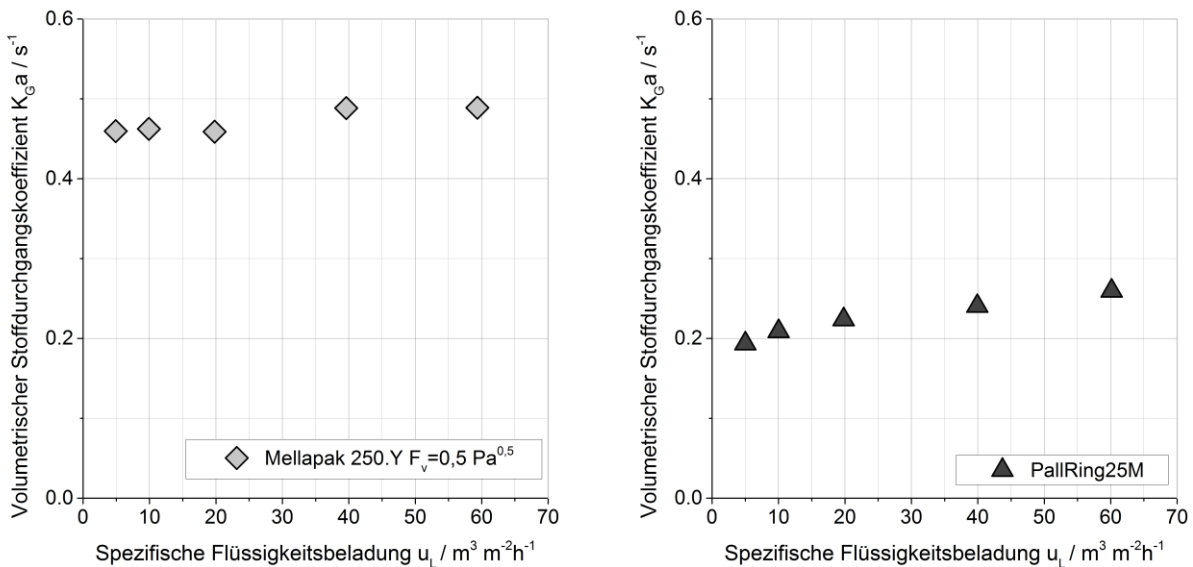
**Abbildung 46: Luft / CO<sub>2</sub>-Wasser: volumetrischer flüssigkeitsseitiger Stofftransport-Parameter  $k_L a$  bei  $F_v = 0.5 \text{ Pa}^{0.5}$ ,  $p = 1 \text{ bar}$ ,  $T=290\text{-}300 \text{ K}$**

#### 4.2.4. Ergebnisse für System 3

Der gaseitige, volumetrische Stoffdurchgangskoeffizient für die Absorption von CO<sub>2</sub> in 1N NaOH ist in Abbildung 47 dargestellt. Dabei wurde ein konstanter F-Faktor von  $0.5 \text{ Pa}^{0.5}$  und einer variablen Flüssigkeitsbelastung von  $5 \text{ bis } 60 \text{ m}^3 \text{m}^{-2} \text{h}^{-1}$  gewählt. Für genau diese Gas- und Flüssigkeitsbelastungen ist anzunehmen, dass der Staupunkt für beide Packungen nicht erreicht wird, was wie in Kapitel 2 eine Voraussetzung für erfolgreiche Stofftransportmessungen ist.

Die Absorptionseffizienz von einem CO<sub>2</sub>-1N NaOH System bei der Mellapak 250.Y zeigt unterhalb des Staupunkts keine Abhängigkeit von der Gasbelastung. Für den Füllkörper Pall Ring 50 M ist steigen die Werten von  $K_G a$  in Abbildung 47 mit steigender Flüssigkeitsbelastung. Dies ist höchstwahrscheinlich durch die Ungleichverteilung der Flüssigkeit am Kopf der Kolonne aufgrund der Größe der Füllkörperelemente und des großen Hohlraumvolumens zu erklären, so dass in diesem Belastungsbereich eine

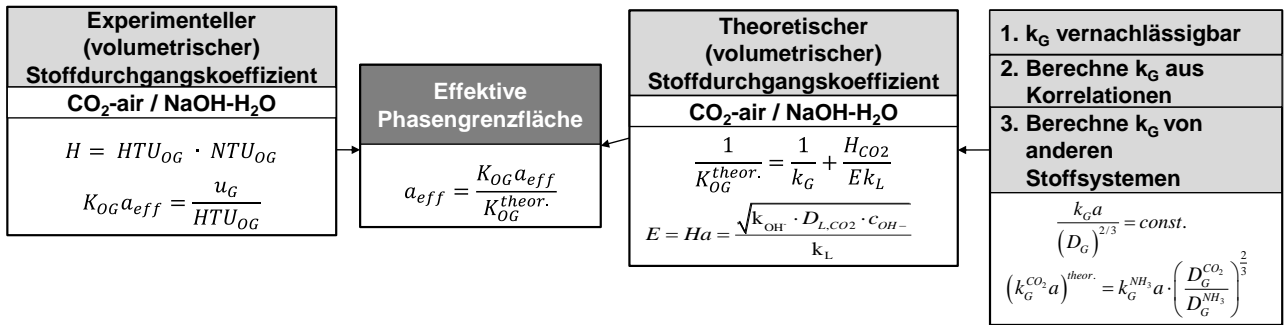
verhältnismäßig lange Einlaufstrecke zu überwinden ist, die den Stofftransport einschränkt.



**Abbildung 47: CO<sub>2</sub>-Luft/1 N NaOH: gesamt volumetrischer gaseitiger Stofftransport-Parameter  $K_{Ga}$  bei  $F_v = 0.5 \text{ Pa}^{0.5}$ ,  $p = 1 \text{ bar}$ ,  $T = 290\text{-}297 \text{ K}$**

Die Bestimmung der effektiven Phasengrenzfläche folgt der in Abbildung 48 dargestellten Methode, deren Grundlagen bereits in Kapitel 4.1.2 erläutert wurden. Für die Einzelbestimmung der effektiven Phasengrenzfläche  $a$  wird ein theoretischer Wert für den Stoffdurchgangskoeffizient  $K_{OG,theor.}$  ausgewählt. Zu diesem Zweck wird ein Stofftransportwiderstand festgelegt, wobei angenommen wird, dass die Hatta-Zahl  $Ha > 3$  ist. Weiterhin werden der Diffusionskoeffizient  $D_{L,CO_2}$ , die Henry-Konstante  $He_{CO_2}$ , sowie die Geschwindigkeitskonstante  $k_{OH}$  durch Korrelationen berechnet. Das heißt, dass  $k_G$  die einzig unbekannt Variable in Gleichung (3) ist. Es kann also angenommen werden, dass der gaseitige Stoffübergang  $k_G$  zu vernachlässigen ist. Dies resultiert in der Bestimmung von  $a_{eff}$  auf Basis von rein experimentellen Werten in der Absorptionskolonne für ein einzelnes Stoffsystem. Alternativ kann  $k_G$  mit Hilfe von veröffentlichten Korrelationen ermittelt werden oder durch den bestimmten volumetrischen Stoffübergangskoeffizienten aus System 1 unter der Annahme, dass der Diffusionskoeffizient in der Gasphase  $D_G$  und der volumetrische Stoffübergangskoeffizient  $k_{Ga}$  proportional sind. Die beiden letzteren

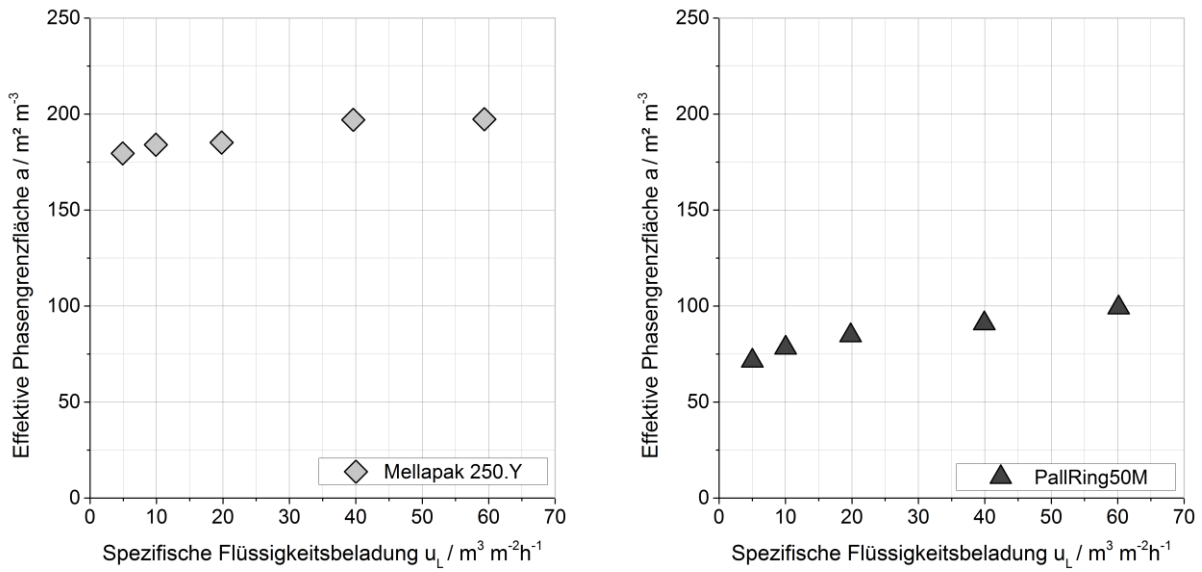
Varianten beziehen jeweils direkt oder indirekt experimentelle Daten anderer Stoffsysteme mit ein.



**Abbildung 48: Schematische Darstellung der Bestimmung der Phasengrenzfläche**

Abbildung 49 zeigt die ermittelte Phasengrenzfläche, basierend auf den Ergebnissen aus der chemischen Absorption von CO<sub>2</sub> in eine 1N NaOH Lösung, unter Vernachlässigung des gaseitigen Stofftransportwiderstandes aus Gleichung (14). Dazu wurden der Diffusionskoeffizient  $D_{L,CO_2}$ , die Henry-Konstante  $He_{CO_2}$ , sowie die Reaktionsrate  $k_{OH^-}$  mittels der Korrelationen von Pohorecki et al. berechnet [18].

Die effektive Phasengrenzfläche für die strukturierte Packung Mellapak 250.Y variiert zwischen 175 und 200 m<sup>2</sup>m<sup>-3</sup>. Für die PallRing 50M liegt diese zwischen 75 und 100 m<sup>2</sup>m<sup>-3</sup>. Es kann beobachtet werden, dass für kleine Flüssigkeitsbelastungen die Phasengrenzfläche signifikant kleiner ist, wie es ebenfalls bei den volumetrischen Stoffdurchgangskoeffizienten in Abbildung 47 ersichtlich ist. Daraus geht hervor, dass zur Bestimmung der Phasengrenzfläche eine ganzeinheitliche Verteilung des Gas- und Flüssigkeitsstromes über die Kolonne unerlässlich ist.



**Abbildung 49: CO<sub>2</sub>-Luft/1 N NaOH: Bestimmung der effektiven Phasengrenzfläche *a* durch Vernachlässigung des gaseitigen Stofftransportwiderstandes bei  $F_V = 0.5 \text{ Pa}^{0.5}$   $p = 1 \text{ bar}$ ,  $T = 290\text{-}297\text{K}$**

Tabelle 8 zeigt die effektive Phasengrenzfläche für die strukturierte Packung und den Füllkörper in Abhängigkeit von der spezifischen Oberfläche der Packungselemente. In der Literatur gibt es Veröffentlichungen über die Teilfläche  $a/a_0$  von verschiedenen Packungs- bzw. Füllkörpertypen, in denen die effektive Phasengrenzfläche  $a$  ungefähr 70-90% der spezifischen Oberfläche  $a_0$  beträgt [30]. Eine vergleichbare Größenordnung wurde auch für die in dieser Arbeit untersuchten Packungen gezeigt.

**Tabelle 8: Experimentelle Bestimmung der Teilfläche  $a/a_0$  für Mellapak 250.Y und PallRing 50 M**

Mellapak 250.Y			PallRing 50M		
$u_L / \text{m}^3 \text{m}^{-2} \text{h}^{-1}$	$a / \text{m}^2 \text{m}^{-3}$	$a/a_0 \cdot 100$ %	$u_L / \text{m}^3 \text{m}^{-2} \text{h}^{-1}$	$a / \text{m}^2 \text{m}^{-3}$	$a/a_0 \cdot 100$ %
4.9	179.5	72 %	5.0	71.5	68 %
9.9	184.0	74 %	10.0	78.3	73 %
19.8	185.2	74 %	19.8	84.6	75 %
39.6	197.0	79 %	39.9	90.9	81 %
59.3	197.3	79 %	60.1	99.2	87 %

Gleichung (14) zeigt deutlich, dass die Bestimmung der Phasengrenzfläche stark von den verwendeten Korrelationen für den Diffusionskoeffizienten  $D_{L,CO_2}$ , der Henry-Konstante  $He_{CO_2}$  und der Reaktionsrate  $k_{OH}$  abhängt. Beispielhaft soll im Folgenden der Einfluss des Diffusionskoeffizienten diskutiert werden.

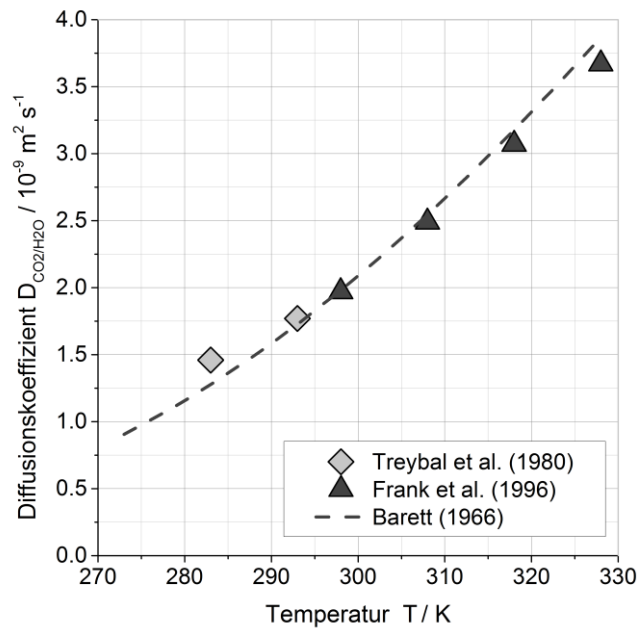
Dazu werden zwei Methoden zur Bestimmung des Diffusionskoeffizienten verglichen, die in ihrem Detailgrad variieren. Die Bestimmung des Diffusionskoeffizienten wurde mit Hilfe einer in der Literatur oft genutzten Methode durchgeführt. Barrett beschreibt diese Methode für ein chemisches System von  $CO_2$  in Wasser, das auch von Pohorecki et al. genutzt wird [21,30]. Dabei gilt die Annahme, dass der Diffusionskoeffizient von  $CO_2$  für eine wässrige Elektrolytlösung gleich dem Diffusionskoeffizient von Wasser ist.

$$\log(D_L^{CO_2}) = -8.1764 + \frac{712.5}{T} - \frac{2.591 \cdot 10^5}{T^2} \quad (24)$$

Für die Anwendung der Methode von Wilke und Chang wird angenommen, dass die Viskosität des Systems vergleichbar mit Wasser ist [24]. Diese Methode ist im Allgemeinen anwendbar für verschiedene Arten von Lösungsmittel und berücksichtigt ebenso die Eigenschaften wie die Molmasse  $M_L$  oder die Viskosität  $\eta_L$  des Lösungsmittels [27].

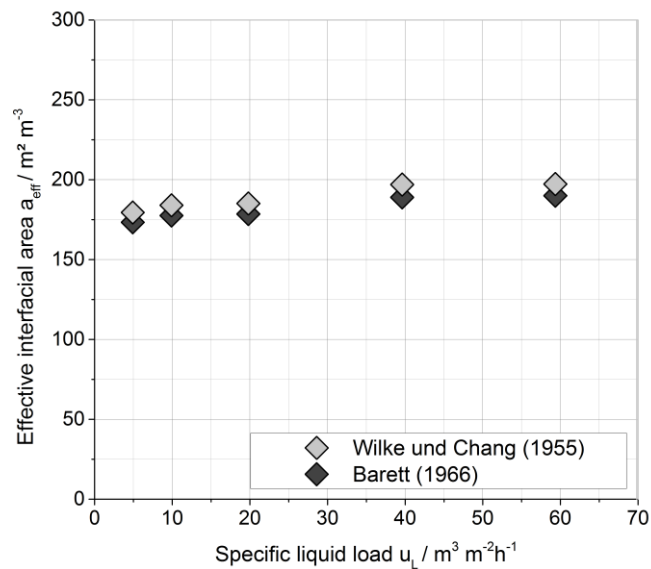
$$D_L^{CO_2} = \frac{7.4 \cdot 10^{-8} \cdot \sqrt{\phi \cdot M_L} \cdot T}{\eta_L \cdot V_{CO_2}^{0.6}} \quad (25)$$

Der Assoziationsfaktor  $\phi$  für wässrige Systeme beträgt 2.6 [18]. Abbildung 50 zeigt den Vergleich zwischen den berechneten Diffusionskoeffizienten nach der Methode von Barrett und von Wilke und Chang [24,30] und den experimentellen Werten von  $CO_2$  in Wasser [28,30].



**Abbildung 50: Vergleich der experimentell bestimmten Diffusionskoeffizienten von  $\text{CO}_2$ -Luft/1 N NaOH und Korrelationen**

Abbildung 51 zeigt die zugehörigen effektiven Phasengrenzflächen, die für die Mellapak 250.Y anhand des Stoffsystems  $\text{CO}_2$ -Luft/1 N NaOH vermessen wurden.



**Abbildung 51:  $\text{CO}_2$ -Luft/1 N NaOH: Bestimmung der effektiven Phasengrenzfläche a durch Vernachlässigung des gaseitigen Stofftransportwiderstandes bei  $F_V=0.5 \text{ Pa}^{0.5}$  für die Mellapak 250.Y,  $p = 1 \text{ bar}$ ,  $T = 291 \text{ K}$**

In diesem Fall ist keine deutliche Abhängigkeit der effektiven Phasengrenze von der Berechnungsmethode des Diffusionskoeffizienten zu beobachten, wie Abbildung 50 bereits vermuten lässt. Für andere Stoffsysteme kann dies aber nicht garantiert werden und so sollte ein detaillierter Vergleich der berechneten Diffusionskoeffizienten mit experimentellen Daten aus der Literatur erfolgen. Allgemein kann festgehalten werden, dass der Wert der effektiven Phasengrenzfläche einen deutlichen Einfluss auf die Werte der phasenspezifischen Stoffübergangparameter hat, woraus ersichtlich wird, dass die Simulation mit „rate-based“ Modelle auf Basis der gleichen Berechnungsmethode erfolgen sollte, wie die Bestimmung der Parameter.

Der derzeitige Stand der Technik ist die Anwendung der von Barrett Korrelation für den Diffusionskoeffizienten von  $\text{CO}_2$  in Wasser [30]. Eine Analyse der Phasengrenzfläche auf Grundlage dieser Korrelation wird empfohlen, um die Vergleichbarkeit zu anderen Messungen zu gewährleisten. Im Falle von verwendeten Systemen mit erhöhter Viskosität, kann alternativ die Methode von Wilke und Chang verwendet werden [24]. Im Allgemeinen ist ein noch detaillierteres Wissen der Diffusion von  $\text{CO}_2$  in eine wässrige NaOH Lösung notwendig.

## **5. Plan zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft**

### **5.1. Voraussichtliche Nutzung der Forschungsergebnisse**

Die Verwendung der Forschungsergebnisse dieses Projekts bieten einen umfassenden Einblick und eine Bündelung der Informationen über Hydrodynamik- und Stofftransportmessungen und die Charakterisierung von trennwirksamen Einbauten. Besonders kleinere und mittlere Unternehmen (kmU), wie Packungs- und Füllkörperherstellern die keine eigene Forschungs-/Versuchsabteilung unterhalten, können von den generierten Informationen des Projekts profitieren. Die Ergebnisse dienen zur einfacheren Vergleichbarkeit von Kolonneneinbauten und reduzieren im Idealfall in Zukunft den Aufwand die vom Hersteller angegebenen Stofftransportparameter beim Endabnehmer zu verifizieren.

Die entwickelte Methode bietet darüber hinaus eine gute Möglichkeit eine schrittweise Fehlersuche bei der Durchführung von Stofftransportmessungen durchzuführen. Speziell in Hinblick auf die experimentelle Methode wurden im Rahmen dieses Projektes viele Details aufgedeckt und detailliert diskutiert und analysiert, die deutliche Abweichungen in den Messungen hervorrufen können. So kann eine zuverlässigere Bestimmung von Stofftransportparametern erfolgen, die in der Reduzierung von Sicherheitsfaktoren resultiert.

Auf Basis der bestimmten Hydrodynamik und Stofftransportergebnisse können Anwender der standardisierten Methode ihre Ergebnisse vergleichen und bewerten und so eine aussagenkräftige Einschätzung der Ergebnisse erzielen. Dies gilt insbesondere für die Hydrodynamik Daten, die eine gute Übereinstimmung mit dem SulCol zeigten und somit einfach auf andere Kolonnendurchmesser übertragen werden können.

Die erzielten Ergebnisse finden Anwendung bei den Produzenten von Füllkörpern und strukturierten Packungen bei der Vermessung ihrer Produkte, bei den Anwendern dieser Produkte, die nun auf eine verlässlichere Datenbasis bei der Auslegung von Absorptionskolonnen zurückgreifen können, sowie Forschungseinrichtungen, die nun bei der Untersuchung des Stofftransports gezielte Effekte ausschließen können, indem sie sich an die Vorgaben der standardisierten Methode halten.



Besonders hervorzuheben ist die aktive Teilnahme von 2 Hochschulen, 6 KMUs und 8 Endabnehmern in den Projekttreffen. Dadurch wurden Standards geschaffen, die sowohl durch die KMUs als auch die Großindustrie akzeptiert wurden.

## 5.2. Transfermaßnahmen während der Laufzeit des Vorhabens:

	Ziel	Rahmen		Datum/ Zeitraum
Maßnahme A: Projektbegleitender Ausschuss PA	Die Forschungsergebnisse wurden fortlaufend im PA ausführlich diskutiert werden	A1	Projekt-Meeting mit den Forschungsstellen und dem projektbegleitenden Ausschuss an der Ruhr Universität Bochum	20.04. 2012
		A2	Projekt-Meeting mit den Forschungsstellen und dem projektbegleitenden Ausschuss bei der BASF, Ludwigshafen	06. 09. 2012
		A3	Projekt-Meeting mit den Forschungsstellen und dem projektbegleitenden Ausschuss bei BTS, Leverkusen	04.04. 2013
		A3	Projekt-Meeting mit den Forschungsstellen und dem projektbegleitenden Ausschuss am Flughafen in Düsseldorf	19.09. 2013
		A4	Projekt-Meeting mit den Forschungsstellen und dem projektbegleitenden Ausschuss an der TU Dortmund	10.04. 2014

Maßnahme B: Website	Diskussion der Ergebnisse und Entwicklungen	B1	Homepage, Datentransfer	Quartals- weise
------------------------	---	----	-------------------------	--------------------

Maßnahme C: Auswerteprogramm	Zur Verfügung stellen der für die Auswertung benötigten Software	C1	Entwicklung eines Auswertungsprogramms der experimentellen Daten für Stofftransportmessungen in der Ab-/Desorption	Quartal 10
---------------------------------	--	----	--	---------------

Maßnahme D: Leitfaden (Standard)	Überblick über die entwickelte Methodik zur einfacheren Umsetzung an anderer Stelle	D1	Entwicklung eines Leitfadens für Stofftransportmessungen in der Ab-/ Desorption, um einen Überblick über die entwickelte Methodik zur einfacheren Umsetzung der entwickelten Standardmethodik an unterschiedlichen Versuchsanlagen/ Standorten	Quartal 10
--	--	----	--	---------------

Maßnahme E: Vorträge /Poster	Vorstellung der Ergebnisse	E1	ProcessNet-Jahrestagung (Poster)	September 2012
		E2	AIChE Spring Meeting (Vortrag)	Mai 2013
		E3	Jahrestreffen der Fachgemeinschaft Fluiddynamik und Trenntechnik	September 2013
		E4	AIChE Annual Meeting (Vortrag)	November 2013

Maßnahme F: Veröffentlichungen	Vorstellung der Ergebnisse	F1	60 Jahre GVT - Themenheft der CIT: Forschungsbericht – „Die Notwendigkeit einer Standardisierung von Stofftransportmessungen in der Ab- und Desorption“	Juni 2012
		F2	A standardized method for mass transfer measurements in absorption and desorption: determination of mass transfer parameters Chemical Engineering Research and design	August 2014
		F3	A standardized method for mass transfer measurements in absorption and desorption: Experimental method Chemical Engineering Research and design	August 2014

### 5.3. Transfermaßnahmen nach der Laufzeit des Vorhabens:

Maßnahme G: Dissertation	Veröffentlichung	G1	Dissertation Stephan Müller	
		G2	Dissertation Anna-Katharina Kunze	

## **Danksagung**

Das IGF-Vorhaben der Forschungsvereinigung Forschungs-Gesellschaft für Verfahrenstechnik e.V. (GVT) wurde über die Allianz Industrie und Forschung (AIF) im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

## 6. Symbole

- $A_c$  [m<sup>2</sup>] Kolonnenquerschnittsfläche
- $a_0$  [m<sup>2</sup>·m<sup>-3</sup>] Spezifische Oberfläche
- $a$  [m<sup>2</sup>·m<sup>-3</sup>] Effektive Phasengrenzfläche
- $b$  [mol·kg<sup>-1</sup>] Molarität
- $c$  [mol·l<sup>-1</sup>] Konzentration
- $D$  [m<sup>2</sup>·s<sup>-1</sup>] Diffusionskoeffizient
- $d$  [m] Durchmesser
- $E$  [-] Enhancement-Faktor
- $F_v$  [Pa<sup>0.5</sup>] F-faktor
- $H$  [m] Höhe
- $Ha$  [-] Hatta Zahl
- $He$  [Pa] Henry Koeffizient
- HTU [m] Höhe einer Übertragungseinheit
- $k$  [m·s<sup>-1</sup>] Stoffübergangparameter
- $k$  [s<sup>-1</sup>] Reaktionsgeschwindigkeitskonstante
- $K$  [m·s<sup>-1</sup>] Stoffdurchgangskoeffizient
- $K_{Diss}$  [mol·kg<sup>-1</sup>] Dissoziationskonstante
- NTU [-] Zahl der Übertragungseinheiten
- $\dot{n}$  [mol·s<sup>-1</sup>] Stoffstrom
- $R$  [J·mol<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>] Ideale Gaskonstante
- $p$  [Pa] Druck
- $Sc$  [-] Schmidt Zahl
- $Sh$  [-] Sherwood Zahl
- $T$  [K] Temperatur
- $u_L$  [m<sup>3</sup>·m<sup>-2</sup>·h<sup>-1</sup>] spezifische Flüssigkeitsbelastung
- $V$  [m<sup>3</sup>] Volumen
- $V$  [cm<sup>3</sup>·mol<sup>-1</sup>] Solute molar volume
- $\dot{V}$  [m<sup>3</sup>·h<sup>-1</sup>] Gasvolumestrom
- $x$  [mol·mol<sup>-1</sup>] Molanteil in der Flüssigkeit

$y$  [mol·mol<sup>-1</sup>] Molanteil im Gas

### **Griechische Symbole**

$\rho$  [kg·m<sup>-3</sup>] Dichte

$\eta$  [cP] Viskosität

$\phi$  [-] Assoziationsfaktor

$\gamma$  [-] Aktivitätskoeffizient

### **Index**

B Zusatzkomponente (NaOH or H<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)

C Kolonne

G Gasphase

i Komponente

j Phase (Gas or Flüssigkeit)

L Flüssigphase

O Durchgang

S Lösungsmittel

\* im Gleichgewicht

## REFERENCES

- [1] E.Y. Kenig, R. Schneider, A. Górak, *16th International Conference on Chemical Reactor Engineering* **2001** 56 (2), 343. DOI: 10.1016/S0009-2509(00)00234-7.
- [2] E.Y. Kenig, A. Górak, in *Integrated Chemical Processes*, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA **2005**.
- [3] M. Schultes, *Chem. Eng. Technol.* **2013** 36 (9), 1539. DOI: 10.1002/ceat.201300192.
- [4] EFCE Working Party on Distillation, Absorption, and Extraction. Arlt, W. Onken, U. Institution of Chemical Engineers, *Recommended test mixtures for distillation columns*, Institution of Chemical Engineers, London **1990**.
- [5] EFCE Working Party on Distillation, Absorption, and Extraction. Zuiderweg, F. J. ,, Institution of Chemical Engineers, *Recommended test mixtures for distillation columns*, Institution of Chemical Engineers, London **1969**.
- [6] M. Ottenbacher, Ž. Olujić, T. Adrian, M. Jödecke, C. Großmann, *Special Issue on Distillation & Absorption* **2011** 89 (8), 1427. DOI: 10.1016/j.cherd.2011.02.012.
- [7] M. Wang, A. Lawal, P. Stephenson, J. Sidders, C. Ramshaw, *Special Issue on Carbon Capture & Storage* **2011** 89 (9), 1609. DOI: 10.1016/j.cherd.2010.11.005.
- [8] P.J. Hoek, J.A. Wesselingh, F.J. Zuiderweg, "Small scale and large scale liquid maldistribution in packed columns", *Chemical Engineering Research and Design* (64), **1986**
- [9] R. Billet, *Packed Towers*, VCH. Weinheim, **1995**
- [10] F. Zuiderweg: Distillation composition profiles – what do they tell us, *Trans IChemE*, Vol 77, Part A, **1999**

- [11] W.K. Lewis, W.G. Whitman, *Industrial & Engineering Chemistry Research* **1924** 16 (12), 1215. DOI: 10.1021/ie50180a002.
- [12] R. Byron Bird, W.E. Stewart, E.N. Lightfoot, *Transport phenomena*, J. Wiley, New York **2002**.
- [13] Danckwerts, P. V., *Gas-liquid reactions*, McGraw-Hill Book Co, New York **1970**.
- [14] W. Last, J. Stichlmair, *Chem. Eng. Technol.* **2002** 25 (4), 385. DOI: 10.1002/1521-4125(200204)25:4<385:AID-CEAT385>3.0.CO;2-L.
- [15] T.H. Chilton, A.P. Colburn, *Ind. Eng. Chem* **1935** 27 (3), 255. DOI: 10.1021/ie50303a004.
- [16] P. V. Danckwerts, *Gas-liquid reactions*, McGraw-Hill Book Co, New York **1970**.
- [17] B. R. W. Pinsent, L. Pearson, Roughton, F. J. W., *Trans. Faraday Soc.* **1956** 52 (0), 1512. DOI: 10.1039/TF9565201512.
- [18] R. Pohorecki, W. Moniuk, *Chemical Engineering Science* **1988** 43 (7), 1677. DOI: 10.1016/0009-2509(88)85159-5.
- [18] P. Chang, Wilke, C. R., *J. Phys. Chem.* **1955** 59 (7), 592. DOI: 10.1021/j150529a005.
- [19] A. Hoffmann, J.F. Maćkowiak, A. Górak, M. Haas, J.-M. Löning, T. Runowski, K. Hallenberger, *Chemical Engineering Research and Design* **2007** 85 (1), 40. DOI: 10.1205/cherd06134.
- [20] Poling, Bruce E. Prausnitz, J. M. O'Connell, John P., *Properties of Gases and Liquids*, 5th ed., McGraw-Hill, [S.I.] **2000**.
- [22] Peter Vere Lambart Barrett, *Gas absorption on a sieve plate*. Ph.D. thesis **1966**.



- [23] M.D. Morris, *Technometrics* **1991** 33 (2), 161. DOI: 10.2307/1269043.
- [24] Andrea Saltelli, Stefano Tarantola, Francesca Campolongo, Marco Ratto, *Sensitivity Analysis in Practice: A Guide to Assessing Scientific Models*, John Wiley & Sons, Ltd **2004**.
- [25] J.F. Gmehlin, *Gmehlins Handbuch der anorganischen Chemie*, Verlag Chemie, Weinheim **1953**.
- [26] M.J.W. Frank, Kuipers, J. A. M., van Swaaij, W. P. M., *Journal of Chemical & Engineering Data* **1996** 41 (2), 297.
- [27] T. J. Edwards, G. Maurer, J. Newman, Prausnitz, J. M., *AIChE J.* **1978** 24 (6), 966. DOI: 10.1002/aic.690240605.
- [28] T.J. Edwards, J. Newman, J.M. Prausnitz, *AIChE J.* **1975** 21 (2), 248. DOI: 10.1002/aic.690210205.
- [29] Jander, Gerhart,, Jahr, Karl Friedrich,, Schulze, Gerhard,, Simon, Jürgen, *Maßanalyse: Theorie und Praxis der Titrationsen mit chemischen und physikalischen Indikationen*, De Gruyter, Berlin, New York **2009**.
- [30] L. Valenz, Rejl, F. J., J. Å Å-ma, V. Linek, *Ind. Eng. Chem. Res.* **2011** 50 (21), 12134. DOI: 10.1021/ie200577k.