

**AiF-Nr.** 13251N

**Thema:** „Entwicklung einfacher Bewertungsmethoden zur Beurteilung der Trennleistung von dreiphasigen Packungskolonnen“

**Forschungsstelle:** TU Berlin,  
Institut für Prozeß- und Anlagentechnik,  
FG Dynamik und Betrieb technischer Anlagen

**Leiter des Projektes:** Prof. Dr. G. Wozny

**Betreut durch:** AK 2

**Laufzeit:** 01.05.2002 – 31.11.2004

#### **Zusammenfassung:**

Der Abschlußbericht faßt die wesentlichen Ergebnisse des AIF-Vorhabens zusammen. Es werden die erarbeiteten Lösungsansätze diskutiert und bewertet. Im Rahmen des AIF-Forschungsprojektes erfolgte plangemäß die Durchführung des gesamten experimentellen Arbeitspakets. Neben der Darstellung der Versuchsergebnisse geht dieser Bericht besonders auf die Auswertung der Messungen sowie auf die Entwicklung und Umsetzung der Lösungsstrategie ein. Einfache Richtlinien zur Beurteilung der Trennleistung von dreiphasigen Packungskolonnen werden vorgeschlagen. Weiterhin wird eine als Bewertungsmethode vorgesehene ShortCut-Methode detailliert beschrieben und die damit verbundenen Ergebnisse werden ausführlich vorgestellt. Darüber hinaus werden die Dokumentation der Versuchsergebnisse und die Nachhaltigkeit des Projektes sowie die theoretischen Grundlagen und die Handhabung der entwickelten Berechnungsmethode diskutiert.

Die bisher erarbeiteten Ergebnisse wurden und werden auf nationalen und internationalen Fachkonferenzen vorgestellt und stoßen auf großes Interesse. Eine Auflistung der bereits erfolgten Veröffentlichungen wird am Ende des

Abschlußberichtes gegeben, wobei die ausführlichen Unterlagen bezüglich aller im Rahmen des Forschungsprojektes erfolgten Veröffentlichungen planmäßig im August 2005 eingereicht werden.

Ziel des Forschungsprojektes war die Ermittlung von Entscheidungsrichtlinien zum Einsatz von Packungskolonnen für die Dreiphasenrektifikation. Die Entwicklung eines Designwerkzeuges für die Dreiphasenrektifikation und dessen Bereitstellung für industrielle Anwender stand dabei im Mittelpunkt. Diese Richtlinien und Werkzeuge wurden auf der Grundlage systematischer Messungen an einer Versuchsanlage erarbeitet. Für verschiedene ausgewählte Stoffsysteme, Kolonnen-Einbauten (Packungen und Füllkörper) und Gasbelastungen wurden die Trennleistung gemessen und die Zusammenhänge auf einfache Gesetzmäßigkeiten zurückgeführt. Das Ziel des Vorhabens wurde somit erreicht.

**AiF-Nr.** 13252N

**Thema:** "Einfluß der Materialeigenschaften auf den Abrieb bei der pneumatischen Förderung"

**Forschungsstelle:** TU München  
Institut für Verfahrenstechnik,  
Lehrstuhl für Feststoff- und Grenzflächen-  
verfahrenstechnik

**Leiter des Projektes:** Prof. Dr. W. Peukert

**Betreut durch:** AK 4

**Laufzeit:** 01.05.2002 – 30.04.2004

### **Zusammenfassung:**

Gegenstand des Forschungsprojekts war die Erforschung des infolge pneumatischer Förderung entstehenden Abriebs in den transportierten Schüttgütern. Hierzu wurde zunächst eine systematische Betrachtungsweise von Abriebprozessen eingeführt, welche vier physikalische Ebenen umfaßt. Diese sind die Prozeßebene, die Einzelpartikelebene, die kontinuumsmechanische bzw. Materialebene und die molekulare Ebene. Zudem wurde strikt zwischen Prozeßparametern und Materialeigenschaften unterschieden. Dies erfolgte durch Definition einer Prozeßfunktion, in der die Beanspruchungsbedingungen zusammengefaßt sind sowie einer Materialfunktion, welche die materialspezifische Reaktion der Schüttgüter auf die Beanspruchungsbedingungen beinhaltet.

Die Prozeßfunktion wurde für die Dünnstromförderung mit Hilfe von Computational Fluid Dynamics (CFD) ermittelt. Dabei zeigte sich, daß die auftretenden Partikel-Wand Stöße in einem Krümmer unter deutlich kleineren Winkeln stattfinden als allgemein angenommen wird. Dies ist insbesondere bei der Bestimmung der Materialfunktion von Bedeutung, da die ermittelten Beanspruchungsbedingungen dort als Eingangsparemeter für die Experimente dienen.

Für die Bestimmung der Materialfunktion wurden die drei Beanspruchungsarten senkrechter Stoß, Gleitreibung und schräger Stoß in einem Krümmer experimentell für verschiedene Polymere in Einzelpartikelexperimenten untersucht. Dabei konnte nachgewiesen werden, daß sich unter nahezu identischen Beanspruchungsbedingungen die dominierenden Abriebmechanismen in Abhängigkeit von den Schüttguteigenschaften deutlich voneinander unterscheiden. Als eine Schlüsselmaterialeigenschaft, welche die Abriebmechanismen bestimmt, wurde die Glasübergangstemperatur identifiziert. Auf Basis dieser Erkenntnisse wurde eine Modellvorstellung der zu Abrieb führenden Vorgänge bzw. Mechanismen entwickelt, welche die drei Ebenen Beanspruchungsart, materialspezifische Abriebmechanismen und mikroskopische Abriebmechanismen umfaßt. Mit Hilfe dieser konnte eine theoretische Erklärung für die in den Experimenten gefundenen Zusammenhänge gegeben werden.

Durch Abriebexperimente in einer Förderanlage im Technikumsmaßstab konnte für die Prozeßebeue gezeigt werden, daß bei der Flugförderung für die jeweiligen Polymere dieselben Abriebmechanismen dominieren, wie in der Krümmeranlage. Somit lassen sich die Ergebnisse der Einzelpartikelexperimente und der kontinuumsmechanischen Ebene auf die Prozeßebeue übertragen und es ist damit erstmals gelungen, eine Verbindung zwischen diesen drei Ebenen herzustellen. Das Ziel des Forschungsvorhabens wurde somit erreicht.

<b>AiF-Nr.</b>	<b>40 ZN</b>
<b>Thema:</b>	<b>“Vom Einzeltropfenexperiment zur Extraktionskolonne“</b>
<b>Forschungsstelle 1:</b>	<b>RWTH Aachen Institut für Thermische Verfahrenstechnik</b>
<b>Forschungsstelle 2:</b>	<b>TU München Institut für Verfahrenstechnik Lehrstuhl für Fluidverfahrenstechnik</b>
<b>Forschungsstelle 3:</b>	<b>Universität Kaiserslautern Lehrstuhl für Thermische Verfahrenstechnik</b>
<b>Leiter des Projektes:</b>	<b>FoSt. 1 Prof. Dr. A. Pfennig FoSt. 2 Prof. Dr. J. Stichlmair FoSt. 3 Prof. Dr. H.-J. Bart</b>
<b>Betreut durch:</b>	<b>AK 2</b>
<b>Laufzeit:</b>	<b>01.01.2001 – 31.10.2004</b>

### **Zusammenfassung:**

Die Flüssig-Flüssig-Extraktion stellt ein weit verbreitetes Trennverfahren dar, das in der Hydrometallurgie, der Kernbrennstoffaufbereitung, der Abwasserreinigung und der Erdölindustrie seit einigen Jahren als Standardtrennverfahren eingesetzt wird (*Pilhofer 1989, Rydberg et al. 1992, Stichlmair und Steude 1990*). In jüngster Zeit findet dieses Trennverfahren zusätzlich verstärkte Anwendung im Bereich der Umwelttechnik, der Pharmaindustrie und der Biotechnologie (*Schmidt 1994*). Trotz der Vielzahl technischer Anwendungen und der intensiven Entwicklung unterschiedlicher Apparateausführungen in den letzten 50 Jahren, ist die Auslegung von Extraktionskolonnen immer noch mit erheblichen Problemen behaftet. Bis heute können Extraktionskolonnen nur basierend auf Voruntersuchungen im Technikumsmaßstab mit den später zum Einsatz kommenden Originalflüssigkeiten ausgelegt werden. Die dafür benötigten großen Mengen an Originalflüssigkeiten sowie die kostenaufwändigen Experimente verringern die Wirtschaftlichkeit eines Extraktionsprozesses.

Das Ziel der Industrie sowie des Forschungsvorhabens AiF 40 ZN „Vom Einzeltropfenexperiment zur Extraktionskolonne“ ist es deshalb, Extraktionskolonnen basierend auf experimentellen Untersuchungen mit einzelnen Tropfen in standardisierten Laboranlagen sowie basierend auf Simulationen auszulegen. Dabei war die Aufgabe der Arbeitsgruppe Stichlmair im Gesamtprojekt, den Einfluß eines Tropfenschwarms, d. h. den Übergang vom Einzeltropfen zum Tropfenschwarm, auf die Fluidodynamik und die Trennleistung einer Extraktionskolonne zu bestimmen. Die Anstrengungen der Arbeitsgruppe Pfenig zielten darauf ab, eine Kolonnenauslegung für pulsierte Siebboden- und Packungskolonnen mit Hilfe des Simulationsprogramms ReDrop zu entwickeln. Die Arbeitsgruppe Bart beschäftigte sich mit der Entwicklung des Simulationsprogramms LLECMOD zur Dimensionierung gerührter Extraktionskolonnen. Durch die enge Verknüpfung der am Gesamtprojekt beteiligten Arbeitsgruppen konnten die Kompetenzen der einzelnen Gruppen ideal ausgeschöpft werden.

Das Ziel des Gesamtprojektes, nämlich unterschiedliche Extraktionskolonnen auf der Grundlage von Einzeltropfenuntersuchungen mit Hilfe der Simulationsprogramme auszulegen, konnte auf diese Weise im Rahmen des Gemeinschaftsprojektes „Vom Einzeltropfenexperiment zur Extraktionskolonne“ erreicht werden.

**AiF-Nr.** 13135 N

**Thema:** "Herstellen von Partikeln durch Erstarren von Tropfen in Wirbelschichten"

**Forschungsstelle:** Universität Dortmund  
Fachbereich Bio- und Chemieingenieurwesen  
Lehrstuhl Mechanische Verfahrenstechnik

**Leiter des Projektes:** Prof. Dr. P. Walzel

**Betreut durch:** AK 4

**Laufzeit:** 01.05.2002 – 31.10.2004

### **Zusammenfassung:**

Ziel des Vorhabens war, ein neues Verfahren zur Trocknung von Suspensions- und Lösungstropfen in Wirbelschichten zu erproben.

Im Gegensatz zu Sprühgranulationsprozessen mit schalenartigem Partikelbau werden bei dem neuen Verfahren große, eng verteilte Tropfen im Wirbelbett getrocknet. Das Wirbelbett dient bei diesem Verfahren der Wärmeübertragung auf die Suspensionstropfen, der Erhöhung der Verweilzeit der Tropfen im Bett, sowie der Veränderung der Struktur des Produktes in Abhängigkeit von Stoffgrößen durch anhaftendes Bettmaterial.

In der ersten Projektphase wurde eine kontinuierliche Wirbelschichtanlage DN 300 im Technikum errichtet. In dieser Anlage wurden die Experimente zur Untersuchung der Partikelbildung in der Wirbelschicht durchgeführt.

Zunächst wurden verschiedene Zerstäuber mit Suspensionen getestet. Es kamen Blenden, Düsenbrausen, Prefilming-Drall-Düsen und sogen. pneumatische Ziehdüsen zum Einsatz. Es zeigte sich, daß nur pneumatische Ziehdüsen ein eng verteiltes Tropfenspektrum mit Suspensionen erzeugen konnten. Die Flüssigkeitsdurchsätze mußten an die Trocknungsleistung der Wirbelschicht angepaßt werden. Es wurde ein neues Zerstäubersystem entwickelt (Ziehdüsenarray), das mit Ultraschall betrieben wird. Durch die Beaufschlagung mit Ultraschall können Suspensionen mit hohem Massenanteil

und höheren Viskositäten auch in einer staubbeladenen Umgebung zuverlässig über einen längeren Zeitraum zertropft werden.

Zur Untersuchung der Partikelbildung in der Wirbelschicht wurden Lösungen und Suspensionen verschiedener Zusammensetzungen zertropft. Als Feststoff wurde Bariumsulfat verwendet. Der Massenanteil wurde zwischen 40 und 60 Gew.% variiert. Es wurden zwei verschiedene Bindertypen (Carboxymethylcellulose und Glukose) eingesetzt. Auch der Binderanteil wurde variiert. Als Wirbelbettmaterial wurde Kalkstein ( $d_P < 200 \mu\text{m}$ ) verwendet. Die Partikeln wurden hinsichtlich der Zusammensetzung, Korngröße, Restfeuchte und Struktur charakterisiert.

Zur Untersuchung der Partikelstruktur wurden Schiffe der Partikel-Querschnittsflächen hergestellt. Die Produktpartikel sind bei allen durchgeführten Experimenten über den gesamten Querschnitt mit Kalkstein durchsetzt. Bei  $\text{BaSO}_4/\text{CMC}$ -Suspensionen wandert der suspendierte Feststoff (Bariumsulfat) während des Trocknens in den Randbereich der Partikeln und bildet eine Schale aus.  $\text{BaSO}_4/\text{Glukose}$ -Suspensionen zeigen andere Strukturen. Es konnten in allen Versuchen weitgehend trockene, frei fließende Granulate mit einer mittleren Partikelgröße zwischen 1,5 und 2 mm erhalten werden. Die Bruchfestigkeit der  $\text{BaSO}_4/\text{Glukose}$ -Partikeln ist höher als die der  $\text{BaSO}_4/\text{CMC}$ -Partikeln.

Die optimalen Betriebsbedingungen in der Wirbelschicht wurden ermittelt. Maximale Suspensionsdurchsätze bis 8 kg/h bilden die Grenzen des stationären Betriebs der Wirbelschicht. Für weitere Anwendungen wurden Hinweise für den Betrieb einer Wirbelschichtanlage nach dem neuen Verfahren gewonnen. Das Ziel des Vorhabens ist erreicht. Allerdings konnte die Einbindung von Bettmaterial in die Produktpartikel nicht vermieden werden.