

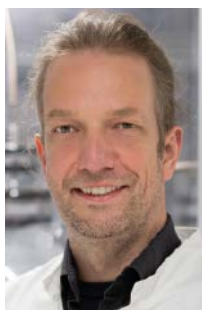


Erste multiple Trennwandkolonne weltweit

Vierstoffgemische in einer einzigen Destillationskolonne trennen



**Dr.-Ing.
Lena-Marie Ränger,**
Universität Ulm



**Prof. Dr.-Ing.
Thomas Grützner,**
Universität Ulm

Im November 2021 wurde an der Universität Ulm erfolgreich die weltweit erste multiple Trennwandkolonne in Betrieb genommen. Die Anlage kann zur Trennung von quaternären Mischungen im Vergleich zu konventionellen Destillationssequenzen bis zu 50 % Betriebs- und Investitionskosten einsparen. Somit haben sich nun vier Jahren der Planung in der Arbeitsgruppe von Prof. Dr.-Ing. Grützner in Ulm und bei Iludest in Waldbüttelbrunn ausgezahlt.

Die Destillation ist das wichtigste thermische Trennverfahren in der chemischen Industrie. Ihr Energieverbrauch trägt daher auch signifikant zum Gesamtenergieverbrauch bei – Schätzungen liegen bei etwa 3 %. Entsprechend hoch ist die Motivation, diesen großen Hebel als Beitrag zum Klimaschutz zu nutzen. Daher wird seit einigen Jahren weltweit an Trenn-

wandkolonnen geforscht, unter anderem am Institut für Chemieingenieurwesen der Universität Ulm.

Trennwandkolonnen sind spezielle intensivierte Destillationskolonnen. Sie können Mehrstoffgemische, die normalerweise in mehreren aufeinander folgenden Kolonnen getrennt werden, innerhalb nur eines Kolonnen-

mantels mit einem Verdampfer und einem Kondensator trennen. Hierfür wird im Inneren der Kolonne eine Trennwand verbaut, welche Rückvermischungseffekte verringert. Hierdurch sinkt der Energiebedarf im Vergleich zu der konventionellen Destillationsvarianten aus mehreren verschalteten Kolonnen.

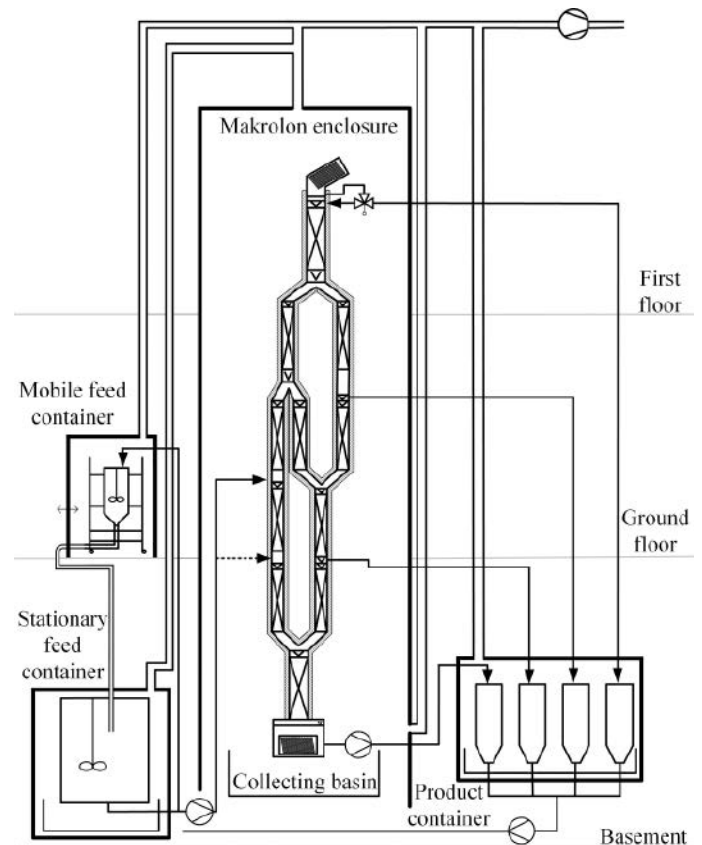
Zur Aufreinigung von ternären, also aus drei Komponenten bestehenden, Mischungen, können Trennwandkolonnen mit nur einer internen Trennwand eingesetzt werden. Diese können ca. 30 % Energie- sowie auch Investitionskosten einsparen. Daher werden einfache Trennwandkolonnen bereits seit vielen Jahren in der chemischen Industrie eingesetzt.

Die Erweiterung dieses Konzepts auf Gemische bestehend aus mehr als drei Komponenten führt zur multiplen Trennwandkolonne, die wie der Name bereits andeutet, mehrere Trennwände besitzt. Zur Trennung von Vierstoffgemische werden drei Trennwände benötigt, hierdurch können bis zu 50 % des Energiebedarfs eingespart werden. Nichtsdestotrotz wurde eine solche multiple Trennwandkolonne bisher nicht gebaut, was größtenteils auf die erhöhte Komplexität im Betrieb zurückzuführen ist. Glücklicherweise ist aber für einen Großteil in Frage kommender Vierstoffgemische auch eine multiple Trennwandkolonne mit nur zwei Trennwänden (auch genannt vereinfachte multiple Trennwandkolonne) geeignet, welche weiterhin die gleichen Energieeinsparungen erzielen kann. Solch eine Anlage mit zwei Trennwänden, die erste weltweit ihrer Art, steht nun an der Universität Ulm. Ziel des Kolonnendesigns war eine möglichst flexible Apparatur zu bauen, die zur Trennung vieler unterschiedlicher Stoffgemische geeignet ist. Im Folgenden werden die baulichen Spezifikationen der Anlage kurz vorgestellt.

Anlagenspezifikationen

Ein Schema der 9,8 m hohen und sich über drei Stockwerke erstreckenden Anlage ist in Bild 1 gezeigt. Aufgrund des geringen Durchmessers von 80 mm ist eine Implementierung mit tatsächlichen Trennwänden erschwert, daher wurde eine für Trennwandkolonnen im Pilotmaßstab übliche Bauweise auf die multiple Trennwandkolonne übertragen. Dabei werden Segmente links und rechts von Trennwänden als parallel geführte Schüsse mit kleineren Durchmessern umgesetzt. Die parallel betriebenen Schüsse haben jeweils einen Durchmesser von 50 mm sind über Y-Bauteile miteinander verbunden.

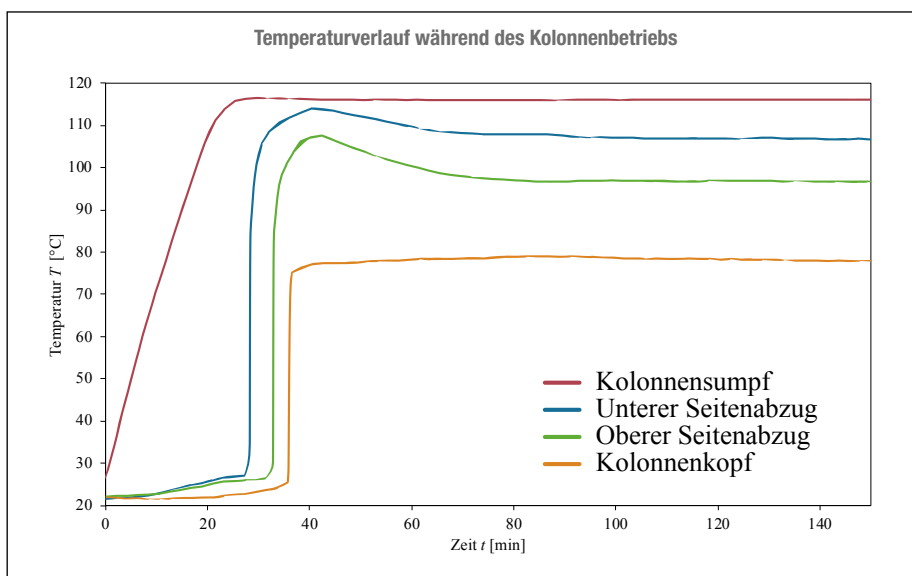
Die Schüsse selbst sind aus Borosilikatglas gefertigt. Um Wärmeverluste möglichst gering zu halten, sind die Mäntel einerseits aus doppelwandig evakuiertem und verspiegeltem Glas gefertigt worden. Außerdem gibt es eine äußere, temperaturgeregelte Begleitheizung, die für jeden Schuss separat geregelt werden kann. Um einen möglichst guten Stoffübergang



Vereinfachtes Fließbild der multiplen Trennwandkolonne in Ulm

zu erreichen und damit viele theoretische Stufen in der begrenzten Bauhöhe unterzubringen, findet die Sulzer-DX Packung Anwendung.

Zur Prozessüberwachung ist die Anlage mit umfangreicher Messtechnik ausgestattet. Dies beinhaltet Coriolis-Durchflussmesser zur Bestimmung der ein- und austretenden Massenströme, Temperatursensoren alle 25 cm innerhalb der Kolonne und Druckverlustmessungen über jeden Kolonnenschuss. Alle Daten werden in einem Prozessleitsystem (Iludest [DC/MoS]²) erfasst. In dem Leitsystem lassen sich außerdem die Flüssigkeitsaufteilung an den Trennwänden und die Produktabzüge einstellen, diese sind anlagentechnisch über Schwenktrichter realisiert. Des Weiteren kann die Anlage sowohl im Vakuum als auch bei Umgebungsdruck betrieben werden.



Von der Idee bis zur Fertigstellung

Die Planung der Anlage begann Ende 2017 in der Arbeitsgruppe von Prof. Dr.-Ing. Thomas Grützner an der Universität Ulm. Zunächst wurden umfangreiche Simulationsstudien durchgeführt, deren Ergebnisse als Rahmenbedingung für die bauliche Umsetzung fungierten. Ab Anfang 2019 konkretisierten sich die Planungen und eine offizielle Ausschreibung zur Suche nach einem geeigneten Unternehmen für den Bau der Anlage wurde veröffentlicht. Die offizielle Auftragserteilung erfolgte im November 2020 an die Firma Iludest aus Waldbüttelbrunn, die langjährigen Erfahrungen beim Bau von Sonderanlagen für die thermische Verfahrenstechnik vorweisen konnte.

Im engen Austausch wurde gemeinsam ein technisches als auch kommerzielles Konzept für ein „schlüsselfertiges“ System erarbeitet. Wie bei



Sobald eine zuverlässige Versuchsroutine zur Verfügung steht, können an der Anlage Industrieprojekte bearbeitet werden.

vielen Sonderanlagen üblich, mussten im Zuge der Projektierung, abweichend zur ursprünglichen Auslegung, Adaptionen vorgenommen werden. In regelmäßigen Meetings unter Beteiligung beider Teams wurde der erreichte Status reflektiert und erforderliche Anpassungen erarbeitet. Dies betrifft auch den Explosionsschutz der Anlage, dem bei der baulichen Planung eine besondere Beachtung galt. Um einen sicheren Betrieb gewährleisten zu können, wurden Anlagenkomponenten konstruktiv angepasst und in Zusammenarbeit mit dem TÜV Süd die Dokumentation stetig aktualisiert. Außerdem wurde die oben erwähnte Option zum Vakuumbetrieb abweichend zur ursprünglichen Planung ergänzt.

Erfolgreich abgeschlossen auf Seiten des Anlagenbauers wurde das Projekt „Vereinfachte multiple Trennwand-Destillationskolonne im Labormaßstab“ mit deren Lieferung, Montage und Inbetriebnahme im eigens dafür umgebauten Technikum der Universität Ulm im September 2021. Abschließend unterstützte das Unternehmen das Team der Universität Ulm bei der Abnahme der Anlage durch den TÜV Süd vor Ort.

Erste Ergebnisse: Proof-of-concept

Seit der Inbetriebnahme wird die Kolonne regelmäßig mit dem Ziel betrieben, erste Erfahrungen über deren Betriebsverhalten zu sammeln. Außerdem soll erstmalig gezeigt werden, dass das Konzept der „multiplen Trennwandkolonne“ nicht nur in der Theorie, sondern auch in der Praxis funktioniert. Die ersten Ergebnisse sind vielversprechend und werden im Folgenden kurz vorgestellt.

Zusammensetzung der Ausgangsmischung und der Produktströme

Strom	Absolutstrom [kg/h]	Massenanteile [wt%]			
		Ethanol + MEK	Propanol	Isobutanol	Butanol
Feed	6.40	17.7	23.2	28.7	30.3
Kopfprodukt	1.22	89.3	10.7	0.0	0.0
Oberes Seitenprodukt	1.44	0.6	87.3	12.1	0.1
Unteres Seitenprodukt	1.83	0.0	3.0	91.0	6.0
Sumpfprodukt	1.91	0.0	0.0	2.8	97.2

Als Beispielsystem für die ersten Versuche wird eine äquimolare Mischung aus Ethanol, Propanol, Isobutanol und Butanol verwendet. Der Leichtsieder Ethanol ist außerdem zu 1 % mit dem Vergällungsmittel Methylethylketon (MEK) versetzt. Der zu trennende Zulaufstrom beträgt 100 mol/h bzw. 6,4 kg/h im annähernd flüssig siedenden Zustand.

Zum Anfahren der Kolonne wird im Verdampfer der Schwertsieder (Butanol) vorgelegt und bei 7 kW erwärmt. Dieses Vorgehen wird aufgrund von dynamischen Simulationsstudien gewählt, auf die an dieser Stelle nicht näher eingegangen wird. Kurz vor Siedebeginn wird der Feedzulauf gestartet und die Leistung des Verdampfers auf 4 kW reduziert. Außerdem werden die Schwenktrichter zur Flüssigkeitsaufteilung an der Trennwand eingeschaltet, wobei das Verhältnis für den im folgenden gezeigten Versuch an der oberen Trennwand 0.49 und an der unteren 0.46 auf die rechte Seite betragen haben. Das sich ergebende Temperaturprofil an den vier Produktströmen ist in Abbildung 2 zu sehen, Tabelle 1 fasst die resultierenden Produktströme und deren Zusammensetzung zusammen.

Etwa 60 Minuten nach Start des Feedzulaufs sind die Temperaturen der Produktströme annähernd konstant. Entsprechend wird angenommen, dass die Anlage in relativ kurzer Zeit einen stationären Zustand erreichen kann. Etwa zwei Stunden nach Start des Feedzulaufs werden Proben der Produkte genommen und mittels Gaschromatograph analysiert. Die Reinheiten aller Produkte sind über 87 wt% bzw. 90 mol%. Dieses Ergebnis belegt, dass das Prinzip der multiplen Trennwandkolonne auch praktisch umsetzbar ist.

Ausblick

In naher Zukunft sind umfangreiche experimentelle Studien an der Anlage geplant. Zunächst sollen höhere Reinheiten erzielt und die Kolonne nahe dem dazugehörigen energetischen Optimum betrieben werden. Außerdem soll das Stationaritätsverhalten quantifiziert und des-

sen Anfälligkeit auf Störungen ohne aktive Regelung untersucht werden. Anschließend sollen Regelstrukturen entwickelt werden, die die Auswirkungen der betrachteten Störungen möglichst gering halten können. Hierfür soll die OPC Schnittstelle verwendet werden, um einen eigens implementierten Labview Code mit dem aktuellen Prozessleitsystem zu koppeln. Parallel soll außerdem die Flexibilität der Dampf- und Flüssigkeitssplits untersucht werden. Laut der Theorie können mit mehreren Kombinationen der Dampf- und Flüssigkeitsaufteilung an den Trennwänden dieselben Reinheiten erzielt werden. Diese These gilt es nun, in der Praxis zu überprüfen.

Des Weiteren sollen, sobald eine zuverlässige Versuchsroutine entwickelt wurde, an der Anlage Industrieprojekte bearbeitet werden. Infrage kommende quaternäre Stoffsysteme sollen hierfür zunächst simulativ untersucht und die Daten anschließend in der Praxis überprüft werden. Dies soll möglichst schnell den Übergang der multiplen Trennwandkolonne in die industrielle Anwendung ermöglichen.

Die Autoren

Dr.-Ing. Lena-Marie Ränger,
Leiterin Arbeitsgruppe multiple Trennwandkolonne

Prof. Dr.-Ing. Thomas Grützner,
Stellvertretender Institutsleiter, Leiter Abteilung
Thermische Prozesstechnik, Universität Ulm

Bilder © Eberhardt, kiz Uni Ulm

Diesen Beitrag können Sie auch in der Wiley Online Library als pdf lesen und abspeichern:

<https://dx.doi.org/10.1002/citp.2022xxxx>

Kontakt

Universität Ulm, Institut für Chemieingenieurwesen, Labor für Thermische Prozesstechnik, Ulm
Tel.: +49 731 50 25702
thomas.gruetzner@uni-ulm.de · www.uni-ulm.de