

51

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

Int. Cl.: B 01 d, 5/00  
B 011

DEUTSCHES PATENTAMT



52

Deutsche Kl.: 12 a, 5  
421, 13/02

Behördeneigentum

10

# Patentschrift 1 519 594

11

21

Aktenzeichen: P 15 19 594.5-43 (K 53406)

22

Anmeldetag: 7. Juli 1964

43

Offenlegungstag: 19. Februar 1970

44

Auslegetag: 18. November 1971

45

Ausgabetag: 29. Juni 1972

Ausstellungspriorität: —

Patentschrift stimmt mit der Auslegeschrift überein

30

Unionspriorität

32

Datum: 6. August 1963

33

Land: Österreich

31

Aktenzeichen: A 6321-63

54

Bezeichnung: Vorrichtung zur Stofftrennung durch partielle Kondensation

61

Zusatz zu: —

62

Ausscheidung aus: —

73

Patentiert für: Kohler, Friedrich, Dr.; Wondrak, Gustav; Wien

Vertreter gem. § 16 PatG: Bermühler, O., Dipl.-Ing., Patentanwalt, 8000 München

72

Als Erfinder benannt: Wondrak, Gustav, Wien

56

Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:

DT-PS 119 502

Chemikerzeitung, 1 (1955), S. 13

DT-PS 824 787

Chemikerzeitung, 5 (1956), S. 131 bis 134

Die Zerlegung eines Stoffgemisches durch Verdampfen in seine Bestandteile beruht auf dem Unterschied der Dampfdrücke der einzelnen Komponenten. Im Prinzip sind zwei Methoden bekannt. Bei der Destillation wird ein Flüssigkeitsgemisch teilweise verdampft und der entstehende Dampf vollständig kondensiert. Meist wird ein Teil des Kondensates als Produkt abgenommen, der andere Teil im Gegenstromverfahren rückgeleitet. Bei der fraktionierten Destillation wird dieser Vorgang wiederholt, wobei der Rücklauf durch den aufsteigenden Dampf in Stufen (Bodenkolonnen) oder kontinuierlich (Füllkörpersäulen) verdampft wird, so daß die Anreicherung an Leichtersiedendem im Dampfstrom ansteigt. Die zweite Methode besteht im Teilniederschlag eines Dampfes (Dephlegmation). Im Gegensatz zur Destillation wird der das Schwerersiedende enthaltende Rücklauf schon im Trennsystem selbst gebildet und nicht erst am oberen Ende der Kolonne. Die Dephlegmation kann für sich allein oder in Kombination mit einer Destillation ausgeführt werden. Bei den Methoden läßt sich die beste (theoretische) Trennwirkung erzielen, wenn sich das jeweilige Kondensat (Rücklauf) und der strömende Dampf im thermodynamischen Gleichgewicht befinden.

In den letzten Jahren ist jedoch die Entwicklung der Dephlegmationsverfahren weit hinter der Entwicklung der Destillationsverfahren zurückgeblieben. Der Hauptgrund liegt darin, daß es bei der teilweisen Kondensation des Dampfes im allgemeinen nicht gelungen ist, auf jeder Querschnittsebene normal zur Strömungsrichtung eine Gleichgewichtseinstellung zwischen dem Dampf und dem Kondensat zu erzwingen. Wegen unzureichender Gleichgewichtseinstellung verringert sich die Trennwirkung, und zwar wie Messungen [siehe Kirschbaum und Lipphardt, Chemie und Ingenieurtechnik, 29 (1957), S. 393 bis 397, Tröster, Chemie und Ingenieurtechnik, 32 (1960), S. 525 und 531, Herrmann, E., »Zerlegung von Zweistoffgemischen durch teilweise Kondensation ihrer Dämpfe«, Dissertation T. H. Karlsruhe 1954, und Herrmann, E., »Über die Zerlegung von Flüssigkeitsgemischen durch teilweise Kondensation ihrer Dämpfe«, Chemiker-Zeitung, (1956) S. 131 bis 134] gezeigt haben, um so mehr, je stärker die Strömungsgeschwindigkeit des Dampfes, also der Durchsatz, ansteigt.

Diese Nachteile werden bei einer Vorrichtung zur Stofftrennung durch partielle Kondensation bestehend aus einem Verdampfer und einem Dephlegmator, durch den das im Verdampfer erzeugte Dampfgemisch geleitet wird, wobei mindestens eine Komponente teilweise kondensiert, dadurch vermieden, daß erfindungsgemäß der Querschnitt des Dephlegmators sich in Strömungsrichtung des Dampfes kontinuierlich erweitert.

Mit dieser Vorrichtung wird eine entscheidend verbesserte Gleichgewichtseinstellung zwischen Dampf und Kondensat erreicht. Diese Gleichgewichtseinstellung macht sich besonders dadurch bemerkbar, daß die Trennwirkung nahezu unabhängig vom Durchsatz wird, so daß Stofftrennungen auch noch bei sehr hohen Strömungsgeschwindigkeiten mit Erfolg durchzuführen sind. Dies um so mehr, als auch verhindert wird, daß schwerflüchtiges Material durch Mitreißen von Tröpfchen aus der Blasenflüssigkeit in das Destillat gelangt. Ferner ist bei der erfindungsgemäßen Vorrichtung im Gegensatz zu den bekannten die Trenn-

wirkung unabhängig davon, in welcher Lage der Dephlegmator betrieben wird, was gerade bei hohen Dampfgeschwindigkeiten Vorteile bietet. Die Wirkung ergibt sich, im Gegensatz zu den beispielsweise bei Herrmann zitierten Dephlegmatoren aus zylindrischen Rohren, ausschließlich auf Grund des in Strömungsrichtung durch kontinuierlich erweiterten Querschnitt geführten Dampfes, unabhängig davon, ob dies mittels eines konischen Rohres oder auf andere Weise herbeigeführt wird.

Eine besondere Ausbildung der Erfindung besteht darin, daß als Dephlegmator ein Rohr angeordnet ist, das sich in Strömungsrichtung konisch erweitert. Der Querschnitt des konischen Rohres kann kreisförmig, vieleckig od. dgl. sein. Die konische Erweiterung kann auch in einer oder mehreren Ebenen vorgesehen sein. Vorteilhafterweise ist das sich konisch erweiternde Rohr von einem Kühlmantel umgeben.

Nach einem weiteren Merkmal der Erfindung ist vor dem Rohr eine Kühlvorrichtung für den Dampf angeordnet.

Zweckmäßigerweise ist vor dem Rohr eine Wärmeisolation um die Dampfzuleitung angeordnet.

Bei einer anderen Ausführungsform ist zwischen dem sich konisch erweiternden Rohr und der Verdampfungseinrichtung ein sich konisch verengendes Rohr angeordnet, wobei die beiden Rohre an der Stelle des kleinsten Querschnittes miteinander verbunden sind.

Es lassen sich auch mehrere Rohre mit sich konisch erweiterndem Querschnitt als Dephlegmatoren hintereinander und/oder nebeneinander anordnen.

Weitere Einzelheiten der Erfindung ergeben sich an Hand der Zeichnung, in der zwei Ausführungsbeispiele dargestellt sind.

Fig. 1 zeigt schematisch den Aufbau einer Apparatur mit einer erfindungsgemäßen Vorrichtung und Fig. 2 eine andere Ausführungsform dieser Vorrichtung mit einer Querschnittsverengung.

Die in Fig. 1 dargestellte Apparatur besteht aus einer Blase 1, einem Zuleitungsstutzen 2, einem Dephlegmator 3, einem Krümmer 4, einem Destillationskühler 5 und einem Kondensatkühler 6. Für die Zufuhr des Stoffgemisches in die Blase 1 ist ein Nachfüllrohr 7 vorgesehen, das es gestattet, den Blaseninhalt auf konstanter Füllhöhe und konstanter Konzentration zu halten. Der Zuleitungsstutzen 2 ist von einem Isolier- bzw. Temperiermantel 8 umgeben, wobei zur Temperaturmessung des Gemischdampfes ein Thermometer 9 vorgesehen ist. Der Dephlegmator 3 wird mittels eines Kühlmantels 10 gekühlt, wobei die für Zufuhr des Kühlmediums ein Stutzen 11 und für die Ableitung desselben ein Stutzen 12 vorgesehen ist. Mittels des Thermometers 13 kann die Temperatur im Krümmer 4 gemessen werden. Die Blase 1 befindet sich in einem Temperaturbad 14, das mit einer Heizvorrichtung 15 beheizt wird.

Das in der Blase 1 befindliche Stoffgemisch wird durch das Temperaturbad 14 beheizt, so daß sich der Gemischdampf bildet, der über den Zuleitungsstutzen 2 dem Dephlegmator 3 zugeführt wird. Mittels des Isolier- bzw. Temperiermantels 8 wird hierbei eine sichtbare Kondensation verhindert. Im Dephlegmator 3 wird der Dampf dadurch partiell kondensiert, daß er durch die Formgebung des Dephlegmators entlang der durch den Kühlmantel 10 gekühlten Wände geleitet wird. Die Kühlung wird hierbei durch die Strömungsgeschwindigkeit und die Temperatur

des Kühlmediums geregelt. Das sich bildende Kondensat fließt im Gegenstrom zum Dampf durch den Dephlegmator 3, wird am Ende des Zuleitungsstutzens 16 aufgefangen und kann nach Durchlaufen des Kondensatkühlers 6 abgenommen bzw. weiterverwendet werden. Der am oberen Ende des Dephlegmators 3 ausströmende Restdampf wird durch den Krümmer 4 dem Destillatkühler 5 zugeführt und an dessen Ende als Destillat abgenommen.

Bei dem in Fig. 2 dargestellten Ausführungsbeispiel eines erfindungsgemäßen Dephlegmators ist nach Art einer Lavaldüse zwischen der Eintrittsstelle des sich konisch erweiternden Rohres und der Verdampfungseinrichtung ein sich konisch verengendes Rohr angeordnet, wobei die beiden Rohre an der Stelle 17 des kleinsten Durchmessers miteinander verbunden sind. Diese Vorrichtung eignet sich besonders für höhere Dampfgeschwindigkeiten.

Beispiel

In einer Anordnung nach Fig. 1 wurde die Blase 1 mit 4,7 l wäßriger Äthanollösung gefüllt. Der aus der Blase 1 strömende Dampf hatte einen Gehalt von 30 Molprozent Äthanol. Die Dampfzusammensetzung wurde durch Eingabe von Äthanol-Wasser-Gemisch während der auszugsweise unten angeführten Meßreihen konstant gehalten. Destillat und Rücklauf wurden während jeder Meßreihe in die Blase 1 zurückgeleitet. Der Äthanolgehalt des Destillates und des Rücklaufes wurde in einzelnen Proben durch Dichtemessungen bestimmt. Bei verschiedenen Rücklaufverhältnissen  $v$  und verschiedenen Dampfeintrittsgeschwindigkeiten  $w$  wurden im Destillat folgende Äthanolgehalte gemessen:

Dampfeintrittsgeschwindigkeit $w$ (m/sec)	Äthanolgehalt der Destillate (Molprozent Äthanol)		
	Rückflußverhältnis $v = 0,5$ Molprozent	Rückflußverhältnis $v = 1$ Molprozent	Rückflußverhältnis $v = 3$ Molprozent
4,20	44,5	48,5	53,5
4,70	45,6	48,7	—
5,50	46,2	49,1	52,1
6,50	46,3	—	—

Mit der Anordnung nach Fig. 1 konnten bei Verwendung einer 6-l-Blase bis zu 2,5 kg Äthanol-Gemischdampf pro Stunde dephlegmiert werden.

Bei Füllung der Blase 1 mit 10%iger wäßriger Kochsalzlösung wurden 1,5 l Wasser unter ähnlichen Versuchsbedingungen wie oben abdestilliert. Im Destillat waren mit Silbernitrat keine Chlorionen nachweisbar, woraus ersichtlich ist, daß trotz der hohen Dampfgeschwindigkeit keine Tröpfchen aus der Blase in das Destillat gelangten.

Patentansprüche:

1. Vorrichtung zur Stofftrennung durch partielle Kondensation eines Dampfgemisches, bestehend aus einem Verdampfer und einem Dephlegmator, durch den das im Verdampfer erzeugte Dampfgemisch geleitet wird, wobei mindestens eine Komponente teilweise kondensiert, dadurch gekennzeichnet, daß der Querschnitt des Dephlegmators (3) sich in Strömungsrichtung des Dampfes kontinuierlich erweitert.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Dephlegmator ein Rohr angeordnet ist, das sich in Strömungsrichtung konisch erweitert.

3. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Rohr von einem Kühlmantel (10) umgeben ist.

4. Vorrichtung nach den Ansprüchen 2 und 3, dadurch gekennzeichnet, daß vor dem Rohr eine Kühlvorrichtung für den Dampf angeordnet ist.

5. Vorrichtung nach den Ansprüchen 2 und 4, dadurch gekennzeichnet, daß vor dem Rohr eine Wärmeisolation (8) um die Dampfzuleitung (2) angeordnet ist.

6. Vorrichtung nach den Ansprüchen 2 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen dem sich konisch erweiternden Rohr und der Verdampfungseinrichtung ein sich konisch verengendes Rohr angeordnet ist, wobei die beiden Rohre an der Stelle (17) des kleinsten Querschnittes miteinander verbunden sind.

7. Vorrichtung nach den Ansprüchen 2 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß mehrere Rohre mit sich konisch erweiterndem Querschnitt als Dephlegmatoren hintereinander und/oder nebeneinander angeordnet sind.

Hierzu 1 Blatt Zeichnungen

