

Masterarbeit

Optimierung der hydraulischen Vermessung einer Absorptionskolonne

Sandro Pesendorfer 1135071

Betreuer/Gutachter: Dipl.-Ing. Dr.mont. Verena Wolf-Zöllner Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.-Ing. Markus Lehner

Leoben, 10.09.2018

EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

AFFIDAVIT

I declare in lieu of oath, that I wrote this thesis and performed the associated research myself, using only literature cited in this volume.

Datum

Unterschrift

Kurzfassung

Im Zuge der Standardisierung von Hydraulik- und Stoffaustauschmessungen an Füllkörperund Packungskolonnen wurde eine Pilotanlage am Institut für Verfahrenstechnik in Leoben umgebaut. Ziel dabei war es, ein Messsystem zur Bestimmung des Flüssigkeitsinhalts einer Packung, dem sogenannten Hold-up, zu entwickeln und in die Anlage zu integrieren. Des Weiteren wurde die bestehende Gasvolumenstrommessung (Staugitter) sowie die gesamte Anlage auf Fehler überprüft. Um in Zukunft auch den Stoffaustausch im Bereich der CO₂-Desorption an der Pilotanlage untersuchen zu können, wurde ein Basic Engineering für die CO₂-Sättigung der Flüssigkeit durchgeführt.

Für die fehlerhafte Gasvolumenstrommessung wurde die Entscheidung getroffen ein zusätzliches Ultraschall-Volumenstrommessgerät anzuschaffen, da das Staugitter aufgrund einer ungünstigen Einbauposition Abweichungen über den gesamten Messbereich aufgewiesen hat.

Den Abschluss dieser Arbeit bildet eine komplette hydraulische Charakterisierung einer Packung des Typs Hiflow Plus #2. Zur Bewertung des Umbaus und der daraus generierten Messergebnisse wurde ein Vergleich mit Messdaten von Forschungspartnern angestellt.

Abstract

A pilot plant was converted at the Department of Process Engineering in Leoben as part of the standardization process of hydraulic an mass transfer measurements at packed columns. The aim of this master thesis was to develop a measurement system for the determination of the liquid content of a packing, the so-called Hold up, that can be integrated into the system. Furthermore, the consisting gas flow measurements (flow grid) as well as the entire system were checked for any potential errors.

In order to investigate the mass transfer for CO_2 desorption in the pilot plant, a Basic Engineering for CO_2 saturation in the liquid was implemented. An additional ultrasonic device for gas flow measurement was installed due to discrepancies caused by the flow grids unfavourable installation position.

This master thesis concludes with a complete hydraulic characterization of a packing (type Hiflow Plus #2). Finally, a comparison of measured data from research partners was drawn in order to evaluate the conversion and the generated measurement results.

Inhaltsverzeichnis

Seite

1	EINLEITUNG4			
2	AUFGABENSTELLUNG			
	2.1 Pro	blemstellung	5	
	2.2 Zie	s Isetzung	5	
3	GRUN	DLAGENTEIL	6	
•	2.1 Po	uchaosroiniauna	6	
	3.1 I.a		0	
	3.1.1	1 Sprühwäscher		
	311	2 Bodenkolonne	۵۵	
	3.1.1	3 Blasensäulenreaktor (Sprudelschicht)		
	3.1.1	4 Füllkörper- und Packungskolonnen	11	
	3.1.2	Füllkörper und Packungen	11	
	3.2 Ch	arakterisierung von Füllkörpern und Packungen	12	
	3.2.1	Hydraulische Vermessung	13	
	3.2.2	Hold-up (Flüssigkeitsinhalt)	15	
	3.2.3	Stoffaustauschmessungen	16	
	3.2.3	1 Physisorption	17	
	3.2.3	2 Chemisorption	17	
	3.3 Sta	Indardisierung	18	
	3.4 Pilo	otanlage	19	
	3.4.1	Anlagenzustand vor der Standardisierung (Stand Oktober 2017)	20	
	3.4.2	Probleme und Schwachstellen an der Anlage	22	
	3.4.3	Durchführung einer Netzmessung (Schwerlinien-Verfahren)	24	
4	PLANU	JNGSPHASE	28	
	4.1 Re	gelung und Drosselung des Gasvolumenstroms	28	
	4.1.1	Drehzahlsteuerung mittels Frequenzumrichter	29	
	4.1.2	Drosselregelung eines Gebläses	29	
	4.1.3	Falschluftansaugung		
	4.1.3	1 Implementierung der Falschluftansaugung	31	
	4.2 Ga	svolumenstrommessung	32	
	4.2.1	Messprinzip einer Ultraschall-Volumenstrommessung		
	4.2.2	Implementierung an der Anlage		



	4.	.3	Hol	d-up	.35
		4.3	5.1	Messprinzip	.35
		4.3	5.2	Konstruktion des Hold-up-Sumpfs und der Pumpleitung	.36
		4.3	.3	Füllstandsanzeige	.42
		4.3	8.4	Änderung der Kolonnenkonfiguration	.42
	4.	.4	Bet	riebsmöglichkeiten	.43
		4.4	.1	Hydraulische Vermessung inklusive Hold-up Bestimmung (B≤120 m³/(m²*h)	.43
		4.4	.2	Hydraulische Vermessung für hohe Berieselungsdichten (B>120 m ³ /(m ^{2*} h))	.44
		4.4	.3	Stoffaustauschmessungen im Single-Way-Betrieb	.44
		4	1.4.3.	1 Single-Way mit gefährlichen Absorbens	.45
		4	1.4.3.	2 Single-Way mit ungefährlichen Medien	.46
		4.4	.4	Stoffaustauschmessungen mit Kreislaufbetrieb	.47
		4	1.4.4.	1 Kreislaufbetrieb mit großen Absorbensmengen	.47
		4	1.4.4.	2 Kreislaufbetrieb mit kleinen Absorbensmengen	.48
		4	1.4.4.	3 Kreislaufbetrieb mit Absorbens in Kleinstmengen	.49
	4.	.5	CO	₂ -Desorption	.49
		4.5	i.1	Löslichkeit und Sättigung	.50
		4.5	5.2	CO ₂ -Einspeisungsvarianten	.51
		4	1.5.2.	1 Kreislaufführung mit Gebläse	.51
		4	1.5.2.	2 CO ₂ –Verbrauch	.53
		4	1.5.2.	3 Wahl der profitableren Konfiguration zur CO ₂ -Einspeisung	.54
		4.5	5.3	Sicherheitsvorkehrung für das Arbeiten mit CO ₂	.55
	4.	.6	Ver	setzen der Gaszudosierleitung und des IPE-Trägers	55
	4.	.7	Äno	derungen an der speicherprogrammierbaren Steuerung	.56
		4.7	'.1	Trockenlaufschutz der Pumpe	.57
5		UN	IBAI	J UND INBETRIEBNAHME	58
	5.	.1	Vol	umenstrommessung	.58
		5.1	.1	Inbetriebnahme in der Verbindungsleitung	.58
		5.1	.2	Ergebnisse der IBN in der Verbindungsleitung	.60
	5.	.2	Fals	schluftansaugung	.60
		5.2	2.1	Messaufbau der Funktionsüberprüfung	.60
		5.2	2.2	Ablauf und Ergebnis der Falschluftinbetriebnahme	.62
		5.2	2.3	Möglichkeit zur Reduktion und Messung des Gasvolumenstroms	.62
	5.	.3	Hol	d-Up	.63
		5.3	5.1	Ablauf einer Messung	.63
		5.3	5.2	Berechnung des Hold-ups	.65





6	ER	GEBNISSE / DISKUSSION	70		
(5.1	Ergebnisse der Ultraschallvolumenstrommessung	70		
(5.2	Messbereichserweiterung	71		
	6.2	.1 Differenzdruckmessung an der Packung	72		
(5.3	Ergebnisse der hydraulischen Vermessung	72		
	6.3	.1 Messergebnisse der Pilotanlage 2014 vs. 2018	72		
	6.3	.2 Vergleich der Ergebnisse von der Universität Texas (SRP)	74		
	6.3	.3 Vergleich der Ergebnisse von der Ruhruniversität Bochum	76		
7	ZU	SAMMENFASSUNG	78		
8	VE	RZEICHNISSE	80		
8	3.1	Literatur	80		
8	3.2	Abkürzungsverzeichnis	81		
8	3.3	Formelverzeichnis	81		
8	3.4	Tabellen	82		
8	3.5	Abbildungen	83		
AN	ANHANGI				



1 Einleitung

Mit der Industrialisierung und dem Beginn der großtechnischen Energiegewinnung aus fossilen Brennstoffen im letzten Jahrhundert sind auch negative Auswirkungen auf Mensch und Umwelt entstanden. Die bei der Verbrennung von fossilen Energieträgern entstandenen und emittierten Schadstoffe hatten großen Einfluss auf die Luftqualität in industrialisierten Gebieten wie Nordamerika, Japan und Europa. Besonders in Ballungszentren besteht ein sehr großer Energiebedarf, der durch Kraftwerke in der unmittelbaren Umgebung gedeckt wird. Erst in den 1970er Jahren wurde in Mitteleuropa begonnen, die entstehenden Schadstoffe mittels Rauchgaswäschern aus dem Abgas abzuscheiden. Diese Anlagen sind für einen Betreiber mit hohen Investitionskosten und laufenden Kosten verbunden. Um diese Kosten zu reduzieren wurden verschiedenste Systeme entwickelt und weiter optimiert. Eine Technologie, die sich in der Rauchgasreinigung etabliert hat, ist die Verwendung von Einbauten in der Kolonne in der Form von Füllkörpern und Packungen. Dadurch wird die Abscheideleistung der Anlage aufgrund der Vergrößerung der Austauschfläche zwischen Abgas und Waschflüssigkeit erhöht. Um die Betriebskosten weiter zu senken wird versucht über die Geometrie und die Eigenschaften der Füllkörper und Packungen einen noch energieeffizienteren Betrieb einer derartigen Anlage zu gewährleisten. Die Eigenschaften der Füllkörper und Packungen werden an Pilotanlagen, die im Gegensatz zu Industrieanlagen mit speziellen Messsystemen ausgestattet sind, vermessen. Die Messergebnisse werden für eine Vorhersage der zu erwartenden Betriebszustände in einem Rauchgaswäscher herangezogen. Das Problem an Pilotanlagen ist, dass es keinen einheitlichen Standard für diese gibt und sich dadurch die Messergebnisse der einzelnen Pilotanlagen zum Teil signifikant unterscheiden. Folglich erhalten Kolonnen und deren Einbauten in der Industrie aroße Sicherheitszuschläge aufgrund der Unsicherheiten und werden somit überdimensioniert gebaut und betrieben. Solche Abweichungen können mit standardisierten Messverfahren und Abmessungsverhältnissen bei Kolonnen reduziert werden. Dazu müssen Forschungseinrichtungen und Industrie zusammenarbeiten und gemeinsam passende Standards für die hydraulische Vermessung von Füllkörper- und Packungskolonnen entwickeln.



2 Aufgabenstellung

2.1 Problemstellung

Füllkörper- und Packungskolonnen werden sehr häufig unter anderem für die Rauchgasreinigung Industrieanlagen beispielsweise in großen wie in Müllverbrennungskraftwerken eingesetzt, um umweltschädliche Bestandteile aus dem Packungstyp Jeder aufgrund Rauchgas abzuscheiden. weist unterschiedlicher geometrischer Gestaltung ein anderes Betriebsverhalten in der Kolonne auf. Um einen sicheren Betrieb gewährleisten zu können, müssen die hydraulischen Eigenschaften der Packung und Füllkörper vor dem Bau und der Inbetriebnahme einer solchen Anlage bekannt sein. Für die Charakterisierung werden unterschiedliche Messmethoden herangezogen, deren Ergebnisse teilweise stark voneinander abweichen. Die Forschungseinrichtungen sind daher sehr bemüht, in Zusammenarbeit mit Industrieunternehmen Standards für die Vermessung von Packungen und Füllkörpern zu definieren.

2.2 Zielsetzung

Ziel dieser Arbeit ist es, die im Zuge der Standardisierung von Packungskolonnen erarbeiteten Standards in die Pilotanlage Leoben zu implementieren. Insbesondere für die Bestimmung des Flüssigkeitsinhalts der Packung (Hold-up), welcher einen Teil der hydraulischen Charakterisierung darstellt, soll ein neues Messverfahren in die Pilotanlage integriert werden. In den erarbeiteten Standards wurden auch bestimmte Stoffsysteme definiert, die zur Untersuchung des Stoffübergangs in einer Packung herangezogen werden. Eines dieser Stoffsysteme ist die Desorption von Kohlendioxid aus deionisiertem Wasser. Um in Zukunft diese Desorptionsmessungen an der Pilotanlage durchführen zu können, muss zuvor ein Verfahren für die CO₂-Sättigung von deionisiertem Wasser gefunden werden.



3 Grundlagenteil

3.1 Rauchgasreinigung

Rauchgasreinigungsanlagen sind in der heutigen Zeit ein zentraler Bestandteil vieler technischer Anlagen. In vielen Fällen ist es nicht möglich, einen Schadstoff vor der Verbrennung aus dem Brennstoff abzutrennen. Ein gutes Beispiel dafür ist eine Müllverbrennungsanlage (Abbildung 1) zur thermischen Verwertung von nicht-recyclebaren Abfällen. Der Brennstoff (Abfall) hat je nach Herkunft eine sehr unterschiedliche Zusammensetzung und Konsistenz. Technisch und wirtschaftlich ist es nicht möglich diesen Abfall so aufzubereiten, dass Stör- und Problemstoffe vor der Verbrennung ausgeschieden werden können. Dadurch entstehen bei der Verbrennung giftige und umweltschädliche Stoffe, die nicht in die Atmosphäre gelangen sollten. Einige bekannte Schadstoffe sind z.B. Schwefeldioxid (SO₂), Chlorwasserstoff (HCl, welches bei chlorhaltigen Brennstoffen entsteht) und Ammoniak (NH_3) und Stickoxide (NO_x). Bis auf NOx werden diese Stoffe nach der Verbrennung in einem Wäscher durch eine Flüssigkeit (Absorbens) abgeschieden. Rauchgasreinigungsanlagen verursachen dem Betreiber Kosten, da. ausgenommen vom REA-Gips aus Entschwefelungsanlagen, kein Produkt erzeugt werden kann. Aus diesem Grund muss ein Wäscher in einer Rauchgasreinigung mit geringem Druckverlust sehr effizient betrieben werden. Je höher der Druckverlust eines solchen Systems, desto größer muss das Gebläse, das den Gasstrom durch die Anlage fördert, dimensioniert werden, wodurch auch die Investitionskosten einer solchen Anlage steigen.



Abbildung 1: Schema einer Rauchgasreinigungsanlage [1]. Der Wäscher wird durch die rot – strichlierte Linie hervorgehoben.



3.1.1 Wäscherarten

Ein Wäscher ist üblicherweise ein Gegenstromreaktor, bei dem die Flüssigkeit von oben und das Gas von unten durch die Kolonne strömen. Diese Betriebsweise sorgt für einen intensiven Kontakt zwischen Gas und Flüssigkeit. Der Kontakt kann mit Einbauten im Reaktionsraum der Kolonne, wie z.B. Böden, Packungen oder Füllkörper zusätzlich erhöht und verlängert werden. Daraus ergeben sich zwei wichtige Einflussfaktoren der Abscheideleistung einer Kolonne, die Austauschfläche und Verweilzeit zwischen Gas und Flüssigkeit. Eine Einteilung von Wäschern kann einerseits aufgrund der hydraulischen Merkmale und Einbauten erfolgen oder (Abbildung 2) andererseits auf das Stoffsystem bezogen werden. Als Stoffsystem wird die Kombination von Gas und Flüssigkeit bezeichnet, wie z.B. SO₂ mit verdünnter Natronlauge. Die hydraulischen Merkmale einer Kolonne hängen stark mit dem Stoffsystem zusammen. Abgesehen vom Lösemittel benötigt ein schwerlösliches Gas (CO₂) andere Betriebszustände als ein leichtlösliches Gas (SO₂). Die in den Kapiteln 3.1.1.1 bis 3.1.1.4 behandelten Wäscher sollen eine Übersicht und Beschreibung der hydraulischen Grundbauarten von Wäschern geben.



Abbildung 2: Einteilung von Gaswäschern



3.1.1.1 Sprühwäscher

Die Aufgabe und Verteilung der Flüssigkeit erfolgt mit Sprühdüsen (Abbildung 3). Diese Düsen können in mehreren Ebenen in der Kolonne angeordnet sein, um die Flüssigkeit gleichmäßig im Kolonnenquerschnitt zu verteilen und die Anzahl der Trennstufen zu erhöhen. Die zuvor erwähnte Austauschfläche zwischen Gas und Flüssigkeit ergibt sich durch die von den Düsen erzeugte Tropfengrößenverteilung. Eine sehr fein verteilte Flüssigkeit bedeutet eine große Austauschfläche und dadurch auch eine hohe Wärme- und Stoffaustauschleistung der Kolonne. Kleinere Tropfen werden bei sehr hohen Gasströmen nach oben hin mitgerissen und vom Tropfenabscheider am Reingasaustritt abgefangen. Der Tropfenabscheider besteht z.B. aus einem dichten, Kunststoffgewebe. Darin abgefangene Tropfen verbinden sich zu größeren und fallen wieder nach unten. Sprühwäscher haben im Vergleich zu anderen Wäschern einen niedrigeren Druckverlust, da sie im Inneren keine Einbauten besitzen. Unter Druckverlust einer Kolonne versteht man den Differenzdruck, der nötig ist, um das Gas durch die Kolonne zu fördern. Der Kontakt zwischen Gas und Flüssigkeit wird in einem Sprühwäscher durch Wirbelbildung verstärkt. Einen Nachteil des Sprühwäschers stellen schäumende Waschflüssigkeiten dar, die im Inneren der Kolonne zur Schaumbildung führen und dadurch keinen stabilen Betrieb des Systems gewährleisten könnten. Das Einsatzgebiet solcher Kolonnen sind Stoffsysteme mit schnellem Stofftransport (beispielsweise mit schnellen chemischen Reaktionen in der Flüssigphase) und dadurch keine lange Verweilzeit und nur geringen Hold-up im Reaktionsraum benötigen.



Abbildung 3: Schematische Darstellung eines Sprühwäschers



3.1.1.2 Bodenkolonne

Abbildung 4 zeigt den schematischen Aufbau einer Bodenkolonne. Das Absorbens (Waschflüssigkeit) wird über einen Schacht (false downcomer) in die Kolonne eingebracht. In der Kolonne befinden sich Einbauten in der Form von Böden. Die Böden sind z.B. mit Löchern versehen, durch die das Gas bzw. der Dampf zum nächstgelegenen Boden aufsteigt. Die Flüssigkeit läuft quer über den Boden aus einem Schacht und wird an einem Wehr aufgestaut, von dem es in den Schacht zum nächsten Boden abläuft Somit herrscht auf jedem Boden ein intensiver Kontakt zwischen Gas und Flüssigkeit. Am Grund der Kolonne befindet sich der Sumpf, der die verbrauchte Waschflüssigkeit (Absorbat) auffängt. Darüber tritt das Rohgas über den Gasverteiler, der eine Strähnenbildung im Gasstrom verhindern soll, in die Kolonne ein. Zusätzlich wird der Gasstrom auf jedem Kolonnenboden mit der Flüssigkeit vermischt, wodurch sich die Verweilzeit und Turbulenz im Reaktionsraum erhöht. Aufgrund der Einbauten besitzt die Bodenkolonne im Vergleich zu einem Sprühwäscher (siehe Kapitel 3.1.1.1) einen höheren Druckverlust. Bei feststoffbeladenen Gasen oder Ausfällungen von chemischen Reaktionen können die Löcher in den Böden verstopfen und die Abscheideleistung und Funktionsweise einer solchen Anlage erheblich beeinträchtigen.



Abbildung 4: Skizze einer Bodenkolonne

VIIU

3.1.1.3 Blasensäulenreaktor (Sprudelschicht)

Abbildung 5 zeigt einen Wäscher mit einer sehr großen Austauschfläche zwischen Gas und Flüssigkeit. Diese Bauart wird bei schwerlöslichen Gasen eingesetzt. Am Gasverteiler werden feine Blasen erzeugt, die durch die Flüssigkeit aufsteigen. Das bedeutet, dass je feiner die erzeugten Blasen sind, desto größer wird die Austauschfläche zwischen Gas und Flüssigkeit. Einen wesentlichen Vorteil bietet diese Wäscherart in der Wartung. Im Inneren befinden sich keine Einbauten, die Verschleiß oder Anbackungen ausfallender Stoffe erleiden könnten. Jedoch ist für die Blasenerzeugung eine erhebliche Gebläseleistung notwendig, die wiederum die Investitionskosten der Anlage erhöht. Dasselbe Prinzip wird bei Belebungsbecken in Kläranlagen angewendet. Dabei wird im Abwasser Luft eingedüst, um Mikroorganismen Sauerstoff für den mikrobiologischen Abbau zur Verfügung zu stellen. Schwerlöslicher Sauerstoff geht dabei von der Gasblase über in die Flüssigkeit.



Abbildung 5: Skizze eines Blasensäulenreaktors (Sprudelschicht)



3.1.1.4 Füllkörper- und Packungskolonnen

In dieser Arbeit wird speziell auf die Betriebsweise und Vermessung von Kolonnen mit Füllkörpern oder Packungen eingegangen (Abbildung 6). Packungen besitzen eine definierte Geometrie und Einbauposition. Im Gegensatz dazu werden Füllkörper als Schüttung auf einem Tragrost in die Kolonne eingebracht. Der Reaktionsraum, in dem Gas und Flüssigkeit aufeinander treffen, wird von Füllkörpern und Packungen verengt. Somit erhöht sich die Geschwindigkeit und Turbulenz der Gasströmung in diesem Bereich. Aufgrund der starken Wirbelbildung in der Schüttung entsteht ein intensiver Kontakt zwischen Gas und Flüssigkeit. Die von oben herabströmende Flüssigkeit benetzt die Packung und Füllkörper, wodurch sich die Austauschfläche zwischen Gas- und Flüssigkeit in der Kolonne erhöht und sich die Flüssigkeitsgrenzschicht erneuert. Die Form und Größe der Füllkörper haben große Auswirkungen auf die Betriebsweise und den Stoffaustausch in der Kolonne.





3.1.2 Füllkörper und Packungen

Füllkörper und Packungen sind Einbauten gefertigt aus Kunststoff, Keramik oder Metall, die in der Reaktionszone eines Gaswäschers eingesetzt werden. Hauptaufgabe dieser Einbauten ist es, die Verweilzeit und Stoffaustauschfläche zwischen der Gas- und



11



Flüssigphase zu erhöhen. Füllkörper besitzen eine definierte Geometrie (Abbildung 7) und werden als Schüttung in den Reaktionsraum der Kolonne eingebracht. Packungen besitzen auch eine definierte Geometrie und werden als einzelne Elemente etagenweise in die Kolonne eingebaut. In einem Gaswäscher können je nach verwendetem Stoffsystem verschiedene chemische Reaktionen auftreten. Ein Stoffsystem bezeichnet die Kombination von Gas und Flüssigkeit im Wäscher, wie beispielsweise Schwefeldioxid als Gas und Natronlauge als Waschflüssigkeit. Die Reaktionen der verschiedenen Stoffsysteme laufen mit unterschiedlichen Reaktionsgeschwindigkeiten ab. Schnelle Reaktionen erzielen einen höheren Umsatz bei einer größeren Stoffaustauschfläche zwischen Gas und Flüssigkeit. Langsame Reaktionen benötigen wiederum mehr Zeit für den Stoffübergang und werden so durch ein größeres Flüssigkeitsvolumen in der Packung begünstigt. Somit geht die Art und Geschwindigkeit der ablaufenden Reaktion in die Auswahl des Füllkörpers- oder Packungstyps mit ein. Ein weiteres Kriterium für die Auswahl stellen die fluiddynamischen Eigenschaften der Füllkörper/Packung dar. Der durch die Füllkörper/Packungen erzeugte Druckverlust in der Kolonne ist maßgebend für die benötigte Gebläseleistung um den Gasstrom durch die Anlage zu fördern. Ein höherer Druckverlust der Einbauten erfordert ein leistungsstärkeres Gebläse, das sich wiederum in den Investitions- und Betriebskosten der Anlage erheblich auswirkt.



Abbildung 7: Diverse Füllkörper (links) und ein Teil eines Packungselements (rechts)

3.2 Charakterisierung von Füllkörpern und Packungen

Die Charakterisierung dient der Bestimmung eines sicheren und stabilen Betriebsbereichs eines Wäschers. Darüber hinaus stellen diese Messungen die Grundlage für die Modellierung dar. In der Industrie müssen die Betriebsgrenzen für einen Füllkörper oder eine



Packung vor dem Einbau in die Anlage bekannt sein. Über das L/G-Verhältnis (liquid/gas) werden der Gas- und Flüssigkeitsstrom ermittelt und ein Kolonnendurchmesser ausgewählt. Der F-Faktor und die Berieselungsdichte werden über den Kolonnendurchmesser festgelegt und ein für diese Betriebsbedingungen geeigneter Füllkörper ausgewählt. Der ideale Betriebspunkt einer Kolonne kann somit durch diese Charakterisierung definiert werden. An diesem Punkt ist der Stoff- und Wärmeaustausch in der Kolonne sehr effizient, wodurch sich der Verbrauch an Flüssigkeit durch die gute Ausnutzung der Aufnahmekapazität des Absorbens minimiert. Ein stabiler und effizienter Betrieb einer Kolonne reduziert die Betriebskosten und gleichzeitig den Personalaufwand für Reparaturen von entstandenen Schäden. Im Gegensatz dazu verwendet die Forschung und Entwicklung bestehender Modelle. Das Übertragen der Messergebnisse in die Modellrechnung ist eine sehr komplexe und aufwändige Arbeit, da ein Stoffaustausch in einer Kolonne sehr viele Einflussfaktoren hat. In den folgenden Kapiteln wird näher auf den Ablauf und Hintergrund der Vermessung von Füllkörpern und Packungen eingegangen.

3.2.1 Hydraulische Vermessung

Die hydraulische Charakterisierung von Füllkörpern definiert den Betriebsbereich, in dem eine Anlage mit den vermessenen Füllkörpern stabil betrieben werden kann. Es findet kein Stoffaustausch bei hydraulischen Messungen in der Kolonne statt, da als Flüssigkeit deionisiertes Wasser und als Gas gesättigte Luft verwendet wird. Das deionisierte Wasser soll eine Verschmutzung durch Kalk und anderen Ausfällungen aus Leitungswasser verhindern. Es werden zuvor definierte Kombinationen von Gas- und Flüssigkeitsströmen und der dabei entstehende Druckverlust sowie der Flüssigkeitsinhalt der Füllkörper oder Packung untersucht. Ein Betriebspunkt eines Wäschers wird durch die Berieselungsdichte und den F-Faktor definiert. Die Berieselungsdichte B [m³/(m²*h)] stellt den auf die Querschnittsfläche der Kolonne normierten Flüssigkeitsstrom dar. Gasbelastung oder Gasstrom werden über den F-Faktor F [Pa^{0,5}] definiert. Der Grund, warum nicht direkt die Ströme verwendet werden, liegt in der Vergleichbarkeit mit anderen Kolonnen, unterschiedlichen Baugrößen solcher Anlagen und unterschiedlicher Druckund Temperaturbedingungen. Berieselungsdichte В Die ergibt sich durch den Flüssigkeitsvolumenstrom bezogen auf die Querschnittsfläche der Kolonne (Glg. 1). Die Leerrohrgeschwindigkeit des Gases in der Kolonne mit der Wurzel aus der Gasdichte korrigiert ergibt den F-Faktor (Glg. 2). Diese zwei Parameter werden bei einer hydraulischen Vermessung variiert, um verschiedene Arbeitsbereiche der Füllkörperschüttung oder Packung zu charakterisieren. Hierzu werden bei jedem Betriebspunkt der Druckverlust und der Hold-up an der Packung/Schüttung (Abbildung 8) und andere Parameter wie z.B. Temperatur der Medien, Gasdichte, statische Drücke und Sättigung des Gases bestimmt. Zu Beginn wird der trockene Druckverlust ohne Flüssigkeitsstrom (B=0 in Abbildung 9) ermittelt. Der Gasstrom (F-Faktor) wird hierbei stufenweise bis zur maximalen Gebläseleistung erhöht. Nach dem trockenen Druckverlust wird der Flüssigkeitsstrom eingeschaltet und auf eine definierte Berieselungsdichte eingestellt. Die hydraulische Vermessung beginnt beim niedrigstmöglichen, stabilen Betriebspunkt der Kolonne. Bei konstanter Berieselungsdichte



wird der Gasstrom wieder stufenweise erhöht. Je nach Füllkörper/Packung und Berieselungsdichte beginnt sich bei höheren Gasströmen Wasser in der Packung/Schüttung aufzustauen. Dieser Punkt wird als Staupunkt bezeichnet. Aufgrund der hohen Gasbelastung in der Kolonne kann die Flüssigkeit nicht mehr ungehindert am Gasstrom und den Füllkörpern/Packungen vorbeifließen und wird somit aufgestaut. Wird der Gasstrom weiter erhöht, steigt der Druckverlust weiter an und die Kolonne kommt in den Bereich des Flutens. In diesem Bereich wird die Flüssigkeit so weit aufgestaut, dass sich die Kolonne mit Flüssigkeit füllt und ein sehr hoher Druckverlust entsteht. An diesem Punkt endet die hydraulische Vermessung für diese Berieselungsdichte, da der Bereich des Flutens keinen stabilen Betriebspunkt mehr darstellt. Danach wird das Gebläse wieder auf den Gasvolumenstrom des ersten Punkts zurückgeregelt und die Berieselungsdichte für den nächsten Messdurchgang erhöht. Der Messablauf wird für jede Berieselungsdichte wiederholt, bis der gesamte Betriebsbereich inklusive der Stau und Flutbereiche des Füllkörpers oder der Packung vermessen wurde. Bei der Auswertung der Messung werden der Druckverlust (Abszisse) und der F-Faktor (Ordinate) in einem doppelt-logarithmischen Diagramm dargestellt. Jede Berieselungsdichte ergibt eine Linie im Diagramm, die beim Erreichen des Staupunkts einen Knick aufweist.

$$B = \frac{\dot{V}_{Flüssig}}{A_{Ouerschnit}}$$

$$F = v_{Gas} * \sqrt{\rho_{Gas}}$$



Abbildung 8: Prinzipskizze des Aufbaus einer hydraulischen Vermessung



Glg. 2

Glg. 1



Abbildung 9: Druckverlust Diagramm Hiflow Plus #2 (Messung: V.Wolf-Zöllner 2014)

3.2.2 Hold-up (Flüssigkeitsinhalt)

Eine weitere charakteristische Größe für einen Füllkörper oder eine Packung ist der Hold-up, der als Verhältnis von Flüssigkeitsvolumen in der Schüttung/Packung zum Volumen der gesamten Schüttung definiert ist (Glg. 3). Der oben erwähnte Staupunkt hat auch beim Hold-up eine besondere Bedeutung. Unterhalb dieses Staupunkts ist der Hold-up nur abhängig von der Flüssigkeitsbelastung in der Kolonne (Abbildung 10). Das Gas strömt dabei noch fast ungehindert durch die Schüttung und verursacht kein Aufstauen der Flüssigkeit. Im Bereich über dem Staupunkt ist der Hold-up zusätzlich auch abhängig von der Gasbelastung, da das Gas nicht mehr ungehindert an der Packung/Schüttung und Flüssigkeit vorbeiströmen kann. [2] Dadurch staut sich die Flüssigkeit in der Schüttung auf und der Hold-up nimmt zu. Der Hold-up trägt nicht nur zum Verständnis des hydraulischen Verhaltens von Füllkörpern und Packungen bei, sondern ist auch bei der Modellbildung und Untersuchung des Stoffaustauschs in einer Kolonne eine wichtige Größe. Die Menge an zur Verfügung stehenden Absorbens kann aus dem Hold-up abgeleitet werden.

$$h_L = \frac{V_{Flüssigkeit}}{V_{Schüttung}}$$

Glg. 3





Abbildung 10: Hold-up-Diagramm Hiflow Plus #2 (Messung: V.Wolf-Zöllner 2014)

3.2.3 Stoffaustauschmessungen

Sind die hydraulischen Eigenschaften und der Betriebsbereich eines Füllkörpers bekannt, kann mit der Vermessung der Stoffaustauscheigenschaften begonnen werden. Der Stoffaustausch zwischen Gas und Flüssigkeit kann in beiden Richtungen ablaufen. Der Übergang von Gas- zur Flüssigphase wird als Absorption bezeichnet. Tritt der Stoff wiederum von der Flüssig- in die Gasphase, so bezeichnet man den Vorgang als Desorption. In sehr vielen Anwendungen in der Industrie kommt die Absorption zur Anwendung, wie z.B. in Rauchgasentschwefelungsanlagen wo Schwefeldioxid aus dem Abgas durch eine Flüssigkeit absorbiert wird. Um einen Industriewäscher effizient auslegen und betreiben zu können, ist es notwendig, diesen Stoffaustausch in einem kleineren Maßstab an einer Pilotanlage zu untersuchen. Der kleinere Maßstab der Pilotanlage hat den Vorteil, dass die Versuchsparameter einfacher und ohne großen Aufwand variiert werden können. An der Pilotanlage wird kein reales Abgas verwendet, sondern ein Schadstoff gezielt in einer bestimmten Konzentration in den Luftstrom zudosiert. Ähnlich der hydraulischen Vermessung werden verschiedene Betriebspunkte abgefahren und zusätzlich die Gaskonzentration im Gasstrom variiert. Das ein- und austretende Gas wird mit einem Gasanalysator gemessen und daraus kann die Abscheideleistung der Füllkörper/Packung bestimmt werden. Neben dem Gas wird bei Stoffaustauschmessungen auch die Flüssigkeit untersucht. Die Flüssigkeitsproben werden an mehreren Entnahmestellen, die über die gesamte Kolonnenhöhe verteilt sind, entnommen. Anhand dieser Analyse kann der Fortschritt des Stoffübergangs vom Gas in die Flüssigkeit bestimmt werden. Darüber hinaus kann mit Hilfe der Flüssigkeitsanalyse eine Massenbilanz über die Kolonne zur



Plausibilitätsprüfung erstellt werden. Für Stoffaustauschmessungen an der Pilotanlage werden bislang die in Tabelle 1 angeführten Stoffsysteme verwendet. Der Stoffübergang vom Gas in die Flüssigkeit kann in zwei verschiedenen Vorgängen beschrieben werden, der Physisorption und Chemisorption.

Gas	Flüssigkeit
Ammoniak + Luft	Deionisiertes Wasser
Ammoniak + Luft	Deionisiertes Wasser + Schwefelsäure
Schwefeldioxid + Luft	Deionisiertes Wasser
Schwefeldioxid + Luft	Deionisiertes Wasser + Natronlauge
Schwefeldioxid + Luft	Synth. Meerwasser

Tabelle 1: Absorptive Stoffsysteme an der Pilotanlage [3]

3.2.3.1 Physisorption

Die Physisorption beruht auf physikalischen Wechselwirkungskräften, den sogenannten Vander-Waals-Kräften. Diese Bindungskräfte wirken zwischen Atomen und Molekülen und sind im Vergleich zu einer kovalenten Bindung relativ schwach. Das Lösungsmittel wird durch die Aufnahme des Stoffes chemisch nicht verändert. Für die Praxis bedeutet das, dass der Stoff im Wasser nicht so stark gebunden ist und einfacher wieder aus der Flüssigkeit entweichen kann. An der Pilotanlage wurde die Physisorption von SO₂ in mit Salzsäure angesäuertem und deionisiertem Wasser untersucht. Der niedrige pH-Wert der Flüssigkeit ist notwendig, um das SO₂ nicht durch Chemisorption zu binden. Die Versuchsergebnisse zeigten eine geringe Abscheideleistung und nach dem Versuch war ein SO₂- Geruch in der Halle neben den Becken wahrzunehmen. Aufgrund der schwächeren Bindung in der Flüssigkeit konnte das SO₂ im Becken aus der Flüssigkeit wieder entweichen.

3.2.3.2 Chemisorption

In vielen Fällen bildet die oben genannte Physisorption die Vorstufe zur Chemisorption, der zweiten und stärkeren Art der Absorption. Die Physisorption tritt zuerst auf, wenn die Reaktion vom Stoff mit der Flüssigkeit langsamer abläuft als die Bildung der Van-der-Waals-Bindung. Der in der Flüssigkeit gelöste Stoff geht bei dieser Absorptionsart eine chemische Bindung mit Ionen oder Molekülen der Flüssigkeit ein. Die Absorption kann dabei in mehreren Schritten ablaufen. Ein Beispiel dafür wäre die Absorption von SO₂ in Leitungswasser. Das gelöste SO₂ reagiert mit dem ionenbeladenen Wasser und bildet schwefelige Säure (HSO₃⁻). Befindet sich im Wasser zusätzlich gelöster Sauerstoff aus der



Luft, wird das dissoziierte Sulfit-Ion (SO_3^{2-}) vom Sauerstoff zu Sulfat oxidiert. Es treten bei der Absorption von SO₂ noch andere Nebenreaktionen parallel auf, doch diese sind für die Erklärung nicht relevant. Durch diese Veränderung des Lösungsmittels ist die Chemisorption im Gegensatz zur Physisorption nicht immer reversibel, das bedeutet, dass die Flüssigkeit nicht regeneriert werden kann und erneuert werden muss.

3.3 Standardisierung

In vielen Bereichen der Industrie und Forschung wird versucht, genormte oder standardisierte Systeme einzuführen, um die Kommunikation und Vergleichbarkeit der Messergebnisse verschiedener Anlagen zu vereinfachen und zu verbessern. Einen Standard für ein System oder Messverfahren zu definieren benötigt sehr viel Zeit, da in die Entwicklung des Standards viele Meinungen und Ideen verschiedenster Anwender eingehen und sich deren Fokus oft auf unterschiedliche Bereiche richtet. Eine Standardisierung muss nicht für ein komplettes System definiert werden, sondern kann auch einzelne Messungen, wie z.B. den Hold-up oder die Gasprobenahme für die Analyse betreffen. Die Zusammenarbeit von Forschungseinrichtungen kann dadurch verbessert und die Effizienz gesteigert werden. Oftmals werden Forschungsergebnisse veröffentlicht oder zwischen einzelnen Instituten ausgetauscht, welche aufgrund des unterschiedlichen Anlagenaufbaus und Messablaufs nur schwer nachvollzogen oder mit Ergebnissen der eigenen Anlage verglichen werden können. Als Folge der unterschiedlichen Messergebnisse zur Charakterisierung der Einbauten werden Industrieanlagen oft mit großen Sicherheitszuschlägen konstruiert und dadurch überdimensioniert gebaut. Durch genauere Messergebnisse könnten diese Sicherheitszuschläge verkleinert und die Anlagen bezogen auf die Investitions- und Betriebskosten wirtschaftlicher betrieben werden. Durch diese Steigerung der Transparenz kann eine einheitliche Datenbasis geschaffen werden, die große Vorteile für die Modellbildung in der Forschung mit sich bringt oder auch für einen Hersteller, der Einbauten untereinander vergleichen möchte [4]. Beispiele für sehr gut standardisierte Messsysteme sind in der Werkstoffprüfung zu finden. Zug-, Kerbschlag- und Biegeversuche haben genau definierte Standards und Normen.

In der bisherigen Entwicklung der hydraulischen Vermessung und Stoffaustauschmessungen hat sich ein Anlagenaufbau durchgesetzt, der heute als Stand der Technik gilt. Der Aufbau beinhaltet eine der Messkolonne vorgeschaltete Sättigungskolonne, die das eintretende Gas mit Wasser belädt und damit einer Verdampfung von Wasser in der Messkolonne entgegenwirkt. Am Gaseintritt der Messkolonne befindet sich ein Gasverteiler, der den Gasstrom gleichmäßig über den Kolonnenquerschnitt verteilt. Bevor das Gas aus der Kolonne austritt, werden mitgerissene Wassertropfen über einen Tropfenabscheider aus dem Gasstrom abgetrennt und so ein Austrag der Flüssigphase aus der Kolonne verhindert. Eine ähnliche Funktion wie der Gasverteiler besitzt der Flüssigkeitsverteiler im oberen Bereich der Kolonne. Über diesen wird die Flüssigkeit in die Kolonne eingebracht und ebenfalls gleichmäßig über den Kolonnenquerschnitt verteilt. Diese Grundausstattung hat



sich bei Absorptionskolonnen in der Praxis bewährt und kommt in den meisten Vermessungsanlagen zum Einsatz.

Im Gegensatz zum Kolonnenaufbau sind sich die einzelnen Forschungseinrichtungen bei der Gas- und Flüssigkeitsprobenentnahme noch nicht einig, da noch zu wenige Erkenntnisse über den Einfluss der Probenentnahme auf die Messergebnisse vorliegen. Dadurch gibt es eine Vielzahl an verschiedenen Lösungsansätzen, um eine repräsentative Gas- und Flüssigkeitsprobe aus der Anlage zu entnehmen.

In der Literatur werden vor allem die Standardisierung in Bezug auf den Stoffaustausch und eine anschließende weitere Modellbildung aus diesen Daten behandelt. Um genaue und vergleichbare Messergebnisse aus Stoffaustauschversuchen generieren zu können, müssen die hydraulischen Eigenschaften der Einbauten exakt charakterisiert sein. Ein weiterer wichtiger Schritt wäre die Einführung und Verwendung einheitlicher standardisierter Stoffsysteme im Stoffaustausch, um die Vergleichbarkeit der Messergebnisse bezogen auf den Stoffübergang zu verbessern. Im Bereich von Stoffaustauschmessungen haben sich die Stoffsysteme NH3/Wasser, SO₂/Natronlauge und CO₂/Wasser [5] als Standards herauskristallisiert. Das Stoffsystem CO₂/Wasser ist einfacher an einer Anlage als Desorptionsprozess zu untersuchen. Dabei tritt das schwerlösliche CO₂ von der Flüssigphase über in die Gasphase und wird anschließend im Gasstrom analysiert. Der Grund, weshalb dieses Stoffsystem als Desorption untersucht wird, liegt darin, dass bei einer solchen Anlagengröße wie der Pilotanlage in Leoben ein Absorptionsprozess enorme Mengen an CO₂ benötigen würde, um messbare Konzentrationen des in der Flüssigkeit abgeschiedenen CO₂ erreichen zu können. Daher ist es einfacher, das CO₂ von der Flüssigphase in die Gasphase zu desorbieren, da im Gas sehr niedrige Konzentrationen an CO₂ gemessen werden können. Ziel ist es auch dieses Stoffsystem an der Pilotanlage zu implementieren, um einen weiteren Schritt in der Standardisierung zu gewährleisten.

3.4 Pilotanlage

Die Pilotanlage am Lehrstuhl wurde 2011 in der Verfahrenstechnikhalle, die früher als Bohrturm verwendet wurde, gebaut. Als Tragwerk für die Pilotanlage dient ein zwei Stockwerke hoher Stahlbau mit Gitterböden, der nach oben hin noch mit Gitterebenen erweitert werden kann. Zwei in Serie geschaltete Kolonnen bilden die Pilotanlage (Abbildung 11). Die Sättigungskolonne K600 hat einen Innendurchmesser von 600 mm. Durch den modularen Aufbau und Verwendung unterschiedlicher Messschüsse an der Messkolonne K450 beträgt der Innendurchmesser 422 mm beim PP-Schuss oder 440 mm beim PVC-Schuss. Ansonsten sind die Kolonnen K450 und K600 baugleich.





Abbildung 11: 3-D-Zeichnung der Pilotanlage im Ausgangszustand

Aufgrund der Verwendung von gefährlichen Gasen und Stoffen wird die gesamte Anlage im Unterdruckbereich betrieben, so dass bei einer Leckage an der Anlage kein Gas in die Umgebung austreten kann. Betrieben wird die Anlage mit einem Industriegebläse, das den Unterdruck und Gasstrom mit einer Leistung von 11kW erzeugt.

3.4.1 Anlagenzustand vor der Standardisierung (Stand Oktober 2017)

Zunächst wird ein Überblick über die bestehende Anlage und den Gasweg durch die Kolonnen gegeben. Abbildung 11 zeigt die grundlegenden Anlagenteile und hilft in der nachfolgenden Beschreibung den Aufbau und die Funktionsweise der Pilotanlage besser nachvollziehen zu können. Am Ansaugstutzen der Sättigungskolonne K600 wird die Luft aus der Umgebung in die Kolonne angesaugt. Die Luft strömt in der K600 von unten durch eine Kunststofffüllkörperschüttung nach oben. Deionisiertes Wasser rieselt von oben im Gegenstrom zum Gas (Luft) auf die Füllkörper und sättigt die durchströmende Luft. Die



Verwendung von deionisiertem Wasser hat den Vorteil, dass sich keine Ablagerungen in der Anlage und an den Füllkörpern bilden. Am Kolonnenkopf der K600 tritt die gesättigte Luft durch einen Tropfenabscheider aus der Kolonne aus. Über die Verbindungsleitung und den Gasverteiler strömt die Luft weiter in die Messkolonne K450. Der Kolonnenschuss, in dem sich die Packung in der Messkolonne befindet, besitzt am oberen und unteren Ende Anschlüsse für Druckaufnehmer, um den von der Packung verursachten Druckverlust zu messen. Durch einen weiteren Tropfenabscheider am Kolonnenkopf verlässt die Luft die Messkolonne. Unmittelbar vor dem Gebläse befindet sich eine Drosselklappe, über die der Gasstrom (F-Faktor) durch die Pilotanlage gemeinsam mit einem Frequenzumrichter zur Drehzahlregelung des Gebläseantriebsmotors geregelt wird. In der Abluftleitung an der Druckseite des Gebläses befindet sich das Staugitter zur Gasvolumenstrommessung. Die Luft tritt in 25 m Höhe aus der Anlage in die Umgebung aus. Beide Kolonnen verfügen über einen Sumpf mit einem Fassungsvermögen von 2200 Liter und jeweils einer leistungsstarken Kreiselpumpe zur Versorgung der Kolonnen mit Flüssigkeit. Der Flüssigkeitsstrom der einzelnen Kolonne wird über einen Frequenzumrichter an der Pumpe und ein Membranventil in der jeweiligen Pumpleitung eingestellt. Vor dem Membranventil befindet sich in beiden Pumpleitungen ein induktiver Durchflussmesser.

Die Messkolonne K450 setzt sich aus einzelnen Kolonnenschüssen zusammen, die in der Reihenfolge und Anordnung je nach Bedarf verändert werden können. Hydraulische Vermessungen benötigen einen anderen Kolonnenaufbau als eine Absorptionsmessung. Somit muss die Messkolonne K450 sehr flexibel im Aufbau sein. Für den Hold-up wird der Aufbau für den Druckverlust noch mit einer Waage (150 kg) und einem 100 Liter fassenden Behälter ergänzt. Wie in Kapitel 3.2.2 beschrieben gibt der Hold-up die Menge an Wasser an, die sich während des stationären Betriebs in der Füllkörperschüttung oder Packung befindet. Das Messsystem zur Bestimmung des Hold-ups [6], funktioniert über einen Überlaufrüssel am K450-Sumpf (Abbildung 12). Während des Anfahrens der Pumpe-K450 sinkt der Wasserpegel im K450-Sumpf, da die Pumpleitung, der Flüssigkeitsverteiler und die Packung erst mit Wasser befüllt werden müssen. Beim Erreichen eines stationären Betriebs stellt sich der Wasserpegel unter dem Überlaufrüssel ein und bleibt konstant. Der Wasserpegel im Sumpf wird bis zum Überlaufrüssel angefüllt, so dass kein Wasser über den Überlaufrüssel in den Behälter, der auf der Waage steht, fließt. Ist die Messkolonne in einem stationären Betrieb und der Sumpf bis zum Überlaufrüssel befüllt, werden die Pumpe-K450 und das Gebläse simultan ausgeschaltet. Somit fließt das gesamte Wasser, das sich in der Packung, dem Flüssigkeitsverteiler und der Pumpleitung befindet, zurück in den K450-Sumpf und durch den Pegelanstieg im Sumpf fließt das Wasser über den Überlaufrüssel weiter in den auf der Waage bereitgestellten Behälter. Von dem in den Behälter abgeflossenen und gewogenen Wasser werden das Volumen der Pumpleitung, des Flüssigkeitsverteilers und der Tropfen des freien Gasraums ober- und unterhalb der Packung abgezogen. Die nach der Subtraktion übrig bleibende Menge beschreibt den Hold-up an diesem Betriebspunkt. Den Hold-up auf diese Art zu bestimmen erfordert großen Zeit- und Pumpaufwand. Des Weiteren ist aufgrund der großen Wasseroberfläche und die daraus resultierende geringe Pegeländerung im Sumpf eine genaue Messung sehr schwer zu realisieren.





Abbildung 12: Messmethode für den Hold-up 2014

Im Gegensatz zur hydraulischen Vermessung muss der Aufbau für eine Absorptionsmessung stark verändert werden. Die bei Absorptionsmessungen verwendeten Schüsse besitzen zusätzlich zu den DN25-Druckmessstutzen noch längere DN25-Stutzen für die Gasmesslanzen und größere Stutzen für die Entnahme einer Flüssigkeitsprobe.

Die folgenden Parameter beziehen sich auf den Anlagenzustand vor der Standardisierung im August 2017. Der Messbereich für den Gasstrom in der Anlage reicht im Ausgangszustand von 300 bis 3000 Bm³/h, was einem F-Faktor von 1,0 bis 6 Pa^{0,5} entspricht. Der Flüssigkeitsstrom kann stufenlos zwischen einer Berieselungsdichte von 3 m³/(m²*h) (entspricht 0,42 m³/h) bis 300 m³/(m²*h) (entspricht 42 m³/h) eingestellt werden. Jeder Sumpf hat ein Volumen von 2,2 m³ und für große Absorbensmengen können die Vorlagebecken in der Halle mit insgesamt 10 m³ in die Versorgung der Anlage integriert werden. Die Druckaufnehmer an der Packung/Schüttung können einen Differenzdruck von bis zu 50 mbar bezogen auf 1,7 m Packungshöhe messen.

3.4.2 Probleme und Schwachstellen an der Anlage

Der intensive Betrieb und die unterschiedlichen Messungen haben einige Schwachstellen an der Anlage gezeigt. Eine Schwachstelle bedeutet jedoch nicht zwangsläufig, dass die Messungen falsch waren, aber es wird dadurch ersichtlich, dass Potential zur Verbesserung der Messmethoden vorhanden ist. Durch den Vergleich von Messergebnissen verschiedener Anlagen (Abbildung 13) wurde begonnen, die Pilotanlage kritisch und genau zu betrachten und jedes Messgerät zu überprüfen. In diesem Diagramm ist zu erkennen, dass die strichlierten Linien bei höherer Berieselungsdichte eine größere Steigung aufweisen und nicht mehr parallel zu den Linien der niedrigeren Berieselungsdichte sind. Die durchgezogenen Linien sind Messergebnisse des gleichen Füllkörpertyps, jedoch sind diese an einer anderen Anlage bestimmt worden. Es ist deutlich zu erkennen, dass sich die beiden Anlagen in den Ergebnissen unterscheiden. Aufgrund dieser Erkenntnisse wurde die



Pilotanlage auf mögliche Fehlerquellen und Gründe für diese Abweichung untersucht. Die Position des Staugitters (Gasvolumenstrommessung) ist, wie in Abbildung 11 dargestellt, nicht ideal. Eine Durchflussmessung benötigt eine gewisse Beruhigungsstrecke, in der sich eine laminare Strömung im Rohr ausbilden kann. Die Beruhigungsstrecke sollte frei von Einbauten oder Bögen sein, um nicht die Strömung durch Turbulenzbildung zu beeinflussen. Die Länge dieser Beruhigungsstrecke hängt von der Art des Messgeräts ab und kann vom zehn- bis zum vierzigfachen des Rohrinnendurchmessers betragen. An der Pilotanlage ist in der Abluftleitung nach dem Doppelbogen eine zu kurze Beruhigungsstrecke vor dem Staugitter vorhanden. Zusätzlich wurde beim Bau der Anlage das Staugitter in ein Rohrstück eingesetzt, das einen etwas größeren Innendurchmesser als die restliche Abluftleitung hat. Das Messprinzip eines Staugitters beruht auf einer Differenzdruckmessung, welche den Druck vor und nach dem Gitter bestimmt und über diese Differenz die Gasgeschwindigkeit ermittelt. Der gemessene Differenzdruck beträgt nur einige Pascal, wodurch ein sehr sensibles Gerät für die Messung erforderlich ist. An der Pilotanlage sind diese beiden Differenzdruckleitungen vom Staugitter zu den Druckaufnehmern sehr lange (>5 m) ausgeführt, wodurch sich wieder Messungenauigkeiten aufgrund der Länge ergeben können.



Abbildung 13: Vergleich der Messergebnisse mit einer anderen Anlage

Eine geplante Verbesserung der Pilotanlage wäre eine Messbereichserweiterung des Gasstroms und somit auch des Bereichs für eine hydraulische Charakterisierung. Wie oben erwähnt ist es an der Pilotanlage möglich, Gasströme von F = 1 Pa^{0,5} bis 5 Pa^{0,5} zu erzeugen und zu vermessen. Die Messbereichserweiterung wäre für den unteren Bereich gedacht. Das Ziel wäre ein stabiler Gasstrom bei F = 0,1 Pa^{0,5}. Jedoch ist dieses Ziel nicht einfach zu



erreichen. Erzeugt wird der Gasstrom von einem Gebläse mit einer Leistung von 11 kW. Ein F-Faktor von 0,1 Pa^{0,5} ergibt umgerechnet einen Gasstrom von 45 m³/h, ein F-Faktor von 5 Pa^{0,5} einen Gasstrom von 2265 m³/h. Das Problem daran ist, einen konstanten und stabilen Betrieb eines Gebläses über einen so großen Betriebsbereich zu realisieren. Mit der aktuellen Gebläseregelung durch einen Frequenzumrichter und einer Drosselklappe vor dem Gebläse ist ein stabiler Betrieb in einem Bereich unter 300 m³/h nicht möglich. Somit muss eine weitere Regelmöglichkeit, um den Gasstrom durch die Anlage zu reduzieren, gefunden werden.

Die in Kapitel 3.4.1 beschriebene Messmethode zur Bestimmung des Hold-ups an der Pilotanlage stellt eine sehr aufwendige und auch ungenaue Art zur Messung des Hold-ups dar. Ein großer Fortschritt wäre ein System, das kein ständiges Aus- und Einschalten der Anlage erfordert und bei dem das Wasser nicht aus der Kolonne abgeführt werden muss.

Zusätzlich werden Arbeiten durchgeführt, um den Umbau zwischen verschiedenen Messkonfigurationen der Pilotanlage zu erleichtern. Unter anderem ist das Versetzen eines IPE-Trägers aus der zweiten Etage geplant, um die Kranarbeiten an der Kolonne zu erleichtern. Zusätzlich soll auch die Gaszudosierleitung versetzt werden, um etwaige Beschädigungen durch Kranarbeiten an der bestehenden Leitung zu vermeiden. Desweiteren sollen die über die SPS verarbeiteten Messdaten über eine Runtime online auf einem PC aufgezeichnet werden, um über den Verlauf einen rechnerischen Mittelwert der Daten erstellen zu können. Im Kapitel 4 wird auch auf diese Arbeiten der Planungsphase eingegangen.

3.4.3 Durchführung einer Netzmessung (Schwerlinien-Verfahren)

Aufgrund der oben erwähnten Schwachstellen des Staugitters wurde versucht mit Hilfe einer Netzmessung die Volumenstrommessung zu überprüfen und eine Ausgleichsgerade für diese Messung zu erstellen. Für diese Netzmessung wurden zwei verschiedene mobile der Gasgeschwindigkeit Handmessgeräte zur Bestimmung eingesetzt. lst die Gasgeschwindigkeit in einem Rohr bekannt, kann über die Querschnittsfläche der Volumenstrom im Rohr bestimmt werden. Die Problematik an dieser Gasgeschwindigkeitsmessung ist das bei einer laminaren Strömung ausgebildete Strömungsprofil in einem Rohr. Abbildung 14 zeigt ein laminares Strömungsprofil, das über den Rohrquerschnitt einen parabolischen Verlauf aufweist. Im Bereich nahe der Rohrwand wird die Strömung aufgrund der Rohrreibung verlangsamt. Zur Mitte hin nimmt diese Reibung immer weiter ab, wodurch die Gasgeschwindigkeit zunimmt und in der Mitte ein Maximum aufweist.







Aufgrund dieses Strömungsprofils wird das Schwerlinien-Verfahren angewandt, um eine genauere Bestimmung des Volumenstroms zu ermöglichen. Bei diesem Verfahren wird der Kreisquerschnitt in *n* flächengleiche Teilflächen aufgeteilt. Abbildung 15 zeigt eine solche Aufteilung im Schwerlinien-Verfahren. Die Sondenposition zur Geschwindigkeitsbestimmung wird durch die Schwerlinie der Teilfläche angegeben. Die Schwerlinie ist der strichlierte Kreis, der die entsprechende Teilfläche flächenmäßig halbiert.



Abbildung 15: Rohrquerschnitt beim Schwerlinien-Verfahren [7]

Die Radien $(r_1 - r_n)$ der Teilflächen werden mit der Glg. 4 bestimmt.



$$\frac{r_i}{R} = \sqrt{1 - \frac{2i - 1}{2n}}$$
 Glg. 4

Die Sondenposition $(y_1 - y_n)$ wird mit Hilfe der Glg. 5 ermittelt. Dies entspricht dem Abstand von der Rohrinnenwand bis zur Schwerlinie der entsprechenden Teilfläche *i*.

$$\frac{y_i}{D} = \frac{1}{2} \left(1 - \sqrt{1 - \frac{2i - 1}{2n}} \right)$$
 Glg. 5

Die Gasgeschwindigkeit wurde mit einem Hitzdrahtanemometer und einem Flügelradsensor an verschiedenen Stellen der Anlage über das Schwerlinien-Verfahren gemessen. Mit der Glg. 6 wird aus den Geschwindigkeiten und der Querschnittsfläche der Volumenstrom im Rohr bestimmt.

$$\dot{V} = A \cdot \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^{n} v_i$$
 Glg. 6

Abbildung 16 zeigt die Ergebnisse des Hitzdrahtanemometers mit Hilfe des Schwerlinienverfahrens verglichen mit den Messergebnissen des Staugitters. Die schwarze durchgezogene Linie stellt die 45-Grad-Linie des Staugitters dar. Die Messpunkte des Hitzdrahtanemometers zeigen eine durchschnittliche Abweichung von 5-10% von der 45-Grad-Linie. Es wurde an verschiedenen Stellen der Anlage versucht Vergleichslinien zu erstellen, jedoch konnte mit den meisten Messungen keine Aussage getroffen werden, da die Abweichungen unregelmäßig und viel zu hoch waren. Messungen mit mobilen Durchflussmessgeräten sind sehr kritisch zu betrachten, da viele individuelle Einflüsse auf die Messung einwirken. So kann bei einem Flügelradsensor schon bei einer leichten Verdrehung der Sonde eine große Abweichung der gemessenen Geschwindigkeit festgestellt werden. Mit den Ergebnissen dieser Netzmessung kann ein Fehler bei der Durchflussmessung mit dem Staugitter nicht ausgeschlossen oder korrigiert werden. In Abbildung 16 ist aber gut zu erkennen, dass die Abweichung aller Messpunkte des Hitzdrahtanemometers über der 45-Grad-Linie des Staugitters liegt. Um die richtige Funktionsweise des Staugitters zu überprüfen wird eine zusätzliche Referenzmessung mit einem geeichten Gerät als weitere Vorgehensweise erforderlich sein.





Abbildung 16: Vergleich von Staugitter und Hitzdrahtanemometer



4 Planungsphase

Zu Beginn der Planungsphase werden verschiedene Lösungsansätze für das betrachtete Problem oder das geplante Vorhaben entworfen. In einer Kleingruppe werden Ideen diskutiert und kritisch hinterfragt, um frühzeitig Schwachstellen und Planungsfehler zu entdecken. Fehler, die in der Planungsphase gemacht und erst später im Projekt entdeckt werden, haben oftmals sehr große Auswirkungen auf den nachfolgenden Projektablauf. Umso wichtiger ist es, die Lösungsansätze genau zu betrachten und zu bewerten. Nach dieser Bewertung wird eine Entscheidung getroffen und der gewählte Lösungsansatz näher studiert. Eine 3D-Zeichnung wird angefertigt, um den Platzbedarf festzustellen und eine genauere Vorstellung der Umsetzung zu bekommen. Anlagenteile wie Pumpen und Gebläse werden ausgelegt und richtig angeordnet. Während der gesamten Planungsphase müssen die Funktionsweise und auch mögliche Problemstellen an der Umsetzung immer wieder genau hinterfragt werden. Nur so ist es möglich, frühzeitig Fehler zu vermeiden. Mit den ausgearbeiteten Pumpenspezifikationen werden Angebote für Pumpen eingeholt. Um die Pumpen und andere elektrische Bauteile später ansteuern zu können, müssen diese im Schaltschrank und in der Speicherprogrammierbaren Steuerung (SPS) integriert und verkabelt werden. Über die 3D-Zeichnungen werden Materiallisten für den Rohrleitungsbau und Fertigungszeichnungen für Einzelteile abgeleitet. Am Ende der Planungsphase werden alle Kosten der Angebote aufgelistet und ein Dokument mit den ausgearbeiteten Unterlagen für das Projekt erstellt. Anhand dieser Unterlagen wird die Investitionsentscheidung für das Projekt getroffen.

4.1 Regelung und Drosselung des Gasvolumenstroms

Gebläse und Pumpen werden von Asynchronmotoren angetrieben, die abhängig von der Polpaarzahl eine fixe Drehzahl haben. Somit hat ein Gebläse auch nur eine Förderleistung, die sich über dem Druckverlust der Anlage einstellt. Die Leistung eines Gebläses teilt sich in überwindbaren Druckverlust und förderbaren Volumenstrom auf. Mit einer sogenannten Gebläse- und Anlagenkennlinie (Abbildung 17) kann man diese Verteilung von Druck und Fördermenge in jedem Arbeitspunkt bestimmen. Der Arbeitspunkt des Gebläses liegt am Schnittpunkt der Gebläse- und Anlagenkennlinie. Um verschiedene Volumenströme mit dem Gebläse zu fördern, kann die Anlagenkennlinie über Ventile und Klappen verändert werden. Wird der Druckverlust in der Anlage größer, sinkt der förderbare Volumenstrom ab (in Abbildung 17 die Drosselregelung). An der Pilotanlage funktioniert die Gebläseregelung über eine Kombination von mehreren Regelmöglichkeiten, um die Gebläse- und Anlagenkennlinie zu verändern. In den Kapiteln 4.1.1 bis 4.1.3 werden diese Regelungsarten näher beschrieben.





Abbildung 17: Gebläse- und Anlagenkennlinie

4.1.1 Drehzahlsteuerung mittels Frequenzumrichter

Ein Gebläse besteht grundsätzlich aus zwei Komponenten, dem Ventilator (Verdichter) und einem Antriebselement, das meist als Asynchronmotor ausgeführt wird. Dieser Asynchronmotor dreht ohne Frequenzumrichter (FU) mit der Netzfrequenz von 50Hz. Mit Hilfe eines FU kann die Frequenz verändert werden und somit auch der Förderstrom des Gebläses. Der FU kann direkt am Gerät oder durch eine SPS angesteuert werden. An der Pilotanlage wird das Gebläse in einem Bereich von 30 - 100% über einen FU gesteuert. Unter 30% (~800 m³/h; F = 1,5 Pa^{0,5}) ist kein stabiler und konstanter Förderbetrieb aufgrund der Baugröße des Gebläses mehr möglich. Außerdem wird das Gebläse eigengekühlt, wobei die benötigte Kühlleistung eine Drehzahl von mindestens 30% erfordert.

4.1.2 Drosselregelung eines Gebläses

Eine weitere Regelmöglichkeit für ein Gebläse bietet die Drosselregelung. Bei dieser wird dem Gebläse eine Klappe/Ventil vor- oder nachgeschaltet (siehe Abbildung 18), um die Querschnittsfläche zu verringern und somit den Druck zu erhöhen. Die Glg. 7 zeigt den Zusammenhang von Leistung (P), Druckunterschied (Δp) und Volumenstrom (\dot{V}). Die Leistung (P) des Gebläses bleibt konstant. Wird nun aufgrund der Querschnittsverengung (Klappe) der Druckunterschied ($\Delta p\uparrow$) größer, muss der Volumenstrom ($\dot{V}\downarrow$) kleiner werden. An der Pilotanlage ist eine solche Drosselung, wie in Abbildung 18 ersichtlich ist, angeordnet. Durch diese Drosselung wird der stabile Betriebsbereich des Gebläses bis zu einem Volumenstrom von 300 m³/h (F~1 Pa^{0,5}) nach unten ermöglicht. Abbildung 19 zeigt die Drosselklappe der Pilotanlage. Mit der PP-Platte wird der Querschnitt im Rohr verringert und der Arbeitspunkt (Abbildung 17) bei der Drosselregelung nach links zum höheren Druck hin verschoben.





Abbildung 18: Schaltbild einer Drosselregelung bei einem Gebläse

$$P = \Delta p * \dot{V}$$

Glg. 7



Abbildung 19: Ausgebaute Drosselklappe vor dem Gebläse

4.1.3 Falschluftansaugung

In Abbildung 20 ist das Prinzip einer Falschluftansaugung mit Hilfe eines Sankey-Diagramms dargestellt. Das vereinfachte Schaltbild (Abbildung 22) zeigt die Funktionsweise der Falschluft an der Pilotanlage. Das Gebläse (G) saugt im Normalbetrieb Luft aus der Anlage (A) an und die Klappe (K) ist geschlossen. Um den Volumenstrom durch die Anlage weiter zu reduzieren, wird nun die Klappe geöffnet und das Gebläse saugt bei gleicher Leistung die Luft aus der Anlage und der Umgebung (U) an. Durch die konstante Leistung des Gebläses teilt sich der angesaugte Volumenstrom auf die aus der Anlage und aus der Umgebung angesaugte Luft auf (Glg. 8). Dies ermöglicht den Gasstrom durch die Kolonne weiter als nur mit der Drosselregelung (siehe auch Kapitel 4.1.2) zu reduzieren.





Abbildung 20: Prinzip einer Falschluftansaugung in einem Sankey-Diagramm



Abbildung 21: Schaltbild einer Falschluftansaugung

$$P = \Delta p * (\dot{V}_A + \dot{V}_U) \quad \Delta p, P \dots const.$$
 Glg. 8

4.1.3.1 Implementierung der Falschluftansaugung

Der Stutzen für die Falschluftansaugung wird direkt in die Gasleitung vor dem Gebläse (Abbildung 22) eingebaut. Die Drosselklappe (Kapitel 4.1.2) hat einen Durchmesser von 355 mm und regelt den Gasstrom durch die Anlage (rote Linie). Die in Abbildung 22 grün gezeichnete Leitung stellt die Falschluftleitung und die für die Regelung zugehörige Falschluftklappe mit einem Durchmesser von 90 mm dar. Mit der Falschluftklappe kann die Falschluft zu- oder abgeschaltet werden. Bei geöffneter Falschluftklappe kann mit der Drosselklappe die Verteilung des angesaugten Gases zwischen Falschluft und Anlage geregelt werden. Druckseitig des Gebläses befindet sich die blau gekennzeichnete Abluftleitung, in der das Staugitter für die Gasvolumenstrommessung integriert ist. Wie im Sankey-Diagramm (Abbildung 20) schematisch gezeigt wird, setzt sich die Abluft aus dem aus der Anlage und der Falschluftleitung angesaugten Gasstrom zusammen. Der für die Hydraulik und Absorptionsmessungen entscheidende Gasstrom durch die Anlage ist in Abbildung 22 rot dargestellt. Ist die Falschluftklappe geschlossen, so ist der Gasstrom durch



die Anlage und in der Abluftleitung gleich groß und kann mit dem Staugitter in der Abluftleitung gemessen werden. Bei geöffneter Falschluftklappe kann der Gasstrom durch die Anlage nicht mehr mit dem Staugitter bestimmt werden, da dieses erst in der Abluftleitung misst. Der gemessene Gasstrom in der Abluftleitung würde somit zusätzlich die Falschluft enthalten, die nicht durch die Anlage geströmt ist.

32



Abbildung 22: Implementierung der Falschluftansaugung

4.2 Gasvolumenstrommessung

Die bestehende Volumenstrommessung der Pilotanlage lieferte bei vergangenen Messungen häufig unzureichend genaue Messergebnisse. In Kapitel 3.4.2 wird näher auf die Probleme der bestehenden Messmethode mit dem Staugitter eingegangen. Zusätzlich zu der Messungenauigkeit des Staugitters steht das Bestreben, den Betriebsbereich der Anlage in Bezug auf den Gasvolumenstrom nach unten hin zu erweitern. Im Ausgangszustand (Stand August 2017) der Anlage ist der niedrigste stabile Betriebspunkt des Gebläses bei 300 Bm³/h (F=1 Pa^{0.5}) und dies sollte auf unter 100 Bm³/h (F<0,4 Pa^{0.5}) reduziert werden. Unter 300 Bm³/h ist es mit dem Staugitter nicht mehr möglich den Volumenstrom zu bestimmen. Aufgrund der Anlagenkonfiguration stehen nur zwei mögliche Messstellen und nur eine davon mit ausreichender Beruhigungsstrecke für eine Durchflussmessung zur Verfügung. Die Gasleitungen der Kolonnen haben eine Nennweite von DN 350. Somit wurde nach einer Messmethode gesucht, deren Messprinzip nicht auf Einbauten im Rohr beruht, wie z.B. bei einem Staugitter oder einer Messblende und dadurch die Rohrleitung umgebaut werden müsste. Das Prinzip einer Ultraschall-Durchflussmessung erfüllt diese Anforderungen und ist auch für das Rohrmaterial Polypropylen geeignet.


4.2.1 Messprinzip einer Ultraschall-Volumenstrommessung

Das Prinzip einer Ultraschall-Volumenstrommessung basiert auf einer Laufzeitdifferenzmessung. In Abbildung 23 sind zwei Sensoren dargestellt, die abwechselnd als Sender und Empfänger der Ultraschallwellen dienen. Das Medium bewegt sich in der eingezeichneten Strömungsrichtung. Der Schallimpuls von Sensor 1 (blaue Line) breitet sich mit der Strömungsrichtung aus und erfährt dadurch eine Beschleunigung. Im Gegensatz dazu verläuft der durch den Sensor 2 erzeugte Schallimpuls (rote Linie) entgegen der Strömungsrichtung, dieser wird dadurch verlangsamt. Die Zeit, die der jeweilige Schallimpuls für die Strecke benötigt, wird ermittelt. Aufgrund der unterschiedlichen Geschwindigkeiten, die ein Schallimpuls mit und entgegen der Strömungsrichtung benötigt, ergibt sich eine der Schallimpulse. Über diese Zeitdifferenz Zeitdifferenz beiden kann die Strömungsgeschwindigkeit des Mediums bestimmt werden. Der Volumenstrom ist proportional zu der durchströmten Querschnittsfläche (Glg. 9). Der Vorteil eines US-Messsystems ist die einfache Integration in der Anlage, ohne bauliche Veränderungen an dieser durchführen zu müssen. Mit einer Spannvorrichtung (Clamp-on) werden die beiden Sensoren außen am Rohr befestigt. Zwischen dem Sensor und dem Rohr wird ein Gel und eine Folie eingelegt, um Unebenheiten am Rohr auszugleichen und für eine gute Schallübertragung zu sorgen. Ultraschall kann nahezu bei jedem Werkstoff angewendet werden. Das einzige Kriterium ist, dass die Schallgeschwindigkeit in der Rohrwand viel größer ist als die Schallgeschwindigkeit im Medium. Vergleichsweise beträgt die Schallgeschwindigkeit in Polypropylen circa 2700 m/s und in Luft 330 m/s [8].

$$\dot{V} = v * A$$

Sensor 1

Abbildung 23: Prinzip einer Ultraschallmessung



Glg. 9

4.2.2 Implementierung an der Anlage

Abbildung 24 zeigt ein vereinfachtes Fließschema der Pilotanlage, das den Weg des Gasstroms darstellt. Die aktuelle Volumenstrommessung befindet sich druckseitig vom Gebläse vor dem Gasaustritt (FI Staugitter). Aufgrund der zusätzlich angesaugten Falschluft ist es nicht mehr möglich, den Gasstrom, der durch die Kolonnen (K450 und K600) strömt, mit dem Staugitter zu bestimmen. Die Ultraschallmessung (US - Messung) sollte vor der Falschluftansaugung unter Berücksichtigung der benötigten Beruhigungsstrecke installiert werden. Eine Beruhigungsstrecke sollte keine Einbauten oder Rohrbögen enthalten und dient dazu, eine laminare und turbulenzfreie Strömung des Gases an der Messstelle zu gewährleisten. Diese Anforderungen erfüllt die Verbindungsleitung zwischen den beiden Kolonnen K450 und K600 nicht. Einen Richtwert für die Länge der Beruhigungsstrecke gibt die Glg. 10. Die Beruhigungsstrecke in der Verbindungsleitung hat 3,5 m, das entspricht lediglich dem 10-fachen des Rohrinnendurchmessers und ist daher viel zu kurz. Jedoch sollte es nach Rücksprache mit dem Hersteller des US-Messgerätes möglich sein, das US-Messsystem in der Verbindungsleitung zu installieren und bei der Inbetriebnahme über ein zusätzliches, mobiles US-Messgerät zu kalibrieren. Dafür wird ein mobiles Messgerät im Abluftrohr nach dem Staugitter mit ausreichender Beruhigungsstrecke montiert, das den Volumenstrom misst. Mit dieser Messung soll das stationäre Gerät in der Verbindungsleitung anschließend kalibriert werden. Nach der Kalibration wird das mobile Messgerät wieder abgebaut und der tatsächliche Volumenstrom kann mit dem stationären Gerät in der Verbindungsleitung gemessen werden. Durch die Kombination der alten Staugitter-Messung und der neuen US-Messung ist es möglich, den durch die Kolonnen strömenden und den gesamten Gasstrom zu bestimmen. Die zusätzlich angesaugte Falschluft, um den Gasstrom durch die Kolonnen zu reduzieren, kann durch die Differenz der beiden Messungen eruiert werden. Abbildung 25 zeigt das 3-D-Modell der Pilotanlage.

 $L_{Beruhigung} \approx 40 * D_{Rohr}$

Glg. 10



Abbildung 24: Fließschema der Pilotanlage (Gasweg)





Abbildung 25: 3D-Übersicht der Pilotanlage

4.3 Hold-up

4.3.1 Messprinzip

Es gibt verschiedene Methoden den Hold-up in einer Kolonne zu bestimmen. Die neue Messmethode an der Pilotanlage benötigt einen Querschnitt, bei dem eine Füllstandsänderung im Literbereich eine bemerkbare und messbare Änderung an der Füllstandsanzeige ergibt. Das bedeutet, dass der Füllstand eines kleinen Querschnitts sehr stark auf Änderungen der Füllmenge reagiert und ein größerer Querschnitt wiederum weniger. Aus diesem Grund wird die Entscheidung getroffen für die Messung des Hold-ups nicht mehr den großen 2,2 m³ K450-Sumpf zu verwenden, sondern durch bauliche Maßnahmen einen zusätzlichen Sumpf (Hold-up-Sumpf) direkt oberhalb des großen K450-Sumpf in das untere Ende der Kolonne zu integrieren und somit den Querschnitt von ursprünglich 1,25m² auf 0,14m² zu verringern (Abbildung 26). In Kapitel 4.3.2 wird der



Aufbau des Hold-up-Sumpfs näher beschrieben und dargestellt. Die Funktionsweise der Hold-up Messung beruht, wie oben erwähnt, auf der Messung der Füllstandsdifferenz. Der Hold-up-Sumpf und die Pumpleitung sind zu Beginn der Messung mit Wasser befüllt. Beim Start der neu integrierten Hold-up-Pumpe stellt sich nun der Flüssigkeitskreislauf in der Kolonne ein. Der Füllstand im Hold-up-Sumpf sinkt um die Menge an Flüssigkeit, die sich während dem Betrieb im freien Gasraum, Flüssigkeitsverteiler und in der Packung/Schüttung befindet. Werden anschließend die Flüssigkeitsmengen vom freien Gasraum und des Flüssigkeitsverteilers von der Füllstandsdifferenz subtrahiert, ergibt sich der Hold-up des Betriebspunkts. Der detaillierte Versuchsablauf inklusive Berechnungsformeln werden in Kapitel 5.3 beschrieben.



Abbildung 26: 3D-Ansicht des K450-Sumpfs (grün) und des Hold-up-Sumpfs (orange)

4.3.2 Konstruktion des Hold-up-Sumpfs und der Pumpleitung

Die Höhe des Hold-up-Sumpfs wird nach oben hin von der Gitterebene und den IPE-Trägern der ersten Etage begrenzt. Um den Gasverteiler noch ohne Probleme ein- und ausbauen zu können, sollte ein Abstand von 50 mm zum IPE-Träger eingehalten werden. Der Durchmesser des Hold-up-Sumpfs wird durch den Kolonnendurchmesser vorgegeben und konnte nicht verändert werden. Aufgrund dieser baulichen Einschränkungen wurde der Sumpf mit einem Volumen von 110 Liter dimensioniert. Abbildung 27 zeigt eine explodierte Ansicht des Aufbaus. Ein Flanschring mit M10-Gewindeeinschlaghülsen wird direkt an der Sumpfoberfläche angeschweißt. Je nach Betriebsart (siehe Kapitel 4.4) wird die Zwischenplatte (Hold-up Messung, Single-Way Betriebsweise) oder der Zwischenring (Kreislauffahrweise) eingelegt. Darüber wird der Sumpfboden eingebaut und mit dem Flanschring auf der Sumpfoberfläche verschraubt. Die Konstruktion mit dem Flanschring und den Gewindeeinschlaghülsen benötigt, im Gegensatz zu einem normalen Flansch, der mit



einer Schraube und Mutter verbunden wird, nicht so viel Platz. Auf den Sumpfboden wird das Sumpfoberteil geschraubt, das aus einem Leerschuss der Kolonne umgebaut wurde. Der Gasverteilerschuss bildet den letzten Teil des Hold-up-Sumpfs, da an diesem Schuss das Füllstandsrohr über einen DN25 Stutzen angebracht ist.



Abbildung 27: Aufbau des Kolonnensumpfs

Eine wesentliche Änderung im System stellt der Sumpfboden (Abbildung 28) dar. Bei der Konstruktion dieses Teils wurde darauf geachtet, das Volumen im Inneren so groß wie möglich zu gestalten, um ein möglichst großes Sumpfvolumen für die Hold-up Bestimmung zur Verfügung zu stellen. Gleichzeitig sollen auch die Haltbarkeit und Stabilität des Bauteils für die häufigen Umbauarbeiten an der Anlage gegeben sein. Der Sumpfboden besitzt mehrere Funktionen. Über einen DN80-Losflansch wird die Hold-up-Pumpe an den Hold-up-Sumpf angeschlossen. Direkt nach dem Losflansch befindet sich in der Pumpleitung eine Absperrklappe (Hold-up-Klappe) um die Pumpleitung von der Kolonne abzutrennen. Ein Rohr mit der Nennweite DN25 dient als unterer Anschluss für die Füllstandsanzeige und durch ein T-Stück auch gleichzeitig für die Flüssigkeitsprobenentnahme. In Abbildung 28 ist



eine Bohrung in der Mitte des Sumpfbodens zu sehen, welche die verschiedenen Betriebsarten des Hold-up-Sumpfs ermöglicht. Unter dem Sumpfboden wird, je nach Betriebsart, entweder der Zwischenring oder die Zwischenplatte eingelegt (Abbildung 27). Der Zwischenring dient der herkömmlichen Betriebsweise der Anlage, welche auf der Kreislaufführung der Flüssigphase beruht. Das Wasser kommt von oben aus der Packung/Schüttung und kann direkt durch den Zwischenring in den K450-Sumpf abfließen. Am Kugelhahn der Füllstandsmessung kann auch in dieser Konfiguration eine Flüssigkeitsprobe gezogen werden. Bei dieser Kolonnenkonfiguration kann mit der vorhin erwähnten Hold-up-Klappe die Pumpleitung zur Hold-up-Pumpe abgesperrt werden. Ist hingegen die Zwischenplatte unter dem Sumpfboden eingebaut, wird der K450-Sumpf von der Kolonne abgetrennt und das Wasser kann im Hold-up-Sumpf aufgefangen werden. Auf die verschiedenen Betriebsarten und Kreisläufe der Anlage wird in Kapitel 4.4 näher eingegangen.



Abbildung 28: 3D-Ansicht des Sumpfbodens

Nachdem das Volumen und die Bauhöhe des Hold-up-Sumpfs in der Konstruktion festgelegt wurden, konnte mit der Auslegung der neuen Pumpe für den Hold-up-Kreislauf begonnen werden. Die Berechnung der nötigen Förderhöhe über die geodätische Höhe, des Widerstandes der Bögen, des Rückschlagventiles und der Klappen ist im Anhang enthalten. Für das benötigte Fördervolumen der Pumpe wurde der Volumenstrom der höchsten Berieselungsdichte, für die ein Hold-up bestimmt werden soll, mit einer zusätzlichen Sicherheit von 15% herangezogen. Wichtig für die Dauerfestigkeit und Haltbarkeit einer Pumpe ist die Materialabstimmung mit dem Fördermedium. An der Pilotanlage reicht der pH-Wert des Fördermediums bei Schwefel- oder Salzsäure beladenem Wasser von zwei und bei nicht verbrauchter Natronlauge vor einem Abscheideversuch bis zu dreizehn. Das bedeutet, dass das Laufrad und das Innere des Gehäuses sind sehr aggressiven Medien ausgesetzt sind. Für diese Medien eignen sich Pumpen mit einer Magnetkupplung, da keine Dichtungen zum Antriebsmotor vorhanden sind, die durch aggressive Medien zerstört werden könnten. Die Teile, die mit dem Medium in Berührung kommen, müssen aus dementsprechend korrosionsbeständigen Werkstoffen bestehen. Dafür eignet sich Polypropylen, aus dem auch die gesamte Kolonne und Peripherie der Anlage gebaut wurde. Angesteuert wird die Hold-



up-Pumpe über einen externen FU, der im Schaltkasten und in der SPS integriert wird. Verwendet wird eine Kreiselpumpe des Typs Schmitt MPN190. Alle medienberührenden Teile (Laufrad, Gehäuse innen) sind aus Polypropylen gefertigt und die Kraftübertragung übernimmt eine Magnetkupplung. Die Pumpe fördert maximal 23,4 m³/h und kann eine Förderhöhe von 32 m überwinden.

Eine zentrale Rolle in der Planung stellte die Verschaltung der beiden Pumpen und die Konstruktion der neuen Pumpleitungsabschnitte dar. Der Ausgangszustand der Pumpleitung ist in Abbildung 29 ersichtlich. Die Pumpe-K450 saugt Wasser aus dem Sumpf an und fördert dieses zum Flüssigkeitsverteiler in der Kolonne. Aus der Pumpleitung wird ein Teilstrom für die Analytik (pH-Wert; Temperatur) der Flüssigkeit abgezweigt. Die Bypassleitung an der Pumpleitung bietet die Möglichkeit einer zusätzlichen Regelungsart des Flüssigkeitsvolumenstroms. Jedoch funktioniert die Regelung über den FU und das Membranventil sehr gut, so dass diese Bypassleitung für Regelzwecke nicht benutzt wird.



Abbildung 29: Ausgangszustand der Pumpleitung

Das Ziel bei der Planung und Konstruktion des neuen Pumpleitungsabschnitts war eine Zwangsverschaltung der beiden Pumpen, ohne ein häufiges Eingreifen des Anlagenbetreibers zu erfordern. Abbildung 30 zeigt das 3D-Modell des geplanten neuen Pumpleitungsabschnitts an der Messkolonne. Aufgrund des geringen Platzangebots müssen zuerst bestehende, kleinere Leitungen verändert werden. Dafür wird ein Teil der Halterungsplatte der Analytik ausgeschnitten und die gesamte Rohrleitung der Analytik um 150 mm nach unten an den darunter befindlichen Entleerungsstutzen für die Pumpleitung versetzt. Dieser Stutzen ist überflüssig, da die Pumpleitung auch über den Kugelhahn der Analytikrohrleitung entleert werden kann. An den hierdurch freigewordenen und ursprünglich



für die Analytikleitung verwendeten Stutzen wird die neue Bypassleitung angebracht, die entlang des Sumpfs verläuft.

Das Herzstück der Pumpleitung bildet der 4-Wege-Stern mit zwei handverstellbaren DN80-Klappen und zwei federvorgespannten Rückschlagventilen. Zu diesem 4-Wege-Stern führen über jeweils ein Rückschlagventil die Druckleitungen der beiden Pumpen. Das Rückschlagventil wird so eingebaut, dass kein Wasser zur Pumpe zurückgedrückt werden kann. Das bedeutet, die Hold-up-Pumpe schließt bei Durchfluss das Rückschlagventil der Munsch-Pumpe und umgekehrt. An den anderen zwei Anschlüssen des 4-Wege-Sterns werden die abführenden Leitungen über Klappen angeschlossen. Die eine Leitung führt, wie die ursprüngliche Pumpleitung im Ausgangszustand, zum Flüssigkeitsverteiler der Kolonne. Der vierte Anschluss bietet die Möglichkeit einer schnellen Entleerung des K450-Sumpfs, sowie der Pumpleitung in die Vorlagebecken oder in den Abfluss. Aufgrund der Positionierung der Rückschlagventile ist kein Umschalten per Hand zwischen den Pumpen an der Pumpleitung nötig. Lediglich beim Wechsel vom Kolonnenbetrieb zum Entleeren müssen die beiden Klappen am 4-Wege-Stern umgestellt werden. Abbildung 31 zeigt das P&I der neuen Kolonnenkonfiguration.



Abbildung 30: Neuaufbau der Pumpleitung K450





Abbildung 31: P&I der neuen Kolonnenkonfiguration für die Fluiddynamik



4.3.3 Füllstandsanzeige

Wie zuvor erwähnt beruht die Bestimmung des Hold-up auf der Messung einer Füllstandsdifferenz. Abbildung 32 zeigt die Füllstandsanzeige am Kolonnensumpf. Das Material, aus dem das Füllstandsrohr besteht, ist durchsichtiges Polyvinylchlorid (PVC-U), um den Füllstand im Sumpf auch sehen zu können. Die zweite Messmethode für den Füllstand ist eine mikrowellengestützte Füllstandsmessung, die in das Füllstandsrohr zusätzlich eingebaut wird. Dieser Sensor eignet sich für verschiedenste Medien, die in der Pilotanlage verwendet werden, wie z.B. deionisiertes Wasser, Natronlauge oder verdünnte saure Lösungen. Ein Mikrowellensensor sendet ein Signal, das durch das umgebende Medium (fest/flüssig) gedämpft wird und somit der Empfänger ein schwächeres Signal erhält. Über diese Signalschwächung wird über die SPS und eine hinterlegte Umrechnung des Signals der Füllstand im Behälter ermittelt. Das Ausgangssignal des Sensors beträgt 4-20 mA auf einer Sondenlänge von 800 mm. Das T-Stück und der Kugelhahn am unteren Anschluss dienen als Probenentnahmestellen bei Stoffaustauschmessungen.



Abbildung 32: Füllstandssensor zwischen Sumpfboden und Gasverteilerschuss

4.3.4 Änderung der Kolonnenkonfiguration

Im Ausgangszustand war der Gasverteilerschuss direkt am Sumpf angeschweißt. Die Implementierung des neuen Kolonnensumpfs erfordert ein Höhersetzen des Gasverteilers der Messkolonne K450. Je mehr Volumen im neuen Kolonnensumpf zur Verfügung steht, umso höhere Berieselungsdichten können bei der Hold-up Vermessung verwendet werden. Begrenzt wird das Anheben des Gasverteilers durch die Stahlbau-IPE-Träger der ersten Ebene. Die Verbindungsleitung zwischen K600 und K450 muss um diese Länge gekürzt werden, die der Gasverteiler nach oben gesetzt wird. Anschließend werden die Verbindungsleitung und das herausgeschnittene Leitungsstück mit einer Flanschverbindung



versehen, um einen eventuellen Rückbau der Pilotanlage auf die ursprüngliche Kolonnenkonfiguration zu ermöglichen. Wichtig bei Änderungen an der Kolonne ist, dass die Höhe des Gebläse- und Pumpleitungsanschlussflansches (Abbildung 33) beibehalten werden, da diese im Zuge des Umbaus nicht verändert werden.



Abbildung 33: Seitenansicht der Kolonne mit Bemaßung der Anschlüsse

4.4 Betriebsmöglichkeiten

An der Pilotanlage werden Eigenschaften von Füllkörpern und Packungen charakterisiert, neue Stoffsysteme untersucht und auch Praxiserfahrung an Studenten in Laborübungen vermittelt. Diese unterschiedlichen Einsatzgebiete erfordern verschiedene Mess- und Betriebsarten und der Umbau zwischen diesen soll einfach und ohne großen Aufwand durchführbar sein.

4.4.1 Hydraulische Vermessung inklusive Hold-up Bestimmung (B≤120 m³/(m²*h)

Für die Bestimmung des Hold-ups wird die Zwischenplatte unter dem Sumpfboden eingebaut. Der Hold-up-Sumpf ist mit dieser Platte nach unten hin zum K450-Sumpf verschlossen. Der Sumpf wird mit der Pumpe-K450 bis zur Obergrenze der Füllstandsmessung mit deionisiertem Wasser befüllt. Bei maximaler Füllstandsanzeige



befinden sich 110 Liter Flüssigkeit im Hold-up-Sumpf und durch die Verschaltung mit den Rückschlagventilen bleibt auch die Wassersäule bis zum Flüssigkeitsverteiler in der Pumpleitung bestehen. Die Hold-up-Pumpe wird eingeschaltet und fördert das Wasser in den Flüssigkeitsverteiler am Kopf der Kolonne, von wo es über die Packung wieder in den Hold-up-Sumpf zurückrieselt. Mit dem FU der Pumpe und über das Membranventil wird der Flüssigkeitsstrom in der Kolonne eingestellt. Ist der angestrebte Betriebspunkt (Berieselungsdichte, F-Faktor) erreicht, stellt sich ein Füllstand im Hold-up-Sumpf ein, der an der digitalen Füllstandsanzeige oder direkt am Füllstandsrohr abgelesen werden kann. Über die Differenz der beiden Füllstände, abzüglich des Flüssigkeitsvolumens im freien Gasraum und des Flüssigkeitsverteilers ergibt sich der Hold-up. Diese beiden Volumina werden von der Füllstandsdifferenz abgezogen, weil erst im Betrieb an diese Stellen das Wasser hingelangt. Ansonsten würde die Messung einen höheren Hold-up ergeben, als tatsächlich vorhanden war.

4.4.2 Hydraulische Vermessung für hohe Berieselungsdichten (B>120 m³/(m^{2*}h))

Sollte eine Vermessung der Hydraulik von Füllkörpern oder Packungen bei größeren Berieselungsdichten als B=120 m³/(m^{2*}h) nötig sein, so kann der Hold-up-Sumpf aufgrund seines begrenzten Volumens nicht mehr verwendet werden und es muss für die Verwendung des K450-Sumpfs umgebaut werden. Dazu wird unter dem Sumpfboden die Zwischenplatte durch den Zwischenring ersetzt und die Pumpleitung der HU-Pumpe mittels der Klappe abgesperrt. Somit kann das Wasser direkt in den K450-Sumpf abfließen und es stehen große Wassermengen für den Kreislauf zur Verfügung. Die Munsch-Pumpe entnimmt das Wasser direkt aus dem K450-Sumpf und speist damit die Kolonne. Durch diese Konfiguration der Kolonne und das große Flüssigkeitsvolumen im Sumpf können sehr hohe Berieselungsdichten vermessen werden. Bei dieser Kolonnenkonfiguration kann allerdings keine Hold-up Vermessung sondern nur die Druckverlustmessung durchgeführt werden.

4.4.3 Stoffaustauschmessungen im Single-Way-Betrieb

Neben der Hydraulik und des Hold-ups von Füllkörpern und Packungen werden auch Stoffaustauschmessungen (Absorption und Desorption) an der Pilotanlage durchgeführt. Im Single-Way-Betrieb wird die vorbereitete Waschflüssigkeit nur einmal durch die Anlage gefördert. Die verbrauchte Flüssigkeit wird anschließend in einem getrennten Behälter aufgefangen um die frische Waschflüssigkeit nicht zu verunreinigen. Es gibt verschiedene Möglichkeiten diesen Single-Way-Betrieb an der Pilotanlage zu realisieren, entscheidend sind die Menge und Art des Absorbens. Gefährliche Flüssigkeiten können nicht im Vorlagebecken vorbereitet und gelagert werden.



4.4.3.1 Single-Way mit gefährlichen Absorbens

Gefährliche Waschflüssigkeiten wie z.B. höher konzentrierte Natronlauge oder Salzsäure müssen in geschlossenen Behältern in der Anlage verwendet werden. Somit ist es nicht möglich, die Vorlagebecken für diese Art von Absorbens zu nutzen. Es gibt zwei Möglichkeiten Single-Way Stoffaustauschversuche mit gefährlichen Flüssigkeiten durchzuführen. Die beiden Varianten sind für Absorbensmengen bis zu 2200 Litern geeignet.

Abbildung 34 zeigt eine schematische Darstellung der Flüssigkeitswege für die erste Variante. Als Vorlagebehälter der frischen Waschflüssigkeit (grüne Linie) dient der K600-Sumpf. Über die Bypassleitung speist die Pumpe-K600 beide Kolonnen simultan und der Durchfluss jeder einzelnen wird über die Membranventile geregelt. Die verbrauchte Flüssigkeit (rote Linie) wird im K450-Sumpf aufgefangen. In der K450 ist unter dem Sumpfboden der Zwischenring eingebaut, damit die Flüssigkeit in den K450-Sumpf ablaufen kann. Der Vorteil dieser Betriebsweise ist ein einfaches Befüllen des K600-Sumpfs über periphere Tauchpumpen. Zur Entleerung des K450-Sumpfs fördert die Pumpe-K450 die verbrauchte Waschflüssigkeit über den 4-Wege-Stern Auslassstutzen aus der Anlage. Mit dieser Betriebsweise ist es möglich, Absorbensmengen von bis zu 2200 Litern (Größe eines Sumpfs) zu verwenden.



Abbildung 34: Schematische Darstellung des Flüssigkeitswegs der Variante 1

Für die zweite Variante des Single-Way Betriebs mit gefährlichen Flüssigkeiten wird die Zwischenplatte unter dem Sumpfboden der K450 benötigt, um die verbrauchte Flüssigkeit im Hold-up-Sumpf aufzufangen (Abbildung 35). Die Kolonne K600 wird wie bei der hydraulischen Vermessung mit deionisiertem Wasser betrieben und dient nur zur Sättigung des Gases. Als Vorlagebehälter dient der K450-Sumpf mit einem Fassungsvermögen von 2200 Litern. Über die Pumpe-K450 wird frische Waschflüssigkeit in die Kolonne K450



eingebracht. Die verbrauchte Flüssigkeit (rot) wird im Hold-up-Sumpf aufgefangen und über die Hold-up-Pumpe in einen Behälter (z.B. IBC-Tank) abgepumpt. Der Vorteil der Variante 2 besteht darin, dass die Kolonne K600 nicht mit der Waschflüssigkeit kontaminiert wird und anschließend nicht gereinigt werden muss, da sie nur mit deionisiertem Wasser betrieben wird.



Abbildung 35: Schematische Darstellung des Flüssigkeitswegs der Variante 2

4.4.3.2 Single-Way mit ungefährlichen Medien

Natürlich ist es möglich jede für gefährliche Medien geeignete Betriebsweise auch für ungefährliche Medien zu verwenden, aber nicht umgekehrt. Ungefährliche Flüssigkeiten bedenkenlos können in den beiden Vorlagebecken im vorderen Teil der Verfahrenstechnikhalle vorbereitet und gelagert werden. Somit steigt das Volumen der Vorlagebehälter auf 7,2 m³ (5 m³ Vorlagebecken und 2,2 m³ K600 Sumpf). Im Vorlagebecken 1 und K600-Sumpf befindet sich die frische Waschflüssigkeit. Über einen Endschalter im K600-Sumpf wird die Tauchpumpe im Becken 1 angesteuert, um ein Überfüllen des Sumpfs zu verhindern. Die Pumpe-K600 speist über die Bypassleitung beide Kolonnen simultan mit frischer Waschflüssigkeit. Durch den Zwischenring unter dem Sumpfboden kann die verbrauchte Flüssigkeit in den K450-Sumpf ablaufen und mit der Pumpe-K450 in das Becken 2 abgepumpt werden. Dieser Aufbau ermöglicht die größte Waschflüssigkeitsmenge im Single-Way Betrieb der Anlage. Stoffaustauschmessungen mit einer größeren Anzahl an zu bestimmenden Betriebspunkten und Schadstoffkonzentrationen benötigen mehr Zeit bei der Durchführung. Diese zusätzliche Zeit muss mit einer größeren Menge an Waschflüssigkeit gedeckt werden, da der Flüssigkeitsstrom während des Versuchs nicht unterbrochen werden darf.





Abbildung 36: Schematische Darstellung des Flüssigkeitswegs ungefährlicher Medien

4.4.4 Stoffaustauschmessungen mit Kreislaufbetrieb

Im Kreislaufbetrieb wird die Waschflüssigkeit mehrmals in den Reaktionsraum der Kolonne eingebracht. Mit zunehmender Versuchsdauer verändert sich somit die Waschflüssigkeit, da die Aufnahmekapazität der Flüssigkeit aufgrund des absorbierten Stoffes verringert wird. Für den Kreislaufbetrieb ist eine Betriebsart für große Absorbensmengen (bis 7,2 m³), eine für kleinere Mengen (bis 2,2 m³) und eine für Kleinstmengen (bis 100 Liter) möglich.

4.4.4.1 Kreislaufbetrieb mit großen Absorbensmengen

Abbildung 37 zeigt den schematischen Aufbau des Kreislaufbetriebs mit großen Absorbensmengen. Dieser ist gleich dem Aufbau der in Kapitel 4.4.3.2 beschriebenen Betriebsart. Zu Beginn der Messung ist der Arbeitsablauf gleich dem Single-Way Betrieb. Die Pumpe-K600 versorgt beide Kolonnen simultan (grüne Linie) und der K600-Sumpf wird durch die Tauchpumpe im Vorlagebecken 1 gespeist. Während der fortschreitenden Messung wird das Becken 2 mit verbrauchter Waschflüssigkeit durch die Pumpe-K450 befüllt (rote Linie). Ist die Flüssigkeit im Becken 1 aufgebraucht, wird die Tauchpumpe per Hand ins Becken 2 gehoben. Nun befindet sich die Anlage im Kreislaufbetrieb. Über den FU der Pumpe-K450 wird die Ablaufgeschwindigkeit der verbrauchten Flüssigkeit aus dem K450-Sumpf geregelt. Über ein 3-Wege-Ventil in der Abflussleitung zu den Becken besteht zusätzlich die Möglichkeit während des Betriebs die Becken 2 mit der Tauchpumpe speist den K600-Sumpf. Der Vorteil des Umschaltens besteht darin, dass sich die stärker verbrauchte Flüssigkeit des letzten Kreislaufs nicht gleich mit der noch frischeren Flüssigkeit im Vorlagebecken vermischt.





Abbildung 37: Darstellung des Kreislaufbetriebs für große Absorbensmengen

4.4.4.2 Kreislaufbetrieb mit kleinen Absorbensmengen

Der Aufbau für kleine Absorbensmengen bis 2,2 m³ ist in Abbildung 38 dargestellt. Bei dieser Betriebsweise dient die mit deionisiertem Wasser befüllte Kolonne K600 als Sättigungskolonne und wird nicht durch das Absorbens verunreinigt. Zwischen den Messungen kann die verbrauchte Flüssigkeit einfach und schnell über den 4-Wege-Stern mit der Pumpe-K450 aus der Anlage abgeführt werden. Mit dieser Betriebsart können auch gefährliche Flüssigkeiten im Kreislaufbetrieb verwendet werden, aufgrund des abgeschlossenen Flüssigkeitskreislaufs.



Abbildung 38: Darstellung des Kreislaufbetriebs mit kleinen Absorbensmengen



4.4.4.3 Kreislaufbetrieb mit Absorbens in Kleinstmengen

Stoffaustauschmessungen werden mit unterschiedlichsten Stoffsystemen durchgeführt. Die Austauschmessungen am Institut für Verfahrenstechnik beginnen mit Versuchen im Labormaßstab und werden bei Bedarf und positiven Ergebnis im Labor an der Pilotanlage durchgeführt. Häufig bestand das Problem an der Versuchsanlage darin, dass die minimal benötigten Absorbensmengen (>1 m³) sehr teuer oder aufwändig in der Herstellung sind. Mit dem in Abbildung 39 dargestellten Kreislauf ist es möglich, Stoffaustauschmessungen mit Absorbensmengen ab 50 Litern durchzuführen. Durch die aus Polypropylen ausgeführten Pumpen sind sie gegen eine Vielzahl an Medien beständig. Unter den Sumpfboden wird die Zwischenplatte eingebaut um im Hold-up-Sumpf die Flüssigkeit aufzustauen. Über die Hold-up-Sumpf über den im 4-Wege-Stern integrierten Ablaufstutzen.



Abbildung 39: Darstellung des Kreislaufbetriebs für Kleinstmengen

4.5 CO₂-Desorption

Beim Stoffsystem CO₂/Wasser ist es verfahrenstechnisch einfacher, das Gas aus der Flüssigkeit zu desorbieren. An anderen Forschungseinrichtungen ist dieses Stoffsystem fester Bestandteil bei Stoffaustauschuntersuchungen. Im Zuge der Standardisierung der Pilotanlage soll dieses Stoffsystem implementiert werden, um das Forschungsgebiet des Stoffaustauschs zu erweitern und die Anlage am Stand der Technik zu halten. Unter Desorption versteht man den Umkehrvorgang der Absorption. Vereinfacht bedeutet das, dass der betrachtete Stoff von der Flüssig- in die Gasphase übergeht. Abbildung 40 zeigt den prinzipiellen Aufbau einer CO₂-Desorption. Die mit CO₂ gesättigte Flüssigkeit tritt über den Flüssigkeitsverteiler in die Kolonne ein. Von unten strömt ein Gas (z.B. Luft) im Gegenstrom zur Flüssigkeit. An der Phasengrenzschicht von Flüssigkeit und Gas geht CO₂



von der Flüssigphase über in die Gasphase und strebt ein Gleichgewicht an. Dieses Gleichgewicht hängt von der Löslichkeit des Gases in der Flüssigkeit ab. Kohlendioxid ist in Wasser ein schwer lösliches Gas und kann daher sehr gut aus Wasser desorbiert werden.



Abbildung 40: Prinzip einer CO₂ - Desorption

4.5.1 Löslichkeit und Sättigung

Die Sättigung beschreibt das dynamische Gleichgewicht zwischen einem Gas und einer Flüssigkeit, bei dem die Hin- und Rückdiffusion in den beiden Phasen gleich groß sind. Die Löslichkeit eines Gases hängt sehr stark vom umgebenden Druck ab. Diese Druckabhängigkeit der Löslichkeit wird durch das Gesetz von Henry beschrieben. Es besagt, je höher der umgebende Druck, desto mehr Gas löst sich in der Flüssigkeit (Glg. 11). Ein praktisches Beispiel ist das Öffnen einer Mineralwasserflasche. Die geschlossene Flasche steht unter Druck. Das CO₂ im Gasraum der Flasche steht im Gleichgewicht mit dem in der Flüssigkeit gelösten CO₂, wobei das Gleichgewicht aufgrund des hohen Drucks in der Flasche auf Seiten der Flüssigphase liegt. Wird nun die Flasche geöffnet, sinkt der Druck in der Flasche und das Gleichgewicht verschiebt sich. Es entstehen Gasblasen, die aus dem Wasser entweichen. Der Grund dafür ist der Druckunterschied, der die Löslichkeit des Kohlendioxids verändert und sich somit das Gleichgewicht in Richtung Gasphase verschiebt. Die Sättigung ist der Punkt der maximalen Löslichkeit eines Gases in einer Flüssigkeit.

$$p_A = x_A * K_A$$



Glg. 11

4.5.2 CO₂-Einspeisungsvarianten

Um CO₂ aus einer Flüssigkeit desorbieren zu können, muss die Flüssigkeit zuerst mit CO₂ gesättigt werden. An der Pilotanlage soll diese Sättigung im K-450-Sumpf durchgeführt werden. Dabei wird im Überangebot gasförmiges CO₂ durch die Flüssigkeit im K450-Sumpf geleitet. Aufgrund des Sättigungsgleichgewichts zwischen Gas- und Flüssigphase ist es nicht möglich, dass das gesamte eingeleitete Gas durch die Flüssigkeit aufgenommen wird. Unter Berücksichtigung dieser Verluste werden Überlegungen angestellt, wie das CO₂ möglichst effizient in den Sumpf eingespeist werden kann. Ein entscheidender Faktor bei der CO₂-Sättigung der Flüssigkeit ist die Stoffaustauschfläche zwischen Gas- und Flüssigphase. Daher wird versucht, das gasförmige CO₂ fein verteilt durch einen umfunktionierten Metallfilter in den K450-Sumpf einzubringen.

4.5.2.1 Kreislaufführung mit Gebläse

Abbildung 41 zeigt das Fließschema der Sättigung mit einer Kreislaufführung, die zur Einsparung von CO₂ bei der Sättigung dienen soll. Der K450-Sumpf ist so weit mit deionisiertem Wasser befüllt, dass oberhalb der Wasseroberfläche noch ein Gasraum von etwa 700 Liter frei bleibt. Das 3-Wege-Ventil befindet sich in der Ausgangsstellung 1 - 3, wodurch das Gas durch die Abluftleitung entweichen kann und sich kein Überdruck im Sumpf bilden kann. Kohlendioxid wird mit Hilfe des Flaschendrucks und des Dosierungsventils in den Sumpf eingeleitet. Am Boden des Sumpfs befindet sich ein umfunktionierter Metallfilter mit einer Porengröße von 5 µm zur Blasenerzeugung. Von der CO₂-Abluftleitung wird ein Teilstrom durch ein Fourier-Transformations-Infrarotspektrometer geführt, um den CO₂-Gehalt der Abluft zu bestimmen. Erreicht dieser CO₂-Gehalt einen Wert von beispielsweise 90%, wird die Gaszufuhr am Dosierungsventil abgedreht. Anschließend wird das 3-Wege-Ventil in die Position 1 – 2 gestellt und das Kreislaufgebläse eingeschaltet. Im Gasraum oberhalb der Sumpfoberfläche befindet sich nun CO₂ und kann mit dem Gebläse bis zur Sättigung im Kreis gefördert werden. Mit Hilfe des Kreislaufbetriebs soll das nicht von der Flüssigkeit aufgenommene CO₂ erneut durch den Metallfilter und danach fein verteilt durch den Sumpf strömen, um eine effizientere Nutzung des Gases zu erreichen und die Verluste zu reduzieren. Ist die Sättigung mit CO₂ im Wasser erreicht, wird das Gebläse abgestellt und der Desorptionsversuch kann beginnen. Der zu überwindende Druckverlust für das Kreislaufgebläse wurde über die Summe der Druckverluste (Rohr, Rückschlagventil, Bögen, Metallfilter) bestimmt. Zusätzlich muss das Gebläse die in etwa 80 cm hohe Wassersäule in der Rohrleitung nach unten drücken. Daraus ergibt sich ein Gesamtdruckverlust von 200 mbar, der überwunden werden muss. Im Anhang befindet sich die Berechnung der Gebläseauslegung. Für einen Durchfluss kleiner als 3 m³/h und einen Druckverlust höher als 100 mbar eignet sich ein Seitenkanalverdichter.





Abbildung 41: Kreislaufdarstellung mit Gebläse

Sättigung über den Flaschendruck

Abbildung 42 zeigt das Fließschema zur Sättigung mit Hilfe des Innendrucks der Gasflasche. Der Sumpf ist mit deionisiertem Wasser gefüllt und im Gegensatz zur Variante mit dem Kreislaufgebläse (siehe Kapitel 4.5.2.1) ist nur ein sehr geringer Gasraum über der Wasseroberfläche notwendig. Am Sumpfboden befindet sich zur Blasenerzeugung wieder ein umfunktionierter Metallfilter mit einer Porengröße von 5 µm. Das 3-Wege-Ventil befindet sich vor dem Sättigungsbeginn in der Stellung 1 – 3. Über das Dosierungsventil wird nun CO₂ in den Sumpf geleitet. Die Ventilstellung vom 3-Wege-Ventil gewährleistet, dass kein Überdruck im Sumpf entstehen kann. Das Wasser wird im Sumpf so lange vom CO2 durchströmt, bis sich eine Sättigung einstellt. Durch die regelmäßige Entnahme und Analyse einer Flüssigkeitsprobe während des Sättigungsvorgangs werden der Fortschritt und das Ende der Sättigung bestimmt. Ist dieser Punkt erreicht, wird die Gaszufuhr am Dosierungsventil und der Flasche gestoppt. Um das restliche CO₂ aus der CO₂-Abluftleitung zu entfernen, wird das darin integrierte Gebläse eingeschaltet und das 3-Wege-Ventil auf 1 -2 gestellt. Die Ventilöffnung 2 bewirkt aufgrund des Kamineffekts und des Gebläses, dass das CO₂ in der CO₂-Abluftleitung durch die nachströmende Luft nach oben geblasen wird, wo es durch die Kolonnenabluftleitung aus der Halle entfernt wird.





Abbildung 42: Kreislaufdarstellung mit Flaschendruck

4.5.2.2 CO₂–Verbrauch

Der Kohlendioxidverbrauch und die dabei entstehenden Kosten bei der Sättigung sind sehr wichtig für die Entscheidung, ob eine Kreislaufführung mit einem Gebläse sinnvoll wäre. Der theoretische CO₂-Verbrauch wurde über das Gesetz von Henry und der idealen Gasgleichung bestimmt. Der Sumpfinhalt wurde mit 1800 Liter Wasser und 680 Liter Luft angenommen. Über das Gesetz von Henry wurde nun das zur Sättigung der 1800 Liter Wasser benötigte CO₂ bestimmt. Die Henrykonstante von CO₂ bei 25 °C in Wasser beträgt 0,034 [mol/(I*atm)] [9]. Daraus ergibt sich für 1800 Liter Wasser ein CO₂ Verbrauch von 1400 Liter bei einer idealen Betrachtung. Zusätzlich muss die Luft im Sumpf vom CO₂ verdrängt werden. Unter Berücksichtigung einer Rückvermischung von CO₂ und Luft wurde angenommen, dass 20% mehr CO₂ benötigt wird, um den Gasraum mit CO₂ zu füllen. Insgesamt würde das einen CO₂-Verbrauch von 2200 Liter pro Sättigungszyklus ergeben. Theoretisch und ideal betrachtet könnten 8 Sättigungszyklen mit einer Flasche CO₂ (57 kg) durchgeführt werden. Im Anhang befindet sich die detaillierte Berechnung des CO₂-Verbrauchs.



4.5.2.3 Wahl der profitableren Konfiguration zur CO₂-Einspeisung

Die CO₂-Desorption ist ein komplett neues Stoffaustauschsystem an dieser Pilotanlage. Das bedeutet, dass noch keine Erfahrungen auf dem Gebiet der Desorption an der Pilotanlage gesammelt wurden. Die Sättigung von Wasser mit CO₂ wurde im Labormaßstab in anderen Arbeiten untersucht und behandelt. Ein Scale-up vom Labormaßstab zur Pilotanlage würde einen Faktor 1000 bedeuten. Eine Vorhersage über die Funktionsweise und den Erfolg dieser geplanten Sättigungsmethode ist daher mit großen Unsicherheiten und Risiken verbunden. Eine Kreislaufführung mit einem Gebläse wäre, bezogen auf den CO2-Verbrauch, eine effizientere und nachhaltigere Möglichkeit, Wasser mit CO₂ zu sättigen. Doch bei genauerer Überlegung der Funktionsweise des in Kapitel 4.5.2.1 beschriebenen Systems zeigt sich ein Problem bei der Kreislaufführung. Nachdem die Luft aus dem Gasraum des Sumpfes durch CO₂ verdrängt wurde, startet das Gebläse mit der Kreislaufführung. Das Gebläse muss den Druck, der durch die Wassersäule und den Metallfilter entstanden ist, überwinden, um CO₂ im Kreis zu fördern. Solange dieser Druck noch nicht erreicht wurde, wird CO₂ aus dem Gasraum oberhalb der Sumpfoberfläche abgesaugt und verdichtet. Dieses Ansaugen und Verdichten des Gases hätte zur Folge, dass sich im Sumpf ein Unterdruck bilden würde. Einerseits sollte statisch gesehen im Sumpf kein Unterdruck herrschen, da der Behälter nicht darauf ausgelegt wurde und andererseits ein Unterdruck über dem Wasser die Löslichkeit von CO₂ stark verringert und es somit austreiben. Außerdem ist die Anschaffung eines Seitenkanalverdichters (Gebläse) mit hohen Kosten verbunden, da zusätzlich ein Frequenzumrichter und eine Steuerung benötigt werden. Vergleicht man die Kosten (Tabelle 2) eines Seitenkanalverdichters mit der einer CO₂–Gasflasche, würde sich ein solcher Seitenkanalverdichter zur Kreislaufführung um CO₂ einzusparen erst nach sehr langer Zeit amortisieren. Daher fiel die Entscheidung auf die einfache Sättigung mit dem Flaschendruck ohne Kreislaufführung, wobei die Möglichkeit besteht, das System der Kreislaufführung zu einem späteren Zeitpunkt noch nachzurüsten.

	Sättigung über Flaschendruck	Sättigung mit Kreislaufführung
Gasflasche	40€	40 €
Seitenkanalverdichter	-	1350 €
Rohrleitungen	858€	858€
Frequenzumrichter	-	860 €
Elektrische Kleinteile	-	200€
Summe	898 €	3308 €

Tabelle 2: Kostenaufstellung für die zwei Sättigungssysteme



4.5.3 Sicherheitsvorkehrung für das Arbeiten mit CO₂

Kohlendioxid (CO₂) hat keine giftige Wirkung auf Lebewesen, jedoch verdrängt CO₂ den lebenswichtigen Sauerstoff. Durchschnittlich befinden sich ca. 409 ppmv an CO₂ in der Umgebungsluft [10]. Diese Konzentration ist sehr stark vom Wetter und der geographischen Lage (Städte, stark befahrene Straßen usw.) abhängig. CO₂ hat eine Dichte von 1,98 kg/m³ (bei 0 °C und 1013 mbar). Im Gegensatz dazu besitzt Luft eine Dichte von 1,29 kg/m³ (bei 0 °C und 1013 mbar). Das bedeutet, dass sich austretendes CO₂ in Bodennähe ansammelt und den Sauerstoff verdrängen würde. Vor allem in Schächten und Mulden stellt dies eine erhebliche Gefahr dar. Um das zu verhindern wird bei der CO₂-Sättigung im Sumpf die verdrängte Luft über eine Abluftleitung abgeführt, wodurch das CO₂ in einer Höhe von 25 m an die Umgebung abgegeben wird. Zusätzlich ist in dieser Abluftleitung ein Gebläse integriert, um die Wirkung der Absaugung zu verstärken.

4.6 Versetzen der Gaszudosierleitung und des IPE-Trägers

Die Kolonnenkonfiguration an der Pilotanlage wird regelmäßig für verschiedene Messungen von Füllkörper-/Packungsarten verändert. Um die Füllkörper auszutauschen, muss die Messkolonne (K450) vom Kolonnenkopf bis zum Gasverteiler abgebaut und mit dem Kran nach oben gehoben werden. Die Gaszudosierleitung verläuft vom Gasschrank mit nur geringem Abstand zur Messkolonne zum Verbindungsrohr der beiden Kolonnen (K450 und K600), wo das zu untersuchende Gas ins System zudosiert wird. Aufgrund des geringen Abstands muss bei den Umbauarbeiten die Schadstoffleitung zur Seite gebogen werden, um die einzelnen Kolonnenschüsse mit dem Kran nach oben wegheben zu können. Durch diese regelmäßige Biegebelastung kann das Übergangsstück von der Schadstoffleitung aus Stahl zum Verbindungsrohr aus Polypropylen beschädigt oder gelockert werden. Eine solche Beschädigung würde ein sehr hohes Risiko für die Arbeit an der Pilotanlage bedeuten. Die neue Leitung verläuft daher unter den IPE-Trägern der ersten Etage mit ausreichendem Abstand zur Kolonne (rote Leitung in Abbildung 43). Mit Halterungen auf den einzelnen IPE-Trägern wird die Leitung zusätzlich gestützt und fixiert. Das zudosierende Gas wird bei der neuen Konfiguration am Bogen des Verbindungsrohrs vor dem statischen Gasmischer eingeleitet.





Abbildung 43: Neue Schadstoffleitung (rote Leitung)

Ein weiteres Hindernis bei Umbauarbeiten an der Kolonne bildet ein IPE-Träger der zweiten Etage. Durch diesen Träger ist es nicht möglich, den Flüssigkeitsverteilerschuss mit Hilfe des Krans in die zweite Etage zu heben, da der Abstand zwischen den Trägern zu schmal ist. Das bedeutet, dass bei jedem Umbau der Flansch zwischen Kolonnenkopf und Flüssigkeitsverteilerschuss geöffnet werden muss. In der zweiten Etage sind aus momentaner Sicht keine hohen Flächenbelastungen auf den Gittern zu erwarten. Daher wurde dieser IPE-Träger demontiert, um den Abstand zwischen den verbleibenden Trägern zu vergrößern und ein Hochheben des Flüssigkeitsverteilerschusses zu ermöglichen.

4.7 Änderungen an der speicherprogrammierbaren Steuerung

Eine speicherprogrammierbare Steuerung wird zur automatischen oder halbautomatischen Steuerung einer Anlage verwendet. Ein Computer empfängt genormte Signale der Messtechnik, wandelt diese um und sendet Ausgangssignale an elektrische Geräte wie z.B. Magnetventile, Pumpen oder Schalter. Dadurch reduziert sich der Regelaufwand des Anlagenführers erheblich. Die einzelnen Bauteile, die in die SPS integriert sind, werden durch logische Verknüpfungen verbunden und geregelt. An der Pilotanlage werden die neue HU-Pumpe, der Füllstandssensor und die US-Volumenstrommessung in die SPS integriert. Die Pumpe wird über einen FU angesteuert, der direkt im Schaltschrank montiert wird. Die US-Volumenstrommessung und der Füllstandssensor geben jeweils ein Messsignal von 4-20 mA aus, das umgewandelt wird und als Messwert am Bedienfeld angezeigt werden soll. Die Endkontrolle der elektrotechnischen Umsetzung im Schaltschrank und die Programmänderungen in der SPS erfolgten durch Robert Waltritsch. Die genauen elektrotechnischen Änderungen im Schaltschrank werden in dieser Arbeit nicht behandelt.



4.7.1 Trockenlaufschutz der Pumpe

Die Lebensdauer einer Pumpe hängt sehr stark von den Betriebsbedingungen und Störungen im Betrieb ab. Mit Hilfe eines Trockenlaufschutzes kann verhindert werden, dass die Pumpe ohne Fördermedium betrieben wird und sie somit einem erhöhten Verschleiß ausgesetzt wäre. Es gibt verschiedene Möglichkeiten einen Trockenlaufschutz zu realisieren. An der Pilotanlage wird der in Kapitel 4.3.3 beschriebene Füllstandssensor gleichzeitig auch als Trockenlaufschutz der Pumpe dienen. Das bedeutet, wenn der Füllstand im Kolonnensumpf auf einen gewissen Punkt absinkt, wird die Pumpe automatisch, über die SPS gesteuert, abgeschaltet.



5 Umbau und Inbetriebnahme

Am Ende der Planungsphase wurden die eingeholten Angebote der benötigten Bauteile zusammengefasst und eine Übersicht der Investitionskosten erstellt. Kapitel 5 zeigt die erfolgten Arbeiten und die damit verbundenen Erkenntnisse auf.

5.1 Volumenstrommessung

Der Durchflussmesser Fluxus G721 der Firma Flexim wurde im November 2017 an der Pilotanlage getestet. Zum Einsatz kam dabei ein mobiles Messgerät, das die baugleichen Ultraschall-Sensoren verwendet wie das stationäre Messgerät. Als Messstelle wurde die Abluftleitung gewählt, da dort ein einfacher Vergleich mit dem vorhandenen Staugitter möglich war. Der Probebetrieb an der Anlage verlief sehr zufriedenstellend bezogen auf die Stabilität und Schwankung der Messung. Die eigentliche Messstelle in der Verbindungsleitung konnte jedoch aufgrund einer zu kurzen Beruhigungsstrecke nicht gemessen werden. Eine Lösung für dieses Problem wäre laut Hersteller eine Kalibrierung mit einem zweiten Gerät bei der Inbetriebnahme. Dieses zweite Gerät misst den Volumenstrom in der Abluftleitung, wo eine ausreichende Beruhigungsstrecke vorhanden ist. Das in der Verbindungsleitung integrierte Messgerät wird anschließend mit Hilfe des Messgeräts in der Abluftleitung kalibriert. Dadurch soll es möglich sein, das Messgerät in einem Rohrabschnitt mit einer zu kurzen Beruhigungsstrecke betreiben zu können.

5.1.1 Inbetriebnahme in der Verbindungsleitung

Die Inbetriebnahme der Volumenstrommessung erfolgte mit drei Sensorpaaren und zwei Messgeräten der Firma Flexim. Das dritte Sensorpaar wurde für die Inbetriebnahme und Funktionsüberprüfung der Falschluftansaugung, die in Kapitel 5.2 näher behandelt wird, verwendet. Abbildung 44 zeigt die beiden an der Abluftleitung montierten Sensoren. Der Sensorabstand wird je nach Strömungsgeschwindigkeit, Medium und Rohrmaterial vorgegeben und eingestellt. Beide Sensoren dienen abwechselnd als Sender und Empfänger und müssen exakt am Rohr ausgerichtet werden. Zwischen Sensoroberfläche und Rohrwand befindet sich eine gelartige Koppelpaste, die den Energieeintrag ins Rohr verbessert und Unebenheiten an der Auflagefläche glättet.





Abbildung 44: Flexim-Sensoren im oberen Abschnitt der Abluftleitung

Abbildung 45 zeigt die Positionierung der Sensoren während der Inbetriebnahme. Das Gerät FI1 ist an der Verbindungsleitung der Kolonne angebracht und stellt das endgültige Messgerät dar. In der Abluftleitung befindet sich das mobile Messgerät (FI2) für die Kalibrierung. Die Messstelle 2 ist ideal für eine Gasvolumenstrommessung, aufgrund einer Beruhigungsstrecke von 8 m. Aus diesem Grund soll die Messung des Geräts FI2 als Kalibration für das FI1 dienen. Eine Kalibration kann bei diesem Gerät auf zwei Arten durchgeführt werden. Einerseits durch einen linearen Faktor der die Steigung der Linie verändert oder über eine Mehrpunktkalibration. Bei der Mehrpunktkalibration können beliebig viele Punkte dem Messgerät vorgegeben werden. Dabei wird ein Volumenstrom an der Anlage eingestellt und mit dem FI2 gemessen. Der abweichende Wert des Geräts FI1 wird durch den richtigen Wert des FI2 ersetzt. An der Pilotanlage wurden beide Varianten getestet.



Abbildung 45: Positionierung der beiden Sensorpaare



59



5.1.2 Ergebnisse der IBN in der Verbindungsleitung

Die Inbetriebnahme des Gasvolumenstrommessgeräts (FI1 in Abbildung 45) und die anschließenden Messungen in der Verbindungsleitung der Kolonnen konnten keine aussagekräftigen Ergebnisse liefern. Über die in Kapitel 5.1.1 erwähnten Varianten der Kalibration konnte kein stabiler und reproduzierbarer Messwert erzielt werden. Die Mehrpunktkalibration des Geräts in der Verbindungsleitung mit 12 vorgegebenen Messpunkten wies im Bereich zwischen 800 m³/h und 1200 m³/h erhebliche Abweichungen vom eingestellten Volumenstrom auf. Bei der Kalibration mit dem Korrekturfaktor waren starke Messwertschwankungen im Bereich unter 500 m³/h festzustellen. Aufgrund der nicht zufriedenstellenden Ergebnisse der IBN muss das Messgerät an einer anderen Stelle positioniert werden.

5.2 Falschluftansaugung

Die Funktionsprüfung der Falschluftansaugung wurde simultan zur Inbetriebnahme des Flexim Fluxus durchgeführt. Kapitel 4.1.3 behandelt den theoretischen Hintergrund und das Ziel der Falschluftansaugung an der Pilotanlage. Der Innendurchmesser der Falschluftleitung beträgt 78 mm und wird über eine gasdichte Klappe geregelt. Aufgrund der zu erwartenden hohen Gasgeschwindigkeit im Rohr wurde eine ausreichende Beruhigungsstrecke von 3,8 m vor dem Messgerät in der Falschluftleitung gewählt.

5.2.1 Messaufbau der Funktionsüberprüfung

Für die tatsächliche Funktionsweise wird der Volumenstrom an drei verschiedenen Messstellen (Abbildung 46) an der Anlage gemessen. Das Messgerät FI1 misst den Gasstrom durch die beiden Kolonnen K450 und K600. In der Abluftleitung wird der gesamte Gasstrom durch das Messgerät FI2 bestimmt. Diese beiden Messgeräte würden für eine Inbetriebnahme ausreichen, da die druckkorrigierte Differenz der beiden Gasströme die Falschluft ergeben würde. Jedoch war die Möglichkeit gegeben ein drittes Messgerät (FI3) zu verwenden, mit dem auch die durch das Falschluftrohrrohr angesaugte Luft exakt bestimmt werden konnte.







Abbildung 46: Übersicht des Messaufbaus für die Falschluftansaugung



5.2.2 Ablauf und Ergebnis der Falschluftinbetriebnahme

Nach erfolgter Installation der Messgeräte wird das Gebläse auf die minimale Leistung von 30% gestellt und die Drosselklappe (Abbildung 46) so weit geschlossen, dass der niedrigste stabile Betriebspunkt (300 m³/h) erreicht wird. Zu diesem Zeitpunkt ist die Falschluftklappe komplett geschlossen, damit keine Falschluft angesaugt werden kann. Bleiben die Messwerte konstant wird die Falschluftklappe geöffnet. Nach dem Öffnen der Falschluftklappe konnte eine Zunahme der Volumenströme an den Messgeräten FI1 und FI2 beobachtet werden. Erwartet wurde eine Abnahme von FI1 und leichte Zunahme von FI2. Dieser Ablauf wurde mit verschiedenen Klappenstellungen der Drossel- und Falschluftklappe mehrmals wiederholt. Dabei zeigte sich, dass die Falschluft (FI3) bei fast allen Versuchen denselben Wert erreicht, nahezu unabhängig der Klappenstellung. Der Gasstrom durch die Kolonnen erhöhte sich jedes Mal, wenn die Falschluft zugeschaltet wurde. Somit konnte die erwartete Gasvolumenstromreduktion durch die angesaugte Falschluft nicht realisiert werden. Diese Ergebnisse lassen sich im Zusammenhang mit der Gebläsekennlinie erklären (Abbildung 47).



Abbildung 47: Gebläsekennlinie

Durch die Drosselklappe vor dem Gebläse wird der Arbeitspunkt durch die Druckerhöhung zu einem niedrigeren Durchfluss verschoben. Wird nun die Falschluftklappe geöffnet, verursacht dies einen Druckausgleich. Der vor dem Gebläse aufgebaute Druck sinkt und der Arbeitspunkt verschiebt sich zu einem höheren Durchfluss. Somit kann der Gasvolumenstrom durch die Anlage nicht über eine Falschluftansaugung an dieser Position verringert werden.

5.2.3 Möglichkeit zur Reduktion und Messung des Gasvolumenstroms

Aufgrund der negativen Ergebnisse der Falschluftansaugung wurde eine andere Lösung für die Gasvolumenstromreduktion an der Pilotanlage gesucht. Mit einer zweiten Drosselklappe an der Ansaugleitung der K600-Kolonne (Abbildung 31 Ansaugklappe) soll der Arbeitspunkt der Anlage weiter zu einem niedrigeren Durchfluss verschoben werden. Zugleich würde auch das Problem mit der Positionierung der Volumenstrommessung gelöst werden, da durch die



Verwendung von zwei Drosselklappen der Gasstrom durch die Anlage gleich dem Gasstrom in der Abluftleitung ist. Somit kann das US-Messgerät in der Abluftleitung (FI2 in Abbildung 46) mit einer ausreichenden Beruhigungsstrecke installiert werden.

5.3 Hold-Up

Das in Kapitel 4.3 vorgestellte Messprinzip erfordert größere Änderungen am Kolonnenaufbau K450. Aufgrund der Größe der Bauteile wurden diese von der Firma Koerner Chemieanlagenbau gefertigt. Die Montage des Kolonnensumpfs und Kürzung der Verbindungsleitung wurde ebenfalls in Zusammenarbeit mit dieser Firma durchgeführt. Abbildung 48 zeigt das Anpassen des Gasverteilerschusses, um Platz für den Hold-up-Sumpf zu schaffen.



Abbildung 48: Kürzen des Gasverteilerschusses

5.3.1 Ablauf einer Messung

In diesem Kapitel wird nur auf die Vermessung des Hold-ups einer Packung mit dem neuen Messverfahren genauer eingegangen und nur grob auf den Ablauf einer gesamten hydraulischen Vermessung (Druckverlust und Hold-up). Grundsätzlich unterscheidet sich der Ablauf einer Hold-up-Messung nicht von der einer Druckverlustmessung an der Pilotanlage. Hinzu kommt lediglich das Befüllen und Entleeren des Hold-up-Sumpfs. Zum besseren Verständnis der nachfolgenden Arbeitsschritte dient der P&I-Ausschnitt der Kolonne K450 (Abbildung 49). Für eine Vermessung des Hold-ups wird die Kolonnenkonfiguration mit der eingebauten Zwischenplatte benötigt, um das Wasser im Kolonnensumpf auffangen zu können. Wichtig bei der Kolonnenkonfiguration mit einer Zwischenplatte ist, dass ein Stutzen an der Oberseite des K450-Sumpfs geöffnet wird, um für einen Druckausgleich im K450-Sumpf zu sorgen. Ansonsten würde ein Unter- bzw. Überdruck im K450-Sumpf beim



Einschalten der Pumpe-K450 oder Hold-up-Pumpe entstehen. Für die hydraulische Vermessung dient der K450-Sumpf lediglich als Tank für deionisiertes Wasser.



Abbildung 49: P&I der Kolonne K450

Vor Beginn der Hold-up-Messung muss der Hold-up-Sumpf mit deionisiertem Wasser aufgefüllt werden. Dabei wird mit der Pumpe-K450 über die Pumpleitung zum Flüssigkeitsverteiler (Klappenstellung am 4-Wege-Stern beachten) deionisiertes Wasser vom K450-Sumpf in die Kolonne gefördert. Am Füllstandsrohr und an der Anzeige der SPS kann nun der Pegelanstieg im Hold-up-Sumpf kontrolliert werden. Das maximale Flüssigkeitsvolumen im Hold-up-Sumpf beträgt 95 Liter. Bevor dieser Füllstand erreicht wird, muss die Pumpe-K450 abgeschaltet werden, da anschließend noch Wasser aus dem Flüssigkeitsverteiler und der Packung abläuft und den Füllstand erhöht. Wird der Füllstand von 95 Liter überschritten, ist es möglich, diesen per Hand über ein Entleerungsventil in der Saugleitung der Hold-up-Pumpe einzustellen. Ist der Füllstand erreicht, wird die Hold-up-Pumpe eingeschaltet um zu gewährleisten, dass die Pumpleitung vollständig mit Wasser befüllt ist und sich keine Lufteinschlüsse darin befinden. Nach kurzem Betrieb des Wasserkreislaufs wird die Hold-up-Pumpe wieder abgeschaltet und gewartet, bis sich der Füllstand im Sumpf einstellt. Nun wird der Füllstandswert der SPS notiert und die





hydraulische Vermessung kann beginnen. Die Hold-up-Pumpe wird eingeschaltet und der Flüssigkeitsstrom (Berieselungsdichte) über den FU und das Membranventil in der Pumpleitung geregelt. Als nächstes wird der F-Faktor des ersten Messpunkts mit dem FU des Gebläses und der Drosselklappe eingestellt. Im Hold-up-Sumpf sinkt der Füllstand während des Betriebs. Erreicht der Gas- und Flüssigkeitsstrom einen stabilen Wert, wird auch der Füllstand im Hold-up-Sumpf einen konstanten Wert anzeigen und dieser wird für den Messpunkt notiert. Wie bei der Druckverlustmessung wird der F-Faktor (Gasstrom) nun schrittweise erhöht und bei jedem eingestellten Betriebspunkt der Füllstand im Hold-up-Sumpf notiert. Erreicht man den Bereich des Flutens, ist die Vermessung der Kurve dieser Berieselungsdichte abgeschlossen. Am Ende jeder einzelnen Linie wird die Hold-up-Pumpe abgeschaltet und gewartet bis sich der Füllstand wieder auf einen Wert stabilisiert. Dieser Wert wird notiert, um den Flüssigkeitsverlust während der Vermessung festzustellen. Im Durchschnitt beträgt der Wasserverlust im Hold-up-Sumpf für eine Linie 1,5 Liter. Der Verlust wird in die Berechnung miteinbezogen und auf die einzelnen Messpunkte aufgeteilt.

5.3.2 Berechnung des Hold-ups

В	V _{Flexim}	F	V _{sumpf}	Startwert	Endwert
[m³/(m²*h)]	[m³/h]	[Pa ^{0,5}]	[Liter]	[Liter]	[Liter]
60	113	0,25	68,4	93,1	
60	229	0,50	68,4		
60	453	0,98	68,4		
60	908	1,97	68,2		
60	1359	2,95	67,3		
60	1580	3,43	66		
60	1715	3,73	63,3		
60	1760	3,82	59,4		
60	1770	3,85	56,5		
60	1785	3,88	50,5		92,6

Tabelle 3 zeigt die Messwerte der Hold-up-Messung mit einer Berieselungsdichte von $60 \text{ m}^3/(\text{m}^{2*}\text{h})$.

 Tabelle 3: Messdaten der Berieselungsdichte 60

Im Anhang befindet sich die detaillierte Berechnung der gesamten hydraulischen Vermessung, die im Zuge dieser Arbeit mit der Packung Hiflow Plus #2 durchgeführt wurde.

Um das tatsächliche Flüssigkeitsvolumen in der Packung zu berechnen, muss die gemessene Füllstandsdifferenz noch durch das Stauvolumen des Flüssigkeitsverteilers und das Volumen der horizontalen Rohrleitung korrigiert werden. Abbildung 50 zeigt die Kennlinie eines Flüssigkeitsverteilers. Auf der Ordinate ist der Flüssigkeitsvolumenstrom aufgetragen. Je höher der Volumenstrom, desto höher wird das Wasser im Flüssigkeitsverteiler



aufgestaut. An der Abszisse kann somit die Stauhöhe im Flüssigkeitsverteiler abgelesen und das darin enthaltene Volumen über die Fläche des Verteilers ermittelt werden.



Abbildung 50: Kennlinie des Flüssigkeitsverteilers für die Berieselungsdichte 30-120

Aus Glg. 1 ergibt sich durch umformen der Gleichung der Flüssigkeitsvolumenstrom.

$$\dot{V}_{Wasser} = B * A_{Kolonne} = 60 \frac{m^3}{m^2 * h} * 0.14 m^2 = 8.4 m^3/h$$

Aus dem Diagramm in Abbildung 50 kann bei einem Flüssigkeitsstrom von 8,4 m³/h eine Stauhöhe im Flüssigkeitsverteiler von 88 mm abgelesen werden.

Mit der ermittelten Stauhöhe und der Querschnittsfläche des Flüssigkeitsverteilers wird das aufgestaute Volumen (V_{FVT}) im Flüssigkeitsverteiler berechnet (Glg. 12).

$$V_{FVT} = A_{FVT} * h_{FVT} = 643 cm^2 * 8,8 cm * \frac{1l}{1000ml} = 5,7l$$
 Glg. 12

Das Volumen der horizontalen Rohrleitung (V_{Leitung}) wurde ausgelitert und hat einen Flüssigkeitsinhalt von 8,5 Liter ergeben.



Die Differenz des Füllstands von Startwert zu Endwert wird über den Gasvolumenstrom der einzelnen Messpunkte auf diese aufgeteilt (Glg. 13). Bei dieser Aufteilung der Füllstandsdifferenz wird angenommen, dass bei höheren Gasströmen größere Flüssigkeitsmengen ausgetragen werden.

$$V_{Verlust,i} = \frac{Startwert-Endwert}{\sum_{i=1}^{n} \dot{V}_{Gas,i}} * \dot{V}_{Gas,i}$$
Glg. 13

Nun kann der Flüssigkeitsinhalt der Packung bestimmt werden, da alle Volumina bekannt sind, die von der Füllstandsdifferenz abgezogen werden.

$$V_{hl,i} = Startwert - V_{FVT} - V_{Leitung} - (V_{Sumpf,i} - V_{Verlust,i})$$
 Glg. 14

Glg. 14 mit den eingesetzten Werten des 8. Messpunkts der Berieselungsdichte 60.

$$V_{hl,8} = 93,1l - 5,7l - 8,5l - (59,4l - 0,1l) = 19,6l$$

Während des Betriebs befinden 19,6 Liter Flüssigkeit in der Packung. Der Hold-up stellt nun das Verhältnis von Flüssigkeitsinhalt zu Packungsvolumen dar (Glg. 5).

$$h_{L,i} = \frac{V_{hl,8}}{V_{Packung}}$$
 Glg. 15

$$h_{L,8} = \frac{19,6*10^{-3}m^3}{0,2522m^3} = 0,0777$$

Ein Hold-up von 0,0777 bedeutet, dass bei diesem Betriebspunkt 7,77% des Packungsvolumens mit Flüssigkeit befüllt sind.

In der Tabelle 4 sind die Ergebnisse der Hold-up-Messung der Berieselungsdichte 60 dargestellt. Bei niedrigen Gasvolumenströmen bleibt der Hold-up in der Packung konstant



В	F	Startwert	V _{FVT}	V _{Leitung}	V _{Sumpf}	V _{Verlust}	V _{hL}	hL
[m³/(m²*h)]	[Pa ^{0,5}]	[Liter]	[Liter]	[Liter]	[Liter]	[Liter]	[Liter]	[-]
60	0,25	93,1	5,7	8,5	68,4	0,00	10,5	0,042
60	0,50	93,1	5,7	8,5	68,4	0,01	10,6	0,042
60	<mark>0,</mark> 98	93,1	5,7	8,5	68,4	0,02	10,6	0,042
60	1,97	93,1	5,7	8,5	68,2	0,04	10,8	0,043
60	2 , 95	93,1	5,7	8,5	67,3	0,06	11,7	0,046
60	3,43	93,1	5,7	8,5	66	0,07	13,0	0,052
60	3,73	93,1	5,7	8,5	63,3	0,07	15,7	0,062
60	3,82	93,1	5,7	8,5	59,4	0,08	19,6	0,078
60	3,85	93,1	5,7	8,5	56,5	0,08	22,5	0,089
60	3,88	93,1	5,7	8,5	50,5	0,08	28,5	0,113

und steigt ab dem Staupunkt stark an. An diesem Punkt kann die Flüssigkeit nicht mehr ungehindert durch die Packung strömen und wird aufgestaut.

 Tabelle 4: Ergebnisse der Hold-up-Messung der Berieselungsdichte 60

Werden die in der Tabelle 4 berechneten Werte in einem Diagramm mit einer doppellogarithmischen Skalierung dargestellt, ergibt das die in Abbildung 51 ersichtliche Kurve. In dieser Kurve ist der Stau- und Flutpunkt sehr schön zu erkennen. Ab dem 4. Messpunkt (F=2) beginnt der Staubereich und der Hold-up erhöht sich bei Steigerung der Gasbelastung. Wird der Gasstrom weiter erhöht beginnt der Bereich des Flutens. In diesem Bereich steigt beim Erhöhen der Gebläseleistung der Gasdurchsatz durch die Packung nur noch gering an. Die zusätzliche Gebläseleistung hält mehr Wasser in der Packung, wodurch sich der Druckverlust (Δ p) stark erhöht (siehe Glg. 7). Die Messung einer einzelnen Berieselungsdichte ist abgeschlossen, wenn der maximal bestimmbare Druckverlust der Anlage erreicht wird oder die Gebläseleistung für einen weiteren Messpunkt nicht mehr ausreicht.




Abbildung 51: Hold-up-Diagramm der Berieselungsdichte 60



6 Ergebnisse / Diskussion

Im Zuge dieser Arbeit wurde die Packung Hiflow Plus #2 hydraulisch vermessen. Die Pilotanlage wurde hinsichtlich der Hold-up-Bestimmung auf ein neues Messverfahren umgebaut. Ziel in diesem Kapitel ist es, auf die Änderungen der Messgenauigkeit und die Messbereichserweiterung der Pilotanlage einzugehen. Um die durch den Umbau entstandenen Veränderungen aufzuzeigen, wird ein Vergleich von Ergebnissen aus Messungen, die zuvor an der Pilotanlage und anderen Anlagen durchgeführt wurden, angestellt.

6.1 Ergebnisse der Ultraschallvolumenstrommessung

Die Volumenstrommessung an der Pilotanlage ist von zentraler Bedeutung für die Genauigkeit der Messergebnisse. Abbildung 52 zeigt den Vergleich der Volumenstrommessungen in der Abluftleitung. Die blaue Linie stellt die 45-Grad-Linie des Staugitters dar. Zwei Messdurchgänge über den gesamten Messbereich der Anlage haben gezeigt, dass bei höheren Gasströmen eine große Abweichung zwischen Staugitter und Ultraschallmessgerät entsteht. Das Staugitter weist eine zu geringe Beruhigungsstrecke und einen Doppelbogen direkt vor dem Gerät auf, die den Gasstrom und darauffolgend auch die Staugitters negativ beeinflussen. Gegensatz Messung des Im dazu hat die Ultraschallmessung eine ausreichende Beruhigungsstrecke von 11 m und das US-Gerät zeigt zusätzlich drei Parameter an, die Informationen über die Qualität des Messsignals und der Messung ausgeben. Durch die gering eingestellte Dämpfung des Messsignals reagiert das Messgerät sehr schnell auf Änderungen im Gasvolumenstrom. Der Messbereich wurde von 0-3000 m³/h eingestellt, um eine ausreichende Auflösung an der SPS zu erzielen.



Abbildung 52: Vergleich der Ultraschallmessung mit dem Staugitter





6.2 Messbereichserweiterung

Eine hydraulische Vermessung sollte einen möglichst großen Betriebsbereich der Packung abdecken. In vielen Anwendungen in der Industrie wird der Betriebspunkt eines Gaswäschers meist nahe des Staupunkts gewählt, um ein gutes Verhältnis von Gas zu Flüssigkeit im Reaktionsraum zu erzielen. Jedoch werden Kolonnen für spezielle Anwendungen wie der Desorption oder bei der Verwendung sehr teurer Gase im Bereich eines sehr niedrigen F-Faktors (F<1 Pa^{0,5}) betrieben. Um auch diesen Bereich abdecken zu können, ist es nötig, den Gasstrom an der Pilotanlage zu reduzieren. In Kapitel 5.2 wurde gezeigt, dass der Gasstrom durch die Pilotanlage nicht über eine Falschluftansaugung reduziert werden kann. Eine zweite Drosselklappe am Ansaugstutzen der Kolonne K600 ermöglicht einen stabilen Betrieb der Anlage bei einem Volumenstrom von 150 m³/h, das einem F-Faktor von 0,25 Pa^{0,5} entspricht. Anhand eines Vergleichs mit einer Druckverlustmessung an der Pilotanlage im Jahr 2014 soll die Messbereichserweiterung dargestellt werden. Im Druckverlustdiagramm (Abbildung 53) sind die Kurven beider Messungen eingezeichnet. Die strichlierten Kurven stellen die Werte der Messung von 2014 dar. Der niedrigste stabile Betriebspunkt der Messung aus 2014 liegt bei einem F-Faktor von 0,9 Pa^{0,5}. Im Vergleich dazu beginnen die Messungen 2018 (durchgezogene Linien) bei einem F-Faktor von 0,25 Pa^{0,5}. Jedoch ist ein markanter Knick zwischen dem ersten und zweiten Messpunkt der Linien festzustellen.



Abbildung 53: Vergleich der Druckverlustmessung 2014 vs 2018 der Hiflow Plus #2

Dieser Knick ist auf eine zu geringe Auflösung in der Differenzdruckmessung an der Packung zurückzuführen. Dadurch kann die Messbereichserweiterung bei der Druckverlustmessung mit diesen Druckaufnehmern nur bis zu einem F-Faktor von 0,5 Pa^{0,5} als erfolgreich angesehen werden.



6.2.1 Differenzdruckmessung an der Packung

Um eine Messbereichserweiterung bis zu einem F-Faktor von 0,25 Pa^{0,5} in der Druckmessung zu realisieren, wäre ein Austausch des Druckmessgerätes oder die Verwendung eines Schrägrohrmanometers mit entsprechendem Messbereich für den ersten Betriebspunkt notwendig. Das verwendete Druckmessgerät an der Pilotanlage hat einen Messbereich von 0 bis +50 mbar. Der Balken in der Abbildung 54 veranschaulicht das Problem eines zu großen Messbereichs und die daraus resultierende zu große Auflösung des Druckmessgeräts. Der grüne Balken stellt den gesamten Messbereich der Druckmessung dar. Für hydraulische Vermessungen werden effektiv 20 mbar (oranger Balken) genutzt. Der rote Balken stellt den durchschnittlichen Druckverlust am ersten Betriebspunkt dar. Ein Wert von 0,02 mbar entspricht 4 Promille des Messbereichs. Somit ist dieser gemessene Druck weit unter der Genauigkeit (1%) des Messgeräts und liefert keinen verlässlichen oder aussagekräftigen Wert. Diese Darstellung zeigt sehr gut, dass der Messbereich der Druckwerlustmessung zu groß ist.



Abbildung 54: Messbereich der Druckmessung

6.3 Ergebnisse der hydraulischen Vermessung

Für die vermessene Packung des Typs Hiflow Plus #2 stehen von mehreren Forschungspartnern hydraulische Messdaten zur Verfügung. Durch eine Gegenüberstellung der einzelnen Messergebnisse soll das an der Pilotanlage entwickelte System zur Hold-up-Bestimmung evaluiert werden. Über den gemessenen Druckverlust an der Packung kann zusätzlich ein Vergleich zwischen den verschiedenen Anlagen und deren Messgenauigkeit dargestellt werden.

6.3.1 Messergebnisse der Pilotanlage 2014 vs. 2018

Im Zuge ihrer Dissertation [6] wurde eine hydraulische Vermessung der Hiflow Plus #2 an der Pilotanlage von Dipl.-Ing. Dr.mont. Verena Wolf-Zöllner durchgeführt. Der Gasvolumenstrom wurde 2014 mittels Staugitter gemessen und die einbaubedingte Abweichung über eine Ausgleichsgerade korrigiert. Der Hold-up wurde dabei mit dem in Kapitel 3.4.1 beschriebenen Messverfahren bestimmt. Im Diagramm (Abbildung 55) sind die



Messergebnisse aus 2014 (strichlierte Linien) und 2018 (durchgezogene Linien) dargestellt. Der Messbereich konnte mit dem neuen Messverfahren des Hold-ups bis auf einen F-Faktor von 0.25 Pa^{0,5} nach unten erweitert werden. Bei der Betrachtung der Linien mit gleicher Berieselungsdichte ist zu erkennen, dass der Stau- und Flutbereich bei gleicher Gasbelastung (F-Faktor) erreicht wird. Der Hold-up vor dem Staubereich stimmt bis auf zwei Linien (B30 und B60) sehr gut überein. Für die Berieselungsdichte von 60 m³/(m^{2*}h) (gelbe Linie) wurde 2014 im unteren Bereich ein höherer Wert des Hold-ups bestimmt. Die vertikalen Abstände der Linien untereinander sollten der Berieselungsdichte entsprechend gleichmäßig verteilt sein. Deutlich zu erkennen ist, dass die Linie B60 2014 einen viel geringeren Abstand zur Linie B80 2014 aufweist, als zur Linie B40 2014, obwohl die Berieselungsdichte jeweils um 20 m³/(m²*h) erhöht wurde. Des Weiteren ist ein untypisch starker Knick am Beginn des Staubereichs der Linie B60 2014 zu erkennen, der vermutlich auf eine Messungenauigkeit hinweist. Gesamt betrachtet stimmen die beiden Messungen sehr gut überein. Das Messverfahren 2014 war aufgrund der aufwendigen Messabläufe sehr zeitintensiv und fehleranfällig. Trotzdem konnten sehr gute Ergebnisse erzielt werden, was auch der Vergleich mit den Ergebnissen aus 2018 gezeigt hat.



Abbildung 55: Vergleich mit den Ergebnissen des Hold-ups an der Pilotanlage 2014

Die Ergebnisse des hydraulischen Druckverlusts (Abbildung 56) zeigen eine sehr gute Übereinstimmung im Bereich des Stau- und Flutpunkts der Anlage. Im Gegensatz zum Holdup konnte der Messbereich bei der Druckverlustmessung aufgrund der Druckaufnehmer (siehe Kapitel 6.2) nur bis zu einem F-Faktor von 0,5 Pa^{0,5} erfolgreich erweitert werden. Lediglich die Linie B100 weist im Bereich des F-Faktors von 0,5-2,5 Pa^{0,5} einen sehr geringen Abstand zur Linie B80 auf.





Abbildung 56: Vergleich des hydraulischen Druckverlusts der Pilotanlage 2014 vs 2018

6.3.2 Vergleich der Ergebnisse von der Universität Texas (SRP)

Die Universität Texas verwendet eine Packungskolonne mit einem Durchmesser von 426,3 mm und einer Packungshöhe von 3 m. Der Hold-up wird mit einem ähnlichen Messverfahren wie an der Pilotanlage Leoben bestimmt, jedoch fehlen weitere Informationen über die genaue Funktionsweise darüber. Im Hold-up-Diagramm (Abbildung 57) sind die Messergebnisse von SRP mit strichlierten und die der Pilotanlage Leoben mit durchgezogenen Linien dargestellt. Im Bereich von F=0,25 Pa^{0,5} bis F=3 Pa^{0,5} stimmen die gemessenen Hold-up-Linien der jeweiligen Berieselungsdichten sehr gut überein. Der Übergang vom Stau- in den Flutbereich tritt an der Pilotanlage Leoben bei einer niedrigeren Gasbelastung (F-Faktor) auf (ausgenommen der Linie B12). Eine mögliche Erklärung dafür wäre, dass an der Anlage der Universität Texas die Flüssigkeit nicht gleichmäßig über den Kolonnenguerschnitt verteilt wurde. Aufgrund des Randwassers (Wasser das entlang der Kolonnenwand abfließt) befindet sich weniger Flüssigkeit im Inneren der Packung und es können sich dadurch Gaskanäle bilden. Diese Gaskanäle verursachen einen geringeren Widerstand in der Packung und der Stau- und Flutpunkt verzögern sich. Niedrige Berieselungsdichten hohen Gasströmen bereiten mit bei der hydraulischen Charakterisierung besondere Schwierigkeiten, da das Wasser vor und in der Packung durch den Gasstrom an die Kolonnenwand gedrückt wird und sich so der Effekt des Randwassers verstärken kann. Dadurch könnte der Stau- und Flutpunkt der Linie B12 verzögert worden sein.





Abbildung 57: Vergleich mit der Universität Texas (SRP)

Um die Messergebnisse für den Vergleich des hydraulischen Druckverlusts übersichtlicher darzustellen, wurden sie in zwei Diagramme aufgeteilt (Abbildung 58 und Abbildung 59). Durchgezogene Linien stellen in beiden Diagrammen die Ergebnisse der Pilotanlage dar.



Abbildung 58: Vergleich des Druckverlusts (Teil1) mit der Universität Texas

Bei der Gegenüberstellung der Linien gleicher Berieselungsdichte ist wie beim Hold-up (Abbildung 57) zu sehen, dass die Anlage von SRP den Stau- und Flutbereich etwas verzögert erreicht. Im unteren Bereich des F-Faktors (<1,0 Pa^{0,5}) weisen die Linien eine Differenz in ihrer Steigung auf. Ein möglicher Grund dafür könnte erneut die ungenügende Auflösung der Druckmessung in diesem Bereich sein.





Abbildung 59: Vergleich des Druckverlusts (Teil2) mit der Universität Texas

Der Vergleich der Messungen (SRP/Leoben) kann als sehr erfolgreich angesehen werden. Aufgrund der geringen Anlageninformationen von SRP können keine genauen Ursachen, sondern lediglich Vermutungen für die Abweichungen aufgezeigt werden.

6.3.3 Vergleich der Ergebnisse von der Ruhruniversität Bochum

An der Ruhruniversität Bochum (RUB) wird eine Anlage mit einem Kolonnendurchmesser von 440 mm und einer Packungshöhe von 1 m betrieben. Die in der Abbildung 60 dargestellten Messwerte weichen sehr stark von den anderen Messdaten (SRP, Leoben 2014) ab, wodurch ein Vergleich nur bedingt möglich ist. Messdaten von Packungen mit ähnlichem Lückenvolumen und Betriebseigenschaften weisen einen weit niedrigeren Hold-up auf als die Messwerte von RUB. Lediglich die Gasbelastung (F-Faktor) beim Eintritt in den Stau- und Flutbereich stimmen annähernd mit den Ergebnissen der Pilotanlage Leoben überein.





Abbildung 60: Vergleich mit der Ruhruniversität Bochum (RUB)



Im Zuge dieser Arbeit wurde eine Pilotanlage für die Vermessung von Füllkörpern und Packungen umgebaut. Der Schwerpunkt des Umbaus lag in der Steigerung der Messgenauigkeit bei der hydraulischen Charakterisierung von Füllkörpern und Packungen. Eine solche Charakterisierung beinhaltet die Messung des hydraulischen Druckverlusts, den die Packung im Betrieb erzeugt und die Bestimmung der Flüssigkeitsmenge (Hold-up), die sich in der Packung befindet. Neben der Verbesserung der hydraulischen Charakterisierung wurde auch im Rahmen der Standardisierung von Füllkörper- und Packungskolonnen ein Engineering für eine CO₂-Desorption an der Anlage durchgeführt. Basic Die Standardisierung einer Packungskolonne beinhaltet spezifische geometrische Abmessungen in Bezug auf die Packungspositionierung in der Kolonne und einheitliche Stoffsysteme für die Untersuchung des Stoffaustauschs. Am Beginn der Arbeit wurde durch Messungen eine genaue Fehleranalyse an der Anlage durchgeführt. Anhand dieser Fehleranalyse und aus Erfahrungen vergangener Messungen konnten Probleme bei der Gasvolumenstrommessung festgestellt werden. Das für die Volumenstrommessung verwendete Staugitter befindet sich in der Abluftleitung unmittelbar nach einem Doppelbogen mit einer zu geringen Beruhigungsstrecke. Die durch den Doppelbogen und das Gebläse verursachten Turbulenzen haben negative Auswirkungen auf die Gasvolumenstrommessung. Zusätzlich beginnt der Messbereich des Staugitters bei 300 m³/h, was für die geplante Messbereichserweiterung nach unten hin nicht ausreichend ist. Somit wurde die Entscheidung getroffen, ein neues Messsystem mit einer ausreichenden Beruhigungsstrecke in der Abluftleitung zu installieren. Das Messprinzip basiert auf einer Zeitdifferenzmessung von Ultraschallwellen, die durch das strömende Medium durchdringen und je nach Strömungsrichtung des Mediums beschleunigt oder verzögert werden. Über diese Zeitdifferenz wird die Strömungsgeschwindigkeit des Mediums bestimmt. Die Sensoren des Messgeräts werden auf der Rohraußenwand mit Klemmen befestigt, wodurch keine baulichen Veränderungen an der Rohrleitung vorgenommen werden müssen. Mit anfänglichen Schwierigkeiten wurde das Messsystem erfolgreich in Betrieb genommen. Beim Basic Engineering der CO₂-Desorption wurde das Hauptaugenmerk auf die Sättigung der Flüssigkeit mit CO₂ gelegt. Als Behälter, in dem die Sättigung stattfindet, wurde der K450-Sumpf ausgewählt. Je feiner das Gas in der Flüssigkeit verteilt wird, umso schneller wird die Sättigung der Flüssigkeit erreicht. Für die Gasverteilung wird ein umfunktionierter Metallfilter am Boden des K450-Sumpfs verwendet. Das Kohlendioxid wird mit Hilfe des Flaschendrucks über den Gasverteiler (Metallfilter) in die Kolonne eingebracht. Eine schon vorhandene Abluftleitung in der Halle dient zum Abführen der verdrängten Luft und dem überschüssigen CO₂ aus dem Sumpf. Die notwendigen Bauteile für den Rohrleitungsbau und Gasverteiler wurden bestellt. Die weitere Vorgehensweise für die Desorption wäre eine schnelle Messmethode zu finden, um den Sättigungszustand (CO2-Gehalt) der Flüssigkeit ermitteln zu können. Für die Desorptionsmessungen müsste die vorhandene Gasanalytik für die CO₂-Bestimmung im Abgas aufgerüstet werden. Den größten Teil dieser Arbeit stellte die Planung und Implementierung des neuen Hold-up-Messsystems dar. In der Planungsphase wurden Entwürfe verschiedener Messsysteme als 3-D-Modell gezeichnet, in einer Gruppe



diskutiert und bewertet. Ziel war es, ein System zu entwickeln, bei dem der Hold-up simultan zum hydraulischen Druckverlust bestimmt werden kann. Das Prinzip der Messung ist die Differenz des Füllstands im Vorratsbehälter der Flüssigkeit (Sumpf). Der Füllstand im ausgeschalteten Zustand bildet den Ausgangspunkt der Messung. Wird nun die Anlage eingeschaltet und der Betriebspunkt angefahren, stellt sich ein stabiler Flüssigkeitskreislauf in der Anlage ein. Dadurch sinkt der Füllstand im Sumpf und durch die Differenz des Füllstands im Ausgangszustand zum stabilen Betrieb kann der Hold-up berechnet werden. Das Messsystem für den Hold-up besteht aus einem kleineren Sumpf (Hold-up-Sumpf), der über dem ursprünglichen K450-Sumpf in die Kolonne integriert wurde. Durch den kleineren Durchmesser des Hold-up-Sumpfs im Vergleich zum K450-Sumpf wirken sich Volumenänderungen stärker an der Höhe des Füllstands aus. Aufgrund der Trennung von Kolonne und K450-Sumpf war es notwendig, eine zusätzliche Pumpe zu installieren. Diese pumpt die Flüssigkeit im kleinen Kreislauf vom Hold-up-Sumpf in die Pumpleitung über den Flüssigkeitsverteiler wieder in die Kolonne und in den Hold-up-Sumpf zurück. Die verschiedenen Kreisläufe der Anlage ermöglichen einen flexiblen Messaufbau für die hydraulische Charakterisierung sowie auch für Stoffaustauschmessungen. Je nach Kreislauf wird nun die Flüssigkeit mit zwei unterschiedlichen Pumpen durch eine Pumpleitung in die Kolonne eingespeist. Durch eine Zwangsverschaltung mit Rückschlagventilen in der Pumpleitung ist es möglich, beide Pumpen abwechselnd an der Anlage zu verwenden, ohne die Pumpleitung verändern zu müssen. Den Abschluss dieser Arbeit bildet eine gesamte hydraulische Charakterisierung einer Kunststoffpackung des Typs Hiflow Plus #2. Um die daraus generierten Ergebnisse und den Umbau an der Pilotanlage zu evaluieren, werden diese mit hydraulischen Vermessungen anderer Anlagen von Forschungspartnern verglichen. Die Vergleiche zeigen, dass das neue System, trotz geringer Abweichungen, zur Bestimmung des Hold-ups an der Pilotanlage sehr gut geeignet ist und zudem aussagekräftige Ergebnisse liefert. Der Hold-up wird simultan zur Messung des hydraulischen Druckverlusts der Packung ermittelt, wodurch sich kein zusätzlicher Messaufwand für den Hold-up ergibt. Beim hydraulischen Druckverlust an der Pilotanlage hat sich gezeigt, dass für den Bereich unter F=1 Pa^{0,5} die Druckaufnehmer an der Packung eine zu geringe Auflösung besitzen. Um auch diesen Bereich einer Packung exakt vermessen zu können, wäre ein Austausch des Druckmessgeräts ein weiterer Schritt, um den Messbereich der Pilotanlage zu erweitern. Somit erhöht sich auch die Qualität der hydraulischen Messergebnisse für die Forschung an Füllkörpern und Packungen.



8 Verzeichnisse

8.1 Literatur

- [1] Müllkraftwerk Schwandorf, siehe <u>https://www.z-m-s.de/images/2017schema-mkw-web.gif</u>, Stand 2017.
- [2] A. Mersmann, M. Kind, and J. Stichlmair, "Thermische Verfahrenstechnik: Grundlagen und Methoden, 2., wesentlich erw. und aktualisierte Aufl." Chemische Technik Verfahrenstechnik. Springer, Berlin, S.334, 2005.
- [3] Tabelle für Stoffsysteme für Stoffaustauschsmengen (Füllkörper-/Packungskolonnen DN 450/DN 600), siehe <u>http://vtiu.unileoben.ac.at/de/labor-versuchseinrichtungen-fuellkoerper-packungskolonnen dn 450 dn 600/</u>, Stand: 2018.
- [4] A.K. Kunze, P. Lutze, H. Schoenmakers, S. Müller, M. Kopatschek, J. Maćkowiak, G. Andrzej, M. Grünewald, "Die Notwendigkeit einer Standardisierung von Stofftransportmessungen in der Ab -und Desorption". Chemie Ingenieur Technik, 11(84), S. 1932, 2012. DOI: 10.1002/cite.201200045.
- [5] B. Hüpen, A. Hoffmann, A. Górak, J.-M. Löning², M. Haas, T. Runowski,
 K. Hallenberger, "Standarisation of mass transfer measurements – a basis for the description of absorption process", IChemE Nr. 152, S. 524, 2006.
 - [6] V.Wolf, Dissertation: "Entwicklung eines hydraulischen Modells für eine neuartige Gitterstrukturpackung", S.40 ff, 2014
 - [7] A. Karbach, B. Fromm, H. Krinniger, D. Otto, J. Schiele, R. Schröter, D. Striebel, F. Tiersch, W. Treusch. D. Wolff, "Messtechnik in der Versorgungstechnik". Springer-Verlag, S. 390 und 394, 2013.
 - [8] W. Martienssen, H.Warlimont, (Eds). "Springer handbook of condensed matter and materials data". Springer Science & Business Media, S. 488, 2006.
 - [9] J. Draxler, M. Siebenhofer "Verfahrenstechnik in Beispielen. In: Verfahrenstechnik in Beispielen" 1 Aufl., Wiesbaden: Springer Vieweg. S. 535, 2014. DOI: <u>10.1007/978-3-658-02740-7</u>
 - [10] Der aktuelle CO2- Gehalt in der Atmosphäre, siehe https://www.esrl.noaa.gov/gmd/ccgg/trends/global.html, Stand: April 2018.



8.2 Abkürzungsverzeichnis

°C	Grad Celsius
L/G	Flüssigkeits-/Gasverhältnis
SRP	Separation Research Programme
CO ₂	Kohlendioxid

8.3 Formelverzeichnis

R	Radius des Außenkreises (Rohrinnendurchmesser) [mm]
r _i	Radius des i-ten Innenkreises [mm]
i	Ordnungszahl der Innenkreise (von außen beginnend)
n	Anzahl der gewählten flächengleichen Teilflächen
D	Rohrdurchmesser [mm]
y i	Abstand der i-ten Schwerlinie von der Rohrinnenwand [mm]
Ϋ́	Volumenstrom [m³/h]
A	Querschnittsfläche des Rohres [mm²]
Vi	Geschwindigkeit an der Schwerlinie i [m/s]
В	Berieselungsdichte [m³/(m²*h)]
V _{Flexim}	Volumenstrom Ultraschallmessgerät [m³/h]
F _{Flexim}	Berechneter F-Faktor [Pa ^{0,5}]
V _{Sumpf}	Volumen im Sumpf bei einem stabilen Betriebspunkt [Liter]
Startwert bzw. Endwert	Füllstand bei ausgeschalteter Hold-up Pumpe [Liter]
A _{FVT}	Querschnittsfläche Flüssigkeitsverteiler [cm²]
h _{FVT}	Stauhöhe im Flüssigkeitsverteiler [mm]
V _{FVT}	gestautes Volumen im Flüssigkeitsverteiler [Liter]
V _{Leitung}	Volumen der horizontalen Pumpleitung [Liter]
V _{Verlust}	Differenz von Start- und Endwert auf die Messpunkte aufgeteilt [Liter]
V _{hl}	Flüssigkeitsvolumen in der Packung [Liter]
$V_{\text{Gas},i}$	Gasvolumenstrom des Betriebspunkts i [m³/h]



8.4 Tabellen

Tabelle 1: Absorptive Stoffsysteme an der Pilotanlage [3]	17
Tabelle 2: Kostenaufstellung für die zwei Sättigungssysteme	54
Tabelle 3: Messdaten der Berieselungsdichte 60	65
Tabelle 4: Ergebnisse der Hold-up-Messung der Berieselungsdichte 60	68



8.5 Abbildungen

Abbildung 1: Schema einer Rauchgasreinigungsanlage [1]. Der Wäscher wird durch die r strichlierte Linie hervorgehoben	rot – 6
Abbildung 2: Einteilung von Gaswäschern	7
Abbildung 3: Schematische Darstellung eines Sprühwäschers	8
Abbildung 4: Skizze einer Bodenkolonne	9
Abbildung 5: Skizze eines Blasensäulenreaktors (Sprudelschicht)	10
Abbildung 6: Skizze einer Packungskolonne	11
Abbildung 7: Diverse Füllkörper (links) und ein Teil eines Packungselements (rechts)	12
Abbildung 8: Prinzipskizze des Aufbaus einer hydraulischen Vermessung	14
Abbildung 9: Druckverlust Diagramm Hiflow Plus #2 (Messung: V.Wolf-Zöllner 2014)	15
Abbildung 10: Hold-up-Diagramm Hiflow Plus #2 (Messung: V.Wolf-Zöllner 2014)	16
Abbildung 11: 3-D-Zeichnung der Pilotanlage im Ausgangszustand	20
Abbildung 12: Messmethode für den Hold-up 2014	22
Abbildung 13: Vergleich der Messergebnisse mit einer anderen Anlage	23
Abbildung 14: Strömungsprofil einer laminaren Strömung in einem Rohr [7]	25
Abbildung 15: Rohrquerschnitt beim Schwerlinien-Verfahren [7]	25
Abbildung 16: Vergleich von Staugitter und Hitzdrahtanemometer	27
Abbildung 17: Gebläse- und Anlagenkennlinie	29
Abbildung 18: Schaltbild einer Drosselregelung bei einem Gebläse	30
Abbildung 19: Ausgebaute Drosselklappe vor dem Gebläse	30
Abbildung 20: Prinzip einer Falschluftansaugung in einem Sankey-Diagramm	31
Abbildung 21: Schaltbild einer Falschluftansaugung	31
Abbildung 22: Implementierung der Falschluftansaugung	32
Abbildung 23: Prinzip einer Ultraschallmessung	33
Abbildung 24: Fließschema der Pilotanlage (Gasweg)	34
Abbildung 25: 3D-Übersicht der Pilotanlage	35
Abbildung 26: 3D-Ansicht des K450-Sumpfs (grün) und des Hold-up-Sumpfs (orange)	36
Abbildung 27: Aufbau des Kolonnensumpfs	37
Abbildung 28: 3D-Ansicht des Sumpfbodens	38
Abbildung 29: Ausgangszustand der Pumpleitung	39



Abbildung 30: Neuaufbau der Pumpleitung K450	40
Abbildung 31: P&I der neuen Kolonnenkonfiguration für die Fluiddynamik	41
Abbildung 32: Füllstandssensor zwischen Sumpfboden und Gasverteilerschuss	42
Abbildung 33: Seitenansicht der Kolonne mit Bemaßung der Anschlüsse	43
Abbildung 34: Schematische Darstellung des Flüssigkeitswegs der Variante 1	45
Abbildung 35: Schematische Darstellung des Flüssigkeitswegs der Variante 2	46
Abbildung 36: Schematische Darstellung des Flüssigkeitswegs ungefährlicher Medien	47
Abbildung 37: Darstellung des Kreislaufbetriebs für große Absorbensmengen	48
Abbildung 38: Darstellung des Kreislaufbetriebs mit kleinen Absorbensmengen	48
Abbildung 39: Darstellung des Kreislaufbetriebs für Kleinstmengen	49
Abbildung 40: Prinzip einer CO ₂ - Desorption	50
Abbildung 41: Kreislaufdarstellung mit Gebläse	52
Abbildung 42: Kreislaufdarstellung mit Flaschendruck	53
Abbildung 43: Neue Schadstoffleitung (rote Leitung)	56
Abbildung 44: Flexim-Sensoren im oberen Abschnitt der Abluftleitung	59
Abbildung 45: Positionierung der beiden Sensorpaare	59
Abbildung 46: Übersicht des Messaufbaus für die Falschluftansaugung	61
Abbildung 47: Gebläsekennlinie	62
Abbildung 48: Kürzen des Gasverteilerschusses	63
Abbildung 49: P&I der Kolonne K450	64
Abbildung 50: Kennlinie des Flüssigkeitsverteilers für die Berieselungsdichte 30-120	66
Abbildung 51: Hold-up-Diagramm der Berieselungsdichte 60	69
Abbildung 52: Vergleich der Ultraschallmessung mit dem Staugitter	70
Abbildung 53: Vergleich der Druckverlustmessung 2014 vs 2018 der Hiflow Plus #2	71
Abbildung 54: Messbereich der Druckmessung	72
Abbildung 55: Vergleich mit den Ergebnissen des Hold-ups an der Pilotanlage 2014	73
Abbildung 56: Vergleich des hydraulischen Druckverlusts der Pilotanlage 2014 vs 2018	74
Abbildung 57: Vergleich mit der Universität Texas (SRP)	75
Abbildung 58: Vergleich des Druckverlusts (Teil1) mit der Universität Texas	75
Abbildung 59: Vergleich des Druckverlusts (Teil2) mit der Universität Texas	76
Abbildung 60: Vergleich mit der Ruhruniversität Bochum (RUB)	77



Anhang

Pumpenauslegung

$l_{Rohr} \approx 7m$	$V'_{Pumpe} := 16 \frac{m^3}{h}$	
d _{Rohr} := 73.6mm	$k_{R} := 0.007m$	http://www.schweizer-fn.de/stroemung /rauhigkeit/rauhigkeit.php
$\eta_{\text{H20}} \coloneqq 1.31 \cdot 10^{-3} \frac{\text{kg}}{\text{m} \cdot \text{s}}$	$\rho_{\rm H2O} := 999.7 \frac{\rm kg}{\rm m^3}$	Dichte und Viskosität bei 10°C
$h_{DS} \coloneqq 5.12m$	h _{SS} := 1.3m	h _{DS} Höhe Druckleitungsflansch h _{SS} Höhe Saugleitungsflansch
$\xi_{\text{Bogen}} \coloneqq 0.185$	$n_{Bogen} := 8$	
$\Delta p_{VRS} \coloneqq 0.06 bar$		Δp _{vRS} Druckverlust Rückschlagventil
$\xi_{\text{Stern}} \coloneqq 0.35$		Δp _{VKlappe} Druckverlust Klappe n _{Bogen} Anzahl Bögen in Leitung

 $\Delta p_{VKlappe} := 0.01 bar$

Berechnung:

$$\begin{array}{ll} A_{R} \coloneqq \frac{d_{Rohr}^{2} \cdot \pi}{4} & A_{R} = 42.545 \cdot cm^{2} \\ w_{H2O} \coloneqq \frac{V_{Pumpe}}{A_{R}} & w_{H2O} = 1.045 \frac{m}{s} \\ \frac{k_{R}}{d_{Rohr}} = 0.095 & \lambda_{Rohr} \coloneqq 0.022 & \dots \text{aus Colebrook - Diagramm} \\ \Delta p_{Geo} \coloneqq \rho_{H2O} \cdot g \cdot (h_{DS} - h_{SS}) & \Delta p_{Geo} = 374.502 \cdot mbar \\ \Delta p_{Dyn} \coloneqq \frac{\rho_{H2O}}{2} \cdot w_{H2O}^{2} \cdot \left(\lambda_{Rohr} \cdot \frac{l_{Rohr}}{d_{Rohr}} + \xi_{Stern} + \xi_{Bogen} \cdot n_{Bogen}\right) & \Delta p_{Dyn} = 21.396 \cdot mbar \\ \end{array}$$
Gesamter zu überwindender Druckverlust:

$$\Delta p_{Vges} \coloneqq \Delta p_{Geo} + \Delta p_{Dyn} + \Delta p_{VRS} + \Delta p_{VKlappe} & \Delta p_{Vges} = 465.898 \cdot mbar \\$$
Drücke an Druck- und Saugseite der Pumpe: p_{S} := \rho_{H2O} \cdot g \cdot h_{SS} & p_{S} = 0.127 \cdot bar \\ \end{array}

 $p_{S} := \rho_{H2O} \cdot g \cdot h_{SS} \qquad p_{S} = 0.127 \cdot bar$ $p_{D} := \rho_{H2O} \cdot g \cdot h_{DS} \qquad p_{D} = 0.502 \cdot bar$



CO₂-Bedarf der Sättigung

$$\begin{split} & a_{Sumpf} := 1460 nm \qquad V_{H2O} := 1800 L \qquad H_{CO2} := 0.034 \frac{mol}{1.atm} \qquad \rho_{H2O} := 1000 \frac{kg}{m^3} \\ & MM_{CO2} := 44.01 \frac{kg}{kmol} \qquad v_M := 22.414 \frac{1}{mol} \qquad R_{id} := 8.31445 \frac{J}{mol\cdot K} \qquad h_{Sumpf} := 1160 nm \\ \hline \textbf{Füllstand Sumpf} : \\ & A_{Sumpf} := a_{Sumpf}^2 \qquad A_{Sumpf} = 2.132 m^2 \\ & h_{H2O} := \frac{V_{H2O}}{A_{Sumpf}} \qquad h_{H2O} = 0.844 m \\ & V_{Sumpf} := A_{Sumpf} \cdot h_{Sumpf} \qquad V_{Sumpf} = 2473 I. \\ \hline \textbf{CO}_2 \cdot \textbf{Sättigung} : \\ & P_U := 1000 mbar \qquad P_{Flasche} := 57bar \qquad m_{CO2} := 37.5kg \qquad \theta := 1.2 \\ \hline \textbf{Zu verdrängende Luft} & 0. berücksichtigt die Rückvermischung während der \\ & V_{Luft} := V_{Sumpf} - V_{H2O} \qquad V_{Luft} = 672.656 L \\ & n_{Luft} := \frac{P_U \cdot V_{Luft}}{R_{id} \cdot T_U} \qquad n_{Luft} = 27.148 mol \\ \hline \textbf{P}_{II} = \frac{P_2}{n_2} \\ \hline \textbf{Berötigtes CO}_2 f tir die Verdrängung : \\ & n_{CO2} := n_{Luft} \frac{P_U}{P_U} \qquad n_{CO2} = 27.148 mol \\ & V_{CO2verd} := \frac{n_{CO2} \cdot R_{id} \cdot T_U}{P_U} \qquad V_{CO2verd} = 672.656 L \\ \hline \textbf{CO}_2 \cdot Verbrauch f tir die Sättigung : \\ & V_{Sät} := H_{CO2} \cdot P_U \cdot V_{M} \cdot V_{H2O} \qquad V_{Sät} = 1354 \cdot L \\ \hline \textbf{Gesamtverbrauch f tir einen Sättigungszyklus : } \\ & V_{CO2} := V_{Sät} + \theta \cdot V_{CO2verd} \qquad V_{CO2verd} = V_{CO2} + V_{C$$



$$V_{FLCO2} \coloneqq \frac{m_{CO2}}{MM_{CO2}} \cdot v_{M} \qquad V_{FLCO2} = 19099 L$$
$$n_{Zykl} \coloneqq \frac{V_{FLCO2}}{V_{CO2}} \qquad n_{Zykl} = 8.838$$

Druckverlust bzw. benötigte Druckdifferenz:

$\Delta p_{\text{H2O}} \coloneqq \rho_{\text{H2O}} \cdot g \cdot h_{\text{H2O}}$		$\Delta p_{H2O} = 82.811 \cdot mbas$
$\Delta p_{RS} := 30 \text{mbar}$	Rückschlagventil	
$\Delta p_{Rest} := 50 \text{mbar}$	Leitung und Verteiler	
$\Delta p_{ges} \coloneqq \Delta p_{H2O} + \Delta p_{RS} +$	Δp_{Rest}	$\Delta p_{ges} = 162.8 \cdot mbar$

Umschlaghäufigkeit des Gases:
$$V_{VDmax} := 2.2 \frac{m^3}{min}$$
laut Elektror Seitenkanalverdichter $UH := \frac{V_{VDmax}}{V_{Sumpf} - V_{H2O}}$ $UH = 3.271 \cdot \frac{1}{min}$

Umwälzzeit:

$$t_{Zykl} := \frac{V_{CO2verd}}{V_{VDmax}} \qquad t_{Zykl} = 18.345 \,s$$

Rohrgeschwindigkeit vor Schlauch:

 $d_{R} := 40.8 \text{mm}$



CO₂ Beladung Luft

$$H_{CO2} = 0.034 \cdot \frac{\text{mol}}{1 \cdot \text{atm}} \qquad p_{Sumpf} := 950 \text{mbar} \qquad V_{H2O} = 1.8 \cdot \text{m}^3$$
$$B_1 := 60 \frac{\text{m}^3}{\text{m}^2 \cdot \text{hr}} \qquad F_1 := 1.5 \text{Pa}^{0.5}$$

Versuchsdauer:

$$\begin{split} \mathbf{d}_{\mathrm{Kol}} &\coloneqq 0.4224 \mathrm{m} \qquad \mathbf{A}_{\mathrm{Kol}} \coloneqq \mathbf{d}_{\mathrm{Kol}}^{2} \cdot \frac{\pi}{4} \qquad \mathbf{A}_{\mathrm{Kol}} = 0.14 \, \mathrm{m}^{2} \\ \mathbf{V}_{\mathrm{H2O}} &\coloneqq \mathbf{B}_{1} \cdot \mathbf{A}_{\mathrm{Kol}} = 8.408 \cdot \frac{\mathrm{m}^{3}}{\mathrm{hr}} \\ \mathbf{t}_{\mathrm{Versuch}} &\coloneqq \frac{\mathrm{V}_{\mathrm{H2O}}}{\mathrm{V}_{\mathrm{H2O}}} \qquad \mathbf{t}_{\mathrm{Versuch}} = 12.845 \cdot \mathrm{min} \\ \mathbf{\rho}_{\mathrm{Luft}} &\coloneqq 1.15 \frac{\mathrm{kg}}{\mathrm{m}^{3}} \qquad \mathbf{F} = \mathrm{w} \cdot \sqrt{\mathbf{\rho}_{\mathrm{Luft}}} \\ \mathrm{w}_{\mathrm{Luft}} &\coloneqq \frac{\mathrm{F}_{1}}{\sqrt{\mathbf{\rho}_{\mathrm{Luft}}}} \qquad \mathrm{w}_{\mathrm{Luft}} = 1.399 \frac{\mathrm{m}}{\mathrm{s}} \\ \mathrm{V}_{\mathrm{Luft}} &\coloneqq \mathrm{w}_{\mathrm{Luft}} \cdot \mathrm{A}_{\mathrm{Kol}} \qquad \mathrm{V}_{\mathrm{Luft}} = 11.761 \cdot \frac{\mathrm{m}^{3}}{\mathrm{min}} \\ \mathrm{V}_{\mathrm{L}} &\coloneqq \mathrm{V}_{\mathrm{Luft}} \cdot \mathrm{V}_{\mathrm{rsuch}} \qquad \mathrm{V}_{\mathrm{L}} = 151.066 \cdot \mathrm{m}^{3} \end{split}$$

Ein- und Ausgangsbeladung des Wassers:

$$\begin{aligned} x_{ein} &\coloneqq 1 & x_{aus} \coloneqq 0.1 \\ N_{CO2ein} &\coloneqq V_{H2O} \cdot H_{CO2} \cdot p_{Sumpf} \cdot x_{ein} & N_{CO2ein} \equiv 57.38 \text{ mol} \\ N_{CO2aus} &\coloneqq V_{H2O} \cdot H_{CO2} \cdot p_{Sumpf} \cdot x_{aus} & N_{CO2aus} \equiv 5.738 \text{ mol} \\ c_{CO2} &\coloneqq \frac{N_{CO2ein} - N_{CO2aus}}{V_L} & c_{CO2} \equiv 0.342 \frac{\text{mol}}{\text{m}^3} \\ v_{Mol} &\coloneqq 22.414 \frac{\text{L}}{\text{mol}} \end{aligned}$$



$$V_{CO2id} \coloneqq (N_{CO2ein} - N_{CO2aus}) \cdot v_{Mol} \qquad V_{CO2id} \equiv 1.157 \cdot m^3$$
$$c_{CO2ppm} \coloneqq \frac{V_{CO2id}}{V_L} \qquad c_{CO2ppm} = 0.766 \cdot \%$$

Hold - Up

Sumpfboden:

 $d_{SB} := 0.4224m = 0.422 m$ $h_{SB} := 140mm$ $d_R := 73.6mm$

Volumen Sumpfboden:

$$A_{SB} := \frac{d_{SB}^2 \cdot \pi}{4}$$

$$A_{SB} = 0.14 \text{ m}^2$$

$$V_{SB} := A_{SB} \cdot h_{SB}$$

$$V_{SB} = 19.618 \text{ L}$$

 $h_{SS} := 650 \text{mm}$...Höhe bis Ende der Level-Messung

 $d_{SS} := 422.4 \text{mm}$...Index SS: Sumpfschuss

$$V_{SS} \coloneqq d_{SS}^{2} \cdot \frac{\pi}{4} \cdot h_{SS} \qquad V_{SS} = 91.086 L$$
$$V_{Sumpf} \coloneqq V_{SS} + V_{SB} = 110.704 L$$

Horizontale Pumpleitung vor dem Flüssigkeitsverteiler

Um das Volumen des Vorverteilers zu bestimmen, wurde dieser ausgebaut und per Hand mit einem Messgefäß befüllt.

$$V_{RVV} := 8.5L$$

Hold - UP: B=100 m³/(m²*h)

$$B_1 := 100 \frac{m^3}{m^2 \cdot h}$$
 $A_{SS} := d_{SS}^2 \cdot \frac{\pi}{4}$ $A_{SS} = 0.14 m^2$

$$V'_1 := B_1 \cdot A_{SS}$$
 $V'_1 = 14.013 \cdot \frac{m^3}{h}$ $V'_1 = 3.893 \cdot \frac{L}{s}$

Zeit für einen Durchlauf bei konstantem Betrieb:

$$\begin{split} v_{HU} &\coloneqq v_{Sumpf} - v_{RVV} \qquad v_{HU} = 102.204 \, \text{L} \qquad v_{\text{HU}}... \text{Volumen für Hold Up verfügbar} \\ t_{Zykl} &\coloneqq \frac{v_{HU}}{v_1'} \qquad \qquad t_{Zykl} = 26.256 \, \text{s} \end{split}$$



Ausfluss ohne Pumpenunterstützung im Single-Way Betrieb des HU-Sumpfs

Ausfluss Toricelli:

 $\textbf{p}_{Aus}(\textbf{h}) \coloneqq \delta \cdot \textbf{g} \cdot \textbf{h}$

 $h_{max} := 630 mm$ $d_R := 50 mm$

$$\delta := 1000 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$$

 $A_{\text{Rohr}} := \frac{d_{\text{R}}^2 \cdot \pi}{4}$
 $A_{\text{Rohr}} := 1.963 \times 10^{-3} \text{ m}^2$

 $p_{Aus}(h_{max}) = 0.062 \cdot bar$

$$v_{Aus}(h) := \sqrt{\frac{2 p_{Aus}(h)}{\delta}}$$

$$v_{Aus}(0) = 0$$

$$V'_{Aus}(h) := v_{Aus}(h) \cdot A_{Rohr}$$

$$V'_{Aus}(h_{max}) = 24.847 \cdot \frac{m^3}{hr}$$





Auswertung der hydraulischen Vermessung Geometrische Angaben:

$d_{K450} := 422.4$ mm	Kolonnendurchmesser
$h_p := 1.7m$	Höhendifferenz der Druckmessstutzen der Packung
$h_{Pack} := 1.8m$	Höhe der Packung
$A_{FVT} \approx 643 \text{ cm}^2$	Fläche Flüssigkeitsverteiler

Stoffdaten:

Molmassen:

Gaskonstante:

Messwerte:

 $V_{Flexim} := 1361 \frac{m^3}{hr}$...Gasvolumenstrom

3

$$\begin{split} & V_{K450} \coloneqq 4.2 \frac{m}{hr} & \dots \text{Flüssigkeitsvolumenstrom Messkolonne} \\ & T_{Kolo} \coloneqq 16^{\circ}\text{C} & \dots \text{Temperatur in Kolonne} \\ & p_{umg} \coloneqq 1006\text{mbar} \\ & \Delta p_{K450} \coloneqq 2.06\text{mbar} & \dots \text{gemessener Druckverlust der Packung} \\ & V_{Sumpf} \coloneqq 74.41 & \dots \text{Volumen im Sumpf bei Betriebspunkt} \\ & \text{Startwert} \coloneqq 94.71 & \dots \text{Start- und Endwert für eine Linie (B30)} \\ & \text{Endwert} \coloneqq 92.91 \\ & \Sigma V_{Flexim} \coloneqq 18171 \frac{m^3}{hr} & \dots \text{die Summe der Gasvolumenströme der einzelnen Messpunkte} \\ & h_{FVT} \coloneqq 70\text{nm} & \dots \text{Stauhöhe im Flüssigkeitsverteiler} \end{split}$$

Diese Berechnung wurde mit den Messwerten der Berieselungsdichte 30 m³/(m²*h) und einem Gasvolumenstrom von 1361 m³/h durchgeführt.



Berechnung des F-Faktors:

Leerrohrgeschwindigkeit:

Sättigungsdampfdruck mit Hilfe der Antoine-Gleichung:

$$p_{S} := e^{23.462 - \frac{3978.205 \circ C}{(233.349 \circ C + T_{Kolo})}} \cdot Pa$$
 $p_{S} = 18.219 \cdot mbar$

Luftfeuchte:

$$X_{Feuchte} := \frac{M_{H2O}}{M_{Luft}} \cdot \frac{p_S}{p_{umg} - p_S} \qquad \qquad X_{Feuchte} = 0.011 \quad \frac{kgH2O}{kgLuft, tr}$$

$$x_{Feuchte} := \frac{X_{Feuchte}}{1 + X_{Feuchte}}$$
 $x_{Feuchte} = 0.011$ $\frac{kgH2O}{kgLuft, ft}$

Trockene Luftdichte:

$$\rho_{\text{Luft.tr}} \coloneqq \left[1.27423 - 0.00453981 \cdot \frac{T_{\text{Kolo}}}{^{\circ}\text{C}} + 0.0000131917 \cdot \left(\frac{T_{\text{Kolo}}}{^{\circ}\text{C}}\right)^2 - 1.98643 \cdot 10^{-8} \cdot \left(\frac{T_{\text{Kolo}}}{^{\circ}\text{C}}\right)^3 \right].$$
$$\rho_{\text{Luft.tr}} = 1.205 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$$

Dichte Dampf:

$$\rho_{\text{Dampf}} \coloneqq \frac{P_{\text{S}}}{R_{\text{H2O}} \cdot (273.15\text{K} + T_{\text{Kolo}})} \qquad \qquad \rho_{\text{Dampf}} = 0.014 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$$

Dichte feuchte Luft:

$$\rho_{\text{Luft.ft}} \coloneqq (1 - x_{\text{Feuchte}}) \cdot \rho_{\text{Luft.tr}} + x_{\text{Feuchte}} \cdot \rho_{\text{Dampf}} \qquad \rho_{\text{Luft.ft}} \equiv 1.191 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$$

F-Faktor:

$$F_F := w_{Flexim} \cdot \sqrt{\rho_{Luft.ft}}$$
 $F_F = 2.945 \cdot Pa^{0.5}$



Spezifischer Druckverlust der Packung:

$$\Delta p_h \coloneqq \frac{\Delta p_{K450}}{h_p}$$
 $\Delta p_h = 1.212 \cdot \frac{mbar}{m}$ $\Delta p_h = \frac{\Delta p}{H}$

Hold-up:

korrigiertes Flüssigkeitsvolumen im Sumpf:

 $V_{Sumpf.korr} \coloneqq V_{Sumpf} - \frac{(Startwert - Endwert)}{\Sigma V_{Flexim}} \cdot V_{Flexim}$ $V_{Sumpf.korr} = 74.265 L$

Flüssigkeitinhalt im Flüssigkeitsverteiler:

Die Stauhöhe im Flüssigkeitsverteiler verändert sich mit dem Flüssigkeitsstrom. Die Stauhöhe kann in einem Diagramm abgelesen werden und die Fläche des Verteilers ist bekannt.

$$V_{FVT} := A_{FVT} \cdot h_{FVT}$$
 $V_{FVT} = 4.501 L$

In der Pumpleitung und im Vorverteiler befinden sich zusammen 8,5 Liter Flüssigkeit, die zusätzlich abgezogen werden müssen.

$$V_{FV.PL} := 8.51 + V_{FVT}$$
 $V_{FV.PL} = 13.001 L$

Flüssigkeitsinhalt der Packung:

$$V_{Hold_up} := Startwert - V_{Sumpf.korr} - V_{FV.PL}$$
 $V_{Hold_up} = 7.434L$

Hold-up:

Volumen der Packung in der Kolonne.

$$V_{\text{Pack}} := \frac{d_{\text{K450}}^2 \cdot \pi}{4} \cdot h_{\text{Pack}} \qquad V_{\text{Pack}} = 252.238 \,\text{L}$$

$$h_{L} := \frac{V_{Hold_up}}{V_{Pack}} \qquad h_{L} = 0.029$$





















XIII









