

BEITRAG ZUR ANWENDUNG DER DÜNNSCHICHTAPPARATE

A. UJHIDY und R. BERKES

(Forschungsinstitut für Technische Chemie der
Ungarischen Akademie der Wissenschaften, Veszprém)

Eingegangen am 18. August 1972.

Bei der Anwendung von Rotationsdünn-schicht-apparaten können Fälle (z.B. Eindampfung, chemische Reaktionen) vorkommen, wo keine Möglichkeit zur Messung der Filmdicke besteht. In solchen Fällen wird die Filmdicke aus den zweckmässig umgeformten Zusammenhängen von NUSSELT, BRÖTZ und MATOLCSY berechnet. Die Ergebnisse dieser Berechnungen wurden mit aus Versuchsergebnissen bestimmten Filmdicken verglichen. Die Versuche wurden mit Starrflügelrotor und Wischer in Rotationsdünn-schicht-apparaten von verschiedenen Größen (aktive Oberfläche des Apparates: 0,0396; 0,0578; 0,1140; 0,1260; 0,63; 5,53 m²) durchgeführt.

Die Kenntnis der Filmdicke ist auch bei der Wasserdampfdestillation erforderlich, weil sie über die Stoff- und Wärmeübertragung und die Leistung des Apparates Aufschluß gibt. Bei den Versuchen wurde die Anwendbarkeit der verschiedenen Verfahren, wie z.B. Rührgefäß, Freifallfilm und Rotationsdünn-schicht-verfahren, zur Wasserdampfdestillation untersucht. Aus den Untersuchungen konnten einige Hinweise für eine günstigere Durchführung der Wasserdampfdestillation gewonnen werden.

FILMDICKE

Bei mechanisch erzeugten Flüssigkeitsfilmen ist die direkte Messung der Filmdicke sehr umständlich. Die mittlere Filmdicke kann aber aus dem gemessenen Hold-up (H) und aus der aktiven Ober-

fläche des Apparates (F) errechnet werden:

$$\delta = \frac{H}{F} \quad (1)$$

Anhand dieser Methode hat SCHNEIDER [1] festgestellt, daß mit der Steigerung des Zuflusses und der Zähigkeit die Filmdicke zunimmt, aber von der Umlaufgeschwindigkeit unabhängig ist. Seine Messungen wurden nur mit Wischerrotor durchgeführt.

Eine ähnliche Erscheinung wurde auch von DIETER [2] beobachtet, der die Messungen mit einem Wischerrotor und mit Wasser durchgeführt hat. Die Filmdicke verändert sich vermutlich wegen der praktisch nur zur Filmbildung notwendigen niedrigen Umlaufgeschwindigkeit ($47,2 - 188 \text{ m min}^{-1}$) nicht. Das wird bestätigt dadurch, daß die Filmdicke bei höherer Zähigkeit (8 und 30 cP) und bei höheren Umlaufgeschwindigkeiten als die erwähnten ($188 - 263 \text{ m min}^{-1}$) durch Erhöhung der Umlaufgeschwindigkeit eindeutig zunimmt.

DOMANSZKIJ und Mitarbeiter [3] haben auf Grund der Ergebnisse der mit einem Starrflügelrotor durchgeführten Versuche festgestellt, daß die Filmdicke durch Erhöhung der Umlaufgeschwindigkeit, des Zuflusses und der Zähigkeit eindeutig zunimmt. Die Flügelzahl und die Spaltbreite beeinflussen die Filmdicke, dieser Einfluß ist aber sehr gering.

Nach Messungen von BRESSLER [4] nähert sich die Filmdicke durch Erhöhung der Umlaufgeschwindigkeit des Starrflügelrotors von unten nach oben einem Grenzwert, hingegen erreicht die Filmdicke im Falle des Wischerrotors demselben Grenzwert von oben nach unten. Über diesem Grenzwert wurde kein Unterschied zwischen dem Starrflügel und Wischerrotor festgestellt.

Aus den vorher Mitgeteilten geht hervor, daß die Feststellungen der verschiedenen Verfasser über die Änderung der Filmdicke im Falle der mechanisch erzeugten Flüssigkeitsfilmen einander widersprechen. Deshalb wurden eigene Versuche durchgeführt, um diese Fragen zu klären.

Wir haben auf Grund unserer Versuchsergebnisse festgestellt, daß die Filmdicke im Falle der in den Versuchen angewandten Rortypen (starrer Flügel und Wischer) durch Erhöhung der Umlaufgeschwindigkeit, des Zuflusses und der Zähigkeit eindeutig zunimmt [5-10]. Bei der Prüfung des Einflusses des Rotortypes stellte es sich heraus, daß die Filmdicke bei dem Starrflügelrotor größer als bei dem Wischerrotor ist. Falls der Flüssigkeitsfilm im Falle des starren Flügels die Spaltbreite ausfüllt, das heißt, die Flügelkanten in den Flüssigkeitsfilm hineintauchen, üben die starren Flügel eine ähnliche Wirkung wie der Wischer aus.

Die aus dem gemessenen Hold-up errechnete Filmdicke nimmt um etwa 8-15 % im Bereich der Umlaufgeschwindigkeit von 80-250 m min⁻¹, während im Bereich der Umlaufgeschwindigkeit von 200-500 m min⁻¹ um 10-25 % zu [6, 7, 8]. In praktischer Hinsicht ist dieser letztere Umlaufgeschwindigkeitsbereich, wo die Dünnschichtapparate entweder als Verdampfer, oder als Reaktor, sowohl in laboratoriums-, als auch in Industriegröße zweckmässig betrieben werden können.

Es kann letzten Endes festgestellt werden, daß nur der Zufluß und die Zähigkeit auf die Filmdicke entscheidend wirken, und die Rolle des Flügeltypes, der Flügelzahl und der Spaltbreite viel weniger maßgebend ist [3, 10, 11].

Bei der Anwendung der Rotationsdünnschichtapparate kann ein solcher Fall vorkommen, wo keine Möglichkeit zur Messung des Hold-up besteht, zum Beispiel bei der Eindampfung, wo bei der augenblicklichen Abrechnung des Zuflusses die ebenso schnelle Abrechnung der Wärmezufuhr nicht zu verwirklichen ist. Deshalb verhindert die weiterlaufende Verdunstung die Messung des Hold-up.

Eine Möglichkeit für die rechnerische Erfassung der Filmdicke bietet die Verwendung der Zusammenhänge von NUSSELT, BRÖTZ und MATOLCSY [12-15].

Nach einer anderen Methode wird analog zur Strömung im Rohr auch für die Filmströmung aus dem durch die Reibung erzwungenen Druckverlust ein Reibungskoeffizient berechnet, den man zur Errechnung der Filmdicke zu Hilfe nehmen kann [5, 16, 17].

Zur Prüfung der Reproduzierbarkeit der Messungen wurde die Filmdicke nicht nur in einem gegebenen Apparat, sondern auch in den in Tabelle 1. aufgeführten verschiedenen Apparaten untersucht [4, 6, 7, 9, 10]. Dadurch wurden auch Wirkungen wie zum Beispiel die Ausknickung und Zentrierung der Welle beseitigt, welche die gleichmäßige Filmbildung verhindern. Zur Errechnung der Filmdicke können auf diese Weise die von NUSSELT und MATOLCSY angegebenen von uns zweckmäßig umgeformten Zusammenhänge [12-15] mit hinreichender Sicherheit verwendet werden.

Abbildung 1. und 2. zeigen den Einfluß der Flüssigkeitsbelastung auf die Filmdicke im Falle verschiedener Flügelumlaufge-

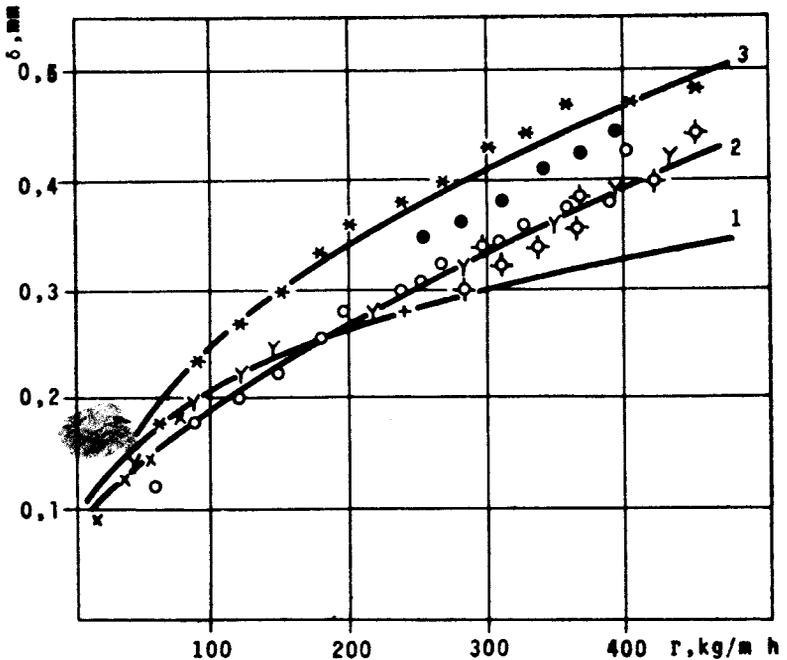


Bild 1. Abhängigkeit der Filmdicke von der Flüssigkeitsbelastung im Falle der verschiedenen Dünnschichtapparate. Rotortyp: starrer Flügel; Zähigkeit: 1,05 cP. Umlaufgeschwindigkeit: 1, 2: 250 m/min; 3: 475 m/min. 1: mit dem Nusseltschen Zusammenhang berechnet; 2, 3: mit dem Matolcsyschen Zusammenhang berechnet.

Tabelle 1. Abmessungen der in den Versuchen angewandten Dünnschichtapparate und die zu diesen gehörenden Bezeichnungen zur Messung der Filmdicke

Bezeichnung des Apparates	Durchmesser (mm)	Aktive Oberfläche (m ²)	Flügeltyp	Spaltbreite (mm)	Wandstärke (mm)	Bezeichnung
I	51,9	0,0396	Wischer starr	0,25; 0,70	4,0	x
II	53,3	0,0578	Wischer starr	0,35	1,5	Y
III	57,5	0,1140	starr	0,50	4,0	⋄ •
IV	80,0	0,1260	Wischer starr	0,40	3,7	o□ **
V	208,0	0,6300	Wischer	-	4,0	+
VI	560,0	5,5300	Wischer	-	8,0	Δ

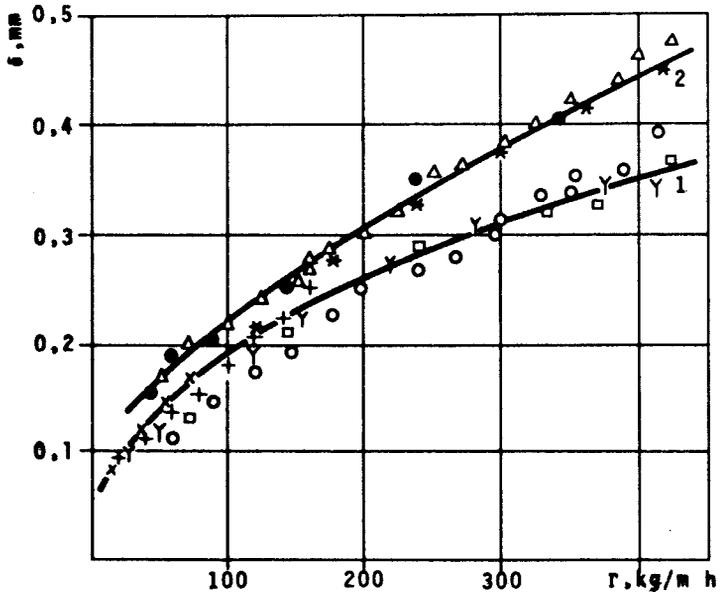


Bild 2. Die Filmdicke in Abhängigkeit von der Flüssigkeitsbelastung bei verschiedenen Dünnschichtapparate-Rotortyp: Wische. Zähigkeit: 1,05 cP. Umlaufgeschwindigkeit 1: 250 m/min; 2: 500 m/min. 1, 2: aufgrund des Zusammenhanges von Matolcsy berechnet.

schwindigkeiten und verschiedener Abmessung der Apparate. Die Punkte, bzw. Zeichen sind gemessene Werte, die Kurven wurden berechnet.

Bei Verwendung von Starrflügelrotor kann bis zu einer Flüssigkeitsbelastung von 250 kg/m h und einer Flügelumlaufgeschwindigkeit von 300 m min⁻¹, Im Zähigkeitsbereich von 1-4 cP auch der für Rieselfilme gültige Zusammenhang von Nusselt zur Errechnung der Filmdicke benutzt werden.

$$\delta = \sqrt[3]{\frac{3 \eta G}{\rho^2 g \pi D}} \quad (2)$$

wobei

- g Erdbeschleunigung (m s^{-2})
- G Zufluß (kg s^{-1})
- D Durchmesser (m)
- δ Filmdicke (m)
- η dynamische Zähigkeit ($\text{kg m}^{-1} \text{s}^{-1}$)
- ρ Dichte (kg m^{-3})

In diesem Bereich hat der Flügel wegen der kleinen Filmdicke in erster Linie für die Ausbildung und Stabilisierung des Filmes zu sorgen.

Im Bereich über der erwähnten Flüssigkeitsbelastung bis zu einer Umlaufgeschwindigkeit von 300 m min^{-1} kann der mit einer modifizierten Konstanten korrigierte Zusammenhang von Matolcsy zur Errechnung der Filmdicke benutzt werden (die ursprüngliche Konstante: $5 \cdot 10^{-2}$):

$$\delta = f' \sqrt{\frac{\Gamma v}{\rho g}} \quad (3)$$

wobei

- f' modifizierte Konstante (-)
- Γ Flüssigkeitsbelastung ($\text{kg m}^{-1} \text{s}^{-1}$)
- v Flügelumlaufgeschwindigkeit (m s^{-1})

Die modifizierten Konstanten des Matolcsyschen Zusammenhanges zur Errechnung der Filmdicke wurden im Bereich der Zähigkeit von 1-4 cP in Tabelle 2 zusammengefasst.

Tabelle 2

	Starrer Flügel		Wischer	
v (m min^{-1})	200-300	300-500	200-300	300-500
f'	$5,5 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-2}$	$4,35 \cdot 10^{-2}$

Der Matolcsysche Zusammenhang, Gleichung (3), wurde ursprünglich für Wischerrotor entwickelt. Dieser Zusammenhang ist auch im Falle des Starrflügelrotors im Bereich der erwähnten Flüssigkeitsbelastung und Umlaufgeschwindigkeit brauchbar, da der Flüssigkeitsfilm die Spaltbreite schon praktisch voll ausfüllt, so daß starre Flügel wie Wischer wirken.

Diese Feststellung wird dadurch bestätigt, daß derselbe Zusammenhang auch im Falle von starren Flügeln im Bereich der Umlaufgeschwindigkeit von $300-500 \text{ m min}^{-1}$ anzuwenden ist genauso wie im Falle des Wischerrotors bis zu einer Umlaufgeschwindigkeit von 300 m min^{-1} .

Beim Wischerrotor ist die Filmdicke im Bereich der Umlaufgeschwindigkeit von $300-500 \text{ m min}^{-1}$ ebenfalls mit dem modifizierten Matolcsyschen Zusammenhang zu errechnen.

Der Zusammenhang von Matolcsy ist nur im turbulenten Bereich gültig. Dieser Zusammenhang kann über einer Zähigkeit von 5 cP nicht benutzt werden, da die Strömung bei der in Dünnschichtapparaten gebräuchlichen Flüssigkeitsbelastung und Flügelumlaufgeschwindigkeit schon laminar ist. In solchen Fällen kann der mit einer geeigneten Konstanten korrigierte Zusammenhang von Nusselt, der auch die Zähigkeitveränderung in Betracht zieht, angewandt werden.

Die Korrekturfaktoren des Nusseltschen Zusammenhanges wurden zur Errechnung der Filmdicke, über Zähigkeiten von 5 cP, in Tabelle 3 zusammengefasst.

Tabelle 3

	Starrer Flügel			Wischer		
η (cP)	4,8	18,6	53,3	4,8	18,6	53,3
f''	1,10	0,855	0,670	0,756	0,585	0,504

Aus den Gesagten ist also zu entnehmen, daß die Flüssigkeitsbelastung und die Zähigkeit die Filmdicke entscheidend beeinflussen. Diese Feststellung bezieht sich auf Flügelumlaufgeschwindigkeiten und Flüssigkeitsbelastungen, die die häufigsten Betriebsparameter von Dünnschichtapparaten (als Verdampfer oder als Reaktor) darstellen.

Bei Durchführung der Eindampfung, Destillation, chemischen Reaktionen und anderer Operationen gibt die Filmdicke Aufschluß über die Strömungsverhältnisse des Flüssigkeitsfilms. Die Leistung des Apparates hängt von der guten Ausnutzung der Oberfläche ab, vorausgesetzt, daß die Benetzung gleichmäßig ist, und der Flüssigkeitsfilm noch nicht so dick ist, daß die filmartige Strömung der Flüssigkeit nicht mehr bestehen würde. Die Erhöhung der Filmdicke führt aber zur Verschlechterung der Stoff- und Wärmeübertragung.

Auch in zwei extremen Fällen der in einem Rotationsdünnschichtapparat durchgeführten Wasserdampfdestillation spielt die Filmdicke eine wichtige Rolle, und zwar, wenn eine kleine Menge der flüchtigen Komponente von großer Menge der nichtflüchtigen Komponente getrennt werden muß, oder wenn die praktisch ganze Menge des zu destillierenden Stoffes flüchtig ist.

WASSERDAMPFDESTILLATION IM DÖNNSCHICHTAPPARAT

Das bekannteste Beispiel für die Trägerdampfdestillation [18, 19] ist die Wasserdampfdestillation von hochsiedenden hitzeempfindlichen Substanzen. Da Wasserdampf als Trägerdampf für viele organische Flüssigkeiten geeignet ist und verwendet wird, spricht man in diesen Fällen von Wasserdampfdestillation. Die Zufuhr des Wasserdampfes hat einmal den Zweck, die destillierbaren Anteile eines Gemisches vom nichtflüchtigen Rückstand abtrennen und zum anderen zusätzlich den Vorteil, daß eine Siedtemperaturerniedrigung eintritt und damit eine thermisch schonende Behandlung erreicht wird.

Die Wasserdampfdestillation wird besonders zur Reinigung und Trennung von wasserunlöslichen oder nur wenig wasserlöslichen Substanzen unter Normaldruck oder Vakuum in Gleichstrom- oder Gegenstromverfahren angewandt, wie z.B. zur Destillation von Fettsäuren, Fettalkoholen, ätherischen Ölen, Anilin, Tallöl, Benzine, Teerfraktionen usw. Die Steinkohlenteerdestillation verwendet z.B. aus Kohlendioxyd, Stickstoff und Wasserdampf bestehende Abgase als Trägerdampf [19-26].

Das Verfahren der Destillation mit überhitztem Wasserdampf wird in der Technik häufig benutzt, um die Flüchtigkeit hochsiedender Verbindungen zu erhöhen bzw. deren Siedepunkt zu erniedrigen. Diese Methode unterscheidet sich wesentlich von der üblichen Wasserdampfdestillation, bei der ein gesättigter Wasserdampf-Strom in die mit Wasserdampf zu übertreibende Flüssigkeit eingeleitet wird. Die Destillation mit überhitztem, d.h. ungesättigtem Wasserdampf eignet sich infolge der durch den Dampf-Zusatz erzwungenen Temperatur-Erniedrigung innerhalb des Bereiches guter Trennbarkeit besonders zur Trennung hochsiedender Stoffgemische [27, 28]. Zum Unterschied gegenüber der Destillation mit gesättigtem Dampf läßt sich aber nicht nur der Destillationsdruck, bzw. die Destillationstemperatur, sondern auch die Zusammensetzung des Dampfgemisches, d.h. die Wasserdampf-Zufuhr, genau einstellen.

Das theoretische Maßverhältnis der flüchtigen Komponente, G_S zu Wasser G_{DT} im anfallenden Destillat beschreibt Formel (4) [18, 27, 29, 30]:

$$\frac{G_S}{G_{DT}} = \frac{p_S M_S}{p_D M_W} \quad (4)$$

wobei p_D , p_S Partialdruck des Wasserdampfes, bzw. des Dampfes des überdestillierten Stoffes, Torr;

M_S , M_W Molekulargewicht des überdestillierten Stoffes und des Wassers.

Bei diskontinuierlicher Wasserdampfdestillation beschreibt Formel (5) die theoretisch notwendige Menge des Wasserdampfes zu einer gewünschten Endkonzentration der flüchtigen Komponente. Bei

dieser Gleichung wird in Betracht gezogen, daß sich der Partialdruck der flüchtigen Komponente mit der Abnahme ihrer Konzentration vermindert [31-34].

$$G_{DT} = 18 \left(\frac{P}{P_A} - 1 \right) (A_1 - A_2) + \frac{P N}{P_A} \ln \frac{A_1}{A_2} \quad (5)$$

wobei

G_{DT} die theoretisch erforderliche Menge des Wasserdampfes, g;

P Gesamtdruck, Torr;

P_A Druck der flüchtigen Komponente, Torr;

A_1 Anfangs-Menge der flüchtigen Komponente, Mol;

A_2 Endmenge der flüchtigen Komponente, Mol;

N Molenzahl der nichtflüchtigen Komponente.

Zur Untersuchung wählten wir als Versuchsgemisch das System Paraffinöl-Nitrobenzol. Die Nitrobenzolkonzentration war etwa 10 %. Die Gleichgewichtskurve des Gemisches wurde nach OTHMER bestimmt.

Es stellte sich heraus, daß eine positive Abweichung von dem Raoultischen Gesetz vorliegt. Deshalb wurden die Werte von P_A aufgrund der Gleichgewichtskurve berechnet.

Im Falle des kontinuierlichen Gegenstromverfahrens wurde die theoretisch notwendige Menge des Wasserdampfes mit Hilfe der Gleichung (6) berechnet. Diese Gleichung kann ausgehend von der Stoffbilanz und Gleichung (4) abgeleitet werden.

$$G_{DT} = 18 \left(\frac{P}{P_S} - 1 \right) (A_1 - A_2) \quad (6)$$

Meistens ist das entstehende Dampfgemisch infolge ungenügender Gleichgewichtseinstellung nicht vollständig mit der flüchtigen Komponente gesättigt. Deshalb muß man mit einer Sättigungszahl (φ) rechnen.

Die Sättigungszahl ist der Quotient der theoretisch benötigten und der praktisch eingeleiteten Meng. des Wasserdampfes.

Die Versuche wurden teils in einem diskontinuierlich betriebenen Rührkessel von 2,5 l Inhalt, teils kontinuierlich in einem

Dünnschichtapparat von $0,12 \text{ m}^2$ Heizfläche (Durchmesser: 81 mm) durchgeführt. Der Rührkessel befand sich in einem Thermostat, so konnte man die Kondensation des Wasserdampfes völlig vermeiden. Der Dampfüberhitzer wurde zwischen der Dampfleitung und dem Rührkessel untergebracht und mittels eines Ölbadens auf die gewünschte Temperatur gebracht. Die Proben wurden von Zeit zu Zeit genommen, als sowohl das Gemisch Paraffinöl-Nitrobenzol als auch der überhitzte Dampf die gewünschte und gleiche Temperatur erreichten. Die Nitrobenzol-Gehalte der Proben wurden UV spektrophotometrisch bestimmt.

Der auf die flüchtige Komponente bezogene Wirkungsgrad (η) gibt die übergetriebene Menge in Prozenten an.

Die kontinuierlichen Versuche wurden in einem Dünnschichtapparat vorgenommen. Den Dünnschichtapparat konnte man auch als Freifallfilmapparat einsetzen. Die Versuchsanordnung ist im Bild 3 schematisch dargestellt. Das zu verdampfende vorgewärmte Substanzgemisch wurde aus dem Behälter E mittels einer Dosierpumpe F durch den Stutzen 1 gegen einen umlaufenden Verteilerring gedrückt, der die Flüssigkeit an die Innenseite des Verdampferrohres schleuderte und dadurch für eine gleichmäßige Aufgabe sorgte. Der Zyklon C war zwischen der Dampfleitung und dem Überhitzer D eingebaut, und der überhitzte Wasserdampf wurde durch den Stutzen 3 in den Apparat eingeleitet. Die aufsteigenden Dämpfe traten oben über einen Tropfenabscheider 10 in den Brüdenstutzen 5 und wurden von dort aus zum Kondensator B geleitet. Die nicht verdampften Rückstände sammelten sich unten zusammen und verließen die Apparatur über den Stutzen 4. Die Verdampfungswärme der flüchtigen Komponenten wurde durch den in den Heizmantel eingeleiteten Dampf zugeleitet.

Zur Erzeugung eines turbulenten Filmes standen drei Rührerarten zur Verfügung. Im ersten Fall waren die Flügel als bewegliche, die Wand des Apparates ständig abstreifende Wischer ausgebildet. Das Wischer System Typ Sambahy [1, 11] wurde so konstruiert, daß die Flügel in erster Linie die herunterfließende Flüssigkeit und nicht die Wasserdämpfe rührten. Im zweiten Fall waren die Flügel fest an der Welle befestigt [35, 36], und bewegten sich in 0,5 mm Entfernung von der Apparatewand. So wurde in erster Linie der

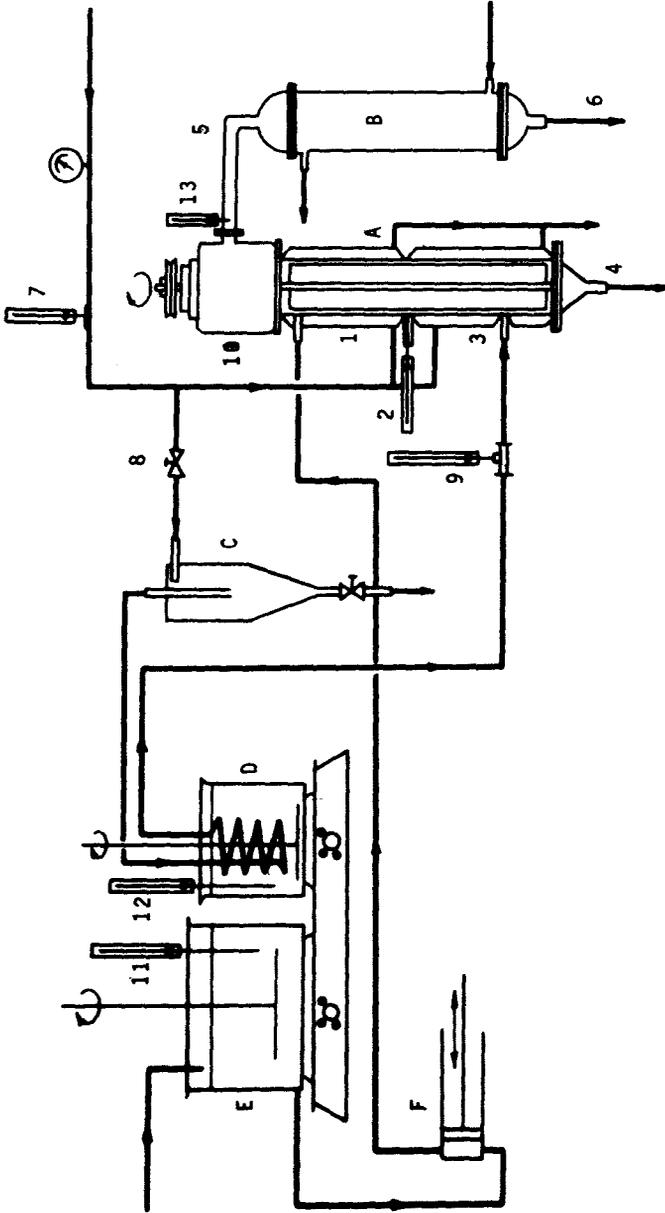


Bild 3. A: Dünnschichtapparat;
 B: Kondensator;
 C: Zyklon;
 D: Dampfüberhitzer;
 E: Behälter für Modellgemisch;
 F: Dosierpumpe;
 1: Zuführstutzen für Modell-
 gemisch;
 3: Zuführstutzen für über-
 hitztes Wasserdampf;
 4: Ablaufrohr für Rückstand;
 5: Brüherstutzen;
 6: Ablaufrohr für Modell-
 gemisch-Wasser;
 8: Dosierventil für Dampf;
 10: Tropfenabscheider;
 2, 7, 9, 11, 12, 13:
 Thermometerstutzen.

Dampf gerührt und die Flüssigkeit mit diesem Dampf in Berührung gebracht. Im dritten Fall waren horizontale Verengungsplatten in den rotierenden Teil der starren Flügel eingebaut [37, 38, 39]. Die Strömungsgeschwindigkeit der Dämpfe steigt in der Nähe der Verengungsplatte wesentlich an, wodurch der Stoffübergang zwischen Dampf und Flüssigkeit verbessert wird.

Die auf den Bildern dargestellten Punkte sind Durchschnittswerte von mehreren parallelen Meßwerten. Im Bild 4 ist der Wir-

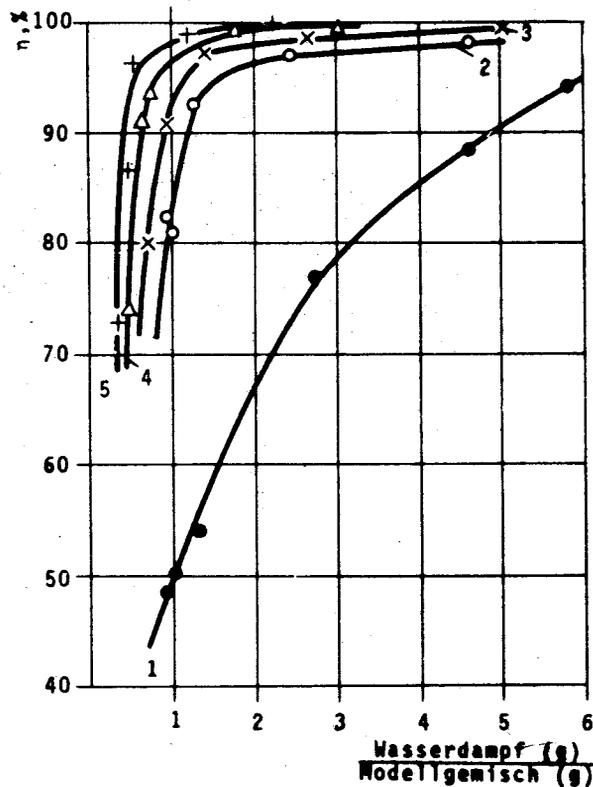


Bild 4. Abhängigkeit des Wirkungsgrads vom $\frac{WD}{M}$ Verhältnis bei verschiedenen Rührwerken. Umlaufgeschwindigkeit: 470 m min⁻¹; t = 126°C. 1 - Freifallfilm; 2 - Wischer; 3 - starrer Flügel; 4-5 - Rührwerk mit Verengungsplatten

kungsgrad als Funktion des Wasserdampf-Modellgemisch-Verhältnisses bei der Anwendung von Wischern, starren Flügeln, starren Flügeln mit Verengungsplatten und Freifallfilmapparat dargestellt. Die Zufuhr des Wasserdampfes war konstant und zwar 275 g min^{-1} , ausgenommen die Versuche mit Verengungsplatten, wo dieser Wert infolge Flooding 150 g min^{-1} war.

Es ist ersichtlich, daß der Wirkungsgrad beim Freifallfilm viel geringer ist als bei der gerührten Dünnschicht. Es stellte sich heraus, daß der Wirkungsgrad sich beim gerührten Flüssigkeitsfilmen mit dem Typ der Rührwerk etwas verändert. In erster Linie kommt die vorteilhafte Wirkung des mit Verengungsplatten ausgestatteten Flügels zur Geltung. Der Unterschied zwischen den Wischern und starren Flügeln ist nicht sehr ausgeprägt. Die Kurve 5. bezieht sich auf die Versuchsergebnisse bei der Anwendung eines sieben Verengungsplatten tragenden Rührwerkes und die Kurve 4 zeigt die Meßwerte des mit drei Verengungsplatten ausgestatteten Rührwerkes. Der günstige Einfluß des mit Verengungsplatten ausgestatteten Rührwerkes konnte darauf zurückgeführt werden, daß der Kontakt und der Stoffübergang zwischen den Dämpfen und der an der Wand abwärts fließenden Flüssigkeit verbessert wird.

Bild 5 zeigt die Sättigungszahl, bezogen auf das Verhältnis zwischen dem Wasserdampf und dem Modellgemisch unter Anwendung der erwähnten Methoden. Wesentliche Unterschiede konnten nur zwischen Freifall- und gerührtem Film festgestellt werden.

Bild 6 und Bild 7 zeigen die Änderung des Wirkungsgrades und der Sättigungszahl in Abhängigkeit vom Wasserdampf-Modellgemisch-Verhältnis bei verschiedenen Umlaufgeschwindigkeiten des starren Flügelsystems. Der Wirkungsgrad und die Sättigungszahl nehmen bei der Erhöhung der Umlaufgeschwindigkeit zu. Dieser Effekt ist viel geringer beim Wischersystem. Bei Verengungsplatten kann man höchstens von einer ähnlichen Tendenz sprechen.

Die Leistung des Dünnschichtapparates wurde ebenfalls bestimmt. Es wurde festgestellt, daß unter 92-97 prozentigem Wirkungsgrad und 1:1 Dampf-Flüssigkeit-Verhältnis eine Oberflächen-

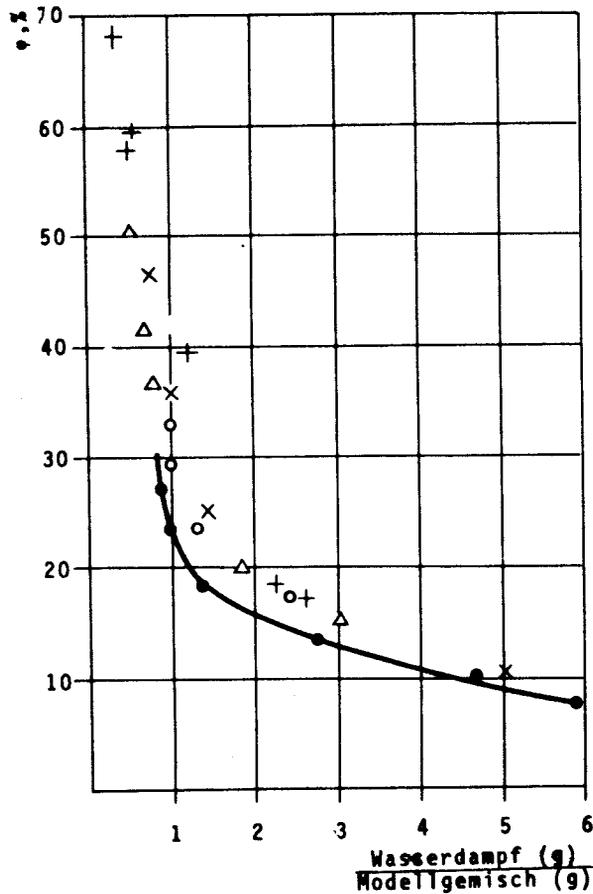


Bild 5. Änderung der Sättigungszahl in Abhängigkeit vom $\frac{WD}{M}$ Verhältnis bei verschiedenen Rührwerken. Umlaufgeschwindigkeit: 470 m min^{-1} ; $t = 126^\circ\text{C}$. o - Wischer; x - starrer Flügel; Δ + - Rührwerk mit Verengungsplatten; • - Freifallfilm.

belastung von $200 \text{ kg Modellgemisch/h m}^2$ erreicht werden kann. Es ist noch zu betonen, daß die mittlere Verweilzeit unter den erwähnten Bedingungen etwa 30-50 Sekunden beträgt.

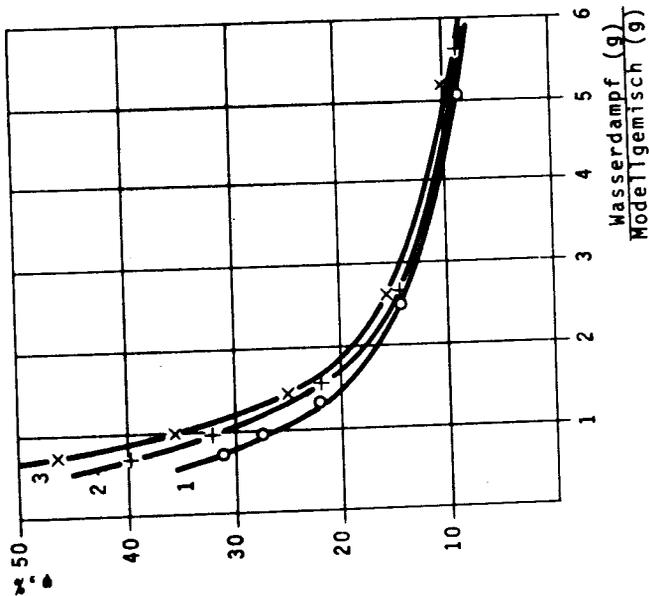


Bild 7. Abhängigkeit der Sättigungszahl von $\frac{WD}{M}$ Verhältnis bei verschiedenen Umlaufgeschwindigkeiten des starren Flüssigs. $t = 126^{\circ}C$. Umlaufgeschwindigkeit: 1: 210 m min^{-1} ; 2: 325 m min^{-1} ; 3: 470 m min^{-1}

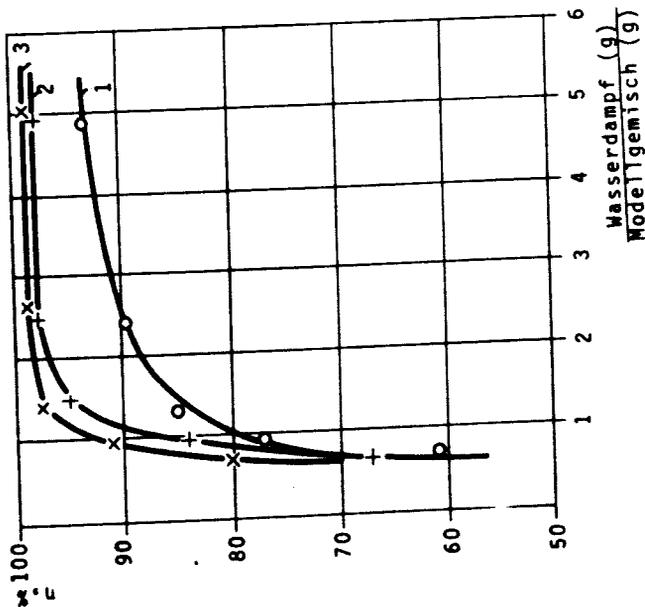


Bild 6. Abhängigkeit des Wirkungsgrads vom $\frac{WD}{M}$ Verhältnis bei verschiedenen Umlaufgeschwindigkeiten des starren Flüssigs. $t = 126^{\circ}C$. Umlaufgeschwindigkeit: 1: 210 m min^{-1} ; 2: 325 m min^{-1} ; 3: 470 m min^{-1}

Vergleicht man die Meßergebnisse der kontinuierlichen Versuche mit denen der diskontinuierlichen, so ist festzustellen, daß die erforderliche Menge des Wasserdampfes unter gleichen Versuchsbedingungen in einem Dünnschichtapparat viel geringer ist. Das ist verständlich, da der Dünnschichtapparat im Gegenstrom arbeitet. Das zeigt Tabelle 4.

Tabelle 4. Vergleich einiger Meßergebnisse von diskontinuierlichen und kontinuierlichen Versuchen

Wirkungsgrad: 75-76 %; $t = 126^{\circ}\text{C}$.

Wasserdampf-Modellgemisch-Verhältnis: 0,370 g/g.

	Diskontinuierlich	Kontinuierlich	
		starrer Flügel	Verengungsplatten
kg Wasserdampf	16,85	4,16	3,90
kg Nitrobenzol			
theoretisch	-----		
kg Wasserdampf	17,30	5,00	4,31
kg Nitrobenzol			
gemessen	-----		
Sättigungszahl (%)	97,30	83,40	90,50

Es stellte sich weiterhin heraus, daß die Leistung des Dünnschichtapparates in Vergleich mit dem Rührkessel bezogen auf den Apparaturinhalt etwa 8-10-mal größer ist.

Untersucht man die Sättigungszahl in Abhängigkeit der Ausgangskonzentration der flüchtigen Komponente bei den im Rührkessel durchgeführten Versuchen, so kann man feststellen, daß diese bis zu 1,5 Prozent stark ansteigt (Bild 8).

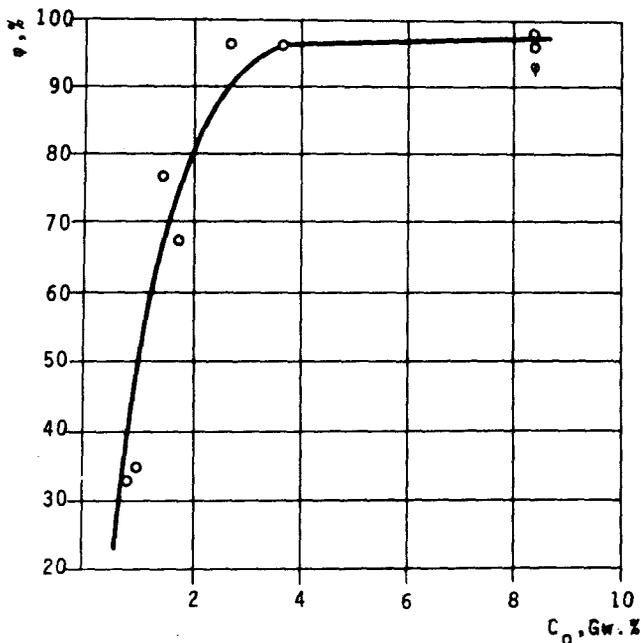


Bild 8. Änderung der Sättigungszahl in Abhängigkeit der Konzentration der flüchtigen Komponente. $t = 126^\circ\text{C}$.

Eine ähnliche Tendenz war auch beim Dünnschichtapparat zu beobachten. Das bedeutet, daß der Stoffübergang besonders bei der Entfernung der unerwünschten flüchtigen Stoffe von geringeren Konzentration eine wichtige Rolle spielt.

LITERATUR

1. SCHNEIDER, R., Chem. Ing. Techn. 27, 259 (1955)
2. DIETER, K., HÜBNER, W., Chemiker-Ztg. 94, 319 (1970)
3. DOMANSKIJ, I.V., AVBONYKIN, A.F., SOKOLOV, B.N., Zhur. Prikl. Khim. 9, 2009 (1971)
4. BRESSLER, R., Forschungsberichte des Landes Nordrhein-Westfaler. Westdeutscher Verlag. Köln. 1960. p. 770.

5. BERKES, R., Műszaki doktori disszertáció. (Dissertation) Veszprém, 1969.
6. BERTY, J., UJHIDY, A., BABOS, B., VIGH, A., Magyar Kémikusok Lapja 12, 101 (1957)
7. UJHIDY, A., BABOS, B., VIGH, A., Magyar Kémikusok Lapja 13, 205 (1958)
8. UNGVÁRY, F., Diplomadolgozat. (Diplomarbeit) Veszprém, 1963.
9. BERKES, R., Diplomadolgozat. (Diplomarbeit) Veszprém, 1967.
10. UJHIDY, A., Kandidátusi disszertáció. (Kandidatendissertation) Veszprém, 1968.
11. UJHIDY, A., BABOS, B., Filmbepárlók, filmreaktorok. (Dünnschichtverdampfer, Dünnschichtreaktoren) Műszaki Könyvkiadó. Budapest, 1967.
12. NUSSELT, W., Z. VDI. 60, 541 (1916)
13. NUSSELT, W., Z. VDI. 67, 206 (1923)
14. BRÖTZ, W., Chem. Ing. Techn. 26, 470 (1954)
15. MATOLCSY, K., Conference on Some Aspects of Physical Chemistry, Budapest. Vol. II. 169 (1966)
16. BRAUER, H., VDI-Forschungsheft 457 22, 6 (1956)
17. BERKES, R., BLICKLE, T., UJHIDY, A., Internation and Calculation of Friction Factor in the Case of Mechanically Agitated Liquid Films. Proceedings of the 2nd Conference on Applied Physical Chemistry. Veszprém, August. 2-5. 1971. Vol. 2. p. 179.
18. KIRSCHBAUM, E., Destillier- und Rektifizier Technik, Berlin, 1961. p. 455-456.
19. STAGE, H., Erdöl und Kohle 3, 478 (1950)
20. THORMANN, K., Die Chemische Fabrik. 13, 3 (1940)
21. STAGE, H., Fette-Seifen-Anstrichmittel. 55, 217 (1953)
22. STAGE, H., Ibid. 55, 284 (1953)

23. STAGE, H., Fette-Seifen-Anstrichmittel. 55, 375 (1953)
24. STAGE, H., Ibid. 72, 229 (1970)
25. Schweiz. Pat. 253 949 (1948)
26. US. Pat. 3 151 046 (1964)
27. STAGE, H., Fette-Seifen-Anstrichmittel. 55, 513 (1953)
28. STAGE, H., Ibid. 55, 580 (1953)
29. VOGEL, A.J., A text-book of practical organic chemistry including qualitative organic analysis. Longmans, Green and Co. London, New York, Toronto. 1954. p. 12-16.
30. BELOBORODOV, V.V., Izvesztija Vűszcsih Ucsebnih Zavedenij - Pisevaja Tehnologija. 2, 127 (1967)
31. PERRY, J.H., Chem. Eng. Handbook. McGraw-Hill, New York. 1950. p. 582-584.
32. UJHIDY, A., Műszaki doktori értekezés. (Dissertation) Veszprém, 1960.
33. van WINKLE, M., Distillation. McGraw-Hill, New York. 1967. p. 178-189.
34. CIBOROWSKI, J., A vegyipari műveletek alapjai. (Grundlagen der chemischen Verfahrenstechnik) Műszaki Könyvkiadó. Budapest, 1969. p. 391-422.
35. Schweiz. Pat. 305 704 (1952)
36. VERNONIS, G., Seifen-Öle-Fette-Wachse 88, 923 (1962)
37. Magyar szabadalom 152 480 (1962)
38. UJHIDY, A., BABOS, B., FARÁDY, L., Chem. Techn. 18, 652 (1966)
39. UJHIDY, A., BERKES, R., KALAPOS, K., Chem. Techn. 23, 469 (1971)

РЕЗЮМЕ

При применении пленочных роторных аппаратов встречаются случаи (напр. выпаривание, химическая реакция), при которых определение толщины пленки затруднено, или же невозможно. В таких случаях была вычислена толщина пленки из целесообразно преобразованных соотношений НУССЕЛЬТА, БРЕЦ и МАТОЛЬЧИ, которая была сопоставлена с толщиной пленки, определенной из опытных данных. Опыты были выполнены в пленочных роторных аппаратах разных размеров (0,0396; 0,0578; 0,1140; 0,1260; 0,63; 5,53 м²), с применением насающихся и жестких лопастей.

Знание толщины пленки важно и в случае дистилляции с водяным паром, так как получается информация об условиях массо- и теплопередачи, а также и о нагружаемости аппарата. При испытаниях была изучена применимость разных процессов - как например пленочного процесса периодического режима, процесса с пленочным течением и пленочного роторного процесса - для дистилляции с водяным паром. Сведениями опытов была получена информация о том, при каких условиях можно выполнить дистилляцию с водяным паром наиболее преимущественно в случае данного процесса.