

## **Vorgehensweise und notwendige Datenbasis zur Konzeption und Auslegung von Extraktionskolonnen**

Dipl.-Ing. W. Bäcker, Bayer Technology Services GmbH, Leverkusen

## **Extraktionskolonnen in der industriellen Praxis**

Dr.-Ing. Petra Deckert, BASF Aktiengesellschaft, Ludwigshafen

## **Übersicht des Gesamtprojekts „*Vom Einzeltropfen zur Extraktionskolonne*“**

Prof. Dr.-Ing. A. Pfennig, RWTH Aachen

## **Labormesszellen zur Bestimmung des Verhaltens von Einzeltropfen als Grundlage für Kolonnensimulationen**

Dipl.-Ing. D. Garthe, Prof. Dr.-Ing. J. Stichlmair, TU München, Garching

## **Populationsdynamische Modellierung gerührter Extraktionskolonnen**

Prof. Dr.-Ing. H.-J. Bart, Universität Kaiserslautern

## **Anwendung der neuen Auslegungsmethode für Extraktionskolonnen auf ein technisches Beispiel**

Prof. Dr.-Ing. A. Pfennig, RWTH Aachen,

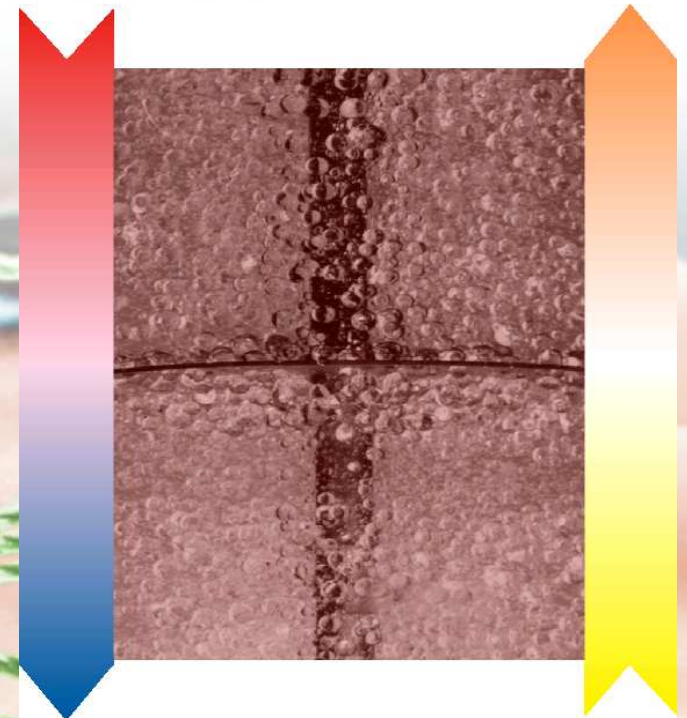
Dipl.-Ing. W. Bäcker, Bayer Technology Services GmbH, Leverkusen

**Diskussionsleiter:** Dr.-Ing. E. Aufderheide, Degussa AG, Wesseling



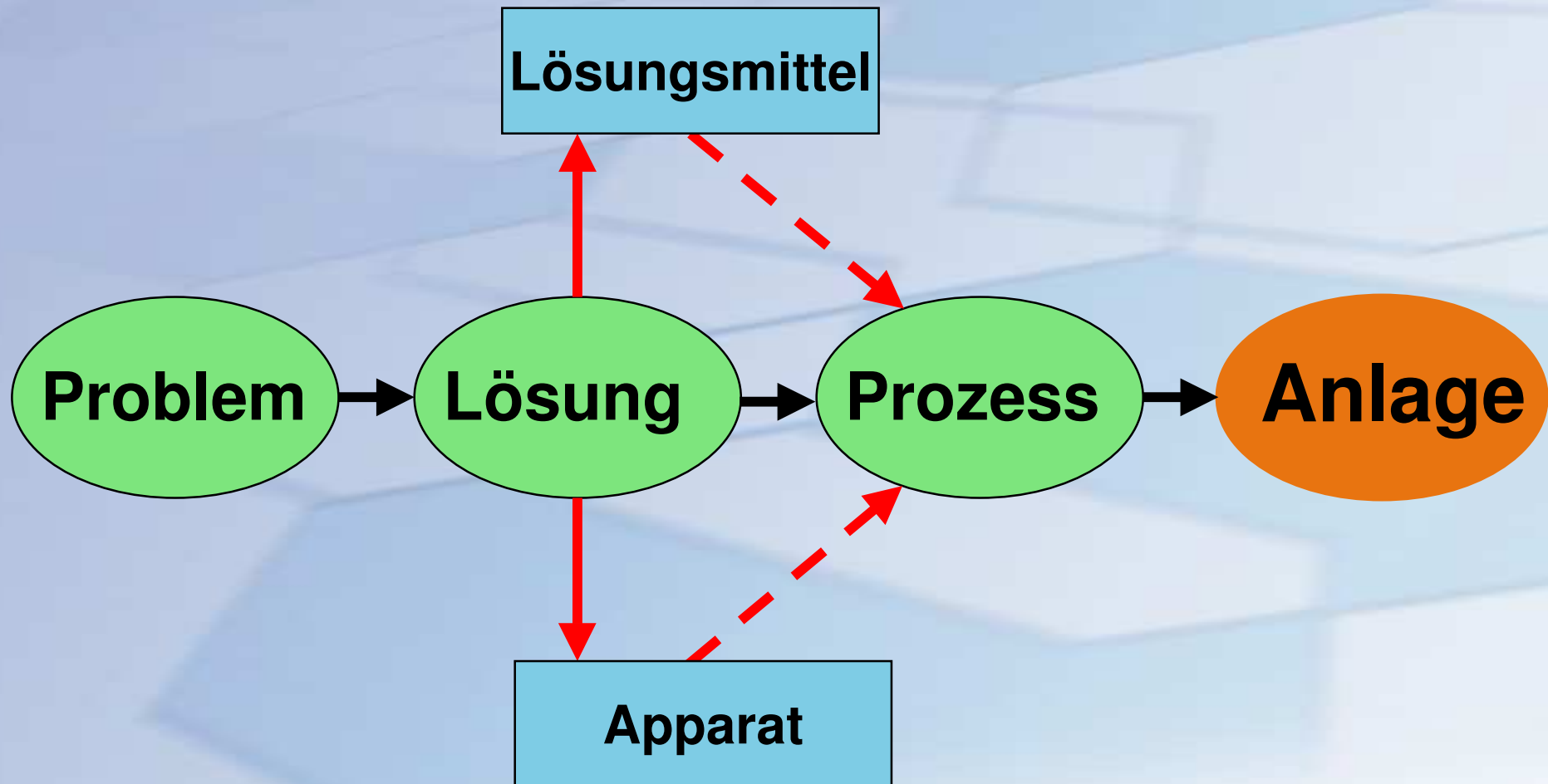
Bayer Technology Services

# Vorgehensweise und notwendige Datenbasis zur Konzeption und Auslegung von Extraktionskolonnen



Werner Bäcker  
*Bayer Technology Services*

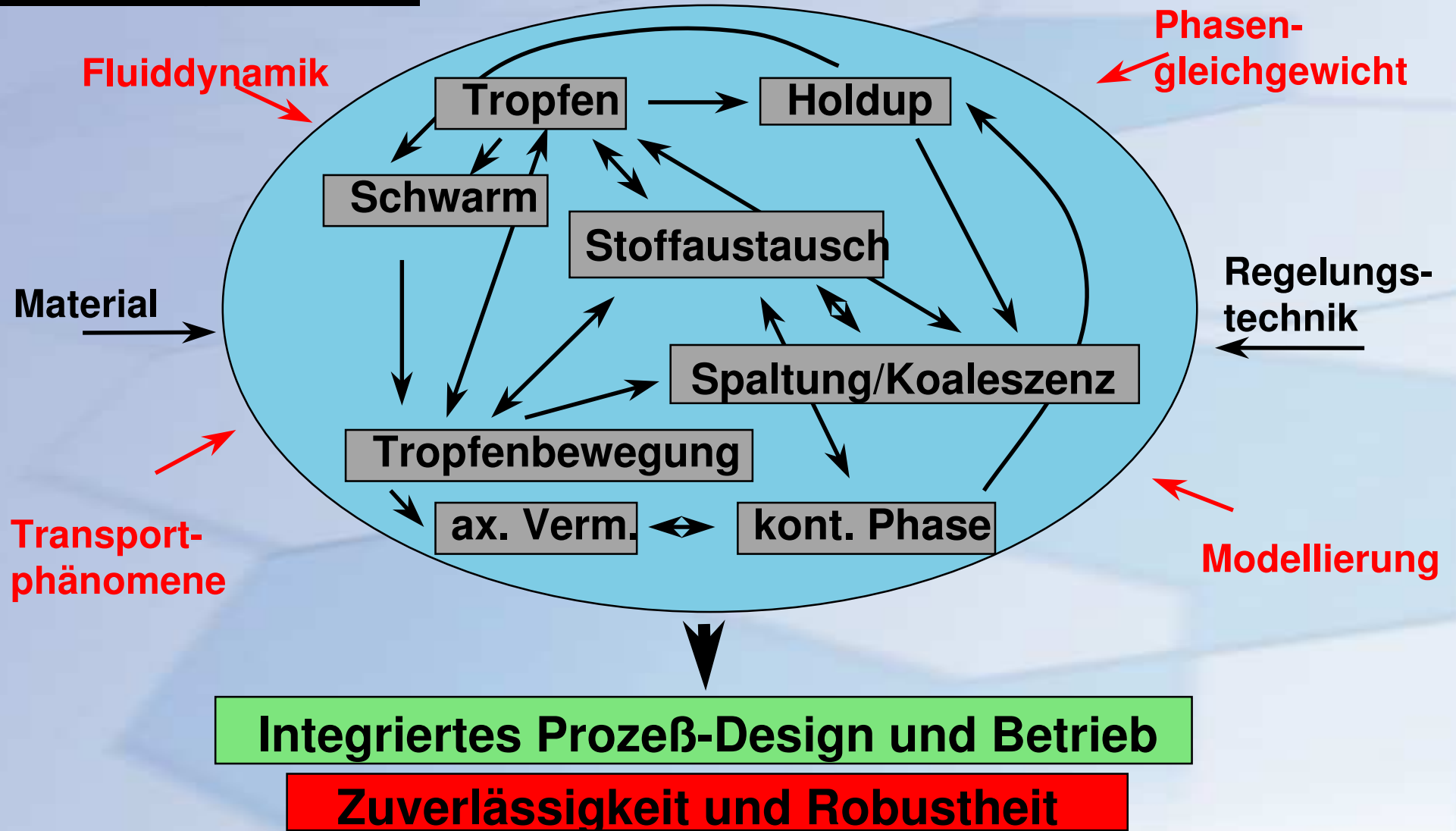
# Verfahrensablauf



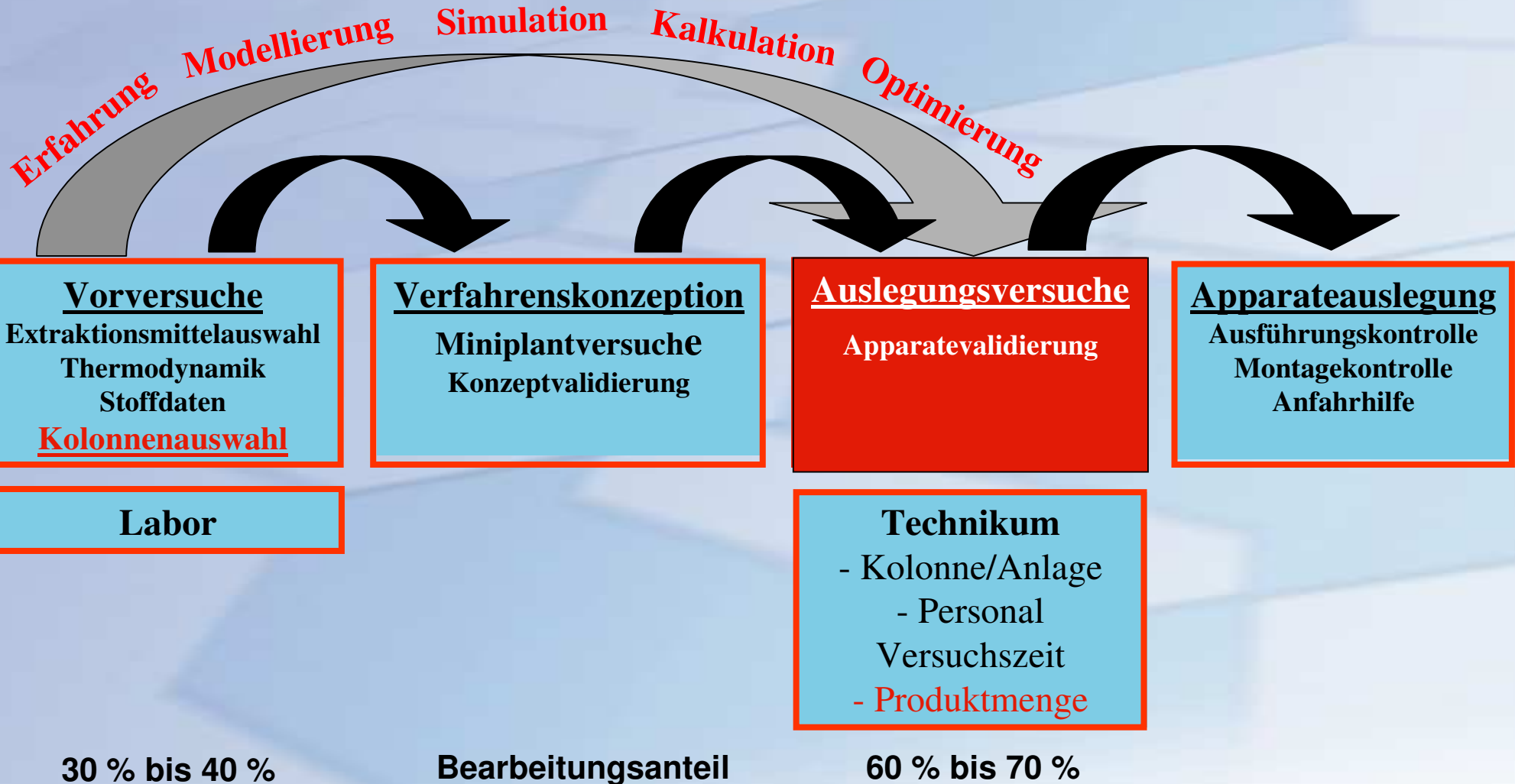
# Gesichtspunkte einer Verfahrensbearbeitung

- **Feststellung der Einsatzmöglichkeit**
- **Verfahrensvergleich mit anderen Grundoperation**
- **Machbarkeit der Verfahrensanforderungen**
- **Verfahrenskalkulation**
- **Apparatekalkulation**
- **Kalkulation des Untersuchungsumfanges**
- **Kalkulation des Bearbeitungsumfanges**
- **Wirtschaftlichkeitsbetrachtung**

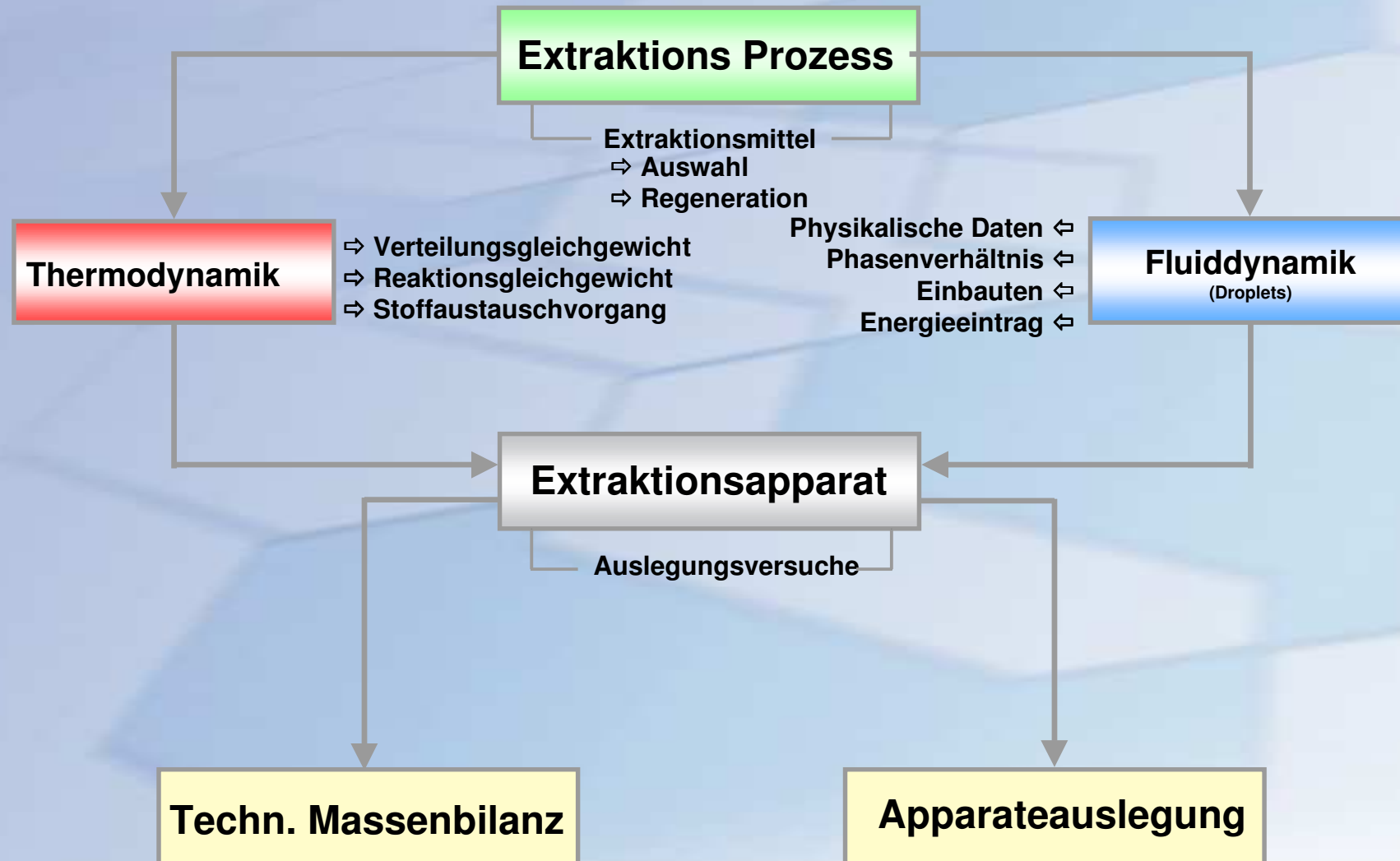
# Einflußgrößen



# Bearbeitungskonzept



# Apparatebewertung

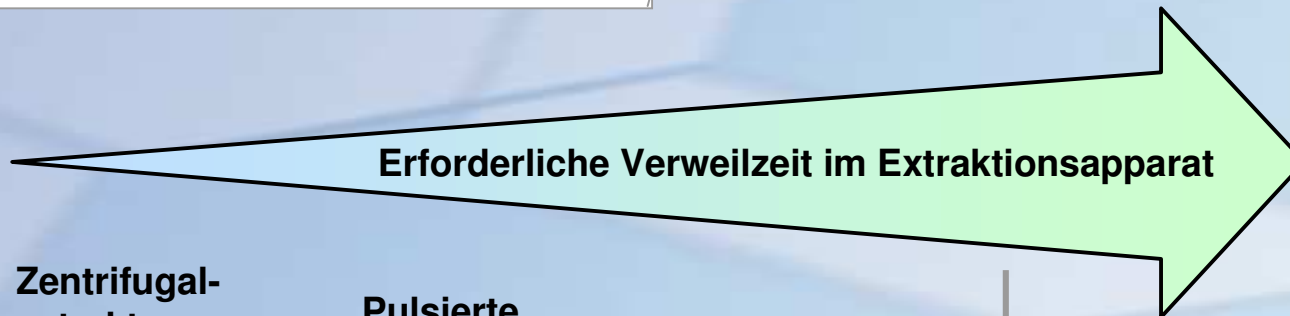


# Stoffaustauschkinetik

Verteilungsgleichgewicht ←  
Reaktionsgleichgewicht ←  
Stoffaustauschvorgang ←

Thermodynamik

Stoffaustauschgeschwindigkeit  
Zeit-Umsatz-Charakteristik



Zentrifugal-  
extraktoren

Pulsierte  
Kolonnen

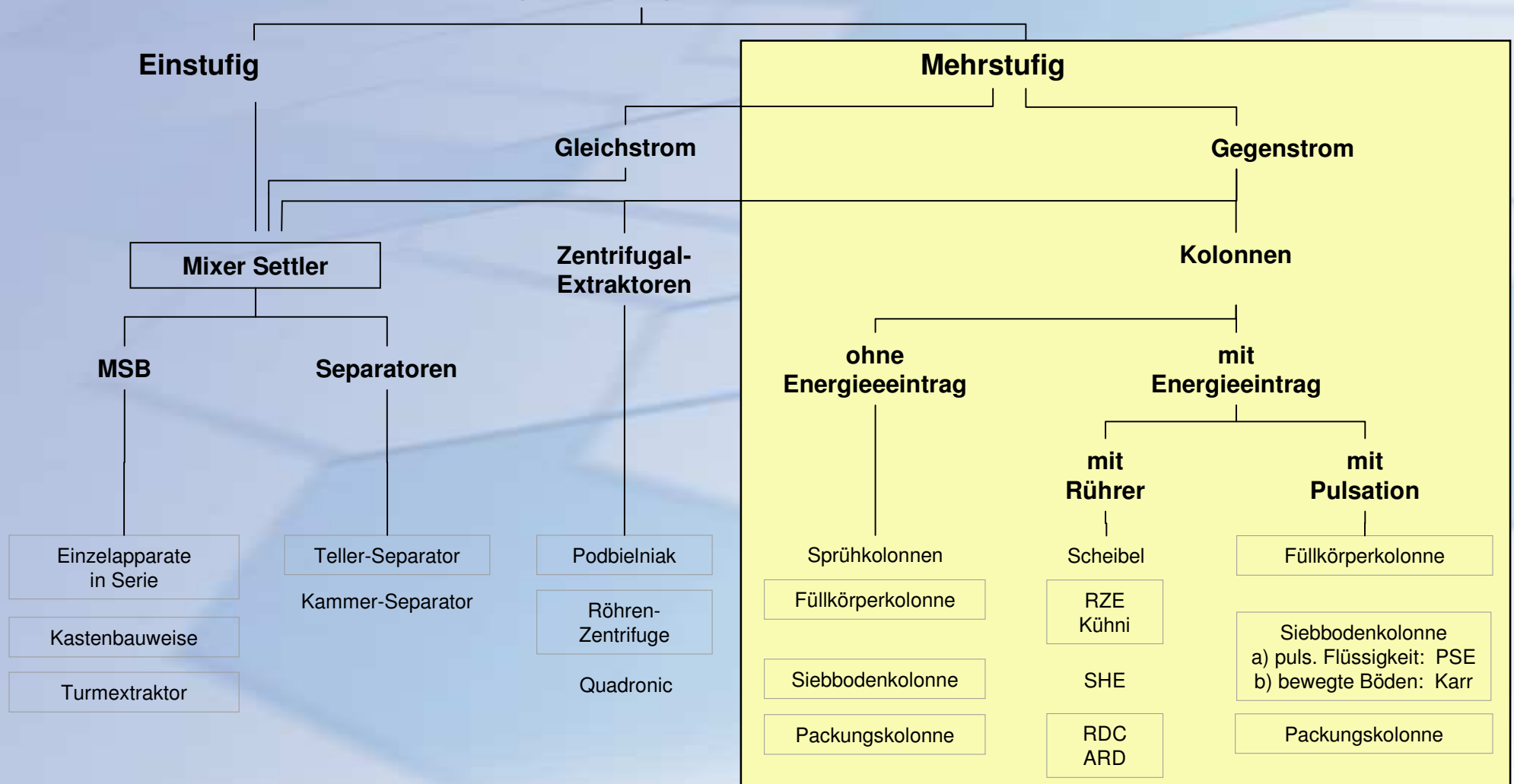
Gerührte  
Kolonne

Mixer-  
Settler

$\tau$  Disperse Phase < 10 min

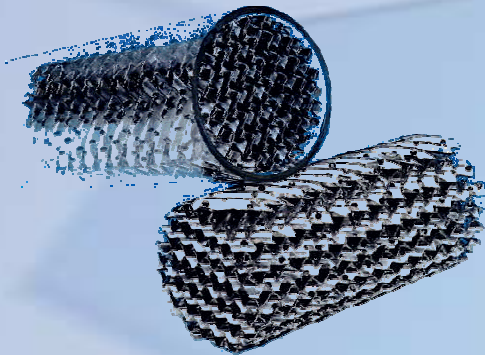
# Apparate-Auswahlschema

## Flüssig-flüssig-Extraktion

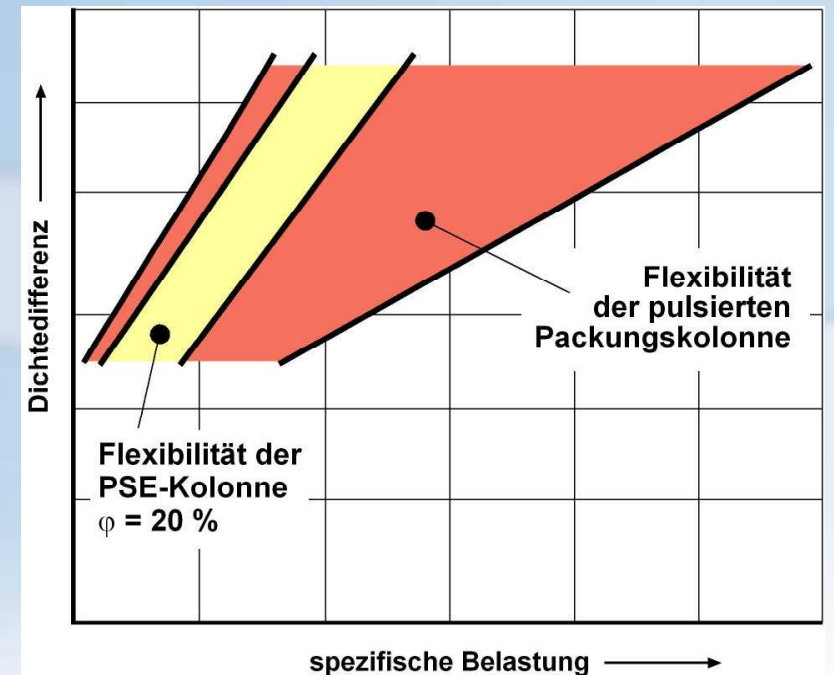
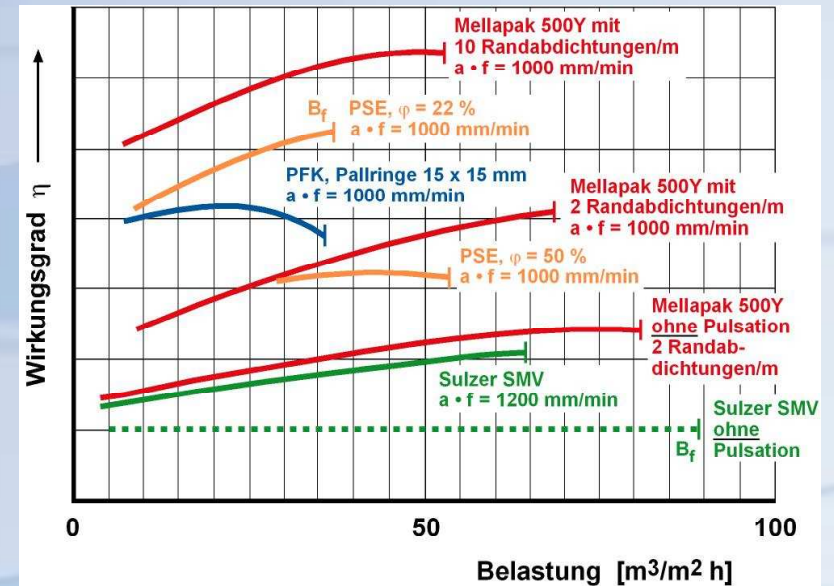


# Apparatespezifizierung

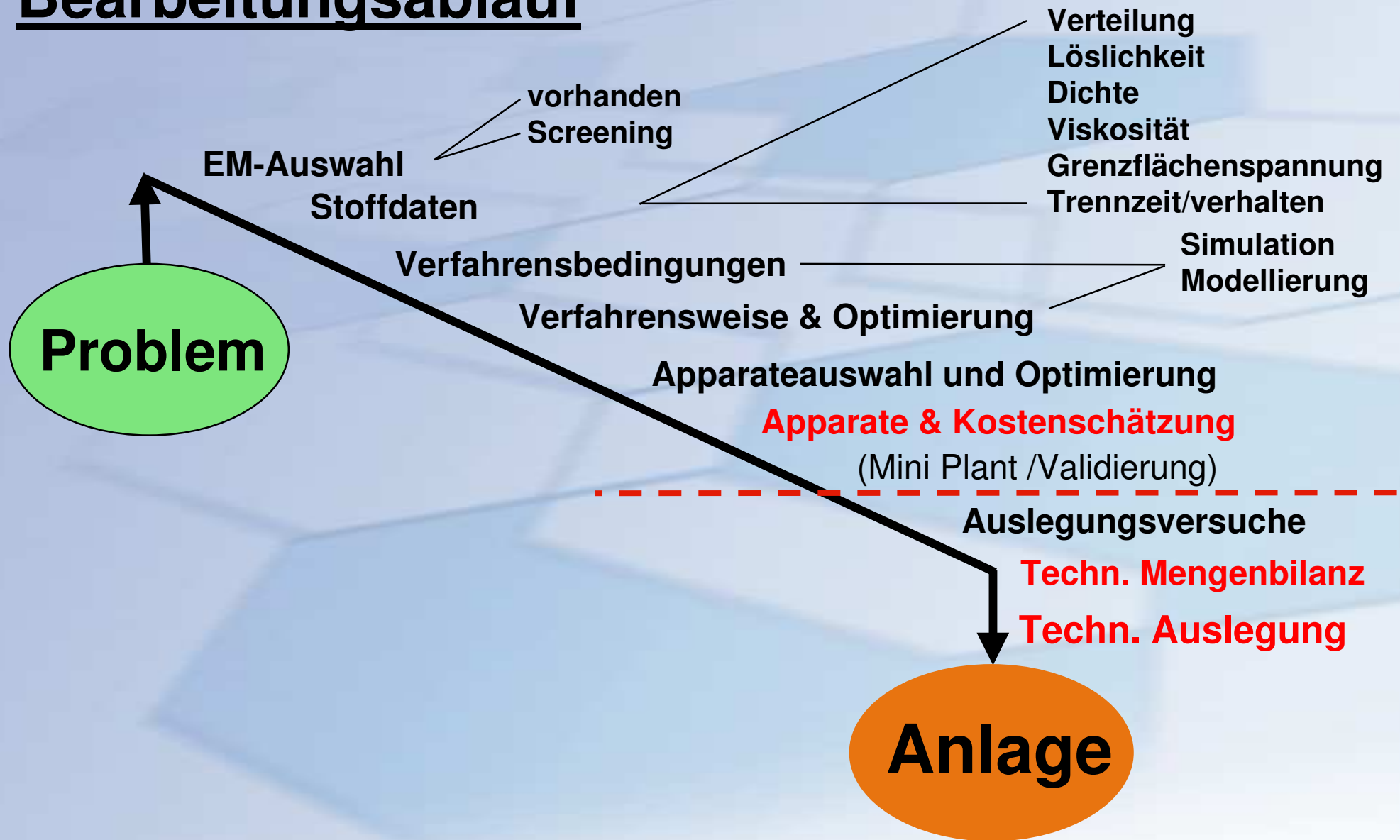
- Kolonnentyp
- Hydrodynamische Anforderungen
- Materialanforderungen
- Spezifische Prozeßbedingungen
- Investitionsoptimierung
- Betriebskostenanteil



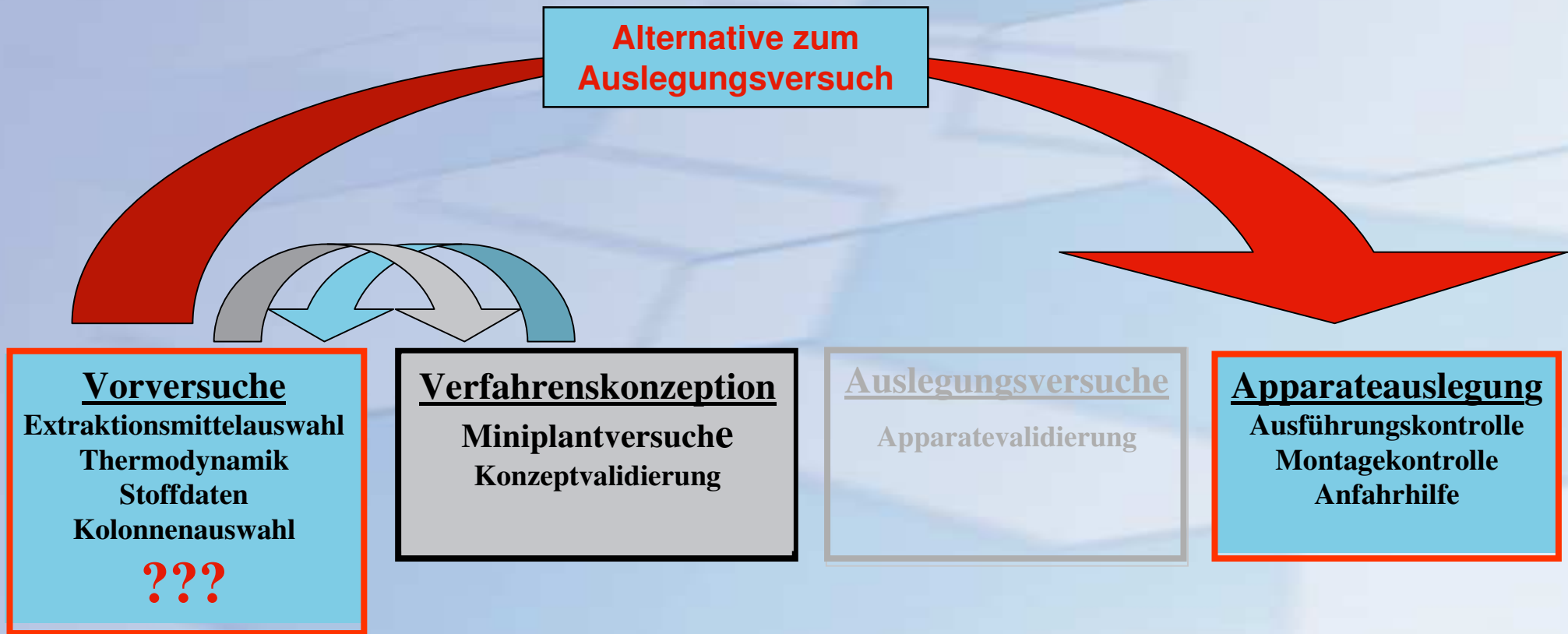
Geordnete Packung: Typ Mellapak



# Bearbeitungsablauf



# Optimiertes Bearbeitungskonzept





Bayer Technology Services

[info@bayertechnology.com](mailto:info@bayertechnology.com)

[www.bayertechnology.com](http://www.bayertechnology.com)





# Extraktionskolonnen in der industriellen Praxis

- aktuelle Randbedingungen bei der Entwicklung
- Scale-up von Extraktions-Kolonnen
- Herausforderungen und Phänomene
- Beispiele für Produktverhalten

# Aktuelle Randbedingungen bei der Entwicklung

- **deutlich verkürzte Entwicklungszeiten**
  - » frühzeitige Beurteilung von Extraktionsschritten
  - » ausreichend sichere Auslegung in kurzer Zeit
- **oft nur Miniplant-typische Mengen verfügbar**
- **steigende Anlagenkapazitäten => große Kolonnendurchmesser**

# Scale-up von Extraktionskolonnen

## Basis:

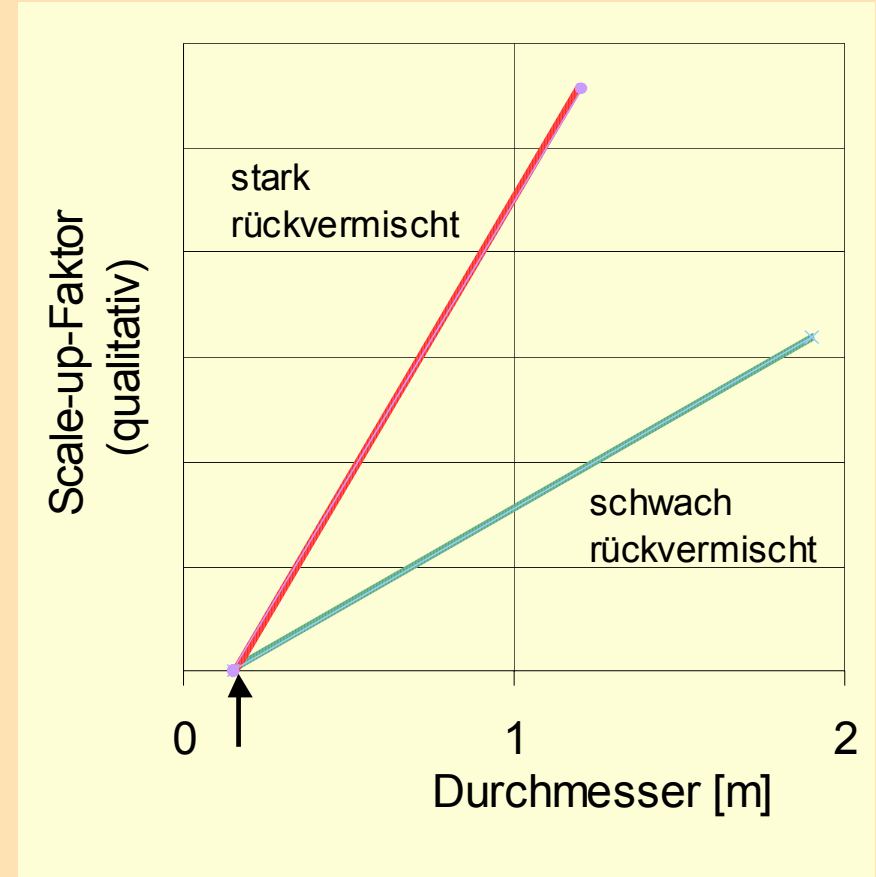
**Versuchsergebnisse** an Kolonnen  
mit geometrisch ähnlichen Einbauten

- **Durchmesser** → **Flutpunkt**
- **Höhe** → **HETS-Wert**

Stufenzahl

Scale-up-Faktor

(Typ, Durchmesser, Stoffsystem)



**schwierig:** große Durchmesser, extreme Stoffwerte, hohe Reinheiten

# Herausforderungen bei der Auswahl und Auslegung

Aus der **Aufgabenstellung** bekannt:

- hohe Bedeutung für das Verfahren
- große Zulaufmengen, hohe Reinheit und Abreicherung
- Feed = Mehrstoffgemisch  
(selektive Extraktion, Extraktion mehrerer Komponenten, Trägerstoff = Gemisch)
- viel Stoffübergang (Feedkonzentration oder Löslichkeit)
- hohe Flexibilität (Mehrproduktanlagen, Lastbereich)

# Herausforderungen bei der Auswahl und Auslegung

## Charakterisierung des Stoffsystems im **Versuch**

- extreme Stoffdaten
  - \* kleine oder große Dichtedifferenz
  - \* kleine oder große Grenzflächenspannung
  - \* hohe Viskosität
- große Verteilungskoeffizienten
- starke Änderung der Stoffdaten
- extremes Phasenverhältnis

## Häufig erst im Kolonnenversuch sichtbar

- Mulmanfall, Häutchenbildung, Phasentrennprobleme
- Bildung von Feststoff, Ausgasen leichtsiedender Komponenten
- Benetzung der Einbauten, Ablagerung von Feststoff
- Zweiphasigkeit im Zulauf (Tropfen in Tropfen)
- stark verändertes Tropfenspektrum entlang der Kolonne

# Beispiel 1

## Herausforderungen

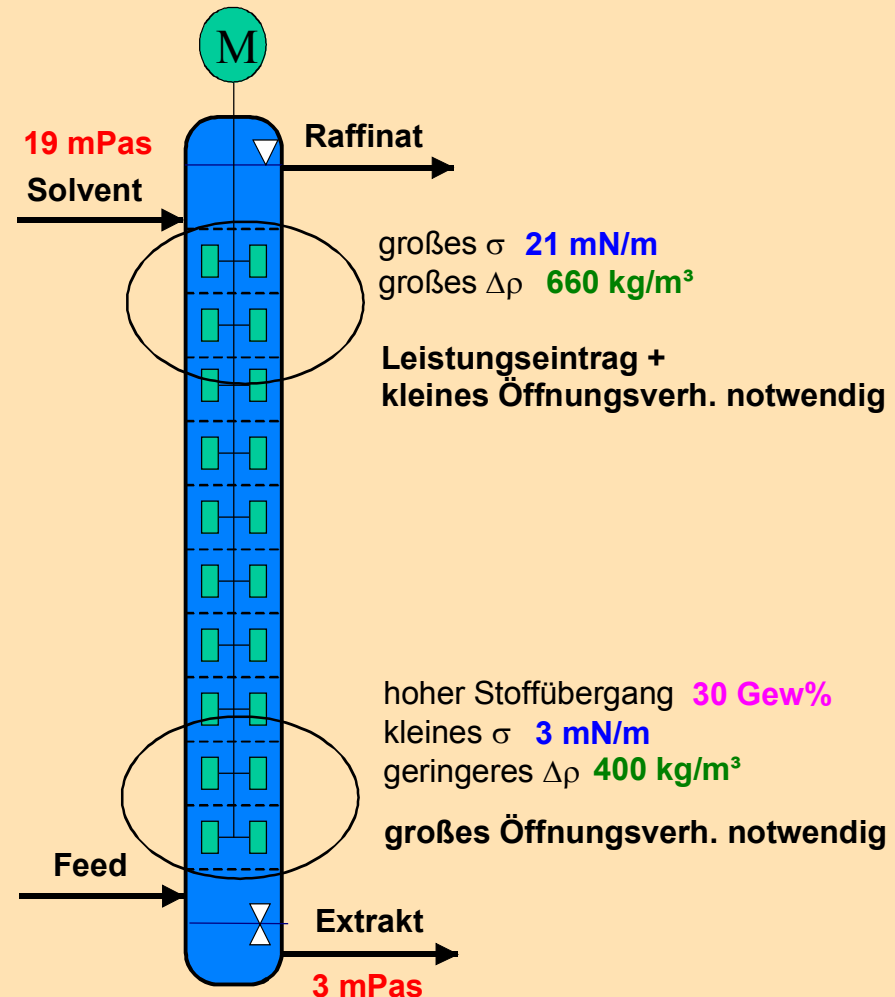
- extreme Stoffdaten
- hoher Stoffübergang
- Mehrproduktanlage

## Phänomene

- Phasentrennproblem
- unterschiedliches fluiddyn. Verhalten

## Lösung

- Leistungseintrag notwendig
- flexible Kolonne (Variation Einbauten)
- richtige Dispergierrichtung



# Beispiel 2

## Herausforderungen

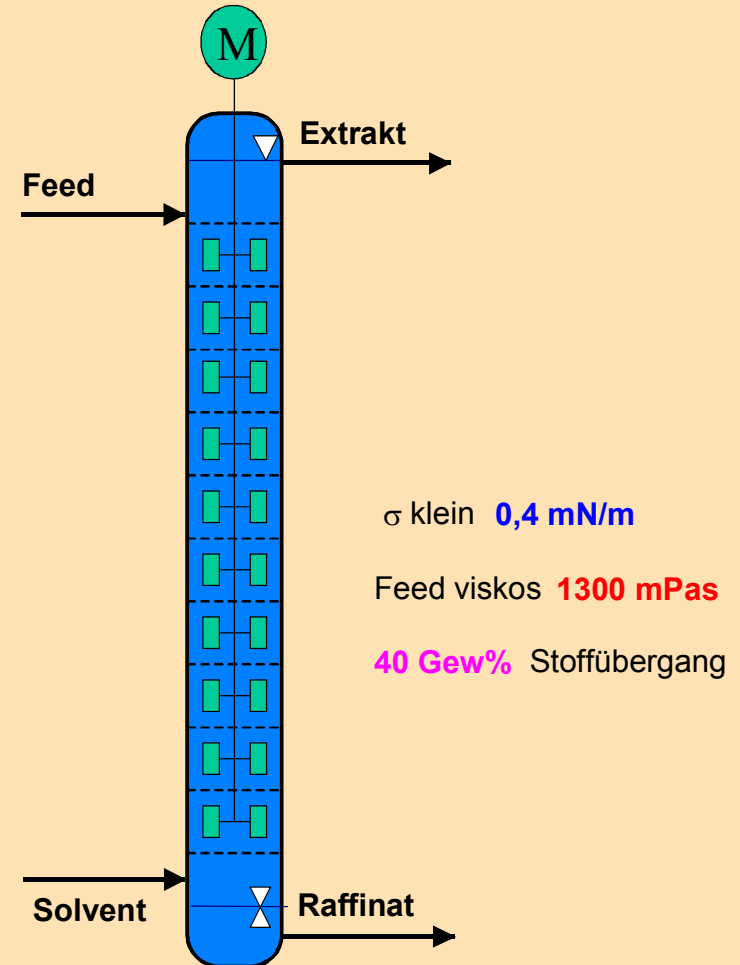
- extreme Stoffdaten
- hoher Stoffübergang
- Mehrproduktanlage

## Phänomene

- Benetzung von Metall und Kunststoff

## Lösung

- gerührte Kolonne
- Variation Einbauten



# Beispiel 3

## Herausforderungen

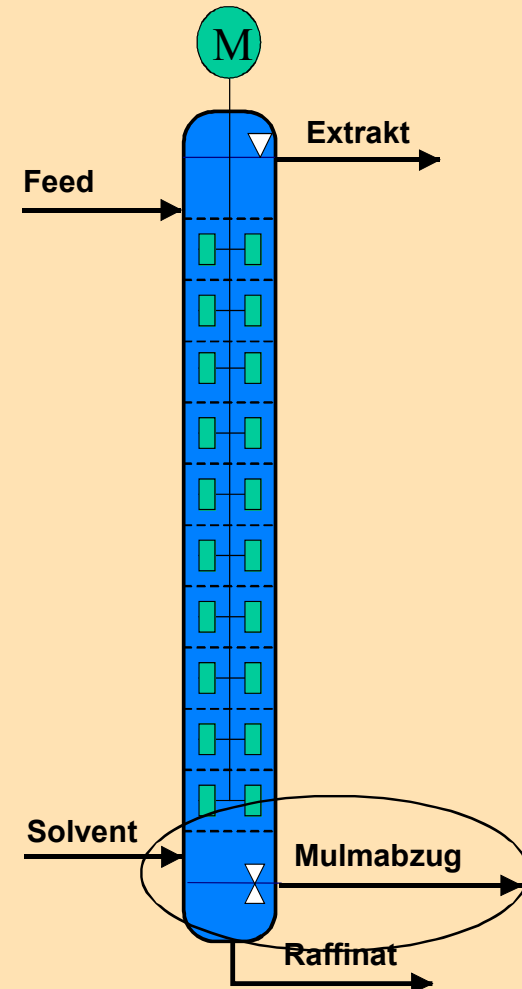
- Fermentationsprodukt

## Phänomene

- Phasentrennproblem
- Mulm an der Phasengrenze
- Feststoffablagerung

## Lösung

- feststofftolerante Kolonne
- richtige Dispergierrichtung
- Mulmabzug



# Beispiel 4

## Herausforderungen

- geringe Grenzflächenspannung
- hohe Zulaufströme
- hohe Abreicherung

## Phänomene

- Feststoff im Zulauf + Feststoffbildung
- Mulm an Phasengrenze

## Lösung

- Kolonne ohne Böden + ohne Leistungseintrag
- Hersteller mit Scale-up-Erfahrung
- Einbauten zur Phasentrennung im Kopf



# Beispiel 5

## Herausforderungen

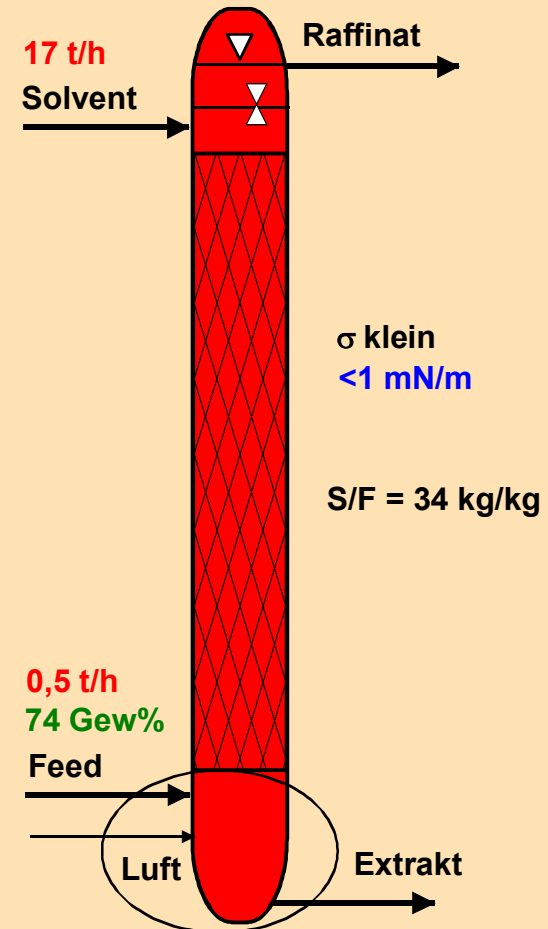
- geringe Grenzflächenspannung
- hoher Stoffübergang
- extremes Phasenverhältnis

## Phänomene

- Häutchenbildung

## Lösung

- Lufteintrag in Kolonne



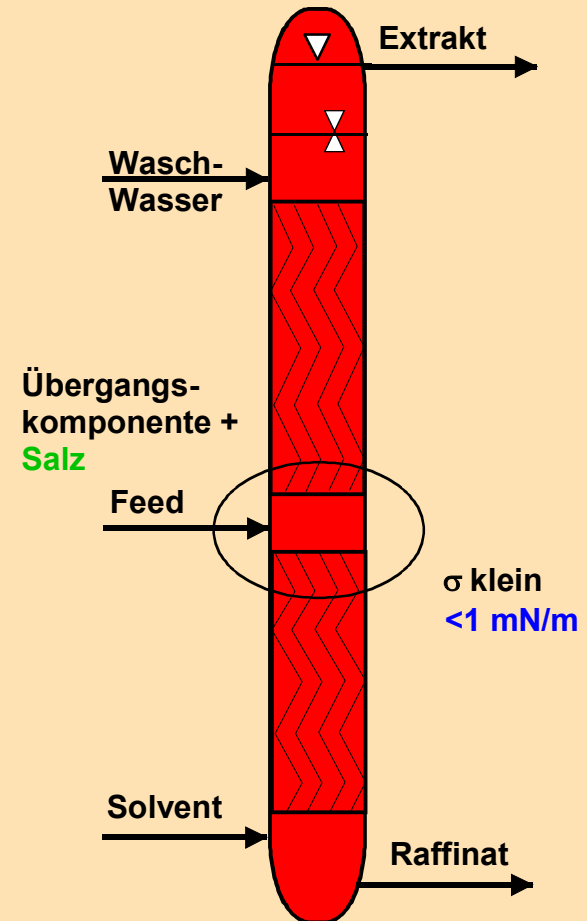
# Beispiel 6

## Herausforderungen

- geringe Grenzflächenspannung
- selektive Extraktion => Waschteil
- Fluiddynamik+Thermodynamik abhängig von
  - Salzgehalt im Feed
  - Solventreinheit

## Lösung

- Kolonne ohne Energieeintrag



Vorauswahl des geeigneten Kolonnentyps basiert auf

Aufgabenstellung, Stoffsystem, Scale-up-Risiko...

Abschätzung notwendiger Versuche basierend auf Risikoanalyse

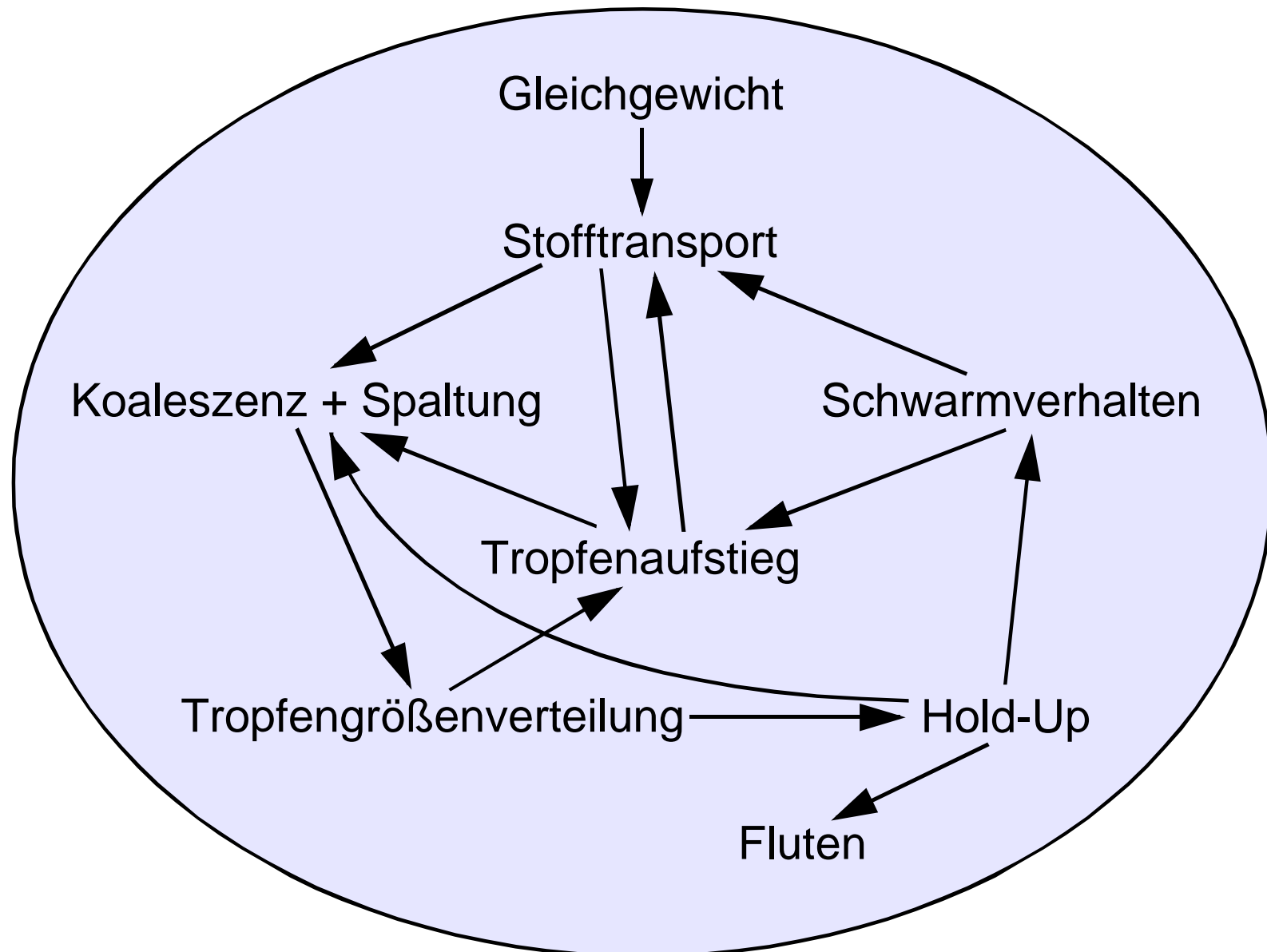
dabei Summe aus Aufgabenstellung, Stoffsystem, Phänomene... betrachten

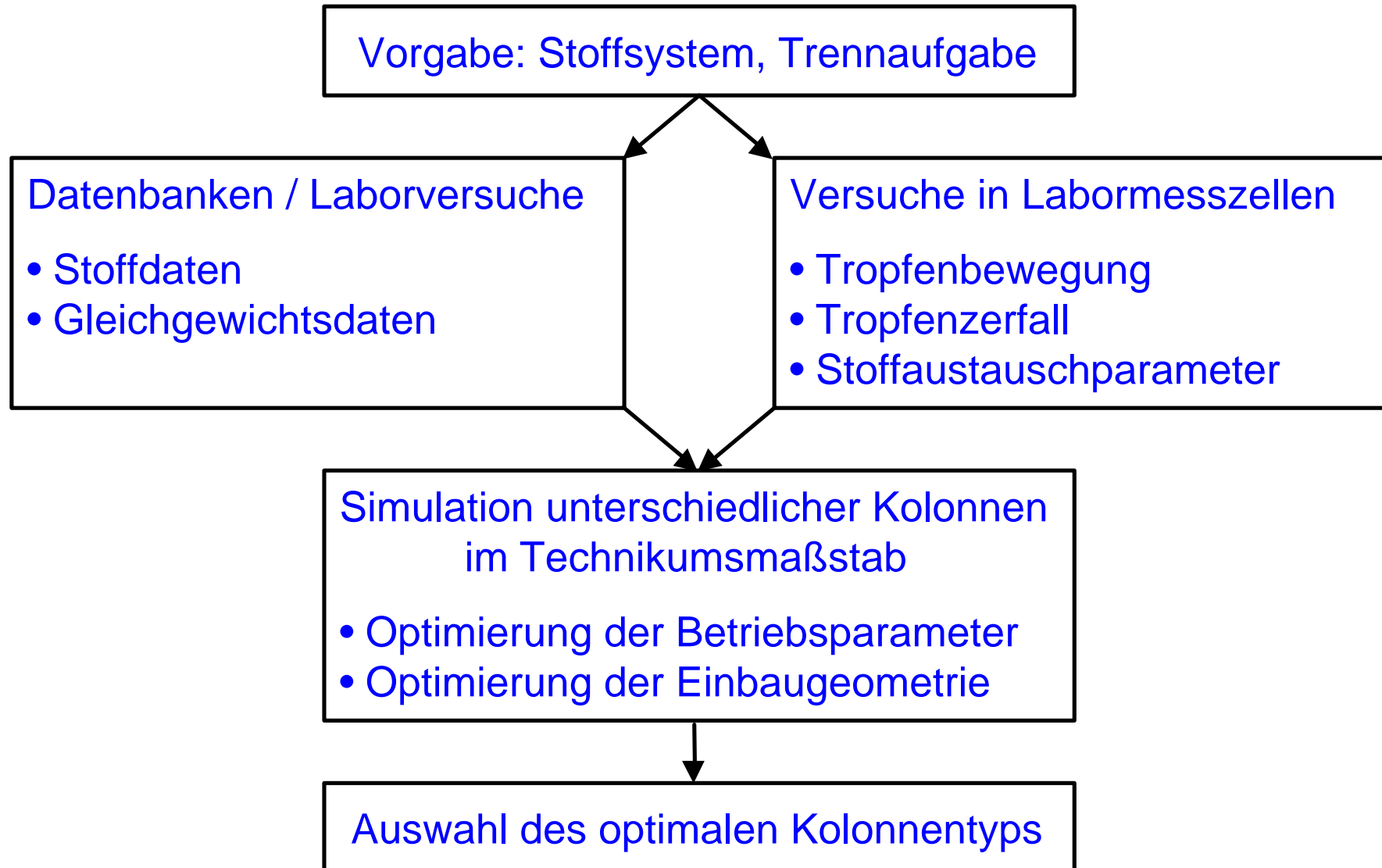
=> vollständige Charakterisierung notwendig

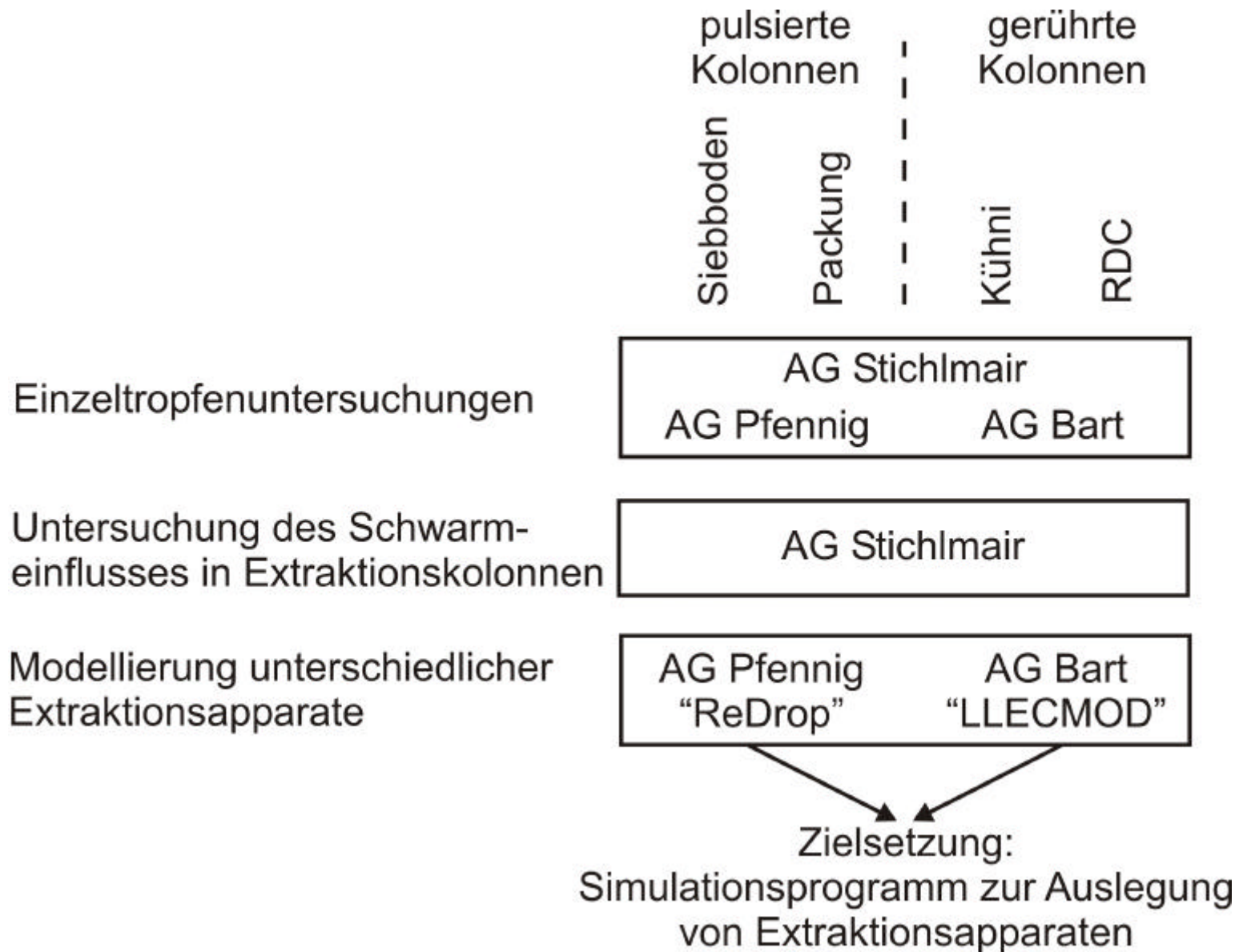
# Vom Einzeltropfen zur Extraktionskolonne

Anforderungen und neue Entwicklungen









# Vom Einzeltropfen zur Extraktionskolonne

Anforderungen und neue Entwicklungen

W. Bäcker     Datenbasis zur Bewertung und Auslegung von  
Extraktionsprozessen und Extraktionskolonnen

P. Deckert     Extraktionskolonnen in der industriellen Praxis

D. Garthe     Labormesszellen zur Bestimmung des Verhaltens  
von Einzeltropfen als Grundlage für  
Kolonnensimulationen

H.-J. Bart     Populationsdynamische Modellierung von  
Extraktionskolonnen

W. Bäcker     Anwendung der neuen Auslegungsmethode für  
M. Weber     Extraktionskolonnen auf ein technisches Beispiel  
A. Pfennig



Ablauf

A. Pfennig  
Bild 5  
RWTH Aachen

# Labormesszellen zur Bestimmung des Verhaltens von Einzeltropfen als Grundlage für Kolonnensimulationen

(Vom Einzeltropfenexperiment zur Extraktionskolonne)

Daniel Garthe

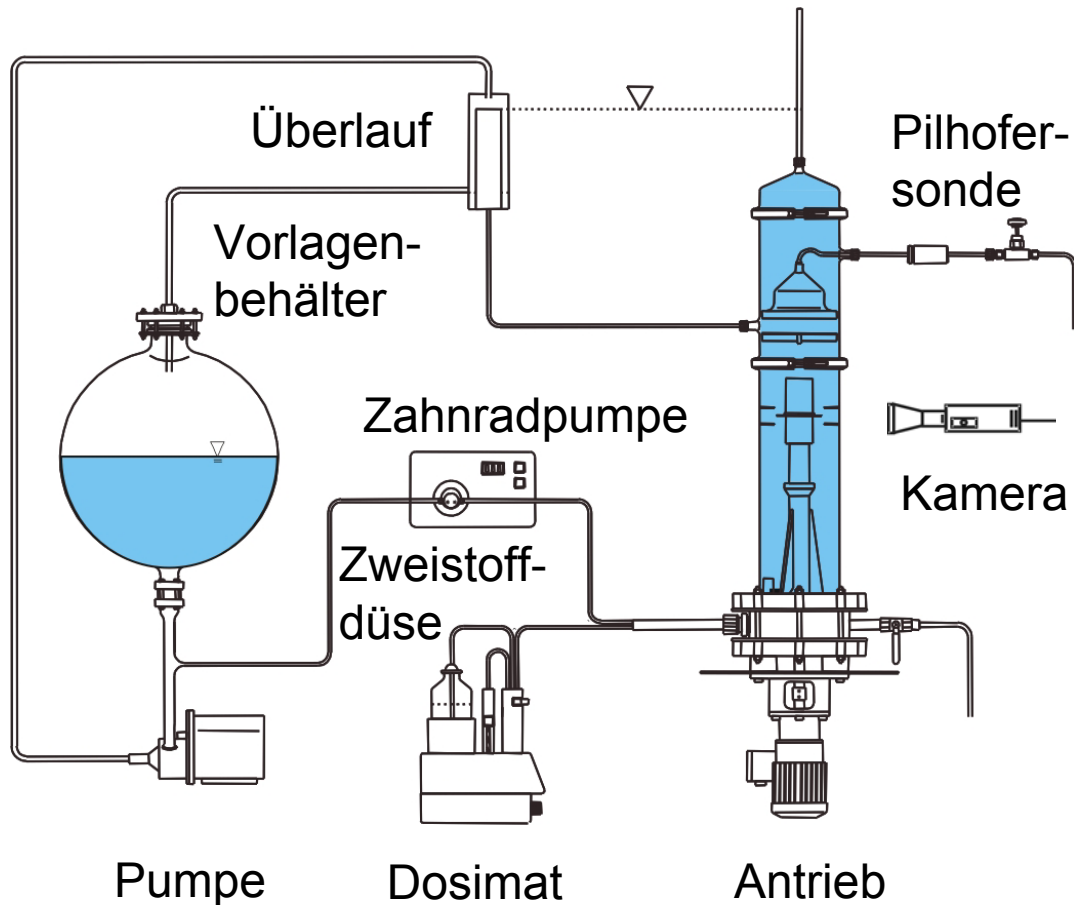
Prof. J. Stichlmair

Lehrstuhl für Fluidverfahrenstechnik

Technische Universität München

- Labormesszellen: Bestimmung des Verhaltens von Einzeltropfen
- Modellierung: Bestimmung des Schwarmeinflusses
- Ergebnisse: Tropfenzerfall, Tropfengeschwindigkeiten, etc.
- Zusammenfassung

# Labormesszelle zur Bestimmung der Tropfenzerfallswahrscheinlichkeit - Arbeitsgruppe Bart -



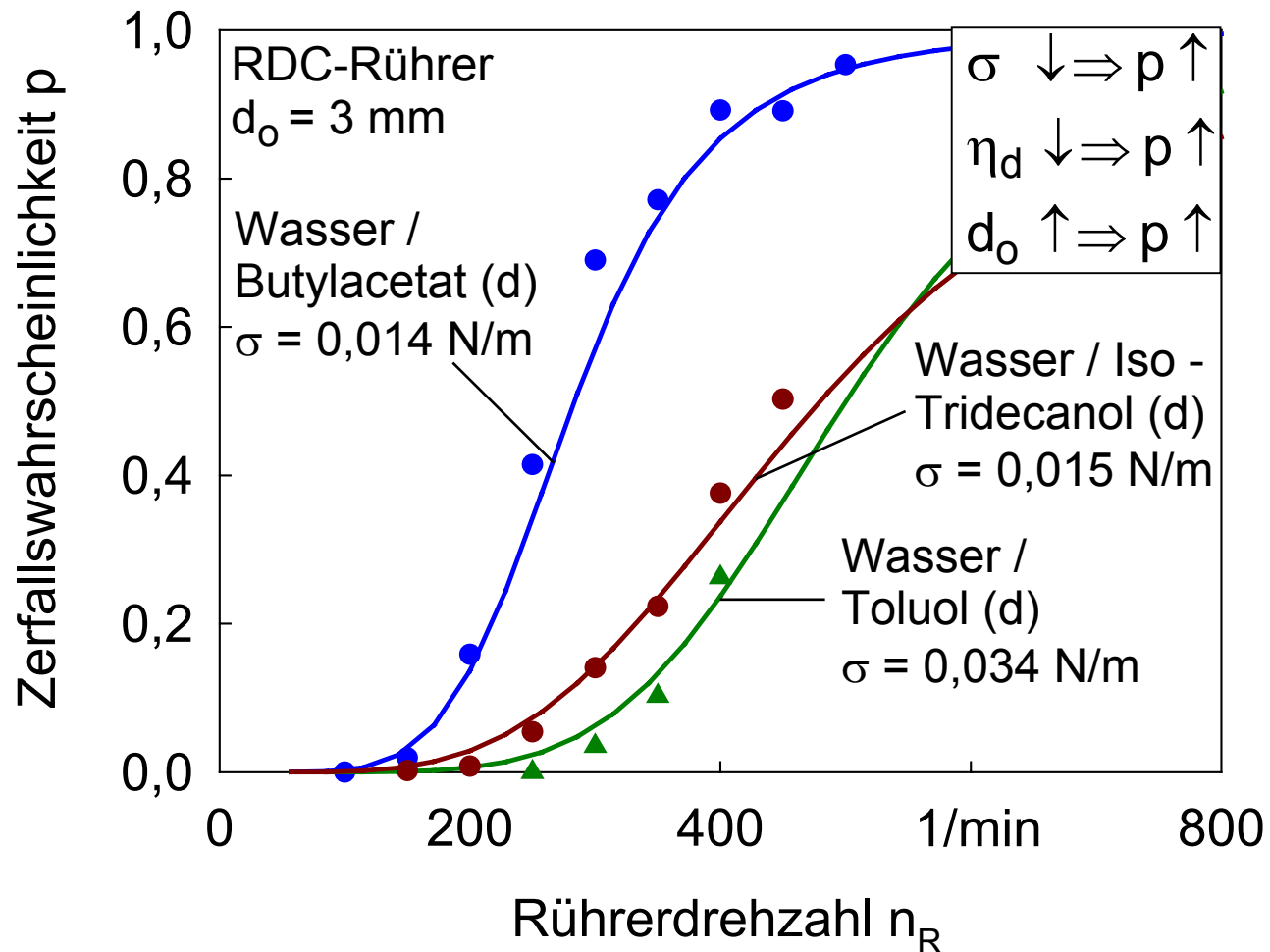
## Kolonnenabmessungen:

- Durchmesser: 150 mm
- Höhe: 1 m

## Untersuchung des Zerfalls:

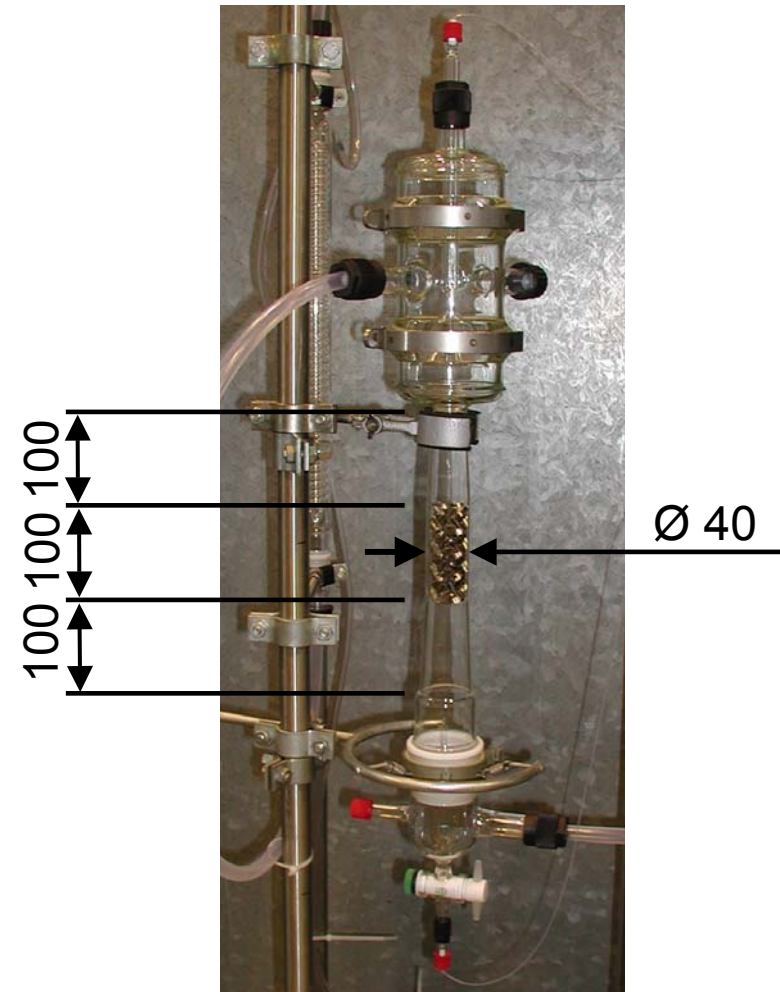
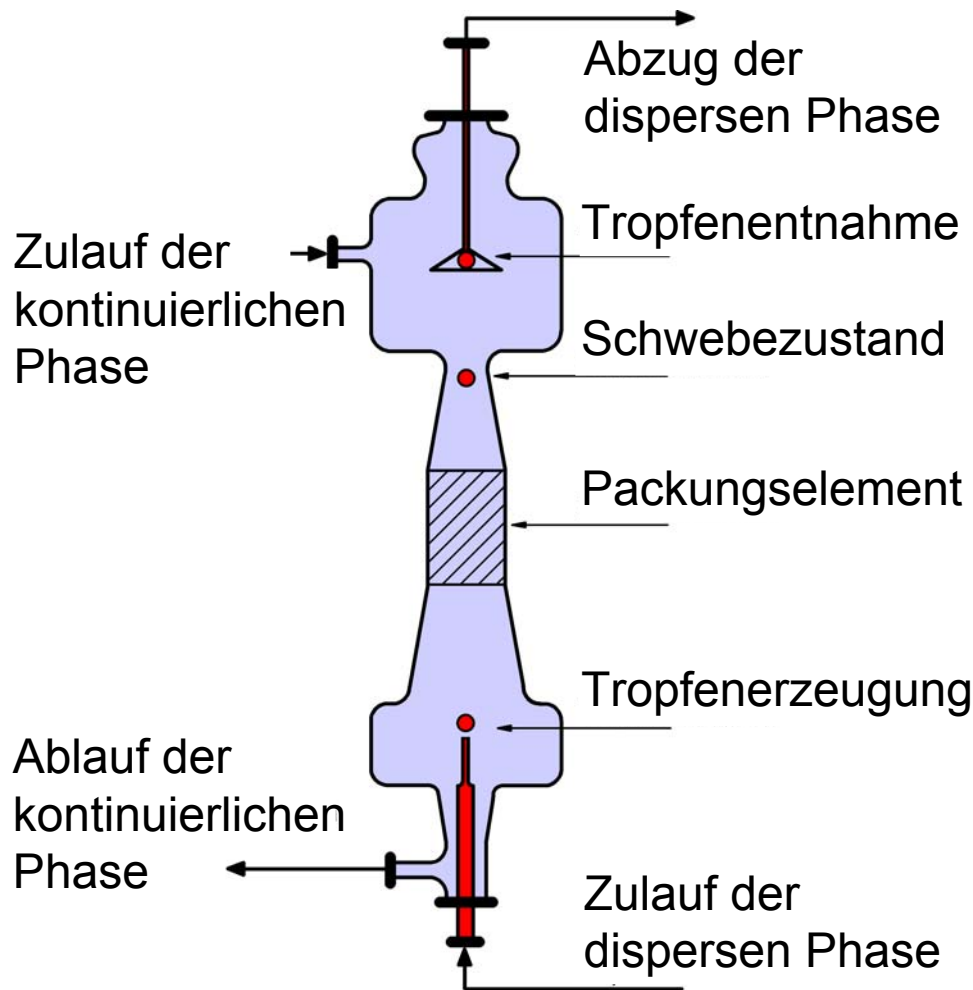
- von monodispersen Ausgangstropfen
- in unterschiedlichen Rührsysteme
- bei variabler Rührerdrehzahl

$$\frac{p}{1-p} = 1,3 \cdot 10^{-6} \cdot \left[ \frac{\rho_c^{0,8} \cdot \eta_c^{0,2} \cdot d_o \cdot D_R^{1,6} \cdot (n_R^{1,8} - n_{R,krit}^{1,8})}{\sigma + 0,33 \cdot \eta_d \cdot \left[ \rho_c^{0,8} \cdot \eta_c^{0,2} \cdot D_R^{1,6} \cdot \rho_d^{-1} \cdot (n_R^{1,8} - n_{R,krit}^{1,8}) \right]^{0,5}} \right]^{2,8}$$

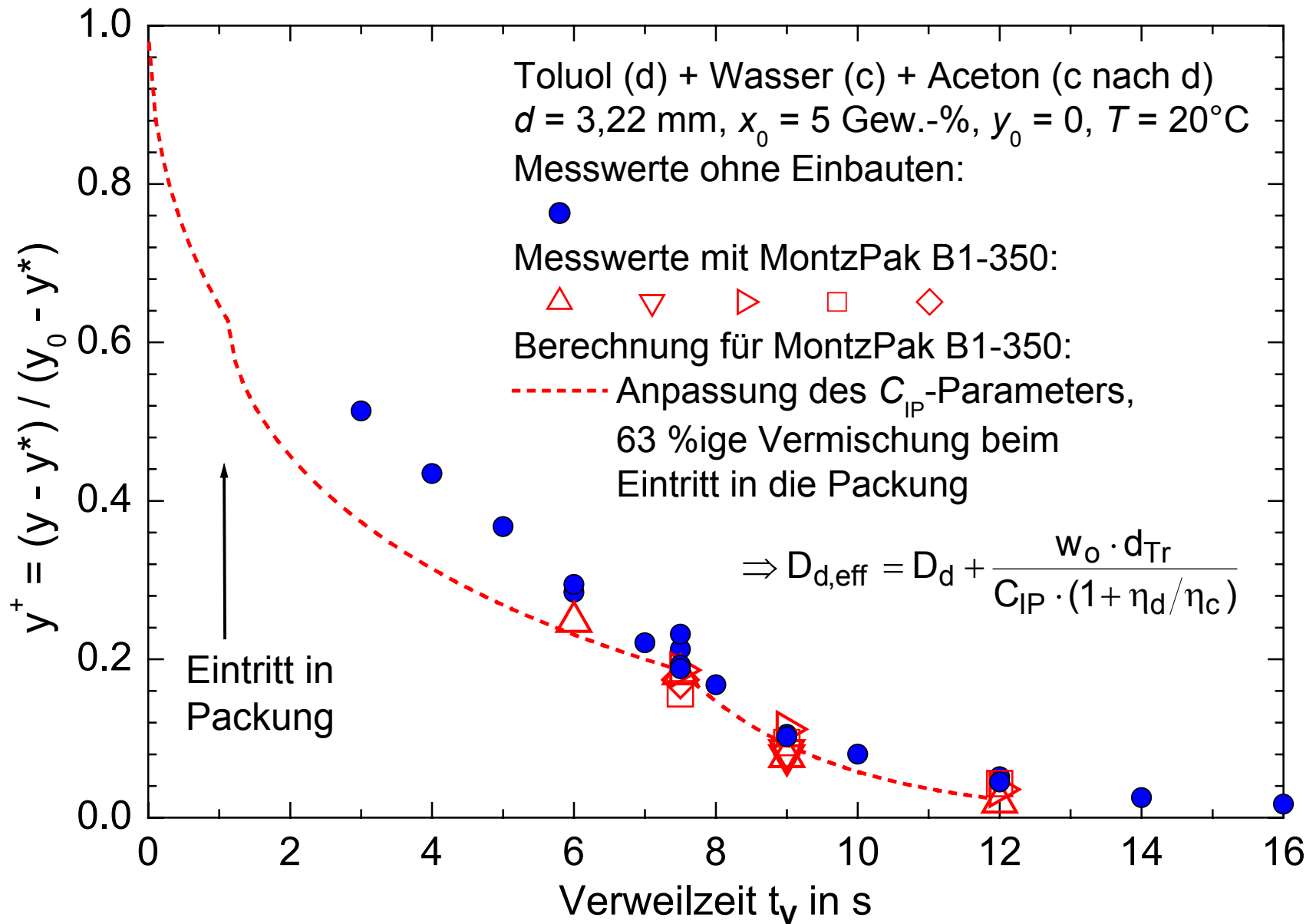


Bestimmung der Tropfenzerfallswahrscheinlichkeit  $p$   
 für RDC-Extraktoren

# Labormesszelle zur Bestimmung des Stoffübergangs in einzelne Tropfen - Arbeitsgruppe Pfennig -

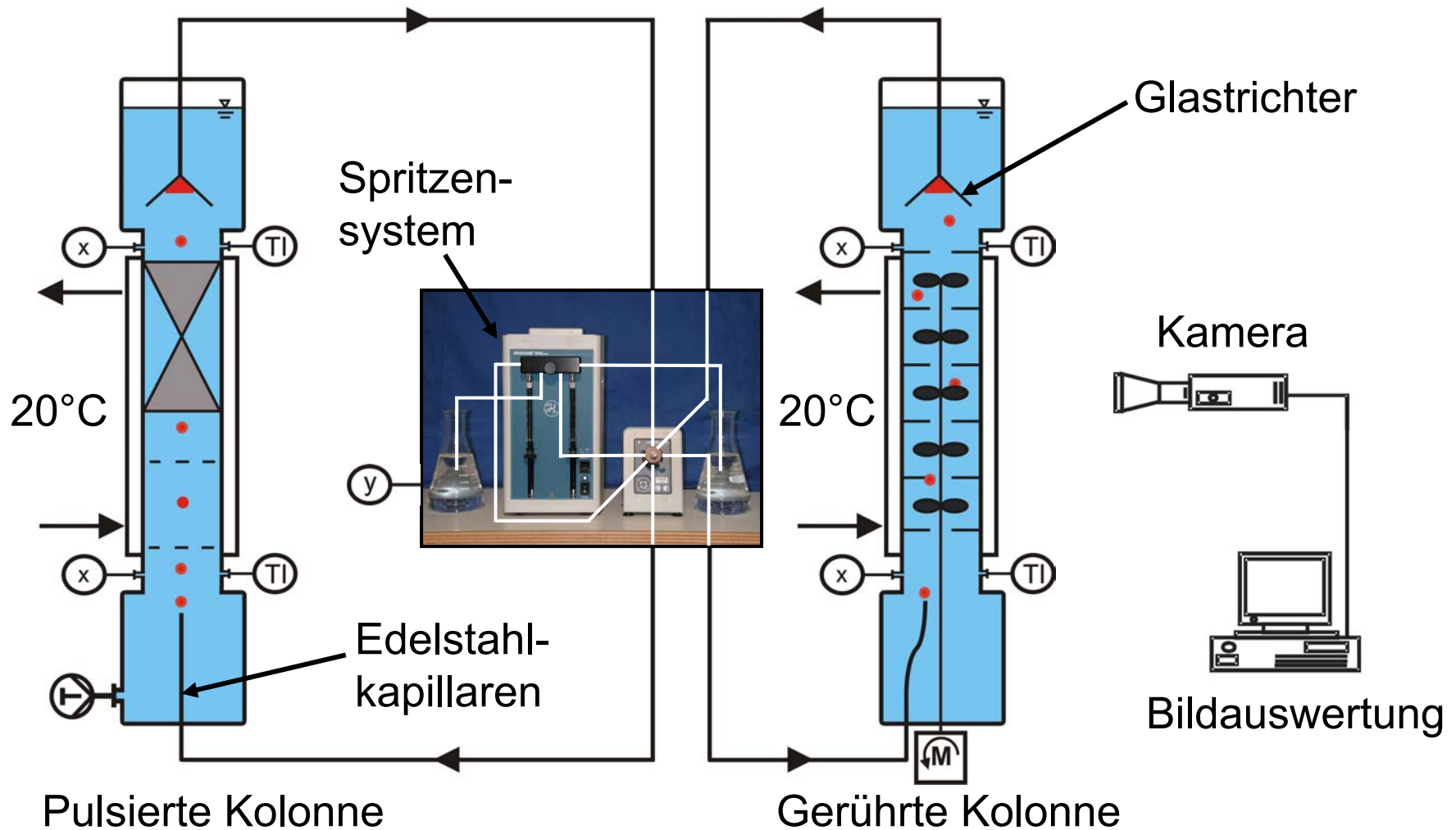


Untersuchung des Stofftransports in Einzeltropfen in  
pulsierten Kolonnen



# Labormesszelle zur Bestimmung der Geschwindigkeiten einzelner Tropfen

- Arbeitsgruppe Stichlmair -



Einzeltropfenanlage zur Bestimmung der charakt. Geschwindigkeiten,  $d_{\text{Kol}} = 80 \text{ mm}$ ,  $H_{\text{ak}} = 700 \text{ mm}$

Richardson & Zaki:

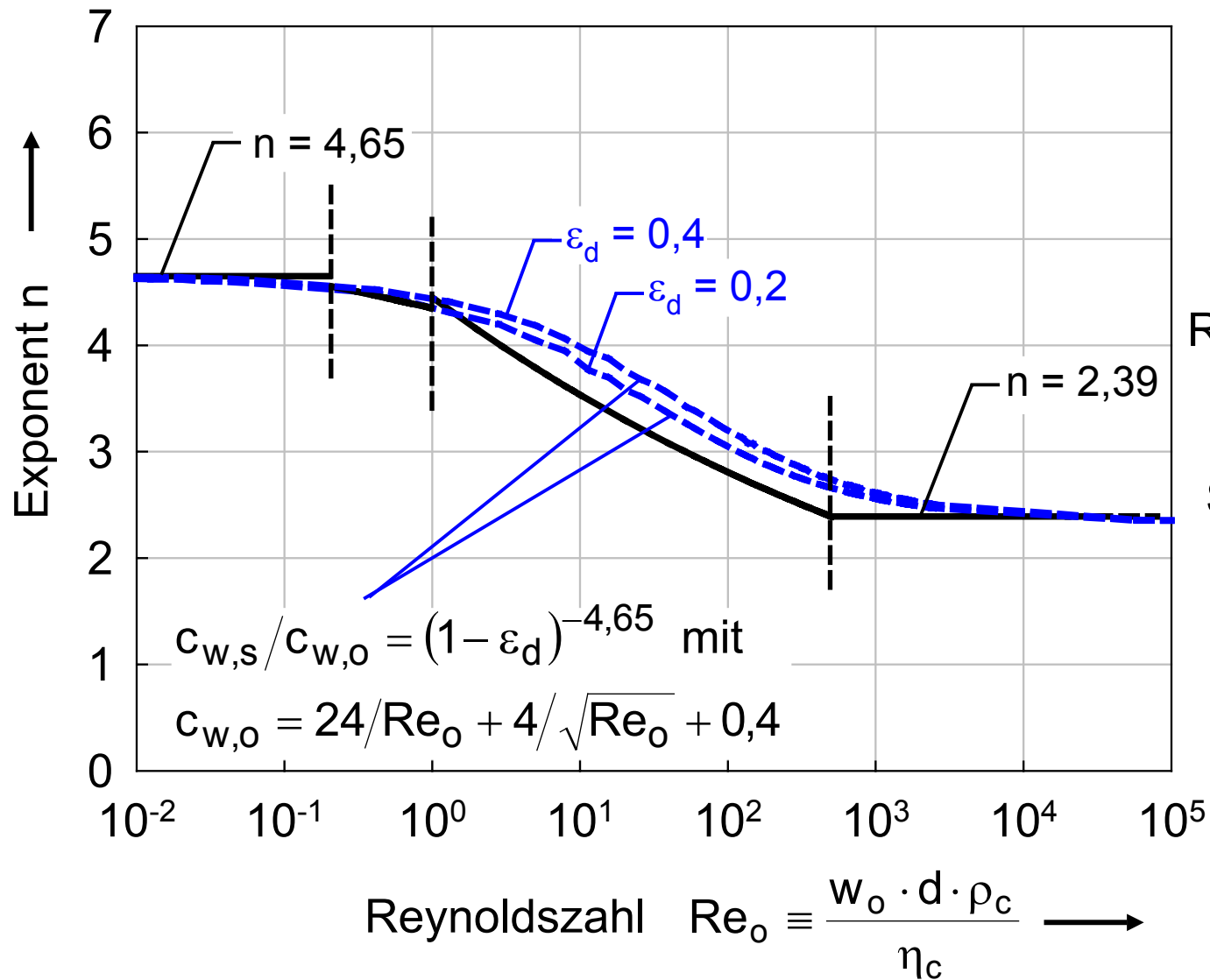
$$\frac{w_s}{w_o} = (1 - \varepsilon_d)^n \quad \text{mit } n = f(\text{Re}_o)$$

Stichlmair et al.:

$$\frac{c_{w,s}}{c_{w,o}} = (1 - \varepsilon_d)^{-4,65} \quad \text{mit } c_{w,o} = f(\text{Re}_o)$$

$$\Rightarrow \frac{w_s}{w_o} = \sqrt{\frac{c_{w,o}(\text{Re}_o)}{c_{w,o}(\text{Re}_s)} \cdot (1 - \varepsilon_d)^{4,65}}$$

$$n = \frac{1}{\ln(1 - \varepsilon_d)} \cdot \ln \sqrt{\frac{c_{w,o}(\text{Re}_o)}{c_{w,o}(\text{Re}_s)} \cdot (1 - \varepsilon_d)^{4,65}} \Rightarrow n = f \left[ \frac{c_{w,o}(\text{Re}_o)}{c_{w,o}(\text{Re}_s)}, \dots \right]$$



Einfluss starrer  
Partikelschwärme

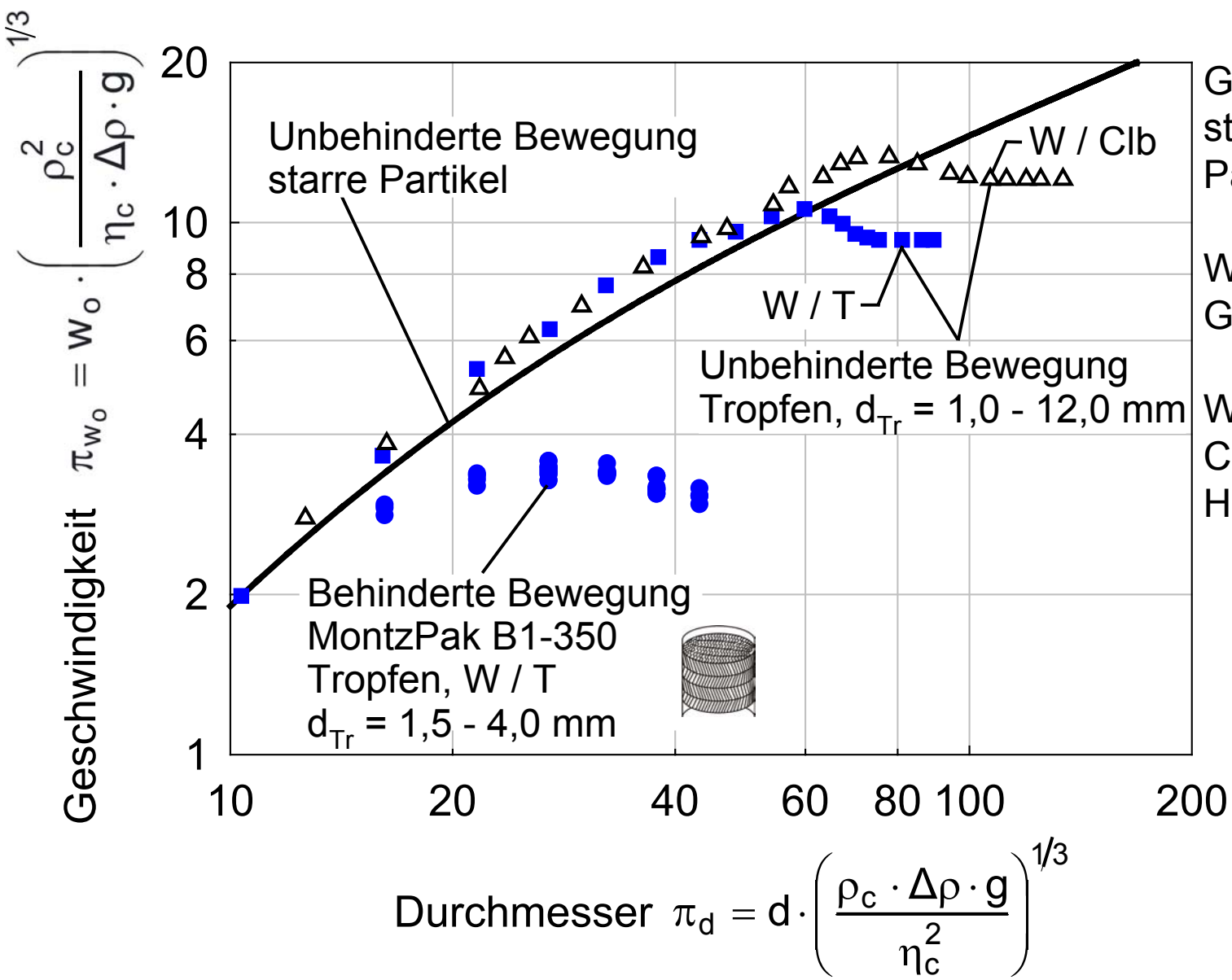
Modell-Vergleich:

Richardson&Zaki (—)

—

Stichlmair et al. (- -)

Schwarmexponent  $n$  starrer Partikelschwärme in  
Kolonnen ohne Einbauten

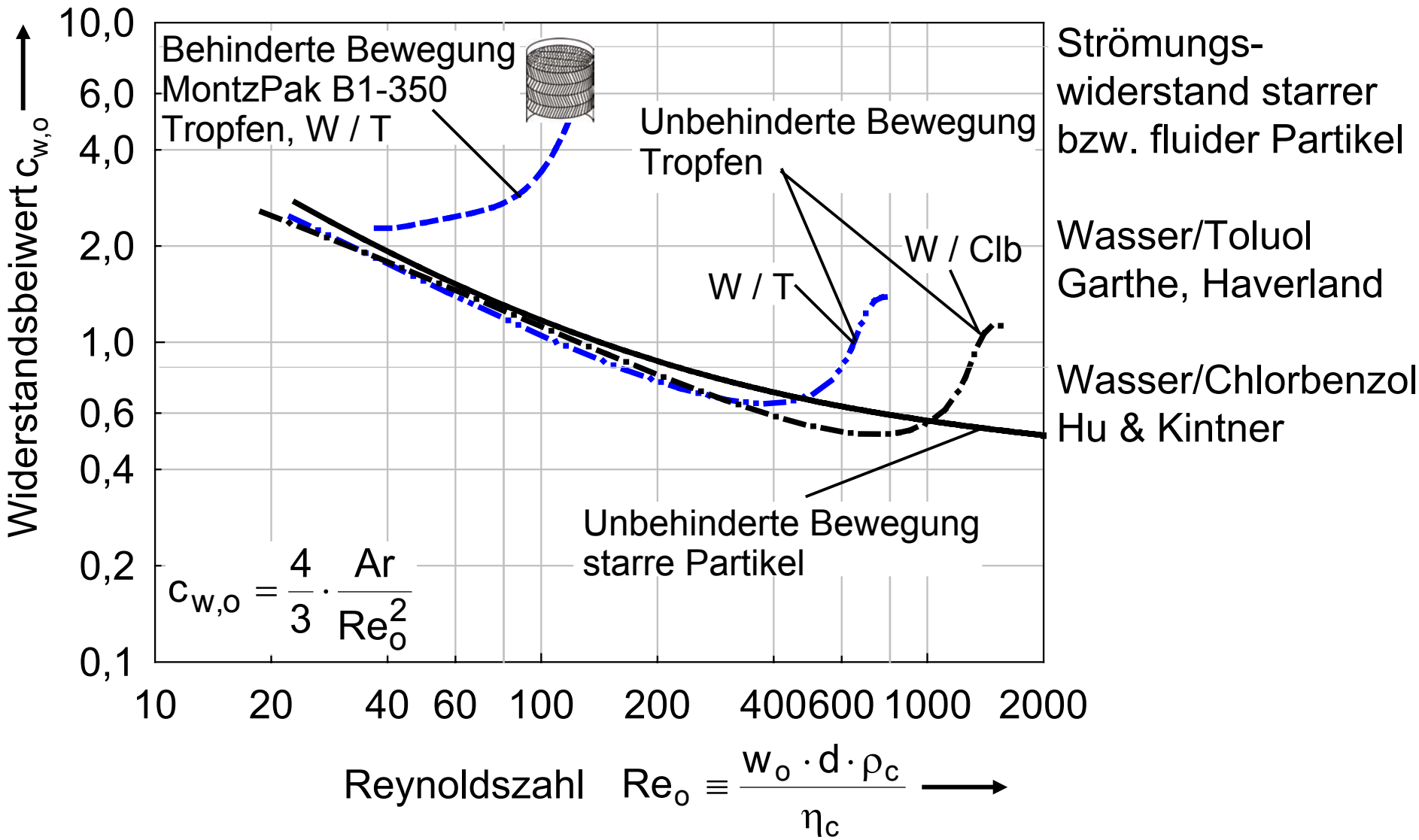


Geschwindigkeiten starrer bzw. fluider Partikel

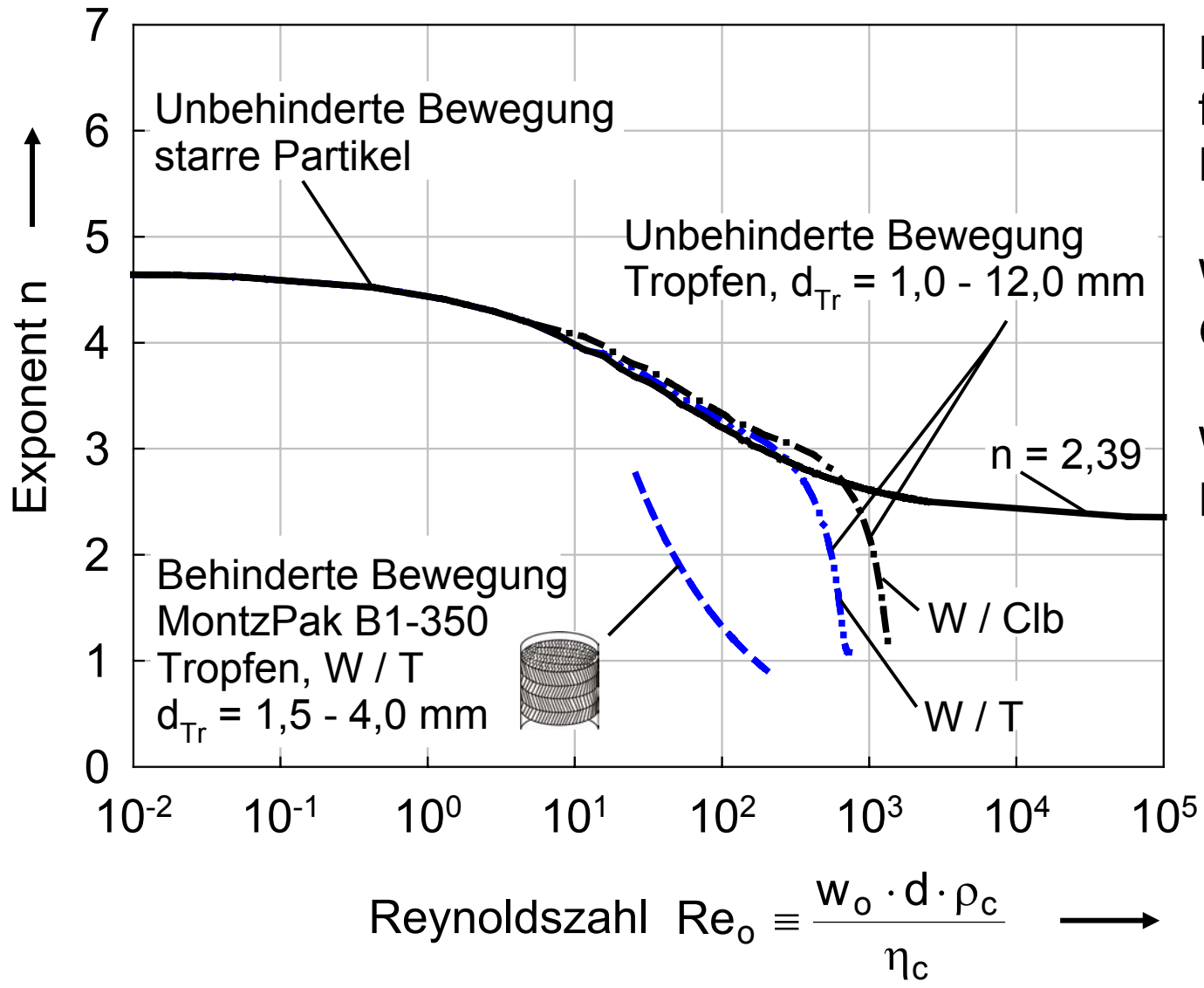
Wasser / Toluol  
Garthe, Haverland

Wasser / Chlorbenzol  
Hu & Kintner

Geschwindigkeiten  $w_0$  einzelner Partikel bei unbehinderter bzw. behinderter Bewegung



Widerstandsbeiwert  $c_{w,o}$  einzelner Partikel bei unbehinderter bzw. behinderter Bewegung



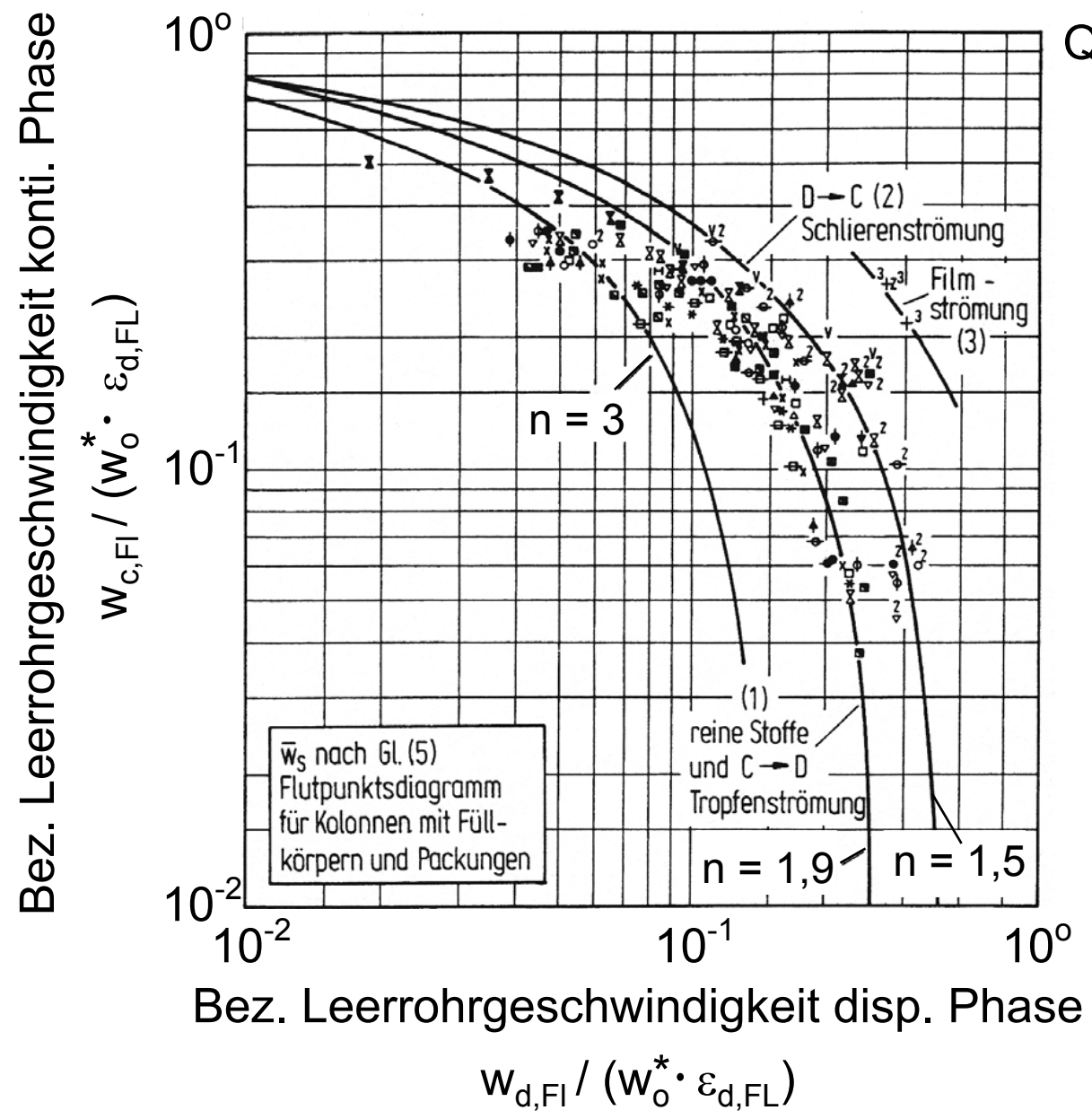
Einfluss starrer bzw. fluider Partikelschwärme

Wasser/Toluol  
Garthe, Haverland

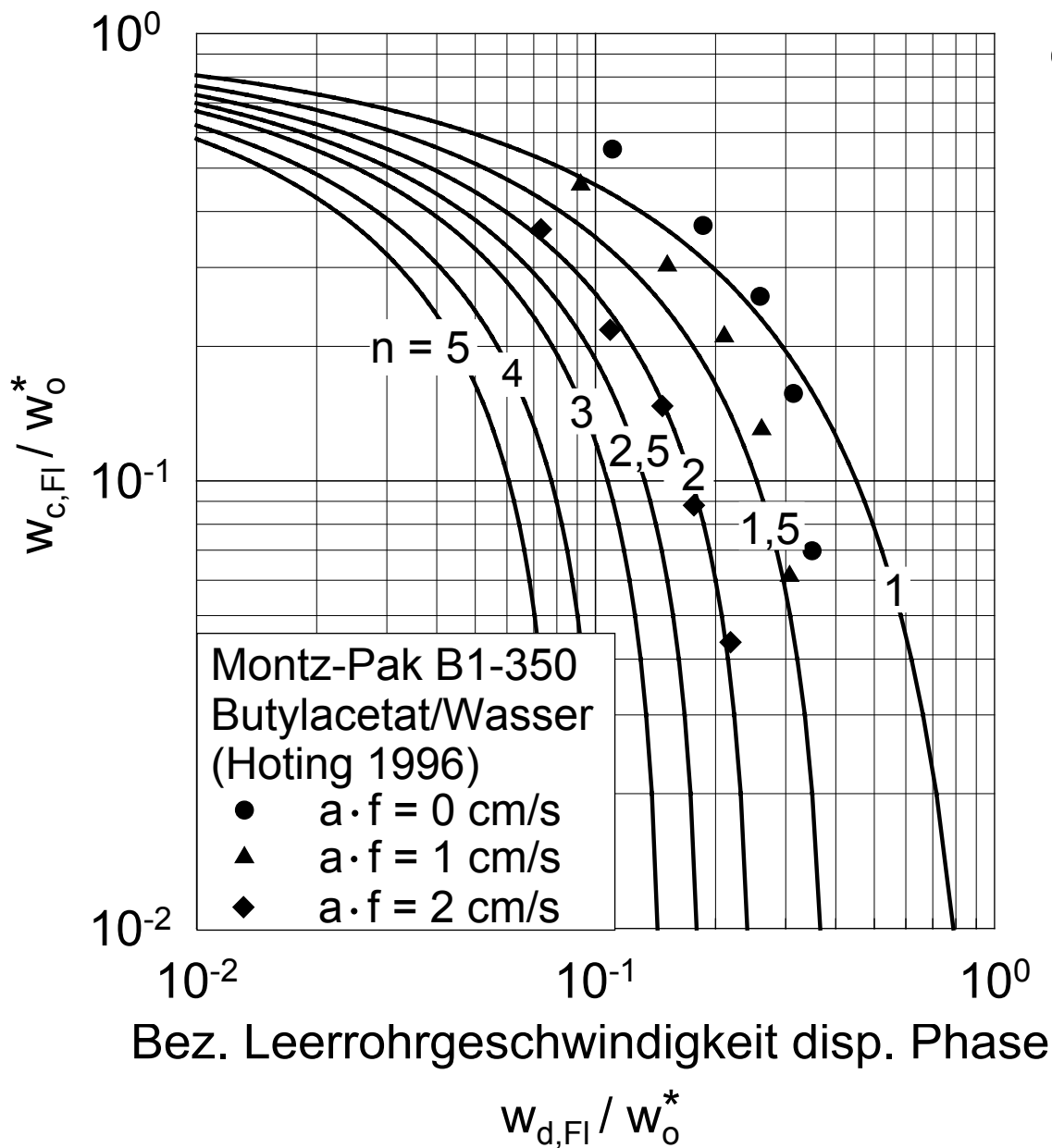
Wasser/Chlorbenzol  
Hu & Kintner

Schwarmexponent  $n$  für starre und fluide Partikel bei unbehinderter bzw. behinderter Bewegung

Quelle: Maćkowiak



Bez. Leerrohrgeschwindigkeit konti. Phase



- Bestimmung der entscheidenden Parameter zur Kolonnensimulation durch Untersuchungen mit **Einzeltröpfen** in **Labormesszellen**
- Bestimmung des Schwarmeinflusses durch Messungen an **Einzeltröpfen**
- Bestimmung des Durchsatzes durch Extraktionskolonnen

Vielen Dank an die AiF, BMWA,  
Prof. Pfennig, T. Grömping, Prof. Bart, S. Schmidt

# DECHEMA Kolloquium

## Vom Einzeltropfenexperiment zur Extraktionskolonne

Populationsdynamische Modellierung  
von Extraktionskolonnen

H.-J. Bart  
S. Schmidt  
TU Kaiserslautern

- Einleitung / Problemstellung
- Die Vorgangsweise
  - Modell & Parameter
  - Experiment & Korrelationen
  - Kolonnensimulationen
- Zusammenfassung / Ausblick

## Gesamtziel

- ➔ Auslegung von Extraktionskolonnen auf der Basis von Einzeltropfenexperimenten und Simulationen

## State of the Art

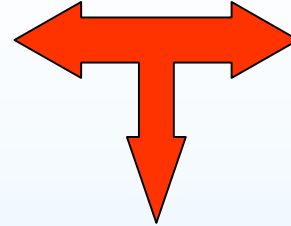
- Bewegung der Phasen sowie Stoffübergang (Konvektion & Rückvermischung - Dispersionsmodell / HDU-NTU Modell)

## Unser Ansatz

- Zusätzliche Berücksichtigung der Tropfeninteraktionen (Koaleszenz & Zerfall)

**STOFFAUSTAUSCH**

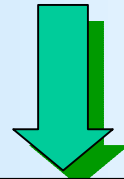
**TRANSPORT  
ZERFALL  
KOALESZENZ**



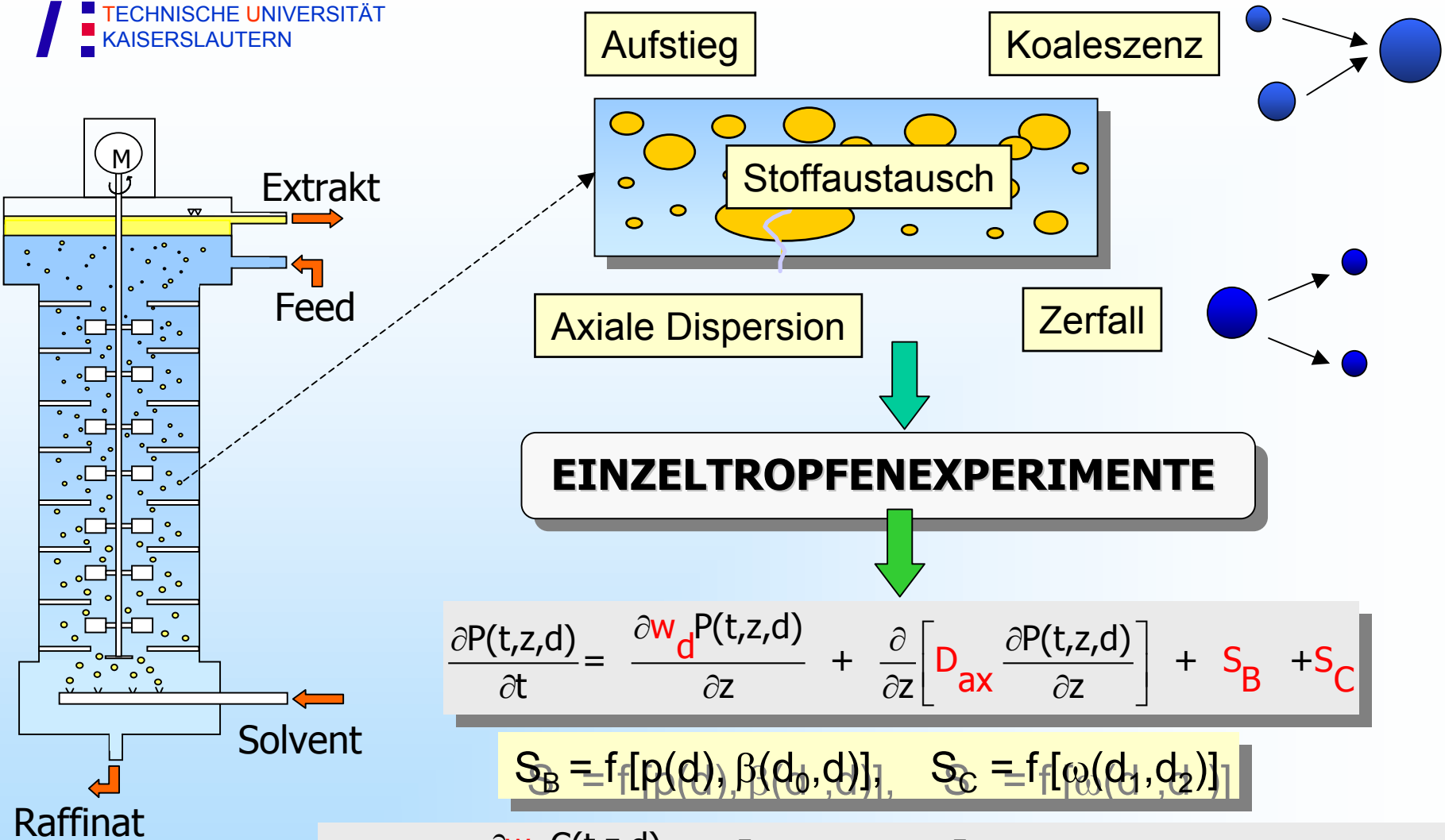
**EINZELTROPFENEXPERIMENTE  
KORRELATIONEN**



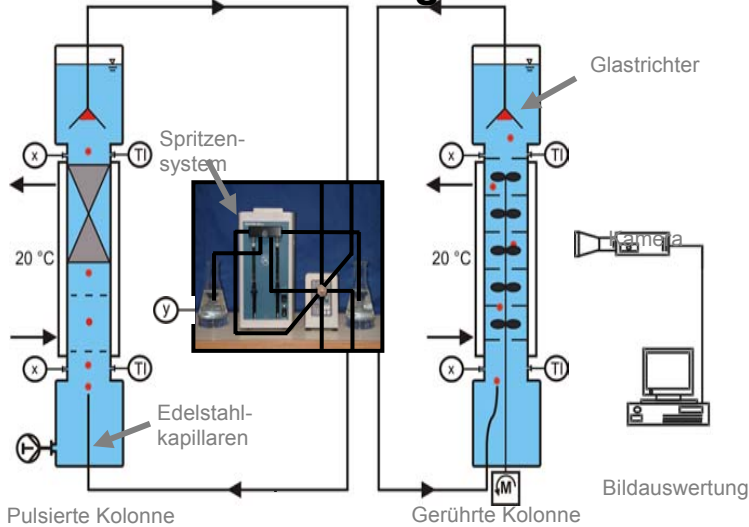
**Modellparameter**



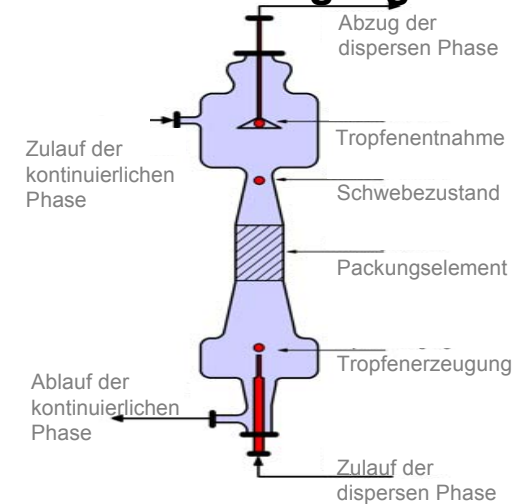
**SIMULATION**  
gerührter Kolonnen  
pulsierter Kolonnen



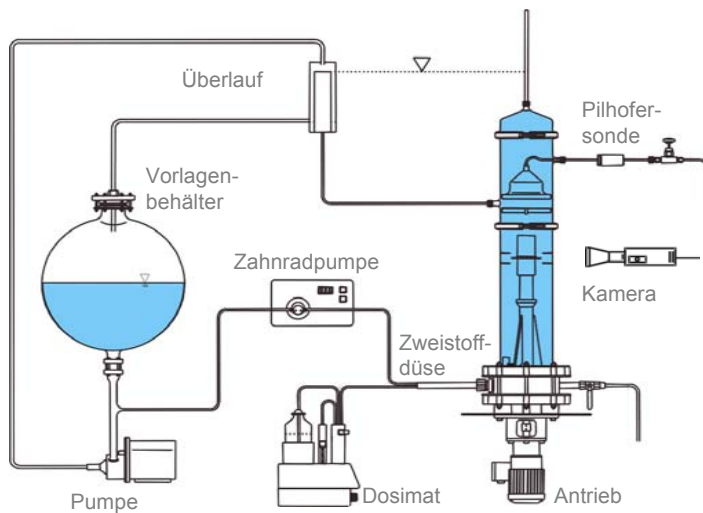
## Geschwindigkeit



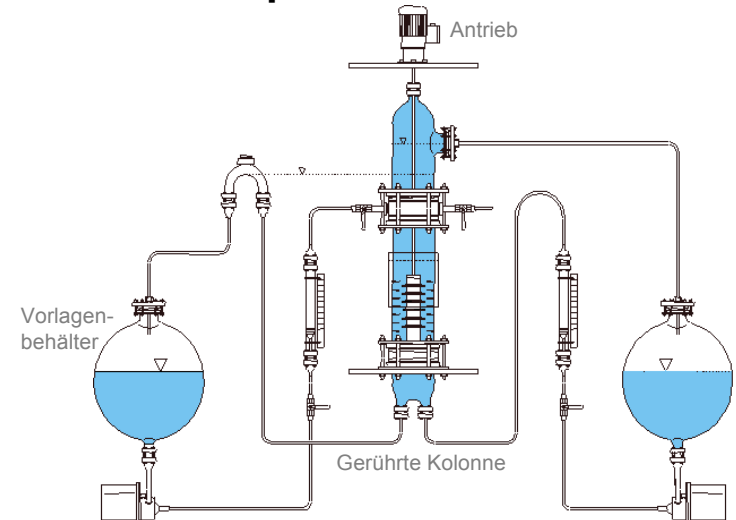
## Stoffübergang



## Einzeltropfenzerfall



## Tropfenkoaleszenz



# Modell Parameter

**Equilibria**



Excess Modelle

**Kinetik (?)**



exp.

**Stoffaustausch**



Korrelationen

**Bewegung**



$w_d(d)$

$D_{ax,c}$

$D_{ax,d}$



Korrelationen

**Zerfall**



$p(d)$

$\beta(d_0, d)$



Korrelationen

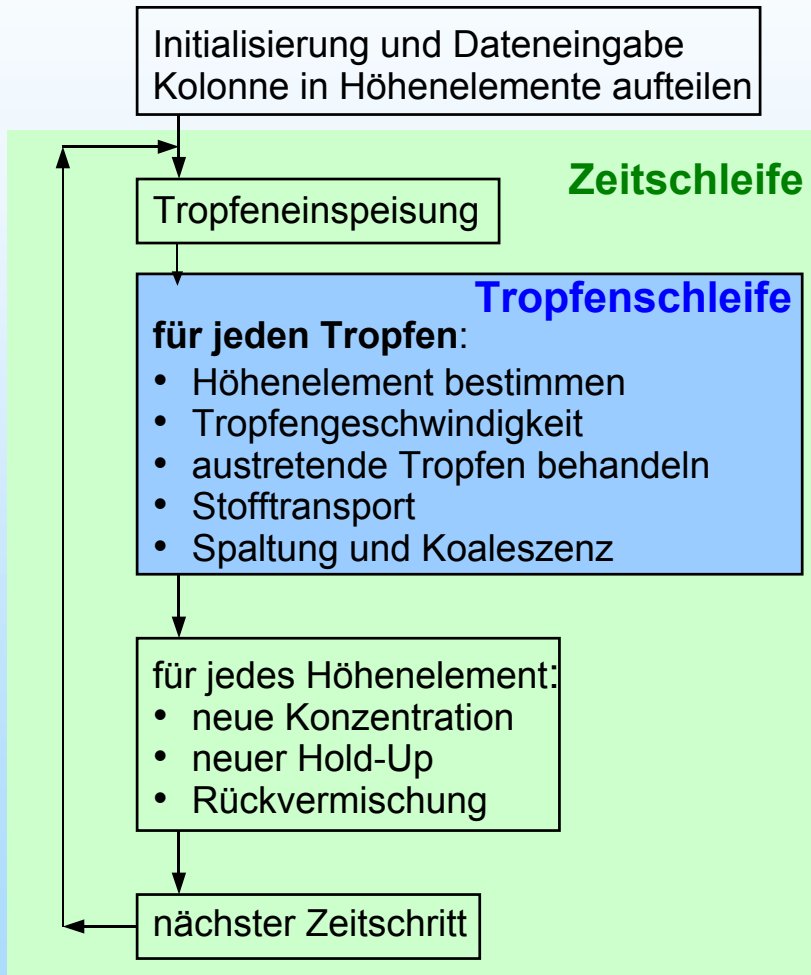
**Koaleszenz (?)**



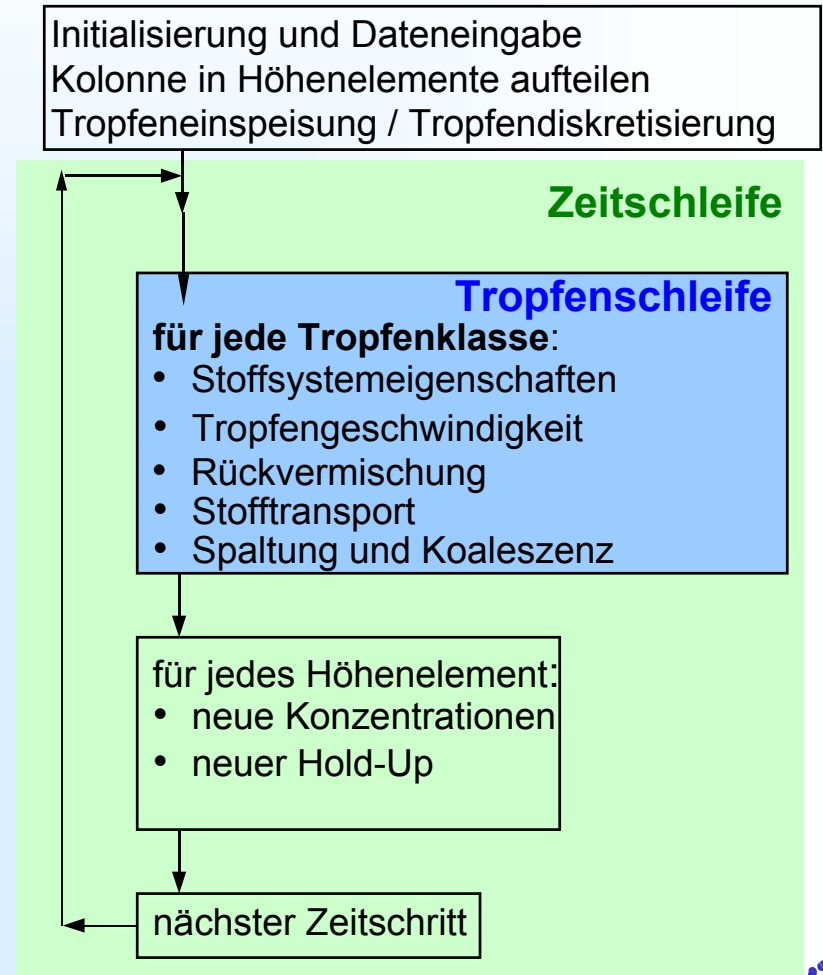
$\omega(d_1, d_2)$

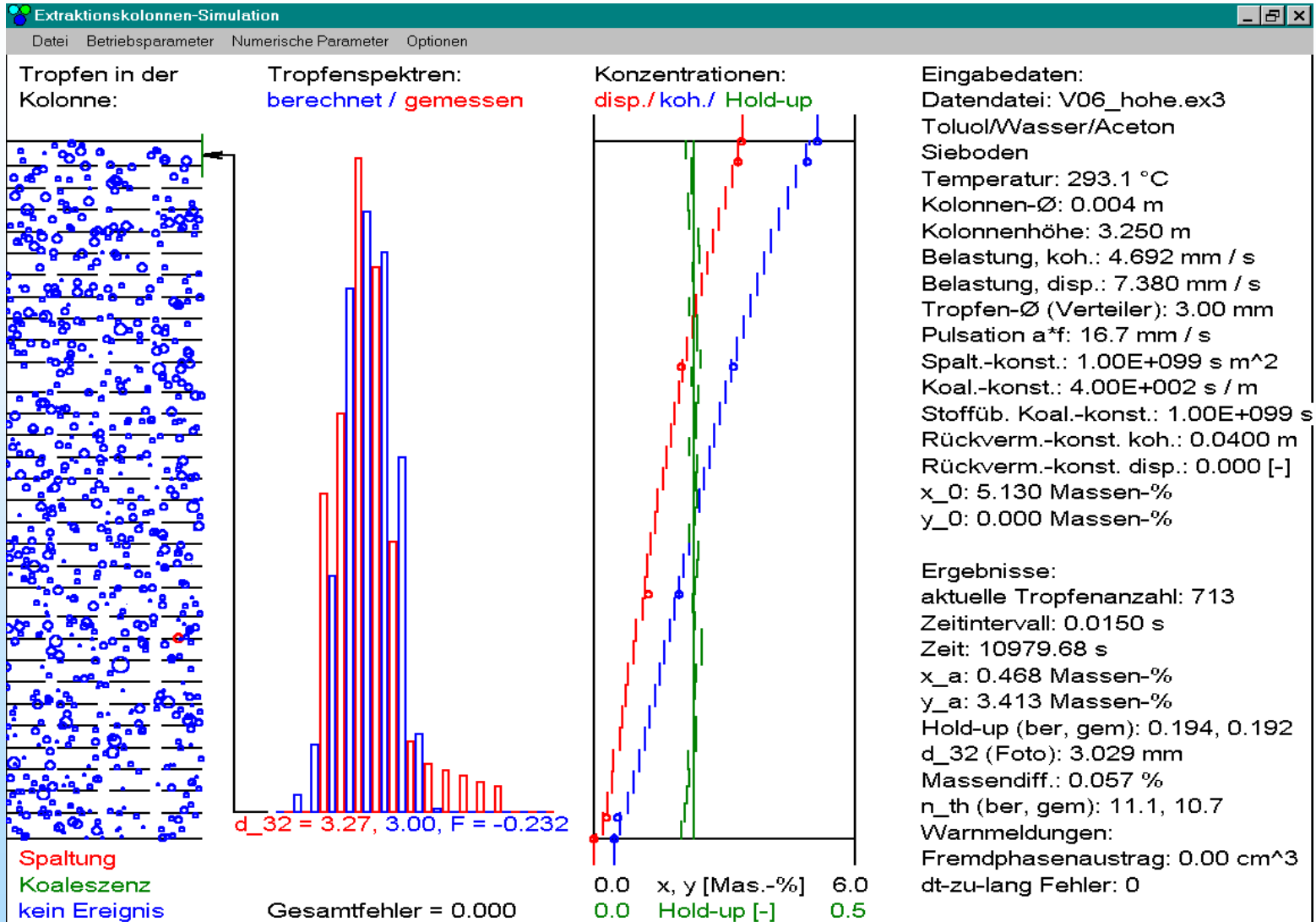
exp.

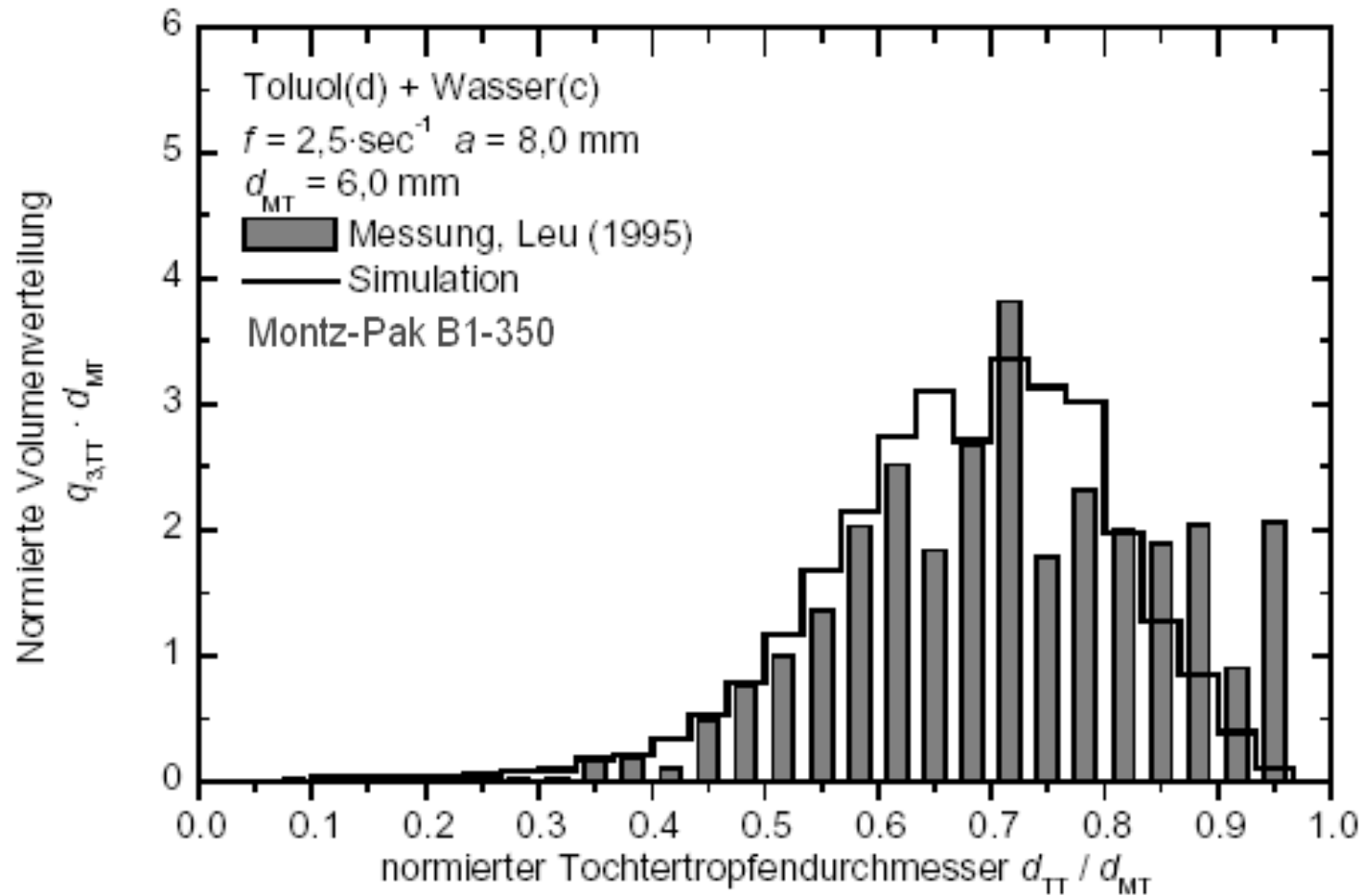
## ReDrop = representative drops

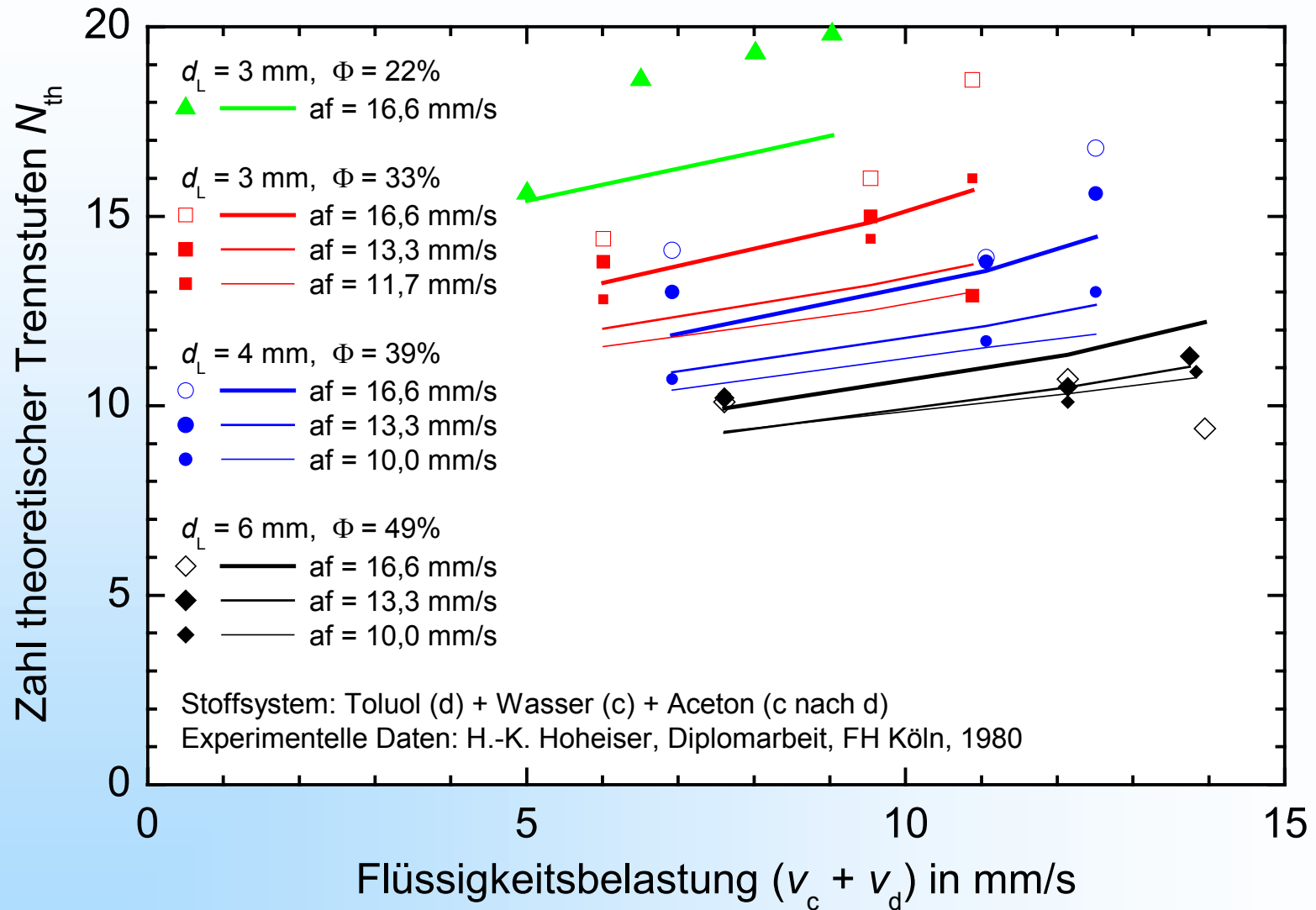


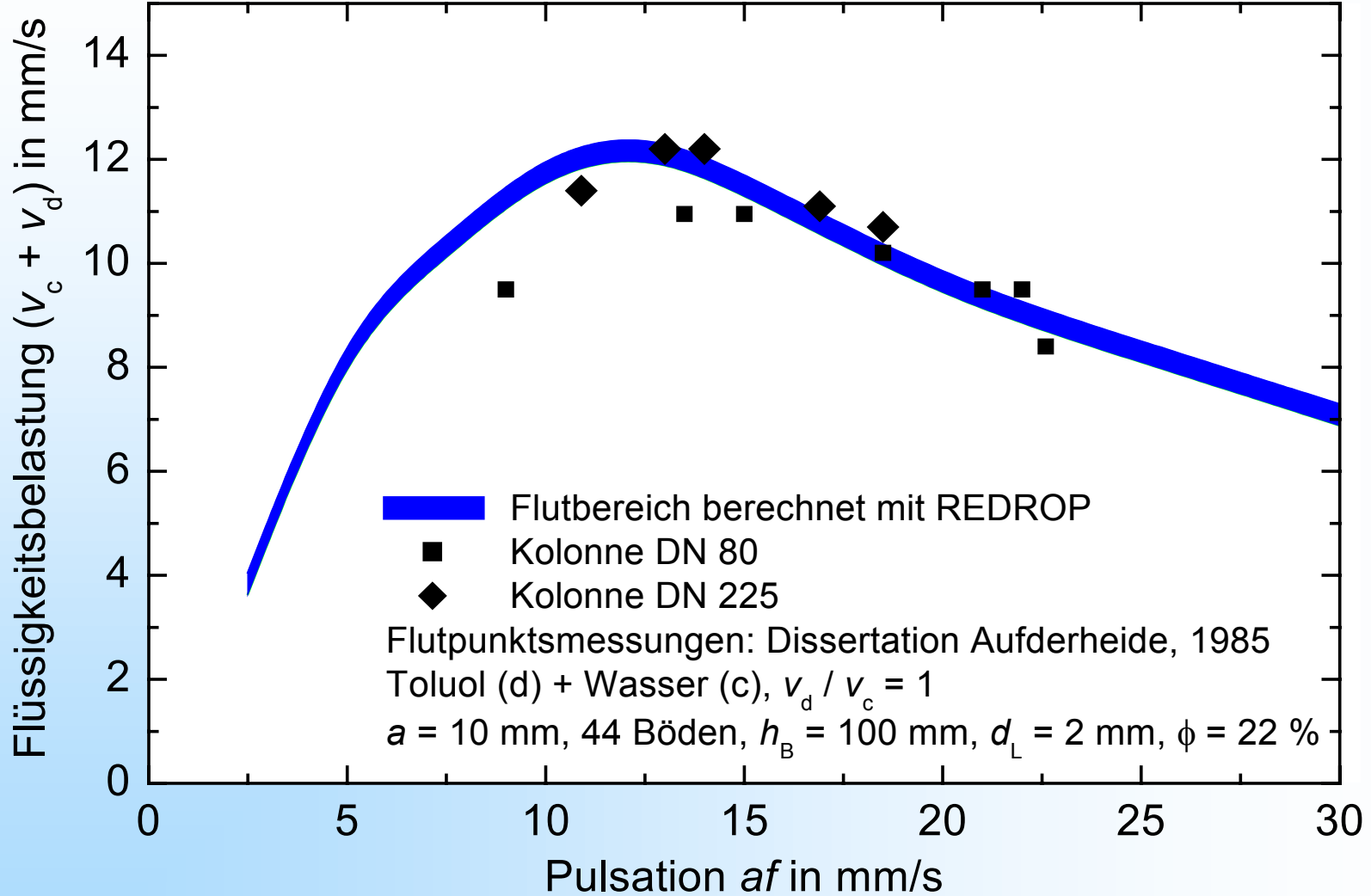
## LLECMOD = Liquid-liquid extraction column model











**LLECMOD: MAIN INPUT**

Liquid-liquid Extraction Column Module

**Column Geometry:**

Diameter ( m ): 0.15  
 Height ( m ): 2.55  
 Qd inlet( m ): 0.25  
 Qc inlet( m ): 2.25  
 Qd outlet ( m ): 2.55  
 Qc outlet ( m ): 0.0

**Column Spatial Grid:**

Uniform Spatial Grid  
 Non Uniform Spatial Grid  
 No of Spatial Cells 70

**Dropl Grid:**

Linear Grid  
 Geometric Grid  
 Min. Drop. Diam. (mm) 0.1  
 Max. Drop. Diam. (mm) 7.0  
 No of Pivots 20

**Continuous Phase Components**  
 a:Water

**Dispersed Phase Components**  
 g:Toluene

**Terminal Droplet Velocity Laws**  
 Vignes law

**Output of the LLECMOD**

Output Path: d:\LLECMOD\Outp

Output Files:

1-Total Hold up: TotalHoldupSs

2-Class Hold up: ClassHoldupSs

3-Transient Top Dispersed flow: QtopTransient

Output Format: [Dropdown]

Feed Distribution: Weibull

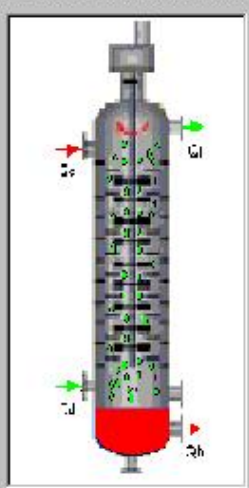
Column Internals: [Dropdown]

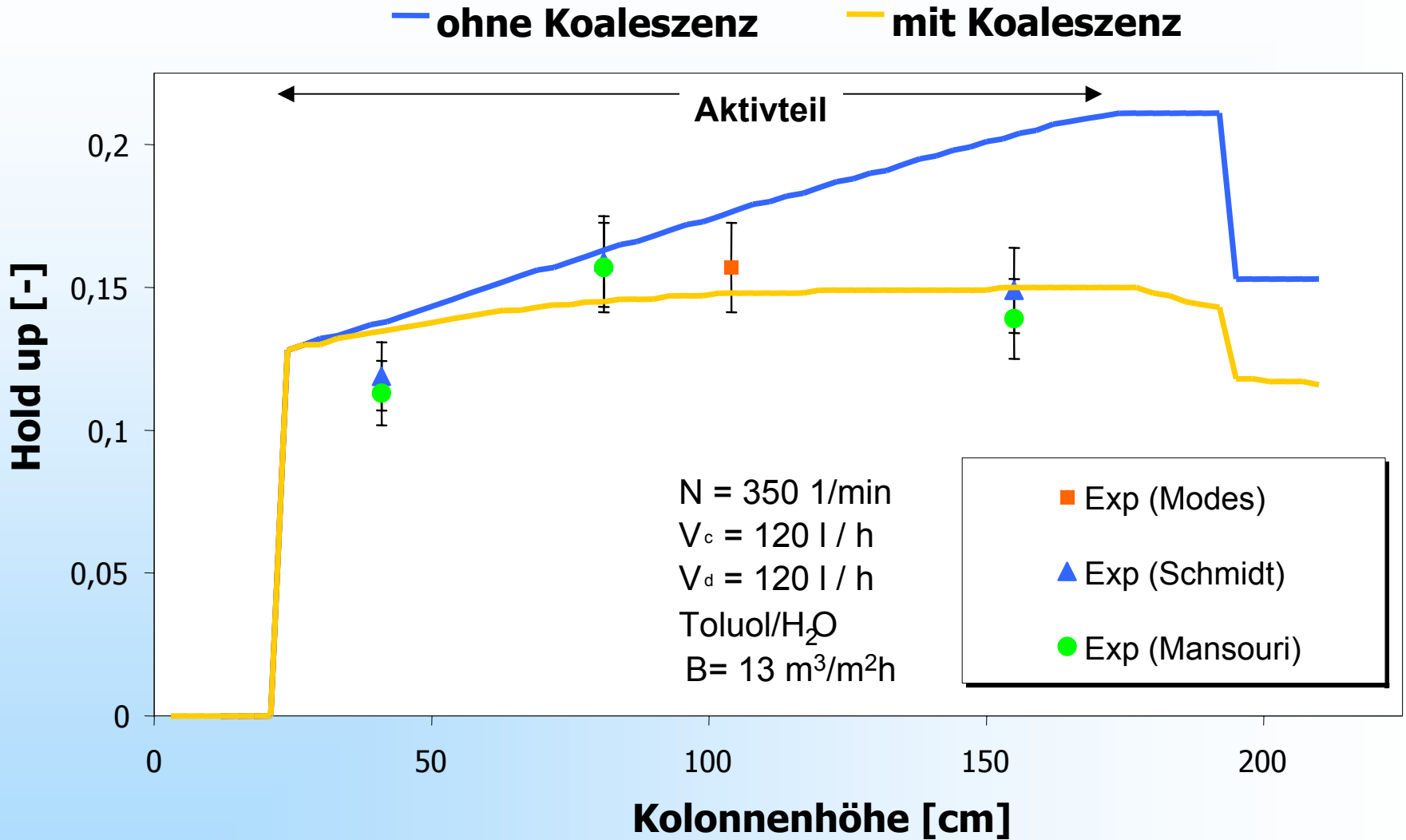
Close and Continue

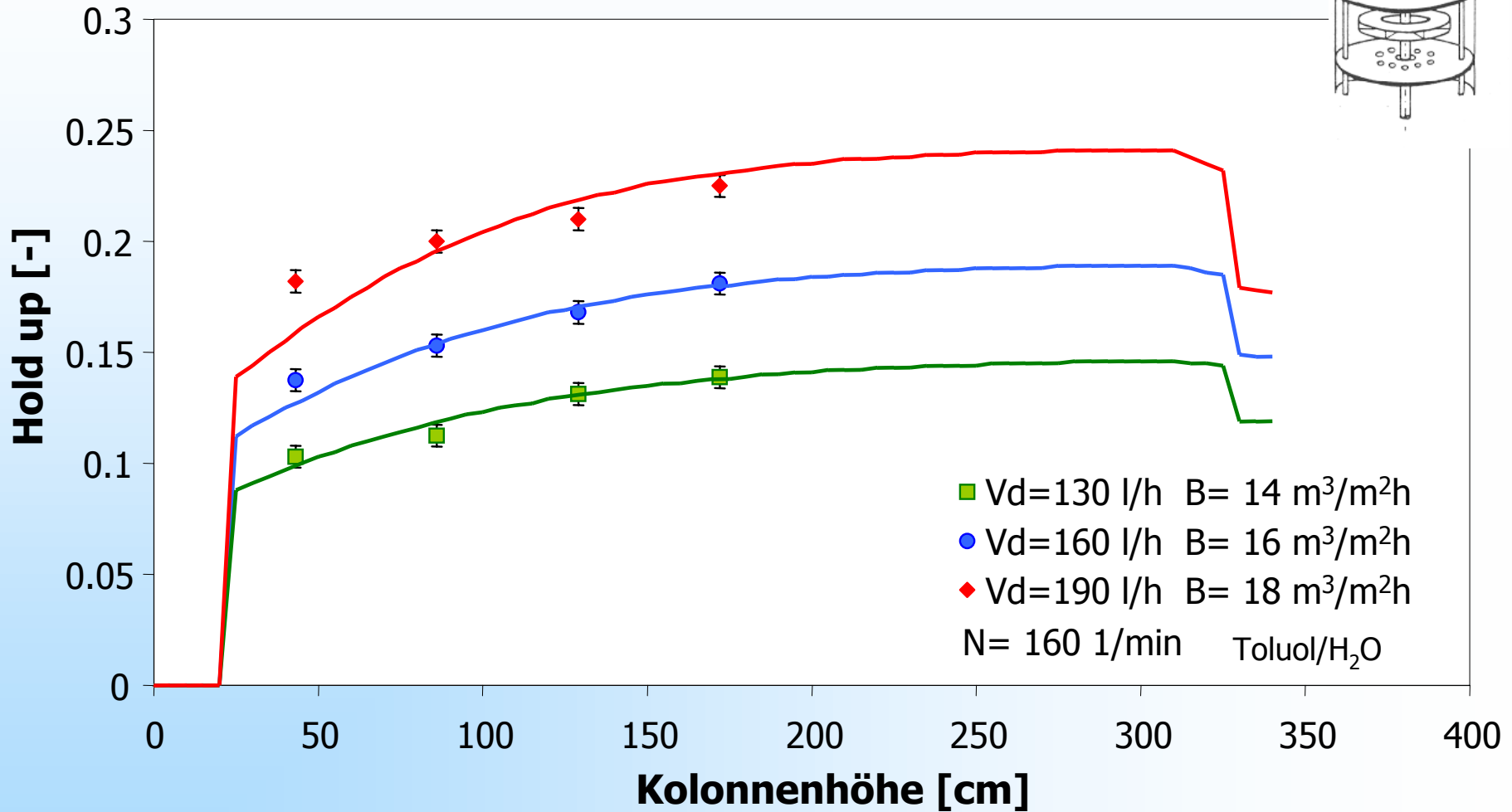
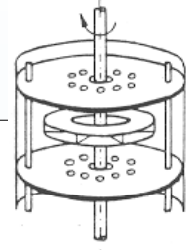
**Column Operating Conditions and Numerical Parameters:**

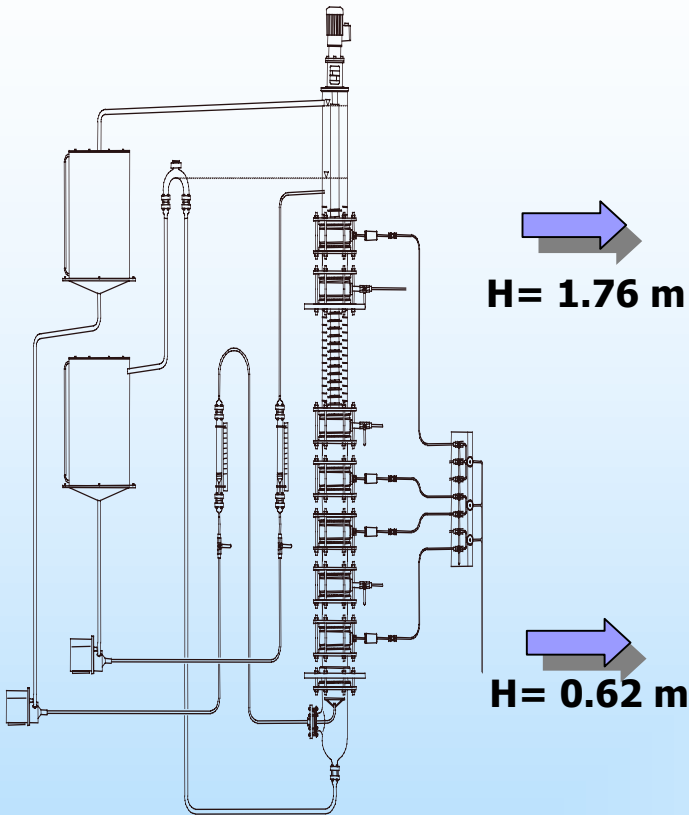
Qd ( liter/h ): 112.0      Simulation Time (min): 30.0  
 Qc ( liter/h ): 100.0      Steady State Tolerance: [Field]  
 Agitator Speed ( rpm ): 300.0      Droplet Swarm Exponent (m): 1.0  
 vt=f(d) (1-holdup)<sup>m</sup>: 1.0d-10  
 Continuous Velocity Model: Non oscillatory      Space Time Solvers: IME VFS  
 Hydrodynamics State: Breakage only      Initial Time Increment (s): 1.0  
 Breakage Frequency State: Hold up dependent      Min. time Increment (s): 1.0  
 Coalescence Frequency State: [Field]      Max. time Increment (s): 4.0  
 No. of Gauss Quad. Points for Integration: 5

**Liquid-liquid Extraction Column**

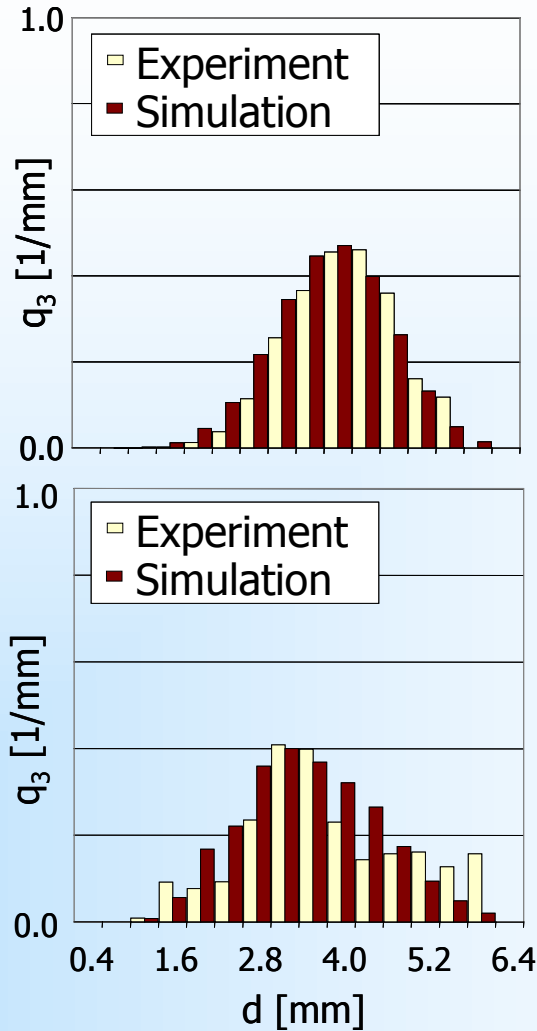






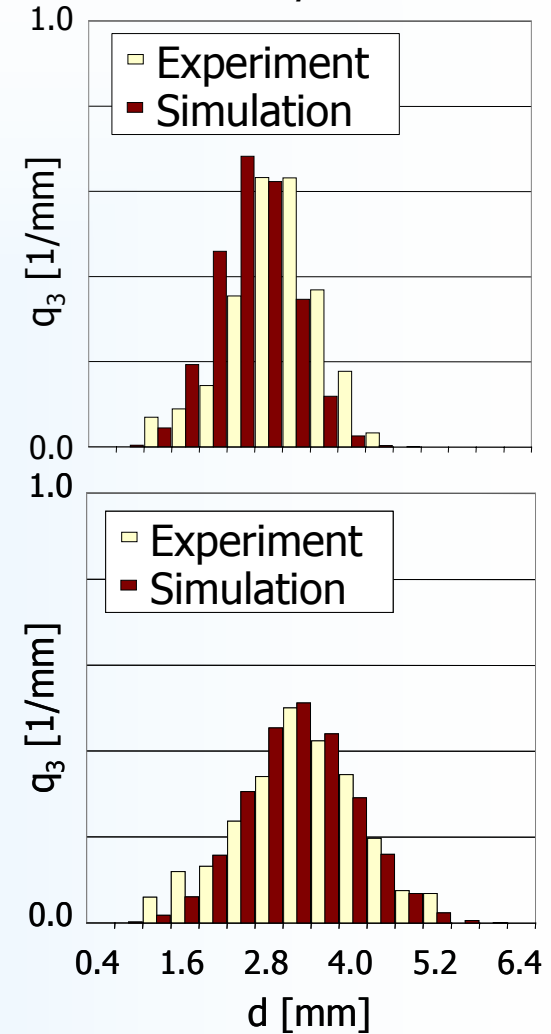


### Butylacetat / Wasser

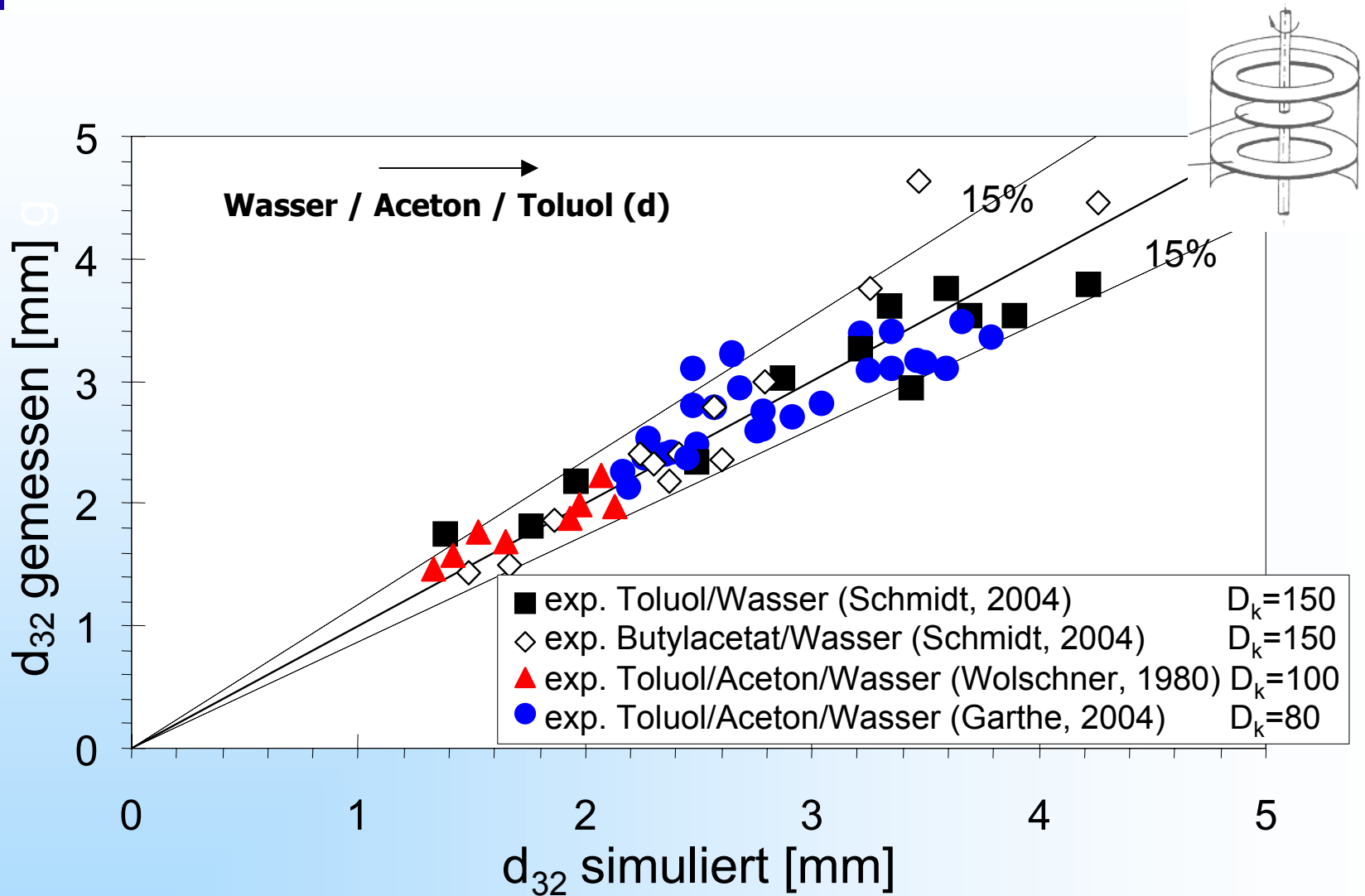


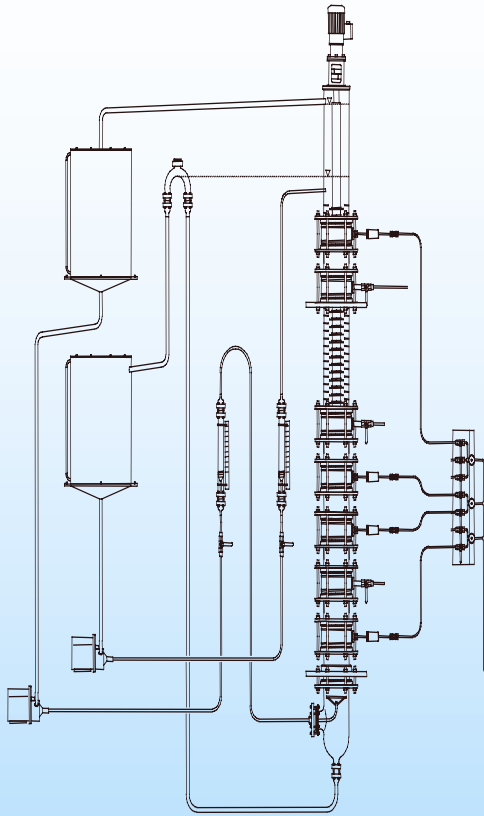
$N=150, B=9 \text{ m}^3/\text{m}^2\text{h}$

### Toluol / Wasser



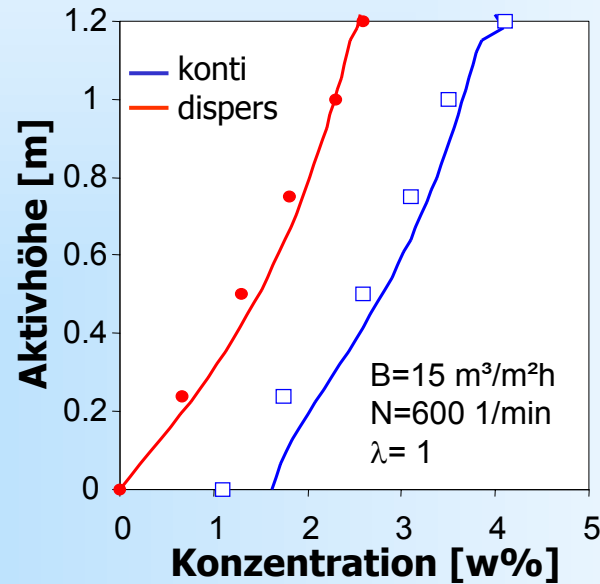
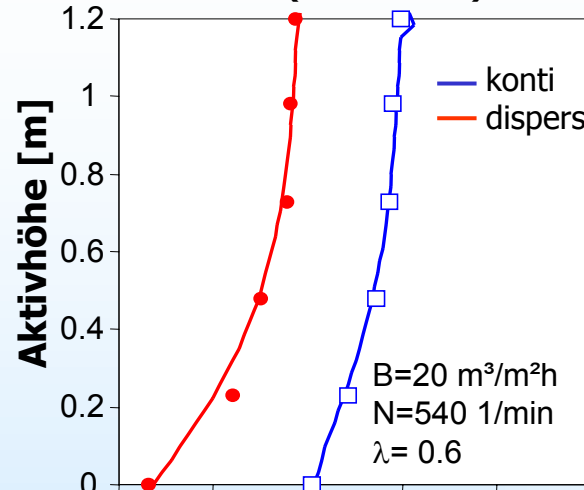
$N=300, B=9 \text{ m}^3/\text{m}^2\text{h}$



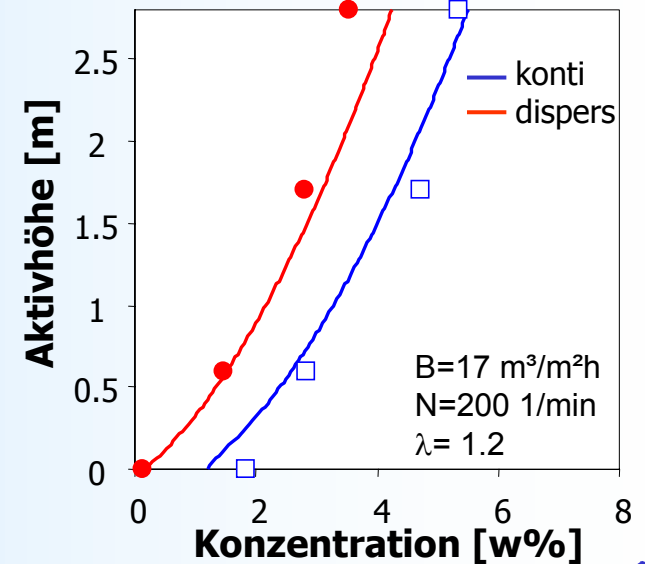
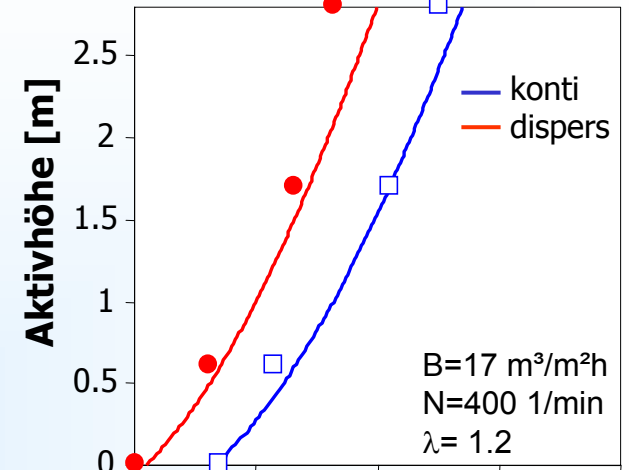


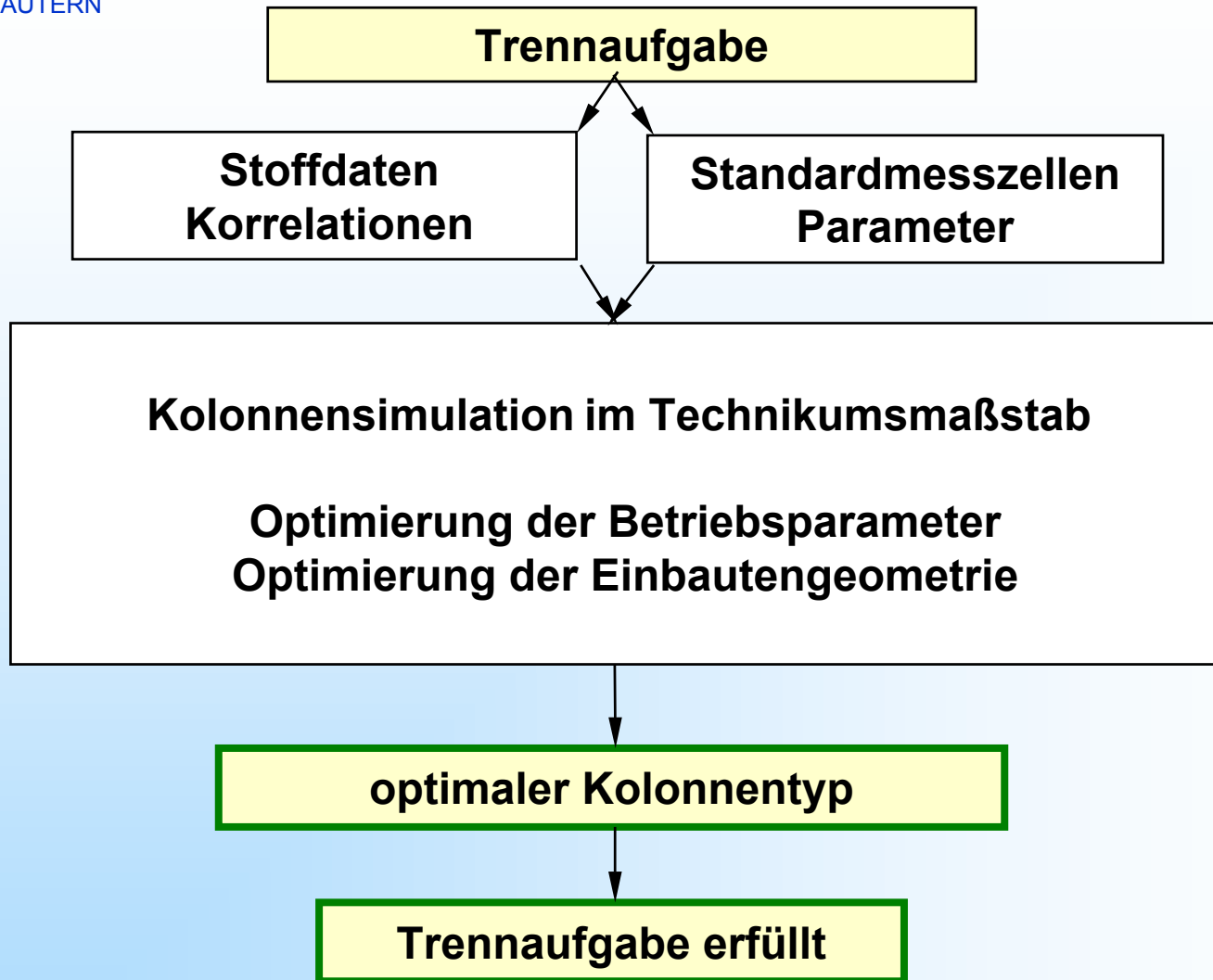
**DN 100 / DN80-RDC**  
**relativer Fehler: 20%**

**Wolschner 1980  
(TU Graz)**



**Garthe 2004  
(TU München)**





- **Einzeltröpfen- und Tröpfenschwarmexperimente  
(Korrelationen)**
- **Standardisierte Messzellen – Stoffaustausch &  
Hydrodynamik  
(Originalflüssigkeiten)**
- **Zerfall / Koaleszenz (Tröpfenpopulation)**
- **Simulation gerührter und gepulster Extraktoren**
- **Vorausberechnung ohne Messungen möglich**
- **IK-CAPE Schnittstelle (zu Aspen etc.)**

**DANKE FÜR IHRE  
AUFMERKSAMKEIT**

**DANK AN:**

**DFG, AiF, BMWA  
AG Pfennig, AG Stichlmair**

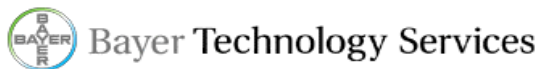
# Anwendung der neuen Auslegungsmethode für Extraktionskolonnen auf ein technisches Beispiel

Werner Bäcker

PT-PT-CEM

Bayer Technology Services

[www.bayertechnology.com](http://www.bayertechnology.com)



Manfred Weber

Verfahrensentwicklung

Ineos Phenol

[www.phenolchemie.de](http://www.phenolchemie.de)



Andreas Pfennig

LS für Thermische Verfahrenstechnik

RWTH Aachen

[www.tvt.rwth-aachen.de](http://www.tvt.rwth-aachen.de)



Aufgabenstellung und Motivation

Einzeltröpfenuntersuchungen am technischen System

- Sedimentation
- Stofftransport

Flutpunkte

Trennwirksamkeit

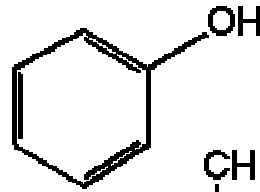
Zusammenfassung und Fazit



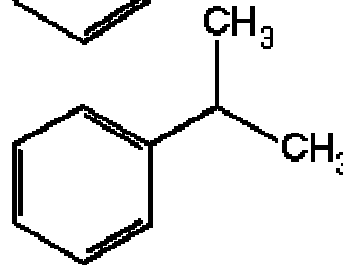
Gliederung

A. Pfennig  
Bild 2  
RWTH Aachen

Extraktion von Phenol



mit Cumol



Bisher: mehrstufige Mixer-Settler-Batterie  
Soll ersetzt werden durch Packungskolonne

Feed-Konzentration: ca. 1,0 %

Raffinat-Konzentration: < 10 ppm

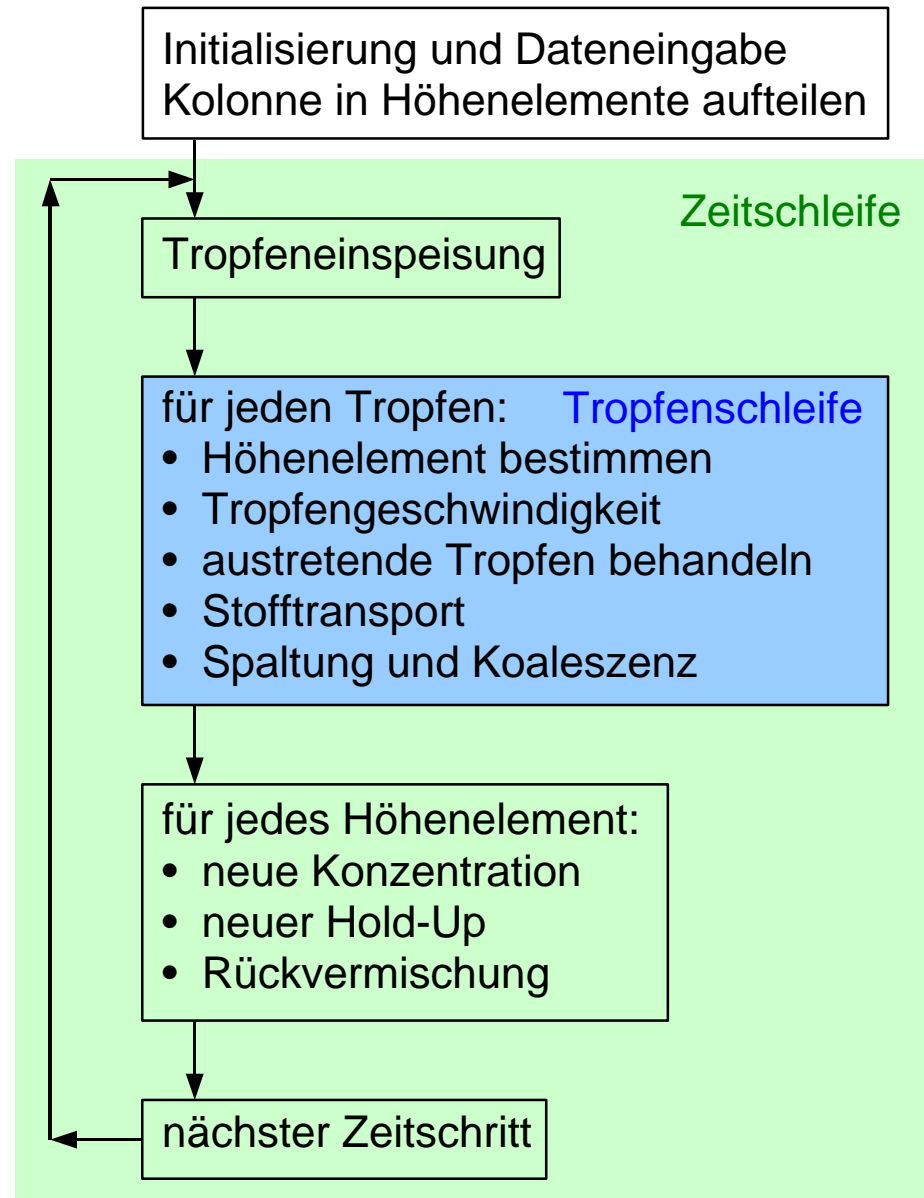
Phasenverhältnis: Cumol im Überschuß

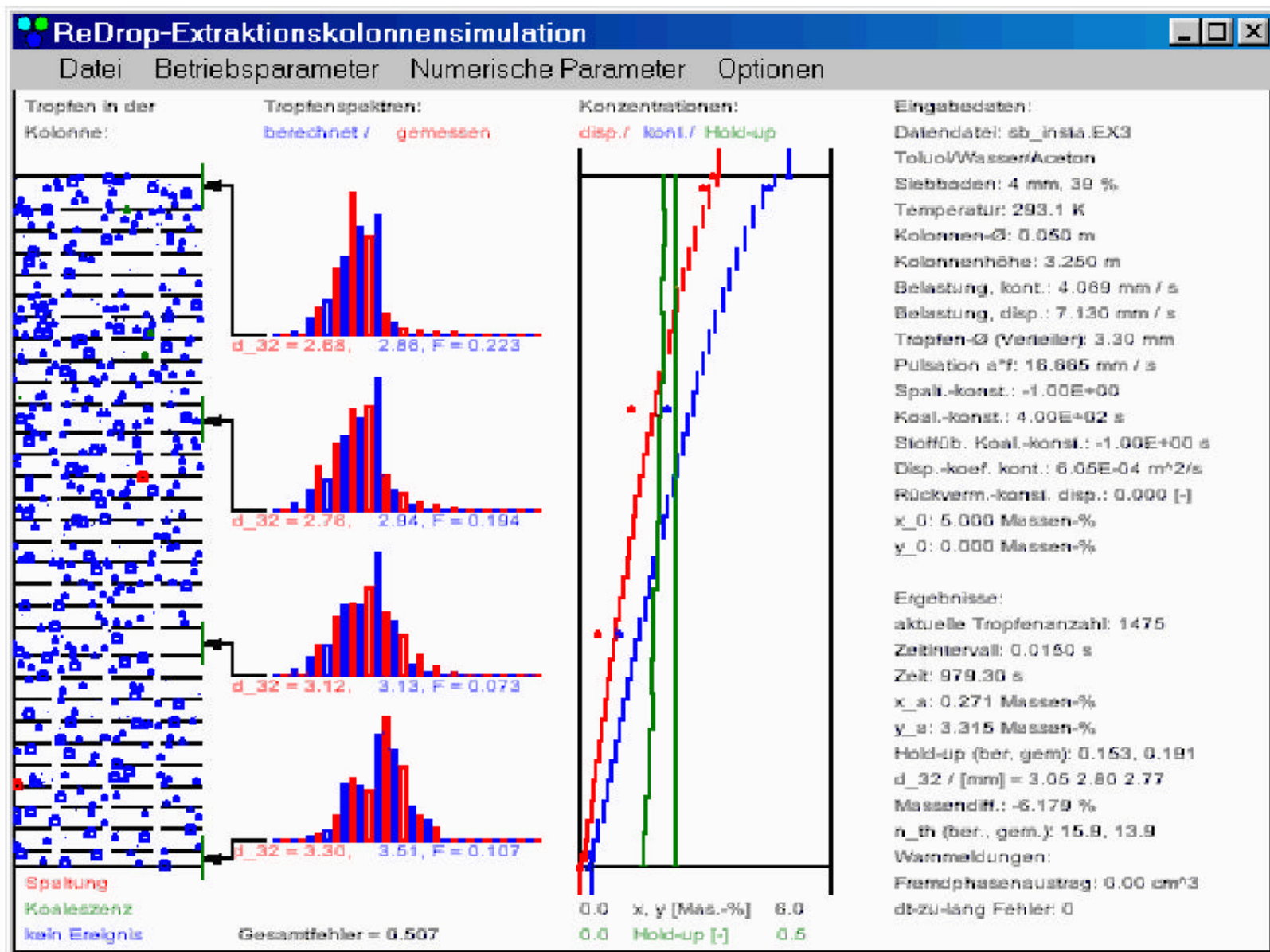
Stoffdaten: Verteilungskoeffizient  $C_{aq}/C_{org} = 1$

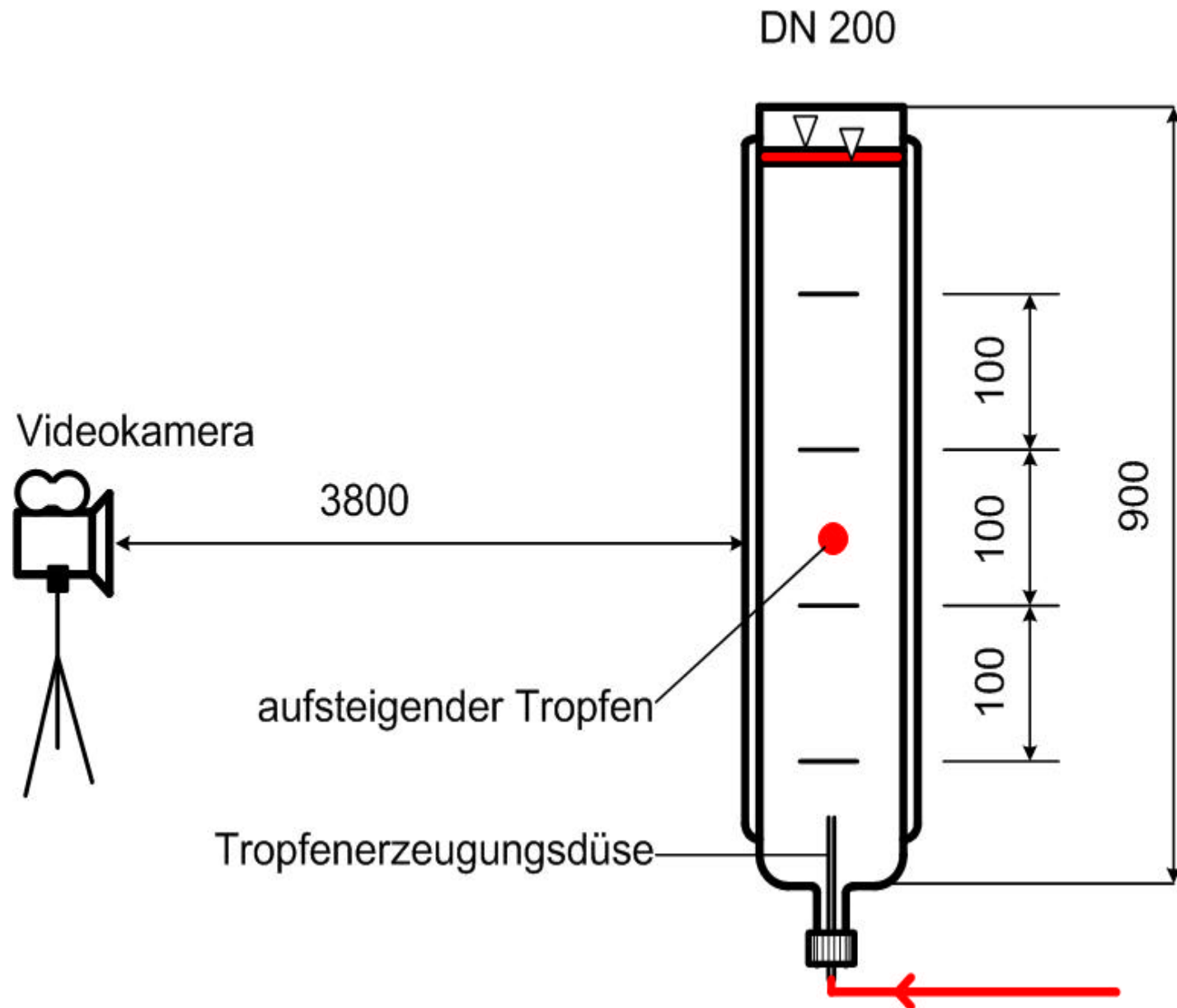
Dichtedifferenz ca. 190 kg/m<sup>3</sup>

Grenzflächenspannung ca. 12 mN/m

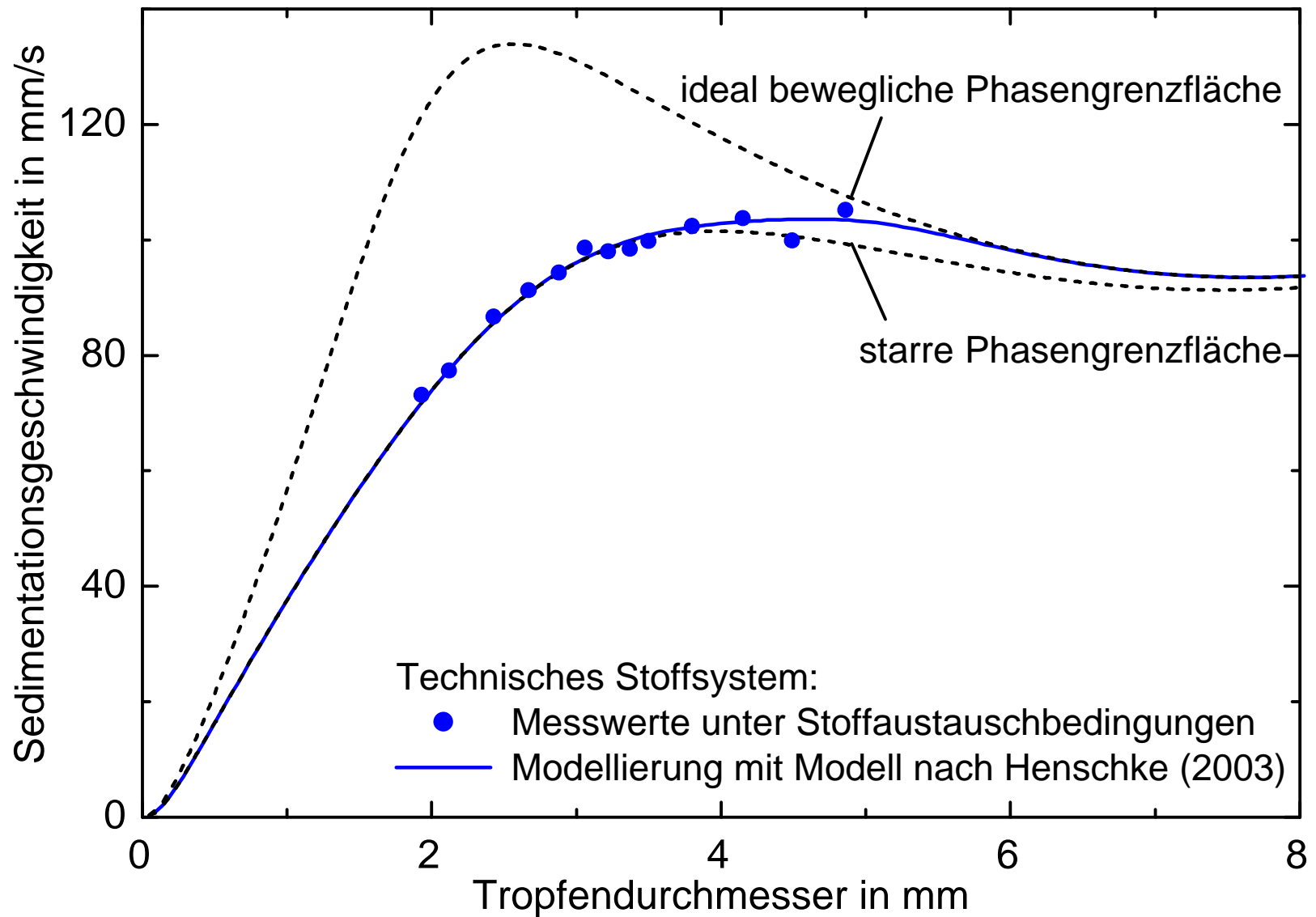
ReDrop =  
Representative Drops



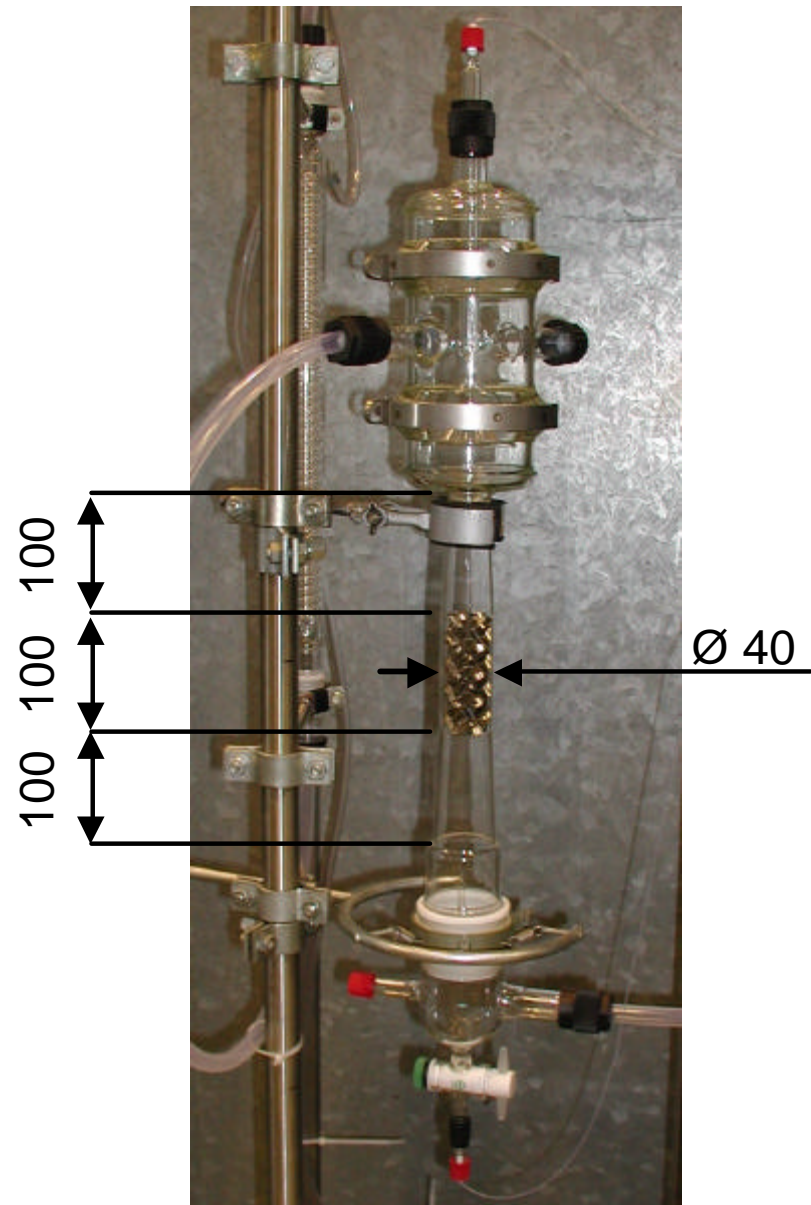
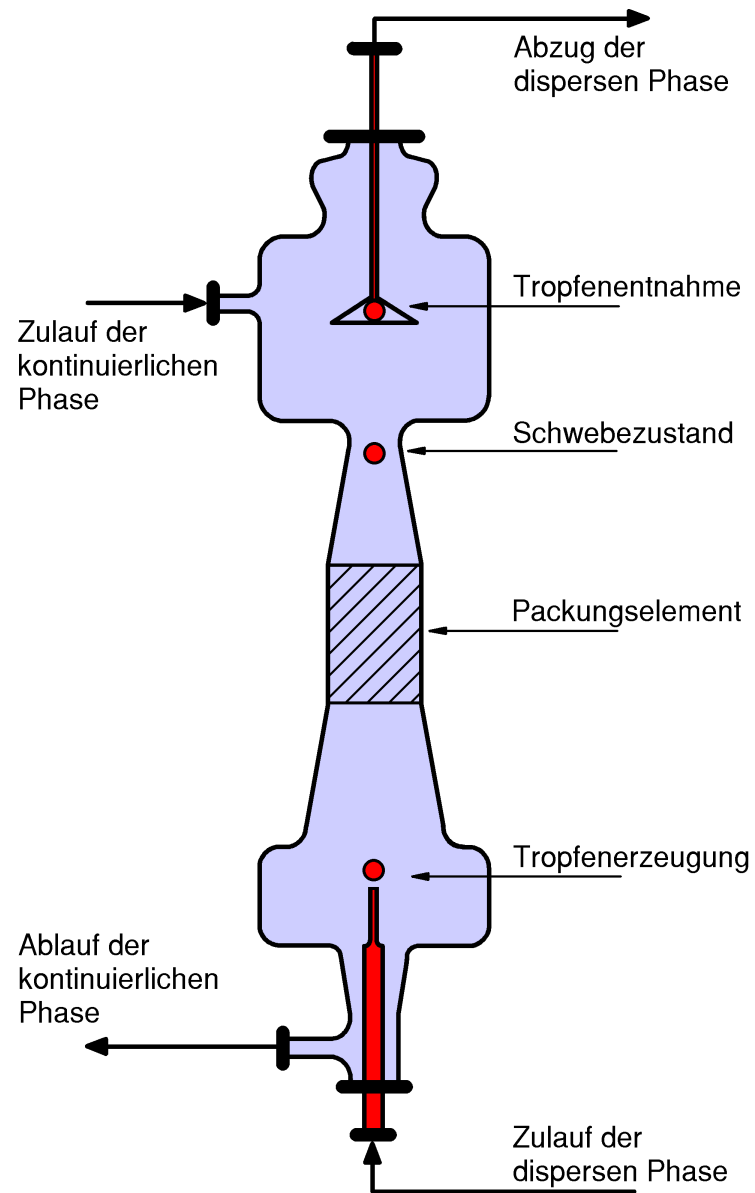


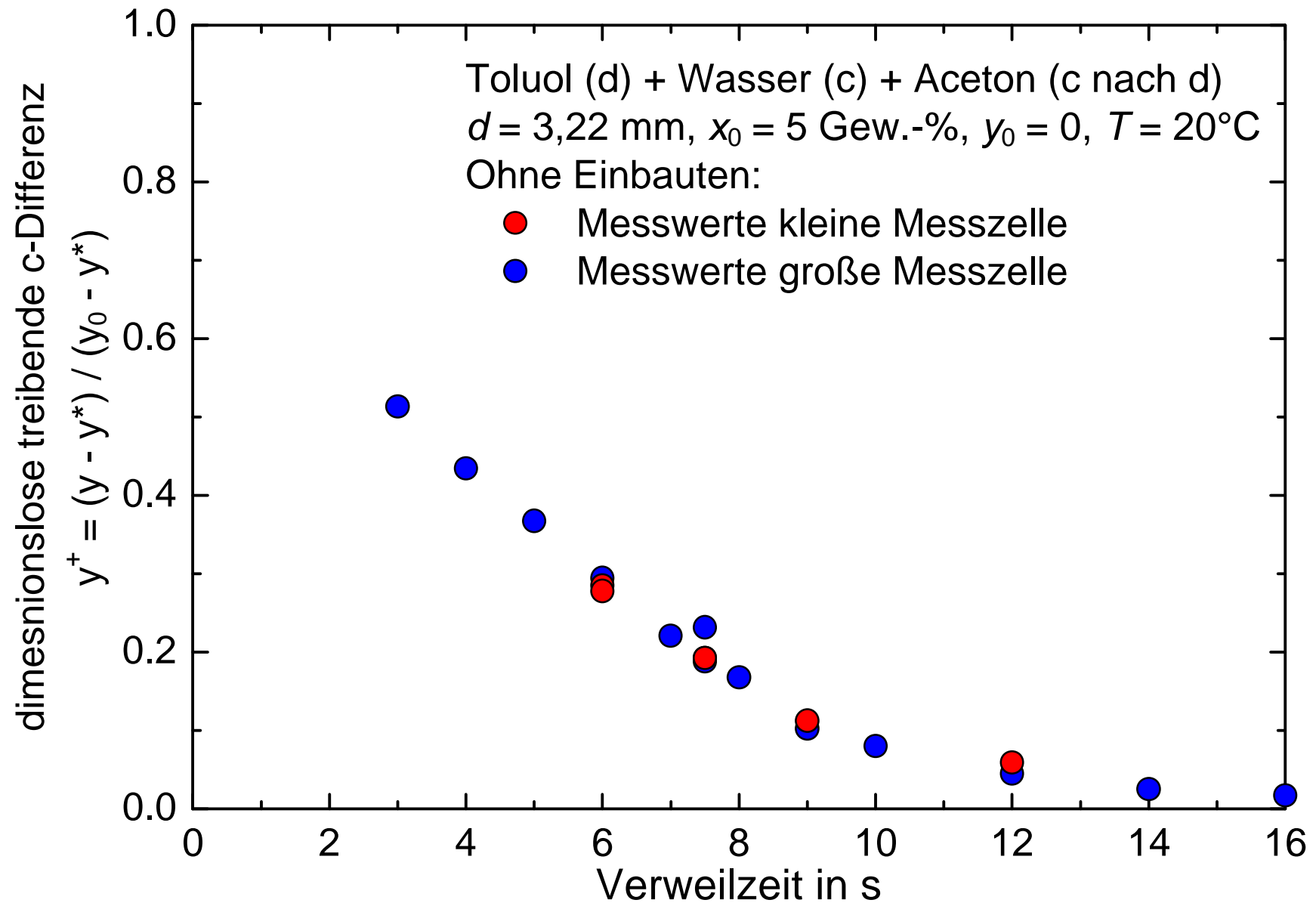






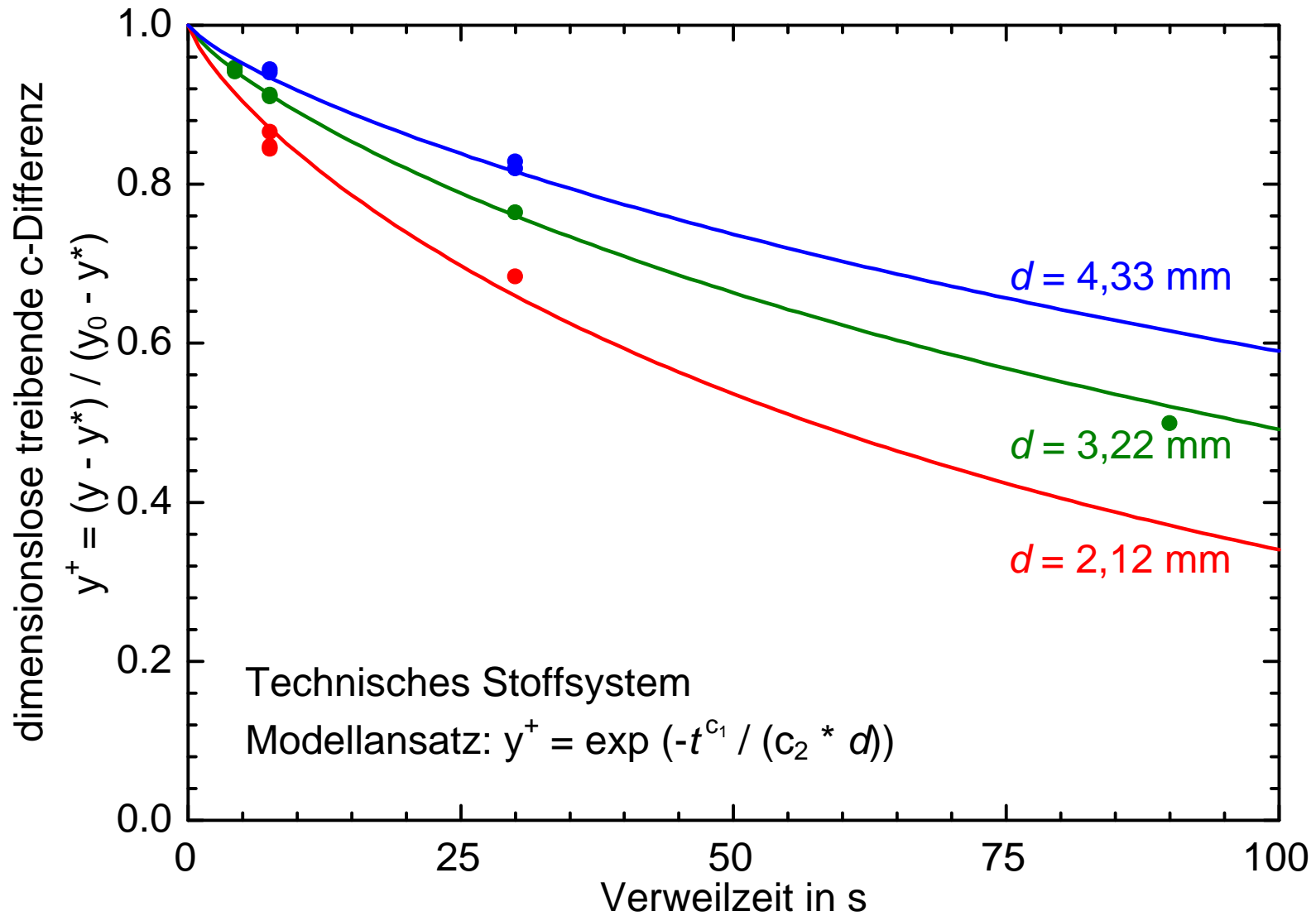
Modell für Schwarm- und Packungseinfluss: AG München







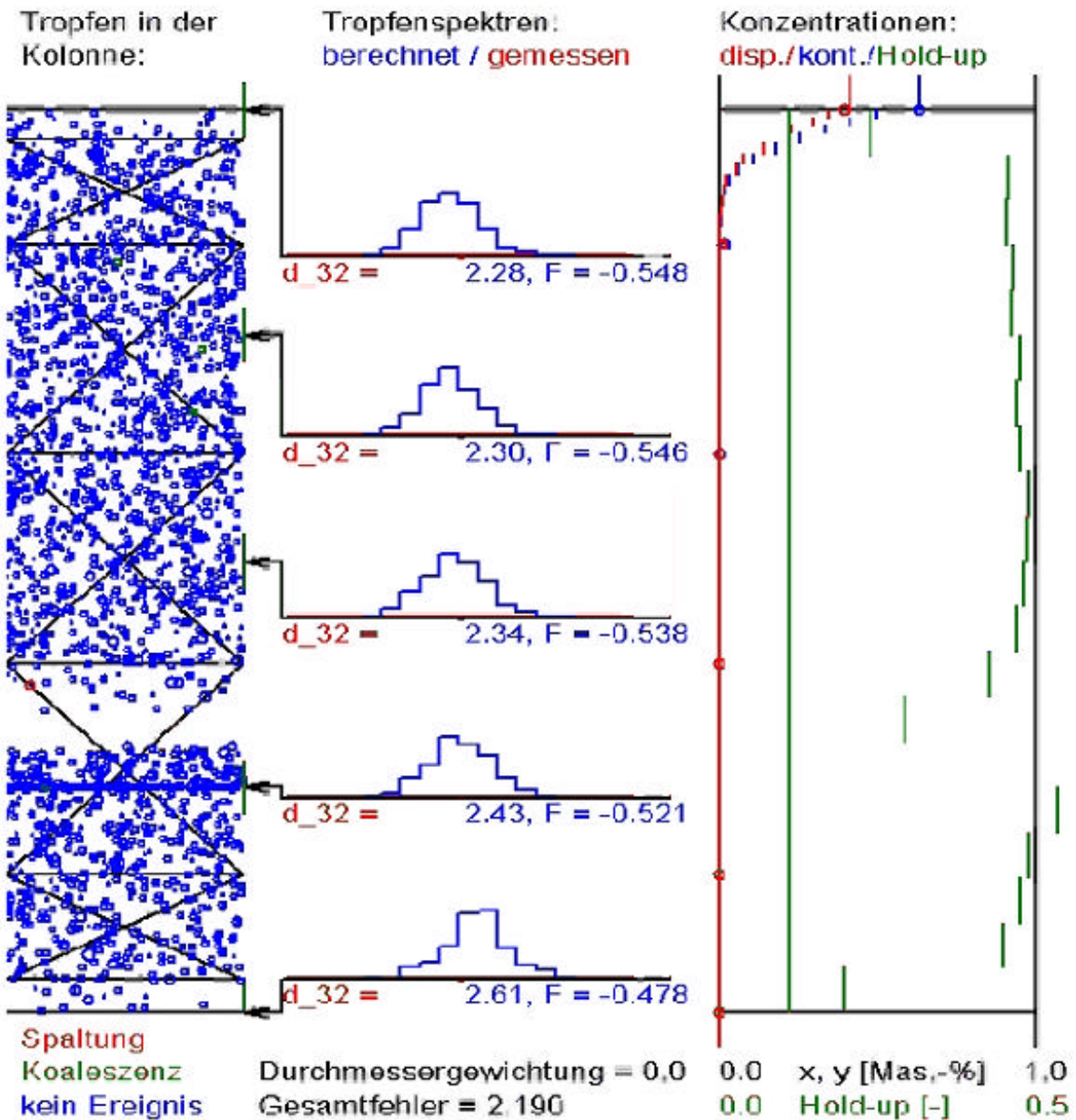


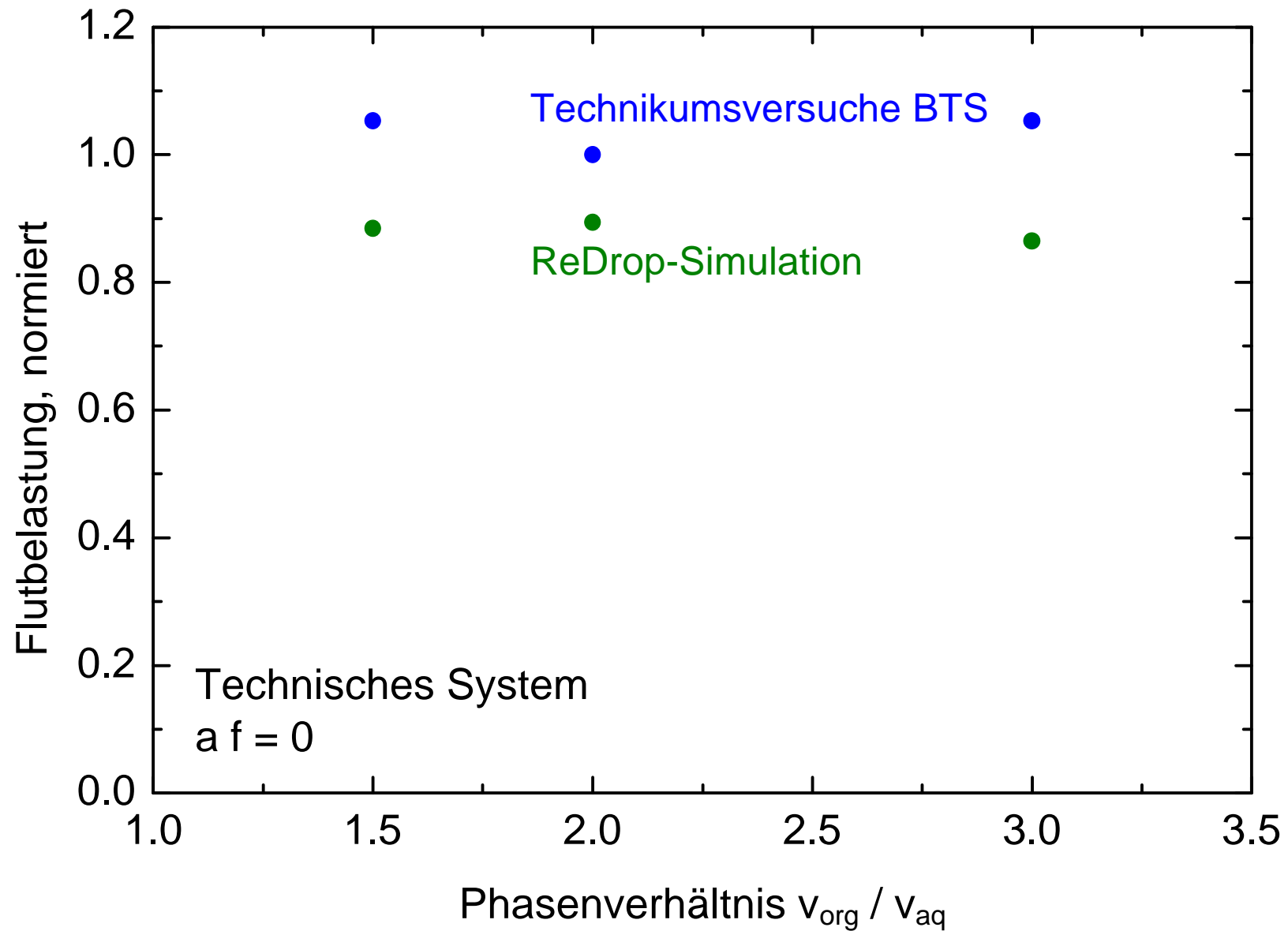


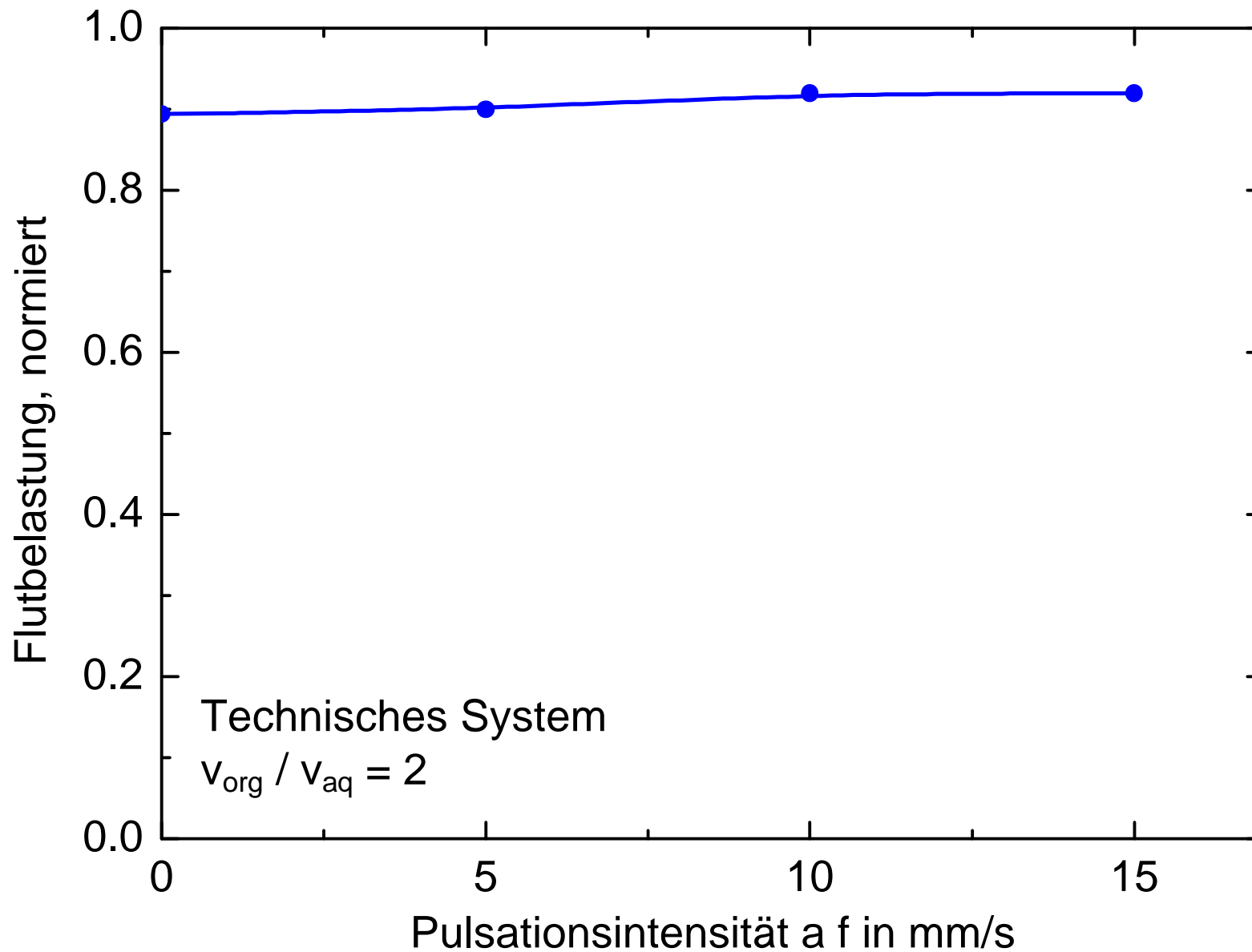
In der Packung nur fluiddynamischer Einfluss

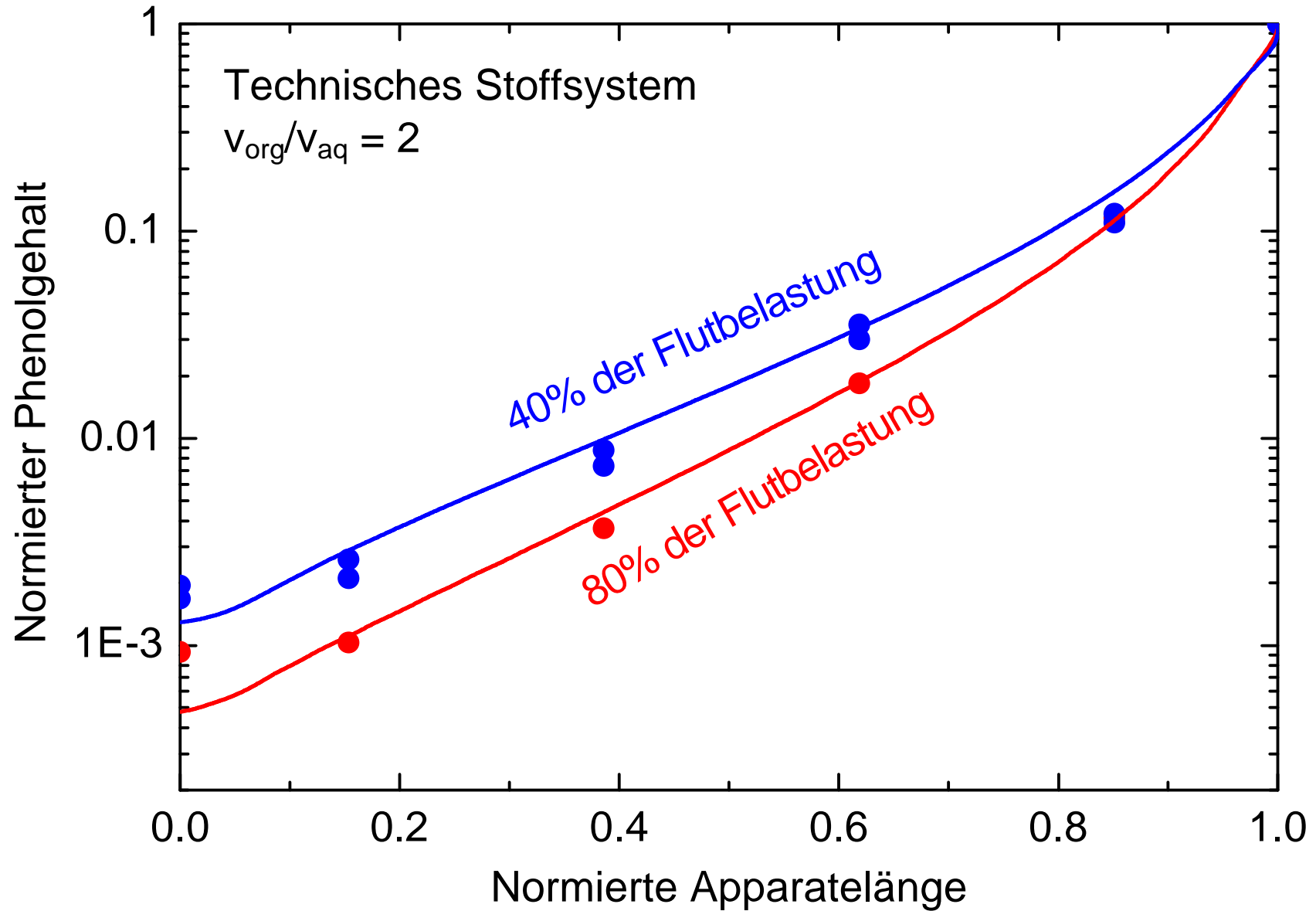
Stoffdaten:	BTS und INEOS Phenol
Sedimentation:	<p>Einzeltröpfchen nach Henschke (2004)</p> <p>Packungseinfluss: Ansatz von TU München</p> <p>Schwarmeinfluss: Ansatz von TU München</p>
Stoffübergang:	<p>gezeigter exponentieller Ansatz</p> <p>Packungseinfluss nur über Fluiddynamik</p> <p>Schwarmeinfluss nur über Fluiddynamik</p>
Spaltung:	Ansatz von RWTH Aachen (Daten von Leu, 1996)
Koaleszenz:	gehemmt
Dispersion:	DA Hähnsen, ca. $2,3 \text{ cm}^2/\text{s}$
Verteilerspektrum:	geschätzt

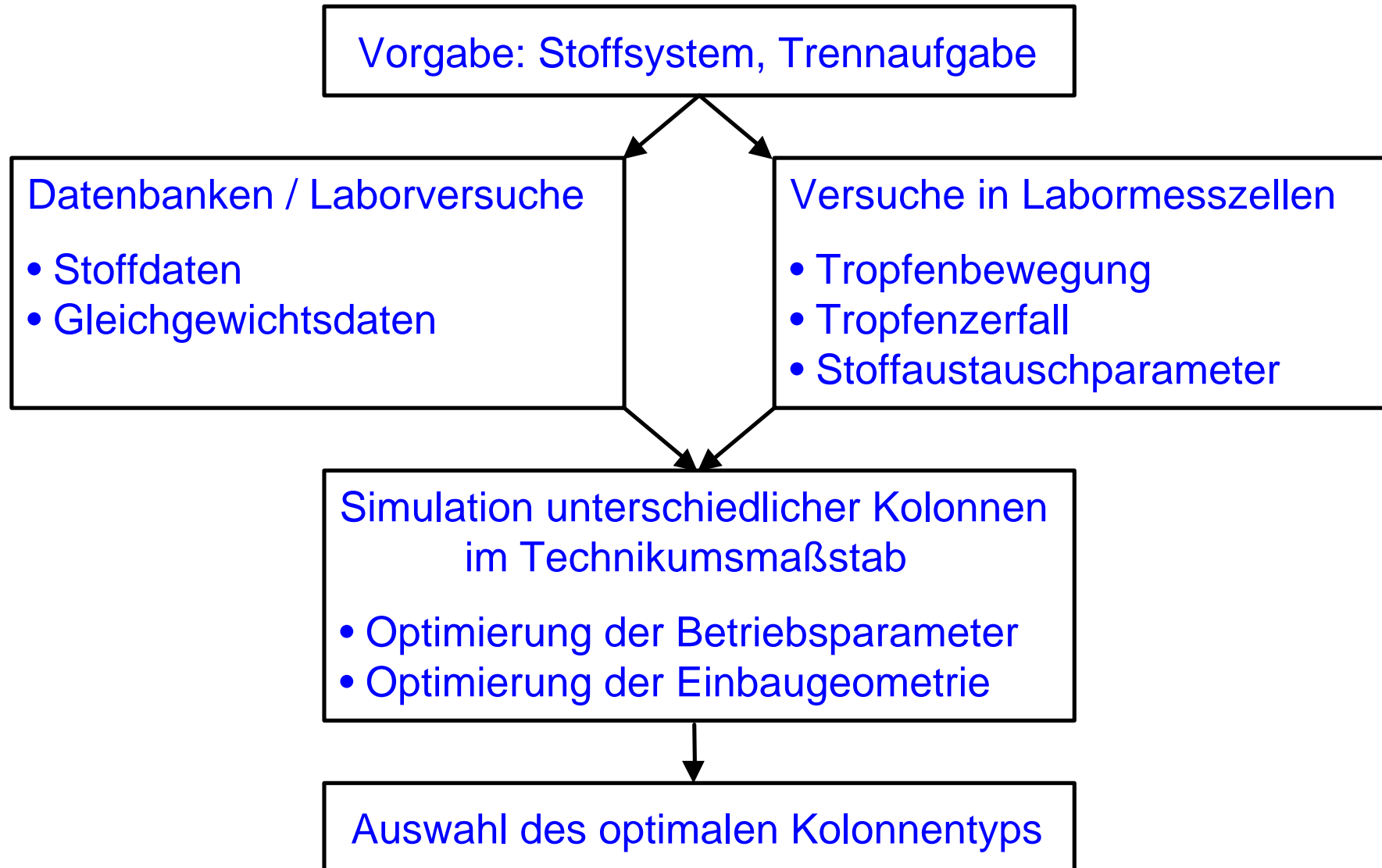












## Die neuen Auslegungsmethode für technisches System

- ▶ Messung des ‚Einzeltröpfen‘-Verhaltens
- ▶ Genaue Modellierung des Kolonnenverhaltens

## Vorhersage basierend auf Einzeltröpfenverhalten

- ▶ ist zuverlässig zur Beschreibung des Trennverhaltens
- ▶ erlaubt Vorhersage der Grenze des Apparates (Fluten)
- ▶ benötigt max. 10 Liter Conti-Phase
- ▶ benötigt ca. 500 ml Dispersphase

## Messzeit:

- ▶ 2 Tage Sedimentation
- ▶ 8 Tage Stofftransport
- ▶ kann deutlich reduziert werden

## Grenzen, Herausforderungen:

- ▶ undurchsichtige Systeme, Mulm?
- ▶ reaktive Systeme

Dank an:

AiF, DFG  
AG Bart, AG Stichlmair  
Begleiter aus der Industrie

Danke für Ihre Aufmerksamkeit!



Danksagung

A. Pfennig  
Bild 22  
RWTH Aachen