



## **Aufgabenstellung für die Bachelorarbeit**

**Thema:** Qualitativer Vergleich von Betriebsparametern und Anlagenleistung zwischen einer industriellen Eindampfanlage und einem Labor-Rotationsverdampfer anhand von Versuchen mit realen Flüssigabfällen

<b>Bearbeitende Person:</b>	Helene Marie Herms
<b>Themenstellender Hochschullehrer:</b>	Prof. Dr.-Ing. Thomas Martin
<b>Betrieblicher Betreuer:</b>	M. Sc. Jens Thürmann, Remondis Industrie Service GmbH & Co. KG, NL Leuna

Die Firma Remondis Industrie Service betreibt am Standort Leuna eine Kompakt-Eindampfanlage zur Volumenreduzierung von Flüssigabfällen. Es ist schwierig vorherzusagen, wie sich eine gelieferte Charge Flüssigabfall in der Anlage verhält. Deswegen soll ein Versuchsprogramm entwickelt werden, mit dem in einem Labor-Rotationsverdampfer Vorhersagen auf das spätere Verhalten des Einsatzstoffes in der Eindampfanlage getroffen werden können. Dadurch wird eine effizientere Betriebsführung und schnellere Abwicklung von Aufträgen möglich sein.

### **Teilaufgaben:**

1. Literaturstudie in aktueller wissenschaftlicher Literatur zum Thema Wärmeübertragung, Phasenwechsel und deren Anwendungen in der Praxis
2. Konzeptionierung von Versuchen im Rotationsverdampfer zum Vergleich der relevanten Betriebsparameter mit Proben aus der Eindampfanlage
3. Untersuchung der Betriebsparameter und der Anlagenleistung des Rotationsverdampfers und der industriellen Eindampfanlage durch Versuchsdurchführung und Auswertung der Betriebsdaten
4. Wissenschaftliche Auswertung und Vergleich der gewonnenen Daten und Erkenntnisse sowie schriftliche Dokumentation der Ergebnisse entsprechend den Vorgaben für die Erstellung einer Bachelorarbeit

## Inhalt

Abbildungsverzeichnis.....	IV
Tabellenverzeichnis.....	V
Symbol- und Indexverzeichnis .....	VII
<b>1 Einleitung und Aufgabenstellung .....</b>	<b>1</b>
<b>2 Theorie.....</b>	<b>2</b>
2.1 Wärmeübertragungsprozesse .....	2
2.2 Temperaturverhalten eines Stoffes während Phasenwechsel .....	4
2.3 Destillation.....	5
<b>3 Aufbau und Funktionsweise .....</b>	<b>7</b>
3.1 Eindampfanlage .....	7
3.1.1 Aufbau der Eindampfanlage.....	7
3.1.2 Funktionsweise der Eindampfanlage .....	8
3.2 Rotationsverdampfer .....	11
3.2.1 Aufbau des Rotationsverdampfers.....	11
3.2.2 Funktionsweise des Rotationsverdampfers .....	12
3.3 Vergleichbarkeit der Anlagen .....	12
3.3.1 Druck.....	12
3.3.2 Temperatur .....	14
3.3.3 Betriebsart und Geometrie .....	15
<b>4 Versuchsdurchführung .....</b>	<b>16</b>
4.1 Vorversuche .....	16
4.2 Versuchsdurchführung.....	18
4.2.1 Versuchskonzept.....	18
4.2.2 Abbruchkriterien der Konzentrierungsphase im RV .....	19
4.3 Analysen und Probenherkunft .....	21
4.3.1 Analyse der einzelnen Komponenten .....	21
4.3.2 Probenherkunft und erwartete Ergebnisse .....	21

<b>5</b>	<b>Versuchsauswertung</b>	<b>24</b>
5.1	Ergebnisse der qualitativen Analyse	24
5.2	Datenauswertung Rotationsverdampfer	26
5.2.1	Typischer Verlauf	26
5.2.2	Abweichende Probenergebnisse	28
5.2.3	Bilanz der Destillationen	31
5.2.4	Abbruchkriterien	36
5.3	Datenauswertung Eindampfanlage	37
5.3.1	Typischer Verlauf	37
5.3.2	Störungen und abweichende Zyklen	43
5.4	Datenvergleich Eindampfanlage und Rotationsverdampfer	46
5.4.1	Wärmeübertragungen	46
5.4.2	Druckunterschiede	49
5.4.3	Betriebsparameter	50
<b>6</b>	<b>Fazit und Ausblick</b>	<b>55</b>
<b>7</b>	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>56</b>
<b>8</b>	<b>Anhang und Anhangsverzeichnis</b>	<b>58</b>
	Eidesstattliche Erklärung	69

## Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Diagramm Temperaturverlauf während Phasenwechsel von Wasser.....	4
Abbildung 2: Schematische Darstellung einer Destillation .....	5
Abbildung 3: Schematische Darstellung der Eindampfanlage .....	7
Abbildung 4: Schematische Darstellung des Zyklus der EDA.....	9
Abbildung 5: Rotationsverdampfer mit Vakuumpumpe .....	11
Abbildung 6: Diagramm Druckverhalten (beispielhaft) .....	13
Abbildung 7: Diagramm Temperaturverhalten (beispielhaft).....	14
Abbildung 8: Schema Versuchsdurchführung .....	18
Abbildung 9: Schematische Darstellung der Abbruchkriterien der 3. Phase im RV .....	20
Abbildung 10: Diagramm Destillatkurven Probe 1, RV.....	26
Abbildung 11: Diagramm Änderung der Destillatmasse Messungen im RV, Pr. 1 .....	27
Abbildung 12: Diagramm Destillatkurven Probe 5, RV.....	29
Abbildung 13: Diagramm Destillatkurve Probe 8, RV.....	30
Abbildung 14: Diagramm Bilanzierung der Vorlage im RV.....	32
Abbildung 15: Verdampferkolben mit Konzentrat und Ablagerungen, Pr. 2-2 .....	33
Abbildung 16: Verdampferkolben mit Ablagerungen des Konzentrats, Pr. 2-2 .....	34
Abbildung 17: Verdampferkolben mit Ablagerungen und Konzentrat der Probe 9-V1 .....	34
Abbildung 18: Diagramm Änderung der Destillatmassen im RV, Pr. 5.....	35
Abbildung 19: Diagramm Druckverlauf der Probe 6, EDA .....	38
Abbildung 20: Diagramm Destillatstrom/Druckverlauf Probe 6, EDA.....	39
Abbildung 21: Diagramm Temperaturverlauf Medium Probe 6, EDA .....	41
Abbildung 22: Diagramm Temperaturverläufe Kompressor und Dampf der Pr. 6, EDA ...	42
Abbildung 23: Diagramm Druckverlauf Probe 9, EDA.....	44
Abbildung 24: Diagramm Druckverlauf und Destillatstrom Probe 5, EDA .....	45
Abbildung 25: Diagramm Druckanstieg EDA und Druck RV .....	51
Abbildung 26: Diagramm Anteil Destillatmenge RV und EDA.....	53

## Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Beobachtungen des Vorversuchs .....	17
Tabelle 2: Beschaffenheit und Herkunft der Proben.....	22
Tabelle 3: Ergebnisse der qualitativen Analyse aus RV und EDA.....	24
Tabelle 4: Abbruchkriterien im RV und Parameter zum Abbruchzeitpunkt.....	36
Tabelle 5: Destillatmengen EDA/RV .....	52

## Abkürzungsverzeichnis

*AbwV* Abwasserverordnung

*D* Destillat

*EDA* Eindampfanlage

*K* Konzentrat

*Pr.* Probe

*RBW* Rohrbündelwärmeübertrager

*RV* Rotationsverdampfer

*TOC* total organic carbon

*ZAB* Zentrale Abwasserbehandlungsanlage

## Symbol- und Indexverzeichnis

Symbol	Einheit	Bedeutung
$\Delta$	-	Änderung
A	$m^2$	Fläche
g	$m*s^{-2}$	Fallbeschleunigung der Erde
h	m	Höhe
k	$W*m^{-2}*K^{-1}$	Wärmedurchgangskoeffizient
L	m	Länge
p	bar, Pa	Druck
Q	J	Wärmemenge
s	m	Dicke
T	K	Temperatur
t	s	Zeit
$\dot{V}$	$m^3*h^{-1}$	Volumenstrom
v	$m*s^{-1}$	Geschwindigkeit
$\alpha$	$W*m^{-2}*K^{-1}$	Wärmeübergangskoeffizient
$\vartheta$	°C	Temperatur
$\lambda$	$W*m^{-1}*K^{-1}$	Wärmeleitfähigkeit
$\rho$	$kg*m^{-3}$	Dichte

Index	Bedeutung
a	außen
abs	absolut
Ac	Aceton
Cu	Kupfer
Destx-y	Destillat Probe-Versuch
i	beliebige Nummerierung
in	innen
ist	Ist-Zustand
min	Mindest-Zustand
n	beliebige Stufenzahl
Pb	Blei
Reing.	Reinigung
s	Siedepunkt
soll	Soll-Zustand
Zn	Zink

## 1 Einleitung und Aufgabenstellung

Die Firma REMONDIS Industrie Service GmbH & Co. KG betreibt an ihrem Standort in Leuna eine Eindampfanlage zur Behandlung von flüssigen Abfällen. Die Anlage wird zur Reinigung von schwermetall- und lösungsmittelbelasteten wässrigen Abfällen genutzt. Die Behandlung beruht auf einer thermischen Trennung des Abfallstroms in zwei Fraktionen. Die erste Fraktion ist ein Destillat, welches aus Wasser besteht und organische Verunreinigungen unterschiedlicher Konzentrationen enthält. Das Destillat durchläuft anschließend eine biologische Behandlung. Ziel dieser Vorgehensweise ist es, Wasser in den Wasserkreislauf zurückzuführen. Die zweite Fraktion ist das Konzentrat. Dabei handelt es sich um eine pumpfähige, schwermetallbelastete Flüssigkeit. Aktuell wird das Konzentrat im Untertageversatz verwertet. Hinsichtlich der zunehmenden Notwendigkeit der Schließung von Stoffkreisläufen ist es denkbar, das Konzentrat in Zukunft wiederaufzubereiten und die enthaltenen Stoffe wie Kupfer, Zink und Blei zurückzugewinnen.

Das Ziel der Bachelorarbeit ist es, zu untersuchen, ob mit Hilfe von Vorversuchen an einem Rotationsverdampfer das Verhalten der Abfälle in der Eindampfanlage besser abgeschätzt werden kann. Dafür werden Realproben im Labormaßstab behandelt und so die Anlagenleistung des Rotationsverdampfers ermittelt. Anschließend werden die Ergebnisse mit den Anlagenleistungsdaten aus der Eindampfanlage verglichen und auf einen Zusammenhang untersucht.

Bei Feststellen eines Zusammenhangs soll es in Zukunft möglich sein, die Eindampfanlage effizienter zu nutzen. Bei unbekanntem Abfällen kann ein Vorversuch im Labor durchgeführt und das Materialverhalten beobachtet werden. Durch den gefundenen Zusammenhang ist es dann möglich, die Ergebnisse auf die Eindampfanlage zu übertragen und das Verhalten der Vorlage dort abzuschätzen. Dadurch lassen sich die Betriebsparameter - Temperatur und Druck - im Vorfeld optimieren und die Anlage energie- und ressourceneffizient nutzen.

## 2 Theorie

### 2.1 Wärmeübertragungsprozesse

Die Wärmeübertragung ist in drei Kategorien einteilbar. Die Vorgänge sind die Übertragung durch Wärmeleitung, der konvektive Wärmeübergang und die Wärmestrahlung, die hier nur eine untergeordnete Rolle spielt.<sup>1</sup> Die Kombination aus Wärmeleitung und konvektivem Wärmeübergang, der Wärmedurchgang, ist ebenfalls wichtig.

Die Wärmeleitung ist der Transport zwischen den Molekülen eines Stoffes<sup>2</sup>. Wie effizient ein Stoff Wärme leitet, sagt die Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$  [ $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ] aus. Stoffe, die besonders gut Wärme leiten, sind beispielsweise Metalle. Die Wärmeleitfähigkeit von Kupfer unter Standardbedingungen ( $T=20\text{ °C}$ ,  $p=1\text{ bar}$ ) beträgt  $372\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ; zum Vergleich: die Wärmeleitfähigkeit unter gleichen Bedingungen von Kork beträgt  $0,041\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ .<sup>3</sup> Stoffe mit niedrigen Wärmeleitfähigkeiten sind effiziente Wärmeisolatoren. Um den Wärmestrom zu berechnen, der durch eine ebene Wand durch Wärmeleitung übertragen wird, kann die folgende Formel 2.1<sup>4</sup> angewendet werden.

$$\dot{Q} = \lambda \frac{A}{s} \Delta T \quad (2.1)$$

Der konvektive Wärmeübergang ist eine Art der Wärmeübertragung, bei der Wärme nicht nur durch Leitung, sondern auch durch die Bewegung eines Fluids übertragen wird.<sup>5</sup> Ein praxisrelevantes Beispiel ist die Strömung eines Fluids innerhalb eines Rohrs. Die Temperatur des Fluids und des Rohrs haben einen Einfluss auf die transportierte Wärme durch das Fluid. Für die Berechnung eines konvektiven Wärmeübergangs an einer ebenen Wand wird die folgende Formel 2.2 herangezogen. Zur Beschreibung der Qualität des Wärmeübergangs wird der Wärmeübergangskoeffizient  $\alpha$  [ $\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ ] eingeführt. Dieser ist von Stoffeigenschaften und Strömungsgeschwindigkeiten abhängig. Je größer der Wärmeübergangskoeffizient ist, desto größer ist die Wärmeübertragung.

$$\dot{Q} = \alpha A \Delta T \quad (2.2)$$

---

<sup>1</sup> Herwig und Moschallski 2019 vgl. S. 27

<sup>2</sup> Baehr und Stephan 2019 vgl. S. 2

<sup>3</sup> Herwig und Moschallski 2019 vgl. S. 33

<sup>4</sup> Langeheinecke et al. 2020 S. 338

<sup>5</sup> Baehr und Stephan 2019 vgl. S. 11

Wichtig ist hier außerdem, um welche Form der Konvektion es sich handelt. Bei der freien Konvektion strömt das Fluid ohne äußere Einflüsse, also durch einen Temperaturgradienten. Eine erzwungene Konvektion macht aus, dass das Fluid durch einen Energieeintrag zum Strömen gebracht wird. Das kann beispielsweise durch eine Pumpe erfolgen.

Als Kombination der Wärmeleitung und dem konvektiven Wärmeübergang ist der Wärmedurchgang definiert. Dieser tritt auf, wenn zwei Fluide, von dem mindestens eins strömt, durch eine oder mehrere Wände voneinander getrennt sind und durch diese Schichten Wärme transportiert wird. In der Praxis spielt der Wärmedurchgang beispielsweise bei Wärmeübertragern eine große Rolle. Hier ist auf der einen Rohrseite ein strömendes Fluid mit höherer Temperatur und auf der anderen Seite der Rohrwand, befindet sich ein strömendes Fluid mit niedrigerer Temperatur. Der dabei übertragene Wärmestrom errechnet sich mit Hilfe des Wärmedurchgangskoeffizienten  $k$  [ $W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}$ ] (in der Literatur auch synonym:  $U$ ). In der Formel 2.3 wird die Berechnung eines Wärmedurchgangs für eine ebene Wand dargestellt.<sup>6</sup>

$$\dot{Q} = kA\Delta T \quad (2.3)$$

Der Wärmedurchgangskoeffizient setzt sich aus dem Wärmeübergangskoeffizienten und der Wärmeleitfähigkeit zusammen, da es sich um eine Mischform der beiden Wärmetransportarten handelt. Dabei kann, je nach Anwendung, der Wärmedurchgangskoeffizient mehr als eine Wärmeleitfähigkeit enthalten. In der Formel 2.4 wird die Berechnung des Wärmedurchgangskoeffizienten aufgeschlüsselt.

$$\frac{1}{k} = \frac{1}{\alpha_1} + \frac{1}{\lambda_i} + \frac{1}{\alpha_2} \quad (2.4)$$

Bei allen Wärmeübertragungsarten beziehen sich die Formeln (2.1, 2.2, 2.3) auf eine ebene Wand. Es gibt, je nach Anwendungsfall, modifizierte Formeln für unterschiedliche Geometrien. Damit können beispielsweise gekrümmte Wände wie Rohrwände, Hohlzylinder oder ähnliches berechnet werden.

Für die genannten Wärmetransporte gilt grundsätzlich der zweite Hauptsatz der Thermodynamik: die Wärmeübertragung findet freiwillig nur vom Medium höherer Temperatur auf das

---

<sup>6</sup> Baehr und Stephan 2019 vgl. S. 35

Medium niedrigerer Temperatur statt. Dieses Temperaturgefälle ist für die Wärmetransporte die Triebkraft des Wärmestroms.<sup>7</sup> Mit diesen Temperaturen werden in den gegebenen Wärmestromberechnungsformeln (2.1, 2.2, 2.3) die Temperaturänderungen berechnet.

## 2.2 Temperaturverhalten eines Stoffes während Phasenwechsel

Durch Wärmeübertragung kann der Aggregatzustand eines Stoffes geändert werden. In der nachfolgenden Abbildung 1 ist ein Diagramm dargestellt, in dem der Temperaturverlauf über die Zeit während der Phasenübergänge von Wasser zu erkennen ist. Dabei handelt es sich um eine konstante Wärmezufuhr unter isobaren Bedingungen bei 1 bar Druck.

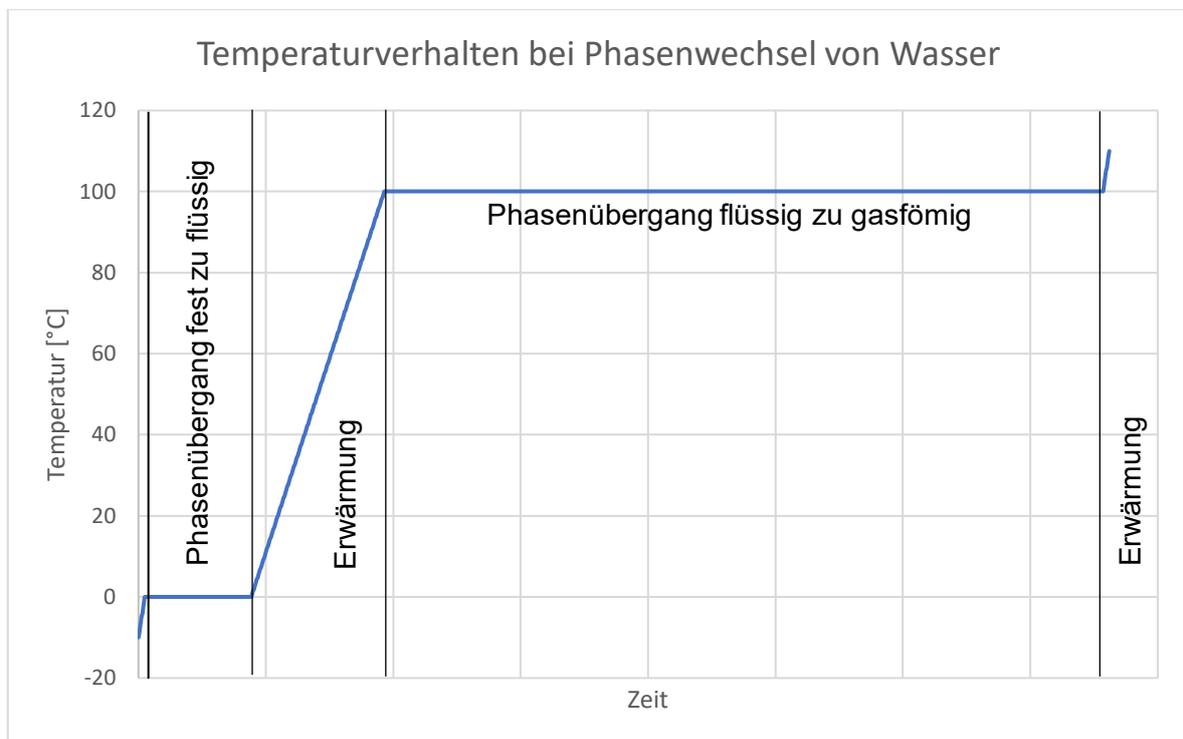


Abbildung 1: Diagramm Temperaturverlauf während Phasenwechsel von Wasser

In dem Diagramm der Abbildung 1 ist der Temperaturverlauf von -10 °C bis 110 °C dargestellt. Beginnend bei der Ausgangstemperatur erwärmt sich das Wasser, hier vorliegend als Feststoff, als Eis, bis zum Schmelzpunkt von 0 °C. Bei weiterer Wärmezufuhr steigt die Temperatur nicht an und die eingetragene Energie wird zum Phasenübergang, in diesem Fall zum Schmelzen des Eises genutzt. Wenn das gesamte Eis geschmolzen ist, führt die

<sup>7</sup> Baehr und Stephan 2019 vgl. S. 1

zugeführte Wärme wieder zu einer Temperaturerhöhung, bis die Siedetemperatur des Wassers von 100 °C erreicht ist. Anschließend geht erneut die gesamte zugeführte Wärmeenergie in den Phasenübergang. Wenn das gesamte Wasser in Dampf, also als Gas vorliegt, erhöht sich die Temperatur des Dampfes wieder durch die Wärmezufuhr.

Die Stagnation der Temperaturkurve beim Phasenwechsel steht für die latente Wärme oder auch Umwandlungswärme. Die eingetragene Wärme entspricht der Schmelz- bzw. Verdampfungsenthalpie, die die Teilchen benötigen, um aus der einen Phase in die andere Phase überzugehen.<sup>8</sup>

### 2.3 Destillation

Die Destillation ist die physikalische Trennung eines Stoffgemischs unter Ausnutzung der unterschiedlichen Siedepunkte der Komponenten. Hierfür werden keine Hilfsstoffe benötigt. Es ist ein ausschließlich thermischer Trennvorgang, für den ein geeigneter Apparat und Wärme notwendig sind.<sup>9</sup>

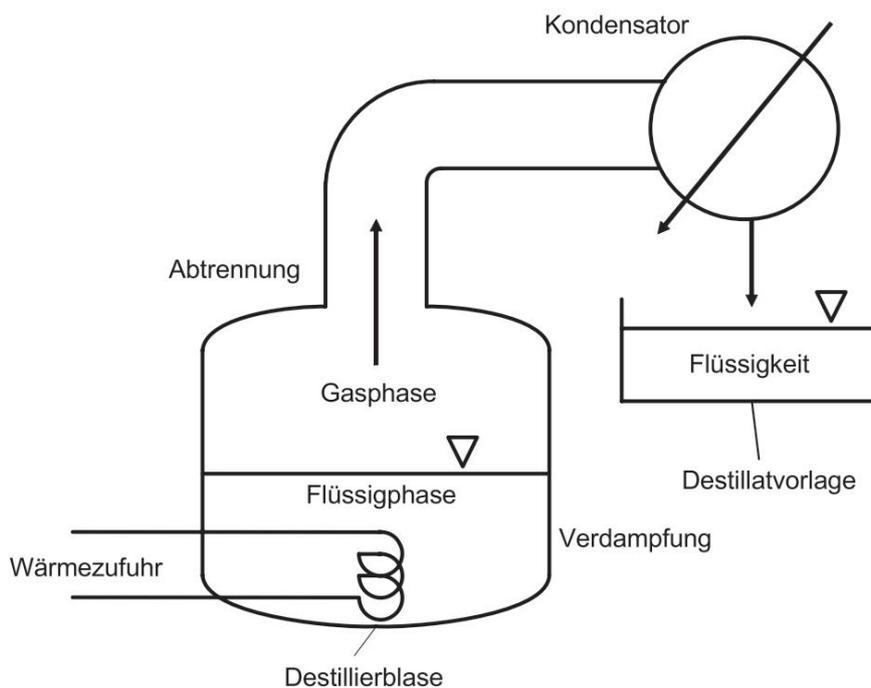


Abbildung 2: Schematische Darstellung einer Destillation<sup>10</sup>

<sup>8</sup> Lüdecke und Lüdecke 2020, vgl. S. 216

<sup>9</sup> Lohrengel 2012 vgl. S. 48

<sup>10</sup> Lohrengel 2012 S. 49

In der Abbildung 2 ist eine Destillation schematisch dargestellt. Das zu trennende Flüssigkeitsgemisch befindet sich in der Destillierblase. Dort wird es durch Wärmezufuhr auf Destillationstemperatur erhitzt. Die Wärmezufuhr wird hier exemplarisch mit einer Heizwendel dargestellt. Angenommen, es handelt sich um ein binäres Stoffgemisch, ist die Destillationstemperatur der niedrigere Siedepunkt der beiden Komponenten bei vorherrschendem Druck im System. Die Komponente mit der geringeren Siedetemperatur ist der Leichtsieder. Durch die Wärmezufuhr und das Erreichen des Siedepunkts des Leichtsieders beginnt dieser in die Gasphase überzugehen. Die andere Komponente, dessen Siedepunkt nicht erreicht ist, ist der Schwersieder und liegt weiterhin als Flüssigphase in der Destillierblase vor. Der gasförmige Leichtsieder wird abseits der Destillierblase durch eine Kondensation wieder verflüssigt. Der zurückbleibende Schwersiederanteil ist das Konzentrat. Der abgetrennte Leichtsieder ist das Destillat. Die Stoffe sind voneinander getrennt.

In der Realität ist die Trennung eines binären Stoffgemisches nie rein. Es verbleibt immer ein geringer Teil des Leichtsieders im Konzentrat und ein Teil des Schwersieders im Destillat. Die Trennung von Stoffgemischen wird umso effizienter, je weiter die Siedepunkte der Komponenten voneinander entfernt sind. Daher wird meist das Destillat oder das Konzentrat nach der ersten Trennung noch mehrmals destilliert, um einen möglichst hohen Reinheitsgrad zu erzeugen. Außerdem können und werden in der Praxis auch Stoffgemische mit mehr als zwei Komponenten getrennt. Je nach Ziel der Destillation kann der Aufbau der Destillationsanlage variieren und den Gegebenheiten angepasst sein. Beispielsweise wird mit Fraktionierböden gearbeitet, die mehrere Glockenböden haben, mit denen es möglich ist, Destillatströme seitlich bei unterschiedlichen Temperaturen oberhalb der Destillierblase abzuziehen.<sup>11</sup> Auch kann eine Destillation genutzt werden, um eine Lösung aufzukonzentrieren, indem der Wasseranteil abdestilliert wird. Die Anwendungen der Destillation in der Praxis sind sehr vielseitig.

---

<sup>11</sup> Martens 2010 vgl. S. 61

### 3 Aufbau und Funktionsweise

#### 3.1 Eindampfanlage

##### 3.1.1 Aufbau der Eindampfanlage

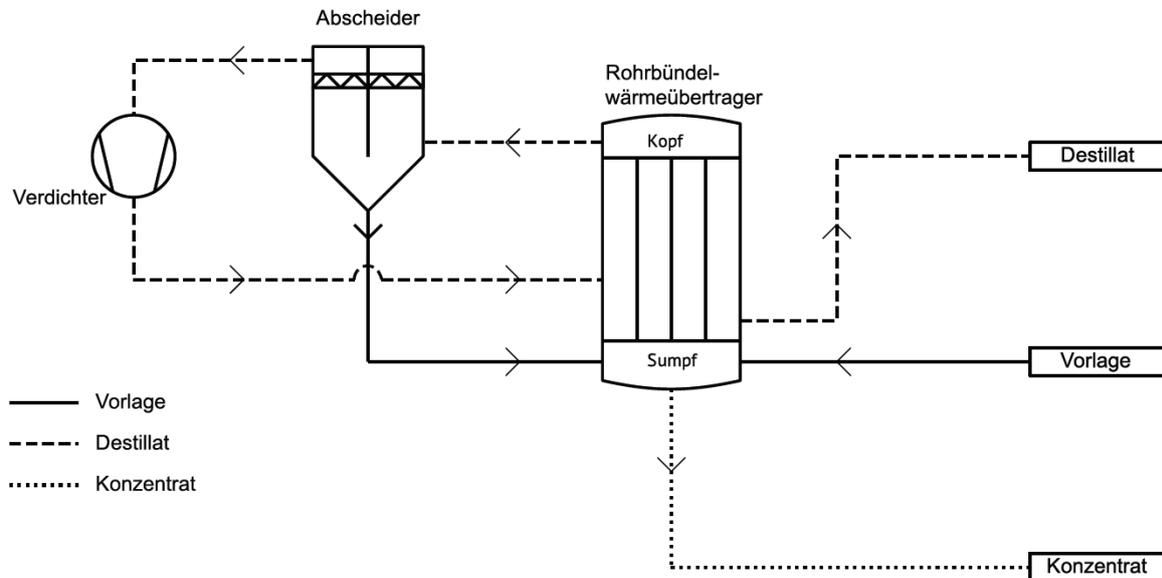


Abbildung 3: Schematische Darstellung der Eindampfanlage

In der Abbildung 3 sind die wesentlichen Bestandteile der Eindampfanlage (EDA) dargestellt. Dazu gehören der Rohrbündelwärmeübertrager (RBW), der Zyklonabscheider und der Verdichter.

Der Rohrbündelwärmeübertrager besteht aus 1.500 Rohren, Mantelraum, Sumpf und Kopf. Im Mantelraum ist das Destillat und die Vorlage befindet sich im Sumpf, den Rohren bis in den Kopf. Die Wärmeübertragung findet vom Mantelraum in die Rohre statt. Der Sumpf des RBW hat einen Zulauf aus dem Abscheider. Aus dem Sumpf kann das Konzentrat über einen Hahn abgelassen werden. Aus dem Kopf des RBW führt ein Rohr zum Abscheider. Der RBW und der Abscheider sind kommunizierende Gefäße. Der Mantel hat einen Zulauf vom Verdichter und einen Ablauf in Richtung Destillatbehälter.

Der Doppelzyklonabscheider hat eine Kondensationshilfe. Der Füllstand der Flüssigkeit im Abscheider ist durch die Rohrleitung auf einem Flüssigkeitslevel mit dem RBW-Kopf. Oberhalb der Kondensationshilfe wird der Dampf dem Verdichter zugeführt.

Der Dampf wird im Verdichter komprimiert und in den Mantelraum des RBW eingeleitet.

Die Anlage ist umfangreich mit Mess-, Steuer- und Regelungstechnik ausgestattet. Die wichtigsten Sensoren sind die Füllstands-, Temperatur- und Drucksensoren. Außerdem gibt es Einrichtungen für das automatisierte Einfüllen von Entschäumungsmittel und Antiscalant.

### 3.1.2 Funktionsweise der Eindampfanlage

Der Prozess der Eindampfung lässt sich in vier Phasen unterteilen: das Füllen (1), das Aufwärmen (2), die Konzentrierung (3) und den Konzentrataustrag (4). Die vier Phasen bilden zusammen einen Zyklus. In der Abbildung 4 sind die vier Phasen des Prozesses sowie die Übergangskriterien zwischen den Phasen dargestellt.

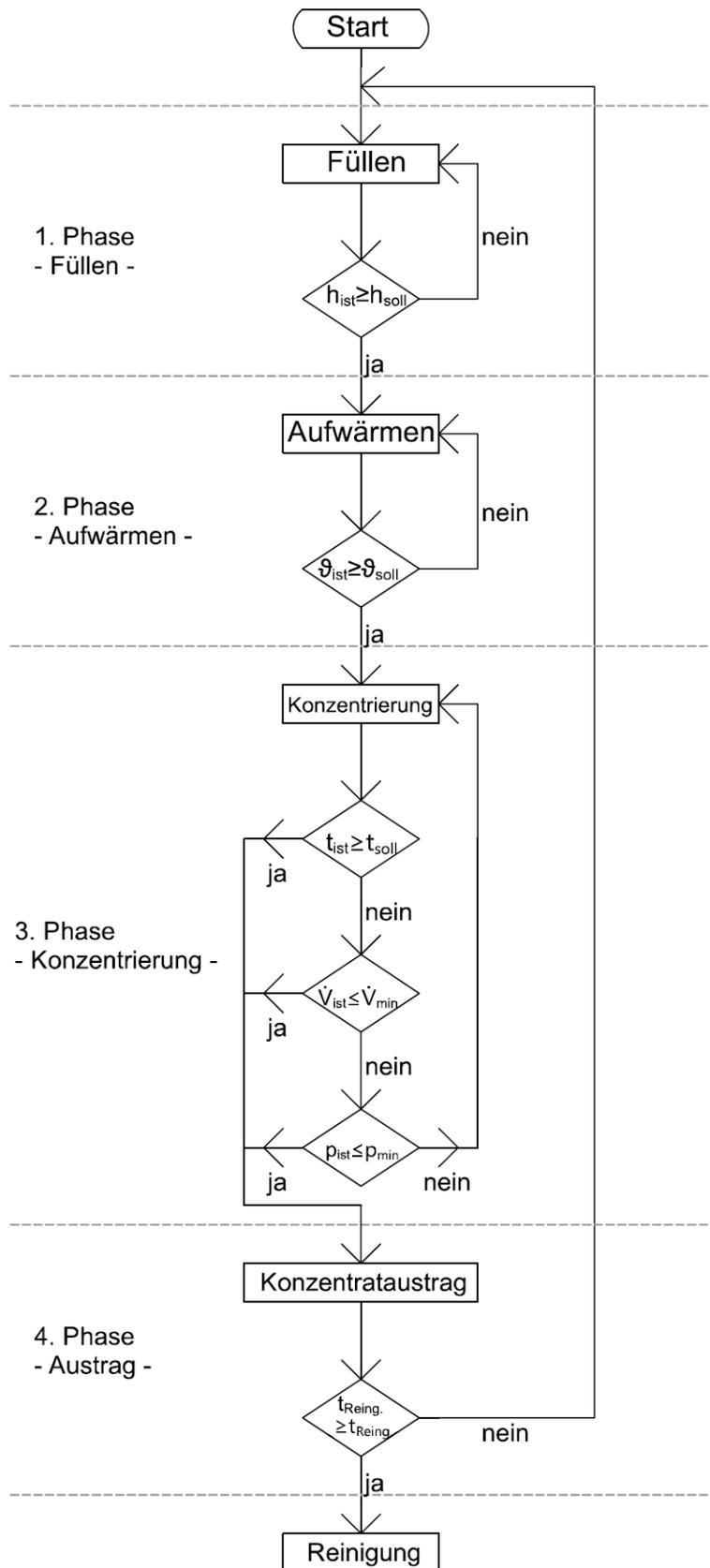


Abbildung 4: Schematische Darstellung des Zyklus der EDA

(1) Der Füllvorgang beginnt damit, dass der Verdichter in der EDA einen Unterdruck ( $p_{\text{abs}}=500\dots600$  mbar) erzeugt. Durch den Unterdruck wird die Vorlage in die Anlage gesaugt. Wie in der Abbildung 4 zu erkennen ist, beginnt die nächste Phase, wenn das Übergangskriterium Sollhöhe erfüllt ist, d. h., dass die Vorlage den Soll-Füllstand im RBW erreicht hat.

(2) Um die Vorlage in der Aufwärmphase zu erhitzen, nimmt der Verdichter Umgebungsluft auf und komprimiert diese. Durch das Einblasen der komprimierten Luft in den Mantelraum des RBW wird die Vorlage in den Rohren erwärmt. Das Übergangskriterium ist hier die Solltemperatur ( $\vartheta_{\text{soll}}\approx 80$  °C), die erreicht werden muss, um die Aufwärmphase zu beenden.

(3) In der Konzentrierungsphase findet die Destillation statt. Im RBW entsteht Dampf, der im Abscheider von Flüssigkeitspartikeln getrennt wird. Dadurch, dass im RBW eine Aufwärtsströmung durch die unterschiedlichen Temperaturen entsteht, bildet sich ein Naturumlauf zwischen Abscheider und RBW aus. So wird die abgeschiedene Flüssigkeit wieder in den RBW geführt. Der Dampf aus dem Abscheider wird im Verdichter komprimiert und in den Mantelraum des RBW geleitet. Dort kondensiert der Dampf an den Rohren. Die latente Wärme der Kondensation des Destillats und der Unterdruck im System führen dazu, dass die Vorlage in den Rohren siedet. Da bei dem Phasenübergang der Füllstand sinkt, zieht die Anlage automatisch Material nach, wenn die Füllstandssensoren eine Unterschreitung der Sollhöhe messen. Hier wird deutlich, dass die EDA im semi-kontinuierlichen Betrieb arbeitet.

Wie in der Abbildung 4 sichtbar, wird die Konzentrierungsphase durch eins von drei Übergangskriterien beendet. Ein Kriterium ist dabei das Erreichen des definierten Zeitlimits zur Destillation. Ebenfalls wird die Konzentrierung abgeschlossen, wenn die Mindestwerte des vorher definierten Drucks oder der Anlagenleistung unterschritten werden.

(4) In der vierten Phase wird das Konzentrat aus der Anlage gefördert. Dafür schaltet sich der Verdichter ab. Durch den mit Druckluft erzeugten Überdruck gelangt anschließend das Konzentrat aus der Anlage in den externen Konzentratbehälter.

Danach kann entweder ein Reinigungsprogramm oder ein neuer Zyklus gefahren werden.

## 3.2 Rotationsverdampfer

### 3.2.1 Aufbau des Rotationsverdampfers



Abbildung 5: Rotationsverdampfer mit Vakuumpumpe

In der Abbildung 5 ist der Rotationsverdampfer mit Vakuumpumpe (RV) dargestellt. An dem höhenverstellbaren Arm ist auf der rechten Seite der Verdampferkolben (A) zu sehen. Durch die Höhenverstellung kann der Verdampferkolben in ein Heizbad (B), in diesem Fall mit Öl befüllt, eingetaucht und temperiert werden. Das Heizbad ist einstellbar auf eine Temperatur von bis zu 99 °C. Auf der linken Seite des Arms befindet sich der Kühler (D), welcher mit Leitungswasser betrieben wird. Unterhalb des Kühlers befindet sich der Auffangkolben (C). Am oberen Ende des Kühlers verbindet ein Stutzen (E) mit einem Schlauch den RV mit der

Vakuumpumpe (F). Diese ist steuer- und regelbar und kann Absolutdrücke bis zwei Millibar erzeugen.

### 3.2.2 Funktionsweise des Rotationsverdampfers

Der Prozess des RV lässt sich analog zur EDA ebenfalls in vier Phasen einteilen. Die erste Phase, die des Füllvorgangs, erfolgt händisch. Die zu destillierende Probe wird in den Verdampferkolben gefüllt und am RV montiert. Für die Aufwärmphase (2. Phase) wird als erstes das Heizbad auf Solltemperatur erwärmt. Dann wird der rotierende Verdampferkolben eingetaucht und auf Destillationstemperatur erwärmt. Die Destillationsphase beginnt damit, dass die Vakuumpumpe Unterdruck erzeugt. Durch die vorherrschenden Bedingungen beginnt die Flüssigkeit zu sieden. Dabei führt die Rotation zu einer permanenten Durchmischung der Vorlage und zu einem Film an der Verdampferkolbeninnenwand. Die unterschiedlichen Siedepunkte der Bestandteile des Gemischs haben zur Folge, dass das Destillat aus der Vorlage in die Gasphase übergeht und das Konzentrat im Verdampferkolben zurückbleibt. Der Dampf kondensiert an der Oberfläche der Kühlspirale und tropft in den darunter befindlichen Auffangkolben. Nach Beendigung der Destillation durch vorher festgelegte Abbruchkriterien definiert, beginnt die letzte Phase. Dafür wird die Vakuumpumpe abgeschaltet und es stellt sich atmosphärischer Druck ein. Durch die Höhenverstellung wird der Verdampferkolben aus dem Heizbad gehoben und der Auffangkolben kann abgenommen und entleert werden.

## 3.3 Vergleichbarkeit der Anlagen

Um die Ergebnisse des Versuches später mit der Anlagenleistung in Zusammenhang setzen zu können, müssen die Anlagen miteinander verglichen werden.

Die größte und wichtigste Gemeinsamkeit ist, dass in beiden Anlagen der Prozess einer Destillation abläuft. Da das Destillat das zu gewinnende Produkt ist und es bei beiden Anlagen annähernd nur in der Konzentrierungsphase anfällt, wird auch nur diese zum Vergleich herangezogen. Die ausschlaggebenden Parameter in beiden Prozessen sind der Druck und die Temperatur. Außerdem werden die Geometrie und die Betriebsart betrachtet. Die festgestellten Unterschiede der Parameter werden in der Auswertung berücksichtigt.

### 3.3.1 Druck

In der nachfolgenden Abbildung 6 ist beispielhaft das Druckverhalten der beiden Anlagen dargestellt. Wie erkennbar, sinkt während der Destillation in der EDA der Druck. Mit zuneh-

mender Zeit in der 3. Phase des EDA-Zyklus nimmt eine Aufkonzentrierung an Schadstoffen des Materials im RBW immer weiter zu. Da es sich dabei um Schwermetalle und Schwermetallsalze in Lösung handelt, steigt dabei, durch die Wasserstoffbrückenbindungen zwischen den einzelnen Molekülen, der Siedepunkt<sup>12</sup>. Die EDA muss den Druck folglich mit der Zeit verringern, um weiter den Siedepunkt zu erreichen, damit der Destillataustrag möglichst konstant bleibt und die Destillation nicht allmählich abbricht. Mit der Zeit sinkt der Druck in der EDA.

Im Rotationsverdampfer entsteht der gleiche Effekt. Mit Hilfe der Vakuumpumpe wird der Druck manuell nach festgelegten Zeitintervallen in definierten Schritten reduziert. Damit wird die Siedepunkterhöhung ausgeglichen. Es entsteht, wie in der *Abbildung 6* zu sehen ist, eine stufenartige Druckkurve für den Rotationsverdampfer. Die Kurven in der *Abbildung 6* sind beispielhaft.

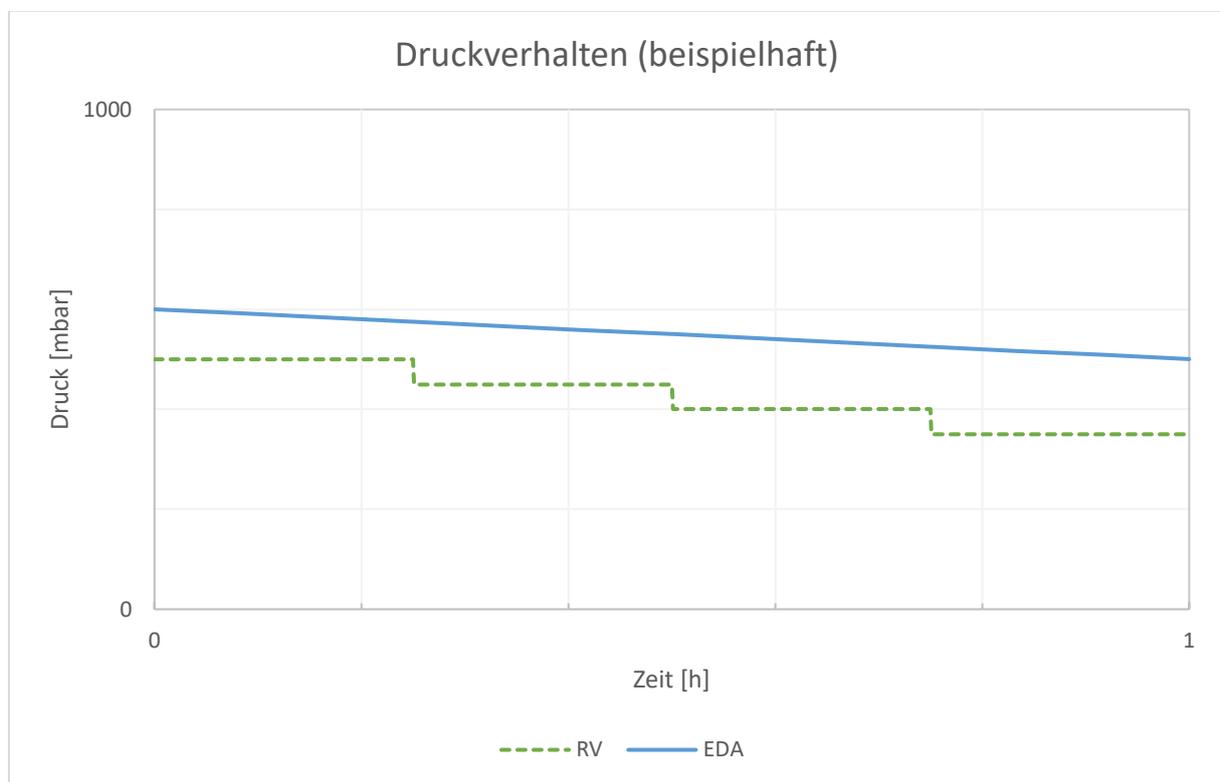


Abbildung 6: Diagramm Druckverhalten (beispielhaft)

<sup>12</sup> Latscha et al. 2011a vgl. S. 115

### 3.3.2 Temperatur

Das beispielhafte Temperaturverhalten ist in der Abbildung 7 dargestellt. Wie zu sehen ist, steigt die Temperatur in der EDA mit zunehmender Zeit. Mit Abdestillieren des Wassers (und der restlichen Destillatkomponenten) kommt es zu einer Schadstoffaufkonzentrierung, die eine Siedepunkterhöhung nach sich zieht. Durch die Siedepunkterhöhung kann das Material mehr Wärmeenergie aufnehmen als am Anfang, ohne dass ein Phasenübergang stattfindet. Das bedeutet, dass die Temperatur im RBW während der Destillation steigt. Außerdem kommt immer weniger kühlere Vorlage nach, was eine verlängerte Aufenthaltszeit des Materials im RBW nach sich zieht. Das unterstützt diesen Effekt ebenfalls.

Durch den Versuchsaufbau bleibt die Temperatur während der Destillation im Verdampferkolben des RV konstant. Da das Heizbad auf eine definierte Temperatur eingestellt wird, liefert es konstant über die Nutzung diese Temperatur. Das Verhalten aus der EDA lässt sich im RV nicht nachstellen, da es mit dem Aufbau nicht möglich ist, die genaue Temperatur der Vorlage im Verdampferkolben zu bestimmen. Damit ist es auch nicht möglich, den Temperaturverlauf aus der EDA nachzustellen. Die Temperatur bleibt, wie in der Abbildung 7 zu sehen ist, konstant.

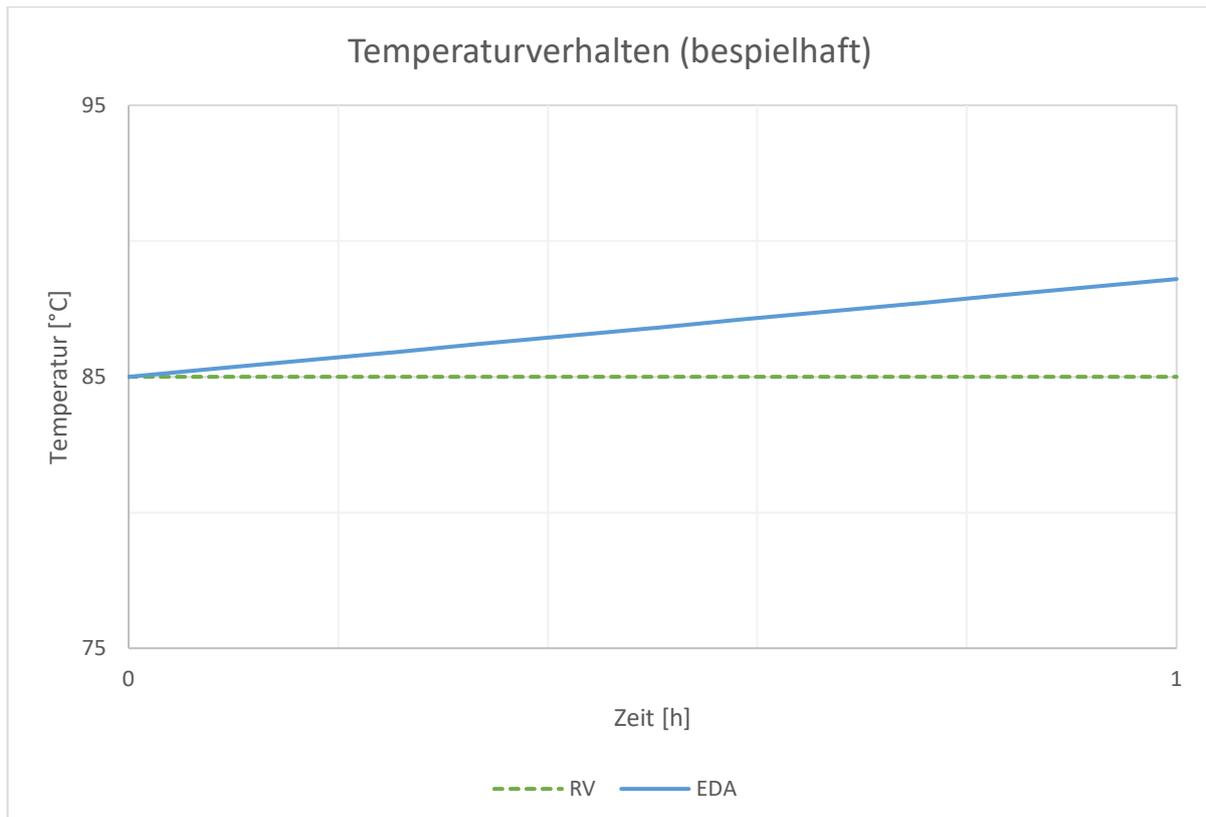


Abbildung 7: Diagramm Temperaturverhalten (beispielhaft)

### 3.3.3 Betriebsart und Geometrie

#### Betriebsart

Die EDA arbeitet im Semi-Batchbetrieb. Der Batchbetrieb entsteht durch die zyklische Fahrweise der Anlage. Durch das Nachziehen der Vorlage in der kontinuierlichen Konzentrierungsphase kommt der semi-kontinuierliche Betrieb zustande.

Der RV arbeitet im Batchbetrieb. Die Probe wird in den Kolben gefüllt, behandelt und wieder entnommen.

Werden nur die Destillationsphasen betrachtet, arbeiten beide Anlagen im kontinuierlichen Betrieb. Es ist allerdings trotz dessen mit unterschiedlichen Anlagenleistungen zu rechnen, da die Laboranlage für die qualitative Nutzung und die EDA für den industriellen, also quantitativen Betrieb ausgelegt ist.

#### Geometrie

Die Unterschiede in der Geometrie lassen sich hinsichtlich der Dimensionierung und den Aufbau unterscheiden. Aufgebaut sind die Anlagen wie in 3.1.1 und 3.2.1 beschrieben. Der Aufbau hat einen Einfluss auf die Wärmeübertragung. Diese findet in der EDA über das Rohrbündel statt, welches eine sehr große Oberfläche im Verhältnis zum Volumen des zu erwärmenden Mediums hat. Im RV steht die Fläche des Verdampferkolbens, der in das Ölbad getaucht ist, für die Wärmeübertragung zur Verfügung. Das Flächen-Volumen-Verhältnis ist im RBW durch die Rohre sehr viel größer als im RV.

Außerdem ist bei der Destillation im RBW eine effizientere Wärmeübertragung möglich. Auf der Außenseite der Rohre befindet sich der kondensierende Dampf und auf der Innenseite der Rohre die siedende Vorlage. Es findet auf beiden Seiten ein Phasenübergang statt, der zur Folge hat, dass die Wärmeübergangskoeffizienten und damit der Wärmedurchgangskoeffizient sehr groß ist. Im RV befindet sich im Kolben ein siedendes Medium und auf der Außenseite Öl mit konstanter Temperatur und konstantem Aggregatzustand. Hier können die Wärmeübergangskoeffizienten nicht so groß wie beim RBW werden. Für den Wärmedurchgang ist es ebenso von Interesse, durch welches Material die Wärmeleitung stattfindet. Die Wärmeleitfähigkeit von Edelstahl (Werkstoffnummer 1.4571) beträgt  $15 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$  (bei  $100 \text{ °C}$ <sup>13</sup>) und die Wärmeleitfähigkeit dieses Laborglases<sup>14</sup> liegt laut Hersteller bei  $1,2 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ . Damit ist die Wärmeleitung im RBW effizienter ( $15 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1} > 1,2 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ).

---

<sup>13</sup> Springer-Verlag GmbH 2013 S. 637

<sup>14</sup> SCHOTT AG 2022

## 4 Versuchsdurchführung

### 4.1 Vorversuche

Für die Konzeptionierung der Versuche der Bachelorarbeit ist es notwendig, einen Vorversuch durchzuführen.

Ziel des Vorversuchs ist es festzustellen, wie lange die Vorlage im Heizbad vorgewärmt werden muss, bis die Solltemperatur zum Destillieren erreicht ist. Zu Beginn der Destillation herrschen im RBW der EDA etwa 80 °C, die im RV ebenfalls erreicht werden sollen. Die Temperatur des Heizbads wird auf 85 °C eingestellt. Damit verkürzt sich zum einen die Aufwärmzeit, weil die Temperaturdifferenz größer ist als bei einer Heizbadtemperatur von 80 °C. Zum anderen erhöht sich die Temperatur während der Destillation in der EDA mit zunehmender Zeit ebenfalls über die anfänglichen 80 °C.

Während des Erwärmens kann die Temperatur im Verdampferkolben nicht direkt gemessen werden. Siedepunkte setzen sich aus Siededruck und -temperatur<sup>15</sup> zusammen. Durch diesen Zusammenhang lassen sich beim Sieden bei definierten Drücken Rückschlüsse auf die Temperatur ziehen. Für die Vorversuche wird Leitungswasser auf 30 °C temperiert. Nach Aufheizen des Ölbad werden 200 g des Leitungswassers im Verdampferkolben für fünf Minuten im Heizbad bei atmosphärischem Druck erwärmt. Anschließend wird ein Absolutdruck von 500 mbar erzeugt und für 30 s gehalten. Dann wird der Druck erst auf 450 mbar und danach auf 400 mbar reduziert und auch für je 30 s gehalten. Während dieser Phasen wird beobachtet, ob das Wasser im Verdampferkolben zu sieden beginnt. Anschließend wird wieder atmosphärischer Druck hergestellt und der Vorgang wiederholt. Dieser Ablauf wird sechsmal wiederholt. In der Tabelle 1 sind die Beobachtungen des Vorversuchs dargestellt.

---

<sup>15</sup> Latscha et al. 2011b, vgl. S. 169

Tabelle 1: Beobachtungen des Vorversuchs

akkumulierte Zeit [min]	Beobachtung bei 500 mbar	Beobachtung bei 450 mbar	Beobachtung bei 400 mbar
5	siedet nicht	siedet nicht	siedet nicht
10	siedet nicht	leichte Blasenbildung, siedet	starke Blasenbildung, siedet
15	siedet nicht	leichte Blasenbildung, siedet	starke Blasenbildung, siedet
20	siedet nicht	leichte Blasenbildung, siedet	starke Blasenbildung, siedet
25	siedet nicht	starke Blasenbildung, siedet	starke Blasenbildung, siedet
30	siedet nicht	starke Blasenbildung, siedet	starke Blasenbildung, siedet

Wie in der Tabelle 1 zu erkennen ist, siedet das Wasser bei 500 mbar im Heizbad nicht. Das bedeutet, dass die 85 °C zu keinem Zeitpunkt erreicht werden. Um Wasser bei 85 °C zu siedern, braucht es einen Druck von 579 mbar<sup>16</sup>. Bei 450 mbar beginnt das Wasser ab zehn Minuten Aufwärmzeit zu siedern. Zur selben Zeit, bei 400 mbar, siedet das Wasser ebenfalls. Dementsprechend wird zu jedem späteren Zeitpunkt bei 450 mbar und 400 mbar ebenfalls ein Sieden des Wassers beobachtet. Es ist anzunehmen, dass die Vorlage nach zehn Minuten eine Temperatur zwischen 75 °C und 80 °C erreicht, da der Druck zum Sieden an diesen Punkten zwischen 386 mbar und 474 mbar<sup>17</sup> liegt.

Aus dem Vorversuch lässt sich schlussfolgern, dass das Sieden nach zehn Minuten Aufwärmzeit beginnt, allerdings 15 min Vorwärmen sinnvoll sind. Die Vorlage hat aufgrund der gelösten Stoffe eine andere Wärmekapazität als Wasser. Da diese nicht genau bestimmt werden kann, aufgrund der unterschiedlichen und schwankenden Zusammensetzungen der Vorlagen, ist es sinnvoll, die Aufwärmzeit zu verlängern, um sicher sein zu können, dass die Destillationstemperatur erreicht ist. So werden außerdem auch größere Temperaturänderungen während der Destillation vermieden, die sonst einen Einfluss auf die Destillation haben könnten.

<sup>16</sup> Springer-Verlag GmbH 2013. S. 177

<sup>17</sup> Springer-Verlag GmbH 2013 S. 177

## 4.2 Versuchsdurchführung

### 4.2.1 Versuchskonzept

Für die Versuchsdurchführung erfolgt eine Orientierung an den vier Phasen der EDA. In der nachfolgenden Abbildung 8 ist die Durchführung schematisch aufgeschlüsselt. Jede Realprobe wird mindestens doppelt bestimmt.

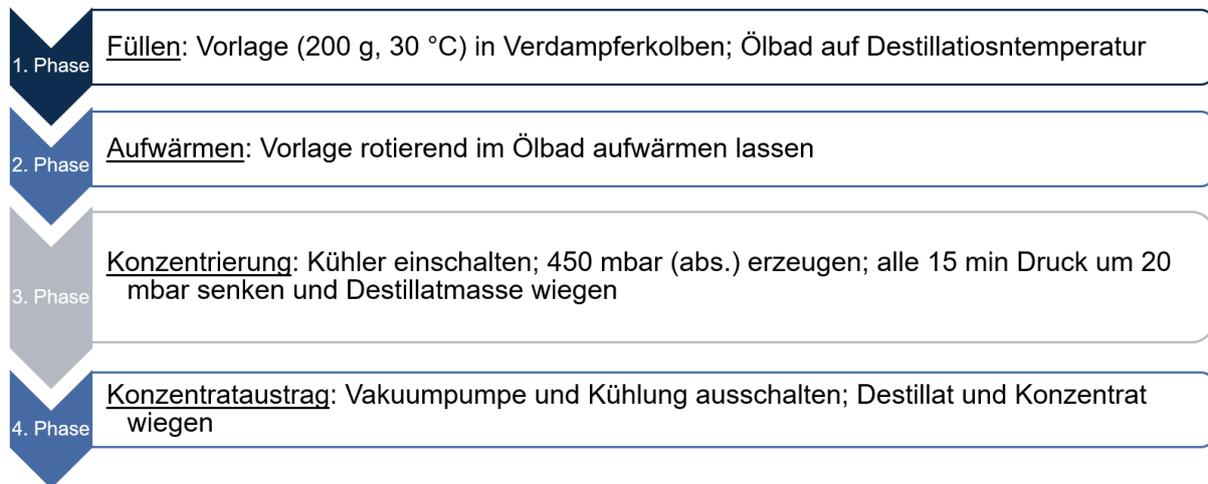


Abbildung 8: Schema Versuchsdurchführung

#### 1. Phase: Füllen

Die vorher im Wasserbad erwärmte Vorlage wird auf 200 g ( $\pm 2$  g) abgewogen und die Temperatur wird noch einmal kontrolliert ( $\vartheta_{\text{soil}}=30$  °C) und ggf. angepasst. Beide Daten werden protokolliert. Parallel wird das Heizbad auf 85 °C vorgewärmt. Die Vorlage wird in den Verdampferkolben gefüllt.

#### 2. Phase: Aufwärmen

Der Verdampferkolben wird am RV montiert und in Rotation gebracht. Dabei wird darauf geachtet, dass bei allen Proben die gleiche Stufe des Motors am Antrieb eingestellt wird (in diesem Fall: Stufe 3 von 10). Sobald der Kolben in das Ölbad getaucht wird, beginnt die Aufwärmzeit. Nach 15 min Rotation im Ölbad bei atmosphärischem Druck ist die Aufwärmphase abgeschlossen.

### 3. Phase: Konzentrierung

Die dritte Phase beginnt mit Einschalten des Kühlers. Dabei wird darauf geachtet, dass sich keine Luftblasen mehr in der Kühlspirale befinden, was gelegentlich nach dem Aufdrehen des Kühlwassers passieren kann. Der Startdruck von 450 mbar wird erzeugt und die Zeitmessung gestartet. Nach 15 min wird atmosphärischer Druck hergestellt und es kann das erste Mal die Destillatmasse aus dem Auffangkolben bestimmt werden. Die Masse wird protokolliert und der Auffangkolben wieder am RV befestigt. Danach wird wieder Unterdruck erzeugt, dabei wird der Druck um 20 mbar mehr abgesenkt als zuvor, also auf 430 mbar. Nach 15 min kann mit der Verfahrensweise analog vorgegangen werden. Nach Einsetzen eines oder mehrerer Abbruchkriterien (siehe Kapitel 4.2.2) wird die Destillationsphase mit atmosphärischem Druck beendet.

### 4. Phase: Konzentrataustrag

Nach Beendigung der Konzentrierungsphase wird abschließend die Masse des Konzentrats, welches sich im Verdampferkolben befindet, gemessen. Das Destillat und das Konzentrat werden in separate Probenflaschen abgefüllt.

Der Verdampfer- und Auffangkolben wird gereinigt. Danach kann ein neuer Versuch gestartet werden.

#### 4.2.2 Abbruchkriterien der Konzentrierungsphase im RV

Wie in Kapitel 4.2.1 erwähnt, muss die Destillationsphase definiert beendet werden. In der EDA gibt es drei Abbruchkriterien, die die Beendigung der Konzentrierungsphase einleiten. Das erste Kriterium ist die Zeit. Wenn vorher manuell ein Zeitlimit für die Destillation festgelegt wird, beendet die EDA automatisch nach Vorgabe die dritte Phase. Die Konzentrierung wird ebenfalls beendet, wenn der Druck zu weit abgesenkt werden muss, um weiter ausreichend Destillat zu fördern. Der Minimaldruck liegt dabei bei 500 mbar Absolutdruck. Des Weiteren wird die Destillation beendet, wenn der Destillatstrom unter eine Grenze von 80 % des maximalen Austragstroms fällt.

Bei den Versuchen im RV gelten angepasste Kriterien aus der EDA. Aus der Praxis ist bekannt, dass bei den zu untersuchenden Inputstoffen im Maximalfall die Vorlage in 90 % Destillat und zehn Prozent Konzentrat getrennt wird, d. h. für die Destillation im RV, dass bei einer Destillatmasse von 180 g abgebrochen werden kann, weil davon auszugehen ist, dass das Maximum erreicht ist. Das ist das erste Abbruchkriterium.

Des Weiteren wird die Destillation beendet, wenn in zwei aufeinanderfolgenden Stufen des Destillataustrags zu mehr als 50 % der jeweiligen Vorstufe sinkt. Damit gibt es eine Analogie zu dem Kriterium der sich verringernden Destillatleistung aus der EDA. Das ist das Abbruchkriterium 2.

Das dritte Abbruchkriterium sind die Feststoffe. Flocken zusätzlich Stoffe aus, kristallisieren oder lagern sich Feststoffe an die Verdampferkolbenwand an und sinkt gleichzeitig die Destillataustragsleistung der beiden nachfolgenden Stufen, kann die Destillation ebenfalls beendet werden.

In der nachfolgenden Abbildung 9 sind die drei Abbruchkriterien noch einmal schematisch dargestellt.

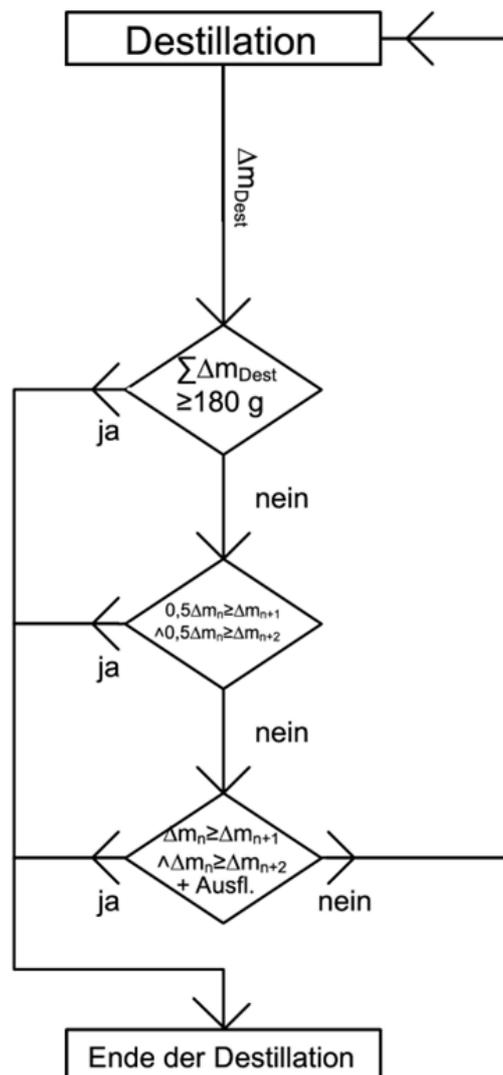


Abbildung 9: Schematische Darstellung der Abbruchkriterien der 3. Phase im RV

## 4.3 Analysen und Probenherkunft

### 4.3.1 Analyse der einzelnen Komponenten

Bei einer Destillation soll das Destillat möglichst rein vom Konzentrat getrennt werden. Um zu überprüfen, ob die Destillationen in den beiden Anlagen möglichst reine Destillate hervorbringen, werden Proben vor und nach der Destillation qualitativ geprüft.

Realproben aus dem EDA-Prozess, die auch die Vorlagen für die Untersuchungen im RV sind, werden in einem Labor auf den Gehalt von Kohlenstoff, genauer TOC (total organic carbon), Blei, Zink und Kupfer analysiert. Die Schwermetalle werden dabei mittels eines ICP-OES nach der DIN EN ISO 11885 untersucht. Die Analyse des TOC erfolgt nach der DIN EN 1484. Erfahrungsgemäß sind diese Schwermetalle aufgrund ihrer Herkunft enthalten. Die Bestimmungen sollen einen Überblick darüber geben, wie belastet die Ausgangsstoffe vor der Destillation sind.

Die zu den Realproben gehörigen Destillate aus der EDA und dem RV werden ebenfalls nach den DIN-Normen auf die gleichen Schwermetalle untersucht. Damit kann im Anschluss verglichen werden, wie stark das Destillat belastet ist und damit, ob die Auftrennung durch die Destillation auch qualitativ erfolgreich ist. Ziel ist es, ein unbelastetes Destillat zu erhalten.

Auch sollen die Analyseergebnisse der Destillate aus der EDA und dem RV miteinander verglichen werden. Das soll Aufschluss darüber geben, ob die Destillationsphasen gleiche Ergebnisse liefern und die beiden Anlagen qualitativ ähnlich arbeiten.

### 4.3.2 Probenherkunft und erwartete Ergebnisse

Im RV werden Proben untersucht, die aus der Vorlage der EDA stammen. Damit wird eine gemeinsame Grundlage für die Untersuchung zwischen den Anlagen hergestellt.

Die Proben sind unterschiedlicher Beschaffenheit und Herkunft. Sie stammen aus unterschiedlichen Spülwässern aus der chemischen Industrie. Zum einen betrifft das eine Firma, die Lohnarbeit im Trocknungsbereich durchführt, was bedeutet, dass die Zusammensetzung dieser Spülwässer variieren kann. Zum anderen handelt es sich um einen Betrieb, der im Bereich der Laborchemie tätig ist. Eine Probe enthält zusätzlich alkalische Bestandteile. In der nachfolgenden Tabelle 2 ist die Herkunft und die Beschaffenheit der einzelnen Proben dokumentiert.

Einige Proben ähneln sich, da sie aus aufeinanderfolgenden EDA-Zyklen entnommen wurden und/oder die Vorlage im gleichen Tank gelagert wurde. Bei diesen Proben wird erwartet, dass sie sich ähnlich verhalten.

*Tabelle 2: Beschaffenheit und Herkunft der Proben*

	Farbe/Trübung	Schwebstoffe	Herkunft	Bemerkung
Probe 1	Dunkelgrünlich/trüb	Ja	Laborchemie/Lohnarbeit	Wie Probe 6
Probe 2	Dunkel/klar	Keine	Laborchemie	Wie Probe 3
Probe 3	Bräunlichgolden/klar	Vereinzelt	Laborchemie	Wie Probe 2
Probe 4	Bräunlichgolden/klar	Keine	Laborchemie	Wie Probe 5 und 10
Probe 5	Bräunlichgolden/klar	Keine	Laborchemie	Wie Probe 4 und 10
Probe 6	Bräunlich/klar	Vereinzelt	Laborchemie/Lohnarbeit	Wie Probe 1
Probe 7	Bräunlich/trüb	Wenig	Laborchemie/Lohnarbeit	Vergorener Geruch
Probe 8	Bräunlichgelblich/trüb	Keine	Laborchemie/Lohnarbeit/ Alkalische Materialien	Hustensaftähnlicher Geruch
Probe 9	Dunkelbraun/klar	Vereinzelt	Laborchemie/Lohnarbeit	-
Probe 10	Rehbraun/klar	Keine	Laborchemie	Wie Probe 4 und 5

Für die Proben werden unterschiedliche Ergebnisse erwartet.

Zum einen besteht die Erwartungshaltung, dass ähnliche Ergebnisse bei einer Doppelbestimmung erzielt werden. Da es sich um das gleiche Material und die gleiche Vorgehensweise handelt, sollten zwischen den Ergebnissen einer Doppelbestimmung keine auffälligen Abweichungen liegen.

Des Weiteren wird erwartet, dass zwischen den unterschiedlichen Vorlageproben die Destillationskurven unterschiedlich ausfallen. Da bereits einige Proben in der Vorlage Trübungen und Schwebstoffe aufweisen, ist zu erwarten, dass das Abbruchkriterium 3 einige Destillationen beendet.

Proben, die stark mit Kohlenstoffverbindungen belastet sind, könnten auch kohlenstoffbelas-  
tete Destillate erzeugen. Flüchtige Kohlenwasserstoffe, beispielsweise Lösungsmittel wie  
Aceton, haben oft einen niedrigeren Siedepunkt als Wasser ( $\vartheta_{s,Ac}=56,1\text{ °C}<\vartheta_{s,Wasser}=100,0\text{ °C}$   
bei 1,013 bar)<sup>18,19</sup>, was zur Folge hat, dass diese ebenfalls mit abdestilliert werden und als  
organischen Belastungen im Destillat enthalten sein können.

---

<sup>18</sup> Springer-Verlag GmbH 2013 S. 363

<sup>19</sup> Springer-Verlag GmbH 2013 S. 358

## 5 Versuchsauswertung

### 5.1 Ergebnisse der qualitativen Analyse

Die Proben 4, 6, 8 und 10 wurden auf den Gehalt von Blei, Kupfer, Zink und den TOC untersucht. Die Ergebnisse der Analyse sind in der nachfolgenden Tabelle 3 aufgelistet. Gleichzeitig sind Analyseergebnisse realer EDA-Destillate dargestellt. Die Destillate aus der EDA werden in der Regel in die Zentrale Abwasserbehandlungsanlage (ZAB) der InfraLeuna gegeben. Durch die Abwasserverordnung, Anhang 27 (AbwV, Anh. 27)<sup>20</sup>, werden die Einleitgrenzwerte für solche Fälle festgelegt. Diese sind ebenfalls mit dargestellt.

Tabelle 3: Ergebnisse der qualitativen Analyse aus RV und EDA

		Pb-Gehalt [mg/l]	Cu-Gehalt [mg/l]	Zn-Gehalt [mg/l]	TOC [mg/l]
Grenzwert nach AbwV, Anh. 27		0,5	0,5	2	-
Pr. 4	Vorlage	440	4,2	85	14.000
	Destillat RV	<0,01	0,03	0,031	4.900
Pr. 6	Vorlage	150	59	530	8.700
	Destillat RV	<0,01	0,019	0,014	6.100
Pr. 8	Vorlage	170	91	1.100	4.300
	Destillat RV	0,78	0,27	2,9	1.800
Pr. 10	Vorlage	380	3,5	91	17.000
	Destillat RV	0,04	0,026	0,032	5.300
Destillat KW 9		0,03	0,1	0,077	-
Destillat KW 20		<0,01	0,015	0,027	-
Destillat KW 27		0,16	0,029	0,11	-

Probe 4 und 6 haben nach der Destillation einen Bleigehalt unterhalb der Messgrenze. Es ist davon auszugehen, dass diese beiden Destillate frei von Blei sind. Den größten Bleigehalt in

<sup>20</sup> Bundesministerium für Justiz, S. 54

der Vorlage hat Probe 4. Den größten Bleigehalt im Destillat hat Probe 8. Dieser Wert liegt über dem erlaubten Grenzwert.

Die Gehalte an Kupfer liegen weit auseinander. Probe 4 und 10, bei denen die Vorlagen aus dem gleichen Prozess stammen, haben niedrige Gehalte. Die Kupferkonzentration von Probe 6 und 8 sind um ein Vielfaches höher, was sich auch mit der Herkunft begründen lässt. Hier handelt es sich um Mischungen aus unterschiedlichen Prozesswässern. Die Destillate weisen keine Grenzüberschreitung beim Kupfer auf. Hier fällt auf, dass Probe 8 erneut auch im Destillat den größten Kupfergehalt aufweist.

Die Zinkgehalte sind ähnlich verteilt. Probe 4 und 10 haben vergleichsweise niedrige Gehalte und Probe 6 und 8 höhere Konzentrationen. Nach der Destillation hat Probe 8 den größten Zinkgehalt von den verglichenen Proben und überschreitet auch hier die Grenzwerte.

Während der Destillation ist organischer Kohlenstoff mit abdestilliert worden. Die Erwartung mit TOC belasteter Destillate bestätigt sich somit. Probe 8 fällt hier erneut auf mit dem geringsten TOC-Gehalt in der Vorlage. Beim Vergleich zwischen dem TOC und den Schwermetallen wird deutlich, dass nach der Destillation anteilig mehr Kohlenstoff im Destillat enthalten ist, als Schwermetalle in das Destillat übergehen. Das lässt sich mit dem oft niedrigeren Siedepunkt von organischen Kohlenwasserstoffen als Wasser begründen. Durch die Destillation werden die Verbindungen ebenfalls gasförmig und werden, wie das abdestillierte Wasser, Teil des Destillats. Die Schwermetalle liegen in Lösung vor. Unter den Bedingungen im RV oder in der EDA gehen sie nicht in die Gasphase über ( $\vartheta_{s,Pb}=1.740\text{ °C}$ ;  $\vartheta_{s,Cu}=1.083\text{ °C}$ ;  $\vartheta_{s,Zn}=906\text{ °C}$  bei 101,3 kPa)<sup>21</sup>, sondern werden gelöst als Teil von Tröpfchen während des Siedens mitgerissen und können so in das Destillat gelangen.

Aus den Kalenderwochen 9, 20 und 27 von 2022 liegen Wochenmischproben vor. Die Belastung des Destillats in der EDA ist ebenfalls darauf zurückzuführen, dass beim Sieden Tropfen mitgerissen werden. Der Abscheider und die Kondensationshilfe trennen die Tropfen vom Dampfstrom ab, allerdings lässt sich eine 100 %-ige Trennung nicht garantieren. Die Proben aus der EDA entsprechen den Einleitbedingungen nach der Abwasserverordnung. Die Destillate aus der EDA sind weniger mit Schwermetallen belastet, was sich mit der Kondensationshilfe begründen lässt. In der EDA wird folglich das Destillat besser von der Vorlage getrennt als im RV. Da die Einleitbedingungen bis auf Probe 8 eingehalten werden, sind die Ergebnisse der aus der EDA und dem RV als ähnlich zu betrachten.

---

<sup>21</sup> Formelsammlung 2014, S. 114ff

## 5.2 Datenauswertung Rotationsverdampfer

Alle Einzeldaten sind im Anhang hinterlegt. In diesem Kapitel werden exemplarisch Daten ausgewertet.

### 5.2.1 Typischer Verlauf

Die Erwartungshaltung, dass die Doppelbestimmungen sehr ähnliche Ergebnisse erzeugen, wurden zum Teil erfüllt. Sechs der zehn getesteten Proben haben ähnliche Destillatkurven ergeben. In der nachfolgenden Abbildung 10 ist die Doppelbestimmung der Probe 1 exemplarisch dargestellt.

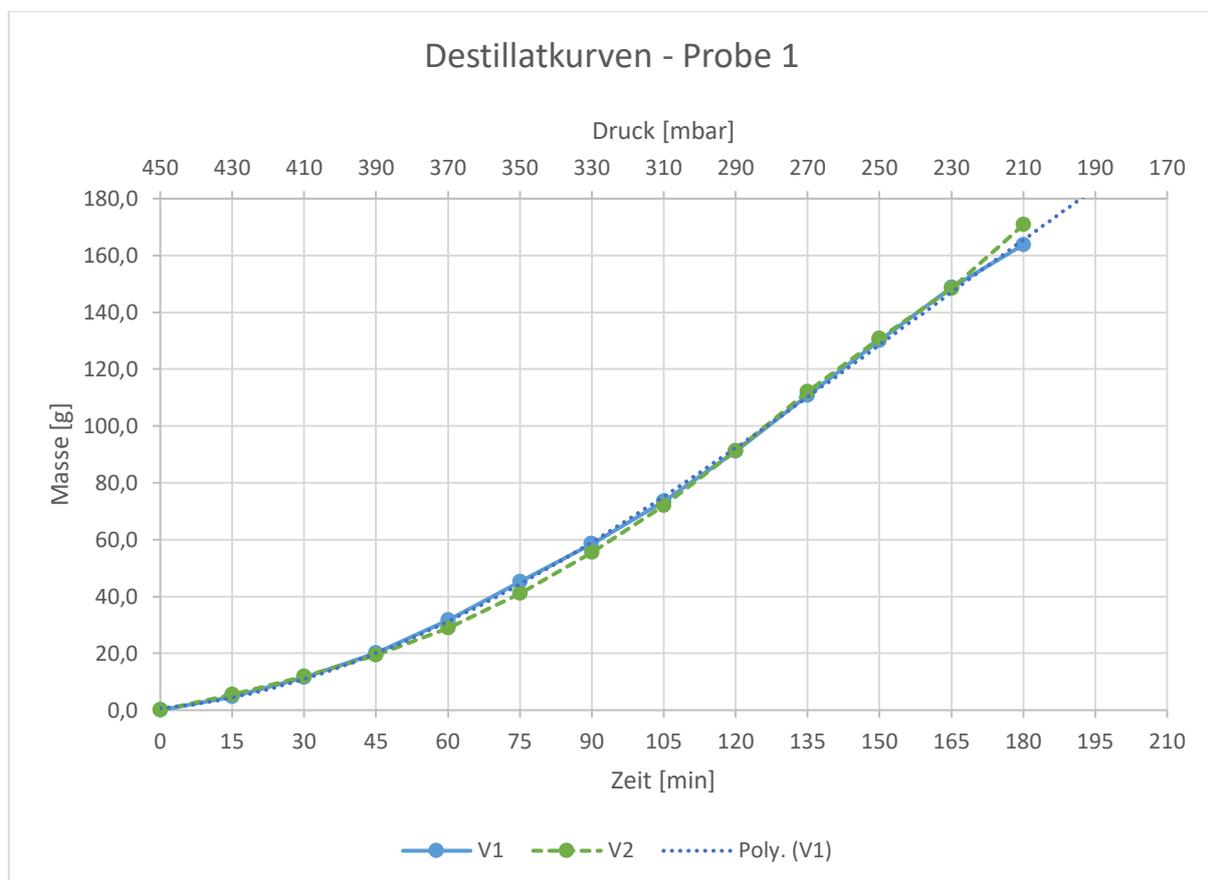


Abbildung 10: Diagramm Destillatkurven Probe 1, RV

Das in der Abbildung 10 dargestellte Diagramm zeigt die aufsummierte Destillatmasse über die Zeit. Wie zu sehen ist, liegen die beiden Versuche der Probe 1 sehr nah beieinander. Die Abweichung, abgesehen vom Ende der Destillation, beträgt maximal 4,2 g. Das entspricht

etwa 2,5 % des Durchschnitts der Gesamtdestillatmenge. Über eine Zeit von 180 min wurde eine Menge von 163 g bzw. 170 g Destillat erzeugt.

Die Kurven zeigen beide einen leichten s-förmigen Verlauf. Das zeigt sich bei den Destillatkurven aller anderen Proben auch. Bis zum Wendepunkt der Kurve steigt der Anstieg der Kurve mit der Zeit. Nach dem Wendepunkt nimmt der Anstieg ab und die Kurve verläuft flacher. Das bedeutet für die Destillation, dass bis zum Wendepunkt in einer Druckstufe immer mehr Destillat als in der Vorstufe entsteht. Ab dem Wendepunkt entsteht weniger Destillat als in den Vorstufen. Wird eine Trendlinie in den ersten Versuch in Abbildung 10 gelegt und der Wendepunkt mit der angegebenen Formel berechnet, liegt dieser bei 173 min. Das erscheint unrealistisch, wie auch die nachfolgende Abbildung 11 bestätigt.

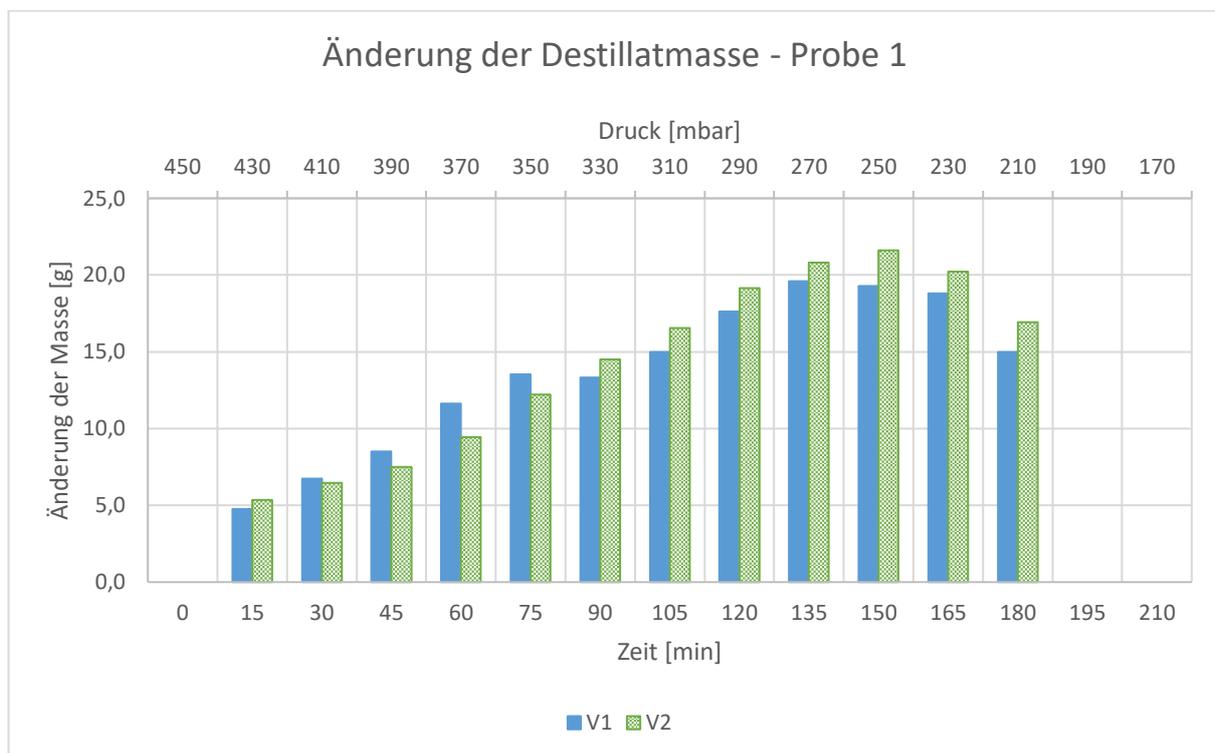


Abbildung 11: Diagramm Änderung der Destillatmasse Messungen im RV, Pr. 1

In der Abbildung 11 ist die Änderung der Destillatmasse, also zwischen den Messungen über die Zeit bzw. den Druck dargestellt. Damit wird verdeutlicht, wie viel Destillat je Druckstufe mehr oder weniger entstanden ist. Grundsätzlich zeigt sich mit zunehmender Zeit bzw. abnehmendem Druck ein steigender Destillatstrom, bis ein Abbruchkriterium greift.

Es wird deutlich, dass der Versuch 1 bei 135 min den größten Destillatstrom erzeugt. Bei Versuch 2 entspricht das dem Zeitpunkt bei 150 min. An diesen Punkten entsteht während

des Versuchs das meiste Destillat im RV; der Destillatstrom ist am größten. Das deckt sich nicht mit dem berechneten Wendepunkt bei 173 min von Versuch 1. Diese Abweichung lässt sich darauf zurückführen, dass die Datenpunkte mit 15 min Abstand weit auseinanderliegen. Damit wird der Verlauf der Kurve aus der Abbildung 10 zwischen den Datenpunkten nur angenommen und ist nicht ausreichend genau, um den Wendepunkt zu berechnen. Die Abbildung 11 zeigt deshalb realistischer an, wo der maximale Volumenstrom liegt.

Die Abweichung zwischen den Versuchen ist ebenfalls darauf zurückzuführen, dass die Daten in 15 min-Abständen genommen wurden. Es ist möglich, dass die Höhepunkte zwischen diesen Punkten dichter zusammenliegen, als es sich im Diagramm darstellt.

### 5.2.2 Abweichende Probenergebnisse

Vier der zehn Doppelbestimmungen waren nicht eindeutig, sodass mit dem restlichen Material eine Drittbestimmung durchgeführt worden ist. Hier wurde ein dritter Versuch vorgenommen, wenn die Abweichung zwischen den Kurven größer als zehn Prozent des Gesamtdestillatmassenmittels der beiden Kurven vorlag. Bei ausreichend Material wurden erneut 200 g zur Destillation genutzt; bei weniger Ausgangsmaterial 100 g. Eine Drittbestimmung musste mit den Proben 2, 5, 7 und 8 durchgeführt werden. In der folgenden Abbildung 12 ist exemplarisch das Diagramm der Probe 5 mit den Destillationsergebnissen zu sehen.

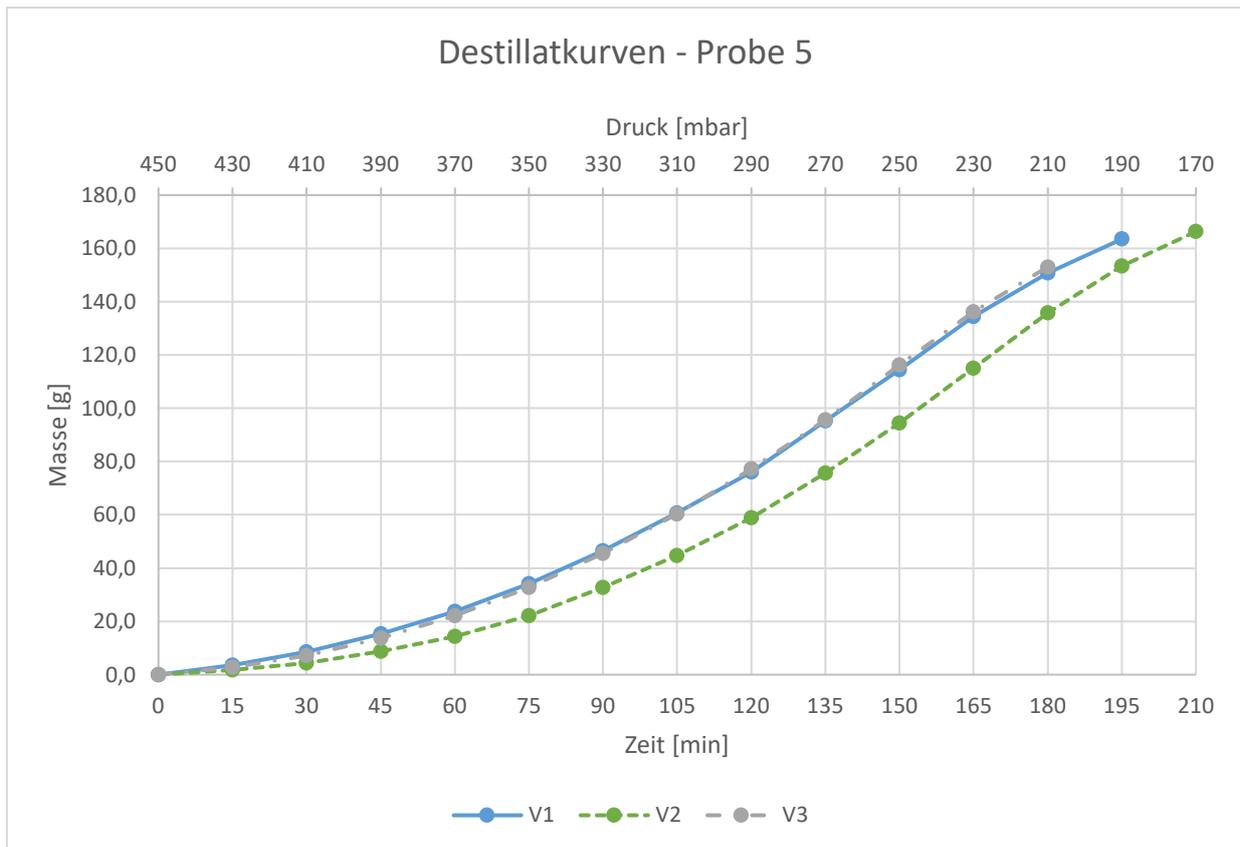


Abbildung 12: Diagramm Destillatkurven Probe 5, RV

Der Drittversuch bestätigt die Ergebnisse des ersten Versuchs, da die Abweichung zwischen diesen Kurven sehr gering ist. Beide Kurven liegen sehr nah aneinander und die Massen weichen nicht weiter als 2,2 g voneinander ab.

Bei allen abweichenden Doppelbestimmungen hat die Drittbestimmung zu einer eindeutigeren Bestätigung einer der vorhandenen Destillatkurven geführt.

Grund für die Abweichungen könnte sein, dass in der Probenvorbereitung die Behälter nicht ausreichend geschüttelt worden sind und sich so Schichten innerhalb des Behälters ausgebildet haben. Dabei könnte es zum Beispiel dazu kommen, dass Schwebstoffe und Material mit hoher Dichte sich am Boden des Behälters sammeln und so eine Doppelbestimmung voneinander abweichen. Das gleiche gilt auch für Proben mit ähnlicher Herkunft. Hier hat sich nicht bestätigt, dass immer ähnliche Ergebnisse generiert werden. Die Abweichungen können sich ebenfalls mit Schichtbildung in den Lagerungstanks erklären.

## Probe 8

In der quantitativen Analyse ist die Probe 8 bereits durch hohe Schwermetallgehalte aufgefallen. In der Versuchsdurchführung und in der Versuchsauswertung ist diese Probe ebenfalls herausgestochen.

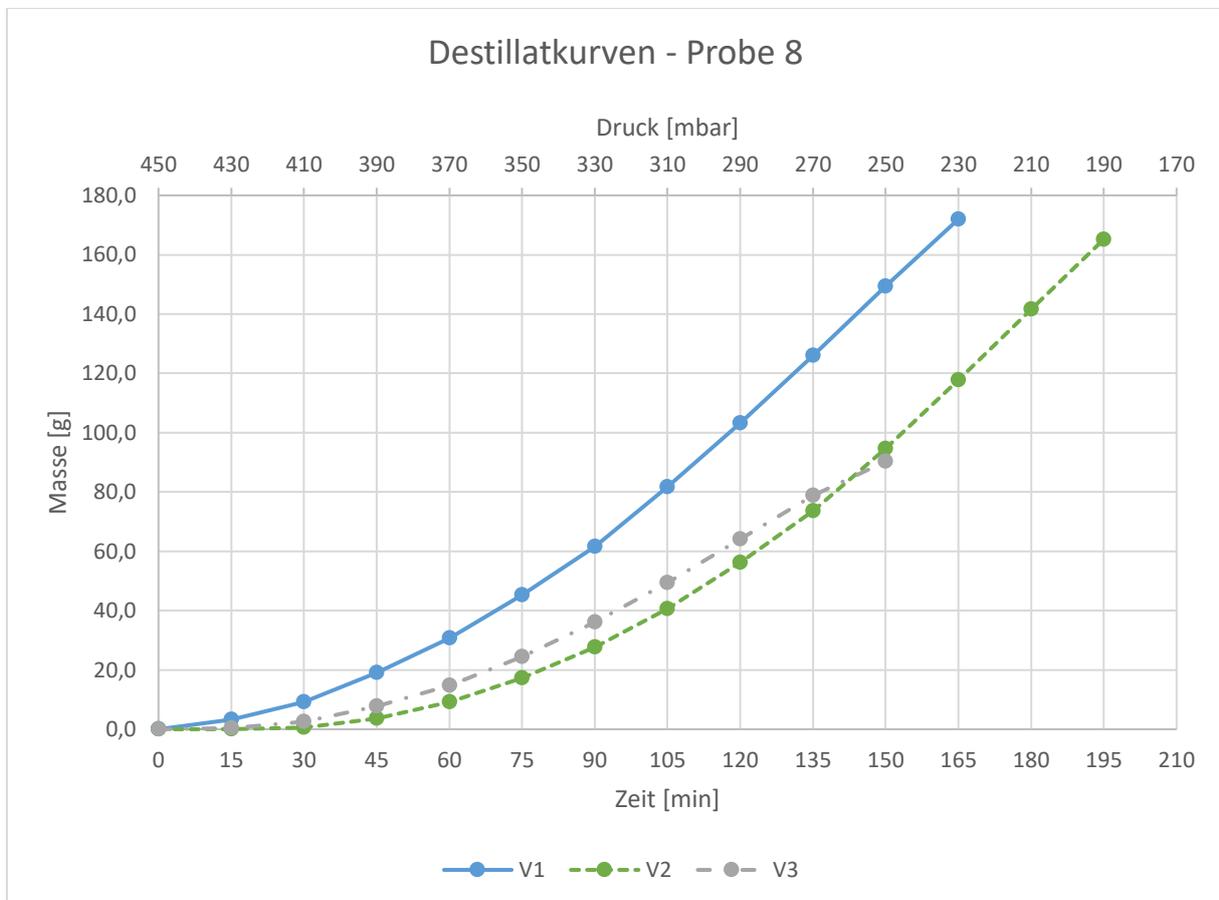


Abbildung 13: Diagramm Destillatkurve Probe 8, RV

In der vorangegangenen Abbildung 13 ist in einem Diagramm die Destillatmasse über die Zeit der Probe 8 dargestellt.

Probe 8 ist die Probe mit der größten Abweichung zwischen Versuch 1 und 2. Der größte Unterschied zum gleichen Zeitpunkt ist die Abweichung bei 150 min. Dort haben die Kurven eine Differenz von 54,8 g, das entspricht etwa einem Drittel des Mittels der Gesamtdestillatmenge aus den Versuchen 1 und 2. Da nicht genügend Material zur Verfügung stand, um die dritte Bestimmung mit 200 g durchzuführen, wurde sie mit 100 g durchgeführt. Dabei bestätigt die Drittbestimmung den zweiten Versuch.

Bei dieser Probe lässt sich nicht mit Sicherheit sagen, wie die Destillatkurve ohne Fehler aussehen würde. Ausgehend von der Annahme, es haben sich im Behältnis der Vorlage Schichten ausgebildet, ist es logisch, dass der Drittversuch den Zweitversuch bestätigt. Da in der Durchführung der erste Versuch als Erstes durchgeführt wird, wurde das Material mit geringer Dichte bereits aus dem Behälter entnommen, bevor die Zweitbestimmung durchgeführt worden ist. Dazu kommt die hohe Schwermetallbelastung der Vorlage (wie in Kapitel 5.1 erläutert), die vermutlich dazu beigetragen hat, dass sich Schichten ausbilden. Die Schwermetalle besitzen definitionsgemäß eine hohe Dichte. Angenommen, sie liegen als gelöste Salze vor und die Probe 8 wurde vor dem ersten Versuch nicht ausreichend durch Schütteln homogenisiert, ist es denkbar, dass sich durch den hohen Schwermetallgehalt Schichten ausgebildet haben. Dann wäre nach dem Erstversuch anteilig mehr schweres Material in der Vorlage als nach dem Erstversuch. Dementsprechend kann die Drittbestimmung nur ähnliche Ergebnisse wie die Zweitbestimmung liefern.

Die Ergebnisse dieser Probe sind uneindeutig und mit Rücksicht zu interpretieren.

### 5.2.3 Bilanz der Destillationen

Die Vorlage wird durch die Destillation in das Konzentrat und das Destillat aufgetrennt. Während der Versuchsdurchführung ist aufgefallen, dass sich bei allen Versuchen Ablagerungen an der Verdampferkolbeninnenwand abgesetzt haben.

In der nachfolgenden Abbildung 14 sind die Massen der einzelnen Proben dargestellt. Probe 8 wird dabei nicht berücksichtigt, so wie Probe 7-V3, weil dafür nur 100 g Vorlage zur Verfügung standen. Probe 7-V3 bestätigt die Kurve der Probe 7-V2.

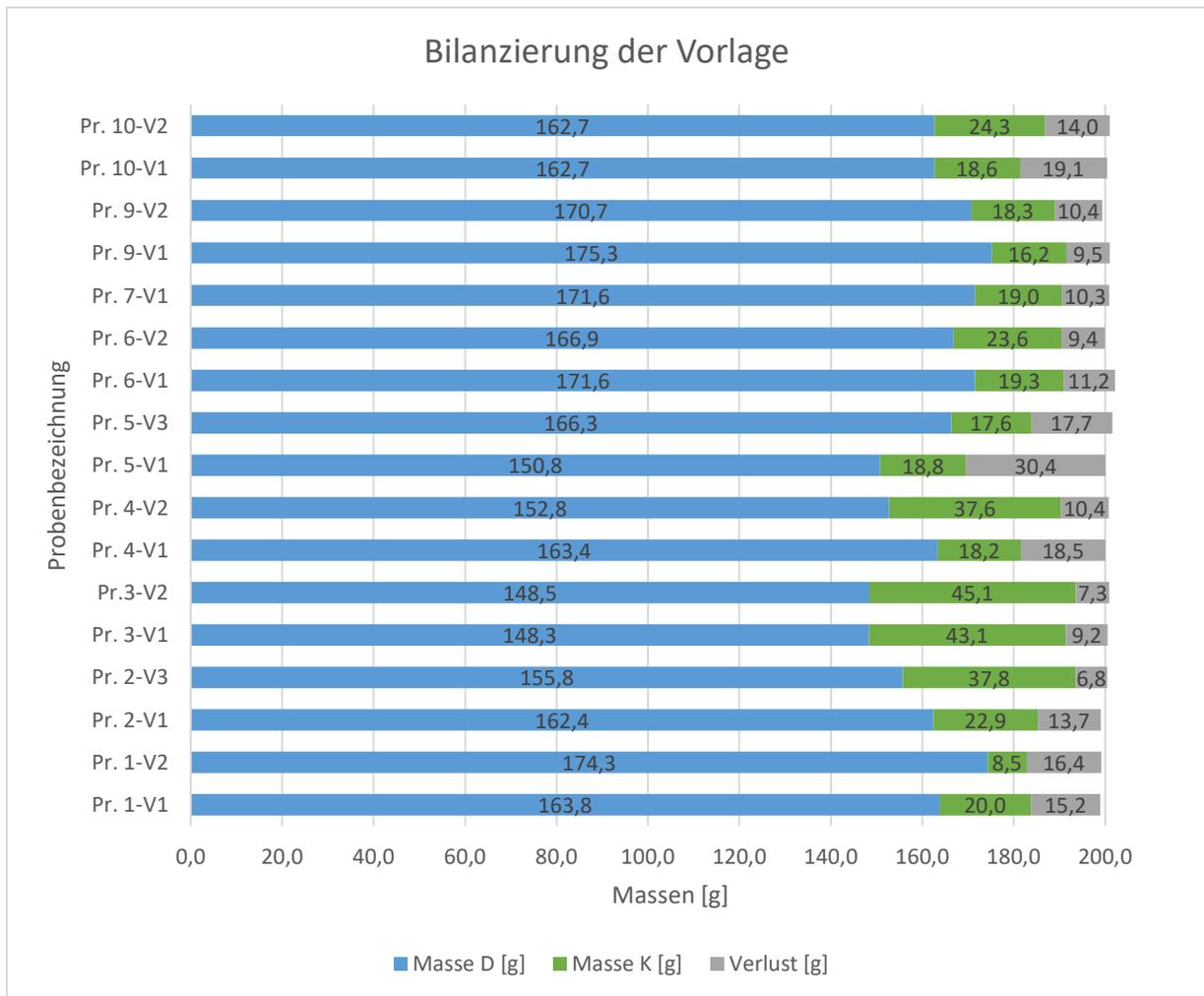
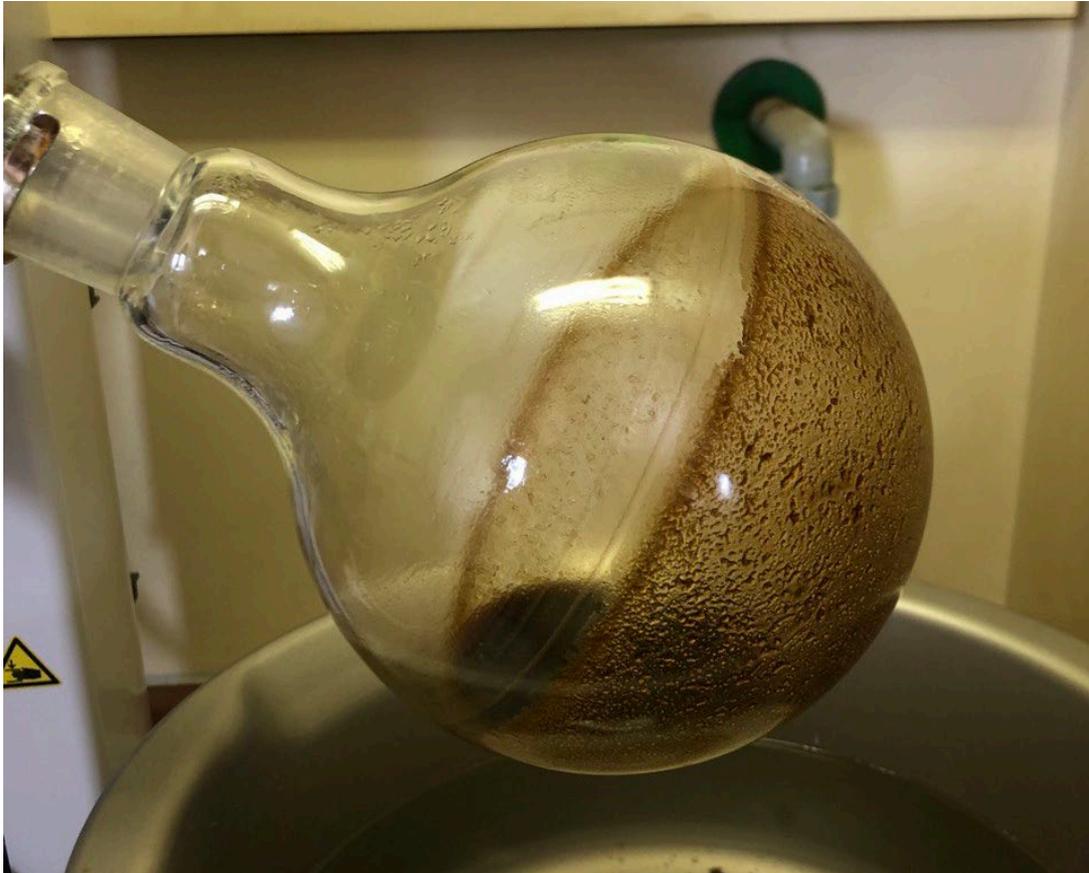


Abbildung 14: Diagramm Bilanzierung der Vorlage im RV

Die Abbildung 14 zeigt in einem Balkendiagramm, wie sich die Vorlage in Destillat, Konzentrat und Verlust durch die Destillation aufgeteilt hat. Der größte Anteil liegt dabei immer beim Destillat. Es ergeben sich etwa zwischen 140 g und 170 g Destillat aus der Vorlage. Das entspricht der Erfahrung aus der EDA, bei der in der Regel etwa 80 % (entsprechen 160 g Destillat bei 200 g Vorlage) der Vorlage zu Destillat getrennt werden.

Im Diagramm wird sichtbar, dass der Verlustanteil ebenfalls eine Rolle spielt. Da in allen Fällen der Destillationen Ablagerungen an der Innenwand des Verdampferkolbens entstanden sind, kann davon ausgegangen werden, dass es sich bei der Verlustmasse um die Ablagerungen handelt. Menschliche Fehler, die zu Verlusten führen, lassen sich hier nicht ausschließen, allerdings sollten diese Abweichungen vernachlässigbar gering sein. Je nach Probe schwankt die Masse der Ablagerungen. Auch das Erscheinungsbild kann dabei sehr variieren. In der nachfolgenden Abbildung 15 ist ein Bild von Ablagerungen nach der Destillation von Probe 2-V2 dargestellt. Das Bild in Abbildung 16 zeigt die gleiche Probe nach Entleeren des Kolbens. Größtenteils wirken die Ablagerungen wie Salzkristalle. In der Abbildung

17 ist ein Bild des Verdampferkolbens mit Ablagerungen und Konzentrat nach Beendigung der Destillationen der Probe 9-V1 dargestellt. Die Ablagerungen hier entsprechen nicht den salzartigen Ablagerungen wie bei Probe 2.



*Abbildung 15: Verdampferkolben mit Konzentrat und Ablagerungen, Pr. 2-2*



Abbildung 16: Verdampferkolben mit Ablagerungen des Konzentrats, Pr. 2-2



Abbildung 17: Verdampferkolben mit Ablagerungen und Konzentrat der Probe 9-V1

Im Balkendiagramm ist der Verlust der Probe 5-V1 am höchsten. Probe 5 ist eine Probe mit abweichender Destillatkurve des Versuchs 2. Versuch 3 liegt der Kurve von Versuch 1 sehr nahe, ist allerdings nach 180 min beendet worden; der Versuch 1 nach 195 min. Bei Betrachtung der Änderung der Destillatkurven (in Abbildung 18) fällt auf, dass der Versuch 1 einen ungleichmäßigen Verlauf hat. Die Änderung des Destillats stagniert, bevor bei Minute 165 einen Höhepunkt erreicht und schließlich stark fällt, bis das Abbruchkriterium 3 greift. Es ist unklar, wodurch dieses Verhalten ausgelöst worden ist. Denkbar ist, dass dadurch die längere Destillationszeit im Vergleich zu Versuch 3 entstanden ist und dadurch mehr Zeit zur Entstehung von Ablagerungen an der Verdampferkolbeninnenwand vorhanden war.

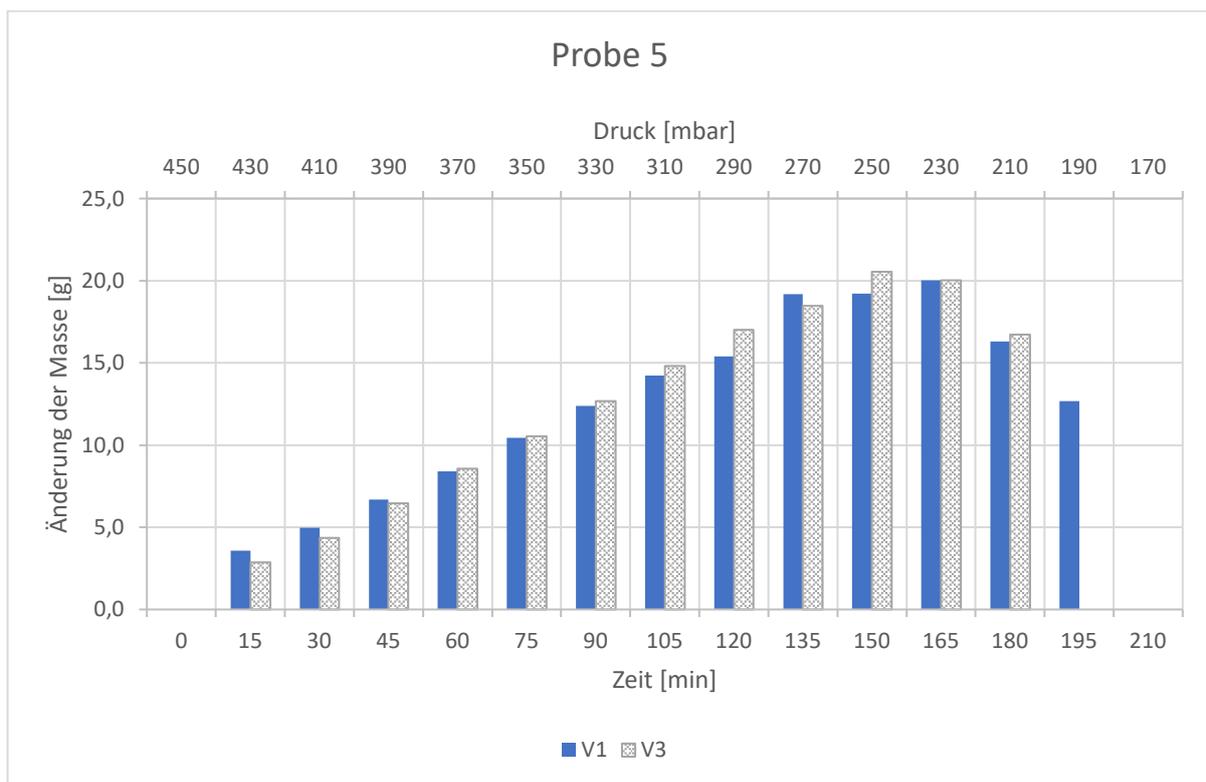


Abbildung 18: Diagramm Änderung der Destillatmassen im RV, Pr. 5

Die Ablagerungen sind zu unterschiedlichen Zeiten entstanden. Es lässt sich generell kein konkretes Muster erkennen, wann sich Ablagerungen bilden. Auffällig ist, dass der Zeitpunkt variieren kann. Dokumentiert sind Ablagerungen in einem Zeitraum von 15 min bis 165 min. Der Zeitpunkt ist vermutlich abhängig vom Material der Vorlage.

#### 5.2.4 Abbruchkriterien

Die in Kapitel 4.2.2 festgelegten Abbruchkriterien sind in der Durchführung zum Teil zum Tragen gekommen.

Das Abbruchkriterium 1 beendet eine Destillation, wenn das Destillat mehr als 180 g wiegt. Wie in Kapitel 5.2.3 festgestellt, ist das Erreichen von 180 g Destillat nicht eingetreten. Aufgrund der Beobachtung, dass sich bei allen Proben Feststoffe an der Verdampferkolbenwand abgelagert haben und diese eine Masse haben, wurde das Kriterium auf 160 g Destillatmasse angepasst. Die Destillatmassen der einzelnen Versuche bestätigen die Anpassung des ersten Abbruchkriteriums. Die meisten Destillatmassen liegen in einem Bereich von etwa 140 g bis 170 g.

In der nachfolgenden Tabelle 4 wird sichtbar, durch welche Kategorien welche Destillationen und nach welcher Zeit beendet wurden. Berücksichtigt werden alle Versuche, bei denen 200 g Vorlage zur Verfügung standen. Abweichungen sind nicht dargestellt und Drittversuche gekennzeichnet.

Tabelle 4: Abbruchkriterien im RV und Parameter zum Abbruchzeitpunkt

	Abbruchkriterium		Zeit bei Beenden [min]		Druck bei Beenden [mbar]	
	V1	V2	V1	V2	V1	V2
Probe 1	1; 3	1; 3	180	180	230	230
Probe 2*	1; 3	3	180	165	230	250
Probe 3	3	3	195	195	210	210
Probe 4	1; 3	3	210	195	190	210
Probe 5*	1; 3	3	195	180	210	230
Probe 6	1; 3	1	195	195	210	210
Probe 9	1; 3	3	195	195	210	210
Probe 10	1; 3	1; 3	210	210	190	190

\*bei den Proben 2 und 5 handelt es sich jeweils nicht um Versuch 2, sondern um Versuch 3

In der Tabelle 4 wird sichtbar, dass zu keinem Zeitpunkt das Abbruchkriterium 2 zum Tragen gekommen ist. Da sich bei jeder Destillation Ablagerungen gebildet haben, kann das Kriterium nicht greifen.

Auffällig ist hier auch, dass in neun von den 16 Versuchen, die Kriterien 1 und 3 die Destillation beendet haben. Zum Zeitpunkt der wiederholten Verminderung des Destillataustrags stieg gleichzeitig die Destillatmasse über 160 g. Die ausgeprägte Bildung von Ablagerungen steht scheinbar im Zusammenhang mit sinkendem Destillataustrag.

Alle Destillationen verliefen innerhalb eines Zeitrahmens von 165 min bis 210 min. Dabei beträgt der Absolutdruck zum Ende der Destillationen zwischen 250 mbar und 190 mbar. Es lässt sich kein Zusammenhang zwischen dem Abbruchkriterium und der Zeit bzw. dem Druck erkennen. Das lässt die Vermutung zu, dass das Beenden der Konzentrierungsphase materialabhängig ist und es sich keine generelle Aussage zu einem Zusammenhang treffen lässt.

### 5.3 Datenauswertung Eindampfanlage

Aus der EDA stehen Daten zu den einzelnen Proben zur Verfügung. Es liegen die Daten zum Druckverlauf, dem Volumenstrom des Destillats und der Temperatur von Medium, Kompressor und Dampf vor. Dabei haben die jeweiligen Messeinrichtungen zu jeder Minute einen Wert aufgenommen. Alle Einzeldaten sind im digitalen Anhang hinterlegt. In diesem Kapitel werden exemplarisch Daten ausgewertet.

#### 5.3.1 Typischer Verlauf

##### Druck

In der nachfolgenden Abbildung 19 ist ein Diagramm mit einem typischen Druckverlauf eines Zyklus der EDA dargestellt. In diesem Fall handelt es sich um den Zyklus der Probe 6.

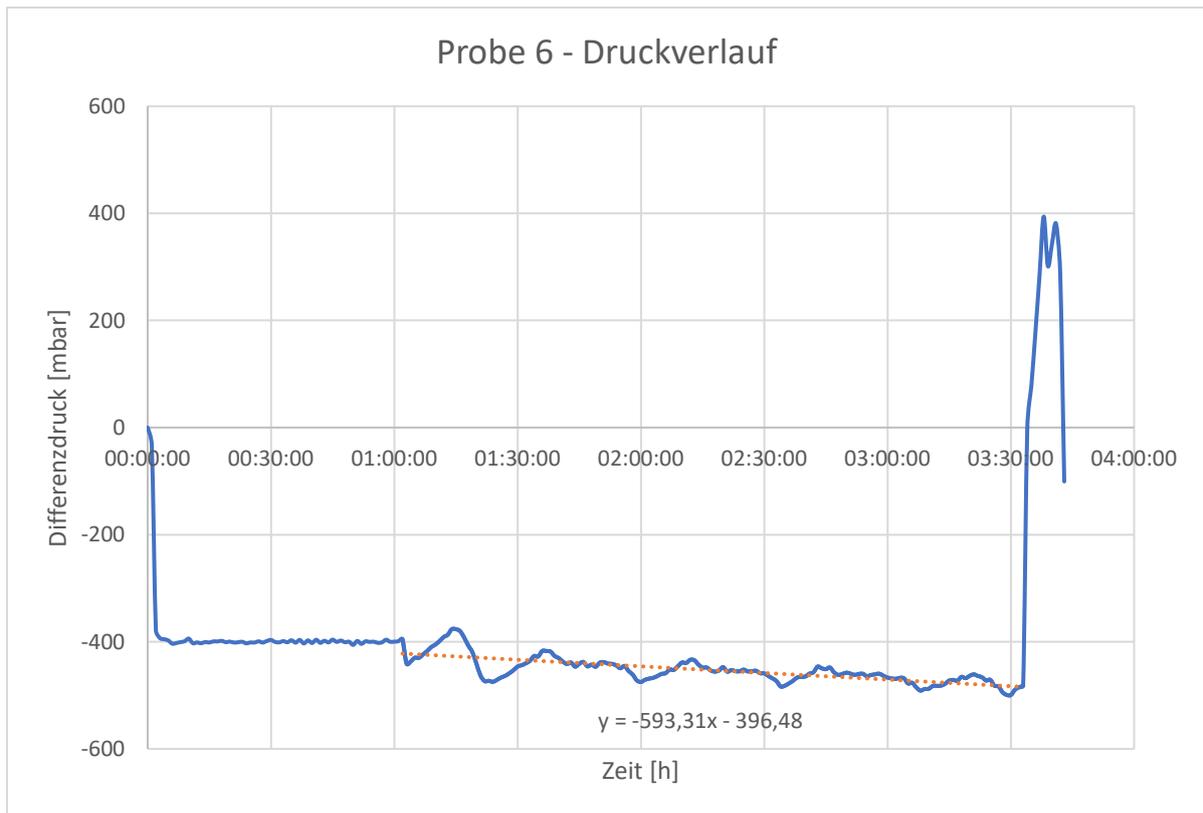


Abbildung 19: Diagramm Druckverlauf der Probe 6, EDA

In dem Diagramm ist der Differenzdruck über die Zeit dargestellt. Anhand des Verlaufs können die einzelnen Phasen abgeschätzt werden. Zum Zeitpunkt null ist der Druck atmosphärisch. Der Zyklus wird gestartet und in der ersten Phase wird ein Unterdruck erzeugt, um die Vorlage in die Anlage zu saugen. Im Übergang zur zweiten Phase wird der Unterdruck von der Anlage gehalten. Die Druckkurve lässt den Übergang zwischen der ersten und zweiten Phase nicht erkennen. Nach Betriebserfahrung beginnt die zweite Phase etwa innerhalb der ersten zehn Minuten. Der Beginn der dritten Phase ist nach etwa einer Stunde sichtbar. Hier steigt der Absolutdruck kurzzeitig an, der Unterdruck nimmt ab. Anschließend wird der Absolutdruck wieder tiefer. Dieser Verlauf ist charakteristisch für den Übergang der Phasen. Hier entsteht das erste Destillat, welches an der Außenseite der Rohre kondensiert. Gleichzeitig fehlt nicht genügend Material im RBW, um neue kühlere Vorlage nachzuziehen. Infolgedessen erwärmt sich die Vorlage in den Rohren, wodurch der Druck steigt. Da dieser Vorgang im Unterdruck stattfindet, bedeutet das, dass der Differenzdruck sinkt. Im Anschluss daran ist erkennbar, wenn der Absolutdruck wieder sinkt, dass neue, kühlere Vorlage nachgezogen wird.

Mit zunehmender Zeit senkt sich der Druck in der Destillationsphase ab. Das lässt sich an der Trendlinie durch den negativen Anstieg erkennen. Der Druck muss in der EDA durch die

Aufkonzentrierung, wie in Kapitel 3.3.1 erläutert, immer weiter abgesenkt werden, um an den Siedepunkt angepasst zu sein.

Nach Beenden der Phase stellt sich erst atmosphärischer Druck ein und anschließend wird die letzte Phase, die des Konzentrataustrags, begonnen. Dafür wird mit Druckluft ein Überdruck erzeugt und das Konzentrat aus dem Sumpf des RBW aus der Anlage gefördert. Wie im Diagramm zu sehen ist, steigt der Druck dabei auf 400 mbar Überdruck. Dann öffnet sich eine Klappe am Sumpf des RBW und das Konzentrat wird aus der Anlage getragen. Wenn der Druck dabei 300 mbar erreicht, schließt sich die Klappe kurzzeitig und der Druck wird erneut auf 400 mbar erhöht und der Rest des Konzentrats wird aus der Anlage gedrückt. Danach endet der Zyklus mit Erreichen des atmosphärischen Drucks.

### Destillatstrom

In der nachfolgenden Abbildung 20 ist das Diagramm des Destillatstroms der Probe 6 dargestellt. Für die eindeutigere Einordnung der Phasen ist der Druckverlauf ebenfalls dargestellt.

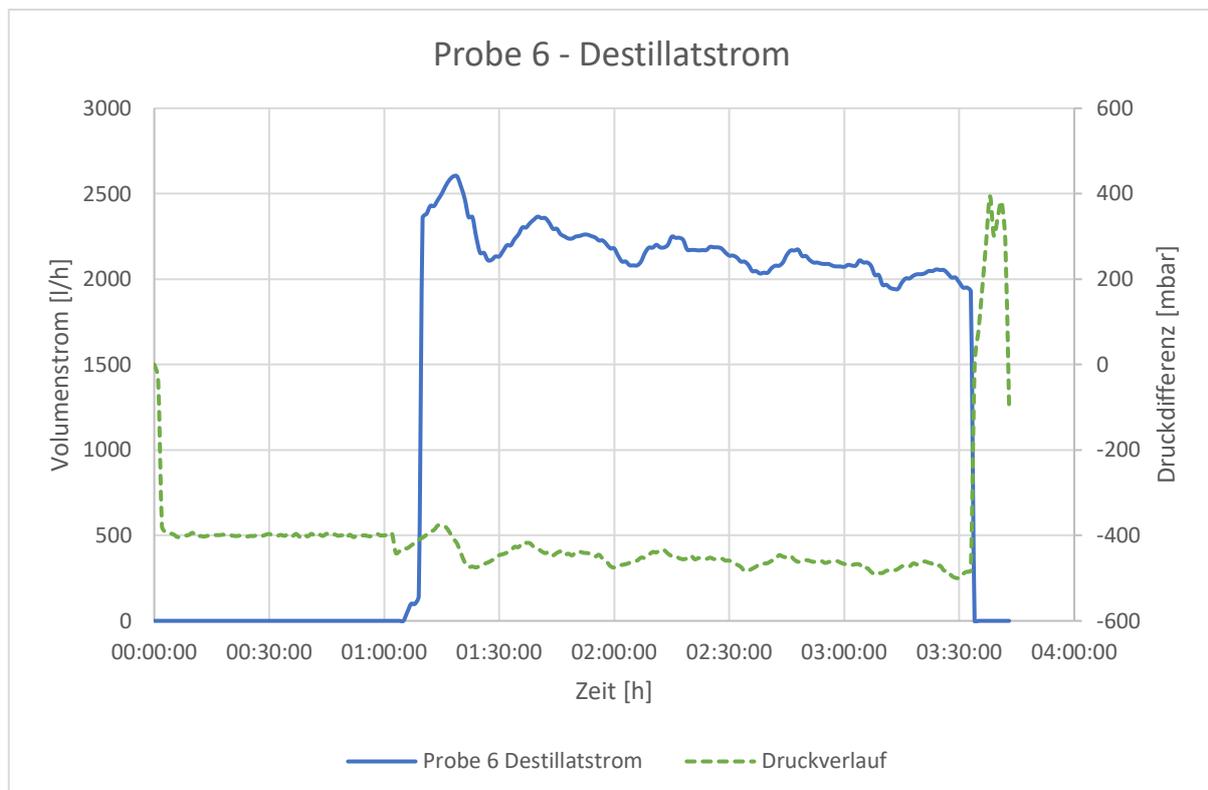


Abbildung 20: Diagramm Destillatstrom/Druckverlauf Probe 6, EDA

In dem Diagramm ist der Volumenstrom des Destillats, der Destillatstrom, über die Zeit dargestellt. Auf der sekundären y-Achse ist der Differenzdruck angezeichnet. Es ist sichtbar, dass während der ersten und zweiten Phase kein Destillat aus der Anlage gefördert wird. Das liegt daran, dass während dieser Phasen keines entsteht. Ein erster Anstieg der Destillatstromkurve wird bei 1:05 h sichtbar. Hier zeigt sich, dass das erste Destillat nicht gleichzeitig mit Beginn der dritten Phase anfällt. Nach etwa zwei bis drei Minuten steigt die Kurve des Destillatstroms. Diese Zeitverschiebung lässt sich damit erklären, dass es ein paar Minuten dauert, bis das erste entstandene Destillat in die Destillatbehälter gefördert wird.

Der lokale Peak vor dem starken Anstieg lässt sich auf die Methode der Destillatstrommessung zurückführen. Der Volumenstrom der Anlage wird nicht direkt gemessen, sondern über die Entleerungen der Destillatbehälter berechnet. Die Berechnung setzt sich aus den letzten drei Entleerungen der Destillatbehälter und der Zeit zwischen den Entleerungen zusammen. Zu Beginn der Konzentrierungsphase liegt kein Destillat vor. Nach der ersten Entleerung wird der Destillatstrom aus den letzten drei Entleerungen (von denen nur eine real nicht null ist) der Volumenstrom ermittelt. Das bedeutet, die Daten des Destillatstroms werden erst realistisch, wenn die dritte Entleerung abgelaufen ist. Dieser Peak ist bei einigen Kurven aus der EDA zu sehen.

Während der dritten Phase wird sichtbar, dass sich die Kurve des Destillatstroms mit einem zeitlichen Verzug von 2 bis 3 min ähnlich verhält wie die Kurve des Drucks. Sinkt der Druck, sinkt der Destillataustrag und umgekehrt. Zu Beginn der Destillation entsteht Dampf, wodurch der Druck steigt. Dann zieht die Anlage neue Vorlage nach, da durch den Phasenwechsel der Füllstand sinkt. Durch die neue Vorlage muss der Druck abgesenkt werden, um weiter Destillat zu fördern. Zum einen, weil die Temperatur der Vorlage sinkt und die Anlage mehr Energie aufwenden muss, damit der Destillatstrom aufrechterhalten wird. Zum anderen, weil sich der Siedepunkt durch die Aufkonzentration verschiebt und der Druck daran angepasst werden muss.

Dass sich die Kurve während der gesamten Destillation stark wellenförmig verhält, ist vermutlich auf die Zusammensetzung zurückzuführen. Das Material der Probe 6 ist nach der Destillation vergleichsweise stark mit TOC belastet (siehe Tabelle 4). Das lässt den Schluss zu, dass flüchtige Kohlenwasserstoffverbindungen zusammen mit dem Wasser ebenfalls destilliert werden. Das führt zu einer Verstärkung der grundsätzlichen Schwankung der Kurve und damit möglicherweise zu dieser Wellenform. Andere Proben zeigen weniger ausgeprägtes wellenförmiges Verhalten.

## Temperaturverläufe

In der nachfolgenden Abbildung 21: Diagramm Temperaturverlauf Medium Probe 6, EDAAbbildung 21 ist ein Diagramm mit dem Temperaturverlauf des Mediums und in der Abbildung 22 die Temperaturverläufe des Kompressors und des Dampfes über den gesamten Zyklus der Probe 6 dargestellt. Grundsätzlich lässt sich über alle Temperaturmessungen sagen, dass sie unscharf sind und es zu Abweichungen von der Realität kommt.

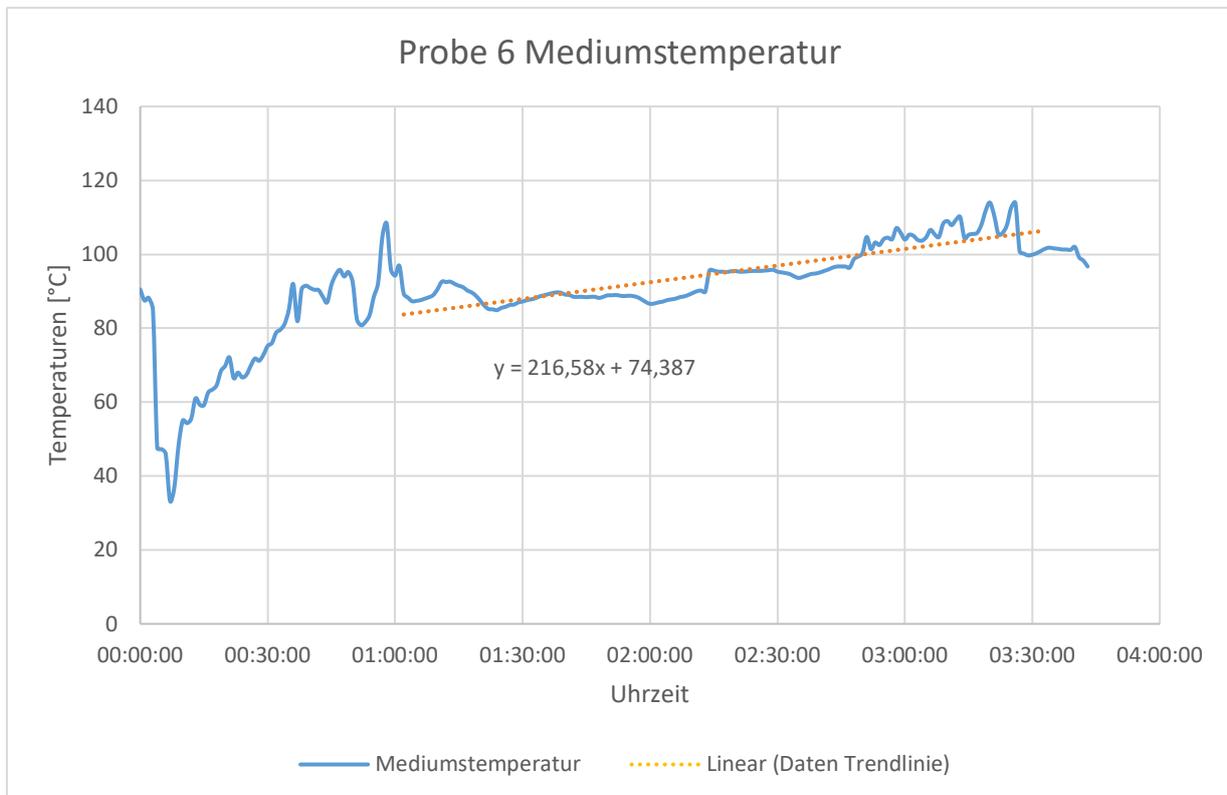


Abbildung 21: Diagramm Temperaturverlauf Medium Probe 6, EDA

Die Temperatur des Mediums liegt zu Beginn bei etwa 90 °C und sinkt innerhalb der ersten 10 min auf unter 40 °C ab. Grund dafür ist, dass die Temperatur des Mediums im Sumpf des RBW gemessen wird. Wenn direkt nach einem Zyklus ein weiterer Zyklus gefahren wird, ist die Anlage noch warm. Mit Füllen der Anlage in der ersten Phase kühlt sich der RBW ab und die Vorlage wird zusätzlich vorgewärmt. Der Temperatursensor misst ab der zweiten Phase realistisch die Temperatur des Mediums. Mit Beginn der zweiten Phase erwärmt sich das Medium auf Destillationstemperatur. Diese ist nach etwa einer Stunde erreicht und die dritte Phase beginnt. Der Peak auf etwa 110 °C ist vermutlich ein Ausreißer, der nicht repräsentativ für die Mediumstemperatur ist. Mit Zunahme des Drucks in den folgenden Minuten steigt auch die Temperatur im RBW. Anschließend zieht die Anlage kühlere Vorlage nach und die

Temperatur des Mediums sinkt wieder. Über die Zeit der dritten Phase steigt die Temperatur an, wie anhand des positiven Anstiegs der Trendlinie erkennbar ist. Im Laufe der Zeit steigt der Siedepunkt durch die Aufkonzentrierung, was zum Anstieg der Temperatur über den gesamten Destillationsverlauf bedeutet. Des Weiteren wird bei Auswertung der Temperaturverläufe deutlich, dass Vorlagen, die sich schlecht destillieren lassen, durch den von vornherein hohen Schadstoffanteil, bei höherer Temperatur destilliert werden als Vorlagen mit hohem Wasseranteil.

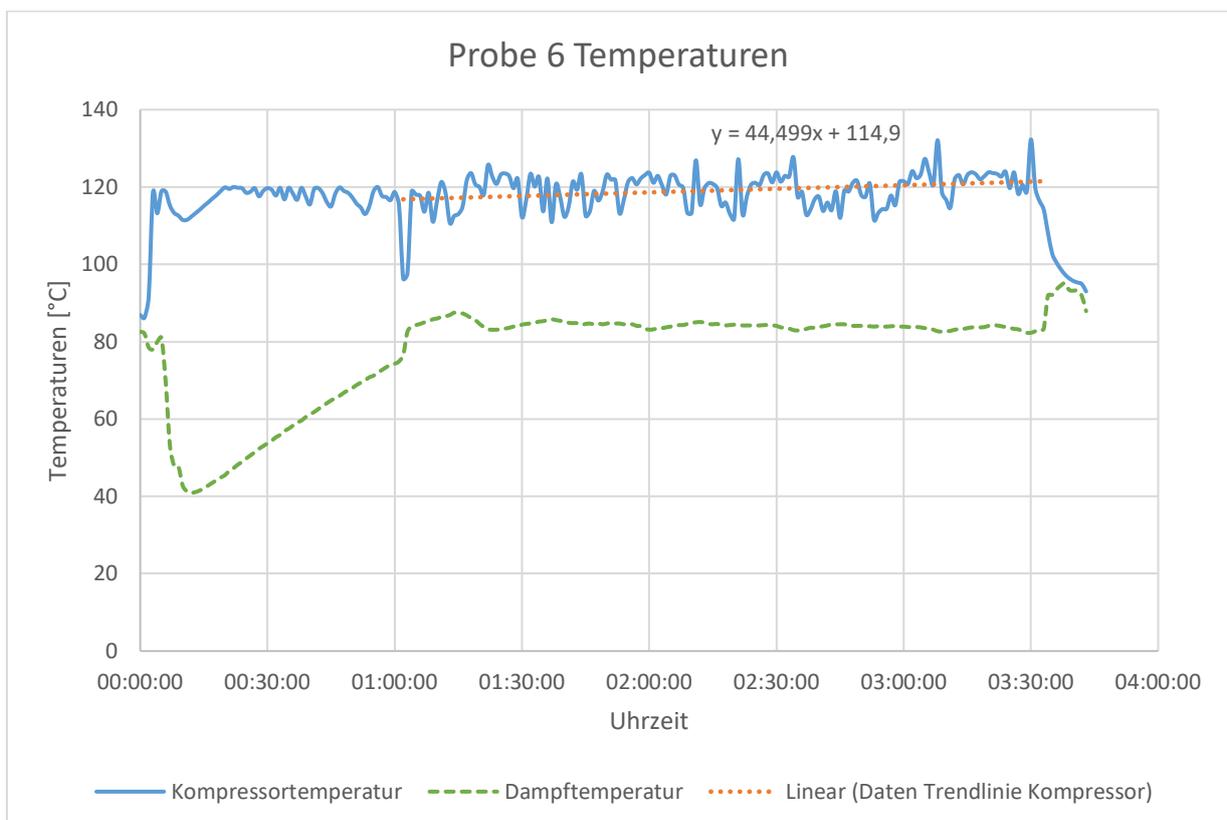


Abbildung 22: Diagramm Temperaturverläufe Kompressor und Dampf der Pr. 6, EDA

Das Diagramm zeigt die Kurve der Kompressor- und Dampf-temperatur. Die Kompressor-temperatur steigt am Anfang an und schwankt zwischen einer Temperatur von 110 °C bis 120 °C. Der Kompressor arbeitet während der ersten beiden Zyklen. Zu Beginn der Destillation sinkt die Temperatur ab und steigt anschließend wieder an. Hier durchläuft das erste Destillat den Kompressor und kühlt diesen ab. Dieser Effekt tritt im Laufe der Destillation in abgeschwächter Form immer wieder auf. Zusätzlich wird der Kompressor durch Einspritzen flüssigen Destillats in den Dampfstrom gekühlt. Tendenziell ist eine leichte Zunahme der Temperatur des Kompressors, an dem positiven Anstieg des Graphen, erkennbar. Am Ende

der Destillationsphase schaltet sich der Kompressor ab, dementsprechend sinkt die Temperatur.

Die Dampftemperatur ist zu Beginn, innerhalb der ersten und zweiten Phase, noch nicht aussagekräftig. Es liegt kein Destillatdampf vor, also wird die Temperatur im Kopf des RBW gemessen. Mit Beginn der Destillationsphase wird die Temperatur des Dampfes protokolliert. Hier wird sichtbar, dass die Temperatur des Dampfes um 84 °C liegt. Das erklärt sich dadurch, dass der Siedepunkt, je nach Vorlage, in diesem Bereich liegt und der Dampf zum Phasenübergang Siedetemperatur hat. In der vierten Phase steigt die Temperatur kurzzeitig an, da es einen Druckanstieg gibt. Mit Einstellen des atmosphärischen Drucks sinkt auch die Temperatur.

### 5.3.2 Störungen und abweichende Zyklen

#### Schaumbildung

Eine häufig auftretende Abweichung vom typischen Verlauf eines Zyklus der EDA ist die Schaumbildung. Das Auftreten von Schaumbildung ist materialabhängig. Ein Sensor im RBW registriert den Schaum und kann eine automatisierte Dosierung von Entschäumungsmittel und einen kurzzeitigen Druckanstieg auslösen.

Schaumbildung lässt sich an dem Verlauf des Drucks während einer Destillation erkennen. In der nachfolgenden Abbildung 23 ist der Druckverlauf der Probe 9 dargestellt.

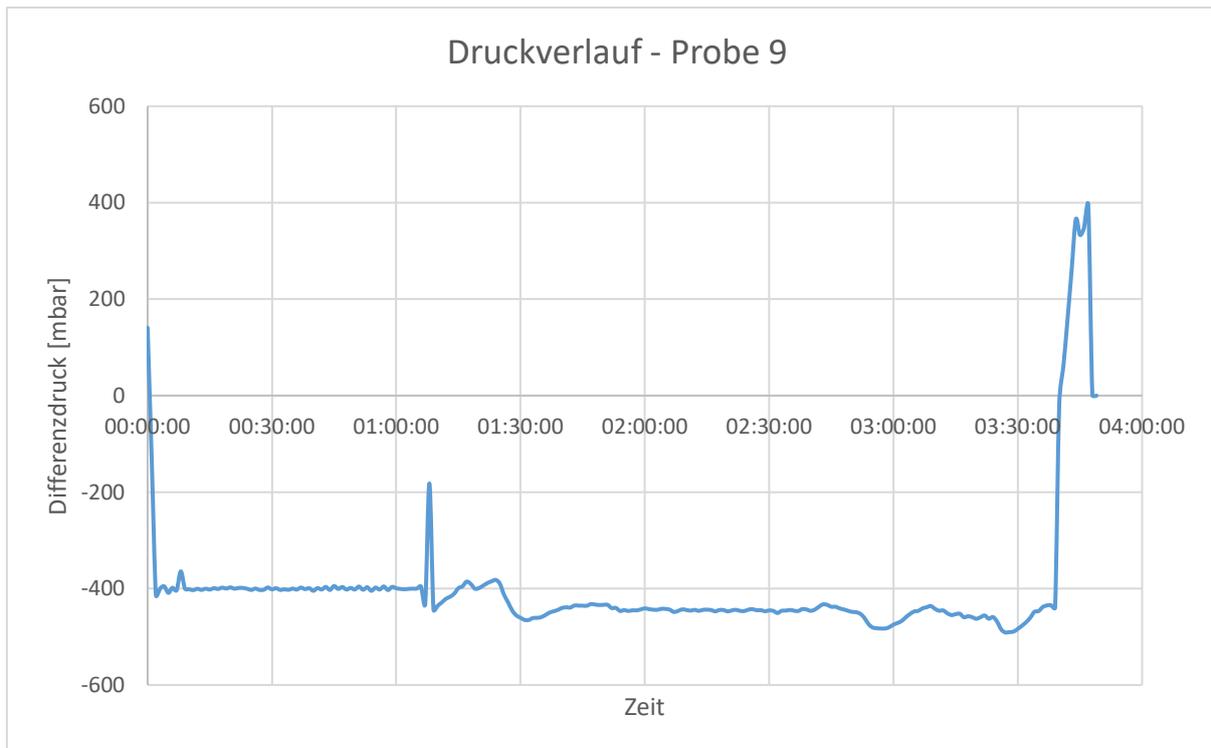


Abbildung 23: Diagramm Druckverlauf Probe 9, EDA

Die dritte Phase beginnt nach 1:06 h. Ein bis zwei Minuten nach Beginn bildet sich Schaum im RBW. Die Schaumbildung findet erfahrungsgemäß meist zu Beginn der dritten Phase statt, da dort das erste Mal in größerem Maße Dampf entsteht. Das Entschäumungsmittel wird dosiert und die Anlage regelt den Druck für eine kurze Zeit auf etwa 180 mbar Unterdruck. Durch den verringerten Unterdruck wirkt auf die Blasen des Schaums ein Überdruck, wodurch sie platzen. Das zudosierte Entschäumungsmittel verhindert zu dem, dass sich während der weiteren Destillation Schaum bildet. Anschließend wird der Druck in der EDA verringert und die Destillation läuft weiter wie geplant.

### Störungen des Ablaufs

Störungsfälle können während des gesamten Zyklus auftreten. In der nachfolgenden Abbildung 24 ist der Druckverlauf der Probe 5 dargestellt.

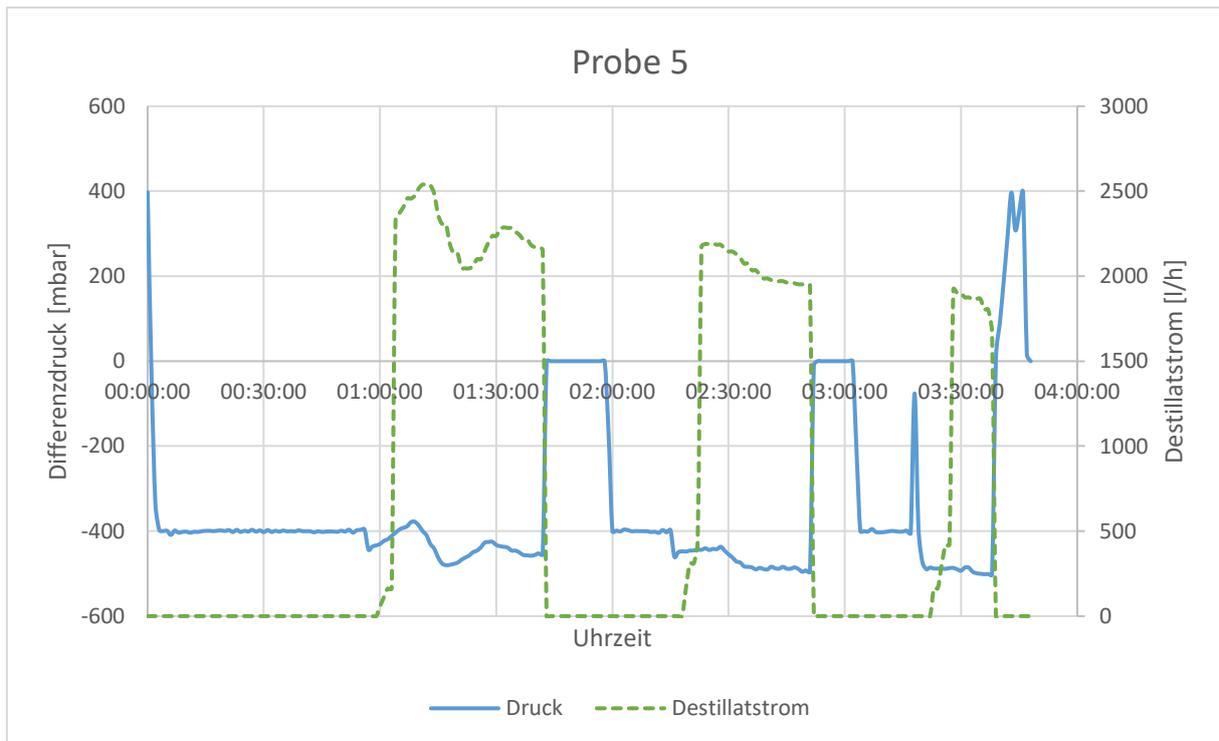


Abbildung 24: Diagramm Druckverlauf und Destillatstrom Probe 5, EDA

Wie in dem Diagramm erkennbar ist, verhält sich der Druck nicht wie vorgesehen. Zweimal tritt eine Störung auf, in deren Folge der Druck auf atmosphärisches Level steigt. Die Fehlermeldung zum Zeitpunkt 1:42 h gibt zwei Störungen zu Protokoll: zum einen, dass die Füllstandsanzeigen im Destillatbehälter 1 widersprüchlich sind und zum anderen die Meldung, dass die maximale Füllhöhe des Destillatbehälters 1 überschritten wurde. Die gleichen Fehlermeldungen liegen auch für den Zeitpunkt 1:54 h vor. Als Konsequenz dieser Fehlermeldung stellt die Anlage atmosphärischen Druck her. Das hat zur Folge, dass kein weiteres Destillat anfällt. Das Anlagenpersonal sucht nach der Problemquelle, beispielsweise ein nicht geöffneter Hahn zum Tanklager, behebt das Problem und führt anschließend ein Alarmreset durch, wodurch die Anlage anschließend weiterarbeitet. Die EDA geht wieder in die zweite Phase über und erwärmt die Vorlage bei 400 mbar Unterdruck. Nach 2:15 h wird die dritte Phase erreicht und die Anlage destilliert bei dem Druck vor der Störung weiter. Das bestätigt der Graph des Destillatstroms, welcher einen Anstieg ab 2:18 h zeigt.

Die zweite Störung tritt nach 2:51 h mit der Fehlermeldung „Verdampfer: kurzer Zyklus“ auf. Die gleiche Fehlermeldung wiederholt sich bei 3:02 h. Diese Fehlermeldung tritt auf, wenn die Anlage die Destillation unter 90 min Zykluszeit beenden muss. Es ist möglich, dass ein Füllstandssensor im Destillatbehälter nicht korrekt funktioniert hat und deswegen mehr frische Vorlage in den RBW gezogen wurde als üblich. Das hat zur Folge, dass die Temperatur sinkt und die Anlage den Druck herunterregeln muss, damit die Destillation weiterläuft. Dabei

kann es zur Unterschreitung von 500 mbar Absolutdruck gekommen sein, was eine Beendigung der Destillationsphase nach sich zieht. Infolgedessen meldet die Anlage die Fehlermeldung „kurzer Zyklus“, da die Destillationsphase ein bestimmtes Zeitintervall unterschritten hat. Nach Alarmreset der Störungsmeldung durch das Anlagenpersonal beginnt erneut die zweite Phase, was der Destillatstrom wieder bestätigt. Am Ende der Aufwärmphase tritt Schaumbildung auf. Nach erfolgter Reaktion auf die Störung wird die Destillation auf dem Niveau vor der Störung fortgesetzt, bevor sie beendet wird.

## 5.4 Datenvergleich Eindampfanlage und Rotationsverdampfer

### 5.4.1 Wärmeübertragungen

Die Wärmeübertragung während der Destillation ist die Triebkraft des gesamten Prozesses. Wie in Kapitel 2.1 beschrieben, ist der Wärmeübergang in diesen Fällen der Wärmedurchgang. Diesen für die beiden Anlagen zu beschreiben, gibt einen Überblick über die Wärmetransportprozessen.

Die übertragene Wärme kann mit der angegebenen Formel (2.3) in diesen beiden Fällen nicht errechnet werden. Einerseits handelt es sich bei dieser Formel um den Wärmedurchgang für eine plane Wand. Zum anderen ist es schwierig die einzelnen Variablen der Formel zu bestimmen.

#### Eindampfanlage

Die nachfolgende Formel (5.1) ist eine an Rohre angepasste Formel zur Berechnung eines Wärmedurchgangs.

$$\dot{Q}_{Rohr} = k_{Rohr} * \pi * l * \Delta T_{ln} \quad (5.1)$$

Es ergeben sich unterschiedliche Schwierigkeiten bei der Anwendung dieser Formel für die EDA. Für die Berechnung müssen die Temperaturen im Mantelraum und in den Rohren bekannt sein. Für die EDA ist die Ermittlung der Temperatur im Mantelraum nicht möglich, da diese des komprimierten Dampfes nach dem Verdichter nicht gemessen wird. Die Temperatur in den Rohren ist ebenfalls nicht ausreichend genau bestimmbar. Die Mediumstemperatur ist bekannt und wird am Übergang des Einlaufs des Abscheiders in den Sumpf des RBW gemessen. Da sich durch die Höhe des RBW ein Temperaturgradient ausbildet, kann nicht

davon ausgegangen werden, dass diese Temperatur repräsentativ ist. Was zusätzlich zur Folge hätte, dass abschnittsweise entlang der Höhe der Rohre gerechnet werden müsste. Außerdem sind die Temperaturkurven, die vorliegen, zu unscharf und zu fehlerbehaftet. Des Weiteren kommt dazu, dass der Wärmeübergang mit dieser Formel nur bei stabilen Phasen angewendet werden kann. Da hier auf beiden Seiten des Rohrs ein Phasenwechsel stattfindet, ist die Anwendung der Formel ebenfalls nicht möglich. Zudem wird der Destillatstrom seitlich in den Mantel eingeführt, was zur Folge hat, dass der Wärmedurchgang nicht überall im RBW gleichmäßig ist.

Theoretisch kann der Wärmedurchgangskoeffizient mit Hilfe der nachfolgenden Formel (5.2) berechnet werden.

$$k_{Rohr} = \frac{1}{\frac{1}{d_{in}\alpha_{in}} + \frac{1}{2} * \frac{1}{\lambda} * \ln\left(\frac{d_a}{d_{in}}\right) + \frac{1}{d_a\alpha_a}} \quad (5.2)$$

Dieser Ansatz würde einen ungefähren Einblick in den Wärmedurchgang geben. Allerdings sind auch hier die Gegebenheiten der Formel unbrauchbar. Die Durchmesser und die Wärmeleitfähigkeit sind ermittelbar, allerdings müssten die Wärmeübertragungskoeffizienten mit Hilfe von empirischen Ansätzen geschätzt werden, da es für die spezielle Zusammensetzung der Vorlage keine Stoffwerte existieren.

Der Wärmedurchgang für die EDA ist mit den gegebenen Daten nicht bestimmbar. Der VDI-Wärmeatlas<sup>22</sup> gibt für unterschiedliche Wärmeübertrager überschlägige Wärmedurchgangskoeffizienten an. Für den Fall eines RBW mit Flüssigkeit auf der Innenseite und Heißdampf auf der Außenseite der Rohre gibt die Literatur einen Wärmedurchgangskoeffizienten von  $300 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$  bis  $1.200 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$  an. Für den Fall eines Verdampfers mit natürlichem Umlauf und dünnen Flüssigkeiten wird ein Wärmedurchgangskoeffizient von  $600 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$  bis  $1.700 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$  angegeben.

### Rotationsverdampfer

Für den Rotationsverdampfer ergeben sich ähnliche Probleme in der Berechnung wie bei der EDA. In den nachfolgenden Formeln (5.3) und (5.4) sind die Formeln des Wärmedurchgangs und des zugehörigen Wärmedurchgangskoeffizient für eine Kugel angegeben.

<sup>22</sup> Springer-Verlag GmbH 2013, S. 85

$$\dot{Q}_{Kugel} = k_{Kugel} * \pi * \Delta T_{ln} \quad (5.3)$$

$$k_{Kugel} = \frac{1}{\frac{1}{d_{in}^2 \alpha_{in}} + \frac{1}{2} * \frac{1}{\lambda} * \left( \frac{1}{d_{in}} - \frac{1}{d_a} \right) + \frac{1}{d_a^2 \alpha_a}} \quad (5.4)$$

Hier können die Temperaturen ebenfalls nicht eindeutig bestimmt werden. Die Temperatur für das Heizbad lässt sich eindeutig bis auf eine Kommastelle bestimmen. Allerdings kann die Temperatur im Verdampferkolben nur geschätzt werden. Der Rückschluss durch das Sieden lässt sich nur grob ziehen. Außerdem muss zusätzlich berücksichtigt werden, dass der Kolben keine ideale Kugel ist und nur zum Teil in das Ölbad getaucht wird. Ferner dreht sich der Kolben, was einen Einfluss auf die Wärmeübergangskoeffizienten hat. Dadurch ist es nicht möglich, die Wärmedurchgangskoeffizienten ohne empirische Mittel zu bestimmen.

Auch hier lässt sich die Menge der übertragenen Wärme und der Wärmedurchgangskoeffizient nicht bestimmen.

Aus den Betrachtungen lässt sich schlussfolgern, dass ein Vergleich der Wärmedurchgänge in diesem Rahmen zwischen den beiden Anlagen nicht möglich ist. Es lässt sich dennoch eine Aussage zur Effizienz der Wärmeübertragung treffen. Wird das Verhältnis zwischen dem erwärmten Volumen und der Fläche, die zur Wärmeübertragung vorhanden ist, betrachtet, lässt sich feststellen, dass die EDA einen besseren Wärmedurchgang haben muss. In der EDA steht zur Erwärmung von 1 ml eine Fläche von etwa 2,7 cm<sup>2</sup> zur Verfügung (Berechnungsgrundlage: 1 m lange Rohre; 16 mm Innendurchmesser; 17 mm Außendurchmesser). Im RV ist eine Fläche von etwa 0,9 cm<sup>2</sup> für die Wärmeübertragung vorhanden (Annahme: 14 cm Außendurchmesser; 30 % der Kugel tauchen ins Ölbad). Da bei den Wärmeübertragungen die Fläche immer eine entscheidende Rolle spielt, ist der Wärmedurchgang in der EDA mit dem größeren Flächen-Volumen-Verhältnis vorteilhafter für die Wärmeübertragung als im RV. Dazu kommt, dass die Phasenübergänge, wie sie in der EDA auf beiden Seiten stattfinden, sehr energiereich sind; Wasser hat eine spezifische Kondensationsenthalpie<sup>23</sup> von 2.256 kJ\*kg<sup>-1</sup>, welche zur Verdampfung des Destillats in den Rohren genutzt wird. Das entspricht bei 5.000 kg entstandenem Destillat einer Leistung von 3.133 kWh. Hier wird deutlich, wie viel Energie während der Destillation übertragen wird.

---

<sup>23</sup> Formelsammlung 2014, S. 78

#### 5.4.2 Druckunterschiede

Die EDA destilliert bei einem Druck um etwa 600 mbar Absolutdruck. Im RV beginnt die Destillation ab 450 mbar Absolutdruck und sinkt über die Destillation weiter ab. Beide Anlagen destillieren bei etwa 85 °C. Hier liegt ein Unterschied vor.

Um weniger Wärmeenergie bereitstellen zu müssen und für die Siedepunkterniedrigung wird Unterdruck erzeugt, da die Siedetemperatur bei abnehmendem Druck sinkt<sup>24</sup>. Bei gleichen Drücken würde in der Laboranlage nur wenig bis kein Destillat anfallen. Das liegt an der Bau- und Funktionsweise der EDA. In der Konzentrierungsphase wird die Vorlage in den RBW gesogen. Dabei gibt es eine Querschnittsverkleinerung vom Sumpf auf die einzelnen Rohre. Nach der Kontinuitätsgleichung<sup>25</sup> (Formel (5.5)) hat das zur Folge, dass die Strömungsgeschwindigkeit der Vorlage in den Rohren steigt.

$$A_1 * v_1 = A_2 * v_2 = konst. \quad (5.5)$$

Hier greift die Bernoulli'sche Gleichung<sup>26</sup> (Formel (5.6)) für nicht horizontale Strömungen. Diese besagt, dass der statische Druck einer Flüssigkeit und der dynamische Druck der Flüssigkeit in Summe immer konstant ist. Vergrößert sich der dynamische Druck, muss sich im gleichen Zuge der statische Druck verändern.

$$p_1 + \rho gh_1 + \frac{\rho}{2} v_1^2 = p_2 + \rho gh_2 + \frac{\rho}{2} v_2^2 \quad (5.6)$$

Für die Vorlage bedeutet die Geschwindigkeitsvergrößerung, ein steigender dynamischer Druck. Mit Zunahme der Höhe steigt ebenfalls der geodätische Druck. Das hat zur Folge, dass der statische Druck sinken muss. Der statische Druck ist in den Rohren des RBW kleiner als der vom Verdichter erzeugte Druck im Rest der Anlage, was das Sieden begünstigt. Damit kann unter den gleichen Bedingungen im RV kein oder weniger Leichtsieder in die Gasphase übergehen.

---

<sup>24</sup> vgl. Dehli 2021, S. 54

<sup>25</sup> Böge und Böge 2021, S. 469

<sup>26</sup> Böge und Böge 2021, S. 471

### 5.4.3 Betriebsparameter

Das Verhalten der Betriebsparameter soll Aufschluss darüber geben, ob sich die Vorlage im Rotationsverdampfer ähnlich verhält wie in der Eindampfanlage, um bei einem Zusammenhang die Anlage besser nutzen zu können. Dabei wird auf die Temperatur, den Druck und den Destillatstrom eingegangen.

#### Temperatur

Die Temperatur kann nicht verglichen werden. Zum einen sind die Temperaturen aus der EDA grundsätzlich zu unscharf, um aussagekräftig genug zu sein. Zum anderen ist die Temperatur während der Destillation im RV nahezu stabil und wird auch nicht gemessen. Es können keine Aussagen zur Temperatur getroffen werden.

#### Druck

Bei Vergleich des Drucks fällt auf, dass der Destillatstrom im RV mit zunehmender Zeit und abnehmendem Absolutdruck, steigt, bis die Vorlage zu aufkonzentriert ist. In der EDA ist das Verhalten umgekehrt. Hier entsteht zu Beginn der Konzentrierungsphase am meisten Destillat. Der Destillatstrom nimmt mit zunehmender Zeit und abnehmendem Druck ab. Das ist auf das Druckverhalten zurückzuführen. Im RV wird der Druck linear abgesenkt und ist nicht materialabhängig. Dabei wird der Siedepunkt der Vorlage mit abnehmendem Absolutdruck immer weiter unterschritten, was zu einem Anstieg des Destillatstroms führt. In der EDA wird der Druck nicht so weit unter den Siedepunkt abgesenkt, sondern an die Vorlage angepasst. Die Betriebsparameter Druck und Temperatur sind im Vergleich zum RV konstant dichter an den Siedepunkt angepasst. Damit würde bei einem vollständig kontinuierlichen Betrieb in der EDA ein konstanter Destillatstrom erzeugt werden. Da das Konzentrat während der Konzentrierungsphase nicht abgelassen, sondern gesammelt wird, führt das zu einem mit der Zeit wachsenden Konzentratanteil in der Vorlage im RBW. Dadurch kommt es zu einer Abnahme des Destillatstroms in der Konzentrierungsphase, weil der Destillatanteil in der Vorlage sinkt.

Der Druck in den beiden Anlagen hat in diesem Fall keinen Zusammenhang. Zur Auswertung wird der Anstieg jeder Druckkurve in der EDA ermittelt. Dafür werden Peaks durch Schäumen entfernt. Der Anstieg der linearen Kurve sagt aus, wie stark der Druck während der Destillation abgesenkt wurde. Falls ein Zusammenhang besteht, sollten die Punkte in einem Diagramm so zueinander liegen, dass sich ein Muster erkennen lässt. In der nachfolgenden Abbildung 25 ist dieses Diagramm dargestellt.

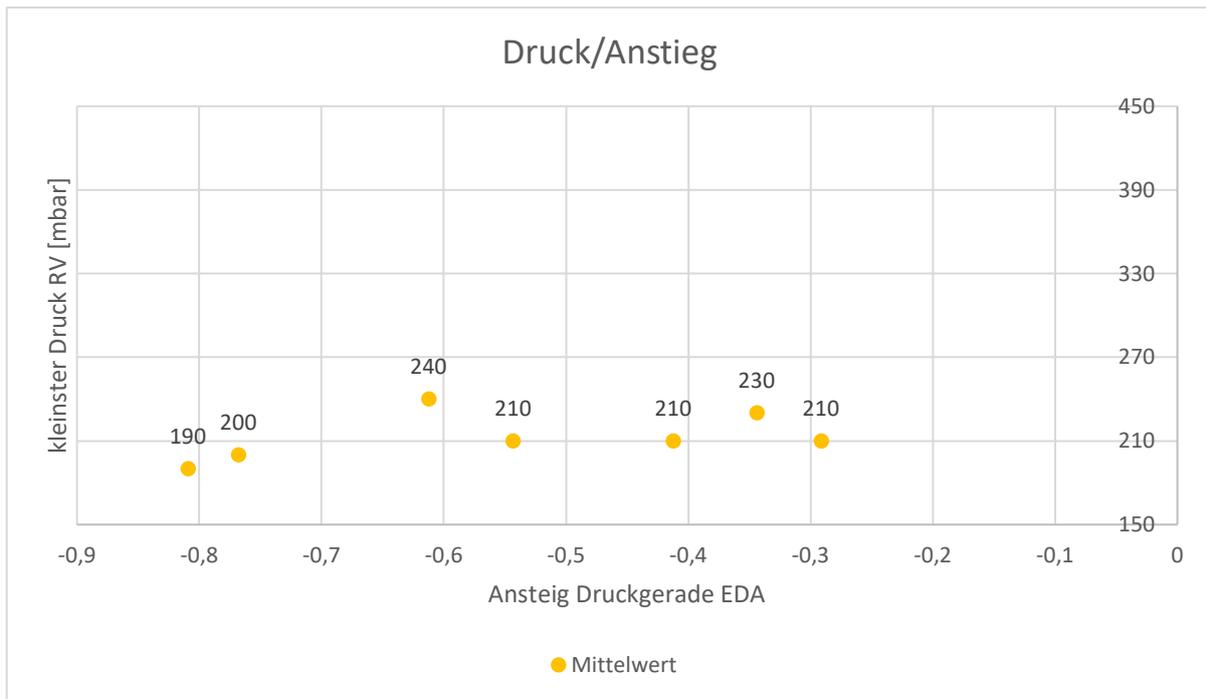


Abbildung 25: Diagramm Druckanstieg EDA und Druck RV

In dem Diagramm sind die Proben in der Reihenfolge 10, 4, 2, 3, 6, 1 und 9 (von links nach rechts) dargestellt. Probe 5, 7 und 8 wurde nicht berücksichtigt, da diese keine eindeutigen Ergebnisse hervorgebracht haben, welche das Endergebnis verfälschen könnten. Es zeigt sich kein Zusammenhang, da die Drücke aus dem RV in keinem Muster zum Anstieg der Druckkurve in der EDA stehen. Erwartet wurde, dass von links nach oben rechts laufend eine Gerade entsteht. Diese würde bedeuten, dass sich mit einem starken Anstieg der Druckkurve in der EDA auch niedrigerer Druck im RV-Versuch zeigen würde. Das ist nicht der Fall. Es ist auch kein anderes Muster zu erkennen. Es lassen sich aufgrund der vorgenommenen Versuche keine Erkenntnisse bezüglich des Drucks vom RV auf die EDA übertragen.

### Destillatstrom

Der letzte zu betrachtende Parameter ist das angefallene Destillat. In der nachfolgenden Tabelle 5 ist das Destillat aus der EDA und dem RV aufgelistet.

Tabelle 5: Destillatmengen EDA/RV

	EDA [l]	Volumen/Zeit [l/min]	RV V1 [g]	Masse/Zeit [g/min]	RV V2 [g]	Masse/Zeit [g/min]
Probe 1	5340	35,13	163,8	0,910	174,3	0,949
Probe 2	3823	34,13	162,4	0,902	155,8*	0,944
Probe 3	2840	33,03	148,3	0,761	148,5	0,761
Probe 4	3428	34,28	163,4	0,778	152,8	0,783
Probe 5	2859	20,57	150,8	0,838	166,3*	0,850
Probe 6	5207	34,25	171,6	0,880	166,9	0,856
Probe 7 <sup>?</sup>	5609	36,90	171,6	0,880	166,6	0,926
Probe 8 <sup>?</sup>	5441	36,27	172,0	1,042	165,2	0,847
Probe 9	5287	35,25	175,3	0,899	170,7	0,876
Probe 10	3573	36,09	162,7	0,775	162,7	0,775

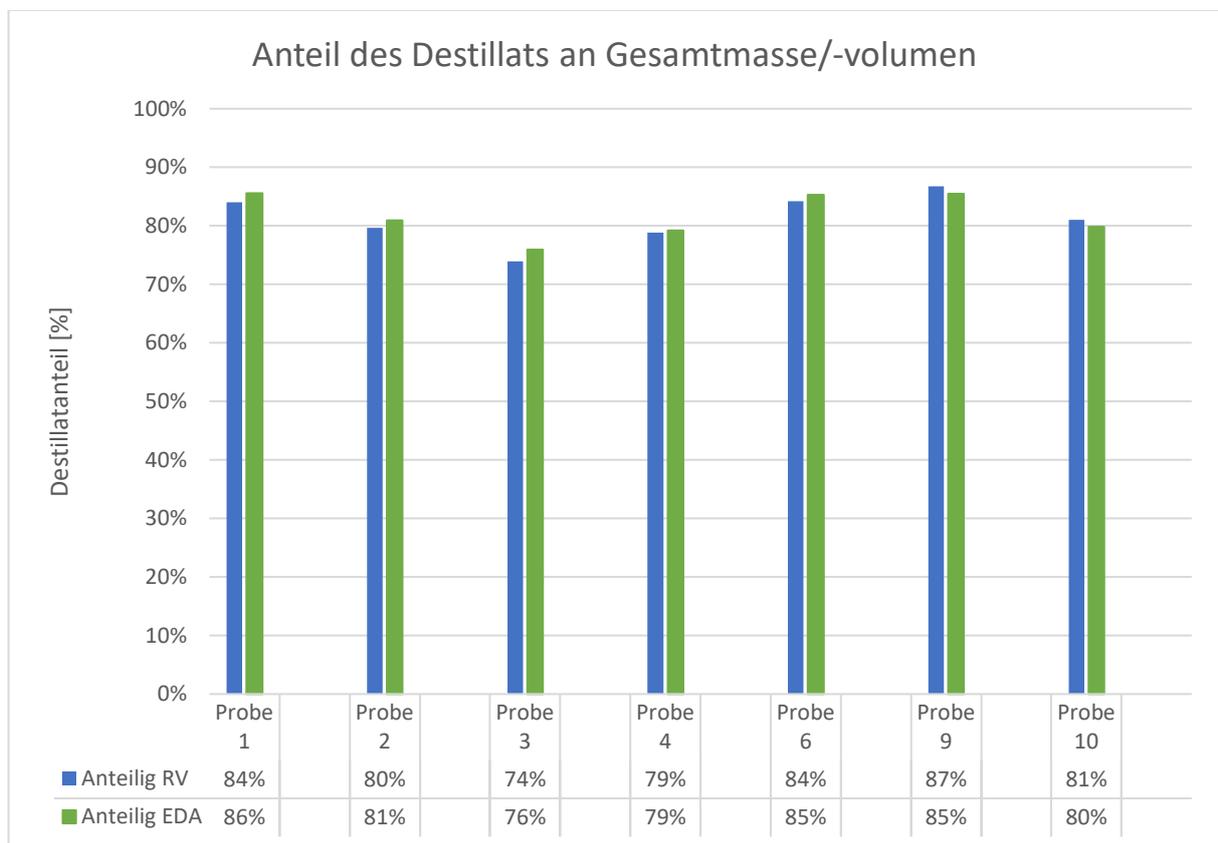
\*bei den gekennzeichneten Daten handelt es sich um die jeweilige Drittbestimmung und nicht den Erst- oder Zweitversuch

<sup>?</sup>die Ergebnisse der Proben 7 und 8 sind nicht aussagekräftig (siehe Kapitel 5.2.2); sie werden nicht berücksichtigt

In absoluten Zahlen hat die EDA etwa zwischen 2.800 l und 5.600 l Destillat erzeugt. Dabei fallen vor allem die Proben 2, 3, 4, 5 und 10 auf, die deutlich unter 5.000 l Destillat im Gegensatz zu den restlichen Zyklen liegen. Es lässt sich annehmen, dass die verarbeiteten Vorlagen einen geringeren Anteil an Destillat hatten. Mit Hilfe der Zeit der Konzentrierungsphase kann ein Verhältnis zwischen Volumen und Zeit berechnet werden. Dabei wurden die Störungen in den Konzentrierungsphasen abgezogen. Die Destillatleistung sagt aus, wie viel Volumen pro Minute im Durchschnitt von der Anlage produziert wurde. Hier fällt die Probe 5 unter den Proben, die weniger als 5.000 l Destillat produziert haben, auf. Probe 5 hat im Schnitt eine Destillatleistung von 20,6 l/min. Alle anderen Proben bewegen sich in einem Rahmen von etwa 33 l/min bis 36 l/min. Probe 5 ist bereits im Kapitel 5.3.2 durch mehrere Störungsmeldungen auffällig gewesen. Die EDA konnte das Material der Vorlage 5 schlecht verarbeiten.

Im RV sind im Schnitt etwa zwischen 0,7 g/l und 0,9 g/l Destillat angefallen. Die Daten der Doppelbestimmungen liegen alle sehr nah aneinander. Es lässt sich zwischen dem Volumen-Zeit-Verhältnis der EDA und dem Masse-Zeit-Verhältnis des RV kein Zusammenhang finden.

In der nachfolgenden Abbildung 26 sind die Anteile des Destillats gemessen an dem Ausgangsvolumen bzw. -masse vergleichend dargestellt. Zur Vereinfachung wird mit einem Mittelwert zwischen den Doppelbestimmungsergebnissen gerechnet. Ausgelassen wurden die Ergebnisse der Probe 5, 7 und 8, da diese nicht repräsentativ für die Messungen in der EDA bzw. RV stehen.



*Abbildung 26: Diagramm Anteil Destillatmenge RV und EDA*

In dem Diagramm der Abbildung 26 zeigt sich ein Zusammenhang zwischen den Ergebnissen der EDA und des RV. Die Daten unterscheiden sich maximal um zwei Prozentpunkte. Daraus lässt sich der Rückschluss ziehen, dass das Verhältnis des Destillats zum Ausgangsvolumen sich im RV annähernd so verhält wie in der EDA. Es zeigt sich, dass die Vor-

lage unbekannter Proben auf das Destillatverhältnis im Vorhinein im RV getestet werden kann.

## 6 Fazit und Ausblick

Mit dieser Arbeit wurde der Prozess einer industriellen Eindampfanlage im Labormaßstab nachempfunden. Dabei hat sich gezeigt, dass die Nachstellung des Prozesses der Eindampfanlage mit Hilfe eines Rotationsverdampfers nur mit Einschränkungen möglich ist.

Nach Auswertung der entstandenen Daten kann gesagt werden, dass sich bei dem gegebenen Versuchsaufbau und -durchführung kein Zusammenhang bezüglich des Betriebsparameter Druck finden lässt. Für einen Zusammenhang im Temperaturverhalten zwischen den Anlagen war die Datenlage nicht ausreichend. Es zeigt sich ein Zusammenhang im Destillatstrag. Eine unbekannte Probe kann im Rotationsverdampfer auf den Destillatgehalt untersucht werden. Um die Anlagen auf weitere Zusammenhänge zu testen, müssten mehr qualitativ hochwertige Daten erhoben werden. Beispielsweise ist es denkbar, dass die Temperatur der Vorlage im Verdampferkolben gemessen wird, um den genauen Siedepunkt zu bestimmen. Damit könnte eine bessere zeitliche Einteilung der Druckstufen erreicht werden und somit der Prozess aus der Eindampfanlage besser nachvollzogen werden. Damit kann nach einem Zusammenhang zwischen den Temperaturverhalten gesucht werden. Eine weitere Möglichkeit wäre die gewonnenen Erkenntnisse in einen Zusammenhang mit der Zusammensetzung der Materialien zu stellen. Mit einer genauen Analyse der Inhaltsstoffe und ausreichend Daten könnte hier ebenfalls ein Zusammenhang festgestellt werden.

Der gefundene Zusammenhang kann für das erfahrene Anlagen- und Laborpersonal eine Stütze in der Verarbeitung von Flüssigabfällen sein. Unbekannte Proben können im Rotationsverdampfer getestet und ausgewertet werden. Damit ist es möglich abzuschätzen, wie weit sich ein Material eindampfen lässt und bestimmen, wie viel Destillat einer Vorlage anfallen kann. Das ist hilfreich in der Logistik und in der Annahme neuer Materialien in die Dienstleistungen der Eindampfanlage.

## 7 Literaturverzeichnis

Baehr, Hans Dieter; Stephan, Karl (2019): Wärme- und Stoffübertragung. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg.

Böge, Alfred; Böge, Wolfgang (2021): Technische Mechanik. Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden.

Bundesministerium für Justiz: Verordnung über Anforderungen an das Einleiten von Abwasser in Gewässer (Abwasserverordnung - AbwV). AbwV, vom zuletzt geändert 16.06.2020. Fundstelle: [www.gesetze-im-internet.de/abwv](http://www.gesetze-im-internet.de/abwv).

Dehli, Martin (2021): Kompendium Technische Thermodynamik. Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden.

Formelsammlung. Formeln, Tabellen, Daten; Mathematik, Physik, Astronomie, Chemie, Biologie, Informatik; [bis zum Abitur; mit CD-ROM und Internetportal (2014)]. 2. Aufl., 3. Dr. Berlin, Mannheim: Duden Paetec Schulbuchverl.

Herwig, Heinz; Moschallski, Andreas (2019): Wärmeübertragung. Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden.

Langeheinecke, Klaus; Kaufmann, André; Langeheinecke, Kay; Thieleke, Gerd (2020): Thermodynamik für Ingenieure. Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden.

Latscha, Hans Peter; Klein, Helmut Alfons; Mutz, Martin (2011a): Allgemeine Chemie. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg.

Latscha, Hans Peter; Klein, Helmut Alfons; Mutz, Martin (2011b): Allgemeine Chemie. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg.

Lohrengel, Burkhard (2012): Einführung in die thermischen Trennverfahren. Trennung von Gas-, Dampf- und Flüssigkeitsgemischen. 2. Auflage. München: Oldenbourg Wissenschaftsverlag GmbH.

Lüdecke, Christa; Lüdecke, Dorothea (2020): Thermodynamik. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg.

Martens, Hans (2010): Recyclingtechnik. Fachbuch für Lehre und Praxis. Heidelberg: Spektrum Akademischer Verlag. Online verfügbar unter <http://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:bsz:31-epflicht-1523836>.

SCHOTT AG. Online verfügbar unter <https://www.schott.com/de-de/products/duran-p1000368/technical-details?tab=a53ca49fedef4c798fc3c60e0f090b52>, zuletzt geprüft am 30.09.2022.

Springer-Verlag GmbH (2013): VDI-Wärmeatlas. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg.

## 8 Anhang und Anhangsverzeichnis

Hier sind die Daten aus den Versuchen mit dem Rotationsverdampfer aufgeführt. Die Daten aus der Eindampfanlage befinden sich auf der beigelegten CD-ROM.

Daten Rotationsverdampfer.....	55
Probe 1.....	55
Probe 2.....	56
Probe 3.....	57
Probe 4.....	58
Probe 5.....	59
Probe 6.....	60
Probe 7.....	61
Probe 8.....	62
Probe 9.....	63
Probe 10.....	64
Daten Eindampfanlage.....	65
Probe 1.....	65
Probe 2.....	66
Probe 3.....	67
Probe 4.....	68
Probe 5.....	69
Probe 6.....	70
Probe 7.....	71
Probe 8.....	72
Probe 9.....	73
Probe 10.....	74

Probe 1

		Pr. 1 – V1	Pr. 1 – V2
Temperatur [°C]		30,1	29,6
Masse Vorlage [g]		199,0	199,9
Zeit [min]	Druck [mbar]	Masse Destillat [g]	Masse Destillat [g]
0	450	0,0	0,0
15	450	4,8	5,4
30	430	11,5	11,8
45	410	20,0	19,3
60	390	31,7	28,8
75	370	45,2	41,0
90	350	58,5	55,5
105	330	73,5	72,0
120	310	91,1	91,2
135	290	110,7	112,0
150	270	130,0	133,6
165	250	148,8	153,8
180	230	163,8	170,8
195	210		
210	190		
Masse Konzentrat [g]		20,0	20,03

Probe 2

		Pr. 2 – V1	Pr. 2 – V2	Pr. 2 – V3
Temperatur [°C]		30,3	199,6	30,4
Masse Vorlage [g]		199,0	30,0	200,4
Zeit [min]	Druck [mbar]	Masse Destillat [g]	Masse Destillat [g]	Masse Destillat [g]
0	450	0,0	0,0	0,0
15	450	7,4	3,5	6,0
30	430	14,6	6,7	12,5
45	410	23,5	11,7	21,7
60	390	35,1	18,8	33,0
75	370	48,2	27,7	46,2
90	350	63,7	39,0	62,0
105	330	81,8	52,6	80,1
120	310	99,2	68,9	99,1
135	290	116,6	87,1	120,7
150	270	136,1	106,5	140,0
165	250	152,3	126,1	155,8
180	230	162,4	144,6	
195	210		158,5	
210	190			
Masse Konzentrat [g]		22,9	28,0	37,8

Probe 3

		Pr. 3 – V1	Pr. 3 – V2
Temperatur [°C]		29,8	29,7
Masse Vorlage [g]		200,5	200,9
Zeit [min]	Druck [mbar]	Masse Destillat [g]	Masse Destillat [g]
0	450	0,0	0,0
15	450	2,3	0,5
30	430	5,1	2,3
45	410	9,1	5,9
60	390	15,2	11,3
75	370	22,8	18,5
90	350	32,3	28,0
105	330	43,5	42,4
120	310	57,1	59,8
135	290	73,2	76,4
150	270	91,2	94,6
165	250	111,2	113,9
180	230	130,7	132,6
195	210	148,3	148,5
210	190		
Masse Konzentrat [g]		43,1	45,1

Probe 4

		Pr. 4 – V1	Pr. 4 – V2
Temperatur [°C]		29,5	29,5
Masse Vorlage [g]		200,1	200,8
Zeit [min]	Druck [mbar]	Masse Destillat [g]	Masse Destillat [g]
0	450	0,0	0,0
15	450	1,2	3,0
30	430	2,8	5,9
45	410	6,2	10,7
60	390	11,6	17,0
75	370	18,5	24,7
90	350	27,4	35,2
105	330	38,8	47,5
120	310	52,0	61,9
135	290	68,1	78,8
150	270	87,3	97,4
165	250	108,3	117,7
180	230	130,4	137,0
195	210	149,1	152,8
210	190	163,4	
Masse Konzentrat [g]		18,2	37,6

Probe 5

		Pr. 5 – V1	Pr. 5 – V2	Pr. 5 – V3
Temperatur [°C]		29,4	30,4	30,3
Masse Vorlage [g]		200,1	201,5	200,7
Zeit [min]	Druck [mbar]	Masse Destillat [g]	Masse Destillat [g]	Masse Destillat [g]
0	450	0,0	0,0	0,0
15	450	3,6	1,8	2,9
30	430	8,6	4,4	7,2
45	410	15,3	8,7	13,7
60	390	23,7	14,4	22,2
75	370	34,1	22,2	32,8
90	350	46,5	32,6	45,4
105	330	60,7	44,7	60,2
120	310	76,1	58,9	77,3
135	290	95,3	75,6	95,7
150	270	114,5	94,5	116,3
165	250	134,5	115,0	136,3
180	230	150,8	135,8	153,0
195	210	163,5	153,3	
210	190		166,3	
Masse Konzentrat [g]		18,8	17,6	38,7

Probe 6

		Pr. 6 – V1	Pr. 6 – V2
Temperatur [°C]		30,2	29,7
Masse Vorlage [g]		202,1	199,9
Zeit [min]	Druck [mbar]	Masse Destillat [g]	Masse Destillat [g]
0	450	0,0	0,0
15	450	3,3	2,7
30	430	6,8	5,2
45	410	11,9	9,8
60	390	19,3	16,2
75	370	28,6	25,0
90	350	40,1	36,3
105	330	54,0	49,9
120	310	70,3	66,0
135	290	90,4	84,3
150	270	112,3	104,7
165	250	135,3	126,9
180	230	156,4	149,0
195	210	171,6	166,9
210	190		
Masse Konzentrat [g]		19,3	23,6

Probe 7

		Pr. 7 – V1	Pr. 7 – V2	Pr. 7 – V3
Temperatur [°C]		29,7	29,4	29,7
Masse Vorlage [g]		200,9	200,9	99,5
Zeit [min]	Druck [mbar]	Masse Destillat [g]	Masse Destillat [g]	Masse Destillat [g]
0	450	0,0	0,0	0,0
15	450	0,5	0,6	0,5
30	430	1,4	3,3	2,7
45	410	5,2	9,1	7,4
60	390	12,2	17,3	14,6
75	370	21,1	27,9	23,9
90	350	33,0	41,9	34,7
105	330	47,0	58,3	47,2
120	310	63,1	76,1	60,8
135	290	81,7	97,2	75,2
150	270	102,5	120,0	85,3
165	250	125,2	143,5	
180	230	149,3	166,6	
195	210	171,6		
210	190			
Masse Konzentrat [g]		19,0	23,6	4,3

Probe 8

		Pr. 8 – V1	Pr. 8 – V2	Pr. 8 – V3
Temperatur [°C]		30,5	29,8	30,6
Masse Vorlage [g]		200,1	200,0	100,1
Zeit [min]	Druck [mbar]	Masse Destillat [g]	Masse Destillat [g]	Masse Destillat [g]
0	450	0,0	0,0	0,0
15	450	3,2	0,1	0,4
30	430	9,2	0,6	2,5
45	410	19,1	3,6	7,8
60	390	30,6	9,2	14,8
75	370	45,2	17,2	24,4
90	350	61,5	27,7	36,2
105	330	81,6	40,5	49,3
120	310	103,2	56,3	64,0
135	290	126,1	73,7	78,8
150	270	149,4	94,6	90,3
165	250	172,0	117,8	
180	230		141,5	
195	210		165,2	
210	190			
Masse Konzentrat [g]		17,8	23,4	5,0

Probe 9

		Pr. 9 – V1	Pr. 9 – V2
Temperatur [°C]		30,0	29,8
Masse Vorlage [g]		201,0	199,4
Zeit [min]	Druck [mbar]	Masse Destillat [g]	Masse Destillat [g]
0	450	0,0	0,0
15	450	3,1	3,0
30	430	6,5	5,1
45	410	10,4	9,1
60	390	16,7	15,6
75	370	25,7	24,2
90	350	36,6	35,5
105	330	49,9	48,6
120	310	64,6	65,3
135	290	82,6	84,2
150	270	104,9	105,2
165	250	130,1	126,8
180	230	154,2	150,0
195	210	175,3	170,7
210	190		
Masse Konzentrat [g]		16,2	18,3

Probe 10

		Pr. 10 – V1	Pr. 10 – V2
Temperatur [°C]		30,1	29,9
Masse Vorlage [g]		200,5	201,0
Zeit [min]	Druck [mbar]	Masse Destillat [g]	Masse Destillat [g]
0	450	0,0	0,0
15	450	1,5	2,0
30	430	3,5	3,5
45	410	6,4	6,2
60	390	11,5	10,7
75	370	19,2	17,3
90	350	28,2	25,8
105	330	40,1	36,9
120	310	54,0	50,4
135	290	70,7	66,4
150	270	89,4	84,3
165	250	110,2	105,1
180	230	131,0	126,6
195	210	148,3	146,6
210	190	162,7	162,7
Masse Konzentrat [g]		18,6	24,3

## Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre hiermit an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und ohne unerlaubte Hilfe Dritter verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel verwendet habe. Alle Stellen, die wörtlich oder sinngemäß aus Veröffentlichungen stammen, sind als solche kenntlich gemacht. Diese Arbeit lag in gleicher oder ähnlicher Weise noch keiner Prüfungsbehörde vor und wurde bisher noch nicht veröffentlicht.

Merseburg, den 01.03.2023

