

Betriebsinhalt von Rektifiziersäulen

Von D. MOHNHAUPT
Permaco S. A., Genève

Bezeichnungen

a	Nummer eines Bodens einer Rektifiziersäule
α	relative Flüchtigkeit
B_1 [kg] oder [kmol]	Anfangsblasenfüllung
E [kg] oder [kmol]	Erzeugnismenge
R_f	Rektifizierfaktor, $R_f = \alpha^{n_t} + 1$
J [kg] oder [kmol]	Betriebsinhalt (Holdup) einer Rektifizieranlage
J_{st} [kg] oder [kmol]	statischer Holdup
J_{dy} [kg] oder [kmol]	dynamischer Holdup
J_a [kmol]	Holdup je Boden einer Rektifiziersäule
j_a [kmol]	Anteil des Leichtersiedenden in J_a
j [kmol]	Anteil des Leichtersiedenden im Gesamtholdup J
n	wirkliche Bodenzahl eines Rektifizierapparates
n_t	theoretische Bodenzahl, Wertungszahl
S	Polgröße
R [m ³ /m ² h]	Rieselmenge
v	Rücklaufverhältnis
x_a [Mol-%]	Gehalt des Holup auf Boden a an Leichtersiedendem
x_D [Mol-%]	Gehalt eines Dampfes an Leichtersiedendem
x_E [Mol-%]	Gehalt des Erzeugnisses an Leichtersiedendem
x_B [Mol-%]	Gehalt eines Blaseninhaltes an Leichtersiedendem
x_F [Mol-%]	Gehalt einer Flüssigkeit an Leichtersiedendem
x_j [Mol-%]	Gehalt des Holdup an Leichtersiedendem
y_F [Mol-%]	Gehalt einer Flüssigkeit an Schwerersiedendem

Größen, die auf den molaren Blaseninhalt B_1 [kmol] bezogen sind, sämtliche mit der Dimension [Mol-%]:

B'	Rückstand, Summe von Blaseninhalt und Holdup
B'_s	Rückstand, wenn $x_E = 50$ Mol-%
E'	Erzeugnis
J_r	Holdup

Selten vorkommende Bezeichnungen sind an der Stelle ihres Erscheinens erklärt.

I. Allgemeines

Trennwirkung und Belastbarkeit einer Rektifizieranlage sind in erster Linie für das betriebliche Verhalten maßgebend. Daneben muß aber auch die Stoffmenge berücksichtigt werden, die sich während des Betriebes in der Säule aufhält.

Diese Stoffmenge wird mit *Betriebsinhalt* oder *Holdup* J bezeichnet. Streng genommen umfaßt sie sowohl Flüssigkeits- als auch Dampfmenge, aber der Dampfholdup kann meist gegenüber dem Flüssigkeitsinhalt vernachlässigt werden. Unter Holdup soll im folgenden nur der Flüssigkeitsbetriebsinhalt verstanden werden.

Dieser Betriebsinhalt teilt sich in den statischen Holdup J_{st} und den dynamischen Holdup J_{dy} auf. Der statische Holdup ist diejenige Stoffmenge, die sich nach beendeter Rektifikation oder nach dem Fluten der Anlage in der Säule befindet, wenn nämlich die Dampfgeschwindigkeit Null ist. In Siebbodenkolonnen ohne Auffangschalen ist $J_{st} \approx 0$, $J = J_{dy}$, während in Glockenbodensäulen ohne Ablaufbohrungen statischer und dynamischer Holdup annähernd übereinstimmen: $J_{st} \approx J_{dy}$, $J = J_{dy} \approx J_{st}$. Eine Zwischenstellung nimmt die Füllkörpersäule ein; hier gilt: $J = J_{dy} + J_{st}$.

Der absolute Holdup J umfaßt die gesamte Flüssigkeitsmenge auf den Böden der Säule, dem Aufgabeboden für den Rücklauf, im Rücklaufkondensator und in allen Rohrleitungen. Oft ist es vorteilhaft, einen relativen Holdup J_r einzuführen, wobei J_r das Molverhältnis von absolutem Holdup zur Blasenfüllung B_1 ist:

$$J_r = \frac{J}{B_1} \quad [\text{kmol/kmol}]. \quad (1)$$

Durch Vervielfachen des Wertes von J_r mit 100 erhält man Angaben in Mol-%.

Um Betriebsbedingungen in Füllkörpersäulen zu vergleichen, wird vielfach diejenige Flüssigkeitsmenge angegeben, die sich in einem Stück der Säule befindet, das in der Wirkung einem theoretisch arbeitenden Boden entspricht.

II. Theoretische Betrachtungen

Besonders bei der absatzweisen Rektifikation spielt der Holdup eine Rolle, weil er die als Destillat anfallende Stoffmenge herabsetzt. Beträgt der relative Holdup z. B. 20 Mol-%, so können höchstens 80 Mol-% der Blasenfüllung als Erzeugnis gewonnen werden, wenn der molare Holdup konstant bleibt. Außerdem hat der Holdup einen manchmal sogar entscheidenden Einfluß auf die Trenngüte. Die folgenden Betrachtungen sollen sich auf den Fall der diskontinuierlichen Rektifikation beschränken.

1. Bestimmung des Betriebsinhaltes durch Rechnung

Der einfachste Fall liegt bei einer Bodenkolonne vor. Hier bleibt das Volumen des Holdup je Boden sowohl über die Höhe der Säule als auch über die Dauer der Rektifikation annähernd gleich. Das Gewicht und die Molmenge des Betriebsinhaltes sind veränderlich, wenn sich Dichte und Molgewicht der Bodenflüssigkeit ändern.

Die Molzahl des Leichtersiedenden j_a auf dem Boden a beträgt

$$j_a = J_a x_a / 100 \quad [\text{kmol}], \quad (2)$$

wenn x_a die Konzentration der Bodenflüssigkeit an Leichtersiedendem in Mol-% ist. Die gesamte Säule mit n Böden enthält j [kmol] Leichtersiedendes:

$$j = (J_1 x_1 + J_2 x_2 + \dots + J_n x_n) / 100 = \frac{1}{100} \sum_{a=1}^{a=n} J_a x_a \quad [\text{kmol}]. \quad (3)$$

Bei konstantem molarem Holdup J_a wird Gleichung (3):

$$j = \frac{J_a}{100} \sum_{a=1}^{a=n} x_a \quad [\text{kmol}] \quad (4)$$

oder:

$$j = \frac{J}{100 n} \sum_{a=1}^{a=n} x_a \quad [\text{kmol}], \quad (5)$$

wenn der Gesamtholdup J bekannt ist.

Abb. 1 gibt diese Verhältnisse wieder. Die Bodenflüssigkeit ändert ihre Zusammensetzung aber bei fortschreitender Rektifikation, so daß Abb. 1 nur für einen bestimmten Zeitpunkt gilt.

In einer Füllkörpersäule geht die Änderung der Holdup-Zusammensetzung stetig vor sich, wie es in Abb. 2 dargestellt ist. Näherungsweise kann die Holdup-Konzentration auf die Mitten derjenigen Abschnitte bezogen werden, die in ihrer Wirkung einem theoretisch arbeitenden Boden entsprechen (Abb. 2).

Es ergibt sich:

$$j_1 = J_1 x_{0,5} / 100; \quad j_2 = J_2 x_{1,5} / 100; \quad j_3 = J_3 x_{2,5} / 100; \quad (6)$$

allgemein:
$$j_a = J_a x_{a-0,5} / 100. \quad [\text{kmol}] \quad (6a)$$

$x_{a-0,5}$ bedeutet, daß die Konzentration der Flüssigkeit einen halben theoretischen Boden unter dem theoretischen Boden Nr. a , gezählt von der Blase als $a = 0$ aus, gemessen ist. Die Gesamtmenge des Leichtersiedenden im Holdup ist

$$j = \frac{J}{100 n_t} \sum_{a=1}^{a=n_t} x_{a-0,5} \quad [\text{kmol}]. \quad (7)$$

Gleichung (7) ist nicht ganz korrekt. Sie gilt exakt unter der Voraussetzung, daß $x_{a-0,5}$ den genauen Mittelwert der Konzentration im Gebiet des «Bodens» a darstellt und alle J_a (Gleichung 6a) gleich sind. – Aus den Abb. 1 und 2 ist ersichtlich, daß der Konzentrationsverlauf über die Rektifiziersäule nicht linear ist. Er ist dann linear, wenn die Gleichgewichtskurve parallel zur Verstärkungsgeraden verläuft.

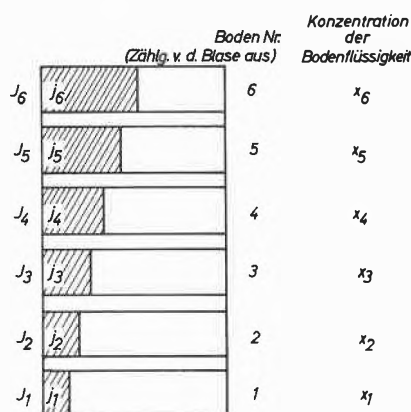


Abb. 1. Schematische Darstellung des Holdup in Bodensäulen. Schraffierte Flächen: Anteil des Leichtersiedenden

Die Gleichungen (5) und (7) gestatten die Berechnung der Menge des Leichtersiedenden im Holdup von Rektifiziersäulen, wenn der Gesamtholdup J , die Gleichgewichtskurve des zu trennenden Gemisches und eine Flüssigkeitskonzentration bekannt sind. Berechnungen

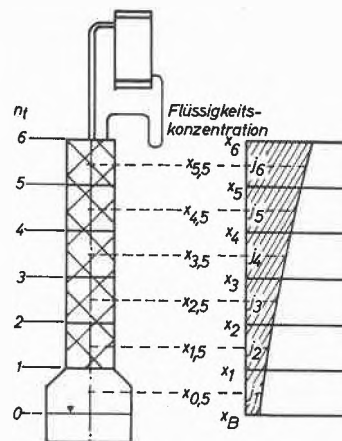


Abb. 2. Schematische Darstellung des Holdup in Füllkörpersäulen. Schraffierte Flächen: Anteil des Leichtersiedenden

für Füllkörpersäulen setzen noch die Kenntnis der Wertungszahl voraus.

Zahlenbeispiel. Es ist die Molmenge an Leichtersiedendem zu berechnen, das sich als Holdup in einer Glockenbodensäule mit $n = 6$ Böden während der Anfahrperiode einer absatzweisen Trennung befindet, wobei vollständiger Rücklauf eingestellt ist. Ein Gemisch aus je 50 Mol-% Benzol und Toluol ist zu trennen. Der Holdup beträgt 0,3 kmol, das Verstärkungsverhältnis auf allen Böden $s = 1$, der Destillationsdruck 760 Torr.

Lösung: Das Gemisch Benzol/Toluol verhält sich annähernd ideal. Das Flüssigkeits-Dampf-Gleichgewicht wird durch die FENSKE-Gleichung beschrieben:

$$\frac{x_D(100 - x_F)}{x_F(100 - x_D)} = \alpha; \quad x_D = \frac{100 \alpha x_F}{100 + (\alpha - 1) x_F}$$

wobei α , die relative Flüchtigkeit, bei idealen Gemischen von der Konzentration nicht abhängt. Aus Gleichgewichtsdaten errechnet sich α zu rund 2,4. Für die mittleren Konzentrationen der Bodenflüssigkeiten erhält man:

- 1. Boden 0 (Blase) $x_{F_0} = 50$ Mol-% $x_{D_0} = 70,5$ Mol-%
- 2. Boden 1 $x_{F_1} = 70,5$ Mol-% $x_{D_1} = 85,2$ Mol-%
- 3. Boden 2 $x_{F_2} = 85,2$ Mol-% $x_{D_2} = 93,3$ Mol-%
- 4. Boden 3 $x_{F_3} = 93,3$ Mol-% $x_{D_3} = 97,2$ Mol-%
- 5. Boden 4 $x_{F_4} = 97,2$ Mol-% $x_{D_4} = 98,8$ Mol-%
- 6. Boden 5 $x_{F_5} = 98,8$ Mol-% $x_{D_5} = 99,4$ Mol-%
- 7. Boden 6 $x_{F_6} = 99,4$ Mol-%

Es ist nach Gleichung (5) $\sum_{a=1}^{a=6} x_a = 544,4$. Mit $n = 6$, $J = 0,3$ wird $j = 0,3 \cdot 544,4 / 600 = 0,272$ kmol. Der Anteil des Toluols im Holdup ist dann $0,028$ kmol.

2. Destillationskurven für konstantes Rücklaufverhältnis

In der Rektifiziertchnik sind zwei Betriebsfälle von besonderer Bedeutung, nämlich eine Destillation unter konstantem Rücklaufverhältnis, wobei sich die Destillatkonzentration ständig ändert, und diejenige bei veränderlichem Rücklaufverhältnis, bei der eine bestimmte Erzeugnisreinheit eingehalten werden soll. Diese beiden Fälle sollen getrennt betrachtet werden, zunächst die Rektifikation unter gleichbleibendem Rücklaufverhältnis.

a) Einfluß des Holdup auf die Erzeugniskonzentration

Der Holdup beeinflusst im Verlaufe von absatzweisen Trennungen die Konzentration des Erzeugnisses. Wird bei $J = \text{const}$ das Rücklaufverhältnis geändert, so stellt man fest, daß bei hohem Rücklaufverhältnis die Trennwirkung abnimmt, bei niedrigem Rücklaufverhältnis zunimmt. Es gibt für jede Trennsäule ein sogenanntes «kritisches Rücklaufverhältnis», bei dem die erzielte Anreicherung mit derjenigen übereinstimmt, die durch Rechnung mit $J = 0$ erhalten wird. Dieses kritische Rücklaufverhältnis ist von der Größe des relativen Holdup abhängig.

Beim Anfahren einer absatzweisen Destillation wird zumeist vollständiger Rücklauf eingehalten, bis das Ko-

lonnengleichgewicht erreicht ist. Im Holdup speichert sich viel Leichtersiedendes auf. Wird nun sehr rasch abdestilliert, so kann der Kolonneninhalt durch seine Trägheit den aufgezwungenen Konzentrationsveränderungen nicht so schnell folgen, um mit dem Blaseninhalt ins Gleichgewicht zu kommen. Die Destillatkonzentration bleibt dadurch längere Zeit hoch, wodurch das Erzeugnis mehr Leichtersiedendes als berechnet enthält. Diese Erscheinung wird (nach amerikanischen Forschern) «Schwungradeneffekt» genannt.

Anders sind die Verhältnisse beim langsamen Abdestillieren. Wie zuvor enthält der Holdup viel Leichtersiedendes. Dadurch sinkt die Blasenkonzentration ab. Bei hohen Rücklaufverhältnissen kann sich das Gleichgewicht zwischen Blasen- und Erzeugniskonzentration aber einstellen, so daß auch der Anteil des Leichtersiedenden im Erzeugnis absinkt. Die Trennschärfe wird verringert.

Bei einem bestimmten Rücklaufverhältnis, das zwischen den beiden Grenzfällen liegt, heben sich Verbesserung und Verschlechterung der Trennschärfe gegeneinander auf, so daß scheinbar die Verhältnisse bei Null-Holdup vorliegen. Durch die folgenden Betrachtungen sollen diese Holdup-Einflüsse rechnerisch geklärt werden.

b) Trenngüte und Polgröße

Als Grundlage der Berechnung muß ein Maß für die Trenngüte bei der Rektifikation eingeführt werden. Als solches ist die sogenannte «Polgröße» (pole height¹) geeignet. Ihre Definition wird aus dem Verlauf der Destillationskurve abgeleitet. Trägt man den Anteil x_E des Leichtersiedenden im Erzeugnis gegen den jeweiligen Rückstand (das ist Holdup + Blaseninhalt) B' auf, der auf die molare Einsatzmenge B_1 bei Destillationsbeginn bezogen ist, so erhält man einen Kurvenzug (Abb. 3).

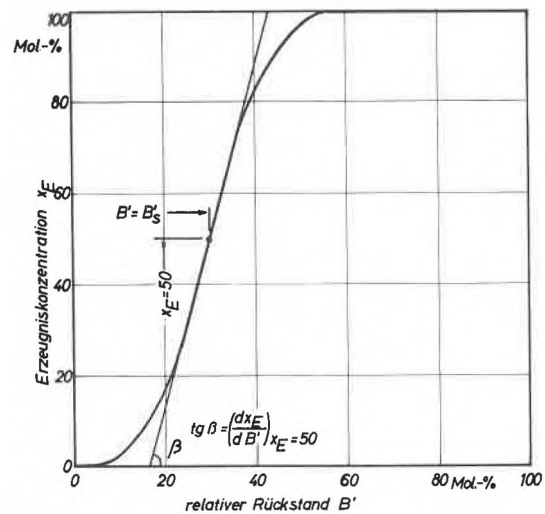


Abb. 3. Destillationslinie. Anteil des Schwerersiedenden im Blasen-einsatz $y_B = 30$ Mol-%. Trennschärfe = 3,75. Polgröße $S = 1,25$

¹ J. R. BOWMAN und M. T. CICHELLI, *Ind. Eng. Chem.* 41 (1949) 1985.

Die Polgröße S ist das Produkt aus der Neigung der Destillationskurve im Punkte $x_E = 50$ Mol-% und der Menge des Rückstandes B_s' [Mol-%] in diesem Punkt; B_s' ist wieder auf B_1 bezogen:

$$S = \frac{B_s'}{100} \cdot \left(\frac{dx_E}{dB'} \right)_{x_E = 50} \quad (8)$$

Bei scharfer Trennung oder bei symmetrischer Destillationskurve ist B_s' dem Anteil des Schwerersiedenden in der Anfangsblasenfüllung B_1 annähernd gleich, wie Abb. 3 erkennen läßt.

Es muß demnach zwischen Trenngüte und Trennschärfe unterschieden werden. Letztere stellt die Neigung der Destillationskurve im Punkte $x_E = 50$ Mol-% dar, während die Trenngüte durch die Polgröße, also Trennschärfe vervielfacht mit $B_s'/100$, gegeben ist.

c) Ableitung einer Trenngütegleichung

Es sollen nun Beziehungen zwischen der Polgröße und den Destillationsgrößen aufgestellt werden, was mittels einer differentiellen Stoffbilanz geschehen soll². Alle darin vorkommenden Mengen sind auf B_1 bezogen und wie die Konzentrationen in Mol-% einzusetzen.

In einem beliebigen Augenblick während der Destillation sei die Summe aus Blasen- und Kolonneninhalt B' , der Holdup J_r . Die Konzentrationen an Leichtersiedendem in Blase, Holdup und Erzeugnis seien x_B , x_j und x_E , wobei für x_j ein Mittelwert gedacht ist. Eine kleine Menge Erzeugnis $dE' = -dB'$ mit der Konzentration x_E wird entnommen. Dadurch gewinnt man $x_E \cdot dE'$ Leichtersiedendes im Destillat. Im Holdup nimmt das Leichtersiedende um $J_r \cdot dx_j$ ab, in der Blase um $d[(B' - J_r)x_B]$. Es gilt demnach:

$$d[(B' - J_r)x_B] + J_r dx_j = x_E dB' \quad (9)$$

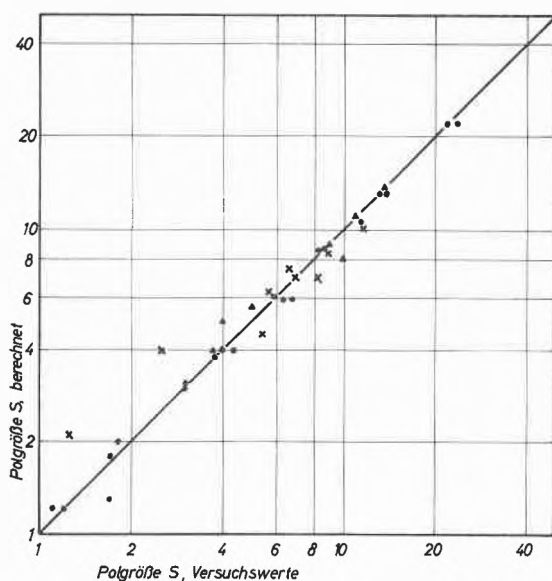


Abb. 4. Polgrößen, berechnet und gefunden (nach ZUIDERWEG)

² F. J. ZUIDERWEG, *Chem.-Ing.-Techn.* 25 (1953) 297.

Löst man Gleichung (9) nach dB' auf, so erhält man, da $dJ_r = 0$:

$$dB' = \frac{B' dx_B + J_r (dx_j - dx_B)}{x_E - x_B} \quad [\text{Mol-\%}] \quad (10)$$

Einsetzen in Gleichung (8) unter Berücksichtigung von $B' = B_s'$ ergibt:

$$S = \frac{1}{100} \left[\frac{(x_E - x_B) (dx_E/dx_B)}{1 + \frac{J_r}{B_s'} \left(\frac{dx_j}{dx_B} - 1 \right)} \right]_{x_E = 50} \quad (11)$$

Bei der Rektifikation eines idealen Gemisches bleibt die relative Flüchtigkeit α konstant. Sie ist ein Bestandteil des neu einzuführenden Rektifizierfaktors R_f :

$$R_f = \alpha^{n_t + 1} \quad (12)$$

Unter Verwendung dieser neuen Größe lassen sich Ausdrücke für x_B , (dx_E/dx_B) und (dx_j/dx_B) entwickeln². Eine Substitution der Gleichung (11) führt zu vier Gleichungen für Sonderfälle, die sich zu einem allgemein gültigen Ausdruck kombinieren lassen. Außerdem wurden umfangreiche Meßergebnisse mitverwertet. Der endgültige Ansatz zur Berechnung der Polgröße lautet²:

$$\frac{1}{S} = \frac{8}{R_f} \left[1 + \frac{J_r}{B_s'} \left(\frac{R_f}{2 \ln R_f} - 1 \right) \right] + \frac{2}{v(\alpha - 1) \left(1 + 3 \frac{J_r}{B_s'} \lg R_f \right)} \quad (13)$$

v ist das Rücklaufverhältnis

Abb. 4 gibt einen Vergleich der nach Gleichung (13) berechneten Werte mit Versuchswerten wieder.

d) Anwendung der Trenngütegleichung

Wie aus Abb. 4 hervorgeht, ist eine gute Übereinstimmung von berechneten Werten und Versuchswerten für S gegeben. Bei kleinen Polgrößen sind Abweichungen vorhanden, da in diesem Bereich die vereinfachenden Annahmen stärker ins Gewicht fallen.

Eingehende Rechnungen haben gezeigt, daß sich Gleichung (13) nicht nur auf Zweistoffgemische, sondern auch auf Mehrstoffgemische ausgezeichnet anwenden läßt. Die Rektifikation eines Vielstoffgemisches kann nämlich als zeitliche Aufeinanderfolge von Zweistofftrennungen aufgefaßt und so nach Gleichung (13) berechnet werden. Der Rektifizierfaktor jeder Trennung muß mindestens den Wert 30 haben; dann ist gute Übereinstimmung mit Versuchswerten gegeben.

Um aus dem Wert der Polgröße sofort Schlüsse auf den Destillationsverlauf ziehen zu können, sind Gleichungen abgeleitet worden, die die Menge der Übergangsfraction mit der Polgröße verknüpfen. Die Übergangs- oder Zwischenfraction Z stellt die Menge des Erzeugnisses dar, die beide Bestandteile der zu trennenden Mischung innerhalb bestimmter Konzentrationsgrenzen enthält. Z ist ebenfalls auf B_1 bezogen (Dimension: Mol-%). Abb. 5 soll dies erläutern. Es ist eine Destillationslinie gezeichnet, und es sind zwei Zwischenfraktionen eingetragen, die 95...5 Mol-% bzw. 90...10 Mol-% Leichtersiedendes enthalten.

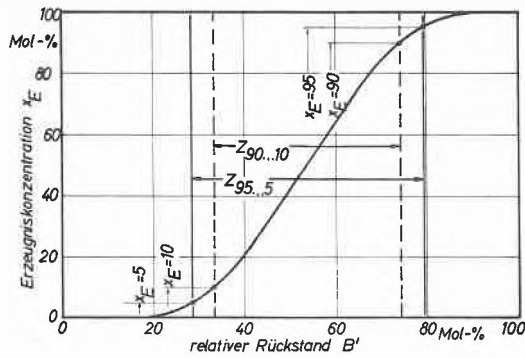


Abb. 5. Zwischenfraktionen innerhalb bestimmter Erzeugnis-Konzentrationen

Die abgeleiteten Gleichungen lauten²:

$$Z_{90 \dots 10} = 1,18 \frac{dB'}{dx_E} = 1,18 \frac{B'_s}{S}; \quad (14a)$$

$$Z_{95 \dots 5} = 1,70 \frac{dB'}{dx_E} = 1,70 \frac{B'_s}{S} \quad (14b)$$

und

$$Z_{99 \dots 1} = 6,0 \frac{dB'}{dx_E} = 6,0 \frac{B'_s}{S}. \quad (14c)$$

Die Gleichungen (14 a) bis (14 c) ermöglichen zusammen mit Gleichung (13) eine vollständige Bestimmung von Trenngüte und Trennschärfe, ohne daß es nötig ist, die Destillationslinien zu zeichnen.

Drei Zahlenbeispiele sollen die Anwendung der Beziehungen erläutern:

Beispiel 1. In einer Rektifizieranlage mit 50 theoretisch arbeitenden Böden soll das schwer trennbare Gemisch *n*-Butylacetat/Essigsäure ($\alpha = 1,3$) mit einer Einsatzkonzentration von 20 Mol-% Butylacetat unter einem Rücklaufverhältnis von $v = 28$ zerlegt werden. Der Holdup beläuft sich auf 8 Mol-% der Blasenfüllung. Wie groß sind die Zwischenfraktionen mit 90 ... 10 Mol-% und 95 ... 5 Mol-% Butylacetat?

Lösung. Nach Gleichung (13) wird zunächst die Polgröße berechnet ($R_f = 1,3^{51} = 6,52 \cdot 10^5$; $\lg R_f = 5,814$; $B'_s = 80$; $J_r = 8$):

$$\frac{1}{S} = \frac{8}{6,52 \cdot 10^5} \left[1 + \frac{8}{80} \left((6,52 \cdot 10^5 / 26,8) - 1 \right) \right] + \frac{2}{28 \cdot 0,3 \cdot (1 + 5,814 \cdot 24/80)}$$

$$\frac{1}{S} = 0,0298 + 0,0865 = 0,116. \quad \underline{S = 8,6.}$$

Die gesuchten Mengen an Zwischenfraktion werden nach Gleichungen (14 a) und (14 b) erhalten:

$$Z_{90 \dots 10} = 1,18 (80/8,6) = 11 \text{ Mol-\%}$$

$$Z_{95 \dots 5} = 1,70 (80/8,6) = 15,8 \text{ Mol-\%}.$$

Beispiel 2. Eine Mischung aus 20 Mol-% Methanol, 30 Mol-% *i*-Propanol und 50 Mol-% *i*-Butanol soll scharf in ihre Bestandteile zerlegt werden. Die Zwischenfraktionen mit 90 ... 10 Mol-% Leichtersiedendem dürfen nur je 6 Mol-% des Einsatzes ausmachen. Während der Rektifikation wird ein konstantes Rücklaufverhältnis von $v = 6$ eingestellt. Für die Trennaufgabe stehen zwei Säulen zur Verfügung, nämlich eine Bodenkolonne ($n_t = 25$) mit einem Betriebsinhalt von $J_r = 25$ Mol-% des Einsatzes und eine Füllkörpersäule ($n_t = 17$, $J_r = 10$ Mol-%). Es soll entschieden werden, welche Säule für die Trennung in Frage kommt.

Lösung. Zuerst wird die geforderte Trenngüte S nach Gleichung (14 a) berechnet. Die gegebenen Werte und die daraus nach Gleichung (13) erhaltenen Polgrößen sind ebenfalls verzeichnet, siehe Tabelle. Die Rektifizierfaktoren sind größer als 30, weshalb die Dreistofftrennung als zwei Zweistofftrennungen behandelt werden darf.

	Trennung Methanol/ <i>i</i> -Propanol $\alpha = 2,0$		Trennung <i>i</i> -Propanol/ <i>i</i> -Butanol $\alpha = 2,6$	
	Boden-säule	Füllkörper-säule	Boden-säule	Füllkörper-säule
$\lg R_f$	7,83	5,42	10,79	7,47
J_r	25	10	25	10
B'_s	30	30	50	50
J_r/B'_s	0,834	0,333	0,5	0,2
$S_{\text{gefordert}}$. . .	5,9	5,9	9,83	9,83
$S_{\text{berechnet}}$. . .	5	6,3	10,7	11,8

Es zeigt sich, daß die Bodensäule für die gewünschte Trennung wegen ihres zu hohen Holdup nicht anwendbar ist, obwohl sie eine bedeutend höhere theoretische Bodenzahl aufweist.

Beispiel 3. Ein Gemisch aus 40 Mol-% Benzol und 60 Mol-% Toluol ($\alpha = 2,42$) soll so getrennt werden, daß bei einem Rücklaufverhältnis von $v = 5$ die Zwischenfraktion mit 90 ... 10 Mol-% Benzol im Erzeugnis höchstens 10 Mol-% der Einsatzmenge beträgt. Zur Verfügung steht eine Rektifiziersäule mit 15 theoretisch arbeitenden Böden, wobei der Holdup je theoretischen Boden 0,05 kmol, also etwa 4,25 kg, ausmacht. Es soll die molare Menge an Einsatz berechnet werden, mit der die geforderte Trennschärfe erreicht wird.

Lösung. Der absolute Holdup J ist $0,05 \cdot 15 = 0,75$ kmol. Mit $B'_s = 60$ und $Z = 10$ ergibt Gleichung (14 a):

$$S = 1,18 \cdot (60/10) = 7,1.$$

Unter der Annahme, daß der Holdup mindestens 1 Mol-% der Blasenfüllung beträgt, vereinfacht sich Gleichung (13) zu

$$\frac{1}{S} = \frac{4 J_r}{B'_s \ln R_f} + \frac{2}{v(\alpha-1) \left(1 + 3 \frac{J_r}{B'_s} \lg R_f \right)}. \quad (15)$$

Mit $v = 5$, $S = 7,1$, $\lg R_f = (n_t + 1) \lg \alpha = 6,14$ und $B'_s = 60$ ist nach Gleichung (15)

$$\frac{1}{7,1} = \frac{4 J_r}{60 \cdot 14,1} + \frac{2}{5 \cdot 1,42 (1 + 3 \cdot 6,14 \cdot J_r/60)},$$

woraus schließlich die quadratische Gleichung

$$J_r^2 - 26,6 J_r + 97 = 0$$

mit den Lösungen $J_{r_1} = 22,3 \text{ Mol-\%}$ und $J_{r_2} = 4,3 \text{ Mol-\%}$ resultiert.

Man erhält also das interessante Ergebnis, daß die gewünschte Trennung mit Holdupwerten zu erreichen ist, die zwischen 4,3 und 22,3 Mol-% des Einsatzes liegen. Über und unter diesen Werten ist die Trennung schlechter, und bei Holdupwerten innerhalb der berechneten Grenzen ist sie sogar besser.

Die Einsatzmenge kann demnach zwischen $B_{11} = \frac{0,75 \cdot 100}{4,3} = 17,4 \text{ kmol}$ und $B_{12} = 3,4 \text{ kmol}$ variiert werden.

3. Ausbeute bei konstanter Erzeugniszusammensetzung

Wird es gewünscht, während der Destillation eine vorgegebene Destillatreinheit einzuhalten, so muß bei der absatzweisen Rektifikation das Rücklaufverhältnis stetig erhöht werden.

An anderer Stelle³ ist ein Verfahren angegeben, um die Erzeugnismenge und das Rücklaufverhältnis am Ende der Destillation zu bestimmen. Dabei wird der Holdup vernachlässigt. Kann der Holdup nicht vernachlässigt werden, was in den meisten Fällen zutrifft, so nimmt die Destillation folgenden Verlauf:

Zu Beginn der Destillation sollen B_1 kmol Gemisch mit der Konzentration x_{F_1} in die Blase eingefüllt werden. Nach Aufheizen des Inhalts und Einstellen des Säulengewichtes haben sich J kmol Flüssigkeit (mittlere Konzentration x_{j_1}) auf den Säulenböden oder in der Füllkörperschicht angesammelt. Beträgt der Blaseninhalt nun B_B kmol und seine Konzentration x_{FB} [Mol-%], so gilt die Bilanz

$$B_B = B_1 - J \quad (16)$$

und

$$B_B x_{FB} = B_1 x_{F_1} - J x_{j_1}. \quad (17)$$

Die Konzentration an Leichtersiedendem in der Blase und die darin befindliche Stoffmenge haben sich gegenüber dem Anfangszustand vermindert. Die Konzentration am Säulenkopf ist niedriger als bei $J = 0$, und das Rücklaufverhältnis v_1 , mit dem die Destillation zu beginnen ist, muß daher höher sein als dasjenige bei Null-Holdup. Die Destillation möge nun bei konstanter Destillatkonzentration fortgesetzt werden. Bei Beendigung der Destillation gilt in analoger Weise (vergleiche Gleichungen 16 und 17):

$$B_1 - B_2 - J = E \quad (18)$$

und

$$B_1 x_{F_1} - B_2 x_{F_2} - J x_{j_2} = E x_E. \quad (19)$$

Die Zeichen mit dem Index 2 beziehen sich auf Destillationsende. Aus den Gleichungen (18) und (19) erhält man:

$$E = \frac{B_1 (x_{F_1} - x_{F_2}) - J (x_{j_2} - x_{F_2})}{x_E - x_{F_2}} \quad [\text{kmol}]. \quad (20)$$

Gleichung (20) kann zur bequemeren Auswertung so geschrieben werden:

$$E = \frac{B_1 (x_{F_1} - x_{F_2}) - 100j + Jx_{F_2}}{x_E - x_{F_2}} \quad [\text{kmol}]. \quad (21)$$

Dabei ist j [kmol] die Menge des Leichtersiedenden im Holdup zu dem Zeitpunkt, in dem eine bestimmte Erzeugnismenge E angefallen ist. Für Bodensäulen wird j nach Gleichung (5), für Füllkörpersäulen nach Gleichung (7) berechnet.

Zur Ermittlung des Anfangsrücklaufverhältnisses v_1 verfährt man so, daß man für verschiedene angenommene Werte von v den Wert von E nach Gleichung (21) berechnet und über v aufträgt. Für $E = 0$ ist $v = v_1$. Dabei muß j jeweils neu berechnet werden.

Zahlenbeispiel. Ein Gemisch aus je 50 Mol-% Benzol und Toluol, Einsatz $B_1 = 10$ kmol, soll in einer Bodensäule, deren fünf Böden die theoretische Anreicherung bringen, rektifiziert werden. Es wird eine konstante Erzeugniskonzentration von $x_E = 95$ Mol-% Benzol verlangt, wobei das Endrücklauf-

³ E. KIRSCHBAUM, *Destillier- und Rektifizierteknik*, 2. Auflage, S. 120. Springer-Verlag, Berlin/Göttingen/Heidelberg 1950.

verhältnis $v_2 = 10$ betragen soll. Der Holdup macht 10 Mol-% des Einsatzes aus. Wie groß ist das Anfangsrücklaufverhältnis, und wieviel Erzeugnis wird gewonnen?

Lösung (siehe Abb. 6 und 7):

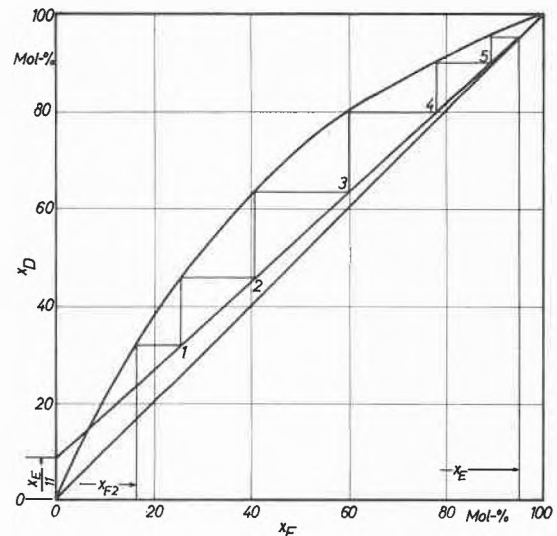


Abb. 6. Ermittlung der Endblasenkonzentration x_{F_2} aus der Gleichgewichtskurve Benzol/Toluol

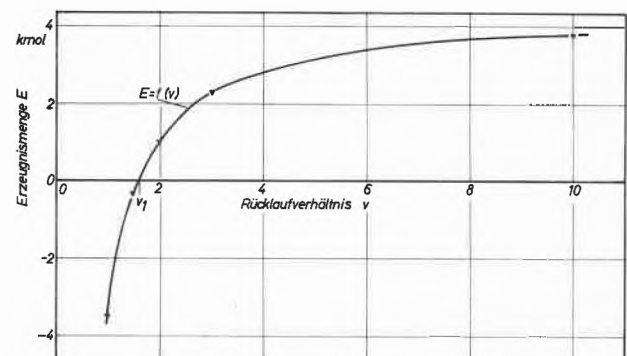


Abb. 7. Abhängigkeit der Erzeugnismenge vom Rücklaufverhältnis (siehe Text)

1. Berechnung der Erzeugnismenge. Mit $v_2 = 10$ liest man aus Abb. 6 ein x_{F_2} von 16,4 Mol-% ab. Die Flüssigkeitskonzentrationen an den Zahlen 1 ... 5 (Abb. 6) stellen die mittleren Konzentrationen des Holdup auf den Böden dar. Da der Holdup 1 kmol beträgt, ist die in ihm enthaltene Menge an Benzol dann nach Gleichung (5):

$$j = \frac{1}{500} \sum_1^5 x_a = \frac{1}{500} (24,7 + 40,6 + 60,0 + 77,8 + 89,1) = \underline{0,584 \text{ kmol.}}$$

Die Erzeugnismenge E wird dann

$$E = \frac{10 \cdot 33,6 - 100 \cdot 0,584 + 1 \cdot 16,4}{95 - 16,4} = \underline{3,74 \text{ kmol.}}$$

Für $J = 0$ würde sich für E der Wert von 4,27 kmol ergeben.

2. Berechnung von v_1 . Die Werte für die mittlere Holdupzusammensetzung auf den Böden bei den verschiedenen Rück-

laufverhältnissen werden wieder dem Gleichgewichtsdiagramm (Abb. 6) entnommen, indem man entsprechende Verstärkungsgeraden und 5 theoretische Stufen einzeichnet. Zusammengestellt findet man:

	$v = 1$	$v = 1,5$	$v = 2$	$v = 3$
x_5	88,2	88,2	88,2	88,2
x_4	80,8	79,4	79,0	77,6
x_3	74,2	69,9	68,0	64,2
x_2	68,5	61,1	57,0	51,1
x_1	63,9	54,0	48,2	40,1
x_{F2}	60,5	49,5	42,0	32,7
$100j$	75,1	70,5	68,1	64,2
E	- 3,46	- 0,35	1,02	2,29

Durch Auftragen von E gegen v (Abb. 7) bestimmt man $v_1 = 1,6$. Aus der gleichen Abbildung ist auch der Wert von E in Abhängigkeit vom Endrücklaufverhältnis abzulesen. (Für $J = 0$ errechnet sich ein v_1 von 1,45.)

III. Messung des Betriebsinhaltes

1. Holdup in Laboratoriumskolonnen

Im Laboratorium wird zur Rektifikation hauptsächlich die Füllkörpersäule benutzt. Daneben finden sich gläserne Siebbodensäulen, Kuhnsche Kolonnen und Drehbandkolonnen. Die Messung ihres Betriebsinhaltes geschieht durchweg auf gleiche Weise.

a) Statischer Holdup

In Füllkörpersäulen wird durch Adhäsionskräfte zwischen Füllkörper und Flüssigkeit eine bestimmte Stoffmenge zurückgehalten, die unbeweglich ist und den Stoffübergang bei der Rektifikation verschlechtert, weil der Stoffaustausch in diesen Flüssigkeitslamellen nur durch Diffusion stattfinden kann. Füllkörperschichten mit kleinem statischem Holdup sind daher vorzuziehen. Zur Messung gibt man auf die Säule eine abgewogene Flüssigkeitsmenge auf und wiegt die unten herauslaufende Flüssigkeit ab, nachdem man das Ende des Abtropfens abgewartet hat. Diese Messung ist für alle Säulen anwendbar. Es sei erwähnt, daß der statische Holdup in Füllkörpersäulen von Dampfgeschwindigkeit und Rieselmenge unabhängig gefunden wurde. Dagegen ist er von der Packungsdichte und den Stoffwerten der Rücklauf Flüssigkeit abhängig.

b) Dynamischer Holdup

Es gibt zwei recht gute Methoden, um den dynamischen Holdup zu messen. Die erste beruht darauf, daß zwischen Blase und Säule ein Zwischenstück eingesetzt wird, das die Umleitung des aufsteigenden Dampfes um die Säule in einem beliebigen Zeitpunkt gestattet (Abb. 8). Der aus der Blase kommende Dampf tritt durch den Dreiweghahn a in die Säule b ein. Der Säulenablauf gelangt durch das Meßgefäß d und den Hahn e in die Blase zurück. Durch Umstellen des Hahnes a

strömt der Dampf in den Hilfskondensator f . Gleichzeitig wird Hahn e geschlossen, und in d sammelt sich die Kolonnenflüssigkeit an, die den dynamischen Holdup J_{dy} darstellt.

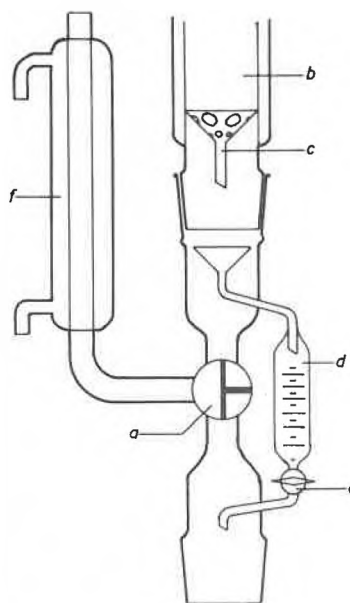


Abb. 8. Apparatur zur Holdup-Messung. a Dreiweghahn; b Rektifiziersäule; c Auflagetrichter; d Holdup-Meßgefäß; e Absperrhahn; f Hilfskondensator

Die zweite Arbeitsweise beruht auf Flüchtigkeitsunterschieden. In die Blase wird eine leichtflüchtige Verbindung, z. B. Äther, Methanol, Heptan, eingefüllt. Ihr setzt man einen äußerst wenig flüchtigen Stoff zu, der im ersten löslich ist (Stearinsäure, Kolophonium, Ester der Phtalsäure). Wenn eine bestimmte Dampfgeschwindigkeit in der Säule eingestellt ist, werden der Blase Proben entnommen und deren Konzentration gemessen. Der Kolonneninhalt besteht vollständig aus dem leichtflüchtigen Stoff. Die Konzentrationsbestimmung kann durchweg sehr genau refraktometrisch geschehen; bei Stearinsäure kommt auch eine Titration mit Lauge in Frage.

Ist die Menge an leichtflüchtigem Stoff in der Blase am Anfang M [g], die an schwerflüchtigem m [g], so ist die Konzentration a_1 [Gew.-%] an Nichtflüchtigem:

$$a_1 = 100 m / (M + m) \quad [\text{Gew.-%}]; \quad (22)$$

$$m = a_1 (M + m) / 100 \quad [\text{g}]. \quad (22 \text{ a})$$

Nach Erreichen des Kolonnengleichgewichtes zwischen Flüssigkeit und Dampf ist die Konzentration a_2 [Gew.-%] der Blasenflüssigkeit:

$$a_2 = 100 m / (M + m - J) \quad [\text{Gew.-%}]; \quad (23)$$

$$m = a_2 (M + m - J) / 100 \quad [\text{g}]. \quad (23 \text{ a})$$

Aus den Gleichungen (22 a) und (23 a) folgt

$$J = (M + m) (1 - a_1 / a_2) \quad [\text{g}]. \quad (24)$$

Eine Kontrolle des erhaltenen Wertes für den Holdup J wird dadurch vorgenommen, daß eine Menge ΔE [g] an Destillat

(Leichtflüchtiges) abgezogen und die Konzentration des Blaseninhaltes neu bestimmt wird. Aus den neuen Meßwerten erhält man für den Holdup:

$$J = (M + m) (1 - a_1/a_3) - \Delta E \quad [g]. \quad (25)$$

Auf diese Weise ist es möglich, den Holdup in Abhängigkeit von Rieselmenge und Dampfgeschwindigkeit zu bestimmen. Dabei ist die eben beschriebene Methode nicht ganz so genau und verlangt etwas mehr Geschicklichkeit als die erste, ist dafür aber weniger zeitraubend.

Für den dynamischen bzw. Gesamtholdup in Laboratoriumsfüllkörpersäulen sind in letzter Zeit einige Zahlenwerte bekanntgemacht worden. Abb. 9 zeigt Werte des Gesamtholdup für zwei wirksame Füllkörper, eine gläserne Siebbodensäule nach OLDERSHAW⁴ und eine Stedman-Packung⁵ in Abhängigkeit von der Rieselmenge. Die Holdup-Werte sind auf die Raumeinheit der Packung oder der Säule bezogen. Als Prüfflüssigkeiten wurden Benzol, Heptan und Isooctan verwendet. Weitere Holdup-Werte finden sich bei STRUCK und KINNEY⁶.

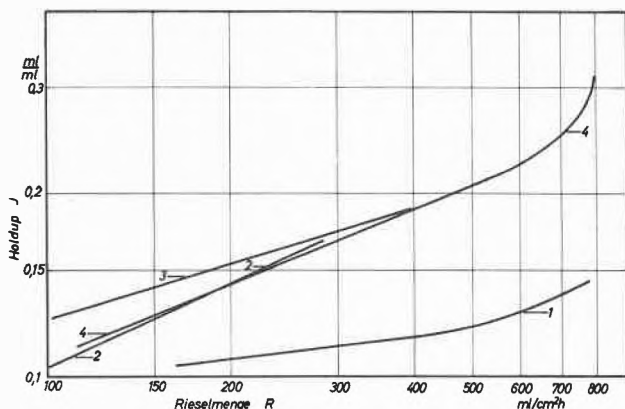


Abb. 9. Holdup in Laborrektifiziersäulen in Abhängigkeit von der Rieselmenge. Testung mit Benzol, *n*-Heptan oder *i*-Octan bei Atmosphärendruck. 1 Siebbodensäule; 2 Stedman-Packung; 3 VA-Drahtnetzkörper 2 × 2 mm; 4 VA-Drahtnetzkörper 3 × 3 mm

Bei der Messung des Holdup nach einer der beschriebenen Methoden läßt sich grundsätzlich nichts darüber aussagen, wie der Holdup im einzelnen von der Dampfgeschwindigkeit und Rieselmenge abhängt, da beide Größen miteinander gekoppelt sind. Mit technischen Füllkörpern sind Versuche durchgeführt worden, bei denen Gas- und Flüssigkeitgeschwindigkeit unabhängig voneinander verändert werden konnten, indem das Stoffpaar Wasser/Luft verwendet wurde. Über diese Versuche wird im nächsten Abschnitt berichtet werden.

2. Holdup in technischen Rektifiziersäulen

Bei der Holdup-Messung in technischen Säulen sind meist Füllkörpersäulen gewählt worden, weil in Boden-

⁴ F. C. COLLINS und V. LANTZ, *Ind. Eng. Chem., Anal. Ed.* 18 (1946) 673.

⁵ L. B. BRAGG, *Ind. Eng. Chem., Anal. Ed.* 11 (1939) 283.

⁶ R. T. STRUCK und C. R. KINNEY, *Ind. Eng. Chem.* 42 (1950) 77.

kolonnen der Holdup mit einiger Genauigkeit durch Rechnung bestimmt werden kann. Dabei wird gewöhnlich eine Abhängigkeit des Holdup von Rieselmenge und Dampfgeschwindigkeit nicht berücksichtigt. KIRSCHBAUM⁷ hat gefunden, daß der Betriebsinhalt der Glockenbodensäule über den gesamten Belastungsbereich fast gleich bleibt. Erst bei hohen Dampfgeschwindigkeiten tritt ein Anstieg des Holdup ein, was sich durch den Flüssigkeitsstau bei Erreichen der Belastungsgrenze erklärt.

Mannigfaltige Messungen wurden an Füllkörpersäulen ausgeführt, die nun besprochen werden sollen.

a) Statischer Holdup

Der statische Holdup J_{st} wird bestimmt, indem auf die Füllkörperschicht Flüssigkeit aufgegeben und die ablaufende Menge zurückgemessen wird (siehe oben). In der folgenden Tabelle sind Werte des statischen Holdup aufgeführt, die mit Wasser erhalten wurden⁸. Auch hier ist der Holdup auf die Raumeinheit der Füllkörperschicht bezogen.

Füllkörper	J_{st} [m ³ /m ³]
Raschigringe, unglas. Porzellan, 13 × 13 mm	0,0325
Raschigringe, unglas. Porzellan 25 × 25 mm	0,015
Raschigringe, unglas. Porzellan, 38 × 38 mm	0,00895
Raschigringe, Graphit, 25 × 25 mm	0,0359
Berlsättel, unglas. Porzellan, 13 × 13 mm	0,0317
Berlsättel, unglas. Porzellan, 25 × 25 mm	0,011

b) Dynamischer und Gesamt-Holdup

Mit Raschigringen und Berlsätteln aus verschiedenen Werkstoffen hat man in letzter Zeit Messungen vorgenommen⁸. Dabei wurde der dynamische Holdup mit

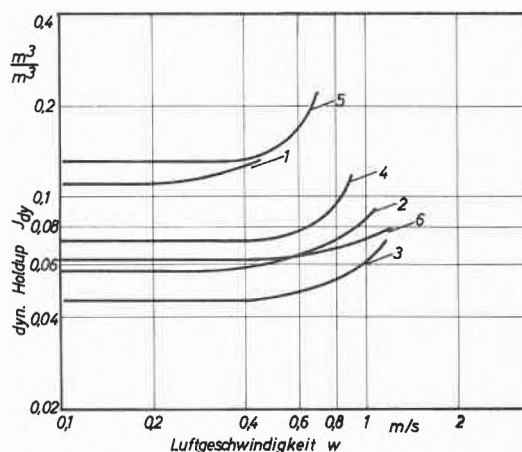


Abb. 10. Dynamischer Holdup technischer Füllkörper in Abhängigkeit von der Luftgeschwindigkeit. Stoffpaar Wasser/Luft. $p = 760$ Torr; Wassergeschwindigkeit $R = \text{const} = 20$ m³/m²h. 1 Raschigringe 13 mm, Porzellan; 2 Raschigringe 25 mm, Porzellan; 3 Raschigringe 38 mm, Porzellan; 4 Raschigringe 25 mm, Graphit; 5 Berlsättel 13 mm, Porzellan; 6 Berlsättel 25 mm, Porzellan

⁷ E. KIRSCHBAUM, *l. c.*, S. 353.

⁸ H. L. SHULMAN u. a., *AIChE.-J.* 1 (1955) 247.

dem Stoffpaar Wasser/Luft im Gegenstrom gemessen. Die Füllkörpersäule war mit einer Waage verbunden, und Gewichtsbestimmungen bei wechselnden Wasser- und Luftgeschwindigkeiten ergaben sofort die Menge an Gesamt-Holdup. Der statische Holdup wurde zuvor gemessen. Ein anderes Meßverfahren beruhte darauf, daß nach Einstellen des Belastungsgleichgewichtes die Wasser- und Luftströme gleichzeitig abgestellt wurden. Die nun aus der Säule ablaufende Wassermenge wurde bestimmt; sie stellt den dynamischen Holdup dar.

Abb. 10 zeigt den dynamischen Holdup J_{dy} [m^3/m^3], bezogen auf die Einheit des Packungsvolumens, in Abhängigkeit von der Luftgeschwindigkeit w [m/s] für verschiedene technische Füllkörper. Dabei ist die Wassergeschwindigkeit konstant und beträgt $20 m^3/m^2h$. Für eine gleichbleibende Luftgeschwindigkeit von $0,3 m/s$ gibt Abb. 11 den dynamischen Holdup abhängig von der Rieselmenge wieder.

Aus den Abbildungen geht hervor, daß der Holdup bei niedrigen Belastungen von der Dampfgeschwindigkeit unabhängig ist. Bei mittleren Dampfgeschwindigkeiten beginnt er allmählich anzusteigen, um an der Belastungsgrenze sprunghaft anzuwachsen. Wird der Einfluß der Rieselmenge bei konstanter Dampfgeschwindigkeit betrachtet, so ergibt sich ein gleichmäßiger exponentieller Holdup-Anstieg nach der allgemeinen Gleichung

$$J = n \cdot R^m \quad (n, m = \text{Konstanten}). \quad (26)$$

In der Praxis, wenn der aufsteigende Dampf kondensiert wird und als Rücklauf der Säule wieder zuströmt, setzen sich die Kurven der Abb. 10 und 11 zusammen, und die Holdupkurve nimmt einen Verlauf wie in Abb. 9. Für einen technischen Füllkörper ist der Holdup von KIRSCHBAUM⁹ gemessen worden. Abnehmende Dampfdichte und zunehmende Flüssigkeitsdichte verringern

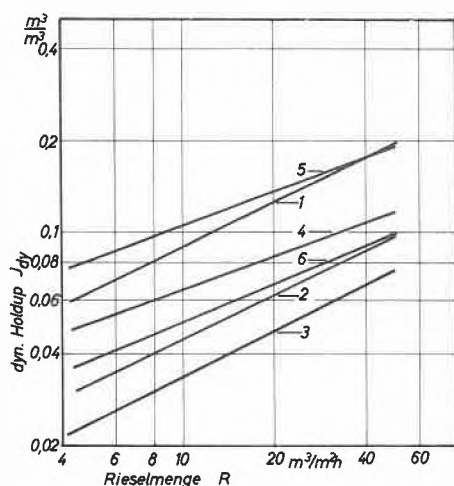


Abb. 11. Dynamischer Holdup technischer Füllkörper in Abhängigkeit von der Rieselmenge. Stoffpaar Wasser/Luft bei 760 Torr. Luftgeschwindigkeit $w = \text{const} = 0,3 m/s$. 1 Raschigringe 13 mm, Porzellan; 2 Raschigringe 25 mm, Porzellan; 3 Raschigringe 38 mm, Porzellan; 4 Raschigringe 25 mm, Graphit; 5 Belsättel 13 mm, Porzellan; 6 Belsättel 25 mm, Porzellan

⁹ E. KIRSCHBAUM, *l. c.*, S. 353.

den Holdup bedeutend, und auch geringere Viskosität von Flüssigkeit und Dampf setzen ihn herab⁸.

IV. Vergleich von absatzweisem mit stetigem Betrieb

In den letzten Jahrzehnten hat sich aus verschiedenen Gründen¹⁰ die Rektifikation immer mehr dem stetigen Betrieb zugewandt. Nachdem nun der Einfluß des Holdup in neuester Zeit besser und vollständiger erforscht wurde, gewinnt der absatzweise Betrieb wieder erhöhte Bedeutung.

Die stetige Rektifikation wird immer dort vorzuziehen sein, wo große Mengen von Vielstoffgemischen mit annähernd konstanter Zusammensetzung in Erzeugnisse zerlegt werden sollen, die eine gleichbleibende Reinheit haben. Beispiele sind die Treibstoffindustrie und die Erzeugung wasserfreien Äthanol. Durch die Fortschritte der Naturstoffchemie in den letzten Jahren wächst der Bedarf an Stoffen, die nur in halbtechnischen Rektifizieranlagen gereinigt werden. Meist sind es Dreistoffgemische, die zu trennen sind, nämlich Lösungsmittel, erzeugter Stoff und Rückstand.

Die Trenngüten, die in absatzweisen und stetigen Anlagen bei vergleichweisen Bedingungen erreicht werden, sind nahezu gleich, wenn der Holdup zu vernachlässigen ist. Im absatzweisen Betrieb steigt die Trennschärfe aber stark an, wenn Holdup-Werte von etwa 5...30 Mol-% des Einsatzes und Rücklaufverhältnisse von etwa 0,5...10 vorliegen, also im technisch interessanten Bereich. Bei der stetigen Rektifikation hat der Holdup keinen Einfluß auf die Erzeugniskonzentration, wenn Zulaufmenge und -konzentration gleich bleiben. Der absatzweise Betrieb ist also im Hinblick auf die Trennschärfe in der Regel überlegen.

Am Ende einer stetigen Rektifikation liegt der Holdup gleichsam als eine Zwischenfraktion vor, die die Ausbeute verringert hat. Je mehr Stoffe die Zulaufmischung enthält, um so mehr Säulen sind zur Trennung nötig und um so mehr Stoff geht den Erzeugnissen verloren (bei gleicher Zulaufmenge). Wird der Holdup am Ende der Rektifikation den Kopf- oder Sumpfprodukten zugeschlagen, so wird deren Reinheit beeinträchtigt. Kann der Holdup der stetigen Rektifikation am Schluß verworfen werden, so ist auch in diesem Fall die absatzweise Rektifikation überlegen. Verwirft man nämlich bei dieser eine gleiche Menge an Zwischenfraktion, so sind Erzeugnis und Blaseninhalt viel reiner als bei stetigem Betrieb, denn der Holdup, der in die Blase zurückläuft, enthält am Ende nur noch das Schwerersiedende.

Abschließend ist zu sagen, daß ein geplanter Übergang von absatzweisem auf stetigen Betrieb sorgfältig überlegt werden sollte. Es ist heute möglich, die Trennverhältnisse bei der absatzweisen Rektifikation unter Berücksichtigung des Holdup-Einflusses genau zu berechnen. Damit liegen exakte Unterlagen für Vergleiche mit dem stetigen Betrieb vor, wobei das absatzweise Verfahren sehr oft erhebliche Vorteile bietet.

¹⁰ E. KIRSCHBAUM, *l. c.*, S. 159.