



# Experimentelle Untersuchung der Eindampfung von Kondensat eines allothermen Biomasse – Vergasers

von: David Landerl

als Diplomarbeit der Kommission zur Abhaltung der dritten Diplomprüfung der  
Studienrichtung Maschinenbau an der Technischen Universität Graz über das Institut  
für Wärmetechnik vorgelegt.

Betreuer:

Dipl.-Ing.Dr.techn. Andreas Schweiger

Beurteiler:

Ao. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Renè Rieberer

Institut für Wärmetechnik



In Kooperation mit der Firma Agnion Highterm Research GmbH



Technische Universität Graz

Graz am 31.05.2012

## Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen/Hilfsmittel nicht benutzt, und die den benutzten Quellen wörtlich und inhaltlich entnommene Stellen als solche kenntlich gemacht habe.

Graz, am .....

.....

(Unterschrift)

---

## Kurzfassung

Stichworte: Biomassevergasung; Kondensat; Entspannungsverdampfer; Eindampfen; Fouling

Um das bei der allothermen Wasserdampf-Biomassevergasung erzeugte Gas motorisch nutzen zu können, wird das Produktgas in einem absorptiven RME-Wäscher gewaschen. Bei dieser Gaswäsche kondensieren das im Gas enthaltene Wasser, sowie viele der organischen Komponenten. Dabei entsteht ein Kondensat, das neben verunreinigtem Wasser auch noch einen geringen Anteil an teerbeladenem RME, sowie wasserlösliche organische Komponenten enthält. Dieses verunreinigte Kondensat kann nicht ohne weitere Schritte ins Abwassersystem eingeleitet werden, sondern müsste vor der Einleitung noch kostenintensiv aufbereitet werden. Da bei der allothermen Vergasung Dampf benötigt wird, soll dieses Kondensat verdampft und dem Prozess rückgeführt werden.

Für diesen Verdampfungsprozess, bei dem aufgrund der Verunreinigungen im Kondensat mit erhöhtem Fouling zu rechnen ist, wurde in einer Literaturrecherche ein robustes Verdampfungsverfahren gesucht. Auf Basis dieser Recherche wurde eine Bewertung der Verfahren durchgeführt und in einem weiteren Schritt der Entspannungsverdampfer als theoretisch geeignetster Apparat für die Anwendung ausgewählt.

Um Betriebserfahrungen mit dem Verfahren der Entspannungsverdampfung sammeln zu können, wurde eine Laboranlage ausgelegt, konstruiert und gebaut, sowie eine Vielzahl an Versuchen durchgeführt. Im Allgemeinen konnte gezeigt werden, dass das Verfahren geeignet ist, um dieses stark verunreinigte Kondensat einzudampfen. Die bei den Versuchen genommenen Proben des kondensierten Dampfs unterscheiden sich visuell stark von dem Kondensat. So ist eine deutliche Reduktion der organischen Bestandteile zu beobachten. Bei den Konzentratproben ist eine signifikante Anreicherung an organischen Komponenten und RME zu erkennen.

In Langzeitversuchen zeigte sich, dass Fouling zu einer verminderten Verdampfungsleistung führte. In dieser Arbeit wurden Vorschläge gegeben wie dieses Foulingproblem reduziert werden kann.

---

## Abstract

Keywords: biomass gasification; condensate; flash evaporator; evaporation, fouling

In order to use gas, which is produced by allothermal vapor biomass gasification, in a motor, the gas is scrubbed in an absorptive RME-scrubber. In this gas scrubbing process, the water contained in the gas, as well as many of the organic components, are condensing. This results in a condensate, which contains contaminated water, a small proportion of tar-containing RME, and water-soluble organic components. This contaminated condensate cannot be initiated into the sewage system without any further steps, but would have to be treated at high cost prior to discharge. Since vapor is required for the allothermal gasification, this condensate should be evaporated to be recycled in the process.

Due to impurities in the condensate, increased fouling is to be expected in this evaporation process. In a literature research, a robust evaporation method was sought for this process. Based on the research, an evaluation of the procedures was performed and, in a further step, the flash evaporator was selected as theoretically the most appropriate apparatus for the application.

In order to gain operational experience with the process of flash evaporation, a laboratory system was designed, engineered and built to perform a number of experiments. In general, it was found that the method is suitable to evaporate this highly contaminated condensate. During the experiments, samples of the condensed vapor were taken, which visually differ greatly from the condensate. Thus, a significant reduction of the organic components can be observed. In the concentrate samples, a significant enrichment of organic components and RME can be seen.

Long-term tests showed that fouling was associated with reduced evaporation capacity. In this work, suggestions were given how this fouling problem can be reduced.

---

## Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand in der Zeit von November 2011 bis Mai 2012 in Kooperation mit der Firma Agnion Highterm Research GmbH in Graz. Der Prüfstand wurde am Institut für Wärmetechnik der Technischen Universität Graz aufgebaut.

Energie ist Leben! Sowohl im Kleinen, wenn man den menschlichen Organismus betrachtet, als auch im Großen, wenn man die Sonne als Quelle jeglichen Lebens auf diesem Planeten betrachtet.

Viele Menschen beschäftigen sich mit dem Thema Energie. Diese Faszination hat auch mich ergriffen und mich unter anderem dazu motiviert diese Studienrichtung zu wählen. Ein wesentlicher Beweggrund für mich war auch die sich abzeichnende Energiewende, denn spätestens seit Unterzeichnung der sogenannten Kyotoprotokolle war klar, dass Handlungsbedarf besteht und wir Menschen unseren Umgang mit Energie ändern müssen.

Auch wenn eindeutige Beweise fehlen, so weisen doch alle Indizien darauf hin, dass wir Menschen die Veränderung des Weltklimas beeinflussen. Das geschieht vor allem durch die Verbrennung fossiler Brennstoffe und den damit einhergehenden Kohlendioxidemissionen. Um den anthropogenen Treibhauseffekt zu reduzieren, muss das Energiesystem der Zukunft verstärkt auf regenerative Energieträger setzen.

Energie wird, obwohl es ein sehr wertvoller „Rohstoff“ ist, unter seinem Wert gehandelt und dementsprechend verschwendet. Diese Verschwendung zu stoppen und eine sinnvolle Förderung neuer Technologien und Innovationen sind die Herausforderungen, die an uns Menschen gestellt werden. An jedem einzelnen von uns wird es liegen, durch einen entsprechenden Lebensstil Vorbild für andere zu sein und damit die Energiewende zu forcieren. Denn nur dadurch kann unseren Kindern eine lebenswerte Welt hinterlassen werden und das sollte unser höchstes Ziel sein und unser Schaffen prägen.

---

## Danksagung

Ich bedanke mich bei der Firma Agnion, die mir die Möglichkeit bot, diese Arbeit zu verfassen und im Speziellen bei meinem Betreuer Andreas Schweiger, der für seine Betreuungsfunktion sehr viel Zeit investierte und mir immer mit Rat und Tat zur Seite stand. Außerdem danke ich dem Team der Agnion in Graz (Thomas, Peter, Fedor, Christian, Gerald, Kevin und Moritz) für die vielen anregenden Gespräche und die angenehme Zeit.

Vielen Dank auch an das Institut für Wärmetechnik der TU – Graz, welches die notwendige Infrastruktur zur Verfügung gestellt hat. Im Speziellen bedanke ich mich bei Prof. Rieberer, der die Betreuung meiner Arbeit von Seiten der TU – Graz übernahm. Weiters bedanke ich mich bei dem Werkstattteam (Herbert, Heinz, Gernot, Markus, Ferdinand), dass auf alle praktischen Probleme der Diplomanden eine passende Antwort parat hat.

Dank richtet sich auch an meine Eltern, die es mir ermöglichten dieses zeitaufwendige Studium zu absolvieren und mich in jeglicher Hinsicht immer motiviert und unterstützt haben.

Besonderer Dank gebührt meiner Tine, die trotz des Verzichts auf gemeinsame Freizeit immer wieder stärkende Worte für mich fand und es verstand mich zu motivieren.

Widmen möchte ich diese Diplomarbeit meinem ungeborenen Kind. Du gibst mir die Kraft und das Selbstvertrauen diese intensive Zeit zu einem raschen und positiven Abschluss zu bringen.

---

## Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung .....	1
1.1. Gasnutzung.....	1
1.2. Probleme bei der Gasnutzung.....	2
1.3. Zielsetzung und Aufgabenstellung .....	3
2. Berechnungsgrundlagen zu Wärmeübertragern .....	6
3. Eindampftechnik und Dampferzeugung .....	9
3.1. Umlaufverdampfer .....	10
3.1.1. Naturumlauferdampfer .....	10
3.1.2. Zwangsumlaufverdampfer .....	11
3.2. Durchlaufverdampfer .....	12
3.2.1. Fallfilmverdampfer .....	12
3.2.2. Rieselverdampfer .....	14
3.2.3. Kletterverdampfer .....	14
3.2.4. Dünnschichtverdampfer.....	15
3.2.5. Wendelrohrverdampfer .....	16
3.2.6. Plattenverdampfer .....	17
3.3. Kurzwegverdampfer .....	18
3.4. Tauchrohrverdampfer .....	19
3.5. Rührwerksverdampfer .....	20
3.6. Wirbelschichtverdampfer.....	21
3.7. Entspannungsverdampfer .....	22
4. Fouling in Wärmeübertragern .....	24
4.1. Foulingmechanismen .....	24
4.2. Ablauf des Foulingvorgangs .....	25
4.3. Ablagerungsbildung beim Blasensieden .....	26
4.4. Organische Ablagerungen in Verdampfern.....	27
4.5. Praktische Auslegung von Wärmeübertragern.....	27
4.5.1. Auswirkung der Überdimensionierung .....	28
4.5.2. Abhängigkeit des Foulingwiderstands von den Betriebsbedingungen.....	28
4.5.3. Einfluss des Foulings auf den Druckverlust .....	28
4.5.4. Fouling in unterschiedlichen Wärmeübertragern.....	29
4.6. Verminderung der Ablagerungsbildung.....	31
4.7. Reinigungsverfahren .....	33
5. Auswahl und Auslegung des Verdampfungsverfahrens .....	36
5.1. Vergleich der Verdampfungsverfahren.....	36
5.1.1. Parameterauswahl .....	36

---

5.1.2.	Vorauswahl.....	37
5.1.3.	Bewertung und Auswahl .....	38
5.2.	Vergleich der Wärmeübertragungsapparate.....	40
5.2.1.	Parameterauswahl .....	40
5.2.2.	Vorauswahl.....	40
5.2.3.	Bewertung und Auswahl .....	40
5.3.	Prozessrechnung und Auslegung .....	41
5.3.1.	Prozessrechnung Großanlage.....	41
5.3.2.	Prozessrechnung Laboranlage .....	43
6.	Konstruktion Versuchsaufbau.....	45
6.1.	Anlagenschema .....	45
6.1.1.	Anlagenbestandteile .....	45
6.1.2.	Anlagenbetrieb.....	46
6.2.	R & I – Fließschema .....	49
6.3.	3D - CAD .....	51
6.4.	Anlagenaufbau .....	52
6.4.1.	Steuerung .....	52
6.4.2.	Messtechnik .....	55
6.4.3.	Kondensatzuleitung.....	56
6.4.4.	Behälter .....	56
6.4.5.	Kondensatkreislauf.....	57
6.4.6.	Umlaufpumpe.....	58
6.4.7.	Wärmeübertrager .....	58
6.4.8.	Thermostat .....	58
6.4.9.	Düse.....	59
6.4.10.	Brüdenleitung.....	59
6.4.11.	Kondensator .....	60
6.4.12.	Destillatabzug .....	60
6.4.13.	Wärmedämmung .....	61
6.4.14.	Gesamtanlage.....	61
7.	Versuche .....	62
7.1.	Versuchsmatrix.....	62
7.2.	Versuchsvorbereitung .....	63
7.2.1.	Druckprüfung.....	63
7.2.2.	Inbetriebnahme.....	63
7.3.	Kolbenversuche .....	64
7.3.1.	Kolbenversuch 01 .....	65

---

7.3.2.	Kolbenversuch 02 .....	65
7.3.3.	Kolbenversuch 03 .....	66
7.3.4.	Kolbenversuch 04 .....	66
7.3.5.	Zusammenfassung Kolbenversuche .....	67
7.4.	Absetzversuch .....	68
7.4.1.	Versuchsdurchführung .....	68
7.4.2.	Versuchsauswertung .....	69
7.5.	Kondensat - Verdampfungsversuch (Batch01) .....	70
7.5.1.	Versuchsbeschreibung .....	70
7.5.2.	Versuchsergebnisse .....	72
7.5.3.	Versuchsauswertung .....	74
7.6.	Kondensat - Verdampfungsversuch Kont02 .....	77
7.6.1.	Versuchsbeschreibung .....	77
7.6.2.	Versuchsergebnisse .....	78
7.6.3.	Versuchsauswertung .....	80
7.7.	Kondensat - Verdampfungsversuch Kont03 .....	81
7.7.1.	Versuchsbeschreibung .....	81
7.7.2.	Versuchsergebnisse .....	81
7.7.3.	Versuchsauswertung .....	82
7.8.	Kondensat - Verdampfungsversuch Kont04 .....	84
7.8.1.	Versuchsbeschreibung .....	84
7.8.2.	Versuchsergebnisse .....	86
7.8.3.	Versuchsauswertung .....	89
7.9.	Kondensat - Verdampfungsversuch Kont04b .....	101
7.9.1.	Versuchsbeschreibung .....	101
7.9.2.	Versuchsergebnisse .....	101
7.9.3.	Versuchsauswertung .....	104
7.10.	Kondensat - Verdampfungsversuch Kont05a .....	105
7.10.1.	Versuchsbeschreibung .....	105
7.10.2.	Versuchsergebnisse .....	106
7.10.3.	Versuchsauswertung .....	108
7.11.	Wasser – Verdampfungsversuch Null06 .....	109
7.11.1.	Versuchsbeschreibung .....	109
7.11.2.	Versuchsergebnisse .....	110
7.11.3.	Versuchsauswertung .....	110
8.	Optimierungsvorschläge .....	111
8.1.	Filter .....	111

---

8.2.	Behälter .....	112
8.3.	Dampfreinigung.....	113
8.4.	Betriebsbedingungen .....	113
9.	Zusammenfassung und Ausblick.....	114
	Literaturverzeichnis.....	117
10.	Anhang: .....	122
10.1.	Plattenwärmeübertrager 1 – Technische Daten.....	122
10.2.	Plattenwärmeübertrager 1 - Zeichnung.....	123
10.3.	Plattenwärmeübertrager 2 – Technische Daten.....	124
10.4.	Plattenwärmeübertrager 2 - Zeichnung.....	125
10.5.	Laboranalyse Destillat, Konzentrat; AC2T .....	126
10.6.	Laboranalyse Kondensat, Konzentrat (organische Phase); AC2T .....	129

## **1. Einleitung**

Um den anthropogenen Treibhauseffekt nicht weiter zu beschleunigen und um die wertvollen fossilen Ressourcen zu schonen, wird die Stromerzeugung der Zukunft auf Basis regenerativer Energien erfolgen müssen. In diesem zukünftigen Energiemix wird auch die Strom- und Wärmeerzeugung auf Basis biogener Brennstoffe eine wichtige Rolle spielen.

In diesem Kapitel wird beschrieben, warum Biomasse vergast wird und mit welchen Problemen die Gasnutzung verbunden ist. Schlussendlich wird die Zielsetzung und Aufgabenstellung der vorliegenden Arbeit besprochen.

### **1.1. Gasnutzung**

Die Energiedichte von unbehandelter Biomasse ist im Allgemeinen wesentlich geringer als die von fossilen Brennstoffen, deshalb sind weite Transportwege weder aus ökonomischer noch aus ökologischer Sicht sinnvoll. Somit ist eine dezentrale Nutzung der Rohstoffe eine logische Konsequenz. Für eine dezentrale Energiewandlung werden Nutzungsaggregate benötigt, die auch als Kleinanlagen effizient arbeiten können. Wie in Abbildung 1.1 ersichtlich, sind für kleine Leistungsbereiche kaum Nutzungsaggregate vorhanden, welche feste Biomasse bei ansprechenden Wirkungsgraden verarbeiten können. Deshalb bieten sich insbesondere Maschinen an, die mit gasförmigen oder flüssigen Brennstoffen arbeiten. Um solche Maschinen einsetzen zu können, ist eine Vergasung der festen Biomasse notwendig, bei der ein brennbares Produktgas gewonnen wird. Ein Verfahren der Gaserzeugung stellt die allotherme Wasserdampfvergasung dar. Bei diesem Verfahren wird ein fester biogener Brennstoff unter Luftausschluss mit Wasserdampf vergast. Dabei entsteht ein heizwertreiches Produktgas, welches in Gasnutzungsaggregaten verarbeitet werden kann.

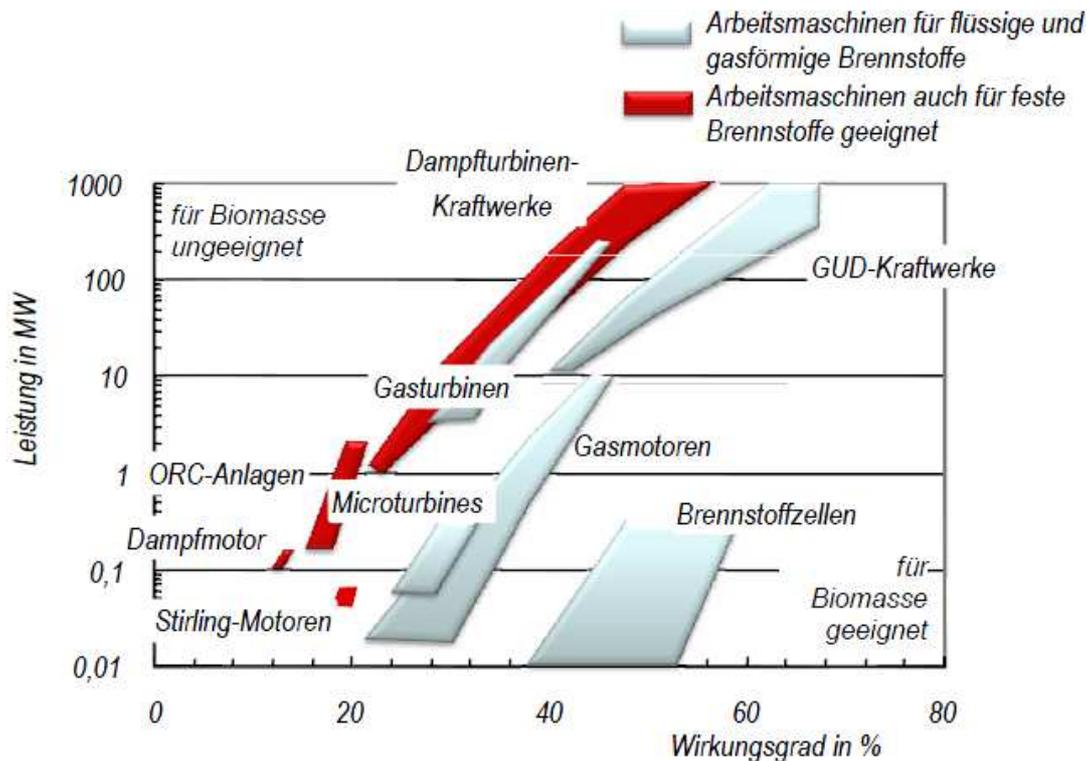


Abbildung 1.1: Leistung und Wirkungsgrad unterschiedlicher Nutzungsaggregate [1]

## 1.2. Probleme bei der Gasnutzung

Bei der Vergasung von Biomasse entsteht Produktgas, welches Verunreinigungen enthält, die für die nachfolgenden Nutzungsaggregate ein Problem darstellen können. Die Reinigung des Gases ist somit ein wichtiger Bestandteil der Prozesskette, da die eingesetzten Apparate Grenzwerte für diverse Verunreinigungen aufweisen. Diese Verunreinigungen sind unterschiedlicher Natur und variieren stark, abhängig von der Art des Brennstoffes, den im Vergaser vorherrschenden Drücken und Temperaturen, der Verweilzeit im Vergaser und der Art des Vergasers.

In Tabelle 1.1 sind unterschiedliche Grenzwerte für einzelne Energieanlagen und Umwandlungsprozesse angeführt. Daraus lässt sich erkennen, dass der Verbrennungsmotor resistenter gegen Verunreinigungen ist. Zusätzlich ist diese Technologie im kleinen Leistungsbereich am weitesten fortgeschritten, weist relativ hohe Wirkungsgrade auf und wird daher auch häufig eingesetzt. Bei der Nutzung von Verbrennungsmotoren ist es zweckmäßig das Produktgas abzukühlen, um einerseits höhere Wirkungsgrade der Maschine zu erreichen und andererseits eine effiziente Gasreinigung vornehmen zu können.

Trotz der Verschmutzungsresistenz des Verbrennungsmotors sind eine Partikelreinigung und eine Teer- und Wasserentfernung vorzusehen, um die Grenzwerte für die Produktgasnutzung in einem Verbrennungsmotor einhalten zu können. Zur gasmotorischen Nutzung von Produktgas der Biomassevergasung, wird zur Gasreinigung das derzeit gängigste Verfahren der kalten Gaswäsche eingesetzt. Dabei kondensieren das im Gas enthaltene Wasser und viele organische Komponenten (Teere). Das dabei entstehende Abwasser ist dadurch mit organischen Komponenten belastet und kann nicht ohne weitere Aufbereitungsschritte ins Abwassersystem eingeleitet werden. Die Abwasserentsorgung ist somit mit hohen Kosten verbunden.

**Tabelle 1.1: Mindestanforderungen technischer Anlagen [2]**

		Verbrennungs- motor	Gasturbine	Methanol- synthese	Brennstoff- zelle
Partikelgehalt	in mg/Nm <sup>3</sup>	< 50	< 30	< 0,02	
Partikelgröße	in µm	< 3	< 5		
Teergehalt	in mg/Nm <sup>3</sup>	< 100		< 0,1	< 1
Alkaliengehalt (K, Na)	in mg/Nm <sup>3</sup>		< 0,25		
NH <sub>3</sub> -Gehalt	in mg/Nm <sup>3</sup>	< 55		< 0,1	< 0,1
H <sub>2</sub> S-Gehalt	in mg/Nm <sup>3</sup>	< 1 150		< 1	< 1

### 1.3. Zielsetzung und Aufgabenstellung

Für die Firma Agnion ([www.agnion.de](http://www.agnion.de)), die Biomassevergasungsanlagen vertreibt, soll ein Konzept entwickelt und getestet werden, das die in Kapitel 1.2 beschriebene Kondensatproblematik löst. Um die Eingliederung in die Gesamtanlage besser verstehen zu können, wird hier kurz die Funktionsweise der Gesamtanlage beschrieben (siehe Abbildung 1.3):

Der von Firma Agnion verwendete Heat Pipe Reformer ist ein allothermer Wasserdampfvergaser. Bei diesem Konzept sind Brennkammer und Vergasungsbereich räumlich getrennt und zur Wärmeübertragung über Heatpipes verbunden. Die Heatpipes transportieren die für die Vergasung notwendige Wärmeenergie von der Brennkammer in den Vergasungsraum. Der Wärmetransport in den Heatpipes erfolgt über Natrium oder Kalium, das im Rohr im heißen Bereich verdampft und dann im kühleren Bereich kondensiert. Dabei werden sehr gute Wärmeübergangskoeffizienten erreicht. Das im Vergaser erzeugte Produktgas wird gekühlt, gefiltert und gewaschen. Das gereinigte Gas kann schließlich im Verbrennungsmotor zur Stromerzeugung verwendet werden. Die heißen

Rauchgase der Brennkammer einerseits und das heie Produktgas andererseits knnen zur Dampferzeugung genutzt werden. Dieser Dampf wird teilweise im Vergaser bentigt und berschussdampf zur Wrmeauskoppelung verwendet.

Bei der Gaswsche wird mit einem RME<sup>1</sup>-Wscher ein Groteil der Teere entfernt. Dabei kondensiert auch das im Produktgas enthaltene Wasser und bildet mit dem RME und den Teeren ein Gemisch. Dieses Gemisch trennt sich aufgrund der unterschiedlichen Dichten der einzelnen unlsbaren Komponenten im Absetzbecken in zwei Schichten. Die obere Schicht besteht zum Groteil aus RME und wird abgezogen, um wieder im Waschprozess verwendet zu werden. Wenn die Waschflssigkeit gesttigt ist, wird sie ausgetauscht und in der Brennkammer entsorgt. Verbrauchter RME wird dann durch neuen ersetzt. Die untere Schicht, im Folgenden Kondensat genannt, besteht hauptschlich aus Wasser in dem aber auch organische Komponenten und RME enthalten sind (siehe Abbildung 1.2).



**Abbildung 1.2: Kondensat**

Dieses Kondensat soll verdampft werden, um diesen Dampf dem Vergasungsprozess rckfhren zu knnen. So kann auf eine kostspielige Entsorgung verzichtet und gleichzeitig Dampf fr den Vergasungsprozess zur Verfgung gestellt werden.

Fr diesen Verdampfungsprozess soll eine Anlage konzipiert und getestet werden, die mglichst resistent gegen Verschmutzungen ist. Die Eingliederung dieses Verdampfers ist in Abbildung 1.3 dargestellt und durch einen Rahmen hervorgehoben.

---

<sup>1</sup> RME – Raps Methyl Ester (ein aus Raps erzeugter Biodiesel)

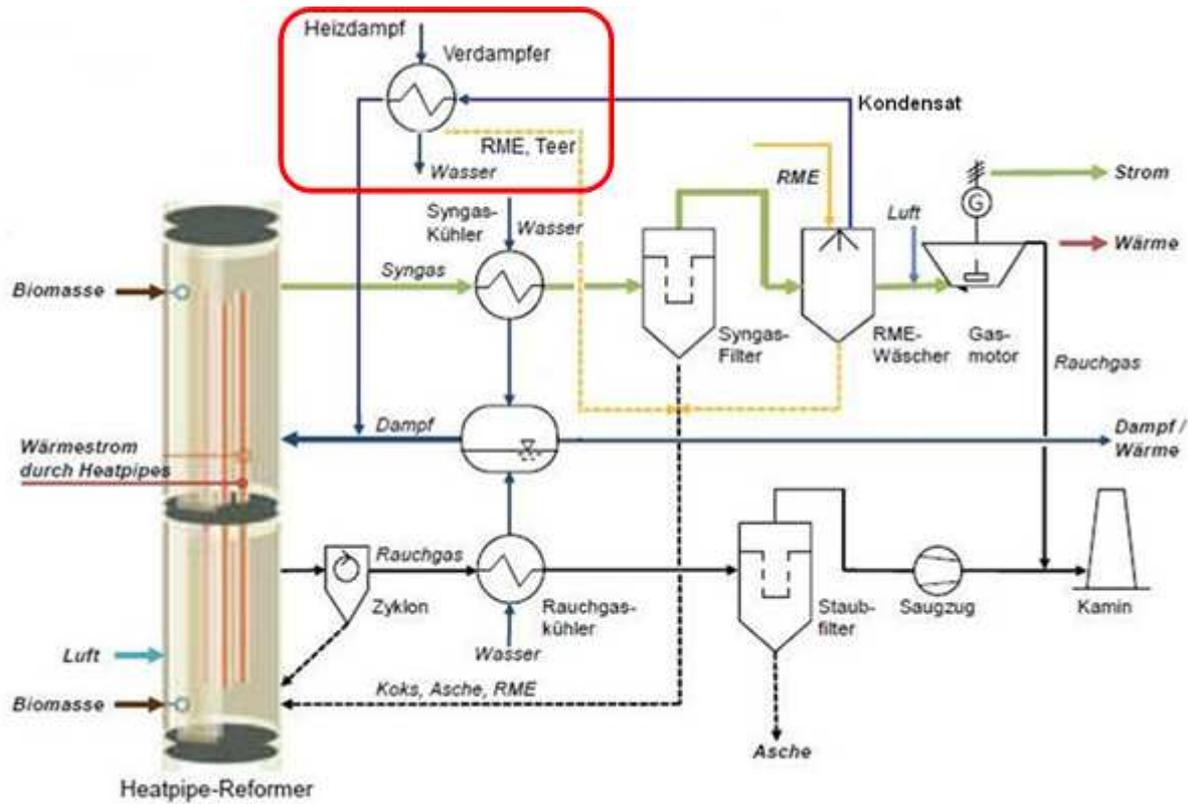


Abbildung 1.3: Gesamtanlagenschema ([www.agnion.de](http://www.agnion.de), 05.05.2012)

## 2. Berechnungsgrundlagen zu Wärmeübertragern

Hier wird kurz auf die wichtigsten Grundlagen zur Berechnung von Wärmeübertragern eingegangen. Eine analytische Lösung ist nur für einfache Geometrien möglich. Meistens werden für eine genaue Auslegung aber empirische Formeln verwendet.

Die Wärmeübertragungsleistung  $\dot{Q}$  entspricht dem übertragenen Wärmestrom in W, welcher vom warmen auf das kalte Fluid übertragen wird. In Gl. 2-1 stellt  $A$  die Fläche des Wärmeübertragers in  $\text{m}^2$  dar,  $U$  den Wärmedurchgangskoeffizienten in  $\text{W}/\text{m}^2\text{K}$  und  $\Delta T_m$  die mittlere logarithmische Temperaturdifferenz in K zwischen beiden Fluiden.

$$\dot{Q} = U \cdot A \cdot \Delta T_m$$

Gl. 2-1

Der Wert  $U$  in Gl. 2-1 fasst den konvektiven Übergang vom warmen Fluid 1 auf die Wand des Übertragers, die Wärmeleitung in der Wand, und den konvektiven Übergang von der Wand auf das kalte Fluid 2 zusammen (siehe Abbildung 2.1).

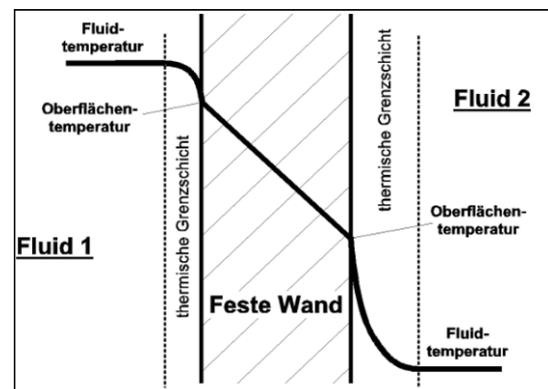


Abbildung 2.1: Wärmeübergang  
([www.wikipedia.org](http://www.wikipedia.org), 05.05.2012)

Der Wärmedurchgangskoeffizient  $U$  berechnet sich nach Gl. 2-2. Dabei bezeichnet  $\alpha_1$  den Wärmeübergangskoeffizienten von dem warmen Fluid auf die Wand in  $\text{W}/\text{m}^2\text{K}$ ,  $\lambda$  die Wärmeleitfähigkeit der Wand in  $\text{W}/\text{mK}$ ,  $l$  die Dicke der Wand in m und  $\alpha_2$  den Wärmeübergangskoeffizienten von der Wand auf das kalte Fluid in  $\text{W}/\text{m}^2\text{K}$ . Der Kehrwert des Wärmedurchgangskoeffizienten  $U$  wird als Wärmedurchgangswiderstand bezeichnet.

$$U = \frac{1}{\frac{1}{\alpha_1} + \sum_{j=1}^n \frac{l_j}{\lambda_j} + \frac{1}{\alpha_2}}$$

Gl. 2-2

Die Wärmeübergangskoeffizienten sind stark von der Strömungsgeschwindigkeit und der Art der Strömung abhängig und werden häufig mit empirischen Formeln berechnet. Im Allgemeinen steigt mit der Strömungsgeschwindigkeit der Wärmeübergangskoeffizient und damit der Wärmedurchgangskoeffizient, aber mit steigender Strömungsgeschwindigkeit nimmt auch der Druckverlust im Wärmeübertrager und damit die erforderliche Pumpleistung zu. Deshalb ist häufig ein Optimum zwischen guter Wärmübertragung und hohem Druckverlust zu finden.

Die mittlere logarithmische Temperaturdifferenz zwischen den Fluiden berechnet sich nach Gl. 2-3. Zur Erklärung der Formelzeichen siehe Abbildung 2.2.. Die Abbildung stellt den Verlauf der Temperaturen auf der kalten und warmen Seite über dem Weg im Wärmeübertrager dar.

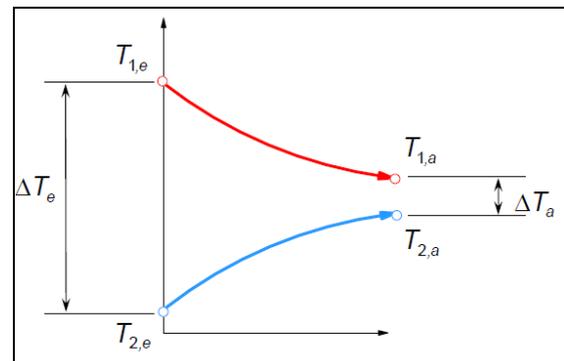


Abbildung 2.2: mittlere Temperaturdifferenz [3]

$\Delta T_e$  entspricht der Temperaturdifferenz am Eintritt des Wärmeübertragers in K.

$\Delta T_a$  entspricht der Temperaturdifferenz am Austritt des Wärmeübertragers in K.

$$\Delta T_m = \frac{\Delta T_e - \Delta T_a}{\ln\left(\frac{\Delta T_e}{\Delta T_a}\right)}$$

Gl. 2-3

Zur Berechnung der aufgenommen bzw. abgegebenen Wärmeleistung eines Stoffstroms werden die Gleichungen Gl. 2-4 und Gl. 2-5 verwendet:

$$\dot{Q}_1 = \dot{m}_1 \cdot c_{p1} \cdot (T_{1,e} - T_{1,a}) \quad \text{Gl. 2-4}$$

Die Abkühlung des Stoffstroms auf der warmen Seite berechnet sich nach Gl. 2-4. Dabei ist  $\dot{Q}_1$  die Wärmeleistung in W,  $\dot{m}_1$  der Massenstrom des warmen Fluids in kg/s,  $c_{p1}$  die spezifische Wärmekapazität des warmen Fluids in J/kgK,  $T_{1,e}$  die Eintrittstemperatur des warmen Fluids in K und  $T_{1,a}$  die Austrittstemperatur des warmen Fluids in K.

Die Erwärmung des Stoffstroms auf der kalten Seite berechnet sich analog mit Gl. 2-5:

$$\dot{Q}_2 = \dot{m}_2 \cdot c_{p2} \cdot (T_{2,a} - T_{2,e}) \quad \text{Gl. 2-5}$$

Wenn Wärmeverluste nach außen vernachlässigt werden, gilt Gl. 2-6:

$$\dot{Q} = \dot{Q}_1 = \dot{Q}_2 \quad \text{Gl. 2-6}$$

### 3. Eindampftechnik und Dampferzeugung

Die Wörter Eindampfen und Abdampfen beschreiben Verfahren die zur Stofftrennung eingesetzt werden. Dabei wird ein Lösungsmittel durch Verdampfung von einem gelösten Stoff getrennt. Der Ausdruck Dampferzeugung beschreibt ein Verfahren zur Gewinnung von Dampf.

Für diese Vorgänge gibt es viele verschiedene Anlagenkonzepte, die aufgrund der Vielzahl und Verschiedenheit der einzudampfenden Lösungen auch ihre Daseinsberechtigung haben. Meist ist es wünschenswert hohe Wärmeübergangskoeffizienten zu erreichen, um kleinere Heizflächen und somit günstigere Anlagen bauen zu können. Andererseits muss das Verfahren so gewählt werden, dass unerwünschte Veränderungen des Fluids, oder eine Beeinträchtigung der Betriebsweise durch Verschmutzungen vermieden werden. [4]

Im hier vorliegenden Fall soll die Lösung (Kondensat einer allothermen Biomassevergasungsanlage), möglichst vollständig verdampft werden, oder das Lösungsmittel Wasser von den im Wasser befindlichen organischen Komponenten getrennt werden. Zusätzlich ist es hier erforderlich, den durch die Stofftrennung erzeugten Dampf (auch Brüden genannt) dem Vergasungsprozess rückzuführen. Dazu sind fixe Dampfparameter erforderlich, die von dem Dampferzeuger bereitgestellt werden sollen. Somit ist dieses Verfahren eine Mischform aus Eindampfung und Dampferzeugung.

Für diese Anforderungen können unterschiedliche Verdampferbauarten eingesetzt werden, die auf den folgenden Seiten beschrieben werden.

Um die im Brüden enthaltene Energie im Eindampfungsprozess optimal nutzen zu können, werden auch mehrstufige Anlagen ausgeführt, die aber hier nicht weiter beschrieben werden, da der Brüden anderwärtig energetisch genutzt wird.

In Kapitel 5 werden die hier beschriebenen Verdampfer verglichen und hinsichtlich ihrer Eignung zur Kondensateindampfung bewertet.

### **3.1. Umlaufverdampfer**

In einem Umlaufverdampfer befindet sich die Lösung in einem geschlossenen Kreislauf. Im oberen Bereich eines Umlaufverdampfers ist ein Behälter angeordnet, welcher die flüssige Phase von der gasförmigen trennt. Man unterscheidet zwei verschiedene Umlaufverdampferbauformen.

#### **3.1.1. Naturumlaufverdampfer**

Beim Naturumlaufverdampfer erfolgt der Antrieb des Umlaufs allein durch den Dichteunterschied des Fluids. Die Flüssigkeit verlässt den Sammelbehälter über sogenannte Fallrohre, wird zu den Steigrohren geleitet und dort erhitzt (siehe Abbildung 3.1 rechts). Wenn eine entsprechende Temperatur erreicht wird, entstehen Dampfblasen, die durch Auftriebskräfte nach oben steigen und somit den Kreislauf antreiben. Das zweiphasige Gemisch tritt in den Sammelbehälter ein, wo die flüssige Phase von der gasförmigen getrennt wird. Der gesättigte Dampf steigt auf, wird von feinen Tröpfchen befreit und verlässt den Verdampfer. Die Naturumlaufverdampfer lassen sich noch unterteilen in Naturumlaufverdampfer mit innenliegendem Heizkörper (Robertverdampfer, Abbildung 3.1 links) und Verdampfer mit außenliegenden Heizkörpern (wie in Abbildung 3.1 rechts dargestellt). Die Variante mit außenliegenden Heizkörpern ist besser geeignet für Flüssigkeiten die zur Verschmutzung neigen, da die Rohrbündel in dem Fall besser gereinigt werden können.

Die Vorteile des Naturumlaufverdampfers sind der relativ einfache Aufbau ohne Pumpen, was einerseits eine geringere Fehleranfälligkeit bedeutet und andererseits niedrigere Investitions- und Betriebskosten. Nachteilig sind der kleine Lastbereich und die für einen Betrieb als Naturumlaufverdampfer notwendige Mindesttemperaturdifferenz [4].

Weiters ist aufgrund geringerer Strömungsgeschwindigkeiten gegenüber erzwungener Strömung ein schlechterer Wärmeübergang vorhanden, der die Wärmestromdichte beschränkt.

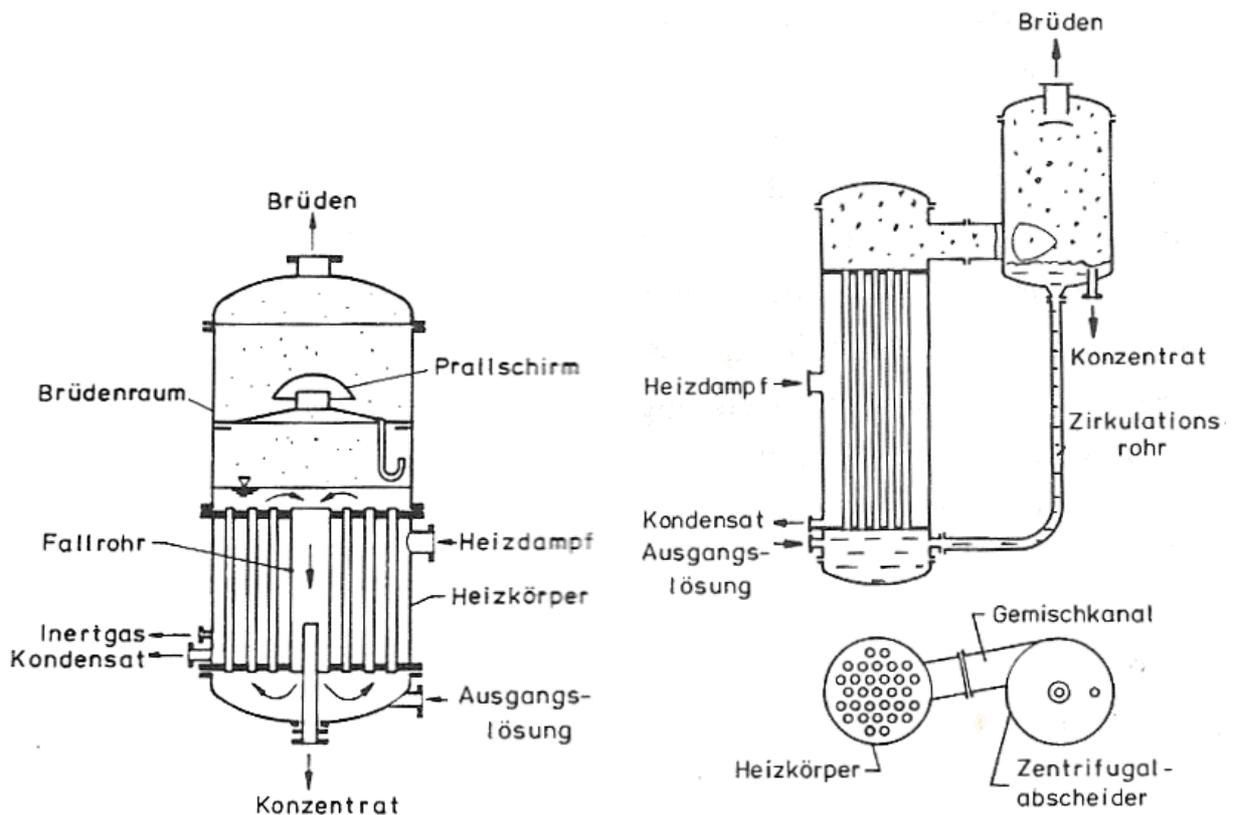


Abbildung 3.1: Naturumlaufverd. mit innen- (links) u. außenliegenden (re.) Heizkörpern [5]

### 3.1.2. Zwangsumlaufverdampfer

Der Dampfdruck, die Dampferzeugerleistung und die Beheizungsintensität als Grenzwerte für den Naturumlaufverdampfer führten zum Prinzip des Zwangsumlaufverdampfers [6]. Dieser unterscheidet sich vom Naturumlaufverdampfer hauptsächlich durch eine Umwälzpumpe, die den Umlauf erzwingt (siehe Abbildung 3.2).

Mit dieser Bauweise kann also ein besserer Wärmeübergang erreicht werden, was eine kleinere Baugröße ermöglicht, oder bei gleicher Leistung und gleicher Fläche niedrigere Oberflächentemperaturen bedeutet [4]. Mit dieser Bauart können auch hochviskose Flüssigkeiten bei kleineren Temperaturdifferenzen (im Vergleich zum Naturumlaufverdampfer) verdampft werden.

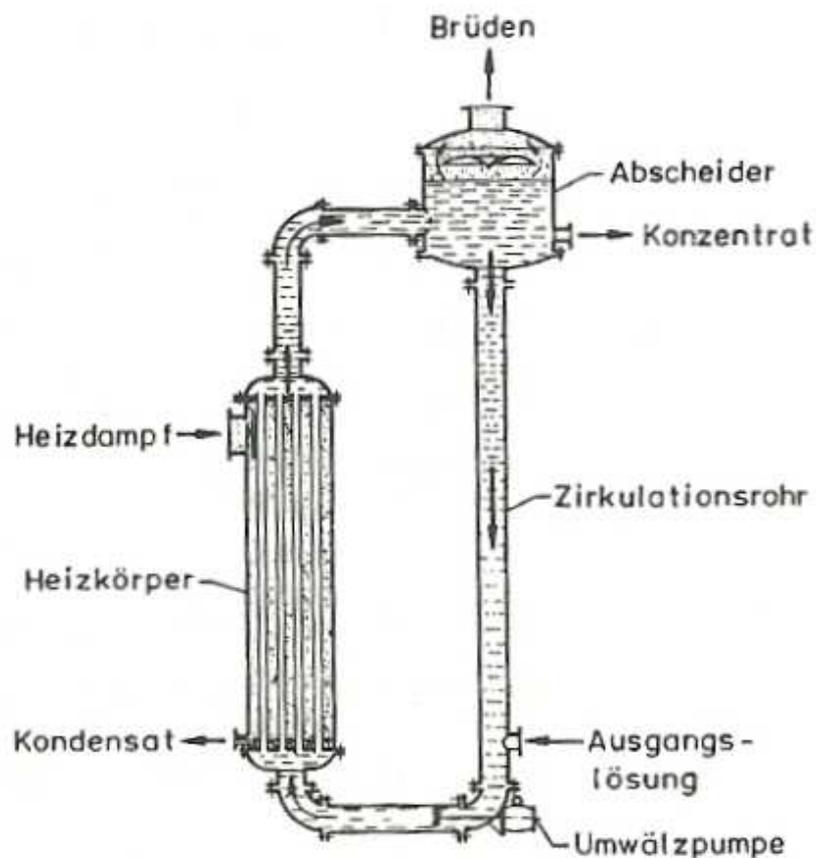


Abbildung 3.2: Zwangsumlaufverdampfer [5]

## 3.2. Durchlaufverdampfer

Der Durchlaufverdampfer unterscheidet sich vom Umlaufverdampfer dadurch, dass in einem Durchlauf die gewünschten Dampfparameter erreicht sind. Manche Lösungen sind temperaturempfindlich und verändern die Eigenschaften, wenn sie längere Zeit höheren Temperaturen ausgesetzt sind. Beim Durchlaufverdampfer werden kurze Verweilzeiten der Lösung im Verdampfer erreicht. Dies ermöglicht ein schonendes Eindampfen, wie es für temperaturempfindliche Lösungen notwendig ist.

### 3.2.1. Fallfilmverdampfer

Die Lösung strömt in den Rohren eines Rohrbündelwärmetauschers als dünner Film von oben nach unten. Die Rohre werden außen durch ein Heizmedium beheizt. Die Lösung in den Rohren beginnt aufgrund der kleinen Schichtdicke und der hohen

Wärmeübertragungskoeffizienten relativ schnell zu verdampfen. Der entstehende Brüden strömt nach unten und wird anschließend in einem externen Abscheider geleitet.

Die kurze Verweilzeit und die niedrigen Wandtemperaturen ermöglichen ein schonendes Eindampfen. Die gleichmäßige Benetzung der Wärmeübertragerflächen ist essentiell für diese Art von Verdampfern, da sich an trockenen Stellen schnell Ablagerungen bilden können. Für hochviskose und belagbildende Flüssigkeiten ist diese Bauform weniger geeignet [5].

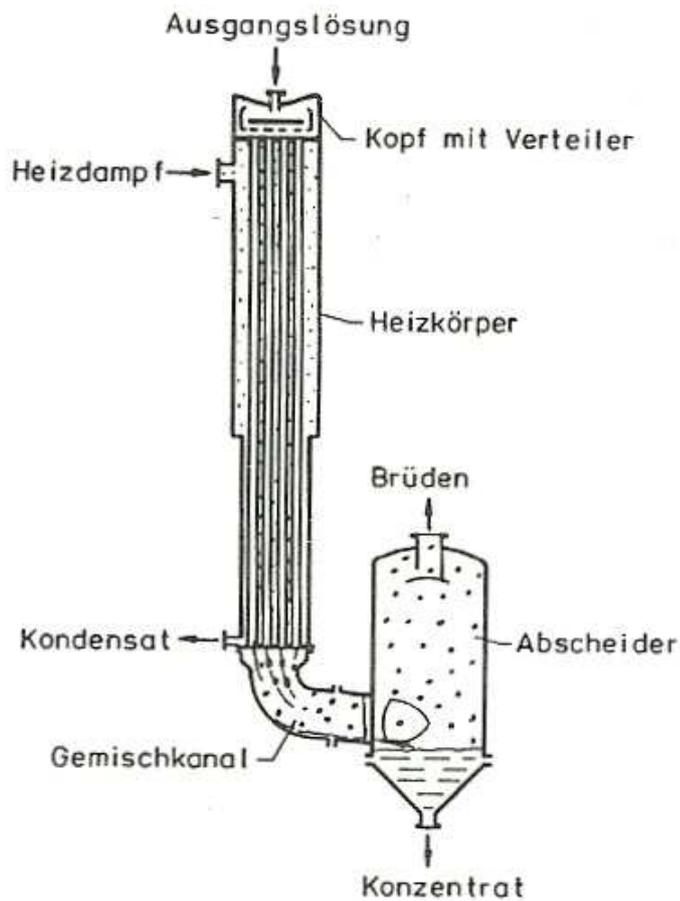


Abbildung 3.3: Fallfilmverdampfer [5]

### 3.2.2. Rieserverdampfer

Der Rieserverdampfer ist dem Fallfilmverdampfer sehr ähnlich, aber mit dem Unterschied, dass der entstehende Brüden nach oben strömt. Am oberen Ende befindet sich ein Behälter, in welchem die Tropfenabscheidung erfolgt (siehe Abbildung 3.4 links).

Im Vergleich zum Fallfilmverdampfer weist diese Bauart durch den Gegenstrombetrieb etwas bessere Wärmeübertragungseigenschaften auf. [5]

### 3.2.3. Kletterverdampfer

Der Kletterverdampfer ist ebenfalls ähnlich aufgebaut, aber hier strömen beide Phasen nach oben. Der aufsteigende Brüden treibt auch den Flüssigkeitsfilm nach oben (siehe Abbildung 3.4 rechts).

Diese Bauart eignet sich vor allem für hochviskose und schäumende Lösungen.

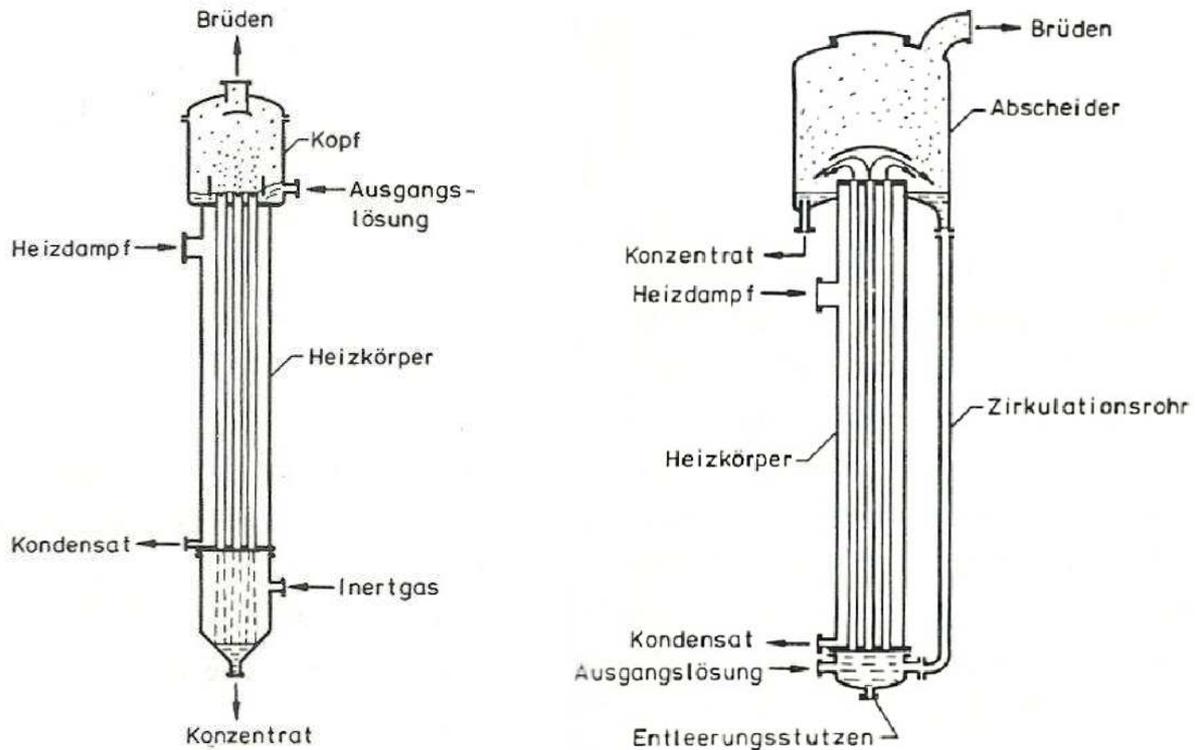


Abbildung 3.4: Rieserverdampfer (links), Kletterverdampfer (rechts) [5]

### 3.2.4. Dünnschichtverdampfer

Für einen einwandfreien Betrieb von Durchlaufverdampfern ist es essentiell, dass die Heizflächen gut benetzt sind, was bei gewissen Lösungen zu Problemen führen kann. Um diese Problematik zu reduzieren, wird im Dünnschichtverdampfer die Flüssigkeit mit Wischern als dünner Film auf die Heizflächen aufgetragen und dort verdampft. So reduziert sich die Gefahr, dass der Film aufreißt und trockene Stellen gebildet werden. Aufgebaut sind Dünnschichtverdampfer meist aus einem beheizten Mantelrohr, an dessen Innenseite mit Wischern der Film aufgetragen wird (siehe Abbildung 3.5 links). Der aufsteigende Brüden wird im mitrotierenden Abscheider von Tröpfchen befreit und aus dem Verdampferkörper geleitet.

Man unterscheidet Luwa – Verdampfer (siehe Abbildung 3.5), bei dem ein starres Wischersystem im Abstand von 1 - 2 mm von der inneren Mantelfläche rotiert und Sambay – Verdampfer, deren Flügel beweglich auf der Welle aufgehängt sind, sodass sich die Dicke des Flüssigkeitsfilms je nach Zähigkeit der Lösung von selbst einstellt. [7]

Außerdem gibt es noch sogenannte Zentrifugal – Dünnschichtverdampfer (siehe Abbildung 3.5 rechts), die einen konischen Brüdenraum aufweisen. Am inneren Umfang wird die einzudampfende Lösung aufgebracht und strömt unter Einfluss der Zentrifugalkraft über die beheizte Verdampferfläche unter teilweiser Verdampfung nach außen. Das Konzentrat wird in einer Ringtasse im äußeren Bereich aufgefangen und mit einem Schöpfrohr abgezogen. Der Brüden kann durch das Brüdenrohr aus dem Apparat abgezogen werden. Im Heizraum kondensiert Dampf auf den Heizflächen, wo ebenfalls durch die Zentrifugalkraft getrieben, das Kondensat nach außen abfließt. [5]

Der Wärmeübergang in Dünnschichtverdampfern ist sehr gut, deshalb können niedrige Oberflächentemperaturen eingestellt werden. Dieses Verfahren eignet sich bestens für empfindliche Flüssigkeiten. Nachteilig sind der komplexe Aufbau und die relativ kleine Wärmeübertragungsfläche.

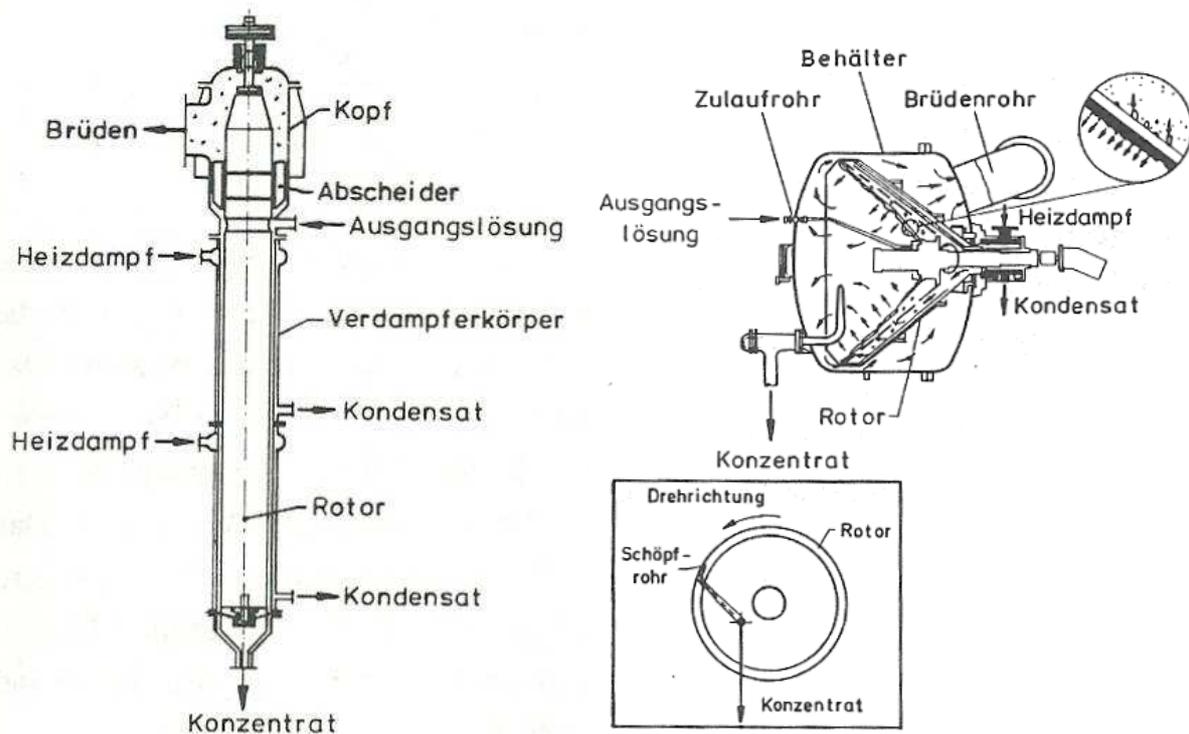


Abbildung 3.5: Luwa-Verdampfer (links), Zentrifugal-Dünnschichtverdampfer (rechts) [5]

### 3.2.5. Wendelrohrverdampfer

Relativ große Heizflächen bei geringer Bauhöhe zeichnen diesen Verdampfer aus. Die Verdampferrohre sind spiralförmig im Heizraum angeordnet. Die Lösung strömt von oben nach unten durch die Spirale. Der Brüden und die noch nicht verdampfte Lösung werden in einem Abscheider voneinander getrennt. [8]

Dieser Verdampfer ist für Lösungen mit hoher Viskosität gut geeignet. Nachteilig ist die schlechte Reinigungsmöglichkeit im Inneren der Rohrwendel.

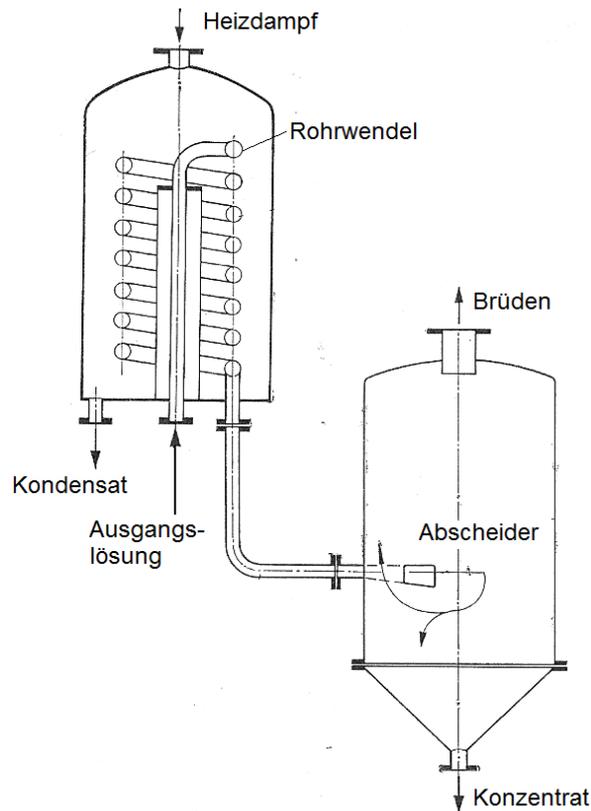


Abbildung 3.6: Wendelrohrverdampfer [8]

### 3.2.6. Plattenverdampfer

Plattenverdampfer sind im Wesentlichen wie Plattenwärmeübertrager aufgebaut, das heißt je eine Platte trennt das Heizmedium von der zu verdampfenden Flüssigkeit (siehe Abbildung 3.7). Bei geschraubten Varianten können die Platten getrennt werden, was eine einfache Reinigung ermöglicht. Die zwischen den Platten liegenden Dichtungen können ein Problem für aggressive Medien darstellen und beschränken die maximale Betriebstemperatur.

Dieses Verdampfungsverfahren ermöglicht extrem kurze Verweilzeiten der Flüssigkeit im Verdampfer und eignet sich für empfindliche Flüssigkeiten. Ein Vorteil ist auch die kompakte Bauform dieser Verdampfer. Ein Nachteil ist aber die Anfälligkeit für Verschmutzungen. [9]

Es gibt aber auch die Möglichkeit eines Verfahrens, das die Eignung für belagbildende Flüssigkeiten erhöht. Bei diesem Verfahren kann mit Ventilen zwischen kalter und warmer Seite umgeschaltet werden. Dadurch wird die Plattenseite, die zuvor mit der

verunreinigten Lösung beaufschlagt war und bereits einen Belag gebildet hat, durch den kondensierenden Heizdampf gereinigt. Dieses Verfahren wird beispielsweise in der Zelluloseindustrie zur Eindampfung von Sulfitablauge verwendet. [7]

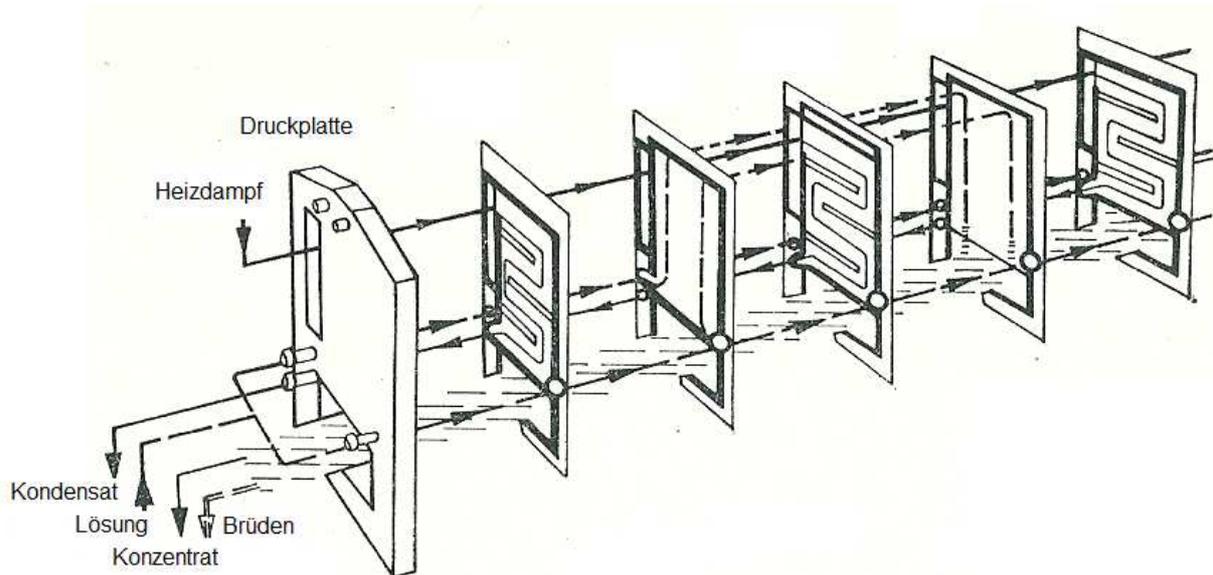


Abbildung 3.7: Plattenverdampfer [7]

### 3.3. Kurzwegverdampfer

In einem Kurzwegverdampfer findet Verdampfung und Kondensation meist im gleichen Raum statt. Sie können als Fallstromverdampfer oder Dünnschichtverdampfer ausgeführt sein. Die Flüssigkeit wird über entsprechende Einrichtungen gleichmäßig auf den Heizflächen verteilt. Es bildet sich ein dünner Film, der zu verdampfen beginnt. Der so erzeugte Dampf kondensiert dann an den Kondensatorflächen. Die Flüssigkeiten werden getrennt ausgeleitet. Angetrieben wird die Strömung durch den Druckunterschied, der sich durch die Kondensation ergibt. Da diese Druckdifferenz sehr gering ist, soll der Weg möglichst kurz sein um Druckverluste zu vermindern, daher der Name Kurzwegverdampfer. ([www.sms-vt.com](http://www.sms-vt.com), 05.05.2012)

Der Kurzwegverdampfer eignet sich besonders für empfindliche Medien, da die Verweilzeit sehr gering ist. Wenn der Brüden anderweitig verwendet werden soll, ist dieses Verfahren nicht geeignet, da bereits im Apparat die Kondensation stattfindet.

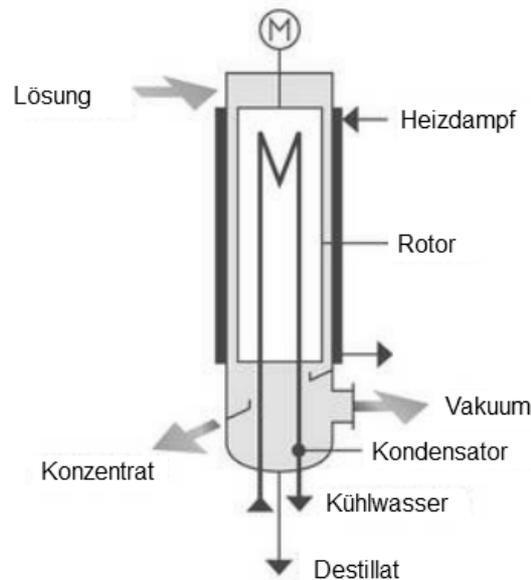


Abbildung 3.8: Kurzwegverdampfer ([www.gigkarasek.at](http://www.gigkarasek.at), 05.05.2012)

### 3.4. Tauchrohrverdampfer

Der Tauchrohrverdampfer besteht aus einem liegenden Kessel, in dem horizontale Rohrleitungen eingebaut sind (siehe Abbildung 3.9). Diese Rohrleitungen werden vom Heizmedium durchströmt und beheizen die Lösung im Kessel. Der Brüden steigt auf und wird von Flüssigkeitstropfen befreit, bevor er den Verdampfer verlässt. Das Konzentrat kann am Boden des Kessels abgezogen werden.

Eingesetzt werden Tauchrohrverdampfer wenn eine geringe Bauhöhe vonnöten ist. Die Verdampfungsleistung liegt unter der von Verdampfern mit vertikalen Rohren. Für Medien, die zu Ablagerungen neigen, ist diese Bauart weniger geeignet, da die Außenseite der Heizungsrohre schlecht zugänglich ist und sich somit schwer reinigen lässt. [5]

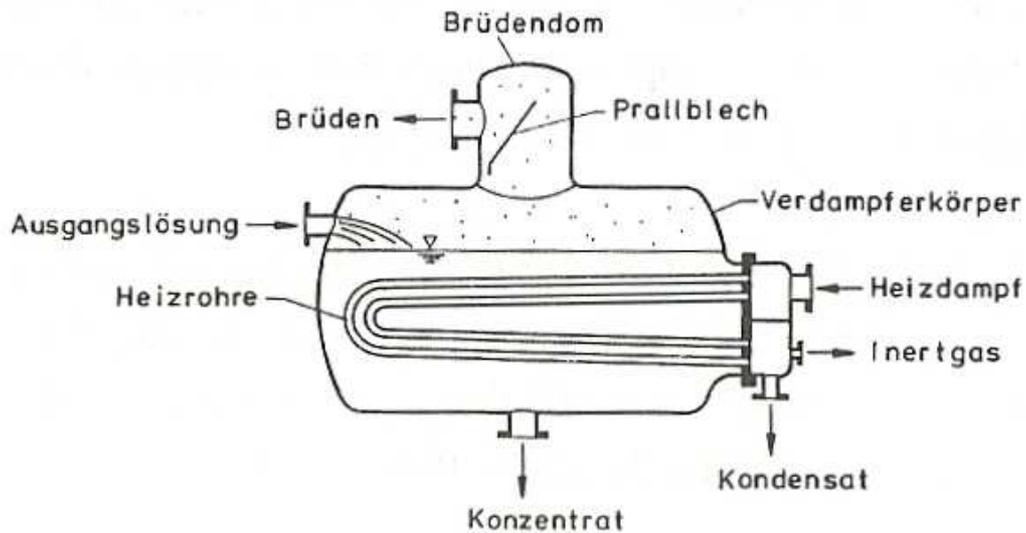


Abbildung 3.9: Tauchrohrverdampfer [5]

### 3.5. Rührwerksverdampfer

Im Rührwerksverdampfer wird die Lösung in einem Behälter durch einen Rührmechanismus durchmischt. Die Lösung wird entweder von außen oder durch innenliegende Heizschlangen beheizt (siehe Abbildung 3.10). Meist arbeiten sie diskontinuierlich, das heißt die Lösung wird abgefüllt und bis zur gewünschten Endkonzentration verdampft.

Die Verdampferleistung von Rührwerksverdampfern ist gering, da die Heizfläche im Vergleich zum Flüssigkeitsvolumen eher gering ist. Sie werden daher selten als Verdampfer eingesetzt. Vorteilhaft ist, dass eine gewünschte Endkonzentration durch Variation der Parameter leichter erreicht werden kann als bei kontinuierlichen Verfahren. Rührwerksverdampfer werden auch eingesetzt, um zähflüssige Medien einzudampfen. Dabei werden sie oft einem kontinuierlichen Verdampfer nachgeschaltet, um die Endkonzentration zu erreichen. [5], [9]

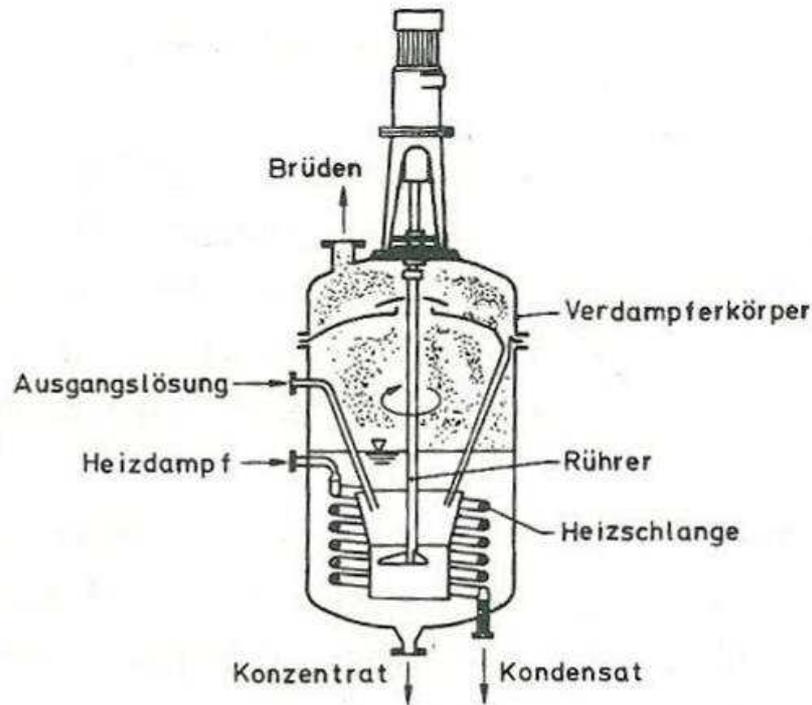


Abbildung 3.10: Rührwerksverdampfer mit innenliegenden Heizschlangen [5]

### 3.6. Wirbelschichtverdampfer

Wirbelschichtverdampfer basieren auf dem Prinzip des Wirbelschichtwärmeübertragers, wie in Abbildung 3.11 dargestellt. In einem Rohrraum sind mehrere vertikale Rohre angeordnet, die innen vom Heizmedium durchflossen werden. Im Rohrraum befinden sich Wirbelkörper, die für einen guten Wärmeübergang sorgen. Das Funktionsprinzip ähnelt dem des Zwangsumlaufsverdampfers, mit dem Unterschied das sich hier auch Wirbelkörper im Kreislauf bewegen. Zusätzlich ist ein Abscheider vorgesehen, der die Wirbelkörper von der Flüssigkeit trennt. Die überhitzte Flüssigkeit wird im nachfolgenden Abscheider entspannt und zum Teil verdampft.

Diese Bauart zeichnet sich durch hohe Standzeiten aus, da die Heizflächen ständig von den Wirbelkörpern gereinigt werden. Somit ist dieser Verdampfer bestens für belagbildende Flüssigkeiten geeignet. Nachteilig ist der komplexe Aufbau. ([www.gea-wiegand.de](http://www.gea-wiegand.de), 05.05.2012)

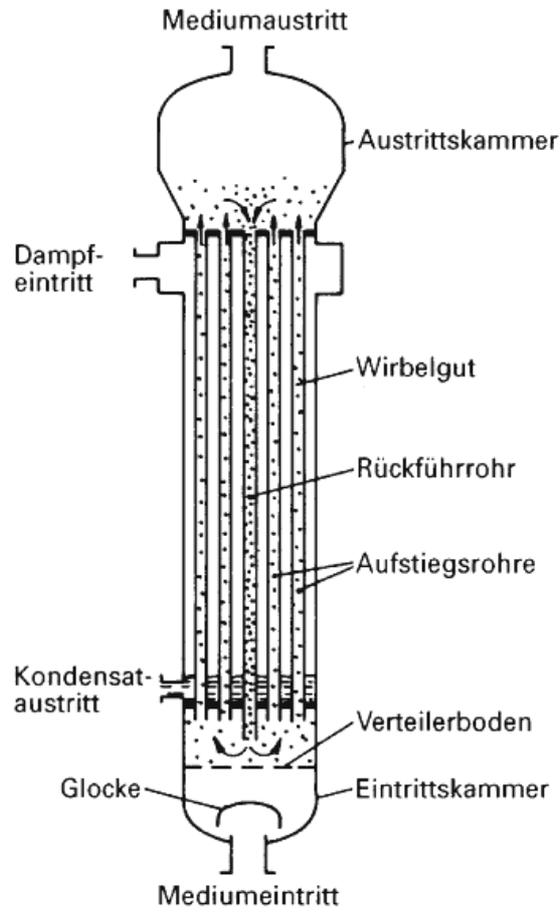


Abbildung 3.11: Wirbelschichtwärmeübertrager [10]

### 3.7. Entspannungsverdampfer

Entspannungsverdampfung tritt in vielen der zuvor beschriebenen Verdampfertypen auf, wenn die Flüssigkeit im untern Bereich des Verdampfers aufgrund des hydrostatischen Druckes auf höhere Temperaturen gebracht wird, als der zum Druck im darüberliegenden Brüdenraum gehörenden Siedetemperatur. Wegen der Überhitzung der Flüssigkeit findet bei fast allen Umlauf- und Durchlaufverdampfern im oberen Bereich eine Entspannungsverdampfung statt. [5]

Die hier beschriebene Entspannungsverdampfung stellt ein eigenständiges Verdampfungsverfahren dar, das dadurch gekennzeichnet ist, dass die Flüssigkeit bei einem höheren Druck auf eine höhere Temperatur gebracht wird als die zum Druck im Brüdenraum gehörende Siedetemperatur. Die Flüssigkeit wird dann durch Drosselung im Brüdenraum entspannt, wobei ein Teil der Flüssigkeit verdampft (siehe Abbildung 3.12). Da nur ein Teil

der Flüssigkeit verdampft, gehört der Entspannungsverdampfer zur Gruppe der Umlaufverdampfer.

Der große Vorteil dieses Verfahrens, im Vergleich zu anderen ist, dass es zu keinem Siedevorgang an den Heizflächen kommt, weil die Flüssigkeit erst im Entspannungsbehälter verdampft. Denn beim Siedevorgang auf Heizflächen bildet sich ein dünner Film, in dem der Siedevorgang hauptsächlich stattfindet. In diesem Film verdampft zuerst der leichtflüchtige Anteil. Dann strömt Lösung aus der flüssigen Phase in den Dampffilm, wo wiederum nur der leichtflüchtige Anteil verdampft. Dadurch kommt es zu einer Anreicherung der schwerflüchtigen Komponenten im Nahbereich der Heizflächen, was zu einer erhöhten Verschmutzungsneigung führt (siehe auch Kapitel 4.3). [10]

Nachteilig an diesem Verfahren ist, dass meist eine große Umlaufmenge notwendig ist, um die gewünschte Dampfmenge zu erreichen. Solche Entspannungsverdampfer werden vor allem bei stark korrosiven Medien eingesetzt. Außerdem werden sie eingesetzt, wenn es um die Eindampfung von Flüssigkeiten geht, die zur Belagsbildung an den Heizflächen neigen. Angewandt wird dieses Verfahren beispielsweise zur Meerwasserentsalzung, wobei hierfür meist ein mehrstufiger Entspannungsverdampfer zum Einsatz kommt.

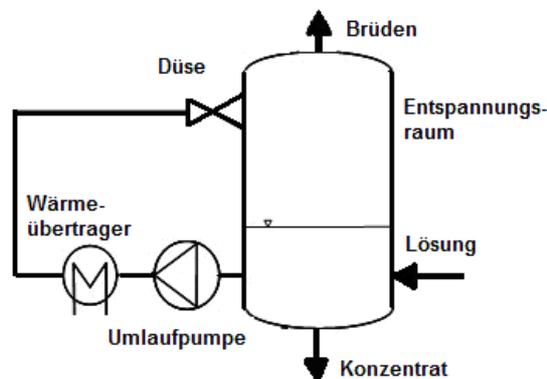


Abbildung 3.12: Entspannungsverdampfer

## 4. Fouling in Wärmeübertragern

Dieses Kapitel beschreibt den Foulingprozess und dessen Auswirkungen. Es werden die unterschiedlichen Foulingmechanismen, sowie der Ablauf des Foulings erklärt. Zusätzlich wird auf die Ablagerungsbildung beim Blasensieden eingegangen. Die folgenden Erläuterungen sind großteils sinngemäß dem VDI<sup>2</sup> – Wärmeatlas ([10] Abschnitt: Od) entnommen.

Unter Fouling wird im Allgemeinen die Ablagerung von unterschiedlichen Materialien an Wärmeübertragungsflächen verstanden. Fast alle Fluide die zur Wärmeübertragung eingesetzt werden, enthalten mehr oder weniger belagbildende Materialien, die sich abhängig von verschiedenen Einflüssen an den Wärmeübertragungsflächen ablagern. Die Wärmeleitfähigkeit dieser Ablagerungen ist meist relativ gering, sodass ein zusätzlicher Wärmeübergangswiderstand entsteht, der durchaus großen Einfluss auf den Wärmeübergang haben kann.

### 4.1. Foulingmechanismen

Oft treten unterschiedliche Foulingmechanismen gleichzeitig in Wärmeübertragern auf. Dies kann sich sowohl positiv als auch negativ auf den Wärmeübergangswiderstand auswirken. Die folgende Auflistung beschreibt mögliche Foulingmechanismen.

- **Kristallisationsfouling:** bezeichnet die Ablagerung von Salzen, die durch unterschiedliche Vorgänge übersättigt vorliegen können.
- **Partikelfouling:** Unter Partikelfouling versteht man die Ablagerung von fein suspendierenden Partikeln an den Wärmeübertragungsflächen oder die Ablagerung von größeren Teilchen, die sich aufgrund der Schwerkraft an horizontalen Heizflächen absetzen.
- **Reaktionsfouling:** Ablagerungsbildung aufgrund von chemischen Reaktionen in der Lösung.

---

<sup>2</sup> VDI – Verein Deutscher Ingenieure

- Korrosionsfouling: bezeichnet die Bildung von Ablagerungen infolge einer Oxidation an der Wärmeübertragerfläche. Diese Oxidschichten haben meist eine hohe Wärmeleitfähigkeit, begünstigen aber aufgrund der Veränderung der Heizflächenoberflächenstruktur andere Foulingmechanismen.
- Biofouling: tritt bei eher geringeren Heizflächentemperaturen auf, die das Wachstum von Mikro- oder Makroorganismen begünstigen.

Abbildung 4.1 zeigt die Häufigkeit, der bei einer Umfrage an 1000 Firmen angegebenen, Foulingmechanismen. Es zeigt sich, dass Korrosionsfouling am häufigsten auftritt. Der Rest auf 100 % entspricht sonstigen Foulingmechanismen bzw. wenn keine genaueren Angaben gemacht wurden.

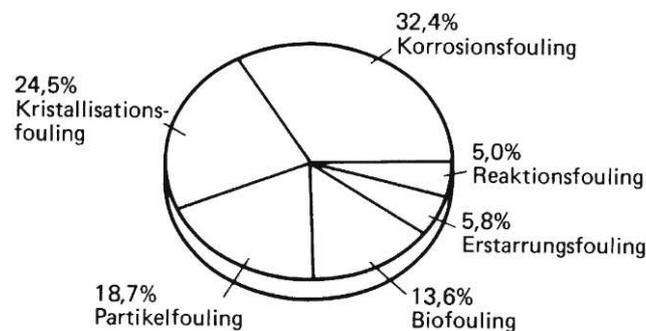


Abbildung 4.1: Häufigkeit der verschiedenen Foulingmechanismen [10]

## 4.2. Ablauf des Foulingvorgangs

Hier wird der Ablauf des Foulingprozesses beschrieben, der üblicherweise in Wärmeübertragern beobachtet werden kann.

- Eingangsphase: Außer beim Partikelfouling kommt es bei allen Foulingmechanismen am Anfang für eine gewisse Zeit zu keiner Verschlechterung des Wärmeübergangs. Diese Eingangsphase kann unterschiedlich lange dauern und ist von verschiedenen Faktoren abhängig.
- Stofftransport: Damit sich an der Heizfläche Ablagerungen bilden können, muss die zur Ablagerungsbildung neigende Komponente im Wandbereich vermehrt auftreten. Das heißt, es kommt zu einem Stofftransport vom Strömungskern zur Heizfläche.

- Ablagerungsbildung: Nach dem Stofftransport kommt es je nach Foulingmechanismus entweder zu einer direkten Ablagerung der Komponenten (Partikelfouling), oder durch den Temperatureinfluss zu Reaktionen, die ebenfalls zu Ablagerungen führen können (Reaktionsfouling).
- Abtragung/Autoretardation: Durch die Fluidströmung kommt es zu einer Abtragung der Beläge, abhängig von den Strömungseigenschaften und der Festigkeit der anhaftenden Schichten. Autoretardation bezeichnet die zeitliche Verzögerung von Prozessen die zum Fouling führen, durch den gebildeten Belag selbst. Autoretardation tritt beispielsweise auf, wenn die Temperatur, der das Fluid ausgesetzt ist, durch den Belag abnimmt. Oder bei der Abnahme von Oberflächenrauigkeiten durch Fouling.
- Alterung: Durch Alterungsprozesse des Belags am Wärmeübertrager kann die Wärmeübertragung sowohl verbessert als auch verschlechtert werden. Ersteres tritt z.B. beim Biofouling auf, wenn die Organismen aus irgendwelchen Gründen absterben. Letzteres kann durch Polymerisationsvorgänge hervorgerufen werden.

### **4.3. Ablagerungsbildung beim Blasensieden**

Der Wärmeübergang ist beim Blasensieden nicht mehr von der Makrokonvektion (Strömungsgeschwindigkeit), sondern von der Mikrokonvektion (Blasenbildung) abhängig. Die Mikrokonvektion wird von der Heizflächenbelastung und den Stoffwerten des Fluids bestimmt. Zwischen beheizter Wand und der Flüssigkeit bildet sich eine Filmschicht, die den Wärmeübergang zwischen Wand und Flüssigkeit beeinflusst. In dieser Filmschicht kommt es zur Verdampfung und dadurch zu einer Nachströmung von Flüssigkeit aus dem Flüssigkeitskern. Da zuerst immer der leichtsiedende Anteil verdampft, kommt es in diesem Film zu einer Anreicherung der schwersiedenden Komponenten. Dabei kann die Konzentration dieser Komponenten um bis zu  $10^4$  höher sein als im Flüssigkeitskern. Da die schwersiedenden Bestandteile eher zum Fouling neigen, kommt es zu einer erhöhten Ablagerungsbildung an der Heizfläche.

#### **4.4. Organische Ablagerungen in Verdampfern**

Bei der Belagbildung durch organische Komponenten können aber erhebliche Probleme auftreten. Diese reichen von einer Verschlechterung des Wärmeübergangs bis zu einer völligen Verstopfung der Wärmeübertragungsrohre. Diese Probleme haben ihre Ursache meist in Polymerisations- oder Zersetzungsreaktionen, welche in der Lösung auftreten können und durch Überhitzung der Lösung an der Heizfläche hervorgerufen werden. Abhängig von der Zusammensetzung der Lösung und den ablaufenden Reaktionen können sich dabei Produkte unterschiedlicher Konsistenz bilden. Diese Produkte können harzig oder zäh sein aber auch hart und spröde. Im Normalfall lassen sich diese Ablagerungen auch nur schwer lösen, weder durch chemische noch durch mechanische Reinigung. Außer der Temperatur können auch noch andere Umstände diese Reaktionen beeinflussen. So können beispielsweise die Materialien der Heizflächen oder aber auch Korrosionsprodukte durch ihre katalytischen Eigenschaften die ablaufenden Reaktionen beschleunigen. Folgende Auflistung nennt Maßnahmen, welche die Belagbildung verhindern oder verlangsamen können [8]:

- Niedrige Verdampfungstemperaturen durch geringen Betriebsdruck im Verdampfer.
- Zwangsumlauf, um höhere Strömungsgeschwindigkeiten zu erreichen.
- Reduzierung der Verweilzeit im Verdampfer.
- Wahl geeigneter Materialien.
- Zugabe stabilisierender Zusatzstoffe.
- Beschichtung der Heizflächen.

#### **4.5. Praktische Auslegung von Wärmeübertragern**

Bei der Auslegung von Wärmeübertragern wird normalerweise eine Überdimensionierung der Heizfläche vorgenommen, um die durch Fouling auftretenden Verluste kompensieren zu können. Diese Überdimensionierung ergibt sich aufgrund der Einbeziehung des Foulingwiderstands (Foulingfaktor) in die Berechnung. Die Überdimensionierung sollte so gewählt sein, dass der Wärmeübertrager eine bestimmte Betriebszeit betrieben werden kann, bevor er gereinigt oder ausgetauscht werden muss. Die zur Auslegung notwendigen Foulingwiderstände sind Erfahrungswerte, die in den seltensten Fällen von den Herstellerfirmen bekanntgegeben werden.

#### **4.5.1. Auswirkung der Überdimensionierung**

Die Überdimensionierung der Heizfläche führt dazu, dass vor Auftreten von Foulingeffekten eine höhere Leistung übertragen werden kann. Da bei vielen Prozessen aber die Ein- und Austrittstemperaturen vorgegeben sind, muss der Massenstrom und damit die Strömungsgeschwindigkeit des Heizmediums reduziert werden. Dadurch verändert sich natürlich auch das Foulingverhalten des Wärmeübertragers. Die Oberflächentemperatur an der Wand steigt an und es kommt zu erhöhter Belagbildung. Diese kann eventuell auch durch Erhöhen der Strömungsgeschwindigkeit nicht mehr rückgängig gemacht werden. Somit wird bei einer Auslegung mit zu hohem Foulingwiderstand ein Wärmeübertrager gewählt, der stärker zum Fouling neigt als ein mit niedrigerem Foulingwiderstand ausgelegter Wärmeübertrager.

#### **4.5.2. Abhängigkeit des Foulingwiderstands von den Betriebsbedingungen**

Folgende Beziehungen können als Näherung zur Beschreibung der Abhängigkeit des Foulingwiderstands von den Betriebsbedingungen angenommen werden:

- Das Fouling ist proportional zu den foulingverursachenden Komponenten.
- Der Foulingwiderstand nimmt mit zunehmender Geschwindigkeit ab, da die Abtragung des Belags zunimmt.
- Der Foulingwiderstand steigt exponentiell mit der Heizflächentemperatur an.
- Mit zunehmender Rauigkeit der Wärmeübertragungsfläche steigt auch die Neigung zur Belagbildung.

#### **4.5.3. Einfluss des Foulings auf den Druckverlust**

Die Beläge bewirken eine Erhöhung des Druckverlusts, wegen der Verkleinerung des Durchflussquerschnitts einerseits und wegen der Vergrößerung der Oberflächenrauigkeit andererseits. Es sollte aber nicht nur über den Druckverlust auf den Zustand der Heizfläche geschlossen werden, da eine Erhöhung des Druckverlusts auch eine Verbesserung der Wärmeübertragungseigenschaften bedeuten kann und damit ein Zusammenhang zwischen Foulingwiderstand und Druckverlust nicht eindeutig ist.

#### 4.5.4. Fouling in unterschiedlichen Wärmeübertragern

Die zwei häufiger verwendeten Wärmeübertragerbauarten, der Rohrbündelapparat und der Plattenwärmeübertrager werden hier näher beschrieben.

##### Rohrbündelwärmeübertrager:

Für Rohrbündelapparate gibt es Tabellenwerke (siehe z.B.: Tabelle 4.1) mit Foulingwiderständen, die von TEMA<sup>3</sup> herausgegeben werden. Mit diesen Erfahrungswerten kann die Wärmeübergangszahl berechnet werden. Um Prozessbedingungen besser zu berücksichtigen, sollten die in Kapitel 4.5.2 genannten Zusammenhänge berücksichtigt werden. Obwohl in der Praxis sehr häufig mit diesen Werten gerechnet wird, sind einige Nachteile dieses Systems zu nennen:

- Die TEMA – Werte gelten hauptsächlich für Wasser und Stoffströme wie sie in der Raffinerieindustrie auftreten.
- Die Tabellen geben keinen Zusammenhang zwischen den Prozessbedingungen (Strömungsgeschwindigkeit, Heizflächenbelastung und Zusammensetzung des Mediums) und dem Foulingwiderstand wieder.
- Es wird keine Zeitspanne genannt, ab wann der betreffende Widerstand gültig ist und wie sich der Widerstand mit der Betriebsdauer verändern kann.

**Tabelle 4.1: Foulingwiderstände einiger Fluide in m<sup>2</sup>K/kW (Rohrbündelapparate) [10]**

Öle	Heizöl No. 2	0,35	Flüssigkeiten	Kältemittel	0,10 bis 0,18
	Heizöl No. 6	0,88		organische Wärmeträger	0,18 bis 0,35
	Transformatoröl	0,18		Ammoniak (ölfrei)	0,18
	Schmieröl	0,18		Ammoniak (ölhaltig)	0,53
	Hydrauliköl	0,18		Methanolösungen	0,35
	Quenchöl	0,7		Ethanolösungen	0,35
	Pech	0,8		Glykollösungen	0,35
	Teer	0,9		LPG, LNG	0,18 bis 0,35
	Pflanzenöl	0,53		MEA- und DEA-Lösungen	0,35
Gase und Dämpfe	Wasserdampf (ölfrei)	0,0	DEG- und TEG-Lösungen	0,35	
	Wasserdampf (ölhaltig)	0,18	stabile Seitenströme	0,18 bis 0,35	
	Kältemitteldämpfe (ölhaltig)	0,35	stabile Sumpfprodukte	0,18 bis 0,35	
	Alkoholdämpfe	0,0	Laugen	0,35	
	organische Dämpfe	0,09	Schwarzlauge	0,7 bis 1,4	
	Ammoniak	0,18			
	Kohlendioxid	0,35			
	Rauchgas (Kohle)	0,18			
	Rauchgas (Erdgas)	0,18 bis 0,35			
	Dieselabgas	1,8			
	Synthesegas	1,8			
	Druckluft	0,18 bis 0,35			
	Erdgas	0,18			
	Stickstoff	0,18 bis 0,35			
	stabile Kopfprodukte	0,18 bis 0,35			

<sup>3</sup> TEMA – Tubular Exchanger Manufacturer's Association

### Plattenwärmeübertrager:

Wegen der höheren Turbulenz in Plattenwärmeübertragern neigen diese Apparate grundsätzlich weniger zum Fouling als Rohrbündelübertrager. Untersuchungen zeigten, dass Plattenübertrager mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 0,45 m/s nur ein Drittel der Belagsbildung aufwiesen als ein vergleichbarer Rohrbündelapparat mit einer Geschwindigkeit von 1,34 m/s (siehe Abbildung 4.2).

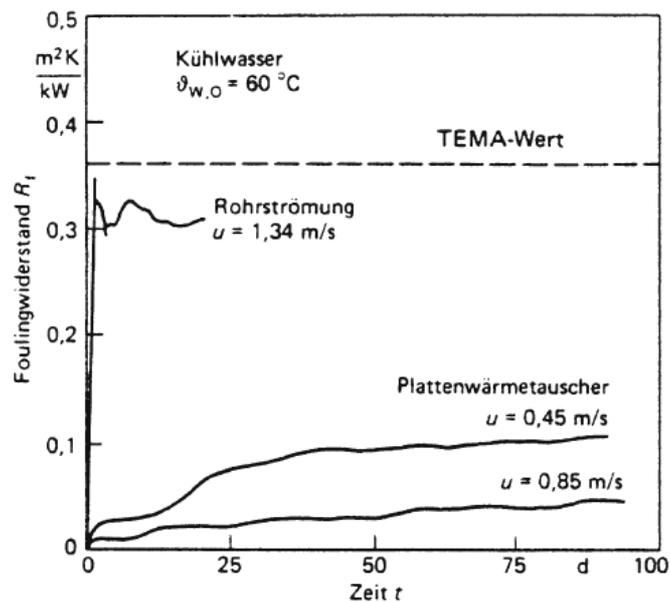


Abbildung 4.2: Foulingverhalten von Rohrbündel- und Plattenwärmeübertragern [10]

Plattenwärmeübertrager sollten keinesfalls mit Foulingwiderständen für Rohrbündelübertrager ausgelegt werden, da der bessere Wärmeübergangskoeffizient von Plattenübertragern zu einer erheblichen Überdimensionierung führen kann. Wenn beispielsweise ein Plattenwärmeübertrager mit einer Wärmeübergangszahl von  $6000 \text{ W/m}^2\text{K}$  mit einem Foulingwiderstand von  $0,15 \text{ m}^2\text{K/kW}$  eines Rohrbündelapparats (Wärmeübergangszahl typischerweise ca.  $1500 \text{ W/m}^2\text{K}$ ) ausgelegt wird, führt diese Auslegung zu einem um 90 % überdimensionierten Plattenwärmeübertrager. Die Überdimensionierung sollte im Allgemeinen unter 25 % liegen. Die Überdimensionierung ist einerseits wegen der entstehenden Mehrkosten wegen eines größeren Apparats und andererseits wegen der erhöhten Ablagerungsbildung aufgrund der Überdimensionierung begrenzt (siehe Abschnitt 4.5.1). Tabelle 4.2 zeigt beispielhaft einige Foulingwiderstände für Plattenwärmeübertrager in Abhängigkeit vom eingesetzten Medium:

Tabelle 4.2: Foulingwiderstände einiger Fluide in  $\text{m}^2\text{K}/\text{kW}$  (Plattenwärmeübertrager) [10]

Fluid	Foulingwiderstand $\text{m}^2 \text{K}/\text{kW}$
Wasser	
demineralisiert oder destilliert	0,009
weich	0,017
hart	0,043
aufbereitetes Kühlturmwasser	0,034
Meerwasser (Küste)	0,043
Meerwasser (Ozean)	0,026
Flußwasser	0,043
Motorkühlwasser	0,052
Schmieröl	0,017 bis 0,043
pflanzliche Öle	0,017 bis 0,052
organische Lösungsmittel	0,009 bis 0,026
Dampf	0,009
allgemeine Prozeßfluide	0,009 bis 0,052

#### 4.6. Verminderung der Ablagerungsbildung

Eine gute Auslegung ist der erste und auch wichtigste Schritt, um einen störungsarmen Betrieb von Wärmeübertragern zu erreichen. Dabei ist insbesondere auf die Wahl einer geeigneten Bauart und die Einhaltung von zulässigen Prozessparametern zu achten. Aber auch mit einer gelungenen Auslegung kann es zu Foulingproblemen kommen. Die folgenden Ausführungen beschreiben, wie die Ablagerungsbildung bei Flüssigkeitsströmung auf Heizflächen durch chemische oder mechanische Verfahren verringert werden kann.

**Chemische Verfahren:** Chemikalien können die Ablagerungsbildung durch folgende Mechanismen reduzieren:

- Die zur Ablagerungsbildung neigenden Komponenten werden entfernt.
- Die Kräfte zwischen Heizfläche und Ablagerung werden verringert.
- Die Löslichkeit wird erhöht.
- Das Kristallwachstum wird verzögert.

Kristallisationsfouling kann durch Entfernung der zur Kristallisation neigenden Substanzen, durch Zugabe von Kristallisationsinhibitoren oder durch Erhöhung des pH –Werts vermindert werden. Partikelfouling kann durch Beimengung von Dispersionsmitteln verringert werden. Reaktionsfouling nimmt stark mit zunehmender Heizflächentemperatur zu, deshalb ist die wirksamste Methode diese Reaktionen zu vermindern die Reduktion der

Oberflächentemperatur. Korrosionsfouling kann durch Beimengung von Korrosionsinhibitoren vermindert werden. Biofouling wird durch Zugabe von Bioziden verringert.

**Mechanische Verfahren:** Die Anwendung von mechanischen Verfahren ist oft aus konstruktiven Gründen nicht, oder nur schwer möglich. Folgende Mechanismen werden angewandt:

- Kurzes Überhitzen der Heizfläche, um thermische Spannungen zu induzieren, die den Belag abbrechen können.
- Mechanische Schwingungen.
- Akustische Schwingungen.
- Erhöhung der Schubspannung zwischen Fluid und Belag.

Eine regelmäßige Umkehr der Strömungsrichtung lässt lockere Beläge abbrechen. Eine weitere Möglichkeit ist die kurzfristige Erhöhung der Strömungsgeschwindigkeit, welche zu besseren Ergebnissen führt. Andere Methoden sind beispielsweise die Beschichtung von Heizflächen mit einer Schicht, welche die Haftkräfte zwischen Ablagerung und Wand verringert. Oder der Einsatz von Turbulenzerzeugern (siehe Abbildung 4.3), die den Wärmeübergang auf Kosten des Druckverlusts erhöhen.

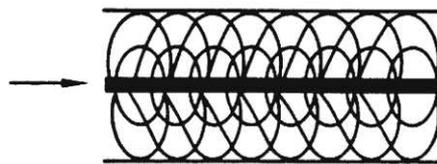


Abbildung 4.3: Cal-Gavin-Turbulenzers [10]

Außerdem gibt es Verfahren, bei denen die Heizflächen ständig durch diverse Reinigungsapparate gereinigt werden. Dazu zählt auch das Schwammkugelverfahren (Taproggeverfahren), bei dem der belagbildenden Flüssigkeit Schwammkugeln zugegeben werden, die den Belag an den Heizflächen reduzieren können (siehe Abbildung 4.4).

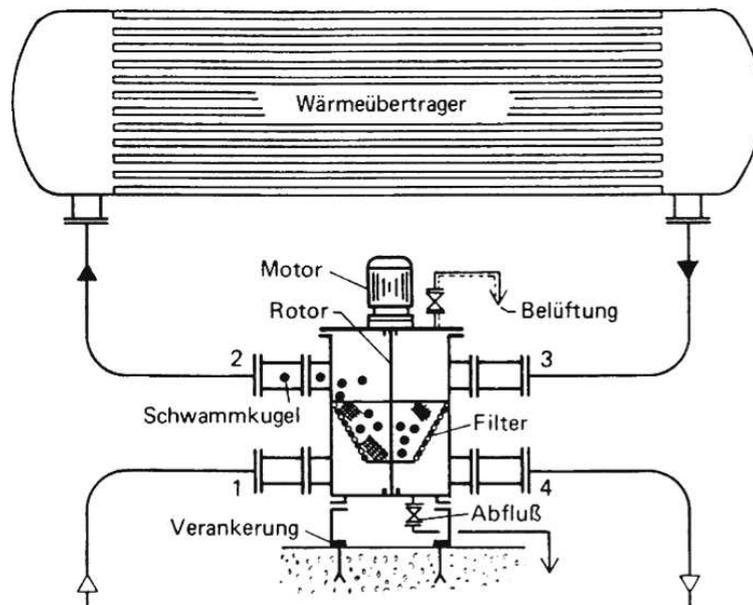


Abbildung 4.4: Taprogeverfahren [10]

#### 4.7. Reinigungsverfahren

Auch bei einer guten Auslegung und der Verwendung von foulingreduzierenden Maßnahmen kann die Belagbildung so stark sein, dass in regelmäßigen Abständen eine Reinigung vorzusehen ist. Auch hier wird zwischen chemischen und mechanischen Verfahren unterschieden, wobei mechanische Verfahren oft konstruktionsbedingt nicht anwendbar sind.

##### Chemische Reinigungsverfahren:

Die chemische Reinigung wird meist bei einem Anlagenstillstand durchgeführt. Es gibt selten auch die Möglichkeit einer chemischen Reinigung während des Betriebs. Folgende Schritte werden meist bei der chemischen Reinigung von Wärmeübertragern angewandt:

- Organische Ablagerungen werden mit einer Lauge entfernt.
- Wasserspülung mit höchstmöglicher Geschwindigkeit, sodass lockere Ablagerungen gelöst werden.
- Lösen der Ablagerungen mit einer Säure.
- Abermals Wasserspülung mit hoher Strömungsgeschwindigkeit.
- Passivierung der Oberflächen mit einer leichten Säure, damit sich eine schützende Oxidschicht bildet.

Tabelle 4.3 zeigt Ablagerungen, die chemisch entfernt werden können:

**Tabelle 4.3: chemische Reinigung von Wärmeübertragern [10]**

Ablagerungen organischer Art	Öl, Fett, Wachs, weicher Kohlenstoff, Teer, Partikel, Polymere, Harz, Farbe, Biomaterie
Ablagerungen anorganischer Art	Rost, Magnetit, Calciumcarbonat, Calciumsulfat, Calciumphosphat, Magnesiumhydroxid, Magnesiumsilicat, Silicon, Kupfer, Kupferoxid, Aluminiumoxid, Nickeloxid

In Tabelle 4.4 sind unterschiedliche Ablagerungen inklusive einer vorgeschlagenen Reinigungsmethode aufgelistet.

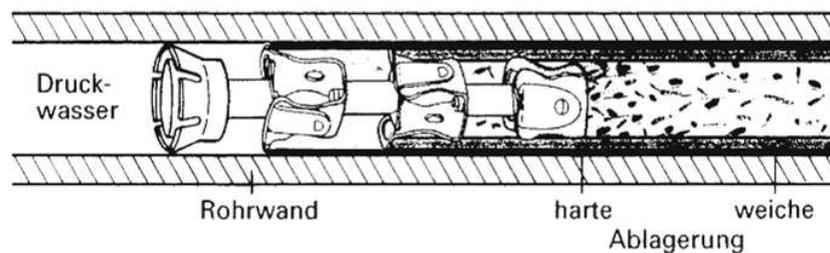
**Tabelle 4.4: Entfernen von Ablagerungen [10]**

Ablagerung	Reinigungsmethode
Calciumsulfat	Auskochen mit $\text{Na}_2\text{CO}_3$ -Lösung; Säure und Inhibitor
Calciumcarbonat	Säure und Inhibitor
Magnesiumhydroxid	Säure und Inhibitor
Calciumphosphat	Säure und Inhibitor
Magnesiumsilicat	Säure und Inhibitor und geringer Anteil Flußsäure
Natriumaluminiumsilicat	Flußsäure, Schwefelsäure und Inhibitor
Hämatit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )	Säure und Inhibitor; Ammoniumcitrat
Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )	Säure und Inhibitor; Ammoniumcitrat; EDTA und $\text{NH}_4$ . Zusätzlich 0,25 bis 0,5% $\text{SnCl}_2$
Kupfer	Ammoniumbromat, EDTA und $\text{NH}_4$
organische Ablagerungen	Große Flüssigkeitsströmungsgeschwindigkeit, Zirkulation von 20% $\text{H}_2\text{CrO}_4$ bei 95 °C. Heiße Laugen zum Entfernen von Leichtöl, Fett und schleimigen Ablagerungen.

**Mechanische Reinigungsverfahren:**

Zu den mechanischen Verfahren gehört das „air rumbling“, bei dem Luft in die Flüssigkeitsströmung im Wärmeübertrager eingeblasen wird. Durch die Zweiphasenströmung wird eine höhere Turbulenz und damit eine höhere Abtragsrate erreicht. Eine weitere Möglichkeit ist die Zugabe von Sand, um feste Ablagerungen durch Abrasion zu vermindern. Da bei vielen mechanischen Reinigungsverfahren nicht nur die durch Fouling verursachten Beläge, sondern auch häufig die schützende Oxidschicht abgetragen werden, ist unter Umständen mit einer erhöhten Korrosion zu rechnen. Bei den meisten mechanischen Verfahren ist der Wärmeübertragungsapparat zu öffnen. Zu diesen Verfahren gehört die Reinigung von Rohren mittels Dampf- oder Wasserstrahlen.

Außerdem werden Verfahren angewandt, bei denen Schaber oder Ähnliches durch die Wärmeübertragungsrohre getrieben werden. Das Molchen ist beispielsweise ein solches Verfahren. Dabei wird ein an die Rohrleitung angepasster Apparat durch die Rohre getrieben, um damit Ablagerungen zu entfernen (siehe Abbildung 4.5).



**Abbildung 4.5: Rohrreiniger [10]**

## 5. Auswahl und Auslegung des Verdampfungsverfahrens

Hier werden die unterschiedlichen Bauarten von Verdampfern und Wärmeübertragern verglichen und bewertet, um schlussendlich einen geeigneten Apparat wählen zu können. Zusätzlich wird die Prozessrechnung beschrieben.

### 5.1. Vergleich der Verdampfungsverfahren

Im vorliegenden Kapitel sollen die unterschiedlichen Verdampfungsverfahren verglichen und bewertet werden. Dabei wird evaluiert, inwiefern das jeweilige Verdampfungsverfahren für einen Betrieb mit Kondensat aus der Gaswäsche des Heat Pipe Reformers der Firma Agnion geeignet ist.

#### 5.1.1. Parameterauswahl

Das Verfahren soll folgende Parameter erfüllen können:

- Verdampfungsleistung > 150 kg/h
- Druck Brüden = 7 bar<sub>a</sub>

Als Heizmedium steht Dampf mit folgenden Parametern zu Verfügung:

- Temperatur Heizedampf = 180 °C
- Druck Heizedampf = 10 bar<sub>a</sub>

Schonende Eindampfung, Verweilzeit und Qualität der Stofftrennung sind Parameter, die in der Lebensmitteltechnik oder in der pharmazeutischen Verfahrenstechnik üblicherweise eine große Rolle spielen, aber hier von untergeordneter Bedeutung sind. Wichtige Kriterien für die hier vorliegende Anwendung sind:

- Neigung zur Belagsbildung
- Zuverlässigkeit und Robustheit des Verfahrens
- Teillastverhalten (Regelungsmöglichkeit der Verdampfungsleistung)
- Betriebskosten (Wartung, Reinigung, Energiekosten, Heizedampfverbrauch...)

- Anlagengröße und Investitionskosten
- Komplexität

Die Reihenfolge der Auflistung gibt eine Bewertung hinsichtlich der Wichtigkeit der Parameter wieder. Die Kriterien werden auf eins normiert, sodass sich ein Gewichtungsfaktor ergibt. Die Kriterien haben somit folgende Gewichtungsfaktoren (siehe Tabelle 5.1):

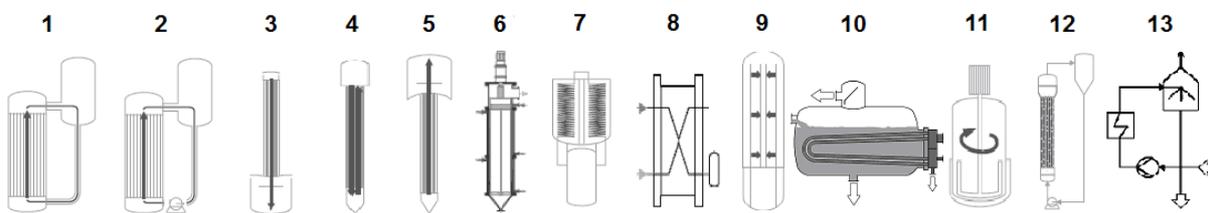
**Tabelle 5.1: Gewichtungsfaktoren**

Kriterium	Gewichtungsfaktor
Neigung zur Belagsbildung	1,000
Zuverlässigkeit und Robustheit	0,833
Teillastverhalten	0,667
Betriebskosten	0,500
Anlagengröße und Investitionskosten	0,334
Komplexität	0,167

### 5.1.2. Vorauswahl

Hier sollen in einem ersten Schritt Verdampfungsverfahren ausgeschieden werden, die sich aufgrund ihrer Eigenschaften weniger für die Verdampfung von Kondensat eignen.

Abbildung 5.1 zeigt schematisch die in Kapitel 3 beschriebenen Verdampfungsapparate:



**Abbildung 5.1: Vorauswahl der Verdampfungsverfahren**

1,2,3,4,5,7,9,11,12: ([www.gea-wiegand.de](http://www.gea-wiegand.de), 05.05.2012); 6,8: ([www.sms-vt.com](http://www.sms-vt.com), 05.05.2012); 10: [5]

Die Nummern in den Klammern im folgenden Text beziehen sich auf die Nummer des Verdampfers in der Abbildung 5.1.

Der Fallfilmverdampfer (4), der Rieselfilmverdampfer (3) und der Kletterverdampfer (5) sind dadurch gekennzeichnet, dass auf der Heizfläche ein sehr dünner Film gebildet wird. Wenn dieser Film aufreist, können sich Krusten auf den Heizflächen bilden. Aus diesem Grund sind diese Verfahren weniger geeignet. Der Wendelrohrverdampfer (7) ist auch verschmutzungsanfällig und lässt sich wegen der spiralförmigen Rohre schwer reinigen. Der Plattenverdampfer (8) ist schlecht für verschmutzte Lösungen geeignet und ebenfalls schwer zu reinigen. Der Kurzwegverdampfer (9) ist nicht geeignet, da die Kondensation des Brüdens im Inneren des Apparats stattfindet und somit keine Dampferzeugung stattfindet. Rührwerksverdampfer (10) sind eher für einen Batchbetrieb als für kontinuierlichen Betrieb geeignet. Tauchrohrverdampfer (11) sind schwer zu reinigen und haben eine geringe Verdampferleistung. Der Wirbelschichtverdampfer (12) wäre zwar für belagbildende Fluide geeignet, scheidet aber aufgrund des komplexen Aufbaus und der Anlagengröße im Vorhinein aus.

### **5.1.3. Bewertung und Auswahl**

Vier Verdampfungsverfahren stehen in der engeren Auswahl:

- Naturumlaufverdampfer
- Zwangsumlaufverdampfer
- Dünnschichtverdampfer
- Entspannungsverdampfer

Die Bewertung erfolgt in Tabelle 5.2. Es wurden ein bis drei Punkte vergeben, wobei eins für schlecht, zwei für mittel und drei für gut geeignet steht. In der letzten Zeile wird die Summe der Punkte angegeben.

Tabelle 5.2: Bewertung der Verdampfungsverfahren

	Naturumlauf Verdampfer	Zwangsumlauf Verdampfer	Dünnschicht Verdampfer	Entspannungs Verdampfer
Belagsbildung	1	2	3	3
Zuverlässigk. u. Robustheit	3	2	2	2
Teillastverhalten	1	2	2	3
Betriebskosten	3	1	1	1
Größe u. Investitionsk.	3	2	1	2
Komplexität	3	2	1	3
<b>Punkte Summe</b>	<b>14</b>	<b>11</b>	<b>10</b>	<b>14</b>

Die jeweilige Punkteanzahl eines Verfahrens aus Tabelle 5.2 wird nun mit den Gewichtungsfaktoren der Kriterien aus Tabelle 5.1 multipliziert. Das Ergebnis dieser Gewichtung ist in Tabelle 5.3 angeführt.

Tabelle 5.3: gewichtete Bewertung der Verdampfungsverfahren

	Naturumlauf Verdampfer	Zwangsumlauf Verdampfer	Dünnschicht Verdampfer	Entspannungs Verdampfer
Belagsbildung	1	2	3	3
Zuverlässigk. u. Robustheit	2,499	1,666	1,666	1,666
Teillastverhalten	0,667	1,334	1,334	1,334
Betriebskosten	1,5	0,5	0,5	0,5
Größe u. Investitionsk.	1,002	0,668	0,334	0,668
Komplexität	0,501	0,334	0,167	0,501
<b>Punkte Summe</b>	<b>7,169</b>	<b>6,502</b>	<b>6,001</b>	<b>7,669</b>

Die Bewertung der vier übrig gebliebenen Verfahren zeigt, dass der Entspannungsverdampfer theoretisch für diese Anwendung am besten geeignet ist.

## **5.2. Vergleich der Wärmeübertragungsapparate**

Hier werden die für einen Entspannungsverdampfer geeigneten Wärmeübertrager kurz besprochen. Zusätzlich erfolgt eine Bewertung und Auswahl eines geeigneten Apparats.

### **5.2.1. Parameterauswahl**

Die im Kapitel 5.1.1 genannten Parameter und Kriterien gelten auch hier und werden deshalb nicht mehr extra angeführt.

### **5.2.2. Vorauswahl**

Da es sehr viele Wärmeübertragerbauarten gibt, kann hier nicht jeder Typ beschrieben werden. Manche der eher selten verwendeten Wärmeübertragertypen wurden aufgrund ihrer Komplexität im Verdampferauswahlverfahren schon ausgeschieden. Dazu gehören z.B. der Wirbelschichtwärmeübertrager oder der Dünnschichtwärmeübertrager. Die Auswahl wird auf die zwei häufig verwendeten Typen Rohrbündelwärmeübertrager und Plattenwärmeübertrager eingeschränkt.

### **5.2.3. Bewertung und Auswahl**

Wie in Kapitel 4.5.4 bereits erwähnt, neigen Plattenwärmeübertrager aufgrund der höheren Turbulenz weniger zur Belagsbildung als vergleichbare Rohrbündelwärmeübertrager. Außerdem sind Plattenwärmeübertrager, wenn sie Standardbauteile sind, sehr günstig in der Anschaffung im Vergleich zu anderen Wärmeübertragerbauarten. Aus diesen Gründen wird der Plattenwärmeübertrager als am besten geeignet angesehen und deshalb auch gewählt.

Zusätzlich gibt es zu diesem Verdampfungsverfahren schon Betriebserfahrungen mit Plattenwärmeübertragern aus der allothermen Vergasungsanlage in Güssing. Auch wenn die Anlage in Güssing bei anderen Prozessparametern betrieben wird, ist der erfolgreiche Betrieb ein Indiz für die grundsätzliche Eignung des Plattenwärmeübertragers in einer solchen Anlage.

### 5.3. Prozessrechnung und Auslegung

Nachdem der Vergleich der verschiedenen Verdampferbauarten den Entspannungsverdampfer als theoretisch sehr geeignet bewertete, wird dieses Verfahren gewählt. Im vorliegenden Kapitel wird die Auslegung und Prozessrechnung des Entspannungsverdampfers bearbeitet. Dabei werden zuerst die Prozessparameter für die Großanlage und dann in einem „downscale“ die Parameter für die Laboranlage bestimmt.

#### 5.3.1. Prozessrechnung Großanlage

Im ersten Schritt wird die Auslegung für die Großanlage durchgeführt. Dazu werden die von der Firma Agnion genannten Prozessparameter in ein Kreislaufrechenprogramm eingegeben. Für die Großanlage wurden die in Tabelle 5.4 aufgelisteten Daten vorgegeben:

**Tabelle 5.4: Auslegungsdaten Großanlage**

Massenstrom Kondensat/Brüden	$m_k = 150 \text{ kg/h}$
Druck Kondensat	$p_k = 1 \text{ bar}_a$
Temperatur Kondensat	$t_k = 50 \text{ °C}$
Druck Brüden	$p_B = 7 \text{ bar}_a$
Temperatur (Sättigung) Brüden	$t_B = 165 \text{ °C}$
Druck Heißdampf	$p_D = 10 \text{ bar}_a$
Temperatur (Sättigung) Heißdampf	$t_D = 180 \text{ °C}$

Mit den gegebenen Daten wurde von Seiten der Firma Agnion eine Prozessrechnung mit Hilfe des Programms Aspen durchgeführt. Abbildung 5.2 zeigt die Ergebnisse dieser Berechnung. Nach Rücksprache mit einem Wärmeübertragerhersteller wurde für den Wärmeübertrager ein Druckverlust von 0,5 bar eingegeben. Dieser Wert wurde vorgeschlagen, da bei diesem Medium mit erhöhter Belagbildung zu rechnen ist und ein geeigneter Apparat ungefähr diesen Druckverlust aufweisen wird.

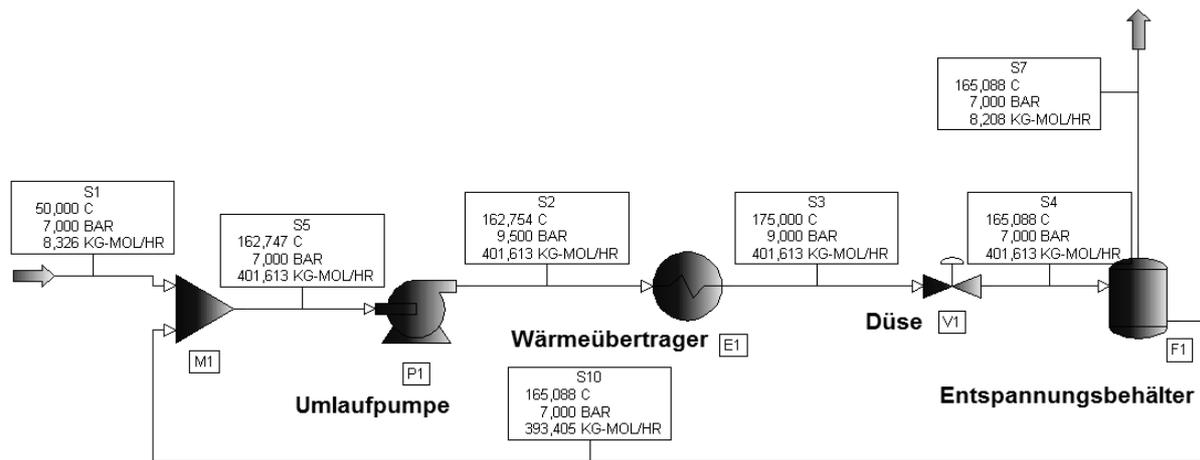


Abbildung 5.2: Ergebnisse in Aspen zum Entspannungsverdampfer (Großanlage)

Der Massenstrom ist in Abbildung 5.2 in kmol/h angegeben. Um auf kg/h umzurechnen muss mit der molaren Masse von Wasser (18,015 kg/kmol) multipliziert werden. Die zusammengefassten Ergebnisse sind in Tabelle 5.5 aufgelistet:

Tabelle 5.5: Ergebnisse Großanlage Aspen

Massenstrom Brüden	149,52 kg/h
Massenstrom Umlauf	7180 kg/h
Verdampfungsrate	2,08 %
Leistung Umlaufpumpe	0,66 kW

Diese Berechnung wurde mit reinem Wasser durchgeführt. Bei der Berechnung einer Batchverdampfung mit organischen Komponenten, wie sie im Kondensat enthalten sind, ergibt die Simulation, dass alle organischen Komponenten verdampfen. Für eine Annäherung an die experimentellen Ergebnisse müsste eine Ausschleusung der Leichtphase simuliert werden.

Man erkennt, dass ein großer Umlaufmassenstrom vonnöten ist, um bei den gegebenen Temperatur- und Druckverhältnissen eine Verdampfungsleistung von 150 kg/h zu erreichen. Pro Umlauf werden nur etwa 2,08 % der Masse verdampft.

### 5.3.2. Prozessrechnung Laboranlage

Bei der Berechnung der Laboranlage wurde darauf geachtet, dass ähnliche Parameter eingegeben werden wie bei der Großanlage. So wurde für die Auslegung ebenfalls ein Druckverlust am Wärmeübertrager von 0,5 bar berücksichtigt. Dieser Wert konnte später bei der Komponentenauswahl aber nicht annähernd eingehalten werden, da Standardwärmeübertrager, bei diesen kleinen Leistungen, einen geringeren Druckverlust aufweisen. Da die Beheizung mit einem Thermoölkreislauf mittels Thermostaten erfolgen sollte, wurde ausgehend von der Leistung des Thermostaten die Größe des Wärmeübertragers festgelegt. Der Umlaufmassenstrom wurde aus der Leistung des Wärmeübertragers bestimmt und in die Prozessrechnung aufgenommen. Damit ergab sich ein Brüdenmassenstrom von ca. 3 kg/h, der dann als Auslegungsförderstrom in einem nächsten Iterationsschritt angenommen wurde. Damit ist die Laboranlage, von der Verdampfungsleistung her betrachtet, 1/50 der Großanlage. Die 3 kg/h Verdampfungsleistung mussten dann bei der Auswahl einer geeigneten Entspannungsdüse noch etwas nach unten korrigiert werden. Als Umlaufpumpe wurde ebenfalls eine mehrstufige Kreiselpumpe gewählt, wie sie auch bei der Großanlage geplant wäre. Mit den eingegebenen Parametern wurde dann die Berechnung gestartet. Abbildung 5.3 zeigt die Ergebnisse der in Aspen durchgeführten Prozessrechnung:

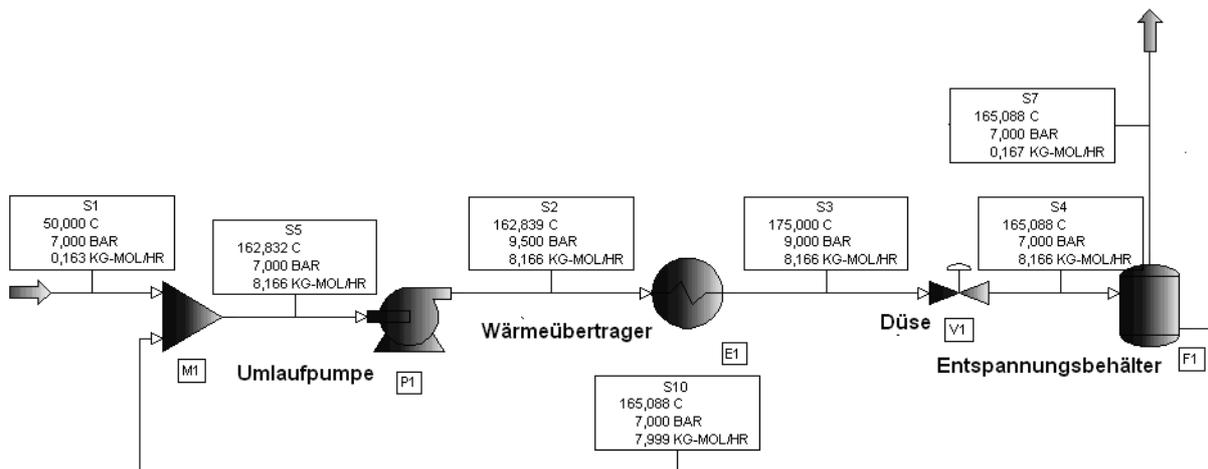


Abbildung 5.3: Ergebnisse in Aspen zum Entspannungsverdampfer (Laboranlage)

Tabelle 5.6 zeigt zusammenfassend die Ergebnisse der Berechnung der Laboranlage:

**Tabelle 5.6: Ergebnisse Laboranlage Aspen**

Massenstrom Brüden	3,01 kg/h
Massenstrom Umlauf	144,1 kg/h
Verdampfungsrate	2,09 %
Leistung Umlaufpumpe	0,0167 kW

Mit diesen Daten wurde anschließend eine Auswahl der Komponenten durchgeführt. In Kapitel 6 werden die einzelnen Komponenten näher beschrieben.

## 6. Konstruktion Versuchsaufbau

Dieses Kapitel beschreibt die Konstruktion und den Aufbau der Versuchsanlage. Anhand der 3D-CAD<sup>4</sup> – Konstruktion und Abbildungen wird der Aufbau inklusive der eingesetzten Komponenten beschrieben.

Grundsätzlich wurde versucht den Versuchsaufbau so zu konstruieren, dass er einer möglichen Großanlage sehr ähnlich ist. Ein Unterschied ist, dass bei der Versuchsanlage der erzeugte Dampf auch wieder kondensiert wird, da im Laborbetrieb keine Verwendungsmöglichkeit für den Dampf vorhanden ist. Außerdem wird dieser Dampf organisch belastet sein und kann somit nicht einfach in die Umwelt geblasen werden. Der kondensierte Dampf wird im Folgenden Destillat genannt.

Ein weiterer Unterschied ist die Beheizung der Anlage. Bei der Großanlage würde der Wärmeübertrager mit kondensierendem Heizdampf beheizt werden. Bei der Laboranlage wird mit einem Thermoölkreislauf beheizt.

### 6.1. Anlagenschema

Die folgenden Beschreibungen beziehen sich auf das in Abbildung 6.1 dargestellte Anlagenschema.

#### 6.1.1. Anlagenbestandteile

Die Anlage besteht aus folgenden Hauptkomponenten, deren Funktion im Kapitel 6.1.2 genauer beschrieben wird:

- Vorlagebehälter: beinhaltet das Kondensat das eingedampft werden soll.
- Kondensatzuleitung und Membranpumpe: sorgen für die Verbindung zwischen Vorlagebehälter und der Anlage.

---

<sup>4</sup> CAD: Computer Aided Design

- Kondensatbehälter: nimmt das in die Anlage gepumpte Kondensat auf.
- Kondensatkreislauf mit Umlaufpumpe, Wärmeübertrager und Düse: Druckerhöhung in der Pumpe, anschließend Wärmezufuhr im Wärmeübertrager und schließlich Druckentspannung in Düse unter teilweiser Verdampfung.
- Entspannungsbehälter: Ort der Dampferzeugung.
- Brüdenleitung: Verbindung von Entspannungsraum zum Kondensator.
- Kondensator mit Destillatabzug: kondensiert den Brüden und leitet kondensierten Dampf (Destillat) aus der Anlage.

### 6.1.2. Anlagenbetrieb

Die Anlage wird aus einem Vorlagebehälter mittels zwei in Serie geschalteter Membranpumpen befüllt. Das Kondensat im Vorlagebehälter muss gut durchmischt werden, da sonst die leichtere Organik und der RME auf dem schwereren Wasser aufschwimmen und nur die schwere Phase (verunreinigtes Wasser) in die Anlage gefördert würde. Die Durchmischung im Vorlagebehälter erfolgt durch eine Umwälzpumpe. Das Kondensat strömt über Schlauchleitungen zu einem Filter, der es von groben Partikeln befreien soll, und dann über ein Rückschlagventil in den Kondensatbehälter der Anlage.

Der Kondensatbehälter ist über eine Rohrleitung mit der Umlaufpumpe verbunden, welche das Kondensat im Kreis pumpt. Nach der Pumpe ist ein Rückschlagventil vorgesehen, das eine Rückströmung verhindern soll. Die Pumpe fördert das Kondensat durch einen Wärmeübertrager, wo es von einem Thermoölkreislauf mittels eines Thermostaten aufgeheizt wird. Nach dem Wärmeübertrager strömt das Kondensat zur Düse, wo es unter teilweiser Verdampfung entspannt wird. Die Düse sprüht in den Entspannungsbehälter, der mit dem Kondensatbehälter verbunden ist, sodass das nicht verdampfte Kondensat nach unten in den Kondensatbehälter zurückfließen kann.

Der beim Entspannungs Vorgang entstandene Dampf (Brüden), steigt nach oben. Im oberen Bereich des Entspannungsbehälters ist ein Umlenkblech angebracht, welches mitgerissene Flüssigkeitstropfen abscheiden soll. Zur Feinabscheidung ist ein Demister (Tropfenabscheider) eingebaut, der aus einem feinen Drahtgeflecht besteht an

dem auch kleinere Tröpfchen hängen bleiben. Der Brüden strömt dann über eine Rohrleitung zum Kondensator. An dieser Rohrleitung ist auch ein Sicherheitsventil angebracht, das die Anlage vor Überdruck schützt. Im Falle einer unzulässigen Druckerhöhung öffnet das Sicherheitsventil, um den heißen Dampf kontrolliert abzulassen. An der mit Leitungswasser gekühlten Kondensationsrohrwendel kondensiert der Dampf und fließt als Flüssigkeit (Destillat) nach unten. Über ein Schleusensystem, das mit pneumatischen Kugelhähnen arbeitet, kann das Destillat aus dem Kondensator abgezogen werden. Die Druckluftzufuhr ist notwendig, um den Gegendruck aufrecht zu erhalten, da durch die Kondensation des Brüden dampfs kein Druck gehalten werden kann. Die Einstellung des Gegendrucks erfolgt über einen Rückdruckregler. Der Druck wird so eingestellt, dass ein kleiner Gasstrom „überströmt“, die Anlage verlässt und über eine Gaswaschflasche zur Fackel strömt. Die Fackel verbrennt dann die leichtflüchtigen Kohlenwasserstoffe, die in geringen Mengen die Anlage verlassen.

Der Behälter ist durch eine Wehr zweigeteilt, in den Kondensatbehälter und den Konzentratbereich. Der Konzentratbereich ist für die Abschlämmung vorgesehen. Abschlämmen bezeichnet hier die Trennung des sich in der Anlage ansammelnden Konzentrats vom Kondensat. Die oben aufschwimmende Leichtphase des Konzentrats kann durch einen kontrollierten Anstieg des Pegels im Kondensatbehälter über die Wehr in den Konzentratbehälter fließen und von dort aus der Anlage abgezogen werden.

Im Kondensatbehälter wurde zusätzlich ein Heizstab integriert, der als Heizungsunterstützung zum Thermoölkreislauf vorgesehen ist. Über den Heizstab wird nur Energie zugeführt, wenn das Kondensat in der Anlage noch nicht die gewünschte Betriebstemperatur erreicht hat. Das trifft im Falle einer Neubefüllung der Anlage zu und bei Nachfüllung aus dem Vorratsbehälter im Betrieb.

Das hier beschriebene und dargestellte Anlagenschema beschreibt die endgültige Version der Anlage. Während den durchgeführten Versuchen wurden diverse Optimierungen und Umbauten vorgenommen, die in Kapitel 7.5 beschrieben sind.

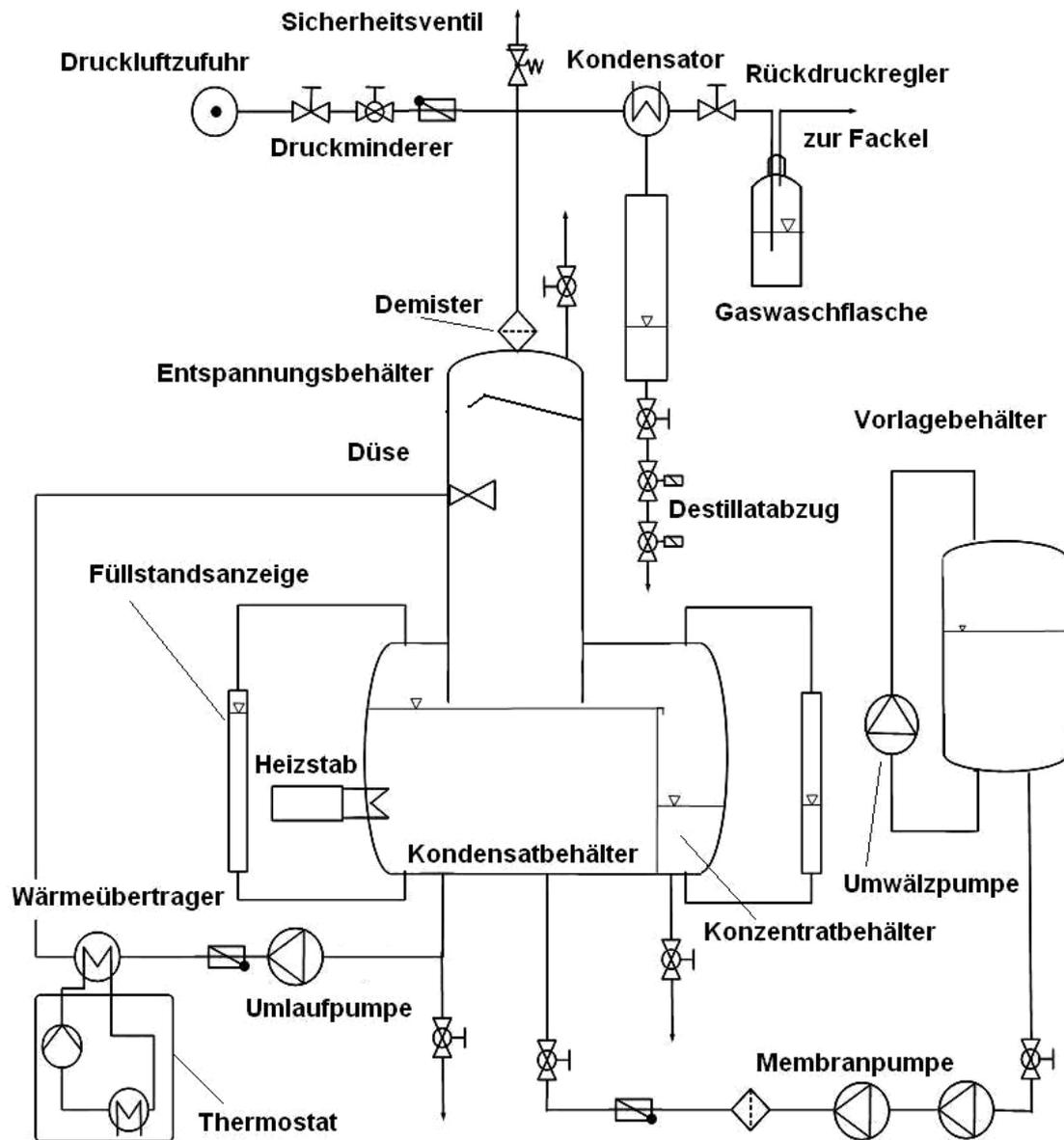


Abbildung 6.1: Anlagenschema der Laboranlage

## 6.2. R & I – Fließschema

Das R & I<sup>5</sup> - Fließschema ist ein in der Anlagentechnik verwendetes Fließbild, das die wichtigsten Komponenten einer Anlage inklusive der verwendeten Messtechnik darstellt.

Das in Abbildung 6.2 gezeigte R & I - Fließschema stellt eine etwas vereinfachte Form dar (die Rohrleitungsdimensionen sind nicht angegeben). Anhand dieses Bildes soll die Position der eingesetzten Mess- und Regelungstechnik dargestellt werden.

Folgende Messstellen sind dargestellt (Tabelle 6.1):

**Tabelle 6.1: Bezeichnung der Messstellen**

<b>Bezeichnung im R &amp; I</b>	<b>Beschreibung</b>
TIC021	Temperatur Kondensatbehälter
TI022	Temperatur WÜ <sup>6</sup> Austritt Thermoölkreislauf
TI023	Temperatur WÜ Austritt Kondensatkreislauf
TI024	Temperatur Brüden
TI	Temperatur Thermostat
PIC025	Druck Düseneintritt
PI026	Druck Brüden
PI027	Druck Umlaufpumpe Austritt
PDIC028	Differenzdruck Füllstand Kondensatbehälter
LIC029	Füllstand Destillatabzug

Die Daten der Messstellen werden von der SPS<sup>7</sup> aufgezeichnet, um für die Versuchsauswertung zur Verfügung zu stehen. Die strichlierten Linien deuten auf einen Regelkreis zwischen dem jeweiligen Sensor und Aktor hin.

<sup>5</sup> Rohrleitungs- und Instrumentenfließschema

<sup>6</sup> Wärmeübertrager

<sup>7</sup> SPS – Speicher Programmierbare Steuerung

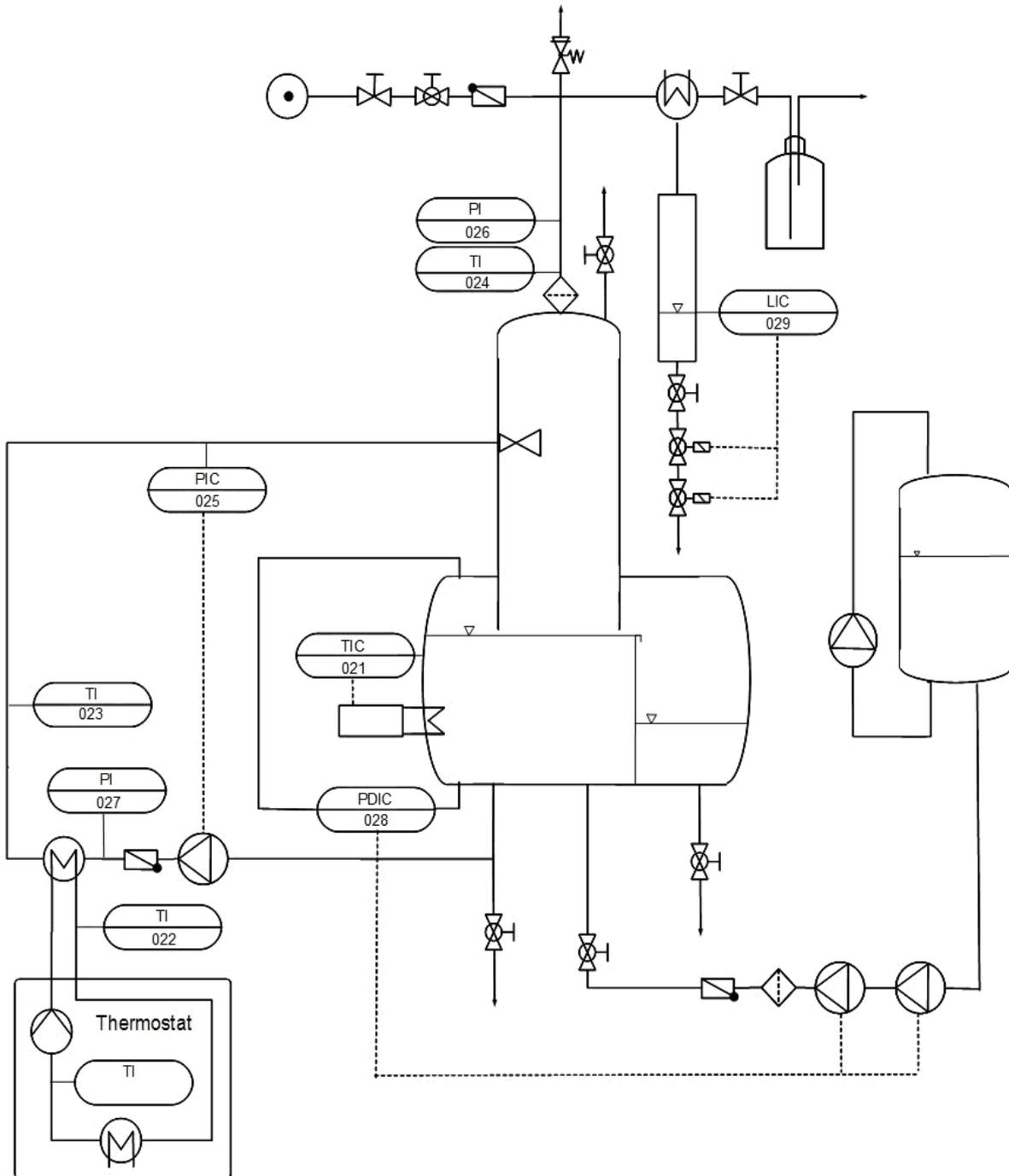


Abbildung 6.2: R & I - Fließschema

### 6.3. 3D - CAD

Die Konstruktion, sowie Aufstellungsplanung wurde mit dem Programm Pro Engineer durchgeführt. Die Anschlussleitungen für Drucksensoren und Thermoelemente, sowie die Zuleitungen vom Vorlagebehälter sind der Übersichtlichkeit wegen in dieser Abbildung nicht dargestellt.

Abbildung 6.3 zeigt den Versuchsaufbau:

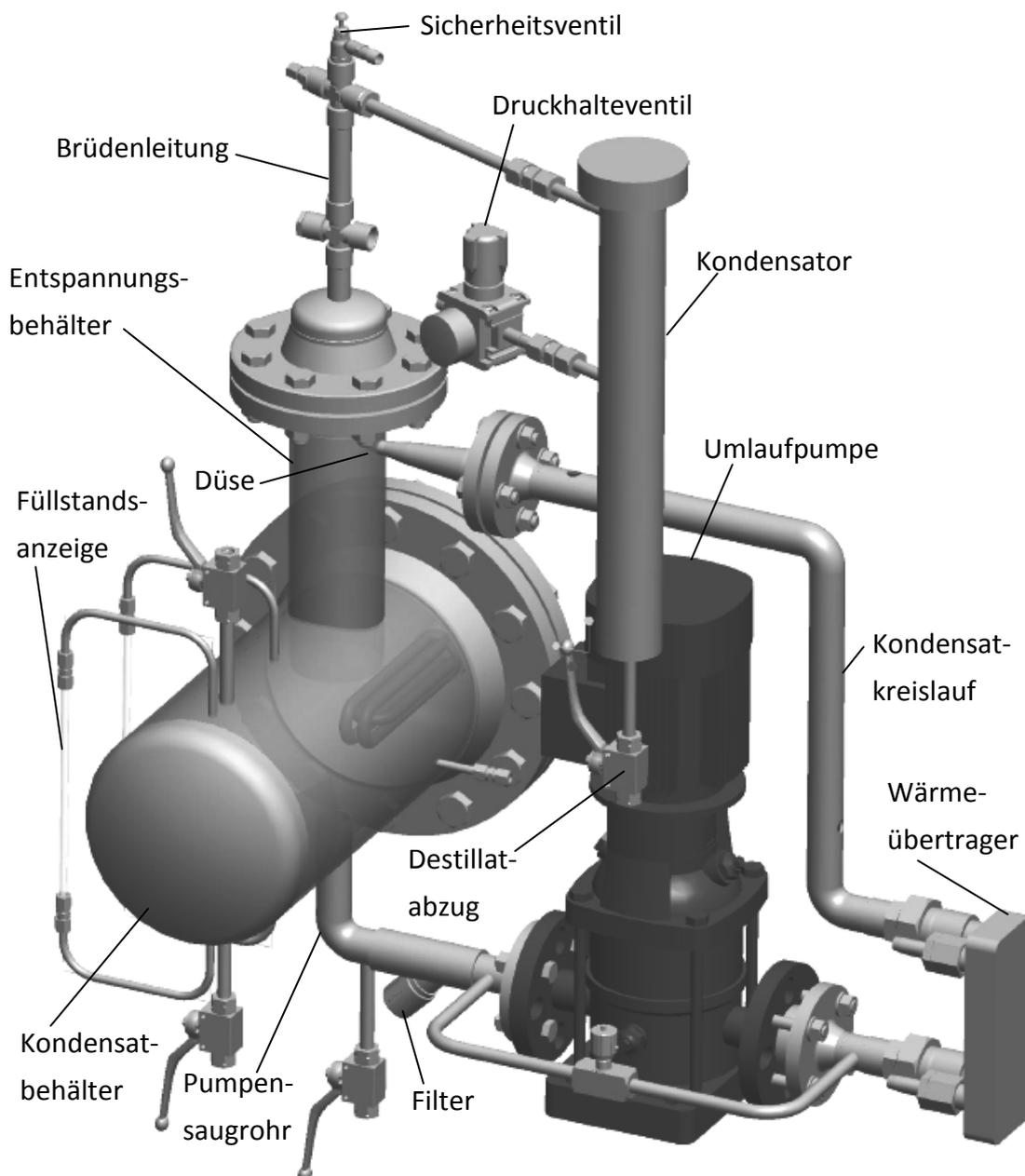


Abbildung 6.3: 3D-CAD – Aufbau

## 6.4. Anlagenaufbau

In diesem Kapitel wird im Detail auf einzelne Anlagenkomponenten, sowie die EMSR (Elektro-, Mess-, Steuer- und Regelungstechnik) eingegangen.

### 6.4.1. Steuerung

Bei der Steuerung handelt es sich um eine SPS der Firma B&R (Bernecker und Rainer). Die einzelnen Module und die CPU<sup>8</sup> sind in Abbildung 6.4 dargestellt. Die SPS steuert zentral den Verdampfer sowie Wäscher-Versuchsstand. Zusätzlich sind im Schalkasten die Relais, Solid State Relais zum Schalten der elektrischen Heizungen untergebracht, sowie die elektrische Schutzeinrichtung und die Klemmleiste zum Anschließen der einzelnen Sensoren und Aktoren. Der dargestellte Frequenzumrichter (FU) ist zur Drehzahlregelung der Umlaufpumpe in Verwendung.

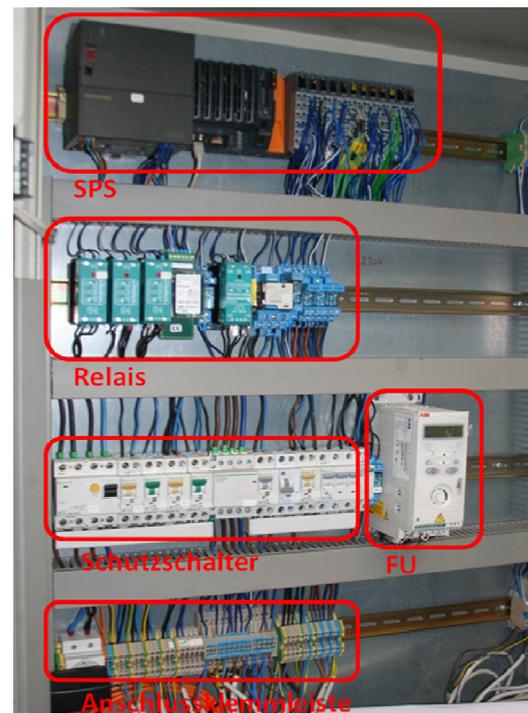


Abbildung 6.4: Schaltkasten

<sup>8</sup> CPU – Central Processing Unit

### 6.4.1.1. Visualisierung der Steuerung

Auf die Visualisierung der Steuerung (siehe Abbildung 6.5) kann vom PC oder Handy über eine Internetverbindung und VNC9 zugegriffen werden. Über die Visualisierung kann die Anlage ferngesteuert werden. Zusätzlich können die Verläufe von Druck, Temperatur, Pumpendrehzahl, sowie das Destillatabzugssignal und das Membranpumpensignal beobachtet werden. Alle auf der Visualisierung dargestellten Daten werden von der SPS aufgezeichnet und als Datenfile abgelegt.

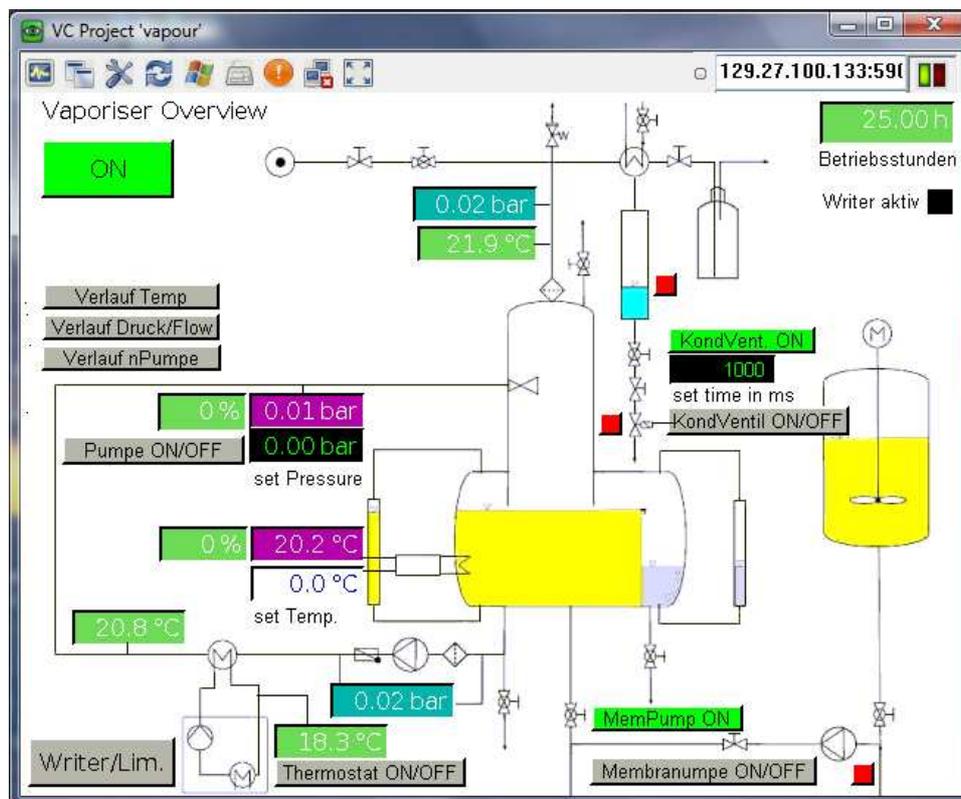


Abbildung 6.5: Visualisierung der Steuerung

<sup>9</sup> Virtual Network Computing

#### 6.4.1.2. Sicherheitsmanagement

In die Programmierung der Anlage wurde eine Sicherheitsabschaltung implementiert. Dieses Sicherheitsmanagement soll die Anlage vor unzulässigen Betriebszuständen schützen. Im Folgenden werden die einzelnen Kriterien beschrieben, die zu einer Abschaltung der Anlage führen.

Zur Vermeidung von Übertemperaturen wurden folgende Abschaltbedingungen gesetzt:

- Temperatur am Austritt Wärmetauscher Kondensatkreislauf > 180 °C
- Temperatur Brüden > 180 °C
- Temperatur Behälter > 180 °C

Zur Vermeidung von Überdrücken wurden folgende Abschaltbedingungen gesetzt:

- Druck Brüden > 8 bar<sub>a</sub>
- Druck Düseneintritt > 11 bar<sub>a</sub>

Um die Pumpe im Falle eine Ansaugung von Luft zu schützen, wurde folgende Abschaltbedingung implementiert, die aber erst ab Überschreiten einer Betriebsschwelle aktiviert wird:

- $(\text{Druck Düseneintritt} - \text{Druck Brüden}) < 0,7 \text{ bar}$

Weitere Abschaltkriterien sind:

- Wenn der Destillatabzug nicht funktioniert, erlischt das Füllstandssignal nicht und die Anlage schaltet sich nach 4 Minuten ab, um ein Fluten des Kondensators zu vermeiden.
- Falls die Membranpumpe mehr als 10 Minuten Kondensat aus dem Vorlagebehälter fördert, ist von einer Undichtheit in der Zuleitung oder einer fehlerhaften Differenzdruckanzeige auszugehen und die Anlage schaltet sich ab.

### 6.4.2. Messtechnik

Tabelle 6.2 zeigt die eingesetzte Messtechnik mit Typenbezeichnung und Beschreibung. Die linke Spalte bezieht sich auf die Abbildung 6.2:

**Tabelle 6.2: Messtechnik**

Bezeichnung im R & I	Typ	Beschreibung
TIC021	Typ K	Temp. Kondensatbehälter
TI022	Typ K	Temp. WÜ <sup>10</sup> Thermoölkreislauf
TI023	Typ K	Temperatur WÜ Kondensatkreislauf
TI024	Typ K	Temperatur Brüden
PIC025	Cerabar TPMC 131	Druck Düseneintritt
PI026	506.930A0301W	Druck Brüden
PI027	Cerabar TPMC 131	Druck Umlaufpumpe Austritt
PDIC028	665864	Diff.druck Füllstand Kond.behälter
LIC029	Liquiphant T FTL20	Füllstand Destillatabzug

Die vier verwendeten Thermoelemente sind vom Typ K. Bei den Drucksensoren im Kondensatkreislauf handelt es sich um kapazitive Absolutdrucksensoren der Firma Endress + Hauser mit einem Messbereich von 0 – 10 bar<sub>a</sub>. Der Absolutdrucksensor zur Messung des Brüdendruck, hat einen Messbereich von 0 -7 bar<sub>a</sub> und ist von der Firma huba control. Der Differenzdrucksensor von der Firma Rosemount, der den Füllstand im Kondensatbehälter misst, hat einen Messbereich von 0 - 1 bar. Der Füllstand im Kondensator wird mit einem Vibrationsfüllstandssensor der Firma Endress + Hauser gemessen.

<sup>10</sup> Wärmeübertrager

### 6.4.3. Kondensatzuleitung

Der Kondensat – Vorlagebehälter ist ein handelsüblicher IBC mit einem Volumen von 1000 Litern. Das Kondensat im Behälter wird durch eine Pumpe umgewälzt, sodass ein gut durchmischtes Kondensat von den Membranpumpen angesaugt wird. Die beiden Membranpumpen (knf nf1.100 tt), - seriell angeordnet - sind selbstansaugend und können eine Förderhöhe von je 60 m liefern (siehe Abbildung 6.6).

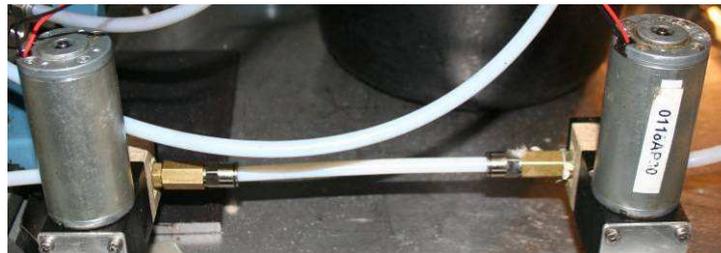


Abbildung 6.6: Membranpumpen

### 6.4.4. Behälter

Bei der Anlage handelt es sich laut Druckbehälterrichtlinie um einen Druckbehälter der Kategorie 2.

Der Kondensatbehälter sowie der Entspannungsbehälter wurden nach AD2000<sup>11</sup> berechnet. Die Berechnung ergab für den Kondensatbehälter eine Mindestwandstärke von 2,16 mm und für den dazugehörigen Klöpperboden 1,68 mm. Für den Entspannungsbehälter wurde die Mindestwandstärke mit 0,56 mm berechnet und für den dazugehörigen Klöpperboden mit 0,68 mm. Wobei die Berechnung mit einem Betriebsdruck von 11 bar<sub>a</sub> und einer Temperatur von 200 °C durchgeführt wurde. Für den Kondensatbehälter wurde ein DN 200 Rohr aus 1.4571 verwendet, das eine Wandstärke von 3 mm aufweist. Der DN 200 Klöpperboden ist aus dem Material 1.4307 und weist eine Wandstärke von 3 mm auf. Der Entspannungsbehälter wurde aus einem DN 80 Rohr gefertigt, das eine Wandstärke von 2 mm hat. Der DN 80 Rohrboden ist ebenfalls aus dem Material 1.4307 und hat eine Wandstärke von 2 mm. Der Entspannungsbehälter ist an einem Ende mit einem Vorschweißflansch (DIN 2633) verschlossen, sodass er wieder geöffnet und gereinigt bzw. modifiziert werden kann (siehe Abbildung 6.7). Am oberen Ende ist der

<sup>11</sup> AD2000 - Regelwerk: europäische Norm für Druckbehälter

Entspannungsbehälter ebenfalls über einen Vorschweißflansch zugänglich, um die Düse und den Demister inspizieren und wechseln zu können. Die Schrauben- und Dichtungskräfte am Flansch wurden ebenfalls nach AD2000 berechnet. Als Dichtungen wurden Graphitmetалldichtungen der Firma Klinger gewählt.

Um den Füllstand im Kondensatbehälter und im Konzentratabereich beobachten zu können, sind Füllstandsanzeiger als Teflonschläuche mit dem Behälter verbunden. (siehe Abbildung 6.7).



**Abbildung 6.7: Behälterbau**

Das Kondensat im Kondensatbehälter kann zur Unterstützung des Wärmeübertragers zusätzlich mit einem Heizstab beheizt werden. Der Heizstab der Firma Helios hat eine Leistung von 2 kW.

Der Düseneinlauf ist aus Standard Rohrreduzierungen geschweißt und kann über einen Vorschweißflansch mit der Rohrleitung verbunden werden. Im Innern des Entspannungsbehälters ist eine 1/8 Zoll Muffe angeschweißt, welche die Düse aufnehmen kann.

#### **6.4.5. Kondensatkreislauf**

Die Rohrleitungen und Rohrbögen im Kondensatkreislauf sind ebenfalls aus Edelstahl (1.4307) und haben die Dimension DN 25. Die Rohrleitungen sind mit der Pumpe und mit dem Düseneinlauf über Flansche (DIN 2633) verbunden. Der Düseneinlauf wird auch mittels Flansch mit der Rohrleitung verbunden. Die Verbindung zwischen Rohrleitung und Wärmeübertrager ist als Rohrverschraubung ausgeführt.

#### 6.4.6. Umlaufpumpe

Die Umlaufpumpe ist eine mehrstufige Kreiselpumpe (CRN 1s -5) von Grundfos mit einer Auslegungsförderhöhe von 25 m und einem Auslegungsförderstrom von  $0,16 \text{ m}^3/\text{h}$ . Die Nennleistung beträgt  $0,37 \text{ kW}$ . Die verwendete Pumpe ist eine Hochtemperatursausführung (Air Cool Top), welche Mediumtemperaturen bis  $180 \text{ °C}$  zulässt. Auf der Pumpendruckseite ist zwischen dem Pumpenflansch und dem Rohrflansch ein Rückschlagventil (ZR331004) der Firma End -Armaturen montiert. Die Pumpe wird mit einem Frequenzumrichter (CCCN 85044084) der Firma ABB geregelt.



Abbildung 6.8: Umlaufpumpe

#### 6.4.7. Wärmeübertrager

Der verwendete Plattenwärmeübertrager (CB14-10H) ist von der Firma Alfa Laval und hat bei den vorherrschenden Temperaturen und Massenströmen eine Leistung von  $2,018 \text{ kW}$ . Der Wärmeübertrager hat eine Fläche von  $0,1 \text{ m}^2$  und wird im Gegenstrombetrieb verwendet. (siehe Anhang 10.1)



Abbildung 6.9: Wärmeübertrager CB14

([www.alfalaval.com](http://www.alfalaval.com), 05.05.2012)

#### 6.4.8. Thermostat

Die Beheizung des Wärmeübertragers erfolgt mit einem Thermostat RE 212 der Firma Lauda, mit einer Leistung von max.  $2,25 \text{ kW}$ . Als Wärmeträger wurde das Thermoöl Transcal N verwendet. Für die Verbindung zum Wärmeübertrager kam ein Hochtemperaturschlauch zum Einsatz.



Abbildung 6.10: Thermostat

#### 6.4.9. Düse

Bei der Düse handelt es sich um eine axiale Vollkegeldüse mit einem Sprühkegel von  $90^\circ$ . Die Düse (460.566.17.CA.00) der Firma Hennlich weist bei einem Druckverlust von 2 bar einen Volumenstrom von 2,5 l/min auf.



Abbildung 6.11: Düse

#### 6.4.10. Brüdenleitung

Die Brüdenleitung verbindet den Entspannungsbehälter mit dem Kondensator und ist aus einem Edelstahlrohr der Dimension DN 15 (bzw. DN 8) gefertigt. Es beinhaltet Anschlussstellen für ein Thermoelement, einen Drucksensor, die Druckluftzufuhr und das Sicherheitsventil. Das Sicherheitsventil ist auch für Dampf geeignet und öffnet ab 8 bar<sub>a</sub>. Vom Sicherheitsventil (siehe Abbildung 6.12) führt ein Hochtemperaturschlauch in einen Behälter, sodass im Falle eines unzulässigen Druckanstiegs Dampf kontrolliert abgelassen werden kann.



Abbildung 6.12: Sicherheitsventil

### 6.4.11. Kondensator

Der Kondensator besteht aus einem äußeren Rohr, das einen Nennweite von DN 50 hat und einer inneren Rohrspirale mit einem Rohrdurchmesser von 8 mm. Das äußere Rohr und der Klöpperboden wurden nach AD2000 berechnet. Dabei ergab sich eine Mindestwandstärke von 0,59 mm für das Rohr (ausgeführt: 2 mm) und 0,68 mm für den Klöpperboden (ausgeführt 2 mm). Der Dampf tritt im oberen Bereich in den Kondensator ein und kondensiert an der Rohrspirale, die im Innen mit Leitungswasser durchströmt wird. Der kondensierte Dampf kann nach unten abfließen, wo eine Vorlage anschließt, aus der ein Rohr zum Destillatabzug führt. Der Kondensator hat zur visuellen Prüfung ebenfalls eine Füllstandsanzeige.



Abbildung 6.13: Kondensator

### 6.4.12. Destillatabzug

Der Destillatabzug wird vom Füllstandssensor im Kondensator geregelt. Zwei pneumatische Kugelhähne, bilden ein Schleusensystem, mit dem das Destillat abgezogen werden kann.



Abbildung 6.14: pneumatischer Kugelhahn ([www.end.de](http://www.end.de), 05.05.2012)

### 6.4.13. Wärmedämmung

Die gesamte Anlage wurde mit ca. 25 mm starkem Dämmmaterial gedämmt, um hohe Wärmeverluste und die Gefahr einer Verbrennung zu vermeiden. Dafür wurde für die Rohrleitungen alukaschierte Steinwollrohrleitungsdämmung, sowie für die Behälter, die Flansche und den Wärmeübertrager Glaswolle. Die Glaswolle wurde zusätzlich mit Aluminium kaschiert. Abbildung 6.15 zeigt die Gesamtanlage bereits mit Wärmedämmung.

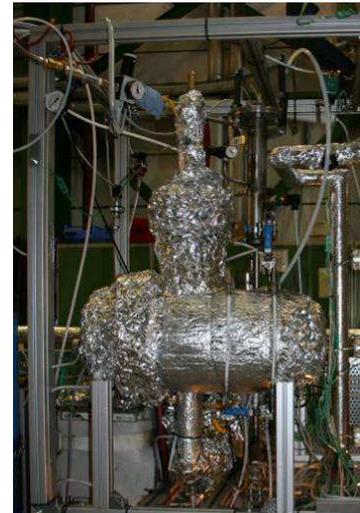


Abbildung 6.15: Gesamtanlage gedämmt

### 6.4.14. Gesamtanlage

Abbildung 6.16 zeigt die Anlage vor Inbetriebnahme, noch ohne Wärmedämmung. Am rechten Bildrand auch der Wäscherversuchsstand zu erkennen.

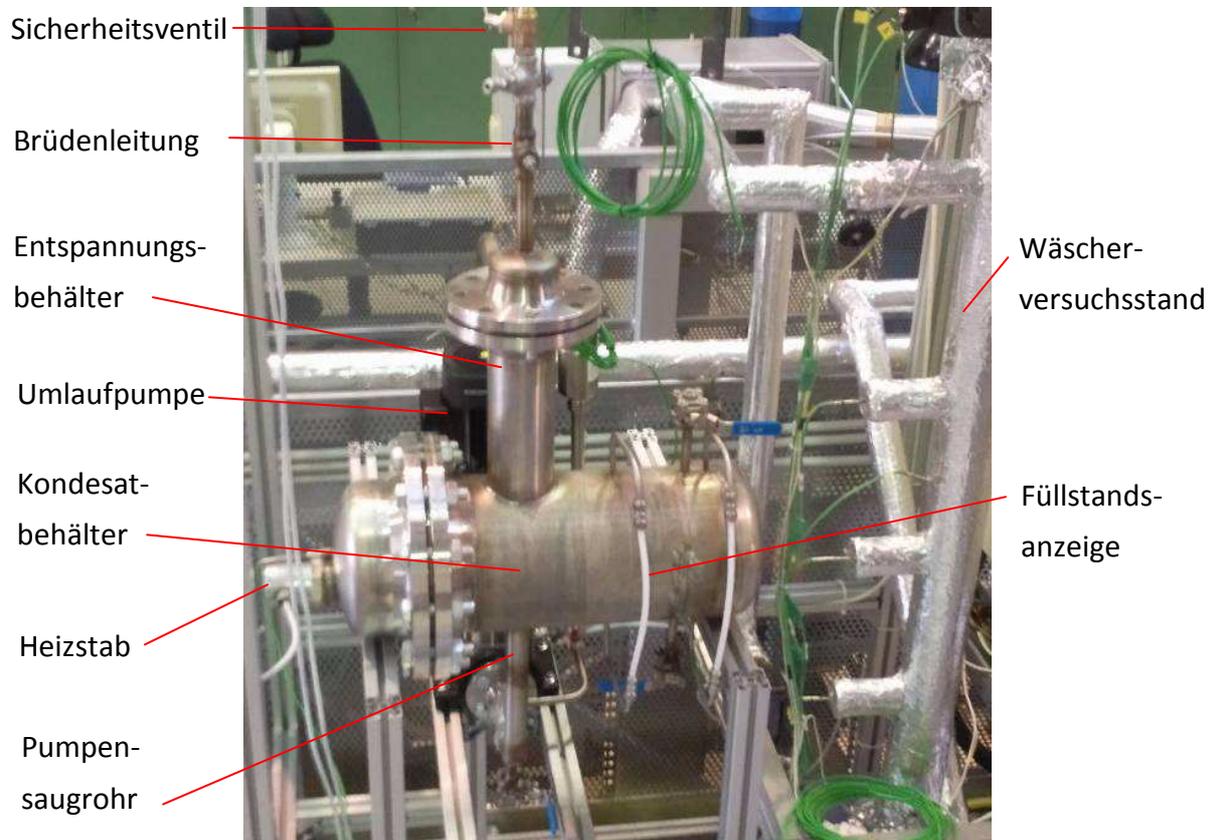


Abbildung 6.16: Gesamtanlage vor Inbetriebnahme

## 7. Versuche

Dieses Kapitel beschreibt die Versuchsmatrix, die Vorversuche sowie die Versuche zur Verdampfung von Kondensat aus der Pilot-Biomasse-Vergasungsanlage der Firma Agnion.

### 7.1. Versuchsmatrix

Folgender Abschnitt beschreibt die geplanten und durchgeführten Versuche:

- Kolbenversuche: Laborversuche im Rotationsverdampfer zur Abschätzung des zu erwartenden Konzentrats (siehe Kapitel 7.3).
- Absetzversuch: Der Absetzversuch dient zur Berechnung der Absetzgeschwindigkeit, welche ein wichtiges Maß zur Auslegung von Absetzbecken darstellt (siehe Kapitel 7.4).
- Kondensat – Verdampfungsversuch (Batch01): Der Versuch wurde im Batchbetrieb, ohne Nachfüllung von frischem Kondensat, betrieben (siehe Kapitel 7.5).
- Kondensat – Verdampfungsversuch (Kont02): Verdampfung von Kondensat aus der Pilot-Biomasse-Vergasungsanlage der Firma Agnion in kontinuierlicher Betriebsweise mit automatischer Kondensatnachfüllung (siehe Kapitel 7.6).
- Kondensat – Verdampfungsversuch (Kont03): Verdampfung von Kondensat aus der Labor-Wäscheranlage (siehe Kapitel 7.7).
- Kondensat – Verdampfungsversuch (Kont04): Dieser Versuch ist als Dauerversuch geplant und dient der Gewinnung von Erkenntnissen, die für die Auslegung einer Großanlage von Interesse sind (siehe Kapitel 7.8 und 7.9).
- Kondensat – Verdampfungsversuch (Kont05): Dauerversuch mit Kondensat, neuem Wärmeübertrager und neuer Düse (siehe Kapitel 7.10).
- Wasser – Verdampfungsversuch (Null06): Nullversuch mit reinem Wasser zur Validierung der Versuchsergebnisse (siehe Kapitel 7.11).

## 7.2. Versuchsvorbereitung

Hier werden die Druckprüfung und Inbetriebnahme beschrieben.

### 7.2.1. Druckprüfung

Da es sich bei der Anlage um einen Druckbehälter handelt, ist vor der Inbetriebnahme eine Druckprüfung durchzuführen. Diese dient der Festigkeitsprüfung und der Dichtheitsprüfung. Dabei wird der Behälter vollständig mit Wasser gefüllt und dann mit dem nach AD 2000 berechneten Prüfdruck beaufschlagt. Der Prüfdruck von 11,8 bar<sub>a</sub> wurde mit einer hydraulischen Handpumpe aufgebracht.

### 7.2.2. Inbetriebnahme

**Kaltinbetriebnahme:** Für die Kaltinbetriebnahme wurde der Kondensatbehälter mit Wasser gefüllt, die Pumpe entlüftet und bei Raumtemperatur in Betrieb genommen. Zuerst wurde das System drucklos getestet und anschließend mit dem Betriebsdruck 7 bar<sub>a</sub> beaufschlagt. Die Pumpe konnte in beiden Fällen den geforderten Druck aufbauen, sodass zur Warminbetriebnahme übergegangen werden konnte.

**Warminbetriebnahme:** Die Warminbetriebnahme, erfolgte mit einer Beheizung durch den Thermostaten bei einer Solltemperatur von 184 °C. Außerdem wurde der im Vorlagebehälter befindliche Heizstab getestet. Alle Kältebrücken wurden noch ausreichend gedämmt um die geforderten 184 °C zu erreichen. Bei der Warminbetriebnahme kam es auch zur Dampfbildung, sodass die grundsätzliche Funktionstüchtigkeit der Anlage nachgewiesen werden konnte.

### 7.3. Kolbenversuche

Der Kolbenversuch wird im Labor durchgeführt und dient der Abschätzung der Zusammensetzung und der Menge des zu erwartenden Konzentrats.

Für die Kolbenversuche wird ein mittels Magnetrührer gut durchmisches Kondensat mit einer Pipette aus einem Becherglas abgezogen. Dieses wird anschließend in einen Glaskolben abgefüllt, welcher mit dem Rotationsverdampfer (siehe Abbildung 7.1) verbunden wird. Der Rotationsverdampfer besitzt ein Heizbad, das auf eine gewünschte Temperatur eingestellt werden kann. Der notwendige Unterdruck im Kolben wird mit einer Wasserstrahlpumpe hergestellt, sodass das Kondensat auch bei Temperaturen unter der Siedetemperatur verdampfen kann. Die verdampfte Flüssigkeit steigt aus dem Kolben auf und passiert anschließend einen wassergekühlten Kondensator (Liebigkühler). Die kondensierenden Tropfen fallen dann in einen zweiten Glaskolben, wo der kondensierte Dampf (Destillat) gesammelt wird.

#### Geräteliste Kolbenversuche:

- Rotationsverdampfer: Heidolph Laborota 4000
- Magnetrührer: Heidolph Laborota MR 3001
- Waage: Mettler PB3002 Delta Range ( $\pm 0,1$  g )
- Glaskolben: Schott 250 ml
- Pipette: Brand 50 ml ( $\pm 0,05$  ml)



Abbildung 7.1: Rotationsverdampfer

### 7.3.1. Kolbenversuch 01

Das Heizbad des Rotationsverdampfers wurde mit entsalztem Wasser befüllt und auf eine Temperatur von 80 °C eingestellt und 50 ml Kondensat (Abw-02-110908) in den Glaskolben gefüllt. Als Druck wurde 0,4 bar<sub>a</sub> gewählt, da dies dem Dampfdruck von 80 °C entspricht. Nach ca. einer Stunde wurde der Druck weiter auf 0,1 bar<sub>a</sub> reduziert, um den Verdampfungsprozess zu beschleunigen. Nach 5 Stunden war fast das gesamte Kondensat verdampft, wobei ein kleiner Anteil wässriger Phase im Kolben zurückblieb. Die organischen Komponenten waren noch gut in dem Restwasser gelöst und hafteten nicht stark am Kolben an (siehe Abbildung 7.2). Der kondensierte Dampf (Destillat) ist etwas milchig trüb und hat eine leicht grünliche Farbe (siehe Abbildung 7.5).



Abbildung 7.2: Rückstand Kolbenversuch 01

### 7.3.2. Kolbenversuch 02

Bei diesem Versuch wurde mineralisches Wärmeträgeröl Transcal N in das Bad des Rotationsverdampfers gefüllt, um höhere Temperaturen erreichen zu können. Es wurde eine Temperatur von 165 °C eingestellt und unter atmosphärischen Druckverhältnissen verdampft. Das Kondensat das in diesem Versuch verwendet wurde, trägt die Bezeichnung Abw-001-111208. Die 50 ml waren aufgrund der höheren Temperatur relativ schnell verdampft. Nach ca. 1 Stunde war kaum noch Flüssigkeit vorhanden und der im Kolben zurückbleibende Rückstand war etwas klebriger und haftete leicht am Glaskolben an (siehe Abbildung 7.3).



Abbildung 7.3: Rückstand Kolbenversuch 02

### 7.3.3. Kolbenversuch 03

Bei diesem Versuch wurde die Temperatur auf 175 °C erhöht um wieder unter atmosphärischen Druckverhältnissen zu verdampfen. Der Kolben war mit 150 ml Kondensat (Abw-001-111208) gefüllt. Nach 80 Minuten wurde der Verdampfungsversuch beendet. Der Rückstand im Kolben war wieder leicht klebrig und enthielt einen höheren Anteil wässriger Phase, wie Abbildung 7.4 zeigt.



Abbildung 7.4: Rückstand Kolbenversuch 03

### 7.3.4. Kolbenversuch 04

Die Bedingungen bei diesem Versuch waren gleich denen aus Kolbenversuch 03, mit Ausnahme der Kondensatmenge, welche auf 200 ml (Abw-001-111208) erhöht wurde. Nach ungefähr eineinhalb Stunden war bereits der Großteil der Flüssigkeit verdampft. Wie in Abbildung 7.5 links zu erkennen ist, blieben wenige Tropfen wässriger Phase mit gelösten organischen Komponenten zurück. Der nicht verdampfte feste Rückstand haftete wiederum leicht am Glas an. Der kondensierte Dampf (Destillat) im Kolben, auf der Rückseite des Rotationsverdampfers, war milchig trüb und auf der Flüssigkeitsoberfläche waren leichte gelbliche „Ölschlieren“ zu erkennen (siehe Abbildung 7.5 rechts).



Abbildung 7.5: Rückstand (links) und kondensierter Dampf (rechts) Kolbenversuch 04

### 7.3.5. Zusammenfassung Kolbenversuche

Die durchgeführten Kolbenversuche zeigten, dass rein optisch nur ein Teil der im Kondensat enthaltenen organischen Substanzen verdampft. Das deckt sich nicht mit den Simulationsergebnissen, welche die Dampfdrücke der verschiedenen Teerbestandteile berücksichtigt.

Der Rückstand des Kolbenversuchs 01 unterscheidet sich visuell von den Rückständen der weiteren Versuche, was wahrscheinlich auf die Verwendung eines unterschiedlichen Kondensats (Abw-02-110908) zurückzuführen ist. Außerdem ist die Masse des Rückstands mit 1,9 % (bezogen auf die Masse des Kondensats im Kolben vor der Verdampfung) relativ groß. Bei den weiteren Versuchen liegt dieser Wert im Bereich 0,2 bis 0,35 %. Dieser Unterschied lässt sich durch die stark variierenden Versuchsbedingungen im ersten Versuch erklären.

Tabelle 7.1 zeigt die Masse im Glaskolben vor und nach dem Verdampfungsvorgang. Es ist zu beachten, dass die Masse des Rückstands schwer vergleichbar ist, da die eingesetzte Waage nur eine Genauigkeit von  $\pm 0,1$  g aufweist. Außerdem waren am Hals des Glaskolbens Kondensationstropfen zu erkennen, was darauf schließen lässt, dass immer wieder Tröpfchen in den Kolben zurückfallen, die das Messergebnis beeinflussen.

**Tabelle 7.1: Messdaten Kolbenversuche**

	Datum	Druck	Temperatur	Masse Kondensat	Masse Rückstand
Kolbenvers. 01	07.12.11	0,1–0,4 bar_a	80 °C	49,49 g	0,92 g
Kolbenvers. 02	14.12.11	1 bar_a	165 °C	49,86 g	0,12 g
Kolbenvers. 03	14.12.11	1 bar_a	175 °C	139,37 g	0,46 g
Kolbenvers. 04	19.12.11	1 bar_a	175 °C	199,08 g	0,44 g

## 7.4. Absetzversuch

Der Absetzversuch dient der Bestimmung der Absetzgeschwindigkeit. Die Absetzgeschwindigkeit sagt aus, wie schnell sich die Phasen in einem Gemisch aufgrund ihrer Dichte trennen (absetzen). Die Ergebnisse dienen der zukünftigen Dimensionierung des Absetzbereichs im Entspannungsbehälter.

### 7.4.1. Versuchsdurchführung

In diesem Fall wurde Kondensat mit dickflüssigem Konzentrat im gleichen Verhältnis in ein Becherglas gefüllt. Dieses Gemisch wurde dann mit einem beheizbaren Magnetrührer auf eine Temperatur von 95 °C erhitzt und durchmischt. Beim Ausschalten des Magnetrührers wurde die Zeitmessung gestartet und in regelmäßigen Abständen fotografiert. Anhand der Fotos konnte dann der Weg bestimmt werden, den die Phasengrenze in dem jeweiligen Zeitraum zurücklegte. Der Weg aufgetragen über der Zeit ergibt dann die Absetzgeschwindigkeit. Die Absetzgeschwindigkeit wird dann üblicherweise in einem Diagramm über der Zeit aufgetragen.

Abbildung 7.6 zeigt das Gemisch zu unterschiedlichen Zeitpunkten. Die dunkle Flüssigkeit ist das Konzentrat und die hellbraune das Kondensat:



Abbildung 7.6: Gemisch zum Zeitpunkt 0 sec (links), 4 sec (mitte), 200 sec (rechts)

### 7.4.2. Versuchsauswertung

In Abbildung 7.7 ist die Absetzgeschwindigkeit über der Zeit aufgetragen:

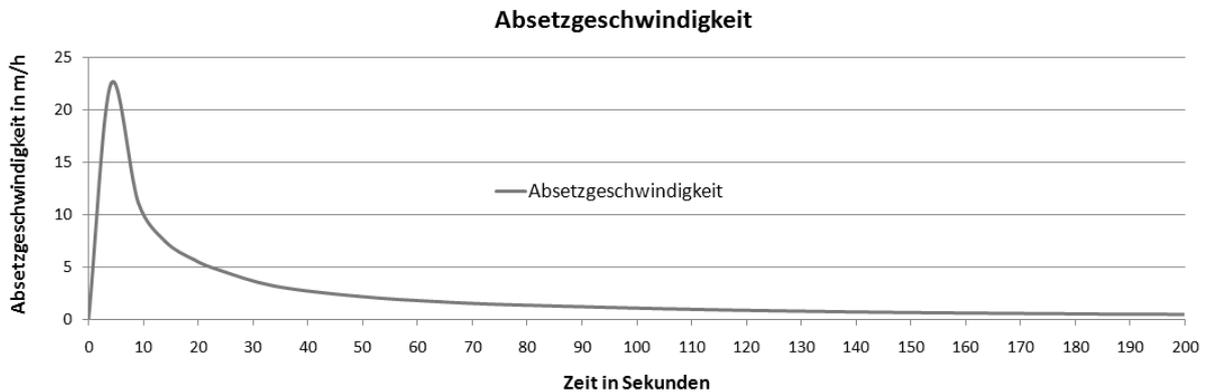


Abbildung 7.7: Absetzgeschwindigkeit über der Zeit

Es kommt zu keiner Emulsionsbildung zwischen den beiden Flüssigkeiten. Das zähflüssige Konzentrat mischt sich nicht mit dem Kondensat sondern bildet fadenähnliche Schlieren. Selbst wenn der Magnetrührer eingeschaltet ist, treibt das Konzentrat in Form von mehreren Klumpen in dem Kondensat. Die Konzentratklumpen steigen nach Abschalten des Magnetrührers sehr schnell nach oben, was eine Auswertung der Absetzgeschwindigkeit erschwert. Aus dem Diagramm kann abgelesen werden, dass die Absetzgeschwindigkeit bei ca. 7 Sekunden ein Maximum erreicht und dann rapide abnimmt. Bereits nach wenigen Sekunden hat sich das Konzentrat nahezu vollständig von dem Kondensat getrennt, was auf eine ausreichend hohe Absetzgeschwindigkeit, verglichen zur Absetzgeschwindigkeit von teerbeladenem RME und Wasser hinweist (ca. 1 m/h).

## 7.5. Kondensat - Verdampfungsversuch (Batch01)

Versuch Batch01 wurde als Batchversuch betrieben. Der Kondensatbehälter wurde mit Kondensat (VKond01120214) befüllt und dann wurde solange verdampft, bis die gewünschte Endkonzentration erreicht war. Die Versuche wurden mit der fortlaufenden Bezeichnung a bis f benannt. Das Konzentrat wurde nach den Versuchen b und f aus der Anlage abgezogen. Als Versuchsparameter wurden 184 °C Thermostattemperatur gewählt, sodass sich eine Temperatur von 174 °C am Austritt des Wärmeübertragers ergibt. Die bei der Auslegung vorgegebenen 175 °C Austrittstemperatur sind im praktischen Anwendungsfall zu nahe an der Siedetemperatur (175,3 °C bei 9 bar<sub>a</sub> Düsenvordruck)

### 7.5.1. Versuchsbeschreibung

Tabelle 7.2 zeigt die Rahmenbedingungen des Versuchs Batch01. In der Spalte Betriebsdruck ist die Austrittstemperatur am Wärmeübertrager im Kondensatkreislauf, sowie der Düseneintrittsdruck angegeben:

**Tabelle 7.2: Versuchsbeschreibung Versuch Batch01**

Batchbetrieb	Datum	Betriebsdauer	Betriebspunkt	Abschlämmung
Batch01a	14.02.12	0,98 h	174 °C / 9 bar <sub>a</sub>	-
Batch01b	16.02.12	3,27 h	174 °C / 9 bar <sub>a</sub>	nach Batch01b
Batch01c	23.02.12	4,98 h	174 °C / 9 bar <sub>a</sub>	-
Batch01d	24.02.12	3,50 h	174 °C / 9 bar <sub>a</sub>	-
Batch01e	27.02.12	2,50 h	174 °C / 9 bar <sub>a</sub>	-
Batch01f	28.02.12	1,70 h	174 °C / 9 bar <sub>a</sub>	nach Batch01f

#### **Kondensat - Verdampfungsversuch Batch01a: (14.02.2012)**

Da sich das Kondensat mit der Zeit absetzt, muss bei der Befüllung sichergestellt werden, dass es gut durchmischt wird. Hierfür wurde eine Fasspumpe verwendet die das Kondensat im Vorlagebehälter gut durchmischt. Aus diesem Behälter wurden dann 9 kg Kondensat mittels einer Dosierpumpe in die Anlage gefüllt. Nach Abschluss der Aufheizphase konnte am Austritt des Wärmeübertragers eine Temperatur von 174 °C erreicht werden. Bei Erreichen der Betriebstemperatur wurde der Betriebsstundenzähler aktiviert und die Masse an kondensierendem Dampf, die über den Destillatabzug abfließt, bestimmt.

**Kondensat - Verdampfungsversuch Batch01b: (16.02.2012):**

Es wurden zusätzlich weitere 6 kg Kondensat hinzugefügt. Bei einer Betriebszeit von 1,5 Stunden wurde die erste Destillatprobe genommen. Nach etwa 3 Stunden war ein Druckabfall nach der Pumpe zu beobachten, da sich kaum mehr Flüssigkeit in der Anlage befand. Die Pumpe konnte den geforderten Druck nicht mehr aufbauen und schaltete sich wegen der programmierten Sicherheitsabfrage ab. Nach dem Versuch wurde aus der Pumpenentlüftung und dem Kondensatbehälter Konzentrat abgezogen.

**Kondensat - Verdampfungsversuch Batch01c: (23.03.2012)**

Vor diesem Versuch wurden 11,6 kg Kondensat in die Anlage gefüllt. Nach 4,98 Betriebsstunden konnte die Pumpe den Druck nicht mehr aufbauen, da die Anlage bereits zu wenig Flüssigkeit beinhaltete, was auf eine falsche optische Füllstandsanzeige zurückzuführen ist.

**Kondensat - Verdampfungsversuch Batch01d: (24.03.2012)**

Zusätzlich zu dem Konzentrat das sich aus der vorangegangenen Versuchen noch in der Anlage befand wurden 11,5 kg Kondensat nachgefüllt.

**Kondensat - Verdampfungsversuch Batch01e: (27.02.2012)**

Vor diesem Versuch wurden 8,8 kg Kondensat abgefüllt und dann bei gleichbleibenden Versuchsparametern verdampft.

**Kondensat - Verdampfungsversuch Batch01f: (28.02.2012)**

Dieser Versuch ist die Fortführung von Versuch Batch01e. Der Versuch wurde abgebrochen als die Pumpe den Druck nicht mehr aufbauen konnte.

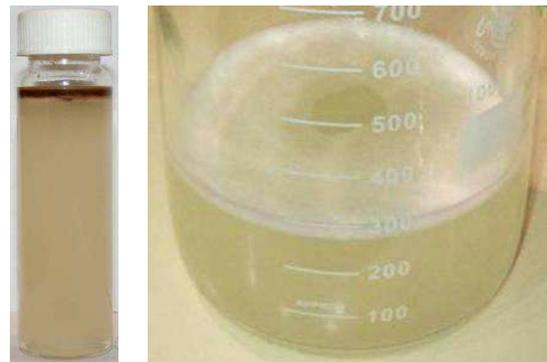
### 7.5.2. Versuchsergebnisse

Tabelle 7.3 stellt die Ergebnisse von Versuch Batch01 zusammenfassend dar:

**Tabelle 7.3: Versuchsergebnisse Versuch Batch01**

	Datum	Betriebsdauer	Betriebspunkt	Massenstrom Dest.
Batch01a	14.02.12	0,98 h	174 °C / 9 bar_a	2,18 kg/h
Batch01b	16.02.12	3,27 h	174 °C / 9 bar_a	2,38 kg/h
Batch01c	23.02.12	4,98 h	174 °C / 9 bar_a	1,95 kg/h
Batch01d	24.02.12	3,50 h	174 °C / 9 bar_a	1,92 kg/h
Batch01e	27.02.12	2,50 h	174 °C / 9 bar_a	1,79 kg/h
Batch01f	28.02.12	1,70 h	174 °C / 9 bar_a	1,31 kg/h

Die aus dem Kondensator abgeführte Flüssigkeit ist milchig trüb, hat eine leicht grünliche Farbe und bildet beim Ablassen eine feine Schaumschicht (siehe Abbildung 7.8, rechts). Im Vergleich zum in die Anlage gefüllten Kondensat (Abbildung 7.8, links) ist visuell eine deutliche Verminderung der Organik zu erkennen.



**Abbildung 7.8: Kondensat (links), Destillat (rechts); Batch01a**

Die Umlaufpumpe besitzt zum Ablassen von Luft, welche sich bei der Befüllung der Anlage im Pumpenkopf sammelt, eine Entlüftungsleitung. Das Konzentrat aus dieser Pumpenentlüftung weist eine dunkle Farbe auf und ist etwas dickflüssiger als das Kondensat (siehe Abbildung 7.9 links). Das Konzentrat (Abbildung 7.9 mitte) ist gelblich und weist Agglomerationen auf, die sich voraussichtlich durch Polymerisationsvorgänge gebildet haben. Bei späteren Versuchen ist es meist braun oder schwarz. Rechts im Bild ist das Destillat dargestellt. Die Proben der Abbildung 7.9 wurden bei Versuch Batch01c genommen.



Abbildung 7.9: Konz. Pumpenentlüftung (links), Konz. (mitte), Dest. (re.); Batch01c

Die Proben in Abbildung 7.10 wurden bei Versuch Batch01f genommen. Abbildung 7.10 links (1) zeigt das aus der Pumpenentlüftung abgezogene Konzentrat, welches sehr dickflüssig war (leichte Phase). Zweites Röhrchen von links (2) zeigt ebenfalls das aus der Pumpenentlüftung abgezogene Konzentrat (schwere Phase). Das mittlere Röhrchen (3) ist die leichte Phase des Konzentrats im Entspannungsbehälter und rechts daneben (4) die schwere Phase des Konzentrats. Im Bild ganz rechts (5) ist das während des Versuchs entnommene Destillat dargestellt. Das Konzentrat aus der Pumpenentlüftung hatte nur bei Versuch Batch01 diese zähflüssige Konsistenz und schwarze Farbe. Bei späteren Versuchen trat diese starke Anreicherung an Leichtphase nicht mehr auf.



Abbildung 7.10: Konz. Pumpenentlüftung (links), Konz. (mitte), Dest. (re.); Batch01f

### 7.5.3. Versuchsauswertung

Bei Versuch Batch01 wurden 16,93 Betriebsstunden erreicht. Über den gesamten Versuchszeitraum gemittelt, wurde ein Dampfmassenstrom von 1,96 kg/h gemessen. Im Batchbetrieb wurde eine Charge abgefüllt und dann so lange verdampft, bis der Flüssigkeitspegel im Behälter für die Pumpe zu gering war. Dadurch kam es zu einer starken Anreicherung von Organik im Plattenwärmeübertrager, was eine verminderte Verdampfungsleistung verursachte. Da jedoch die Verdampfungsleistung auch nach einer Entleerung und Neubefüllung der Anlage nicht auf den Startwert des Versuchs Batch01 gestiegen ist, müssen auch andere Faktoren für den Rückgang verantwortlich sein. Dazu gehören eine mögliche Reduktion der Umlaufmenge durch Verstopfungen oder auch eine verminderte Wärmeübertragungsleistung durch Fouling.

Im Vergleich zu dem theoretisch berechneten Wert (2,8 kg/h), der sich durch den Druckabfall von 2 bar in der Düse und die Verdampfungsrate berechnet, ist der gemessene Destillatmassenstrom bei Versuch Batch01a, mit 2,18 kg/h etwas geringer. Dieser Unterschied wird möglicherweise dadurch hervorgerufen, dass mit dem überströmenden Luftstrom noch etwas Dampf ausgetragen wird. Zusätzlich kondensierte etwas Dampf bereits in den Rohrleitungen zum Kondensator oder im Demister aus. Insbesondere im Bereich der Druckluftzufuhr wird durch die Einbringung von kühler Luft etwas Dampf kondensieren. Die theoretische Berechnung der Verdampferleistung von 2,8 kg/h, gilt nur für Wasser und berücksichtigt keine Organik, was ein zusätzlicher Faktor für den Unterschied zu den Messungen bedeutet.

Bei der Inbetriebnahme mit reinem Wasser wurde die Pumpe durchschnittlich bei 97,7 % der Maximaldrehzahl betrieben (die Pumpe wird auf den Düseneintrittsdruck von 9 bar<sub>a</sub> geregelt). Beim Kondensat - Verdampfungsversuch Batch01c mit durchschnittlich 98,2 % der Maximaldrehzahl. Dieser Umstand zeigt, dass zwischen Wasser und frischem Kondensat kaum ein Unterschied bei der notwendigen Druckerhöhungsenergie festzustellen ist (bei gleichem Volumenstrom, der durch den Düsenquerschnitt und den Druckabfall in der Düse vorgegeben ist).

Hier wird der Verlauf der Prozessparameter für Versuch Batch01c näher betrachtet. Abbildung 7.11 zeigt den Verlauf der Drücke über den Betriebsstunden bei Versuch Batch01c:

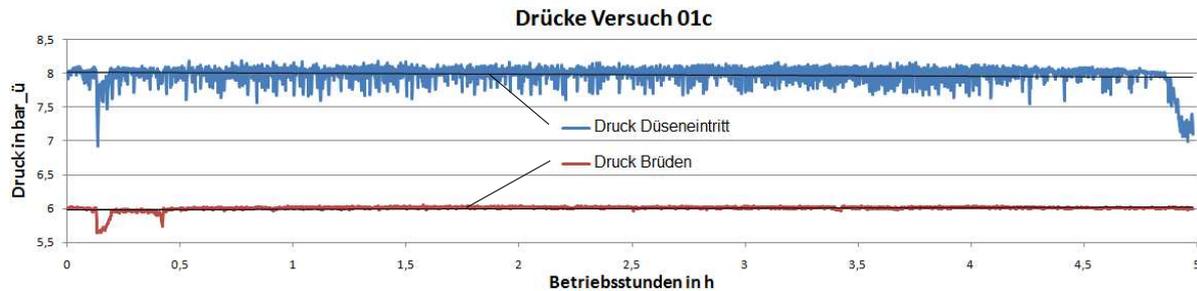


Abbildung 7.11: Drücke Versuch Batch01c

Im Mittel ist der Verlauf von Brüden- und Düsen-Druck bei diesem Versuch über den gesamten Versuchszeitraum relativ konstant. Am Ende des Versuchs ist ein deutlicher Abfall des Düsen-Drucks zu erkennen, der dadurch hervorgerufen wurde, dass die Pumpe bei zu geringem Flüssigkeitsinhalt im Entspannungsbehälter den Druck nicht mehr ausreichend aufbauen konnte. Es wurde eine lineare Trendlinie eingefügt, die im Fall des Düsen-Drucks, wegen dem starken Druckabfall am Ende des Versuchs, leicht abfällt. Im Fall des Brüden-Drucks ist eine nahezu horizontale Trendlinie vorhanden, da der Anlagendruck durch das Druckluftsystem aufrechterhalten wird. Die hochfrequenten Schwankungen wurden durch einen nicht optimal eingestellten PID-Regler der Pumpenregelung hervorgerufen. Bei diesem Versuch wurde noch manuell, mittels Kugelhahn, Destillat aus dem Kondensator abgezogen. Der große Druckabfall nach 0,2 Stunden wurde durch eine zu rasche Öffnung dieses Kugelhahns hervorgerufen.

Abbildung 7.12 stellt den Verlauf der Temperaturen bei Versuch Batch01c dar:

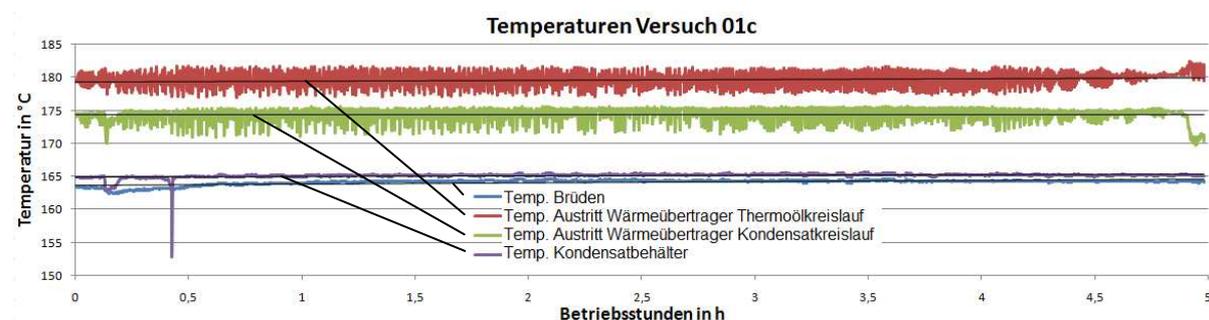


Abbildung 7.12: Temperaturen Versuch Batch01 c

Im Verlauf der Temperaturen am Wärmeübertrager sind wieder die hochfrequenten Schwankungen zu erkennen, die eine direkte Auswirkung der Druckschwankungen sind. Die

Temperatur am Austritt des Wärmeübertragers im Thermoölkreislauf steigt gegen Ende des Versuchs leicht an, während die Temperatur auf der kalten Seite leicht fällt, was auf ein mögliches Fouling am Wärmeübertrager hinweist.

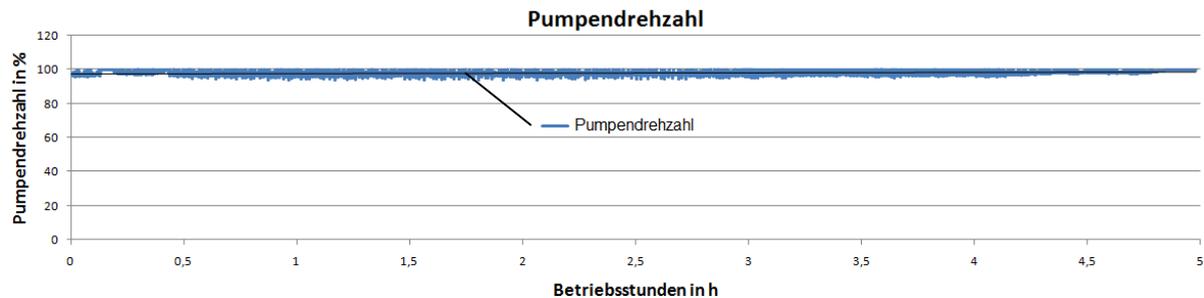


Abbildung 7.13: Pumpendrehzahl Versuch Batch01c

Im Verlauf der Pumpendrehzahl wurde ebenfalls eine lineare Trendlinie eingefügt, an der man erkennen kann, dass die Drehzahl im Versuchszeitraum um etwa einen Prozentpunkt ansteigt. Dieser Anstieg wird vor allem vom Druckabfall am Ende des Versuchs hervorgerufen, als die Pumpe mit der Maximaldrehzahl versuchte den geforderten Druck aufzubauen. Die Pumpendrehzahl wird in Prozent der Maximaldrehzahl angegeben.

Bei Versuch Batch01 war die Maximalfrequenz am FU noch mit 50 Hz begrenzt, wurde später zur Erhöhung der Pumpenleistung während Versuch Kont02 auf 55 Hz erhöht und schlussendlich vor Versuch Kont05 auf 60 Hz erhöht.

## 7.6. Kondensat - Verdampfungsversuch Kont02

Insgesamt standen 70 kg Kondensat mit der Bezeichnung VKond02120306 aus der Pilotanlage in Pfaffenhofen zur Verfügung, die kontinuierlich verdampft hätten werden sollen. Zur optimalen Durchmischung wurde das Kondensat mittels Kreiselpumpe in einem Behälter umgewälzt. Von diesem Pufferbehälter wurde mittels Membranpumpe durchmisches Kondensat in die die Anlage gefördert. Um den Füllstand im Kondensatbehälter automatisch regulieren zu können wurde ein Differenzdrucksensor eingebaut, der die geodätische Höhendifferenz misst. Mit dem Differenzdrucksensor wird die Kondensatnachfüllung mit der Membranpumpe mittels Hysteresenregelung geregelt.

### 7.6.1. Versuchsbeschreibung

Tabelle 7.4 zeigt die Rahmenbedingungen des Versuchs Kont02:

**Tabelle 7.4: Versuchsbeschreibung Versuch Kont02**

Kontinuierl. Verd.	Datum	Betriebsdauer	Betriebspunkt	Abschlämmung
Kont02a	06.03.12	4,83 h	174 °C / 9 bar_a	-
Kont02b	07.03.12	12,75 h	174 °C / 9 bar_a	Kont02b
Kont02c	12.03.12	10,23 h	174 °C / 9 bar_a	-
Kont02d	13.03.12	4,45 h	174 °C / 9 bar_a	Kont02d

#### **Kondensat - Verdampfungsversuch Kont02a: (06.03.2012)**

Da zu diesem Zeitpunkt das Sicherheitsmanagement für vollautomatischen Betrieb noch nicht vollständig programmiert war, wurde der Versuch nach 4,83 Stunden abgebrochen. In das Sicherheitsmanagement wurde dann noch eine Abschaltbedingung integriert, die die Flutung des Kondensators, im Falle einer Verstopfung des Destillatabzugs, verhindern soll.

#### **Kondensat - Verdampfungsversuch Kont02b: (07.03.2012)**

Der Betrieb der Anlage war nur unter Beobachtung möglich, da die automatische Kondensatnachfüllung noch in Erprobung war und der Differenzdrucksensor ausgetauscht werden musste. Zusätzlich wurde ein weiterer Drucksensor eingebaut, der den Druck nach der Pumpe, also vor dem Wärmeübertrager messen soll.

**Kondensat - Verdampfungsversuch Kont02c: (12.03.2012)**

Vor Versuch Kont02c wurde der FU der Umlaufpumpe neu parametrisiert, sodass auch mit einer Frequenz von 55 Hz gefahren werden konnte. Der neu eingebaute Differenzdrucksensor lieferte bessere Ergebnisse, somit konnte ein Betrieb ohne Beobachtung durchgeführt werden. Dieser Versuch lief über 10,23 Stunden problemlos, bis sich die Anlage wegen einem Füllstandsalarm im Kondensator ausschaltete.

**Kondensat - Verdampfungsversuch Kont02d: (13.03.2012)**

Versuch Kont02d wurde nach 4,45 Stunden abgebrochen, da die Pumpe den Druck nicht mehr aufbauen konnte, weil der Flüssigkeitspegel im Kondensatbehälter zu gering war.

**7.6.2. Versuchsergebnisse**

Insgesamt dauerte der Versuch Kont02 32,26 Stunden. Dabei wurde gemittelt über die Gesamtzeit eine Verdampfungsleistung von 1,41 kg/h erreicht.

Tabelle 7.5 zeigt zusammenfassend die Ergebnisse des Versuchs Kont02:

**Tabelle 7.5: Versuchsergebnisse Versuch Kont02**

	Datum	Betriebsdauer	Betriebspunkt	Massenstrom Dest.
Kont02a	06.03.12	4,83 h	174 °C / 9 bar_a	1,49 kg/h
Kont02b	07.03.12	12,75 h	174 °C / 9 bar_a	1,34 kg/h
Kont02c	12.03.12	10,23 h	174 °C / 9 bar_a	1,41 kg/h
Kont02d	13.03.12	4,45 h	174 °C / 9 bar_a	1,49 kg/h

Die Verdampfungsleistung blieb über den gesamten Versuchszeitraum annähernd konstant, obwohl zwischen den Versuchen a, b und c, d nicht abgeschlämmt wurde.

Abbildung 7.14 zeigt Kondensat des Versuchs Kont02 (links), sowie Destillat von Versuch Kont02c (mitte) und Konzentrat, welches nach Versuch Kont02d entnommen wurde (rechts).



**Abbildung 7.14: Kondensat (links), Destillat (mitte) und Konzentrat (rechts)**

Nach dem Versuch Kont02 wurde der Filter, der im Saugrohr der Pumpe eingebaut war, ausgebaut und begutachtet. In Abbildung 7.15 ist eine starke Verschmutzung des Filters zu erkennen. Das Sieb des Filters war vollkommen verstopft mit einer schwarzen zähen, fast festen Masse. Vereinzelt waren faserige Agglomerationen dabei, die sich vermutlich durch das hindurchdrücken der zähen Masse durch die kleinen Sieblöcher bildeten. Die kleinen Sieblöcher haben einen Durchmesser von 0,8 mm. Das Filtersieb hat einen Durchmesser von ca. 25 mm. Die Ablagerungen bildeten eine bis zu 3 mm dicke Schicht. Diese Ablagerungen konnten mechanisch leicht entfernt werden. In Abbildung 7.15 rechts sind die gelösten Ablagerungen zu betrachten. Diese Agglomerationen sind eventuell Verseifungen, die aus den Fettsäuren des RMEs entstehen und Polymerisationsprodukte, die aus den organischen Komponenten und RME entstehen. Beide Prozesse werden durch die hohe Temperatur in der Anlage begünstigt.



**Abbildung 7.15: Filtersieb (links und mitte), gelöste Ablagerungen (rechts)**

### 7.6.3. Versuchsauswertung

Abbildung 7.16 zeigt den Temperaturverlauf am Austritt des Wärmeübertragers im Kondensatkreislauf und den Druck am Eintritt der Düse bei Versuch Kont02d. Daraus lässt sich erkennen, dass die Temperatur dem Druckverlauf folgt. Dieser Zusammenhang zeigt, dass es zu einem Siedevorgang auf den Heizflächen des Wärmeübertragers gekommen ist. Der Vorgang wurde durch den zu großen Druckverlust im verstopften Filter hervorgerufen, da der zur Austrittstemperatur des Wärmeübertragers gehörende Sättigungsdruck unterschritten wurde. Durch dieses Sieden, welches wahrscheinlich auch schon bei den vorangegangenen Versuchen aufgetreten ist, wurde die Belagbildung im Plattenwärmeübertrager begünstigt.

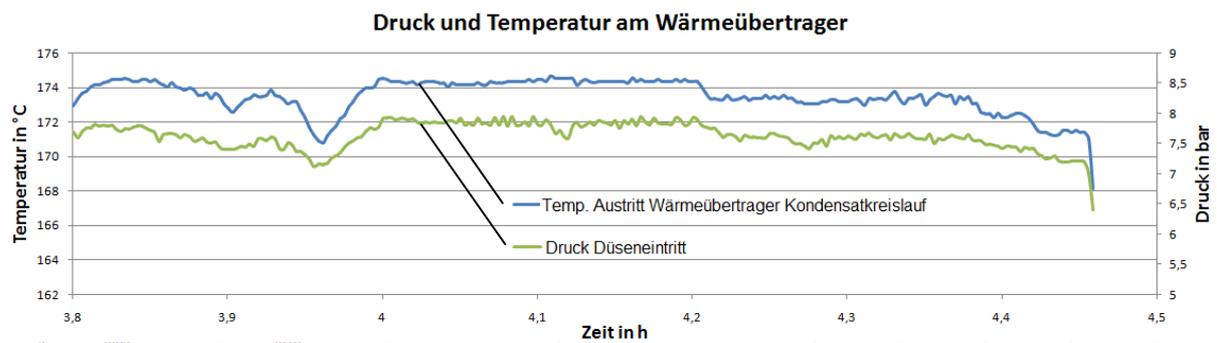


Abbildung 7.16: Druck und Temperatur am Wärmeübertrager Versuch Kont02d

## 7.7. Kondensat - Verdampfungsversuch Kont03

Vor dem Versuch Kont03 wurde die Anlage mit Destillat aus den vorangegangenen Versuchen gespült. Dabei konnte eine deutliche Verdunkelung der Reinigungsflüssigkeit beobachtet werden, die aufgrund der guten Lösungseigenschaften scheinbar einen Teil der angelagerten Komponenten lösen konnte.

### 7.7.1. Versuchsbeschreibung

Tabelle 7.6 zeigt die Rahmenbedingungen zu Versuch Kont03:

**Tabelle 7.6: Versuchsbeschreibung Versuch Kont03**

Kontinuierl. Verd.	Datum	Betriebsdauer	Betriebspunkt	Abschlämmung
Kont03	15.03.12	8,38 h	174 °C / 9 bar_a	nach Versuch

(15.03.2012)

In Versuch Kont03 wurde Kondensat des Versuchswäschers, der im gleichen Prüfstand integriert, ist eingedampft. Insgesamt wurden 19,56 kg Kondensat in die Anlage gefüllt. Der Versuch wurde manuell abgebrochen, als sich nur noch wenig Kondensat in der Anlage befand und die Pumpendrehzahl schlagartig stieg.

### 7.7.2. Versuchsergebnisse

Über den Versuchszeitraum von 8,38 Stunden wurde ein Dampfmassenstrom von 1,72 kg/h gemessen. Auch bei diesem Versuch wurde zu Beginn eine höhere Verdampfungsleistung gemessen, die aber mit zunehmender Versuchsdauer kontinuierlich abnahm.

Dieses Kondensat wurde dem RME-Laborwäscher entnommen, unterscheidet sich jedoch visuell stark von dem Kondensat der Pilotanlage der Firma Agnion in Pfaffenhofen. Es ist klarer und offensichtlich mit weniger organischen Komponenten belastet (siehe Abbildung 7.17 links). In Abbildung 7.17 rechts ist das nach dem Versuch entnommene Konzentrat dargestellt. Die Ansammlungen sind vermutlich eine Mischung aus Partikeln, und polymerisierten Kohlenwasserstoffen, die sich im Glasbehälter oben absetzen.



Abbildung 7.17: Kondensat (links), Destillat (mitte), Konzentrat (rechts); Versuch Kont03

### 7.7.3. Versuchsauswertung

In Abbildung 7.18 ist der Verlauf der Drücke über den Betriebsstunden aufgetragen:

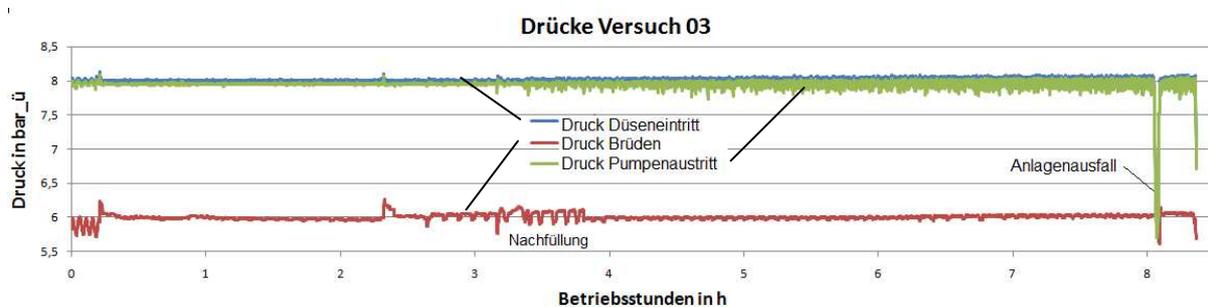
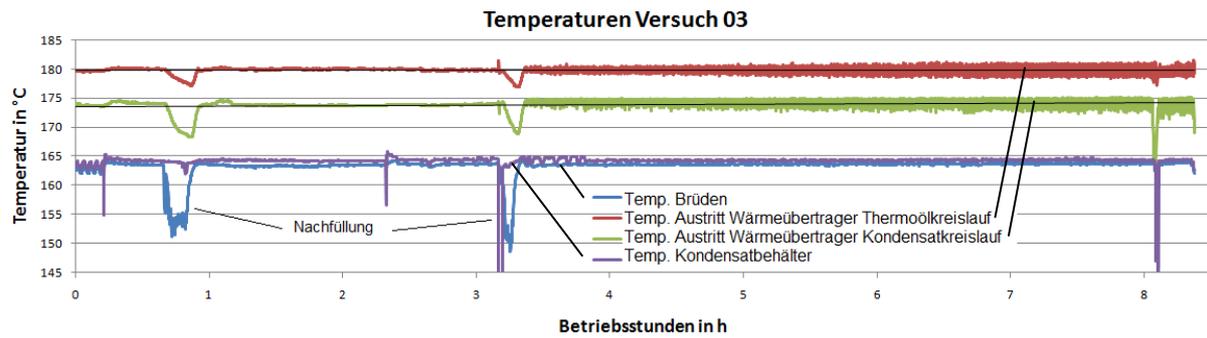


Abbildung 7.18: Drücke Versuch Kont03

Der Druckabfall kurz vor Versuchsende wurde durch einen Anlagenausfall hervorgerufen, der durch einen Füllstandsalarm im Kondensator ausgelöst wurde. Die Schwankungen im zwischen Stunde 3 und 4 wurden durch eine Nachfüllung ausgelöst. Ab diesem Nachfüllvorgang sind verstärkt Druckschwankungen im Kondensatkreislauf zu erkennen, die eventuell durch erhöhten Organikanteil im Kreislauf hervorgerufen wurden. Diese Erhöhung könnte durch eine Durchmischung bei der Nachfüllung von Kondensat ausgelöst worden sein.

Abbildung 7.19 zeigt die Verläufe der Temperaturen über den Betriebsstunden:



**Abbildung 7.19: Temperaturen Versuch Kont03**

Im Verlauf der Temperaturen sind die beiden Nachfüllzeitpunkte zu erkennen. Der erste im Bereich von 0,7 Stunden und der zweite kurz nach 3 Stunden. Die Schwankungen ab der zweiten Nachfüllung sind auch im Verlauf der Temperaturen am Wärmeübertrager zu erkennen

## 7.8.Kondensat - Verdampfungsversuch Kont04

Versuch Kont04 wurde als Dauerversuch geplant und über einen Zeitraum von 70 Stunden betrieben. Dabei sollten Erkenntnisse über das Verschmutzungsverhalten der Anlage gewonnen werden, welche für einen Betrieb in der Großanlage von hoher Relevanz sind.

### 7.8.1. Versuchsbeschreibung

Tabelle 7.7 zeigt die Versuchsbedingungen zu Versuch Kont04:

**Tabelle 7.7: Versuchsbeschreibung Versuch Kont04**

Dauerbetrieb	Datum	Betriebsdauer	Betriebspunkt	Abschlämmung
Kont04	22.03.12		174 °C / 9 bar_a	-
Kont04	26.03.12		174 °C / 9 bar_a	-
Kont04	27.03.12		174 °C / 9 bar_a	-
Kont04	28.03.12		174 °C / 9 bar_a	nach 45 h
Kont04	28.03.12	70 h	174 °C / 9 bar_a	-

Als Betriebsparameter wurden wieder 184 °C Thermostattemperatur und 9 bar\_a Düsen Eintrittsdruck eingestellt. Die Heizstabtemperatur wurde mit 163 °C vorgegeben, sodass der Heizstab nur Wärme zuführt, wenn Kondensat nachgepumpt wird und die Temperatur im Kondensatbehälter unter diesen Grenzwert sinkt.

(22.03.2012)

Der Versuch musste nach 8,61 Stunden beendet werden, da eine automatisierte Nachfüllung mit der eingebauten Membranpumpe nicht sichergestellt werden konnte. Die Pumpe konnte wegen der langen Saugleitung vom Vorlagebehälter zur Anlage nicht ausreichend Druck aufbauen. Dieses Problem konnte durch Einbau einer zweiten Membranpumpe vom gleichen Typ, die in Serie geschaltet wurde, behoben werden.

(26.03.2012)

Fortsetzung des Versuchs vom 22.03.2012. Ausfall der SPS aufgrund eines Softwarefehlers.

(27.03.2012)

Fortsetzung des Versuchs vom 26.03.2012. Ausfall der SPS aufgrund eines Softwarefehlers.

(28.03.2012)

Fortsetzung des Versuchs vom 27.03.2012,. Nach ca. 45 Betriebsstunden wurde eine Abschlammung während des Betriebs durchgeführt, indem der Füllstand im Kondensatbehälter so weit erhöhte wurde, dass die Flüssigkeit über die Wehr in das Konzentratbecken fließen konnte. Anschließend wurden Proben aus dem Konzentratbecken entnommen. Zusätzlich wurden noch Proben aus dem Saugrohr der Pumpe entnommen.

(29.03.2012)

Der Versuch wurde nach insgesamt 70 Stunden abgebrochen, da der Dampfmassenstrom bereits unter 1 kg/h gesunken war. Es wurden Konzentratproben, Destillatproben sowie eine Probe aus dem Saugrohr der Pumpe genommen.

Nach Abkühlung der Anlage wurde der Flansch des Entspannungsbehälters geöffnet, um die Düse zu begutachten (siehe Abbildung 7.22) und eine Probe von dem Belag an den Wänden des Behälters zu nehmen. Anschließend wurde die Anlage mit Destillat gespült, da eine zähflüssige Schicht an Konzentrat in der Anlage zurückblieb.

### 7.8.2. Versuchsergebnisse

Während des Verdampfungsbetriebs wurden laufend Destillatproben genommen. Abbildung 7.20 zeigt zum Vergleich eine Kondensatprobe (1), eine Destillatprobe, die bereits nach 7 Betriebsstunden genommen wurde (2) und eine Destillatprobe, die nach 70 Betriebsstunden genommen wurde (3). Zusätzlich wurden Proben vom Konzentrat nach dem Versuch genommen. In Abbildung 7.20 (4) ist die entnommene Leichtphase des Konzentrats dargestellt. Die dargestellten Proben wurden vom AnalySELabor AC2T research GmbH analysiert. Die Destillat- und Kondensatproben wurden auf Organik und die Konzentratprobe auf Organik und Verseifungen analysiert.



Abbildung 7.20: Kondensat (1), Destillat 7h (2), Dest. 70h (3), Konzentrat. (4)

Abbildung 7.4 links (1) zeigt die nach der Abschlammung aus dem Konzentratbecken genommene Probe. Zum Vergleich ist rechts (2) Konzentrat aus dem Kondensatbehälter abgebildet, das zum gleichen Zeitpunkt genommen wurde. Bei der Abschlammung wird offensichtlich nicht nur Leichtphase, sondern auch ein größerer Anteil wässrige Phase aus der Anlage abgeführt.



**Abbildung 7.21: Abschlammung**

Beim Öffnen der Anlage zeigte sich, dass sich bereits ein dünner aber fester schwarzer Belag an den Wänden gebildet hatte (siehe Abbildung 7.22). Von diesem Belag wurde eine Probe genommen, um im Labor ASG Analytik-Service Gesellschaft mbH eine Elementaranalyse durchführen zu lassen.



**Abbildung 7.22: Düse im Einbauzustand im Entspannungsbehälter**

Die Düse ist verschmutzt, wobei die kegelige Austrittsöffnung der Düse etwas stärker verschmutzt ist, sodass der 90 ° Sprühkegel nicht mehr erreicht wurde. Die Bohrung der Düse war ebenfalls leicht verschmutzt. Es konnte visuell eine kleine Verminderung des Bohrungsdurchmessers erkannt werden. Die Düse wurde mit einem Lösungsmittel und mittels Ultraschallbad gereinigt. Die Verschmutzungen am Drallerzeuger konnten nicht vollständig entfernt werden (siehe Abbildung 7.23). Nach der Reinigung wurde die Düse wieder eingebaut. Bei der Reinigung der Düse wurde ein Großteil der Ablagerungen in

Aceton gelöst. Im Lösemittel setzte sich am Boden eine zweite Phase ab, was auf Partikel hinweist.



**Abbildung 7.23: Düse vor der Reinigung (links) und nach der Reinigung (rechts)**

Beim Ausbau der Düse hatte die Anlage noch ca. 60 °C und kühlte erst während den Nachtstunden auf Umgebungstemperatur ab. Am nächsten Morgen haftete eine gelleartige, transparente Schicht an den Wänden des Entspannungsbehälters an (siehe Abbildung 7.24), was auf Polymerisation hindeutet.



**Abbildung 7.24: kondensierte Ablagerungen**

### 7.8.3. Versuchsauswertung

Die in diesem Abschnitt dargestellten Diagramme zeigen Verläufe der Messgrößen, aufgetragen über den Betriebsstunden. Da der Betriebsstundenzähler bei Anlagenstillstand ausgeschaltet wurde und erst bei Erreichen der Betriebstemperatur wieder eingeschaltet wurde, sind die Anlagenausfälle hier meist nicht ersichtlich.

Über den Versuchszeitraum von 70 Stunden wurde ein Dampfmassenstrom von durchschnittlich 1,6 kg/h gemessen. Abbildung 7.25 zeigt die Massenzunahme, an kondensiertem Dampf, aufgetragen über den Betriebsstunden. Die Reduktion der Verdampfungsleistung mit zunehmender Versuchsdauer kann durch eine Reduktion des Volumenstroms im Kondensatkreislauf, durch die Verkleinerung des Düsenlochs, sowie Fouling am Wärmeübertrager erklärt werden.

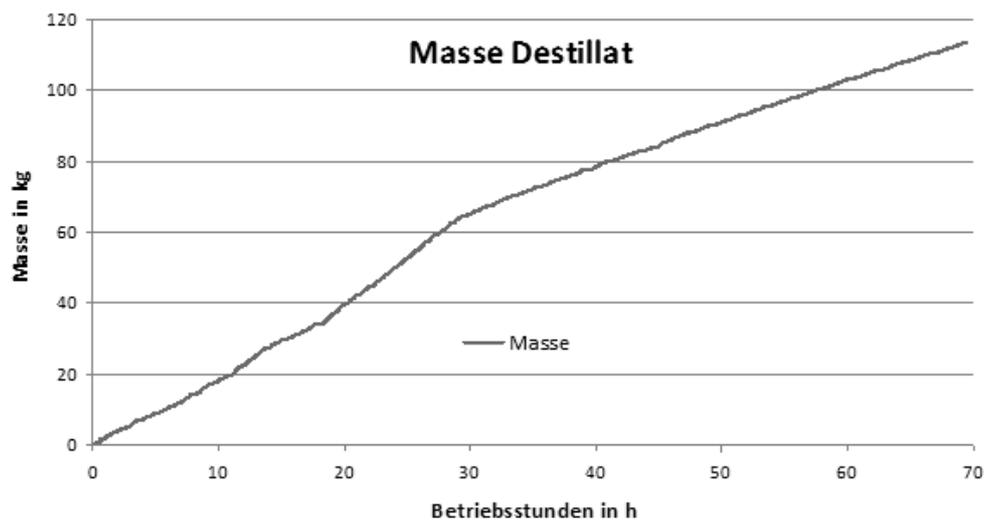


Abbildung 7.25: Masse Destillat Versuch Kont04

In den ersten 30 Stunden sind leichte Unregelmäßigkeiten in der Massenzunahme zu erkennen, die durch den relativ instabilen Betrieb mit Anlagenausfällen hervorgerufen wurden.

Abbildung 7.26 zeigt die Betriebsparameter Temperatur, Druck und Pumpendrehzahl. Die Pumpendrehzahl wird in Prozent der Maximaldrehzahl angegeben:

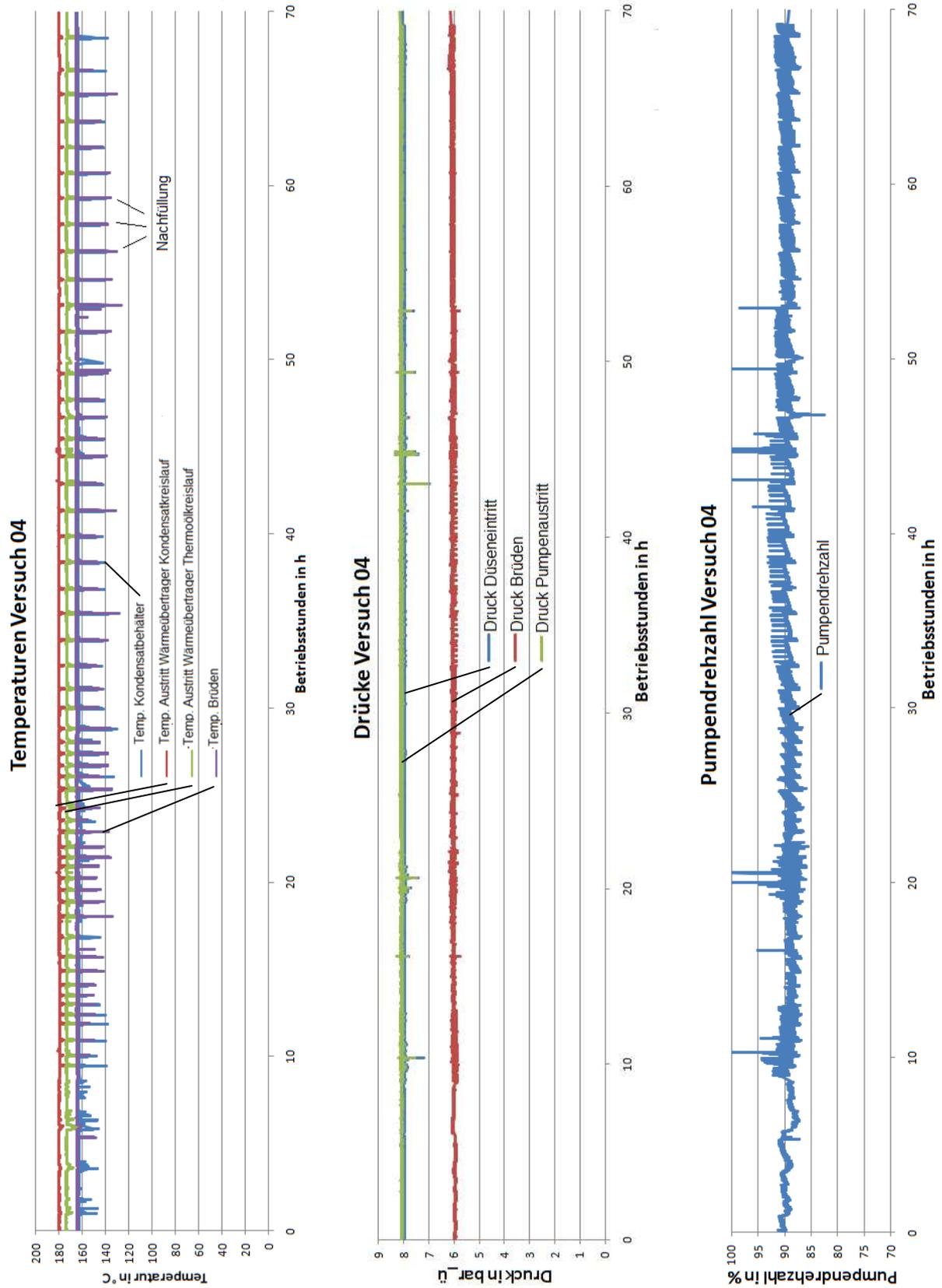


Abbildung 7.26: Datenauswertung Versuch Kont04

---

Im Mittel sind die Temperaturen konstant und es lässt sich, bei dieser Auflösung, kaum eine Tendenz feststellen. Im Temperaturverlauf sind die Nachfüllzeitpunkte, als kurzfristiger Temperaturabfall, zu erkennen. Durch den Nachfüllprozess mit kaltem Kondensat aus dem Vorlagebehälter kommt es zu einer starken Reduktion der Temperatur im Kondensatbehälter, welche an den Temperatursensoren erkennbar ist. Die Zeitintervalle zwischen den Nachfüllzeitpunkten vergleichmäßigen sich gegen Ende hin, was auf eine Stabilisierung des Anlagenbetriebs hindeutet. Abbildung 7.26 zeigt, dass sich der Zeitraum zwischen den Nachfüllzeitpunkten mit zunehmender Versuchsdauer vergrößert, was mit der Reduktion der Verdampferleistung (siehe Abbildung 7.25) nach 30 Stunden korreliert.

Der Verlauf der Drücke ist über den gesamten Messzeitraum im Mittel annähernd konstant. Die sehr häufig auftretenden Druckschwankungen wurden durch das Öffnen des Destillatabzugs hervorgerufen. Die größeren Schwankungen sind auf manuelle Eingriffe wie z.B. Ablassen von Flüssigkeit aus dem Kozenratbereich, zurückzuführen.

Die Pumpendrehzahl schwankt um den annähernd konstanten Mittelwert von rund 90 % der Maximaldrehzahl. Die größeren Schwankungen wurden durch die Druckschwankungen hervorgerufen.

Abbildung 7.27 zeigt einen Ausschnitt aus dem Temperaturverlauf von Stunde 22 bis 36. Der Übersichtlichkeit wegen sind nur die Temperaturen am Wärmeübertrager dargestellt. Bei beiden Verläufen wurde eine lineare Trendlinie eingefügt. Es zeigt sich, dass sowohl die Temperatur auf der kalten Seite des Wärmeübertragers ansteigt als auch die Temperatur auf der warmen Seite. Der mittlere Temperaturanstieg am Austritt auf der Thermoölseite beträgt ungefähr 1 K, während der Temperaturanstieg auf der kalten Seite ca. 2 K beträgt. Der Anstieg auf der warmen Seite ist ein Anzeichen, dass die Wärmeübertragung schlechter wird. Die Verminderung der übertragenen Wärmeleistung wird vermutlich durch eine Verminderung des Massenstroms hervorgerufen, welcher sich durch eine Verkleinerung des Düsenquerschnitts ergibt. Zusätzlich kommt es am Wärmeübertrager zu einem Fouling. Der leichte Anstieg der Temperatur am Austritt im Kondensatkreislauf lässt sich auf die verminderte Verdampferleistung zurückführen.

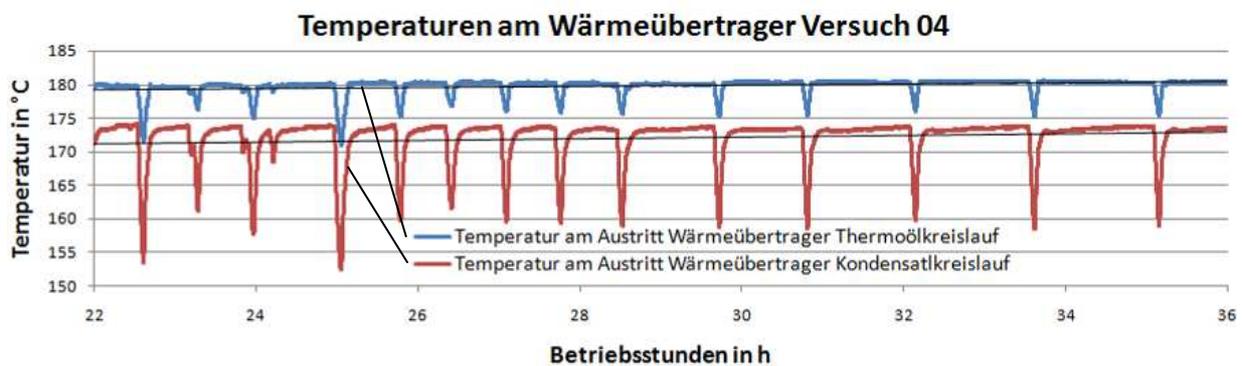


Abbildung 7.27: Temperaturen am Wärmeübertrager Versuch Kont04

Die Verläufe der Drücke sind im Mittel ebenfalls annähernd konstant. Auch hier sind lineare Trendlinien eingefügt worden. Es lässt sich ein leichter Anstieg des Brüddrucks um etwa 0,1 bar erkennen, der sich durch manuelles Nachstellen des Luftdrucks am Überströmventil einstellte, was jedoch nur eine geringe Auswirkung auf die Verdampferleistung hat. Die Druckschwankungen sind auf den Destillatabzug zurückzuführen.

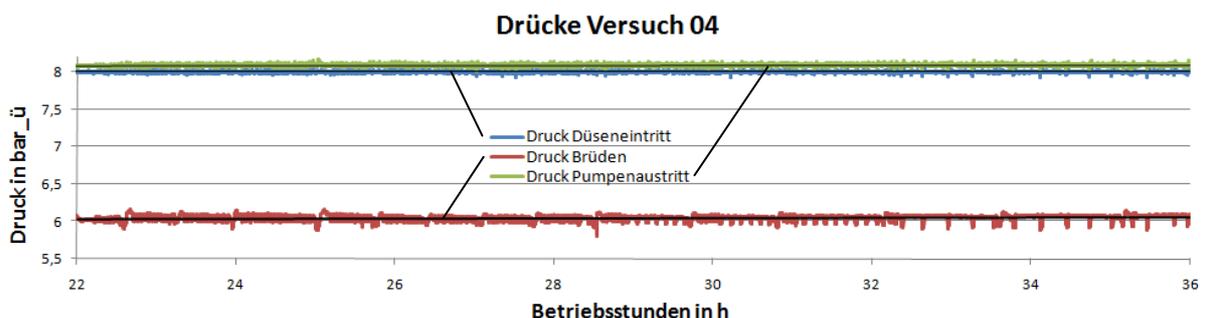
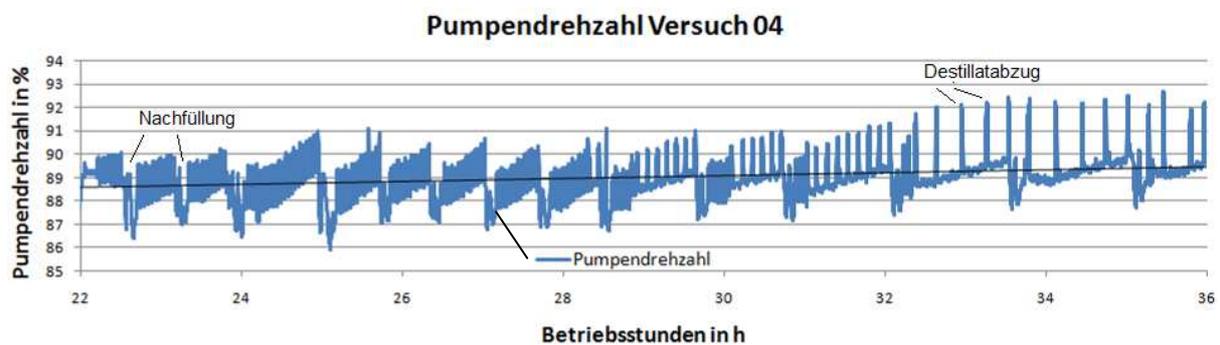


Abbildung 7.28: Drücke Versuch Kont04

Abbildung 7.29 zeigt den Verlauf der Pumpendrehzahl in Prozent der Maximaldrehzahl im Intervall von Stunde 22 bis 36. Im Trend steigt die Pumpendrehzahl um 1 % an. Auffallend ist, dass die Intervalle zwischen den Destillatabzugszeitpunkten zunehmen, was auf die Reduktion der Verdampfungsleistung zurückzuführen ist. Der sägezahnähnliche Verlauf lässt sich durch die Nachfüllung in den Kondensatbehälter erklären. Wegen der Abkühlung im Kondensatbehälter kommt es dort zu einer verminderten Dampfbildung, was kurz den Druck im Entspannungsbehälter sinken lässt, wobei der Pumpenregler versucht dies auszugleichen. Dieser Druckabfall ist auch im Verlauf des Brühdendrucks zu erkennen (siehe Abbildung 7.28).



**Abbildung 7.29: Pumpendrehzahl Versuch Kont04**

In den Abbildungen (Abbildung 7.30 -Abbildung 7.34) und in den folgenden Ausführungen wird die Laboranalyse der untersuchten Proben ausgewertet. Dabei wird anhand von häufiger auftretenden organischen Komponenten versucht die wesentlichen Tendenzen abzubilden.

In Abbildung 7.30 bis Abbildung 7.32 sind die organischen Komponenten nach steigendem Siedepunkt von links nach rechts geordnet. Ausgenommen sind die sogenannten Phenole (Phenol, o/p/m-Cresol), die aufgrund der Löslichkeit in Wasser in einer extra Gruppe ganz rechts in den Diagrammen angeordnet sind.

Abbildung 7.30 zeigt die Ergebnisse einer SPA-Analyse der im Produktgas enthaltenen organischen Komponenten. Die blauen Farbtöne zeigen die im Gas enthaltenen Teere der Agnion Pilotanlage vor dem Waschprozess und die roten Farbtöne zeigen die Zusammensetzung nach dem Gaswäscher.

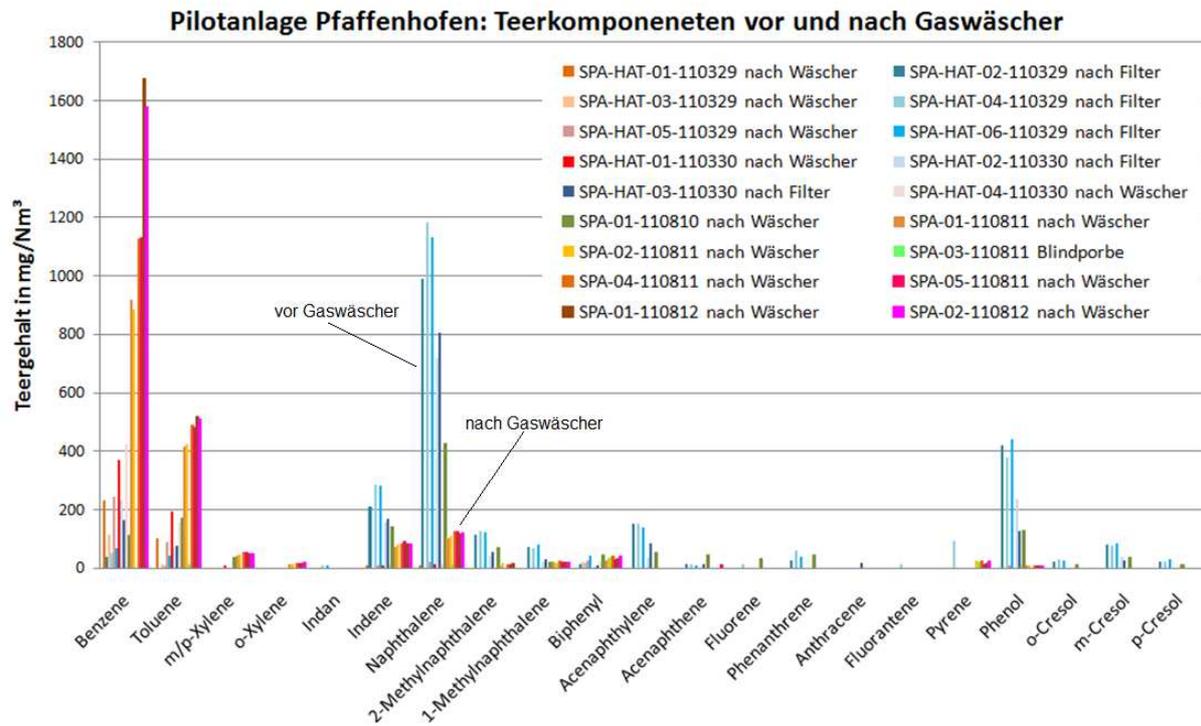
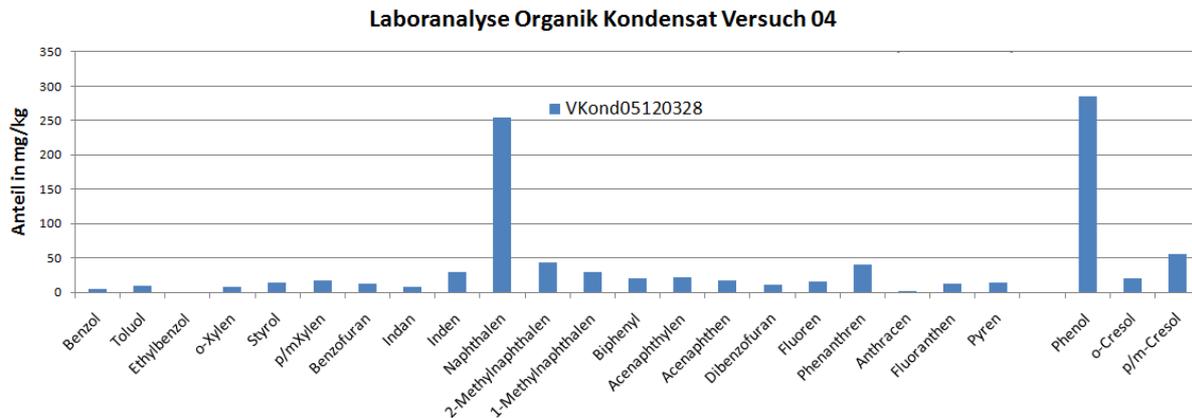


Abbildung 7.30: SPA<sup>12</sup> – Analyseergebnisse der Organik im Produktgas (Pilotanlage) [11]

Die leichtflüchtigen Komponenten Benzol, Toluol und Xylene (BTX) werden hier nicht näher betrachtet. Man erkennt, dass die Hauptbestandteile Inden, Naphthalin und Phenol sind. Während Phenol durch die Gaswäsche nahezu vollständig entfernt werden kann, sind Naphthalin und Inden auch nach der Gaswäsche noch im Gasstrom nachzuweisen. Die aus dem Produktgas gewaschenen Komponenten sind auch in der Waschflüssigkeit und damit im Kondensat enthalten, wobei in der wässrigen Phase hauptsächlich polare (wasserlösliche) Komponenten zu finden sind.

<sup>12</sup> SPA: Solid Phase Adsorption (Methode der Probenahme zur Teeranalyse u.a.)

Abbildung 7.31 gibt die Ergebnisse der Analyse der Kondensatprobe (VKond05120328 siehe Abbildung 7.20) wieder. (Die vollständige Ergebnisstabelle der Analyse ist im Anhang 10.5 zu finden.)



**Abbildung 7.31: Auswertung Laboranalyse Organik Kondensat (Analyselabor AC2T)**

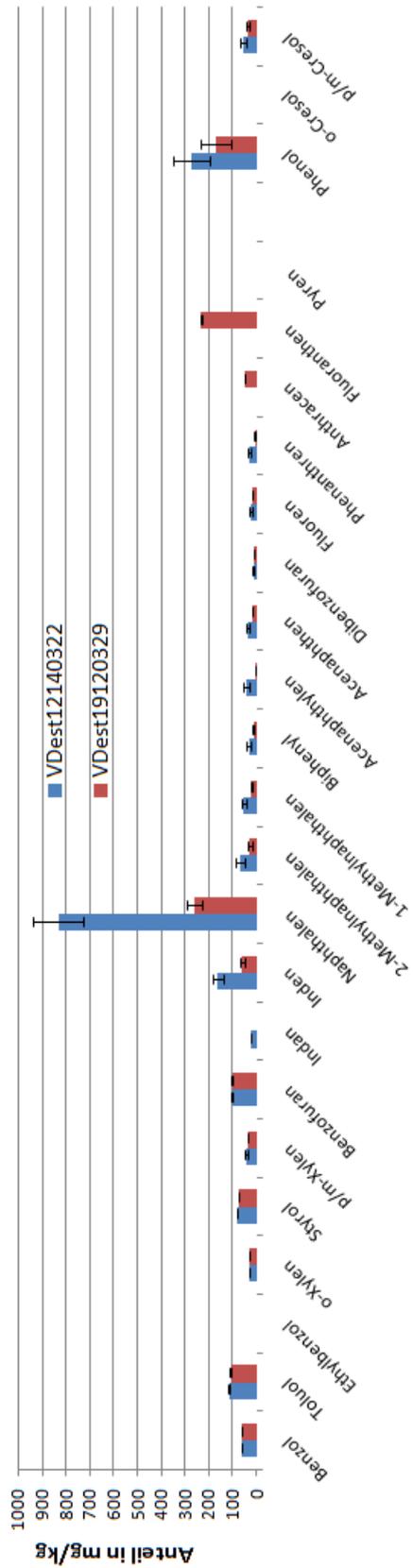
In Abbildung 7.31 bestätigt sich, dass Naphthalin und Phenol auch im Kondensat die Hauptkomponenten sind. Wobei Phenol und auch Cresol aufgrund ihrer Wasserlöslichkeit in größerem Maße auftreten.

Abbildung 7.32 (links) zeigt die Ergebnisse der von AC2T research GmbH analysierten Destillatproben. Die erste Destillatprobe (VDest14120322 siehe Abbildung 7.20) wurde 7 Stunden nach Beginn des Versuchs genommen. Die zweite Probe (VDest19120329 siehe Abbildung 7.20) kurz vor Ende des Versuchs, also nach 70 Stunden.

Das zweite Balkendiagramm (Abbildung 7.32 rechts) zeigt die Ergebnisse der Analyse der Konzentratprobe (VKonz26120330 siehe Abbildung 7.20). Diese Probe (Leichtphase des Konzentrats) wurde ca. 24 Stunden nach Versuchsende aus dem Kondensatbehälter genommen. (Die vollständige Ergebnisstabelle der Analyse ist im Anhang 10.5 zu finden.)

Die Fehlerbalken im Diagramm geben die Standardabweichung wieder, wie sie vom Analyselabor angegeben wurde.

### Laboranalyse Organik Destillat Versuch 04



### Laboranalyse Organik Konzentrat Versuch 04

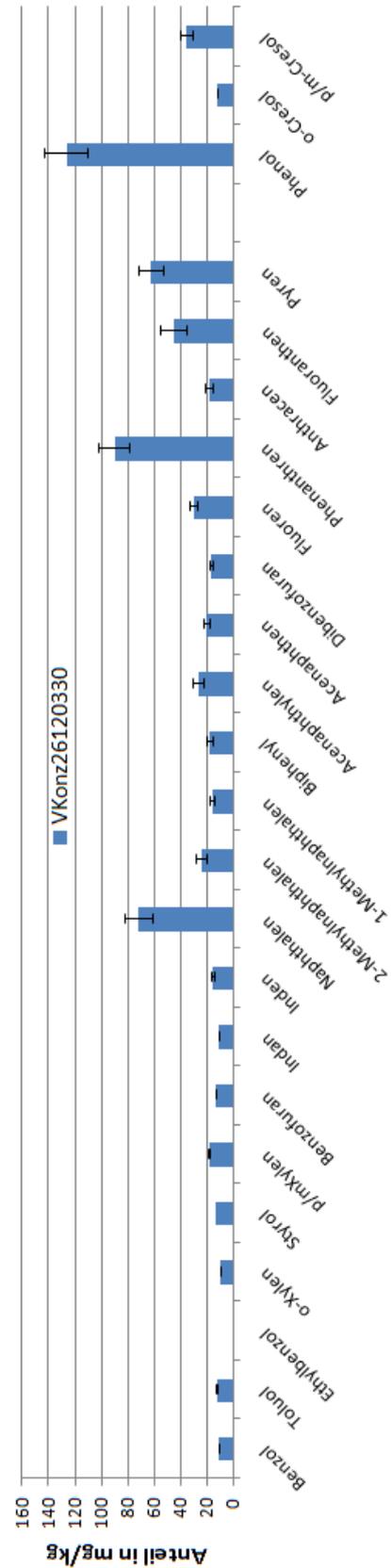


Abbildung 7.32: Auswertung Analyse Organik Destillat (links) und Konzentrat (rechts)

Die leichtflüchtigen Komponenten Benzol bis Benzofuran werden nicht näher betrachtet, da diese Komponenten aufgrund des hohen Dampfdrucks leicht verdampfen.

Folgende Beschreibung bezieht sich auf die in Abbildung 7.32 links dargestellte Auswertung der Destillatanalyse: Durch die Aufkonzentrierung von höhersiedenden Kohlenwasserstoffen mit zunehmender Versuchsdauer, verdampfen später auch mehr schwersiedende Komponenten. Das ist am Beispiel Fluoranthen gut ersichtlich. Bei der ersten Destillatprobe wurde kein Fluoranthen nachgewiesen, während bei der zweiten Probe, die zu einem späteren Zeitpunkt genommen wurde, 233 mg/kg gemessen wurden. Die Komponenten Anthracen und Fluoranthen verhalten sich ähnlich.

Für die Komponenten Naphthalin Indan, Phenanthren, Phenol und Cresol ist zu erkennen, dass diese schon nach kurzer Zeit verdampfen und somit vollständig in der Destillatprobe zu finden sind

Es verdampfen alle organischen Komponenten (außer Pyren), wenn die Aufkonzentrierung hoch genug ist. Diese Aussage deckt sich auch mit den Simulationsergebnissen.

In Abbildung 7.32 rechts ist die Auswertung der Konzentratanalyse dargestellt. Im Konzentrat ist der Anteil der höhersiedenden Kohlenwasserstoffen größer. Es sind aber auch niedrigsiedende Komponenten gemessen worden. Der Wasseranteil in der Leichtphase des Konzentrats wurde bei einer weiteren Analyse mit 74 % bestimmt.

Abbildung 7.33 stellt die Ergebnisse der Analyse der Konzentratprobe (VKonz26120330) bezüglich Verseifungen dar.

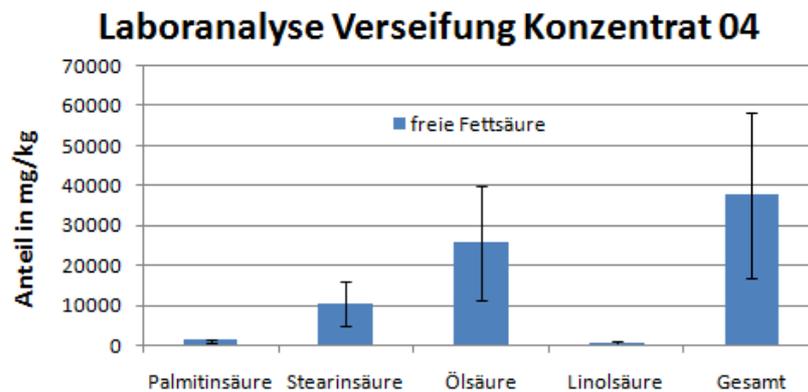


Abbildung 7.33: Auswertung Laboranalyse Verseifung Konzentrat

Das Konzentrat beinhaltet fast 38000 mg/kg an Verseifungen, die sich durch den Einfluss der hohen Temperatur und langer Verweilzeiten aus dem RME bilden. Der größte Anteil ist Ölsäure mit ca. 25 mg/kg.

Abbildung 7.34 zeigt den FAME<sup>13</sup> – Gehalt in Massenprozent. Der FAME – Gehalt gibt Auskunft über den RME – Gehalt in der Probe. Man erkennt, dass kaum RME in den Destillatproben vorhanden ist. Der geringe Anteil an FAME wird wahrscheinlich durch kleine Tropfen hervorgerufen, die mit dem Brüden mitgerissen werden. Der Großteil des RMEs verdampft aber nicht, sondern bleibt im Konzentrat zurück (siehe Abbildung 7.33. rechts). Der FAME – Gehalt im Konzentrat ist mit über 7 % im Vergleich zum Kondensat mit weniger als 1 % sehr hoch.

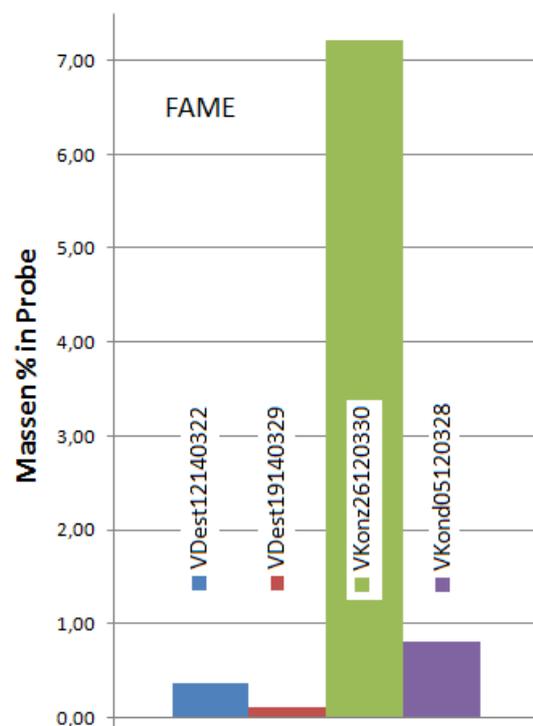


Abbildung 7.34: FAME – Gehalt

<sup>13</sup> FAME: Fatty Acid Methyl Ester (Fettsäuremethylester)

Tabelle 7.8 zeigt die Ergebnisse der Elementaranalyse des von den Wänden des Entspannungsbehälters gelösten Rückstands (analysiert von: ASG Analytik-Service Gesellschaft mbH):

**Tabelle 7.8: Ergebnisse Laboranalyse Rückstand Entspannungsbehälter**

Prüfmuster	ASG-ID	Prüfparameter	Prüfmethode	Prüfergebnis	Einheit
Feststoff VRück 01120314	211677	Kohlenstoffgehalt	DIN 51 732	72,7	% (m/m)
		Wasserstoffgehalt		9,16	% (m/m)
		Stickstoffgehalt		2,32	% (m/m)
		Sauerstoffgehalt	DIN 51 732 mod.	14,3	% (m/m)
		Schwefelgehalt	DIN 51 400-10	620	mg/kg
		Phosphorgehalt	DIN EN 14107	11	mg/kg
		Silbergehalt	ICP-OES	4	mg/kg
		Aluminiumgehalt		150	mg/kg
		Bariumgehalt		4	mg/kg
		Bismuthgehalt		<5	mg/kg
		Calciumgehalt		740	mg/kg
		Cadmiumgehalt		<0,5	mg/kg
		Kobaltgehalt		3	mg/kg
		Chromgehalt		170	mg/kg
Feststoff VRück 01120314	211677	Kupfergehalt	ICP-OES	2500	mg/kg
		Eisengehalt		3700	mg/kg
		Kaliumgehalt		12	mg/kg
		Lithiumgehalt		<1	mg/kg
		Magnesiumgehalt		730	mg/kg
		Mangangehalt		42	mg/kg
		Natriumgehalt		29	mg/kg
		Nickelgehalt		570	mg/kg
		Bleigehalt		50	mg/kg
		Strontiumgehalt		2	mg/kg
		Thalliumgehalt		<0,5	mg/kg
		Vanadiumgehalt		<1	mg/kg
		Zinkgehalt		1100	mg/kg

An dem hohen Gehalt an Nickel, Eisen und Aluminium kann abgelesen werden, dass in dem Belag auch Sandpartikel bzw. Abrasionen aus dem Vergaser vorhanden sind. Diese Partikel stammen von dem Bettmaterial, das in der Vergasungsanlage verwendet und in geringen Mengen mit dem Gasstrom ausgetragen wird. Der hohe Gehalt an Natrium ist ein Anzeichen, dass auch Aschepartikel in der Ablagerung enthalten sind. Diese Analyse zeigt, dass das Kondensat auch kleine Partikel beinhaltet. Der hohe Kohlenstoffanteil weist auf Koks hin, der aufgrund der geringen Partikelgröße (kleiner als der Grenzabscheidegrad des Partikelfilters) in das Kondensat gelangt

Eine Probe mit der Leichtphase des Konzentrats wurde auf den Heizwert untersucht. Die Probe ist in Abbildung 7.35 dargestellt. Diese Probe bestand zum Großteil aus schwarzem dickflüssigem Konzentrat, aber enthielt auch einen kleinen Anteil wässriger Phase. Vom AnalySELabor wurde nur die organische Phase mit wenig anhafteten Wasser untersucht. Der obere Heizwert liegt bei 9404 J/g, der untere Heizwert bei 6958 J/kg.



**Abbildung 7.35: Konzentrat Hu-Analyse**

Damit konnte nachgewiesen werden, dass das Konzentrat in der Brennkammer heizwertgewinnend verbrannt werden kann. Die Position der Einbringung des Konzentrats (Abschlammung) richtet sich nach der maximal zulässigen Temperatur in die Brennkammer und somit dem Heizwert der einzubringenden Phase.

## 7.9.Kondensat - Verdampfungsversuch Kont04b

Dieser Versuch war als Fortführung des Versuchs Kont04b geplant, wurde aber nach kurzer Zeit abgebrochen, da die Leistung des Wärmeübertragers rapide abnahm. Daraufhin wurde der Wärmeübertrager getauscht.

### 7.9.1. Versuchsbeschreibung

Tabelle 7.9 zeigt die Versuchsbedingungen zu Versuch Kont04b:

Tabelle 7.9: Versuchsbeschreibung Versuch Kont04b

Kontinuierl. Verd.	Datum	Betriebsdauer	Betriebspunkt	Abschlämmung
Kont04b	02.04.12	8,22 h	174 °C / 9 bar_a	nach Versuch

(02.04.2012)

Hier wurden wieder 184 °C Thermostattemperatur und 9 bar\_a Düseneintrittsdruck eingestellt. Die Anlage schaltete sich nach 8,22 Stunden aufgrund eines defekten Ventils im Destillatabzug ab.

### 7.9.2. Versuchsergebnisse

Nach diesem Versuch wurde anhand der aufgezeichneten Daten festgestellt, dass der Wärmeübertrager die geforderte Temperaturerhöhung nicht mehr erreichte. Daraufhin wurde der Wärmeübertrager ausgebaut und aufgeschnitten, um den Zustand der Heizflächen begutachten zu können. Im Eintrittsbereich des Wärmeübertragers, auf der kalten Seite, war eine zähe schwarze Masse, die aber nicht an den Wänden haftete. (siehe Abbildung 7.36).



Abbildung 7.36: Teerablagerungen am WÜ

Bis zum Tausch des Wärmeübertragers wurden etwa 200 Betriebsstunden und 350 Anlagenstunden erreicht. Betriebsstunden bezeichnen die Zeit in der Dampf erzeugt wird, während Anlagenstunden die Zeit beschreiben in der die Umlaufpumpe in Betrieb ist. Da die Pumpe auch während Aufheizphasen und Reinigungsumläufen in Betrieb war, sind insgesamt viel mehr Anlagenstunden erreicht worden als Betriebsstunden.

Abbildung 7.37 zeigt den Eintrittsbereich des Wärmeübertragers vom Kondensatkreislauf (links im Bild) und den Austrittsbereich vom Thermoölkreislauf (rechts im Bild). In manchen Bereichen war eine erhöhte Ablagerungsbildung zu erkennen. Zusätzlich war ein deutlicher Unterschied zwischen warmer und kalter Seite der Platten ersichtlich. Das Wärmeträgeröl verursachte keine erkennbaren Ablagerungen.

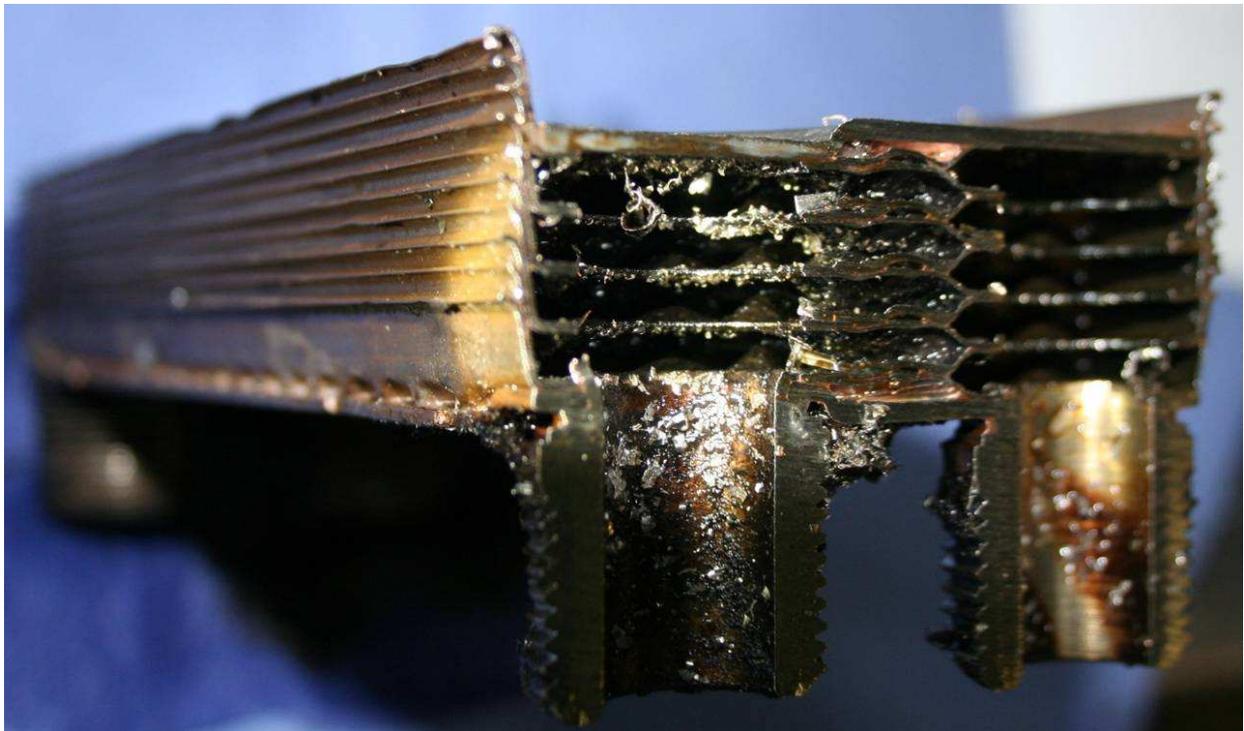


Abbildung 7.37: Eintrittsbereich Wärmeübertrager

Abbildung 7.38 zeigt den längs aufgeschnittenen Wärmeübertrager. In Bereichen geringerer Strömungsgeschwindigkeiten ist erhöhtes Fouling zu erkennen (siehe Rahmen im vergrößerten Abschnitt). Links im Bild ist der Austrittsbereich des Kondensatkreislaufs ersichtlich.

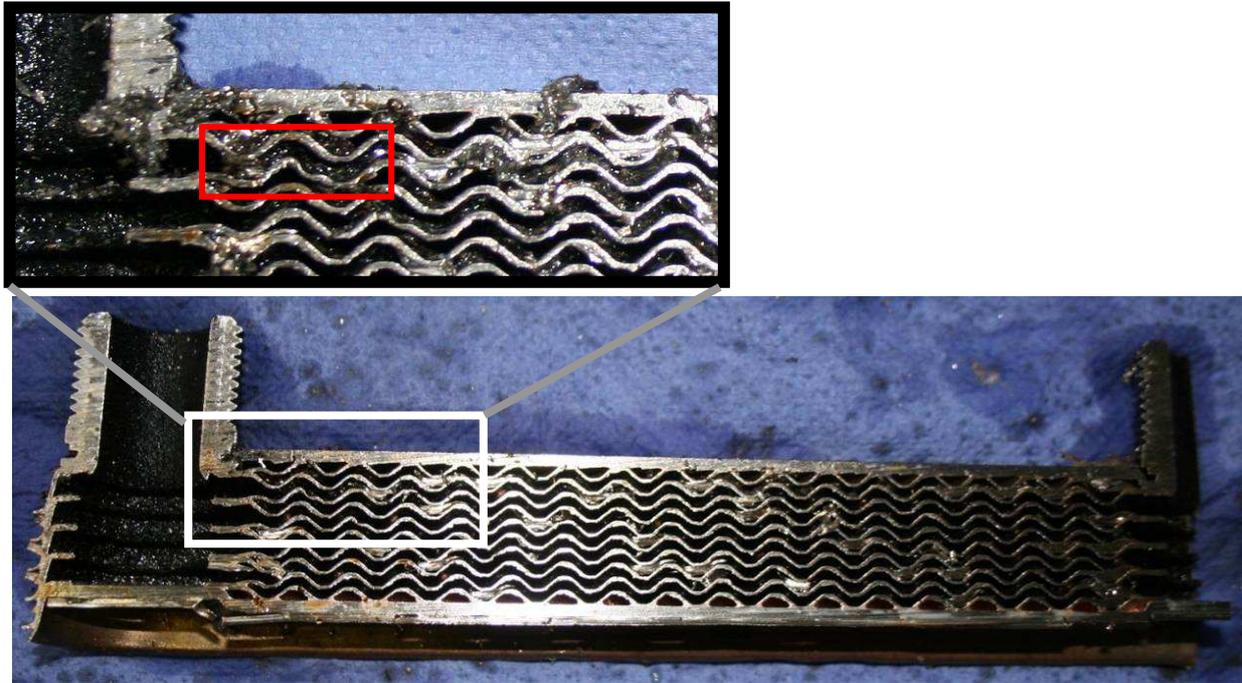


Abbildung 7.38: aufgeschnittener Wärmeübertrager (inkl. Zoomausschnitt)

Abbildung 7.39 zeigt zum Vergleich die nach diesem Versuch ausgebaute Düse und eine neue Düse vom gleichen Typ, aber mit geringerem Bohrungsdurchmesser. Die verschmutzte Düse hatte einen Bohrungsdurchmesser von 1,85 mm. Der Lochdurchmesser der neuen Düse beträgt 1,65 mm. Man erkennt, dass bei der verschmutzten Düse bereits eine Querschnittsverengung aufgetreten ist. Diese Verringerung des Bohrungsdurchmessers hat bereits große Auswirkungen auf den Volumenstrom im Kondensatkreislauf. Denn bei einem Druckverlust von 2 bar weist die Düse mit 1,85 mm einen Volumenstrom von 2,5 l/min auf, während die Düse mit 1,65 mm einen Volumenstrom von 2 l/min aufweist. Es ist mit einer Reduktion der Umlaufmenge von mindestens 20 % zu rechnen. Diese Reduktion der Umlaufmenge wirkt sich proportional auf die Verdampfungsleistung aus.



Abbildung 7.39: Düsenvergleich

### 7.9.3. Versuchsauswertung

Abbildung 7.40 stellt die Temperaturen am Austritt des Wärmeübertragers über den Betriebsstunden dar.

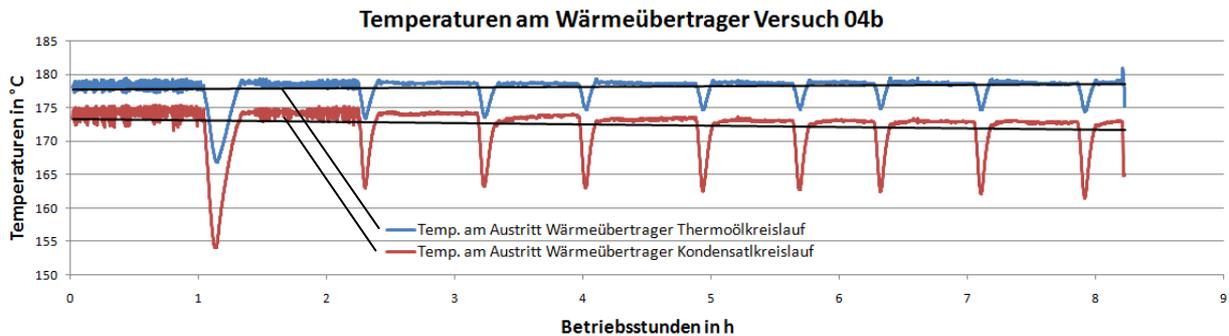


Abbildung 7.40: Temperaturen am Wärmeübertrager Versuch Kont04b (02.04.2012)

Es wurden lineare Trendlinien eingefügt, an denen klar erkennbar ist, dass die Temperatur am Austritt des Wärmeübertragers im Thermoölkreislauf um etwa 1 K ansteigt, während die Temperatur am Austritt des Wärmeübertragers im Kondensatkreislauf im selben Zeitraum um ungefähr 2 K sinkt. Der Unterschied der Temperaturdifferenzen (1 K bzw. 2 K), erklärt sich durch die unterschiedliche Spreizung zwischen warmer und kalter Seite des Plattenwärmeübertragers. Dass die Temperatur am Austritt des Wärmeübertragers im Kondensatkreislauf nicht mehr erreicht werden kann und gleichzeitig die Temperatur auf der warmen Seite ansteigt, zeigt, dass die Wärmeleistung aufgrund von Fouling am Wärmeübertrager abnimmt.

## 7.10. Kondensat - Verdampfungsversuch Kont05a

Für Versuch Kont05 wurde ein neuer Wärmeübertrager (CBH16-9H) eingebaut, der laut Hersteller ähnliche Eigenschaften hat, wie der bei den vorangegangenen Versuchen eingesetzte (siehe Anhang 10.3). Zusätzlich wurde die verschmutzte Düse ausgebaut und durch eine neue ersetzt. Das Proportionalventil, das bis dahin für den Destillatabzug zuständig war, wurde durch ein Schleusensystem mit pneumatischen Kugelhähnen ersetzt.

Um Sieden im Wärmeübertrager besser entgegenzuwirken, wurde der Düseneintrittsdruck um ein halbes bar, auf 9,5 bar<sub>a</sub> erhöht. Dazu musste die Maximalfrequenz des Frequenzumrichters auf 60 Hz erhöht werden. Die Thermostattemperatur wurde auf 184 °C eingestellt.

### 7.10.1. Versuchsbeschreibung

Tabelle 7.10 zeigt die Versuchsbedingungen zu Versuch Kont05a:

**Tabelle 7.10: Versuchsbeschreibung Versuch Kont05a**

Kontinuierl. Verd.	Datum	Betriebsdauer	Betriebspunkt	Abschlämmung
Kont05a	25.04.12		174 °C / 9,5 bar <sub>a</sub>	-
Kont05a	26.04.12		174 °C / 9,5 bar <sub>a</sub>	nach 27 h
Kont05a	17.04.12	49,29 h	174 °C / 9,5 bar <sub>a</sub>	-

(25.04.2012)

Nach vier Stunden wurde je ein Probe Destillat und eine Probe Konzentrat aus dem Saugrohr der Pumpe genommen.

(26.04.2012)

Bei Stunde 22 kam es aufgrund eines Bedienfehlers zu einem kurzen Anlagenausfall. Zu diesem Zeitpunkt wurde wieder eine Destillatprobe und eine Konzentratprobe aus dem Pumpensaugrohr genommen. Bei Stunde 27 ist eine Abschlämmung während des Betriebs durchgeführt worden. Zusätzlich wurde eine Abschlämmung nach einem kurzen

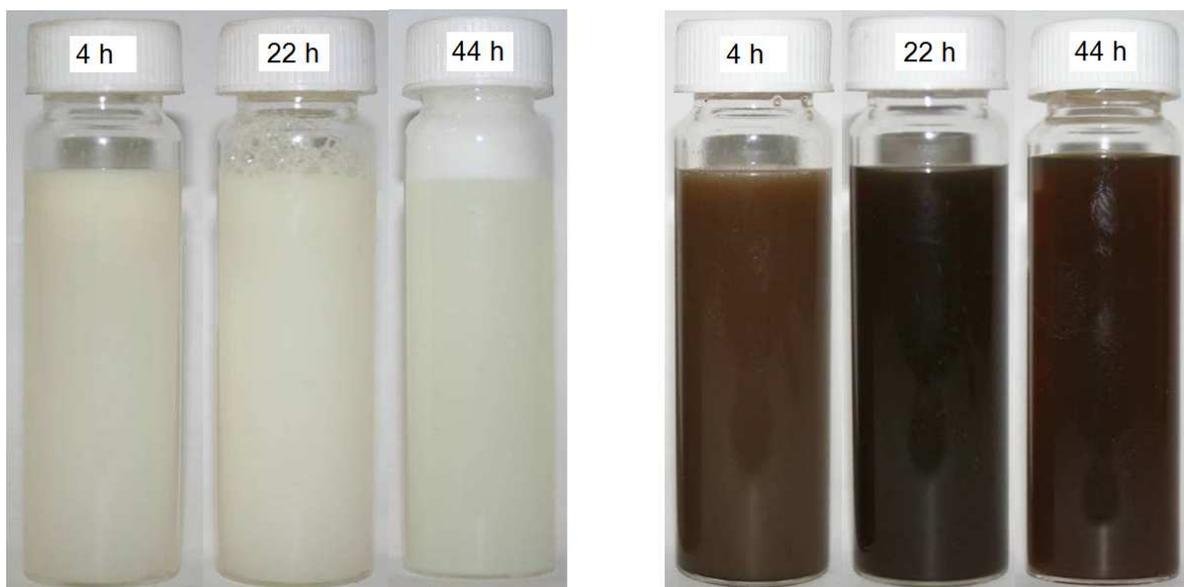
Anlagenstillstand, der die Durchmischung im Kondensatbereich verringern sollte, durchgeführt. In beiden Fällen wurden Proben genommen.

(27.04.2012)

Bei Stunde 44 wurden wiederum eine Destillat- und Konzentratprobe genommen. Der Versuch wurde nach 49,29 Stunden abgebrochen, da das Überströmventil defekt war.

### 7.10.2. Versuchsergebnisse

Insgesamt wurde über einen Zeitraum von 49,29 Stunden verdampft. Dabei wurde in den ersten Stunden eine Verdampfungsleistung von ca. 1,9 kg/h gemessen, die sich gegen Ende des Versuchs auf etwa 1,6 kg/h reduzierte. Abbildung 7.41 zeigt links Destillatproben, und rechts Konzentratproben aus dem Pumpensaugrohr, die zu unterschiedlichen Zeitpunkten genommen wurden.



**Abbildung 7.41: Dest. nach 4 h, 22 h, 44 h (links), Konz. nach 4 h, 22 h, 44 h (rechts)**

Bei den Destillatproben ist eine leichte Aufhellung mit zunehmender Versuchsdauer zu erkennen, während bei den Konzentratproben eine Verdunkelung zu erkennen ist.

Abbildung 7.42 zeigt die Proben, die bei der Abschlammung zur Stunde 27 genommen wurden. Links (1) die Probe, die bei der Abschlammung während des Betriebs gezogen wurde. Rechts (2) ist die Probe zu sehen, die nach einem kurzen Anlagenstillstand genommen wurde. Der Anteil an RME und Organik ist bei der Probe links höher als bei der Probe rechts, die eine höhere Absetzverweilzeit aufwies. Daraus kann geschlossen werden, dass durch das Hineinpumpen von frischem Kondensat eine zu große Durchmischung erzeugt wird, um vernünftig abschlammern zu können.



**Abbildung 7.42: Proben Abschlammung**

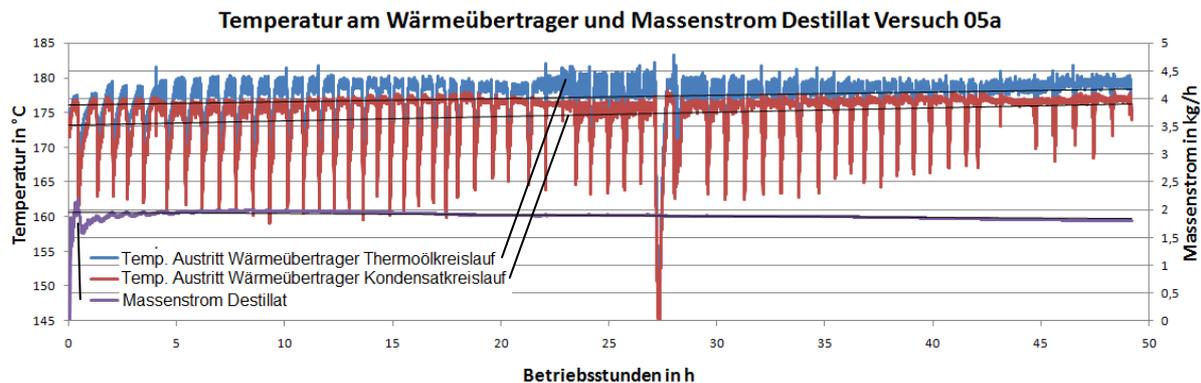
Abbildung 7.43 zeigt das nach dem Versuch entnommene Konzentrat. Hier ist wieder ein sehr hoher Anteil an Leichtphase zu erkennen.



**Abbildung 7.43: Konzentrat Leichtphase**

### 7.10.3. Versuchsauswertung

Abbildung 7.44 zeigt die Temperaturen am Wärmeübertrager und den Destillatmassenstrom, aufgetragen über den Betriebsstunden.



**Abbildung 7.44: Temp. am Wärmeübertrager und Massenstrom Dest. Versuch Kont05a**

Auch hier wurden wieder lineare Trendlinien eingefügt, um die Tendenz besser erkennen zu können. Die Temperatur am Austritt des Wärmeübertragers auf der Thermoölseite steigt während dem Versuchszeitraum um rund 1 K, während die Temperatur am Austritt des Wärmeübertragers auf der Kondensatseite um etwa 2 K ansteigt. Ein Grund für den generellen Anstieg des Temperaturniveaus ist in der verminderten Verdampfungsleistung zu sehen. Der starke Temperaturabfall bei Stunde 27 wurde durch die Abschlämung hervorgerufen, da hier sehr viel kaltes Kondensat in die Anlage gepumpt wurde. Dieser starke Temperaturabfall wirkt sich auch auf die Verdampferleistung aus.

Die Verdampfungsleistung (siehe Abbildung 7.44) sinkt im Vergleichszeitraum von 2 kg/h auf 1,8 kg/h, wobei die Punkte dieser Kurve den Massenstrom zum jeweiligen Zeitpunkt, bezogen auf die bisherige Versuchsdauer, darstellen. Der Rückgang der Verdampfungsleistung kann auf einen verminderten Durchfluss, wegen der Verstopfung der Düse und einem Fouling am Wärmeübertrager zurückgeführt werden.

### 7.11. Wasser – Verdampfungsversuch Null06

Zur Ermittlung der Langzeitstabilität des Versuchsaufbaus wurde ein Versuch mit deionisiertem Wasser durchgeführt. Bei diesem Nullversuch sollte festgestellt werden, ob die Verdampfungsleistung auch bei einem Betrieb mit nicht verschmutztem Wasser abnimmt.

Vor der Versuchsdurchführung wurde die Anlage mit Nitroverdünnung gespült. Danach wurde die Düse ausgebaut und gereinigt. Abbildung 7.45 zeigt die stark verschmutzte Düse, bei der bereits eine signifikante Querschnittsverengung der Bohrung zu erkennen war.



Abbildung 7.45: Düse vor Reinigung

#### 7.11.1. Versuchsbeschreibung

Tabelle 7.11 zeigt die Versuchsbedingungen zu Versuch Null06:

Tabelle 7.11: Versuchsbeschreibung Versuch Null06

Kontinuierl. Verd.	Datum	Betriebsdauer	Betriebspunkt	Abschlämmung
Null06	22.05.12		174 °C / 9,5 bar_a	-
Null06	23.05.12	21 h	174 °C / 9,5 bar_a	-

(22.05.2012) und (23.05.2012)

Die Anlage wurde mit deionisiertem Wasser gefüllt. Als Thermostattemperatur wurden 184 °C eingestellt. Der Düseneintrittsdruck wurde mit 9,5 bar\_a vorgegeben.

### 7.11.2. Versuchsergebnisse

Über einen Versuchszeitraum von 21 Betriebsstunden wurde eine Verdampfungsleistung von etwa 2 kg/h gemessen.

### 7.11.3. Versuchsauswertung

Abbildung 7.46 zeigt die Temperaturen und den Destillatmassenstrom bei Versuch Null06:

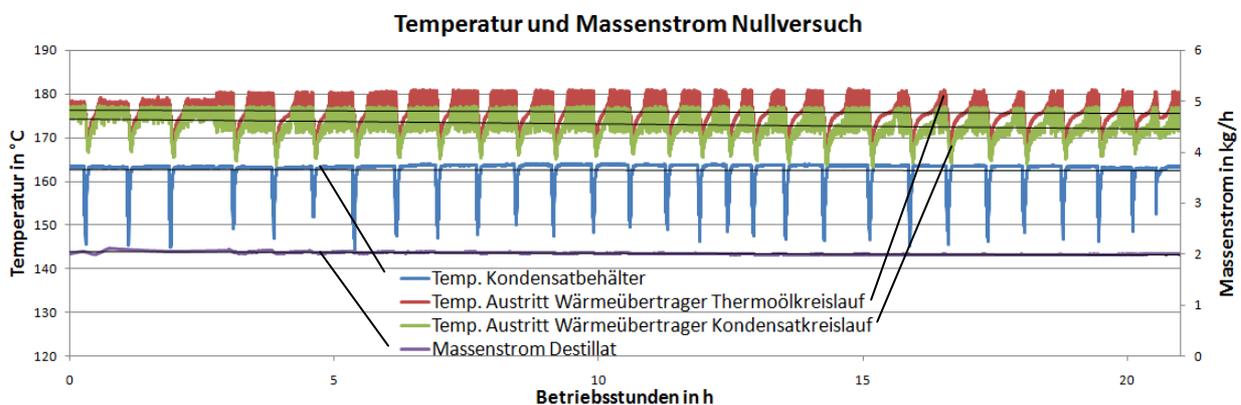


Abbildung 7.46: Temperaturen und Massenstrom Destillat; Null06

Es wurden lineare Trendlinien in die Temperaturverläufe, sowie im Verlauf des Destillatmassenstroms eingefügt. Am Verlauf des Destillatmassenstroms lässt sich erkennen, dass die Verdampfungsleistung über den gesamten Versuchszeitraum annähernd konstant bei etwa 2 kg/h bleibt. Die Temperatur am Wärmeübertrager nimmt sowohl auf der warmen, als auch auf der kalten Seite ab. Wobei die Abnahme auf der kalten Seite etwas größer ist. Dieser Verlauf kann über die etwas höhere Nachfüllfrequenz gegen Ende des Versuchs. Zu Beginn war die Anlage mit einem großen Flüssigkeitsvolumen gefüllt und es musste weniger nachgefüllt werden. Die Trendlinie der Temperatur im Kondensatbehälter sinkt im Versuchszeitraum ebenfalls, was auf denselben Grund zurückgeführt werden kann.

Anhand dieses Versuchs konnte gezeigt werden, dass die Verdampfungsleistung bei einem Betrieb mit Wasser konstant bleibt und der Rückgang der Verdampfungsleistung bei Versuchen mit verunreinigtem Kondensat auf Fouling in Düse und Wärmeübertrager zurückgeführt werden kann.

## 8. Optimierungsvorschläge

Während den Versuchen hat sich gezeigt, dass bei der Konstruktion der Anlage und den Betriebsbedingungen durch kleine Modifikationen bessere Ergebnisse erzielt werden könnten. Diese Optimierungsvorschläge werden im vorliegenden Kapitel beschrieben.

### 8.1. Filter

Der ursprünglich auf der Saugseite der Pumpe angeordnete Filter hat aufgrund einer Verstopfung zu erhöhten Druckverlusten geführt. Deshalb kam es zu Verdampfungsvorgängen auf den Heizflächen des Wärmeübertragers, da der zur Austrittstemperatur des Wärmeübertragers gehörende Sättigungsdruck unterschritten wurde.

Somit ist es besser einen Filter im Bereich der Zuleitung zur Anlage anzuordnen, welcher größere Partikel vor Eintritt in die Anlage abtrennt. Es wird vermutet, dass die Verstopfung des Filters vor allem durch polymerisierte Kohlenwasserstoffe verursacht wurde, welche sich bei hohen Temperaturen erst im Verdampfer bilden. Diese Agglomerationen sollten für die Umlaufpumpe kein Problem darstellen. Um den Wärmeübertrager aber vor größeren Agglomerationen zu schützen, könnte ein an die Kanalgröße des Wärmeübertragers, angepasster Filter auf der Druckseite der Pumpe angeordnet werden, was für die Pumpenfunktion vorteilhaft wäre (saugseitige Druckverluste sind für eine Kreiselpumpe nachteilig).

Für einen kontinuierlichen Betrieb wäre ein umschaltbarer Filter besser geeignet. So könnte vor Auftreten eines unzulässigen Druckverlusts auf den zweiten Filter geschaltet werden, um das Sieb des ersten Filters im Betrieb reinigen oder austauschen zu können (siehe Abbildung 8.1).

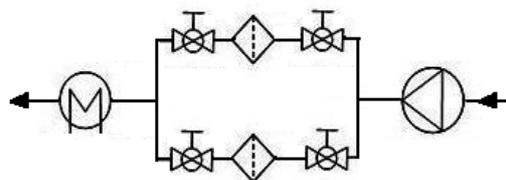


Abbildung 8.1: Optimierung Filter

## 8.2. Behälter

Da die Abschlammung während dem Anlagenbetrieb nicht ausreichend gut funktionierte, sollte hier eine andere Konstruktion des Behälters in Betracht gezogen werden. So könnte zwischen dem Kondensatbereich und dem Konzentratbereich ein Beruhigungsbecken (Absetzbereich) vorgesehen werden. In diesem Becken wäre die Durchmischung geringer als in der jetzigen Konfiguration, wo der nicht verdampfte Anteil vom Entspannungsraum direkt in den Kondensatbereich strömt. Da in diesem Beruhigungsbecken weniger Turbulenz zu erwarten ist, könnten sich die leichte und die schwere Phase besser trennen. Die untere Schicht würde von der Umlaufpumpe angesaugt werden und die leichtere Phase kann bei einem Anstieg des Pegels über die Wehr in den Konzentratbereich fließen und von dort abgezogen werden. (siehe Abbildung 8.2).

Zusätzlich könnte eine Dampfsperre vorgesehen werden, die ein Überströmen des Brüdens in den kühleren Absetz- und Konzentratbereich verhindert.

Um eine bessere Tropfenabscheidung zu erreichen, sollten im oberen Bereich des Entspannungsraums mehrere Umlenkleche angeordnet werden. Zusätzlich kann der Demister großzügiger dimensioniert werden.

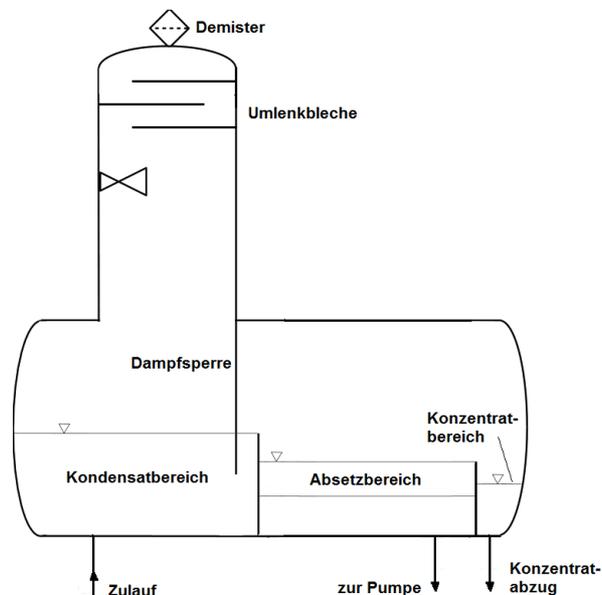


Abbildung 8.2: Optimierung Behälter

### 8.3. Dampfreinigung

Um die Standzeit des Wärmeübertragers und der Düse zu erhöhen, sollte eine Abreinigungsmöglichkeit eingeplant werden. So könnte, wie in Plattenverdampfern teilweise üblich (siehe Kapitel 3.2.6), eine Dampfreinigung vorgesehen werden. Dabei wird in bestimmten Zeitintervallen die verschmutzte Seite des Wärmeübertragers mit Dampf beaufschlagt, sodass sich die gebildeten Ablagerungen teilweise wieder lösen können. Konstruktiv wäre das beispielsweise über Ventile realisierbar, die den Heizdampf von der warmen Seite auf die kalte Seite umleiten (Abbildung 8.3). In dieser Konfiguration könnte auch die Düse mittels Heizdampf gereinigt werden.

Eine andere Möglichkeit wäre die Dampzufuhr zwischen Düse und Wärmeübertrager anzuschließen, um den Wärmeübertrager und die Düse gleichzeitig mit frischem Heizdampf zu beaufschlagen.

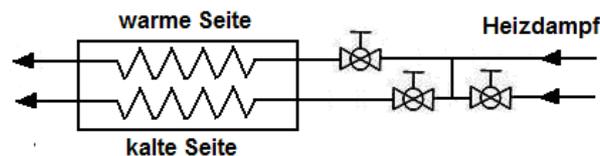


Abbildung 8.3: Dampfreinigung

### 8.4. Betriebsbedingungen

Der Druck im Wärmeübertrager sollte generell etwas höher gewählt werden, um ein Sieden und damit erhöhte Belagsbildung auch im Falle eines Druckverlusts zu vermeiden. Da diese Druckerhöhung aber die Pumpenleistung und damit die Betriebskosten steigen lässt, ist hier ein Optimum zu finden.

## 9. Zusammenfassung und Ausblick

Bei der allothermen Wasserdampf - Biomassevergasung entsteht ein Produktgas, das diverse Verunreinigungen enthält. Um dieses Gas motorisch nutzen zu können, wird es in einem absorptiven RME-Wäscher gewaschen. Bei dieser Gaswäsche kondensieren das im Gas enthaltene Wasser, sowie viele der organischen Komponenten. Dabei entsteht ein Kondensat, das neben verunreinigtem Wasser auch noch einen geringen Anteil an teerbeladenem RME, sowie wasserlösliche organische Komponenten enthält. Dieses verunreinigte Kondensat kann nicht ohne weitere Schritte ins Abwassersystem eingeleitet werden, sondern müsste vor der Einleitung noch kostenintensiv aufbereitet werden. Da bei der allothermen Vergasung Dampf benötigt wird, soll dieses Kondensat verdampft und dem Prozess rückgeführt werden.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine Literaturstudie zum Thema Verdampfungs- bzw. Eindampfanlagen durchgeführt. Anhand dieser Studie sind die verschiedenen Verdampfungsverfahren hinsichtlich ihrer Eignung für den Einsatz mit Kondensat aus der Gaswäsche bewertet worden. Aufbauend auf diese Bewertung wurde der Entspannungsverdampfer für dieses Einsatzgebiet ausgewählt. Für die Wahl eines geeigneten Verdampfungsverfahrens spielte dessen Resistenz gegenüber Fouling die bedeutendste Rolle. Auf Basis dieser Recherchen und Bewertungen wurde ein Laborversuchsstand ausgelegt, konstruiert und gebaut, um im Laborbetrieb Kondensat eindampfen zu können.

Zur Abschätzung des zu erwartenden Konzentrats (Verdampfungsrückstand) wurden im Labor Vorversuche im Rotationskolbenverdampfer durchgeführt. Dabei konnte gezeigt werden, dass bei der Verdampfung des Kondensats ein Rückstand an RME und organischen Komponenten zu erwarten ist und der kondensierte Dampf rein visuell einen stark verminderten Anteil an organischen Komponenten enthält. Zusätzlich wurde in einem Absetzversuch die Absetzgeschwindigkeit von dem Gemisch aus Kondensat und Konzentrat bestimmt, die für eine spätere Auslegung der Absetzzeit und somit der Behältergröße Bedeutung hat.

Um Betriebserfahrungen mit dem Verfahren der Entspannungsverdampfung sammeln zu können, wurde eine Vielzahl an Versuchen mit dem Laborversuchsstand durchgeführt. Dazu zählten ein Batchversuch und kontinuierliche Verdampfungsversuche mit Kondensat aus der Pilot-Biomasse-Vergasungsanlage der Firma Agnion in Pfaffenhofen. Im Allgemeinen konnte

gezeigt werden, dass das Verfahren geeignet ist, um das stark verunreinigte Kondensat einzudampfen.

Die bei den Verdampfungsversuchen genommenen Proben des kondensierten Dampfs (Destillat) unterscheiden sich visuell stark von dem Kondensat (Ausgangslösung). So ist eine deutliche Reduktion an organischen Bestandteilen und RME im Destillat zu beobachten. Bei den Konzentratproben ist eine signifikante Anreicherung an organischen Komponenten und RME zu erkennen.

Die Proben sind in einem Analyselabor auf ihre Zusammensetzung bezüglich organischer Komponenten untersucht worden. Dabei konnte festgestellt werden, dass alle im Kondensat enthaltenen organischen Komponenten (außer Pyren) verdampfen, wobei größtenteils die niedrigsiedenden Kohlenwasserstoffe und über einen längeren Batch-Versuchszeitraum, bei Anreicherung, auch die schwersiedenden Komponenten verdampfen. In einer Destillatprobe, die nach 7 Betriebsstunden genommen wurde, konnte beispielsweise kein schwersiedendes Fluoranthren nachgewiesen werden, während bei der zweiten Probe, die zu einem späteren Zeitpunkt (nach 70 Stunden) genommen wurde, 233 mg/kg gemessen wurden. Für die niedrigsiedenden Komponenten Naphthalin Indan, Phenanthren, Phenol und Cresol konnte gezeigt werden, dass diese schon nach kurzer Zeit verdampfen und somit vollständig in der Destillatprobe zu finden sind. Zusätzlich konnte nachgewiesen werden, dass der RME nicht verdampft, sondern im Konzentrat zurückbleibt. So ist in den Destillatproben eine sehr geringe Menge (weniger als 0,3 %) an FAME (Fettsäuremethylester) gemessen worden, während im Konzentrat mehr als 7 % FAME gemessen wurden. Im Konzentrat kommt es aufgrund des Temperatureinflusses und langer Verweilzeiten zu Verseifungen (38000 mg/kg), die sich aus den Bestandteilen des RMEs bilden. Bei der Heizwertanalyse des Konzentrats (organische Phase) ergab sich ein unterer Heizwert von 6985 J/g. Damit konnte nachgewiesen werden, dass das Konzentrat in der Brennkammer heizwertgewinnend verbrannt werden kann.

Beim Batchversuch Batch01 wurde innerhalb von 17 Stunden eine Reduktion der Verdampfungsleistung von anfangs 2,2 kg/h bis 1,3 kg/h gegen Ende dieses Zeitraums festgestellt, was auf einen verstopften Filter im Ansaugbereich der Umlaufpumpe zurückzuführen ist. Dieser Filter wurde anschließend entfernt und begutachtet. Dabei konnte eine starke Verschmutzung des Filtersiebs festgestellt werden. Bei allen weiteren Versuchen kam es ebenfalls zu einer Abnahme der Verdampfungsleistung mit zunehmender Versuchsdauer. So reduzierte sich die Verdampfungsleistung bei Versuch Kont05a innerhalb von 49 Stunden von 1,9 kg/h zu Versuchsbeginn auf 1,6 kg/h gegen Ende dieses

Versuchszeitraums. Die Reduktion der Verdampferleistung ist auf ein Fouling von Wärmeübertrager und Düse zurückzuführen. Bei einer Inspektion der Entspannungsdüse konnte festgestellt werden, dass bereits nach etwa 120 Verdampfungsbetriebsstunden eine Verminderung des Düsenlochquerschnitts durch Belagbildung eingetreten ist. Diese Verminderung führt bei gleichbleibendem Druckabfall in der Düse zu einem reduzierten Durchfluss im Kondensatumlaufl und damit auch zu einer abnehmenden Verdampfungsleistung. Die Langzeitversuche zeigten, dass nach etwa 200 Verdampfungsbetriebsstunden die Spreizung am Wärmeübertrager um etwa 3 K zunahm, was auf Fouling zurückgeführt werden kann. Eine Inspektion des Plattenwärmeübertragers zeigte Fouling in Bereichen niedriger Strömungsgeschwindigkeiten.

Zur Ermittlung der Langzeitstabilität des Versuchsaufbaus wurde ein Versuch mit deionisiertem Wasser durchgeführt. Hier wurde gezeigt, dass die Verdampfungsleistung in einem Versuchszeitraum von 21 Betriebsstunden konstant bei etwa 2 kg/h lag. Damit konnte nachgewiesen werden, dass die Abnahme der Verdampfungsleistung auf Foulingeffekte und Verstopfungseffekte zurückgeführt werden kann.

Um einen störungsarmen Betrieb dieses Verfahrens auch in der Großanlage gewährleisten zu können, sollte die Konstruktion des Entspannungsbehälters so verändert werden, dass die organische Leichtphase relativ rasch abgeschieden, sowie durch Änderung der Betriebsparameter ein Verdampfen im Plattenwärmeübertrager vermieden werden kann. Zusätzlich sollte die Einbindung eines geeigneten Filters vorgesehen werden, der auch während dem Betrieb gereinigt oder getauscht werden kann. Um den Foulingprozess in Wärmeübertrager und Düse zu verlangsamen, sollten Reinigungsmöglichkeiten angedacht werden, die auch während dem Betrieb oder mit nur kurzen Betriebsunterbrechungen durchzuführen sind.

---

## Literaturverzeichnis

- [1] Karl J.: Vorlesungsfolien zur Vorlesung Energetische Nutzung von Biomasse, 2010, Technische Universität Graz
- [2] Kaltschmitt M., Hartmann H.: Energie aus Biomasse, 2001, Grundlagen, Techniken und Verfahren, Springer, Berlin
- [3] Karl J.: Vorlesungsfolien zur Vorlesung Wärmetechnik 1, 2008, Technische Universität Graz
- [4] Mersmann A., Kind M., Stichlmair J., Thermische Verfahrenstechnik: Grundlagen und Methoden, 2005, Springer, Berlin
- [5] Gnielinski V., Mersmann A., Thurner F., Verdampfung, Kristallisation, Trocknung, 1999, Vieweg, Braunschweig
- [6] Effenberger H., Dampferzeugung, 2000, Springer, Berlin
- [7] Billet R., Verdampfertechnik, 1965, Bibliographisches Institut AG, Mannheim
- [8] Rant Z., Verdampfen in Theorie und Praxis, 1977, Verlag Sauerländer Aarau und Frankfurt am Main
- [9] Christen Daniel S, Praxiswissen der chemischen Verfahrenstechnik: Handbuch für Chemiker und Verfahreningenieure, 2009, Springer, Berlin
- [10] Gnielinski V., Kabelac S., Kind M., Holger M., Mewes D., Schaber K., Stephan P., VDI-Wärmeatlas, 2006, Springer, Berlin (Abschnitt: Od)
- [11] Gallmetzer G., Ackermann P., Schweiger A., Kienberger T., Gröbl T., Walter H., Zankl M., Kröner M., The agnion Heatpipe-Reformer—operating experiences and evaluation of fuel conversion and syngas composition, 2012, Springer, Berlin (Diagramm erweitert mit internen Daten der Firma Agnion)

---

## Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1.1: Leistung und Wirkungsgrad unterschiedlicher Nutzungsaggregate [1] .....	2
Abbildung 1.2: Kondensat .....	4
Abbildung 1.3: Gesamtanlagenschema (www.agnion.de, 05.05.2012) .....	5
Abbildung 2.1: Wärmeübergang (www.wikipedia.org, 05.05.2012) .....	6
Abbildung 2.2: mittlere Temperaturdifferenz [3] .....	7
Abbildung 3.1: Naturumlaufverd. mit innen- (links) u. außenliegenden (re.) Heizkörpern [5]	11
Abbildung 3.2: Zwangsumlaufverdampfer [5] .....	12
Abbildung 3.3: Fallfilmverdampfer [5] .....	13
Abbildung 3.4: Rieselverdampfer (links), Kletterverdampfer (rechts) [5] .....	14
Abbildung 3.5: Luwa– Verdampfer (links), Zentrifugal– Dünnschichtverdampfer (rechts) [5]	16
Abbildung 3.6: Wendelrohrverdampfer [8] .....	17
Abbildung 3.7: Plattenverdampfer [7] .....	18
Abbildung 3.8: Kurzwegverdampfer (www.gigkarasek.at, 05.05.2012) .....	19
Abbildung 3.9: Tauchrohrverdampfer [5] .....	20
Abbildung 3.10: Rührwerksverdampfer mit innenliegenden Heizschlangen [5] .....	21
Abbildung 3.11: Wirbelschichtwärmeübertrager [10] .....	22
Abbildung 3.12: Entspannungsverdampfer .....	23
Abbildung 4.1: Häufigkeit der verschiedenen Foulingmechanismen [10] .....	25
Abbildung 4.2: Foulingverhalten von Rohrbündel- und Plattenwärmeübertragern [10] .....	30
Abbildung 4.3: Cal-Gavin-Turbulenzерzeuger [10] .....	32
Abbildung 4.4: Taproggeverfahren [10] .....	33
Abbildung 4.5: Rohrreiniger [10] .....	35
Abbildung 5.1: Vorauswahl der Verdampfungsverfahren .....	37
Abbildung 5.2: Ergebnisse in Aspen zum Entspannungsverdampfer (Großanlage) .....	42
Abbildung 5.3: Ergebnisse in Aspen zum Entspannungsverdampfer (Laboranlage) .....	43
Abbildung 6.1: Anlagenschema der Laboranlage .....	48
Abbildung 6.2: R & I - Fließschema .....	50
Abbildung 6.3: 3D–CAD – Aufbau .....	51
Abbildung 6.4: Schaltkasten .....	52
Abbildung 6.5: Visualisierung der Steuerung .....	53
Abbildung 6.6: Membranpumpen .....	56
Abbildung 6.7: Behälterbau .....	57
Abbildung 6.8: Umlaufpumpe .....	58
Abbildung 6.9: Wärmeübertrager CB14 (www.alfalaval.com, 05.05.2012) .....	58
Abbildung 6.10: Thermostat .....	58

---

Abbildung 6.11: Düse .....	59
Abbildung 6.12: Sicherheitsventil .....	59
Abbildung 6.13: Kondensator.....	60
Abbildung 6.14: pneumatischer Kugelhahn (www.end.de, 05.05.2012).....	60
Abbildung 6.15: Gesamtanlage gedämmt.....	61
Abbildung 6.16: Gesamtanlage vor Inbetriebnahme.....	61
Abbildung 7.1: Rotationsverdampfer.....	64
Abbildung 7.2: Rückstand Kolbenversuch 01.....	65
Abbildung 7.3: Rückstand Kolbenversuch 02.....	65
Abbildung 7.4: Rückstand Kolbenversuch 03.....	66
Abbildung 7.5: Rückstand (links) und kondensierter Dampf (rechts) Kolbenversuch 04.....	66
Abbildung 7.6: Gemisch zum Zeitpunkt 0 sec (links), 4 sec (mitte), 200 sec (rechts).....	68
Abbildung 7.7: Absetzgeschwindigkeit über der Zeit.....	69
Abbildung 7.8: Kondensat (links), Destillat (rechts); Batch01a.....	72
Abbildung 7.9: Konz. Pumpenentlüftung (links), Konz. (mitte), Dest. (re.); Batch01c .....	73
Abbildung 7.10: Konz. Pumpenentlüftung (links), Konz. (mitte), Dest. (re.); Batch01f.....	73
Abbildung 7.11: Drücke Versuch Batch01c .....	75
Abbildung 7.12: Temperaturen Versuch Batch01 c .....	75
Abbildung 7.13: Pumpendrehzahl Versuch Batch01c.....	76
Abbildung 7.14: Kondensat (links), Destillat (mitte) und Konzentrat (rechts).....	79
Abbildung 7.15: Filtersieb (links und mitte), gelöste Ablagerungen (rechts) .....	79
Abbildung 7.16: Druck und Temperatur am Wärmeübertrager Versuch Kont02d .....	80
Abbildung 7.17: Kondensat (links), Destillat (mitte), Konzentrat (rechts); Versuch Kont03 ...	82
Abbildung 7.18: Drücke Versuch Kont03 .....	82
Abbildung 7.19: Temperaturen Versuch Kont03 .....	83
Abbildung 7.20: Kondensat (1), Destillat 7h (2), Dest. 70h (3), Konzentrat. (4) .....	86
Abbildung 7.21: Abschlämmen .....	87
Abbildung 7.22: Düse im Einbauzustand im Entspannungsbehälter .....	87
Abbildung 7.23: Düse vor der Reinigung (links) und nach der Reinigung (rechts) .....	88
Abbildung 7.24: kondensierte Ablagerungen .....	88
Abbildung 7.25: Masse Destillat Versuch Kont04 .....	89
Abbildung 7.26: Datenauswertung Versuch Kont04.....	90
Abbildung 7.27: Temperaturen am Wärmeübertrager Versuch Kont04.....	92
Abbildung 7.28: Drücke Versuch Kont04 .....	92
Abbildung 7.29: Pumpendrehzahl Versuch Kont04 .....	93
Abbildung 7.30: SPA – Analyseergebnisse der Organik im Produktgas (Pilotanlage) [11] .....	94
Abbildung 7.31: Auswertung Laboranalyse Organik Kondensat (Analyselabor AC2T).....	95

---

Abbildung 7.32: Auswertung Analyse Organik Destillat (links) und Konzentrat (rechts) .....	96
Abbildung 7.33: Auswertung Laboranalyse Verseifung Konzentrat .....	98
Abbildung 7.34: FAME – Gehalt .....	98
Abbildung 7.35: Konzentrat Hu-Analyse .....	100
Abbildung 7.36: Teerablagerungen am WÜ.....	101
Abbildung 7.37: Eintrittsbereich Wärmeübertrager .....	102
Abbildung 7.38: aufgeschnittener Wärmeübertrager (inkl. Zoomausschnitt) .....	103
Abbildung 7.39: Düsenvergleich .....	103
Abbildung 7.40: Temperaturen am Wärmeübertrager Versuch Kont04b (02.04.2012) .....	104
Abbildung 7.41: Dest. nach 4 h, 22 h, 44 h (links), Konz. nach 4 h, 22 h, 44 h (rechts).....	106
Abbildung 7.42: Proben Abschlammung.....	107
Abbildung 7.43: Konzentrat Leichtphase .....	107
Abbildung 7.44: Temp. am Wärmeübertrager und Massenstrom Dest. Versuch Kont05a...	108
Abbildung 7.45: Düse vor Reinigung .....	109
Abbildung 7.46: Temperaturen und Massenstrom Destillat; Null06.....	110
Abbildung 8.1: Optimierung Filter .....	111
Abbildung 8.2: Optimierung Behälter .....	112
Abbildung 8.3: Dampfreinigung .....	113

---

## Tabellenverzeichnis

Tabelle 1.1: Mindestanforderungen technischer Anlagen [2] .....	3
Tabelle 4.1: Foulingwiderstände einiger Fluide in $\text{m}^2\text{K}/\text{kW}$ (Rohrbündelapparate) [10] .....	29
Tabelle 4.2: Foulingwiderstände einiger Fluide in $\text{m}^2\text{K}/\text{kW}$ (Plattenwärmeübertrager) [10] .	31
Tabelle 4.3: chemische Reinigung von Wärmeübertragern [10] .....	34
Tabelle 4.4: Entfernen von Ablagerungen [10] .....	34
Tabelle 5.1: Gewichtungsfaktoren .....	37
Tabelle 5.2: Bewertung der Verdampfungsverfahren .....	39
Tabelle 5.3: gewichtete Bewertung der Verdampfungsverfahren .....	39
Tabelle 5.4: Auslegungsdaten Großanlage.....	41
Tabelle 5.5: Ergebnisse Großanlage Aspen .....	42
Tabelle 5.6: Ergebnisse Laboranlage Aspen .....	44
Tabelle 6.1: Bezeichnung der Messstellen .....	49
Tabelle 6.2: Messtechnik.....	55
Tabelle 7.1: Messdaten Kolbenversuche .....	67
Tabelle 7.2: Versuchsbeschreibung Versuch Batch01 .....	70
Tabelle 7.3: Versuchsergebnisse Versuch Batch01.....	72
Tabelle 7.4: Versuchsbeschreibung Versuch Kont02 .....	77
Tabelle 7.5: Versuchsergebnisse Versuch Kont02 .....	78
Tabelle 7.6: Versuchsbeschreibung Versuch Kont03 .....	81
Tabelle 7.7: Versuchsbeschreibung Versuch Kont04 .....	84
Tabelle 7.8: Ergebnisse Laboranalyse Rückstand Entspannungsbehälter .....	99
Tabelle 7.9: Versuchsbeschreibung Versuch Kont04b.....	101
Tabelle 7.10: Versuchsbeschreibung Versuch Kont05a .....	105
Tabelle 7.11: Versuchsbeschreibung Versuch Null06 .....	109

## 10. Anhang:

### 10.1. Plattenwärmeübertrager 1 – Technische Daten

## Plattenwärmeübertrager Technische Spezifikation



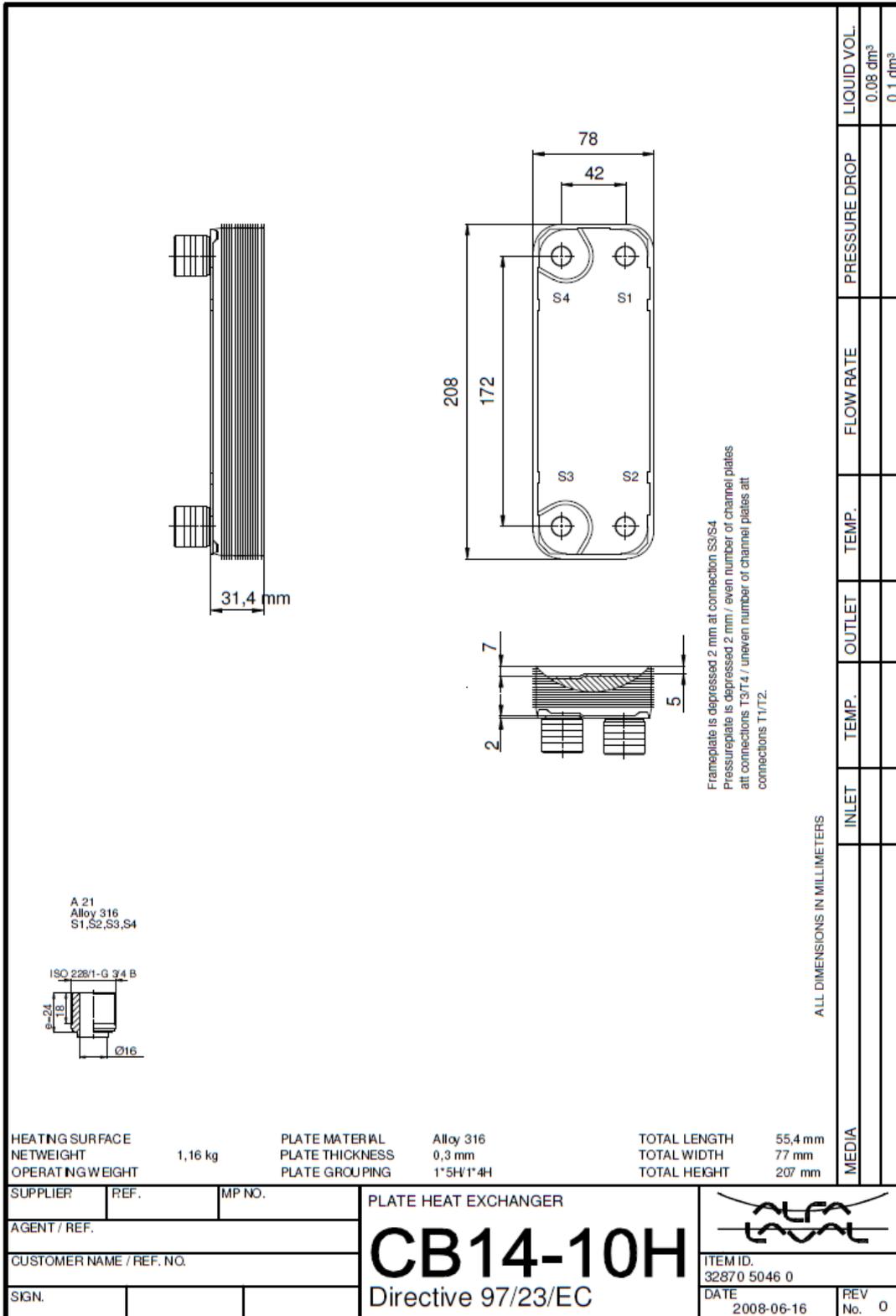
Kunde : Highterm Research GmbH  
 Typ : CB14-10H  
 Projekt : 31.1090.45  
 Pos. : CB14-10H

Datum : 07.12.201

#### - Kupfergelötet -

		<u>Warme Seite</u>	<u>Kalte Seite</u>
<b>Medium</b>		Transcal N	Wasser
Dichte	kg/m <sup>3</sup>	768.3	898.7
Spezifische Wärmekapazität	kJ/(kg*K)	2.54	4.39
Therm. Wärmeleitfähigkeit	W/(m*K)	0.121	0.681
Viskosität Eintritt	cP	1.15	0.169
Viskosität Austritt	cP	1.24	0.157
Massenstrom	kg/h	413.8	138.0
Eintrittstemperatur	°C	185.0	163.0
Austrittstemperatur	°C	178.1	175.0
Druckverlust	kPa	9.70	0.554
Wärmeleistung	kW	2.018	
Logarithm. Temperaturdifferenz	K	12.4	
Wärmeübertragungsfläche	m <sup>2</sup>	0.1	
Flächenreserve	%	19.0	
Strömungsrichtung der Medien		Gegenstrom	
Plattenanzahl		10	
Plattenanzahl effektiv		8	
Anzahl der Wege		1	1
Plattenwerkstoff /-Stärke		ALLOY 316 / 0.30 mm	
Dichtungswerkstoff		Kupferlot	
Anschlußauskleidung		S1->S2	S4<-S3
Druckgeräterichtlinie		PED, Category N/A	
Fluid Gefahrguppe		Dangerous	No Danger
Dampfdruck > 0.5 bar		x	x
Auslegungsdruck	bar	16.0	16.0
Auslegungstemperatur	°C	200.0	200.0

## 10.2. Plattenwärmeübertrager 1 - Zeichnung



### 10.3. Plattenwärmeübertrager 2 – Technische Daten

## Plattenwärmeübertrager

### Technische Spezifikation

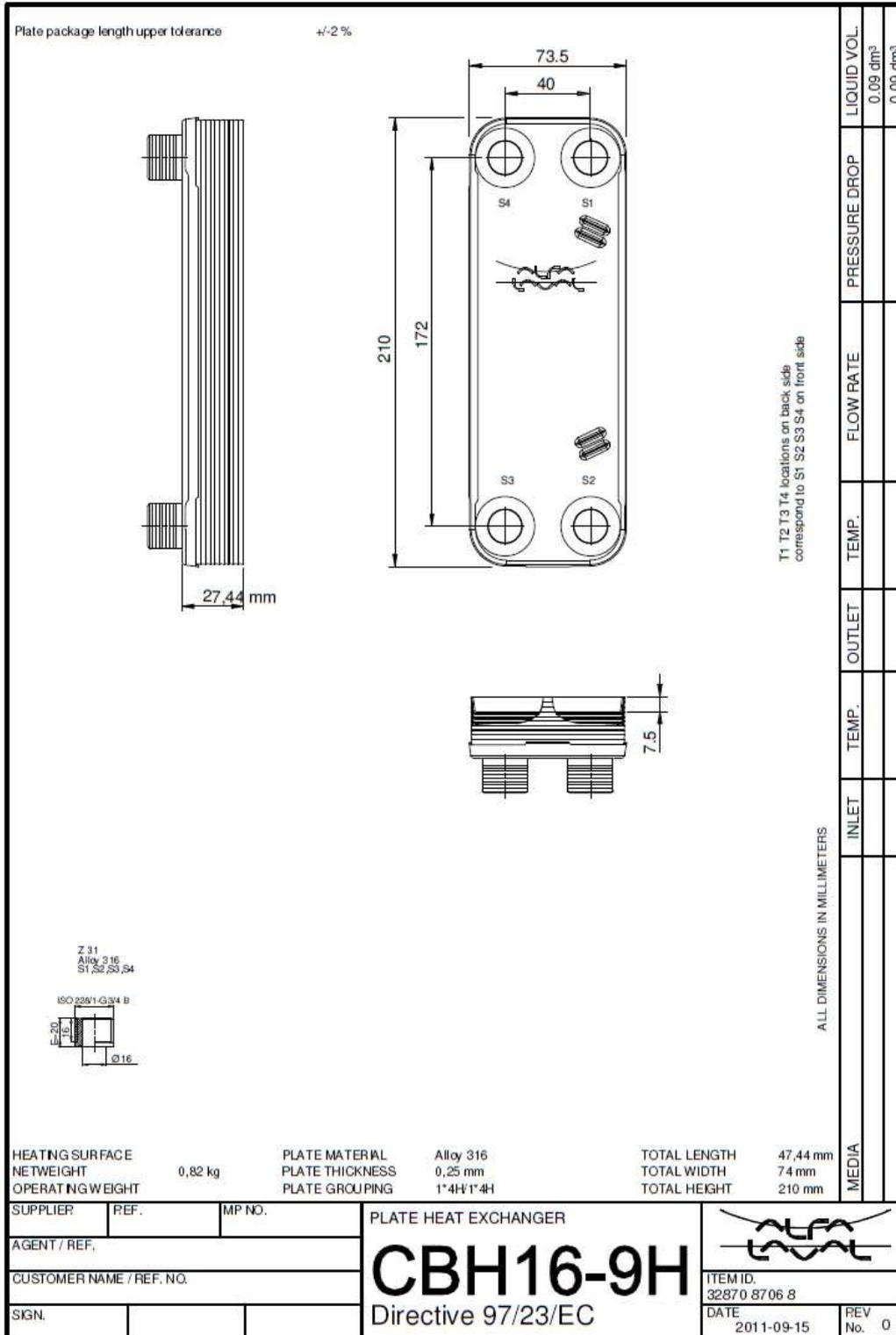


Kunde : Highterm Research GmbH  
 Typ : CBH16-9H  
 Projekt : 31.1090.4502  
 Pos. : CBH16-9H

Datum : 17.04.2012

		<u>Warme Seite</u>	<u>Kalte Seite</u>
<b>Medium</b>		Transcal N	Wasser
Dichte	kg/m <sup>3</sup>	768.3	898.7
Spezifische Wärmekapazität	kJ/(kg*K)	2.54	4.39
Therm. Wärmeleitfähigkeit	W/(m*K)	0.121	0.681
Viskosität Eintritt	cP	1.15	0.169
Viskosität Austritt	cP	1.24	0.157
Massenstrom	kg/h	413.8	138.0
Eintrittstemperatur	°C	185.0	163.0
Austrittstemperatur	°C	178.1	175.0
Druckverlust	kPa	9.35	0.800
Wärmeleistung	kW	2.018	
Logarithm. Temperaturdifferenz	K	12.4	
Wärmeübertragungsfläche	m <sup>2</sup>	0.1	
Flächenreserve	%	33.0	
Strömungsrichtung der Medien		Gegenstrom	
Plattenanzahl		9	
Plattenanzahl effektiv		7	
Anzahl der Wege		1	1
Plattenwerkstoff /-Stärke		ALLOY 316 / 0.25 mm	
Dichtungswerkstoff		Kupferlot	
Anschlußdurchmesser	mm	16	16
Anschlußbelegung		A1 -> A2	B1 -> B2
Druckgeräterichtlinie		PED, Category Missing	
Fluid Gefährgruppe		No Danger	Dangerous
Dampfdruck > 0.5 bar		x	x
Auslegungsdruck	bar	16.0	16.0
Prüfdruck	bar	20.8	20.8
Auslegungstemperatur	°C	200.0	200.0

## 10.4. Plattenwärmeübertrager 2 - Zeichnung



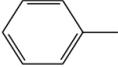
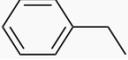
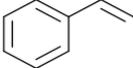
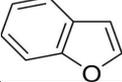
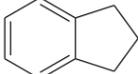
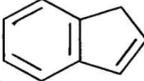
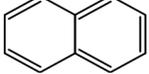
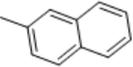
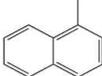
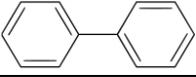
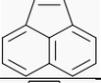
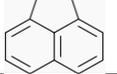
## 10.5. Laboranalyse Destillat, Konzentrat; AC2T

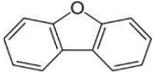
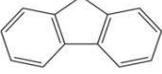
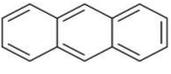
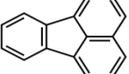
### 11360 - Solvents - Organik, FAME-Gehalt und Verseifung

#### Legende

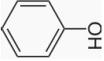
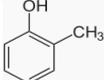
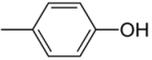
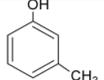
$xx \pm yy$	-	n. b.
Mittelwert $\pm$ Std.abw.	nicht quantifizierbar	nicht bestellt

#### Aromaten

Name	Struktur	Tb (°C)	D0377-015 VKonz26120330 mg/kg Probe	D0377-011 VDest14120322 mg/kg Probe	D0377-013 VDest19120329 mg/kg Probe
Benzol		80	10 $\pm$ 0,03	61 $\pm$ 1	61 $\pm$ 2
Toluol		111	12 $\pm$ 0,4	115 $\pm$ 2	109 $\pm$ 2
Ethylbenzol		136	-	-	-
o-Xylen		144	10 $\pm$ 0,2	30 $\pm$ 1	27 $\pm$ 0
Styrol		145	13	82 $\pm$ 2	74 $\pm$ 1
p-Xylen		138	18 $\pm$ 0,4	40 $\pm$ 7	36 $\pm$ 2
m-Xylen		139	siehe p-Xylen	siehe p-Xylen	siehe p-Xylen
Benzofuran		173	13 $\pm$ 0,4	103 $\pm$ 1	101 $\pm$ 2
Indan		177	10 $\pm$ 0,1	21 $\pm$ 0	
Inden		182	16 $\pm$ 1	161 $\pm$ 19	60 $\pm$ 10
Naphthalen		218	72 $\pm$ 11	831 $\pm$ 105	259 $\pm$ 30
2-Methylnaphthalen		241	24 $\pm$ 4	65 $\pm$ 19	27 $\pm$ 8
1-Methylnaphthalen		240	16 $\pm$ 1	55 $\pm$ 9	21 $\pm$ 5
Biphenyl		255	18 $\pm$ 2	33 $\pm$ 7	13 $\pm$ 3
Acenaphthylen		280	26 $\pm$ 4	42 $\pm$ 12	3 $\pm$ 4
Acenaphthen		279	20 $\pm$ 3	35 $\pm$ 6	17 $\pm$ 2

Dibenzofuran		285	16 ± 1	12 ± 4	9 ± 1
Fluoren		295	30 ± 3	23 ± 5	16 ± 2
Phenanthren		332	90 ± 11	29 ± 7	6 ± 4
Anthracen		340	18 ± 3	-	48 ± 1
Fluoranthen		375	45 ± 10	-	233 ± 2
Pyren		404	62 ± 9	-	-
<b>Gesamt</b>			<b>541 ± 65</b>	<b>1737 ± 208</b>	<b>1120 ± 81</b>

## Phenole

Name	Struktur	Tb (°C)	D0377-015	D0377-011	D0377-013
			VKonz26120330 mg/kg Probe	VDest14120322 mg/kg Probe	VDest19120329 mg/kg Probe
Phenol		182	127 ± 17	273 ± 75	171 ± 66
o-Cresol MS-SIM 106.5-108.5		191	12 ± 0,2	-	-
p-Cresol MS-SIM 106.5-108.5		202	36 ± 5	57 ± 13	38 ± 6
m-Cresol MS-SIM 106.5-108.5		203	siehe p-Cresol	siehe p-Cresol	siehe p-Cresol
<b>Gesamt</b>			<b>174 ± 22</b>	<b>330 ± 88</b>	<b>209 ± 73</b>

## FAME-Gehalt

FAME Gehalt	D0377-015 VKonz26120330 Gewichts-% Probe	D0377-011 VDest14120322 Gewichts-% Probe	D0377-013 VDest19120329 Gewichts-% Probe
<b>Gesamt</b>	<b>7,22 ± 0,06</b>	<b>0,37 ± 0,01</b>	<b>0,11 ± 0,004</b>

## Verseifung

Freie Fettsäure	D0377-015 VKonz26120330 mg/kg Probe
Palmitinsäure (C16:0)	1080 ± 540
Stearinsäure (C18:0)	10301 ± 5485
Ölsäure CC18:1)	25683 ± 14382
Linolsäure (C18:2)	573 ± 292
<b>Gesamt</b>	<b>37637 ± 20700</b>

## 10.6. Laboranalyse Kondensat, Konzentrat (organische Phase); AC2T

### 11360 - Solvents - Organik, FAME-Gehalt und Verseifung

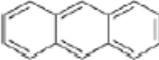
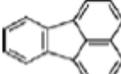
#### Legende

	xx	-	n.b.
FME	Mittelwert	nicht quantifizierbar	nicht bestellt

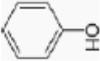
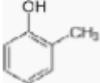
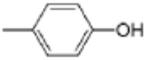
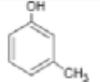
#### Aromaten

Name	Struktur	Tb (°C)	D0377-045 VKond05120328 mg/kg Probe	D0377-051* VKonz26120330* mg/kg Probe
Benzol		80	5	126
Toluol		111	10	243
Ethylbenzol		136	-	-
o-Xylen		144	8	-
Styrol		145	14	-
p-Xylen		138	17	-
m-Xylen		139	siehe p-Xylen	siehe p-Xylen
Benzofuran		173	12	-
Indan		177	8	319
Inden		182	29	164
Naphthalen		218	255	477
2-Methylnaphthalen		241	44	269
1-Methylnaphthalen		240	30	148
Biphenyl		255	20	146
Acenaphthylen		280	21	188
Acenaphthen		279	16	154
				

\* Hier wurde nur die organische Phase der Probe VKonz26120330 (D0377-015) analysiert

Fluoren		295	16	170
Phenanthren		332	39	520
Anthracen		340	2	120
Fluoranthen		375	12	402
Pyren		404	14	61
<b>Gesamt</b>			<b>581</b>	<b>3562</b>

## Phenole

Name	Struktur	Tb ( °C)	D0377-045 VKond05120328 mg/kg Probe	D0377-051 VKonz26120330 mg/kg Probe
Phenol		182	286	565
o-Cresol		191	19	-
p-Cresol		202	56	700
m-Cresol		203	siehe p-Cresol	siehe p-Cresol
<b>Gesamt</b>			<b>361</b>	<b>1265</b>

## FAME-Gehalt

FAME-Gehalt	D0377-045 VKond05120328 Gewichts-% Probe	D0377-051 VKonz26120330 Gewichts-% Probe
<b>Gesamt</b>	<b>0,81</b>	<b>16,28</b>