



ulm university universität
uulm



**Thermische
Prozesstechnik
Universität Ulm**

Prof. Dr.-Ing. Thomas Grützner
Institut für Chemieingenieurwesen
Thermische Prozesstechnik
Universität Ulm

**Reduktion des CO₂-Ausstoßes der Destillation durch
energieeffizient Stofftrennung in multiplen Trennwandkolonnen**

Abschlussbericht
(Az. 34815/01 -21)

Ulm, 03.02.2022

Projektkennblatt
der
Deutschen Bundesstiftung Umwelt



Az **34815/02-
21/2**

Referat **GZ**

Fördersumme

139.200,- €

Antragstitel **Reduktion des CO₂-Ausstoßes der Destillation durch energieeffiziente Stofftrennung in multiplen Trennwandkolonnen**

Stichworte Destillation, Prozessintensivierung, Trennwandkolonnen, Energieeffizienz

Laufzeit

Projektbeginn

Projektende

Projektphase(n)

38 Monate

17.12.2018

28.02.2022

Zwischenberichte

08.07.2021

21.01.2020

24.07.2019

Bewilligungsempfänger

Prof.-Dr.-Ing. T. Grützner

Universität Ulm

Institut für Chemieingenieurwesen

AG Thermische Prozesstechnik

Albert-Einstein-Allee 47

89081 Ulm

Tel 0731 50 25702

Fax 0731 50 25702

Projektleitung

Prof.-Dr.-Ing. T. Grützner

Bearbeiter

M.Eng. U. Preißinger

Kooperationspartner

Keine

Zielsetzung und Anlaß des Vorhabens

Praktisch alle chemischen Produktionsprozesse beinhalten zahlreiche Aufreinigungsschritte, um die gewünschten Produkte in der erforderlichen Qualität zu gewinnen. Die bei Weitem wichtigste Trennoperation ist in diesem Zusammenhang die Destillation. Die Relevanz der Destillation, insbesondere für die mitteleuropäische Chemieindustrie, wird schon durch die Zahl eingesetzter Kolonnen deutlich. So betreibt beispielsweise die Lonza AG an ihrem Standort in Visp (Schweiz) ca. 180 industrielle Kolonnen. Am BASF-Standort in Ludwigshafen sind ca. 2000 Destillationskolonnen im Einsatz. Da es sich bei der Destillation zudem um das mit Abstand energieintensivste Trennverfahren handelt, trägt diese einen hohen Anteil zum CO₂ Ausstoß der chemischen Industrie bei, was wiederum hohes Einsparungspotential mit sich bringt. Für die USA liegen für das Jahr 2001 belastbare Zahlen vor. So beziffert sich der Energieverbrauch für die Produktaufarbeitung insgesamt auf 22 % des industriellen Verbrauches, wovon wiederum 49 % auf das Konto der mehr als 40.000 installierten Destillationskolonnen in den Vereinigten Staaten geht. In genauen Zahlen ausgedrückt handelt es sich dabei um umgerechnet $7 \cdot 10^{12}$ kWh pro Jahr. Auf den Gesamtenergieverbrauch des Jahres in den USA bezogen (umgerechnet $28 \cdot 10^{13}$ kWh/a) können somit 2,5 % des Energiekonsums in den USA der Destillation zugeschrieben werden. Im Vergleich dazu liegt der Anteil der als energieintensiv bekannten Zementindustrie am Energieverbrauch bei etwa 2 %. Für Europa liegen keine bekannten entsprechenden Studien vor. Aufgrund der vergleichbaren Industrialisierung kann aber davon ausgegangen werden, dass es sich um ähnliche Dimensionen handelt. Damit verursacht die Destillation eine signifikante Menge des globalen CO₂ Ausstoßes. Um den Energieverbrauch der Destillation zu reduzieren und damit ihren Einfluss auf die globale Erwärmung zu minimieren, wird im Folgenden der Einsatz von multiplen Trennwandkolonnen vorgeschlagen, welche eine spezielle Realisierung der Destillation darstellt. Diese ist bereits in der Literatur bekannt, allerdings wurde von noch keiner realen Anlage berichtet. Erste Simulationen zeigten bereits, dass multiple Trennwandkolonnen, je nach Stoffsystem, circa 50 - 55% Energieeinsparung verglichen mit der konventionellen Destillationssequenz erreichen. Um dieses hohe Potential zu untersuchen und später auch auszuschöpfen, wird in diesem Antrag vorgeschlagen, multiple Trennwandkolonne zunächst detailliert, systematisch und realitätsnah simulativ zu untersuchen und so die Grundlage für die technische Umsetzung zu schaffen. Im Unterschied zu bisherigen Veröffentlichungen wird kein Idealfall untersucht oder eine spezifische Fragestellung bearbeitet. Es sollen strukturiert umfangreiche Grundlagen erarbeitet werden, die unabdingbar sind, um auf Basis der gewonnenen Erkenntnisse zusammen mit dem KMU und industriellen Partnern Iludest GmbH die weltweit erste Pilotanlage einer multiplen Trennwandkolonne an der Universität Ulm zu errichten. Dies wird ein wesentlicher Grundstein für eine Implementierung in der chemischen Industrie sein.

Darstellung der Arbeitsschritte und der angewandten Methoden

Arbeitspaket 1

Zunächst sind Modellsysteme zu definieren, die an der Universität problemlos eingesetzt werden können und gleichzeitig die Machbarkeit unseres Konzeptes demonstrieren können. Erste Vorarbeiten hierzu haben stattgefunden. Die Modellsysteme müssen aus mindestens vier Komponenten bestehen, deren Siedepunkte in einem physikalisch sinnvollen Bereich liegen und die kein azeotropes Verhalten aufweisen. Gleichzeitig sollten die Stoffe möglichst nicht toxisch, krebserregend, mutagen oder erbgutschädigend sein. Zusätzlich sind Aspekte wie Entzündbarkeit und der Preis zu beachten. In ersten Überlegungen hierzu konzentrieren wir uns auf die Stoffklassen der Alkohole, Ketone, Aldehyde, Ether, Alkane und Ester. Nach Festlegung der Stoffsysteme ist die Frage zu klären, welche der konstruktiv vereinfachten Schaltungen umgesetzt werden soll. Dazu sind umfangreiche Simulationsstudien durchzuführen. Hierzu werden die bereits erarbeiteten und bestehenden Modelle verwendet. Dabei handelt es sich um rigorose, stationäre Gleichgewichtsstufenmodelle die in dem kommerziellen Prozesssimulator Aspen Plus® implementiert sind. Rigoros bedeutet in diesem Zusammenhang, dass die Massen- und Energiebilanzen sowie die Phasengleichgewichte ohne Vereinfachungen gelöst werden. Neben belastbaren Reinstoffdaten für die betrachteten Komponenten sind dazu verlässliche thermodynamische Modelle erforderlich, die bereits in der Software implementiert sind. Wir stellen vor dem Start der Simulationsstudie sicher, dass die Vorhersage der Modelle mit dokumentierten Messwerten übereinstimmt. Dazu verwenden wir die Dortmunder Datenbank, auf die wir Zugriff haben, sowie Daten aus der Literatur. Ziel ist eine vereinfachte Realisierung der multiplen Trennwandkolonne mit nur zwei anstatt drei Trennwänden. Diese Varianten reduzieren die Zahl der Freiheitsgrade aufgrund einer vereinfachten inneren Struktur der Kolonne was einen Transfer in die industrielle Anwendung sehr viel wahrscheinlicher werden lässt. Abhängig von den Eigenschaften des Stoffsystems, können auch die vereinfachten Varianten im selben energetischen Optimum betrieben werden wie die multiple Trennwandkolonne ohne Vereinfachungen. Die Simulationsstudien mit den im Rahmen dieses Arbeitspaketes ausgewählten Stoffsystemen wird ergeben, welche Vereinfachung realisiert werden soll und stellt somit einen wesentlichen Meilenstein auf dem Weg hin zum Bau und dem Betrieb einer realen Anlage dar.

Ergebnis dieses Arbeitspaketes ist die Definition unterschiedlicher Modellsysteme und die Festlegung auf eine Konfiguration der vereinfachten mTWK.

Arbeitspaket 2

Dieses Arbeitspaket wird in enger Kooperation mit unseren industriellen Partnern durchgeführt. Es ist die Frage zu beantworten, wie die praktische Umsetzung der Kolonne zu erfolgen hat und welche Strategie der Kolonnenregelung anzuwenden ist. Klar ist, dass die Technikumskolonne im Labor als sogenannte „Brugma-Schaltung“ ausgeführt wird. Dies bedeutet, dass die zwei Seiten links und rechts der Trennwand als eigenständige Kolonnen realisiert werden. Dies ist das Standardvorgehen für Labor- und Technikums TWK, da sich die Trennwände aufgrund der kleinen Kolonnendurchmesser nicht ohne weiteres realisieren lassen. Damit verbunden ist die Frage, welchen Durchmesser die einzelnen Teilkolonnen haben sollen und welche Art von Kolonneneinbauten (z.B. Packungen) verwendet werden sollen. Basierend auf stationären und dynamischen Simulationen sollen hier auf theoretischer Basis alle Fragen beantwortet werden die für die reale Ausführung der Kolonne erforderlich sind.

Arbeitspaket 3

Dieses Arbeitspaket hat das Ziel, der realen Betrieb der Anlage ist zu testen. Die während des Betriebes gewonnenen experimentellen Daten sollen ferner dazu benutzt werden die aus der Simulation gewonnen Ergebnisse zu validieren. Es soll untersucht werden, ob sich die Ergebnisse der Simulation auch im realen Betrieb realisieren lassen und ob die ermittelten Anfahr- und Regelkonzepte funktionieren. Auch hier wird es eine sehr enge fachliche Zusammenarbeit mit KMU geben.

Ergebnisse und Diskussion

Die im Antrag genannten Forschungsfragen konnten vollständig beantwortet werden. Im Rahmen des geförderten Projektes konnte die erste multiple Trennwandkolonne zur Trennung quaternärer Stoffsysteme vollständig in Betrieb genommen werden. In einem ersten Schritt wurden sieben potentielle Stoffsysteme ausgewählt. Im Anschluss konnte gezeigt werden, dass eine vereinfachte Anlagenkonfiguration mit nur zwei anstatt drei internen Trennwänden in der Lage ist die identifizierten Stoffsysteme weiterhin am thermodynamischen Optimum zu trennen. Stationäre und dynamische Simulationen wurden eingesetzt um Betriebspunkte zu definieren, das dynamische Verhalten der Kolonne zu studieren, insbesondere während des Anfahrens der Anlage sowie geeignete Regelkonzepte auszuwählen um einen robusten Betrieb zu erreichen und zu gewährleisten. Die realisierte Anlage verfügt über großen Flexibilität und kann auch für heute noch unbekannte künftige Forschungsfragestellungen eingesetzt werden. Hierzu zählen insbesondere Druckbereiche vom hohen Vakuum bis zu Umgebungsdruck, die Möglichkeit den Feedstrom an unterschiedlichen Stellen anzuschließen, eine weitgehend freie Wahl der Regelstrategien sowie eine korrosionsbeständige Ausführung der Anlage. Die Technikumsumgebung wurde zusammen mit der Anlage geplant und neu realisiert. Das gesamte Technikum wird unter Ex-Schutzbedingungen betrieben und ist mit Sicherheitseinrichtungen nach dem heutigen Stand der Technik ausgerüstet. Diese Umgebung erlaubt es künftig auch industriell relevante Stoffsysteme zu untersuchen die beispielsweise explosionsgefährlich sind.

Im Herbst 2021 wurde die Anlage schließlich in Betrieb genommen und der Versuchsbetrieb gestartet. Insbesondere auf Grundlage dynamischer Simulationen konnte im Vorfeld der Inbetriebnahme eine Anfahrstrategie entwickelt werden, die ein schnelles Anfahren erlaubt. Ein stationärer Betriebspunkt wird nach wenigen Stunden erreicht, was als ein Meilenstein in der Entwicklung angesehen werden kann. Die seit Inbetriebnahme durchgeführten Versuche zeigen, dass die Anlage die gewünschte Funktionalität aufweist und die experimentellen Ergebnisse in guter Übereinstimmung mit den Vorhersagen der stationären und dynamischen Simulation liegen.

Damit ist nun die weltweit erste multiple Trennwandkolonne vollständig in Betrieb genommen worden. Die Anlage wird in Zukunft als Basis für die Bearbeitung akademischer und industrieller Forschungsprojekte sein. Insbesondere kleinere und mittlere Unternehmen können im Rahmen industriell relevanter wissenschaftlicher Fragestellungen die Infrastruktur nutzen. Damit kann die Anlage den Weg hin zur industriellen Anwendung ebnen indem sie experimentelle Untersuchungen beschleunigt, bzw. überhaupt erst möglich werden lässt.

Öffentlichkeitsarbeit und Präsentation

Aus dem geförderten Projekt gab es eine Reihe von wissenschaftlichen Veröffentlichungen in wissenschaftlichen Fachzeitschriften sowie Konferenzen sowie eine Pressemitteilung der Universität Ulm.

U. Preißinger, G. Lukač, I. Dejanović, T. Grützner: Impact of Various Feed Properties on the Performance of a Control System for a Multiple Dividing Wall Column, *ChemEngineering*, 2021, 5, 29, DOI: 10.3390/chemengineering5020029

U. Preißinger, G. Lukač, I. Dejanović, T. Grützner: Investigation of Control Structures for a 4-Product Laboratory Multiple Dividing Wall Column Using Dynamic Simulation, *Chem. Eng. Tech.*, 44 (2), 2021, 223 - 237, published online 2020, DOI: 10.1002/ceat.202000557

U. Preißinger, L. Ränger, T. Grützner: Design Considerations of Simplified Multiple Dividing Wall Pilot Plant, *Chemengineering*, 3, 34, 2019, DOI: 10.3390/chemengineering3020034

L. Ränger, U. Preißinger, T. Grützner: Multiple Dividing Wall Columns - Current Status and Future Prospects, *Chem. Ing. Tech.*, 91 (4), 2019, 420 - 428, DOI: 10.1002/cite.201800080

U. Preißinger, L. Trescher, T. Grützner: Untersuchung der Regelbarkeit multipler Trennwandkolonnen auf Basis dynamischer Simulation, *Fachausschuss Fluidverfahrenstechnik, virtual Meeting*, 24.02. - 26.02.2021

G. Lukač, U. Preißinger, T. Grützner, I. Dejanović: Simulating Complex Distillation Sequences Using Commercial Simulators, 13th SMLKI Conference, Zagreb

U. Preißinger, G. Lukač, I. Dejanović, T. Grützner: Considerations on the Design of a Pilot-Plant-Scale Simplified Multiple Dividing Wall Column, 13th SMLKI Conference, Zagreb, 20.-21.02.2020

U. Preißinger, Lena-Marie Ränger, Thomas Grützner: Considerations on the design of a pilot-plant-scale simplified multiple dividing wall column, 23rd ICHIP, Warschau (Polen), 02.-05.06.2019

G. Lukač, U. Preißinger, I. Dejanović, T. Grützner: Controllability of Pilot Multiple Dividing Wall Column for Various Feed Compositions, 12th International Conference Distillation & Absorption 2022, Toulouse, France, 18. – 21.09.2022 (accepted contribution)

U. Preißinger: Theoretical Investigations on Multiple Dividing Wall Columns, Dissertation Universität Ulm, 2022, (in Bearbeitung)

Pressemitteilung der Universität Ulm vom 03.02.2022: „Destillationsanlage der Superlative“

Fazit

Im Rahmen des durch die DBU geförderten Projektes konnten wesentlich Fragen auf dem Weg zum Betrieb der weltweit ersten multiplen Trennwandkolonne bearbeitet werden. Zunächst konnte ein vereinfachtes Kolonnendesign erarbeitet werden, was die Anzahl der Freiheitsgrade, und damit die Komplexität der Anlage, von 23 auf 19 reduziert. Es konnte ferner gezeigt werden, dass diese Vereinfachung für zahlreiche industriell relevante Stoffsysteme nicht mit einer Erhöhung des Energiebedarfs einhergeht sondern dass die Anlage weiterhin am thermodynamischen Optimum betrieben werden kann. Mit anderen Worten: Eine energetisch bessere Trennung ist unmöglich.

Auf Basis von verschiedenen rigorosen stationären und dynamischen Simulationsstudien konnte ein Kolonnendesign ermittelt werden, was eine größtmögliche Flexibilität im Hinblick auf die, unbekannteren Trennaufgaben der Zukunft bietet. Es wurde die Höhe sowie der Durchmesser auf Basis thermodynamischer und fluiddynamischer Überlegungen ermittelt sowie, in Zusammenarbeit mit der Iludest GmbH, jede einzelne Komponente der Anlage, die Sensorik sowie die Peripherie ausgelegt. Weiterhin konnte auf Basis dynamischer Simulationen gezeigt werden, dass Regelkonzepte existieren, die einen robusten Betrieb der Anlage erlauben. Nach ersten Abnahmeuntersuchungen beim Hersteller wurde die Anlage nach Ulm gebracht und dort im eigens zur Unterbringung errichteten Technikums aufgebaut. Die Versuche seit Inbetriebnahme zeigen eindrucksvoll die Funktionalität der Anlage. Ein wesentliches Ergebnis in diesem Zusammenhang ist, dass die Anlage in wenigen Stunden von einem kalten und trockenen Zustand in einen stationären Betriebspunkt gebracht werden kann. Dieses Anfahrprozedere wurde zunächst rein auf Basis dynamischer Simulationen erarbeitet.

Die Erkenntnisse dieses Projektes wurden über zahlreiche Publikationen in Fachzeitschriften und Konferenzen der Öffentlichkeit zugänglich gemacht. Ferner ging aus diesem Projekt eine Doktorarbeit hervor.

Grundsätzlich steht nun eine funktionsfähige Versuchsanlage zur Verfügung an der das komplexe Verhalten multipler Trennwandkolonnen studiert werden kann. Selbstverständlich kann die Anlage auch im Rahmen industrieller Kooperationen eingesetzt werden um die Verfahrensentwicklung zu unterstützen. Mit der Inbetriebnahme der Anlage ist ein wesentlicher Meilenstein auf dem Weg hin zur industriellen Umsetzung dieser außerordentlich energieeffizienten Technologie erreicht worden. Nicht zuletzt hat auch schon während des Projektes ein KMU vom Bau der Anlage profitiert, nicht nur finanziell, sondern insbesondere auch durch einen enormen Wissenstransfer von der Universität.

Inhalt

Projektkennblatt.....	2
Verzeichnis von Abbildern und Tabellen.....	8
1.0 Zusammenfassung.....	9
2.0 Einleitung.....	10
3.0 Hauptteil.....	13
3.1 Entwicklung eines vereinfachten Designs für multiple Trennwandkolonnen	13
3.2 Ingenieurwissenschaftliche Auslegung der Kolonne.....	17
3.3 Realer Anlagenbetrieb	25
4.0 Fazit	27
Literatur.....	28

Verzeichnis von Abbildern und Tabellen

- Abbildung 1) Trennung eines ternären Systems bestehend aus A (Leichtsieder), B (Mittelsieder) und C (Schwersieder) (a) in einer Verschaltung aus zwei Kolonnen („Direkte Sequenz“) und (b) in einer Trennwandkolonne. (c) zeigt die Trennung einer quaternären Mischung in einer multiplen Trennwandkolonne. Die Kreuze kennzeichnen trennwirksame Segmente.
- Abbildung 2) Vereinfachte Konfigurationen der multiplen Trennwandkolonne mit der „Kaibel-Kolonne“ (a), der 2-2-4-b Konfiguration (b) sowie der 2-2-4-a Konfiguration (c).
- Abbildung 3) NQ-Kurve mit interpoliertem Spline der Simulationsergebnisse bei Produktreinheiten von mindestens 98 mol-% für das Stoffsystem Ethanol, Propanol, Isobutanol, Butanol.
- Abbildung 4) Schematisches Fließbild der multiplen Trennwandkolonne (RI-Fließbild)
- Abbildung 5) Y-Stück an der realen Anlage.
- Abbildung 6) Unterer Teil der realen Anlage, das rot-isolierte Bauteil ist der Verdampfer.
- Abbildung 7) Gewählte Regelstruktur [Pre21].
- Abbildung 8) Dynamische Antwort auf die Feedzusammensetzung (+A-B): a) Mischung 3; b) Mischung 5; c) Mischung 6.
- Abbildung 9) Dynamische Antwort der Anlage beim Anfahren aus dem kalten und trockenen Zustand gemäß der neu gefundenen Anfahrstrategie.
- Tabelle 1: Definierte Testsystem für theoretische und experimentelle Untersuchungen an der multiplen Trennwandkolonne.

1.0 Zusammenfassung

Im Rahmen des durch die DBU (Az. 34815/02-21/2) geförderten Projektes konnte die weltweit erste multiple Trennwandkolonne zur Trennung quaternärer Stoffsysteme ausgelegt, geplant und schließlich erfolgreich in Betrieb genommen werden. Die Entwicklung gliederte sich in drei Teile. Zunächst wurden anhand einer Vielzahl von Kriterien umfassenden Kataloges relevante Stoffsysteme identifiziert. Im Anschluss wurde auf Basis rigoroser stationärer Prozesssimulation und der Anwendung von Shortcut-Modellen (V_{\min} -Ansatz) eine vereinfachte Konfiguration der multiplen Trennwandkolonne ermittelt. Diese vereinfachte Kolonne erlaubt die Trennung der identifizierten quaternären Mischungen am selben thermodynamischen Optimum wie die multiple Trennwandkolonne ohne Vereinfachungen. Sie weist nur noch 19 statt 23 Freiheitsgrade auf, was als deutliche Reduktion der Komplexität zu verstehen ist. Basierend auf stationären und dynamischen Modellen wurden umfangreiche Simulationsstudien durchgeführt, um beispielsweise stationäre Betriebspunkte zu ermitteln, das Anfahrverhalten der Kolonne zu optimieren sowie geeignete Regelstrategien zu finden. Die Anlage wurde in Zusammenarbeit mit dem KMU Iludest GmbH aus Waldbüttelbrunn realisiert. Besonderes Augenmerk wurde in diesem Zusammenhang auf die flexible Gestaltung der Kolonne gelegt, damit sie auch zur Bearbeitung künftiger, heute noch unbekannter, Forschungsfragen zum Einsatz kommen kann. Dies bezieht sich insbesondere auch auf eine enorme Freiheit bei der Wahl geeigneter Regelstrategien, da jeder der mehr als 70 verbauten Sensoren in die frei konfigurierbaren Regelstrategien eingebunden werden kann.

Die Kolonne wurde in einem neu geschaffenen Technikum an der Universität Ulm in aufgebaut und in Betrieb genommen. Die ersten Studien zeigen eine sehr gute Übereinstimmung der simulativen Vorhersagen mit den experimentellen Ergebnissen. Die Anlage erfüllt alle geforderten Funktionalitäten.

Somit steht nun die erste funktionierende multiple Trennwandkolonne für die Untersuchungen wissenschaftlicher und technischer Fragestellung zur Verfügung. Sie kann auch als Plattform von Industrieunternehmen genutzt werden.

Die Anlage belegt, dass die Trennung quaternärer Systeme in einer einzigen Anlage bei gleichzeitiger deutlicher Reduktion des Energiebedarfs (bis 50 %) sowie der Investitionskosten im Vergleich zum heutigen Stand der Technik möglich ist. Dies kann ohne Übertreibung als Meilenstein in der Geschichte der Destillation angesehen werden.

2.0 Einleitung

Die Reduzierung der CO₂-Emissionen ist unerlässlich um die globale Erwärmung zu verlangsamen und die definierten Klimaziele zu erreichen. Ein Sektor, der aufgrund seines hohen Energieverbrauchs ein hohes Einsparpotenzial diesbezüglich hat, ist die chemische Industrie. Insbesondere die häufig verwendeten Trenn- und Reinigungsschritte sind sehr energieintensiv. Der am häufigsten angewandte Trennschritt ist die Destillation, für die im Jahr 2001 etwa 2,5 % der insgesamt verbrauchten Energie aufgewendet wurden [Ene01], eine andere Referenz berichtet von 10 % im Jahr 2016 [Sho16]. Dementsprechend ist die Suche nach effizienteren Destillationsmöglichkeiten ein wichtiges Forschungsthema und von hoher Relevanz für die Umwelt sowie die Zukunftsfähigkeit der Industrie. Ein vielversprechender Ansatz ist in diesem Zusammenhang die so genannte Prozessintensivierung. Ihr Ziel ist es, mehrere Operationen in einem einzigen Apparat zusammenzufassen, um die Effizienz des Prozesses zu erhöhen [Grü18]. Ein bekannter Vertreter dieser Gruppe im Bereich der Destillation sind Trennwandkolonnen [Mer05, Kis13, Asp10]. Diese erlauben die Trennung eines ternären Gemisches in einer einzigen Kolonne (vgl. Abbildung 1 b). Konventionell sind für diese Trennung zwei Kolonnen erforderlich, beispielsweise die sogenannte „Direkte Sequenz“ (vgl. Abbildung 1 a). Für die Trennung ternärer Stoffsysteme wird in der Literatur eine Senkung des Energieverbrauchs um ca. 30 % im Vergleich zu konventionellen Destillationssequenzen angegeben [Tri92, Li20, Sch02].

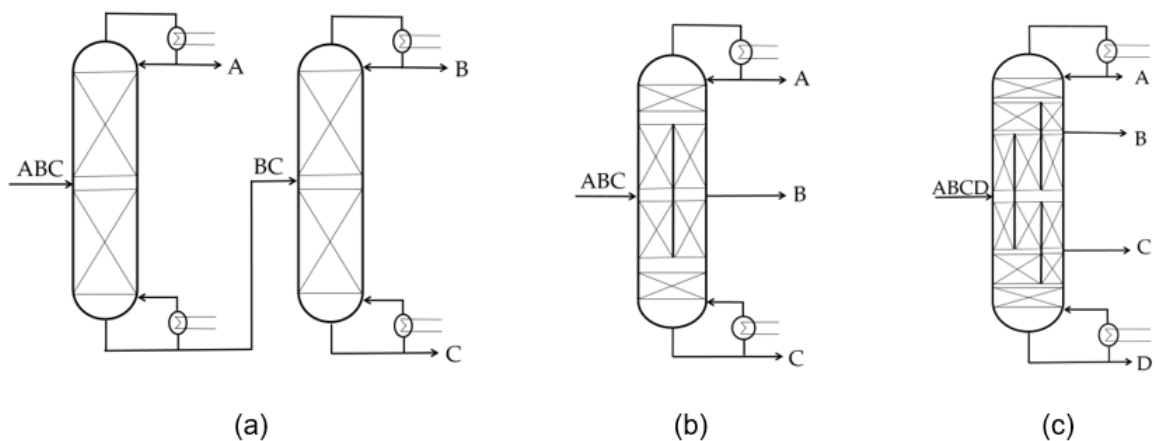


Abbildung 1) Trennung eines ternären Systems bestehend aus A (Leichtsieder), B (Mittelsieder) und C (Schwersieder) (a) in einer Verschaltung aus zwei Kolonnen („Direkte Sequenz“) und (b) in einer Trennwandkolonne. (c) zeigt die Trennung einer quaternären Mischung in einer multiplen Trennwandkolonne. Die Kreuze kennzeichnen trennwirksame Segmente.

Die Energieeinsparung ist dabei der Tatsache geschuldet, dass diese Kolonne am thermodynamischen, also energetischen, Optimum betrieben werden können. Eine Trennung eines ternären Stoffsystems mit weiter reduziertem Energieeinsatz ist dabei nicht möglich.

Aufgrund der deutlich erhöhten Komplexität sind Trennwandkolonnen jedoch immer noch eine Nischenanwendung in der chemischen Industrie. Das Prinzip wurde 1946 patentiert [Wri49] und 1985 erstmals in der chemischen Industrie in großtechnischem Maßstab

eingesetzt [Kai04]. Seitdem nimmt die Zahl dieser Kolonnen ständig zu. Im Jahr 2011 wurden etwa 125 Anlagen gemeldet und für 2015 wurden etwa 350 prognostiziert [Yil11]. Dementsprechend kann man heute davon ausgehen, dass mindestens 500 - 1000 Kolonnen im Einsatz sind.

Die konsequente Weiterentwicklung der beschriebenen einfacher Trennwandkolonnen zur Trennung ternärer Systeme sind multiple Trennwandkolonnen, die Energieeinsparungen von bis zu 55 % für quaternäre Trennaufgaben bieten [Dej11, Dej14]. Abbildung 1c zeigt eine multiple zur Trennung quaternärer Mischungen mit drei internen Trennwänden. Allerdings steigt die Komplexität dieser Anlagen weiter deutlich an. Dies ist der Hauptgrund dafür, dass nach dem Wissen des Autors noch keine reale Anlage dieser Art gebaut wurde und sich dementsprechend alle diesbezüglichen Untersuchungen auf Simulationen stützten. Die Arbeitsgruppe Thermische Prozesstechnik des Instituts für Chemieingenieurwesen entwickelte die weltweite erste multiple Trennwandkolonne und errichtete diese in einer neu erbauten Technikumsinfrastruktur im Jahr 2021. Wesentliche Teile der diesbezüglichen Entwicklungs- und Forschungstätigkeit wurde durch die DBU (Az. 34815/01 -21) gefördert.

Das von der DBU geförderte Forschungsvorhaben unterteilt sich in drei wesentliche Fragestellungen. Die oben erwähnte Komplexität der Anlagen spiegelt sich in einer großen Zahl von Freiheitsgraden wieder. In der Literatur werden unterschiedliche Ansätze zur Vereinfachung der multiplen Trennwandkolonnen diskutiert, die zum einen die Zahl der Freiheitsgrade verringern und zum anderen weiterhin die Trennung am energetischen Optimum erlauben. In einem ersten Arbeitspaket sollte unter Einsatz rigoroser Prozesssimulationen untersucht werden ob, und falls ja welche Vereinfachungen für die in Ulm zu bauende Anlage in Frage kommen. Diese Fragestellung ist eng verknüpft mit den zu untersuchenden Beispielstoffsystemen für die experimentelle Forschung an der realen Anlage. Diese müssen unterschiedliche Kriterien erfüllen, wie beispielsweise geringe Toxizität und Mutagenität, niedrigen Flammpunkt, geringe Korrosion, chemische und thermische Stabilität und geringer Preis. Zusätzlich sollen die thermodynamischen Eigenschaften der gewählten Stoffsysteme eine große Bandbreite abbilden. Es wurden zunächst sieben Stoffsysteme identifiziert, die in den kommenden Jahren als Beispielsysteme dienen sollen. Umfangreiche Simulationsstudien konnten belegen, dass eine vereinfachte Anlagenkonfiguration mit zwei anstatt drei internen Trennwänden für alle Beispielsysteme die Trennung am energetischen Optimum erlaubt und gleichzeitig die Anzahl der Freiheitsgrade um 4 reduziert. Die Ziele dieses ersten Arbeitspaketes konnten somit vollumfänglich erreicht werden. Das zweite Arbeitspaket adressierte nun die praktische Umsetzung, also die ingenieurstechnische Planung, das Design und den Bau der weltweit ersten multiplen Trennwandkolonne. Dies erfolgte in enger Zusammenarbeit mit der Industrie. Es gibt nicht viele Unternehmen, die in der Lage sind einen derart komplexen Trennapparat planungsseitig zu begleiten und schließlich zu bauen. Mit der Firma Iludest GmbH aus Waldbüttelbrunn bei Würzburg konnte ein leistungsfähiger Partner für diese Aufgabe gefunden werden. Besonderer Augenmerk während der 12 Monate dauernden Entwicklung war die größtmögliche Flexibilität der Anlage. Schließlich soll diese über viele Jahre, idealerweise Jahrzehnte, für Forschungsfragen genutzt werden und die Aufgabenstellungen sind über

solche Zeiträume schwer zu prognostizieren. Aus diesem Grund ist es ein unbedingtes Erfordernis, dass die Anlage leicht an neue Fragestellungen anzupassen ist. Auf Basis stationärer und dynamischer Simulationen erfolgte die rechnerische Absicherung der Anlage. Insbesondere die dynamischen Simulationen waren von Bedeutung, da mit ihrer Hilfe im Rahmen dieses Arbeitspaketes ein robustes und gleichzeitig relativ einfaches Regelkonzept erarbeitet werden konnte. Auch dieses Arbeitspaket konnte erfolgreich und unter Erreichung der gesteckten Ziele abgeschlossen werden. Die Anlage wurde mit Unterstützung der Deutschen Forschungsgemeinschaft im Rahmen eines Großgeräteantrages angeschafft und in der neu errichteten Technikumsinfrastruktur an der Universität Ulm errichtet. Das dritte Arbeitspaket umfasst nun überwiegend experimentelle Arbeiten. Der reale Betrieb der Anlage ist zu testen, insbesondere die dynamischen und instationären Vorgänge während des Anfahrens der Anlage. Auch hierzu wurden im Vorfeld dynamische Simulationsstudien durchgeführt. Die ersten Versuche dienten dazu die Anlage und ihr Betriebsverhalten kennenzulernen und „Kinderkrankheiten“ zu erkennen und abzustellen. In der darauffolgenden Phase, die noch nicht gänzlich abgeschlossen ist, wird das Anfahrverhalten studiert und mit Simulationen verglichen. Die Ergebnisse sind äußerst zufriedenstellend und belegen die Leistungsfähigkeit der entwickelten Anfahrstrategie. Ein erster „Proof-of-Concept“ ist damit erfolgt und es konnte belegt werden, dass die Anlage die definierten Funktionalitäten erfüllt und zufriedenstellende Produktreinheiten liefert. Damit kann auch das dritte Arbeitspaket als abgeschlossen betrachtet werden.

3.0 Hauptteil

Dieser Abschnitt untergliedert sich in die einzelnen Arbeitspakete, beschreibt die Zielsetzung, die angewandten Methoden und diskutiert die erzielten Ergebnisse.

3.1 Entwicklung eines vereinfachten Designs für multiple Trennwandkolonnen

Multiple Trennwandkolonnen sind die konsequente Weiterentwicklung der einfachen Trennwandkolonnen, da sie die Möglichkeit bieten, vier oder mehr reine Produktfraktionen in einem Kolonnenmantel zu produzieren, was zu einer gleichzeitigen Reduzierung der Betriebskosten sowie auch der Investitionskosten im Vergleich zu klassischen Sequenzen wie der direkten Sequenz führt. Im Rahmen des geförderten Vorhabens wurden mTWK untersucht, die in der Lage sind, quaternäre Stoffsysteme in einer einzigen Kolonne voneinander zu trennen. Dazu sind in der Standardkonfiguration 3 interne Trennwände erforderlich (vgl. Abbildung 1c). Diese Kolonne wird auch 2-3-4-Konfiguration genannt (zwei Produkte aus dem Vorfraktionierer, drei Produkte aus dem Mittelfraktionierer und vier Produkte aus dem Hauptfraktionierer), kann im thermodynamischen Optimum betrieben werden [Hal03]. Das bedeutet, dass sie den geringsten denkbaren Energiebedarf für die gegebene Trennaufgabe hat, da in jedem Trennabschnitt der Kolonne immer die thermodynamisch „einfachste“ Trennung durchgeführt wird. Allerdings nimmt die Komplexität von multiplen Trennwandkolonnen im Vergleich zu Trennwandkolonnen mit nur einer Trennwand zu, da die Zahl an Freiheitsgraden von 12 auf 23 ansteigen [Rän19]. Diese Freiheitsgrade sind gleichzeitig Designgrößen, die im Rahmen der Auslegung definiert werden müssen. Dabei müssen sie so gewählt werden, dass die gefundene Konfiguration die Trennaufgabe am energetischen Optimum ermöglicht, was eine große Herausforderung ist. Die 23 Freiheitsgrade setzen sich, bei definiertem Feedstrom, wie folgt zusammen: Anzahl der theoretischen Stufen (entspricht der Höhe) der 12 Trennsektionen der Kolonne (vgl. Abbildung 1c), Betriebsdruck, 3 flüssige Splits oberhalb der Trennwände, 3 gasförmige Splits unterhalb der Trennwände, 4 Spezifikationen für die Produktströme.

Eine Möglichkeit, die Zahl der Freiheitsgrade und damit die Komplexität zu reduzieren, bieten vereinfachte multiple Trennwandkolonnen, die mit weniger als drei Trennwänden ausgestattet sind und damit einfacher ausgelegt und betrieben werden können. Abbildung 2 zeigt verschiedenen Varianten eines vereinfachten Designs einer der multiplen Trennwandkolonne. Jede der Konfigurationen kommt mit weniger als drei internen Trennwänden aus. Die sog. „Kabel-Kolonne“ (Abbildung 2a) ist letztlich eine einfache Trennwandkolonne mit nur einer einzigen Trennwand aber mit vier Produktströmen [11]. Diese Kolonne hat den Vorteil einer relativ einfachen Bauweise, kann aber unter keinen Umständen im thermodynamischen Optimum betrieben werden, weswegen sie nicht weiter betrachtet wird. In Abbildung 2 b und 2 c sind zwei Konfigurationen zu finden, die als 2-2-4-b, respektive 2-2-4-a Konfiguration bekannt sind. Sie verfügen über zwei anstatt drei Trennwände und erlauben, einzig abhängig von den Eigenschaften des zu trennenden Systems, den Betrieb am thermodynamischen Optimum. Diese Vereinfachungen wurden bereits von verschiedenen Autoren untersucht [Dej11, Dej14].

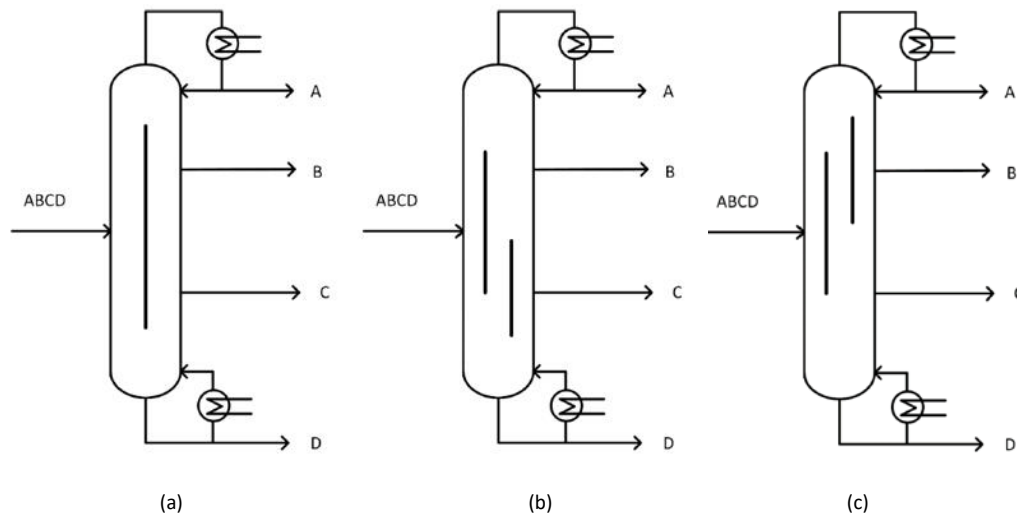


Abbildung 2) Vereinfachte Konfigurationen der multiplen Trennwandkolonne mit der „Kaibel-Kolonne“ (a), der 2-2-4-b Konfiguration (b) sowie der 2-2-4-a Konfiguration (c).

Ob die 2-2-4-a-Konfiguration oder die 2-2-4-b-Konfiguration für eine Trennaufgabe die bessere Wahl ist, hängt, wie gesagt, allein von den Eigenschaften des zu trennenden Stoffsystems ab. Der konstruktive Aufbau der beiden Konfigurationen unterscheidet sich nur wenig, nämlich in der vertikalen Platzierung der zweiten Trennwand. Der große Vorteil dieser beiden Konfigurationen ist die Reduzierung der Freiheitsgrade um 4 (2 Kolonnensegmente, sowie jeweils ein Dampf- und ein Flüssigkeitssplit).

Bevor nun die Frage beantwortet werden kann ob für den geplanten Bau einer Anlage in Ulm eine der vorgestellten Vereinfachung in Frage kommt, muss zunächst geklärt werden, welche Stoffsysteme zu untersuchen sind.

Da die Anwendbarkeit der genannten potentiellen Vereinfachungen vor allem von den Eigenschaften des zu trennenden Gemisches abhängt, wurden in einem ersten Schritt mögliche Testsysteme für die Trennungen definiert. Es ist zu beachten, dass die Kolonne in einer universitären Umgebung betrieben werden soll. Daher gibt es strenge Auflagen in Bezug auf Toxizität, Umweltauswirkungen und Brandgefahr sowie den Preis. Zu diesem Zweck wurde anhand eines Komponentenpools, der aus sechs verschiedenen Stoffgruppen besteht, ein Ranking mit den Hauptbewertungskriterien Toxizität, Brandgefahr und Umweltverträglichkeit durchgeführt. Zusätzlich flossen weitere Kriterien in die Untersuchungen ein, wie beispielsweise die Temperaturklasse oder der Preis. Die ursprüngliche Liste potentieller quaternärer Stoffsysteme reduzierte sich so auf wenige Dutzend Kandidaten. Im nächsten Schritt erfolgte eine Analyse des thermodynamischen Verhaltens. Insbesondere sollten in diesem Schritt azeotropbildende Systeme ausgeschlossen werden, da diese auf absehbare Zeit keinen Forschungsschwerpunkt bilden werden. Zur Analyse der entsprechenden Dampf-Flüssigkeits-Gleichgewichte wurde das „Physical Property Package“ des Prozesssimulators

AspenPlus© V10 verwendet. Nach diesem Schritt blieben 7 Stoffsysteme übrig, die in Tabelle 1 zusammengefasst sind.

Tabelle 1: Definierte Testsystem für theoretische und experimentelle Untersuchungen an der multiplen Trennwandkolonne.

Mixture 1	Mixture 2	Mixture 3	Mixture 4	Mixture 5	Mixture 6	Mixture 7
Methyl Acetate	Methyl Acetate	Methyl Acetate	Methyl Acetate	Methyl Acetate	Butanal	Ethanol
Butanal	Butanal	Butanal	Butanal	1-Propanol	1-Propanol	1-Propanol
1-Propanol	1-Propanol	n-Propyl Acetate	Isobutanol	Isobutanol	Isobutanol	Isobutanol
Isobutanol	1-Butanol	1-Butanol	1-Butanol	1-Butanol	1-Butanol	1-Butanol

Nachdem die Definition der Stoffsysteme erfolgte, konnte geprüft werden, ob eine der vereinfachten Kolonnenkonfigurationen aussichtsreich ist. Da die Kaibel-Kolonne (Abbildung 2a) nicht am thermodynamischen und damit energetischen Optimum arbeiten kann, beschränkten sich die Betrachtungen auf die Konfigurationen 2-2-4-b sowie die 2-2-4-a (Abbildung 2b und 2c). Die Analyse des Energiebedarfs erfolgte auf Basis der sog. V_{\min} Methode, die in [Rän18, Räng21] ausführlich dargestellt wird. Als Referenz diente das thermodynamische Optimum (entsprechend des minimalen Dampfbedarfs der Destillation) der nicht vereinfachten Konfiguration, mit drei Trennwänden, entsprechend Abbildung 1c. Im Vergleich zu diesem energetischen Optimum wiesen alle untersuchten Stoffsysteme aus Tabelle 1 innerhalb der 2-2-4-b Konfiguration einen höheren Energiebedarf auf. Bei der 2-2-4-a Konfiguration dagegen konnten alle untersuchten Systeme mit Ausnahme des Systems 2 (Tabelle 1) ohne Energieverlust, also am energetischen Optimum, destilliert werden. Damit konnte auf theoretischer Basis gezeigt werden, dass die 2-2-4-a Konfiguration für den Großteil der identifizierten Stoffsysteme eine valide Vereinfachung darstellt, die dennoch die Destillation am energetischen Optimum erlaubt.

Die auf Basis der V_{\min} Methode erhaltenen Ergebnisse wurden zum Zweck der Validierung noch auf Basis rigoroser Prozesssimulation überprüft sowie ein potentieller Betriebspunkt festgelegt. Die Simulationen erfolgten auf Basis des Stoffsystems 7 (Ethanol, Propanol, Isobutanol, Butanol), da dieses aufgrund seiner relativ einfachen Handhabbarkeit zunächst primär für die experimentellen Untersuchungen in der geplanten Anlage zu Einsatz kommen soll. Es bildet auch die wesentliche Grundlage für die Auslegung der multiplen Trennwandkolonne. Für die rigorosen Prozesssimulationen wurde das thermodynamische Modell NRTL (Non-Random-Two-Liquid) verwendet, da es eine sehr gute Genauigkeit aufweist und für alkoholische Gemische empfohlen wird [Val12]. Als Apparatemodell innerhalb der AspenPlus©-Umgebung wurde das RadFrac-Modell verwendet. Die durchgeführten Simulationsstudien dienten dabei zwei Zielen. Zunächst sollten die Ergebnisse der V_{\min} Methode validiert werden, also die Trennbarkeit der Stoffsysteme bei minimalem Energieeinsatz. Hierbei ist zu beachten, dass in der rigorosen Prozesssimulation die Vereinfachungen der V_{\min} Methode nicht mehr getroffen werden, insbesondere die Annahme unendlicher Stufen. Der Einfluss endlicher Stufen ist in [Rän21] ausführlich beschrieben. Darüber hinaus sollten mögliche Betriebspunkte ermittelt werden, die zu einem ersten Anlagendesign führen. Dieses Design bildet die Basis der in Arbeitspaket 2 angestrebten ingenieurtechnischen Auslegung des Apparates. Das Vorgehen ist im Detail in der

Veröffentlichung von Preißinger [Pre19] beschrieben, welche ein direktes Ergebnis des geförderten Projektes darstellte und wird hier nur kurz erläutert. Aufgrund der hohen Zahl der Freiheitsgrade handelt es sich bei der Suche nach einem optimalen Betriebspunkt um ein mehrkriterielles Optimierungsproblem, bei dem die Höhe der Kolonne (= Anzahl theoretischer Stufen) sowie der Dampfbedarf (= Energiebedarf) gleichermaßen zu minimieren sind. Die hierzu beitragenden Designvariablen sind zahlreich und beinhalten die weiter oben beschriebenen Freiheitsgrade. Die Reinheit aller 4 Produkte sollte in diesem Szenario mindestens 98 mol-% betragen. Die Arbeitsgruppe Thermische Prozesstechnik ist heute in der Lage, auf Basis jüngst entwickelter mathematischer Optimierungsalgorithmen diese Art von Optimierungsproblemen schnell und robust zu lösen. Zum Zeitpunkt der Bearbeitung des hier diskutierten Arbeitspaketes stand dieses Werkzeug noch nicht zur Verfügung und es wurde ein in der Literatur vorgeschlagener hierarchischer Ansatz gewählt [Kis13]. Das Ergebnis der mehrkriteriellen Optimierung ist eine sogenannte N-Q-Kurve (Abbildung 3). Hier sind die beiden Zielgrößen auf den jeweiligen Achsen aufgetragen. Die dargestellte Funktion stellt eine Paretofront dar, also die besten Kompromisse zwischen den beiden sich widersprechenden Zielgrößen. Typischerweise werden Betriebspunkte im Bereich der größten Krümmung der Paretofront gewählt, da dort, für das zugrundeliegende Optimierungsproblem, beide Zielgrößen sinnvoll niedrig sind.

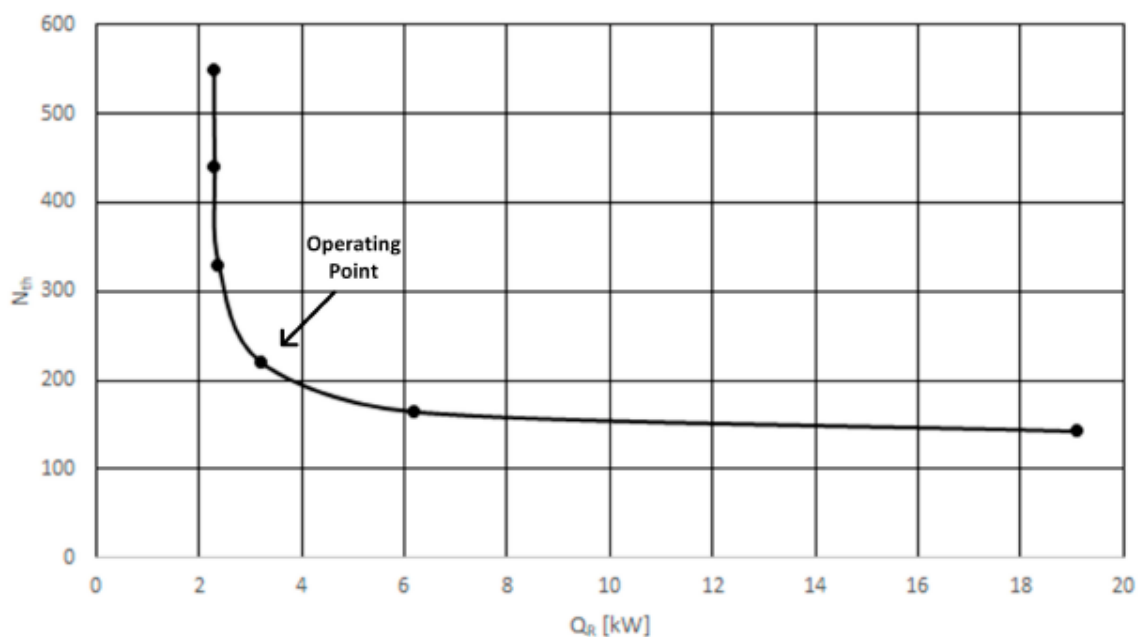


Abbildung 3) NQ-Kurve mit interpoliertem Spline der Simulationsergebnisse bei Produktreinheiten von mindestens 98 mol-% für das Stoffsystem Ethanol, Propanol, Isobutanol, Butanol.

Wie aus Abbildung 3 zu erkennen ist, wurde der Betriebspunkt so gewählt, dass ca. 220 theoretische Stufen erforderlich sind (Summe über alle Kolonnensegmenten) und eine Verdampferleistung von ca. 3 kW.

Das Zwischenfazit an dieser Stelle ist, dass die Zielsetzung des Arbeitspaketes 1 vollumfänglich erreicht werden konnte. Die wesentlichen Ergebnisse sind die Definition von sieben potentiellen Stoffsystemen, die im Rahmen der experimentellen Untersuchungen zum Einsatz kommen können und alle Anforderungen und Kriterien erfüllen. Auf Basis dieser Auswahl konnte dann ein vereinfachtes Apparatedesign erarbeitet werden, welches die interne Struktur der multiplen Trennwandkolonne vereinfacht und dennoch für die betrachteten Stoffsysteme die energetisch günstigste Trennung erlaubt.

3.2 Ingenieurwissenschaftliche Auslegung der Kolonne

Auf Basis der in Kapitel 3.1 erzielten Ergebnisse erfolgt nun die Auslegung der Kolonne. Dies erfolgte in Kooperation mit dem KMU Iludest GmbH aus Waldbüttelbrunn bei Würzburg, mit dem zusammen die Kolonne realisiert wurde. Das Unternehmen ist für seinen hochspezialisierten wissenschaftlichen Apparatebau bekannt. Seitens der Arbeitsgruppe „Thermische Prozesstechnik“ wurden die Anforderungen spezifiziert sowie das thermodynamische und fluiddynamische Design geliefert, welches aus rigorosen Simulationen ermittelt wurde. Die Firma Iludest leistete die praktische Realisierung der Kolonne. Die Auslegung der Kolonne erfolgte auf Basis der in Kapitel 3.1 beschriebenen stationären Simulationen. Hier ist zu bemerken, dass es bauseitig die Beschränkung auf eine maximale Anlagenhöhe von 9,80 m gab. Im Sinne der Flexibilität sollte die Trennleistung der Anlage so groß wie möglich sein, weswegen für die Packung die Laborpackung Sulzer EX mit hoher spezifischer Oberfläche und damit Trennleistung gewählt wurde, die ca. 20 theoretische Stufen pro Meter liefert. Entsprechend des oben genannten Betriebspunktes verfügt die Kolonne also über rund 220 theoretische Trennstufen aufsummiert über alle Sektionen. Diese Trennleistung ist entsprechend der durchgeführten Simulationen ausreichend für um die gewünschten Reinheiten in den identifizierten Beispielstoffsystemen zu erreichen und bietet zusätzlich höchstmögliche Flexibilität für künftige, heute noch unbekannt, Forschungsfragestellungen. Eine andere wesentliche Fragestellung ist der Durchmesser der einzelnen Kolonnensegmente. Hier ist zu beachten, dass zum einen unerwünschte Wandeffekte wie Randgängigkeit und unerwünschte Kondensation zu vermeiden sind und deswegen der Durchmesser nicht kleiner als 50 mm sein sollte, einen üblichen Wert für Technikumsanlagen. Gleichzeitig ist eine gleichmäßige Gasbelastung zu gewährleisten. Da der aufsteigende Dampfstrom sich auf mehrere parallele Segmente aufteilen müssen diese, bei gleicher Gasbelastung, somit geringere Durchmesser aufweisen als das oberste bzw. unterste Kolonnensegment in denen der gesamte Dampfstrom strömt. Zur Abschätzung der Gasbelastung wurden fluiddynamische Untersuchungen angestellt. Im Rahmen dieser fluiddynamischen Auslegung ist also die Querschnittsfläche der einzelnen Kolonnenabschnitte bestimmt werden, um sinnvolle Dampf- und Flüssigkeitsbelastungen zu realisieren. Zu diesem Zweck werden die aus der thermodynamischen Auslegung gewonnenen internen Gasströme verwendet. Als Auslegungs-Feedstrom wurde 12,5 kg/h einer äquimolaren Mischung des Systems 7 (Tabelle 1) gewählt. Die Mengen sind im Technikum noch relativ gut zu handhaben. Der F-Faktor wurde als Entscheidungskriterium für die Wahl der richtigen Durchmesser verwendet, da er leicht zu berechnen ist. Er ergibt sich aus dem Produkt der Gasrohrgeschwindigkeit mit der Quadratwurzel der Gasdichte. Letztere kann wiederum aus den stationären Simulationen entnommen werden. Für Laborpackungen sollte der F-

Faktor in der Regel kleiner als 1 sein. Um die Kolonne flexibel zu halten, wurde beschlossen, für die Kolonnenabschnitte eher größere Durchmesser zu wählen. Dies wirkt sich auch positiv auf den Wärmeverlust aus und bietet Flexibilität für zukünftige, unbekannte Trennaufgaben. Der Ausgangspunkt unserer Überlegungen war dabei die Verwendung von nur einer geringen Anzahl von unterschiedlichen Durchmessern. Das genaue Vorgehen ist in [Pre19] beschrieben. Als Ergebnis der fluiddynamischen Untersuchungen wurde für die nicht parallel geführten Segmente ein Durchmesser von 80mm gewählt und für alle anderen Segmente ein Durchmesser von 50mm.

Der folgende Abschnitt erhält nun die Zusammenfassung sämtlicher Designmerkmale der ausgelegten Kolonne.

Wie bereits erwähnt, wird die Kolonne modular realisiert, d.h. jeder Trennabschnitt wird als eigene Kolonne ausgeführt. Dieses Konzept ist typisch für bereits existierende Laboranwendungen einfacher Trennwandkolonnen und wird auch als „Brugma-Konfiguration“ bezeichnet. Es ist zu unterstreichen, dass diese Konfiguration thermodynamisch absolut identisch ist mit der Ausführung von Trennwänden innerhalb eines einzigen Kolonnenmantels. Die „Brugma-Konfiguration“ hat außerdem den Vorteil, dass ein unerwünschter Wärmeübergang durch die Trennwände vermieden werden kann, was bei relativ kleinen Laborkolonnen sonst zu Problemen im robusten Betrieb führen kann. Ein weiterer Vorteil ist die leichte Zugänglichkeit zu jedem einzelnen Trennabschnitt. Bei Bedarf können in Zukunft einzelne Abschnitte gegen andere mit anderen Durchmessern oder Zwischenräumen ausgetauscht werden, was zusätzlich die Flexibilisierungsoptionen erhöht. Außerdem ist jedes Kolonnensegment doppelwandig ausgeführt, verspiegelt, evakuiert und mit einem geregelten elektrischen Heizmantel ausgestattet, der die Aufheizzeit beim Anfahren verkürzt und als Isolierung gegen Wärmeverluste an die Umgebung wirkt. Damit kann die Anlage nahe am erwünschten adiabaten Zustand betrieben werden. Außerdem besteht die Möglichkeit, am Boden jedes Segments eine Probe der Flüssigkeit zu entnehmen. Temperatursensoren (PT 100) befinden sich in 25 cm Abständen in allen Kolonnensegmenten, was in etwa einer Teilung von 5 theoretischen Stufen entspricht. Ein zusätzlicher Temperatursensor befindet sich an jedem Verbindungsstück zwischen den Segmenten. So ist es möglich, ein sehr genaues Temperaturprofil zu erhalten. Da der Druckabfall ein entscheidender Parameter ist, insbesondere für die Aufteilung des Dampfes unterhalb der Trennwände, gibt es eine Druckdifferenzmessung für jeden einzelnen Abschnitt. Die Zulauf- und Produktleitungen verfügen über hochpräzise Coriolis-Massendurchflussmessern. Darüber hinaus ist die Zulaufleitung mit einem Vorwärmer ausgestattet um den thermischen Zustand nahe am Siedepunkt einzustellen. Jede der vier Produktleitungen verfügt zudem über einen Kühler. Abbildung 4 zeigt den schematischen Aufbau der Anlage mit allen verbauten Sensoren sowie der Peripherie wie Pumpen und Tanks.

Um den Druckabfall und damit die Auftrennung des Dampfes auf die verschiedenen Seiten der Trennwände zu beeinflussen, verfügen die unteren Abschnitte der Kolonnen C22, C33, C13 und C35 (Abbildung 4) über einstellbare Blenden. Durch die Anpassung des freien Durchmessers der Blenden kann der Druckabfall in diesen Abschnitten angepasst und somit die Aufteilung des Dampfes auf die beiden darüber liegenden Sektionen verändert werden. Es

muss jedoch betont werden, dass diese Änderung nur während der Stillstandszeit der Kolonne vorgenommen werden kann und nicht während des laufenden Betriebs der Anlage möglich ist. Es handelt sich vielmehr um eine Möglichkeit, die dynamischen Eigenschaften des Fluids und des Dampfsplits für eine optimale Trennung möglicher anderer Einsatzstoffgemische zu ändern, ohne dass die Art und Höhe der Packungen geändert werden müssen. Dies ist ein wichtiges Attribut der Anlage, da die Dampfsplits ein wesentlicher Freiheitsgrad sind und maßgeblich dazu beitragen die gewünschten Trennungen innerhalb der Kolonne zu erreichen. Zur Vereinfachung sind die Dampf- und Flüssigkeitsanschlüsse in Abbildung 4 als Dreiwegeventil dargestellt. In der Realität werden sie über Y-Stücke realisiert. Abbildung 5 zeigt ein solches Y-Stück, welches zwei parallel geführte Kolonnensegmente zu einem einzigen vereint.

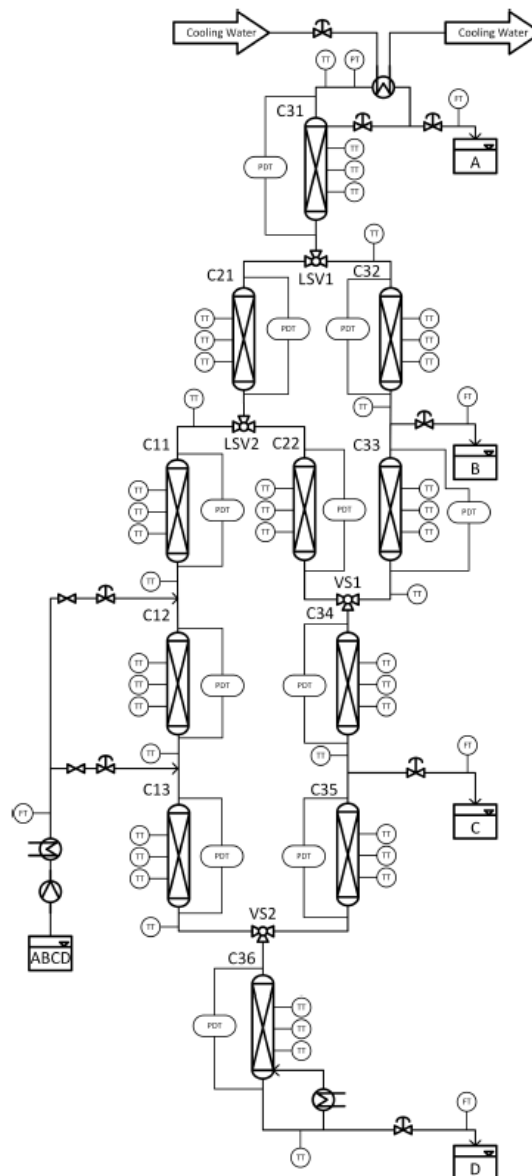


Abbildung 4) Schematisches Fließbild der multiplen Trennwandkolonne (RI-Fließbild).



Abbildung 5) Y-Stück an der realen Anlage.

Für nicht kondensierbare Gase, die über den Zulauf in die Kolonne gelangen, ist der Kondensator zur Umgebung hin offen. So kann bei atmosphärischen Betrieb ein Druckanstieg in der Anlage verhindert werden. Das im Kondensator anfallende Kondensat wird entweder als Kopfprodukt entnommen oder der Kolonne als Rücklauf zurückgeführt. Dies erfolgt über ein On-Off Ventil, welches entweder die Entnahme oder den Rücklauf schaltet. Die Schaltdauern des Ventils lassen sich stufenlos festlegen um das gewünschte Rücklaufverhältnis zu erreichen. Dies ist eine für Laborkolonnen typische Variante und kann als Stand der Technik angesehen werden. Für die Produktabzüge sowie für die Flüssigkeitssplits oberhalb der Trennwände werden magnetisch/pneumatische Schwenktrichter verwendet, die das gleiche Funktionsprinzip wie das Destillatventil haben. Am Boden der Kolonne ist ein stufenlos regelbarer elektrischer Verdampfer mit einer Leistung von 10 kW installiert, vgl. Abbildung 6. Das maximale Arbeitsvolumen des Verdampfers beträgt etwa 40 l. Es ist eine Vakuumpumpe installiert die einen Betriebsdruck der Kolonne von bis zu 2 mbar ermöglicht. Auch wenn der Betrieb im Vakuum für die in Tabelle 1 genannten Stoffsysteme nicht zwangsläufig erforderlich ist, so ist diese technische Fähigkeit im Hinblick auf die flexible Einsatzfähigkeit der Anlage von Bedeutung.

Um die Kolonne zu steuern, wird ein Prozessleitsystem benötigt, welches vom Hersteller der Anlage bereitgestellt wird. Es beinhaltet die Möglichkeit der flexiblen Erweiterung, beispielsweise der Anbindung der LabView® Software. Somit kann jeder an der Anlage verbaute Sensor in das Regelkonzept eingebunden werden. So können unterschiedlichste Regelkonzepte getestet werden.



Abbildung 6) Unterer Teil der realen Anlage, das rot-isolierte Bauteil ist der Verdampfer.

Im Folgenden Abschnitt werden die örtlichen Gegebenheiten, in denen die Pilotanlage aufgebaut wurde kurz beschrieben, da sie einen relevanten und unverzichtbaren Teil der Infrastruktur darstellen. Für die Pilotanlage ist ein Platz im Technikum der Universität Ulm vorgesehen. Die Pilotanlage wird über drei Etagen (Untergeschoss, erstes und zweites Obergeschoss) installiert und ist in der Höhe auf ca. 9,8 m begrenzt. Im ersten Obergeschoss befinden sich außerdem der Kontrollraum, ein Labor und ein Chemikalienlager. Da sich das Chemikalienlager nicht direkt neben der Anlage befindet und auch nicht durch Rohrleitungen verbunden ist, gibt es zwei Behälter für das Gemisch, welches als Feedstrom in die Anlage gepumpt wird: einen beweglichen und einen stationären. Der bewegliche Behälter befindet sich in einem Gerüst montiert, welches beweglich auf Rollen steht. Dieses wird im Chemikalienlager mit dem gewünschten Gemisch befüllt und dann zur Anlage bewegt und dort angeschlossen. Aus dem beweglichen Behälter wird der stationäre Behälter, der sich im Untergeschoss befindet, befüllt. Das Umfüllen erfolgt alleine Schwerkraftgetrieben, es wird keine Pumpe benötigt. Beide Tanks sind durch einen Verbindungsschlauch für die Flüssigkeit und durch eine Gaspendelleitung zum Druckausgleich verbunden. Für den Betrieb der Anlage wird der Feed aus dem stationären Feed-Tank durch eine Pumpe über den Feedvorwärmer in die Kolonne gepumpt. Die vier Produkttanks befinden sich ebenfalls im Keller und sind über

eine Rücklaufpumpe mit dem beweglichen Speisetank verbunden. Auf diese Weise kann das Produkt im Falle eines längeren Versuchs in den beweglichen Vorlagebehälter zurückgepumpt werden. Nach dem Zurückpumpen der Produkte in den beweglichen Vorlagebehälter kann die Zusammensetzung im Tank im angrenzenden Labor analysiert und das Gemisch bei Bedarf neu angepasst werden. Obwohl bei der Auswahl der zu verwendenden Mischungen besonders darauf geachtet wurde, dass keine gefährlichen Stoffe verwendet werden, ist es nicht möglich, brennbare und explosive Stoffe zu vermeiden. Daher müssen spezielle Sicherheitseinrichtungen installiert werden, um den Betrieb der Kolonne so sicher wie möglich zu gestalten. Die Kolonne sowie die Zulauf- und Produkttanks befinden sich in einem Makrolon-Gehäuse, welches unabhängig von der Laborluftabsaugung zusätzlich abgesaugt wird. Damit soll verhindert werden, dass sich im Falle einer Leckage Lösungsmittel um die Kolonne herum ansammeln. Zusätzlich dient die Einhausung als Spritzschutz und erfüllt so die Funktion eines großen Laborabzugs. Darüber hinaus wird die Lösungsmittelkonzentration an mehreren Stellen der Einhausung durch ein Gaswarnsystem überwacht. Steigt die Lösungsmittelkonzentration über einen vordefinierten Wert an, wird die Anlage automatisch in einen sicheren Zustand gebracht. Darüber hinaus befinden sich Auffangwannen unter der Kolonne sowie unter den Zulauf- und Produkttanks, um im Falle eines Lecks austretende Flüssigkeit aufzufangen. In den Wannens sind Leckagesensoren installiert, die im Falle des Ansprechens die Kolonne ebenfalls in einen sicheren Zustand fahren, ohne dass die Bedienmannschaft eingreifen muss. Auch der Verdampfer ist mit einer Sicherheitsfüllstandsüberwachung ausgestattet. Dadurch wird sichergestellt, dass die elektrische Heizung des Verdampfers nicht beschädigt wird, wenn sie nicht mehr mit Flüssigkeit bedeckt ist. Das gesamte Technikum wird unter einem Ex-Schutz Regime betrieben und vom TÜV überwacht.

Neben der Auslegung der Kolonne selbst, besteht eine wesentliche Aufgabe in der Auslegung des Regelkonzeptes. Für jede Anlage, und insbesondere für solche dieser Komplexität, ist eine funktionierende Regelstrategie unumgänglich um einen stabilen Betrieb der Kolonne zu gewährleisten. Die Simulation des dynamischen Kolonnenverhaltens wurde in der Softwareumgebung Aspen HYSYS durchgeführt. Das Modell wurde unter Verwendung von sieben rigorosen Destillationskolonnenmodellen erstellt, um die interne Kolonnenkonfiguration thermodynamisch konsistent darzustellen und eine einfachere Quantifizierung und Kontrolle der Dampf- und Flüssigkeitssplits zu ermöglichen, die bei dieser Art von Apparatemodell als separate Einheiten und Ströme extrahiert werden. Die dynamische Simulation ist druckgesteuert, um ein möglichst realistisches Systemverhalten zu erreichen. Das thermodynamische Modell NRTL wurde zur Modellierung der VLE verwendet, wobei die binären Parameter mit Literaturdaten aus der Dortmunder Datenbank (DDB) verglichen wurden. Zunächst wurden für ein einziges Stoffsystem (System 7) unterschiedliche Konfigurationen getestet, die teilweise der Literatur entnommen wurden und teilweise adaptiert wurden. Das genaue Vorgehen ist in [Pre21, Pre21_2] beschrieben. Diese Veröffentlichung ist ein direktes Ergebnis des geförderten Projektes. Die Leistung der entwickelten Regelungsstrukturen im geschlossenen Regelkreis wird anhand einer Reihe von kontrollierten Störungen bewertet, die 5 Minuten nach Beginn der Simulation in das System eingeführt werden. Als beobachtete Variablen müssen die Produktreinheiten im neuen

stationären Zustand für jeden der vier Produktströme über 98 Mol-% bleiben. Zu den Störungen gehören Änderungen des Zufuhrstroms ($\pm 10\%$ Massendurchsatz) und Änderungen der Zusammensetzung des Zufuhrstroms. Zwei der Komponenten ändern ihre Zusammensetzung gleichzeitig, und zwar um den gleichen Betrag, aber in unterschiedliche Richtung. So bedeutet z. B. "+A-B" eine Änderung von $+5\%$ der Komponente A und eine Änderung von -5% der Komponente B im Gemisch. Dies geschieht, um den Einfluss der jeweiligen Komponenten aufeinander hervorzuheben. Bei der dynamischen Reaktion darf das System nach dem Einbringen von Störungen für eine kurze Zeit außerhalb der Produktspezifikationen liegen, sollte aber sehr schnell und kontrolliert innerhalb der festgelegten Grenzen zurückkehren.

Aus diesen Simulationsstudien wurde die optimalste Regelstruktur gewählt, die in Abbildung 7 dargestellt ist.

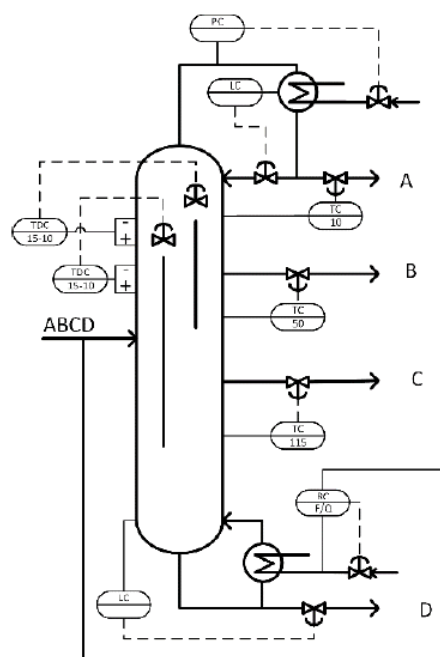


Abbildung 7) Gewählte Regelstruktur [Pre21]..

Die gewählte Regelungsstruktur ist eine Kombination aus Temperaturdifferenz- und Einpunkt-Temperaturreglern. Die Regelung der Temperaturdifferenz im Vorfraktionierer und im Mittelfraktionierer bei gleichzeitiger Verwendung von Einpunkt-Temperaturreglern in der Hauptkolonne erwies sich als die dynamisch beste Lösung, die gleichzeitig die geforderten Produktspezifikationen einhalten kann. Es ist zu betonen, dass aufgrund der physikalischen Beschränkungen der Anlage die Stufen für die Temperaturregelung nicht optimal gewählt werden können. Dies ist auf die begrenzte Anzahl möglicher Messstellen (jede fünfte Stufe) zurückzuführen, die entsprechende Kompromisse erfordern.

Im Anschluss wurde überprüft ob diese Regelstrategie auch für andere Feedmischungen eingesetzt werden kann. Dazu wurden, aufgrund der sehr aufwändigen und zeitintensiven Berechnungen, 3 weitere Stoffsysteme aus Tabelle 1 ausgewählt. Dies waren Stoffsystem 3, 5

und 6. Die Mischungen wurden so ausgewählt, dass die Unterschiede im Mindestenergiebedarf für eine scharfe Trennung zwischen benachbarten Schlüsselkomponenten erheblich sind (bis zu 71 %) und daher deutlich unterschiedliche Betriebsbedingungen erfordern. Wenn das Regelsystem und die Kolonne in der Lage sind, in einem so großen Bereich von Prozessbedingungen gute Regeleigenschaften zu zeigen, kann man davon ausgehen, dass sie ein gewisses Maß an Flexibilität bieten. Verständlicherweise muss die Regelstruktur für jedes Gemisch angepasst werden, was bedeutet, dass die genauen Orte der geregelten Temperaturen ausgewählt und mit einer entsprechenden Stellgröße gepaart werden müssen. Das grundsätzliche Vorgehen wurde in [Pre 21_2] veröffentlicht.

Grundsätzlich wurden auch für diese Untersuchungen die oben genannten Störungen untersucht. Es konnte gezeigt werden, dass eine 2-2-4-a Konfiguration von multiplen Trennwandkolonnen effizient betrieben werden kann und nicht nur zufriedenstellende Steuerungsmöglichkeiten, sondern auch ein gewisses Maß an betrieblicher Flexibilität bietet.

Beispielhaft zeigt Abbildung 8) das Ergebnis einer dynamischen Simulation.

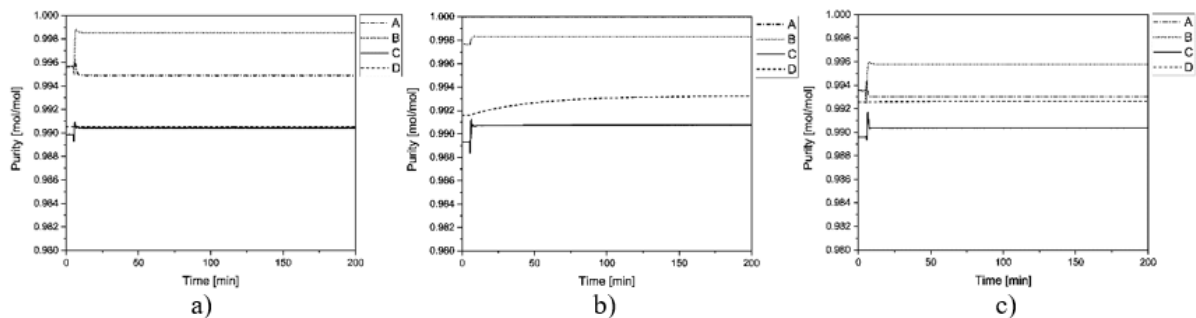


Abbildung 8) Dynamische Antwort auf die Feedzusammensetzung (+A-B): a) Mischung 3; b) Mischung 5; c) Mischung 6.

Die Simulationsergebnisse deuten darauf hin, dass die gewählte Regelungsstruktur für mehrere Gemische anwendbar und robust ist und nur minimale Anpassungen zwischen den verschiedenen Trennaufgaben erfordert, die mit Hilfe etablierter und relativ einfacher mathematischer Werkzeuge vorgenommen werden können. Für Anwendungen, bei denen dieselbe Ausrüstung für verschiedene Trennaufgaben verwendet werden muss, sind die in dieser Studie gezeigten Ergebnisse sehr ermutigend. Es ist auch erwähnenswert, dass das Design der Kolonne unter dem Gesichtspunkt der Bereitstellung einer angemessenen Anzahl von Messstellen eine wichtige Rolle für die Qualität des Kontrollsystems spielt und es weiter verbessern kann.

Es konnte also eine multiple Trennwandkolonne konstruiert werden, die allen Anforderungen an die Flexibilität gerecht wird sowie vielversprechende Regelkonzepte für den robusten Betrieb der Anlage identifiziert werden.

3.3 Realer Anlagenbetrieb

Nachdem die Anlage selbst ausgelegt und die Regelkonzepte erarbeitet waren, wurde im Rahmen dieses Arbeitspakets die Machbarkeit des Konzepts nach Lieferung und Aufbau der Kolonne im neu geschaffenen Technikum der Universität Ulm überprüft. An dieser Stelle ist zu erwähnen, dass erste Funktionstest der Anlage im Rahmen eines FAT (Factory Acceptance Test) bereits beim Hersteller der Anlage erfolgten, die zu diesem Zweck dort vollständig aufgebaut wurde. In diesem Rahmen konnte die prinzipielle Funktionalität der Anlage sowie der gesamten Peripherie eingehend getestet werden. Aufgefallene Probleme während der ersten FAT Kampagne wurden in den Folgewochen durch den Hersteller abgestellt und die einwandfreie Funktion in einem zweiten FAT belegt. Es war damit sichergestellt, dass eine nach den gestellten Anforderungen funktionierende Anlage nach Ulm geliefert wird.

Um die Zeit während der Lieferung, des Aufbaus und der Inbetriebnahme der Kolonne sinnvoll zu nutzen, wurde eine geeignete Anfahrstrategie auf Basis von dynamischen Simulationen untersucht. Das Anfahren von Kolonnen aus dem kalten und trockenen Zustand ist ein unproduktiver Prozess, da in dieser Zeit kein reines Produkt gewonnen werden kann. Auch für unsere Untersuchungen, in denen die Produktqualität keine wesentliche Rolle spielt (anders als in der Industrie) ist dieser Zeitraum entscheidend, denn er muss so kurz wie möglich gehalten werden um mit den an der Universität verfügbaren personellen Ressourcen pro Tag mindestens einen Versuch sicher durchführen zu können. Dauert dieses Anfahren der Kolonne zu lange, gemeint ist die Zeit zwischen dem Einschalten und der Erreichung eines stationären Betriebspunktes, ist ein Versuch nicht innerhalb eines Arbeitstages zu schaffen und es müsste über ein Schichtsystem bei den Mitarbeitern nachgedacht werden. Um die personellen Kapazitäten der Gruppe nicht über die Maße zu strapazieren, sollte dieser Zustand unter allen Umständen vermieden werden.

Zu Beginn der Untersuchungen standen keine entsprechenden Informationen aus der Literatur zur Verfügung, was angesichts der Tatsache, dass keine multiplen Trennwandkolonnen real existieren auch nicht erstaunlich ist. Es wurden also in einem ersten Schritt Anfahrstrategien für einfache Trennwandkolonne herangezogen und auf die multiplen Trennwandkolonnen angepasst. Für die Simulation wurde die in Kapitel 3.2 genannte Simulation weiter optimiert. Das wesentliche Element diesbezüglich war das Umschreiben von einer Druck- auf eine Gravitationsgetriebene Simulation. Dies brachte deutliche Fortschritte sowohl bei der Konvergenz der Simulation als auch bei der Rechendauer, die deutlich verkürzt werden konnte.

Für die dynamische Simulation wird erneut Aspen HYSYS verwendet. In früheren Simulationen wurden Pumpen als treibende Kraft für Flüssigkeitsströmungen benötigt, die in der realen Kolonne nicht vorhanden sind. Die Verwendung dieser Pumpen kann umgangen werden, indem für diese Simulation die Beiträge der statischen Förderhöhe aktiviert werden, so dass der Einfluss der Gravitation berücksichtigt wird. Die Gravitation wirkt als neue treibende Kraft, insbesondere für Flüssigkeitsströmungen. Für diese Option ist es notwendig, für jedes Element im Fließbild die Höhe relativ zum Boden anzugeben. Die Höhe der jeweiligen Elemente wird anhand der technischen Zeichnungen der Pilotkolonne geschätzt.

Die Ergebnisse der Simulation der angepassten Anfahrstrategien waren ernüchternd. Für die multiple Trennwandkolonne zeigte sich, dass diese Konzepte entweder gar nicht funktionieren, also kein stabiler Betrieb zu erreichen ist, oder aber viel zu lange dauert (ca. 35 Stunden). Aus diesem Grund wurden im Rahmen unserer Arbeiten neue Konzepte entwickelt, die zu einer deutlichen Verkürzung führen des Anfahrens führen und dieses deutlich verkürzen. Die Simulationen ergaben eine Dauer von kleiner einer Stunde. Allerdings berücksichtigen die Modelle nicht die spezifische Wärmekapazität der Anlage. Somit ist davon auszugehen, dass die das Anfahren in der Realität verlängert aber immer noch deutlich verkürzt werden kann im Vergleich zum aktuellen Stand-des-Wissens. Abbildung 9 zeigt die Ergebnisse einer entsprechenden Simulation. Es ist zu sehen, dass nach relativ kurzem Einschwingen der Temperaturen und Konzentrationen bereits nach 20 min eine Stabilisierung der Werte zu erkennen ist und ein stationärer Betriebspunkt erreicht werden kann.

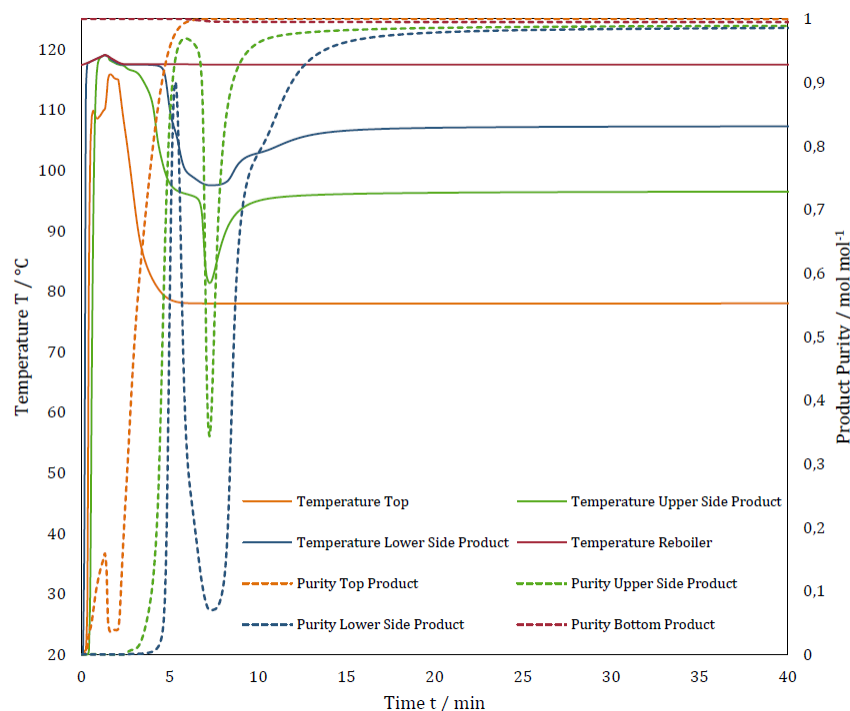


Abbildung 9) Dynamische Antwort der Anlage beim Anfahren aus dem kalten und trockenen Zustand gemäß der neu gefundenen Anfahrstrategie.

Alle bisher durchgeführten Versuche an der Anlage belegen die gute Übereinstimmung der auf Simulationen basierenden Vorhersagen. Die versuche dienten bisher zu einem großen Teil der Eliminierung von „Kinderkrankheiten“, die bei einer so komplexen Einrichtung unumgänglich sind. Zu den wesentlichen Ergebnissen zählt bisher, dass der Anfahrprozess deutlich beschleunigt werden konnte, was die Durchführung mehrere Versuche während eines Versuchstages erlaubt. Die gewünschte Trennung in reine Komponenten ist soweit ebenfalls erfolgreich belegt worden. Hier ist anzumerken, dass die detaillierten Versuchsprogramme diesbezüglich noch nicht gestartet wurden und auch nicht im Umfang des geförderten Projektes waren.

Die Ziele des dritten Arbeitspaketes konnten vollständig erreicht werden.

4.0 Fazit

Im Rahmen des durch die DBU geförderten Projektes konnten wesentlich Fragen auf dem Weg zum Betrieb der weltweit ersten multiplen Trennwandkolonne bearbeitet werden. Zunächst konnte ein vereinfachtes Kolonnendesign erarbeitet werden, was die Anzahl der Freiheitsgrade, und damit die Komplexität der Anlage, von 23 auf 19 reduziert. Es konnte ferner gezeigt werden, dass diese Vereinfachung für zahlreiche industriell relevante Stoffsysteme nicht mit einer Erhöhung des Energiebedarfs einhergeht sondern dass die Anlage weiterhin am thermodynamischen Optimum betrieben werden kann. Mit anderen Worten: Eine energetisch bessere Trennung ist unmöglich.

Auf Basis von verschiedenen rigorosen stationären und dynamischen Simulationsstudien konnte ein Kolonnendesign ermittelt werden, was eine größtmögliche Flexibilität im Hinblick auf die, unbekannteren Trennaufgaben der Zukunft bietet. Es wurde die Höhe sowie der Durchmesser auf Basis thermodynamisch und fluiddynamischer Überlegungen ermittelt sowie, in Zusammenarbeit mit der Iludest GmbH, jede einzelne Komponente der Anlage, die Sensorik sowie die Peripherie ausgelegt. Weiterhin konnte auf Basis dynamischer Simulationen gezeigt werden, dass Regelkonzepte existieren, die einen robusten Betrieb der Anlage erlauben. Nach ersten Abnahmeuntersuchungen beim Hersteller wurde die Anlage nach Ulm gebracht und dort im eigens zur Unterbringung errichteten Technikums aufgebaut. Die Versuche seit Inbetriebnahme zeigen eindrucksvoll die Funktionalität der Anlage. Ein wesentliches Ergebnis in diesem Zusammenhang ist, dass die Anlage in wenigen Stunden von einem kalten und trockenen Zustand in einen stationären Betriebspunkt gebracht werden kann. Dieses Anfahrprozedere wurde zunächst rein auf Basis dynamischer Simulationen erarbeitet.

Die Erkenntnisse dieses Projektes wurden über zahlreiche Publikationen in Fachzeitschriften und Konferenzen der Öffentlichkeit zugänglich gemacht. Ferner ging aus diesem Projekt eine Doktorarbeit hervor.

Grundsätzlich steht nun eine funktionsfähige Versuchsanlage zur Verfügung an der das komplexe Verhalten multipler Trennwandkolonnen studiert werden kann. Selbstverständlich kann die Anlage auch im Rahmen industrieller Kooperationen eingesetzt werden um die Verfahrensentwicklung zu unterstützen. Mit der Inbetriebnahme der Anlage ist ein wesentlicher Meilenstein auf dem Weg hin zur industriellen Umsetzung dieser außerordentlich energieeffizienten Technologie erreicht worden. Nicht zuletzt hat auch schon während des Projektes ein KMU vom Bau der Anlage profitiert, nicht nur finanziell, sondern insbesondere auch durch einen enormen Wissenstransfer von der Universität.

Literatur

- [Asp10] N. Asprion and G. Kaibel: *Dividing wall columns: Fundamentals and recent advances*. Chemical Engineering and Processing: Process Intensification, 49(2):139–146, 2010.
- [Dej11] I. Dejanović, L. Matijašević, I. J. Halvorsen, S. Skogestad, H. Jansen, B. Kaibel and Ž. Olujić: *Designing four-product dividing wall columns for separation of a multicomponent aromatics mixture*. Chemical Engineering Research and Design, 89(8):1155–1167, 2011.
- [Dej14] I. Dejanović, I. J. Halvorsen, S. Skogestad, H. Jansen and Ž. Olujić: *Hydraulic design, technical challenges and comparison of alternative configurations of a four-product dividing wall column*. Chemical Engineering and Processing: Process Intensification, 84:71–81, 2014.
- [Ene01] Energy Information Administration, National Energy Information Center: *Annual Energy Review 2001*.
- [Grü18] T. Grützner, D. Ziegenbalg and R. Güttel: *Process Intensification - An Unbroken Trend in Chemical Engineering*. Chemie Ingenieur Technik, 90(11):1823–1831, 2018
- [Hal03] I.J. Halvorsen, S. Skogestad: *Minimum Energy Consumption in Multicomponent Distillation. 3. More Than Three Products and Generalized Petlyuk Arrangements*. Industrial and Engineering Chemistry Research, 42, 616–629, 2003.
- [Kai04] G. Kaibel, C. Miller, M. Stroezel, R. von Watzdorf and H. Jansen: *Industrieller Einsatz von Trennwandkolonnen und thermisch gekoppelten Destillationskolonnen*. Chemie Ingenieur Technik, 76(3):258–263, 2004.
- [Kis13] A. A. Kiss: *Advanced distillation technologies: Design, control, and applications*. Wiley, Chichester, West Sussex, United Kingdom, First edition edition, 2013.
- [Li20] C. Li, Q. Zhang, J. Xie, J. Fang and H. Li: *Design, optimization, and industrial-scale experimental study of a high-efficiency dividing wall column*. Separation and Purification Technology, 247:116891, 2020.
- [Mer05] A. Mersmann, M. Kind and J. Stichlmair: *Thermische Verfahrenstechnik: Grundlagen und Methoden*. Chemische Technik/Verfahrenstechnik. Springer, Berlin, 2., wesentlich erw. and aktualisierte Aufl. Edition, 2005.
- [Pre19] U. Preißinger, L.-M. Ränger and T. Grützner: *Design Considerations of a Simplified Multiple Dividing Wall Column Pilot Plant*. ChemEngineering, 3(2):34, 2019.

- [Pre21] U. Preißinger, G. Lukač, I. Dejanović, T. Grützner: *Impact of Various Feed Properties on the Performance of a Control System for a Multiple Dividing Wall Column*, ChemEngineering, 5, 29, 2021.
- [Pre21_2] U. Preißinger, G. Lukač, I. Dejanović, T. Grützner: *Investigation of Control Structures for a 4-Product Laboratory Multiple Dividing Wall Column Using Dynamic Simulation*, Chemical Engineering & Technology, 44 (2), 2021, 223 – 237, 2021.
- [Rän18] L.-M. Ränger, U. Preißinger and T. Grützner: *Robust Initialization of Rigorous Process Simulations of Multiple Dividing Wall Columns via Vmin Diagrams*. ChemEngineering, 2(2):25, 2018.
- [Rän19] L.-M. Ränger, U. Preißinger and T. Grützner: *Multiple Dividing-Wall Columns - Current Status and Future Prospects*. Chemie Ingenieur Technik, 91(4):420–428, 2019.
- [Rän21] L.-M. Ränger: *Multi-Objective Optimization of Simple and Multiple Dividing Wall Columns and their Operational Flexibility Close to the Optimum*, Dissertation, Ulm University, 2021
- [Sch02] M. A. Schultz, D. G. Stewart, J. M. Harris, S. P. Rosenblum, M. S. Shakur and D. E. O'Brien: *Reduce costs with dividing-wall columns*. Chemical Engineering Progress, 98:64–71, 2002.
- [Sho16] D. S. Sholl and R. P. Lively: *Seven chemical separations to change the world*. Nature (London, United Kingdom), 532(7600):435–437, 2016.
- [Tri92] C. Triantafyllou and R. Smith: *The Design and Optimisation of Fully Thermally Coupled Distillation Columns*. Chemical Engineering Research and Design, 70:118–132, 1992.
- [Val12] J. O. Valderrama, C. A. Faúndez, L. A. Toselli: *Advances on modeling and simulation of alcoholic distillation. Part 1: Thermodynamic modeling*. Food Bioprod. Process, 90, 819–831, 2012.
- [Wri49] R. O. Wright: *Fractionation apparatus*, 1949.
- [Yil11] Ö. Yildirim, A. A. Kiss and E. Y. Kenig: *Dividing wall columns in chemical process industry: A review on current activities*. Separation and Purification Technology, 80(3):403–417, 2011.