

Schlussbericht vom 21.03.2025

zu IGF-Vorhaben Nr. 01IF22220N1

Thema

Wertstoffrückgewinnung mittels Dünnschichtverdampfung

Berichtszeitraum

01.02.2022 – 30.11.2024

Forschungsvereinigung

Forschungs-Gesellschaft Verfahrens-Technik e.V. – GVT

Forschungseinrichtung

01 Prof. Dr.-Ing. Stephan Scholl, Institut für Chemische und Thermische Verfahrenstechnik

Gefördert durch:



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Klimaschutz

aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

Inhaltsverzeichnis

Zusammenfassung

Verwendung der Zuwendung

- 2.1. Durchgeführte Arbeiten im Berichtszeitraum
- 2.2. Verwendung der Zuwendung
- 2.3. Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit
- 2.4. Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzens der erzielten Ergebnisse insbesondere für KMU sowie ihres innovativen Beitrags und ihrer industriellen Anwendungsmöglichkeiten
- 2.5. Zusammenstellung aller im Projekt erstellten Arbeiten
- 2.6. Einschätzung zur Realisierbarkeit des vorgeschlagenen und aktualisierten Transferkonzepts

Wissenschaftlicher Abschlussbericht

AP1 – Beschaffung, Erweiterung und Inbetriebnahme der Versuchsanlage

AP2 – Stoffdatenbeschaffung, Versuchsplanung, Auswerteroutinen

AP 3 – Untersuchungen zur Fluidodynamik

AP4 – Untersuchungen zu Verdampfungsleistung und Lastgrenzen

Trennleistung und Einflussfaktoren

AP5 – Verdampfungsversuche Gemisch 1 (Diethylenglykol – Isopropanol)

AP6 – Verdampfungsversuche Gemisch 2 (Diethylenglykol – Decan-1-ol)

AP7 – Untersuchungen zur Übertragbarkeit der Ergebnisse

AP8 – Datenextraktion und -verdichtung, Modellbildung und Simulation

AP9 – Dokumentation, Transfermaßnahmen und Öffentlichkeitsarbeit

Förderhinweis

Zusammenfassung

Im Rahmen des Projekts wurde die Betriebsweise von Dünnschichtverdampfern (DSV) systematisch untersucht und deren Skalierbarkeit, Effizienz und industrielle Anwendbarkeit bewertet. Zunächst wurde die bestehende Versuchsanlage technisch optimiert (AP1), indem eine präzisere Steuerung und Datenerfassung durch die Integration einer Coriolis-Durchflussmessung, einer erweiterten Dampfregelstrecke und eines Boroskops mit Hochgeschwindigkeitskamera ermöglicht wurde. Anschließend wurden repräsentative Modellstoffsyste­me definiert und relevante Stoffdaten recherchiert sowie experimentell bestimmt (AP2). Für die Auswertung der Daten wurden automatisierte Routinen entwickelt, mit denen Messwerte effizient analysiert und aufbereitet werden konnten. Die Versuchsparameter (Temperaturdifferenz, Druck, Wischerdrehzahl) wurden gezielt variiert, um den Einfluss zentraler Betriebsgrößen auf die Verweilzeitcharakteristik, die Verdampfungseffizienz und das Trennverhalten zu quantifizieren.

Die Untersuchungen zur Fluid­dynamik und Verweilzeitverteilung (AP3) lieferten detaillierte Erkenntnisse zur Strömungscharakteristik im Verdampfer. Durch optische Tracermessungen und Hochgeschwindigkeitsaufnahmen konnten die Filmbildung auf der beheizten Oberfläche sowie die Verweilzeit unter verschiedenen Bedingungen analysiert werden. Anschließend wurden die Verdampfungsleistung und Betriebsgrenzen des DSV bestimmt (AP4), wobei Massen- und Energiebilanzen systematisch ausgewertet wurden. Ergänzend wurden Verdampfungsversuche mit binären Gemischen durchgeführt (AP5 & AP6), um die Trennleistung des Verdampfers zu bestimmen und mögliche Betriebsgrenzen durch Trockenlauf, Entnetzungsphänomene und Tropfenmitriss zu bewerten.

Zur Beurteilung der Skalierbarkeit wurden experimentelle Daten mit industriellen Daten und Literaturwerten verglichen (AP7). Die Ergebnisse zeigten, dass die gemessenen Wärmedurchgangskoeffizienten und mittleren Verweilzeiten mit existierenden Daten gut übereinstimmen. Ergänzend wurde ein prädiktives, modulares Modell entwickelt (AP8), welches die Verdampfungsleistung unter verschiedenen Betriebsbedingungen berechnet und eine gezielte Anpassung der Prozessführung unterstützt.

Für kleine und mittelständische Unternehmen sind diese Erkenntnisse insbesondere im Hinblick auf die Energieeffizienz und die Wirtschaftlichkeit von DSV-Anlagen von Bedeutung. Der entwickelte Handlungsleitfaden (AP9) bietet Unternehmen eine praxisnahe Grundlage zur Bewertung der Einsatzmöglichkeiten und zur Optimierung bestehender Prozesse. Durch die systematische Untersuchung der Verdampfungsprozesse konnten zentrale Betriebsgrenzen, Trennleistungen und Skalierungsfaktoren quantifiziert werden. Die entwickelten Modelle und Simulationswerkzeuge ermöglichen eine fundierte Prozessbewertung, wodurch Unternehmen die Technologie gezielt und wirtschaftlich sinnvoll in ihren Produktionsabläufen implementieren können.

Verwendung der Zuwendung

2.1. Durchgeführte Arbeiten im Berichtszeitraum

Die Durchführung des Projekts richtete sich nach dem im Forschungsantrag dargestellten Arbeitsplan (Tabelle 1). Die im Projektzeitraum entstandenen Ergebnisse sind in

Tabelle 2 den angestrebten Zielen gegenübergestellt.

Tabelle 1: Arbeitsplan der durchzuführenden Arbeitspakete, sowie bearbeiteter Arbeitspakete an FE1 (rot = aktueller Fortschritt im Arbeitspaket)

Arbeitspakete	1. Jahr												2. Jahr								3. Jahr				Σ Mon. 30
	QI	QII	QIII	QIV	QI	QII	QIII	QIV	QI	QII	QIII	QIV	QI	QII	QIII	QIV	QI	QII	QIII	QIV	QI	QII	QIII	QIV	
AP1 Beschaffung, Erweiterung und Inbetriebnahme der Versuchsanlage																									
AP2 Stoffdatenbeschaffung, Versuchsplanung, Auswerterroutinen																									
AP3 Untersuchungen zur Fluidodynamik																									
AP4 Untersuchungen zu Verdampfungsleistung und Lastgrenzen																									
AP5 Verdampfungsversuche Gemisch 1																									
AP6 Verdampfungsversuche Gemisch 2																									
AP7 Untersuchungen zur Übertragbarkeit der Ergebnisse																									
AP8 Datenerkennung und -verdichtung, Modellbildung und Simulation																									
AP9 Dokumentation, Transfermaßnahmen und Öffentlichkeitsarbeit																									
Meilensteine																									
Personalbedarf	1,0	1,0	1,0	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,0	1,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	42,0
1 Wissenschaftlicher Mitarbeiter	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	30,0
1 Studentische Hilfskraft (à 30 h/mon)	0	0	0	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0	0	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	12,0

Tabelle 2: Gegenüberstellung der im Vorhaben angestrebten Ziele und der erzielten Ergebnisse

AP1 – Beschaffung, Erweiterung und Inbetriebnahme der Versuchsanlage	Status: Abgeschlossen - Versuchsanlage vollständig umgerüstet und optimiert - Coriolis-Durchflussmessung zur präzisen Regelung integriert - Erweiterte Dampfregelstrecke für verbesserte Temperatursteuerung installiert - Boroskop mit Hochgeschwindigkeitskamera zur Visualisierung der Fluidodynamik eingebaut - Versuchsanlage erfolgreich in Betrieb genommen
AP2 – Stoffdatenbeschaffung, Versuchsplanung, Auswerterroutinen	Status: Abgeschlossen - Modellstoffsyste me definiert und relevante Stoffdaten bestimmt - Phasengleichgewichte recherchiert und experimentell verifiziert - Automatisierte Routinen zur Datenauswertung entwickelt - Versuchsparameter für systematische Untersuchungen optimiert - Strukturierte Versuchsdatenverwaltung zur Analyse der Messergebnisse erstellt
AP3 – Untersuchungen zur Fluidodynamik	Status: Abgeschlossen - Verweilzeitmessungen mit optischer Tracermethode durchgeführt - Strömungsverhalten des Flüssigkeitsfilms experimentell analysiert - Hochgeschwindigkeitsaufnahmen zur Untersuchung der Filmbildung erstellt - Hotspots und Entnetzungsphänomene identifiziert - Modell zur Beschreibung der Verweilzeitverteilung entwickelt
AP4 – Untersuchungen zu Verdampfungsleistung und Lastgrenzen	Status: Abgeschlossen Verdampfungsleistung und Wärmeübergangskoeffizienten bestimmt

	• Massen- und Energiebilanzen erstellt und ausgewertet • Betriebsgrenzen unter verschiedenen Lastbedingungen identifiziert • Optimierte Betriebsführung zur Stabilisierung des Prozesses abgeleitet
AP 5 – Verdampfungsversuche Gemisch 1 (Diethylenglykol – Isopropanol)	Status: Abgeschlossen • Trennleistung für Isopropanol-Diethylenglykol untersucht, Destillat- und Sumpfprouben analysiert, Trennschärfe bestimmt • Einfluss der treibenden Temperaturdifferenz auf die Separationseffizienz bewertet • Entnetzungsphänomene und Filmbildung analysiert • Wechselwirkung von Fluidodynamik und Wärmeübergang analysiert • Grenzphänomene wie Tropfenmitriss analysiert
AP 6 – Verdampfungsversuche Gemisch 2 (Diethylenglykol – Decan-1-ol)	Status: Abgeschlossen • Trennverhalten von Diethylenglykol-Decanol untersucht • Wärmeübergang und Verdampfungseffizienz bewertet • Charakterisierung des Einflusses der Stoffzusammensetzung auf Fluidodynamik und Wärmeübergang
AP7 – Untersuchungen zur Übertragbarkeit der Ergebnisse	Status: Abgeschlossen • Experimentelle Daten mit industriellen Daten und Literaturwerten verglichen • Wärmedurchgangskoeffizienten und Verweilzeiten mit Industrieanlagen verglichen • Berechnungen zur Übertragbarkeit auf verschiedene Apparategeometrien durchgeführt • Externe Validierung der Ergebnisse durch Projektpartner abgeschlossen
AP8 – Datenextraktion und -verdichtung, Modellbildung und Simulation	Status: Abgeschlossen • Statistische Auswertung aller experimentellen Daten abgeschlossen • Stoff- und Energiebilanzen erstellt und validiert • Prädiktives Gesamtmodell entwickelt und getestet • Experimentelle Ergebnisse mit Literaturmodellen verglichen • Berechnungsmodell zur prädiktiven Prozessbewertung mit experimentellen Daten verglichen
AP9 – Dokumentation, Transfermaßnahmen und Öffentlichkeitsarbeit	Status: Abgeschlossen • Handlungsleitfaden für KMU zur wirtschaftlichen Bewertung von DSV-Anlagen erstellt • Ergebnisse in Open-Access-Journalen und auf Fachkonferenzen veröffentlicht • Konzept zur industriellen Verwertung der Forschungsergebnisse entwickelt • Empfehlungen für energieeffiziente Verdampfungsprozesse in KMU abgeleitet

2.2. Verwendung der Zuwendung

Forschungseinrichtung 1

- wissenschaftlich-technisches Personal (Einzelansatz A.1 des Finanzierungsplans)

Personenmonate (PM)

A.1	Gem. Einzelfinanzierungsplan	bisher abgerechnet	2024	kumuliert
- HPA A	30	16.75	10	26.75

Einsatz in den Arbeitspaketen AP1-9.

- Geräte (Einzelansatz B des Finanzierungsplans):

02.02.23	23.02.23	Leitner Industrial Endoscopy GmbH	Pos. 2_Boroskop-Einheit u. Zubehör (Lieferung vom 31.01.23, Rg-Eingang 10.02.23)	11.842,76 €
28.02.23	16.03.23	Lierse + Blumenberg GmbH	Pos. 3_Dampf-Druckmindererstation elektr. Geregelt inkl. Rohrleitung und Montage 1. Teilrechnung für Material	12.308,55 €
06.04.23	04.05.23	Krohne Messtechnik GmbH	Pos. 1_Coriolis Durchflussmesser	5.686,89 €
17.01.23	14.07.23	Lierse + Blumenberg GmbH	Pos. 3_Dampf-Druckmindererstation elektr. Geregelt inkl. Rohrleitung und Montage - Schlussrechnung nach Aufbau und Abnahme	5.353,70 €

- Leistungen Dritter (Einzelansatz C des Finanzierungsplans):

Es wurden keine Leistungen Dritter beantragt und in Auftrag gegeben.

2.3. Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Die geleistete Arbeit entspricht in vollem Umfang dem begutachteten und bewilligten Antrag und war daher für die Durchführung des Vorhabens notwendig und angemessen.

Der Kostenrahmen entsprach den bewilligten Mitteln. Aufgrund der verzögerten Bereitstellung der Mittel sowie erhöhter Lieferzeiten im Rahmen der Anlagenerweiterung war eine kostenneutrale Verlängerung des Forschungsvorhabens um 4 Monate notwendig, wobei alle Arbeitspakete innerhalb der verlängerten Projektlaufzeit erfolgreich abgeschlossen wurden.

Personaleinsatz

Der Personaleinsatz entspricht den begutachteten und bewilligten Anträgen. An der Forschungseinrichtung wurde über die Projektlaufzeit ein wissenschaftlicher Mitarbeiter (HPA A) zur Bearbeitung des Projektes für 26.75 PM beschäftigt.

Geräte

Die beschaffte Boroskop-Einheit samt Zubehör (11.842,76 €) wurde zur visuellen Untersuchung der Fluidodynamik innerhalb des Dünnschichtverdampfers eingesetzt. Der Nutzen der Boroskop-Einheit liegt insbesondere in der detaillierten Beobachtung der Filmbenetzung, der Identifikation von Hotspots sowie der Analyse von Entnetzungs- und Tropfenmitrissphänomenen. Dies ermöglichte eine präzise Bewertung der Betriebsgrenzen und trug maßgeblich zur Optimierung der Verdampfungsbedingungen bei. Der Mehrwert der Boroskop-Einheit besteht somit in der verbesserten Analyse der Strömungsdynamik und der Erhöhung der Prozesssicherheit durch gezielte Anpassungen der Betriebsparameter.

Die beschaffte Dampf-Druckmindererstation mit elektronischer Regelung (insgesamt 17.662,25 €) wurde zur präzisen Steuerung des Dampfdrucks bis hin zu 6 bar und damit zur Regelung der Kondensationstemperatur des Heizdampfs im Mantelraum des Dünnschichtverdampfers installiert. Der Nutzen dieser Station besteht in der Möglichkeit, die Beheizung exakt an die jeweiligen Betriebsbedingungen anzupassen sowie höhere treibende Temperaturdifferenzen einzustellen, wodurch stabile Verdampfungsbedingungen auch bei variierenden Lasten sichergestellt wurden. Dies war entscheidend für die Durchführung reproduzierbarer Experimente und die Ermittlung belastbarer Daten zur Wärmeübertragung und Trennleistung. Der Mehrwert dieser Maßnahme liegt in der verbesserten Prozesskontrolle und der Möglichkeit, die Betriebsgrenzen des Verdampfers gezielt zu erweitern.

Der beschaffte Coriolis-Durchflussmesser (5.686,89 €) wurde zur präzisen Erfassung und Regelung der Flüssigkeitszufuhr im Versuchsanlagenaufbau integriert. Sein Nutzen liegt in der genauen Bestimmung der Massenströme und Dichten, die für die Erstellung verlässlicher Stoff- und Energiebilanzen unerlässlich ist. Dies ermöglichte eine exakte Bewertung der Verdampfungsleistung und des Wärmeübergangsverhaltens. Der Mehrwert des Coriolis-Durchflussmessers besteht in der erheblich verbesserten Messgenauigkeit, die eine detaillierte Analyse und Optimierung der Prozessführung erlaubte.

2.4. Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzens der erzielten Ergebnisse insbesondere für KMU sowie ihres innovativen Beitrags und ihrer industriellen Anwendungsmöglichkeiten

Die Ergebnisse des Forschungsvorhabens leisten einen wesentlichen Beitrag zur Optimierung und breiteren industriellen Nutzung der Dünnschichtverdampfung (DSV) für die Wertstoffrückgewinnung. Insbesondere für kleine und mittlere Unternehmen (KMU), die oft mit begrenzten Ressourcen agieren, bietet das Forschungsvorhaben konkrete wirtschaftliche und technologische Vorteile.

Durch die umfassende Untersuchung der Betriebsgrenzen, Skalierbarkeit und wirtschaftlichen Machbarkeit von DSV-Anlagen wird eine belastbare Daten- und Wissensbasis geschaffen. Dies reduziert das technologische Risiko bei der Auslegung und ermöglicht KMU eine präzisere Abschätzung der Wirtschaftlichkeit. Damit wird die Einführung von DSV-Anlagen für eine nachhaltige und kosteneffiziente Aufbereitung von Neben- und Abfallströmen erleichtert.

Ein zentraler innovativer Beitrag liegt in der Entwicklung eines methodischen Ansatzes zur Bewertung von Verweilzeit und Wärmeübergang für die Verdampfung thermisch sensibler Rückstandsströme. Die entwickelten Methoden und Modelle ermöglichen eine Vorausberechnung von Labor- und Technikumsanlagen. Dadurch können teure und zeitaufwendige Versuchsreihen beim Apparatehersteller oder in externen Laboren reduziert werden oder gänzlich entfallen, was insbesondere für KMU eine erhebliche Reduktion der Investitionshürden bedeutet.

Die Forschungsergebnisse zeigen, wie Betriebsparameter gezielt angepasst werden können, um Entnetzung oder thermal dry-out zu vermeiden, was den Anwendungsbereich von DSV-Anlagen erweitert. Zudem wurden Empfehlungen zur sicheren und wirtschaftlichen Prozessführung erarbeitet, die das Risiko von Instabilitäten, Produktdegradation und erhöhtem Reinigungsaufwand minimieren.

Aus wirtschaftlicher Sicht ermöglicht das Forschungsvorhaben eine fundierte Kosten-Nutzen-Analyse für potenzielle Anwender. Die entwickelten Methoden erlauben es Unternehmen, die erforderlichen Investitionen und Betriebskosten gegen die erzielbaren Einsparungen durch Wertstoffrückgewinnung abzuwägen. Dies ist besonders relevant für KMU, die häufig über begrenzte finanzielle Mittel verfügen und daher auf zuverlässige Wirtschaftlichkeitsabschätzungen angewiesen sind. Durch die Reduktion von Entsorgungskosten und die Rückgewinnung hochwertiger Wertstoffe können sich DSV-Anlagen langfristig als wirtschaftlich attraktive Option etablieren.

Industriepartner profitieren von den Ergebnissen durch eine breitere Anwendbarkeit der DSV-Technologie und eine Erhöhung der Wettbewerbsfähigkeit. Insbesondere Lohndestillateure, die eine Vielzahl unterschiedlicher Stoffströme verarbeiten müssen, erhalten durch die Projektergebnisse neue Ansätze zur flexiblen Anpassung ihrer Betriebsparameter. Dies führt zu einer effizienteren Nutzung bestehender Anlagen und ermöglicht eine wirtschaftlichere Verarbeitung wechselnder Rückstandsströme.

Zusätzlich trägt das Forschungsvorhaben zur Weiterentwicklung nachhaltiger Verfahren in der chemischen Industrie bei. Die Möglichkeit, wertstoffhaltige Nebenprodukte effizient zurückzu-

gewinnen, reduziert die Abfallmengen und senkt den Ressourcenverbrauch. Dies entspricht nicht nur wirtschaftlichen Interessen, sondern auch den zunehmenden regulatorischen Anforderungen und Umweltzielen.

Insgesamt ebnen die Forschungsergebnisse den Weg für eine breitere industrielle Nutzung der Dünnschichtverdampfung in der Wertstoffrückgewinnung. Insbesondere für KMU werden technologische und wirtschaftliche Hürden reduziert, wodurch sich neue Geschäftsfelder und Effizienzpotenziale eröffnen. Die geschaffene Wissensbasis ermöglicht eine gezielte und wirtschaftlich abgesicherte Entscheidung für den Einsatz von DSV-Technologien und trägt dazu bei, nachhaltige Kreislaufwirtschaftskonzepte in der Industrie voranzutreiben.

2.5. Zusammenstellung aller im Projekt erstellten Arbeiten

Beiträge in Fachzeitschriften

Veröffentlicht:

- David Appelhaus, Fabian Claus, Sabine Knoblauch et al. (2024). „Density, Viscosity, Refractive Index, and Surface Tension of Binary Mixtures of 3-oxa-1,5-Pentandiol with 2-Propanol, 1,2,3-Propanetriol, and 1-Decanol from 283.15 to 403.15 K as Reference Systems for Evaporation Experiments“. In: J. Chem. Eng. Data 69.9, S. 2927–2948

Unveröffentlicht:

- David Appelhaus, Katharina Jasch, Michel Groth, Stephan Scholl (2025). „Modeling of Fluid Dynamics in Wiped Film Evaporators during Evaporation“. In: Sep. Purif. Technol. Under Review
- David Appelhaus, Hauke Meyer, Katharina Jasch, Stephan Scholl (2025). „Evaporation Effects on Residence Time in Wiped Film Evaporators with Roller Wipers“. In: Chem. Eng. Res. Des. Under Review

Vorträge auf Fachtagungen

- David Appelhaus, Katharina Jasch und Stephan Scholl (2022). „Understanding fluid dynamics in wiped film evaporators – modeling of residence time and flow behavior“. In: Annual Meeting on Reaction Engineering and ProcessNet Subject Division Heat and Mass Transfer, Würzburg
- Stefan Jahnke et al. (2022). „Wetting Situations and Heat Transfer Performance of Wiped Film Evaporators at different Scales“. In: 73. Starch Convention, Online, 28.03. – 30.03.2022
- David Appelhaus, Fabian Claus, Katharina Jasch et al. (2023). „Bestimmung des Verweilzeitverhaltens in Dünnschichtverdampfern unter Verdampfungsbedingungen“. In: Jahrestreffen

der DECHEMA-Fachgruppen Fluidverfahrenstechnik und Adsorption, Frankfurt am Main, Germany, 21.03. - 23.03.2023

- David Appelhaus, Maike Gebauer et al. (2024). „Die Fluidodynamik von binären Gemischen in Dünnschichtverdampfern unter Verdampfungsbedingungen“. In: Dechema/VDI Jahrestreffen Fluidverfahrenstechnik 2024, Bochum, 4. – 6. März 2024
- David Appelhaus, Katharina Jasch und Stephan Scholl (2024). „Modeling of fluid dynamics in wiped film evaporators during evaporation“. In: 27th International Congress of Chemical and Process Engineering, Prag, 26. – 29. August 2024
- David Appelhaus, Katharina Jasch und Stephan Scholl (2025). „A modular model to predict fluid dynamics and residence time distribution in wiped film evaporators during evaporation“. In: Jahrestreffen der Dechema/VDI Fachgruppe Wärme- und Stoffübertragung, Stuttgart 10.- 12. März 2025

Poster auf Fachtagungen

- David Appelhaus, Stefan Jahnke et al. (2022). „Towards a better Understanding of Wiped Film Evaporators - using a Modular Model for Fluid Dynamics and Heat Transfer“. In: The 12th international conference Distillation & Absorption, Toulouse, France, 18.09. - 21.09.2022. Poster
- David Appelhaus, Katharina Jasch, Hauke Meyer und Stephan Scholl (2024). „ Effects of evaporation on the residence time in wiped film evaporators“. In: Annual meeting of the DECHEMA/VDI Group Fluid Separations, Bochum 3. – 5. Februar 2025

Studentische Arbeiten

- Jesper Boskamp (2022). „Optische Erfassung und Charakterisierung der Flüssigkeitsverteilung in Dünnschichtverdampfern“. Studienarbeit
- Fabian Claus (2022). „Entwicklung und Charakterisierung einer photometrischen Methode zur Verweilzeitmessung in Dünnschichtverdampfern“. Studienarbeit
- Maike Gebauer (2023). „Charakterisierung der Trennleistung und Fluidodynamik eines Dünnschichtverdampfers für ein binäres Gemisch“. Studienarbeit
- Daniel Rakebrand (2023). „Charakterisierung der Wärmeübertragung und der Verweilzeit von Diethylenglykol in einem Dünnschichtverdampfer“. Bachelorarbeit
- Zunan Wu (2024). „Phasengleichgewicht und Trennleistung in Dünnschichtverdampfern für binäre Modellstoffsysteeme“. Studienarbeit
- Michel Groth (2024). „Modellierung der Fluidodynamik und Verweilzeitverteilung in einem Dünnschichtverdampfer unter Verdampfungsbedingungen“. Studienarbeit
- Michel Mengen (2024). „Charakterisierung der Flüssigkeitsverteilung in einem Dünnschichtverdampfer unter Verdampfungsbedingungen“. Studienarbeit

- Hauke Meyer (2024). „Fluiddynamische Charakterisierung eines Dünnschichtverdampfers unter Verdampfungsbedingungen“. Bachelorarbeit
- Rorik Herbst (2024). „Charakterisierung des Wärmeübergangs und des Verweilzeitverhaltens eines Dünnschichtverdampfers bei der Verdampfung binärer Gemische“. Masterarbeit

2.6. Einschätzung zur Realisierbarkeit des vorgeschlagenen und aktualisierten Transferkonzepts

Es konnten die folgend dargestellten Transfermaßnahmen erfolgreich durchgeführt werden. Bei der Transfermaßnahme „Publikationen“ ist mit zeitnahen Rückmeldungen zum Status „Akzeptiert“ der eingereichten Veröffentlichungen zu rechnen.

Plan zum Ergebnistransfer

Informationen zu den Inhalten und Ergebnissen des Projektes werden seitens des GVT und seitens der Forschungseinrichtung bereits während der Vorhabenlaufzeit sowie nach Vorhabenabschluss über folgende Maßnahmen und Wege transferiert, um eine breitenwirksame Nutzung der Ergebnisse in der Wirtschaft sicherzustellen:

<i>Maßnahme</i>	<i>Ziel</i>	<i>Ort/Rahmen</i>	<i>Datum / Zeitraum</i>
Projekt- begleitender Ausschuss	Vorstellung und Diskussion der Forschungs- ergebnisse	1. Projekttreffen: Vorstellung und Diskussion der Ergebnisse, Abstimmung weiteres Vorgehen 2. Zwischenbericht 3. Abschlusstreffen, Diskussion aller Ergebnisse 4. Austausch innerhalb des pbA und ICTV 5. Ausgabe des Handlungsleitfaden zum Thema DSV	Q3/2022 - Q3/2024 Q3/2024 Q4/2024
Ergebnis- transfer über Fachveranstaltungen	Sukzessiver Transfer der Projektergebnisse über Fachveranstaltungen insbes. an KMU	1. Vortrag auf dem ProcessNet-Fachgruppentreffen „Fluidverfahrenstechnik“ 2. Vortrag auf dem DECHEMA-Fachgruppentreffen „Fluidverfahrenstechnik“ 3. Vortrag auf der CHISA “International Congress of Chemical and Process Engineering”, Ort Prag 4. Poster auf dem DECHEMA-Fachgruppentreffen „Fluidverfahrenstechnik“ 5. Vortrag auf dem DECHEMA-Fachgruppentreffen „Wärme- und Stoffübertragung“	Q1/ 2024 Q3/2023 Q3/2024 Q1/2025 Q1/2025
Publikation in Fachzeit- schriften	Dokumentation und Veröffent- lichung der Ergebnisse	Veröffentlichung von Ergebnissen in: Journal of Chemical Engineering Data, Separation and Purification Technology, Chemical Engineering Research and Design	Q3 / 2024 Q2/ 2025 Q3 /2025

Ergebnis- transfer über Fortbildun- gen/Work- shops	Weiterbildung insb. von KMU- Mitarbeitern, Ermittlung der Firmenbedarfe	1. GVT Webinar „Produktschonende Verdampfung mit Dünnschichtverdampfern“ am ICTV 2. Informationstag „Verdampfer“ am ICTV	Q3/2025
Kooperation über Studie- renden	Direkter Ergeb- nistransfer in Wirtschaft	Durchführung von studentischen Arbeiten zum Projektthema vor Ort unter Anleitung des ICTV	Begleitend über Pro- jektlaufzeit

Wissenschaftlicher Abschlussbericht

Im Folgenden werden die wesentlichen Maßnahmen, Ergebnisse und Erkenntnisse der bearbeiteten Arbeitspakete dargestellt.

AP1: Aufbau und Modifikation der Versuchsanlage

Die bestehende Versuchsanlage, ein dampfbeheizter Dünnschichtverdampfer (DSV) aus Edelstahl, wurde für die geplanten Untersuchungen technisch aufgerüstet. Dafür wurden eine Coriolis-Durchflussmessung zur präzisen Regelung des Zulaufs, eine erweiterte Regelstrecke für die Dampfbeheizung mit einem Betriebsbereich von 0,2 bis 6 bar(ü) sowie ein hitzebeständiges Boroskop mit Hochgeschwindigkeitskamera zur Visualisierung der Fluidodynamik im Innern des Verdampfers installiert. Der mechanische Umbau erfolgte in der institutseigenen Werkstatt. Das Boroskop wurde über den Sumpfaustrag des Verdampfers in die Rohrleitung integriert und softwareseitig implementiert. Nach Abschluss der Modifikationen war die Versuchsanlage betriebsbereit.

AP2: Stoffdatenbeschaffung, Versuchsplanung und Entwicklung von Auswerteroutinen

Für die experimentellen Arbeiten wurden Modellstoffsysteme definiert, die typische Rückstandsströme repräsentieren. Neben Diethylenglycol (DEG) als Referenzsubstanz wurde Decanol als Reinstoff untersucht, um die stoffliche Unabhängigkeit des segmentweisen Ansatzes zu validieren. Ergänzend wurden binäre Gemische mit einer hochsiedenden (z. B. DEG in Decanol) sowie einer leichtsiedenden Komponente (z. B. Isopropanol in DEG) ausgewählt. Parallel dazu wurden relevante Stoffdaten und Phasengleichgewichte recherchiert und vermessen. Es wurden Python-gestützte Auswerteroutinen implementiert. Die systematische Versuchsplanung erfolgte mit der Design of Experiments (DoE)-Methodik, um die Einflussgrößen Betriebsdruck, Flüssigkeitsbelastung, Heiztemperatur und Wischergeometrie gezielt zu variieren.

AP3: Untersuchungen zur Fluidodynamik und Verweilzeitverteilung

Im ersten Untersuchungsschritt wurde das Fluidodynamikverhalten des Dünnschichtverdampfers analysiert. Dabei stand die Charakterisierung der thermischen Belastung sowie der Verweilzeitverteilung der Flüssigkeitselemente im Verdampfer im Fokus. Die Verweilzeitmessungen erfolgten mittels einer optischen Methode mit Brillantblau als Tracer. Diese Messungen ermöglichten detaillierte Aussagen zur mittleren Verweilzeit mit und ohne Verdampfung für alle untersuchten Stoffsysteme.

Parallel dazu wurden optische Filmbeobachtungen mit dem installierten Boroskop durchgeführt, um die Benetzung der Heizfläche und potenzielle Hotspots zu identifizieren. Mithilfe der Hochgeschwindigkeitskamera konnte die Dynamik der Wisch- und Entnetzungsvorgänge detailliert analysiert werden.

AP4: Bestimmung der Verdampfungsleistung und Lastgrenzen

Die spezifische Verdampfungsleistung sowie die Betriebsgrenzen des Verdampfers wurden systematisch untersucht. Die Experimente mit DEG als Reinstoff ermöglichten eine präzise Bilanzierung der Massen- und Energieströme, wodurch die Verdampfungsleistung und Wärmeübergangskoeffizienten zuverlässig berechnet werden konnten.

Ergänzend wurden Boroskopaufnahmen angefertigt, um Entnetzungserscheinungen, Tropfenmitriss und ggf. ein Überströmen der Wischer zu identifizieren.

AP5: Verdampfungsversuche mit binären Gemischen

Um die Trennleistung des Verdampfers zu untersuchen, wurde zunächst ein leichtsiedendes Lösemittel (Isopropanol) aus einem hochsiedenden Rückstand (Diethylenglykol) mit weiter Siedelinse abgetrennt. Die Analyse der Destillat- und Sumpfprouben mittels Dichtemessung ermöglichte die Bestimmung der Trennleistung sowie eine Bewertung des Tropfenmitrisses. Auf Basis der Phasengleichgewichte konnte zudem das Auftreten eines in der Literatur diskutierten Rektifiziereffekts verneint werden.

AP6: Verdampfungsversuche mit binären Gemischen (Wertstoffrückgewinnung)

Analog zu AP5 wurde vergleichend ein engsiedenderes System aus Diethylenglykol-Decanol betrachtet. Im Fokus stand dabei neben der Charakterisierung des Wärmeübergangs ebenfalls die fluiddynamische Bewertung und mögliche Entnetzungsphänomene infolge von durch Oberflächenkräfte verursachten Filminstabilitäten. Die Versuchsparameter wurden basierend auf den Erkenntnissen aus den vorherigen Experimenten optimiert.

AP7: Skalierbarkeit und Übertragbarkeit auf reale Stoffsysteme

Zur Bewertung der industriellen Übertragbarkeit der Ergebnisse wurden experimentelle Daten aus Labor- und Pilotversuchen mit Literaturwerten sowie unternehmensinternen Berechnungen abgeglichen. Dabei zeigte sich, dass die gemessenen Wärmedurchgangskoeffizienten für die untersuchten Stoffsysteme mit in der Literatur berichteten Werten übereinstimmen. Die Ergebnisse wurden durch Mitglieder des projektbegleitenden Ausschusses validiert und mit Berechnungen für verschiedene Apparategeometrien verglichen, wobei eine gute Übereinstimmung mit den experimentellen und modellbasierten Ergebnissen aus AP8 festgestellt wurde. Insgesamt konnte die Übertragbarkeit der Betriebsgrenzen und der Verdampfungsleistung auf großtechnische Anlagen bestätigt werden, wodurch AP7 erfolgreich abgeschlossen wurde.

AP8: Datenanalyse, Modellbildung und Simulation

Sämtliche experimentellen Ergebnisse wurden systematisch statistisch ausgewertet. Auf Basis der experimentellen Rohdaten wurden Stoff- und Energiebilanzen erstellt, Wärmeübergangskoeffizienten berechnet und mit bestehenden Literaturmodellen verglichen.

Zusätzlich wurde ein thermodynamisches Simulationsmodell entwickelt, das eine verlässliche Abschätzung der Trennleistung unter verschiedenen Betriebsbedingungen ermöglicht und eine prädiktive Simulation von Dünnschichtverdampfern erlaubt.

AP9: Dokumentation, Transfermaßnahmen und Öffentlichkeitsarbeit

Zur Sicherstellung einer breiten industriellen Anwendbarkeit wurden die Ergebnisse in Form eines Handlungsleitfadens für KMU aufbereitet. Dieser Leitfaden ermöglicht es Unternehmen, eine fundierte Entscheidung über den Einsatz von DSV-Anlagen zu treffen und betriebswirtschaftlich zu bewerten. Parallel erfolgte die Veröffentlichung der Daten der Ergebnisse in Open-Access-Journalen und die Präsentation auf Fachkonferenzen.

Durch die umfassenden experimentellen Arbeiten konnten die Betriebsgrenzen, die Verdampfungsleistung und das Trennverhalten von DSV-Anlagen systematisch untersucht und optimiert werden. Die entwickelten Modelle und Simulationswerkzeuge ermöglichen eine verlässliche Skalierung und wirtschaftliche Bewertung des Prozesses, wodurch KMU bei der Implementierung dieser Technologie unterstützt werden.

Im Weiteren sind die Ergebnisse aus den einzelnen Arbeitspaketen und deren wissenschaftlicher Mehrwert sowie die sich daraus ergebenden praktischen Erkenntnisse für die Anwendung und den Betrieb von Dünnschichtverdampfern dargestellt.

AP1 – Beschaffung, Erweiterung und Inbetriebnahme der Versuchsanlage

Die Versuchsanlage wurde im Rahmen des Projekts umfassend erweitert und optimiert, um eine höhere Messgenauigkeit, Betriebssicherheit und Datenstabilität zu gewährleisten. Nach Erhalt des Zuwendungsbescheids wurden die erforderlichen Vergaben zeitnah durchgeführt, sodass die geplanten Maßnahmen ohne Verzögerungen umgesetzt werden konnten. Die bestehenden Temperatursensoren wurden an den relevanten Messstellen durch Sensoren mit höherer Genauigkeit ersetzt, um die Qualität der Messergebnisse zu verbessern. Darüber hinaus wurde die eingebaute Elektronik auf digitale Signalübertragung umgestellt, wodurch eine signifikante Erhöhung der Genauigkeit und Stabilität der erfassten Anlagendaten erzielt werden konnte. Die Versuchsanlage wurde nach Abschluss der Umbauten erfolgreich in Betrieb genommen.

Zur Messung der Verweilzeiten innerhalb des Systems wurde das vorhandene Messsystem durch den Einbau optischer Sonden erweitert, die eine präzise Erfassung des Verweilzeitverhaltens ermöglichen. Als Tracer wurde der Farbstoff Brillantblau FCF verwendet, für dessen Detektion eine LED mit einem Wellenlängenmaximum von 630 nm installiert wurde. Die Linearität des Messsignals in Abhängigkeit von der Tracerkonzentration wurde experimentell verifiziert. Die Messzelle am Ausgang der Anlage besteht aus zwei optischen Sonden, die sich gegenüberliegen und über faseroptische Kabel mit einer LED (LED630-03, Roithner LaserTechnik) sowie einer Photodiode (SPD17-0F, Roithner LaserTechnik) verbunden sind. Die Photodiode weist ein Empfindlichkeitsmaximum bei 620 nm auf. Das empfangene

Signal wird über eine Verstärkerplatine normiert und im Spannungsbereich von 0 bis 4 V ausgegeben. Die Datenerfassung erfolgt mit einer Abtastrate von 20 Hz.

Um eine optische Überwachung der Flüssigkeitsverteilung innerhalb des Verdampfers zu ermöglichen, wurde ein Boroskop zur visuellen Inspektion des Flüssigkeitsfilms installiert. Die optischen Untersuchungen wurden mithilfe einer Hochgeschwindigkeitskamera (Phantom High Speed, Miro C210) durchgeführt. Das Boroskop (Leitner Industrial Endoscopy GmbH & Co. KG) verfügt über eine 90°-Blickrichtung und einen Bildöffnungswinkel von 55°. Die Beleuchtung erfolgt durch eine 300 W Xenon-Lichtquelle mit variabler Intensitätsregelung, wobei das Licht über eine flüssigkeitsgekühlte Lichtleitung in das Sichtfeld des Boroskops eingekoppelt wird. Die Bildaufnahme wurde mit einer Rate von 2400 fps und einer Belichtungszeit von 200 μ s realisiert, wodurch eine detaillierte Analyse des Flüssigkeitsfilms unter Betriebsbedingungen möglich wurde.

Der zur Durchführung der Experimente verwendete Verdampfer wurde von der UIC GmbH gefertigt und besteht aus Edelstahl mit einem Außendurchmesser von 0,09 m, einer Wandstärke von 0,005 m und einer Gesamtlänge von 0,256 m. Die resultierende Wärmeübertragungsfläche beträgt 0,0643 m². Das Wischersystem des Verdampfers umfasst drei gleichmäßig verteilte Rollenwischer aus Polytetrafluorethylen (PTFE) mit einem Außendurchmesser von 12 mm. Zur Charakterisierung der Strömungsdynamik im Verdampfer wurden Verweilzeitmessungen mittels optischer Tracer durchgeführt. Zusätzlich wurden hochauflösende Bilder des Flüssigkeitsfilms mit der Hochgeschwindigkeitskamera aufgenommen, um die Strömungscharakteristik visuell zu analysieren.

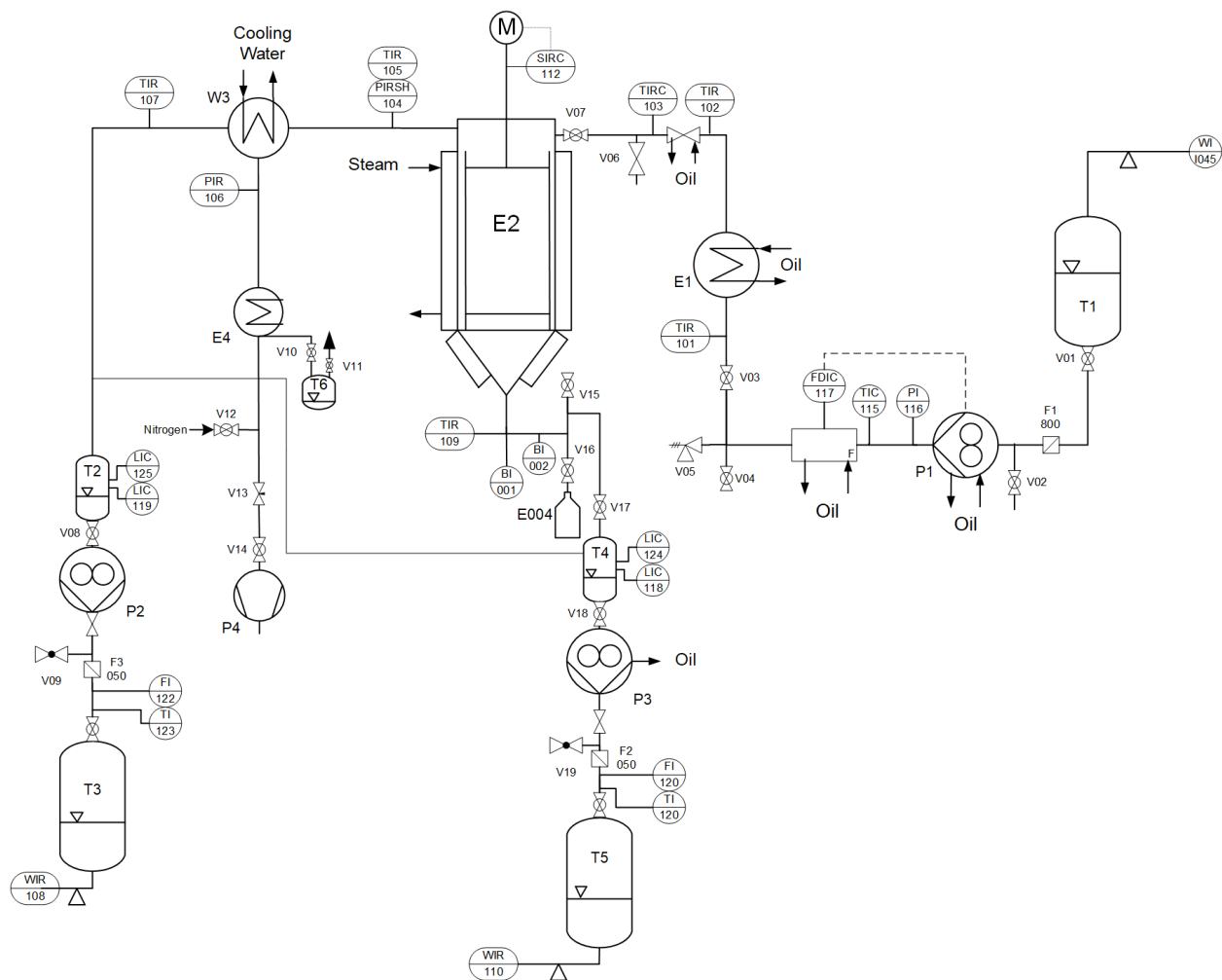


Abbildung 1: Fließbild der umgebauten und erweiterten Miniplant für die Charakterisierung des untersuchten Dünnschichtverdampfers.

Die Versuchsanlage ist als Miniplant-Anlage konzipiert und entsprechend des in Abbildung 1 dargestellten Fließbilds aufgebaut. Der Massenstrom des Feeds wurde über einen Coriolis-Durchflussmesser (FDIC117) präzise gemessen und durch eine vorgeschaltete Pumpe (P1) geregelt. Der Feedstrom wurde vor dem Eintritt in den Verdampfer durch einen ölbeheizten Wärmeübertrager (E1) auf die erforderliche Verdampfungstemperatur vorgewärmt. Nach Eintritt in den Verdampfer wurde die Flüssigkeit entlang des Umfangs verteilt, wobei die Drehzahl der Wischer über einen Frequenzumrichter geregelt wurde. Der Druck im Verdampfer wurde durch eine Vakuumpumpe (P3) gesteuert und über eine Drosselblende unmittelbar vor dem Verdampfer von Umgebungsdruck auf den gewünschten Prozessdruck abgesenkt.

Der bei der Verdampfung entstehende Produktdampf wurde in einem nachgeschalteten Kondensator (E3) verflüssigt und in einem Auffangbehälter (T2) gesammelt. Der verbleibende Sumpfstrom wurde in einem separaten Behälter (T4) aufgefangen. Die Flüssigkeitsstände in den Tanks T2 und T4 wurden kontinuierlich geregelt, um eine konstante Betriebsweise sicherzustellen. Die Volumenströme wurden mit Ovalradzählern (FI120 und FI122) erfasst und durch temperaturabhängige Korrekturen unter Berücksichtigung der Messwerte der Thermoelemente (TI121 und TI123) bereinigt. Sämtliche Temperaturmessungen innerhalb der Miniplant-Anlage erfolgten mit Kupfer-Konstantan-Thermoelementen des Typs T.

Die Beheizung des Verdampfers erfolgte durch kondensierenden Wasserdampf auf der Mantelseite. Der Dampfdruck wurde zur gezielten Einstellung der Heiztemperatur geregelt. Zur Quantifizierung des Wärmeflusses wurde eine Enthalpiebilanz auf der Produktseite durchgeführt, wobei die Ein- und Austrittstemperaturen, die Verdampfungsenthalpie sowie die ein- und ausgehenden Massenströme berücksichtigt wurden.

Die Massenbilanzierung zur Bestimmung der Massenströme wurde mit zwei Methoden durchgeführt: über den Volumen-Durchflussmesser und anhand der Gewichtsänderung über die Zeit. Die Ergebnisse zeigen, dass beide Methoden Abweichungen aufweisen, wobei der gemessene Massenstrom des Destillats und des Sumpfes größer war als der Feedstrom. Obwohl beide Messverfahren eine ähnliche Abweichung von etwa 10 % aufwiesen, ergab die Waagen-Messung geringfügig kleinere Abweichungen. Diese Differenz lässt sich durch verschiedene Faktoren erklären, darunter eine ungenaue Kalibrierung des Volumen-Durchflussmessers und temperaturbedingte Dichteänderungen, die zu fehlerhaften Volumenstrommessungen führen können. Eine weitere Ursache könnte die Beeinflussung der Messung durch den Füllstand der Zwischenbehälter (B2 und B4), die das Destillat und den Sumpf aufnehmen, bevor diese in die Lagerbehälter (B3 und B5) gepumpt werden. Solche Variationen im Füllstand könnten die Messergebnisse beeinflussen, aber da die Massenströme konstant über dem Feed-Strom lagen, ist dies vermutlich nicht der Hauptgrund für die Abweichungen.

Die Sensorwerte wurden statistisch ausgewertet, indem Mittelwerte und zugehörige Standardabweichungen bestimmt wurden. Für alle abgeleiteten Werte wurde die Unsicherheit durch Fehlerfortpflanzung berechnet. Zur Bewertung der Massenbilanz wurden die ein- und austretenden Massenströme bilanziert. Die austretenden Massenströme können dabei entweder durch die kalibrierten Ovalradvolumenzähler oder alternativ über die Waagen WIR108 und WIR110 bestimmt werden. Die Ergebnisse sind in Abbildung 2 dargestellt, wobei mit beiden Varianten eine maximale Abweichung von 10% zu den Feedmassenströmen aufgetreten ist.

Nach Abschluss der beschriebenen Maßnahmen wurde die Versuchsanlage erfolgreich in Betrieb genommen. Die durchgeführten Umbauten haben zu einer signifikanten Verbesserung der Funktionalität, Messgenauigkeit und Betriebssicherheit der Anlage geführt, sodass die geplanten Experimente unter optimalen Bedingungen durchgeführt werden konnten.

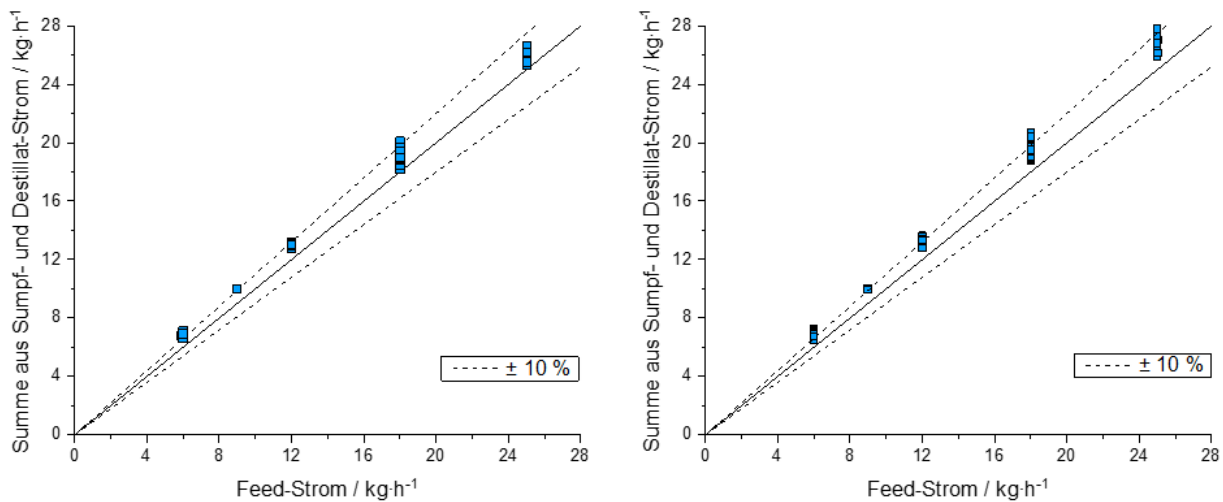


Abbildung 2: Charakterisierung und Validierung der Massenbilanz bei Verwendung von Ovalradvolumenzählern (links) oder Massenströmen basierend auf Waagen (rechts).

AP2 – Stoffdatenbeschaffung, Versuchsplanung, Auswertearoutinen

In bisherigen experimentellen Untersuchungen von DSV wurden sehr unterschiedliche Testsysteme verwendet. In den meisten Fällen kamen reine Substanzen zum Einsatz (Bressler, 1960; Dziak, 2011; Jahnke et al., 2020). Bei Untersuchungen von Mischungen handelte es sich oft um sehr niederviskose Substanzen, wobei die Verdampfer häufig bei Umgebungsdruck betrieben wurden (Billet, 1992; Skoczylas and Urbański, 1995). Daher erscheint es notwendig, Modellstoffsysteme zu definieren, die das reale Betriebsverhalten besser widerspiegeln und die physikalischen Eigenschaften variieren, um so einen Vergleich verschiedener Apparatedesigns zu ermöglichen.

Im Projekt wurden drei Stoffsysteme eingesetzt und charakterisiert, die den üblichen Betriebsbereich besser abdecken und für vergleichende Messungen geeignet sind. Zuvor wurden die Anforderungen an das System definiert, um eine möglichst breite Anwendbarkeit zu gewährleisten. Diese Anforderungen orientierten sich an den Vorgaben von (Bradtmöller und Scholl, 2016) und umfassen:

1. Erhöhte Viskosität bei Prozessbedingungen, während das Material bei Raumtemperatur pumpfähig bleibt
2. Geringe Toxizität
3. Flüssig bei Raumtemperatur
4. Verdampfungstemperatur im Vakuum unter der Kondensationstemperatur von Dampf bei 6 bar
5. Kondensationstemperatur über 303 K bei typischen Prozessbedingungen, um die Nutzung von Kühlwasser bei 293 K zu ermöglichen
6. Geringe chemische Aggressivität

7. Eng siedende und weit siedende Mischungen

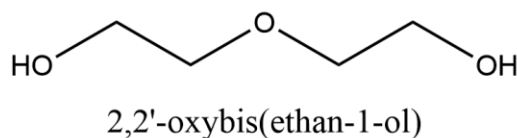
8. Niedrige Kosten

9. Geringe Neigung zur Zersetzung, Fouling oder Schaumbildung, leicht zu reinigen

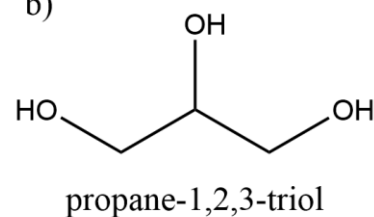
Basierend auf diesen Anforderungen wurden drei Testsysteme ausgewählt, die je nach Anwendungsfall charakterisiert werden. Die Systeme bestehen aus binären Mischungen von Diethylenglykol (DEG) als Basisbestandteil mit Glycerin, Decan-1-ol und Isopropylalkohol (IPA) als zweitem Bestandteil. Diese Chemikalien sind weit verbreitet und relativ kostengünstig, wobei sie keine speziellen Gesundheits-, Sicherheits- oder Umweltprobleme verursachen.

Die chemischen Strukturen der untersuchten Flüssigkeiten sind in Abbildung 3 dargestellt.

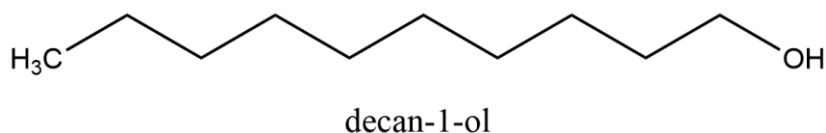
a)



b)



c)



d)

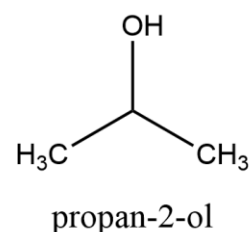


Abbildung 3: Chemische Strukturen der verwendeten Chemikalien a) Diethylenglykol b) Glycerin c) Decan-1-ol und d) Isopropylalkohol.

Für die Vorbereitung der Versuchsreihe wurden 13 Mischungen für jedes der binären Systeme DEG+Decan-1-ol, DEG+IPA und DEG+Glycerin verwendet. Die Mischverhältnisse wurden als äquidistante Molanteile gewählt. Zur Evaluierung der Langzeitstabilität der Proben wurde ein Teil bei Raumtemperatur, ein Teil bei 277 K und ein Teil bei 252 K für die Probe mit einem äquimolaren Verhältnis gelagert. Ein Referenzwert für die Dichte wurde in Intervallen von 1 Woche, 1 Monat und 6 Monaten bestimmt.

Brechungsindex

Für die Messungen des Refraktionsindex wurde ein Abbemat 500 (Anton Paar) eingesetzt. Die Messungen wurden bei 293,15 K und einer Wellenlänge von 589 nm unter Verwendung von Wasser als Referenzsubstanz durchgeführt. Die Unsicherheit, die in den technischen Spezifikationen des Refraktionsindexmeters angegeben war, wurde unter Verwendung von gereinigtem Wasser überprüft. Für jede Messung wurden drei Einzelmessungen durchgeführt, aus denen der Mittelwert und die Standardabweichung berechnet wurden. Weitere Unsicherheiten in den Temperaturmessungen, der Gerätegenauigkeit und der Mischungskontamination wurden ebenfalls berücksichtigt.

Dichte

Für die Dichtemessungen wurde der Anton Paar DMA 4100 M Dichtemeter verwendet. Die Dichte wurde mit einem ansteigenden Temperaturanstieg von 293 K bis 363 K in Intervallen von 5 K und von 363 K bis 403 K in Intervallen von 10 K gemessen. Die Unsicherheiten in der Temperaturmessung und der Dichtebestimmung wurden ebenfalls berücksichtigt, wobei die Unsicherheiten für die Mischungskontamination auf Grundlage der experimentellen Ergebnisse und der Reinheit der Proben geschätzt wurden. Die Ergebnisse sind in Abbildung 4 dargestellt.

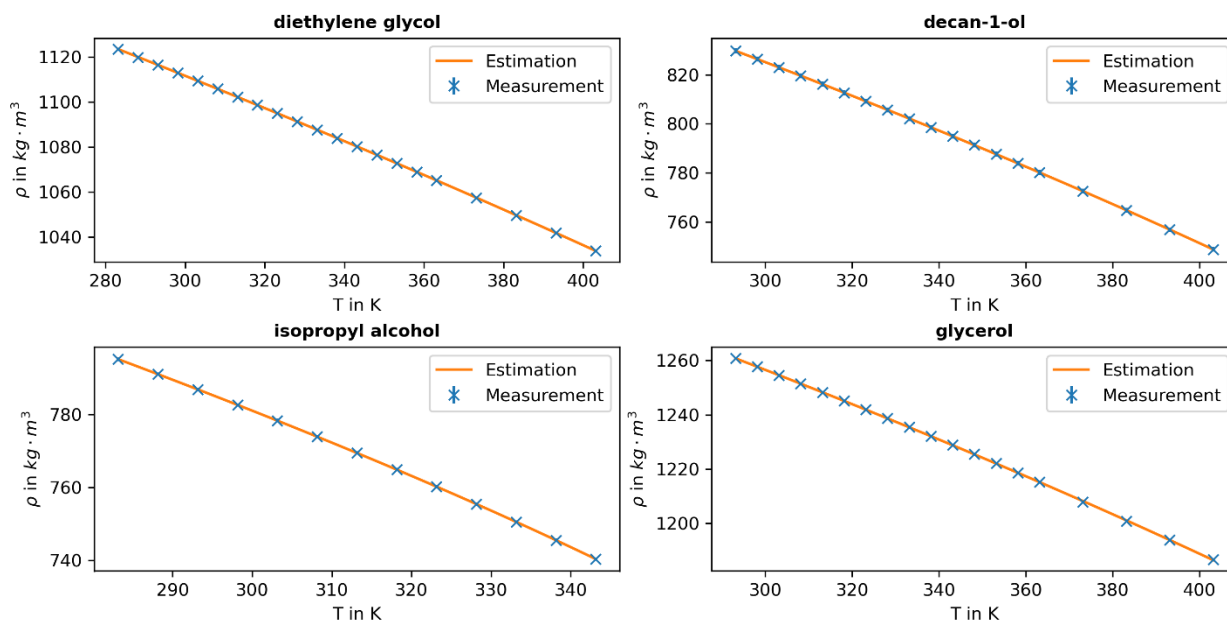


Abbildung 4: Gemessene und berechnete Dichte von DEG, Decan-1-ol, IPA und Glycerin in Abhängigkeit von der Temperatur.

Viskosität

Die Viskosität wurde mit einem Anton Paar SVM 3001 Stabinger Viskosimeter gemessen. Die Messungen erfolgten im Bereich von 293 K bis 403 K. Zur Kalibrierung des Viskosimeters wurde ein Viskositätsstandard verwendet, der eine maximale Abweichung von 0,2 % des Referenzwerts aufwies, was innerhalb der vom Hersteller angegebenen Spezifikationen liegt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 5 dargestellt.

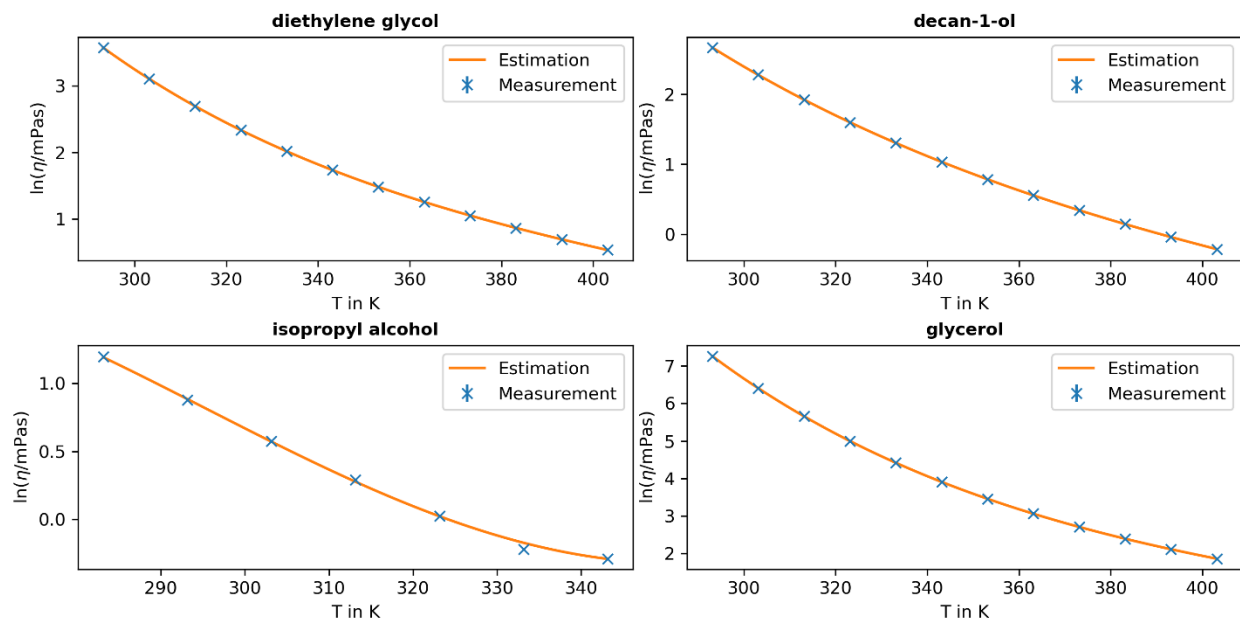


Abbildung 5: Gemessene und berechnete dynamische Viskosität von DEG, Decan-1-ol, IPA und Glycerin in Abhängigkeit von der Temperatur.

Oberflächenspannung

Die Oberflächenspannung wurde mit einem Krüss Droplet Shape Analyzer DSA100E gemessen. Die Messung erfolgte im Bereich von 293 K bis 363 K, wobei die gemessenen Werte mit denen aus der Literatur verglichen wurden, um die Genauigkeit der Messmethoden zu überprüfen. Die Ergebnisse sind in Abbildung 6 dargestellt.

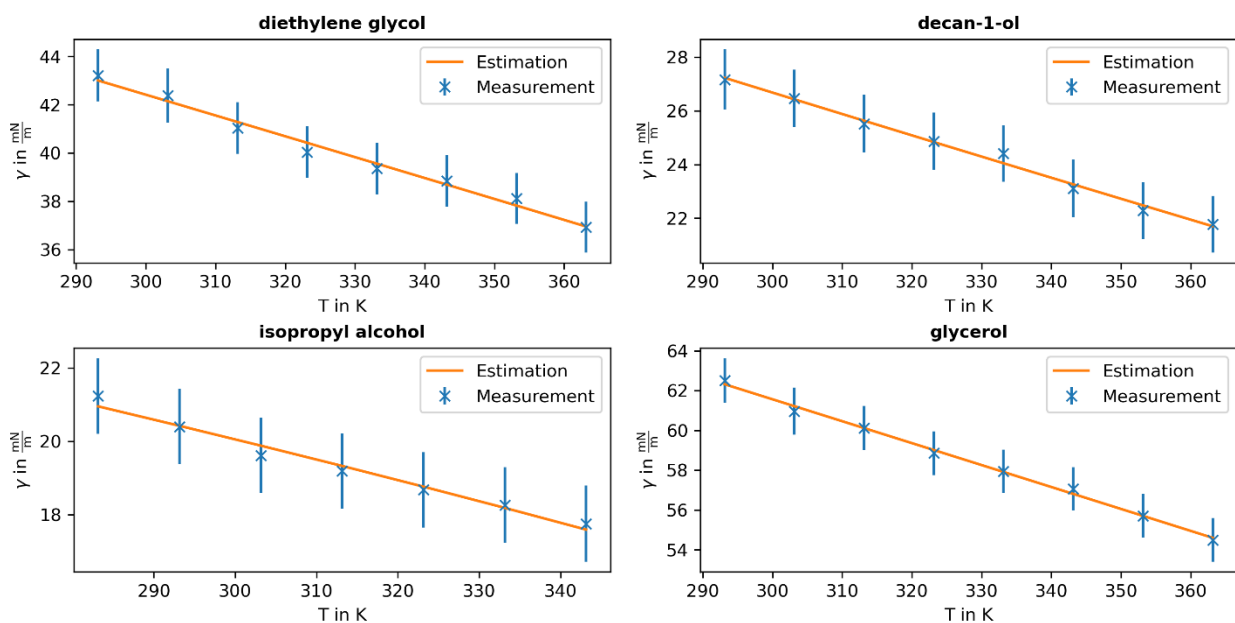


Abbildung 6: Gemessene und berechnete Oberflächenspannung von DEG, Decan-1-ol, IPA und Glycerin in Abhängigkeit von der Temperatur.

Auswertung der Messungen

Zur Auswertung wurden die molare Dichte und das molare Volumen aus den experimentellen Daten berechnet. Die Temperaturabhängigkeit der untersuchten Größen wurde mithilfe von Python und der Funktion `scipy.curvefit` an die experimentellen Daten angepasst. Die Ergebnisse der Berechnungen wurden mit den experimentellen Daten verglichen, und die Fehlerabschätzungen wurden auf Basis der experimentellen Unsicherheiten durchgeführt.

Die Ergebnisse zeigen, dass die verwendeten Messmethoden geeignet sind, um die thermophysikalischen Eigenschaften der untersuchten Systeme präzise zu bestimmen. Die experimentellen Werte stimmen weitgehend mit bereits in der Literatur beschriebenen Messdaten überein, was auf eine hohe Wiederholgenauigkeit und Verlässlichkeit der Messungen hinweist. Insgesamt ermöglichen die charakterisierten Stoffsysteme eine detaillierte Untersuchung und vergleichende Bewertung von DSV, wobei sie je nach Anwendung unterschiedliche thermophysikalische Eigenschaften variieren können. Die Untersuchungen in den nachfolgenden Arbeitspaketen beschränken sich auf die binären Systeme ohne Glycerin.

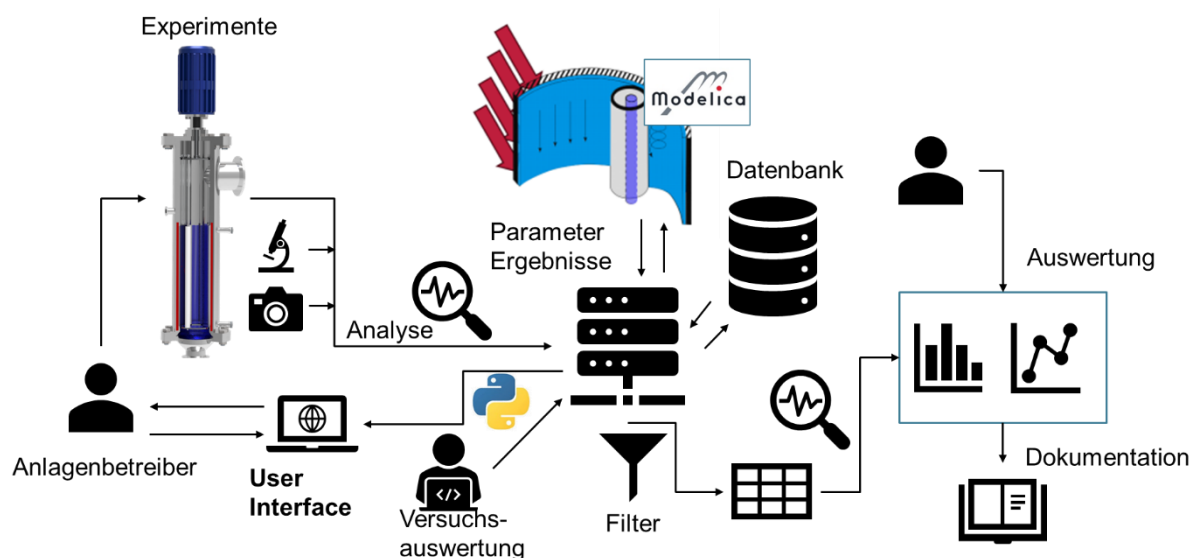


Abbildung 7: Darstellung der entwickelten Versuch- und Auswerteroutinen.

Für die Auswertung der Versuche wurden die in Abbildung 7 skizzierten Versuch- und Auswerteroutinen entwickelt. Die Versuche wurden mit Design-of-Experiments geplant, wobei in der Regel ein voll faktorielles Design vorgenommen wurde, was bei Folgeversuchen reduziert um einen Faktor von 3 zufällig gesampelt wurde. Der Versuchsplan wurde im Rahmen sinnvoll zusammengefasst und nach Möglichkeit randomisiert. Die Versuchsverwaltung sowie Versuchsauswertung erfolgte über ein Python-Backend mit einem mit Streamlit erstelltem User-Interface, wodurch ein vollständiger Vergleich aller Versuche möglich ist. Zudem wurde die Möglichkeit geschaffen, die tatsächlichen Betriebsparameter für die Parametrisierung des entwickelten Models aus AP8 zu verwenden. Durch die entwickelten Auswerteroutinen ist sichergestellt, dass alle Versuchspunkte identisch ausgewertet werden, wobei die Messabweichungen für die Fehlerfortpflanzung aller berechneten Größen verwendet werden.

AP 3 – Untersuchungen zur Fluidodynamik

Im Rahmen der Untersuchung wurden 463 Versuche mit Reinstoffen durchgeführt, zunächst ohne und anschließend mit Verdampfung. Die Versuchsbedingungen sind in Tabelle 3 angegeben. Um das Betriebsverhalten zu steuern, wurden die wesentlichen Betriebsparameter wie Wischergeschwindigkeit (w), Vorwärmtemperatur des Zuflusses (T_F), Temperaturdifferenz (ΔT), Betriebsdruck (p_p) und Umfangsbelastung (Γ) variiert (Jahnke et al., 2020).

Tabelle 3: Betriebsparameter des untersuchten Dünnschichtverdampfers.

Parameter	Material	Wischertyp	Medium	Heizmedium	Durchmesser in m
Wert	Edelstahl	Rollen/Kamm	Diethylenglycol Isopropanol Decan-1-ol	Dampf	0,08
Parameter	Länge in m	Fläche in m ²	Γ_F in L/(m·h)	Wischerfrequenz in 1/min	Wischergeschwindigkeit in m
Wert	0,256	0,06	20...110	250 – 500	0,5...2

Die Umfangsbelastung Γ beschreibt den Volumenstrom ($\dot{V}$) in Relation zum Umfang $\pi \cdot D$ des Verdampfers (Abichandani et al., 1986; Zeboudj et al., 2006). Sie wird verwendet, um den Einfluss des Flüssigkeitsstroms auf die Fluidodynamik zu bewerten.

Für die Versuche zur Fluidodynamik wurden Diethylenglykol (DEG) und Decan-1-ol bei Drücken im Bereich von 5 - 20 mbar sowie Isopropylalkohol bei 950 - 1000 mbar als Reinstoffe betrachtet. Die thermophysikalischen Eigenschaften dieser Flüssigkeiten, wie Dichte, Viskosität und Oberflächenspannung, wurden entsprechend der Ergebnisse aus AP2 berechnet. Für die fluidodynamischen Untersuchungen wurden Verweilzeitmessungen entsprechend Abbildung 8 durchgeführt, mit gleichzeitiger optischer Untersuchung des Flüssigkeitsfilms durch die Hochgeschwindigkeitskamera mit angeschlossenem Boroskop. Die Messungen wurden mit und ohne Verdampfung durchgeführt.

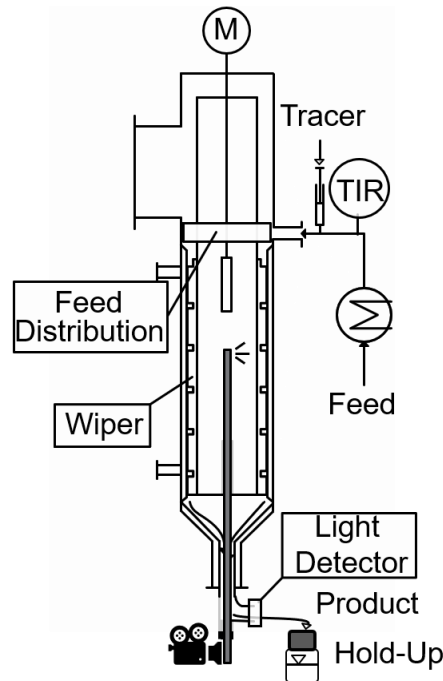


Abbildung 8: Schematische Darstellung des gewählten experimentellen Aufbaus mit Tracerinjektion, Tracerdetektion, Hold-up-Messung sowie Hochgeschwindigkeitskamera und Boroskop für die optische Aufnahme des Flüssigkeitsfilms.

Messung der Verweilzeitverteilung

Die Verweilzeitverteilung (RTD) wurde mit einer Absorptionsmesszelle gemessen, die den Spannungsabfall ΔU erfasst. Die RTD wurde mit der Exit-Funktion $E(t)$ beschrieben, die auf der Konzentration des Tracers basiert, die mit dem Beer-Bouguer-Lambert Gesetz in Verbindung steht (Danckwerts, 1953). Zur Ermittlung der Verweilzeitverteilung wurden optische Absorptionsmessungen zur Bestimmung der Konzentration von Brillantblau als optischer Tracer durchgeführt. Der gemessene Abfall in Spannung $\Delta U(t)$ ist proportional zur Konzentration des verwendeten Tracers, wodurch sich für die Verweilzeitdichtefunktion der folgende Zusammenhang ergibt:

$$E(t) = \frac{\Delta U(t)}{\sum_0^n (\Delta U(t) \Delta t)} \quad \text{Gl. 1}$$

Die Verweilzeitdichtefunktion wurde so normiert, dass die folgende Bedingung erfüllt ist:

$$\lim_{t \rightarrow \infty} F(t) = \int_0^\infty E(t) dt = 1 \quad \text{Gl. 2}$$

Einfluss der Umfangsbelastung

Die Umfangsbelastung hatte den größten Einfluss auf die Verweilzeitverteilung, da sie die Flüssigkeitsvolumina und Massenströme im Verdampfer beeinflusst (Jasch et al., 2021). Eine Erhöhung der Umfangsbelastung führte zu einer Verschiebung der Verweilzeitverteilung in Richtung höherer mittlerer Verweilzeiten und zu einer breiteren Verteilung, was in Abbildung 9 ersichtlich ist. Bei der Untersuchung von Diethylenglykol ohne Verdampfung wird eine Verlagerung der Verweilzeitverteilungen zu längeren Verweilzeiten bei niedrigerer Umfangsbelastung

beobachtet. Es zeigt sich, dass die Verteilungsfunktionen für verschiedene Versuchsbedingungen eine Selbstähnlichkeit aufweist, was bedeutet, dass die normalisierten Kurven weitgehend übereinstimmen.

Wesentliche Größen ohne Verdampfung sind die Stoffdaten sowie die jeweiligen Umfangsbelastungen. Dabei zeigt sich, wie in Abbildung 9 dargestellt, dass die Verweilzeitverteilung mit abnehmenden Volumenstrom breiter wird sowie ein ausgeprägteres Tailing aufweist. Bei Normalisierung der Verweilzeitdichteverteilung mit der mittleren Verweilzeit weichen die einzelnen Verteilungen nicht merklich voneinander ab. Das zeigt, dass die Fluid-dynamik selbstähnlich bleibt, es also nicht zu einer deutlichen Änderung der zugrundeliegenden Fluid-dynamik kommt. Bei typischen Prozessbedingungen beträgt die minimale Verweilzeit etwa $1/3 \bar{\tau}$, der maximale Peak der Verweilzeitdichtefunktion liegt bei $2/3 \bar{\tau}$ und ca. 98 % der Tracermoleküle haben den DSV nach $2,5 \bar{\tau}$ bis $3 \bar{\tau}$ verlassen. Im Vergleich zum Fallfilm-verdampfer (FFV) ist somit zwar der maximale Peak der VWZ-Verteilung in dimensionsloser Auftragung identisch bei $2/3 \bar{\tau}$, allerdings kommt es in DSV zu einer reduzierten minimalen Verweilzeit sowie einem ausgeprägteren Tailing. Gleichzeitig sollte berücksichtigt werden, dass bei typischen Prozessbedingungen davon auszugehen ist, dass die absolute mittlere Verweilzeit in DSV geringer ist als in FFV bei sonst identischen Prozessbedingungen. Die beobachtete Selbstähnlichkeit bleibt auch unter Verdampfungsbedingungen erhalten (siehe Abbildung 10), wobei hier tendenziell größere Schwankungen und insbesondere bei hohen Eindampfverhältnissen große Abweichungen auftreten.

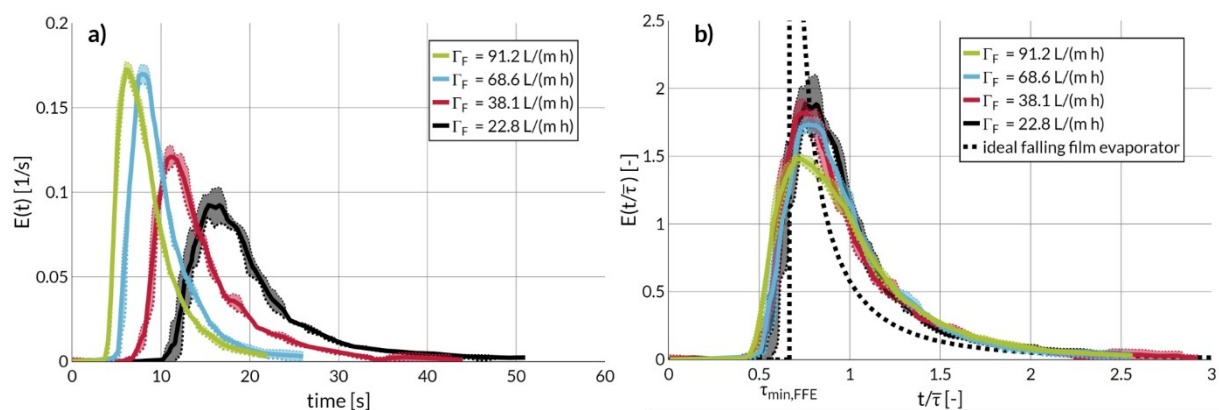


Abbildung 9: Experimentelle Verweilzeitverteilungen für unterschiedliche Flächenumfangsbelastungen ohne Verdampfung in a) dimensionsbehafteter Form und b) dimensionsloser Form im Vergleich zu dem theoretischen Verlauf eines idealen Fallfilmverdampfers

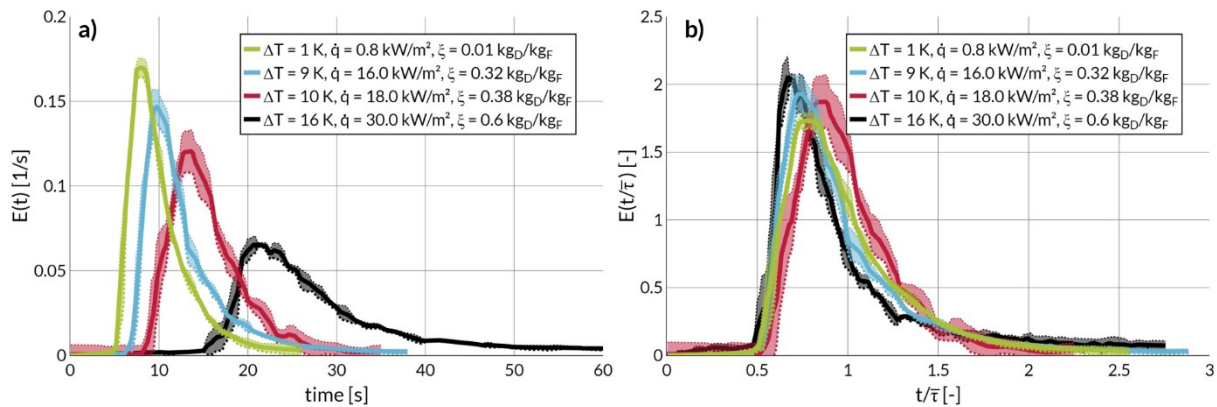


Abbildung 10: Experimentelle Verweilzeitverteilungen eines Rollenwischers für unterschiedliche Eindampfverhältnisse in a) dimensionsbehafteter Form und b) dimensionsloser Form.

Einfluss der Flüssigkeitseigenschaften

Die Fluidodynamik in DSV wird maßgeblich von den thermophysikalischen Eigenschaften der Flüssigkeiten wie Dichte, Viskosität und Oberflächenspannung beeinflusst. In Abbildung 11 ist die Abhängigkeit der mittleren Verweilzeit von der Flächenumfangsbelastung für verschiedene Stoffsysteme aufgetragen. Die mittlere Verweilzeit kann mit einer hyperbolischen Funktion beschrieben werden, d.h. es gilt $\bar{\tau} \propto \Gamma^{-1}$. Die mittlere Verweilzeit in der untersuchten Versuchsreihe liegt bei $8 \text{ s} \leq \bar{\tau} \leq 30 \text{ s}$ für Umfangsbelastungen über $20 \text{ L}/(\text{m h})$. Zudem zeigt sich bei den Versuchen, dass für einen geschlossenen Flüssigkeitsfilm die Oberflächenspannung der Fluide keinen Effekt auf die gemessene Verweilzeitverteilung hat. Demgegenüber beeinflussen sowohl die Viskosität als auch die Dichte der flüssigen Phase die Verweilzeit deutlich. Dabei führen geringere Dichten sowie höhere Viskositäten zu einer Erhöhung der mittleren Verweilzeit.

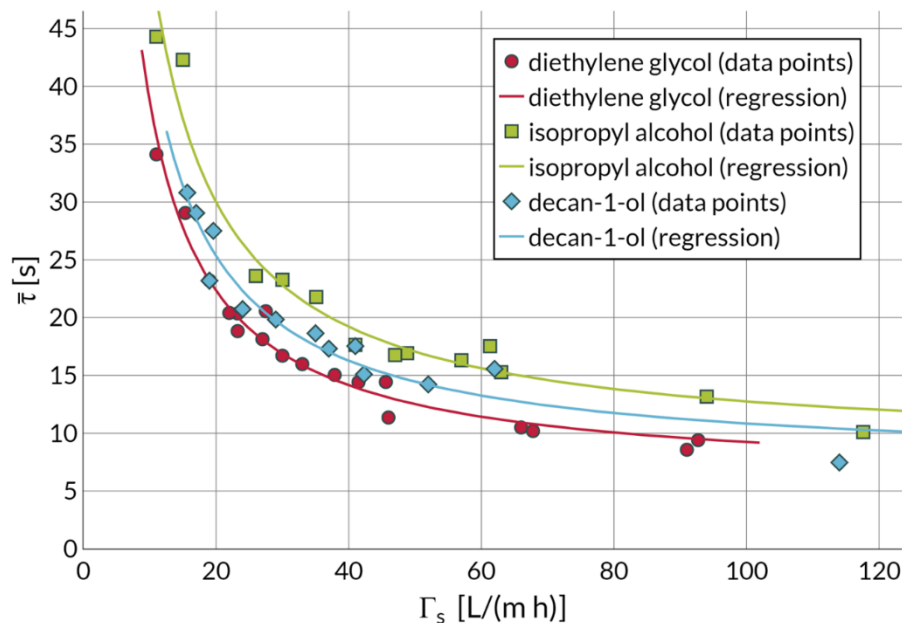


Abbildung 11: Abhängigkeit der mittleren Verweilzeit von der Flächenumfangsbelastung ohne Verdampfung bei unterschiedlichen Stoffsystemen

Verdampfung und Wärmeübertragung

Zur Untersuchung des Verdampfungseinflusses wurde das Eindampfverhältnis ξ als Verhältnis des Massenstroms des Destillats $\dot{m}_D$ zum Massenstrom des Zuflusses $\dot{m}_F$ gewählt. Für konstante Druckverhältnisse zwischen Produkt- und Heizseite konnte die Temperaturdifferenz ΔT zwischen beiden Seiten zur Berechnung der übertragenen Wärme verwendet werden. Dabei wurde die Temperatur auf der Produktseite mithilfe der Antoine-Gleichung (Gl. 3) bestimmt.

$$p = A - \frac{B}{C + T} \quad \text{Gl. 3}$$

In den durchgeführten Untersuchungen konnte die Proportionalität zwischen der Umfangsbelastung und der mittleren Verweilzeit auch unter Verdampfungsbedingungen bestätigt werden (siehe Abbildung 12). Besonders hervorzuheben ist, dass die Auftragung über die Sumpfumfangsbelastung erfolgt, die die geringste im Verdampfer auftretende Umfangsbelastung ist. Dabei zeigte sich, dass die Versuche ohne Verdampfung eine untere Grenze für die Versuche mit Verdampfung darstellten. Dies ist insofern bemerkenswert, als die

Flächenumfangsbelastung entlang der Verdampferfläche kontinuierlich abnimmt, während die Verweilzeit maßgeblich durch die Flächenumfangsbelastung im Sumpf dominiert wird.

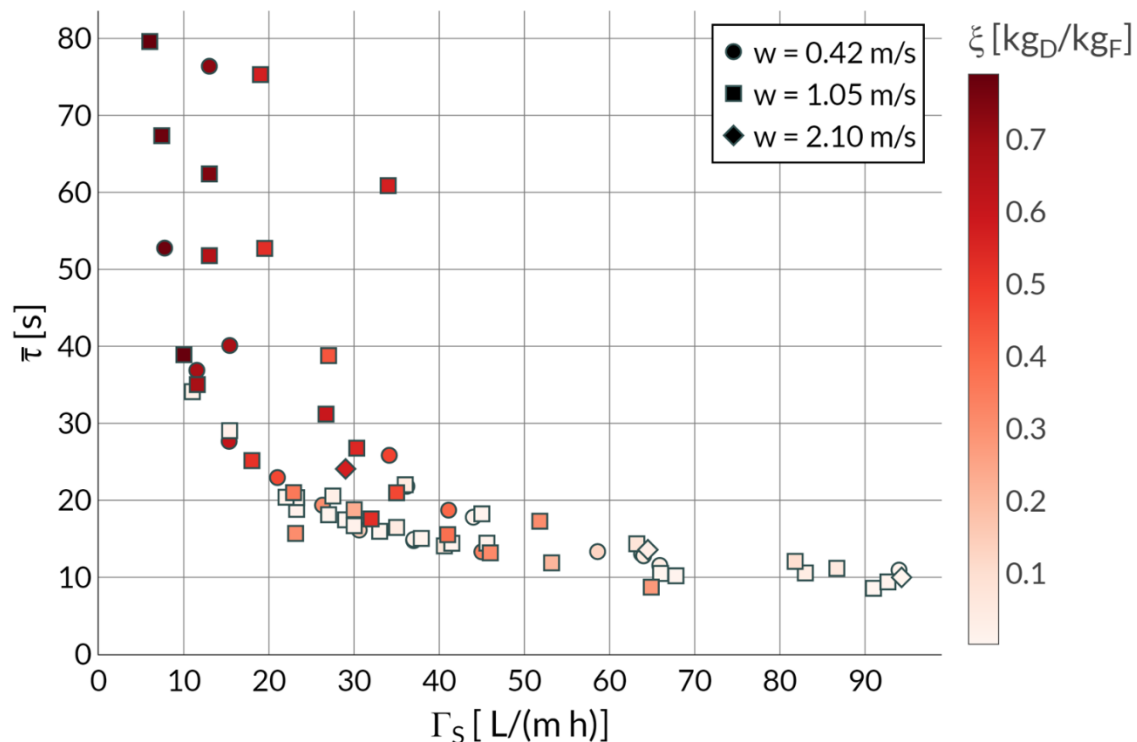


Abbildung 12: Abhängigkeit der mittleren Verweilzeit von der Sumpfumfangsbelastung bei unterschiedlichen Eindampfverhältnissen und verschiedenen Wischergeschwindigkeiten für Rollenwischer

Die Verdampfung hatte insgesamt einen erheblichen Einfluss auf die Verweilzeitverteilung. Sie führte zu einer Reduzierung der Flüssigkeitslast und einer damit einhergehenden Erhöhung der mittleren Verweilzeit. Ein besonders auffälliges Verhalten zeigte sich bei sehr geringen Sumpfumfangsbelastungen und gleichzeitig hohen Eindampfverhältnissen. Hier trat eine überproportionale Zunahme der mittleren Verweilzeit auf, die im Rahmen des Projekts auf eine zunehmende Entnetzung der Verdampferoberfläche zurückgeführt wurde. Dies wird deutlich in Abbildung 13, wo stabile Flüssigkeitsfilme mit zunehmend aufreißenden Flüssigkeitsfilmen bei höheren treibenden Temperaturdifferenzen gegenübergestellt sind.

Bei der Verdampfung von dünnen Filmen kann es zu lokalen Austrocknungen kommen. An diesen Stellen kann sich die Heizwand weiter über die gewünschte Temperatur erhitzen, da die Wärme nicht mehr an die Flüssigkeit abgegeben werden kann. Das rechte, mittlere Bild zeigt, wie der aufgerissene Film auf den Rollenwischer trifft, welcher diesen wieder gleichmäßig auf der beheizten Wand aufträgt. Die Versuche mit Filmaufriss sind zudem charakterisiert durch einen sehr geringen, unregelmäßigen Sumpfstrom bis hin zur kompletten Austrocknung.

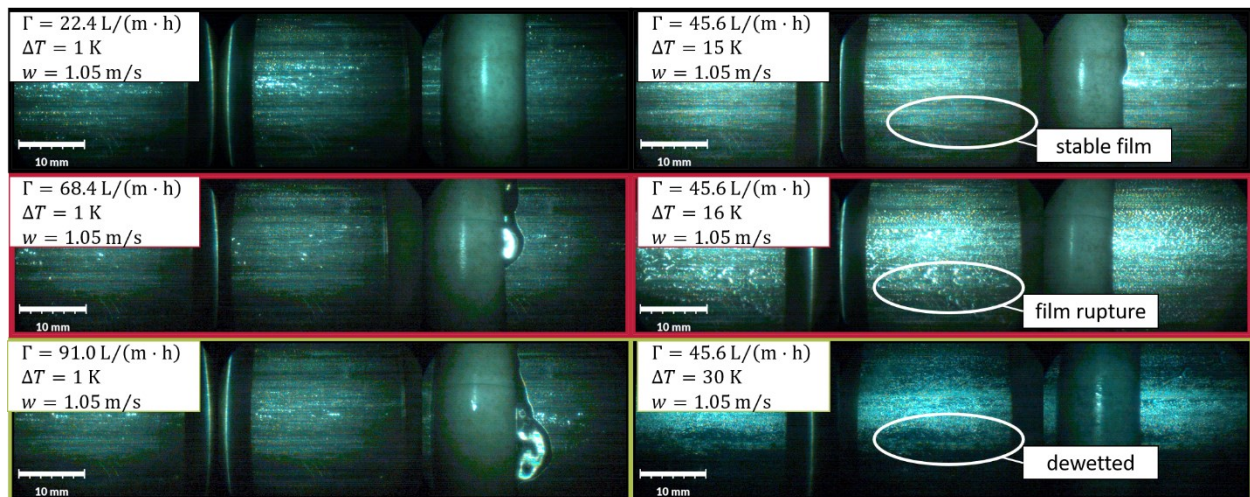


Abbildung 13: Optische Aufnahmen des Flüssigkeitsfilms. Links: Ohne Verdampfung mit zunehmender Flächenumfangsbelastung; rechts: mit konstanter Feedumfangsbelastung und zunehmender treibender Temperaturdifferenz.

Da Dünnschichtverdampfer gerade für ihre geringen Verweilzeiten und bei thermisch empfindlichen Stoffen eingesetzt werden, sollten zu geringe Feedströme und daraus folgend Sumpfumfangsbelastungen wegen der Gefahr des Filmaufrisses vermieden werden. Besonders beachtet werden sollte hierbei, dass für alle untersuchten Bereiche entweder kein Filmaufriss beobachtet wurde oder ein dynamisches Aufreißen, welches deutlich schneller war als die Neuverteilung der Flüssigkeit durch das Wischersystem erfolgen konnte.

Diese beobachteten Veränderungen verdeutlichen den Einfluss der Verdampfung auf die Flüssigkeitsfraktionen in verschiedenen Bereichen des Systems. Insbesondere wurden Anpassungen der Flüssigkeitsverteilung im Film, in der Bugwelle sowie im Spaltbereich festgestellt. Diese Erkenntnisse tragen wesentlich zum Verständnis der thermischen und fluiddynamischen Prozesse innerhalb des Verdampfers bei und liefern wertvolle Hinweise für die weitere Optimierung und Modellierung von Verdampfungssystemen.

Einfluss der Wischergeschwindigkeit

Der Einfluss der Wischergeschwindigkeit ist in Abbildung 14 mit und ohne Verdampfung dargestellt. Es fällt auf, dass die Wischergeschwindigkeit ohne Verdampfung keinen signifikanten Einfluss auf die mittlere Verweilzeit hat, jedoch mit Verdampfung eine höhere Wischergeschwindigkeit zu einer Erhöhung der mittleren Verweilzeit führt. Bisher wurde in der Literatur dieser Effekt noch nicht beschrieben, da bisherige Verweilzeitmessungen stets ohne Verdampfung durchgeführt wurden (Cvengroš et al., 1995; Jasch et al., 2021).

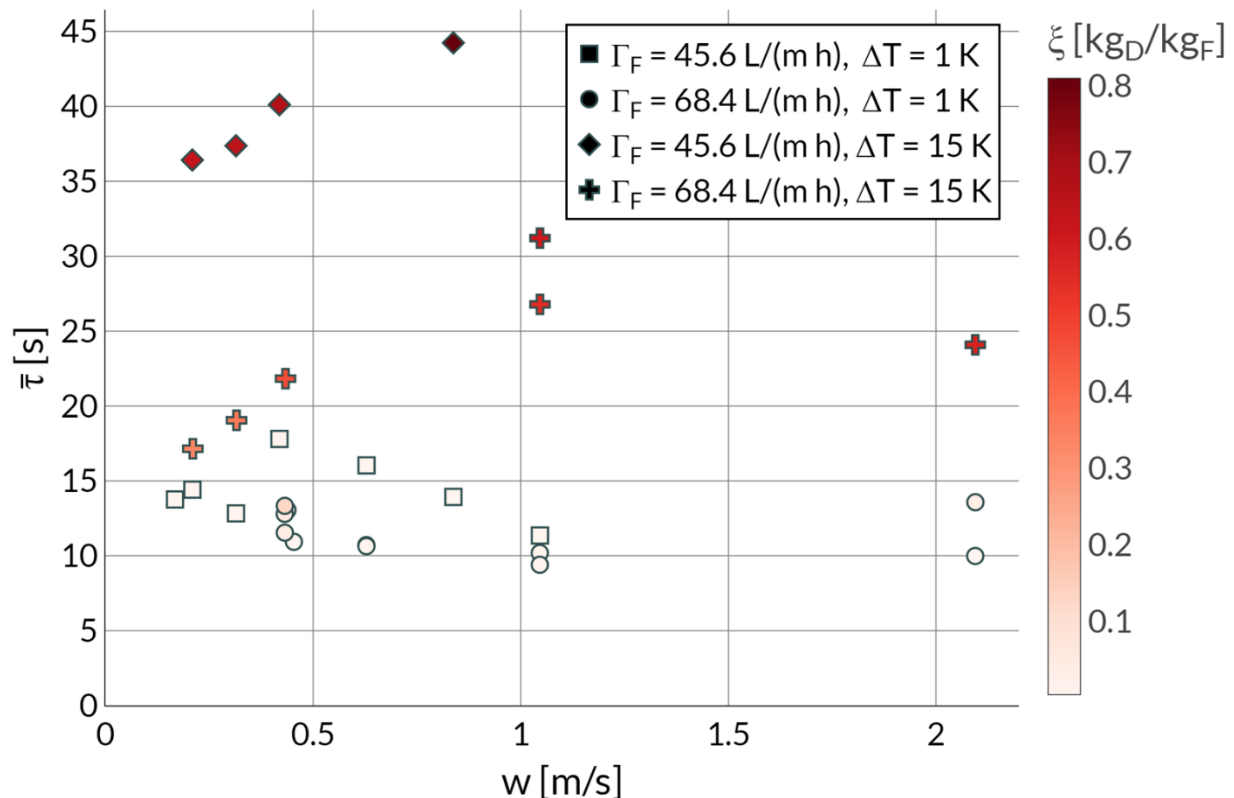


Abbildung 14: Abhängigkeit der mittleren Verweilzeit von der Wischergeschwindigkeit für unterschiedliche treibende Temperaturdifferenzen und Feedumfangbelastungen.

Die Erhöhung der mittleren Verweilzeit mit zunehmender Wischergeschwindigkeit unter Verdampfungsbedingungen ist auf die verbesserte Wärmeübertragung aufgrund der gesteigerten Turbulenz zurückzuführen. Durch die erhöhte Verdampfung verringert sich die Umfangsbelastung, was zu vermehrtem Filmaufriss und erhöhter Verweilzeit beiträgt. Es sollte beachtet werden, dass dieser Effekt nur dann relevant sein wird, wenn die Wärmeübertragung aufgrund des Wärmeübergangswiderstands auf der Filmseite limitiert wird. Zudem sollte erwähnt werden, dass eine Erhöhung der Wischergeschwindigkeit nicht zu einer Stabilisierung des Flüssigkeitsfilms beiträgt, sondern dieser vielmehr bei hoher Wischergeschwindigkeit durch die erhöhte Wärmeübertragung zusätzlich destabilisiert wird.

Einfluss des Wischersystems

Neben den bisherigen Ergebnissen des untersuchten Rollenwischers wurden zusätzlich Versuche mit einem federbelasteten Kammwischer durchgeführt. Dafür ist die Verweilzeitdichtefunktion für den jeweiligen Wischer bei treibenden Temperaturdifferenzen von 5 und 10 K und Betriebsdrücken von 50 und 75 mbar in Abbildung 15 dargestellt. Es zeigt sich, dass sich Kamm- und Rollenwischer in ihrer Kurvenform nur geringfügig unterscheiden. Während die Kurven bei 50 mbar nahezu deckungsgleich sind, verschieben sie sich beim Kammwischer bei 75 mbar zu längeren Verweilzeiten. Hier beträgt die mittlere Verweilzeit bis zu

4 Sekunden mehr als beim Rollenwischer, der keinen deutlichen Einfluss des Betriebsdrucks aufweist.

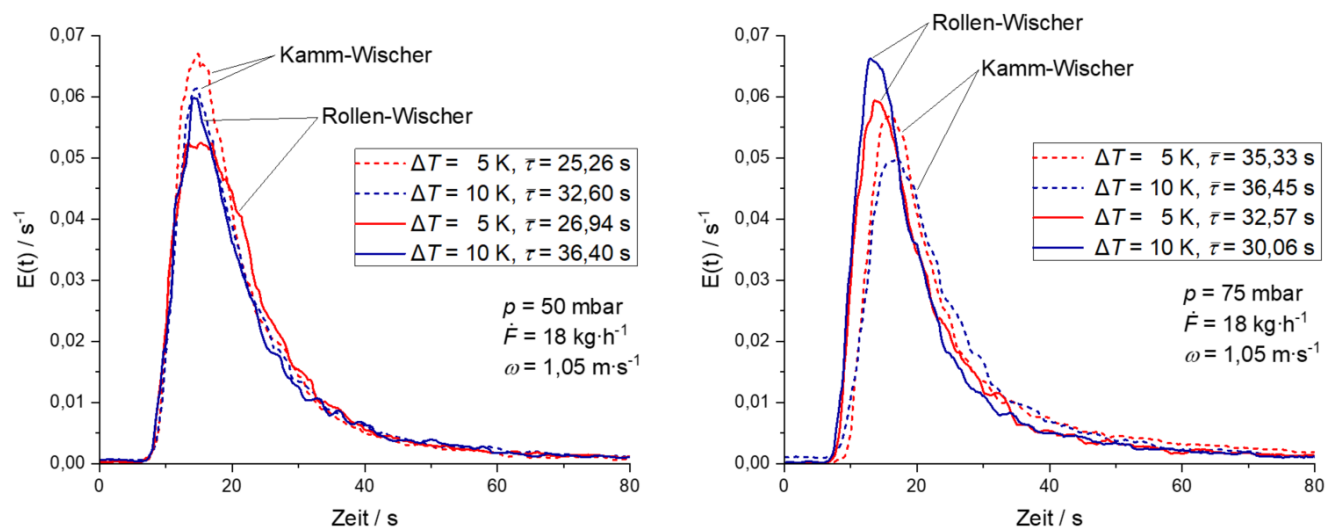


Abbildung 15: Verweilzeitkurven für den Kamm- (---) und Rollenwischer (—) bei 50 mbar (a) und 75 mbar (b) und treibenden Temperaturdifferenzen von 5 und 10 K

Die längere Verweilzeit des Kammwischers im Vergleich zum Rollenwischer, lässt sich durch die Strömungscharakteristik erklären. Eine optische Untersuchung der Filmoberfläche ist in Abbildung 16 dargestellt. Durch die größere Kontaktfläche zwischen Fluid und Wischer wirken beim Kammwischer verstärkte Haft- und Reibungskräfte, die die Strömung verlangsamen und somit zu längeren Verweilzeiten führen. Diese Beobachtung widerspricht den Ergebnissen von Jasch et al. (2021), die bei Verwendung des Kammwischers eine kürzere Verweilzeit im Vergleich zum Rollenwischer festgestellt haben. Allerdings wurden in diesen Versuchen Reinstoffe ohne Verdampfung untersucht, was die abweichenden Ergebnisse erklären kann.

Weitere Messergebnisse, die hier nicht im Detail dargestellt sind, deuten darauf hin, dass die Differenzen der Verweilzeiten zwischen $\Delta T = 5 \text{ K}$ und 10 K nicht auf eine systematische Varianz zurückzuführen sind.

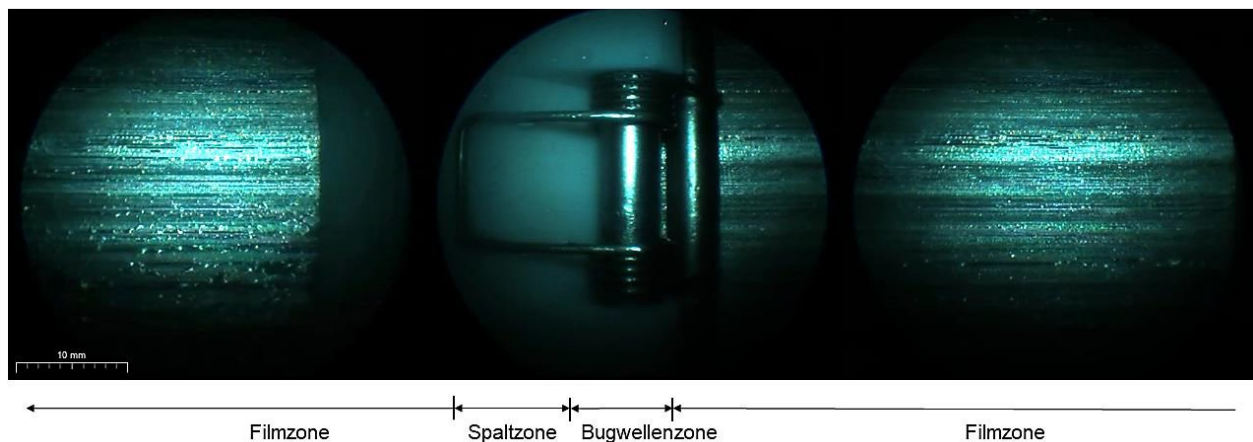


Abbildung 16: Optische Aufnahme der Filmoberfläche während des Betriebs für ein Kammwischersystem.

Schlussfolgerung

Die Ergebnisse bestätigen, dass die Umfangsbelastung einen wesentlichen Einfluss auf die Verweilzeitverteilung in DSV hat, wobei die Verteilungen bei typischen Prozessbedingungen eine Selbstähnlichkeit aufweise. Die Oberflächenspannung hat keinen Einfluss auf die Verweilzeitverteilung, solange der Film stabil blieb, könnte jedoch bei Filmrupturen von Bedeutung sein. Die Verdampfung verändert die Verweilzeitverteilung durch eine Reduktion der Flüssigkeitslast, was die mittlere Verweilzeit erhöht. Die Wischergeschwindigkeit beeinflusst die Verweilzeit ausschließlich bei Verdampfung, da sie den Wärmeübergang und somit die Verdampfungseffizienz steigert.

AP4 – Untersuchungen zu Verdampfungsleistung und Lastgrenzen

Im Rahmen des AP4 erfolgten Untersuchungen zu Verdampfungsleistungen, Wärmeströmen und Lastgrenzen des betrachteten Dünnschichtverdampfers. Dabei wird die in AP1 bestimmte Genauigkeit bei der Massenbilanz von $\pm 10\%$ zugrunde gelegt. Die fluiddynamischen Lastgrenzen sind im Bericht zu AP3 beschrieben. Die Basis für die Charakterisierung von Verdampfungsleistung und Lastgrenzen bildet eine Energiebilanzierung des Verdampfers, wobei die Wärmeströme für Verdampfer und Kondensator separat bilanziert werden können. Messtechnisch erfasst wurde der durch kondensierenden Heizdampf eingebrachte Wärmestrom, dem Medium zugeführte Enthalpie basierend auf einer Enthalpiebilanz mit den Massenströmen und den spezifischen Enthalpien von Feed, Dampf und Sumpf sowie dem mit dem Kühlwasser abgeführten Wärmestrom.

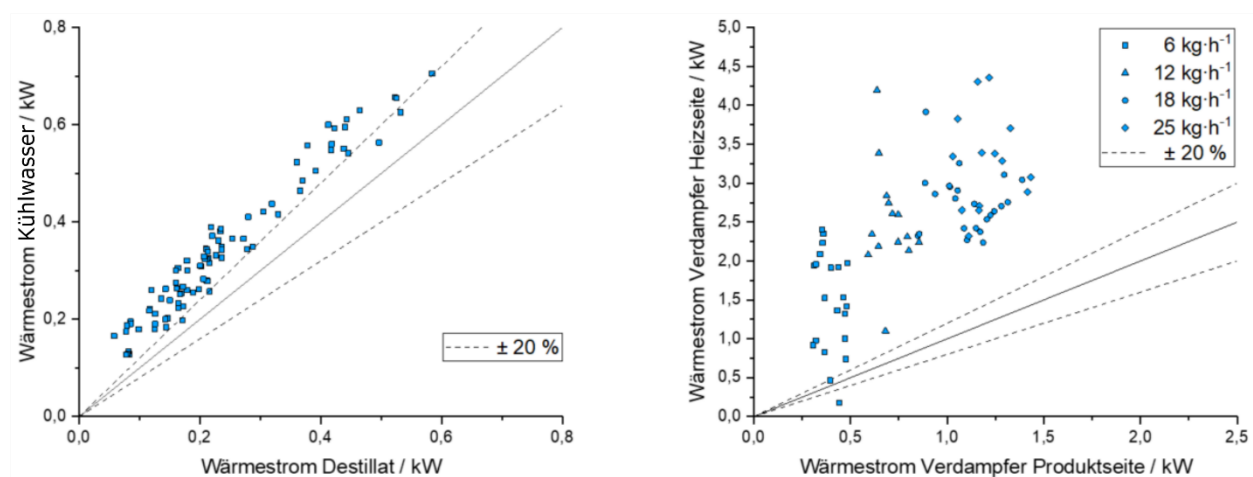


Abbildung 17: Wärmeströme der Heizseite in Bezug auf die Wärmeströme der Produktseite für den Kondensator (links) und den Verdampfer (rechts) für die durchgeführten Versuche mit Heizdampf

Der Vergleich der verschiedenen Wärmeströme ist in Abbildung 17 dargestellt. Für den Kondensator wurde der vom Kühlwasser aufgenommene Wärmestrom im Vergleich zum Wärmestrom des kondensierenden Destillats erfasst. Es zeigt sich, dass der Wärmestrom des Kühlwassers für alle Versuche größer ist als der des Destillats, was auf Wärmeverluste durch Strahlung und unvollständige Kondensation des Destillats in den Kondensator bei niedrigen

Drücken (50 mbar) und erhöhten Kühlwassertemperaturen zurückzuführen sein könnte. Insbesondere bei Wärmeströmen unter 0,3 kW ist die prozentuale Abweichung sehr hoch, mit einer Abweichung von bis zu 124 %. Bei höheren Wärmeströmen über 0,5 kW reduziert sich die Abweichung jedoch auf maximal 30 %. Die Abweichungen in den Wärmeströmen des Verdampfers erklärt sich größtenteils durch Wärmeverluste und einen schlechten Wärmeübergang aufgrund unvollständiger Benetzung. Besonders bei geringen Feedströmen von 6 kg/h variierte der Wärmestrom der Heizseite stark, während der Wärmestrom der Produktseite relativ konstant blieb. Dies wird auf die Anwesenheit nichtkondensierbarer Gase zurückgeführt, die sich bei den geringen Wärmeströmen auf der Heizseite anreichern können.

Trennleistung und Einflussfaktoren

Zur Untersuchung der Trennleistung wird der Trenngrad für die Bewertung des Apparates zugrunde gelegt. Typischerweise wird in Dünnschichtverdampfern eine Trennstufe realisiert. Es wird jedoch diskutiert, inwieweit durch den stattfindenden Gegenstrom in Dünnschichtverdampfern ein Rektifiziereffekt in dem Apparat auftritt. Um dies zu untersuchen, wurde der Gesamt-trenngrad (Gl. 4) betrachtet (Billet, 2000).

$$\eta_0 = \frac{x_D - x_S}{x_D} \quad \text{Gl. 4}$$

Dabei sind die gemessenen Trennleistungen aufgrund des Anlagenaufbaus und der Position der Probenahme nicht exakt, da die Proben für den Sumpf und das Destillat nach den jeweiligen Zwischenbehältern entnommen wurden, wodurch sich ein Hold-Up-Volumen von ca. 200 mL ergab. Daher sind die Proben von den vorherigen Versuchen beeinflusst, insbesondere bei geringen Massenströmen am Kopf oder Sumpf des Verdampfers. Bei diesen Versuchen wurde daher die Trennleistung auf Basis des Stoffmengenanteils im größeren Massenstrom auf Basis einer Komponentenbilanz berechnet.

AP5 – Verdampfungsversuche Gemisch 1 (Diethylenglykol – Isopropanol)

Im Rahmen des Projekts wurde in Absprache mit dem projektbegleitenden Ausschuss festgelegt, dass die Abtrennung eines Leichtsieders aus einem Schwersieder mit einer weiten Siedelinse gegenüber engsiedenden Gemischen den technisch relevanteren Fall darstellt. Daher wurde das binäre Stoffsystem Diethylenglykol-Isopropanol für die Untersuchungen priorisiert, und ein Großteil der Versuche wurde mit diesem System durchgeführt.

Bei den Verdampfungsversuchen wurde berücksichtigt, dass sich die Temperatur entlang der Apparatehöhe infolge der Konzentrationsänderung im Stoffgemisch signifikant verändert, obwohl die Zufuhr flüssig-siedend erfolgte. Dies erschwerte eine direkte Evaluierung des Stoffsystemeinflusses sowie die Definition der treibenden Temperaturdifferenz, ermöglichte aber eine detaillierte Untersuchung der durch Konzentrationsgradienten bedingten Effekte. Besonders relevant war in diesem Zusammenhang die potenzielle Ausbildung von Marangoni-Instabilitäten und deren Auswirkung auf die Benetzung. Die treibende Temperaturdifferenz wurde in Einklang mit dem VDI-Wärmeatlas auf die Temperaturdifferenz am Verdampfersumpf

festgelegt, wobei bei der Darstellung der Ergebnisse aus AP5 aufgrund der hohen Differenz der Siedetemperaturen von Feed und Sumpf auf die Darstellung der Wärmedurchgangskoeffizienten verzichtet wird. Stattdessen werden die Wärmedurchgangskoeffizienten für das zweite Stoffsystem in AP6 diskutiert.

Die experimentellen Ergebnisse zeigen, dass mit steigendem Feedmassenstrom und gleichbleibender Überhitzung der Gesamttrenngrad abnimmt (siehe Abbildung 18). Dies ergibt sich aus der höheren Reinheit im Destillat, da mehr Isopropanol verdampfen kann, ohne dass sich Schwersieder im Destillat anreichert. Dies zeigt sich auch daran, dass ein geringerer Feedmassenstrom zu einer verstärkten Anreicherung des Schwersieders im Destillat führt, was eine spezifische Anpassung der Betriebsparameter für den jeweiligen Anwendungsfall erforderlich macht, je nachdem ob eine möglichst hohe Reinheit im Destillat oder eine vollständige Entfernung des Leichtsieders aus dem Sumpfstrom die Verfahrensaufgabe darstellt.

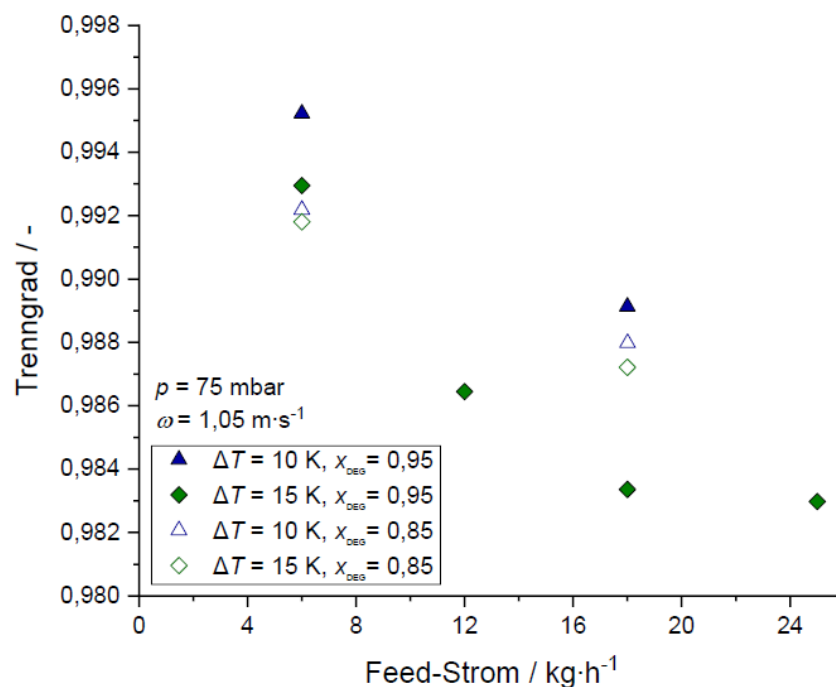


Abbildung 18: Trenngrad in Abhängigkeit vom Feed-Strom für verschiedene Stoffmengenanteile DEG bei einer treibenden Temperaturdifferenz von 10 und 15 K unter Verwendung eines Rollenwischers.

Zur Bewertung des Zusammenhangs zwischen Überhitzung, mittlerer Verweilzeit und Trenngrad ist in Abbildung 19 der Trenngrad über die gemessene mittlere Verweilzeit dargestellt. Höhere Temperaturdifferenzen und höhere Wärmeübergänge begünstigten tendenziell eine höhere Trennleistung, führen allerdings auch zu erhöhten Verweilzeiten aufgrund der Abnahme des Sumpfvolumenstroms. Zudem sollte beachtet werden, dass der berechnete Trenngrad zwar steigt, da insbesondere die Sumpfreinheit höher ist, es jedoch zu einer zunehmenden Verschleppung des Schwersieders in den Destillatstrom kam. Lange Verweilzeiten und hohe Überhitzungen führen zudem insbesondere bei temperaturempfindlichen Stoffen zu Produktdegradation, weshalb die Wahl der Prozessparameter sorgfältig erfolgen muss.

Die Trennleistung nimmt mit zunehmendem Feed-Strom und damit verkürzter Verweilzeit ab. Besonders bei höheren Leichtsiederanteilen ist dieser Effekt ausgeprägt. Aufgrund der Hold-Up-Volumina sowie der Verdunstung des Leichtsieders variiert der Massenanteil des Leichtsieders zwischen 0,038 kg/kg und 0,103 kg/kg. Bei höheren Temperaturdifferenzen von 15 K schwankt der Trenngrad stärker als bei geringeren Leichtsiederanteilen. Diese Varianzen könnten durch Tropfenmitriss oder Kreuzkontamination zwischen Versuchen bedingt sein.

Zur Quantifizierung des Tropfenmitrisses wurde die Brillantblau-Konzentration im Destillat in Relation zum Feedstrom bestimmt. Die Ergebnisse zeigen keinen direkten Zusammenhang zwischen Tropfenmitriss und Destillatstrom. In der Literatur wurde teilweise bei hohen Verdampfungsraten berichtet, dass Flüssigkeitstropfen aus der Flüssigphase mitgerissen werden können, was die Trennleistung negativ beeinflusst (Billet, 2000; Schaal et al., 2008). Dabei kann insbesondere bei hohen Wandüberhitzungen und großen Gasvolumenströmen verstärkter Tropfenmitriss auftreten (Billet, 2000; Dieter, 1960). Auch ein flashender Feed, verursacht durch überhitzte Flüssigkeit oder gelöste Gase, kann Tropfenmitriss fördern. Während der Versuche wurde visuell zudem das Herabfallen einzelner Flüssigkeitstropfen aus dem Feed in den Sumpf beobachtet, allerdings konnte dieser Effekt nicht in der Trennleistung quantifiziert werden, könnte allerdings für hohe geforderte Reinheiten im Sumpfstrom relevant sein.

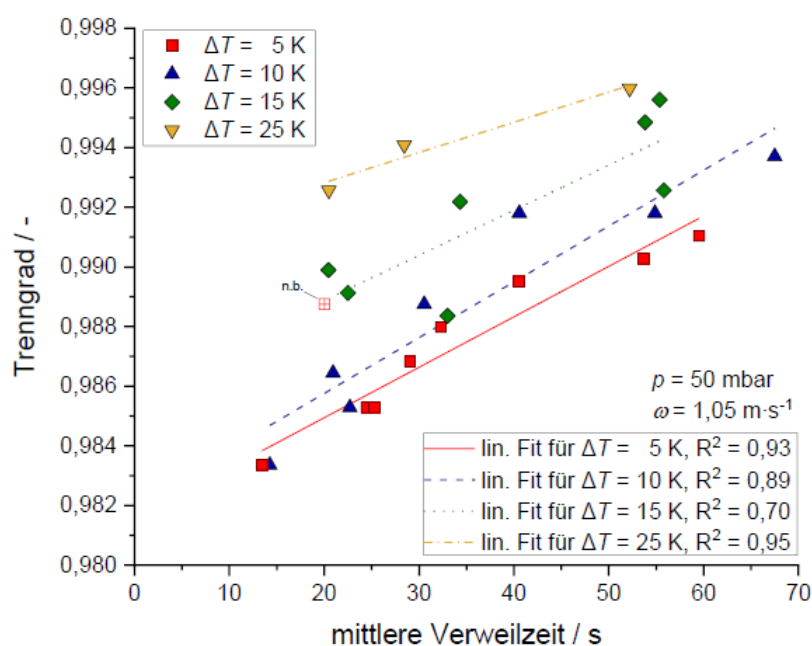


Abbildung 19: Trenngrad in Abhängigkeit von der mittleren Verweilzeit für verschiedene treibende Temperaturdifferenzen bei Versuchen mit einem Rollenwischer ($p = 50\text{ mbar}$, $\omega = 1,05\text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$, n.b. = nicht berücksichtigter Punkt bei $\Delta T = 5\text{ K}$)

Für eine detaillierte Bewertung der Fluidodynamik des binären Gemischs wurden die Bilder der Hochgeschwindigkeitskamera ausgewertet, die den Wischer und die Benetzung der Verdampferwand zeigen. In Abbildung 20 und Abbildung 21 sind Aufnahmen eines Rollenwischers bei Feedmassenströmen von $12\text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$ und $25\text{ kg}\cdot\text{h}^{-1}$ und einer Wischerumfangsgeschwindigkeit von $0,85\text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ beispielhaft abgebildet. Unterhalb der Bilder sind die entsprechenden Zonen nach dem 3-Zonen Modell von Schweizer eingeteilt (Schweizer, 1979).

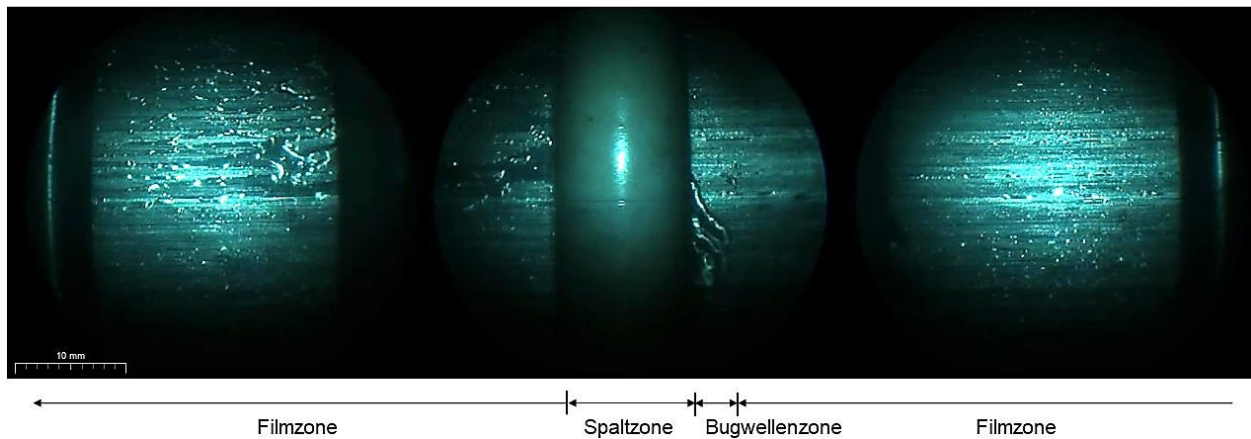


Abbildung 20: Aufnahme des Benetzungsvorgangs mit schematischer Zoneneinteilung für einen Rollen-Wischer bei $\dot{F} = 12 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$, $p = 50 \text{ mbar}$, $\omega = 0,85 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ und $\Delta T = 10 \text{ K}$

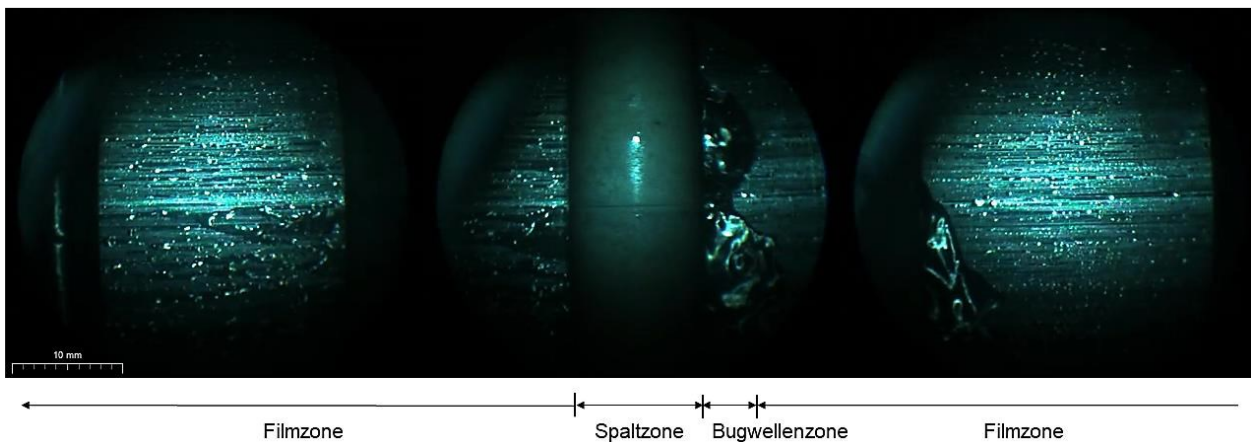


Abbildung 21: Aufnahme des Benetzungsvorgangs mit schematischer Zoneneinteilung für einen Rollen-Wischer bei $\dot{F} = 25 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$, $p = 50 \text{ mbar}$, $\omega = 0,85 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ und $\Delta T = 10 \text{ K}$

Beim Vergleichen der oben dargestellten Versuche ist eine stärker ausgebildete Bugwelle beim Massenstrom von $25 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$ als beim Massenstrom von $12 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$ zu erkennen. Die Bugwelle bei $\dot{F} = 12 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$ ist entlang des Wischers nicht gleichmäßig verteilt. Beim größeren Massenströmen ist im betrachteten Bereich ebenfalls keine gleichmäßig verteilte Bugwelle zu erkennen. Die Ausbildung und vor allem die Größe bzw. die sichtbare Breite der Bugwelle ist von der Wischerdrehzahl bzw. der Wischerumfangsgeschwindigkeit abhängig und zeigt bei den betrachteten Viskositäten ein stark turbulentes Strömungsprofil.

Auf den Aufnahmen zeigt sich die Filmzone links vom Wischer unmittelbar nach dem Wischvorgang sowie auf der rechten Seite unmittelbar vor einem Wischvorgang. Es kommt zu einem deutlichen Filmaufriss bei allen Versuchen, wobei die Benetzung mit zunehmenden Massenstrom geringfügig zunimmt. Zudem kann mit steigender Überhitzung eine zunehmende Beschleunigung der Entnetzung festgestellt werden. Auffällig ist hier, dass im direkten Vergleich

mit den Versuchen mit Diethylenglykol (Abbildung 22) beim binären Gemisch selbst ohne Verdampfung ein deutlicher Filmaufriss festzustellen ist.

In Abbildung 22 (links) ist das Fluidverhalten bei reinem Diethylenglykol mit einem Massenstrom von 18 kg/h dargestellt. Die Filmzone zeigt eine nahezu gleichmäßige Benetzung mit einzelnen kreisförmigen Aufrissen. Im Vergleich dazu wurde beim Diethylenglykol-Isopropanol-Gemisch eine signifikant höhere Anzahl von Filmaufrissen beobachtet (siehe Abbildung 22 rechts), selbst in Abwesenheit von Verdampfung. Dieses Verhalten ist auf die spezifischen Stoffeigenschaften des Gemischs zurückzuführen sowie ggf. die Zunahme von destabilisierenden Mechanismen wie Marangoni-Instabilitäten.

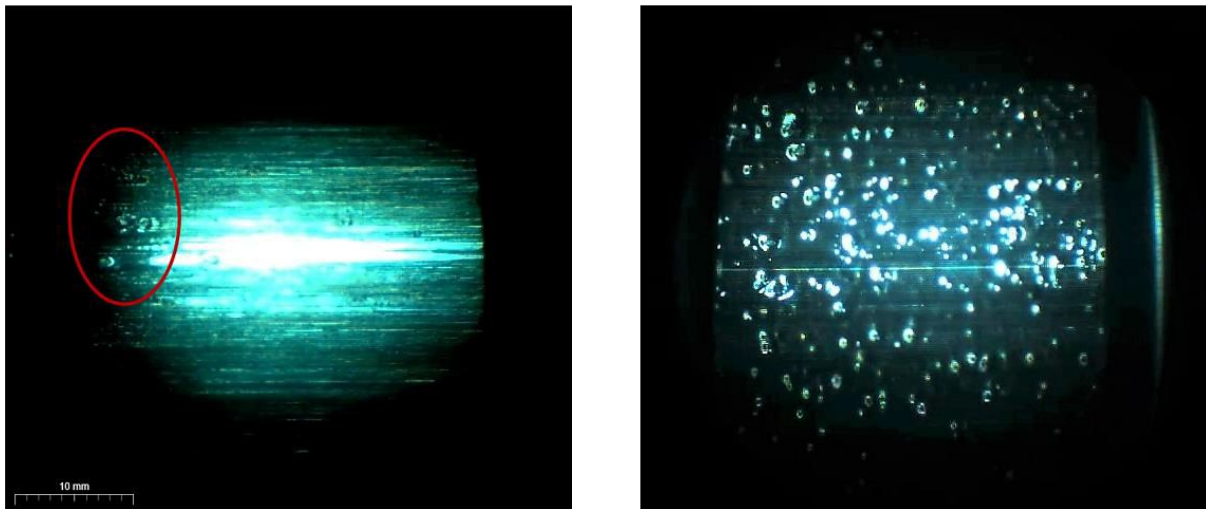


Abbildung 22: links: Aufreißen des Films bei reinem DEG bei $F = 18 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$ und $p = 4 \text{ mbar}$, $\omega = 2,01 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ und $\Delta T = 0 \text{ K}$ vs. rechts: Aufreißen des Films bei einem DEG-Pro Gemisch ohne Verdampfung bei $F = 6 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$ und $p = 50 \text{ mbar}$, $\omega = 1,05 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ und $T = 20 \text{ }^{\circ}\text{C}$

Rektifikationseffekt

Die in der Literatur diskutierte Möglichkeit eines Rektifikationseffekts im Dünnschichtverdampfer konnte experimentell nicht bestätigt werden. Falls ein solcher Effekt existiert, wäre er bei den betrachteten Betriebsbedingungen untergeordnet, könnte jedoch bei höheren Dampfmassenströmen und verstärkter Wechselwirkung von Dampf und Flüssigkeit verstärkt auftreten.

Zusammenfassend zeigen die Ergebnisse, dass der Verdampferbetrieb neben den gewählten Prozessparametern auch von der Gemischzusammensetzung abhängt. Insbesondere Film- instabilitäten verstärken sich während der Verdampfung für binäre Gemische. Der Anteil an Leichtsiedern und die übertragene Wärmemenge erwiesen sich als maßgebliche Einflussgrößen. Während ein höherer Feed-Strom die Destillatmenge steigert, führt dies gleichzeitig zu einer Verschlechterung der Trennleistung. Eine gleichzeitige Verbesserung der Reinheit und eine Erhöhung der Destillatmenge sind ohne Anpassung der Prozessparameter nicht möglich. Die Hypothese eines signifikanten Rektifikationseffekts konnte nicht bestätigt werden, da die Stofftrennung bereits nach einem einzelnen Destillationsschritt weitgehend abgeschlossen war.

AP6 – Verdampfungsversuche Gemisch 2 (Diethylenglykol – Decan-1-ol)

Ergänzend zu den Versuchen von Diethylenglykol-Isopropanol wurden Versuche mit Diethylenglykol-Decan-1-ol als zweites betrachtetes System durchgeführt. Untersucht wurde hierbei der Einfluss des Gemisches auf Wärmeübergang und Fluidodynamik.

Zunächst wird der Einfluss des untersuchten Gemisches auf den Wärmedurchgangskoeffizienten in Abbildung 23 über die Verdampfungskapazität dargestellt. Dies entspricht der in der Literatur üblichen Darstellung zur Charakterisierung des Wärmeübergangs von DSV (Goedecke, 2011). Die Wärmedurchgangskoeffizienten liegen in einem typischen Wertebereich von 1,5 bis 3 kW/ (m² K), wobei die heizseitigen Wärmeübergangskoeffizienten im Bereich von 10-15 kW/ (m² K) und die Wärmeübergangskoeffizienten in der Wand bei 3 kW/ (m² K) liegen.

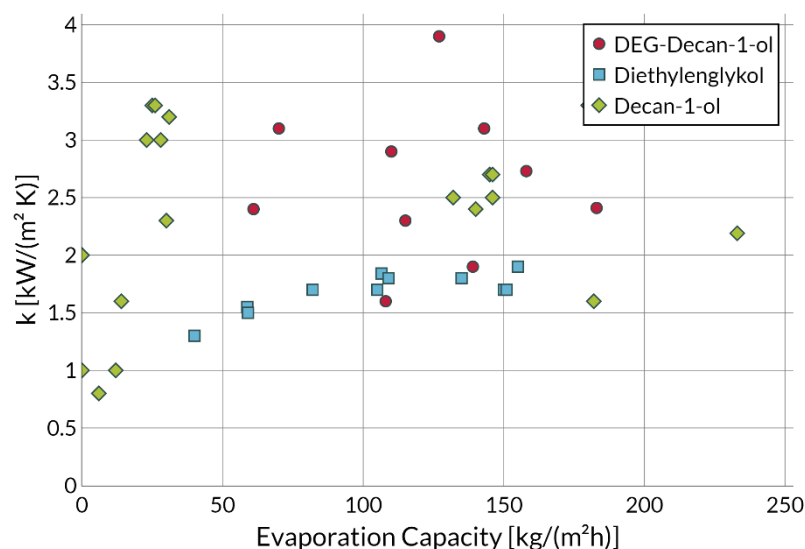


Abbildung 23: Abhängigkeit des Wärmedurchgangskoeffizienten von der Verdampfungskapazität für das binäre Stoffsystem Diethylenglykol-Decan-1-ol im Vergleich zu den Ergebnissen der Reinstoffe.

Bei der Bewertung der in Abbildung 23 dargestellten Versuchspunkte, fällt auf, dass die Varianz der Datenpunkte für die Reinstoffe im Vergleich zu den Gemischdaten geringer ist, was darauf zurückzuführen ist, dass hierbei die übrigen Prozessparameter neben der Verdampfungskapazität in einem engeren Bereich gehalten wurden. Im Vergleich zu Diethylenglykol wird für Decan-1-ol und ein Gemisch aus Decan-1-ol und Diethylenglykol ein geringfügig höherer Wärmeübergang gemessen. Aufgrund der experimentellen Daten lässt sich festhalten, dass der Wärmeübergang nicht signifikant durch das jeweilige Stoffsystem beeinflusst wird, was sich jedoch bei der Betrachtung höherviskoser Fluide anders darstellen kann. Dies wird insbesondere dadurch gestützt, dass für Decan-1-ol tendenziell etwas höhere Wärmedurchgangskoeffizienten ermittelt werden, was mit der geringeren Viskosität zusammenhängen kann. Der verstärkt aufgetretene Filmaufriss für Decanol und das binäre Gemisch scheint demgegenüber nicht zu einer deutlichen Verschlechterung des Wärmedurchgangs beizutragen. Dies kann auch insoweit erklärt werden, dass sich nach jedem Durchgang noch ein geschlossener Flüssigkeitsfilm einstellt, wodurch die gesamte innere Oberfläche des Verdampfers zum Wärmeübergang beiträgt.

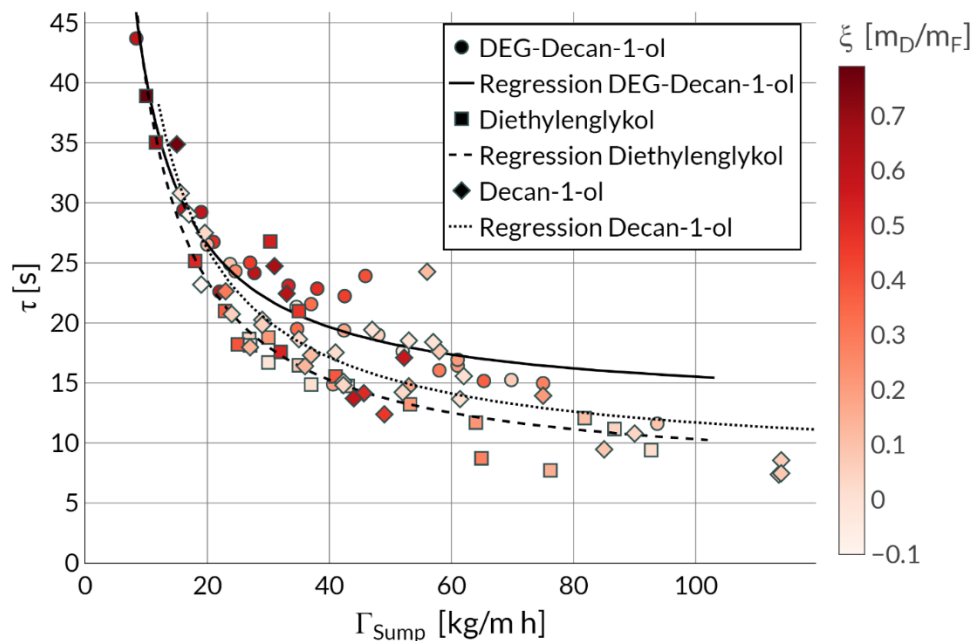


Abbildung 24: Abhängigkeit der mittleren Verweilzeit von der Sumpfumfangsbelastung für das binäre Stoffsystem Diethylenglykol-Decan-1-ol im Vergleich zu den Ergebnissen der Reinstoffe für unterschiedliche Eindampfverhältnisse.

Zur Bewertung der Fluidodynamik wurde auch bei diesem Stoffsystem die mittlere Verweilzeit für die Bewertung herangezogen. In Abbildung 24 ist dafür die mittlere Verweilzeit τ in Abhängigkeit von der Sumpfumfangsbelastung Γ_{sump} aufgetragen. Generell zeigt sich eine abnehmende Verweilzeit mit steigender Sumpfumfangsbelastung für alle betrachteten Stoffsysteme. Dies entspricht den Erwartungen, da höhere Flüssigkeitsbelastungen zu kürzeren mittleren Verweilzeiten führen. Die Regressionen für die drei Stoffsysteme zeigen, dass Diethylenglykol (Quadrat) und Decan-1-ol (Rauten) tendenziell kürzere Verweilzeiten aufweisen als das Mischsystem Diethylenglykol -Decan-1-ol (Kreise). Die Daten legen nahe, dass insbesondere bei geringen Flüssigkeitsbelastungen zusätzliche Effekte wie Entnetzung oder lokale Verdampfungsinstabilitäten auftreten können. Diese These wird auch dadurch gestärkt, dass bei hohen Eindampfverhältnissen im Bereich des Sumpfes für das binäre Stoffsystem der Schwersieder Diethylenglykol verstärkt vorliegt und gleichzeitig die Regression für das binäre System für diesen Bereich eine hohe Übereinstimmung mit den Daten für reines Diethylenglykol aufweist. Zudem liegen die mittleren Verweilzeiten des binären Gemisches für geringe Eindampfverhältnisse über den mittleren Verweilzeiten der beiden Reinstoffe, was hier auf verstärkte Filminstabilitäten infolge von Oberflächenkräften hindeutet und sich daraus ergebende veränderte reduzierte mittlere Filmgeschwindigkeiten. Gleichzeitig sollte beachtet werden, dass die beobachteten Trends innerhalb der experimentellen Unsicherheiten liegen und einer detaillierteren Überprüfung bedürfen, bevor die festgestellten Abhängigkeiten allgemein angenommen werden können.

Die Farbskala deutet darauf hin, dass höhere Eindampfverhältnisse eher mit längeren Verweilzeiten korrelieren, insbesondere bei niedrigen Γ_{sump} Werten. Dies lässt sich durch eine reduzierte Flüssigkeitsbelastung entlang der Höhe des Apparats erklären, was die lokale Verweilzeit erhöht.

AP7 – Untersuchungen zur Übertragbarkeit der Ergebnisse

In AP7 wurden Untersuchungen zur Übertragbarkeit der Ergebnisse durchgeführt. Dabei wurden zum einen interne Vergleiche mit experimentellen Daten und Literaturdaten von anderen Stoffsystemen durchgeführt als auch Vergleichsberechnungen durch die Mitglieder des projektbegleitenden Ausschusses durchgeführt. Dabei wurde festgestellt, dass die gemessenen Wärmedurchgangskoeffizienten für die betrachteten Stoffsysteme alle in einer ähnlichen Größenordnung mit in der Literatur berichteten Größen liegen. Gleichzeitig integrieren sich die gemessenen mittleren Verweilzeiten gut in vorhandene Messungen für Monoethylenglykol und ergänzen die vorhandene Datenbasis sinnvoll. Zur Bewertung der Übertragbarkeit der Ergebnisse auf andere Apparategeometrien wurden die Ergebnisse durch die Mitglieder des projektbegleitenden Ausschusses bewertet und mit unternehmensinternen Berechnungen verglichen. Dabei zeigen sich sowohl im Hinblick auf das in AP8 entwickelte Modell als auch auf die experimentellen Ergebnisse gute Übereinstimmungen. Von Seiten der beteiligten Unternehmen werden etwas höhere produktseitige Wärmeübergangskoeffizienten berichtet.

AP7 konnte insgesamt erfolgreich abgeschlossen werden.

AP8 – Datenextraktion und -verdichtung, Modellbildung und Simulation

Im Rahmen von AP 8 wurden experimentelle Daten extrahiert, verdichtet und durch eine Modellbildung sowie Simulationen ergänzt. Die Datenverdichtung erfolgte unter Verwendung der in AP 2 entwickelten Auswerteroutine. Dabei wurden wesentliche Prozessgrößen, insbesondere der produktseitige Wärmeübergangskoeffizient und die mittlere Verweilzeit, aus den experimentellen Daten extrahiert und miteinander verglichen. Die ausgewerteten Daten sind in den jeweiligen Arbeitspaketen dieses Abschlussberichts detailliert beschrieben.

Modellbildung und Modellaufbau

Für die Modellbildung wurde die objektorientierte Modellierungssprache Modelica verwendet. Zur Gewährleistung einer hohen Flexibilität und breiten Anwendbarkeit wurde ein modulares Modell entwickelt, das typische geometrische Rahmenbedingungen, wie das Wischersystem und die verwendeten Komponenten, in austauschbaren Submodellklassen zusammenfasst. Die Struktur dieses Gesamtmodells ist in Abbildung 25 dargestellt. Neben dem eigentlichen Dünnschichtverdampfer wurde auch die experimentelle Peripherie in das Modell integriert, um eine realitätsnahe Simulation zu ermöglichen.

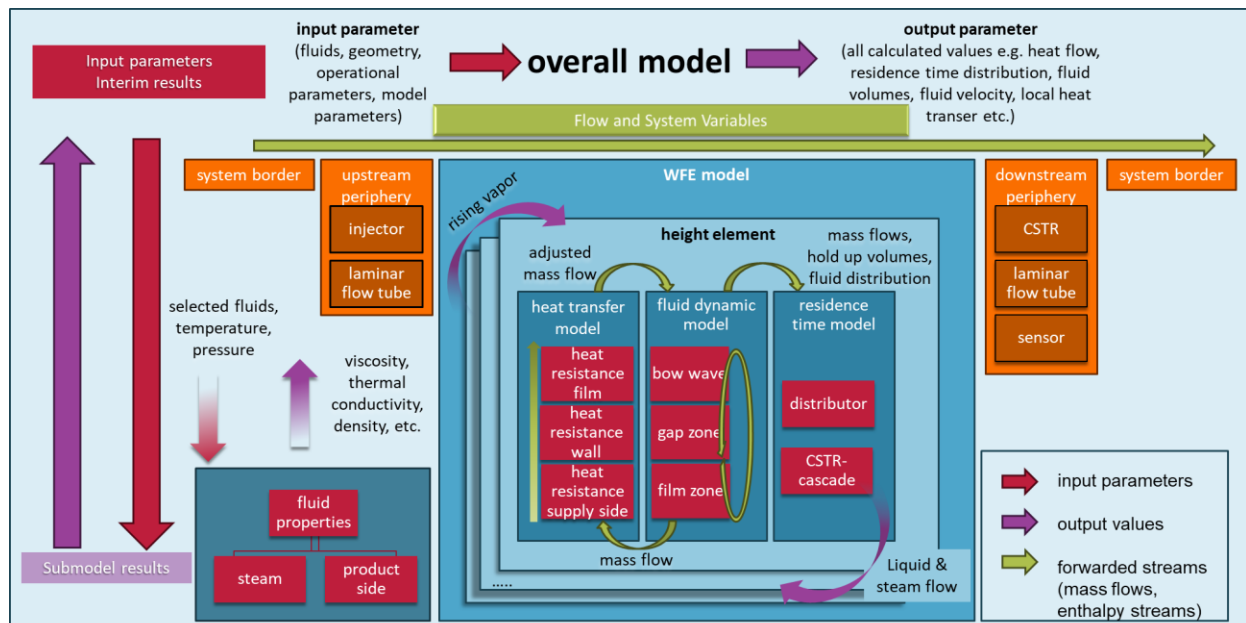


Abbildung 25: Abbildung von der entwickelten modularen Struktur des Gesamtmodells des Dünnschichtverdampfers mit Peripherie.

Die Diskretisierung des Verdampfers entlang der Höhe erlaubt die Bildung separater Höhenelemente, in denen die Fluideigenschaften jeweils neu berechnet werden, was eine lokale Anpassung an unterschiedliche Temperaturen und Zusammensetzung erlaubt. Das Wärmeübergangsmodell bestimmt den übertragenen Wärmestrom und berechnet darauf basierend die Massenströme der abfließenden Flüssigkeit sowie des aufsteigenden Dampfs. Die fluiddynamische Modellierung berücksichtigt mechanistische und physikalische Randbedingungen, um die Fluidverteilung und die resultierenden Massenströme zu bestimmen, die anschließend an das Verweilzeit-Submodell weitergegeben werden. Letzteres nutzt eine dynamisch modellierte Rührkesselskaskade zur Berechnung der Verweilzeitverteilung.

Die Submodelle sind, wie in Abbildung 26 dargestellt, über Konnektoren miteinander verschaltet, wobei innerhalb eines Höhenelements eine direkte Kopplung der Modelle erfolgt. Zur Validierung des Gesamtmodells wurden die simulierten Verweilzeitverteilungen und die berechneten Wärmeströme mit den experimentellen Ergebnissen verglichen.

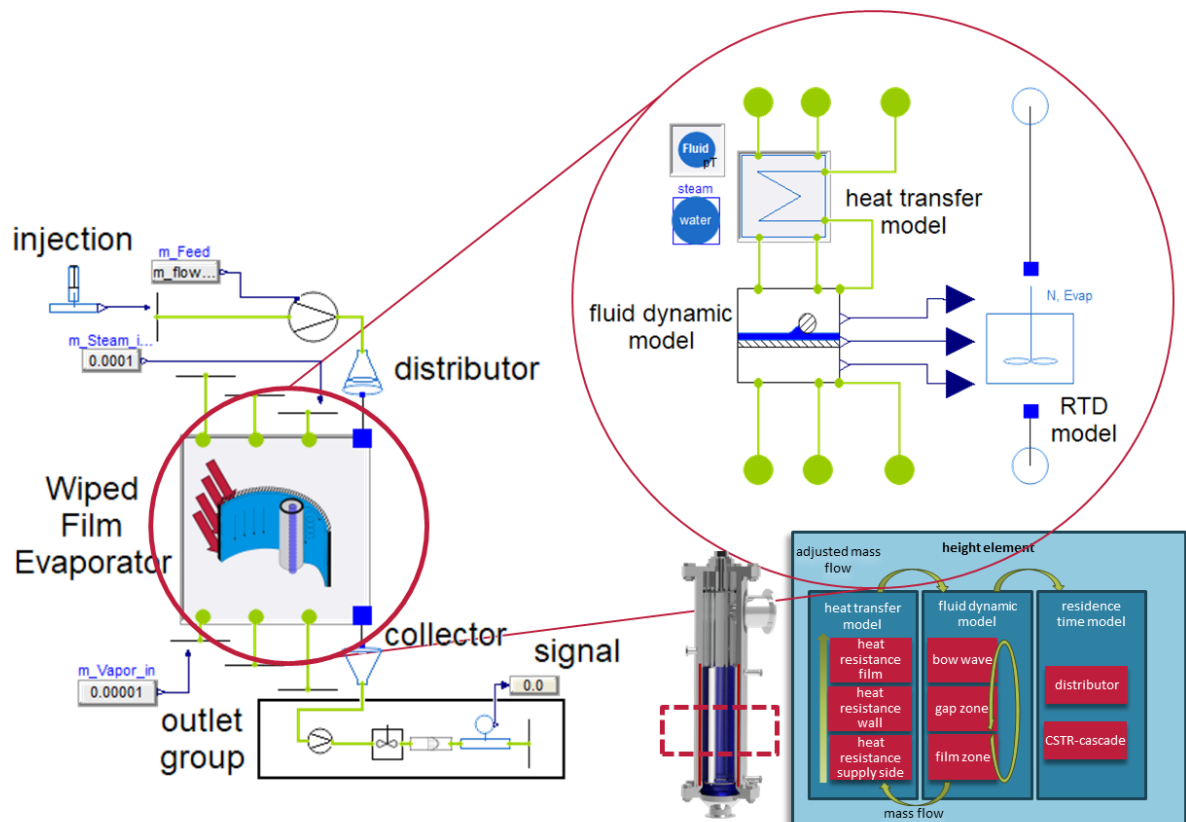


Abbildung 26: Darstellung des modularisierten Gesamtmodells mit experimenteller Peripherie zur segmentweisen Berechnung des Wärmeübergangs und der Verweilzeitverteilung (nach Appelhaus 2025)

Modellierung der Wärmeübertragung

Bei der Modellierung der Wärmeübertragung auf der Produkt-/Filmseite werden zwei Ansätze unterschieden: Einerseits die in der Wärme- und Stoffübertragung vielfach verwendete Methode der Korrelation von Messdaten mithilfe von dimensionslosen Kennzahlen und andererseits ein mechanistischer Ansatz auf Basis der Wärmeleitung. (Abichandani et al., 1986) und (Lopez-Toledo, 2006) stellen die wichtigsten Erkenntnisse und Veröffentlichungen zusammen und bieten daher einen umfassenden Überblick über die vorhandenen Modelle. Dabei werden sowohl DSV als auch *scraped-surface heat exchanger*, bei denen die Wand kontinuierlich von einem Kratzorgan abgestreift wird, betrachtet.

Aufbauend auf der Penetrationstheorie (PT) werden verschiedene Modellvorstellungen für die Wärmeübertragung in DSV formuliert, unter anderem der Zwei-Schritt- und der Drei-Schritt Mechanismus.

Der Zwei-Schritt Mechanismus beschreibt den Wärmeübergang durch instationäre Wärmeleitung von der Wand auf eine dünne Grenzschicht des Fluids. Im zweiten Schritt wird dann das Fluid durch die Wischer mit der Bulkphase vermischt und die Wärme wird über Konvektion auf das restliche Fluid übertragen (Kool 1958).

Ausgehend von den beiden Fourier'schen Gleichungen Gl. 5 und Gl. 6 kann die Penetrationstheorie hergeleitet werden. Die Lösung von Gl. 6 unter den Randbedingungen $y = 0 \text{ m}, T = T_W$ und $y \rightarrow \infty, T = T_B$ für alle $t > 0 \text{ s}$ und der Anfangsbedingung $T = T_B$ für $t = 0 \text{ s}$ ist Gl. 7, woraus Gl. 8 folgt.

$$\dot{q} = -\lambda \frac{\partial T}{\partial y} \quad \text{Gl. 5}$$

$$\frac{\partial T}{\partial t} = a \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \quad \text{Gl. 6}$$

$$\frac{T - T_W}{T_B - T_W} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^{y/(2\sqrt{at})} \exp(-y^2) dy \quad \text{Gl. 7}$$

$$\dot{q} = -\lambda \frac{\partial T}{\partial y} \Big|_{y=0} = (T_B - T_W) \left(\frac{\lambda \cdot \rho \cdot c_p}{\pi \cdot t} \right)^{0,5} \quad \text{Gl. 8}$$

Ein Koeffizientenvergleich mit dem Wärmeübergang an der Grenzschicht $\dot{q}_W = \alpha \cdot (T_B - T_W)$ ergibt, dass der Wurzelterm dem Wärmeübergangskoeffizienten entspricht, siehe Gl. 9. Dieser wird anschließend über die Zeit zwischen zwei Wischerdurchgängen gemittelt (Gl. 10 bis Gl. 12).

$$\alpha(t) = \sqrt{\frac{\lambda \cdot \rho \cdot c_p}{\pi \cdot t}} \quad \text{Gl. 9}$$

$$\bar{\alpha} = \frac{1}{t_{sc}} \cdot \int_0^{t_{sc}} \alpha(t) dt \quad \text{Gl. 10}$$

$$\bar{\alpha} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sqrt{\frac{\lambda \cdot \rho \cdot c_p}{t_{sc}}} \quad \text{Gl. 11}$$

$$t_{sc} = \frac{1}{n \cdot N_B} \quad \text{Gl. 12}$$

Die in der Realität gemessenen Wärmeübergangskoeffizienten sind meist etwas geringer als durch die Penetrationstheorie angenommen (De Goede and De Jong, 1993; Trommelen et al., 1971). Für die Anwendung im Dünnschichtverdampfer mit unvollständiger Vermischung zeigten Azoori und Bott, dass Gl. 11 zur besseren Korrelation mit Messdaten um einen Korrekturfaktor basierend auf der Prandtlzahl entspr. zu erweitern ist, was dem Drei-Schritt-Mechanismus unter Berücksichtigung des Vermischungsvorgangs entspricht (Gl. 13 und Gl. 14) (Azoory and Bott, 1970).

$$\bar{\alpha}_p = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \cdot \sqrt{\frac{\lambda \cdot \rho \cdot c_p}{t_{sc}}} \cdot \frac{1}{f} \quad \text{Gl. 13}$$

$$f = 3,5 + \frac{Pr}{500} \quad \text{Gl. 14}$$

Alternativ entwickelten (Skelland, 1958) eine empirische Korrelation, die den Wärmeübergang als Funktion der Filmdicke, Viskosität und Drehzahl auf Basis von dimensionslosen Kennzahlen

beschreibt. Korrelationsgleichungen auf Basis von dimensionslosen Kennzahlen stellen eine vielfach angewendete Möglichkeit dar, physikalische/technische Zusammenhänge in einer verallgemeinerbaren und übertragbaren Form zu beschreiben (Skelland, 1958).

Als Einflussfaktoren definierte Skelland die axiale Geschwindigkeit des Fluids, den Innendurchmesser des DSV, den Außendurchmesser des Rotors bzw. des Wischerblattes, die Länge der Wärmeübertragungsfläche, sowie die Stoffdaten des Fluids: Viskosität, Wärmeleitfähigkeit und spezifische Wärmekapazität (Skelland, 1958).

$$Nu = \frac{\alpha_P \cdot D}{\lambda} = a_1 \cdot \left(\frac{D \cdot v_{ax} \cdot \rho}{\eta} \right)^{a_2} \cdot \left(\frac{D \cdot n}{v_{ax}} \right)^{a_3} \left(\frac{\eta \cdot c_p}{\lambda} \right)^{a_4} \cdot \left(\frac{D}{L} \right)^{a_5} \quad \text{Gl. 15}$$

$$Nu = \frac{\alpha_P \cdot d}{\lambda} = a_1 \cdot (Re_F)^{a_2} \cdot (Re_R)^{a_3} \cdot Pr^{a_4} \cdot \left(\frac{D}{L} \right)^{a_5} \cdot N_B^{a_6} \quad \text{Gl. 16}$$

Während die ersten Korrelationsgleichungen (Gl. 15) den Innendurchmesser als charakteristische Länge festzulegen, gingen andere Autoren von einem hydrodynamischen Äquivalenzdurchmesser auf Basis der Bugwelligeometrie aus (Bott and Romero, 1966). Insgesamt ergibt sich somit Gl. 16, wobei im Rahmen dieses Projekts die häufig genutzten Korrelationsparameter nach Tabelle 4 betrachtet wurden.

Tabelle 4: Parameter für Korrelationsgleichungen zur Wärmeübertragung von (Skelland, 1958), (Bott and Romero, 1963) und (Bott and Romero, 1966).

	a_1	a_2	a_3	a_4	a_5	a_6
(1)	4,9	0,57	0,17	0,47	0,37	0
(2)	0,018	0,46	0,6	0,87	0,48	0,24
(3)	0,0023	0,5173	0,5749	0,9942	-0,4414	0,613

Modellierung der Fluidodynamik

Für die Modellierung der Fluidodynamik wurde der Dünnschichtverdampfer in n Höhenglemente unterteilt. Innerhalb jedes Höhenglements wurde angenommen, dass sich die Flüssigkeit gleichmäßig auf die Wischerelemente verteilt. Dementsprechend kann durch die Modellierung eines Wischerelements die Fluidodynamik in diesem Höhenglement vollständig beschrieben werden. Im Sinne eines möglichst universellen Modells ist es sinnvoll, die Bereiche Bugwelle, Wischerbereich und Film unabhängig voneinander zu modellieren, siehe Abbildung 27. Die einzelnen Bereiche sind dann mit dem jeweiligen Geschwindigkeitsprofil miteinander verknüpft, so dass Informationen über die jeweiligen Massenströme und die auftretenden Geschwindigkeiten zwischen den Submodellen ausgetauscht werden.

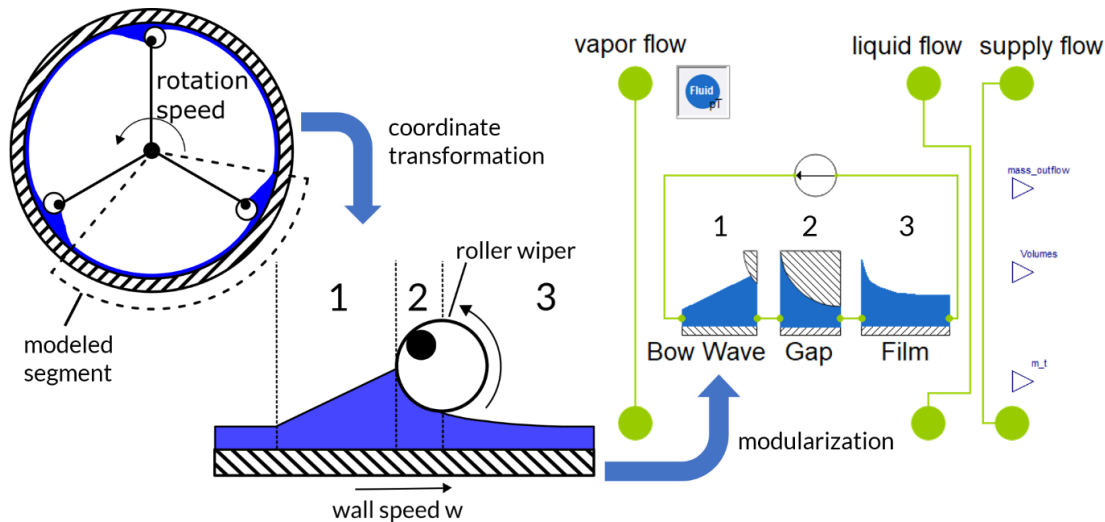


Abbildung 27: Darstellung der Modularisierung eines Höhenelements in dem fluiddynamischen Modell für die Zonen Bugwelle (1), Spalt (2) und Film (3).

Das fluiddynamische Modell wurde als Submodell in die Modellierung der Fluidodynamik eines Höhenelements eingebunden, wie in Abbildung 26 gezeigt. In einem Höhenelement findet die Verknüpfung mit weiteren Modellen zum Wärmeübergang und zur Verweilzeitverteilung statt. Durch serielle Schaltung der Höhenelemente ergibt sich das Gesamtmodell des DSV, welches mit Modellen der vor- und nachgeschalteten experimentellen Peripherie verbunden wird, um die Verweilzeitverteilung möglichst genau wiederzugeben.

Das Gesamtmodell des DSV ist durch die engen physikalischen Grenzen und Randbedingungen bei Vorgabe der experimentell eingestellten Prozessparameter sowie Berechnung der thermophysikalischen Stoffdaten vollständig prädiktiv.

Bewertung der Modellansätze zur Wärmeübertragung

Die verschiedenen Modellansätze zur Beschreibung des Wärmeübergangs wurden simulativ untersucht und mit den experimentellen Ergebnissen verglichen. Das resultierende Paritätsdiagramm (Abbildung 28) zeigt, dass die Penetrationstheorie ohne Korrekturterm mit einer Abweichung von $\pm 25\%$ die beste Übereinstimmung mit den experimentellen Daten aufweist. Dies ist darauf zurückzuführen, dass die Viskosität im betrachteten Dünnschichtverdampfer im unteren Bereich liegt, wodurch der ursprünglich eingeführte Korrekturfaktor für unvollständige Vermischung physikalisch nicht notwendig ist. Da dieser Korrekturterm einen statischen Offset aufweist, ist seine Anwendung bei niedrigen Viskositäten nicht sinnvoll.

Im Gegensatz dazu weisen die Modellansätze auf Basis von Nusselt-Korrelationen erhebliche Abweichungen auf. Dies liegt darin begründet, dass die dimensionslosen Kennzahlen in den betrachteten Korrelationen apparatespezifische Größen wie die Anzahl der Wischerelemente oder den Innendurchmesser des Verdampfers als Eingangsparameter einbeziehen. Diese Parameter sind jedoch nicht direkt mit der Fluidodynamik im Apparat verknüpft und führen dazu, dass die entwickelten Korrelationen nicht ohne weiteres auf andere Systeme übertragbar sind.

Insgesamt zeigt sich, dass die betrachteten Nusselt-Korrelationen für die allgemeine Auslegung und den Betrieb von Dünnschichtverdampfern ungeeignet sind. Die Penetrationstheorie ohne

Korrekturterm hingegen liefert für das untersuchte System eine zuverlässige Vorhersage des Wärmeübergangs und wird daher im Folgenden weiter betrachtet.

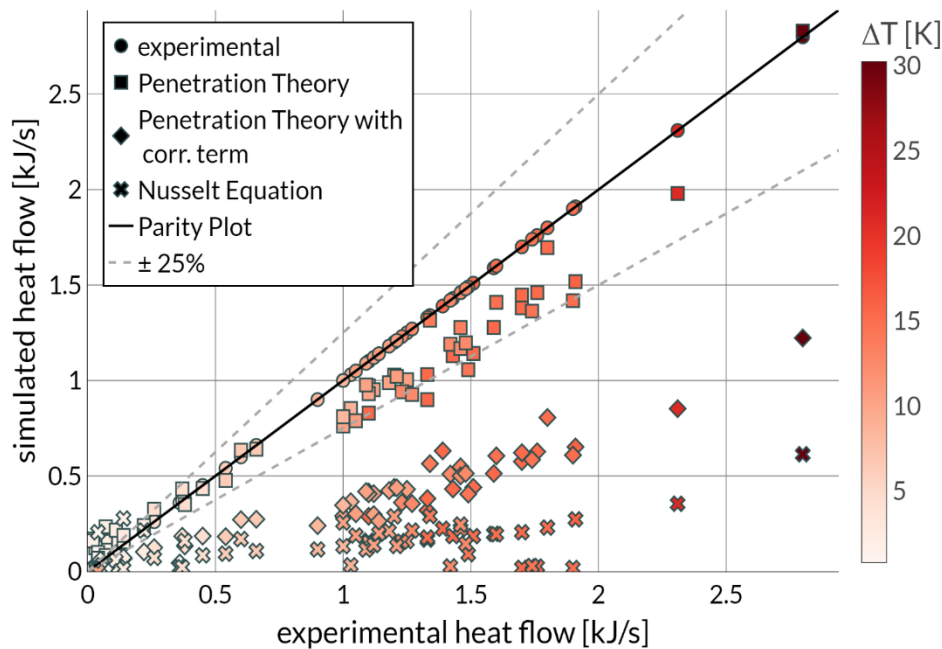


Abbildung 28: Simulierter Wärmestrom aufgetragen über den experimentellen Wärmestrom für die Szenarien: Vorgabe des experimentellen Wärmestrom, Penetrationstheorie ohne und mit Korrekturterm und Nusselt-Korrelation.

Simulationsergebnisse der Verweilzeitverteilung

Zur Validierung des fluiddynamischen Modells wurden experimentelle Verweilzeitverteilungen in Abbildung 29 mit den Simulationsergebnissen verglichen. Ohne Verdampfung (A) zeigte das Modell eine gute Übereinstimmung mit den experimentellen Daten bei mittleren peripheren Belastungen über 40 L/(m h). Bei niedrigeren Belastungen hingegen wurde die mittlere Verweilzeit systematisch unterschätzt. Dies deutet darauf hin, dass volumenstrombedingte Effekte, etwa durch die Tracerinjektion, nicht vollständig berücksichtigt wurden. Insbesondere könnte die temporäre Änderung des Volumenstroms durch die Tracergabe eine größere Rolle spielen als im Modell angenommen.

Unter Verdampfungsbedingungen (B) zeigt das Modell für geringe Temperaturdifferenzen eine gute Übereinstimmung mit den experimentellen Daten. Bei höheren Verdampfungsraten treten jedoch systematische Abweichungen auf: Die mittlere Verweilzeit wird insbesondere bei großen Temperaturdifferenzen unterschätzt. Dies deutet darauf hin, dass in diesem Betriebsbereich zusätzliche physikalische Effekte auftreten, die im Modell nicht vollständig berücksichtigt sind.

Die Simulationsergebnisse zeigen, dass die Verdampfung zu einer Reduktion der mittleren Umfangsbelastung entlang der Apparatehöhe führt, was wiederum die Verweilzeit beeinflusst.

Gleichzeitig nimmt die simulierte Spalthöhe mit steigender Verdampfungsrate ab, was auf eine reduzierte Flüssigkeitsbedeckung der Wand hinweist.

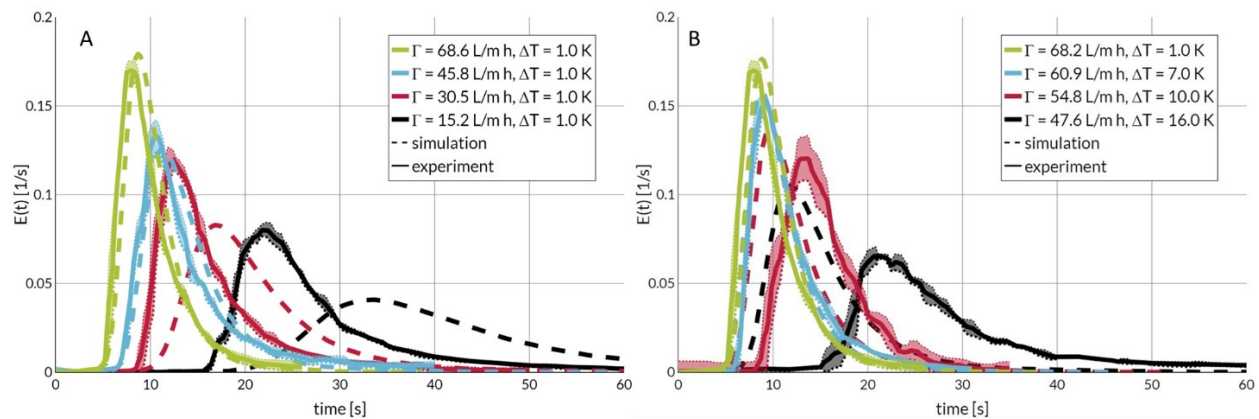


Abbildung 29: Vergleich der experimentell bestimmten Verweilzeitverteilungen mit den simulierten Verweilzeitverteilungen A) ohne Verdampfung und B) mit Verdampfung

Für eine genauere Analyse, werden für die untersuchten Betriebsbereiche die experimentellen mit den jeweils entsprechenden Simulationsergebnissen für die mittlere Verweilzeit in Abbildung 30 in einem Paritätsdiagramm dargestellt. Auffällig ist hierbei, dass unterhalb von mittleren Verweilzeiten von 25 s die experimentelle Verweilzeit mit einer Abweichung von $\pm 40\%$ gut vorhergesagt werden konnte, während es bei höheren experimentellen Verweilzeiten zu einer systematischen und deutlichen Unterschätzung der mittleren Verweilzeit durch das Modell kommt.

Experimentelle Beobachtungen legen nahe, dass unter diesen Bedingungen Entnetzungseffekte auftreten, die zu einer lokalen Erhöhung der Verweilzeit führen. Da das Modell bisher von einem durchgehenden Flüssigkeitsfilm ausgeht, können solche Filminstabilitäten die Abweichungen zwischen Simulation und Experiment erklären und passen gut zu den Ergebnissen der experimentellen Ergebnisse. Eine Erweiterung des Modells zur Berücksichtigung von Entnetzung könnte die Vorhersagegenauigkeit in diesem Bereich verbessern.

Das entwickelte Modell bietet jedoch für viele Anwendungsfälle und besonders im praktischen Bereich eines stabilen Films, der im realen Betrieb angestrebt wird, eine verlässliche und vor allem prädiktive Grundlage zur Bewertung des Einflusses verschiedener Betriebsparameter, etwa der Wischerdrehzahl oder der Temperaturdifferenz. Hierdurch kann im Betrieb nicht nur abgeschätzt werden, wie sich eine veränderte Anlagengeometrie auf den Betrieb auswirkt, sondern auch der Einfluss der Betriebsparameter auf Gesamtprozesse evaluiert werden.

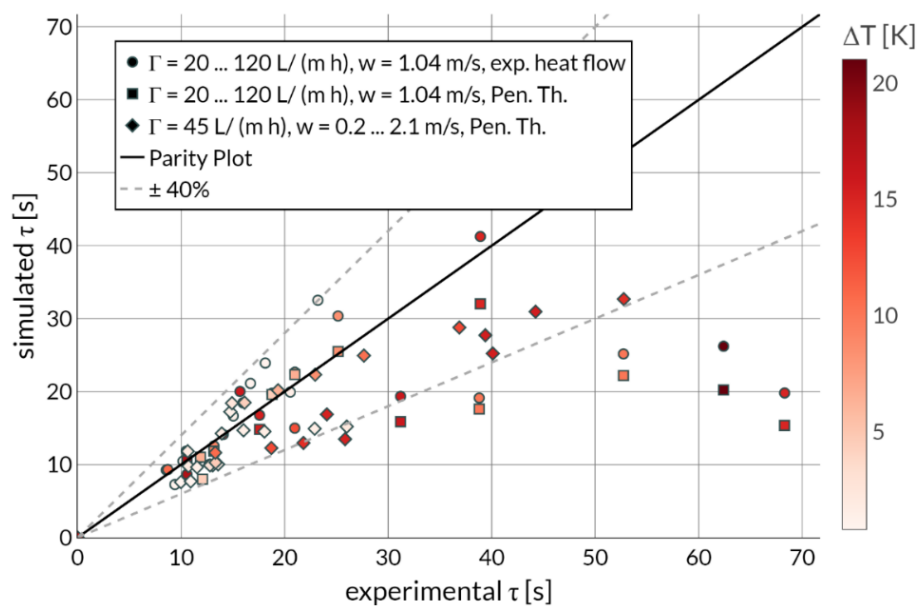


Abbildung 30: Paritätsdiagramm für die mittlere Verweilzeit bei unterschiedlichen Überhitzungen und Flüssigkeitsumfangsbelastungen für den experimentell ermittelten Übergang im Vergleich zur Schätzung des Wärmeübergangs mit der Penetrationstheorie.

Die in Abbildung 31 dargestellten Simulationsergebnisse zeigen dies beispielhaft für die Wischerdrehzahl. Eine Erhöhung der Wischerdrehzahl ohne Verdampfung die mittlere Verweilzeit kaum beeinflusst, obwohl sich zeigte, dass sich die mittlere Spaltweite zunehmender Wischergeschwindigkeit verringert, was mit den bisher in der Literatur berichteten Ergebnissen übereinstimmt (Cvengroš et al., 1995; Jasch et al., 2021). Erst unter Verdampfungsbedingungen wirkt sich eine erhöhte Wischergeschwindigkeit signifikant auf die Verweilzeit aus, da der verbesserte Wärmeübergang die Umfangsbelastung entlang der Apparatehöhe weiter reduziert, was in der Literatur bisher noch nicht berichtet wurde. Solche Erkenntnisse ermöglichen eine gezielte Optimierung der Betriebsparameter, um Dünnschichtverdampfer effizienter zu betreiben. Das Modell erlaubt dabei die gleichzeitige Betrachtung unterschiedlicher Prozessparameter und deren Optimierung mit einer Simulationszeit unterhalb von 10 Sekunden.

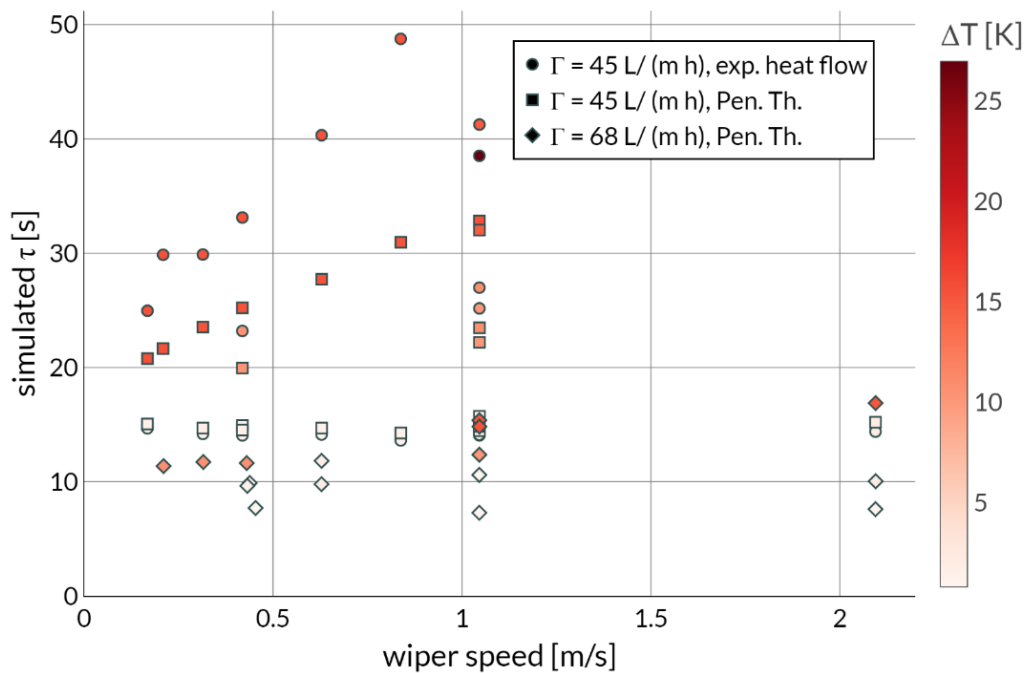


Abbildung 31: Einfluss der Wischergeschwindigkeit auf die mittlere Verweilzeit bei unterschiedlichen Feedflüssigkeitsbelastungen und treibenden Temperaturdifferenzen.

Zusammenfassend erlaubt das entwickelte Modell eine zuverlässige Vorhersage der Verweilzeitverteilung für typische Betriebsbedingungen. Bei hohen Verdampfungsraten und geringen peripheren Belastungen treten systematische Abweichungen auf, die vermutlich auf lokale Filminstabilitäten und dynamische Entnetzungen zurückzuführen sind. Eine gezielte Erweiterung des Modells in diesen Bereichen könnte die Vorhersagegenauigkeit weiter verbessern.

AP9 – Dokumentation, Transfermaßnahmen und Öffentlichkeitsarbeit

Im Rahmen von Arbeitspaket 9 (AP9) wurden die erzielten Ergebnisse dokumentiert, veröffentlicht und verbreitet. Dazu wurde eine Anwenderhandreichung erstellt, um die praktische Umsetzung der Erkenntnisse zu unterstützen. Die Ergebnisse sind in drei wissenschaftlichen Fachzeitschriften eingereicht/veröffentlicht.

Um die Erkenntnisse weiter bekannt zu machen, wurden sie auf nationalen und internationalen Konferenzen vorgestellt. Außerdem ist die Durchführung eines GVT-Webinars geplant, um die Inhalte gezielt an Interessierte zu vermitteln. Abschließend wird das Projekt im Rahmen der Vorstellung als GVT-Projekt des Jahres 2025 präsentiert. Damit sind die wichtigsten Schritte zur Veröffentlichung und Verbreitung der Ergebnisse abgeschlossen.

Förderhinweis

Das IGF-Vorhaben 01IF22220N der Forschungs-Gesellschaft Verfahrens-Technik e.V. (GVT), - Theodor-Heuss-Allee 25, 60486 Frankfurt am Main, wurde über das DLR im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Literatur

- Abichandani, H., Sarma, S.C., Heldman, D.R., 1986. Hydrodynamics and Heat Transfer in Thin Film Scraped Surface Heat Exchangers - a Review. *J. Food Process Eng* 9, 143–172. <https://doi.org/10.1111/j.1745-4530.1986.tb00122.x>
- Azoory, S., Bott, T.R., 1970. Local heat transfer coefficients in a model “falling film” scraped surface exchanger. *The Canadian Journal of Chemical Engineering* 48, 373–377. <https://doi.org/10.1002/cjce.5450480405>
- Billet, R., 2000. Trennleistung von Dünnschichtverdampfern. *Chem.-Ing.-Tech.* 72, 565–570. [https://doi.org/10.1002/1522-2640\(200006\)72:6<565::AID-CITE565>3.0.CO;2-W](https://doi.org/10.1002/1522-2640(200006)72:6<565::AID-CITE565>3.0.CO;2-W)
- Billet, R., 1992. Performance of thin-film distillation and its application. *Separations Technology* 2, 183–191. [https://doi.org/10.1016/0956-9618\(92\)80021-5](https://doi.org/10.1016/0956-9618(92)80021-5)
- Bott, T.R., Romero, J.J.B., 1966. The characteristic dimension in scraped surface heat transfer. *The Canadian Journal of Chemical Engineering* 44, 226–230. <https://doi.org/10.1002/cjce.5450440407>
- Bott, T.R., Romero, J.J.B., 1963. Heat transfer across a scraped surface. *The Canadian Journal of Chemical Engineering* 41, 213–219. <https://doi.org/10.1002/cjce.5450410506>
- Bradtmöller, C., Scholl, S., 2016. Proposal for a Viscous Test Mixture—Densities, Viscosities, and Vapor–Liquid Equilibrium Data of the Binary Mixture 2-Methyl-2-butanol + 2-Methyl-1-propanol. *J. Chem. Eng. Data* 61, 272–285. <https://doi.org/10.1021/acs.jced.5b00537>
- Bressler, R., 1960. Einleitung, in: Bressler, R. (Ed.), *Untersuchung des Wärmeüberganges in einem Dünnschichtverdampfer*, Forschungsberichte des Landes Nordrhein-Westfalen. VS Verlag für Sozialwissenschaften, Wiesbaden, pp. 4–6. https://doi.org/10.1007/978-3-663-04983-8_1
- Cvengroš, J., Badin, V., Pollák, Š., 1995. Residence Time Distribution in a Wiped Liquid Film. *Chem. Eng. Biochem. Eng. J.* 59, 259–263. [https://doi.org/10.1016/0923-0467\(94\)02960-1](https://doi.org/10.1016/0923-0467(94)02960-1)
- Danckwerts, P.V., 1953. Continuous flow systems. *Chemical Engineering Science* 2, 1–13. [https://doi.org/10.1016/0009-2509\(53\)80001-1](https://doi.org/10.1016/0009-2509(53)80001-1)
- De Goede, R., De Jong, E.J., 1993. Heat transfer properties of a scraped-surface heat exchanger in the turbulent flow regime. *Chemical Engineering Science* 48, 1393–1404. [https://doi.org/10.1016/0009-2509\(93\)80046-S](https://doi.org/10.1016/0009-2509(93)80046-S)
- Dieter, K., 1960. Wärmeübergangsmessungen an Dünnschichtverdampfern: Wärmeübergangsmessungen an Dünnschichtverdampfern. *Chemie Ingenieur Technik* 32, 521–524. <https://doi.org/10.1002/cite.330320805>
- Dziak, J., 2011. Mass and Heat Transfer During Thin-Film Evaporation of Liquid Solutions, in: El-Amin, M. (Ed.), *Advanced Topics in Mass Transfer*. InTech. <https://doi.org/10.5772/14970>
- Goeddecke, R. (Ed.), 2011. *Fluidverfahrenstechnik: Grundlagen, Methodik, Technik, Praxis*, 1. Aufl. ed. Wiley-VCH, Weinheim.
- Jahnke, S., Jasch, K., Scholl, S., 2020. Wiped Film Evaporators: Segmental Assessment of Wetting Behavior and Heat Transfer Performance. *Chemical Engineering Research and Design* 163, 67–75. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2020.08.019>
- Jasch, K., Grützner, T., Rosenthal, G., Scholl, S., 2021. Experimental Investigation of the Residence Time Behavior of a Wiped Film Evaporator. *Chemical Engineering Research and Design* 165, 162–171. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2020.10.031>

- Lopez-Toledo, J., 2006. Heat and mass transfer characteristics of a wiped film evaporator (PhD Thesis). The University of Texas at Austin.
- Schaal, F., Schilling, K., Hasse, H., 2008. Separation efficiency of thin-film evaporators: Experiments with water–ethylene glycol and methanol–water and stage-based modeling. *Chem. Eng. Process. Process Intensif.* 47, 209–214. <https://doi.org/10.1016/j.cep.2007.02.018>
- Schweizer, P., 1979. Fluidodynamik des mechanisch beeinflussten Flüssigkeitsfilmes. Diss. ETH Zurich.
- Skelland, A.H.P., 1958. Correlation of scraped-film heat transfer in the votator. *Chemical Engineering Science* 7, 166–175. [https://doi.org/10.1016/0009-2509\(58\)80023-8](https://doi.org/10.1016/0009-2509(58)80023-8)
- Skoczylas, A., Urbański, A., 1995. Residence time of liquid in a thin layer evaporator equipped with a spiralling element. *The Chemical Engineering Journal and the Biochemical Engineering Journal* 56, 51–58. [https://doi.org/10.1016/0923-0467\(94\)02858-8](https://doi.org/10.1016/0923-0467(94)02858-8)
- Trommelen, A.M., Beek, W.J., Van De Westelaken, H.C., 1971. A mechanism for heat transfer in a Votator-type scraped-surface heat exchanger. *Chemical Engineering Science* 26, 1987–2001. [https://doi.org/10.1016/0009-2509\(71\)80037-4](https://doi.org/10.1016/0009-2509(71)80037-4)
- Zeboudj, S., Belhaneche-Bensemra, N., Belabbès, R., Bourseau, P., 2006. Modelling of Flow in a Wiped Film Evaporator. *Chem. Eng. Sci.* 61, 1293–1299. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2005.08.010>