

determining the liquid hold-up x in the dispersed phase, Eqn. (6), at loads ranging up to 65% of the flood point.

The D→C mass transfer experiments have clearly demonstrated that packing used for gas or vapour/liquid systems have poor prospects of being accepted in practice for liquid-liquid extraction unless the height h_1 of a packing element is as low as possible, viz. $h_1 \leq 0.050$ m.

It has been confirmed that the theory of instationary diffusion is valid for brief periods of contact τ in liquid-liquid systems when the resistance to mass transfer is on droplet side D→C. Thus the theory can be applied for predicting the efficiency of packing for which the path of contact l can be simply defined, i. e. equated to the height h_1 of an element of packing. Eqn. (8), which was derived for 25-mm metallic stacked Bialecki rings¹, can also be applied for predicting the height of a transfer unit HTU_D , D→C, for the Montz sheet-metal packing.

The difference in efficiency between the Montz sheet-metal packing and the 25-mm metal Bialecki ring packing does not arise unless the extraction process is controlled by resistance to mass transfer in the continuous phase.

Symbols used

C, C	[-]	Constants
D_D	[m ² /s]	Diffusion coefficient of dissolved components in the dispersed phase
d_s	[m]	Column diameter
g	[m ² /s]	Acceleration due to gravity
h_1	[m]	Height of packing element
or	[mm]	
H	[m]	Packed height
HTU_D, HTU_{OD}	[m]	Height of transfer unit in the dispersed and height of overall transfer unit in the dispersed phase.
l	[m]	Length of path of contact

u_C, u_D	[m ³ /(m ² · s)]	Superficial velocity of the continuous resp. dispersed phase
V_F	[m ³]	Volume of organic phase in column under operating conditions
x	[m ³ /m ³]	Dynamic hold-up of the dispersed phase related to the empty column volume
$\delta(j)$	[%]	Relative error, $\delta(j) = \frac{j_{exp.} - j_{cal.}}{j_{exp.}} \cdot 100$
σ	[N/m]	Interfacial tension
ε	[m ³ /m ³]	Void fraction
ρ_D, ρ_C	[kg/m ³]	Density of the dispersed resp. of the continuous phase
$\Delta\rho$	[kg/m ³]	Density difference between the two not mixable liquids
τ	[s]	Duration of contact time
We	[-]	Modified <i>Weber</i> number
		$We = \frac{\rho_D \cdot u_D^2}{(\Delta\rho \cdot g \cdot \sigma)^{0.5}}$

Literature

- ¹ R. Billet and J. Mačkowiak, *vt verfahrenstechnik* 15, 898 [1981].
- ² R. Billet and J. Mačkowiak, *Chem.-Ing.-Tech.* 55, 50 [1983].
- ³ R. Billet and J. Mačkowiak, *Inz. Chem. (orig. engl.)* 3, 459 [1982].
- ⁴ J. Mačkowiak, Lecture at Ruhr-University Bochum, Feb. 2nd, 1982.
- ⁵ R. Billet and J. Mačkowiak, *Proceedings ISEC '83, Denver/USA*, 110, 1983.
- ⁶ A. Streiff, *Chem.-Ing.-Tech.* 55, 398 [1983].

Received 17th April 1985.

Die Praxis der Fettsäure-Geradeausdestillation in moderner Sicht*

Von K.-W. Jach und H. Stage**

Im Hinblick auf die in den letzten Jahren weltweit stark gestiegenen Umweltauflagen sowie Betriebsmittelkosten für Energien und Löhne wurde von den Verfassern für die in dieser Hinsicht besonders betroffene Fettsäure-Geradeausdestillation ein neues Destillationssystem entwickelt. Nach den inzwischen vorliegenden Ergebnissen entsprechender großtechnischer Anlagen zeichnet es sich nicht nur durch merklich geringeren Energiebedarf und niedrigere Umweltbelastungen, sondern gleichzeitig auch durch besonders günstige Werte für Geruch, Farbe und Hitzebeständigkeit aus. Es handelt sich um die Kombination eines im Feinvakuumbereich arbeitenden, besonders schonend wirkenden zweistufigen Fallfilmdestillationshauptteiles mit einer ebenfalls zweistufig ausgebildeten, bei 133–266 mbar Kopfdruck betriebenen Vorstufe zur Entgasung, Entwässerung und Vorlaufabtrennung.

1. Die modernen Aufgaben der Anlagen zur Geradeausdestillation von Fettsäuren

Im Hinblick auf den steigenden Kostendruck im Bereich

* Oleochemischer Forschungsbericht Nr. 14 der ATT-Verfahrenstechnik GmbH, Münster.

Überarbeitete Fassung des anlässlich der 40. DGF-Vortragstagung in Regensburg gehaltenen Vortrags am 25. September 1984.

** Anschrift der Verfasser: Dipl.-Ing. K.-W. Jach und Dr. H. Stage, ATT-Verfahrenstechnik GmbH, Ludgerstraße 9, 4400 Münster.

The Practice of Fatty-Acid Straight-Run Distillation in Modern View

Due to world-wide increasing of plant running costs a new process for fatty-acid straight-run distillation has to be developed which also fulfill the stricter environmental laws. The production plant results with this new process shows lower energy consumption, lower environmental load and distinguished product datas for odour, colour and heat stability. The process principle is a combination of a two stage main distillation with a two stage pre-system. The falling film type main distillation is operating under high vacuum. The pre-system for degasing, dehydration and precut distillation is operating by a head pressure of 133–266 mbar.

der chemischen Industrie fällt auf dem Gebiete der Gewinnung und Geradeausdestillation von Fettsäuren der Beurteilung der Wirtschaftlichkeit der hierfür zur Verfügung stehenden Anlagen eine eminente Bedeutung zu.

Die konjunkturelle Entwicklung fordert hier bei hohen Ansprüchen an die Destillatqualitäten niedrige Betriebsmittelkosten pro Tonne Fettsäuredestillat unter Erfüllung der Umweltauflagen.

Die durch Spaltung pflanzlicher Öle und tierischer Fette gewonnenen Rohsäuren erfordern wegen ihrer hohen ther-

mischen und oxidativen Empfindlichkeit bei der Aufarbeitung eine äußerst schonende Behandlung.

Die übliche Zusammensetzung besteht neben den zu gewinnenden Fettsäuren aus:

- ca. 0.02 % gelöster Luft,
- ca. 1–3 % Wasser,
- ca. 0.01–0.1 % Leichtsieder,
- ca. 2–6 % Schwertsieder.

Die Leichtsieder entstehen überwiegend durch thermischen oder autoxidativen Abbau der Fettsäurekomponenten zu niedermolekularen Kohlenwasserstoffen, Methylketonen und Aldehyden. Die Schwertsieder setzen sich aus nicht- bzw. teilgespaltenen Ölmengen sowie durch Polymerisation und Polykondensation gebildeten Pechanteilen zusammen⁴.

Grundsätzlich kann man sagen, daß sowohl die thermische als auch die oxidative Reaktionsbereitschaft um so größer ist, je mehr Doppelbindungen im durchschnittlichen Fettsäuremolekül des Zulaufs enthalten sind, je höher die Arbeitstemperaturen, je länger die Aufenthaltszeiten bei den erforderlichen hohen Temperaturen sind und je größer im Zulauf der Gehalt an die Zersetzung beeinflussenden Verunreinigungen, wie z. B. an bestimmten Metallionen, ist.

2. ökonomische Verfahrensführung in Verbindung mit schonenden Verdampfungsbedingungen zur Gewährleistung guter Destillateigenschaften bei gleichzeitig höchster Ausbeute an Hauptdestillat und entsprechend niedrigem Pechanteil;

3. geringstmögliche Umweltbelastungen durch Abluft, Abwasser und Lärm.

Wenn man von der Erfüllung der Umweltauflagen einmal absieht, resultieren hieraus die zur destillativen Fettsäureaufarbeitung erforderlichen Verfahrensschritte, für die jeweils gesonderte Apparateile erforderlich sind, nämlich:

1. Die Vorstufe zur Entgasung, Entwässerung und Leichtsiederabtrennung;
2. die Destillationsstufe zur Gewinnung der Fettsäuredestillate;
3. die Pechstufe zur Abtrennung der Schwertsieder.

Für den Anlagenbauer ergibt sich hieraus die Aufgabe zur Entwicklung neuer Aufarbeitungstechniken, die sowohl die Konstruktion als auch die Verfahrensweise der Anlage beeinflussen.

Ein in dieser Hinsicht besonders wirtschaftlich arbeitendes Verfahren ist in Abb. 1 dargestellt⁸.

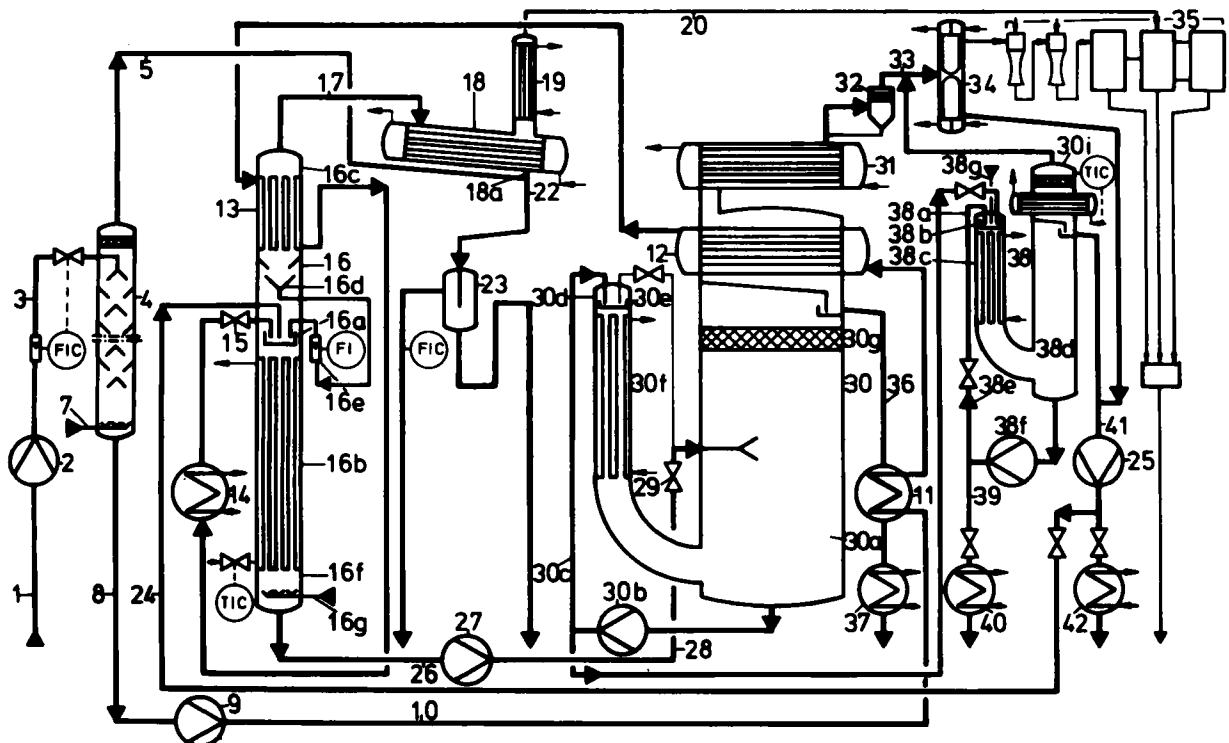


Abb. 1. Wirtschaftlich arbeitendes Verfahren zur destillativen Fettsäureaufarbeitung

Nach unseren Beobachtungen sind dabei die wichtigsten Einflußgrößen die Temperatur, die mit vor allem heißer Fettsäure in Berührung kommenden Luftsauerstoffmengen und der Grad der Ungesättigkeit der aufzuarbeitenden Fettsäuremoleküle. Der Grad der Ungesättigkeit sei dabei definiert als der molprozentige Anteil an Fettsäuremolekül mit 1, 2 oder 3 Doppelbindungen.

Unter Berücksichtigung der genannten Zusammensetzung haben die heutigen Anlagen zur Geradeausdestillation von Fettsäuren folgenden Anforderungen zu genügen⁵⁻⁸.

1. Gute Entgasung, Entwässerung und Desodorierung mit wirksamer Abtrennung der Geruchs- und Farbträger als möglichst hochkonzentrierter Vorlauf;

Anhand dieses Verfahrens seien nachfolgend die Verfahrensparameter für die wirksame Durchführung der Leichtsiederabtrennung und die günstige Gestaltung der Haupt- und Schlußstufe aufgezeigt.

2. Verfahrensparameter für sowohl wirksame als auch schonende Verdampfung und Kondensation

2.1. Leichtsiederabtrennung

Zur Gewinnung reiner Fettsäuren müssen die vorhandenen Nebenkomponenten wie Kohlenwasserstoffe, Aldehyde, Ketone, Ester und Säuren abgetrennt werden.

Es ist bekannt, daß es zur optimalen Auslegung einer destillativen Trennanlage unter besonderer Beachtung des Energieverbrauches und der Investitionskosten notwendig ist, sowohl die Bodenzahl als auch das Rücklaufverhältnis möglichst genau zu bestimmen¹⁻³.

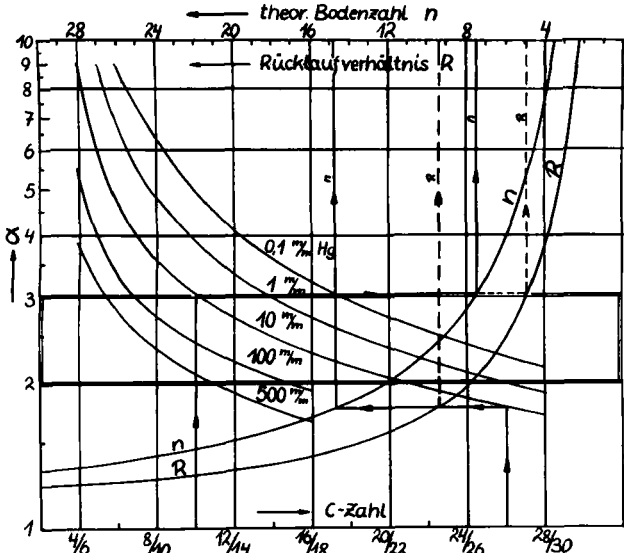


Abb. 2. Die Bodenzahl n in Abhängigkeit vom Rücklaufverhältnis R und der relativen Flüchtigkeit α

Im Hinblick auf die Umweltbelastungen ist es wichtig zu berücksichtigen, daß insbesondere die unerwünschten Geruchsstoffe mit Wasserdampf in das Abwasser der Vakuumanlage gelangen können. Daher ist es notwendig, die Leichtsiederabtrennung bei Arbeitsdrücken vorzunehm-

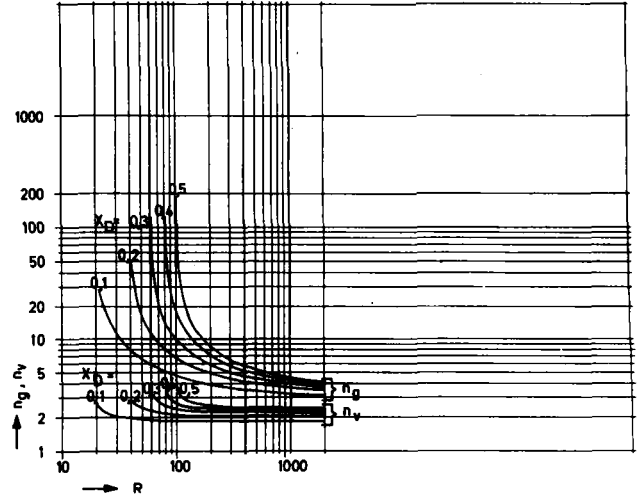


Abb. 3. Beispiel zur Ermittlung der erforderlichen Gesamt- und Verstärkungsbodenzahlen n_g und n_v bei einer relativen Flüchtigkeit von $\alpha = 50$ sind mit 0,01 Mol.-% Vorlauf im Einsatz die Veränderung der Bodenzahlen in Abhängigkeit vom Rücklaufverhältnis und Destillatkonzentration dargestellt

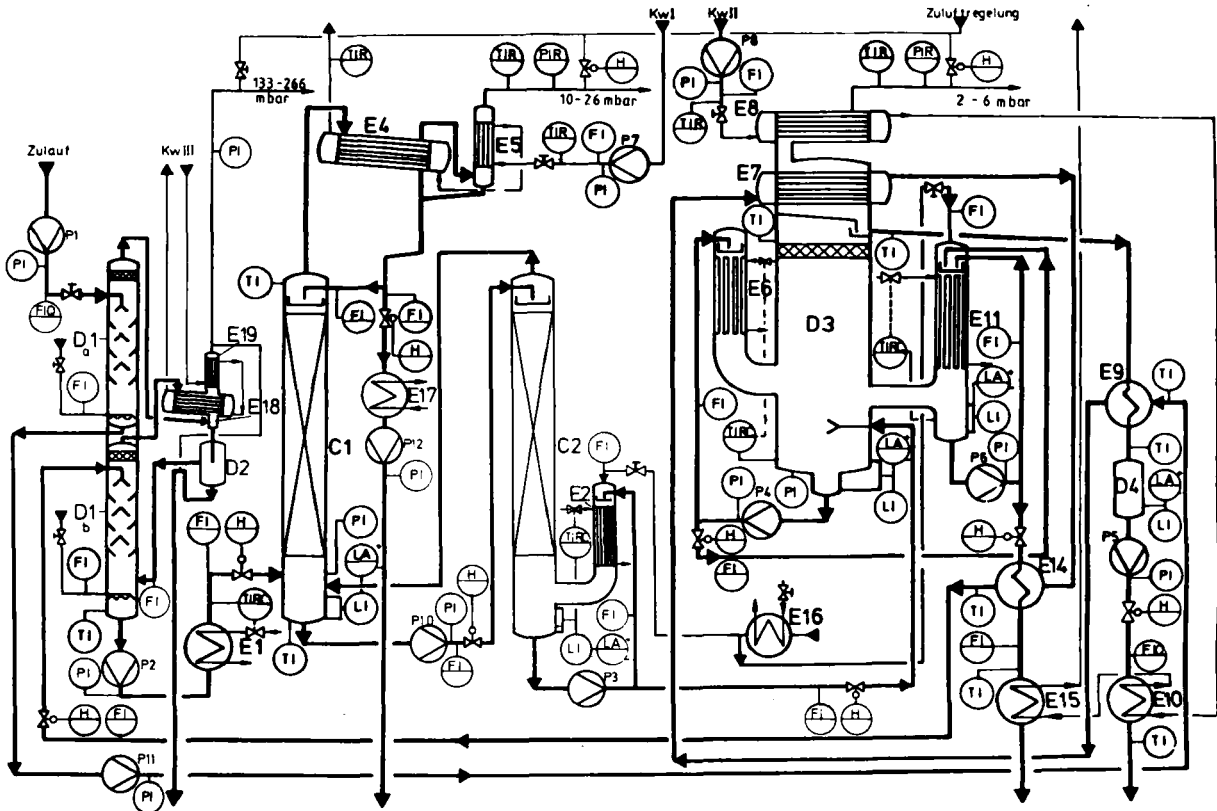


Abb. 4. ATT-Fettsäure-Geradeausdestillationsanlage mit Entgasung, Entwässerung, Vorlaufabtrennung sowie Haupt- und Schlußstufe

Die beiden genannten Größen hängen aber von dem Dampf-Flüssigkeits-Gleichgewicht eines Gemisches ab. Damit wird klar, welche wichtige Rolle die genaue Kenntnis der Dampfdrucke der einzelnen Komponenten des Zulaufs bei der Auslegung einer Trennanlage spielt. Zur Demonstration dieses Sachverhaltes sind in der Abb. 2 die Abhängigkeit der Bodenzahl n und das Rücklaufverhältnis R von der relativen Flüchtigkeit α dargestellt.

men, die eine vollständige Kondensation des Wasserdampfes zulassen. Der Wasserdampf stammt aus dem zum Desodorieren eingespeisten Trägerdampf zuzüglich des in der Rohsäure enthaltenen Wasseranteiles. Bei einem Arbeitsdruckbereich von 133 bis 266 mbar, dem Kondensationstemperaturen des Wasserdampfes zwischen 51 und 66°C entsprechen, läßt sich dieser mit dem üblichen Kühlwasser leicht indirekt niederschlagen. Dabei wählt man den Arbeits-

druck so, daß die zugehörige Kondensationstemperatur des Wasserdampfes stets über dem Erstarrungspunkt des anfällenden organischen Vorlaufsanteiles liegt. Bei den im Abtriebsteil der Vorstufe herrschenden Flüssigkeitstemperaturen der Rohsäure zwischen 180 und 220°C muß man für die Abtrennung der Vorlaufkomponenten von den Fettsäuren im Mittel mit relativen Flüchtigkeiten zwischen etwa 50 bis 100 rechnen. In Abb. 3 sind die mit $\alpha = 50$ zur Anreicherung derartiger Begleitstoffe von 0.01% im Einsatz auf 1, 5, 10, 20, 30, 40 und 50 Mol.-% im Destillat und gleichzeitigem Abtrieb bis auf 1 ppm erforderlichen Gesamt- und Verstärkungsbodenzahlen n_g und n_v als Ordinate in Abhängigkeit vom jeweils zugehörigen Rücklaufverhältnis R als Abszisse aufgetragen worden. Nach der gewünschten Anreicherung der Vorlaufkomponenten im Bereich zwischen 5 und 20 Mol.-% benötigt man hiernach 1.9 bis 2.5 theoretische Verstärkungsböden sowie etwa 5–6 Abtriebsböden, insgesamt also 6.9 bis 8.5 theoretische Trennstufen.

Man erkennt, daß selbst bei sehr hohen Rücklaufverhältnissen ein einfacher Verdampfungsvorgang mit $n = 1$ nicht zum Ziel führen kann. Stehen dagegen zur Vorlaufabtrennung die erwähnten Trennstufenzahlen für Verstärkung und Abtrieb wirklich zur Verfügung, so genügt ein ganz geringer Destillatmengenabzug des Vorlaufs von – je nach Konzentrierung – 1 bis 2 kg/to Durchsatz. Er entspricht nur 0.1 bis 0.2% der Zulaufmenge. Hinsichtlich des Mengenabzuges der organischen Komponente als Destillat hat man den Verstärkungsteil nach der jeweils gewünschten Anreicherung mit Rücklaufverhältnissen zwischen 40 und 200 zu betreiben.

Der bei verschiedenen Systemen durch Fortlassen der Verstärkungsböden gewünschte Spareffekt tritt durch die nach unseren Erfahrungen 20fach höheren Vorlaufabzugsmengen gegenüber dem Verstärkungssäulenprinzip nicht ein. Der Verzicht auf jegliche Abtriebwirksamkeit erfordert zur sog. „Vorlauftoppung“ den größtmöglichen Energieaufwand und ist daher in der vorgeschlagenen Form nicht mehr zeitgemäß.

Eine optimale Anpassung der Trennaufgabe an den jeweils eingesetzten Rohstoff ist individuell möglich^{1,3}.

In der Abb. 4 ist z. B. eine Anlage gezeigt, in der in einer bei 133–266 mbar arbeitenden Entgasungs-, Entwässerungs- und Desodorierkolonne die unerwünschten Geruchsstoffe und niedrig siedende Fettsäuren entfernt werden. In der nachgeschalteten bei 10–26 mbar arbeitenden Vorlaufstufe werden anschließend die Fettsäuren mit weniger als 12 C-Atomen abdestilliert.

2.2. Gestaltung der Haupt- und Schlußstufe

Für die Gestaltung der Haupt- und Schlußstufe in der Geradeausdestillation seien die bereits erwähnten wichtigsten Punkte nochmals aufgezeigt:

1. Die Höhe der Temperatur im Destillationsprozeß,
2. die Menge an atmosphärischem Sauerstoff, die mit der heißen Fettsäure in Kontakt kommt,
3. der Grad der Ungesättigtheit der aufzuarbeitenden Fettsäuremoleküle.

Anhand sorgfältiger Beobachtungen der in den letzten Jahren errichteten Großanlagen liegt die obere Temperaturgrenze für die gesättigten höheren Fettsäuren bei max. 260°C bis 265°C, wenn Aufenthaltszeiten von 10 Min. nicht überschritten werden. Enthalten jedoch die Sumpfprodukte größere Anteile an ungesättigten Fettsäuren mit einer oder gar mehreren Doppelbindungen, so sind Sumpftemperaturen

von max. 240°C anzustreben. Dies trifft stets für den C_{18} -Bereich aller unhydrierten natürlichen Rohsäuren zu, für die daher Sumpfdrucke unter 27 mbar einzuhalten sind.

Bei zweistufiger Ausbildung der Hauptstufe nach unserem neuen Verfahren sind auch für diese Fettsäuren kurzzeitig 260°C ohne jegliche Zersetzung anwendbar. Nach unseren Erfahrungen läßt sich eine Produktschädigung in den thermisch höher beanspruchten Anlagenteilen nur durch Einsatz von Fallfilmverdampfern wirksam verhindern. Dabei läuft die Flüssigkeit auf einer Vielzahl von parallel angeordneten Verdampferrohren als Film herunter und wird durch die von außen zugeführte Wärme teilweise verdampft^{1,3}.

Die bei anderen Verdampfersystemen unvermeidlich hohen Dämpfeüberhitzungen treten in den mit niedrigen Temperaturdifferenzen arbeitenden Fallfilmverdampfern nicht auf. Hierdurch lassen sich bei schonendem Temperaturniveau unter 260°C gute Destillatqualitäten erzielen.

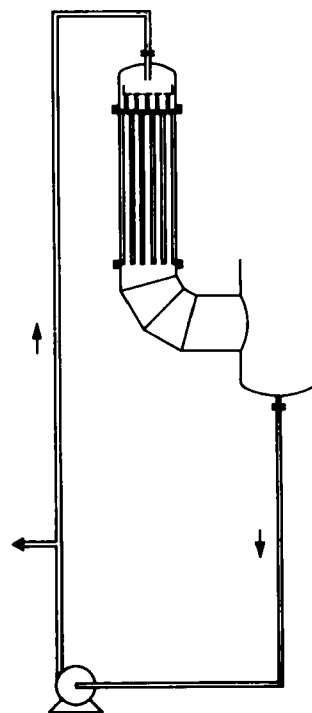


Abb. 5. Fallfilmverdampfer mit Zwangsumlauf

Ein Beispiel eines solchen Verdampfers ist der mit Zwangsumlauf betriebene Fallfilmverdampfer der Abb. 5.

Zur optimalen Auslegung derartiger Fallfilmverdampfer benötigt man Angaben über die verschiedenen physikalischen Kennzahlen wie Dichte, Viskosität, spezifische Wärme und Wärmeleitfähigkeit der flüssigen Phase bei den entsprechenden Werten für Arbeitsdruck und Arbeitstemperatur. Insbesondere der Flüssigkeitsverteiler muß so konstruiert sein, daß eine gleichmäßige Flüssigkeitsverteilung als dünner Film über die gesamte Rohrlänge gewährleistet ist⁶⁻⁸.

Zur Vermeidung von Oxidationsschäden sollten bei der Auswahl und Konstruktion von Apparaten, Armaturen und Pumpen besondere Merkmale beachtet werden. Durch den eintretenden Luftsauerstoff kommt es nicht nur zur Schädigung der Fettsäuren durch chemische Umsetzung, sondern nachfolgend aus den entstandenen niedermolekularen Reaktionsprodukten auch zum korrosiven Angriff auf den Apparatewerkstoff. Um dies zu verhindern, verwenden wir in diesen Anlagenteilen nur Flanschverbindungen mit Klammern

merschrauben, die sich mittels eines dünnen Blechstreifens dicht schweißen lassen. Gleichzeitig werden hier nur Edel-

stähle eingesetzt, die durch einen höheren Mo-Gehalt dem korrosiven Angriff widerstehen können wie z. B. die Werkstoffe Nr. 1.4435 oder 1.4439^{5,8}.

Aus den gleichen Gründen setzen wir im Vakuumbereich Armaturen mit Faltenbalg oder Kugelabsperrhähne ein.

Als Prozeßpumpen kommen an diesen Stellen nur stopfbuchslose Ausführungen wie sog. Magnetic Pumpen oder Spaltrohrmotorpumpen zum Einsatz.

Mit diesen Maßnahmen läßt sich die Inertgasmenge für z. B. eine 5 to/h Fettsäureanlage auf < 0.5 kg/h also < 0.1 kg/t Durchsatz verringern.

Der Aufbau einer Haupt- und Schlußstufe sei anhand der Abb. 6 erläutert. Der heiße Ablauf der Vorstufe gelangt in den Abscheideraum 4, wobei ca. 25 % des Zulaufs durch Fläschung verdampfen. Zur weiteren Verdampfung bis auf einen Ablauf mit einer Säurezahl von 100 dient der links vom Entspannungsraum angeordnete und produktseitig mit Zwangsumlauf betriebene Haupt-Fallfilmverdampfer. Der Ablauf besteht dabei etwa je zur Hälfte aus freier Fettsäure und ungespaltenem Rückstand. Für die üblichen Rohsäuren liegt dann die Siedetemperatur des laufend umgepumpten und bis auf die Ablaufkonzentration verdampfenden Flüssigkeitsfilmes je nach seiner mittleren C-Zahl zwischen 220°C und 230°C. Unter den genannten Bedingungen beträgt die durchschnittliche Verweilzeit des aus dem Zirkulationsstrom ebenfalls stetig mittels der mit Spaltrohrmotorpumpe ausgestatteten Umlaufpumpe entnommenen Sumpfabzuges aufgrund der erforderlichen Abmessungen des Verdampfers, der Zirkulationsleitung und des Sumpfes größenordnungsmäßig 20–30 Minuten.

Wegen der dabei herrschenden niedrigen Temperatur von max. 230°C sind unter diesen Verhältnissen bei sicherem Ausschluß jeglicher Undichtigkeiten keinerlei Fettsäureschädigungen in Richtung Dehydratisierung, Zersetzung, Oxidation, Polymerisation oder Polykondensation zu befürchten^{5,8}.

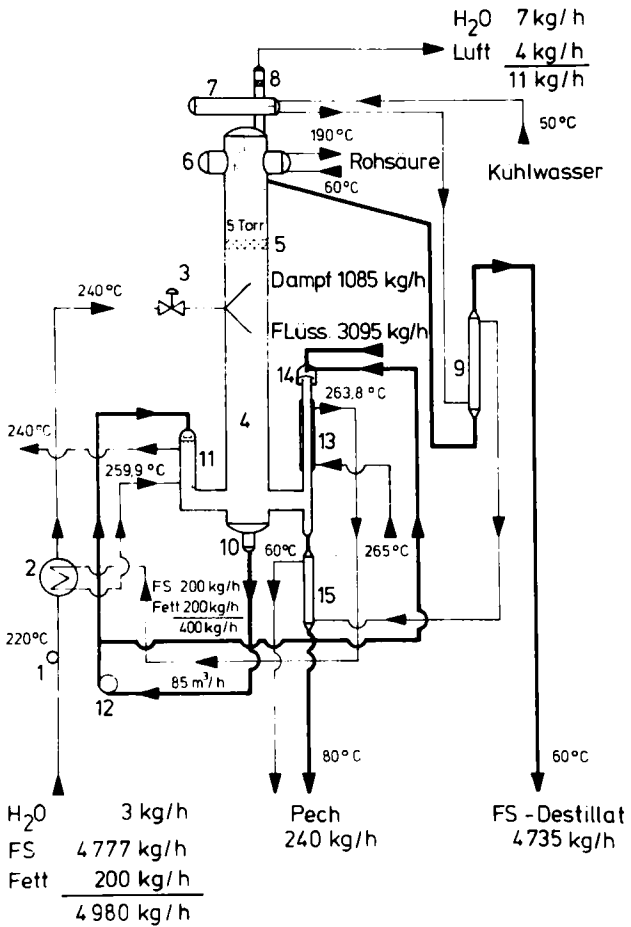


Abb. 6. Aufbau einer Haupt- und Schlußstufe zur Fettsäure-Geräusdestillation

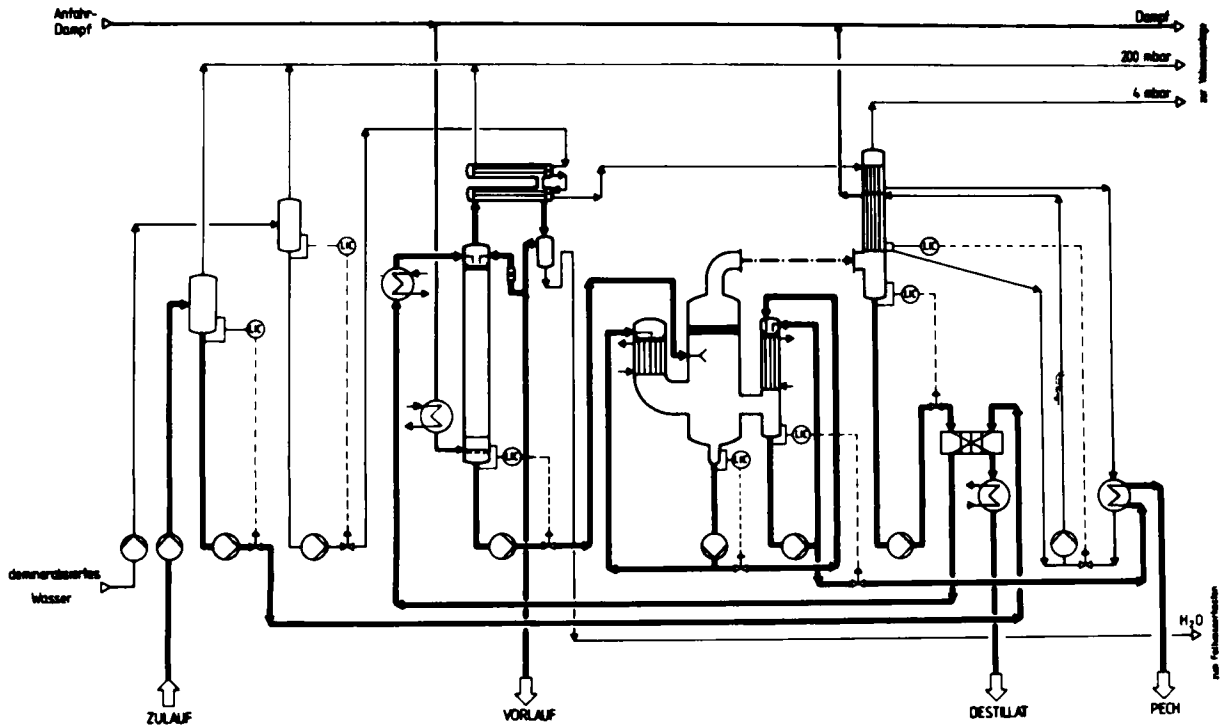


Abb. 7. Beispiel zur Wärmedämmung durch Erzeugung von Niederdruckdampf

Ein mechanisches Mitreißen unverdampfter Flüssigkeitsteilchen wird durch einen entsprechend dimensionierten Flüssigkeitsabscheider verhindert. In den meisten Fällen kombinieren wir heute mit der Hauptstufe der Geradeausdestillation die bei höherer Temperatur betriebene Schlußstufe zur Pechabtrennung. Bei Bedarf kann die Schlußstufe auch als getrennte Einheit mit eigener Kondensationseinrichtung geschaltet werden. In beiden Fällen arbeitet der Fallfilmverdampfer entweder mit einmaligem Durchlauf oder mit Zwangszirkulation. Die mittlere Verweilzeit des Flüssigkeitsfilmes auf der Heizfläche wird unter diesen Verhältnissen so gering wie möglich gehalten. Innerhalb dieses kurzen Zeitintervalls findet die restliche Fettsäureverdampfung bis zu einer Säurezahl des nicht verdampften Anteils von 30 mit etwa 15% freier Säure statt. Dabei wird gleichzeitig der mit maximal 230°C vom Hauptverdampfer kommende Ablauf als herablaufender Film bis auf eine Austrittstemperatur des hier anfallenden Rückstandes von maximal 250°C aufgeheizt.

3. Energiesparende Verfahren durch optimale Ausnutzung der Prozeßwärme

Es ist bereits seit langem bekannt, daß man durch entsprechend höheren apparativen Aufwand die Kondensationswärme, Destillatwärme oder Rückstandswärme zur Aufheizung des Zulaufs nutzen kann. Ein besonders für Fettsäuren geeignetes Verfahren, das die bei der Kondensation frei werdende Wärme zur Erzeugung von ND-Dampf im Bereich 5–7 bar nutzt, ist in Abb. 7 dargestellt⁸.

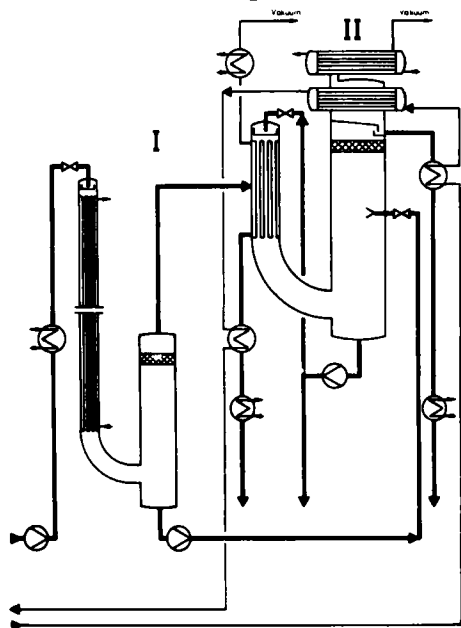


Abb. 8. Energiesparendes ATT-Zweistufenverfahren

Sein Anwendungsbereich erstreckt sich sowohl auf die Fraktionierung als auch auf die Fettsäuregeradeausdestillation. Durch die Art der Verfahrensführung ergeben sich hinsichtlich der thermischen Bedingungen merklich schonendere Arbeitsbedingungen gegenüber bisherigen Anlagen.

Mit einem von uns entwickelten und patentierten Zweistufenverfahren für die Hauptdestillation läßt sich der Energieverbrauch an Hochtemperaturwärme auf weniger als 380 000 kJ/to reduzieren⁸. Das hierzu verwendete System zeigt Abb. 8.

Die Hauptdestillationsstufe ist derart in zwei aufeinanderfolgende Filmstufen unterschiedlichen Arbeitsdruckes unterteilt, daß mit den Dämpfen der ersten Stufe die zweite

Filmstufe beheizt wird. Mit diesem Verfahren beträgt die Energieeinsparung gegenüber dem bisher energiegunstigen Fallfilmverfahren 42,9%.

Es zeigt sich also, daß man durch neue Verfahrensweisen und individuell angepaßte Konstruktionen durchaus eine moderne Energiekonzeption auch z. B. in vorhandene ältere Anlagen integrieren kann.

4. Möglichkeiten des Umweltschutzes

Bereits in früheren Arbeiten wurde aufgezeigt, daß die Abwasser- und Abluftbelastungen derartiger FS-Geradeausdestillationsanlagen letzten Endes eine Funktion der Destillationsbedingungen und der jeweiligen Prozeßfolge sind⁵.

Da in der Praxis zur Erzeugung der notwendigen Arbeitsdrucke von wenigen Millibar Dampfstrahlaggregate eingesetzt werden, resultieren die Umweltbelastungen aus der Wasserlöslichkeit und dem Dampfdruck der abzusaugenden Komponenten bei den herrschenden Arbeitsbedingungen. Über die erforderlichen Daten insbesondere der Wasserlöslichkeit dieser Stoffe liegen z. T. bisher nur sehr spärliche und experimentell wenig gesicherte Angaben vor. Einigermmaßen vollständig untersucht wurden sie, wie Abb. 9 zeigt, für die Reihe der gesättigten geradkettigen Fettsäuren im Temperaturbereich von 30 bis 60°C.

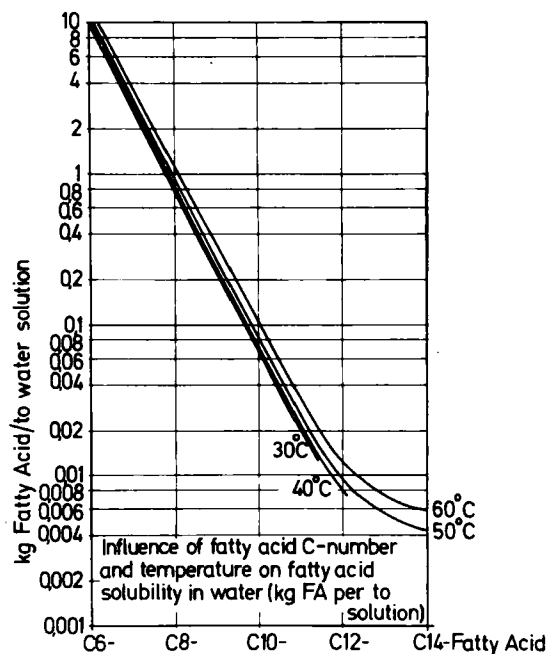


Abb. 9. Wasserlöslichkeit der gesättigten geradkettigen Fettsäuren

Aus den ebenfalls gut vermessenen niederen Glieder der Reihen für Aldehyde, 2-Ketone, 1-Alkohole und n-Paraffine läßt sich eine Systematik erkennen, mit der man durch Ermittlung eines Temperaturquotienten auf die Wasserlöslichkeit der nicht vermessenen Komponenten schließen kann.

In der Praxis auftretende Umweltbelastungen können anhand der durch die Hauptdestillationsstufen emittierten Mengen bei Talg- und Kokosfettsäuren dargestellt werden.

Bei einer von uns entwickelten 5 t Geradeausdestillationsanlage betragen die Inertgasmengen wie bereits erwähnt < 0,5 kg/h, in der mit einer Fettsäuremenge von 0,00034 g/h zu rechnen ist.

Größere Mengen als im Abgas finden sich im Abwasser, das bei der 5 t Anlage ca. 325 kg/h ausmacht. Die bei verschiedenen Temperaturen hierin enthaltenen Fettsäurever-

luste sind in der Tab. 1 dargestellt. Sie betragen bei Talgfettsäuren bei 30°C Abwassertemperatur 0.0118 kg/h. Diese Mengen entsprechen einem molekularen ppm-Gehalt von 27.6. Wird das Abwasser jedoch mit 40°C abgegeben, so erhöht sich die gelöste Fettsäuremenge auf 0.027 kg/h. Sie liegt mit 63 ppm bereits in der oberen Grenze der Zulässigkeit.

Tabelle 1

Fettsäuremenge in kg/h im Abwasser einer 5t/h-Anlage für Talg- und Kokosfettsäure bzw. Öl

Öl/FS-Type	Abwasser-Temp., °C	Fettsäuremenge in kg/h für	
		Entsäuerung 190 kg/h Abwasser	Geradeaus- destillation 325 kg/h Abwasser
Talg	30	0.00693	0.0118
Talg	40	0.0158	0.0270
Kokos	20	0.783	1.34

Entsprechend dem höheren Partialdruck der Kokosfettsäuren, die wegen der erheblich niedrigeren mittleren C-Zahl merklich löslicher in Wasser sind, enthalten die hierbei anfallenden Abwässer selbst bei Abgabtemperatur von nur 20°C bereits wesentlich höhere Fettsäuremengen in gelöster Form, nämlich 1.34 kg/h. Sie entsprechen 551 ppm, was nach den heutigen Umweltauflagen durchweg nicht mehr zulässig ist.

Diese Verhältnisse gelten für die bisher übliche Arbeitsweise, nach der im Zusammenhang mit der vorgeschalteten Entgasung und Entwässerung hier keine Vorlauffraktion abgenommen wird. Verbindet man jedoch entsprechend den oben beschriebenen Verfahrensweisen hiermit eine wirkungsvolle Vorlauffraktionierung bei höherem Arbeitsdruck zwischen 133 und 266 mbar, so erniedrigen sich die Fettsäuregehalte im Abwasser um mehr als eine Zehnerpotenz.

Hieraus ist ersichtlich, daß sich im Bereich der Fettsäuredestillation die geltenden Umweltauflagen hinsichtlich Abwasser und Abluft nur dann erfüllen lassen, wenn man sowohl die apparative Gestaltung als auch die Verfahrensweise auf die heutigen Forderungen genauestens abstimmt⁵.

Ein in diesem Zusammenhang von uns entwickeltes Vakuumsystem mit geringen Abwasser- und Abluftwerten ist in der Abb. 10 dargestellt.

In Kombination mit den oben erwähnten Möglichkeiten erfüllt dieses System die heutigen Umweltauflagen, ohne daß eine aufwendige biologische Abwasseraufbereitungsanlage nachzuschalten ist.

Zusammenfassend kann man feststellen, daß es unter Beachtung der dargestellten Zusammenhänge durchaus

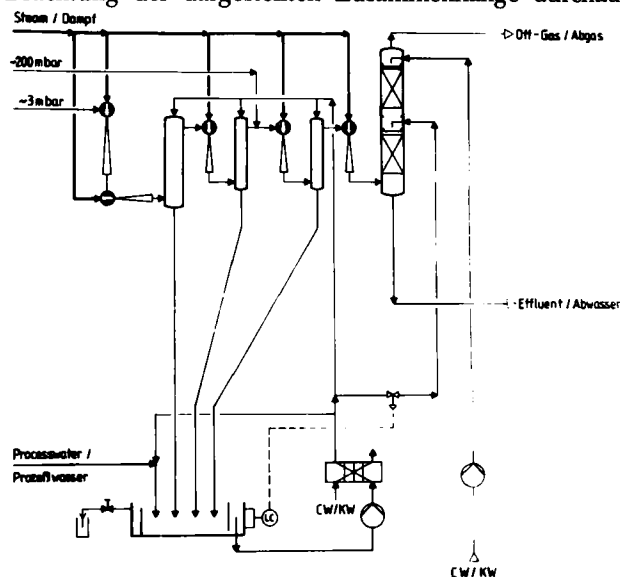


Abb. 10. Umweltschonendes ATT-Vakuumsystem

möglich ist, die Verfahrensweisen der Fettsäuregeradeausdestillation auf die Forderungen an Produktqualität und Umweltbelastungen abzustimmen. Hieraus resultieren dann bei gleichen und sogar besseren Produktqualitäten sowohl höhere Ausbeuten als auch nicht unerhebliche Energieeinsparungen.

Literatur

- ¹ R. Billet, Industrielle Destillation, Verlag Chemie, Weinheim 1973.
- ² R. Billet, Verdampfung und ihre technischen Anwendungen, Verlag Chemie, Weinheim 1981.
- ³ R. Billet, Energieeinsparung bei thermischen Stofftrennverfahren – Anwendungen im technologischen Umweltschutz, Dr. A. Hüthig Verlag, Heidelberg 1983.
- ⁴ AOCS, Fatty Acids, Ed. by E. H. Pryde, The American Oil Chemists' Society, Champaign 1979.
- ⁵ H. Stage, Fette · Seifen · Anstrichmittel **84**, 333 [1982].
- ⁶ H. Stage, Fette · Seifen · Anstrichmittel **86**, 541 [1984].
- ⁷ K.-W. Jach u. H. Stage, Fette · Seifen · Anstrichmittel **86**, 231 [1984].
- ⁸ ATT-Oleochemical Reports Nr. 4, 5, 13, 16, ATT-Verfahrenstechnik GmbH, Münster.

Eingegangen am 24. April 1985.

Zerkleinerung von Wachsen auf Luftstrahlmühlen sowie Verwendung mikronisierter Wachse in Anstrichmitteln*

Von R. Köhler**, Georg M. Langer & Co. KG, Ritterhude/Bremen

Die Mikronisierung von kristallinen Wachsen auf Luftstrahlmühlen führt zu Produkten mit einem Hauptanteil der Korngrößen unter 5–10 Mikron. Es gibt in der Mikronisierungskammer der Luftstrahlmühle keine beweglichen Teile, und die Zerkleinerung der Partikel wird durch Zusammenprallen und Reibung in der runden Mahlkammer erreicht. Durch die homogene Verteilung mikronisierter Wachse in Beschichtungssystemen sind bei den Trockenfilmen der Lacke besondere Eigenschaften wie z. B. Kratzfestigkeit, Mattierung, Resistenz gegen Aufpolieren und Beständigkeit gegen Metallmarkierungen erzielbar. Die Wirkung feinteiliger Wachse wird in einer Vielzahl von Anwendungsgebieten im Lackbereich zur Verbesserung von Oberflächeneigenschaften genutzt.

* Vortrag anlässlich der 40. DGF-Vortragstagung in Regensburg am 24. September 1984.

** Anschrift des Verfassers: R. Köhler, Georg M. Langer & Co. KG, Postfach 11 55, 2863 Ritterhude/Bremen.

Grinding of Waxes by Air Jet Mills and the Application of Micronized Waxes in Paintings

Micronization of crystalline waxes by air jet mills yields products with a main particle size below 5–10 micron. There are no moving parts in the micronizing chamber of the air jet mill. Diminishing of the particles is obtained by collision and friction in the round grinding chamber. By homogeneous distribution of micronized waxes in coating systems special properties like resistance against scratches, dullness, resistance against metal markings can be obtained for dry films of lacquers. The effect of pulverized waxes is used in manifold application areas of lacquers to improve the surface properties.

Einleitung

Wachse wurden schon im Altertum in Kunst und Technik wegen ihrer typischen Stoffeigenschaften, wie Wasser- und