

Anschlußbericht zum Entwicklungsvorhaben:

Entwicklung eines Verfahrens zur adsorptiven Abwasserreinigung mit gleichzeitiger Rückgewinnung der organischen Komponenten durch Desorption mit Hilfe von Mikrowellenenergie“

Aktenzeichen: 00557/01 und 02

Antragsteller:

Institut für Verfahrenstechnik, Fachgebiet Aufbereitung von Roh- und Reststoffen, Technische Universität Berlin
Leitung.: Obering. Dr.-Ing. N Jentzsch

Püschner GMBH + CO KG, Mikrowellen-Ergietechnik
28790 Schwanewede

Projektleitung: Püschner GMBH + CO KG, Dipl.-Ing. H.A. Püschner

Vorwort

Der Abschlußbericht ist in zwei Einzelberichte unterteilt. Der erste Bericht befaßt sich mit der Entwicklung und Ausführung der Mikrowellen-Desorptionsanlage durch die Fa. Püschner . Der zweite Bericht beschreibt das MW-Desorptions- und Wärmeleitungsverfahren und teilt die Ergebnissen der Untersuchungen mit, die an dem Institut für Verfahrenstechnik der TU Berlin durchgeführt worden sind. Er vergleicht beide Verfahren mit dem Ziel, die mit dem MW-Desorptionsverfahren erreichten und möglichen Weiterentwicklung aufzuzeigen und Untersuchungen mit einer leistungsstarken Pilotanlage anzuregen, die den technischen Nachweis für die Einsatzbarkeit des Verfahrens bringen soll.

Wir danken an dieser Stelle der Deutschen Stiftung Umwelt für die bisher tatkräftige Förderung und freundliche Unterstützung des Entwicklungsvorhabens durch Herrn Dr. Schwake.

1. Bericht

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung
2. Zielsetzung
3. Mikrowellen-Desorptionsverfahren
 - 3.1 derzeitiger Stand
 - 3.2 Ausführungsform der MW-Versuchsanlage
4. MW-Desorptionsanlage
 1. Aufbau und Wirkungsweise
 2. Anpassungsverhalten
 3. Temperaturverteilung
 4. MW-Abschirmung
5. Zusammenfassung
6. Literatur

1. Einleitung

Neuartige synthetisch hergestellte Silizium-Molekularsiebe auf der Grundlage von Zeolithen mit spezifisch hydrophoben Eigenschaften machen die selektive Trennung schwach angereicherter organischer Komponenten aus wässrigen Lösungen d.h. die Rückgewinnung dieser Komponenten in hoher Konzentration möglich.

Für die industrielle Anwendung ist die adsorptive Trennung von Alkoholen wie Ethanol, Butanol und Isopropanol-Fermente aus wässrigen Lösungen von Bedeutung.

Für die Rückgewinnung (Desorption) der im Festkörper adsorbierten Verbindung gibt es z.Zt. noch keine geeignetes Thermodynamische Verfahren. Konventionelle Verfahren der Wärmeübertragung scheitern aufgrund der schlechten Wärmeleitfähigkeit des Molekularsiebes und der damit verbundenen langen Zeitdauer der Rückgewinnung aus.

Die Erhitzung mit Mikrowellenenergie bietet einen neuen Ansatz, die Zeitdauer der Desorption durch die unmittelbare Volumenerwärmung in den Bereich der Adsorption zu bringen und damit ein zyklisch arbeitendes Verfahren zur Abwasserreinigung zu verwirklichen.

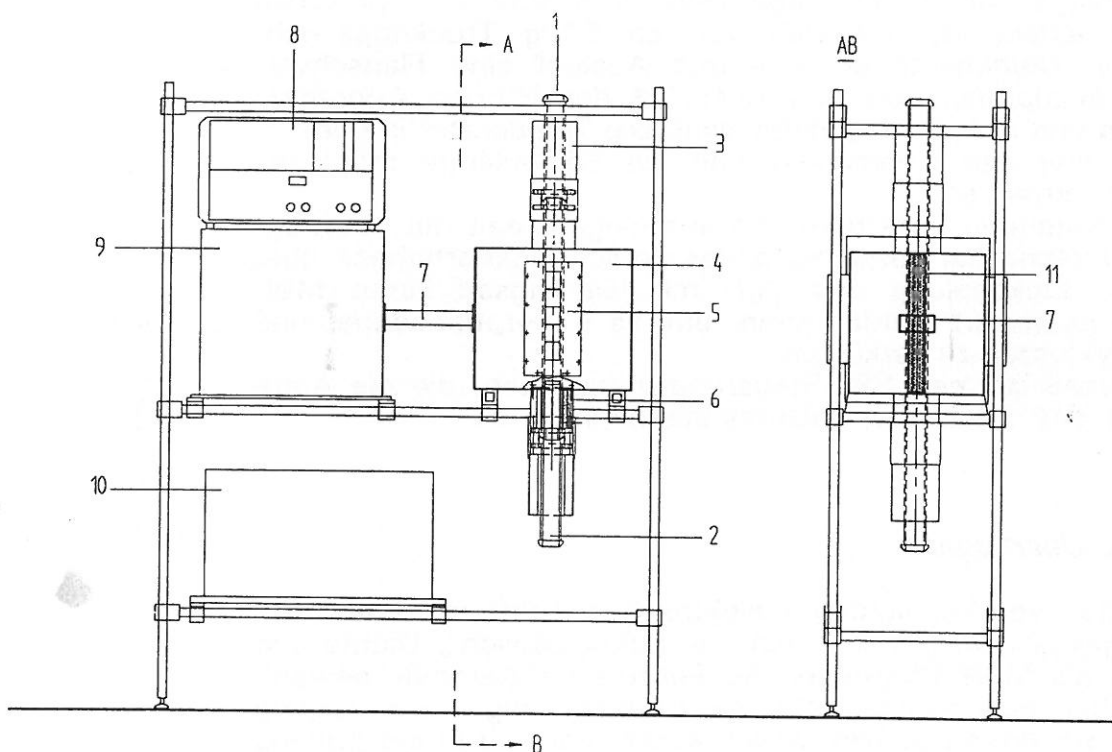
2. Zielsetzung

Zielsetzung und Aufgabe der Forschungsvorhabens ist die Ad- und Desorption verschiedenartiger synthetisch hergestellter Zeolithe für bestimmte organische Verbindungen wie Ethanol, Methyl und dgl zu untersuchen. Das Desorptionsverhalten ist zunächst mit konventioneller und anschließend mit Mikrowellen-Erhitzung festzustellen und untereinander zu vergleichen (siehe 2. Bericht).

MW-Energie besitzt gegenüber dem konventionellen Erhitzungsverfahren, bei dem die Energie von außen durch Wärmeleitung auf das zu erwärmende Gut zugeführt wird, der entscheidenden Vorteil, die Energie durch Strahlung zu übertragen und in dem absorbierenden Gut unmittelbar in Wärme umzuwandeln. Die Umsetzung geschieht im Bereich der Eindringtiefe der Strahlungsenergie, die von den dielektrischen Stoffkonstanten des Zeolithen und des darin adsorbierten Stoffe abhängt.

Für die MW-Desorption ist eine MW-Versuchsanlage zu entwickeln, mit der eine gleichmäßige Energieübertragung auf das Molekularsieb mit hohem Wirkungsgrad durchführbar ist und ein zyklischer Betriebsablaufes erreicht werden kann.

Als MW-Energieübertrager dient eine geschlossene Anordnung mit einem durchgehenden zylindrischen Glasrohr, in dem der Adsorbens angeordnet ist (Bild 1). An den Enden des durchgehenden Glasrohres werden auf beiden Seiten die dargestellten Aggregate angeschlossen.



- | | |
|-----------------------|-------------------------------|
| 1 Ausgang | 8 Kommandofeld |
| 2 Eingang | 9 MW-Generator |
| 3 MW-Filter | 10 STV-MW-Generator/Steuerung |
| 4 MWE-Übertrager | 11 Zeolith-Molekularfilter |
| 5 Sichtfenster | |
| 6 Rohrhalterung | |
| 7 MW-Speisehohlleiter | |

MW-Desorptionsanlage

Bild 1

3.1 Derzeitiger Stand

Die Einsatzmöglichkeiten von MWE (Mikrowellenenergie) zur Desorption von Zeolith-Molekularsieben sind bereits Anfang der 80iger Jahre erkannt worden.

Rossy et al. (7) sowie Benchanaa et al. (2) zeigen in einer experimentellen MW-Anordnung das thermodynamische Verhalten eines Zeolith-Siebes von 13cm³.

Thiebault et al. (2) ermitteln u.a. die dielektrischen Stoffkonstanten bei 2330MHz während der Trocknung eines Zeolithen in Abhängigkeit von der Feuchte und der Temperatur.

Industrielle Anwendungen sind ausschließlich auf die Desorption von Zeolithen in der Abluftreinigung (4,5) und auf MW-induzierten Reaktionen organischer Substrate in einem Zeolithen gerichtet (12). Es konnte keine Veröffentlichung gefunden werden, die eine ähnliche Aufgabenstellung wie im vorliegendem Fall zugrundeliegt.

3.2. Ausführung der MW-Versuchsanlage

Die MW-Anlage soll in der Lage sein, Versuche im zyklischen Ablauf mit einem Molekularsieb von ca 500g Trockengewicht abzuwickeln. Unmittelbar am Ein- und Auslauf sind Flanschverbindungen anzuordnen, die den Anschluß der übrigen Aggregate ermöglichen und streustrahlungsfrei sind. Die Temperatur in der Säule soll über den Querschnitt und die Säulenlänge möglichst gleichmäßig verteilt sein.

Der MWE-System ist konstruktiv so auszulegen, daß die übertragbare MW-Leistung bei Fortsetzung des Forschungsvorhabens über eine zweite Einkopplung und ggf. mit leistungsstärkeren MW-Generatoren gesteigert werden kann, um die Desorptionsdauer und damit die Zykluszeit zu verkürzen.

Für den Prozeß ist eine SPS-Steuerung vorzusehen, die die Automatisierung des zyklischen Ablaufes übernimmt.

3.2.1. MWE-Übertrager

Aufgrund der veröffentlichten dielektrischen Stoffkonstanten (2) und sonstiger physikalischer Daten wie Schüttgewicht, Dichte und dgl. wurde als MWE-Übertrager die Form einer Kammer gewählt (10), die ohne eine mechanische Zusatzeinrichtung zur Anregung der in dem System möglichen Moden auskommt und in der entlang der Symmetrie-Achse ein Glasrohr zur Aufnahme der Molekularsiebes verläuft (siehe Bild 2). Als Nennweite wurde NW50 , als Rohrlänge 400mm festgelegt.

Nach dem Anschlußflansch wird die MWE innerhalb der Kammer in zwei Zweige mit einem Teiler 1:1 aufgeteilt und von den Aperturen in die Kammer durch Mehrfachreflexion auf die im Glasrohr eingefüllte Zeolithsäule übertragen.

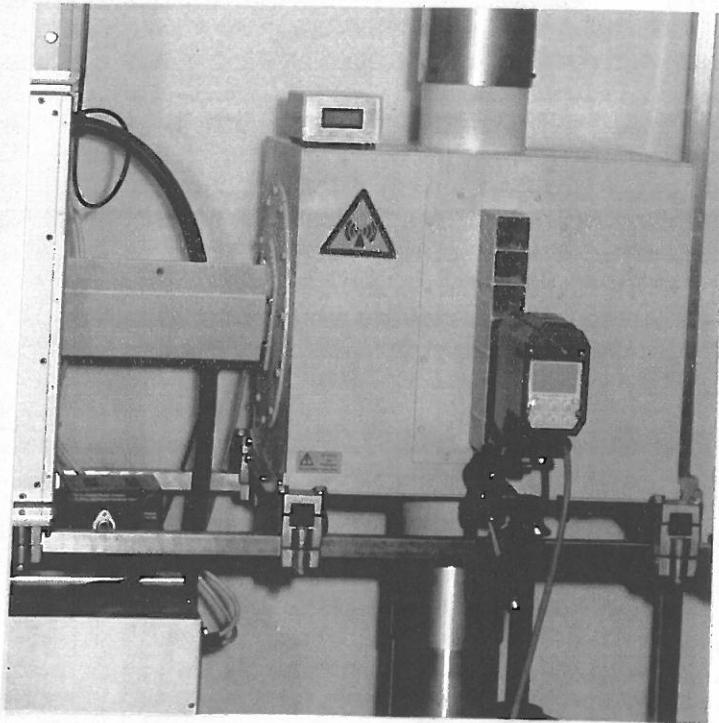


Bild 2

3.2.2. MW-Generator

Das Energieübertragungssystem wird aus einem 1,25kW/2450MHz-Generator gespeist, dessen Ausgangsleistung im Bereich 10-100% einstellbar ist. Zwischen Generator (Magnetron) und MWE-Übertrager sind ein Zirkulator und ein Transformationsglied in Reihe geschaltet, mit dem der Übertragungswirkungsgrad eingestellt und auf seinen Maximalwert abgestimmt werden kann. Der Zirkulator hat die Aufgabe, die nicht von der Last aufgenommene MW-Leistung zu absorbieren und das MW-System vom Generator zu entkoppeln. Dadurch kann der Generator, unabhängig vom Anpassungszustand, die eingestellte MW-Leistung in gleichbleibender Größe an die Last abgeben.

4. MW-Desorptionsanlage

4.1. Aufbau und Wirkungsweise

Die in Bild 3 dargestellte MW-Anlage ist in einem Profilrahmen-Gestell untergebracht, um die Anlage für den vorgesehenen experimentellen Aufbau flexibel zu halten. In dem 19"-Baugruppenträger 8 sind im oberen Teil Meßeinrichtungen für vor- und rücklaufende MW-Leistung, die Temperaturmessung mit einem faser-optischen Meßgerät sowie ein Diskriminator zur Überwachung einstellbarer Meßgrößen eingebaut. Im unteren Teil befindet sich das Kommandofeld mit Überwachungseinrichtungen und einer programmierbaren elektronischen Zeituhr für die Einstellung von Zykluszeiten.

In dem Gehäuse 9 ist der MW-Generator einschließlich Zirkulator und Kühlsystem untergebracht. Die Hohlleiter-Speiseleitung 7, in dessen Leitungszug ein einstellbares Anpassungs-Transformationsglied eingebaut ist, verbindet den Generator mit der Kammer. Die angeschlossene Kammer 4 bildet den MWE-Übertrager mit einem internen Verteilungssystem (nicht dargestellt).

Das eingebaute Glasrohr durchläuft am Ein- 2 und Ausgang 1 einen MW-Filter 3, um den Austritt von MW-Energie während der

Desorption zu verhindern. Ein- wie Ausgang sind beheizbar, um in diesem Bereich die Rückkondensation zu unterbinden. Zur Messung der Temperaturverteilung entlang dem Glasrohr und zur Beobachtung des Molekularsiebes während des Prozesses sind beidseitig an die Kammer MW-dichte durchsichtige Schächte 5 angesetzt.

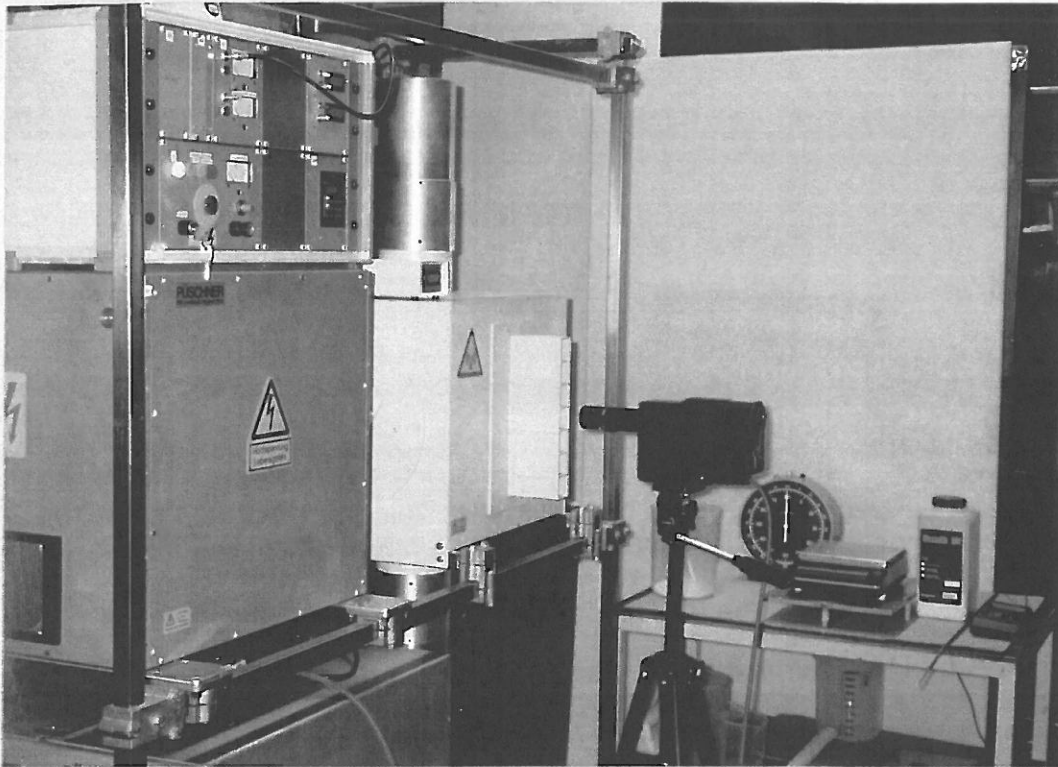


Bild 3

Auf der unteren Gestellebene steht das Gehäuse mit der Stromversorgung (10) und Steuerung der Versuchseinrichtung. Um den Aufbau flexibel zu halten sind alle Verbindungen zwischen den Anlagenteilen mit Ausnahme der Hochspannungsverbindung als Steckverbindungen ausgeführt. Die Hochspannungsverbindung von der STV zum Generator ist fest installiert.

Die SPS-Steuerung S5-95U ist in einem Gehäuse auf einem separaten fahrbaren Gestellrahmen untergebracht und wird vom Bedienungsfeld auf der Fronttür aus bedient und eingestellt. Die Steuer- und Sensorleitungen führen über Steckverbinder direkt zum STV-Gehäuse.

4.2. Anpassungsverhalten

Für die Untersuchungen unter Last wurde das Molekularsieb 12 Stunden bei 180°C getrocknet, anschließend in einem Becherglas gewässert und nach dem Abtropfen in das Glasrohr in der vorgeschriebenen Höhe von 400mm eingefüllt. Zur definierten Positionierung der Säule in dem Glasrohr ist PTFE rein für Einsätze und Siebe verwendet worden.

Die rücklaufende MW-Leistung ändert sich bei der Erhitzung des Molekularsiebes bis zur Verdampfungstemperatur und während der ersten Phase der Verdampfung nur geringfügig und steigt mit zunehmender Verdampfung des Wassers im Molekularsieb (siehe

Bild 4). Innerhalb der Säule erreichte die Temperatur nach 23 min $140 \pm 5^\circ\text{C}$, die bei weiterer Leistungszufuhr auf über 180°C ansteigt.

Die rücklaufende MW-Leistung kann am Transformationsglied von Hand minimiert werden. Diese Nachstellung muß fortlaufend von Hand geschehen und führt zu einer wesentlich schnelleren Erhitzung der Zeolith-Säule, da sich die vorlaufende MW-Leistung bei gleichbleibender Energieaufnahme erhöht, d.h. der Übertragungs-Wirkungsgrad steigt.

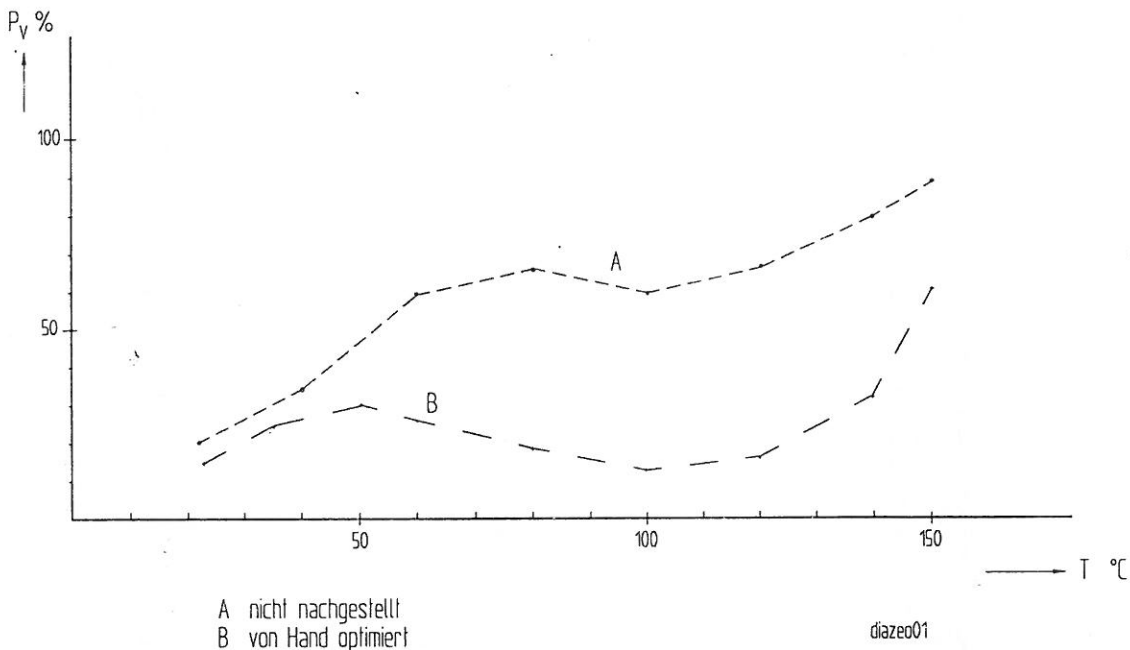


Bild 4

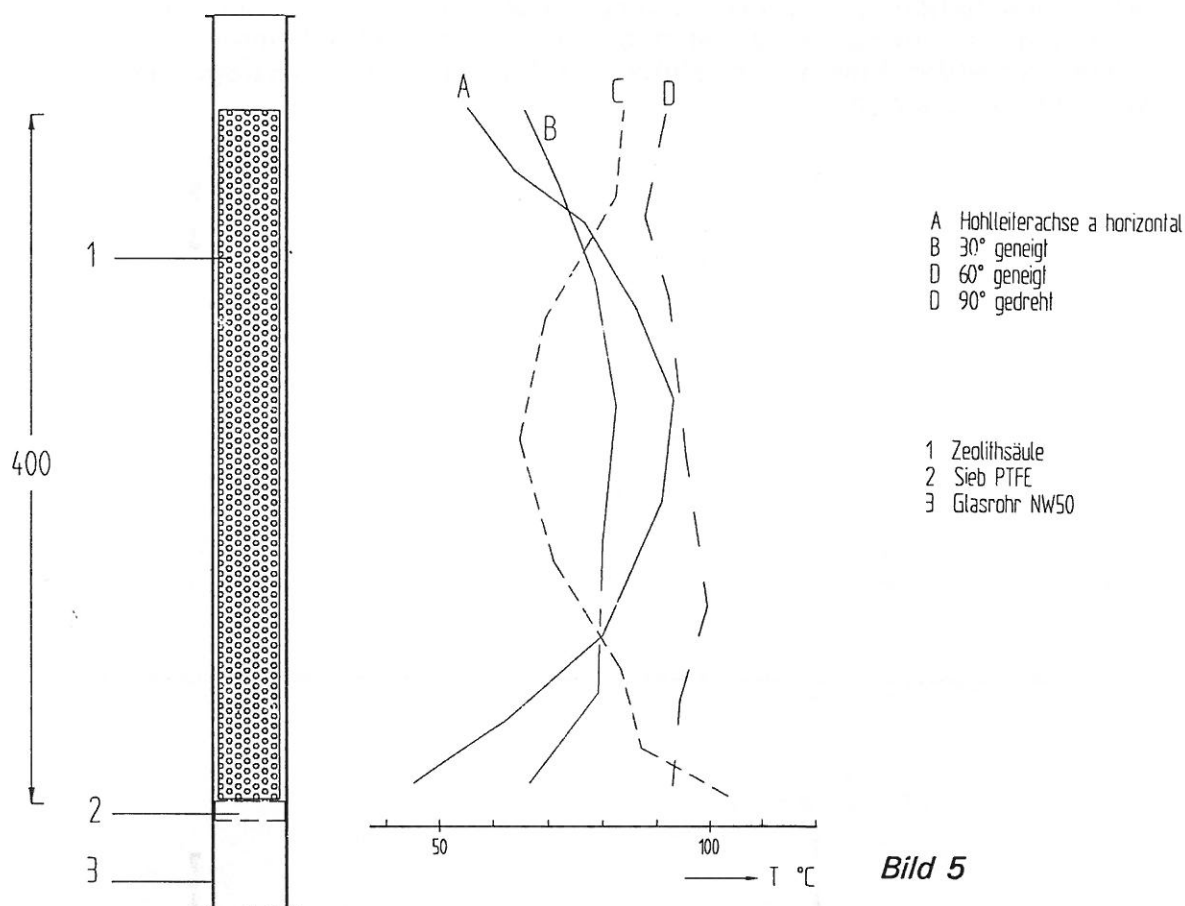
Der zeitliche Verlauf und die Höhe der rücklaufenden MW-Leistung wird von verschiedenen Faktoren beeinflusst, wobei Schüttdichte, Granulatbeschaffenheit und Wasseraufnahme den größten Einfluß besitzen. Deshalb ändert sich das Verhalten auch mit der Schüttung des Granulates.

4.3. Temperaturverteilung

Die Temperaturverteilung innerhalb der Säule (11) wurde zunächst mit einer faseroptischen Meßeinrichtung gemessen. Die Sonde wurde in die Schüttung des Granulates eingebettet und nach Unterbrechung des Leistungsbetriebes durch die Säule gezogen. Diese Meßeinrichtung brachte jedoch nicht den erwarteten Erfolg. Wegen der unzureichenden Festigkeit der Sensorspitze konnte der Meßvorgang pro Erhitzung nur einmal erfolgen und nicht wiederholt werden. Das Zeolith-Granulat erwies sich als sehr sperrig und spröde. Auch bei den anschließenden Messungen mit Thermoelementen bestanden trotz der Verwendung größerer Querschnitte erhebliche Schwierigkeiten, die nur durch "Vorbohren" mit einem dickeren Rohr beherrscht werden konnten. Hierbei wurde die Schüttung stark aufgelockert und der Wärmekontakt zur Sensorspitze verschlechtert. Darüber hinaus erfordert diese Messung eine längere Unterbrechung der Leistungszufuhr, so daß die wahre

Temperatur und ihre Verteilung im Granulat nicht genau erfaßt werden konnte.

Der Gleichmäßigkeit der Temperaturverteilung längs der Säule ließ sich nur mit dem IR-Meßgerät an der Glaswandung erfassen (siehe Bild 5).



4.4. MW-Abschirmung

Durch Kondensation von Wasserdampf an der Innenwandung des Glasrohres am Ausgang wurde die Sperrwirkung der eingebauten Reaktanzfilter verschlechtert, so daß ein zusätzlicher DämpfungsfILTER notwendig wurde, um die Streustrahlung am Ein- und Ausgang unter den zulässigen Werten zu halten. In diesem verlängerten Bereich ist der Einbau einer zusätzlichen elektrischen Heizung vorgesehen, um die Rückkondensation in diesen Bereichen zu unterbinden.

5. Zusammenfassung

Die MW-Desorptions-Versuchsanlage erfüllte in allen Funktionsbereichen die gestellten Anforderungen und leistete einen störungsfreien Versuchsbetrieb. Mit ihr konnte die Eignung des Verfahrens zyklischer Betriebsweise, die bei diesen Prozessen bisher nicht durchführbar sind, nachgewiesen werden.

6. Literatur

6. Literatur

- (1) M.Benchanaa; M.Lallemant et alias
"On some thermodynamic and Kinetic Aspects of Desorption from Zeolite under Microwave Irradiation"
Thermochemica Acta 152 (1989) 34-51, Elsevier Science Publ. B.V. Amsterdam
- (2) Thiebault J-M., et alias
"Dehydration and Dielectric Permittivity Measurements of Porous, Inorganic Material (13XZeolite) Heated with Microwave Power"
IEEE Transaction on Instrumentation and Measurement
Vol 37, No. 1, March 1988
- (3) Meier R.
"Neues Adsorptions- und Recycling-Verfahren für chlorierte Kohlenwasserstoffe"
Oberfläche-surface Nr. 3, 1988
- (4) Kotsch H.
"Verfahren zur Desorption eines mit Schadstoff beladenen Adsorptionsmittels und Anlage zur Durchführung des Verfahrens"
Offenlegungsschrift DE 35 11 766 A1, 30.3.1985
- (5) Meier R.
"Regenerierungseinrichtung"
Internat. Offenlegung WO86/05704, 9.10.86
- (6) Fanslow G. et alias
"Microwave assisted desorption of alcohol from molecular sieve"
Proc. of IMPI Symp., Toronto 1981
- (7) Roussy G., Chenot P.
"Dehydration par micro-ondes des zeolites Exemple d'apport d'énergie sélectif et non équivalent à un chauffage classique"
Rev. Gen. Electr. 11(1981), 816-822
- (8) Roussy G.
"Dehydration micro-onde des zeolites comme exemple d'énergie sélectif et non équivalent à un chauffage classique"
Les micro-ondes, Cycle de information permanente CNRS/NSCP 1980, 20p
- (9) Roussy G., Chenot P.
"Selective energy supply to adsorbed water and nonclassical thermal process during microwave dehydration of zeolite"
Proc. IMPI Symp., Toronto 1981, p.24-26
- (10) Püschner, H.A. Püschner H.A.
„ Heating by Microwaves“ Wärme durch Mikrowellen“
Springer N.Y., 1965 Philips-Verlag Centrex, Eindhoven, 1964
- (11) Trinh Vu-Duc, Cong-Khanh Huynh
„Graphitized Carbon Black in Quartz Tubes for the Sampling of Indoor Air Nicotine and Analysis by Microwave Thermal Desorption-Capillary Gas Chromatography“
Journal of Chrom. Science, Vol. 29, May 1991

(12) Ipaktschi J., Brück M.
„Mikrowellen-induzierte Reaktionen organischer Substrate im
Hohlraum von Zeolithen“
Chem. Ber. 123, S.1591-1593

Schwanewede, den 30.1.1996

Deutsche Bundesstiftung Umwelt
(Forschungsvorhaben: 00557)

Abschlußbericht zum Forschungsvorhaben:

**Entwicklung eines Verfahrens zur adsorptiven
Abwasserreinigung mit gleichzeitiger Rückgewinnung der
organischen Komponenten durch Desorption mit Hilfe von
Mikrowellenenergie**

von

Dipl.-Ing. Anja Hamer
Dipl.-Ing. Milton Salas

Institut für Verfahrenstechnik
Fachgebiet Aufbereitung von Roh- und Reststoffen
Technische Universität Berlin

Projektleiter: Dr.-Ing. N. Jentsch

Inhaltsverzeichnis

	Seite
1. Einleitung und Ziel	1
2. Stand der Kenntnis	3
2.1 Eigenschaften von Zeolithen	3
2.2 Anwendungsfälle	6
3. Aufgabenstellung	8
4. Experimentelle Untersuchungen	10
4.1 Eingesetzte Zeolithe und Lösungsmittel	10
4.2 Versuchsaufbau und Meßtechnik	12
4.3 Versuchsdurchführung	15
4.3.1 Adsorption	15
4.3.2 Desorption	15
4.4 Versuchsergebnisse	17
4.4.1 Adsorption	17
4.4.1.1 Adsorptionseigenschaften der Zeolithe	18
4.4.1.2 Einfluß des Volumenstroms auf die Ethanoladsorption	21
4.4.1.3 Einfluß der Ethanolaustrittskonzentration auf die Adsorption	22
4.4.1.4 Einfluß der Lösungsmittelart auf die Adsorption	23
4.4.1.5 Adsorption von Prozeßwässern	25
4.4.2 Desorption	26
4.4.2.1 Desorption mit indirekter thermischer Energiezufuhr	26
4.4.2.2 Desorption mit Mikrowellenenergiezufuhr	32
5. Folgerungen und Ausblick	46
6. Zusammenfassung	49
7. Literaturverzeichnis	51
Anhang	

1. Einleitung und Ziel

In vielen Industriezweigen der Bundesrepublik Deutschland werden organische Lösungsmittel als Hilfsstoffe bei der Herstellung oder Reinigung von Materialien und Wertstoffen benötigt. So z.B. in der chemischen oder pharmazeutischen Industrie, bei der Produktion von Farben und Lacken, Folien, Kunststoffen sowie bei der chemischen Reinigung von Textilien, Entfettung von Metallen usw.

Der jährliche Verbrauch beträgt ca. 2 Millionen Tonnen. Aus wirtschaftlichen und umwelttechnischen Gründen wird angestrebt, durch den verstärkten Einsatz von Rückgewinnungsmethoden den Verbrauch zu reduzieren. Neben der Rückgewinnung aus der Abluft spielt die Rückgewinnung von Lösungsmitteln aus der wässrigen Phase, z.B. aus Abwässern der chemischen und pharmazeutischen Industrie, eine herausragende Rolle. Noch immer ist hierfür die Destillation das günstigste Verfahren. Bei Unterschreitung bestimmter Lösungsmittelkonzentrationen ist die Destillation jedoch nicht mehr ökonomisch. Effektive Verfahren zur Reinigung mit organischen Komponenten gering belasteter Prozeß- und Abwässer und gleichzeitiger Rückgewinnung dieser Bestandteile in hoher Konzentration gibt es bisher nicht.

Eine selektive Rückgewinnung von Lösungsmitteln ist durch Adsorption an dealuminierten hydrophoben Zeolithen und nachgeschalteter Desorption möglich. Am Fachgebiet für Technische Chemie der Universität Leipzig sind mit einem geeigneten Zeolithen bereits Versuche zur selektiven Trennung von Ethanol-Wasser-Gemischen im Laboratoriumsmaßstab durchgeführt worden. Bei diesem Zeolithen handelt es sich um Material vom Typ Na-ZSM5. Es ist gelungen, Ethanol aus einer wässrigen Lösung durch die Adsorption an ungebundenem Zeolithmaterial auf bis zu 90 Vol% aufzukonzentrieren /1/.

Ziel des Forschungsvorhabens ist die verfahrenstechnische Entwicklung und die Demonstration einer zyklischen Betriebsweise für einen derartigen Prozeß. Zu diesem Zweck soll eine Anlage zur Lösungsmittelrückgewinnung aus Prozeß- und Abwässern mittels Zeolithen konzipiert und entwickelt werden. Im einzelnen sollen Ad- und Desorptionsversuche mit unterschiedlichen Zeolithen und Lösungsmittel-Wasser-Gemischen bei verschiedenen Betriebsbedingungen durchgeführt werden.

Die Desorption der in hoher Konzentration an der Zeolithoberfläche gebundenen organischen Komponenten soll durch indirekte thermischer Energiezufuhr und durch Mikrowellenenergie erfolgen. Bezogen auf die Desorption mit Mikrowellenenergie ist eine speziell auf diesen Prozeß abgestimmte Mikrowellenapparatur zu entwickeln.

2. Stand der Kenntnis

2.1 Eigenschaften von Zeolithen

Zeolithe sind natürlich vorkommende oder synthetisch gewonnene kristalline Aluminosilikate mit streng regelmäßiger Porenstruktur. Sie sind gekennzeichnet durch /2/:

- ein dreidimensionales Aluminosilikat-Kristallgitter, bestehend aus SiO_4 - und AlO_4 -Tetraedern,
- ein System aus Hohlräumen innerhalb des Kristallgitters, die miteinander durch Kanäle definierten und absolut gleichen Porendurchmessers verbunden sind,
- frei bewegliche und in Lösung austauschbare Kationen, die die negative Ladung des Anionengitters kompensieren

Die Kristallstruktur der wichtigsten Typen ist im Bild 1 dargestellt.

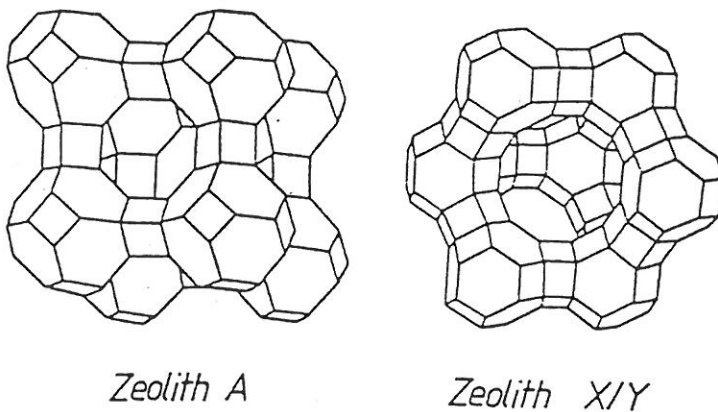


Bild 1: Strukturen der wichtigsten Zeolithtypen

Die wichtigste Kenngröße von Zeolithen ist der Durchmesser der Poren, die die Hohlräume innerhalb des Kristallgitters miteinander verbinden. Aufgrund ihrer Hohlraumstruktur besitzen Zeolithe eine sehr große innere Oberfläche, die bis zu einigen Hundert m^2/g betragen kann. Diese innere Oberfläche ist jedoch nur für Molekülararten zugänglich, die klein genug sind, um durch die Poren in die inneren Hohlräume zu gelangen. Wegen der genau definierten Porendurchmesser können

Zeolithe als Molekularsiebe zur selektiven Trennung von Stoffen mit unterschiedlichen Molekülgrößen eingesetzt werden. Im Bild 2 ist die Siebwirkung verschiedener Zeolithtypen angegeben.

Porenweite	Adsorbat	Zeolith-Typ
9 Å	Tri-n-propylamin Tri-n-butylamin symm. Tri-(perfluorethyl)-benzol	Na-Zeolith X
5 Å	Isoparaffine und -derivate Cycloparaffine und -derivate Aromaten bis symm. Triethylbenzol C ₂ -Frigene CHX ₃ , CX ₄ (X = Halogen) (C ₂ H ₅) ₃ N n-Butylamin	Ca-Zeolith A
4 Å	CH ₂ Cl ₂ C ₂ H ₅ NH ₂ C ₃₊ -n-Paraffine CHF ₂ Cl C ₂ H ₅ Cl C ₃₊ -n-Alkohole CHF ₃ (CH ₃) ₂ NH C ₄₊ -n-Olefine	Na-Zeolith A
3 Å	N ₂ H ₂ S CH ₃ OH O ₂ SO ₂ C ₂ H ₅ OH NO ₂ CH ₃ Cl CO ₂ CH ₃ NH ₂ C ₁₋₃ -KW	K-Zeolith A
	H ₂ O CO NH ₃	

Die oberhalb des jeweiligen Zeolith-Typs aufgeführten Moleküle werden nicht adsorbiert; die unterhalb des Typs aufgeführten Moleküle werden adsorbiert.

Bild 2: Siebwirkung verschiedener Zeolithtypen (aus /3/)

Für die selektive Trennung stellt der Porendurchmesser somit eine wichtige Kenngröße dar.

Eine weitere wichtige Kenngröße ist das Verhältnis von Si und Al im Gitter, das meist als „SiO₂/Al₂O₃-Modul“ angegeben wird. Der Aluminiumgehalt im Kristallgitter steuert die Polarität der Oberfläche des Zeolithen und ist hauptsächlich für das Adsorptionsverhalten verantwortlich. Mit abnehmendem Aluminiumanteil werden

die adsorptiven Eigenschaften zunehmend hydrophob. Diese hydrophoben Zeolithe können als selektive Adsorbentien zur Abtrennung von organischen Verbindungen aus wässrigen Lösungen eingesetzt werden.

Die von Einicke et al. /4/ an der Universität Leipzig durchgeführten Untersuchungen zur adsorptiven Ethanol-Wasser-Trennung ergaben, daß für eine selektive Trennung ZSM5-Zeolithe mit einem hohen Si/Al-Verhältnis eingesetzt werden müssen. Diese Zeolithe weisen einen Porendurchmesser von 0,55 nm auf.

Andere Zeolithtypen mit größeren Porendurchmessern haben sich für die Ethanolanreicherung durch Adsorption in diesen Untersuchungen als ungeeignet herausgestellt. Denn je größer das zusammenhängende freie Porenvolumen der Adsorbentien wird, desto niedriger ist die Anreicherung des Ethanols in der adsorbierten Phase. Aufgrund der großen Hohlräume und Zwischenschichten dieser Zeolithe werden Wasserclathrate in den Poren aufgebaut, die mit der Adsorption von Ethanol konkurrieren. In den Poren von ZSM5-Zeolithen ist der Aufbau dieser Wasserclathrate aufgrund des geringen Porendurchmessers nicht möglich. Daher sind ZSM5-Zeolithe für eine Lösungsmittelrückgewinnung aus wässrigen Lösungen gut geeignet.

Zur Verformung der bei der Synthese in Pulverform anfallenden hydrophoben Zeolithe werden bisher anorganische Bindemittel, wie Aluminiumoxid, Siliziumdioxid, Schichtsilikate und Tone angewendet. Infolge der hydrophilen Eigenschaften dieser Bindemittel wird die bevorzugte Adsorption von organischen Verbindungen eingeschränkt. Erfahrungen zeigen, daß ca. 25 bis 30 Massen-% an Bindemitteln benötigt werden, um die notwendige Festigkeit in wässrigen Lösungen zu erlangen.

An der Universität Leipzig ist erstmals Na-ZSM5-Pulver mit dem organischen Bindemittel Celluloseacetat verformt worden. Die erzeugten Pellets sollen den technisch geforderten Parametern hinsichtlich Abrieb und Druckfestigkeit genügen. Durch das organische Bindemittel sollen die hydrophoben Eigenschaften des Zeolithen erhalten bleiben, außerdem konnte der Bindemittelanteil auf 7 bis 8 Massen-% reduziert werden.

2.2 Anwendungsfälle

Verfahren, die zur Reinigung lösungsmittelhaltiger Produkt- und Abwässer eingesetzt werden, sind unter anderem die Destillation, die Extraktion, Strippverfahren und verschiedene Membrantrennverfahren.

Eine Literaturrecherche ergab, daß die Eignung von adsorptiven Verfahren zur Reinigung lösungsmittelhaltiger Abwässer auf der Basis von Zeolithen erst am Anfang systematischer Untersuchungen steht.

Der Einsatz von Zeolithen zur adsorptiven Abwasserreinigung und Lösungsmittelrückgewinnung scheiterte bisher daran, daß handelsübliche Zeolithe bevorzugt Wasser adsorbieren. Durch spezielle Synthesen oder Dealuminierungsverfahren können erst seit kurzem Zeolithe hergestellt werden, die extrem hydrophob, hinreichend temperaturbeständig und säurestabil sind. Diese Zeolithe sind daher geeignet, selektiv organische Lösungsmittel zu adsorbieren. Die geringe Wasseraufnahme bildet die Grundvoraussetzung für die Rückgewinnung eines mit Lösungsmitteln hochangereicherten Kondensats. Mit geeigneten Bindemitteln lassen sich Zeolithe zu Pellets verformen oder zur Beschichtung von Wabenkörper-Rotoren einsetzen /5/.

Der Vorteil dieser Adsorbentien gegenüber Aktivkohle besteht zum einen in der Unbrennbarkeit des Materials, so daß eine Selbstentzündung des mit Lösungsmitteln beladenen Materials nicht eintreten kann. Aktivkohle dagegen bildet Stäube, die bei der Desorption der Lösungsmittel zu unkontrollierten Explosionen neigen. Zusätzlich ist Aktivkohle chemisch kaum belastbar und ihre Selektionsfähigkeit ist bedingt durch die gewollte stark variierende Porendurchmesserverteilung sehr gering /6/.

Im Bereich der Lösungsmittelrückgewinnung werden Zeolithe bis jetzt fast ausschließlich zur Entfernung von adsorbierbaren Bestandteilen aus Gas- und Abluftströmen eingesetzt.

Technische Adsorptionsanlagen arbeiten überwiegend mit körnigen Adsorbentien im klassischen Festbettverfahren. Die Regeneration der beladenen Adsorber erfolgt durch Wasserdampf bzw. durch Heißgasdesorption. Eine technische Adsorptionsanlage besteht meistens aus zwei oder mehr Betten, von denen sich mindestens eines

in der Adsorptions- und ein weiteres in der Desorptionsphase befindet. Die mit Heißgasdesorption erreichbaren Aufkonzentrierungsfaktoren liegen üblicherweise bei 10 bis 20 /7/.

Ein weiteres Verfahren auf dem Gebiet der Abluftreinigung mittels Zeolithen stellen rotierende Adsorbersysteme dar. Diese mit Zeolithpulver beschichteten Wabenkörperrotoren werden je nach Bauform radial oder axial durchströmt. Ein bestimmter Bereich des Rotors ist ausgespart und wird ständig im Gegenstrom mit Heißgas beaufschlagt. Durch Drehen des Rotors gelangt jeder Teil des Rotors in die Desorptionszone und wird somit regeneriert /7/.

Die Desorption von Lösungsmitteln mittels Mikrowellenenergie ist bisher kaum bekannt. Es gibt jedoch erste Untersuchungen zur Mikrowellendesorption von Ethanol aus Silicalithschüttungen /8/. Eine Laboranlage zur Adsorption von Lösungsmitteln aus der Gasphase an Zeolithen mit anschließender Desorption mit Hilfe von Mikrowellenenergie wird zur Zeit an der Universität Dortmund am Lehrstuhl für Anlagentechnik in Betrieb genommen /9/.

3. Aufgabenstellung

Entsprechend der Zielsetzung ist eine Anlage zur adsorptiven Reinigung lösungsmittelhaltiger Abwässer mittels Zeolithen zu entwickeln und aufzubauen. Mit dieser Anlage sollen Versuche im zyklischen Betrieb durchgeführt werden können. Die Desorption der am Zeolithmaterial gebundenen organischen Komponenten soll einerseits mittels indirekter thermischer Energiezufuhr unter Zugabe eines Schleppgases und andererseits mit Mikrowellenenergie ohne Gaszugabe erfolgen.

Bei der Adsorption sollen die Einflußgrößen

- Zeolithtyp
- Lösungsmittelart und -konzentration
- Verweildauer

auf den

- erreichbaren Reinigungsgrad
- und die spez. Aufnahmekapazität des Zeolithmaterials für das Lösungsmittel

untersucht werden.

Für die Untersuchungen zur Desorption mit Mikrowellenenergie ist es erforderlich, einen auf diesen Prozeß abgestimmten Mikrowellengenerator und -übertrager zu bauen. Die gestellten Anforderungen beziehen sich auf die realisierbare Eindringtiefe der Mikrowellenstrahlung. Verfahrenstechnisch sollen die Einflußgrößen

- Lösungsmittelart und -konzentration
- Desorptionstemperatur bei indirekter thermischer Energiezufuhr
- Ausgangsleistung der Mikrowellenenergie

auf den

- Anreicherungsgrad des Lösungsmittels im Kondensat
- Rückgewinnungsgrad
- spezifischen Energiebedarf für die Desorption
- und die Desorptionsdauer

betrachtet werden.

Aufbauend auf den Ergebnissen soll die Eignung des Verfahrens an technischen Prozeßabwässern erprobt werden.

4. Experimentelle Untersuchungen

4.1 Eingesetzte Zeolithe und Lösungsmittel

Die für die selektive Trennung von Lösungsmittel-Wasser-Gemischen entscheidenden Kenngrößen von Zeolithen sind der Porendurchmesser und die Hydrophobie des Materials, ausgedrückt durch das Si/Al-Verhältnis. Entsprechend sind Zeolithe mit Porendurchmessern $< 0,75$ nm und Si/Al-Verhältnissen > 40 ausgewählt worden.

Insgesamt standen für die Untersuchungen vier unterschiedliche Zeolithmaterialien zur Verfügung:

	Zeolith A	Zeolith B	Zeolith C	Zeolith D
Typ	Na-ZSM5	H-ZSM5	Na-ZSM5	Y
Si/Al-Verhältnis	40	45	> 1000	n.b. (fast vollständig dealuminiert)
Porendurchmesser	0,55 nm	0,55 nm	0,55 nm	0,74 nm
Bindemittelanteil	15 Mass.-% (org. gebunden)	20-30 Mass.-% (anorg. gebunden)	20-30 Mass.-% (anorg. gebunden)	20-30 Mass.-% (anorg. gebunden)
Temperaturstabil bis	ca. 400 °C	ca. 1.000 °C	ca. 1000 °C	ca. 1000 °C
Form	Vollzylinder	Vollzylinder	Vollzylinder	Vollzylinder
Durchmesser der Pellets	ca. 2,3 mm	ca. 1,6 mm	ca. 2 mm	ca. 2 mm
Schüttdichte	ca. 500 kg/m ³	ca. 400-600 kg/m ³	ca. 400-600 kg/m ³	ca. 400-600 kg/m ³

Bild 3: Untersuchte Zeolithe

Die organischen Lösungsmittel sind hauptsächlich im Hinblick auf die Mikrowellendesorption ausgewählt worden. Sie unterscheiden sich in ihren Siedepunkten und der Polarität. Alle Lösungsmittel sind, bis auf Butanol, mit Wasser gut mischbar.

Im einzelnen sind folgende Lösungsmittel eingesetzt worden:

Lösungsmittel	Molgewicht (g/mol)	Siedepunkt (°C)	Dichte (g/cm ³)	Dipol- moment D
Methanol	32,04	64,7	0,791	1,7
Ethanol	46,07	78,32	0,789	1,7
n-Propanol	60,09	97,2	0,804	1,7
n-Butanol	74,12	117,7	0,811	1,8
Dioxan	88,1	101,1	1,034	0,4

Bild 4: Untersuchte Lösungsmittel

4.2 Versuchsaufbau und Meßtechnik

Um die Desorption mittels indirekter thermischer Energiezufuhr mit der Mikrowellendesorption vergleichen zu können, war ursprünglich geplant, beide Desorptionsverfahren in einer Anlage zu untersuchen. Als Reaktor war ein Glasrohr mit einer Länge von 700 mm und einem Durchmesser von 50 mm vorgesehen. Nach den ersten Versuchen zur Desorption mit indirekter thermischer Energiezufuhr ist dieses Glasrohr aufgrund der ungünstigen Wärmeleiteigenschaften durch ein Messingrohr mit den gleichen Abmessungen ersetzt und eine zweite Versuchsanlage für die Desorption mit Mikrowellenenergie aufgebaut worden. Die Anlagen sind schematisch in den Bildern 5 und 6 und als photographische Aufnahmen in den Bildern 52 und 53 im Anhang dargestellt.

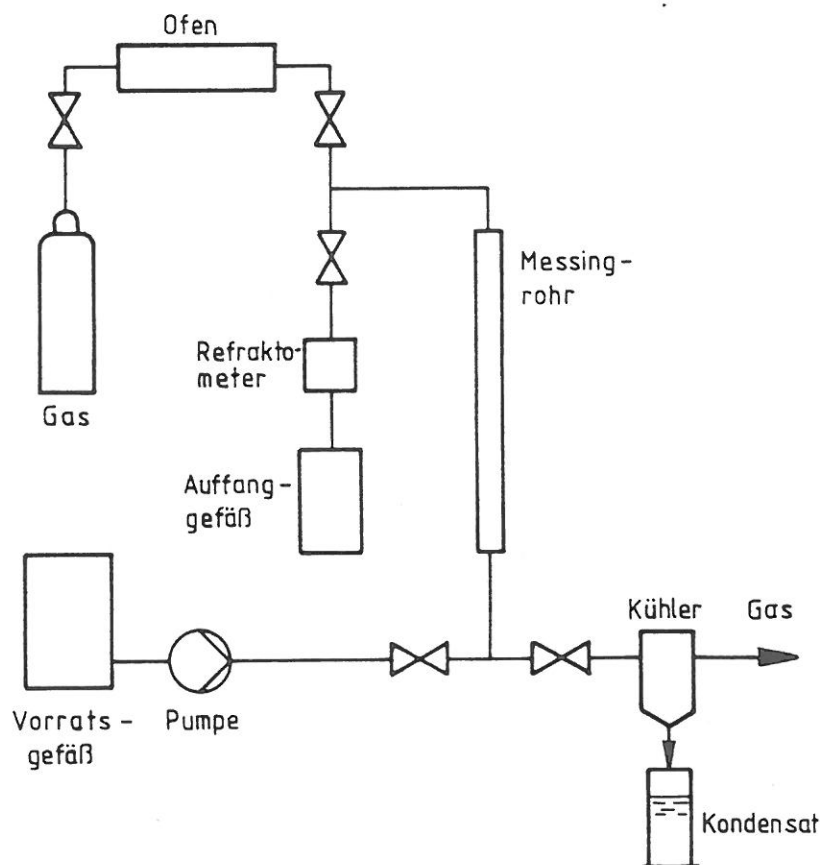


Bild 5: Fließschema der Anlage zur Desorption mit indirekter thermischer Energiezufuhr (Anlage 1)

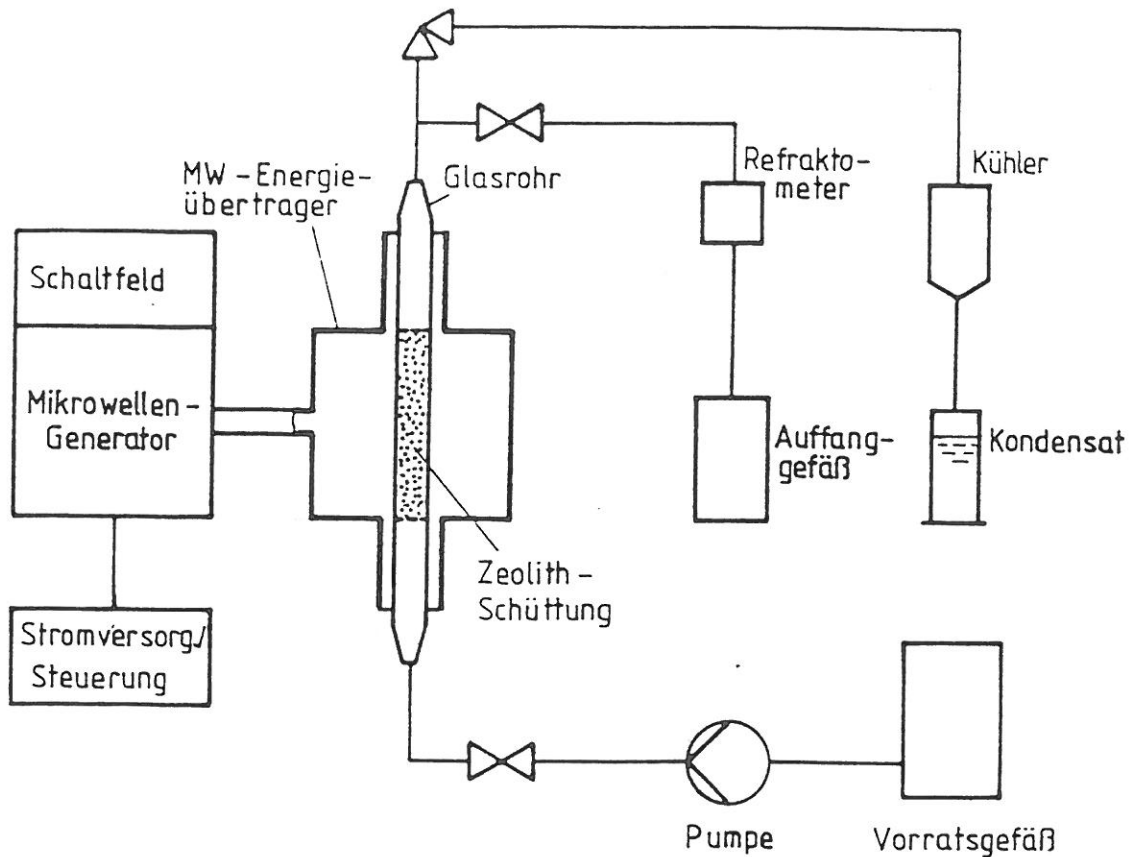


Bild 6: Fließschema der Anlage zur Desorption mit Mikrowellenenergiezufuhr (Anlage 2)

In der Anlage zur Desorption mit indirekter thermischer Energiezufuhr ist als Reaktor ein Messingrohr mit einer Länge von 700 mm und einem Durchmesser von 50 mm eingesetzt worden. Der Reaktor kann über die gesamte Länge mit dem Zeolithmaterial befüllt werden. Das Zeolithmaterial ist durch ein feinmaschiges Drahtgewebe aus Edelstahl im Reaktor fixiert worden.

Das Lösungsmittel-Wasser-Gemisch kann mit einer stufenlos regelbaren Schlauchpumpe aus einem Vorratsgefäß aus Glas durch das Rohr mit dem Adsorptionsmittel gefördert werden. Die Schlauchpumpe ist regelbar im Bereich zwischen 1 ml/min und 550 ml/min.

Zur Messung der Lösungsmittelkonzentration wird ein Differential-Refraktometer verwendet. Dieses Gerät mißt Brechzahldifferenzen zwischen dem reinem Lösungsmittel und dessen Lösungen, in diesem Falle also die Brechzahldifferenzen zwischen Wasser und dem Lösungsmittel-Wasser-Gemisch. Für die Messung mit dem Refraktometer müssen die zu analysierenden Proben vollkommen klar sein, da eine Färbung oder eine Trübung der Flüssigkeit den Brechungsindex ebenfalls verändern würde.

Als Schlep gas für die Desorption des Lösungsmittels wird technischer Stickstoff eingesetzt. Die erforderliche Erwärmung des Gases erfolgt mit einem Röhrenofen, der auf maximal 1100°C aufgeheizt werden kann. Der Gasvolumenstrom kann mit einem Schwebekörperdurchflußmesser eingestellt und gemessen werden. Um Wärmeverluste nach außen über die Rohrwand zu vermeiden, ist der Reaktor mit einem Heizband umwickelt und beheizt worden. Die Leistung des Heizbandes beträgt 330 W. Die Temperatur des Heizbandes wird mit einem Thermoelement gemessen und über einen Regler eingestellt. Reaktor und Heizband sind zusätzlich wärmeisoliert worden.

Das dampfförmige Desorbat wird indirekt in einem mit Eiswasser gekühlten Spiralwärmetauscher kondensiert und aufgefangen.

Die Temperaturmessung in der Zeolithschüttung erfolgt mittels eines Thermoelementes. Das Element befindet sich in einem Stahlmantel, der in der Mitte der Schüttung fixiert ist. Die Temperatur kann in beliebiger Höhe der Schüttung gemessen werden.

Für die Versuche zur Desorption mit Mikrowellenenergie ist eine speziell auf diesen Prozeß abgestimmte Mikrowellenapparatur entwickelt worden. Die Apparatur besteht aus dem Mikrowellengenerator und dem Mikrowellenenergieübertrager, in dem sich als Reaktor ein Glasrohr mit den o.g. Abmessungen befindet. Die Schütthöhe wird vorgegeben durch die Höhe des Mikrowellenenergieübertragers. Daher steht nur eine maximale Schütthöhe von 400 mm zur Verfügung. Das Zeolithmaterial wird durch gelochte Teflonscheiben in der Säule fixiert.

Die Leistung des Mikrowellengenerators beträgt max. 1,2 kW und kann stufenlos zwischen 0 und 90% Ausgangsleistung variiert werden.

Das dampfförmige Desorbat wird in einem mit Leitungswasser indirekt gekühlten Spiralwärmetauscher aus Glas kondensiert. Die Temperaturmessung des dampfförmigen Desorbats am Übergang zur Kühlstrecke erfolgt mit einem Thermoelement. Die Temperatur in der Zeolithschüttung wird mit Hilfe eines speziellen Temperaturfühlers ermittelt.

4.3 Versuchsdurchführung

4.3.1 Adsorption

Alle Adsorptionsversuche sind unter gleichen Bedingungen bei Raumtemperatur durchgeführt worden.

Die Zeolithschüttung ist von unten nach oben mit dem Lösungsmittel-Wasser-Gemisch durchströmt worden. Die Lösungsmittelkonzentration im Abstrom wurde kontinuierlich mit dem Refraktometer am Säulenaustritt gemessen und mit einem Schreiber registriert. Die Versuche sind beendet worden, wenn die Konzentration am Reaktorausgang mindestens 90% der eingesetzten Lösungsmittelkonzentration entsprochen hat.

Es sind Versuche mit den genannten Lösungsmitteln Methanol, Ethanol, Propanol, Butanol und Dioxan durchgeführt worden. Es sind Ausgangskonzentrationen von 5 Vol% und 1 Vol% eingestellt worden. Der Volumenstrom ist zwischen 5 ml/min und 50 ml/min variiert worden.

4.3.2 Desorption

Die Versuche zur Desorption mittels indirekter thermischer Energiezufuhr sind mit technischem Stickstoff als Schleppegas durchgeführt worden. Voruntersuchungen

haben ergeben, daß die ursprünglich angedachte Erwärmung der Zeolithschüttung durch einen auf Desorptionstemperatur erhitzten Inertgasstrom aufgrund der geringen Wärmeleitfähigkeit des Zeolithen von ca. $0,13 \text{ W}/(\text{m K})$ /10/ zu für den zyklischen Betrieb nicht geeigneten Desorptionsdauern geführt hat. Aus diesem Grunde ist die Zeolithschüttung mit einem Heizband auf die entsprechende Desorptionstemperatur erwärmt worden. Nach Erreichen dieser Temperatur ist mit dem Desorptionsversuch begonnen worden. Der Gasvolumenstrom betrug konstant 188 l/h . Das Kondensat ist in Teilproben aufgefangen und die Lösungsmittelkonzentration mit dem Refraktometer bestimmt worden.

In den Versuchen ist die Ausgangskonzentration des Lösungsmittels und die Desorptionstemperatur variiert worden. Dazu ist die Temperatur des Heizbandes zwischen 80°C und 170°C eingestellt worden. Während der Versuche ist die Temperatur in der Zeolithschüttung gemessen worden.

Entgegen der konventionellen Gegenstromdesorption ist in einigen Versuchen aus Vergleichsgründen eine Gleichstromdesorption durchgeführt worden.

Bei der Desorption mit Mikrowellenenergie erfolgte der Abzug des Desorbates oberhalb der Säule. Schleppegas ist nicht eingesetzt worden, da in der Arbeit von Burkholder et al. /8/ aus Untersuchungen zur Mikrowellendesorption von Ethanol aus Silicalithschüttungen hervorgeht, daß optimale Bedingungen zur Desorption ohne den Einsatz von Schleppegas gegeben sind.

Die Desorption ist mit Ausgangsleistungen von 90% und 50% durchgeführt worden. Das Kondensat ist in Teilproben zu je ca. 20 ml aufgefangen worden. Die Lösungsmittelkonzentration der einzelnen Proben ist mit dem Refraktometer bestimmt worden. Während der Versuche ist die Temperatur des dampfförmigen Desorbats am Übergang zur Kondensatorstrecke und die Temperatur in der Zeolithschüttung gemessen worden.

Alle Desorptionsversuche sind beendet worden, wenn nahezu keine Kondensatzunahme mehr erfolgte.

Um einen zyklischen Betrieb zu simulieren, sind die Desorptionsversuche unmittelbar nach den Adsorptionsversuchen durchgeführt worden.

4.4 Versuchsergebnisse

4.4.1 Adsorption

Um die in den Adsorptionsversuchen durch Massenbilanzen ermittelten Beladungskapazitäten der eingesetzten Zeolithe bewerten zu können, ist für das System Ethanol-Wasser die maximale Aufnahmekapazität im Gleichgewichtszustand experimentell für diese Zeolithe ermittelt worden.

Für die Untersuchungen sind je zwei Proben des gebundenen, in Zylinderform vorliegenden Zeolithmaterials für vier Stunden bei 400°C aktiviert worden. Anschließend ist je eine Probe desselben Materials für 48 Stunden in ein geschlossenes Gefäß mit wasserdampfgesättigter Luft und in ein Gefäß mit ethanolgesättigter Luft gegeben worden. Die maximale Aufnahmekapazität ist durch Messen der Gewichtsänderung vor und nach der Sättigung des Zeolithen mit Wasser bzw. Ethanol ermittelt worden. Im Bild 7 und in Tabelle 1 sind die Ergebnisse dargestellt.

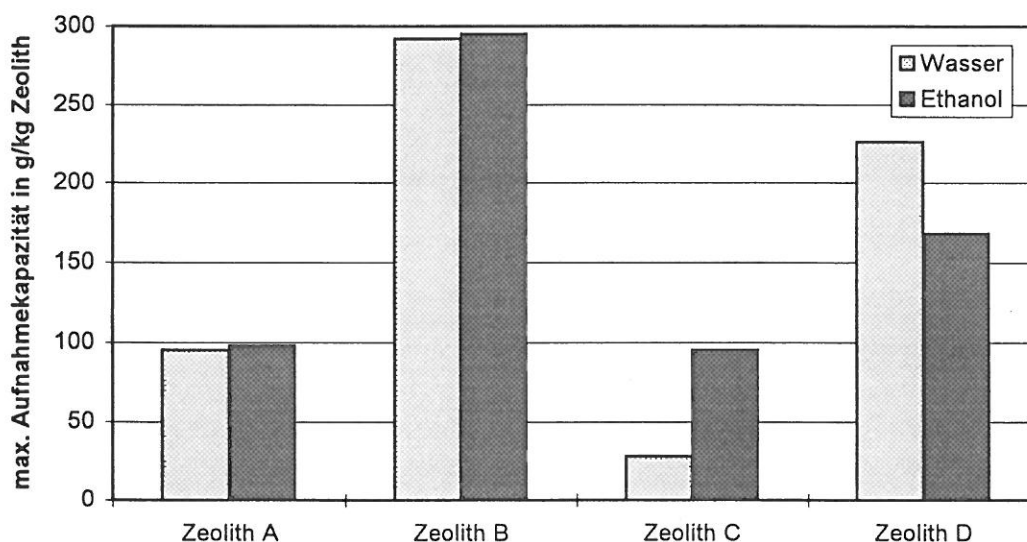


Bild 7: Maximale Aufnahmekapazitäten für Ethanol und für Wasser

Die adsorbierte Flüssigkeitsmenge hängt von der spez. Oberfläche des Zeolithen ab. Die Selektivität wird durch das Si/Al-Verhältnis und den Porendurchmesser bestimmt.

Eine selektive Trennung ist nur mit Zeolith C möglich, einem anorganisch gebundenen Na-ZSM5-Typ mit einem Si/Al-Verhältnis von über 1000 und damit einer extrem hydrophoben Oberfläche. Hier liegt die maximale Aufnahmekapazität für Ethanol bei ca. 95 g/kg Zeolith und die Wasseraufnahmekapazität bei ca. 28 g/kg Zeolith.

Zeolith D, der aufgrund seiner hydrophoben Eigenschaften bereits technisch zur Adsorption von Lösungsmitteln aus der Abluft eingesetzt wird, besitzt trotz seiner ausgeprägten hydrophoben Eigenschaften eine höhere Aufnahmekapazität für Wasser als für Ethanol. Dies kann auf die Bildung von Wasserclathraten in den gegenüber den anderen Zeolithen größeren Poren zurückgeführt werden.

Zeolith A und B sind durch eine nahezu gleiche Aufnahmekapazität für Ethanol und Wasser gekennzeichnet. Aufgrund der Porengröße ist hier keine Bildung von Wasserclathraten möglich. Da die hydrophoben Eigenschaften gegenüber Zeolith C und D geringer ausgeprägt sind, ist grundsätzlich eine geringere Selektivität zu erwarten.

4.4.1.1 Adsorptionseigenschaften der Zeolithe

Die Versuche zur Ermittlung der Adsorptionseigenschaften der Zeolithe bezogen auf Ethanol-Wasser-Gemische sind mit Ethanolkonzentrationen von 5 Vol% und einem Volumenstrom von 20 ml/min durchgeführt worden. Die Ergebnisse sind in den Bildern 8 und 9 und in Tabelle 2 dargestellt.

Im Bild 8 ist die auf die Ausgangskonzentration bezogene dimensionslose Ethanolkonzentration in Abhängigkeit von der Adsorptionsdauer aufgetragen. Die Durchbruchkurven beginnen zu dem Zeitpunkt, wo die erste Flüssigkeit aus der Säule austritt. Die Verweildauer in der Säule bei dem eingestellten Volumenstrom beträgt ca. 40 min.

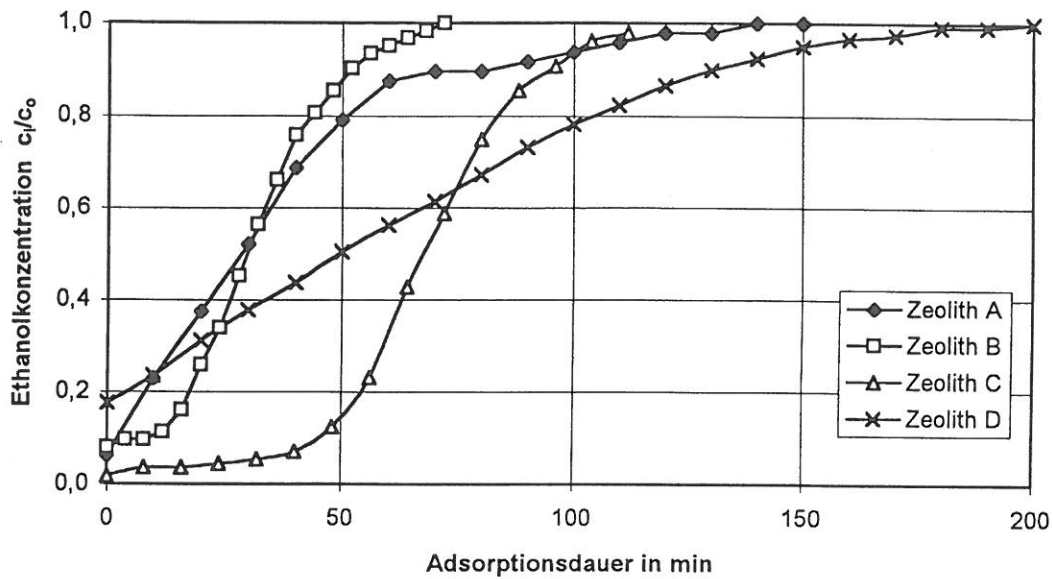


Bild 8: Durchbruchkurven der untersuchten Zeolithe für Ethanol

Wie zu erwarten, weist der Zeolith C die besten Trenneigenschaften auf. Dies drückt sich in dem erreichten Reinigungsgrad von ca. 98 %, dem späten Durchbruch und dem steilen Verlauf der Durchbruchskurve aus.

Die Durchbruchkurven für Zeolith A und B weisen ebenfalls einen steilen Verlauf auf, der Durchbruch des Ethanols erfolgt hier jedoch schneller. Die unterschiedlichen Verläufe der Durchbruchkurven für die Zeolithe A und B können dadurch erklärt werden, daß im Fall des Zeolithen A durch einen bemerkenswerten Abrieb des Zeolithmaterials bei der Adsorption eine Verfälschung der Meßwerte vorliegt. Darüberhinaus stand von Zeolith A nur eine begrenzte Menge zur Verfügung. Insgesamt konnte das Säulenvolumen nur zu ca. 2/3 gefüllt werden.

Zeolith D zeigt im Gegensatz dazu ein ausgesprochen ungünstiges Adsorptionsverhalten, was sich in einer flachen Durchbruchskurve widerspiegelt. Außerdem ist der erreichbare Reinigungsgrad von ca. 80% hier am geringsten.

Im Bild 9 sind die durch Massenbilanzen ermittelten Beladungskapazitäten vergleichend den maximalen Aufnahmekapazitäten gegenübergestellt. Die im Ver-

gleich sehr hohen Zahlenwerte für die Wasseraufnahme können durch die im Zwickelvolumen verbleibende Flüssigkeit erklärt werden. Eine Unterscheidung zwischen tatsächlich adsorbierter Flüssigkeit, anhaftender oder sich im Zwickelvolumen befindlicher Flüssigkeit ist nicht möglich. Auch durch kurzzeitiges Ausblasen der Schüttung mit Stickstoff konnte dieser Anteil nicht gedrückt werden.

Unter der Annahme, daß die in der Säule verbleibende Flüssigkeit im Zwickelvolumen eine maximale Ethanolkonzentration von 5 Vol% aufweist, erreicht der Zeolith C ca. 65% seiner maximalen Aufnahmekapazität. Bei einer Ethanolkonzentration im Zwickelvolumen von 0 Vol% würde sich ein Zahlenwert von ca. 85% ergeben. Die übrigen Zeolithe weisen deutlich geringere Werte auf.

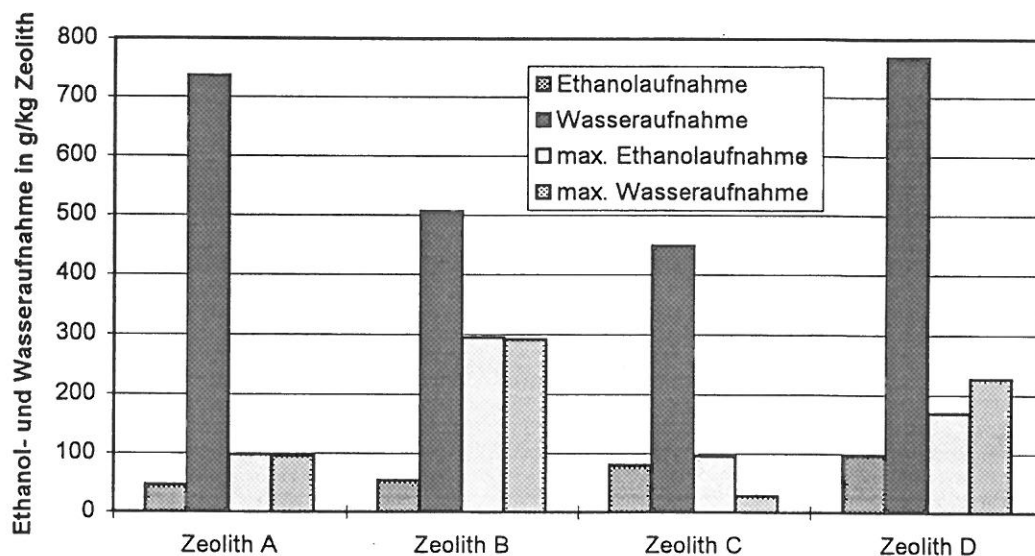


Bild 9: Aufnahmekapazitäten der untersuchten Zeolithe für Ethanol und Wasser

Aus den erzielten Ergebnissen kann zusammenfassend gefolgert werden, daß der Zeolith C für die geforderte selektive Trennung von Ethanol aus der flüssigen Phase am geeignetsten ist. Daher sind alle folgenden Versuche mit diesem Zeolithen durchgeführt worden.

4.4.1.2 Einfluß des Volumenstroms auf die Ethanoladsorption

Der Einfluß des Volumenstroms auf das Adsorptionsverhalten ist im Bereich zwischen 5 ml/min und 50 ml/min untersucht worden. Die Ethanolausgangskonzentration ist konstant auf 5 Vol% eingestellt worden.

Die Ergebnisse sind in den Bildern 10 und 11 und den Tabellen 3 bis 5 aufgeführt. Im Bild 10 ist die dimensionslose Ethanolkonzentration in Abhängigkeit von der Adsorptionsdauer dargestellt. Anzumerken ist, daß sich die Adsorptionsdauer um die Verweildauer der Flüssigkeit in der Säule verlängert. Sie beträgt bei einem Volumenstrom von:

5 ml/min = ca. 160 min

20 ml/min = ca. 40 min

37 ml/min = ca. 22 min

50 ml/min = ca. 16 min

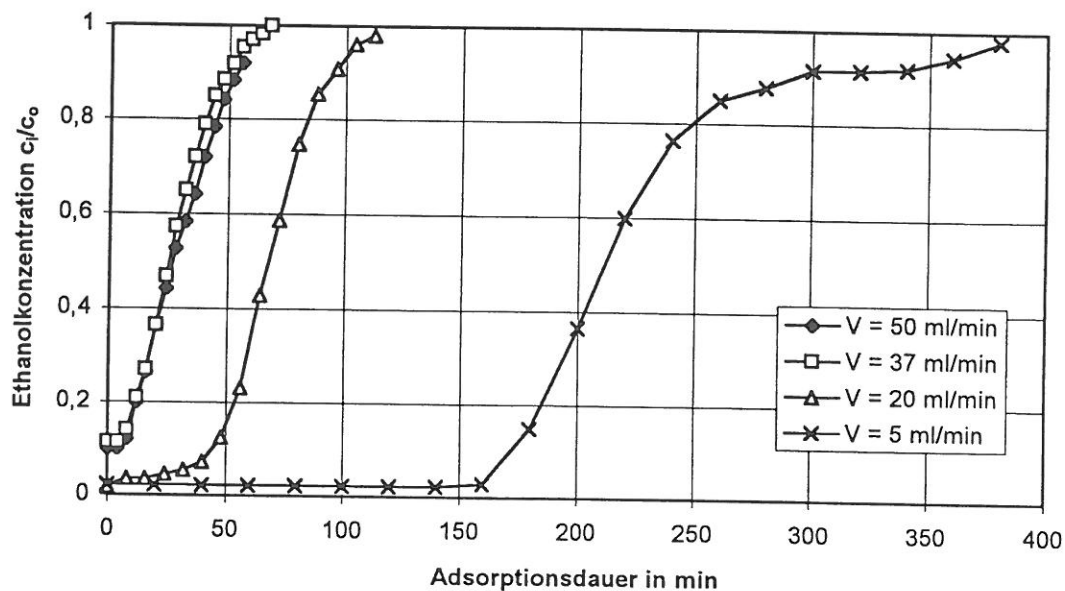


Bild 10: Durchbruchkurven für Ethanol bei unterschiedlichen Volumenströmen

Die Verringerung des Volumenstroms führt zu einer Erhöhung der Adsorptionsdauer von ca. 80 min bei einem Volumenstrom von 50 ml/min auf ca. 540 min bei einem Volumenstrom von 5 ml/min. Darüberhinaus verschiebt sich mit abneh-

mendem Volumenstrom der Beginn des Durchbruchs. Demgegenüber wird der erreichbare Reinigungsgrad trotz der ca. siebenfachen Verweildauer nur geringfügig verbessert. Anzumerken ist hier jedoch, daß die bis zum Durchbruch gemessenen Ethanolkonzentrationen an der unteren Grenze der Auflösung des verwendeten Meßgerätes liegen.

Im Bild 11 ist die durch Massenbilanz ermittelte Beladungskapazität in Abhängigkeit vom Volumenstrom dargestellt. Bei den angegebenen Werten ist zwischen tatsächlich adsorbiertem, anhaftendem und im Zwickelvolumen befindlichem Ethanol nicht unterschieden worden. Es kann festgestellt werden, daß durch die längere Verweildauer eine bessere Ausnutzung des Zeolithmaterials erreicht wird.

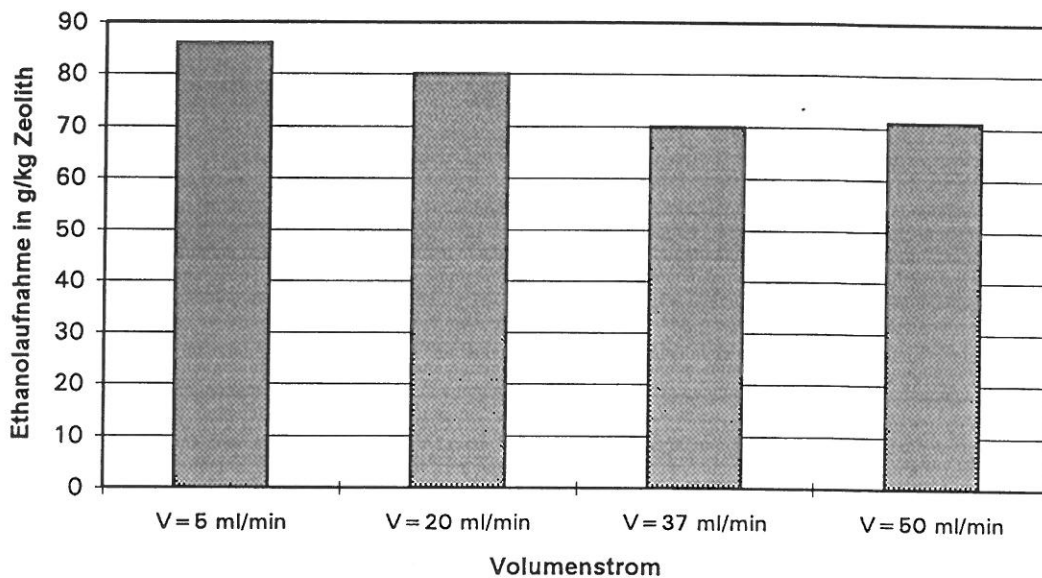


Bild 11: Ethanolaufnahme bei unterschiedlichen Volumenströmen

4.4.1.3 Einfluß der Ethanolausgangskonzentration auf die Adsorption

Zur Ermittlung des Einflusses der Ethanolausgangskonzentration sind Versuche mit Ethanolkonzentrationen von 1 Vol% und 5 Vol% durchgeführt worden. Der Volumenstrom betrug konstant 20 ml/min. Die Versuchsergebnisse sind im Bild 12 und in Tabelle 6 dargestellt.

Aus der Literatur ist bekannt, daß die von einem Adsorbens aufgenommene Menge von der Ausgangskonzentration abhängt. Mit geringer werdender Ethanolkonzentration im Ausgangsgemisch nimmt die Aufnahmekapazität des Zeolithen für Ethanol von ca. 80 g/kg auf ca. 27 g/kg ab.

Im Bild 12 ist die dimensionslose Ethanolkonzentration über die Adsorptionsdauer aufgetragen. Es zeigt sich, daß die Steigung des Durchbruches mit geringer werdender Ausgangskonzentration signifikant abnimmt. Aussagen darüber, inwieweit ein höherer Reinigungsgrad mit abnehmender Konzentration erzielbar ist, können nicht getroffen werden, da die Meßgenauigkeit in diesem Bereich nicht ausreichend ist.

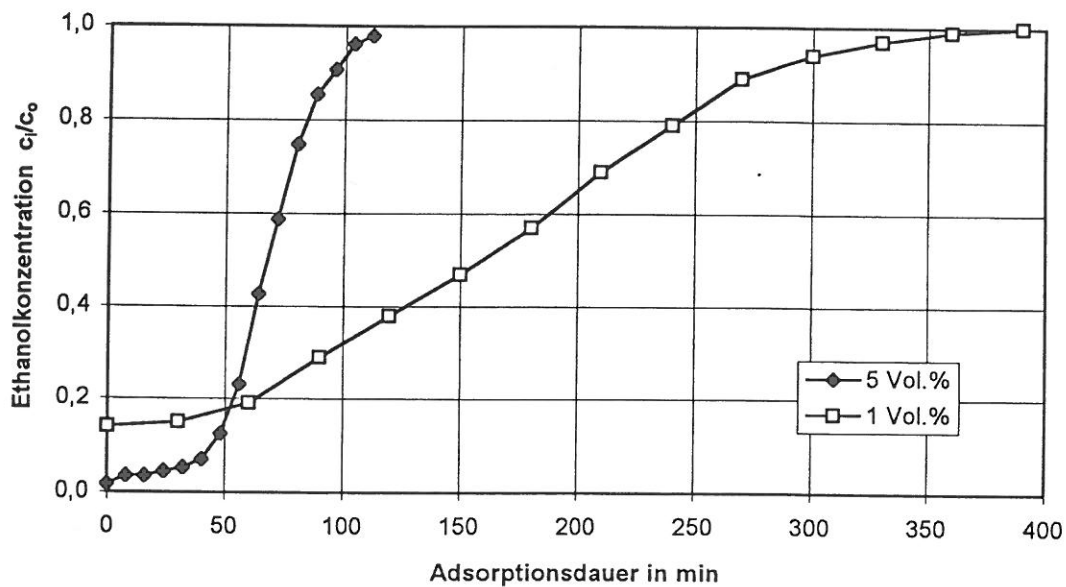


Bild 12: Durchbruchkurven für unterschiedliche Ethanolkonzentrationen

4.4.1.4 Einfluß der Lösungsmittelart auf die Adsorption

Die Versuche zur Adsorption der unterschiedlichen Lösungsmittel sind in der Anlage 2 durchgeführt worden. Der Volumenstrom des Lösungsmittel-Wassergemisches betrug 20 ml/min, die Lösungsmittelausgangskonzentration 5 Vol%. Da die Schütthöhe im Reaktor dieser Anlage nur 400 mm betrug, ist zu beachten, daß

die Verweildauer bei gleichem Volumenstrom gegenüber der in Anlage 1 geringer ist.

Die Ergebnisse der Versuche sind in Tabelle 7 aufgeführt, die entsprechenden Durchbruchkurven sind im Bild 13 dargestellt.

Es ist zu erkennen, daß Methanol gegenüber den anderen Stoffen eine flachere Durchbruchkurve aufweist. Die Methanolkonzentration der ersten Flüssigkeit, die die Säule verläßt, liegt bereits zwischen ca. 1,5 und 2 Vol%. Da das Zeolithmaterial selektiv unpolare Stoffe adsorbiert und Methanol die polarsten Eigenschaften der untersuchten Stoffe besitzt, ist dieses Adsorptionsverhalten zu erwarten. Aufgrund zunehmender Unpolarität müßten Ethanol, Propanol, Butanol und Dioxan in der entgegengesetzten Reihenfolge bevorzugt adsorbiert werden. Für Dioxan, Butanol und Propanol ist jedoch kein Unterschied in der Adsorptionskinetik zu erkennen. Demgegenüber erfolgt für Ethanol der Durchbruch erst später.

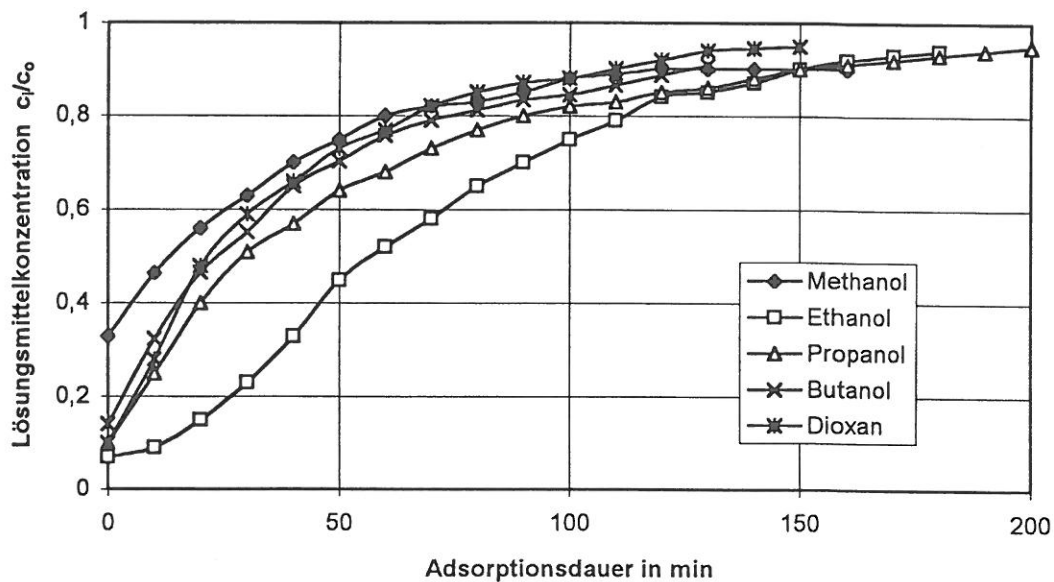


Bild 13: Durchbruchkurven für die unterschiedlichen Lösungsmittelarten

Im Bild 14 sind die Aufnahmekapazitäten des Zeolithen für die unterschiedlichen Lösungsmittelarten aufgeführt. Von den untersuchten Alkoholen ist die Aufnahme von Ethanol mit im Mittel 69 g/kg am höchsten. Im Fall von Methanol hat sich eine mittlere Aufnahmekapazität von 52 g/kg, für Propanol von 65 g/kg und für Butanol

von 62 g/kg ergeben. Aufgrund seiner unpolaren Eigenschaften weist Dioxan mit 132 g/kg einen sehr hohen Wert auf. Bei zyklischer Betriebsweise stellte sich heraus, daß Dioxan nur unvollständig desorbiert werden kann, entsprechend sinkt die Aufnahmekapazität in weiteren Versuchen auf ca. 50% ab.

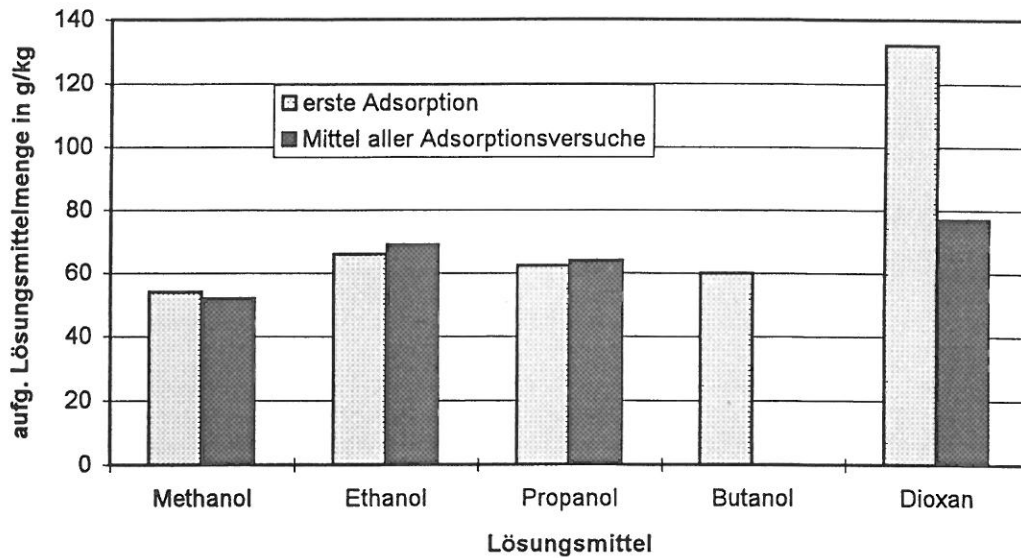


Bild 14: Aufnahmekapazitäten für die unterschiedlichen Lösungsmittel

4.4.1.5 Adsorption von Prozeßwässern

Zur Simulation technischer Prozeßwässer sind Versuche zur Entalkoholisierung von Bier durchgeführt worden. Bier ist gewählt worden, da die Ethanolkonzentrationen in den zu untersuchenden Bereichen liegen. Es hat sich gezeigt, daß Ethanol durch Adsorption an dem Zeolithen aus dem Bier entfernt werden konnte. Quantität und Qualität können jedoch nicht bewertet werden, da eine Verfärbung des entalkoholisierten Bieres eingetreten ist, die sich auf die mit dem Refraktometer gemessenen Brechungsindexdifferenzen verfälschend ausgewirkt haben.

Die visuelle Betrachtung des Zeolithmaterials nach der Desorption hat Farbänderungen an der Zeolithoberfläche ergeben, die auf die Adsorption auch anderer Bierinhaltsstoffe zurückgeführt werden. Aus den genannten Gründen ist auf weitere Versuche mit Prozeßwässern verzichtet worden.

4.4.2 Desorption

Bei der Desorption handelt es sich um eine Verdampfung eines in diesem Fall aus zwei Komponenten bestehenden Flüssigkeitsgemisches. Gegenüber dem reinen Destillationsprozeß können hier jedoch Wechselwirkungen zwischen der Flüssig- und der Feststoffphase den Prozeß beeinflussen. Die Ermittlung des Einflusses möglicher Wechselwirkungen erfordert, daß die aus der Säule austretenden Dämpfe schlagartig abgekühlt werden. Dies ist anlagenbedingt jedoch nicht möglich.

Unter der Annahme, daß keine Wechselwirkungen auftreten, kann die Desorption als reine Destillation betrachtet werden. Die Zusammensetzung der Gasphase entspricht somit dem Phasengleichgewicht der Destillation bei Siedetemperatur. Für die untersuchten Lösungsmittel-Wasser-Gemische sind die Phasengleichgewichte bekannt. Sie sind in den Tabellen 44 bis 48 im Anhang dargestellt.

Darüberhinaus kann eine Rektifikation der austretenden Dämpfe aus der Zeolithschüttung bis zur Kondensationsstrecke nicht vermieden werden. Eine Abschätzung des Einflusses des Rektifikationseffektes ist nicht möglich, da die Anzahl der theoretischen Böden und das Rücklaufverhältnis nicht bestimmt werden können. Außerdem handelt es sich infolge der Verarmung an Lösungsmittel in der Schüttung über die gesamte Desorptionsdauer um einen instationären Prozeßablauf.

4.4.2.1 Desorption mit indirekter thermischer Energiezufuhr

Bei der indirekten thermischen Energiezufuhr erfolgt die Wärmeübertragung von außen in die Schüttung hinein, so daß in Abhängigkeit von der Wärmeleitfähigkeit des Zeolithmaterials steile Temperaturgradienten in radialer Richtung auftreten können. Diese beeinflussen zwangsläufig das Desorptionsverhalten.

Beispielsweise kann eine Rückkondensation der Dampfphase vorzugsweise in der Mitte der Schüttung nicht verhindert werden. Im wandnahen Bereich der Schüttung werden demgegenüber Temperaturen erreicht, bei denen die Siedepunkte beider Komponenten, Lösungsmittel und Wasser, deutlich überschritten werden. Diese

Effekte beeinflussen das Desorptionsverhalten derart, daß Kondensatmenge und Ethanolgehalt einerseits durch das Phasengleichgewicht, verbunden mit einer Überlagerung eines Rektifikationsprozesses, oder durch den Dampfdruck des Lösungsmittel-Wasser-Gemisches bestimmt werden.

Für den technischen Einsatz ist eine zyklische Betriebsweise Voraussetzung. Entsprechend wird die maximale Desorptionsdauer durch die Adsorptionsdauer begrenzt. Die Desorptionsversuche sind bei einer Wandtemperatur von 130°C unter Zugabe eines konstanten Stickstoffstromes von 188 l/h durchgeführt worden. Dem Beginn der Desorption ist eine Aufheizphase vorangestellt worden, in der die erzeugten Dämpfe nicht abgezogen worden sind. Die Aufheizphase ist beendet worden, wenn sich in der Mitte der Schüttung eine Temperatur von über 100°C eingestellt hatte. Unabhängig vom Zeolithmaterial hat die Aufheizphase durchschnittlich 20 min betragen.

Die Ergebnisse sind in den Bildern 15 bis 17 und in den Tabellen 8 bis 11 dargestellt.

Im Bild 15 ist die auf die adsorbierte Flüssigkeitsmenge bezogene Kondensatmenge in Abhängigkeit von der Desorptionsdauer angegeben.

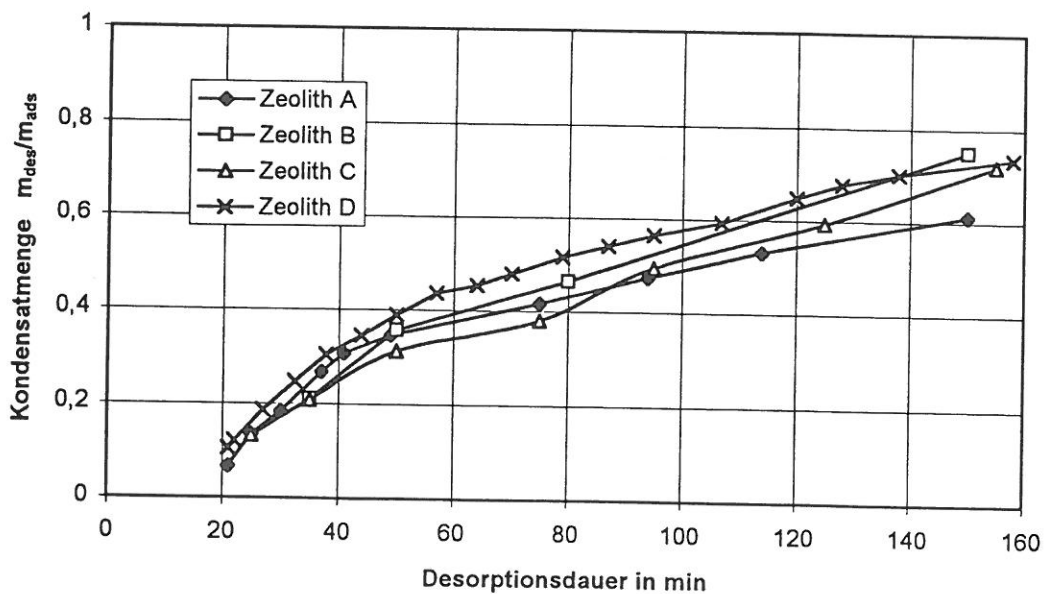


Bild 15: Rückgewinnungsgrad der adsorbierten Flüssigkeit

Grundsätzlich hat sich ergeben, daß innerhalb der durch die Adsorptionsdauer vorgegebenen maximalen Desorptionsdauer die von den Zeolithen aufgenommene Flüssigkeitsmenge nicht vollständig zurückgewonnen werden kann. Die Rückgewinnungsgrade liegen zwischen 61% und 75%. Im Fall der Zeolithen A, B und D werden innerhalb dieser Zeit über 80% des aufgenommenen Ethanols im Kondensat aufgefangen (Bild 16). Der das beste Adsorptionsverhalten aufweisende Zeolith C zeigt bezogen auf Ethanol aufgrund seines hohen Rückhaltevermögens ein ungünstiges Desorptionsverhalten.

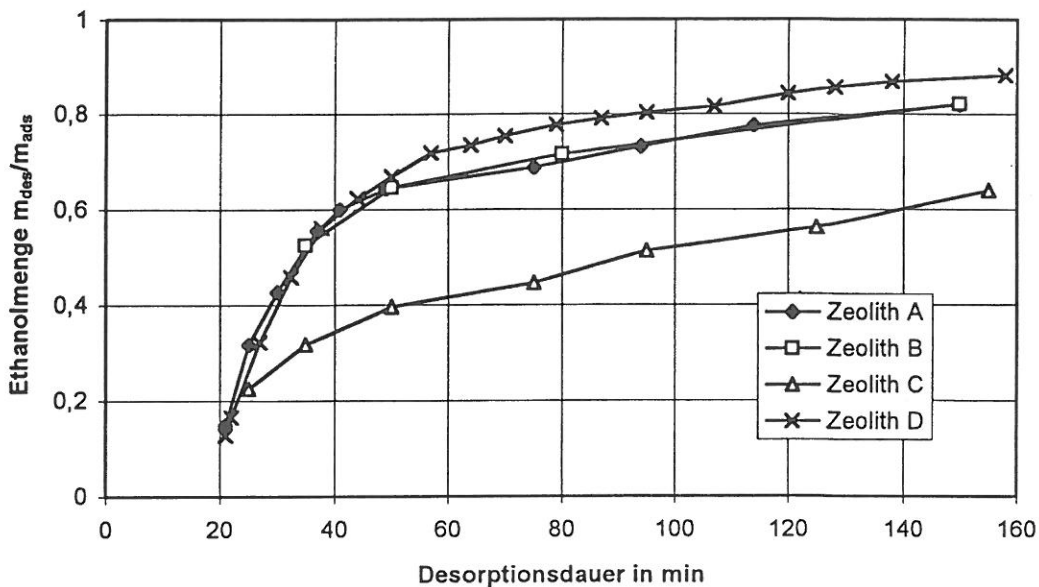


Bild 16: Rückgewinnungsgrad des adsorbierten Ethanols

Im Bild 17 ist die summierte Ethanolkonzentration in Abhängigkeit von der auf die adsorbierte Flüssigkeitsmenge bezogene Kondensatmenge dargestellt. Wie zu erwarten, nimmt der Ethanolgehalt im Kondensat mit zunehmender Kondensatmenge ab. Die bei den Zeolithen A und D auftretenden Konzentrationsmaxima lassen sich gegenüber den anderen Zeolithen auf die höhere Wasseraufnahme, insbesondere im Zwickelvolumen, erklären. Die zu Beginn der Desorption ermittelten Ethanolgehalte im Kondensat sind durch die beim Aufheizvorgang sich bildenden Temperaturprofile und durch Rückkondensation oberhalb und unterhalb der Schüttung bestimmt worden. Augenfällig ist, daß insbesondere nach dem Abzug der Dampfphase die Temperatur in der Mitte der Schüttung deutlich absinkt und im

weiteren Verlauf die für die Lösungsmittelgemische erforderlichen Siedetemperaturen nicht mehr überschritten werden. Daher werden bis zum Ende der Desorption die gemessenen Ethanolgehalte und die Kondensatmenge durch Rückkondensation in der Schüttung und hieraus resultierend durch die Dampfdrücke beeinflusst. Da der Energieverbrauch mit zunehmender Desorptionsdauer abnimmt, muß sich aufgrund der geringen Wärmeleitfähigkeit des Zeolithen ein steiler Temperaturgradient in radialer Richtung ausgebildet haben.

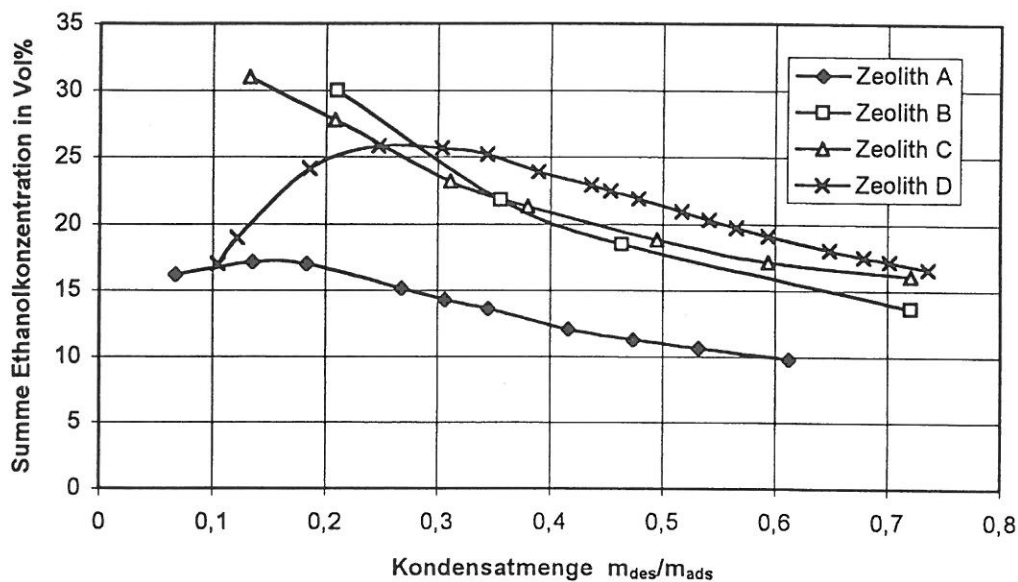


Bild 17: Anreicherung von Ethanol im Kondensat

Es kann festgestellt werden, daß die Desorption bei indirekter thermischer Energiezufuhr durch die ungünstigen Wärmeleiteigenschaften der eingesetzten Zeolithmaterialien bestimmt worden ist. Demzufolge müssen für das Erreichen einer nahezu vollständigen und hinreichend schnellen Desorption sehr hohe Wandtemperaturen und/oder sehr große Schleppgasströme eingestellt werden. In beiden Fällen können die durch die Lage des Phasengleichgewichtes möglichen maximalen Anreicherungsgrade nicht erreicht werden.

In weiteren Untersuchungen ist die Temperaturführung und die in der Schüttung vorliegende Ethanolkonzentration geändert worden. Die Ergebnisse sind in den Bildern 18 und 19 und in den Tabellen 12 bis 14 aufgeführt. Bild 18 zeigt, daß bei einer Wandtemperatur von 80°C zwar der höchste Anreicherungsgrad zu Beginn der

Desorption erreicht wird, aber nur ca. 30% der adsorbierten Ethanolmenge nach einer der Adsorptionsdauer entsprechenden Desorptionsdauer von ca 150 min. zurückgewonnen werden konnte. Bei dieser Temperatur wird die Desorption einzig durch den Dampfdruck und den Wechselwirkungen zwischen flüssiger und fester Phase bestimmt.

Eine Erhöhung der Wandtemperatur von 130°C auf 170°C hat sich nur geringfügig auf den zeitlichen Temperaturverlauf in der Mitte der Schüttung ausgewirkt. Zwar konnte die rückgewonnene Ethanolmenge von 64% auf 66% gesteigert werden, der Anreicherungsfaktor zu Beginn der Desorption verringert sich jedoch um 7% absolut.

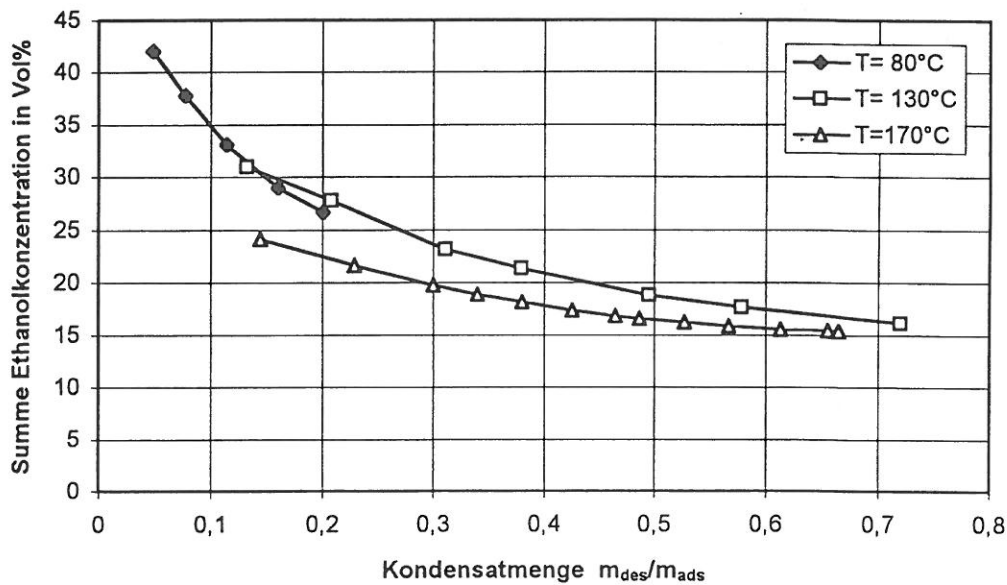


Bild 18: Anreicherung von Ethanol bei unterschiedlichen Wandtemperaturen

Geringere Ethanolausgangskonzentrationen in der Schüttung haben zur Folge, daß die erreichbaren Ethanolgehalte im Kondensat zwangsläufig geringer sein müssen. Bei vergleichbarer Flüssigkeitsrückgewinnung werden jedoch 86% Ethanol zurückgewonnen.

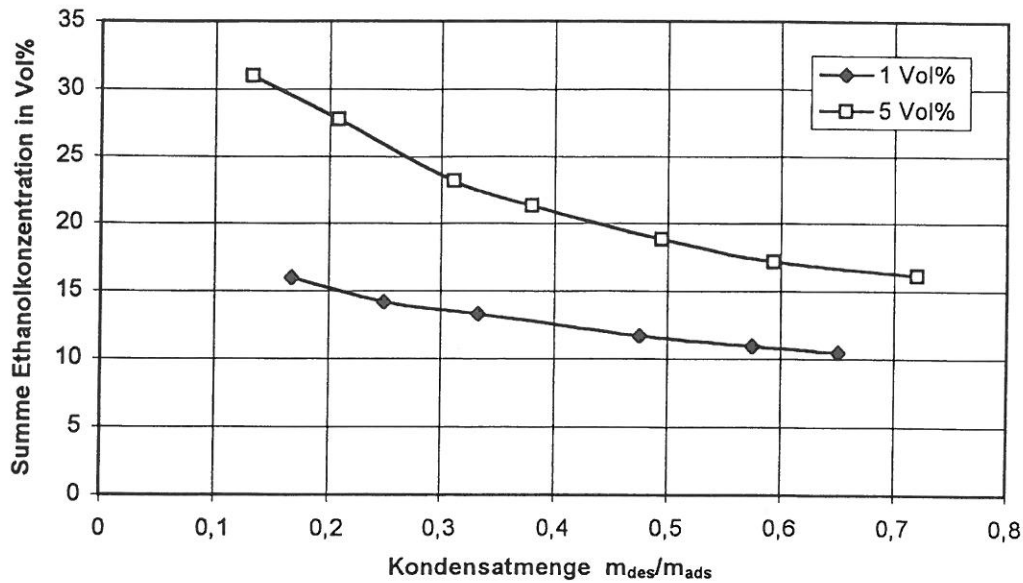


Bild 19: Anreicherung von Ethanol bei unterschiedlichen Ausgangskonzentrationen

Zusammenfassend kann festgestellt werden, daß bei einer zyklischen Betriebsweise Anreicherungsfaktoren von 10 bzw. 3 bei den zugrunde gelegten Konzentrationen von 1 bzw. 5 Vol% Ethanol im Ausgangsgemisch durch Adsorption und Desorption maximal erreicht werden können. Unter der Voraussetzung, daß die Desorptionsdauer die Adsorptionsdauer nicht überschreiten sollte und die erforderliche Abkühlung des Zeolithmaterials vernachlässigt wird, ist nur bei extrem hohen Desorptionstemperaturen eine nahezu vollständige Rückgewinnung des Ethanols möglich. Dies geht jedoch zu Lasten der maximal erreichbaren Anreicherungsgrade zu Beginn der Desorption. Die wesentlichen Ursachen hierfür liegen darin begründet, daß die prozeßbestimmende Größe für die Desorption mit indirekter thermischer Energiezufuhr die Wärmeübertragung darstellt. Insbesondere, wenn der radiale Randbereich der Schüttung „getrocknet“ ist, wirkt sich die geringe Wärmeleitfähigkeit des Zeolithmaterials erheblich aus.

4.4.2.2 Desorption mit Mikrowellenenergiezufuhr

Die grundsätzlichen Vorteile einer Desorption mit Mikrowellenenergie gegenüber der indirekten thermischen Energiezufuhr sind darin zu sehen, daß die eingetragene Energie unmittelbar auf die zu verdampfende Flüssigkeit einwirken kann. Voraussetzung hierfür sind ein hohes Dipolmoment der flüssigen Phase und die erreichbare Eindringtiefe der Mikrowellenstrahlung. Bei den Zeolithmaterialien kann davon ausgegangen werden, daß sie Mikrowellenstrahlung nur in geringem Maße absorbieren und somit hohe Eindringtiefen erreicht werden können.

Am Beispiel eines Ethanol-Wasser-Gemisches ist geprüft worden, ob diese Vorteile gegenüber der Desorption mit indirekter thermischer Energiezufuhr bestehen. In den Bildern 20 bis 25 und in den Tabellen 15 bis 23 sind die entsprechenden Versuchsergebnisse dargestellt.

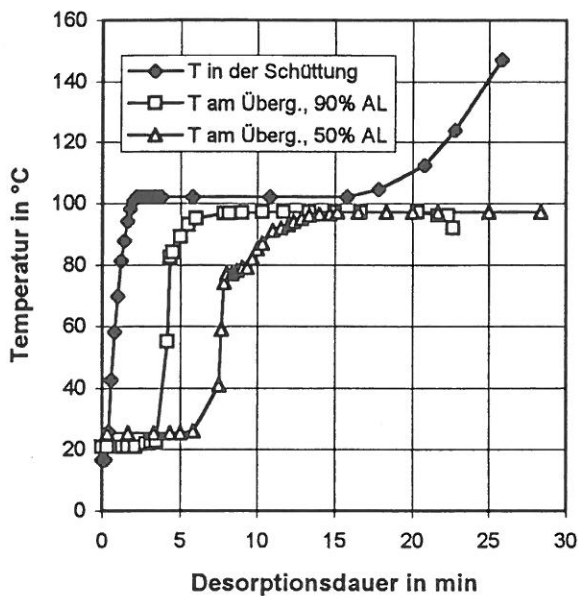


Bild 20: Mikrowellenenergiezufuhr

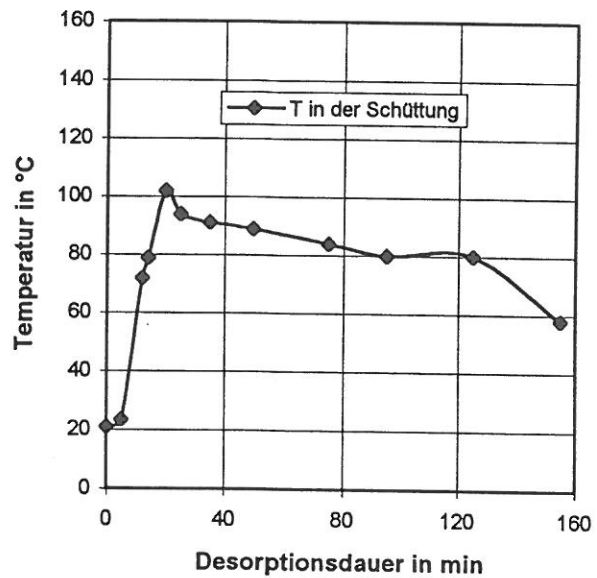


Bild 21: thermische Energiezufuhr

In den Bildern 20 und 21 sind die Temperaturen, die sich während der Desorption einstellen in Abhängigkeit von der Desorptionsdauer dargestellt. Die Betrachtung des Temperaturverlaufes in der Mitte der Schüttung zeigt, daß beim Einsatz von Mikrowellenenergie schon nach 2 min die erforderliche Siedetemperatur für beide Stoffe überschritten werden. Die Grundvoraussetzung für eine schnelle Desorption

und einen hohen Rückgewinnungsgrad sind somit erfüllt. Anlagenbedingt ist jedoch die Temperatur am Übergang zur Kondensatorstufe für die anfallende Kondensatmenge und die sich einstellenden Ethanolkonzentrationen von mitentscheidender Bedeutung. Die erforderlichen Siedetemperaturen für die Ethanol-Wasser-Gemische werden bei 90%-iger Ausgangsleistung dort erst nach 5 min überschritten.

Bei der indirekten thermischen Energiezufuhr erfolgt die Temperaturerhöhung in radialer Richtung von außen nach innen. Obwohl die Dampfphase zu Beginn nicht abgezogen worden ist, werden erst nach 20 min die erforderlichen Siedetemperaturen in der Mitte der Schüttung erreicht. Nach Abschluß dieser Aufheizphase ist der Dampf schlagartig abgezogen worden, was eine unmittelbare Temperaturabsenkung in der Mitte der Schüttung zur Folge hatte. Bis zum Desorptionsende nach weiteren 130 min hat die Temperatur in der Schüttung nicht mehr zugenommen. Sie liegt im Bereich zwischen 94°C und 80°C und somit unterhalb der erforderlichen Siedetemperaturen.

Im Bild 22 ist die bei der Mikrowellendesorption summierte Ethanolkonzentration in Abhängigkeit von der dimensionslosen Kondensatmenge dargestellt.

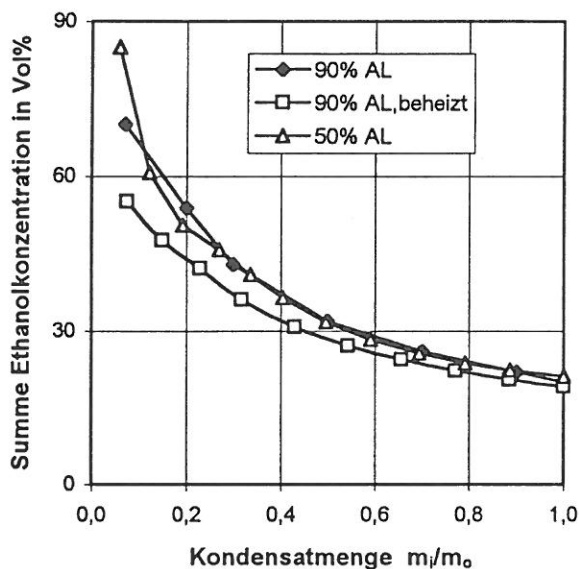


Bild 22: Anreicherung von Ethanol

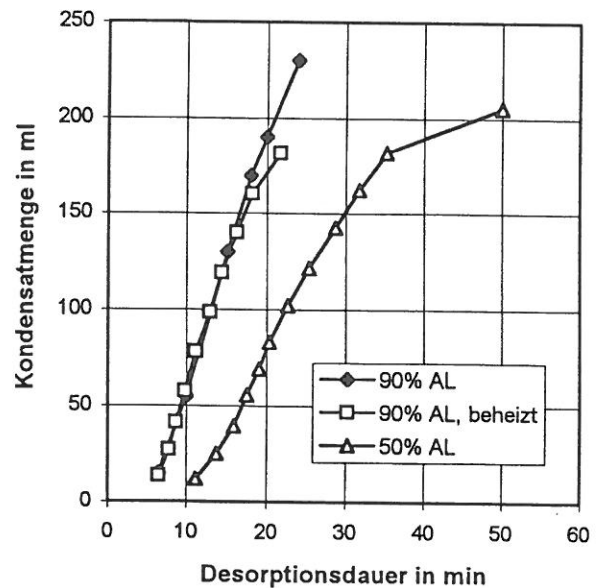


Bild 23: Desorptionsdauer

Es zeigt sich, daß zu Beginn der Desorption bei einer 90%-igen Nutzung der maximal mit 1,2 kW zur Verfügung stehenden Leistung die Ethanolgehalte des

aufgefangenen Kondensates gegenüber der Konzentration im Phasengleichgewicht geringfügig höher liegen. Die Dampfkonzentration, die sich im Phasengleichgewicht für das vorliegende Ethanol-Wasser-Gemisch einstellen würde, ist im Bild 34 auf Seite 39 aufgeführt. Ein ähnlicher Sachverhalt ist in experimentellen Untersuchungen zur reinen Destillation mit Mikrowellenenergie ermittelt worden. Es ist festgestellt worden, daß die Phasengleichgewichte bei Ethanol-Wasser-Gemischen nahezu erreicht werden /11/.

Bei einer um 50% verminderten Energiezufuhr ist zu Beginn der Desorption ein Ethanolgehalt von nahezu 90 Vol% im Kondensat ermittelt worden. Wird die Strecke zwischen Abschirmung und Kondensator auf 130°C beheizt, sinkt die Ethanolkonzentration auf ca. 55 Vol%. Diese versuchsbedingten Konzentrationsunterschiede im aufgefangenen Kondensat zu Beginn der Desorption lassen sich auf eine überlagerte Rektifikation oberhalb der Schüttung zurückführen. Bei einer Desorption mit 50%-iger Ausgangsleistung weist der Temperaturverlauf am Übergang zur Kondensationsstrecke einen Haltepunkt auf, der dem Siedepunkt von Ethanol annähernd entspricht. Durch die Beheizung wurden die Möglichkeiten für eine Rückkondensation vermindert, so daß die überlagerte, sich positiv auf eine Ethanolanreicherung auswirkende Rektifikation unterdrückt wird.

Die Desorptionsdauer wird durch die eingestellte Ausgangsleistung und die am Übergang zur Kondensatorstrecke erreichbaren Temperaturen bestimmt. Sie beträgt ca. 25 min bei einer 90%-igen Ausgangsleistung und ca. 50 min bei einer 50%-igen Ausgangsleistung (Bild 23). Die im Vergleich zur Adsorptionsdauer deutlich kürzeren Desorptionsdauern gestatten eine zyklische Betriebsweise.

Im Hinblick auf einen Energievergleich sind zusätzlich Desorptionsversuche mit indirekter thermischer Energiezufuhr nach dem Gleichstromprinzip durchgeführt worden. Wie bei den Gegenstromversuchen erfolgte während der Aufheizung kein Abzug der Dampfphase. Mit der Desorption ist nach Erreichen einer Temperatur von 100°C in der Mitte der Schüttung begonnen worden. Die zu Beginn im aufgefangenen Kondensat gemessenen Ethanolkonzentrationen entsprechen denen der Desorption mit Mikrowellenenergie mit einer 90%-igen Ausgangsleistung. Die

Unterschiede zur thermischen Desorption im Gegenstromverfahren liegen darin, daß der Dampfabzug oberhalb der Schüttung erfolgte, so daß die oberhalb der Schüttung rückkondensierenden Dämpfe einem reinen Destillationsprozeß unterliegen. Im Bild 24 sind die Ethanolanreicherungsgrade der unterschiedlichen Desorptionsmethoden in Abhängigkeit von der Kondensatmenge dargestellt.

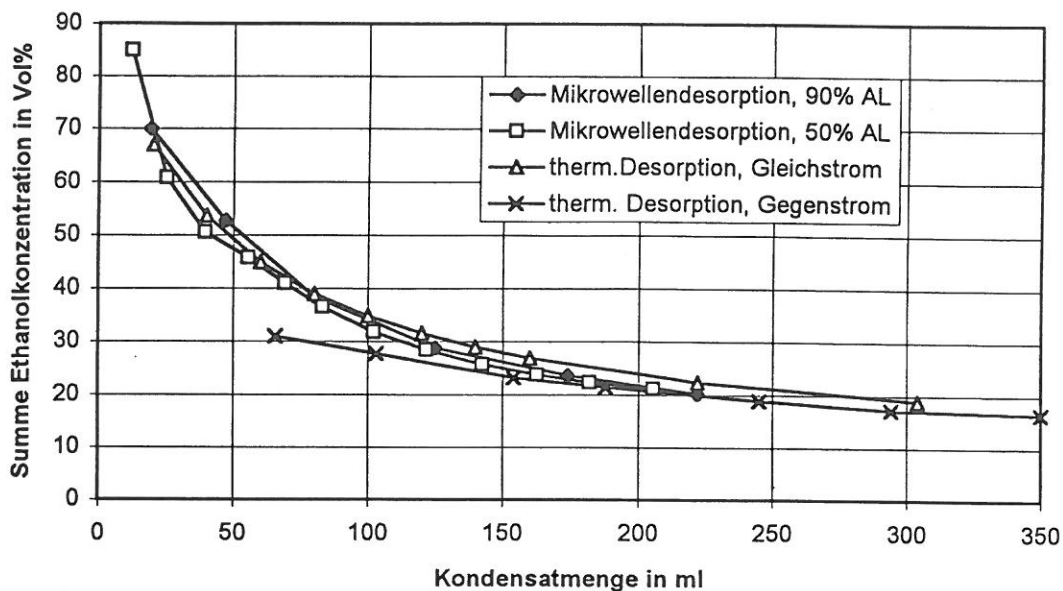


Bild 24: Anreicherung von Ethanol

Im Energieverbrauch sind Unterschiede insbesondere dann feststellbar, wenn die rücklaufende, nicht genutzte Mikrowellenenergie mitberücksichtigt wird. Während bei der thermischen Desorption ein Energieverbrauch von ca. 4,5 kJ/ml desorbierter Flüssigkeit ermittelt worden ist, werden bei der Desorption mit Mikrowellenenergie bei einer 90%-igen Ausgangsleistung 7,1 kJ/ml und bei einer 50%-igen Ausgangsleistung 8,8 kJ/ml benötigt. Unter Abzug der rücklaufenden Mikrowellenenergie reduziert sich dieser Betrag auf ca. 4,8 kJ/ml desorbierter Flüssigkeit bei 90%-iger Ausgangsleistung und auf ca. 6,2 kJ/ml bei einer 50%-igen Ausgangsleistung (Bild 25). Beim Einsatz von Mikrowellenenergie kann jedoch ein höherer Rückgewinnungsgrad vermerkt werden.

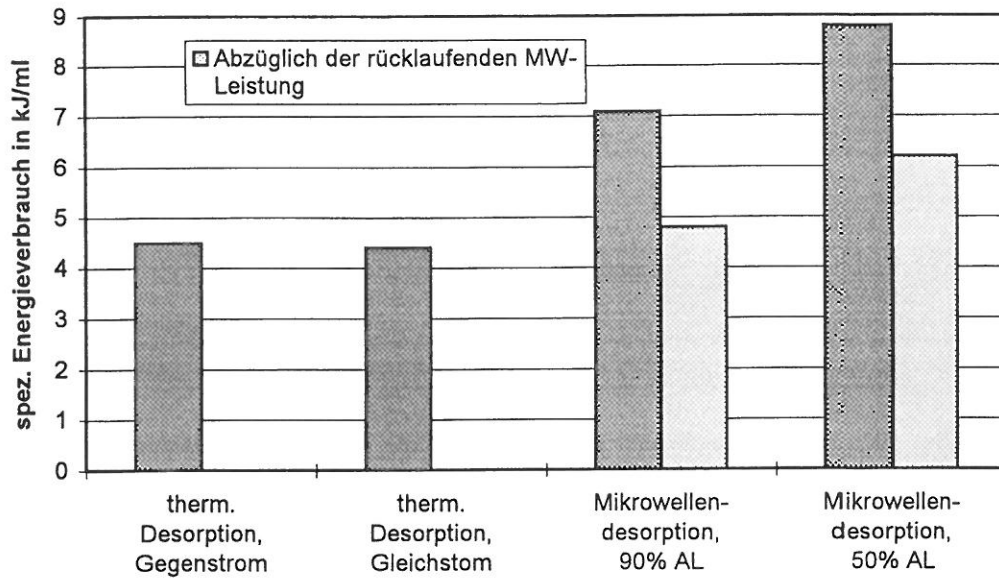


Bild 25: spezifischer Energieverbrauch

Zusammenfassend kann festgestellt werden, daß bezogen auf die erreichbaren Ethanolanreicherungsgrade im Kondensat und den Energieverbrauch zwischen indirekter thermischer Energiezufuhr und dem Eintrag von Mikrowellenenergie kein nennenswerter Unterschied besteht. Demgegenüber wird jedoch durch den Eintrag von Mikrowellenenergie eine signifikante Verkürzung der Desorptionsdauer und ein verbesserter Rückgewinnungsgrad erreicht.

Um den Einfluß der Lösungsmittelart auf die Desorption mit Mikrowellenenergie ermitteln zu können, sind analoge Versuche mit Lösungsmitteln unterschiedlicher Siedepunkte und Dipolmomente durchgeführt worden. Die Ergebnisse sind in den Bildern 26 bis 33 und Tabellen 24 bis 30 dargestellt.

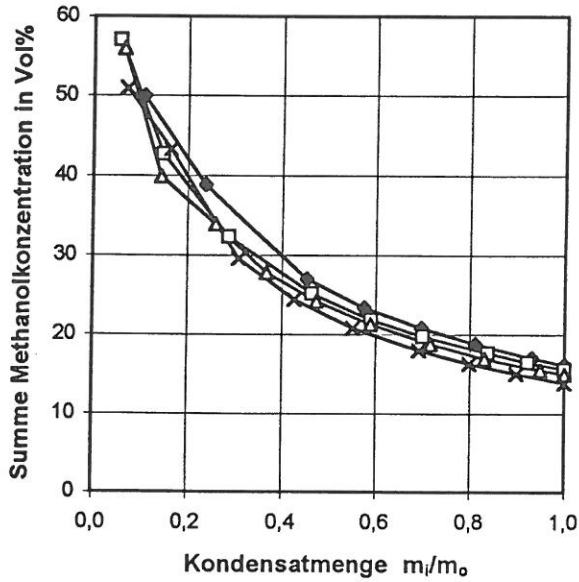


Bild 26: Anreicherung von Methanol

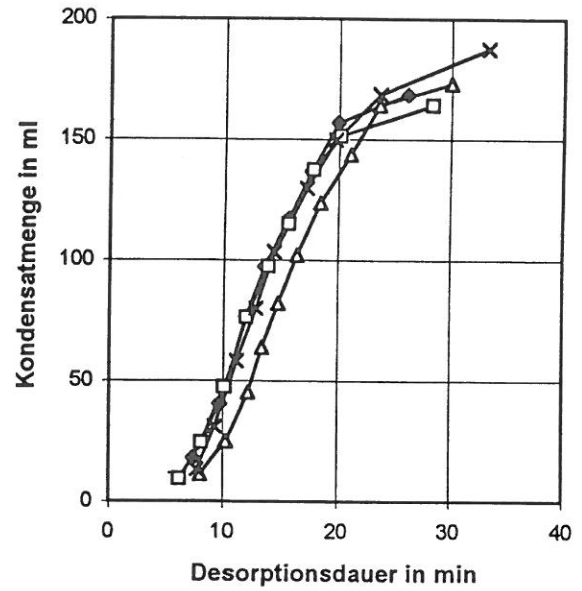


Bild 27: Desorptionsdauer

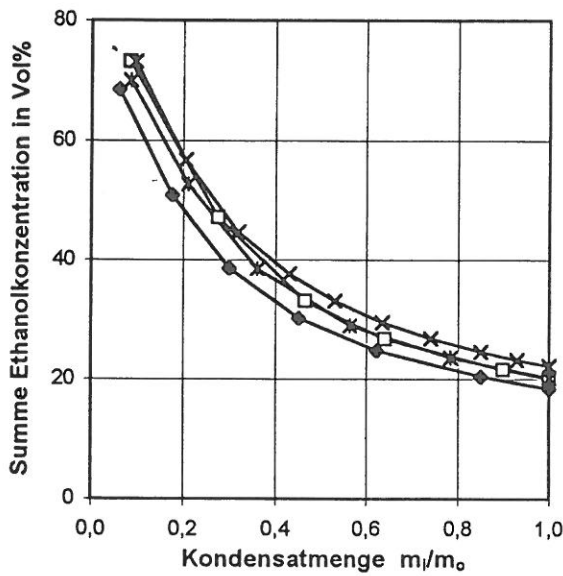


Bild 28: Anreicherung von Ethanol

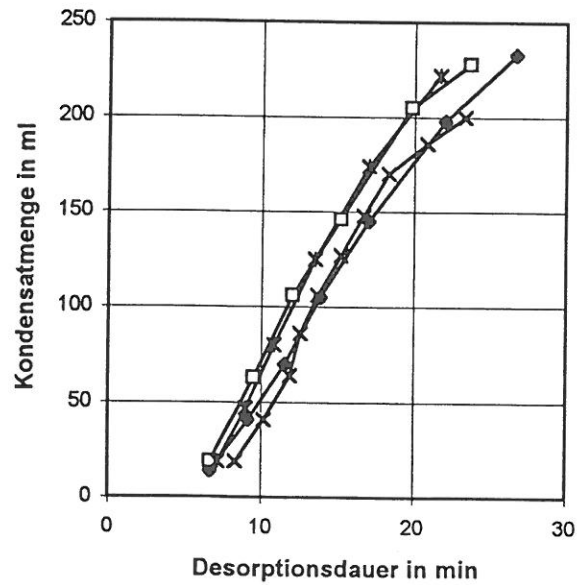


Bild 29: Desorptionsdauer

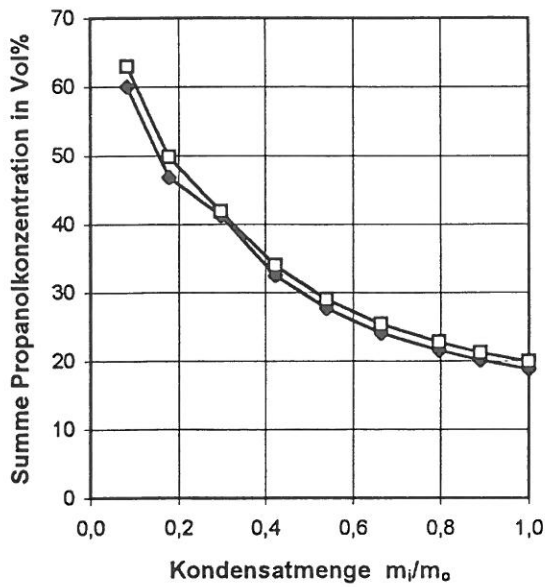


Bild 30: Anreicherung von Propanol

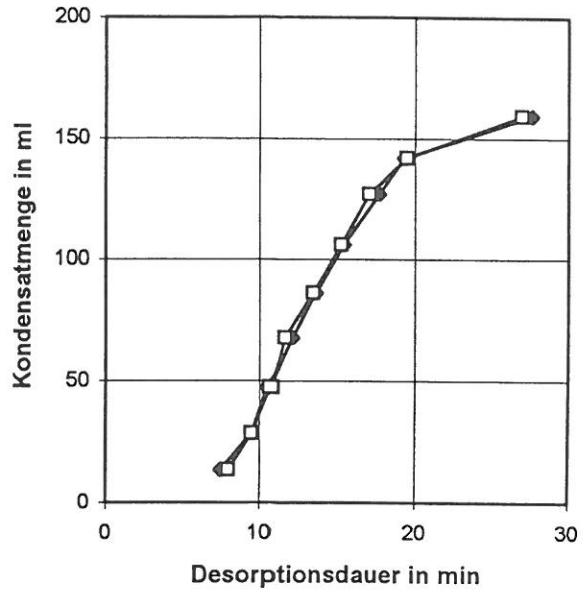


Bild 31: Desorptionsdauer

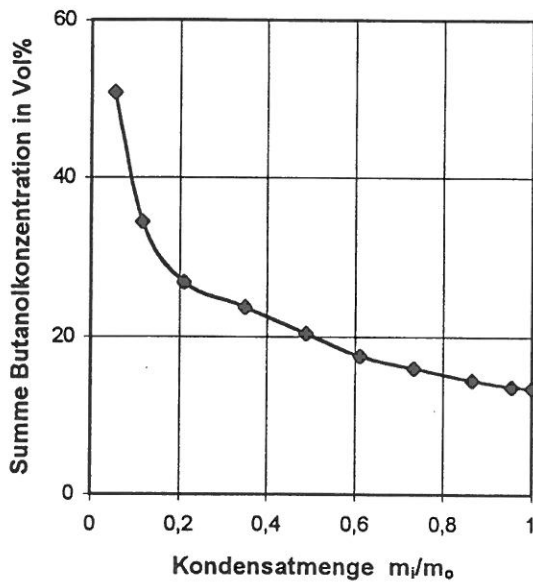


Bild 32: Anreicherung von Butanol

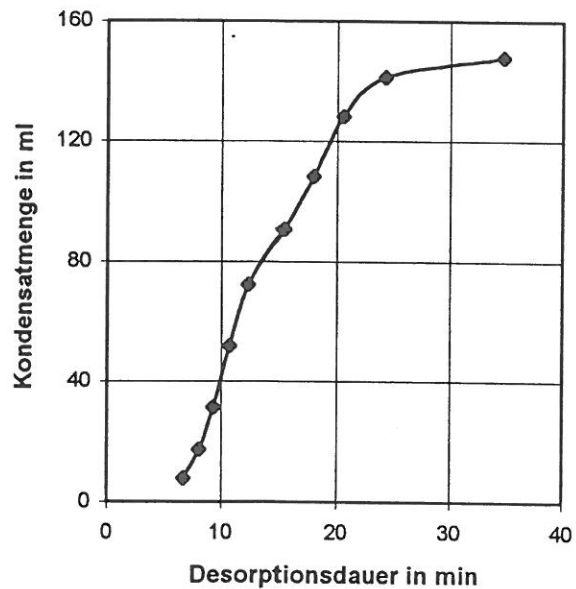


Bild 33: Desorptionsdauer

Grundsätzlich kann festgestellt werden, daß bei den eingesetzten Lösungsmitteln Methanol, Ethanol, Propanol und Butanol der durch die Desorption erreichbare Anreicherungsgrad vom Phasengleichgewicht in Verbindung mit der sich am Übergang zur Kondensationsstufe einstellenden Temperatur vorgegeben wird. Die Gleichgewichtskonzentrationen, die sich in der Dampfphase bei der vorgegebenen

Lösungsmittelkonzentration in der Schüttung einstellen, sind im Bild 34 wiedergegeben.

Lösungsmittel	Ausgangskonzentration (Vol%)	Anreicherung durch Adsorption (Vol%)	Siedepunkt des Gemisches (°C)	Konzentration im Gleichgewicht (Vol%)
Methanol	5	14	ca. 93	ca. 54
Ethanol	5	20	ca. 88	ca. 67
n-Propanol	5	20	ca. 91	ca. 71
n-Butanol	5	18	ca. 92,6	ca. 63
Dioxan	5	24	ca. 93	ca. 63

Bild 34: Phasengleichgewichte

Die zu Beginn der Desorption im Kondensat ermittelten Lösungsmittelkonzentrationen sind, wie bereits erwähnt, von einem Rektifikationseffekt überlagert. Die Rektifikation hat sich demgemäß bei Methanol und Ethanol günstig, bei Butanol ungünstig ausgewirkt. Aufgrund des ungefähr gleichen Siedepunktes wie Wasser ist beim Propanol keine Beeinflussung gegeben.

Die erreichbaren Lösungsmittelrückgewinnungsgrade werden durch den Temperaturabfall zwischen Säulenaustritt und dem Übergang zur Kondensationsstufe beeinflusst. Die Desorption erlischt, wenn die Temperatur am Übergang zur Kondensationsstrecke unterhalb der Siedetemperatur des verdampfenden Lösungsmittel-Wasser-Gemisches absinkt. Die verdampfende Flüssigkeit wird somit zwischen Schüttung und Übergang immer wieder rückkondensiert. Bis zum Erreichen dieses Zustandes werden bei den leichtersiedenden Stoffen Methanol und Ethanol zwischen ca. 75% und 90%, beim höhersiedenden Butanol ca. 50% und

beim Propanol ca. 70% der adsorbierten Menge zurückgewonnen. Aussagen, inwieweit höhere Rückgewinnungsgrade erreicht werden, können durch die genannten Gründe nicht getroffen werden.

Unabhängig vom Lösungsmittel beträgt die Desorptionsdauer zwischen 20 und 25 min. Dies wird darauf zurückgeführt, daß die Dauer im wesentlichen von der Wassermenge abhängig ist. Der Beginn der Desorption hängt hierbei von der Zusammensetzung des sich in der Schüttung befindlichen Flüssigkeitsgemisches und des sich daraus resultierenden Siedepunktes ab.

Eine Verminderung der Ausgangsleistung auf 50% bewirkt, daß bei den Lösungsmitteln Methanol und Ethanol der Anreicherungsgrad zu Beginn der Desorption durch die in günstiger Richtung wirkende Überlagerung der Rektifikation gesteigert wird. Demgegenüber wird im Fall von Propanol nur eine geringfügige Verbesserung erzielt. Bei Butanol ist, wie das Phasendiagramm zeigt, keine günstige Beeinflussung zu erwarten. Aus diesem Grunde ist auf Versuche mit Butanol verzichtet worden. Die Ergebnisse zu den Versuchen sind in den Bildern 35 bis 40 und in den Tabellen 31 bis 34 dargestellt.

Die verminderte Energiezufuhr führt zu einer Verlängerung der Desorptionsdauer auf ca. 50 min. Die Rückgewinnungsgrade bezogen auf die adsorbierte Flüssigkeit bleiben gleich.

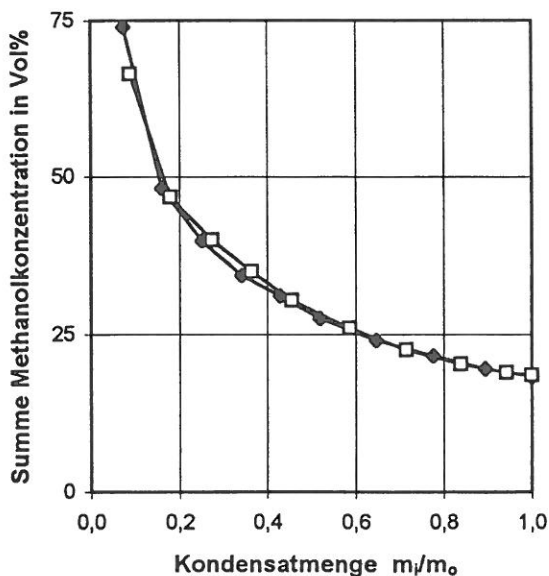


Bild 35: Anreicherung von Methanol

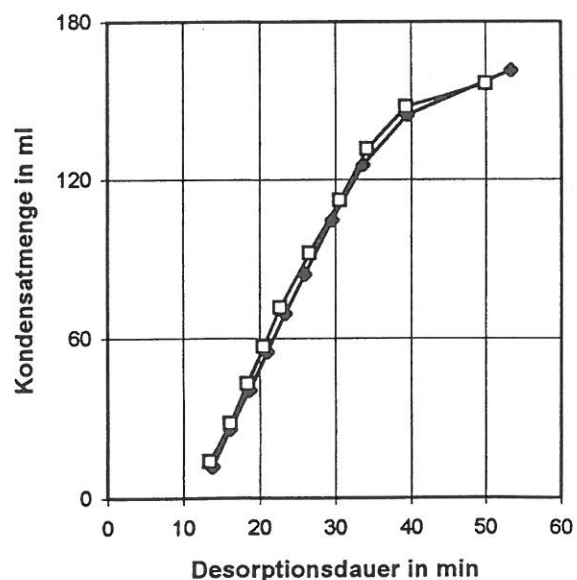


Bild 36: Desorptionsdauer

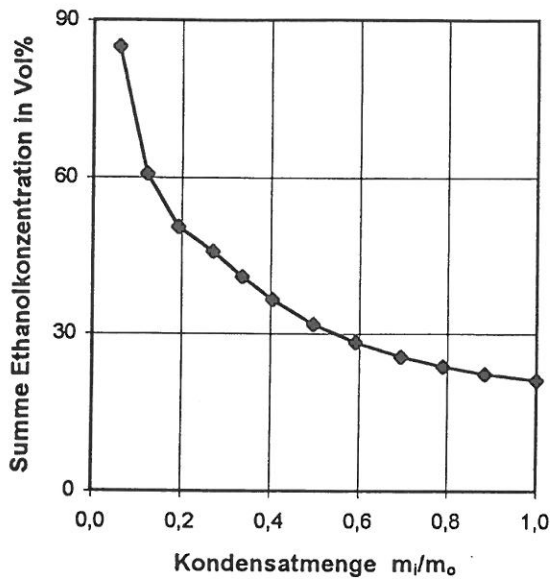


Bild 37: Anreicherung von Ethanol

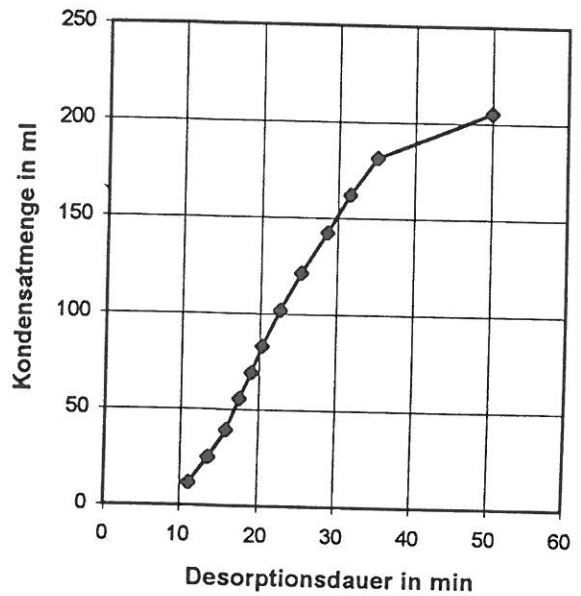


Bild 38: Desorptionsdauer

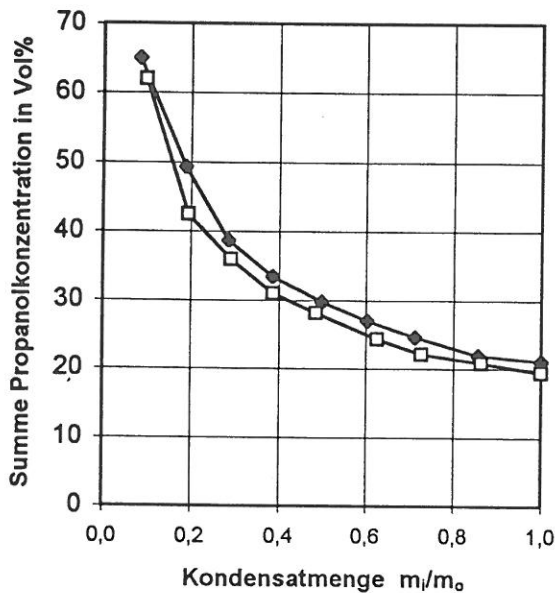


Bild 39: Anreicherung von Propanol

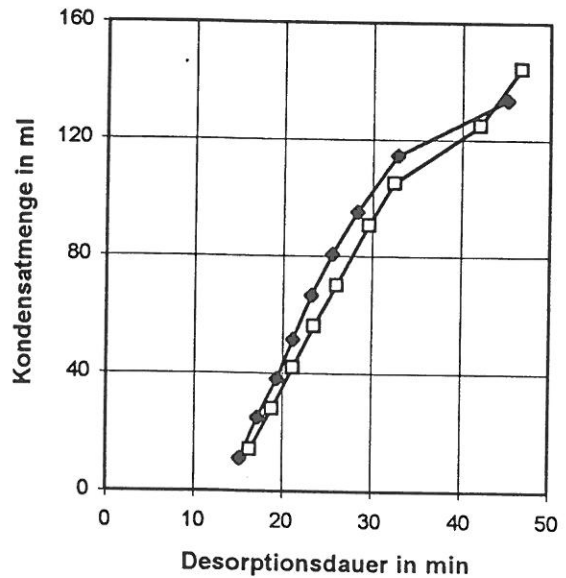


Bild 40: Desorptionsdauer

Die Verringerung des Lösungsmittelgehaltes in der Schüttung durch eine veränderte Ausgangskonzentration im zu trennenden Lösungsmittel-Wasser-Gemisch wirkt sich auf die erreichbaren Lösungsmittelgehalte im aufgefangenen Kondensat aus. Die Gleichgewichtskonzentrationen, die sich in der Dampfphase bei den hier vorgegebenen Lösungsmittelkonzentrationen in der Schüttung einstellen müssten, sind im Bild 41 dargestellt. Da aufgrund der geringen Konzentrationen keine

Massenbilanzen für die Adsorption aufgestellt werden konnten, sind die in der Schüttung angereicherten Lösungsmittelmengen anhand der durch Desorption zurückgewonnenen Mengen rückgerechnet worden.

Lösungs- mittel	Ausgangs- konzentration (Vol%)	Anreicherung durch Adsorption (Vol%)	Siedepunkt des Gemisches (°C)	Konzentration im Gleichgewicht (Vol%)
Methanol	1	3	ca. 98	ca. 20
Ethanol	1	10	ca. 93	ca. 52
n-Propanol	1	10	ca. 93	ca. 63
n-Butanol	1	8	ca. 93,5	ca. 61

Bild 41: Phasengleichgewichte

Bei einer Mikrowellenenergiezufuhr von 90% der Ausgangsleistung wird in allen Fällen das Phasengleichgewicht zu Beginn der Desorption aufgrund der geringen Temperaturdifferenzen zwischen Siedepunkt des Lösungsmittel-Wasser-Gemisches und der Temperatur am Übergang zur Kondensationsstrecke nicht mehr erreicht (Bilder 42 bis 49 und Tabellen 35 bis 41).

Die Desorptionsdauern liegen, vergleichbar den Desorptionsversuchen mit höheren Ausgangskonzentrationen, im Bereich um 25 min. Dies ist eine weitere Bestätigung, daß die Desorption von der Wassermenge in der Schüttung abhängt.

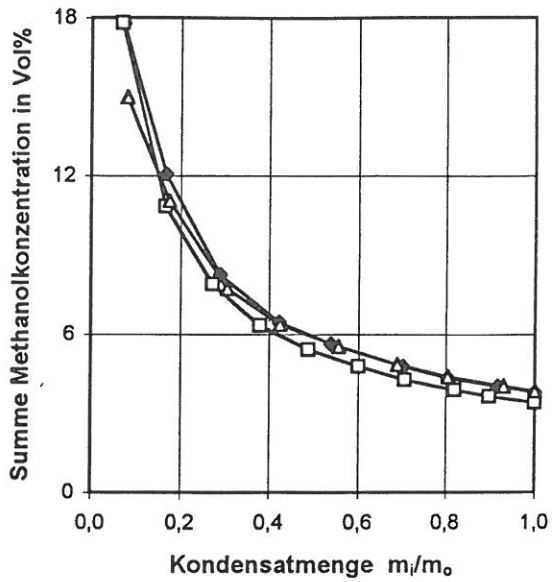


Bild 42: Anreicherung von Methanol

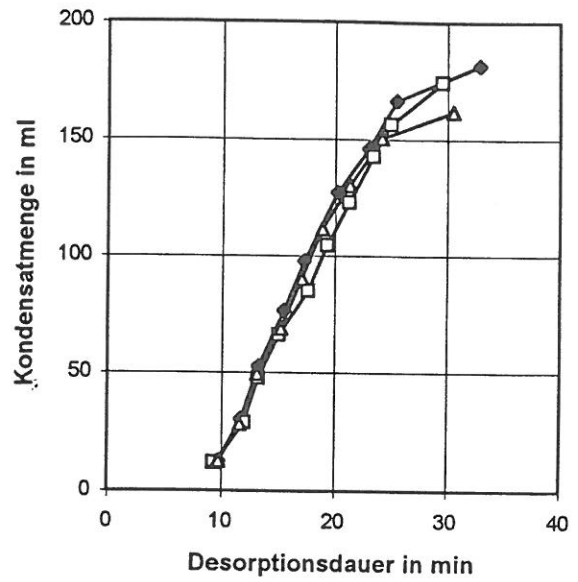


Bild 43: Desorptionsdauer

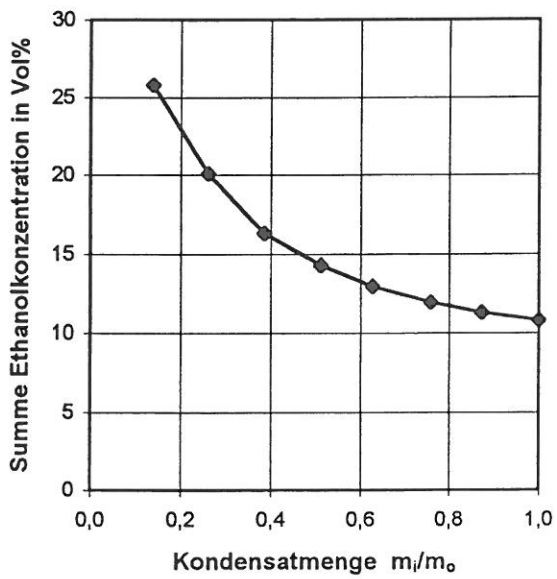


Bild 44: Anreicherung von Ethanol

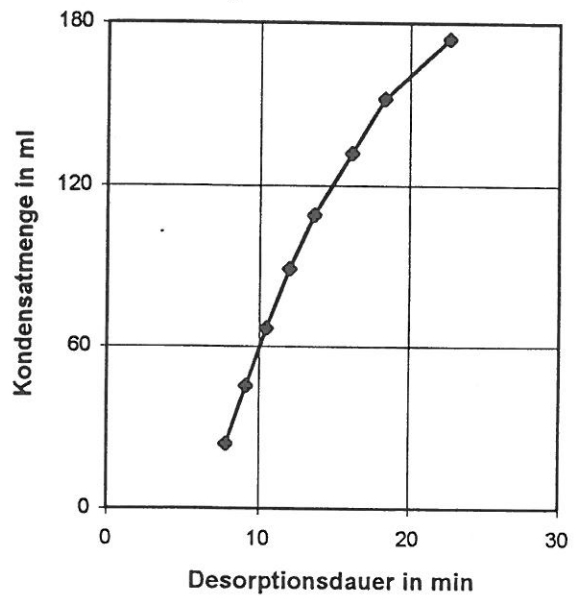


Bild 45: Desorptionsdauer

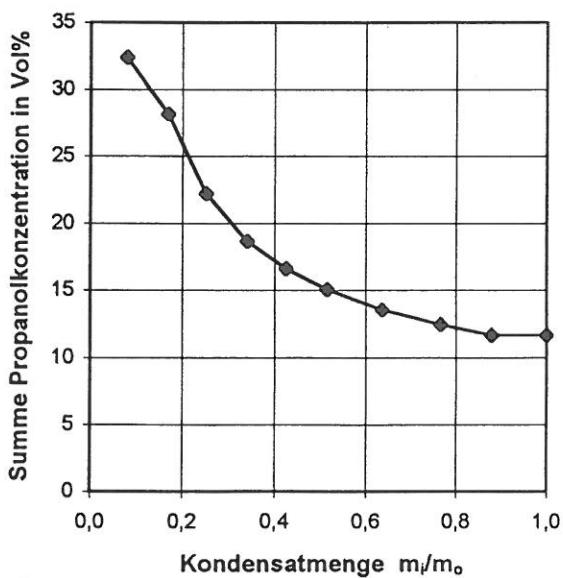


Bild 46: Anreicherung von Propanol

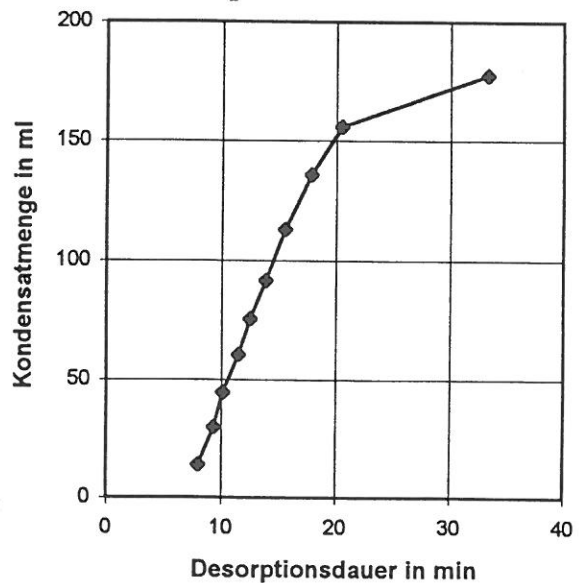


Bild 47: Desorptionsdauer

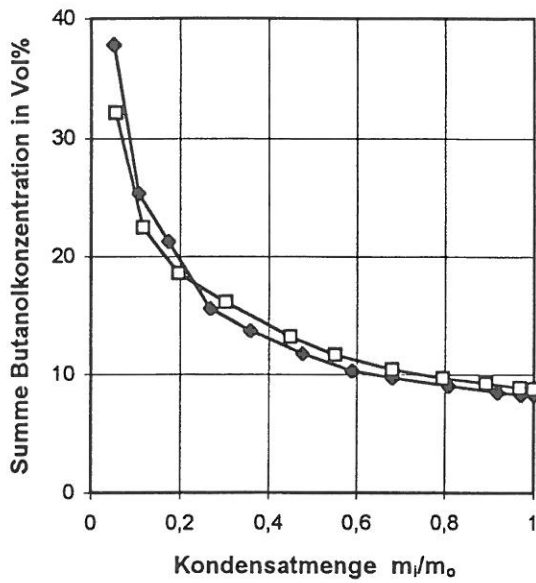


Bild 48: Anreicherung von Butanol

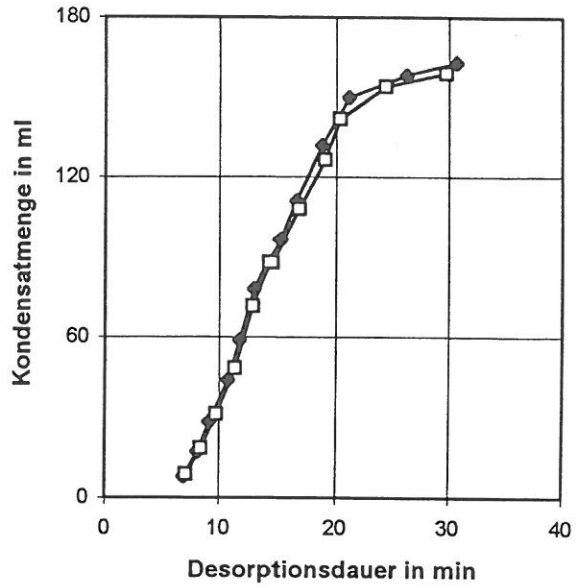


Bild 49: Desorptionsdauer

Gegenüber den bisher betrachteten Lösungsmitteln handelt es sich bei Dioxan um einen Stoff mit einem sehr geringen Dipolmoment. Hieraus kann abgeleitet werden, daß die Energieübertragung im wesentlichen auf die Wassermoleküle erfolgt und mithin die Dioxanmoleküle durch Wärmeleitung und/oder Konvektion auf die erforderliche Siedetemperatur erwärmt werden müssen. Die Versuchsergebnisse sind in den Bildern 50 und 51 und in den Tabellen 42 und 43 dargestellt.

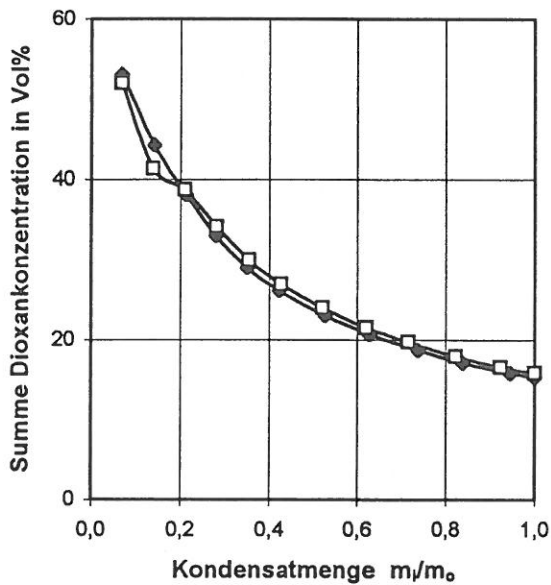


Bild 50: Anreicherung von Dioxan

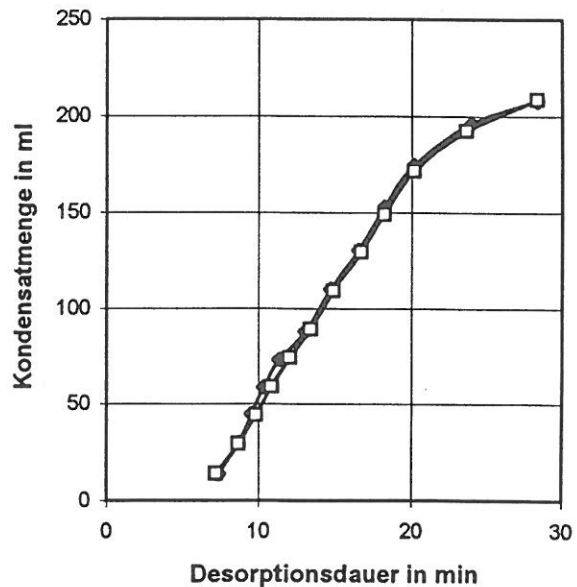


Bild 51: Desorptionsdauer

Die zu Beginn der Desorption im aufgefangenen Kondensat gemessenen Dioxankonzentrationen liegen unterhalb des Phasengleichgewichtes. Der Rückgewinnungsgrad des Lösungsmittels beträgt nur ca. 50%, obwohl vergleichbare Wassermengen zurückgewonnen werden. Dies bedeutet, daß Wechselwirkungen zwischen dem Lösungsmittel und dem Zeolithmaterial sich ungünstig auf das Desorptionsverhalten ausgewirkt haben bzw. die Erwärmung des in den Zeolithporen befindlichen Dioxans durch Wärmeleitung nicht ausreichend gewesen ist.

Nacheinander durchgeführten Ad- und Desorptionsversuche haben ergeben, daß der Zeolith durch die eingeschränkte Desorbierbarkeit nur zu 50% seiner möglichen Aufnahmekapazität genutzt werden kann, dies aber zyklisch möglich ist.

5. Folgerungen und Ausblick

Die Reinigung lösungsmittelhaltiger Abwässer mittels Zeolithen ist grundsätzlich möglich. Für eine selektive Lösungsmittelanreicherung stellte sich von den untersuchten Zeolithtypen ein anorganisch gebundener Na-ZSM5-Zeolith mit einem sehr hohen Si/Al-Verhältnis als geeignet heraus. Die Adsorption des Lösungsmittels an diesem Zeolithen ist abhängig von der Lösungsmittelart und -konzentration. Der geschwindigkeitsbestimmende Schritt bei der Adsorption ist die Diffusion des Lösungsmittels in die Poren des Zeolithmaterials, so daß der Reinigungsgrad über die Verweildauer gesteuert werden kann.

Inwieweit eine vollständige Entfernung des Lösungsmittels aus dem Lösungsmittel-Wasser-Gemisch durch Adsorption vorgenommen werden kann, kann aus den Versuchsergebnissen nicht abgeleitet werden, da hierfür keine geeignete Meßtechnik zur Verfügung stand.

Insgesamt werden Anreicherungsfaktoren zwischen 3 und 4 bei einer Lösungsmittelausgangskonzentration von 5 Vol% und 5 bis 10 bei einer Lösungsmittelausgangskonzentration von 1 Vol% erreicht. Anzumerken ist, daß gegebenenfalls höhere Anreicherungsfaktoren vorliegen, da es sich gezeigt hat, daß trotz aller Maßnahmen es nicht möglich gewesen ist, die sich im Zwickelvolumen der Zeolithschüttung gesammelte Flüssigkeit nach Abschluß des Adsorptionsvorganges vollständig zu entfernen.

Grundsätzlich entspricht der Desorptionsvorgang der Destillation der in der Schüttung enthaltenen Flüssigkeit. Hieraus resultiert, daß der maximale Anreicherungsfaktor durch das sich einstellende Phasengleichgewicht vorgegeben ist. Bedingt durch die schnellere Verarmung der in der Zeolithschüttung siedenden Flüssigkeit an Lösungsmittel nimmt der Anreicherungsfaktor mit zunehmender Versuchsdauer ab. Bei vollständiger Desorption der Flüssigkeitsmenge entspricht der Anreicherungsfaktor dem der Adsorption.

Der Desorptionsprozeß kann durch einen Rektifikationsprozeß überlagert werden. Je nach Lösungsmittel kann sich die Rektifikation positiv oder negativ auswirken. Beispielsweise ist bei einem Ethanol-Wasser-Gemisch mit einer Aus-

gangskonzentration von 5 Vol% eine Anreicherung auf ca. 90 Vol% im aufgefangenen Desorbat erreicht worden. Selbst im Fall von Butanol, das einen höheren Siedepunkt als Wasser aufweist, kann aufgrund des sich einstellenden Phasengleichgewichtes zu Beginn der Desorption eine deutlichere Anreicherung erreicht werden.

Für einen zyklischen Betrieb muß gewährleistet sein, daß die Adsorptionsdauer länger ist, als die Desorptions- und die erforderliche Abkühldauer des Adsorbentmaterials. Bei einer indirekten thermischen Energiezufuhr und der Annahme eines Festbettreaktors ist aufgrund der geringen Wärmeleitfähigkeit des Zeolithmaterials bereits die Desorptionsdauer deutlich höher als die Adsorptionsdauer, egal ob die Energiezufuhr radial oder axial erfolgt.

Durch den Einsatz von Mikrowellenenergie konnte die Desorptionsdauer so verkürzt werden, daß ein zyklischer Betrieb möglich ist. Bezogen auf die erreichbaren Lösungsmittelanreicherungsgrade im Kondensat und den Energieverbrauch bestehen keine nennenswerten Unterschiede gegenüber einer indirekten thermischen Energiezufuhr. Ausgenommen hiervon können Lösungsmittel sein, die ein sehr geringes Dipolmoment und einen deutlich höheren Siedepunkt als Wasser aufweisen. Im Fall von Dioxan hat sich gezeigt, daß die Wechselwirkungen zwischen Fest- und Flüssigphase und die gegenüber der Wasserverdampfung langsamere Erwärmung des sich in den Zeolithporen befindlichen Lösungsmittels sich ungünstig auf das Desorptionsverhalten ausgewirkt haben. Aus diesem Grunde konnte bezogen auf Dioxan nur ein Rückgewinnungsgrad von 50% erreicht werden, obwohl eine vergleichbare Wassermenge desorbiert worden ist. Trotzdem ist ein zyklischer Betrieb möglich, wobei jedoch anzumerken ist, daß nur ein entsprechender Teil der zur Verfügung stehenden Aufnahmekapazität des Zeolithmaterials ausgenutzt werden kann.

Insgesamt kann festgestellt werden, daß Lösungsmittel aus Lösungsmittel-Wassergemischen durch Adsorption an Zeolithmaterial entfernt werden können. Durch Desorption der gebundenen Flüssigkeit kann eine weitere durch die Pha-

sengleichwichte vorgegebene Aufkonzentrierung des Lösungsmittels erreicht werden. Der Einsatz von Mikrowellenenergie gestattet eine zyklische Betriebsweise.

Auf dieser Basis sollte Gegenstand weiterer Untersuchungen eine Maßstabsvergrößerung der Versuchsanlage sein. In diesem Zusammenhang ist insbesondere zu prüfen, inwieweit Reaktordurchmesser und -länge vergrößert werden können, ohne daß Behinderungen des Mikrowellenenergieeintrages auftreten. Hinsichtlich der Lösungsmittelart sind Stoffe zu untersuchen, die einen deutlich höheren Siedepunkt als Wasser und ein geringes Dipolmoment aufweisen. Hierauf aufbauend kann die Eignung des Verfahrens an technischen Prozeßwässern erprobt werden.

6. Zusammenfassung

Umwelttechnische Vorgaben erfordern die Reinigung von Prozeß- und Abwässern aus Lösungsmittelverwendenden Industriezweigen. Aus ökonomischen Gesichtspunkten wird angestrebt, die Lösungsmittel aus derartigen Wässern abzutrennen und im Sinne eines Recyclings dem Prozeß wieder verfügbar zu machen. Eine Möglichkeit der Lösungsmittelrückgewinnung stellt die Adsorption an Feststoffen dar. Gegenüber Aktivkohle bietet hier der Einsatz von Zeolithen den Vorteil, daß diese Materialien mit definierten Porendurchmessern und definierten Oberflächeneigenschaften hergestellt werden können. Diese Eigenschaften bilden die Grundvoraussetzung für eine selektive Trennung.

Grundgedanke ist es, in einem ersten Schritt das Lösungsmittel durch Adsorption aus der wässrigen Phase unter gleichzeitiger Anreicherung zu entfernen und in einem zweiten Schritt durch Desorption eine weitere Anreicherung des Lösungsmittels zu erzielen. Aus technischen und wirtschaftlichen Gründen sollte der Prozeß zyklisch betreibbar sein.

Vorversuche haben ergeben, daß ein anorganisch gebundener Na-ZSM5-Zeolith mit einem Porendurchmesser von 0,55 nm und einem Si/Al-Verhältnis von über 1000, also extrem hydrophob, für Lösungsmittel wie Methanol, Ethanol, Propanol, Butanol und Dioxan ein sehr gutes selektives Trennverhalten aufweist. Es können Reinigungsgrade von teilweise über 98% des Abwassers erreicht werden, wobei Aufkonzentrierungsfaktoren des Lösungsmittels durch Adsorption am Zeolithmaterial zwischen 4 und 10 realisiert werden.

Als nachteilig hat sich erwiesen, daß dieser Zeolith aufgrund seiner geringen Wärmeleitfähigkeit mittels indirekter thermischer Energiezufuhr nur unvollständig regeneriert werden kann. Durch den Einsatz einer speziell abgestimmten Mikrowellenapparatur ist es gelungen, die Desorptionsdauer so zu verkürzen, daß eine zyklische Betriebsweise ermöglicht wird. Als weiterer wesentlicher Vorteil hat sich ergeben, daß während der Desorption auf die Zugabe von Schleppegas weitgehend verzichtet werden kann. Die Rückgewinnung des Lösungsmittels kann nahezu vollständig durchgeführt werden. Im aufgefangenen Kondensat lassen sich Aufkonzentrierun-

gen erreichen, die einerseits durch die Phasengleichgewichte und andererseits durch eine überlagerte Rektifikation bestimmt werden. Am Beispiel eines Ethanol-Wasser-Gemisches konnte nachgewiesen werden, daß das im Ausgangsgemisch in einer Konzentration von 5 Vol% vorliegende Ethanol durch Adsorption am Zeolithen und Desorption auf bis zu 90 Vol% im aufgefangenen Kondensat angereichert werden konnte.

Bei Stoffen mit geringen Dipolmomenten und höheren Siedepunkten als Wasser verringert sich der erreichbare Rückgewinnungsgrad. Aus diesem Grunde konnte bei Dioxan ein zyklischer Betrieb nur unter Ausnutzung von ca. 50% der zur Verfügung stehenden Aufnahmekapazität des Zeolithmaterials realisiert werden.

Gegenstand weiterer Untersuchungen sollte die Anlagenvergrößerung und die Übertragbarkeit der Ergebnisse auf industrielle Prozeß- und Abwässer sein.

7. Literaturverzeichnis

- /1/ Einicke, W.-D.; Messow, U.; Schöllner, R.
Liquid-Phase Adsorption of n-Alkohol/Water Mixtures on Zeolith NaZSM5
Journal of Colloid and Interface Science, Vol. 122, No. 1, March 1988,
S. 280-282
- /2/ Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie, 4. Aufl., Bd. 17, 9
- /3/ Mengel, M.
Molekularsieb-Zeolithe
Chemie-Technik, 10. Jahrgang (1981) Nr. 11, S. 1135-1139
- /4/ Einicke, W.-D. et al.
Liquid-Phase Adsorption of Binary Ethanol-Water Mixtures on High-silica
Adsorbents
J. Chem. Soc. Faraday Trans., 1991, 87(8), S. 1279-1282
- /5/ Otten, W.; Gail, E.; Frey, T.
Einsatzmöglichkeiten hydrophober Zeolithe in der Adsorptionstechnik
Chem.-Ing.-Tech. 64 (1992) Nr. 10, S. 915-925
- /6/ Haas, F.
Lösemittelabscheidung an Molekularsieben
wlb „wasser, luft und betrieb“ 11-12/88, S. 43-44
- /7/ Konrad, G.; Eigenberger, G.
Rotoradsorber zur Abluftreinigung und Lösungsmittelrückgewinnung
Chem.-Ing.-Tech. 66 (1994) Nr. 3, S. 321-331
- /8/ Burkholder, H.; Fanslow, G.; Bluhm, D.
Recovery of Ethanol from a Molekular Sieve by Using Dielectric Heating
Ind. Eng. Chem. Fundam., Vol. 25, No. 3, 1986, S. 414-416
- /9/ Bathen, D.; Schmidt-Traub, H.; Strube, J.
Untersuchungen zur Regeneration zeolithischer Adsorbentien durch
Mikrowellenenergie
Posterbeitrag auf der Dechema Jahrestagung 1995, 30. Mai bis 1. Juni,
Wiesbaden
- /10/ Mersmann, A.; Börger, G.-G.; Scholl, S.
Abtrennung und Rückgewinnung von gasförmigen Stoffen durch Adsorption
Chem.-Ing.-Tech. 63 (1991) Nr. 9, S. 892-903

- /11/ Weber, H.
Trocknung von Galaktose-Kristallsuspensionen im Mikrowellenfeld
Diplomarbeit am Institut für Thermodynamik und Reaktionstechnik, TU-
Berlin, 1995
- /12/ Gmehling, J.; Onken, U.; Arlt, W.
Vapor-Liquid Equilibrium Data Collection (Supplement 1)
Chemistry Data Series, Vol. I, Part 1a

Anhang

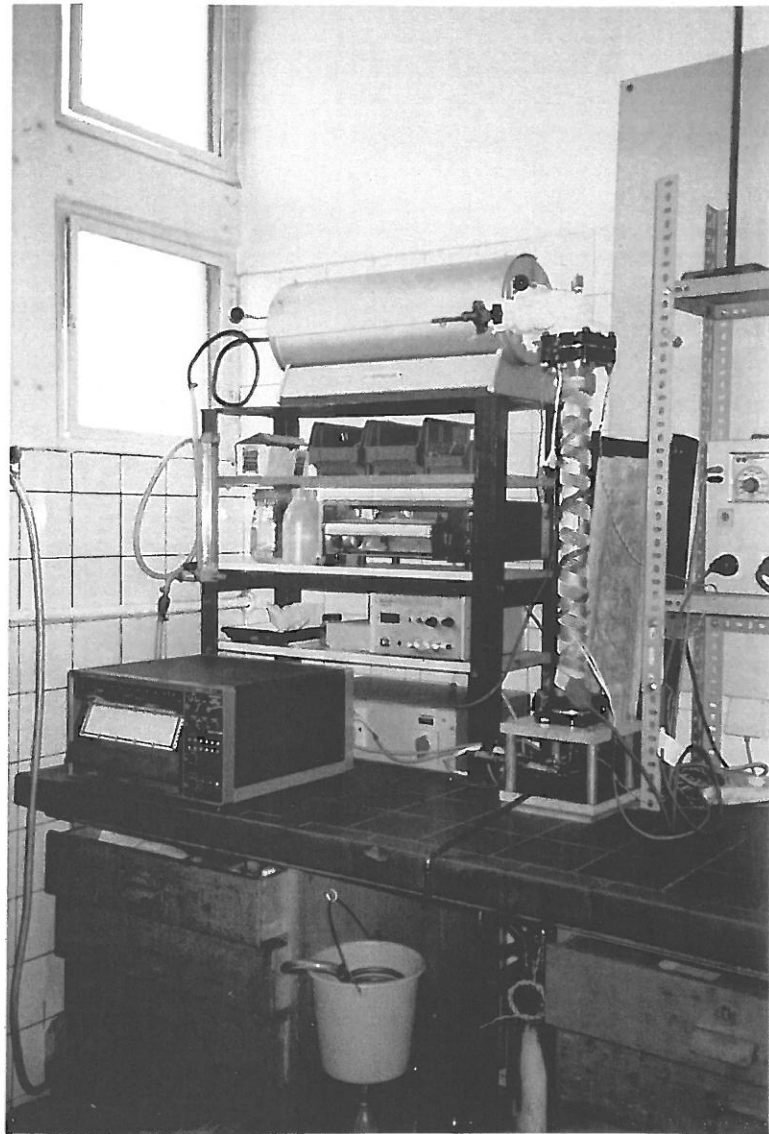


Bild 52: Anlage zur Desorption mit indirekter thermische Energiezufuhr

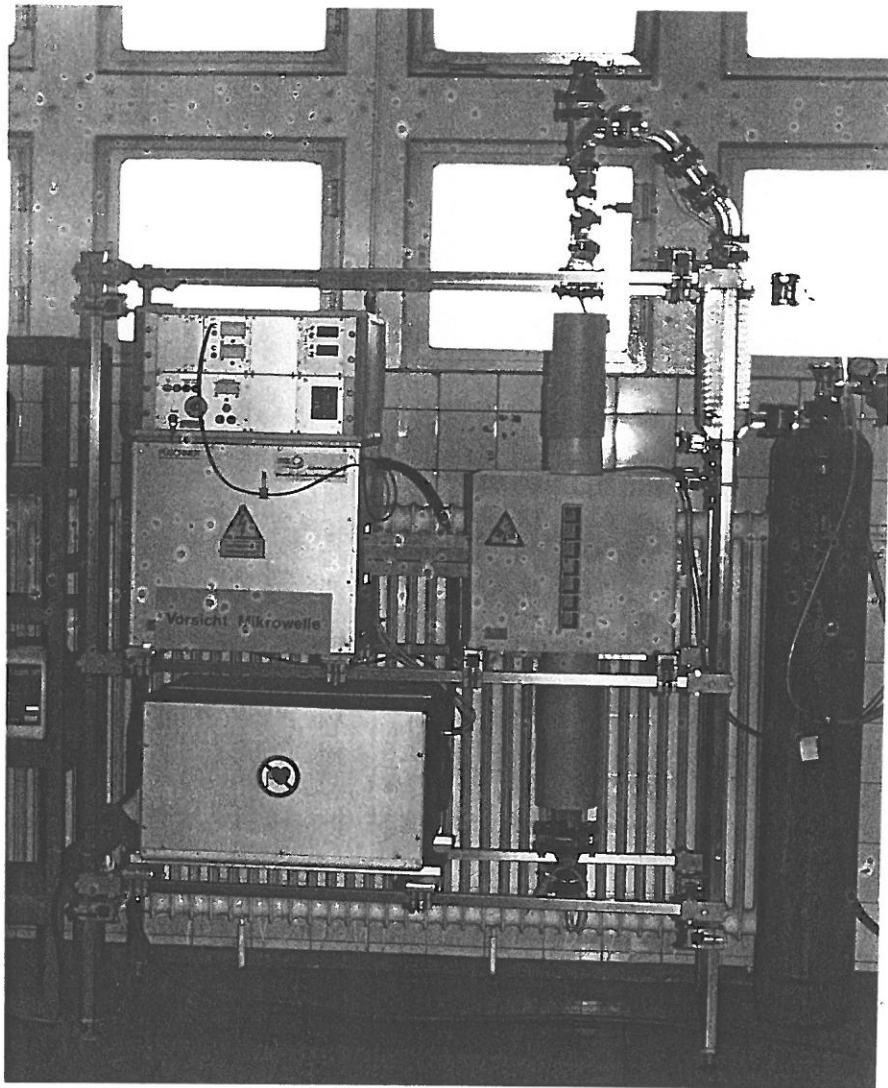


Bild 53: Anlage zur Desorption mit Mikrowellenenergiezufuhr

Anhang: Tabellen

Tabelle 1: Maximale Aufnahmekapazitäten

Tabelle 2: Durchbruchkurven der untersuchten Zeolithe für Ethanol

Tabelle 3: Durchbruchskurve für $V = 5$ ml/min

Tabelle 4: Durchbruchskurve für $V = 37$ ml/min

Tabelle 5: Durchbruchskurve für $V = 50$ ml/min

Tabelle 6: Durchbruchkurven bei unterschiedlichen Ethanolausgangskonzentrationen

Tabelle 7: Durchbruchkurven der untersuchten Lösungsmittel

Tabelle 8: Thermische Desorption mit Zeolith A

Tabelle 9: Thermische Desorption mit Zeolith B

Tabelle 10: Thermische Desorption mit Zeolith C

Tabelle 11: Thermische Desorption mit Zeolith D

Tabelle 12: Thermische Desorption bei einer Wandtemperatur von 80°C

Tabelle 13: Thermische Desorption bei einer Wandtemperatur von 170°C

Tabelle 14: Thermische Desorption mit verringerter Ausgangskonzentration

Tabelle 15: Thermische Desorption, Gleichstrom, Versuch Nr. 1

Tabelle 16: Thermische Desorption, Gleichstrom, Versuch Nr. 2

Tabelle 17: Temperaturmessungen bei der Mikrowellendesorption eines Ethanol-Wasser-Gemisches

Tabelle 18: Mikrowellendesorption eines Ethanol-Wasser-Gemisches mit 90% AL, Versuch Nr. 1

Tabelle 19: Mikrowellendesorption eines Ethanol-Wasser-Gemisches mit 90% AL, Versuch Nr. 2

Tabelle 20: Mikrowellendesorption eines Ethanol-Wasser-Gemisches mit 90% AL, Versuch Nr. 3

- Tabelle 21: Mikrowellendesorption eines Ethanol-Wasser-Gemisches mit 90% AL, Versuch Nr. 4
- Tabelle 22: Mikrowellendesorption eines Ethanol-Wasser-Gemisches mit 90% AL, Versuch Nr. 5
- Tabelle 23: Mikrowellendesorption eines Ethanol-Wasser-Gemisches mit 50% AL
- Tabelle 24: Mikrowellendesorption eines Methanol-Wasser-Gemisches mit 90% AL, Versuch Nr. 1
- Tabelle 25: Mikrowellendesorption eines Methanol-Wasser-Gemisches mit 90% AL, Versuch Nr. 2
- Tabelle 26: Mikrowellendesorption eines Methanol-Wasser-Gemisches mit 90% AL, Versuch Nr. 3
- Tabelle 27: Mikrowellendesorption eines Methanol-Wasser-Gemisches mit 90% AL, Versuch Nr. 4
- Tabelle 28: Mikrowellendesorption eines Propanol-Wasser-Gemisches mit 90% AL, Versuch Nr. 1
- Tabelle 29: Mikrowellendesorption eines Propanol-Wasser-Gemisches mit 90% AL, Versuch Nr. 2
- Tabelle 30: Mikrowellendesorption eines Butanol-Wasser-Gemisches mit 90% AL
- Tabelle 31: Mikrowellendesorption eines Methanol-Wasser-Gemisches mit 50% AL, Versuch Nr. 1
- Tabelle 32: Mikrowellendesorption eines Methanol-Wasser-Gemisches mit 50% AL, Versuch Nr. 2
- Tabelle 33: Mikrowellendesorption eines Propanol-Wasser-Gemisches mit 50% AL, Versuch Nr. 1
- Tabelle 34: Mikrowellendesorption eines Propanol-Wasser-Gemisches mit 50% AL, Versuch Nr. 2
- Tabelle 35: Mikrowellendesorption eines Methanol-Wasser-Gemisches mit verringerter Ausgangskonzentration, Versuch Nr. 1
- Tabelle 36: Mikrowellendesorption eines Methanol-Wasser-Gemisches mit verringerter Ausgangskonzentration, Versuch Nr. 2

- Tabelle 37: Mikrowellendesorption eines Methanol-Wasser-Gemisches mit verringerter Ausgangskonzentration, Versuch Nr. 3
- Tabelle 38: Mikrowellendesorption eines Ethanol-Wasser-Gemisches mit verringerter Ausgangskonzentration
- Tabelle 39: Mikrowellendesorption eines Propanol-Wasser-Gemisches mit verringerter Ausgangskonzentration
- Tabelle 40: Mikrowellendesorption eines Butanol-Wasser-Gemisches mit verringerter Ausgangskonzentration, Versuch Nr. 1
- Tabelle 41: Mikrowellendesorption eines Butanol-Wasser-Gemisches mit verringerter Ausgangskonzentration, Versuch Nr. 2
- Tabelle 42: Mikrowellendesorption eines Dioxan-Wasser-Gemisches mit 90% AL, Versuch Nr. 1
- Tabelle 43: Mikrowellendesorption eines Dioxan-Wasser-Gemisches mit 90% AL, Versuch Nr. 2
- Tabelle 44: Phasengleichgewichte von Methanol-Wasser-Gemischen
- Tabelle 45: Phasengleichgewichte von Ethanol-Wasser-Gemischen
- Tabelle 46: Phasengleichgewichte von Propanol-Wasser-Gemischen
- Tabelle 47: Phasengleichgewichte von Butanol-Wasser-Gemischen
- Tabelle 48: Phasengleichgewichte von Dioxan-Wasser-Gemischen

	Si/Al- Verhältnis	Poren- durchmesser (nm)	Wasser- aufnahme (g/kg)	Ethanol- aufnahme (g/kg)
Zeolith A	40	0,55	95	98
Zeolith B	45	0,55	292	295
Zeolith C	> 1000	0,55	28	95
Zeolith D	n. b.	0,74	226	168

Tabelle 1: Maximale Aufnahmekapazitäten

Adsorption: Ethanol, 5 Vol%
 V = 20 ml/min
 T = 20°C

Versuchsd. (min)	Zeolith A	Zeolith B	Zeolith C	Zeolith D
	Ethanolkonz.	Ethanolkonz.	Ethanolkonz.	Ethanolkonz.
	(Vol%)	(Vol%)	(Vol%)	(Vol%)
0	0,3	0,4	0,1	0,9
4	#NV	0,5	#NV	#NV
8	#NV	0,5	0,2	#NV
10	1,1	#NV	#NV	1,2
12	#NV	0,6	#NV	#NV
16	#NV	0,8	0,2	#NV
20	1,9	1,3	#NV	1,6
24	#NV	1,7	0,2	#NV
28	#NV	2,3	#NV	#NV
30	2,6	#NV	#NV	1,9
32	#NV	2,8	0,3	#NV
36	#NV	3,3	#NV	#NV
40	3,4	3,8	0,4	2,2
44	#NV	4,0	#NV	#NV
48	#NV	4,3	0,6	#NV
50	4,0	#NV	#NV	2,5
52	#NV	4,5	#NV	#NV
56	#NV	4,7	1,2	#NV
60	4,4	4,8	#NV	2,8
64	#NV	4,8	2,1	#NV
68	#NV	4,9	#NV	#NV
70	4,5	#NV	#NV	3,1
72	#NV	5,0	2,9	#NV
80	4,5		3,7	3,4
88	#NV		4,3	#NV
90	4,6		#NV	3,7
96	#NV		4,5	#NV
100	4,7		#NV	3,9
104	#NV		4,8	#NV
110	4,8		#NV	4,1
112	#NV		4,9	#NV
120	4,9			4,3
130	4,9			4,5
140	5,0			4,6
150	5,0			4,7
160				4,8
170				4,9
180				5,0
190				5,0
200				5,0
Aufgenommenes Wasser:	736 g/kg	506 g/kg	448 g/kg	768 g/kg
Aufgenommenes Ethanol:	46 g/kg	54 g/kg	80 g/kg	98 g/kg

Tabelle 2: Durchbruchkurven der untersuchten Zeolithe für Ethanol

Adsorption: Ethanol, 5 Vol%
 V = 5 ml/min
 T = 20°C

Versuchsd. (min)	Ethanolkonz. (Vol%)
0	0,1
20	0,1
40	0,1
60	0,1
80	0,1
100	0,1
120	0,1
140	0,1
160	0,1
180	0,7
200	1,8
220	3,0
240	3,8
260	4,2
280	4,4
300	4,6
320	4,6
340	4,6
360	4,7
380	4,9
Aufgen. Ethanol:	86 g/kg

Tabelle 3: Durchbruchskurve
 für V = 5 ml/min

Adsorption: Ethanol, 5 Vol%
 V = 37 ml/min
 T = 20°C

Versuchsd. (min)	Ethanolkonz. (Vol%)
0	0,6
4	0,6
8	0,7
12	1,0
16	1,3
20	1,8
24	2,3
28	2,9
32	3,3
36	3,6
40	3,9
44	4,3
48	4,4
52	4,6
56	4,8
60	4,9
64	4,9
68	5,0
Aufgen. Ethanol:	70 g/kg

Tabelle 4: Durchbruchskurve
 für V = 37 ml/min

Adsorption: Ethanol, 5 Vol%
 V = 50 ml/min
 T = 20°C

Versuchsd. (min)	Ethanolkonz. (Vol%)
0	0,5
4	0,5
8	0,6
12	1,0
16	1,3
20	1,8
24	2,2
28	2,6
32	2,9
36	3,2
40	3,6
44	3,9
48	4,2
52	4,4
56	4,6
Aufgen. Ethanol:	71 g/kg

Tabelle 5: Durchbruchskurve
 für V = 50 ml/min

Adsorption: Ethanol, 5 Vol% und 1 Vol%
 V = 20 ml/min
 T = 20°C

	5 Vol% Ausg.	1 Vol% Ausg.
Versuchsd.	Ethanolkonz.	Ethanolkonz.
(min)	(Vol%)	(Vol%)
0	0,1	0,1
8	0,2	#NV
16	0,2	#NV
24	0,2	#NV
30	#NV	0,2
32	0,3	#NV
40	0,4	#NV
48	0,6	#NV
56	1,2	#NV
60	#NV	0,2
64	2,1	#NV
72	2,9	#NV
80	3,7	#NV
88	4,3	#NV
90	#NV	0,3
96	4,5	#NV
104	4,8	#NV
112	4,9	#NV
120		0,4
150		0,5
180		0,6
210		0,7
240		0,8
270		0,9
300		0,9
330		1,0
360		1,0
390		1,0
Aufgen.		
Wasser:	448 g/kg	483 g/kg
Aufgen.		
Ethanol:	80 g/kg	27 g/kg

Tabelle 6: Durchbruchkurven bei unterschiedlichen Ethanolausgangskonzentrationen

Adsorption: Lösungsmittelausgangskonzentration = 5 Vol%
 V = 20 ml/min
 T = ca. 20°C

Versuchsd. (min)	mittlere Methanolkonz. (Vol%)	mittlere Ethanolkonz. (Vol%)	mittlere Propanolkonz. (Vol%)	mittlere Butanolkonz. (Vol%)	mittlere Dioxankonz. (Vol%)
0	1,65	0,35	0,50	0,70	0,50
10	2,33	0,45	1,25	1,62	1,40
20	2,80	0,75	2,00	2,33	2,40
30	3,15	1,15	2,55	2,76	2,95
40	3,50	1,65	2,85	3,25	3,30
50	3,75	2,25	3,20	3,52	3,65
60	4,00	2,60	3,40	3,79	3,85
70	4,10	2,90	3,65	3,95	4,10
80	4,15	3,25	3,85	4,06	4,25
90	4,25	3,50	4,00	4,17	4,35
100	4,40	3,75	4,10	4,22	4,40
110	4,45	3,95	4,15	4,33	4,50
120	4,50	4,20	4,25	4,44	4,60
130	4,50	4,25	4,30	4,55	4,70
140	4,50	4,35	4,40		4,73
150	4,50	4,50	4,50		4,75
160	4,50	4,60	4,55		
170		4,65	4,60		
180		4,70	4,65		
190			4,70		
200			4,75		
Aufgen. Lösungsmittel- menge:	52 g/kg	69 g/kg	65 g/kg	62 g/kg	77 g/kg

Tabelle 7: Durchbruchkurven der untersuchten Lösungsmittel

Lösungsmittel: Ethanol, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Zeolith A, 390 g (Säule war nur zu ca. 2/3 gefüllt)

Adsorption: $V = 20 \text{ ml/min}$ Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 310 ml
 $T = \text{Raumtemperatur ca. } 20^\circ\text{C}$ Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 22,7 ml

Desorption: thermische Energiezufuhr
 Leistung des Heizbandes = 330 W, $T = 130^\circ\text{C}$
 $V_{\text{gas}} = 188 \text{ l/h}$, Gegenstrom

Versuchsd. (min)	Kondensat		Ethanol		Temperatur in der Schüttung (°C)
	(ml)	Summe (ml)	(ml)	Summe (ml)	
21	21	21	3,4	3,4	85
25	21	42	3,8	7,2	71
30	15	57	2,5	9,7	72
37	26	83	2,9	12,6	70
41	12	95	1	13,6	69
49	12	107	1	14,6	59
75	22	129	1	15,6	62
94	18	147	1	16,6	56
114	18	165	1	17,6	53
150	25	190	1	18,6	58
Gesamt:	190		10	18,6	
Rückgewinnungsgrad:	61%			82%	

Tabelle 8: Thermische Desorption mit Zeolith A

Lösungsmittel: Ethanol, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Zeolith B, 870 g

Adsorption: V = 20 ml/min

T = Raumtemperatur ca. 20°C

Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 500 ml

Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 60 ml

Desorption: thermische Energiezufuhr

Leistung des Heizbandes = 330 W, T = 130°C

V_{Gas} = 188 l/h, Gegenstrom

Versuchsd. (min)	Kondensat		Ethanol		
	(ml)	Summe (ml)	(Vol%)	(ml)	Summe (ml)
35	105	105	30,0	31,5	31,5
50	73	178	21,8	7,3	38,8
80	54	232	18,5	4,1	42,9
150	128	375	13,1	6,4	49,3
Gesamt:		375	13		49,3
Rückgewinnungsgrad		75%			82%

Tabelle 9: Thermische Desorption mit Zeolith B

Lösungsmittel: Ethanol, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Zeolith C, 902 g

Adsorption: V = 20 ml/min

T = Raumtemperatur ca. 20°C

Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 495 ml

Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 90,5 ml

Desorption: thermische Energiezufuhr

Leistung des Heizbandes = 330 W, T = 130°C, Energieverbrauch ca. 4,5 kJ/ml des. Flüssigkeit

V_{Gas} = 188 l/h, Gegenstrom

Versuchsd. (min)	Kondensat		(Vol%)	Ethanol		Temperatur in der Schüttung (°C)
	(ml)	Summe (ml)		(ml)	Summe (ml)	
25	65,5	65,5	31	20,3	20,3	94
35	37,5	103	22	8,3	28,6	91
50	51	154	14	7,1	35,7	89
75	34	188	13	4,4	40,1	84
95	57	245	10,5	6	46,1	80
125	41	294	10,7	4,4	50,5	80
155	70,5	356,5	10	7	57,5	58
Gesamt:		356,5	16		57,5	
Rückgewinnungsgrad:		72%			64%	

Tabelle 10: Thermische Desorption mit Zeolith C

Lösungsmittel: Ethanol, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Zeolith D, 642 g

Adsorption: V = 20 ml/min

T = Raumtemperatur ca. 20°C

Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 572 ml
 Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 79,6 ml

Desorption: thermische Energiezufuhr

Leistung des Heizbandes = 330 W, T = 130°C

V_{Gas} = 188 l/h, Gegenstrom

Versuchsd. (min)	Kondensat		(Vol%)	Ethanol		Temperatur in der Schüttung (°C)
	(ml)	Summe (ml)		(ml)	Summe (ml)	
21	60	60	17	10,2	10,2	109
22	9,5	69,5	28	3	13,2	105
27	37	106,5	34	12,5	25,7	93
32,5	34,5	141	31	10,7	36,4	88
37,8	32,7	173,7	25	8,2	44,6	88
44	23	196,7	21	5	49,6	82
50	26	222,7	14	3,6	53,2	86
57	27	249,7	14	4	57,2	79
64	10	259,7	12	1,2	58,4	71
70	14	273,7	11	1,5	59,9	71
79	22	295,7	9,5	2	61,9	71
87	14	309,7	8	1	62,9	68
95	14	323,7	6,5	1	63,9	72
107	16	339,7	7,5	1	64,9	77
120	31,5	371,2	7	2,2	67,1	83
128	17	388,2	6,5	1	68,1	74
138	13	401,2	6	1	69,1	72
158	19,5	420,7	5	1	70,1	75
Gesamt:		420,7	17		70,1	
Rückgewinnungsgrad:		74%			88%	

Tabelle 11: Thermische Desorption mit Zeolith D

Lösungsmittel: Ethanol, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Zeolith C, 947 g

Adsorption: $V = 20$ ml/min

$T =$ Raumtemperatur ca. 20°C

Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 520 ml

Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 92 ml

Desorption: thermische Energiezufuhr

Leistung des Heizbandes = 330 W, $T = 80^{\circ}\text{C}$, Energieverbrauch ca. 1 kJ/ml des. Flüssigkeit

$V_{\text{Gas}} = 188$ l/h, Gegenstrom

Versuchsd. (min)	Kondensat		Ethanol		Temperatur in der Schüttung ($^{\circ}\text{C}$)
	(ml)	Summe (ml)	(ml)	Summe (ml)	
80	25	25	10,5	10,5	58
95	15,5	40,5	4,8	15,3	58
120	19	59,5	4,4	19,7	65
135	24	83,5	4,5	24,2	64
150	21	104,5	3,7	27,9	66
Gesamt:		104,5	27	27,9	
Rückgewinnungsgrad:		20%		30%	

Tabelle 12: Thermische Desorption bei einer Wandtemperatur von 80°C

Lösungsmittel: Ethanol, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Zeolith C, 902 g

Adsorption: V = 20 ml/min

T = Raumtemperatur ca. 20°C

Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 450 ml

Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 70 ml

Desorption:

thermische Energiezufuhr

Leistung des Heizbandes = 330 W, T = 170°C, Energieverbrauch ca. 6,3 kJ/ml des. Flüssigkeit

$V_{\text{Gas}} = 188 \text{ l/h}$, Gegenstrom

Versuchsd. (min)	Kondensat		Ethanol		Temperatur in der Schüttung (°C)	
	(ml)	Summe (ml)	(Vol%)	(ml)		Summe (ml)
21	65	65	24	15,7	15,7	111
27	38	103	17,5	6,6	22,3	97
34	32	135	13,8	4,4	26,7	91
39	18	153	12	2,2	28,9	90
46	18	171	12	2,1	31	87
54	20,5	191,5	10,6	2,2	33,2	88
62	17,5	209	10,7	1,9	35,1	86
67	10	219	12	1,2	36,3	86
77	18	237	12	2,1	38,4	86
89	18	255	11	2	40,4	86
107	21	276	12	2,5	42,9	86
135	19	295	13	2,5	45,4	85
146	4	299	13,5	0,5	45,9	85
Gesamt:		299	17		45,9	
Rückgewinnungsgrad:		66%			66%	

Tabelle 13: Thermische Desorption bei einer Wandtemperatur von 170°C

Zeolithmaterial: Zeolith C, 902 g

Adsorption: $V = 20 \text{ ml/min}$ Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 430 ml
 $T = \text{Raumtemperatur ca. } 20^\circ\text{C}$ Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 34 ml

Desorption: thermische Energiezufuhr
 Leistung des Heizbandes = 330 W, $T = 130^\circ\text{C}$
 $V_{\text{Gas}} = 188 \text{ l/h}$, Gegenstrom

Versuchsd. (min)	Kondensat		Ethanol		Temperatur in der Schüttung (°C)
	(ml)	Summe (ml)	(ml)	Summe (ml)	
25	72	72	11,5	11,5	85
35	35	107	3,7	15,2	77
50	36	143	3,8	19	74
80	61,5	204,5	4,9	23,9	70
110	43	247,5	3,2	27,1	68
140	32	279,5	2,2	29,3	68
Gesamt:		279,5	10,5	29,3	
Rückgewinnungsgrad:		65%		86%	

Tabelle 14: Thermische Desorption mit verringerter Ausgangskonzentration

Lösungsmittel: Ethanol, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 919 g

Adsorption: V = 20 ml/min

Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 480 ml

T = Raumtemperatur ca. 20°C

Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 91 ml

Desorption:

thermische Energiezufuhr

Leistung des Heizbandes = 330 W, T = 130°C

V_{Gas} = 188 l/h, Gleichstrom

Versuchsd. (min)	Kondensat		Ethanol		Energieverbr. (kJ)	spez. Energieverbr. (kJ/ml)
	(ml)	Summe (ml)	(Vol%)	(ml)		
15	30	30	69,6	20,9	20,9	
20	27	57	25,5	6,9	27,8	
25	20	77	21,2	4,2	32,0	
30	21	98	16,8	3,5	35,5	
40	30	128	15,8	4,7	40,2	
50	15	143	11,3	1,7	41,9	
60	30	173	12,5	3,8	45,7	
75	37	210	13,2	4,9	50,6	
90	20	230	12,8	2,6	53,2	
120	45	275	12,2	5,5	58,7	
160	77	352	11,2	8,6	67,3	4,390
Gesamt:		352	18		63,3	1544
Rückgewinnungsgrad:		73%			70%	

Tabelle 15: Thermische Desorption eines Ethanol-Wasser-Gemisches; Gleichstrom; Versuch Nr. 1

Lösungsmittel: Ethanol, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 842 g

Adsorption: V = 20 ml/min
T = Raumtemperatur ca. 20°C

Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 450 ml
Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 85 ml

Desorption: thermische Energiezufuhr
Leistung des Heizbandes = 330 W, T = 130°C
V_{Gas} = 188 l/h, Gleichstrom

Versuchsd. (min)	Kondensat		Ethanol		Energieverbr. (kJ)	spez. Energieverbr. (kJ/ml)
	(ml)	Summe (ml)	(ml)	Summe (ml)		
30	20	20	13,4	13,4	416	20,790
37	20	40	8,1	21,5	475	11,880
45	20	60	5,5	26,9	535	8,910
51	20	80	4,2	31,1	594	7,425
57	20	100	3,7	34,8	713	7,128
65	20	120	15,6	37,9	832	6,930
70	20	140	13	40,5	832	5,940
80	20	160	12,8	43,1	832	5,198
120	62	222	10,7	49,7	1069	4,816
135	82	304	9,5	57,5	1306	4,299
Gesamt:	304	19	57,5	1306	4,299	
Rückgewinnungsgrad:	68%		68%			

Tabelle 16: Thermische Desorption eines Ethanol-Wasser-Gemisches; Gleichstrom; Versuch Nr. 2

Versuchsd. (min)	Temp. in der Schüttung (°C)	Versuchsd. (min)	Temp. am Übergang 90% AL (°C)	Versuchsd. (min)	Temp. am Übergang 50%AL (°C)
0,0	16,8	0,0	21,0	0,0	21
0,2	16,8	0,3	21,0	0,3	25,5
0,4	25,8	1,3	21,0	1,7	25,5
0,6	42,6	1,7	21,0	3,3	25,5
0,8	58,1	2,2	21,0	4,3	25,5
1,0	69,7	2,8	22,0	5,0	25,5
1,2	81,3	3,2	22,5	5,8	26
1,4	87,8	3,5	22,8	7,5	41
1,6	94,3	4,2	55,0	7,7	59
1,8	98,1	4,3	82,3	7,8	74
2,0	100,7	4,5	84,0	8,0	77
2,2	102,0	5,0	89,0	8,3	77
2,4	102,0	5,5	93,0	8,7	78
2,6	102,0	6,0	95,0	9,0	79
2,8	102,0	7,8	96,7	9,3	79
3,0	102,0	8,2	96,7	9,7	82
3,2	102,0	9,0	96,8	10,0	85
3,4	102,0	10,3	97,0	10,3	87
3,6	102,0	11,7	97,0	11,0	91
3,8	102,0	13,3	97,0	11,5	92
5,8	102,0	15,0	97,0	12,0	93
10,8	102,0	16,7	97,0	12,3	94
15,8	102,0	20,3	97,0	12,8	95
17,8	104,6	21,7	96,0	13,3	96
20,8	112,3	22,3	96,0	14,0	96,5
22,8	123,9	22,7	92,0	14,7	96,5
25,8	147,2			15,2	97

Tabelle 17: Temperaturmessungen bei der Mikrowellendesorption eines Ethanol-Wasser-Gemisches

Lösungsmittel: Ethanol, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 548 g

Adsorption: V = 20 ml/min

T = Raumtemperatur ca. 20°C

Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 240 ml
 Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 46 ml

Desorption: Mikrowellenenergie

Ausgangsleistung = 1,08 KW

Versuchsd. (sec)	Kondensat		Ethanol		Energieverbr. (kJ)	spez. Energieverbr. (kJ/ml)
	(ml)	Summe (ml)	(ml)	Summe (ml)		
400	14	14	9,6	9,6	325	23,214
550	27	41	11,3	20,9	425	10,366
690	29	70	6,1	27,0	500	7,143
830	35	105	4,7	31,7	615	5,857
1020	40	145	4,2	35,9	760	5,241
1320	53	198	4,5	40,4	980	4,949
1600	35	233	7,2	42,9	1120	4,807
Gesamt:	233	18,4	42,9	1120	4,807	
Rückgewinnungsgrad:	97%		93%			

Tabelle 18: Mikrowellendesorption eines Ethanol-Wasser-Gemisches mit 90% AL; Versuch Nr. 1

Lösungsmittel: Ethanol, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 548 g

Adsorption: V = 20 ml/min
T = Raumtemperatur ca. 20°C
Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 260 ml
Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 49 ml

Desorption: Mikrowellenenergie
Ausgangsleistung = 1,08 kW

Versuchsd. (sec)	Kondensat		(Vol%)	Ethanol		Energieverbr. (kJ)	spez. Energieverbr. (kJ/ml)
	(ml)	Summe (ml)		(ml)	Summe (ml)		
400	19	19	73	13,9	13,9	354	18,632
570	44	63	36	15,8	29,7	492	7,810
720	43	106	12,4	5,3	35,0	611	5,764
910	40	146	10,1	4,0	39,0	737	5,048
1190	59	205	8,8	5,2	44,2	966	4,712
1420	23	228	7,6	1,7	45,9	1073	4,706
Gesamt:		228	20		45,9	1073	4,706
Rückgewinnungsgrad:		87%			93%		

Tabelle 19: Mikrowellendesorption eines Ethanol-Wasser-Gemisches mit 90% AL; Versuch Nr. 2

Lösungsmittel: Ethanol, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 548 g

Adsorption: V = 20 ml/min

T = Raumtemperatur ca. 20°C

Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 270 ml
Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 54 ml

Desorption: Mikrowellenenergie

Ausgangsleistung = 1,08 kW

Versuchsd. (sec)	Kondensat		Ethanol		Energieverbr. (kJ)	spez. Energieverbr. (kJ/ml)
	(ml)	Summe (ml)	(ml)	Summe (ml)		
430	19	19	70	13,3	360	18,947
540	28	47	41	11,5	440	9,362
650	33	80	18	6,0	550	6,875
810	45	125	11,8	5,3	655	5,240
1020	49	174	10,1	5,0	820	4,713
1300	48	222	7,7	3,7	974	4,387
Gesamt:	222	20,2	44,8	974	4,387	
Rückgewinnungsgrad:	82%		83%			

Tabelle 20: Mikrowellendesorption eines Ethanol-Wasser-Gemisches mit 90% AL; Versuch Nr. 3

Lösungsmittel: Ethanol, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 548 g

Adsorption: V = 20 ml/min

T = Raumtemperatur ca. 20°C

Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 260 ml

Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 48 ml

Desorption: Mikrowellenenergie

Ausgangsleistung = 1,08 kW

Versuchsd. (sec)	Kondensat		Ethanol		Energieverbr. (kJ)	spez. Energieverbr. (kJ/ml)
	(ml)	Summe (ml)	(Vol%)	(ml)		
500	19	19	73	13,9	412	21,684
610	22	41	42,8	9,4	489	11,927
710	23	64	23,1	5,3	572	8,938
750	22	86	17	3,7	595	6,919
820	20	106	13,1	2,6	646	6,094
910	21	127	11,2	2,4	713	5,614
1000	21	148	10,6	2,2	783	5,291
1100	22	170	9,4	2,1	850	5,000
1250	16	186	8,7	1,4	925	4,973
1400	14	200	9,7	1,4	1005	5,025
Gesamt:		200	22,2	44,4	1005	5,025
Rückgewinnungsgrad:		77%		92,50%		

Tabelle 21: Mikrowellendesorption eines Ethanol-Wasser-Gemisches mit 90% AL; Versuch Nr. 4

Lösungsmittel: Ethanol, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 525 g

Adsorption: V = 20 ml/min

T = Raumtemperatur ca. 20°C

Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 220 ml

Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 39 ml

Desorption: Mikrowellenenergie

Ausgangsleistung = 1,08 kW

mit Behelzung zwischen Schüttung und Kondensatorstrecke

Versuchsd. (sec)	Kondensat		Ethanol		Energieverbr. (kJ)	spez. Energieverbr. (kJ/ml)
	(ml)	Summe (ml)	(ml)	Summe (ml)		
390	13,5	13,5	7,5	7,5	312	23,111
470	13,5	27	5,4	12,9	389	14,407
520	14,5	41,5	4,7	17,5	411	9,904
590	16	57,5	3,3	20,8	480	8,348
670	20,5	78	3,3	24,1	536	6,872
770	20,5	98,5	2,7	26,8	608	6,173
860	20,5	119	2,3	29,1	683	5,739
970	21	140	2,0	31,2	759	5,421
1090	20,5	160,5	1,8	33,0	834	5,196
1300	21	181,5	1,8	34,8	950	5,234
Gesamt:		181,5	19,2	34,8	950	5,234
Rückgewinnungsgrad:		82%		89%		

Tabelle 22: Mikrowellendesorption eines Ethanol-Wasser-Gemisches mit 90% AL; Versuch Nr. 5

Lösungsmittel: Ethanol, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 513 g

Adsorption: V = 20 ml/min
T = Raumtemperatur ca. 23°C
Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 260 ml
Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 46 ml

Desorption: Mikrowellenenergie
Ausgangsleistung = 0,6 kW

Versuchsd. (sec)	Kondensat		Ethanol		Energieverbr. (kJ)	spez. Energieverbr. (kJ/ml)
	(ml)	Summe (ml)	(Vol%)	(ml)		
670	12	12	85	10,2	351	29,250
820	13	25	38,4	5,0	429	17,160
950	14,5	39,5	33	4,8	493	12,481
1050	16	55,5	34	5,4	550	9,910
1140	13,5	69	21,2	2,9	593	8,594
1220	14	83	14,8	2,1	633	7,627
1360	19	102	11,4	2,2	702	6,882
1520	19,5	121,5	10,4	2,0	777	6,395
1720	21	142,5	9,6	2,0	870	6,105
1900	20	162,5	10,1	2,0	950	5,846
2110	19,5	182	10,7	2,1	1031	5,665
3000	23,5	205,5	11,8	2,8	1268	6,170
Gesamt:		205,5	21		1268	6,17
Rückgewinnungsgrad:		79%				94%

Tabelle 23: Mikrowellendesorption eines Ethanol-Wasser-Gemisches mit 50% AL

Lösungsmittel: Methanol, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 514 g

Adsorption: V = 20 ml/min
T = Raumtemperatur ca. 20°C

Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 235 ml
Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 35 ml

Desorption: Mikrowellenenergie
Ausgangsleistung = 1,08 kW

Versuchsd. (sec)	Kondensat		Methanol		Energieverbr. (kJ)	spez. Energieverbr. (kJ/ml)
	(ml)	Summe (ml)	(ml)	Summe (ml)		
446	18	18	9,0	9,0	342	19,000
585	22,3	40,3	6,7	15,7	448	11,117
716	36	76,3	5,0	20,6	514	6,737
816	20,8	97,1	2,1	22,7	581	5,984
940	20,3	117,4	1,7	24,4	668	5,690
1059	19,5	136,9	1,3	25,7	760	5,551
1198	20	156,9	1,0	26,8	827	5,271
1570	11,7	168,6	0,5	27,3	1020	6,050
Gesamt:		168,6	16,2	27,3	1020	6,05
Rückgewinnungsgrad:		72%		78%		

Tabelle 24: Mikrowellendesorption eines Methanol-Wasser-Gemisches mit 90% AL, Versuch Nr. 1

Lösungsmittel: Methanol, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 514 g

Adsorption: V = 20 ml/min

T = Raumtemperatur ca. 20°C

Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 245 ml

Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 36 ml

Desorption: Mikrowellenenergie

Ausgangsleistung = 1,08 kW

Versuchsd. (sec)	Kondensat		Methanol		Energieverbr.		spez. Energieverbr. (kJ/ml)
	(ml)	Summe (ml)	(Vol%)	(ml)	(kJ)	(ml)	
373	9,2	9,2	57	5,2	313	5,2	34,022
490	15	24,2	34	5,1	420	10,3	17,355
606	23,2	47,4	21,4	5,0	518	15,3	10,928
718	28,7	76,1	13,4	3,8	622	19,2	8,173
834	21	97,1	10	2,1	702	21,3	7,230
942	17,8	114,9	8,5	1,5	779	22,8	6,780
1070	22,6	137,5	7	1,6	891	24,3	6,480
1212	14	151,5	4,4	0,6	976	25,0	6,442
1700	12,7	164,2	5,1	0,6	1211	25,6	7,375
Gesamt:		164,2	15,6		1211	25,6	7,375
Rückgewinnungsgrad:		67%				71%	

Tabelle 25: Mikrowellendesorption eines Methanol-Wasser-Gemisches mit 90% AL; Versuch Nr. 2

Lösungsmittel: Methanol, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 514 g

Adsorption: V = 20 ml/min
 T = Raumtemperatur ca. 20°C
 Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 250 ml
 Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 36 ml

Desorption: Mikrowellenenergie
 Ausgangsleistung = 1,08 kW

Versuchsd.	Kondensat	Methanol	Energie	spez. Energieverbr.
(sec)	(ml) Summe (ml)	(ml) Summe (ml)	(kJ)	(kJ/ml)
483	11	6,2	342	31,091
615	13,8	3,7	446	17,984
730	20,3	5,4	529	11,729
800	18,5	2,4	592	9,308
887	18,2	2,1	660	8,068
983	20,2	1,9	724	7,098
1107	21,7	1,6	790	6,386
1267	20	1,1	891	6,200
1420	20,3	1,1	947	5,774
1800	9	0,4	1114	6,439
Gesamt:	173	15	1114	6,439
Rückgewinnungsgrad:	69%	72%		

Tabelle 26: Mikrowellendesorption eines Methanol-Wasser-Gemisches mit 90% AL; Versuch Nr. 3

Lösungsmittel: Methanol, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 514 g

Adsorption: V = 20 ml/min

Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 220 ml

T = Raumtemperatur ca. 20°C

Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 31 ml

Desorption: Mikrowellenenergie

Ausgangsleistung = 1,08 kW

Versuchsd. (sec)	Kondensat		(Vol%)	Methanol		Energieverbr.	
	(ml)	Summe (ml)		(ml)	Summe (ml)	(kJ)	spez. Energieverbr. (kJ/ml)
466	13,3	13,3	51	6,8	6,8	364	27,368
560	17,5	30,8	37,6	6,6	13,4	436	14,156
669	27,2	58	14	3,8	17,2	519	8,948
769	21,9	79,9	10,7	2,3	19,5	595	7,447
867	23,5	103,4	8,7	2,0	21,6	672	6,499
1035	26,3	129,7	6,7	1,8	23,3	763	5,883
1186	20	149,7	5,7	1,1	24,5	828	5,531
1423	18,9	168,6	4,8	0,9	25,4	895	5,308
1996	19	187,6	3,4	0,6	26,0	1113	5,933
Gesamt:		187,6	14		26	1113	5,933
Rückgewinnungsgrad:		85%			84%		

Tabelle 27: Mikrowellendesorption eines Methanol-Wasser-Gemisches mit 90% AL; Versuch Nr. 4

Lösungsmittel: Propanol, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 514 g

Adsorption: V = 20 ml/min

T = Raumtemperatur ca. 20°C

Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 200 ml
Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 40 ml

Desorption: Mikrowellenenergie

Ausgangsleistung = 1,08 kW

Versuchsd. (sec)	Kondensat		Propanol		Energieverbr. (kJ)	spez. Energieverbr. (kJ/ml)
	(ml)	Summe (ml)	(ml)	Summe (ml)		
450	13,5	13,5	8,1	8,1	348	25,778
570	15	28,5	5,3	13,4	433	15,193
630	19	47,5	6,3	19,6	481	10,126
720	20	67,5	2,3	21,9	564	8,356
810	18,5	86	1,9	23,8	628	7,302
920	20	106	1,7	25,5	700	6,604
1060	21	127	1,9	27,4	806	6,346
1160	15	142	1,1	28,5	876	6,169
1660	17,5	159,5	1,4	29,9	1140	7,147
Gesamt:		159,5	18,7	29,9	1140	7,147
Rückgewinnungsgrad:		80%		75%		

Tabelle 28: Mikrowellendesorption eines Propanol-Wasser-Gemisches mit 90% AL, Versuch Nr. 1

Lösungsmittel: Propanol, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 514 g

Adsorption: V = 20 ml/min

T = Raumtemperatur ca. 20°C

Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 230 ml

Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 43,5 ml

Desorption: Mikrowellenenergie

Ausgangsleistung = 1,08 kW

Versuchsd. (sec)	Kondensat		(Vol%)	Propanol		Energieverbr. (kJ)	spez. Energieverbr. (kJ/ml)
	(ml)	Summe (ml)		(ml)	Summe (ml)		
480	13,5	13,5	63	8,5	8,5	366	27,111
570	15	28,5	38	5,7	14,2	435	15,263
640	19	47,5	29,8	5,7	19,9	512	10,779
690	20	67,5	15,2	3,0	22,9	546	8,089
800	18,5	86	10,8	2,0	24,9	608	7,070
910	20	106	10	2,0	26,9	685	6,462
1020	21	127	9,6	2,0	28,9	772	6,079
1170	15	142	7,6	1,1	30,1	883	6,218
1620	17,5	159,5	9,6	1,7	31,7	1129	7,078
Gesamt:		159,5	19,9		31,7	1129	7,078
Rückgewinnungsgrad:		69%			72%		

Tabelle 29: Mikrowellendesorption eines Propanol-Wasser-Gemisches mit 90% AL; Versuch Nr. 2

Lösungsmittel: Butanol, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 514 g

Adsorption: V = 20 ml/min

T = Raumtemperatur ca. 20°C

Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 220 ml
Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 39 ml

Desorption: Mikrowellenenergie

Ausgangsleistung = 1,08 kW

Versuchsd. (sec)	Kondensat		Butanol		Energieverbr. (kJ)	spez. Energieverbr. (kJ/ml)
	(ml)	Summe (ml)	(ml)	Summe (ml)		
405	7,8	7,8	4,0	4,0	295	37,848
486	9,6	17,4	2,0	6,0	351	20,185
560	13,8	31,2	2,4	8,4	407	13,057
646	20,6	51,8	3,9	12,3	471	9,086
745	20,5	72,3	2,5	14,7	517	7,153
924	18,3	90,6	1,2	15,9	599	6,615
1079	17,8	108,4	1,5	17,4	682	6,294
1233	19,8	128,2	1,2	18,7	779	6,077
1457	13,1	141,3	0,7	19,4	875	6,195
2088	6,7	148	0,6	20,0	1131	7,642
Gesamt:	148	13,5	20	1131	7,642	
Rückgewinnungsgrad:	67%		51%			

Tabelle 30: Mikrowellendesorption eines Butanol-Wasser-Gemisches mit 90% AL

Lösungsmittel: Methanol, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 514 g

Adsorption: V = 20 ml/min

T = Raumtemperatur ca. 24°C

Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 260 ml

Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 34 ml

Desorption: Mikrowellenenergie

Ausgangsleistung = 0,6 kW

Versuchsd. (sec)	Kondensat		(Vol%)	Methanol		Energieverbr. (kJ)	spez. Energieverbr. (kJ/ml)
	(ml)	Summe (ml)		(ml)	Summe (ml)		
830	12	12	74	8,9	8,9	387	26,357
970	14	26	26	3,6	12,5	453	16,071
1120	14,5	40,5	25	3,6	16,1	513	11,907
1260	14,5	55	18,8	2,7	18,9	577	9,982
1400	14,5	69,5	18,8	2,7	21,6	634	8,657
1560	14,5	84	10,5	1,5	23,1	701	7,609
1775	20,5	104,5	10	2,1	25,2	791	7,134
2020	21	125,5	9,7	2,0	27,2	891	6,844
2370	19	144,5	6,2	1,2	28,4	1038	6,746
3200	17	161,5	7,8	1,3	29,7	1330	7,527
Gesamt:		161,5	18,4		29,7	1330	7,527
Rückgewinnungsgrad:		62%			87%		

Tabelle 31: Mikrowellendesorption eines Methanol-Wasser-Gemisches mit 50% AL; Versuch Nr. 1

Lösungsmittel: Methanol, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 514 g

Adsorption: V = 20 ml/min
 T = Raumtemperatur ca. 24°C
 Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 235 ml
 Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 31 ml

Desorption: Mikrowellenenergie
 Ausgangsleistung = 0,6 kW

Versuchsd. (sec)	Kondensat		Methanol		Energieverbr. (kJ)	spez. Energieverbr. (kJ/ml)
	(ml)	Summe (ml)	(ml)	Summe (ml)		
812	14	14	9,3	9,3	369	26,357
967	14	28	3,8	13,1	450	16,071
1107	15	43	4,1	17,2	512	11,907
1228	14	57	2,7	19,9	569	9,982
1359	14,5	71,5	1,8	21,7	619	8,657
1596	20,5	92	2,2	23,9	700	7,609
1838	20	112	6,9	25,3	799	7,134
2050	19,5	131,5	7,4	26,8	900	6,844
2361	16	147,5	7,7	28,0	995	6,746
3000	9	156,5	12,4	29,1	1178	7,527
Gesamt:		156,5	18,6	29,1	1178	7,527
Rückgewinnungsgrad:		66%		94%		

Tabelle 32: Mikrowellendesorption eines Methanol-Wasser-Gemisches mit 50% AL; Versuch Nr. 2

Lösungsmittel: Propanol, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 514 g

Adsorption: V = 20 ml/min

T = Raumtemperatur ca. 20 °C

Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 210 ml

Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 41 ml

Desorption: Mikrowellenenergie

Ausgangsleistung = 0,6 kW

Versuchsd. (sec)	Kondensat		(Vol%)	Propanol		Energieverbr. (kJ)	spez. Energieverbr. (kJ/ml)
	(ml)	Summe (ml)		(ml)	Summe (ml)		
910	11	11	65	7,2	7,2	389	35,364
1030	14	25	37	5,2	12,3	438	17,520
1160	13	38	18,5	2,4	14,7	496	13,053
1270	13,5	51,5	18,4	2,5	17,2	547	10,621
1390	15	66,5	17,2	2,6	19,8	604	9,083
1530	14	80,5	14	2,0	21,8	666	8,273
1700	14,5	95	11,2	1,6	23,4	737	7,758
1970	19,5	114,5	9,2	1,8	25,2	839	7,328
2710	19	133,5	15,6	3,0	28,1	1057	7,918
Gesamt:		133,5	21		28,1	1057	7,918
Rückgewinnungsgrad:		64%			68%		

Tabelle 33: Mikrowellendesorption eines Propanol-Wasser-Gemisches mit 50% AL; Versuch Nr. 1

Lösungsmittel: Propanol, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 514 g

Adsorption: V = 20 ml/min

T = Raumtemperatur ca. 20°C

Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 220 ml
Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 40,5 ml

Desorption: Mikrowellenenergie

Ausgangsleistung = 0,6 kW

Versuchsd. (sec)	Kondensat		Propanol		Energieverbr. (kJ)	spez. Energieverbr. (kJ/ml)
	(ml)	Summe (ml)	(ml)	Summe (ml)		
980	14	14	8,7	8,7	410	29,286
1130	14	28	3,2	11,9	470	16,786
1270	14	42	3,2	15,1	524	12,476
1410	14	56	2,2	17,4	583	10,411
1560	14	70	2,4	19,7	639	9,129
1780	20,5	90,5	2,3	22,0	724	8,000
1950	14,5	105	1,2	23,2	797	7,590
2520	20	125	2,8	26,0	967	7,736
2800	19,5	144,5	2,1	28,1	1092	7,557
Gesamt:		144,5	19,4	28,1	1092	7,557
Rückgewinnungsgrad:		66%		69%		

Tabelle 34: Mikrowellendesorption eines Propanol-Wasser-Gemisches mit 50% AL; Versuch Nr. 2

Lösungsmittel: Methanol, 1 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 514 g

Adsorption: V = 20 ml/min

T = Raumtemperatur ca. 20°C

eine Massenbilanz konnte aufgrund der geringen Konzentrationen nicht aufgestellt werden

Desorption: Mikrowellenenergie

Ausgangsleistung = 1,08 kW

Versuchsd. (sec)	Kondensat		Methanol		Energieverbr. (kJ)	spez. Energieverbr. (kJ/ml)
	(ml)	Summe (ml)	(Vol%)	(ml)		
583	12,8	12,8	17,8	2,3	445	34,766
704	17,5	30,3	7,9	1,4	541	17,855
794	22,5	52,8	3,1	0,7	605	11,458
930	23,9	76,7	2,5	0,6	696	9,074
1038	21,1	97,8	2,7	0,6	777	7,945
1216	29,5	127,3	2	0,6	872	6,850
1381	18,8	146,1	1,4	0,3	977	6,687
1527	20,3	166,4	1,7	0,3	1069	6,424
1972	15,3	181,7	1,3	0,2	1282	7,056
Gesamt:		181,7	3,8		1282	7,056
				6,9		

Tabelle 35: Mikrowellendesorption eines Methanol-Wasser-Gemisches mit verringerter Ausgangskonzentration; Versuch Nr. 1

Lösungsmittel: Methanol, 1 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 514 g

Adsorption: V = 20 ml/min
 T = Raumtemperatur ca. 20°C
 eine Massenbilanz konnte aufgrund der geringen Konzentrationen nicht aufgestellt werden

Desorption: Mikrowellenenergie
 Ausgangsleistung = 1,08 kW

Versuchsd.	Kondensat	Methanol	Energieverbr.	spez. Energieverbr.
(sec)	(ml) Summe (ml)	(ml) Summe (ml)	(kJ)	(kJ/ml)
564	11,8	2,1	398	33,729
721	17	1,0	518	17,986
793	18,7	0,6	571	12,021
904	18,5	0,4	622	9,424
1060	19	0,4	738	8,682
1160	19,5	0,4	802	7,675
1276	18,5	0,3	892	7,252
1404	19,7	0,3	978	6,854
1496	13,6	0,2	1038	6,641
1771	17,9	0,2	1181	6,780
Gesamt:	174,2	6	1181	6,78

Tabelle 36: Mikrowellendesorption eines Methanol-Wasser-Gemisches mit verringerter Ausgangskonzentration; Versuch Nr. 2

Lösungsmittel: Methanol, 1 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 514 g

Adsorption: V = 20 ml/min

eine Massenbilanz konnte aufgrund der geringen Konzentrationen nicht aufgestellt werden

T = Raumtemperatur ca. 20°C

Desorption: Mikrowellenenergie

Ausgangsleistung = 1,08 kW

Versuchsd. (sec)	Kondensat		Methanol		Energieverbr.		spez. Energieverbr.	
	(ml)	Summe (ml)	(Vol%)	(ml)	Summe (ml)	(kJ)	(kJ/ml)	
585	12,8	12,8	15	1,9	1,9	461	36,016	
697	15,4	28,2	7,8	1,2	3,1	576	20,426	
788	21,3	49,5	3,3	0,7	3,8	635	12,828	
913	19,2	68,7	2,9	0,6	4,4	755	10,990	
1024	21,3	90	2,8	0,6	5,0	854	9,489	
1135	21,5	111,5	2,1	0,5	5,4	923	8,278	
1280	18,7	130,2	1,6	0,3	5,7	1035	7,949	
1448	20,2	150,4	1,7	0,3	6,1	1141	7,586	
1829	11,5	161,9	1,5	0,2	6,2	1307	8,073	
Gesamt:		161,9	3,8		6,2	1307	8,073	

Tabelle 37: Mikrowellendesorption eines Methanol-Wasser-Gemisches mit verringerter Ausgangskonzentration; Versuch Nr. 3

Lösungsmittel: Ethanol, 1 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 513 g

Adsorption: V = 20 ml/min

T = Raumtemperatur ca. 20°C

eine Massenbilanz konnte aufgrund der geringen Konzentrationen nicht aufgestellt werden

Desorption: Mikrowellenenergie

Ausgangsleistung = 1,08 kW

Versuchsd. (sec)	Kondensat		Ethanol		Energieverbr. (kJ)	spez. Energieverbr. (kJ/ml)
	(ml)	Summe (ml)	(ml)	Summe (ml)		
470	24	24	6,2	6,2	434	18,083
550	21,5	45,5	2,9	9,1	485	10,659
630	21,5	67	1,8	10,9	554	8,269
720	22	89	1,8	12,7	602	6,764
820	20	109	1,4	14,1	673	6,174
970	23	132	1,7	15,8	776	5,879
1100	20	152	1,4	17,2	839	5,520
1360	22	174	1,6	18,8	975	5,603
Gesamt:	174	10,8	18,8	975	5,603	

Tabelle 38: Mikrowellendesorption eines Ethanol-Wasser-Gemisches mit verringerter Ausgangskonzentration

Lösungsmittel: Propanol, 1 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 514 g

Adsorption: V = 20 ml/min

T = Raumtemperatur ca. 20°C

eine Massenbilanz konnte aufgrund der geringen Konzentrationen nicht aufgestellt werden

Desorption: Mikrowellenenergie

Ausgangsleistung = 1,08 kW

Versuchsd. (sec)	Kondensat		(Vol%)	Propanol		Energieverbr.	spez. Energieverbr.
	(ml)	Summe (ml)		(ml)	Summe (ml)	(kJ)	(kJ/ml)
480	14	14	32,4	4,5	4,5	379	27,071
560	16	30	24,4	3,9	8,4	439	14,633
610	14,5	44,5	10	1,5	9,9	472	10,607
690	16	60,5	8,8	1,4	11,3	544	8,992
750	15	75,5	8,4	1,3	12,6	596	7,894
830	16	91,5	7,6	1,2	13,8	653	7,137
930	21,5	113	7,2	1,5	15,3	725	6,416
1070	23	136	7	1,6	16,9	828	6,088
1230	20	156	6,2	1,2	18,2	932	5,974
2000	21,5	177,5	11,6	2,5	20,7	1306	7,358
Gesamt:		177,5	11,7		20,7	1306	7,358

Tabelle 39: Mikrowellendesorption eines Propanol-Wasser-Gemisches mit verringerter Ausgangskonzentration

Lösungsmittel: Butanol, 1 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 514 g

Adsorption: V = 20 ml/min
 T = Raumtemperatur ca. 20°C
 eine Massenbilanz konnte aufgrund der geringen Konzentrationen nicht aufgestellt werden

Desorption: Mikrowellenenergie
 Ausgangsleistung = 1,08 KW

Versuchsd. (sec)	Kondensat		Butanol		Energieverbr. (kJ)	spez. Energieverbr. (kJ/ml)
	(ml)	Summe (ml)	(ml)	Summe (ml)		
417	8,2	8,2	3,1	3,1	335	40,863
489	9,3	17,5	1,3	4,4	385	21,997
547	11	28,5	1,6	6,1	419	14,703
647	15,5	44	0,8	6,8	490	11,134
708	14,7	58,7	1,2	8,0	534	9,102
786	19,2	77,9	1,1	9,1	575	7,386
910	18,5	96,4	0,8	9,9	652	6,765
994	14,5	110,9	0,9	10,8	720	6,488
1128	21	131,9	1,1	11,9	799	6,057
1269	18,2	150,1	0,9	12,7	868	5,782
1578	8,3	158,4	0,3	13,1	995	6,282
1842	4,8	163,2	0,4	13,5	1104	6,767
Gesamt:		163,2	8,3	13,5	1104	6,767

Tabelle 40: Mikrowellendesorption eines Butanol-Wasser-Gemisches mit verringerter Ausgangskonzentration; Versuch Nr. 1

Lösungsmittel: Butanol, 1 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 514 g

Adsorption: V = 20 ml/min
T = Raumtemperatur ca. 20°C
eine Massenbilanz konnte aufgrund der geringen Konzentrationen nicht aufgestellt werden

Desorption: Mikrowellenenergie
Ausgangsleistung = 1,08 kW

Versuchsd. (sec)	Kondensat		Butanol		Energieverbr. (kJ)	Energieverbr. spez. Energieverbr. (kJ/ml)
	(ml)	Summe (ml)	(Vol%)	(ml)		
428	8,8	8,8	32,12	2,8	333	37,865
505	9,85	18,65	13,8	1,4	383	20,543
587	12,8	31,45	12,84	1,6	433	13,778
685	17	48,45	11,55	2,0	511	10,557
777	23	71,45	6,96	1,6	578	8,086
866	16,5	87,95	5,03	0,8	625	7,106
1010	20	107,95	5,12	1,0	712	6,594
1145	18,5	126,45	5,33	1,0	813	6,426
1222	15,5	141,95	5,6	0,9	853	6,011
1467	12	153,95	4,09	0,5	975	6,335
1788	5	159,0	5,8	0,3	1111	6,989
Gesamt:		159	8,7		1111	6,989
				13,9		

Tabelle 41: Mikrowellendesorption eines Butanol-Wasser-Gemisches mit verringerter Ausgangskonzentration; Versuch Nr. 2

Lösungsmittel: Dioxan, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 525 g

Adsorption: V = 20 ml/min

T = Raumtemperatur ca. 23°C

Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 280 ml
Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 67 ml

Desorption: Mikrowellenenergie

Ausgangsleistung = 1,08 kW

Versuchsd.	Kondensat	Dioxan	Energieverbr.	spez. Energieverbr.
(sec)	(ml) Summe (ml)	(ml) Summe (ml)	(kJ)	(kJ/ml)
440	14	7,4	390	27,857
520	15,5	5,6	460	15,593
570	15	3,9	499	11,213
620	14	2,3	528	9,026
680	14,5	1,9	564	7,726
780	15	1,8	645	7,330
880	22	2,4	726	6,600
990	20,5	1,7	820	6,284
1090	22,5	1,6	902	5,895
1210	21,5	1,3	980	5,616
1440	22	1,3	1096	5,578
1700	11,5	0,8	1207	5,803
Gesamt:	208	15,4	1207	5,803
Rückgewinnungsgrad:	74%			48%

Tabelle 42: Mikrowellendesorption eines Dioxan-Wasser-Gemisches mit 90% AL; Versuch Nr. 1

Lösungsmittel: Dioxan, 5 Vol%

Zeolithmaterial: Na-ZSM5, Si/Al > 1000, 525 g

Adsorption: V = 20 ml/min Aufgenommene Flüssigkeitsmenge = 250 ml
 T = Raumtemperatur ca. 23°C Aufgenommene Lösungsmittelmenge = 39 ml

Desorption: Mikrowellenenergie
 Ausgangsleistung = 1,08 kW

Versuchsd. (sec)	Kondensat		(Vol%)	Dioxan		Energieverbr. (kJ)	spez. Energieverbr. (kJ/ml)
	(ml)	Summe (ml)		(ml)	Summe (ml)		
430	14	14	52	7,3	7,3	368	26,286
520	15	29	31,4	4,7	12,0	439	15,138
590	15	44	33,6	5,0	17,0	491	11,159
650	15	59	20,5	3,1	20,1	535	9,068
720	15	74	13,8	2,1	22,2	578	7,811
800	15	89	12,2	1,8	24,0	643	7,225
890	20	109	10,7	2,1	26,1	712	6,532
1000	20,5	129,5	8,7	1,8	27,9	797	6,154
1090	19,5	149	7,7	1,5	29,4	867	5,819
1210	22,5	171,5	6,1	1,4	30,8	947	5,522
1420	21	192,5	5,6	1,2	32,0	1070	5,558
1700	16	208,5	7,4	1,2	33,2	1203	5,770
Gesamt:		208,5	15,9		33,2	1203	5,77
Rückgewinnungsgrad:		83%			85%		

Tabelle 43: Mikrowellendesorption eines Dioxan-Wasser-Gemisches mit 90% AL; Versuch Nr. 2

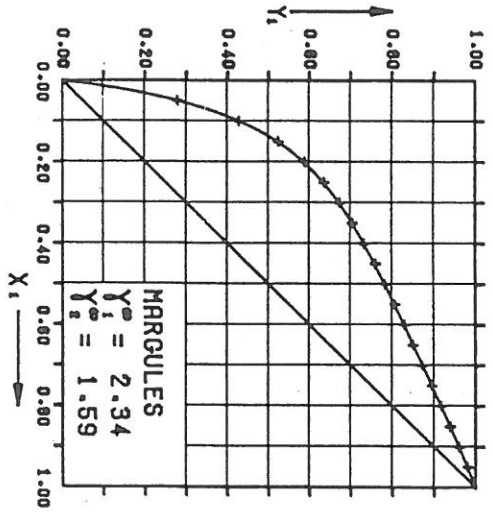
(1) METHANOL
 (2) WATER
 CH40
 H2O

++++ ANTOINE CONSTANTS REGION ++++
 (1) 7.76879 1408.360 223.600 25- 56 C METHOD 1
 (2) 8.07131 1730.630 233.426 1- 100 C METHOD 2
 CONSISTENCY
 +
 +

PRESSURE= 760.00 MM HG (1.013 BAR)

LIT: KOJIMA K., TOCHIGI K., SEKI H., MATASE K.
 KAGAKU KOGAKU 32,149(1968).

CONSTANTS: A12 A21 ALPHA12
 MARGULES 0.8517 0.4648
 VAN LAAR 0.8906 0.5139
 WILSON 243.9483 435.1416
 NRTL -293.4687 964.7813
 UNIQUAC -382.8038 645.8875 0.2989



EXPERIMENTAL DATA		MARGULES		VAN LAAR		WILSON		NRTL		UNIQUAC		
T DEG C	X1	Y1	DIFF T	DIFF Y1	DIFF T	DIFF Y1	DIFF T	DIFF Y1	DIFF T	DIFF Y1	DIFF T	DIFF Y1
100.00	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
92.39	0.0500	0.2797	0.06	-0.0010	0.18	-0.0039	0.14	-0.0025	0.08	-0.0015	0.19	-0.0042
87.53	0.1000	0.4277	0.08	-0.0018	0.10	-0.0012	-0.01	0.0020	0.08	-0.0008	0.10	-0.0012
84.01	0.1500	0.5233	-0.04	0.0015	-0.13	0.0046	-0.27	0.0089	-0.10	0.0041	-0.13	0.0046
81.48	0.2000	0.5870	-0.05	0.0015	-0.20	0.0056	-0.37	0.0103	-0.16	0.0051	-0.20	0.0055
79.48	0.2500	0.6352	-0.05	0.0020	-0.25	0.0060	-0.42	0.0105	-0.16	0.0060	-0.25	0.0056
77.90	0.3000	0.6723	-0.05	0.0010	-0.21	0.0041	-0.36	0.0083	-0.18	0.0057	-0.18	0.0034
76.56	0.3500	0.7036	-0.01	0.0002	-0.13	0.0020	-0.27	0.0057	-0.13	0.0033	-0.11	0.0012
75.36	0.4000	0.7317	0.00	-0.0001	-0.07	0.0005	-0.18	0.0036	-0.09	0.0023	-0.04	-0.0005
74.19	0.4500	0.7592	-0.07	0.0015	-0.09	0.0009	-0.11	0.0034	-0.13	0.0030	-0.05	-0.0003
73.16	0.5000	0.7834	-0.07	0.0014	-0.05	-0.0002	-0.11	0.0017	-0.09	0.0020	-0.05	-0.0014
72.20	0.5500	0.8065	-0.06	0.0010	0.01	-0.0012	-0.03	0.0004	-0.05	0.0010	0.05	-0.0023
71.29	0.6000	0.8287	-0.04	0.0004	0.06	-0.0022	0.04	0.0009	-0.05	0.0010	0.10	-0.0031
70.45	0.6500	0.8496	0.03	-0.0012	0.15	-0.0037	0.14	-0.0027	0.09	-0.0020	0.19	-0.0044
69.58	0.7000	0.8718	0.05	-0.0013	0.18	-0.0034	0.18	-0.0026	0.12	-0.0021	0.21	-0.0040
68.69	0.7500	0.8946	0.03	-0.0006	0.15	-0.0034	0.16	-0.0014	0.10	-0.0012	0.18	-0.0025
67.83	0.8000	0.9167	0.03	-0.0005	0.14	-0.0021	0.15	-0.0005	0.10	-0.0007	0.16	-0.0014
66.97	0.8500	0.9387	0.02	-0.0000	0.10	-0.0001	0.12	0.0005	0.07	0.0000	0.12	-0.0001
66.14	0.9000	0.9597	0.02	-0.0002	0.08	0.0004	0.09	0.0007	0.06	0.0002	0.09	-0.0004
65.31	0.9500	0.9806	0.01	0.0003	0.04	0.0008	0.04	0.0010	0.03	0.0006	0.04	0.0009
64.50	1.0000	1.0000	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

MEAN DEVIATION: 0.04 0.0009 0.12 0.0023 0.17 0.0036 0.10 0.0021 0.13 0.0025
 MAX. DEVIATION: 0.08 0.0020 0.25 0.0060 0.42 0.0105 0.21 0.0060 0.25 0.0056

THE FOLLOWING ANTOINE CONSTANT(S) A WERE USED FOR FITTING THE DATA:
 COMPONENT 1 A= 7.76926
 COMPONENT 2 A= 8.07126

Tabelle 44: Phasengleichgewichte von Methanol-Wasser-Gemischen, aus /12/

(1) ETHANOL
 (2) WATER

 C2H6O

 H2O

+++++ ANTOINE CONSTANTS REGION +++++
 (1) 8.11220 1592.864 226.184 20- 93 C METHOD 1 CONSISTENCY
 (2) 8.07131 1730.630 233.426 1- 100 C METHOD 2

PRESSURE= 760.00 MM HG (1.013 BAR)

LIT: HEITZ J.E.
 AM.J.ENOL.VITICULT.11,19(1960).

CONSTANTS: A12 A21 ALPHA12

MARGULES 1.6534 0.9110
 VAN LAAR 1.6679 1.0632
 WILSON 177.7372 1102.1827
 NRTL 21.6167 1192.7527 0.3015
 UNIQUAC 253.8278 69.1239

EXPERIMENTAL DATA		MARGULES		VAN LAAR		WILSON		NRTL		UNIQUAC	
T DEG C	X1	DIFF T	DIFF Y1	DIFF T	DIFF Y1	DIFF T	DIFF Y1	DIFF T	DIFF Y1	DIFF T	DIFF Y1
93.80	0.0250	0.36	-0.0050	-0.33	-0.0058	-0.29	-0.0064	-0.37	-0.0043	-0.31	-0.0060
86.00	0.0840	-1.09	-0.0187	-1.17	-0.0166	-1.30	-0.0121	-1.08	-0.0181	-1.18	-0.0157
81.00	0.2930	0.13	-0.0168	0.15	-0.0184	0.11	-0.0171	0.16	-0.0156	0.11	-0.0167
78.00	0.7350	-0.35	-0.0102	0.00	-0.0139	0.27	-0.0150	-0.02	-0.0126	0.05	-0.0141
MEAN DEVIATION:		0.48	0.0127	0.41	0.0137	0.49	0.0126	0.41	0.0127	0.41	0.0131
MAX. DEVIATION:		1.09	0.0188	1.17	0.0185	1.30	0.0171	1.08	0.0181	1.18	0.0167

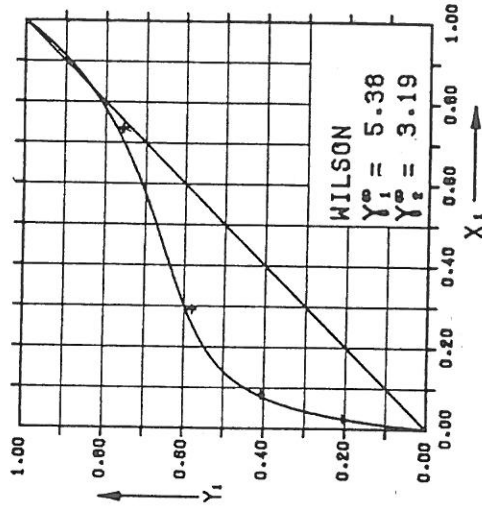


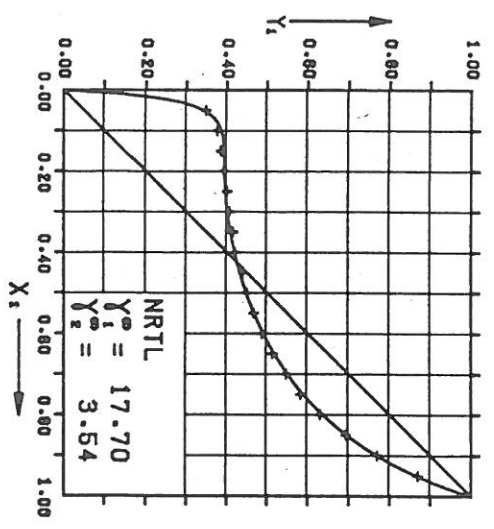
Tabelle 45: Phasengleichgewichte von Ethanol-Wasser-Gemischen, aus /12/

(1) I-PROPANOL
 (2) WATER
 CH80
 H20

++++ ANTOINE CONSTANTS REGION +++++
 (1) 7.74416 1437.686 198.463 60-105 C
 (2) 8.07131 1730.630 233.426 1-100 C
 PRESSURE= 760.00 MM HG (1.013 BAR)
 METHOD 1
 METHOD 2 +
 CONSISTENCY

LIT: KOJIMA K., TOCHIGI K., SEKI H., WATASE K.
 KAGAKU KOGAKU 32, 149 (1968).

CONSTANTS: A12 A21 ALPHA12
 MARGULES 2.2799 1.0268
 VAN LAAR 2.7205 1.1555
 WILSON 1618.7879 1270.2305
 NRTL 360.1142 1844.0908 0.4687
 UNIQUAC 167.5957 306.3524



EXPERIMENTAL DATA

T DEG C	X1	Y1	MARGULES DIFF T	MARGULES DIFF Y1	VAN LAAR DIFF T	VAN LAAR DIFF Y1	WILSON DIFF T	WILSON DIFF Y1	NRTL DIFF T	NRTL DIFF Y1	UNIQUAC DIFF T	UNIQUAC DIFF Y1
130.00	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
39.30	0.0500	0.3481	-2.67	0.0615	-0.86	0.0179	0.20	0.0041	0.0	0.0	-0.94	0.0201
88.38	0.1000	0.3759	-0.73	-0.0029	0.24	-0.0155	-0.12	0.0133	0.27	-0.0102	0.20	-0.0147
88.10	0.1500	0.3858	0.09	-0.0299	0.40	-0.0203	-0.12	0.0130	0.20	-0.0073	0.39	-0.0201
87.95	0.2000	0.3922	0.33	-0.0382	0.31	-0.0162	-0.06	0.0102	0.08	-0.0022	0.32	-0.0167
87.81	0.2500	0.3999	0.29	-0.0351	0.16	-0.0081	-0.04	0.0085	-0.02	0.0034	0.18	-0.0091
87.72	0.3000	0.4065	0.21	-0.0289	0.09	-0.0020	0.01	0.0051	-0.05	0.0053	0.10	-0.0036
87.65	0.3500	0.4139	0.13	-0.0207	0.03	0.0023	0.04	0.0013	-0.05	0.0051	0.06	-0.0006
87.62	0.4000	0.4202	0.10	-0.0148	0.03	0.0025	0.06	-0.0048	-0.04	0.0009	0.06	0.0006
87.62	0.4500	0.4397	0.11	0.0020	0.02	0.0123	0.07	0.0007	-0.04	0.0070	0.06	0.0104
87.65	0.5000	0.4499	0.11	0.0058	-0.01	0.0090	0.05	-0.0051	-0.07	0.0008	0.03	0.0073
87.77	0.5500	0.4667	0.14	0.0115	-0.02	0.0081	0.06	-0.0067	-0.08	-0.0019	0.02	0.0067
87.98	0.6000	0.4878	0.16	0.0157	-0.05	0.0067	0.08	-0.0070	-0.10	-0.0039	-0.01	0.0057
89.31	0.6500	0.5139	0.15	0.0178	-0.09	0.0050	0.06	-0.0062	-0.10	-0.0050	-0.05	0.0044
88.79	0.7000	0.5467	0.09	0.0182	-0.13	0.0038	0.12	-0.0037	-0.08	-0.0044	-0.08	0.0036
89.40	0.7500	0.5834	-0.06	0.0124	-0.21	-0.0011	0.14	-0.0027	-0.09	-0.0038	-0.17	-0.0009
90.24	0.8000	0.6300	-0.25	0.0045	-0.27	-0.0053	0.21	-0.0022	-0.08	-0.0065	-0.24	-0.0049
91.40	0.8500	0.6917	-0.39	0.0026	-0.26	-0.0060	0.21	0.0016	-0.02	-0.0029	-0.23	-0.0056
92.87	0.9000	0.7690	-0.49	-0.0102	-0.22	-0.0064	0.23	0.0045	0.08	0.0006	-0.21	-0.0061
94.75	0.9500	0.8689	-0.41	-0.0125	-0.13	-0.0046	0.18	0.0053	0.11	0.0031	-0.13	-0.0045
97.12	1.0000	1.0000	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

MEAN DEVIATION: 0.37 0.0182 0.19 0.0081 0.10 0.0057 0.10 0.0043 0.19 0.0077
 MAX. DEVIATION: 2.67 0.0615 0.86 0.0203 0.23 0.0133 0.27 0.0102 0.94 0.0202

THE FOLLOWING ANTOINE CONSTANT(S) A WERE USED FOR FITTING THE DATA:
 COMPONENT 1 A= 7.74472
 COMPONENT 2 A= 8.07126

Tabelle 46: Phasengleichgewichte von Propanol-Wasser-Gemischen, aus /12/

(1) WATER
 (2) 1-BUTANOL

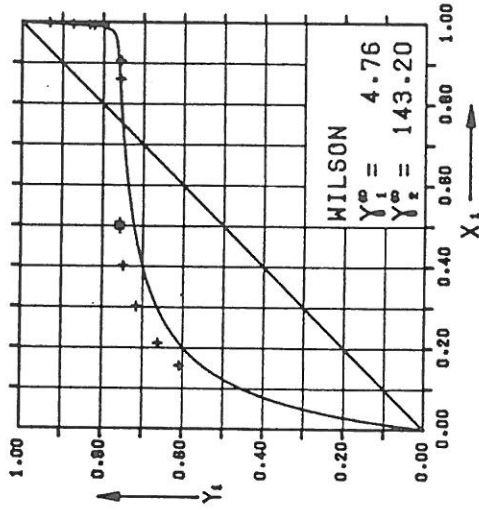
H2O
 C4H10O

+++++ ANTOINE CONSTANTS REGION +++++
 (1) 8.07131 1730.630 233.426 1- 100 C METHOD 1 CONSISTENCY
 (2) 7.83800 1558.190 196.881 -1- 118 C METHOD 2

PRESSURE= 760.00 MM HG (1.013 BAR)

LIT: BUSHMAKIN I.N., BEGETOVA A.P., KUCHINSKAYA K.I.,
 SINTET.KAUCHUK 4,8(1936).

CONSTANTS: A12 A21 ALPHA12
 MARGULES 0.1299 3.5472
 VAN LAAR 1.0478 4.4817
 WILSON 1708.3604 2109.8703
 NRTL 2868.0214 719.4853 0.4557
 UNIQUAC 911.5077 -131.4018



EXPERIMENTAL DATA		MARGULES		VAN LAAR		WILSON		NRTL		UNIQUAC		
T DEG C	X1	Y1	DIFF T	DIFF Y1	DIFF T	DIFF Y1	DIFF T	DIFF Y1	DIFF T	DIFF Y1	DIFF T	DIFF Y1
99.10	0.1560	0.6070	-7.69	0.1427	-5.40	0.1279	-1.03	0.0558	-1.72	0.0689	-5.63	0.1320
96.30	0.2106	0.6604	-5.58	0.0616	-5.26	0.0970	-1.45	0.0521	-2.26	0.0649	-5.45	0.0996
94.50	0.3016	0.7143	-0.71	-0.0237	-3.30	0.0531	-0.87	0.0495	-1.58	0.0567	-3.40	0.0534
93.30	0.4011	0.7479	2.26	-0.0596	-1.64	0.0175	-0.68	0.0480	-1.08	0.0455	-1.66	0.0165
93.95	0.4927	0.7563	4.23	-0.0723	0.71	-0.0155	0.64	0.0359	0.60	0.0232	0.73	-0.0170
92.95	0.5070	0.7563	3.27	-0.0730	-0.10	-0.0205	-0.28	0.0334	-0.28	0.0191	-0.07	-0.0219
92.95	0.8605	0.7563	2.65	0.0800	1.16	-0.0023	0.13	-0.0027	0.80	-0.0076	1.19	-0.0021
92.95	0.9056	0.7563	3.06	0.0969	1.96	0.0384	0.08	-0.0056	1.28	0.0182	2.00	0.0386
94.70	0.9923	0.7976	-2.32	-0.0937	0.76	0.0013	0.22	-0.0166	0.85	0.0037	0.84	0.0035
95.30	0.9936	0.8209	-2.14	-0.0855	0.68	0.0034	0.49	-0.0037	0.77	0.0061	0.73	0.0049
95.70	0.9946	0.8335	-2.09	-0.0852	0.49	-0.0028	0.56	-0.0014	0.58	-0.0001	0.51	-0.0019
96.30	0.9958	0.8732	-1.93	-0.0614	0.28	0.0100	0.65	0.0218	0.36	0.0133	0.28	0.0109
95.75	0.9989	0.9316	-3.75	-0.0406	-2.99	-0.0232	-2.45	-0.0047	-2.97	-0.0224	-3.01	-0.0239
MEAN DEVIATION:			3.21	0.0758	1.90	0.0318	0.73	0.0255	1.16	0.0269	1.96	0.0328
MAX. DEVIATION:			7.69	0.1427	5.40	0.1279	2.45	0.0558	2.97	0.0689	5.63	0.1320

Tabelle 47: Phasengleichgewichte von Butanol-Wasser-Gemischen, aus /12/

(1) WATER
 (2) 1,4-DIOXANE

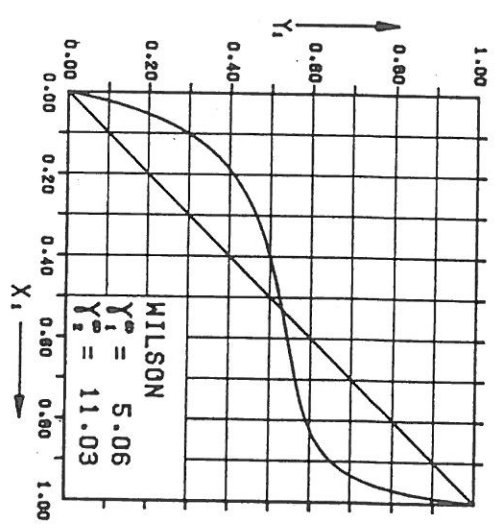
 H2O
 C4H8O2

+++++ ANTOINE CONSTANTS REGION +++++
 (1) 8.07131 1730.630 233.426 1- 100 C
 (2) 7.43155 1554.679 240.337 20- 105 C

PRESSURE= 760.00 MM HG (1.013 BAR)

LIT: HIRATA M.,
 VAPOR-LIQUID EQUILIBRIA IN MULTICOMPONENT MIXTURES JABLONNA 1975.

CONSTANTS: A12 A21 ALPHA12
 MARGULES 1.4965 2.1096
 VAN LAAR 1.5344 2.1656
 WILSON 1736.4006 222.3384
 NRTL 1229.4624 539.4513
 UNIQUAC -354.7806 1069.2437



EXPERIMENTAL DATA		MARGULES		VAN LAAR		WILSON		NRTL		UNIQUAC	
T DEG C	X1	DIFF T	Y1 CALC	DIFF T	Y1 CALC	DIFF T	Y1 CALC	DIFF T	Y1 CALC	DIFF T	Y1 CALC
96.80	0.0500	-0.00	0.1797	0.00	0.1825	-0.00	0.1917	-0.00	0.1868	0.00	0.1962
92.80	0.1000	-0.57	0.2912	-0.47	0.2923	-0.07	0.2980	-0.30	0.2945	0.02	0.2988
89.60	0.2000	-0.22	0.4185	-0.24	0.4158	-0.13	0.4089	-0.21	0.4119	-0.25	0.4047
88.30	0.3000	0.06	0.4833	-0.02	0.4795	-0.11	0.4651	-0.07	0.4725	-0.29	0.4608
87.70	0.4000	0.05	0.5166	-0.02	0.5140	-0.16	0.4994	-0.08	0.5077	-0.32	0.4980
87.60	0.4500	0.05	0.5260	-0.00	0.5247	-0.14	0.5122	-0.06	0.5198	-0.29	0.5130
87.50	0.5000	-0.01	0.5322	-0.06	0.5322	-0.14	0.5222	-0.06	0.5198	-0.29	0.5130
87.60	0.5500	0.09	0.5361	0.05	0.5376	-0.18	0.5234	-0.10	0.5294	-0.32	0.5265
87.70	0.6000	0.18	0.5388	0.14	0.5417	-0.02	0.5429	0.08	0.5439	-0.21	0.5390
87.90	0.7000	0.30	0.5453	0.24	0.5500	-0.03	0.5625	0.14	0.5567	-0.16	0.5725
88.40	0.8000	0.31	0.5673	0.28	0.5711	-0.08	0.5897	0.18	0.5784	-0.10	0.5965
90.30	0.9000	-0.04	0.6467	0.09	0.6450	0.14	0.6510	0.17	0.6455	0.49	0.6449
92.80	0.9500	-0.62	0.7520	-0.41	0.7467	0.16	0.7341	-0.23	0.7424	0.75	0.7188
MEAN DEVIATION:		0.19		0.16		0.10		0.12		0.26	
MAX. DEVIATION:		0.62		0.47		0.18		0.30		0.75	

Tabelle 48: Phasengleichgewichte von Dioxan-Wasser-Gemischen, aus /12/