

Protokoll zur VT Laborübung für Chemiker
LVA Nr.: 159.682

Übung: Rektifikation

Betreuer: Dr. tech. Eu. Ing. Dipl. Ing. J. Richard Gapes

Durchgeführt von:

Marion Pucher	Mtk.Nr.:0125440	Kennzahl: S26
Matthias Steiger	Mtk.Nr.:0125435	Kennzahl: S29

Datum der Übung: 12.5.2004

Abstract:

In dieser Arbeit wurde eine Rektifikationssäule mit unendlichem und endlichem Rücklauf betrieben. Aus den gemessenen Werten für Temperatur, Volumenströme und Zusammensetzung konnten charakteristische Kennzahlen für die Kolonne ermittelt werden wie theoretische Trennstufenzahl, thermischer Wirkungsgrad, minimales Rücklaufverhältnis, Rücklaufstrom und Stufenwirkungsgrad. Neben einer graphischen Darstellung der Trennstufenanzahl und des minimalen Rücklaufverhältnisses im McCabe-Thiele-Diagramm wurden auch die Gleichungen nach Fenske und Underwood zur Berechnung dieser Größen verwendet.

Inhaltsverzeichnis

1	<u>AUFGABENSTELLUNG</u>	3
2	<u>VERSUCHSDURCHFÜHRUNG</u>	3
2.1	ANLAGENAUFBAU	3
2.2	VORBEREITUNGEN	4
2.2.1	ERSTELLUNG DER KALIBRATIONSGERADE	4
2.2.2	HERSTELLUNG DER VORLAGE	4
2.3	DURCHFÜHRUNG DER REKTIFIKATION	4
2.3.1	REKTIFIKATION MIT UNENDLICHEM RÜCKLAUFVERHÄLTNIS	4
2.3.2	REKTIFIKATION MIT ENDLICHEM RÜCKLAUF	4
3	<u>MESSWERTE</u>	5
3.1	ERSTELLUNG EINER KALIBRATIONSGERADE	5
3.2	UNENDLICHES RÜCKLAUFVERHÄLTNIS	6
4	<u>ENDLICHES RÜCKLAUFVERHÄLTNIS</u>	6
5	<u>AUSWERTUNG</u>	7
5.1	UNENDLICHES RÜCKLAUFVERHÄLTNIS	7
5.1.1	WÄRMEBILANZ	7
5.1.2	THERMISCHER WIRKUNGSGRAD DER KOLONNE	8
5.1.3	RÜCKLAUFSTROM	8
5.1.4	THEORETISCHE TRENNSTUFENANZAHL	9
5.2	ENDLICHES RÜCKLAUFVERHÄLTNIS	10
5.2.1	WÄRMEBILANZ	10
5.2.2	THERMISCHER WIRKUNGSGRAD DER KOLONNE	11
5.2.3	RÜCKLAUFSTROM	11
5.2.4	THERMISCHER FAKTOR	12
5.2.5	TRENNSTUFENANZAHL UND MINIMALES RÜCKLAUFVERHÄLTNIS	13
6	<u>ZUSAMMENFASSUNG DER ERGEBNISSE</u>	15
6.1	UNENDLICHER RÜCKLAUF	15
6.2	ENDLICHER RÜCKLAUF	15
7	<u>QUALITATIVE FEHLERBETRACHTUNG</u>	16
7.1	. ROTAMETER	16
7.2	. MESSUNG DER TEMPERATUR	16
7.3	PROBENENTNAHME INKLUSIVE BRECHUNGSINDEX	16
7.4	ERMITTLUNG DER WÄRMEBILANZEN	16

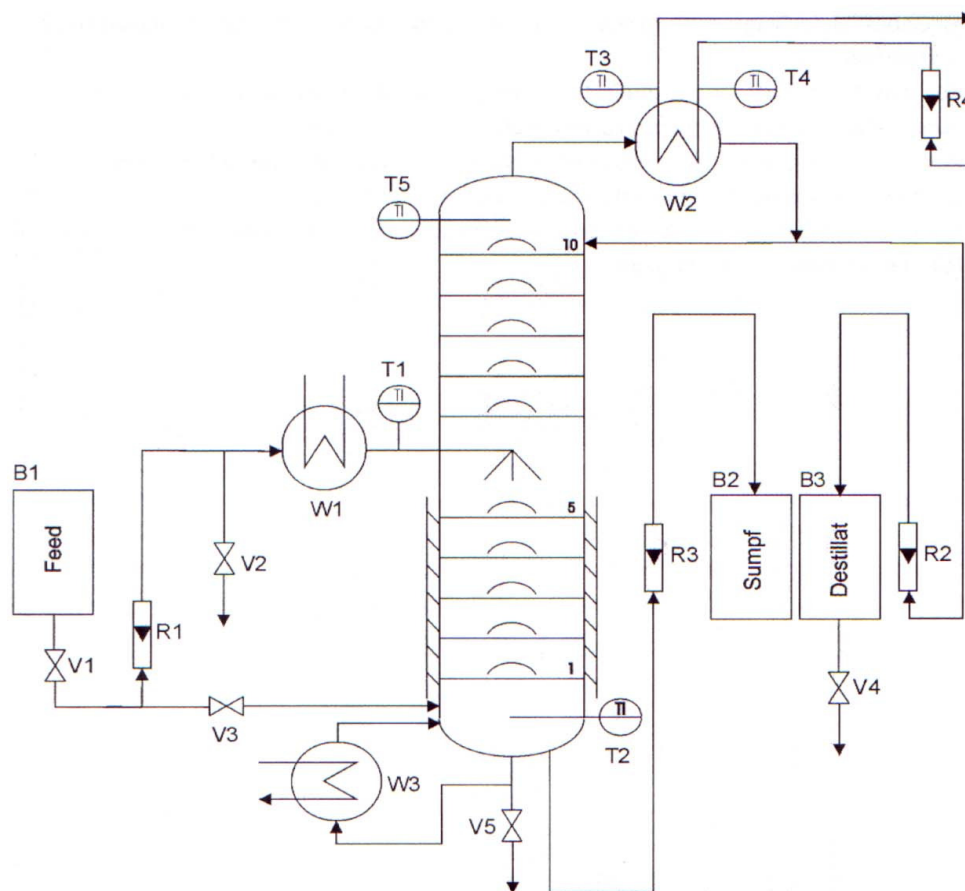
1 Aufgabenstellung

Die spezifischen Kennwerte einer Rektifikationskolonne sollten für die Trennung von Ethanol / Butanol ermittelt werden.

Eine Glockenbodenkolonne aus 10 Böden wurde mit unendlichem und endlichem Rücklauf betrieben. Für das Ethanol / Butanol Gemisch sollten anhand der Messwerte (Temperatur, Brechungsindex, Volumenströme) die theoretische Trennstufenzahl, das Mindestrücklaufverhältnis und der theoretische Stufenwirkungsgrad grafisch nach McCabe – Thiele und rechnerisch nach Fenske – Underwood bestimmt und die Ergebnisse untereinander verglichen werden. Der thermische Wirkungsgrad der Anlage sollte mithilfe der Wärmebilanz ermittelt werden. Das Kopfprodukt sollte > 90 mol % Ethanol enthalten.

2 Versuchsdurchführung

2.1 Anlagenaufbau



B1... Feedbehälter

B2... Sumpfproduktbehälter

B3... Destillatbehälter

V1... Ventil für Feedstromeinstellung

V2... Ventil für Feedprobenahme

V3... Ventil für die Sumpfbefüllung

V4... Ventil für Destillatprobenahme

V5... Ventil für Sumpfentleerung und
Probenahme

R1... Rotameter - Feedstrom

R2... Rotameter - Destillatstrom

R3... Rotameter - Sumpfstrom

R4... Rotameter - Kondensator

W1... Feedvorwärmer

W2... Kondensator

W3... Umlaufverdampfer

T1... Thermoelemente

Abbildung 1: Anlagenschema

2.2 Vorbereitungen

2.2.1 Erstellung der Kalibrationsgerade

Um die Zusammensetzung des Ethanol / Butanol Gemisches zu ermitteln wurde eine Kalibrationsgerade erstellt. Dazu wurden die Brechungsindices der beiden Reinsubstanzen und vier weiterer Mischungen mit definierten Volumenverhältnissen mithilfe eines Abbé'schen Refraktometers gemessen.

2.2.2 Herstellung der Vorlage

Die gesamte Rektifikationskolonne wurde in einen Kanister entleert und der Brechungsindex des homogenisierten Gemisches bestimmt. Die Zusammensetzung in Vol % konnte durch Einsetzen in Geradengleichung der Kalibrationsgerade des Gemisches bestimmt werden. Anschließend wurden die Vol % in Mol % umgerechnet, da laut Angabe ein 45 – 55 Mol % Ethanol / Butanol Gemisch hergestellt werden sollte. Da in dem entleerten Gemisch zu wenig Ethanol vorhanden war wurde mehr Ethanol zugesetzt, homogenisiert, der Brechungsindex gemessen und die Zusammensetzung bestimmt. Dieser Vorgang wurde sofort wiederholt bis die vorgegebene Mischungszusammensetzung erreicht war.

Der Sumpf und das Feed – Vorratsgefäß wurden bis zur jeweiligen Markierung befüllt, der Kühlwasserstrom auf 48 L h^{-1} eingestellt und das Thermostat für die Feedheizung (60°C) Betrieb genommen.

2.3 Durchführung der Rektifikation

2.3.1 Rektifikation mit unendlichem Rücklaufverhältnis

Für die Rektifikation mit unendlichem Rücklaufverhältnis waren folgende Heizleistungen vorgegeben: 40 %, 45 %, 50 % der maximalen Heizleistung von 3000 W.

Zu Beginn wurde die geringste der angegebenen Heizleistungen, 40%, eingestellt. Nachdem alle Temperaturen konstant waren, wurden die Temperaturen im Sumpf, im Kühlwasserstrom vor und nach dem Eintritt in den Kondensator und im Kopf notiert. Zur gleichen Zeit wurde jeweils eine Probe aus dem Sumpf und dem Kopf gezogen und der jeweilige Brechungsindex bestimmt. Nach 10 Minuten wurde der gesamte Messvorgang wiederholt und nach weiteren 10 Minuten wurde er ein drittes mal durchgeführt.

Im Anschluss wurde eine Heizleistung von 45 % bzw. 50 % eingestellt und die bereits beschriebenen Messungen durchgeführt.

2.3.2 Rektifikation mit endlichem Rücklauf

Für die Rektifikation mit endlichem Rücklauf wurde eine Heizleistung von 40 % der maximalen Heizleistung eingestellt. Der Feedstrom wurde mithilfe eines Thermostates, laut Angaben, auf 60°C erhitzt. Wie bereits erwähnt, wurde mit der Erwärmung bereits beim Beginn des Versuches mit unendlichem Rücklauf begonnen.

Das Verhältnis der Volumenströme Kopf : Sumpf wurde mithilfe von Rotametern auf etwa 1:2,5 eingestellt. Beim Kopfprodukt waren einzelne Tropfen zu erkennen, der Sumpf war jedoch ein kontinuierlicher Strom. Der Volumenstrom des Feeds wurde so reguliert, dass die Flüssigkeitsmenge im Sumpf annähernd konstant blieb.

Nachdem die Temperaturkonstanz abgewartet worden war, wurden in 10 Minutenabständen alle Temperaturen (Feed, Sumpf, Kopf, Kühlwasser vor und nach dem Kondensator) gemessen, jeweils eine Probe aus dem Kopf und aus dem Sumpf gezogen, der Brechungsindex und die Zusammensetzung bestimmt. Dies wurde durchgeführt um gewährleisten zu können, dass das Mischungsverhältnis im Kopf und Sumpf konstant und somit auch im Kopfprodukt $> 90 \text{ Mol } \%$ Ethanol vorhanden waren.

Da die Rotameter auf Wasser bei 20 °C geeicht waren wurde der tatsächliche Volumenstrom durch Auslitern bestimmt. Dazu wurde nach genau 30 Minuten die Abnahme des Kopf- bzw. Sumpfproduktes gestoppt und das Volumen gemessen.

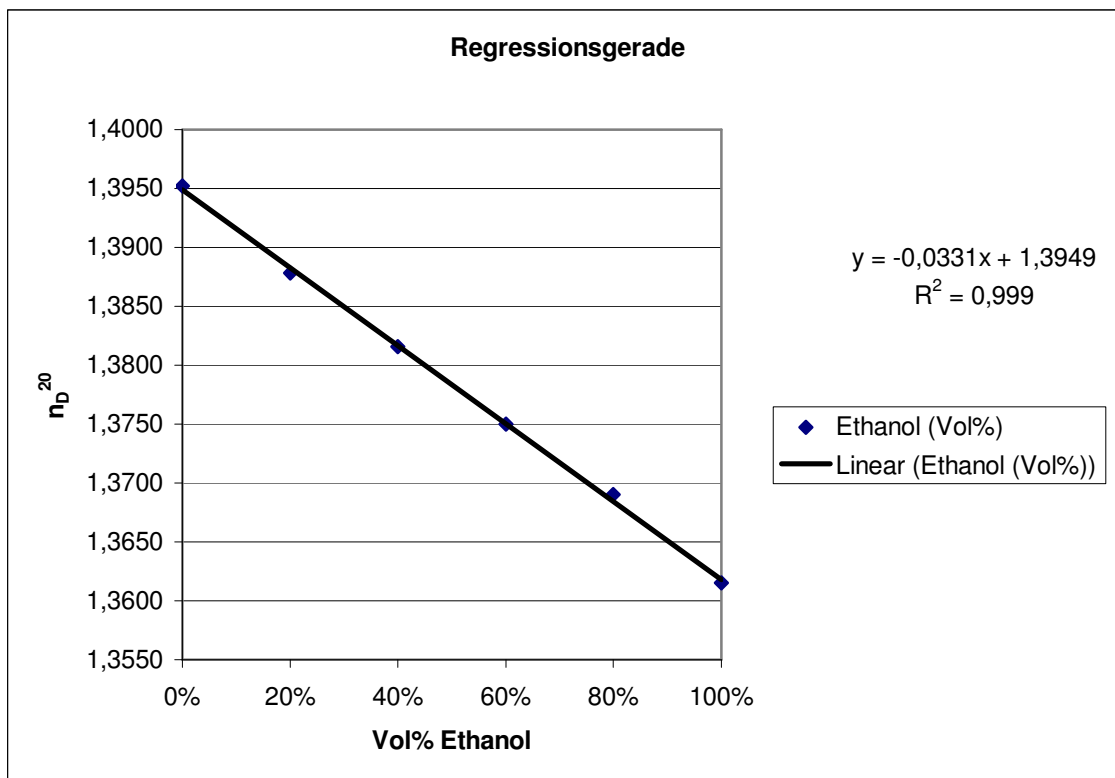
3 Messwerte

3.1 Erstellung einer Kalibrationsgerade

Ethanol [Vol %]	Butanol [Vol %]	n_D^{20}
0%	100%	1,3952
20%	80%	1,3878
40%	60%	1,3816
60%	40%	1,3750
80%	20%	1,3690
100%	0%	1,3615

Tabelle 1: Messwerte für die Kalibrationsgerade

Mit diesen Daten wurde eine Kalibrationsgerade zur Bestimmung anderer Mischungszusammensetzungen erstellt. Das Refraktometer war bei allen Messungen auf 20°C eingestellt:



Somit konnte die aufzugebende Anfangssumpf- und Feedkonzentration an Ethanol und Butanol eingestellt werden.

n_D^{20}	Vol% Ethanol	Mol% Ethanol	Mol% Butanol
1,3811	41,68%	52,79%	47,21%

Tabelle 2: Zusammensetzung des ursprüngl. Gemisches

3.2 Unendliches Rücklaufverhältnis

Die erhaltenen Werte ergeben sich aus dem Mittelwert der drei letzten nahezu konstanten Messwerte:

Heizleistung [%]	T [°C]				n_D^{20}	
	Sumpf	Kühlung Eintritt	Kühlung Austritt	Kopf	Kopf	Sumpf
40	90,2	16,2	32,7	80	1,3655	1,3841
45	90,9	14,7	34,2	80	1,3630	1,3853
50	91,7	15,6	37,6	79	1,3622	1,3861

Tabelle 3: Messwerte unendlicher Rücklauf

Heizleistung [W]	n_D^{20}		Zusammensetzung von Kopf- und Sumpfprodukt			
			EtOH [vol%]	BuOH [vol%]	EtOH [mol%]	BuOH [mol%]
1200	Kopf	1,3655	88,86	11,14	92,57	7,43
	Sumpf	1,3841	32,61	67,39	43,09	56,91
1350	Kopf	1,3630	96,31	3,69	97,61	2,39
	Sumpf	1,3853	28,88	71,12	38,85	61,15
1500	Kopf	1,3622	98,93	1,07	99,32	0,68
	Sumpf	1,3861	26,47	73,53	36,02	63,98

Tabelle 4: Umgerechnete Werte aus Tabelle 3

4 Endliches Rücklaufverhältnis

HL [%]	Zeit [min]	T [°C]					n_D^{20}	
		Feed	Sumpf	Kühlung Eintritt	Kühlung Austritt	Kopf	Kopf	Sumpf
40	50	61,9	92,9	15,9	31,9	80	1,3640	1,3880
	60	60,7	93,1	15,9	31,9	80	1,3638	1,3880
	70	60,5	93,3	16	32,3	80	1,3639	1,3880

Tabelle 5: Messwerte für endlichen Rücklauf

Heizleistung [W]	Zeit [min]	n_D^{20}		Zusammensetzung von Kopf- und Sumpfprodukt			
				EtOH [vol%]	BuOH [vol%]	EtOH [mol%]	BuOH [mol%]
1200	50	Kopf	1,3640	93,39	6,61	95,67	4,33
		Sumpf	1,3880	20,82	79,18	29,15	70,85
		Feed	1,3811	41,68	58,32	52,79	47,21
	60	Kopf	1,3638	94,00	6,00	96,08	3,92
		Sumpf	1,3880	20,82	79,18	29,15	70,85
		Feed	1,3811	41,68	58,32	52,79	47,21
	70	Kopf	1,3639	93,69	6,31	95,87	4,13
		Sumpf	1,3880	20,82	79,18	29,15	70,85
		Feed	1,3811	41,68	58,32	52,79	47,21

Tabelle 6: Umgerechnete Werte aus Tabelle 5

Über diese 30 Minuten wurde das arithmetische Mittel gebildet:

Heizleistung [W]	n_D^{20}		Zusammensetzung von Kopf- und Sumpfprodukt			
			EtOH [vol%]	BuOH [vol%]	EtOH [mol%]	BuOH [mol%]
1200	Kopf	1,3639	93,69	6,31	95,87	4,13
	Sumpf	1,3880	20,82	79,18	29,15	70,85
	Feed	1,3811	41,68	58,32	52,79	47,21

Tabelle 7: Arithmetisches Mittel der Werte aus Tabelle 6
Volumenströme:

Da die eingesetzten Rotameter auf Wasser und 20°C geeicht waren, konnten die abgelesenen Werte nicht zur Berechnung herangezogen werden. Es musste daher ausgelitert werden. Über einen Zeitraum von 30 Minuten wurde sowohl der Sumpf- als auch der Kopfstrom aufgefangen und das Volumen bestimmt.

	[ml/30 min]	[L/h]
Kopfstrom	290	0,58
Sumpfstrom	574	1,148
Feedstrom	864	1,728
Kühlwasserstrom	24500	49

Tabelle 8: Gemessene Volumenströme

5 Auswertung

5.1 Unendliches Rücklaufverhältnis

5.1.1 Wärmebilanz

Im Allgemeinen kann die Wärmebilanz für eine Rektifikationssäule wie folgt aufgestellt werden:

$$\dot{Q}_F + \dot{Q}_H = \dot{Q}_K + \dot{Q}_V + \dot{Q}_E + \dot{Q}_S$$

\dot{Q}_F Wärmestrom durch Feedstrom [kJ/h]

\dot{Q}_H erforderliche Heizleistung [kJ/h]

\dot{Q}_K Kondensationswärme [kJ/h]

\dot{Q}_V Wärmeverluste [kJ/h]

\dot{Q}_E Wärmestrom durch Kopfstrom [kJ/h]

\dot{Q}_S Wärmestrom durch Sumpfstrom [kJ/h]

Nachdem im Fall des unendlichen Rücklaufs \dot{Q}_F , \dot{Q}_E und \dot{Q}_S gleich null sind und die Annahme gemacht wird, dass keine Wärmeverluste auftreten, kann die Wärmebilanz für unendlichen Rückfluss vereinfacht zu oben aufgestellt werden:

$$\dot{Q}_{Hmin} = \dot{Q}_K = \dot{V}_{H_2O} \cdot c_{p,H_2O} \cdot \Delta T \cdot \rho_{H_2O}$$

\dot{V}_{H_2O} Kühlwasservolumenstrom [49 l/h]

c_{p,H_2O} spezifische Wärmekapazität von Wasser [4,18 kJ/(kg·K)]

$\rho_{\text{H}_2\text{O}}$ Dichte von Wasser [1 kg/l]

ΔT Temperaturdifferenz zwischen Kühlwasserzu- und -ablauf [K]

5.1.2 Thermischer Wirkungsgrad der Kolonne

Der Quotient aus ab- und zugeführter Wärmemenge ist der thermische Wirkungsgrad η_{therm} :

$$\eta_{\text{therm}} = \frac{\dot{Q}_{\text{K}}}{\dot{Q}_{\text{H}}}$$

Heizleistung [%]	Heizleistung [kJ/h] = $\dot{Q}_{\text{H min}}$	ΔT [K]	Q [kJ/h] = \dot{Q}_{K}	η_{therm}
40	4320	16,5	3455,47	79,99%
45	4860	19,5	4075,50	83,86%
50	5400	22,0	4591,03	85,02%

5.1.3 Rücklaufstrom

Der durch den Kondensator zurückgeführte Rücklaufstrom \dot{R} kann über die Wärmebilanz am Kondensator berechnet werden:

$$\dot{Q}_{\text{K}} = (\dot{E} + \dot{R}) \cdot \Delta H_{\text{V,E}}$$

\dot{Q}_{K} Kondensationswärmestrom [kJ/h]

\dot{R} Rücklaufstrom [kg/h]

\dot{E} Entnahmestrom [kg/h]

$\Delta H_{\text{V,E}}$ Verdampfungsenthalpie [kJ/kg]

Bei unendlichem Rücklaufverhältnis ist \dot{E} gleich 0 und daher folgt:

$$\dot{R} = \frac{\dot{Q}_{\text{K}}}{\Delta H_{\text{V,E}}}$$

Die Verdampfungsenthalpie lässt sich unter Berücksichtigung der Massenanteile der Komponenten im Kondensat berechnen:

$$\Delta H_{\text{V}} = w_{\text{E}} \cdot \Delta H_{\text{V,EtOH}} + (1 - w_{\text{E}}) \cdot \Delta H_{\text{V,BuOH}}$$

w_{E} Massenanteil an EtOH in der flüssigen Phase der Entnahme

$\Delta H_{\text{V,EtOH}}$ Verdampfungsenthalpie von EtOH (38,56 kJ/mol = 836,99 kJ/kg)

$\Delta H_{\text{V,BuOH}}$ Verdampfungsenthalpie von BuOH (40,75 kJ/mol = 549,56 kJ/kg)

mit Molmasse Ethanol = 46,07 g/mol und Molmasse Butanol = 74,15 g/mol

Um den Volumenstrom von den erhaltenen kg/h in l/h umrechnen zu können, muss noch die Dichte des Gemisches errechnet werden. Dies geschieht nach folgender Formel:

$$\rho_{\text{E}} = w_{\text{E}} \cdot \rho_{\text{EtOH}} + (1 - w_{\text{E}}) \cdot \rho_{\text{BuOH}}$$

- ρ_E Dichte des Rücklaufes
 w_E Massenanteil an EtOH in der flüssigen Phase der Entnahme
 ρ_{EtOH} Dichte von EtOH (0,7873 kg/l)
 ρ_{BuOH} Dichte von BuOH (0,810 kg/l)

Heizleistung [W]	Vol% Ethanol	Masse% Ethanol	ΔH_v [kJ/kg]	Dichte [kg/l]	\dot{Q}_K [kJ/h]	R[kg/h]	R[l/h]
40	88,86%	88,57%	804,14	0,7899	3455,47	4,2971	5,4401
45	96,31%	96,21%	826,10	0,7882	4075,50	4,9334	6,2594
50	98,93%	98,90%	833,84	0,7875	4591,03	5,5059	6,9912

5.1.4 Theoretische Trennstufenanzahl

Die Ermittlung der theoretischen (=minimalen) Trennstufenanzahl erfolgte für die Heizleistung von 40% = 1200 W.

5.1.4.1 Trennstufenzahl nach McCabe Thiele

Die Daten für die Gleichgewichtskurve eines Ethanol/Butanol-Gemisches wurden aus dem Laborskriptum übernommen. Bei der Arbeitsgerade handelt es sich um die 45° Gerade.

Für die Kopf- (92,57 mol%) und die Sumpfzusammensetzung (43,09 mol%) wurden jeweils eine Gerade parallel zur y-Achse eingezeichnet.

Anschließend wurde, beginnend bei der Kopfzusammensetzung, die Treppenfunktion eingezeichnet.

Die theoretische Trennstufenzahl entspricht der Anzahl an benötigten Treppen zwischen Kopf- und Sumpfzusammensetzung zwischen der Gleichgewichtskurve und der Bilanzgeraden.

Abgelesene Trennstufenzahl: $n_{\min} = 4$

Diagramm siehe Anhang

5.1.4.2 Minimale Trennstufenzahl nach Fenske

Die Fenske-Gleichung für die minimale Trennstufenzahl lautet:

$$n_{\min} = \frac{\log \frac{x_E \cdot (1 - x_S)}{x_S \cdot (1 - x_E)}}{\log \alpha_m} - 1$$

- n_{\min} minimale Trennstufenzahl
 x_E Molanteil EtOH im Kopfprodukt
 x_S Molanteil EtOH im Sumpf
 α_m mittlere relative Flüchtigkeit

Die mittlere Flüchtigkeit α kann über die **Antoine-Konstanten** über folgende Formeln berechnet werden:

Antoine-Konstante	Ethanol	Butanol
A	8,1122	7,47429
B	1592,864	1314,188
C	226,184	186,5

$$\log p_i = A_i - \frac{B_i}{C_i + T}$$

- p_i Partialdruck der Komponente i

T absolute mittlere Kolonnentemperatur [K]

$$\alpha = \frac{P_{\text{leichterflüchtige Komponente}}}{P_{\text{schwererflüchtige Komponente}}}$$

Komponente i	log p	p
Ethanol	5,3879	244277,78
Butanol	5,0629	115594,15

$$\text{mit } T_{\text{Kolonne}} = \frac{T_{\text{Kopf}} + T_{\text{Sumpf}}}{2} = 358,5\text{K}$$

Daraus ergibt sich für $\alpha = 2,11$ und für die Trennstufenzahl nach Fenske $n_{\text{min}} = 2,74$.
Wobei hier die Annahme getroffen wird, dass sich sowohl Ethanol als auch Butanol ideal verhalten.

5.1.4.3 Stufenwirkungsgrad

Der Stufenwirkungsgrad lässt sich wie folgt berechnen:

$$E_g = \frac{n_{\text{theoretisch}}}{n_{\text{tatsächlich}}}$$

Die verwendete Rektifikationssäule besitzt 10 Trennböden ($n_{\text{tatsächlich}} = 10$).

Unter Verwendung der tatsächlichen Trennstufenanzahl laut McCabe-Thiele-Diagramm errechnet sich ein Stufenwirkungsgrad von $E_g=0,4$.

Rechnet man den Stufenwirkungsgrad mit der minimalen Trennstufenzahl nach Fenske ergibt sich: mit α aus den Antoine-Konstanten $E_g=0,25$.

5.2 Endliches Rücklaufverhältnis

5.2.1 Wärmebilanz

Die Allgemeine Wärmebilanz für die Kolonne wird wie folgt aufgestellt:

$$\dot{Q}_F + \dot{Q}_{H_{\text{min}}} = \dot{Q}_K + \dot{Q}_V + \dot{Q}_E + \dot{Q}_S$$

\dot{Q}_F Wärmestrom durch Feedstrom [kJ/h]

\dot{Q}_H erforderliche Heizleistung [kJ/h]

\dot{Q}_K Kondensationswärme [kJ/h]

\dot{Q}_V Wärmeverluste [kJ/h]

\dot{Q}_E Wärmestrom durch Kopfstrom [kJ/h]

\dot{Q}_S Wärmestrom durch Sumpfstrom [kJ/h]

Unter Vernachlässigung der auftretenden Wärmeverluste können die einzelnen Wärmemengen nach folgenden Formeln bilanziert werden:

$$\dot{Q}_K = \dot{V}_{\text{H}_2\text{O}} \cdot \rho_{\text{H}_2\text{O}} \cdot c_{p,\text{H}_2\text{O}} \cdot \Delta T$$

$$\dot{Q}_E = \dot{V}_E \cdot \rho_E \cdot c_{p,E} \cdot T$$

$$\dot{Q}_F = \dot{V}_F \cdot \rho_F \cdot c_{p,F} \cdot T$$

$$\dot{Q}_S = \dot{V}_S \cdot \rho_S \cdot c_{p,S} \cdot T$$

Um diese Formeln benutzen zu können, müssen zuerst die benötigten Dichten und Wärmekapazitäten berechnet werden:

$$\rho_x = w_x \cdot \rho_{EtOH} + (1 - w_x) \cdot \rho_{BuOH}$$

$$c_{p,x} = w_x \cdot c_{p,EtOH} + (1 - w_x) \cdot c_{p,BuOH}$$

ΔT für die Kondensationswärme wird wieder die Temperaturdifferenz zwischen dem Kühlwasserzu- und -ablauf verwendet.

	V [l/h]	Dichte [kg/l]	C _p [kJ/kg*K]	$\Delta T / T$ [K]	\dot{Q}_x [kJ/h]
Kondensator	49	1,0000	4,18	16,1	3297,6
Kopf	0,5800	0,7888	2,45	353,2	396,1
Sumpf	1,1480	0,8054	2,61	366,3	884,2
Feed	1,7280	0,8007	2,57	334,2	1186,5

Tabelle 11: Wärmebilanz bei endlichem Rücklauf

$$\dot{Q}_H = \dot{Q}_K + \dot{Q}_E + \dot{Q}_S - \dot{Q}_F = 3391,4 \text{ kJ/h}$$

5.2.2 Thermischer Wirkungsgrad der Kolonne

Der thermische Wirkungsgrad berechnet sich analog zum unendlichen Rücklaufverhältnis:

$$\eta_{\text{therm}} = \frac{\dot{Q}_H}{\dot{Q}_{Hzu}}$$

η_{therm} .. thermischer Wirkungsgrad der Kolonne

\dot{Q}_{Hzu} ... zugeführte Wärmemenge (40% Heizleistung) 4320,00 kJ/h

\dot{Q}_H erforderliche Wärmemenge 3391,4 kJ/h

$$\eta_{\text{therm}} = \mathbf{0,785}$$

5.2.3 Rücklaufstrom

Der durch den Kondensator zurückgeführte Rücklaufstrom \dot{R} kann über die Wärmebilanz am Kondensator berechnet werden:

$$\dot{Q}_K = (\dot{E} + \dot{R}) \cdot \Delta H_{V,R}$$

\dot{Q}_K Kondensationswärmestrom: 3297,6 kJ/h (aus $\dot{Q}_K = V_{H2O} \cdot \rho_{H2O} \cdot c_{p,H2O} \cdot \Delta T$)

\dot{R} Rücklaufstrom [kg/h]

\dot{E} Entnahmestrom (aus V_{Kopf}): 0,4575 kg/h

$\Delta H_{V,R}$ Verdampfungsenthalpie des Rücklaufs: 818,37 kJ/kg

Die Verdampfungsenthalpie errechnet sich unter Berücksichtigung der Massenanteile der einzelnen Komponenten im Kondensat:

$$\Delta H_{V,R} = w_E \cdot \Delta H_{V,EtOH} + (1 - w_E) \cdot \Delta H_{V,BuOH}$$

w_E Massenanteil an EtOH in der flüssigen Phase der Entnahme: 0,9352

$\Delta H_{V,EtOH}$... Verdampfungsenthalpie von EtOH 38,56 kJ/mol = 836,99 kJ/kg

$\Delta H_{V,BuOH}$.. Verdampfungsenthalpie von BuOH 40,75 kJ/mol = 549,56 kJ/kg

Um den Volumenstrom von den erhaltenen kg/h in l/h umrechnen zu können, muss noch die Dichte des Gemisches errechnet werden. Dies geschieht nach folgender Formel:

$$\rho = w_E \cdot \rho_{EtOH} + (1 - w_E) \cdot \rho_{BuOH}$$

w_E Massenanteil an EtOH in der flüssigen Phase der Entnahme: 0,9352

ρ_{EtOH} Dichte von Ethanol 0,7873 kg/l

ρ_{BuOH} Dichte von Butanol 0,8100 kg/l

$$\dot{R} = \frac{\dot{Q}_K}{\Delta H_{V,R}} - \dot{E} = 3,5719 \text{ kg/h} = 4,53 \text{ l/h}$$

Somit errechnet sich das Rücklaufverhältnis zu:

$$v = \frac{\dot{R}}{\dot{E}} = 7,81$$

5.2.4 Thermischer Faktor

Formel zur Berechnung des thermischen Faktors:

$$f = 1 + \frac{c_p \cdot \Delta T}{\Delta H_{V,F}}$$

c_p Wärmekapazität des Feeds: 2,5661 kJ/kg·K

ΔT Differenz von Siedetemperatur des Feeds und tatsächlicher Feedtemperatur [K]

$\Delta H_{V,F}$ Verdampfungsenthalpie des Feeds [kJ/kg]

Die für die Temperaturdifferenz benötigte Siedetemperatur des Feedstroms muss durch lineare Interpolation aus der Zusammensetzung des Feeds und den Siedetemperaturen der Reinstoffe ermittelt werden.

Die interpolierte Siedetemperatur beträgt 87,9 °C. Bei einer Feedtemperatur von 61,0°C ergibt dies eine Temperaturdifferenz von 26,9 °C.

$$\Delta H_{V,F} = w_F \cdot \Delta H_{V,EtOH} + (1 - w_F) \cdot \Delta H_{V,BuOH}$$

w_F Massenanteil an EtOH im Feed: 0,41

$\Delta H_{V,EtOH}$... Verdampfungsenthalpie von EtOH 38,56 kJ/mol = 836,99 kJ/kg

$\Delta H_{V,BuOH}$.. Verdampfungsenthalpie von BuOH 40,75 kJ/mol = 549,56 kJ/kg

$$\Delta H_{v,F} = 793,09 \text{ kJ/kg}$$

Die Wärmekapazität des Feeds wurde bereits für die Wärmebilanz berechnet. Somit ergibt sich ein thermischer Faktor von:

$$f = 1,08$$

5.2.5 Trennstufenanzahl und minimales Rücklaufverhältnis

5.2.5.1 Bestimmung nach McCabe-Thiele

Konstruktion der einzelnen Geraden:

Gleichgewichtskurve und Bilanzgerade entsprechen dem McCabe Thiele Diagramm für unendlichen Rücklauf

Parallelen zur Ordinate:

$$\begin{aligned}x_S &: 0,2915 \\x_F &: 0,5279 \\x_E &: 0,9587\end{aligned}$$

Verstärkungsgerade:

$$y_{VG} = \frac{v}{v+1} \cdot x + \frac{x_E}{v+1} \quad \text{mit} \quad v = \frac{\dot{R}}{\dot{E}}$$

v..... Rücklaufverhältnis: 7,808

Die daraus erhaltene Geradengleichung lautet:

$$y = 0,8865 \cdot x + 0,1089$$

Schnittpunktsgerade:

$$y_{SG} = \frac{f}{f-1} \cdot x - \frac{x_F}{f-1}$$

f..... thermischer Faktor: 1,08

Die daraus erhaltene Geradengleichung lautet:

$$y = 12,5082 \cdot x - 6,0754$$

Abtriebsgerade:

$$y_{AG} = \frac{v'}{v'-1} x - \frac{x_S}{v'-1}$$

v'Rücklaufverhältnis für Abtriebsteil

Die Abtriebsgerade kann rechnerisch nicht ermittelt werden, da v' nicht bekannt ist.. Sie wird grafisch mittels der Verstärkungs- und der Schnittpunktsgerade bestimmt. Sie ist die Verbindungslinie zwischen dem Schnittpunkt der Arbeitsgerade= Bilanzgerade mit der Parallele zur Ordinate bei x_S und dem Schnittpunkt der Schnittpunktsgereaden mit der Verstärkungsgeraden.

Nun zeichnet man den Treppenverlauf zwischen den Schnittpunkten der Parallelen zur Ordinate bei x_E und x_S ein.

Begrenzt wird die Treppenfunktion durch folgende Funktionen: Gleichgewichtskurve, Verstärkungsgerade und Abtriebsgerade.

Anzahl der eingezeichneten Stufen: 7

McCabe-Thiele Diagramm: $n_{\min} = 7$

Das minimale Rücklaufverhältnis ergibt sich nach:

$$v_{\min} = \frac{x_E}{y(0)} - 1$$

$y(0)$ Ordinatenabschnitt der Geraden ($y = 0,5747 \cdot x + 0,4078$), die durch den Schnittpunkt der Bilanzlinie mit der Parallelen zur Ordinate bei x_E und den Schnittpunkt der Abtriebs- und Verstärkungsgerade geht.

$$y(0) = 0,4078$$

$$v_{\min} = 1,35$$

5.2.5.2 Bestimmung nach Fenske / Underwood

Minimales Rücklaufverhältnis

Die Underwood-Gleichung lautet:

$$v_{\min} = \frac{1}{\alpha - 1} \cdot \left(\frac{x_E}{x_F} - \alpha \cdot \frac{1 - x_E}{1 - x_F} \right)$$

x_E Molanteil an Ethanol im Kopfproduktstrom: 0,9588

x_F Molanteil an Ethanol im Feedstrom: 0,5279

α_m mittlere relative Flüchtigkeit

Berechnet man α wieder mit den **Antoine-Konstanten** (siehe vorherige Abschnitt), so ergibt sich mit

$$T_{\text{Kolonne}} = \frac{T_{\text{Kopf}} + T_{\text{Sumpf}}}{2} = \frac{353,15 + 366,25}{2} = 359,7 \text{ K}$$

$$\alpha = 2,11$$

$$v_{\min} = 1,46$$

Minimale Trennstufenanzahl:

$$n_{\min} = \frac{\log \frac{x_E \cdot (1 - x_S)}{x_S \cdot (1 - x_E)}}{\log \alpha_m} - 1$$

n_{\min} minimale Trennstufenzahl

x_E Molanteil EtOH im Kopfprodukt

x_S Molanteil EtOH im Sumpf

α_m mittlere relative Flüchtigkeit

$$\alpha = 2,11$$

$$n_{\min} = 4,39$$

5.2.5.3 Stufenwirkungsgrad

Die Berechnung erfolgt analog zur Berechnung für unendliches Rücklaufverhältnis

$$E_g = \frac{n_{\text{theoretisch}}}{n_{\text{tatsächlich}}}$$

Die verwendete Rektifikationssäule besitzt 10 Trennböden ($n_{\text{tatsächlich}} = 10$).

Unter Verwendung der tatsächlichen Trennstufenanzahl laut McCabe-Thiele-Diagramm errechnet sich ein Stufenwirkungsgrad von $E_g = 0,7$.

Aus der erhaltenen Trennstufenanzahl nach Fenske ergibt sich ein Stufenwirkungsgrad von $E_g=0,44$.

6 Zusammenfassung der Ergebnisse

6.1 Unendlicher Rücklauf

Heizleistung (100%=3000W)	$\eta_{\text{therm.}}$	Rücklaufstrom [L/h]
40	79,99	5,44
45	83,86	6,26
50	85,02	6,99

Heizl. 40%	n_{min}	E_g
McCabe Thiele	4	0,4
Fenske/Underwood	2,74	0,25

6.2 Endlicher Rücklauf

Ströme	V [l/h]	\dot{Q}_x [kJ/h]
Kondensator	49	3297,6
Kopf	0,5800	396,1
Sumpf	1,1480	884,2
Feed	1,7280	1186,5

Heizl. 40%	n_{min}	v_{min}	E_g	$\eta_{\text{therm.}}$	Rücklaufstrom [L/h]
McCabe Thiele	7	1,35	0,7	0,785	4,53
Fenske/Underwood	4,39	1,46	0,44		

Verstärkungsgerade:
 $y = 0,8865 \cdot x + 0,1089$

Schnittpunktgerade:
 $y = 12,5082 \cdot x - 6,0754$

Thermischer Faktor f
 $f=1,08$

Rücklaufverhältnis v
 $v=7,807$

7 Diskussion

7.1 Qualitative Fehlerbetrachtung

7.1.1 Rotameter

Wie bereits im Durchführungsteil erwähnt wurde, waren die verwendeten Rotameter auf Wasser bei 20 °C geeicht und konnten somit nicht zur direkten Messung der Volumenströme verwendet werden. Folglich wurden diese Werte nur zur Abschätzung der Volumenströme verwendet. Dieser Fehler wurde durch Auslitern des abdestillierten Kopfes bzw. des Sumpfes behoben.

Es konnte jedoch der Feedstrom nur über die Summe von Kopf und Sumpfstrom berechnet werden. Die Regelung dieses Stromes erfolgte also indirekt über die Steuerung dieser beiden Ströme. Bei den Messungen musste daher auf einen konstanten Flüssigkeitsspiegel im Sumpf geachtet werden. Diese Beobachtung erlaubte aber nur sehr grobe Abschätzungen.

7.1.2 Messung der Temperatur

Im Verlauf der Durchführung sank zuerst die Temperatur des zuströmenden Kühlwassers ab, später stieg sie wieder etwas an. Gleichzeitig sank bzw. stieg die Temperatur des ausströmenden Kühlwassers an. Da der Temperaturanstieg bzw. -abfall des ein- bzw. ausströmenden Kühlwassers gleich war, sollte der Einfluss dieses Fehlers gering sein, obwohl eine geringe einseitige Temperaturschwankung einen großen Einfluss auf die Berechnung der abgeführten Wärmemenge gehabt hätte.

(Das größte Problem an den ungenauen Daten bestand darin, dass sich dieser Fehler bei den weiteren Berechnungen (Rücklaufstrom, Rücklaufverhältnis, McCabe – Thiele Diagramm) fortpflanzte.)

7.1.3 Probenentnahme inklusive Brechungsindex

Das Probenziehen erfolgte bei sehr hohen Temperaturen, deswegen bestand die Möglichkeit, dass ein Teil des leichter siedenden Ethanols vor dem Aufziehen in die Spritze bereits verdampfte.

Da die beiden Proben nicht zeitgleich entnommen werden konnten, wurde die Probe des Kopfes immer 5 Minuten nach dem Sumpf genommen. Da die Zusammensetzung des Gemisches ohnehin nahezu konstant war, ist dieser Fehler vernachlässigbar.

Der Brechungsindex konnte auf drei Kommastellen genau abgelesen werden, d.h. die vierte Kommastelle wurde abgeschätzt. Eine kleine Ungenauigkeit beim Ablesen des Brechungsindex wirkte sich jedoch äußerst stark auf die Bestimmung der Zusammensetzung der Mischung aus.

7.1.4 Ermittlung der Wärmebilanzen

Für die Ermittlung der Wärmebilanzen und des Wirkungsgrades wurde die Annahme getroffen, dass die Wärmeverluste vernachlässigbar gewesen wären. Dies widerspricht jedoch der realen Versuchsdurchführung, da vor allem über den nicht verspiegelten Sumpf Wärme verloren ging.

Eine weitere Annahme die getroffen worden war, war, dass das Kühlwasser die Kondensationswärme vollständig abgeführt und dass das Kondensat und der in den Kühler strömende Gasstrom Siedetemperatur gehabt hätten. Weiters wurde angenommen, dass die Dichten und Wärmekapazitäten über die Temperatur konstant gewesen wären. Dies widersprach jedoch ebenfalls der realen Durchführung.

7.2 Interpretation

Gut zu beobachten war der Zusammenhang zwischen Heizleistung, thermischen Wirkungsgrades und Rücklaufstrom. Bei steigender Heizleistung stieg sowohl der Wirkungsgrad als auch der Rücklaufstrom an, was insofern verständlich ist, da mehr Teilchen in die Gasphase übergehen und somit auch wieder kondensieren und den Strom erhöhen.

Mithilfe des unendlichen Rücklaufs konnte für dieses Trennproblem auch die minimale Trennstufenanzahl ermittelt werden. Mangels Vergleichsdaten kann keine quantitative Aussage über den ermittelten Wert gemacht werden. Qualitativ lässt sich aber gut erkennen, dass die theoretische Trennstufenzahl deutlich unter der praktischen liegt. Diese Erkenntnis trifft auch auf den Versuch mit endlichem Rücklauf zu.

Die ermittelten Werte nach der Fenske Gleichung weichen deutlich von jenen Werten aus dem McCabe Thiele Diagramm ab. Möglicherweise ist das auf den Parameter der relativen Flüchtigkeit zurückzuführen. In den Berechnungen wurde dieser für eine mittlere Kolonnentemperatur ermittelt, praktisch weichen die Werte vor allem an den Extrempunkten, Kopf und Sumpf, der Kolonne von diesem Wert ab.

Der ermittelte thermische Faktor f liegt mit einem Wert >1 im erwarteten Bereich, da der Feedstrom als unterkühlte Flüssigkeit ins System eingebracht wurde.

Das minimale Rücklaufverhältnis ermittelt aus der Underwoodgleichung stimmt gut mit dem Wert erhalten aus dem McCabe Thiele Diagramm überein.

8 Anhang

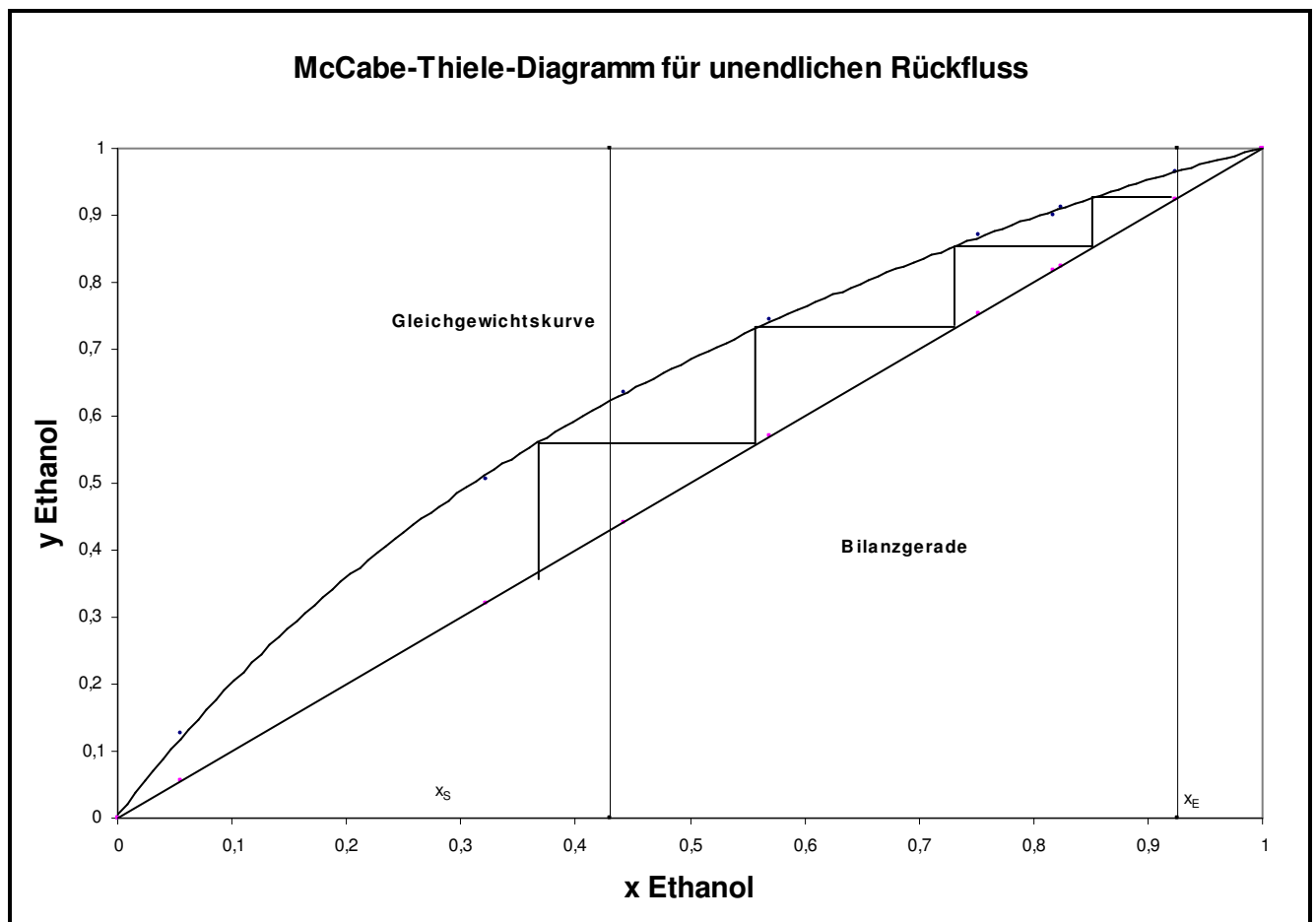


Abbildung 2: Unendlicher Rücklauf McCabe-Thiele-Diagramm

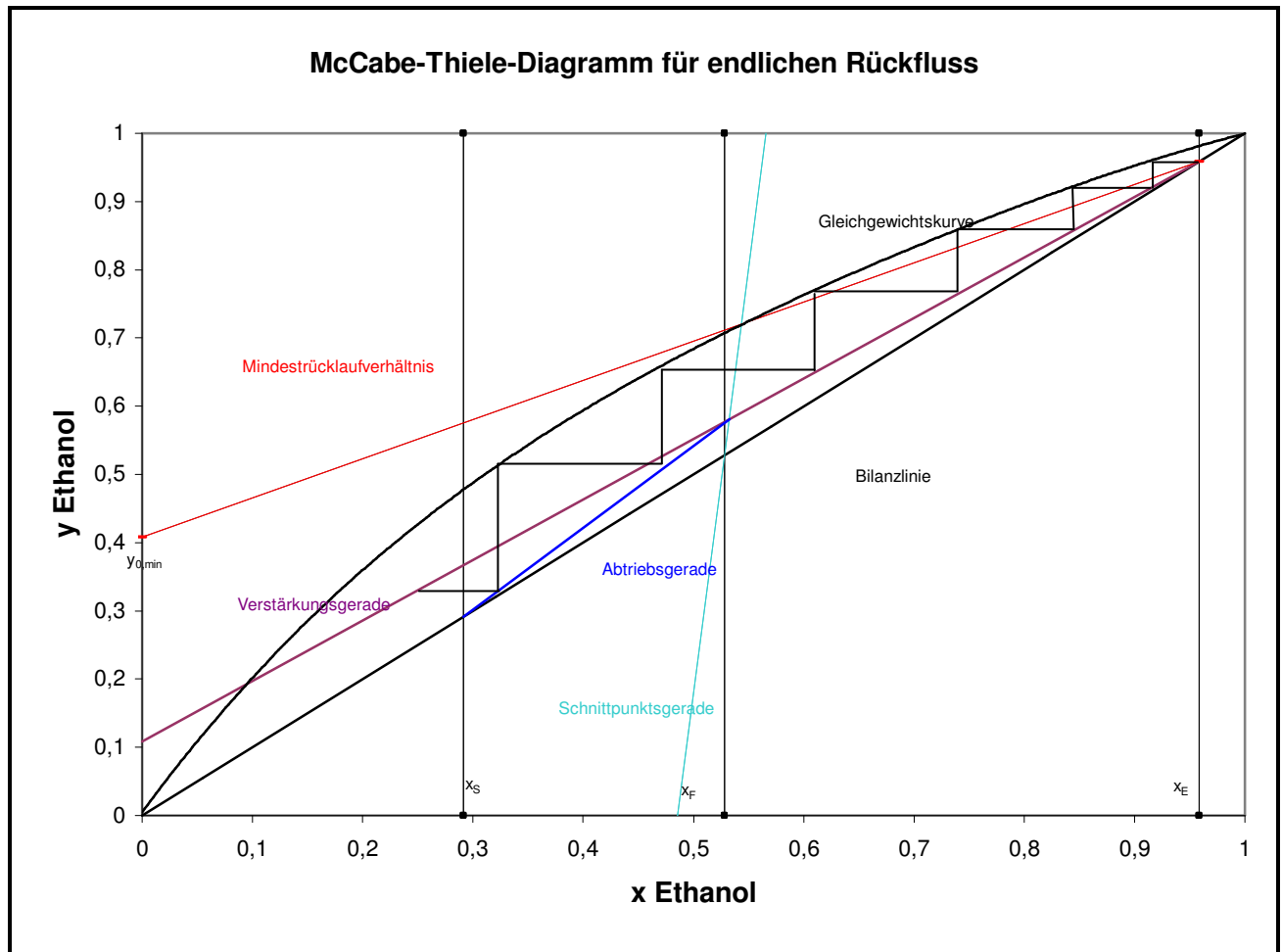


Abbildung 3: Endlicher Rücklauf McCabe-Thiele-Diagramm