



PROTOKOLL THERMISCHE VERFAHRENSTECHNIK

Destillation

Datensatz J

Teilnehmer:

Roman-Luca Zank
Willy Messerschmidt

Datum der Versuchsdurchführung: (Online)

Abgabedatum: 30. Juli 2020

Merseburg den 30. Juli 2020

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	2
2	Theorie	2
3	Geräte und Chemikalien	3
4	Durchführung	3
5	Ergebnisse und Berechnungen	4
5.1	Bilanzen	4
5.1.1	Gesamte Kolonne	4
5.1.2	Kolonnenkopf	5
5.2	Berechnung der Zusammensetzung aus der Dichte	5
5.3	Umrechnung von Massen- in Molenbruch	5
5.4	Berechnung des Molenstromes	5
5.5	Berechnung des Molenstromes im Sumpf	6
5.6	Rücklaufverhältnis	6
5.7	McCabe-Thiele-Diagramm	6
5.8	Energiebilanz	10
5.8.1	Wärmekapazitäten	10
5.8.2	Enthalpien der Ströme	10
5.8.3	Kühlleistung	11
5.8.4	Berechnung der Heizleistung	11
6	Diskussion	12
7	Fehlerbetrachtung	13

1 Einleitung

Im Praktikumsversuch wird die Abhängigkeit von Kopf- und Sumpfprodukt-Konzentration vom Rücklaufstrom und der Heizleistung untersucht. Es steht dazu eine Glockenbodenkolonne mit einem Ethanol-Wasser-Gemisch bereit. Die Betriebszustände sollen in McCabe-Thiele-Diagrammen dargestellt werden. Die aus der Stufenkonstruktion bestimmte Anzahl theoretischer Trennstufen wird hernach mit der wirklichen Anzahl verglichen. Die Anlage wird zudem in stofflicher und energetischer Hinsicht bilanziert.

2 Theorie

Die Rektifikation als Sonderform der Destillation ist ein Trennverfahren für untereinander mischbare Flüssigkeiten. Der Mischung wird dazu Wärme zugeführt, bis eine teilweise Verdampfung eintritt. Der gewonnene Dampf unterscheidet sich in der Zusammensetzung von der des flüssigen Gemisches. Durch die räumlich getrennte Kondensation dieses Dampfes findet eine Anreicherung einer Komponente im Kondensat statt. Bei der Rektifikation wird diese Anreicherung durch die spezielle Bauform einer Destillationskolonne (in diesem Falle Glockenbodenkolonne) viele Male energiesparend wiederholt.

3 Geräte und Chemikalien

Geräte:

- Rektifikationsanlage
- Mettler-Toledo Density Meter DE-40
- Spritze
- Bechergläser

Proben/Chemikalien:

- Wasser
- Ethanol

4 Durchführung

Der Versuch wurde nicht selbst durchgeführt. Die nachfolgende grobe Beschreibung des Versuchsablaufes basiert auf einem Videofilm, welcher freundlicher Weise zur Verfügung gestellt wurde.

Zu Beginn gilt es die Strom und Kühlwasserzufuhr freizugeben. Der Kühlwasserstrom sollte sich zwischen 25 L und 50 L betragen. Die Heizung wird zum Hochfahren der Anlage auf 80% ihrer Leistung eingestellt. Später kann die Leistung auf 41% herunter geregelt werden. Die Überwachung der Anlage erfolgt am PC, wo das Programm *Distillation* einen Kernbildschirm erzeugt. Die Sammelbehälter werden erst einmal geleert. Diese werden wieder freigegeben, wenn sich die Anlage ihren Betriebszustand erreicht hat. Es wird die Ausbildung des thermischen Gleichgewichtes abgewartet. Zum Zeitpunkt der Probennahme wird ein Screenshot am Computer gemacht, Proben an den Sammelbehältern für Sumpf, Feed und Kopfprodukt genommen, und die Füllstände an den Sammelbehältern abgelesen, um daraus den Volumenstrom berechnen zu können. Es ist wichtig die Probennahmestellen vorher zu spülen, weil sich noch alte Mischung darin befindet. Zur Korrektur des Rücklaufstroms ist außerdem die Verweilzeit des Magnetventils in der unteren Stellung zu dokumentieren.

Die Flüssigkeitsproben werden im Dichte-Messgerät analysiert.

Die Anlage wird heruntergefahren indem zuerst die Heizung abgeschaltet wird. Anschließend wird der Inhalt der Sammelbehälter zurückgepumpt. Schließlich kann auch die Kühlwasserzufuhr und die Stromversorgung abgeschnitten werden.

5 Ergebnisse und Berechnungen

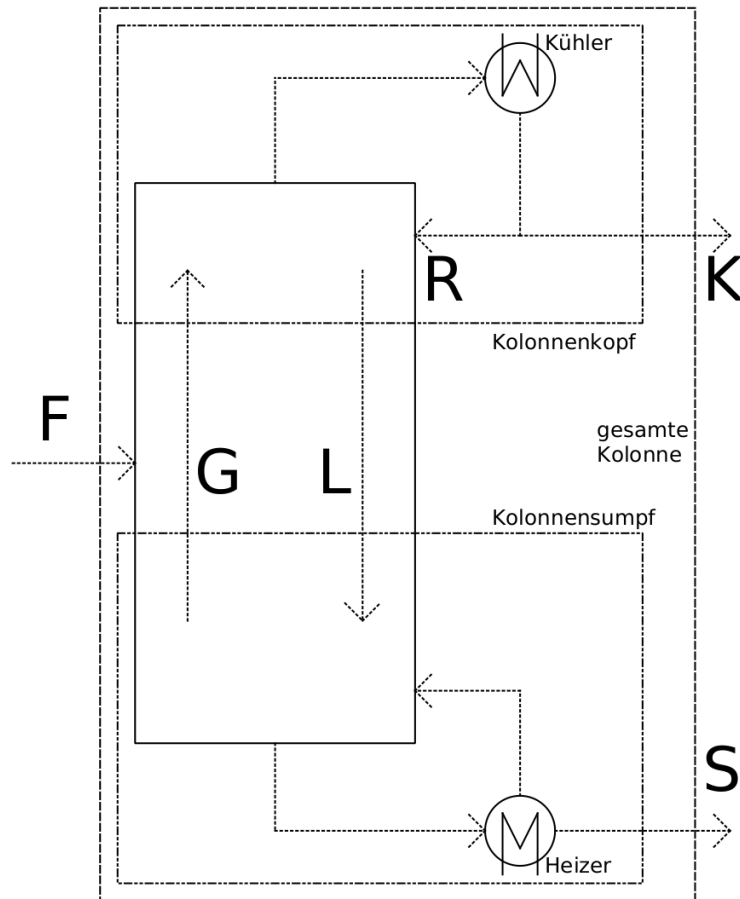


Abb. 1: Schematische Abbildung der Rektifikationskolonne zur Darstellung der Bilanzräume

5.1 Bilanzen

5.1.1 Gesamte Kolonne

Gesamtmolbilanz

$$\dot{n}_F = \dot{n}_S + \dot{n}_K \quad (1)$$

Komponentenbilanz - Ethanol

$$\dot{n}_F \cdot x_{1F} = \dot{n}_S \cdot x_{1S} + \dot{n}_K \cdot x_{1K} \quad (2)$$

Energiebilanz

$$\dot{H}_F + Q_{Heiz} = \dot{H}_K + \dot{H}_S + Q_{Kondensator} + Q_{Verlust} \quad (3)$$

5.1.2 Kolonnenkopf

Gesamtmolbilanz

$$\dot{n}_G = \dot{n}_L + \dot{n}_K \quad (4)$$

Komponentenbilanz - Ethanol

$$\dot{n}_G \cdot y_1 = \dot{n}_L \cdot x_1 + \dot{n}_K + x_{1K} \quad (5)$$

Energiebilanz

$$\dot{H}_G = \dot{H}_K + \dot{H}_L + Q_{Kondensator} + Q_{Verlust} \quad (6)$$

5.2 Berechnung der Zusammensetzung aus der Dichte

Der Massenanteil an Ethanol der Proben wurde aus den gemessenen Dichten, durch einsetzen in eine Kalibrierfunktion berechnet. Die gegebene Kalibrierfunktion ist in Gleichung (7) aufgeführt.

$$\rho = -0,0079826782 \cdot (w_1[\%])^2 - 1,2901290063 \cdot (w_1[\%]) + 998,2 \quad (7)$$

5.3 Umrechnung von Massen- in Molenbruch

Die zuvor erhaltenen Massenanteile werden nun, wie in Gleichung (8) gezeigt, in die entsprechenden Stoffmengenanteile umgerechnet.

$$\begin{aligned} x_i &= \frac{\frac{w_i}{M_i}}{\sum \frac{w_j}{M_j}} \\ x_1 &= \frac{\frac{0,845}{46,07 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}}{\frac{0,845}{46,07 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} + \frac{1-0,845}{18,02 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}} \\ &= \underline{0,68} \end{aligned} \quad (8)$$

5.4 Berechnung des Molenstromes

Die Berechnung des Molenstromes der Komponente 1 (Ethanol) an den betrachteten Stellen wird analog der Beispielrechnung (9) vorgenommen. Dabei werden die gemessene Dichte, der gemessene Volumenstrom, der berechnete Massenanteil und die Molare Masse der betrachteten Komponente eingesetzt.

$$\begin{aligned} \dot{n} &= \frac{\rho \cdot \dot{V} \cdot w}{M} \\ \dot{n}_{1K} &= \frac{\rho_K \cdot \dot{V}_K \cdot w_{1K}}{M_1} \\ &= \frac{832,3 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3} \cdot 0,372 \frac{\text{L}}{\text{h}} \cdot 0,845}{46,07 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \\ &= \underline{5,67 \frac{\text{mol}}{\text{h}}} \end{aligned} \quad (9)$$

Der gesamte Molenstrom an einer Stelle wird anschließend unter Zuhilfenahme des Molenbruchs der Komponente ausgerechnet.

$$\begin{aligned}\dot{n}_K &= \frac{\dot{n}_{1K}}{x_{1K}} \\ &= \frac{5,67 \frac{\text{mol}}{\text{h}}}{0,68} \\ &= \underline{8,34 \frac{\text{mol}}{\text{h}}}\end{aligned}\quad (10)$$

5.5 Berechnung des Molenstromes im Sumpf

Aus den Bilanzgleichungen (1) und (2) ergibt sich ein überbestimmtes Gleichungssystem. Die Berechnung des Molenstromes im Sumpf der Kolonne erfolgt durch Anwendung des Excel-Add-ins *solver*. Der Feed-Molenstrom wird aufgrund der größten Fehleranfälligkeit als veränderliche Größe markiert. Nebenbedingung für die Lösung ist, dass (1) und (2) den selben wert annehmen. Für die Daten des ersten Versuches folgt ein Sumpf-Molenstrom von $227,27 \frac{\text{mol}}{\text{h}}$. Der Feed-Molenstrom wird durch die Anwendung von ursprünglich $225,39 \frac{\text{mol}}{\text{h}}$ auf $235,60 \frac{\text{mol}}{\text{h}}$ angehoben.

5.6 Rücklaufverhältnis

Bei einem stationären Betrieb der Rektifikationskolonne im thermischen Gleichgewicht ist auch der Volumenstrom an Kopfprodukt stationär. Daher können für das Rücklaufverhältnis auch die Zeiten eingesetzt werden, in welchen das Magnetventil den jeweiligen Weg freigibt. Dabei wurde die sich auf dem Verschlussstopfen gesammelte Flüssigkeitspfütze berücksichtigt.

$$\nu = \frac{\dot{R}}{\dot{E}} = \frac{t_{\dot{R}}}{t_{\dot{E}}} = \frac{11,01 \text{ s}}{3,99 \text{ s}} = \underline{2,76} \quad (11)$$

5.7 McCabe-Thiele-Diagramm

Nachdem die Ethanolanteile von Kopfprodukt, Feed und Sumpfprodukt als senkrechte Linien in das Gleichgewichtsdiagramm eingetragen sind, kann die Arbeitsgerade des Verstärkungsteils aus dem Punkt y_o (vgl.(12)) und dem Schnittpunkt von Diagonale und senkrechter auf x_K durch Verbinden der beiden Punkte konstruiert werden. Die Abtriebsgerade folgt aus dem Schnittpunkt der Senkrechten über x_F und der Verstärkungsgerade und dem Schnittpunkt der senkrechten über x_S mit der Diagonalen. Die Stufenkonstruktion erfolgt ausgehend vom Schnittpunkt von Diagonale und senkrechter auf x_K , bis zum überschreiten des Schnittpunktes von Diagonale und senkrechter auf x_S . Die fertige Stufenkonstruktion ist in Abb. 2 dargestellt. Es ergaben sich 6 theoretische Trennstufen. Diese Anzahl liegt weit unter der wirklichen Bodenzahl von 15.

$$\begin{aligned}y_o &= \frac{x_K}{\nu + 1} \\ &= \frac{x_K}{\nu + 1} = \frac{0,68}{2,76 + 1} = \underline{0,181}\end{aligned}\quad (12)$$

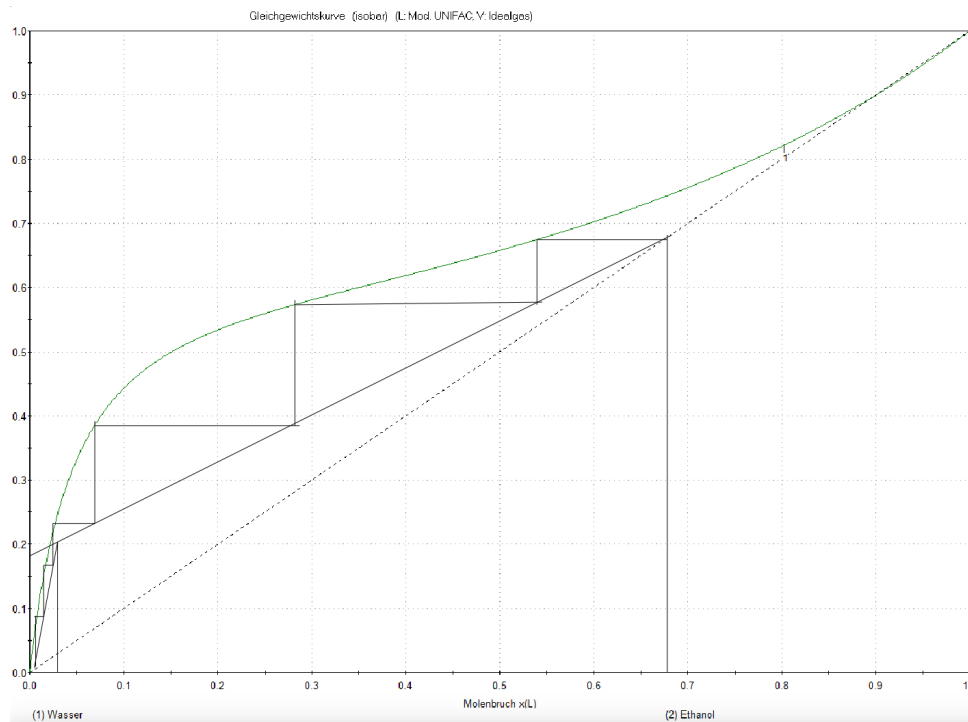


Abb. 2: Das Gleichgewichtsdiagramm des Versuch 1 mit der resultierenden Stufenkonstruktion - von Hand

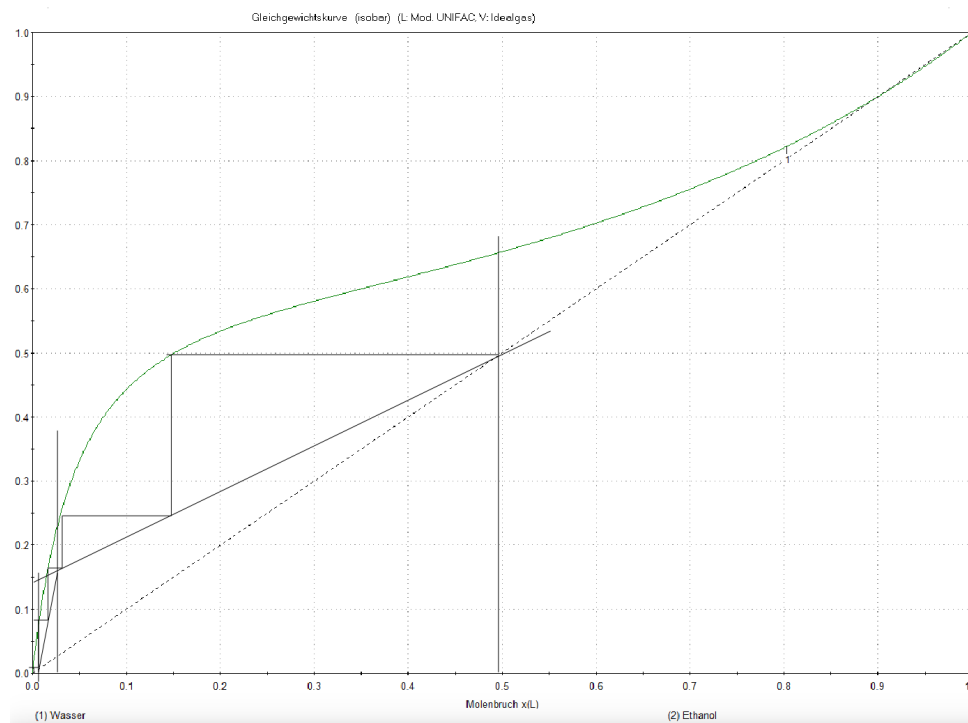


Abb. 3: Das Gleichgewichtsdiagramm des Versuch 2 mit der resultierenden Stufenkonstruktion - von Hand

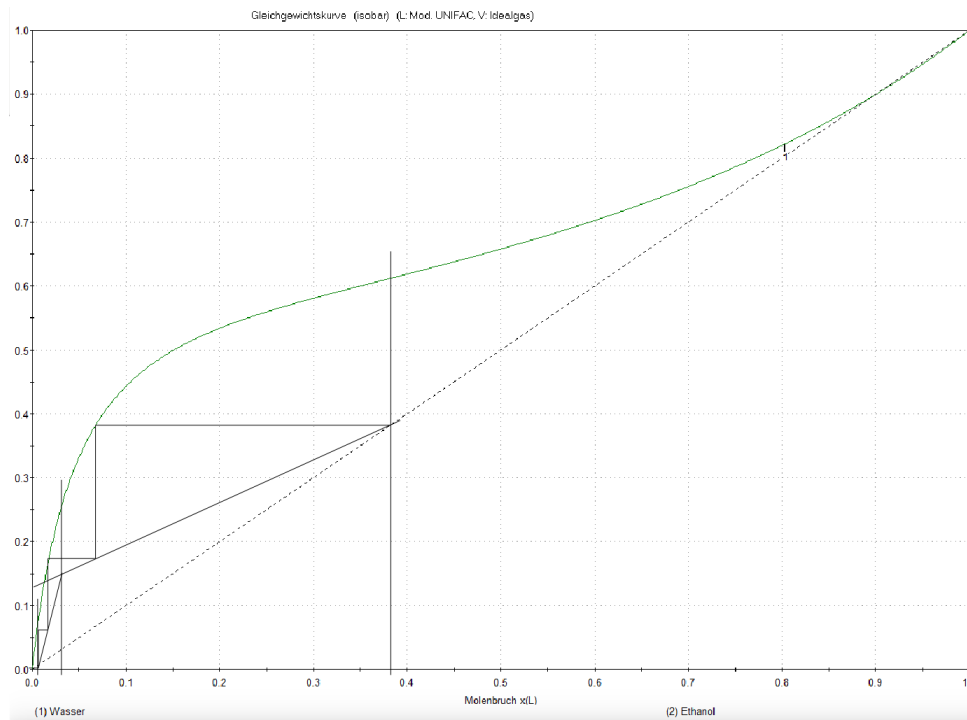


Abb. 4: Das Gleichgewichtsdiagramm des Versuch 3 mit der resultierenden Stufenkonstruktion - von Hand

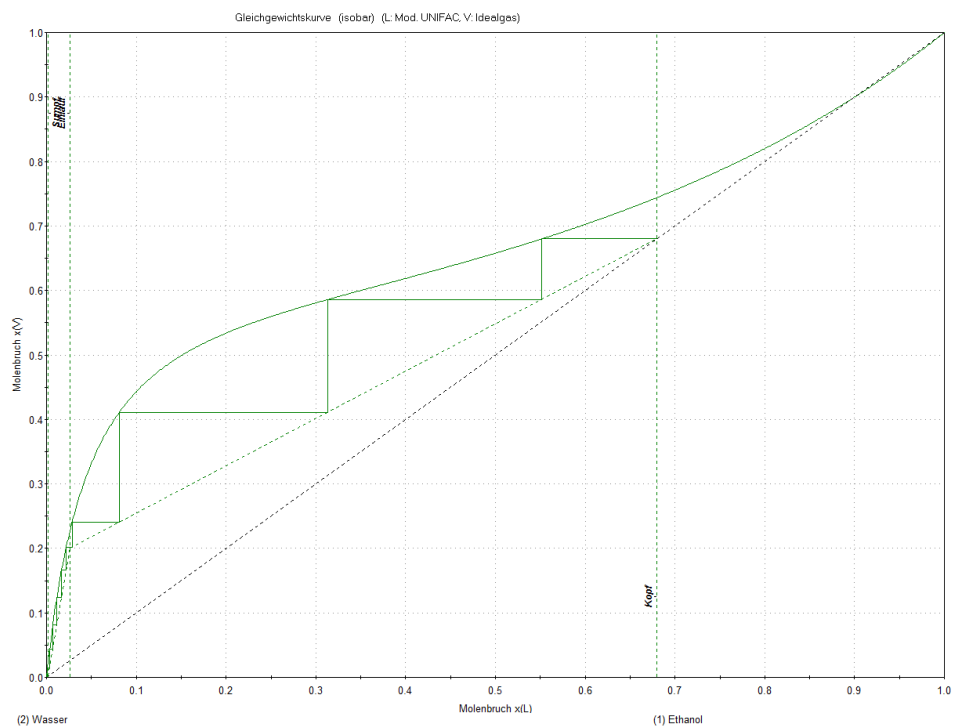


Abb. 5: Das Gleichgewichtsdiagramm des Versuch 1 mit der resultierenden Stufenkonstruktion - automatisch

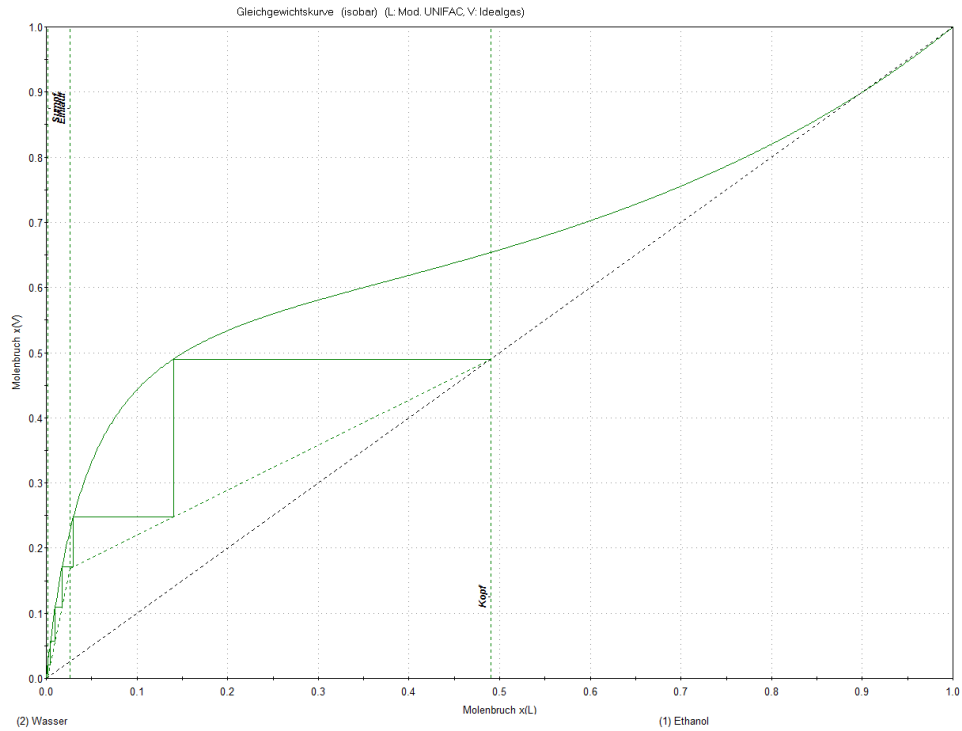


Abb. 6: Das Gleichgewichtsdiagramm des Versuch 2 mit der resultierenden Stufenkonstruktion - automatisch

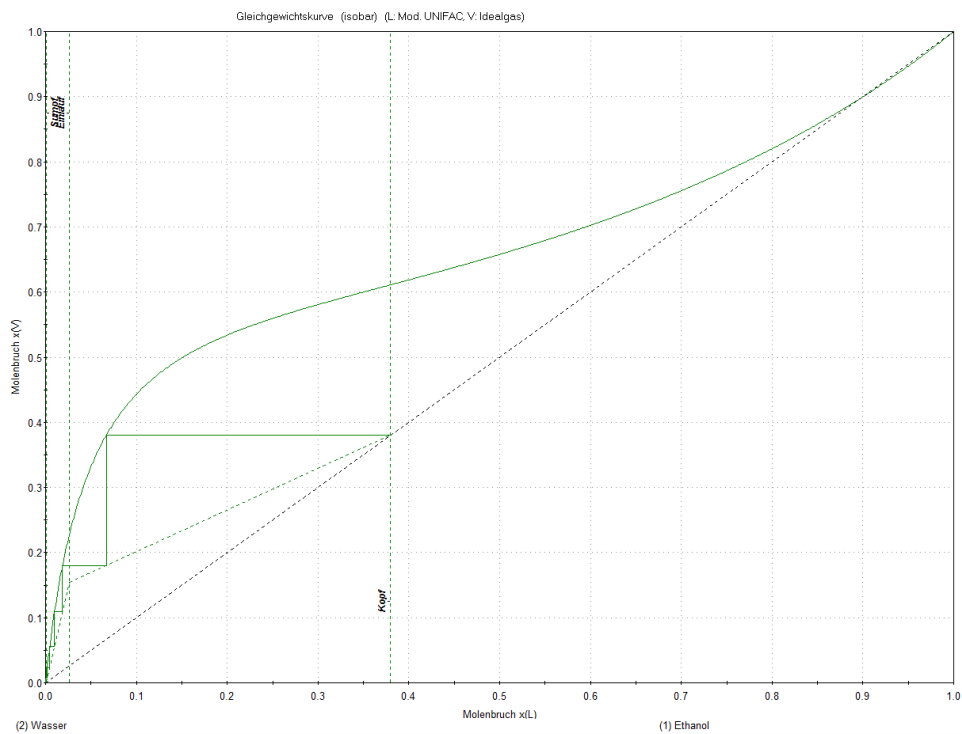


Abb. 7: Das Gleichgewichtsdiagramm des Versuch 3 mit der resultierenden Stufenkonstruktion - automatisch

5.8 Energiebilanz

Um in die Gleichung (3) als Energiebilanz einsetzen zu können, müssen zuerst die Enthalpien der Ströme berechnet werden. Für diese wiederum ist die spezifische Wärmekapazität erforderlich. Außerdem muss die Kühl und Heizleistung bekannt sein. Die Berechnungen sind in den nachfolgenden Abschnitten detailliert aufgeführt. Die Gleichung (13) enthält die eingesetzten Zwischenergebnisse. Durch diese Energiebilanz lässt sich die Verlustwärme berechnen. Diese beträgt im ersten Versuch 637,5 W.

$$\begin{aligned}\dot{H}_F + Q_{Heiz} &= \dot{H}_K + \dot{H}_S + Q_{Kondensator} + Q_{Verlust} \\ 108,29 \text{ W} + 1229,36 \text{ W} &= 21,66 \text{ W} + 475,94 \text{ W} + 202,55 \text{ W} + Q_{Verlust} \\ Q_{Verlust} &= \underline{637,5 \text{ W}}\end{aligned}\quad (13)$$

5.8.1 Wärmekapazitäten

Die Wärmekapazitäten der Mischungen, werden durch Wichtung der Wärmekapazitäten der Reinstoffe, bei der gemessenen Temperatur, mit den Molenbrüchen, nach Gleichung (15) berechnet. Die Wärmekapazität der Reinstoffe ist durch die Regressionsgleichung (14) und die tabellierten Konstanten A, B, C, D und E gegeben.

$$cp \left[\frac{\text{J}}{\text{kmol} \cdot \text{K}} \right] = A + B \cdot T + C \cdot T^2 + D \cdot T^3 + E \cdot T^4 \quad (14)$$

$$\begin{aligned}\bar{c}_p(K) &= x_1 \cdot c_{p1} + x_2 \cdot c_{p2} \\ &= 0,68 \cdot 138\,673 \frac{\text{J}}{\text{kmol} \cdot \text{K}} + (1 - 0,68) \cdot 75\,569 \frac{\text{J}}{\text{kmol} \cdot \text{K}} \\ &= \underline{118\,481,84 \frac{\text{J}}{\text{kmol} \cdot \text{K}}}\end{aligned}\quad (15)$$

5.8.2 Enthalpien der Ströme

$$\begin{aligned}\dot{H} &= \dot{n} \cdot cp \cdot \Delta T \\ \dot{H}_K &= \dot{n}_K \cdot c_{pK} \cdot \Delta T_K \\ &= 8,34 \frac{\text{mol}}{\text{h}} \cdot 118\,481,84 \frac{\text{J}}{\text{kmol} \cdot \text{K}} \cdot 78,9 \text{ K} \\ &= \underline{21,66 \text{ W}} \\ \dot{H}_F &= \dot{n}_F \cdot c_{pF} \cdot \Delta T_F \\ &= 236,995 \frac{\text{mol}}{\text{h}} \cdot 76\,386,75 \frac{\text{J}}{\text{kmol} \cdot \text{K}} \cdot 21,65 \text{ K} \\ &= \underline{108,29 \text{ W}} \\ \dot{H}_S &= \dot{n}_S \cdot c_{pS} \cdot \Delta T_S \\ &= 227,27 \frac{\text{mol}}{\text{h}} \cdot 76\,112,46 \frac{\text{J}}{\text{kmol} \cdot \text{K}} \cdot 99,05 \text{ K} \\ &= \underline{475,94 \text{ W}}\end{aligned}\quad (16)$$

5.8.3 Kühlleistung

$$\begin{aligned}\dot{Q} &= \dot{m} \cdot c_p \cdot \Delta T \\ &= (\rho \cdot \dot{V}) \cdot c_p \cdot (T_\omega - T_\alpha) \\ &= \left(999,38 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3} \cdot 28,25 \cdot 10^{-3} \frac{\text{m}^3}{\text{h}}\right) \cdot 4200 \frac{\text{J}}{\text{kg} \cdot \text{K}} \cdot (19,45^\circ\text{C} - 13,3^\circ\text{C}) \cdot \text{K} \\ &= \underline{202,55 \text{ W}}\end{aligned}\tag{17}$$

5.8.4 Berechnung der Heizleistung

Die Berechnung der Heizleistung in Watt beruht auf der verbrauchten Energie über einen gewissen Zeitraum. Definitionsgemäß kann daher die Heizleistung entsprechend der nachfolgenden Gleichung (18) berechnet werden.

$$\begin{aligned}\dot{Q}_{\text{Heizung}} &= \frac{Q_{\text{Heizung}}[\text{W} \cdot \text{h}]}{t[\text{s}]/3600} \\ &= \frac{358,3 \text{ W} \cdot \text{h}}{1049 \text{ s}/3600} \\ &= \underline{1229,36 \text{ W}}\end{aligned}\tag{18}$$

6 Diskussion

Die Zahl der theoretischen Trennstufen aus der Stufenkonstruktion im McCabe-Thiele-Diagramm nimmt mit sinkender Kopfproduktreinheit ab. Wo für den Versuch 1 noch 6 Stufen konstruiert wurden, waren für den Versuch 2 nur noch 5 und für den Versuch noch 4 Stufen nötig. Natürlich blieb die Bodenzahl in der Versuchskolonne gleich. Die wirkliche Anzahl der Böden liegt immer weit über der theoretischen Zahl.

Aus den Berechnungen geht hervor, dass der Kopfproduktstrom bei sinkendem Rücklaufverhältnis ansteigt. Mit dem Rücklaufverhältnis sinkt aber auch die Konzentration an Leichtsieder im Produkt.

Der Vergleich der selbst berechneten Werte mit denen aus dem Programm VLE in Tabelle 1 ergibt, dass sich die Ergebnisse im großen und ganzen sehr ähneln. Die größten Abweichungen treten bei der Konstruktion des Mc-Cabe-Thiele Diagramms auf. Hier wurde eine theoretische Stufenzahl von 6, anstelle der 10 von VLE ermittelt. Das Ergebnis des Computerprogramms ist deutlich vertrauenswürdiger, da dabei die Lösung numerisch erfolgte. Die zeichnerische Lösung birgt durch die Ungenauigkeiten der Skalen ein hohes Potential für Abweichungen. Außerdem fällt auf, dass die Temperaturen am Kolonnenkopf um einige Kelvin höher sind als es durch das Programm prognostiziert wurde.

Der berechnete Wärmeverlust entspricht mit den in Gleichung (13) berechneten 637,5 W 52% der Heizleistung. Dies ist aufgrund der vielen un-isolierten Bereiche an der Kolonne plausibel. Die Korrektur des Rücklaufverhältnisses war in den gegebenen Werten bereits erfolgt.

Das Ausgleichen der Stoffbilanz mittels des *solver*, beruht auf der Annahme, dass die Messung des Kopfproduktvolumenstromes fehlerfrei ist.

Tab. 1: Vergleich der Ergebnisse aus händischer Berechnung zu den Ergebnissen des Programms VLE

Versuch Nr.	Rücklaufverhältnis	x_{1K}	McCabe-Thiele Stufenzahl	$\vartheta(\text{Sumpf})[^\circ\text{C}]$	$\vartheta(\text{Kopf}) [^\circ\text{C}]$
gemessene und durch VLE berechnete Werte					
1	2,76	0,68	10	99,64	78,71
2	2,26	0,49	6	99,48	79,89
3	1,76	0,38	5	99,41	80,80
gemessene und händisch bestimmte Werte					
1	2,76	0,68	6	99,05	78,9
2	2,26	0,49	5	98,8	82,25
3	1,76	0,38	4	98,8	85

Das Konzentrationsprofil in Ober- und Untersäule lässt sich ebenfalls aus den Gleichgewichtsdiagrammen ableiten. Dazu wird Anzahl und Form der Stufen links und rechts von der Feedkonzentration betrachtet. Es ergibt sich, dass die Konzentrationssprünge in der Obersäule, in diesem Experiment, immer größer sind als die in der Untersäule. Eine hohe Reinheit des Kopfprodukts und kleine Rücklaufverhältnisse bewirken mehr Stufen in der Obersäule, während sehr geringe Leichtsiederkonzentrationen in Feed und Sumpf besonders für eine hohe Stufenzahl der Untersäule verantwortlich sind. Die Konzentrationsprünge zwischen den Stufen sind in der Obersäule besonders groß. Das ist schon an der Gleichgewichtskurve zu erkennen. Je weiter sich diese von der Diagonalen weg wölbt, desto besser lässt sich ein Gemisch destillieren/ rektifizieren. Ein wirkliches Konzentrationsprofil lässt sich aus den gegebenen Daten jedoch nicht ableiten. Dazu wären

die Temperaturen auf den einzelnen Böden nötig, um aus den Siedepunkten die genaue Zusammensetzung auf den einzelnen Glockenböden abzuleiten.

7 Fehlerbetrachtung

Alle Messonden sind fehlerbehaftet. Die digitale Kontrollwarte am PC verhindert einige Ablesefehler. Selbige könnten aber beim ablesen der Volumina trotzdem aufgetreten sein. Die Wärmekapazität wurde als Reienentwicklung in die Gleichungen einbezogen. Dieses Verfahren beruht auf einer Annäherung an den realen Verlauf dieser Größe. Die Regressionsgleichung vierten Grades ist als sehr genau einzustufen und wird daher nicht angezweifelt. Ebenso ist die Dichtemessung mit dem sehr präzisen Messgerät als praktisch fehlerfrei zu sehen.

Einige Berechnungen wurden von Hand gemacht. Im Laufe der Auswertung könnten sich Übertragungsfehler eingeschlichen haben. Es ist sehr auffällig, dass die zeichnerische Bestimmung der Stufenzahl im McCabe-Thiele-Diagramm sehr fehleranfällig ist. Das Ablesen und eintragen in an den Koordinatenachsen basiert auf dem Abschätzen von Zahlenwerten zwischen der groben Einteilung. Besonders am unteren Ende, wo die Konzentration von Feed und Sumpf sehr nah beieinander liegen, ist eine ausreichend genaue Eintragung unmöglich. Daher sind die Ergebnisse des Computerprogramms VLE als richtig anzunehmen.

Das Ausgleichen der Stoffbilanz mittels des *solver*, beruht auf der Annahme, dass die Messung des Kopfproduktvolumenstromes fehlerfrei ist. Da dies keinesfalls sein kann, ist die Massenbilanz und darauf aufbauende Energiebilanz mit dem nötigen Abstand zu betrachten.