



PROTOKOLL THERMISCHE VERFAHRENSTECHNIK

Destillation

Datensatz J

Teilnehmer:

Roman-Luca Zank
Willy Messerschmidt

Datum der Versuchsdurchführung: (Online)

Abgabedatum: 29. Juli 2020

Merseburg den 29. 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	9
5.8.1	Wärmekapazitäten	9
5.8.2	Enthalpien der Ströme	10
5.8.3	Kühlleistung	10
5.8.4	Berechnung der Heizleistung	10
6	Diskussion	12
7	Fehlerbetrachtung	12

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

3 Geräte und Chemikalien

Geräte:

- Rektifikationsanlage
- Dichte-Messgerät
- Spritze
- Bechergläser

Proben/Chemikalien:

- Wasser
- Ethanol

4 Durchführung

5 Ergebnisse und Berechnungen

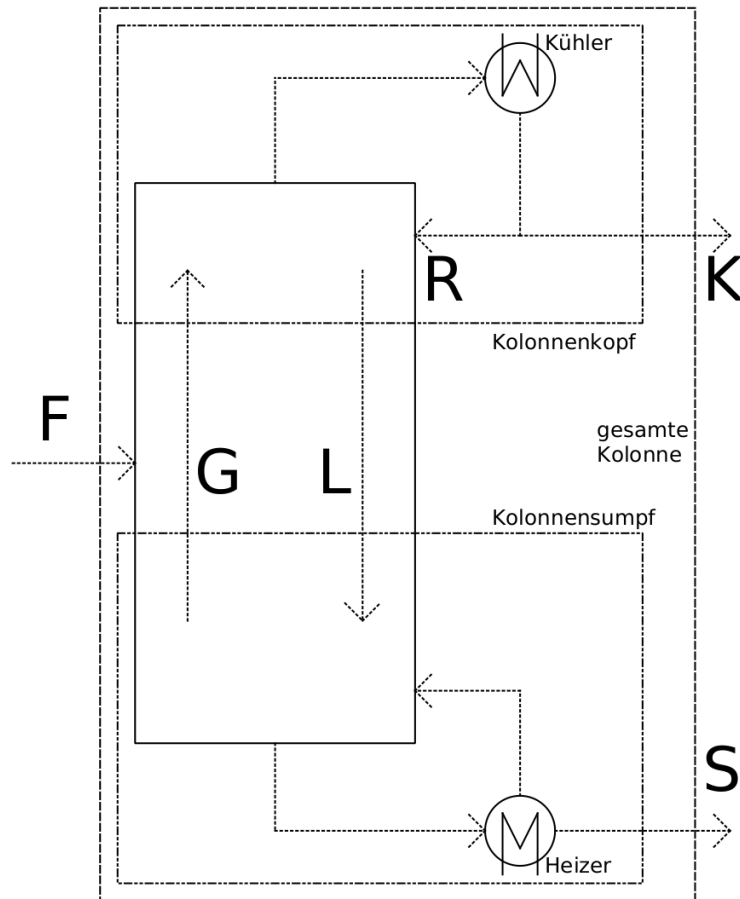


Abb. 1: Schematische Abbildung der Rektifikationskolonne zur Darstellung der Bilanzräume

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.

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

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.

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

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.

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

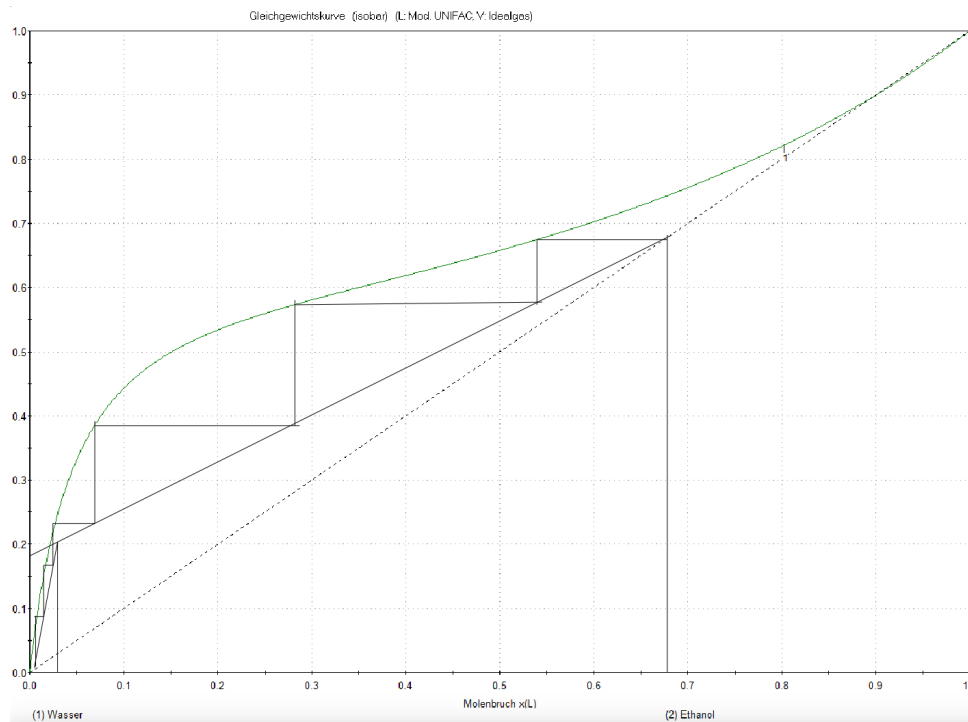


Abb. 2: Das Gleichgewichtsdiagramm des Versuch 1 mit der resultierenden Stufenkonstruktion - von Hand

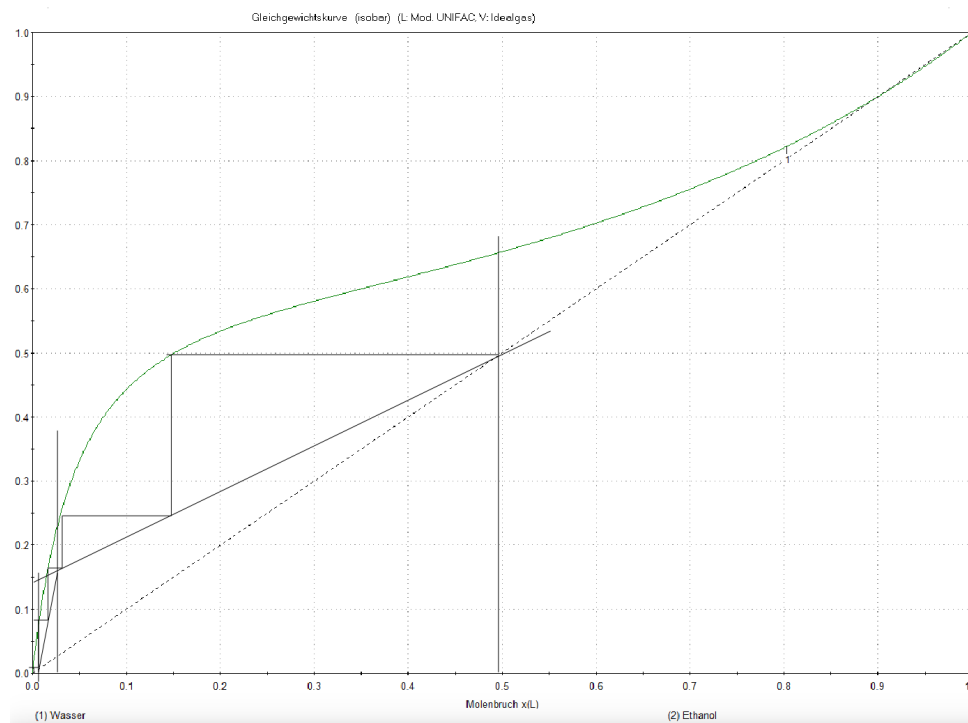


Abb. 3: Das Gleichgewichtsdiagramm des Versuch 2 mit der resultierenden Stufenkonstruktion - von Hand

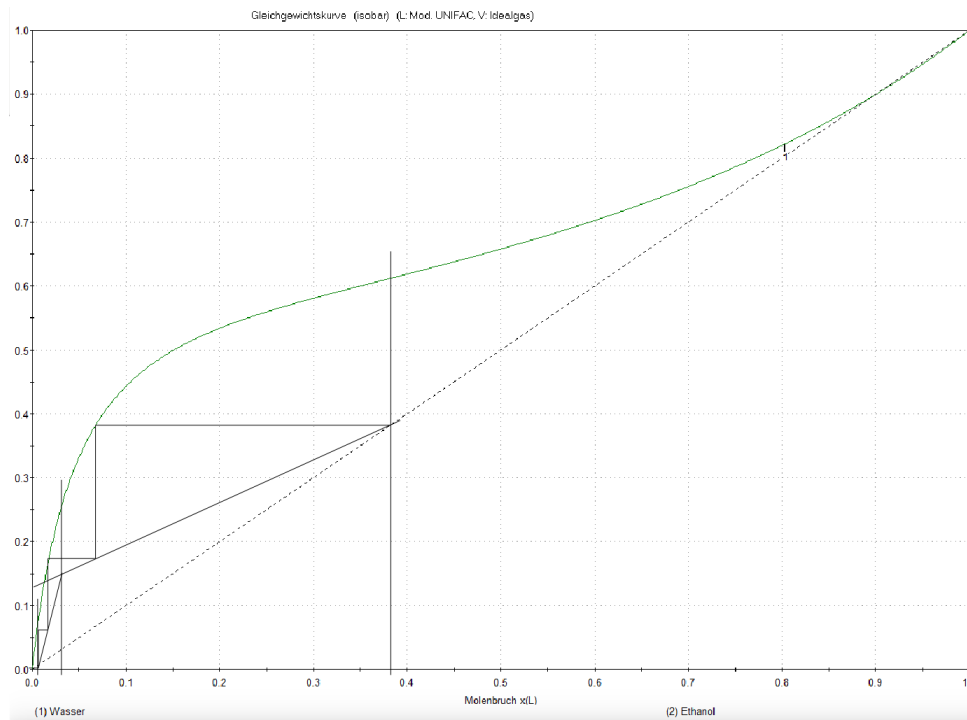


Abb. 4: Das Gleichgewichtsdiagramm des Versuch 3 mit der resultierenden Stufenkonstruktion - von Hand

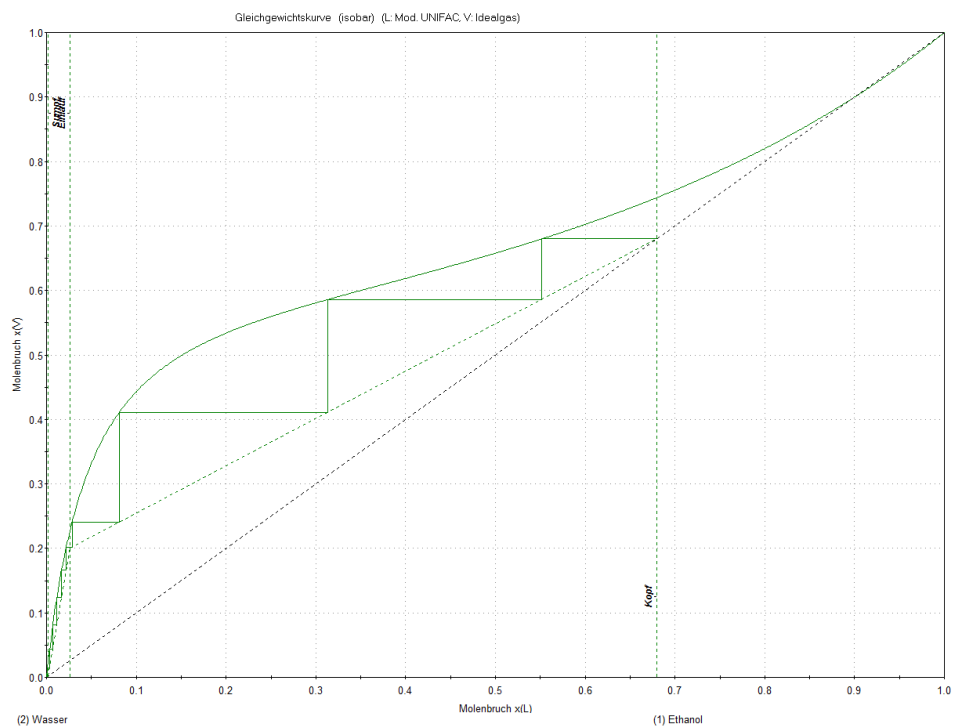


Abb. 5: Das Gleichgewichtsdiagramm des Versuch 1 mit der resultierenden Stufenkonstruktion - automatisch

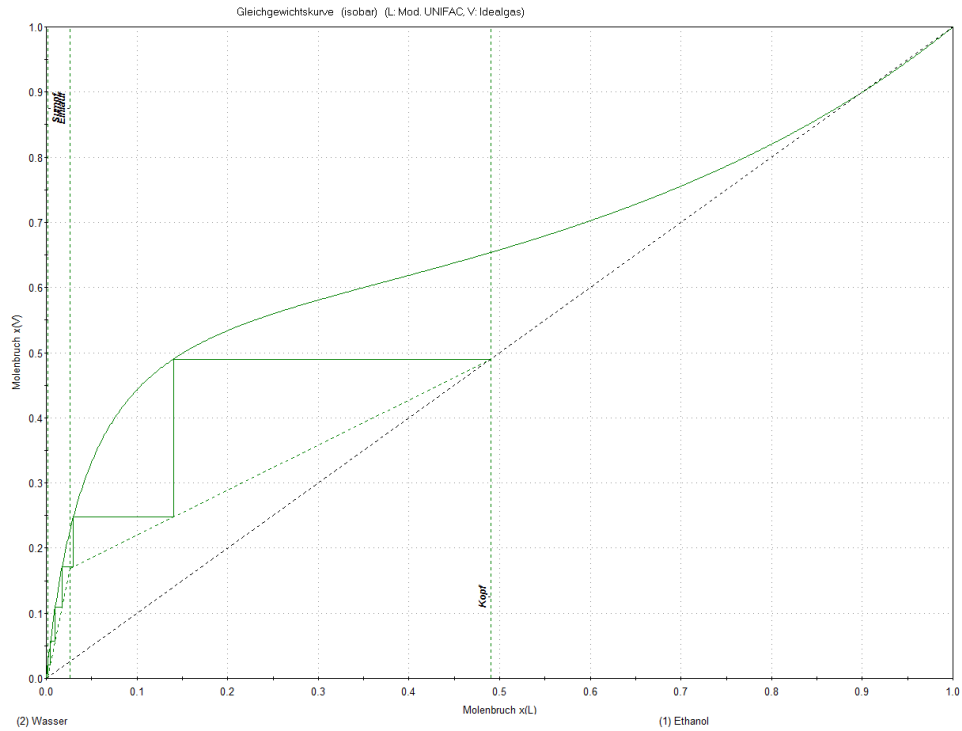


Abb. 6: Das Gleichgewichtsdiagramm des Versuch 2 mit der resultierenden Stufenkonstruktion - automatisch

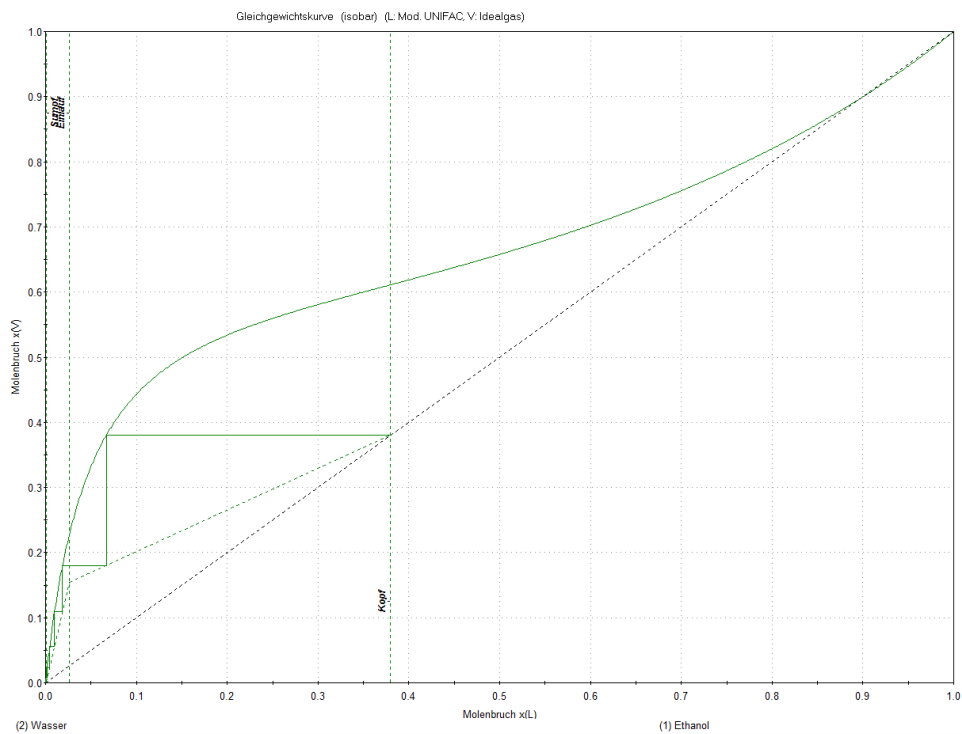


Abb. 7: Das Gleichgewichtsdiagramm des Versuch 3 mit der resultierenden Stufenkonstruktion - automatisch

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.

7 Fehlerbetrachtung