

# Rektifikation

Daniel Bomze W05

Paul Gauss W12

Paul Kautny W20

**10.11.2009**

---

## Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Aufgabenstellung</b>	<b>3</b>
1.1	Messung der Temperatur- und Konzentrationsänderungen . . . . .	3
1.2	Wärmebilanz . . . . .	3
<b>2</b>	<b>Theoretische Grundlagen</b>	<b>3</b>
2.1	McCabe-Thiele-Diagramm . . . . .	3
2.1.1	Bilanzierung und Arbeitsgeraden . . . . .	3
2.1.2	Minimales Rücklaufverhältnis . . . . .	4
2.1.3	Minimale Trennstufenanzahl . . . . .	5
2.2	Fenske-Underwood . . . . .	5
2.2.1	Bestimmung der minimalen Trennstufenanzahl nach Fenske . . . . .	5
2.2.2	Bestimmung des minimalen Rücklaufverhältnisses nach Underwood . . . . .	6
2.3	Stufenwirkungsgrad . . . . .	6
2.4	Wärmebilanz der Kolonne . . . . .	6
<b>3</b>	<b>Versuchsdurchführung</b>	<b>7</b>
3.1	Ermittlung der Kalibrationsgerade für das Refraktometer . . . . .	7
3.2	Einstellen des Molverhältnisses im Sumpf . . . . .	7
3.3	Durchführung der Rektifikation bei unendlichem Rückfluss . . . . .	8
3.4	Durchführung der Rektifikation bei endlichem Rückfluss . . . . .	8
<b>4</b>	<b>Auswertung</b>	<b>9</b>
4.1	Rektifikation mit unendlichem Rücklaufverhältnis . . . . .	9
4.1.1	McCabe-Thiele Diagramme . . . . .	9
4.1.2	Berechnung von $\eta_{therm}$ , $\dot{R}$ , $n_{min}$ nach Fenske und $E_g$ . . . . .	9
4.2	Rektifikation mit endlichem Rücklaufverhältnis . . . . .	11
4.2.1	Bestimmung von $\dot{V}_E$ , $\dot{V}_S$ und $\dot{V}_F$ . . . . .	11
4.2.2	Berechnung von $\eta_{therm}$ , $\dot{R}$ , $v$ , $n_{min}$ nach Fenske und $E_g$ . . . . .	11
4.2.3	McCabe-Thiele Diagramme . . . . .	12
<b>5</b>	<b>Diskussion der Ergebnisse &amp; Fehlerbetrachtung</b>	<b>13</b>
5.1	Messfehler . . . . .	13
5.2	Kalibrationsgerade . . . . .	13
5.3	Rücklaufverhältnis . . . . .	14
<b>6</b>	<b>Anhang</b>	<b>14</b>
<b>7</b>	<b>Referenzen</b>	<b>20</b>

## 1 Aufgabenstellung

### 1.1 Messung der Temperatur- und Konzentrationsänderungen

Für drei verschiedene Heizleistungen sollen, für unendlichen Rücklauf und für endlichen Rücklauf, die Konzentrationsänderung und die Temperaturänderungen bei Verwendung einer Glockenbodenkolonne für eine Rektifikation von einem Butanol-Ethanol-Gemisch bestimmt werden. Daraus sollen die theoretische Trennstufenzahl, das Mindestrücklaufverhältnis, der theoretische Stufenwirkungsgrad bestimmt und untereinander verglichen werden.

### 1.2 Wärmebilanz

Aus einer Wärmebilanz über den Kopf-, Feed- und Sumpfbereich soll der thermische Wirkungsgrad und der Rücklauf bestimmt werden.

## 2 Theoretische Grundlagen

### 2.1 McCabe-Thiele-Diagramm

#### 2.1.1 Bilanzierung und Arbeitsgeraden

Der Kopf-, Feed- und Sumpfbereich der Kolonne können wie folgt bilanziert werden: Die Bilanz des Kopfbereiches der Kolonne lässt formelmäßig wie folgt darstellen:

$$\dot{G} = \dot{E} + \dot{L}$$

Formel 1: Bilanz über den Kopfbereich

Daraus lässt sich durch Einführung des Rücklaufverhältnisses  $v = \frac{R}{E}$  die Formel für die Verstärkungsgerade herleiten:

$$y = \frac{v}{v-1}x + \frac{x_E}{v-1}$$

Formel 2: Verstärkungsgerade für das McCabe-Thiele-Diagramm

Für die Erstellung der Abtriebsgeraden muss eine Bilanz über den Sumpfbereich der Kolonne erstellt werden. Dabei gilt:

$$\dot{L} = \dot{G} + \dot{S}$$

Formel 3: Bilanz über den Sumpfbereich

Die passende Abtriebsgerade mit dem eingeführten Rücklaufverhältnis des Sumpfes,  $v^+ = \frac{L^+}{S}$ , lautet daher:

$$y = \frac{v^+}{v^+ - 1}x - \frac{x_S}{v^+ - 1}$$

Formel 4: Abtriebsgerade für das McCabe-Thiele-Diagramm

Um schlussendlich noch die Formel der Schnittgeraden zu erhalten, muss die Bilanz über den Feedbereich erstellt werden. Diese gestaltet sich schwieriger und lautet:

$$\dot{F} + \dot{L} + \dot{G}^+ = L^+ \dot{G}$$

Formel 5: Bilanz über den Feedbereich

Daraus lässt sich, durch einbringen des Kalorischen Faktors  $f$  die Formel der Schnittgerade ableiten:

$$y = \frac{f}{f - 1}x - \frac{f}{f - 1}$$

Formel 6: Schnittgerade für das McCabe-Thiele-Diagramm

Für  $f$  gilt dabei:

$$f = \frac{\overline{H}_G - \overline{H}_F}{\overline{H}_G - \overline{H}_L} = 1 + \frac{\overline{H}_L - \overline{H}_F}{\Delta h_{verd}}$$

Formel 7: Der Kalorische Faktor

### 2.1.2 Minimales Rücklaufverhältnis

Das minimale Rücklaufverhältnis nach McCabe-Thiele lässt sich wie folgt ermitteln: Man legt eine Gerade durch den Schnittpunkt der Schnittgerade mit der Gleichgewichtskurve und dem Punkt  $x = x_E$ ,  $y = x_E$  und schneidet sie mit der Ordinate. Der Ordinatenabstand am Punkt  $x = 0$  setzt man in folgende Formel ein:

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

Formel 8: Minimales Rücklaufverhältnis nach McCabe-Thiele

### 2.1.3 Minimale Trennstufenanzahl

Die minimale Stufenanzahl wird graphisch ermittelt, indem man von der Arbeitsgeraden eine waagrechte Gerade zur Gleichgewichtskurve zeichnet, ausgehend vom Punkt  $x = x_E$ ,  $y = x_E$  und am Schnittpunkt mit der Gleichgewichtskurve eine vertikale Gerade bis zur Arbeitsgerade einzeichnet. Von diesem Punkt aus wird wieder eine waagrechte Gerade bis zur Gleichgewichtskurve weitergeführt. Dieser Vorgang wird solange wiederholt, bis der x-Wert den  $x_S$ -Wert überschritten hat oder zumindest gleich groß ist. An Hand der eingezeichneten Stufen kann die minimale Anzahl der Trennstufen bestimmt werden.

## 2.2 Fenske-Underwood

### 2.2.1 Bestimmung der minimalen Trennstufenanzahl nach Fenske

Für die Bestimmung der minimalen Trennstufenanzahl nach Fenske wird folgende Formel benötigt:

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

Formel 9: Minimale Trennstufenanzahl nach Fenske

$$\alpha = \frac{p_{0,1}}{p_{0,2}}$$

Formel 10: Relative Flüchtigkeit bzw. Trennfaktor

Die Partialdrücke  $p_{0,i}$  errechnen sich laut folgender Formel aus den Antoinekonstanten für die entsprechenden Substanzen:

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

Formel 11: Bestimmung der Partialdrücke mittels der Antoinekonstanten

### 2.2.2 Bestimmung des minimalen Rücklaufverhältnisses nach Underwood

$$v_{min} = \frac{1}{\alpha - 1} \left[ \frac{x_E}{x_F} - \alpha \frac{1 - x_E}{1 - x_F} \right]$$

Formel 12: Minimales Rücklaufverhältnis nach Underwood

Für  $\alpha$  gilt die gleiche Bestimmung wie in Kapitel 2.2.1 beschrieben.

### 2.3 Stufenwirkungsgrad

Der Stufenwirkungsgrad ist der Quotient aus der Anzahl der theoretischen Stufen und der Anzahl der tatsächlich benötigten Stufen. Formelmäßig ausgedrückt lautet das:

$$E_g = \frac{n_{th}}{n_{real}}$$

Formel 13: Stufenwirkungsgrad

### 2.4 Wärmebilanz der Kolonne

Die Gesamtwärmebilanz der Kolonne lässt sich wie folgt beschreiben.

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

Formel 14: Gesamtwärmebilanz der Kolonne

Dabei gilt für die Wärmeströme in den einzelnen Bereichen  $i$ :

$$\dot{Q}_i = \dot{V}_i \rho_i c_{p,i} T$$

Formel 15: Wärmebilanz über den Bereich  $i$

Für den Kondensator gilt:

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

Formel 16: Wärmebilanz für den Kondensator

Weiters lässt sich der thermische Wirkungsgrad definieren:

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

Formel 17: Thermischer Wirkungsgrad

Bei unendlichem Rücklaufverhältnis vereinfacht sich die Formel da  $\dot{Q}_F$ ,  $\dot{Q}_E$  und  $\dot{Q}_S$  0 sind.

Weiters lässt sich aus der Wärmebilanz der Rücklauf berechnen.

$$\dot{R} = \frac{\dot{Q}_K}{\Delta H_V} - \dot{E}$$

Formel 18: Berechnung des Rücklaufs

### 3 Versuchsdurchführung

#### 3.1 Ermittlung der Kalibrationsgerade für das Refraktometer

Vor Beginn des Versuchs wurde zur Konzentrationsbestimmung des Butanol-Ethanol-Gemisches eine Kalibrationsgerade für das Refraktometer erstellt. Dazu wurden Gemische mit unterschiedlichen Volumsanteilen erstellt und mittels des Refraktometers der Brechungsindex der Gemische bestimmt. Die Messung des Brechungsindex erfolgte bei einer konstanten Temperatur von 21 °C. Aus diesen Ergebnissen lässt sich eine Funktion zur Bestimmung des Molverhältnisses an Hand des Brechungsindex ermitteln. (Abb.

<i>Volums%EtOH</i>	<i>Mol%EtOH</i>	<i>n<sub>D</sub></i>
1	1,00	1,359
0,7	0,79	1,3698
0,5	0,61	1,3772
0,3	0,40	1,3831
0	0,00	1,3949

Tabelle 1: Gemessene Brechungsindizes für unterschiedliche Mischverhältnisse

Die von uns berechnete Gleichung lautet:  $y = -28,10x + 39,19$

#### 3.2 Einstellen des Molverhältnisses im Sumpf

Das Molverhältnis des Sumpfes wurde auf 53 Mol% Ethanol durch portionsweise Zugabe von Ethanol unter Kontrolle des Brechungsindex eingestellt.

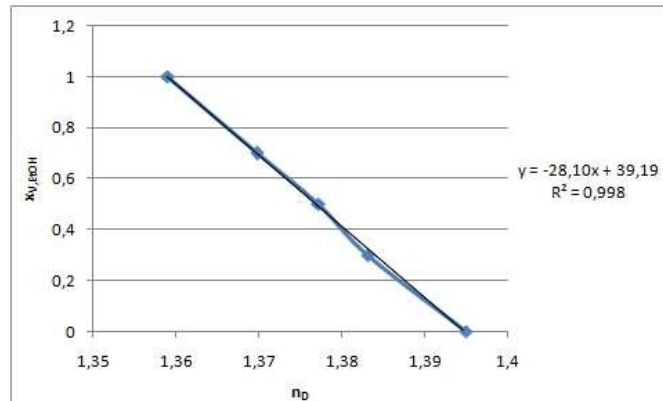


Abbildung 1: Graphische Darstellung der Kalibrationsgerade für ein Butanol-Ethanol-Gemisch

### 3.3 Durchführung der Rektifikation bei unendlichem Rückfluss

Die Heizstäbe wurden auf 45% der maximalen Heizleistung gestellt, nachdem die Sumpflüssigkeit in den Sumpf überführt wurde. Das Kühlwasser wurde auf eine Durchflussrate von 110 l/min eingestellt.

In Regelmäßigen Abständen wurden die Temperaturwerte überprüft. Dabei wurden an folgende Stellen der Apparatur gemessen: Kühlwassertemperatur beim Kondensatoreintritt, Kühlwassertemperatur beim Kondensatorausgang, Temperatur im Sumpf, sowie die Temperatur im Kopfbereich. Nachdem die Temperaturen konstante Werte annahmen wurden im Kopf- und im Sumpfbereich erst das Totvolumen der Entnahnehähne abgelassen und anschließend Proben gezogen. Der Brechungsindex der Proben wurde mit dem Refraktometer bestimmt.

Nach rund 10 Minuten wurden, nach Ablassen des Totvolumens, wieder Proben gezogen und deren Brechungsindex bestimmt.

Dies wurde wiederholt bis der Brechungsindex konstante Werte annahm, sich also ein Phasengleichgewicht eingestellt hatte. Nachdem sich das Phasengleichgewicht eingestellt hatte und die Zusammensetzung des Kopf- und des Sumpfproduktes bestimmt wurde, wurde die Heizleistung auf 50% erhöht und wie oben beschrieben verfahren. Nach diesem Messdurchgang wurde eine 3. Messserie mit 55% Heizleistung durchgeführt.

### 3.4 Durchführung der Rektifikation bei endlichem Rückfluss

Die vom Tutor erhaltenen Volumenströme wurden, mit Hilfe der angegebenen Kalibrationskurven, in % der Pumpleistung umgerechnet. Die Pumpleistung errechnet sich wie folgt:



$$P_F = \frac{-A_2 + \sqrt{A_2^2 - 4A_1A_3}}{2A_1}$$

Formel 19: Berechnung der Pumpleistung

Die errechneten Pumpleistungen wurden an den Pumpen eingestellt. Weiters wurde der Thermostat der Feedvorwärmung auf die angegebenen 65 °C eingestellt. Durch ein Missverständnis wurde die Pumpleistung für die Entnahme aus dem Kopf- und aus dem Sumpfbereich verwechselt. Anschließend wurde wieder auf die Gleichgewichtseinstellung gewartet. Diese wurde durch Überprüfen der Temperaturkonstanz und durch Ziehen von Kopf- und Sumpfpfproben festgestellt. Weiters wurde die Pumpleistung der Pumpen überprüft, indem die Fördermenge für ein bestimmtes Zeitintervall in einem Messzylinder aufgefangen und bestimmt wurde. Nach Beendigung des Versuchs wurden die Sumpfheizung sowie die Messeinheiten abgeschaltet. Das Kühlwasser lief weiter bis kein Kondensat im Kühler mehr sichtbar war.

## 4 Auswertung

### 4.1 Rektifikation mit unendlichem Rücklaufverhältnis

#### 4.1.1 McCabe-Thiele Diagramme

Die vorgegebenen Werte der Gleichgewichtsgerade wurden durch ein Polynom 6. Grades interpoliert. Die erhaltene Funktion lautet:  $y = -6,959x^6 + 22,71x^5 - 28,74x^4 + 18,12x^3 - 6,742x^2 + 2,605x$ . Die GGW-Gerade und die Bilanzgerade wurden in das Diagramm eingetragen. Weiters wurden  $x_E$  und  $x_S$  markiert. Nun wurde vom Punkt  $(x_E/x_E)$  beginnend jeweils für den entsprechendne  $x$  bzw.  $y$  Wert der zugehörige Funktionswert auf der GGW-Geraden und der Bilanzgerade berechnet, bis der Punkt  $(x_S/x_S)$  überschritten wurde, und die so erhaltenen Stufen eingezeichnet. Dies wurde für alle drei Messungen wiederholt. (Diagramme siehe Anhang: Abb. 2, 3 und 4)

Wie leicht zu sehen, beträgt die minimale Stufenanzahl in allen drei Fällen vier.

#### 4.1.2 Berechnung von $\eta_{therm}$ , $\dot{R}$ , $n_{min}$ nach Fenske und $E_g$

Mit den gemessenen Werten und obigen Formel konnte nun der thermische Wirkungsgrad bestimmt werden.

Heizleistung[%]	$Q_H$ [kJ/h]	$\Delta T_{KW}$ [°C]	$Q_K$ [kJ/h]	$\eta_{therm}$
45	4860	7,4	3407	0,70
50	5400	8,3	3822	0,71
55	5940	9,5	4374	0,74

Tabelle 2: Berechnung des thermischen Wirkungsgrades  $\eta_{therm}$

Weiters wurde der Rücklauf für die drei unterschiedlichen Heizleistungen berechnet.

Heizleistung[%]	$x_{E,EtOH}$	$\Delta H_{vap}$ [kJ/kg]	$Q_K$ [kJ/h]	$\rho_E$ [kg/m <sup>3</sup> ]	$\vec{R}$ [L/h]
45	0,944	821	3407	788,57	5,29
50	0,946	821	3822	788,53	5,90
55	0,948	822	4374	788,58	6,75

Tabelle 3: Berechnung des Rücklaufes

Nun kann auch noch die minimale Stufenanzahl nach Fenske berechnet werden. Dazu benötigt man jedoch die ideale Selektivität.

		A	B	C	$p_i$	$\alpha$
45%	$C_2H_5OH$	8,1122	1592,864	226,184	227644	1,922
	$C_4H_9OH$	7,47429	1314,188	186,5	118443	
50%	$C_2H_5OH$	8,1122	1592,864	226,184	227644	1,918
	$C_4H_9OH$	7,47429	1314,188	186,5	118682	
55%	$C_2H_5OH$	8,1122	1592,864	226,184	227644	1,912
	$C_4H_9OH$	7,47429	1314,188	186,5	119042	

Tabelle 4: Berechnung der idealen Selektivität

Heizleistung[%]	$n_{min,Fenske}$	$n_{min,ganzzahl.}$	$E_{g,Fenske}$	$n_{McCabe-Th.}$	$E_{g,McCabe-Thi.}$
45	3,54	4	0,4	4	0,4
50	3,71	4	0,4	4	0,4
55	3,70	4	0,4	4	0,4

Tabelle 5: Berechnung des Stufenwirkungsgrades

Man kann eine recht gute Übereinstimmung der mit der Fenske-Gleichung errechneten und der aus dem McCabe-Thiele Diagramm ermittelten minimalen Stufenanzahl für die einzelnen Messungen erkennen.

## 4.2 Rektifikation mit endlichem Rücklaufverhältnis

### 4.2.1 Bestimmung von $\dot{V}_E$ , $\dot{V}_S$ und $\dot{V}_F$

Die Volumenströme wurden durch Auslitern bestimmt. Dazu wurde über einen Zeitraum von neun Minuten der Kopf- und Sumpfstrom in einem Messgefäß aufgefangen. Aus der Summe der beiden Ströme ergibt sich der Feedstrom. Nach neun Minuten befanden sich im Messgefäß des Kopfstromes 72 ml und im Messgefäß des Sumpfstromes 188 ml.

	Pumpleistung[%]	$\dot{V}_{theoretisch}$ [L/h]	$\dot{V}_{real}$ [L/h]
Feed	45,8	1,6	1,73
Kopf	13,6	0,6	0,48
Sumpf	31,1	1,0	1,25

Tabelle 6: Berechnung der Volumenströme durch Auslitern und Gegenüberstellung mit den theoretisch erwarteten Strömen

### 4.2.2 Berechnung von $\eta_{therm}$ , $\dot{R}$ , $v$ , $n_{min}$ nach Fenske und $E_g$

Wie schon für die drei Versuche mit unendlichem Rücklaufverhältnis, kann wieder der thermische Wirkungsgrad berechnet werden. Dazu ist es nötig die Wärmeströme der einzelnen Bereiche zu bestimmen.

Wärmestrom	$\dot{V}$ [L/h]	$\rho$ [kg/m <sup>3</sup> ]	$c_p$ [kJ/(kgK)]	$\Delta T$ [K]	$\dot{Q}$ [kJ/h]
$\dot{Q}_{H,theoretisch}$					5940
$\dot{Q}_K$	110	1000	4,186	9,1	4190
$\dot{Q}_E$	0,48	789	2,450	353	327
$\dot{Q}_S$	1,25	801	2,568	362	933
$\dot{Q}_F$	1,73	801	2,566	338	1203
$\dot{Q}_{H,effektiv}$					4247
$\eta$					0,71

Tabelle 7: Wärmeströme der einzelnen Bereiche und  $\eta$

In Kenntnis des Energieflusses über den Kondensator, kann über die Verdampfungsenthalpie des Kopfproduktes, unter Berücksichtigung des Entnahmestromes der Rücklauf und daraus das Rücklaufverhältnis berechnet werden.

$\dot{Q}_K$ [kJ/h]	$\Delta_{H,vap}$ [kJ/kg]	$\rho_E$ [kg/m <sup>3</sup> ]	$\dot{E}$ [L/h]	$\dot{R}$ [L/h]E	$v$
4190	821	789	0,48	5,99	12,49

Tabelle 8: Berechnung des Rücklaufverhältnisses

Weiters kann wiederum die ideale Selektivität über die Antoine-Konstanten berechnet werden.

	<i>A</i>	<i>B</i>	<i>C</i>	$p_i$	$\alpha$
$C_2H_5OH$	8,1122	1592,864	226,184	230151	1,922
$C_4H_9OH$	7,47429	1314,188	186,5	119763	

Tabelle 9: Berechnung der idealen Selektivität

Mit Hilfe der idealen Selektivität kann können nun  $v_{min,Underwood}$  und  $n_{min,Fenske}$  und daraus  $E_{g,Fenske}$  bestimmt werden. Zum Vergleich werden die so erhaltenen Werten den, im nächsten Kapitel, aus dem McCabe-Thiele ermittelten gegenübergestellt.

Heizleistung[%]	$v_{min,Underwood}$	$n_{min,Fenske}$	$n_{min,ganzzahlig}$	$E_{g,Fenske}$
55	2,29	3,93	4	0,4
	$v_{min,McCabe-Thiele}$	$n_{McCabe-Thiele}$	$E_{g,McCabe-Thiele}$	
	1,46	5	0,5	

Tabelle 10: Berechnung der diversen  $v_{min}$ ,  $n_{min}$  und  $E_g$  Werte

### 4.2.3 McCabe-Thiele Diagramme

Wie in Versuch mit unendlichem Rücklaufverhältnis wurden zuerst die GGW-Kurve und die Schnittpunktgerade im Diagramm eingezeichnet. Danach wurden mit dem Hilfe des  $v$  Wertes die Verstärkungsgerade berechnet und eingetragen. Für sie ergibt sich:  $y = 0,924x + 0,071$ . Da der Rücklauf im Sumpf nicht gemessen werden kann, muss die Abtriebsgerade über den Schnittpunkt der Schnittpunktgeraden mit der Verstärkungsgeraden bestimmt werden. Um die Schnittpunktgerade zu erhalten, muss der Kalorische Faktor ermittelt werden. Er beträgt 1,085. Damit lautet die Gleichung für die Schnittpunktgerade:  $y = 12,81x - 6,358$ . Der Schnittpunkt dieser Geraden mit der Verstärkungsgeraden liegt bei  $(0,54/0,57)$ . Mit diesem Punkt und dem Punkt  $(x_S/x_S)$  erhält man nun die Abtriebsgerade:  $y = 1,218x - 0,087$ . Nun konnten, beginnend beim Punkt  $(x_E/x_E)$ , die Stufen eingezeichnet werden, indem die jeweiligen  $x$  bzw.  $y$  Werte mit den obigen Geradengleichungen bzw. der polynomischen Approximation der GGW-Kurve berechnet wurden. (Diagramm siehe Anhang: Abb. 5) Die minimale Stufenanzahl beträgt fünf.

Weiters wurde das minimale Rücklaufverhältnis aus dem Diagramm bestimmt. Dazu musste die Gerade, die durch den Schnittpunkt der Gleichgewichtskurve und der Schnittpunktgeraden und den Punkt  $(x_E/x_E)$ , ermittelt werden. Dazu wurden die Funktionen von einander subtrahiert und näherungsweise der Nullpunkt bestimmt. Der Schnittpunkt liegt bei  $(0,55/0,73)$ . Aus diesen beiden Punkten ergibt sich die Gerade  $y =$

$0,576x + 0,412$  aus der direkt  $y(0)$  abgelesen werden kann. Das damit errechnete minimale Rücklaufverhältnis beträgt 1,29.

## 5 Diskussion der Ergebnisse & Fehlerbetrachtung

### 5.1 Messfehler

- Temperatur

Die Temperatur wurde ausschließlich von digitale Messanzeigen abgelesen, sodass keine Ablesefehler passieren konnten. Auch waren die Temperaturwerte über große Zeiträume konstant, so dass hier, wenn man auf die Messfühler vertrauen kann, kein Fehler entstanden ist.

- Probenahmefehler

Um Probenahmefehler zu verhindern, wurde stets vor der eigentlichen Probenahme ein kleines Volumen entnommen und verworfen, um sicherzustellen, dass die entnommene Probe tatsächlich die Zusammensetzung des vermessenen Bereiches zum Zeitpunkt der Probenahme wiedergibt. Weiters wurde jede Probe durch eine zweite Entnahme und Messung kontrolliert. So konnte auch sichergestellt werden, dass sich in der Kolonne bereits ein Gleichgewicht eingestellt hatte.

- Auslitern

Das Auslitern erfolgte in Messzylindern durchgeführt, die in 1 ml Schritten skaliert waren. Geht man von einem maximalen Ablesefehler von 0,5 ml aus, so führt dies jedoch trotzdem nur zu einem maximalen Fehler von 0,6 %.

- Brechungsindex

Nur die ersten drei Nachkommastellen waren im Refraktometer skaliert. die letzte Stelle musste daher abgeschätzt werden. Um den dabei verursachten Fehler konstant zu halten, wurde das Ablesen nach Möglichkeit immer von der selben Person durchgeführt. Weiters muss beachtet werden, dass ein Ablesefehler von 0,0002 lediglich einen Fehler von 0,5% in der Volumenzusammensetzung gibt.

### 5.2 Kalibrationsgerade

Sicherlich wurde bei der Erstellung der Kalibrationsgeraden und der damit durchgeführten Berechnung der Volumensanteile der Komponenten ein Fehler gemacht. Ein grundlegendes Problem dabei war, dass zwei Flaschen Ethanol vorhanden waren, bei denen jedoch ein deutlich unterschiedlicher Brechungsindex gemessen wurde. Es dürfte also zu

einer Verunreinigung zumindest einer der beiden Flaschen gekommen sein. Zum Herstellen der unterschiedlichen Mischungen von Ethanol und Butanol wurde daher stets eine Flasche verwendet. Weiters war die Temperierung des Refraktometers äußerst schwierig, da das Thermostat zum Überlaufen neigte. Es konnten so keine wirklich konstanten Bedingungen geschaffen werden.

### 5.3 Rücklaufverhältnis

Beim Durchführen des Versuches mit Feed-, Kopf- und Sumpfstrom wurden versehentlich die Volumenströme für den Sumpfstrom und den Kopfstrom vertauscht. Dadurch wurde mit einem sehr großen Rücklaufverhältnis gearbeitet. Dies führte unter anderem dazu, dass die Steigung der Verstärkungsgerade fast  $45^\circ$  beträgt. Sie weicht daher nur wenig von der Bilanzgeraden ab. Weiteres führt dies zu einem Schnittpunkt mit der Schnittpunktgerade, der sehr nahe an der Bilanzgerade liegt, was wiederum dazu führt, dass auch die Abtriebsgerade nur wenig von der Bilanzgerade abweicht. Das alles hat zur Folge, dass man fast unter den selben Bedingungen arbeitet, wie bei den ersten Versuchen mit unendlichem Rücklaufverhältnis, was sofort beim Vergleichen der errechneten Werte und beim Betrachten der McCabe-Thiele Diagramme auffällt. So steigt zB. die minimale Trennstufenanzahl nur um eine Stufe an.

## 6 Anhang

### Abbildungsverzeichnis

1	Graphische Darstellung der Kalibrationsgerade für ein Butanol-Ethanol-Gemisch . . . . .	8
2	McCabe-Thiele-Diagramm bei 45%-Heizleistung und unendlichem Rückfluss	18
3	McCabe-Thiele-Diagramm bei 50%-Heizleistung und unendlichem Rückfluss	18
4	McCabe-Thiele-Diagramm bei 55%-Heizleistung und unendlichem Rückfluss	19
5	McCabe-Thiele-Diagramm bei 55%-Heizleistung und unendlichem Rückfluss	19

### Formelübersicht

1	Bilanz über den Kopfbereich . . . . .	3
2	Verstärkungsgerade für das McCabe-Thiele-Diagramm . . . . .	3
3	Bilanz über den Sumpfbereich . . . . .	4
4	Abtriebsgerade für das McCabe-Thiele-Diagramm . . . . .	4
5	Bilanz über den Feedbereich . . . . .	4
6	Schnittgerade für das McCabe-Thiele-Diagramm . . . . .	4
7	Der Kalorische Faktor . . . . .	4
8	Minimales Rücklaufverhältnis nach McCabe-Thiele . . . . .	5

9	Minimale Trennstufenanzahl nach Fenske . . . . .	5
10	Relative Flüchtigkeit bzw. Trennfaktor . . . . .	5
11	Bestimmung der Partialdrücke mittels der Antoinekonstanten . . . . .	5
12	Minimales Rücklaufverhältnis nach Underwood . . . . .	6
13	Stufenwirkungsgrad . . . . .	6
14	Gesamtwärmebilanz der Kolonne . . . . .	6
15	Wärmebilanz über den Bereich $i$ . . . . .	6
16	Wärmebilanz für den Kondensator . . . . .	6
17	Thermischer Wirkungsgrad . . . . .	7
18	Berechnung des Rücklaufs . . . . .	7
19	Berechnung der Pumpleistung . . . . .	9

### Tabellenverzeichnis

1	Gemessene Brechungsindizes für unterschiedliche Mischverhältnisse . . . . .	7
2	Berechnung des thermischen Wirkungsgrades $\eta_{therm}$ . . . . .	10
3	Berechnung des Rücklaufes . . . . .	10
4	Berechnung der idealen Selektivität . . . . .	10
5	Berechnung des Stufenwirkungsgrades . . . . .	10
6	Berechnung der Volumenströme durch Auslitern und Gegenüberstellung mit den theoretisch erwarteten Strömen . . . . .	11
7	Wärmeströme der einzelnen Bereiche und $\eta$ . . . . .	11
8	Berechnung des Rücklaufverhältnisses . . . . .	11
9	Berechnung der idealen Selektivität . . . . .	12
10	Berechnung der diversen $v_{min}$ , $n_{min}$ und $E_g$ Werte . . . . .	12
11	Verzeichnis der verwendeten Symbole und Formelzeichen . . . . .	16
12	Messwerte der Messungen mit unendlichem Rücklaufverhältnis . . . . .	17
13	Messwerte der Messungen mit endlichem Rücklaufverhältnis . . . . .	17

## Verzeichnis der verwendeten Symbole und Formelzeichen

Symbol	Bedeutung	Einheit
$\dot{V}$	Volumenstrom	$[Lh^{-1}]$
$\dot{E}$	Entnahmestrom	$[Lh^{-1}]$
$\dot{R}$	Rücklaufstrom	$[Lh^{-1}]$
$\dot{F}$	Feedstrom	$[Lh^{-1}]$
$\dot{S}$	Sumpfstrom	$[Lh^{-1}]$
$p$	Partialdruck	$[Pa]$
$\alpha$	relative Flüchtigkeit	$[-]$
$\Delta H$	Verdampfungswärme	$[Jmol^{-1}/Jkg^{-1}]$
$\eta$	thermischer Wirkungsgrad	$[-]$
$\rho$	Dichte	$[kgdm^3]$
$c_P$	spezifische Wärme	$[Jmol^{-1}K^{-1}]$
$E_g$	Stufenwirkungsgrad	$[-]$
$f$	Kalorischer Faktor	$[-]$
$H$	Enthalpie	$[Jmol^{-1}]$
$n$	Trennstufenzahl	$[-]$
$T$	Temperatur	$[^{\circ}C]$
$v$	Rücklaufverhältnis	$[-]$
$x$	Molenbruch in der Flüssigphase	$[-]$
$y$	Molenbruch in der Gasphase	$[-]$
$\dot{Q}$	Wärmefluss	$[J]$
$P$	Pumpleistung	$[\%]$
Index	Bedeutung	
$E$	Entnahme	
$K$	Kopf	
$F$	Feed	
$G$	Gas	
$R$	Rücklauf	
$S$	Sumpf	
$i$	Komponente i	
$L^*$	Flüssigkeit bei Siedetemperatur	

Tabelle 11: Verzeichnis der verwendeten Symbole und Formelzeichen



## Messwerte

<i>Leistung</i> [%]	45	50	55
$n_{D_E}$	1,3621	1,3620	1,3619
$T_E$ [°C]	79	79	79
$x_E$	0,944	0,946	0,948
$n_{D_S}$	1,3820	1,3825	1,3820
$T_S$ [°C]	87,9	88,1	88,4
$x_S$	0,465	0,449	0,464
<i>Kühlwasser in</i> [°C]	14,2	14,3	14,2
<i>Kühlwasser out</i> [°C]	21,6	22,6	23,7
$\dot{V}_K$ [L/h]	110	110	110

Tabelle 12: Messwerte der Messungen mit unendlichem Rücklaufverhältnis

<i>Leistung</i> [%]	55
$n_{D_E}$	1,3621
$T_E$ [°C]	14,8
$x_E$	0,944
$n_{D_F}$	1,3795
$T_F$ [°C]	65
$x_F$	0,538
$n_{D_S}$	1,3840
$T_S$ [°C]	89
$x_S$	0,402
<i>Kühlwasser in</i> [°C]	14,8
<i>Kühlwasser out</i> [°C]	23,9
$\dot{V}_K$ [L/h]	110

Tabelle 13: Messwerte der Messungen mit endlichem Rücklaufverhältnis

## McCabe-Thiele-Diagramme

Es folgen die drei McCabe-Thiele-Diagramme für die unterschiedlichen Heizleistungen bei unendlichem Rückfluss und das McCabe-Thiele-Diagramm bei endlichem Rücklauf.

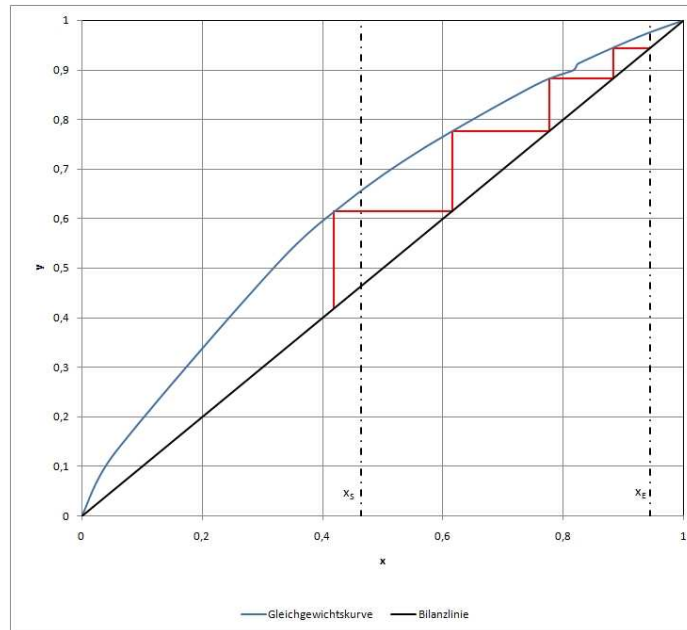


Abbildung 2: McCabe-Thiele-Diagramm bei 45%-Leistung und unendlichem Rückfluss

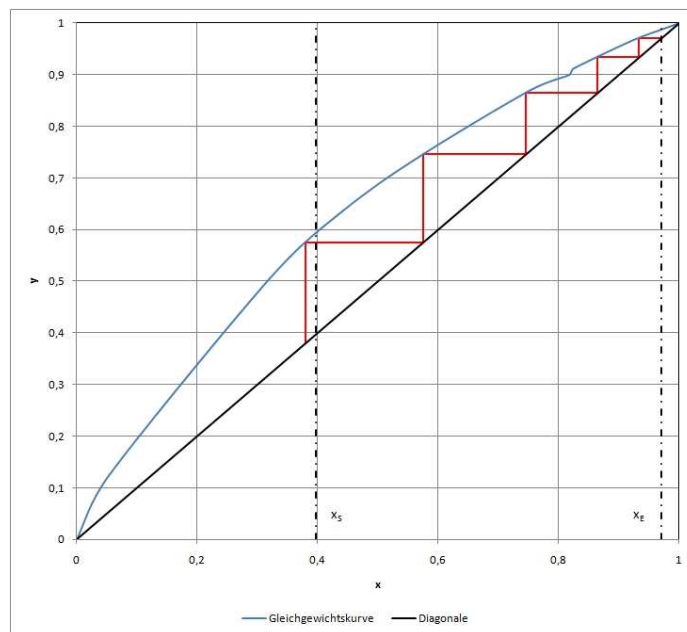


Abbildung 3: McCabe-Thiele-Diagramm bei 50%-Leistung und unendlichem Rückfluss

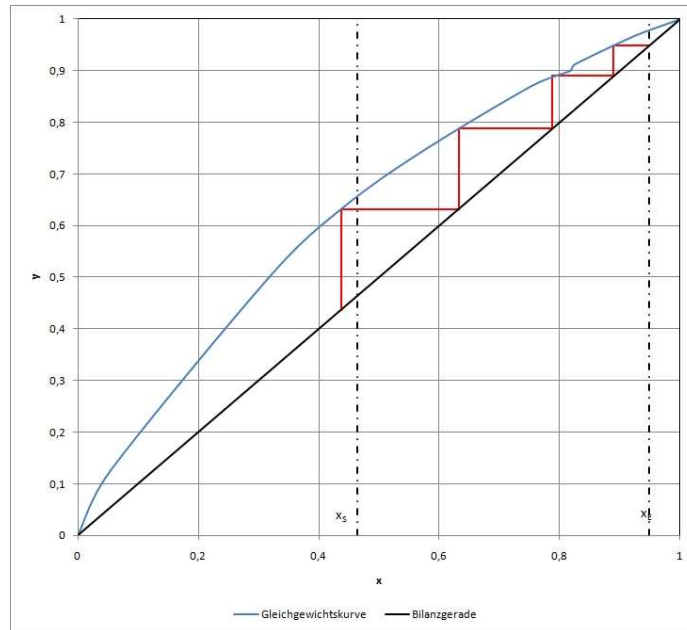


Abbildung 4: McCabe-Thiele-Diagramm bei 55%-Leistung und unendlichem Rückfluss

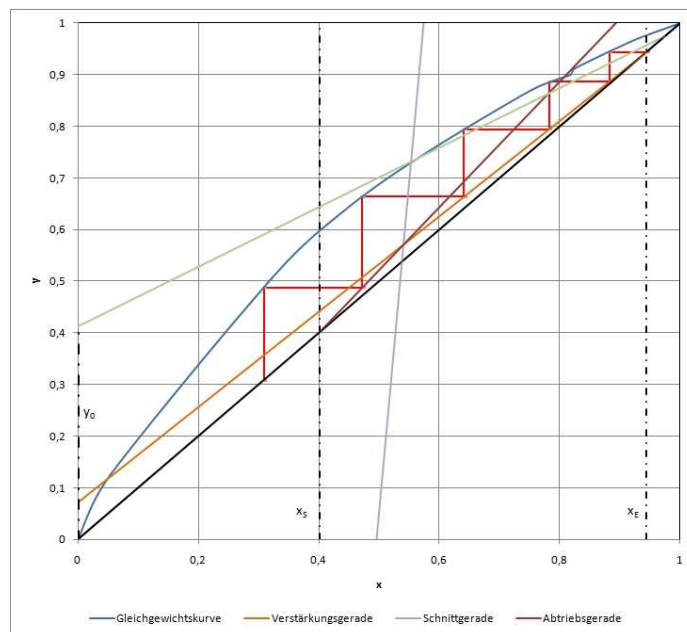


Abbildung 5: McCabe-Thiele-Diagramm bei 55%-Leistung und endlichem Rückfluss

## 7 Referenzen

- Friedl Anton: Thermische Verfahrenstechnik 1, (LVA 159.731 VO 2.0) (Hochschülerschaft der TU Wien)
- Höflinger et al.: Skriptum zu Verfahrenstechnik Laborübungen für Chemiker LVA-Nr: 166.209 ; Version 8.0; WS 09