

Universität Oldenburg - Grundpraktikum der Technischen Chemie

Rektifikation**1 Einleitung, Darstellung von Dampf-Flüssig-Gleichgewichten**

Bei der Rektifikation werden Flüssigkeitsgemische mit zwei oder mehr Komponenten durch mehrfache Verdampfung und Kondensation getrennt. Die sich wiederholenden Vorgänge finden in einer vertikalen Kolonne statt, in der der aufsteigende Dampfstrom und der herabfließende Kondensatstrom (Gegenstromprinzip) im ständigen Stoff- und Wärmeaustausch stehen. Die Triebkraft ist, wie für jeden thermischen Trennprozess, das Streben nach Erreichen des thermodynamischen Gleichgewichts zwischen allen im Bilanzraum auftretenden Phasen. Das Gleichgewicht ist erreicht, wenn neben Druck und Temperatur die Fugazitäten jeder Komponente in den Phasen gleich sind, so dass für die Rektifikation gilt:

$$f_i^V = f_i^L \quad (1)$$

mit Dampf = V und Flüssigkeit = L

Fugazitäten sind allerdings keine messbaren Größen. Deshalb müssen Fugazitäts- (ϕ) bzw. Aktivitätskoeffizienten (γ) eingeführt werden. Dampf/Flüssigkeits-Gleichgewichte (VLE – vapor/liquid-equilibrium) lassen sich unter Zuhilfenahme von Zustandsgleichungen für beide Phasen (Methode A) oder unter Anwendung von Fugazitätskoeffizienten für die Dampfphase sowie Aktivitätskoeffizienten und Sättigungsdampfdrücken für die flüssige Phase (Methode B) beschreiben. Einzelheiten zu den Methoden A und B finden Sie im Anhang I dieses Skripts. Je nach den Werten der Aktivitätskoeffizienten und Sättigungsdampfdrücke ergeben sich unterschiedliche Arten binärer Dampf-Flüssig-Gleichgewichtsdigramme. Abb. 1 zeigt die Auftragungen der Dampfzusammensetzung y_1 , des Logarithmus der Aktivitätskoeffizienten $\ln \gamma_i$, des Drucks P und der Temperatur T als Funktion des Molanteils der leichter siedenden Komponente x_1 für unterschiedliche Systeme. Im Falle des Drucks und der Temperatur ist auch die Abhängigkeit von der Dampfzusammensetzung (gestrichelte Linie) gezeigt.

Das System Benzol-Toluol verhält sich nahezu ideal, das heißt, dass die Wechselwirkungskräfte zwischen den Molekülen der beiden Komponenten sind genauso groß, wie die zwischen Molekülen der reinen Komponenten ($\gamma_{\text{Benzol}} = \gamma_{\text{Toluol}} = 1$). Es gelten das Raoult'sche und das Dalton'sche Gesetz:

$$p_1 = x_1 \cdot P_1^s \quad \text{sowie} \quad p_1 = y_1 \cdot P \quad (2, 3)$$

Mit p_1 = Partialdruck der Komponente 1,

x_1 = Molanteil der Komponente 1 in der flüssigen Phase,

y_1 = Molanteil der Komponente 1 in der Dampfphase,

P_1^s = Sättigungsdampfdruck der Komponente 1,

P = Gesamtdruck.

Daraus resultiert:

$$y_1 \cdot P = x_1 \cdot P_1^s \quad \text{bzw.} \quad y_2 \cdot P = x_2 \cdot P_2^s \quad (4)$$

Bei binären Systemen (Zweikomponentensystemen: $x_1 + x_2 = 1$ sowie $y_1 + y_2 = 1$) gilt:

$$(1 - y_1) \cdot P = (1 - x_1) \cdot P_2^s \quad (5)$$

Wird Gleichung 4 durch Gleichung 5 geteilt, ergibt sich:

$$\frac{y_1 \cdot P}{(1 - y_1) \cdot P} = \frac{x_1 \cdot P_1^s}{(1 - x_1) \cdot P_2^s} \quad (6)$$

mit $\alpha_{12} = \frac{P_1^s}{P_2^s}$ (α_{12} – Trennfaktor im System der Komponenten 1 und 2)* (7)

und Umstellen der Gleichung 6 nach y_1 errechnet sich:

$$y_1 = \frac{x_1 \cdot \alpha_{12}}{1 + x_1 (\alpha_{12} - 1)} \quad (8)$$

Wird y_1 gegen x_1 graphisch aufgetragen, resultiert die „Gleichgewichtskurve“ für das binäre Gemisch der Komponenten 1 und 2 (siehe Abb. 1: erste Zeile, erste Spalte).

Bei positiver Abweichungen vom idealen Verhalten (die Moleküle unterschiedlicher Komponenten wechselwirken nicht so intensiv miteinander wie die in den reinen Komponenten) nehmen die Werte der Aktivitätskoeffizienten zu ($\gamma_i > 1$). In der Abb. 1 ist die Auswirkung bis zum System Butanol–Wasser verdeutlicht. Dieses zeigt sich insbesondere im Verhalten des Drucks als Funktion der Flüssigkeitskonzentration. Während der Druck beim System Benzol–Toluol linear mit der Flüssigkeitskonzentration zunimmt (dieses entspricht dem idealen Verhalten), ist beim System Methanol–Wasser eine deutliche Abweichung von der Linearität zu erkennen. Mit weiter steigenden Aktivitätskoeffizienten ($\gamma_i \gg 1$) durchläuft der Druck ein Maximum. Am Druckmaximum weisen die Konzentrationen in der Dampfphase und der flüssigen Phase gleiche Werte auf. Hier gilt: $\alpha_{12} = 1$ bzw. $\gamma_1 P_1^s = \gamma_2 P_2^s$ (siehe Gleichung 7a). Eine derartige Zusammensetzung wird Azeotrop genannt. Eine Stofftrennung durch Destillation ist jetzt nicht mehr möglich. Werden die Werte für die Aktivitätskoeffizienten sehr groß, bilden sich zwei flüssigen Phasen aus (Mischungslücke). Schneidet das Zweiphasengebiet (gekennzeichnet durch die Waagerechte – im gesamten heterogenen Gebiet ist die Dampfzusammensetzung konstant) die Diagonale im y_i - x_i -Diagramm, so tritt ein so genanntes Heteroazeotrop auf.

Neben vielen Systemen mit positiver Abweichung vom Raoultischen Gesetz, treten auch einige Systeme mit negativen Abweichungen auf ($\gamma_i < 1$). Als Beispiele hierfür wurden in der Abb. 1 die Systeme Dichlormethan-Butanon-2 und Aceton-Chloroform gewählt. Bei diesen Systemen kommt es aufgrund der starken Wechselwirkungen zwischen beiden Komponenten zur Bildung schwer flüchtiger Assoziate. Dieses äußert sich darin, dass der Druck im Vergleich zum idealen Verhalten geringere Werte aufweist. Je nach der Stärke der Abweichung vom Wert $\gamma_i = 1$ und den Sättigungsdampfdrücken kann es ebenfalls zur Ausbildung eines azeotropen Punktes kommen. Im Gegensatz zu den Systemen mit positiver Abweichung weisen diese Azeotrope ein Druckminimum bzw. ein Temperaturmaximum auf.

* Bei Abweichungen vom idealen Verhalten errechnet sich der Trennfaktor unter Einbeziehung der Aktivitätskoeffizienten (siehe Anhang III)

$$\alpha_{12} = \frac{\gamma_1 P_1^s}{\gamma_2 P_2^s} \quad (7a)$$

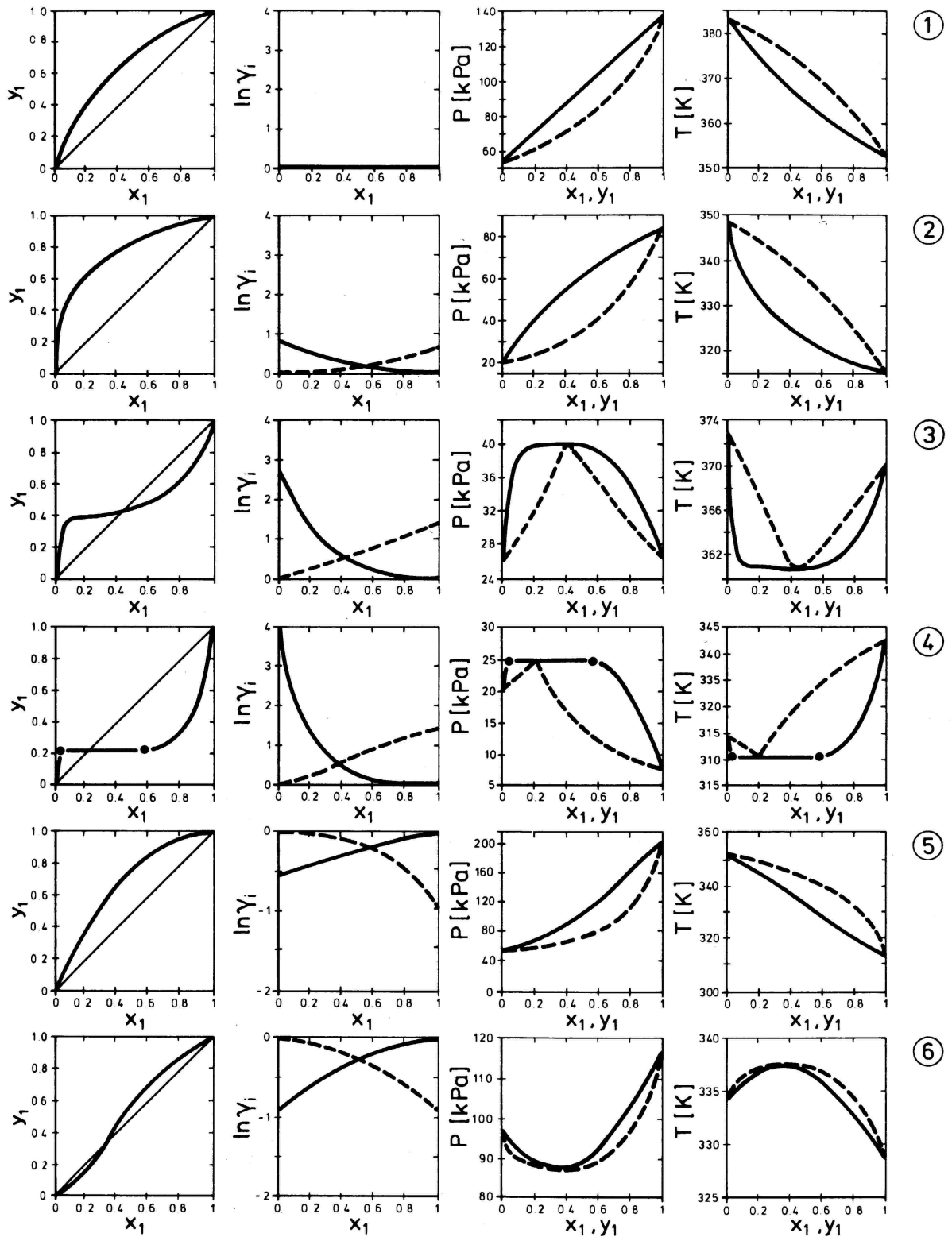


Abb. 1: Verschiedene Phasengleichgewichtsdiagramme für die folgenden binären Systeme:

- | | |
|---------------------------|---------------------------------|
| ① Benzol(1)–Toluol(2) | ④ 1-Butanol(1)–Wasser(2) |
| ② Methanol(1)–Wasser(2) | ⑤ Dichlormethan(1)–Butanon-2(2) |
| ③ 1-Propanol(1)–Wasser(2) | ⑥ Aceton(1)–Chloroform(2) |

2 Auslegung von Trennkolonnen

In der Trennkolonne fließt die Flüssigkeit aufgrund der Schwerkraft nach unten, während der Dampf wegen des herrschenden Druckabfalls nach oben strömt. Durch Einbauten oder durch Festkörperschüttungen wird ein Kontakt zwischen beiden Phasen intensiviert und der Stoff- und Wärmeaustausch verbessert. Für den Fall, dass die Kontaktzeit und die Phasengrenzflächen zwischen dem Dampf und der Flüssigkeit ausreichend groß sind, stellt sich das Phasengleichgewicht ein. Da im Allgemeinen für eine gestellte Trennaufgabe eine einmalige Gleichgewichtseinstellung (mit der entsprechenden Anreicherung der leichter flüchtigen Komponente in der Dampfphase) nicht ausreicht, wird in der Trennkolonne eine wiederholte Verdampfung und Kondensation ermöglicht. Dabei bedingt das Temperaturgefälle vom Sumpf zum Kopf der Kolonne, dass sich die leichter siedende Komponente nach oben hin anreichert. Die in einen bestimmten Trennkolonnenabschnitt (Boden) von oben einfließende Flüssigkeit ist kälter und der von unten einströmende Dampf ist heißer als die Temperatur auf dem betrachteten Boden. Damit wird die Einstellung des Phasengleichgewichts kontinuierlich gestört und die Triebkraft für die Stofftrennung aufrechterhalten.

Bei der Rektifikation wird zwischen kontinuierlicher und diskontinuierlicher Fahrweise unterschieden. Bei Großanlagen wird fast nur die kontinuierliche Fahrweise realisiert. Lediglich bei der Herstellung von Spezialprodukten, die in der Regel im kleinen Maßstab produziert werden, besitzt die diskontinuierliche Fahrweise einige Vorteile.

Kontinuierliche Rektifikation

Bei der kontinuierlichen Trennung eines binären Gemisches wird sowohl die leicht als auch die schwer flüchtige Komponente in gewünschter Reinheit erhalten. Deshalb wird in der Regel das Ausgangsgemisch (oft als „Feed“ bezeichnet) im mittleren Teil der Kolonne eingespeist (Feedboden). Im Teil unterhalb des Feedbodens (Abtriebssäule) wird die schwer- und im Teil oberhalb des Feedbodens (Verstärkungssäule) die leicht flüchtige Komponente angereichert. Abb. 3 zeigt schematisch den Aufbau einer kontinuierlich arbeitenden Rektifizierkolonne.

Die Triebkraft für die Stofftrennung ist das Streben nach Erreichen des Phasengleichgewichts. Wie bei allen kontinuierlichen Verfahren herrschen auch bei der kontinuierlich durchgeführten Rektifikation stationäre Bedingungen, das heißt, dass die Konzentrationen, die Temperatur und der Druck zeitlich (nicht örtlich!) konstant sind. Durch die Aufrechterhaltung der gegeneinander fließenden Flüssigkeits- und Dampfströme muss das sich auf einem Boden einstellende Phasengleichgewicht ständig gestört werden. Dieses gilt auch für den untersten und obersten Boden. Deshalb muss ein Teil des den untersten Boden verlassenden Kondensatstroms verdampft und zurückgeleitet werden. Ebenso muss ein Teil des den obersten Boden verlassenden Dampfstroms (nach Kondensation) in den obersten Boden zugeführt werden.

Für die Auslegung einer Trennkolonne ist neben der Bilanzierung der Massenströme die Erstellung einer Wärme(Enthalpie)bilanz notwendig. Ferner müssen die Geschwindigkeit des Stoff- und Wärmetransports berücksichtigt werden. Die wichtigsten Konzepte sind:

- Konzepte der Gleichgewichtsstufen (Böden)
- Konzept der Übertragungseinheiten

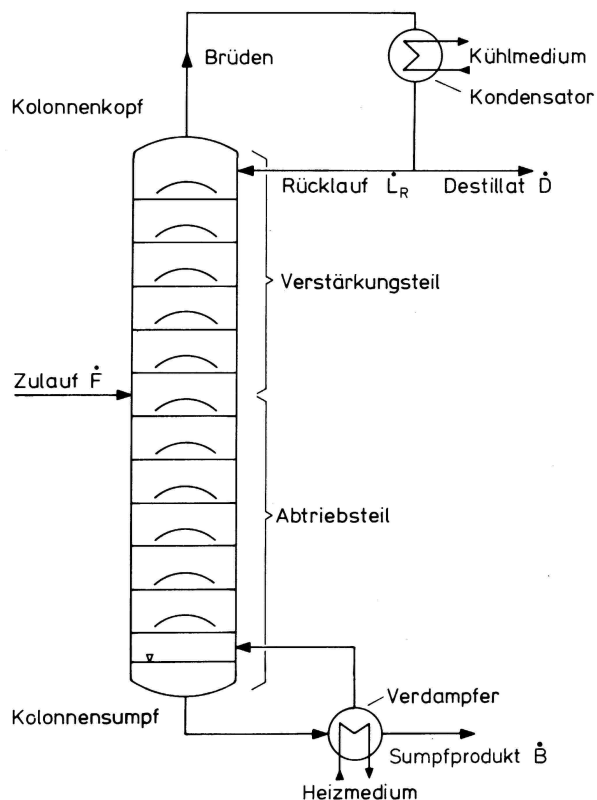


Abb. 3:
Schematische Darstellung einer kontinuierlich arbeitenden Kolonne mit Verstärkersäule, Feedboden, Abtriebssäule, Rückflussteiler am Kopf der Kolonne und Verdampfer im Kolonnensumpf

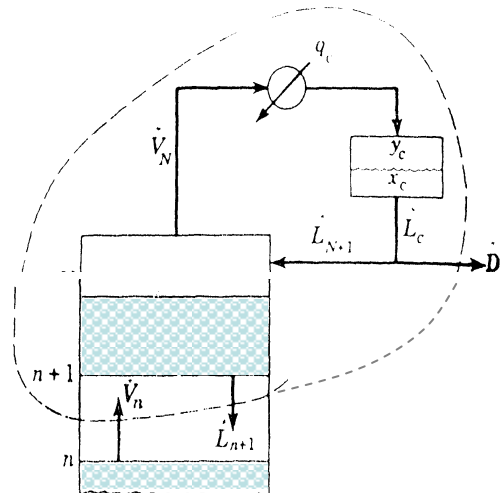
In diesem Skript soll Konzepte der Gleichgewichtsstufen näher vorgestellt werden[†]. Recht anschaulich ist dabei das McCabe-Thiele-Verfahren. Die Anwendung dieses Verfahrens ist allerdings stark eingeschränkt, da nur binäre (zwei Komponenten) Systeme beschrieben werden. Ferner wird die Enthalpiebilanz vernachlässigt. Unter Verwendung des x - y -Diagramms (Gleichgewichtsdigramm) wird (unter Berücksichtigung der Summationsbedingungen) lediglich die Mengenbilanz gelöst.

Abb. 4: Mengenbilanz-Gleichung für den Gesamtstrom (Verstärkungssäule):

$$\dot{V}_j = \dot{L}_{j+1} + \dot{D} \quad (9)$$

mit:

- \dot{V}_j - Dampfstrom, der vom Boden j auf den Boden $j+1$ strömt
- \dot{L}_{j+1} - Kondensatstrom, der vom Boden $j+1$ auf den Boden j strömt
- \dot{D} - Destillatstrom



[†] Bei diesem Konzept werden die Geschwindigkeit des Stoff- und Wärmetransports außer Acht vorerst gelassen. Zur praktischen Auslegung der Trennkolonnen muss die ermittelte Anzahl der "theoretischen Trennstufen" durch Einführung des (die Kinetik berücksichtigenden) Bodenwirkungsgrads korrigiert werden.

In gleicher Weise kann für die Komponente i eine Mengenbilanz durchgeführt werden:

$$\dot{V}_j \cdot y_{i,j} = \dot{L}_{j+1} \cdot x_{i,j+1} + \dot{D} \cdot x_{i,D} \quad (10)$$

mit:

- $y_{i,j}$ - Molanteil der Komponente i in der Dampfphase auf dem Boden j
- $x_{i,j+1}$ - Molanteil der Komponente i in der Flüssigkeit auf dem Boden $j+1$
- $x_{i,D}$ - Molanteil der Komponente i im Destillat

beziehungsweise:

$$y_{i,j} = \frac{\dot{L}_{j+1}}{\dot{V}_j} x_{i,j+1} + \frac{\dot{D}}{\dot{V}_j} x_{i,D} \stackrel{(Gl.9)}{\Rightarrow} \frac{\dot{L}_{j+1}}{\dot{L}_{j+1} + \dot{D}} x_{i,j+1} + \frac{\dot{D}}{\dot{L}_{j+1} + \dot{D}} x_{i,D} = \frac{\dot{L}_{j+1}/\dot{D}}{\dot{L}_{j+1}/\dot{D} + 1} x_{i,j+1} + \frac{1}{\dot{L}_{j+1}/\dot{D} + 1} x_{i,D} \quad (11)$$

Diese Gleichung kann benutzt werden, um bei Kenntnis der Dampfzusammensetzung auf dem Boden j die Zusammensetzung der Flüssigkeit auf dem Boden $j+1$ zu ermitteln. Werden die sich aus den zu einander gehörenden Datenpaaren

$$[(y_{i,j}; x_{i,j+1}), (y_{i,j+1}; x_{i,j+2}), \dots, (y_{i,N}; x_{i,D(\text{Rücklauf})})]$$

im x - y -Diagramm ergebenen Punkte verbunden, erhält man die Arbeitslinie des Verstärkungsteils der Trennsäule. Für den Fall, dass die Verdampfungsenthalpien der verschiedenen Komponenten im betrachteten Temperatur- und Druckbereich gleiche Werte aufweisen, die Mischungsenthalpie und eventuelle Wärmeverluste vernachlässigbar sind, ergibt sich als Arbeitslinie eine Gerade. Die Arbeitsgerade des Verstärkungsteils wird als Verstärkungsgerade bezeichnet. Sie ist nur vom Zulaufboden (Feedboden) bis zum Kopf der Kolonne gültig. Die Steigung der Geraden ist abhängig von dem am Kopf der Kolonne eingestellten Rücklaufverhältnis (Verhältnis von Rückflussstrom \dot{L}_R zum Destillatstrom \dot{D}):

$$v = \dot{L}_R / \dot{D} \quad (12)$$

Aus den Gleichungen (9), (11) und (12) errechnet sich die Gleichung für die Arbeitsgerade des Verstärkerteils:

$$y = \frac{v}{v+1} x + \frac{1}{v+1} x_D \quad (13)$$

Folgend Aussage lässt sich unmittelbar aus der Gleichung (13) ableiten:

- für $x = x_D \Rightarrow y = x_D$ (d. h.: die Arbeitsgerade schneidet die Diagonale im x - y -Diagramm immer am Punkt $(y; x_D)$).

Für die Durchführung der Trennung kommt lediglich der Bereich zwischen Gleichgewichtskurve und Arbeitsgerade in Betracht. Dabei gibt es zwei Grenzfälle:

Minimale Bodenzahl (n_{\min}): Der Abstand zwischen Gleichgewichtskurve und den Arbeitsgeraden muss maximal sein. Für $v = \infty$ fällt die Arbeitsgerade mit der Diagonalen im x - y -Diagramm zusammen. Dieses ist gegeben, wenn kein Destillat entnommen wird ($\dot{D} = 0$).

Minimales Rücklaufverhältnis (v_{\min}): Bei Einregelung des minimalen Rücklaufverhältnisses durchläuft die Arbeitsgerade den Schnittpunkt zwischen der "Schnittpunktsgereaden" und der Gleichgewichtskurve. Die Lage der Schnittpunktsgereaden lässt sich aus der Mengenbilanz über den Feedboden sowie der Mengenbilanz über die gesamte Trennkolonne ermitteln:

$$y = \frac{q}{q-1}x - \frac{z_F}{q-1} \quad (14)$$

Bei $x = z_F \Rightarrow y = x$ ($\hat{=}$ Schnittpunkt mit der Diagonalen); die Steigung der Schnittpunktsgereaden durch den thermischen Zustand des Feedstroms q festgelegt (siehe Abb. 5). Ein Unterschreiten des minimalen Rücklaufverhältnisses führt nicht zur gewünschten Reinheit des Kopfproduktes; aber auch ein genaues Einhalten von v_{\min} ist praktisch nicht möglich, da dies theoretisch unendlich viele Trennstufen bedingt. Das in der Praxis eingestellte Rücklaufverhältnis liegt aus wirtschaftlichen Gründen meist 20 – 50 % oberhalb des minimalen Rücklaufverhältnisses. Abb. 6 zeigt das Gleichgewichtsdiagramm mit eingetragener Verstärkungs-, Abtriebs- und Schnittpunktsgereaden.

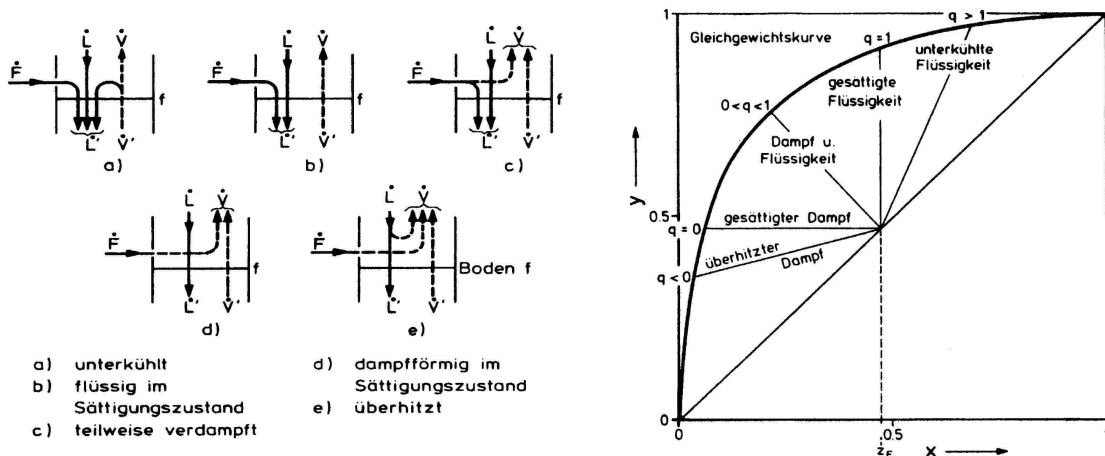


Abb. 5: Beeinflussung des Dampf- sowie Kondensatstroms durch den Feedstrom (in Abhängigkeit von dessen thermischem Zustand)

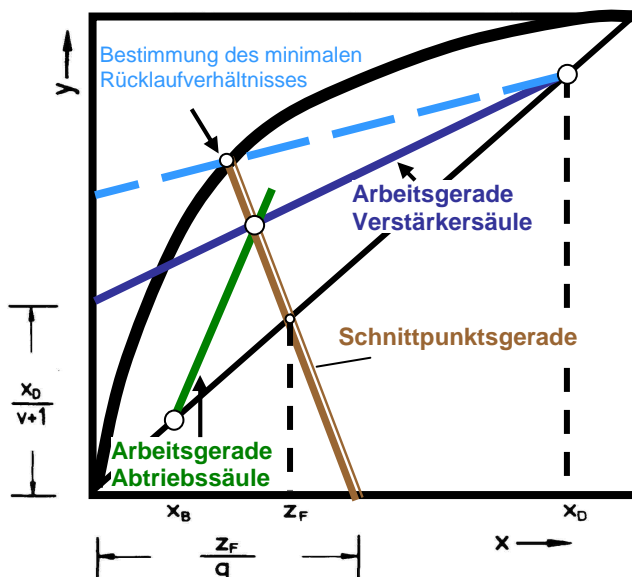


Abb. 6: Gleichgewichtsdiagramm mit Verstärkungs-, Abtriebs- und Schnittpunktsgereaden

Wie für den Verstärkungsteil lässt sich auch die Arbeitslinie für den Abtriebsteil der Kolonne ermitteln. Für die Bilanzräume zwischen Feedboden und Kolonnensumpf ergibt sich:

$$y = \frac{v'}{v'-1}x - \frac{1}{v'-1}x_B \quad (15)$$

wobei v' das Abtriebsverhältnis (\dot{L}'/\dot{B}) im Abtriebsteil der Kolonne angibt. Dieses Abtriebsverhältnis ist nicht (wie bei der Verstärkergeraden) zwischen minimalem Rücklaufverhältnis und unendlichem Rücklaufverhältnis „frei“ wählbar. Zur Aufrechterhaltung von stationären Bedingungen innerhalb der Trennkolonne kann die Arbeitsgerade für den Abtriebsteil wiederum mit Hilfe einer Schnittpunktsgeraden (Schnittpunkt zwischen Schnittpunktsgerade und Arbeitsgerade des Verstärkerteils) ermittelt werden.

Zur Ermittlung der für eine Trennaufgabe notwendigen theoretischen Trennstufen wird, ausgehend von dem Molenbruch der leichter siedenden Komponente in der Flüssigkeit der Blase (x_B) durch Anlegen der Vertikalen die Gleichgewichtszusammensetzung in der Dampfphase (y_1) bestimmt. Die Zusammensetzung der Flüssigkeit auf dem ersten Boden oberhalb der Blase (x_2) ergibt sich, wie die Abb. 7 zeigt, durch die horizontale Verbindung der Gleichgewichtskurve mit der entsprechenden Arbeitsgerade. Diese Prozedur wird fortgeführt, bis die gewünschte Reinheit am Kolonnenkopf (x_D) erreicht ist. Durch Abzählen der Stufen ergibt sich die zur Trennung notwendige Zahl an theoretischen Böden. Abb. 7 zeigt, dass durch eine optimale Wahl der Lage des Feedbodens die Anzahl der Trennstufen minimiert werden kann.

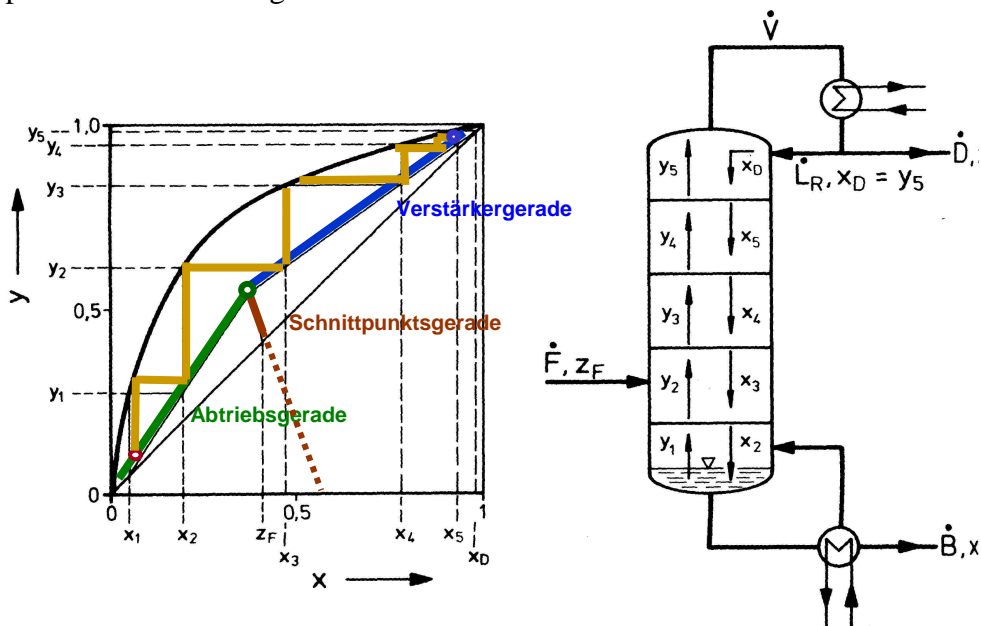
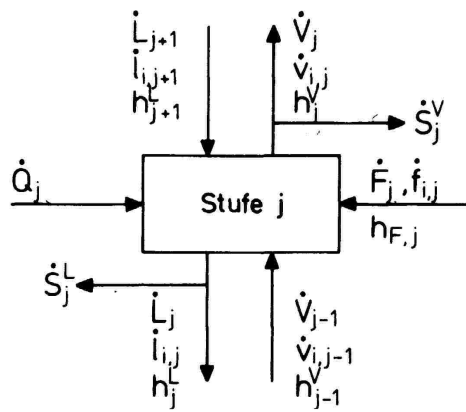


Abb. 7: Stufenkonstruktion zur Ermittlung der zur Trennung notwendigen Zahl an theoretischen Böden

Ein zweites, heute in der Regel verwendetes, Gleichgewichtsstufenmodell ist die MESH-Gleichung, die die Auslegung der Trennung von Mehrkomponentensystemen erlaubt:

Wird ein Boden als der Bilanzraum definiert, in dem sich das Phasengleichgewicht genau einmal einstellt (theoretischer Boden), lassen sich die notwendigen Bilanzen durch die MESH-Gleichung (Material balance; Equilibrium condition; Summation condition; Heat balance) formulieren.



- M** - Massenbilanz
E - Gleichgewichtsbeziehung
S - Summationsbedingungen
H - Wärmebilanz

$$M_{i,j} = \dot{L}_{j+1} x_{i,j+1} + \dot{V}_{j-1} y_{i,j-1} + \dot{F}_j z_{i,j} - (\dot{L}_j + \dot{S}_j^L) x_{i,j} - (\dot{V}_j + \dot{S}_j^V) y_{i,j} = 0$$

$$E_{i,j} = y_{i,j} - K_{i,j} x_{i,j} = 0$$

$$S_{y,j} = \sum y_{i,j} - 1.0 = 0$$

$$S_{x,j} = \sum x_{i,j} - 1.0 = 0$$

$$H_j = \dot{L}_{j+1} h_{j+1}^L + \dot{V}_{j-1} h_{j-1}^V + \dot{F}_j h_{F,j} - (\dot{L}_j + \dot{S}_j^L) h_j^L - (\dot{V}_j + \dot{S}_j^V) h_j^V + \dot{Q}_j = 0$$

Die Symbole haben folgende Bedeutung:

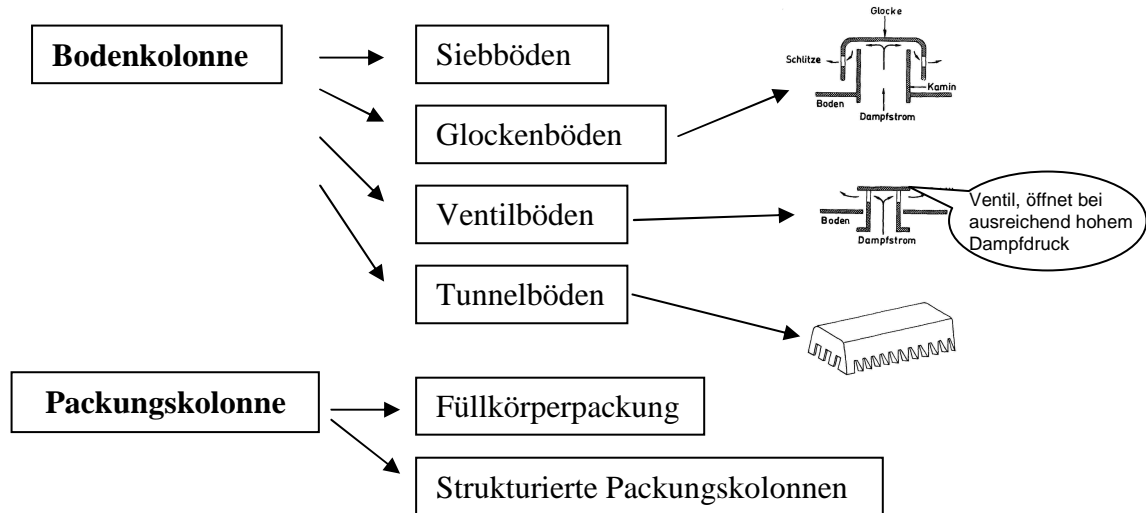
- \dot{F} - Stoffmengenstrom des Zulaufs
 h - molare Enthalpie
 \dot{L} - Flüssigkeitsstrom
 \dot{Q} - Wärmestrom – nicht adiabatisch (Heizung, Kühlung oder Wärmeverlust)
 \dot{S} - Mengenstrom der Seitenabnahme
 \dot{V} - Dampfstrom
 x - Molanteil der Komponente in der Flüssigkeit
 y - Molanteil der Komponente im Dampf
 z - Molanteil der Komponente im Feedstrom
 K - K-Faktor ($K_i = y_i/x_i$)

- Indizes: i - Bezeichnung der Komponente
 j - Bezeichnung des Bodens
 F - auf den Zulauf bezogen
 L - auf die Flüssigkeit bezogen
 V - auf die Dampfphase bezogen

Die MESH-Gleichung stellt ein Gleichungssystem dar, das nur mit iterativen Mitteln gelöst werden kann. Dazu müssen die Mengenbilanz und die Gleichgewichtsbeziehung $n \cdot N$ -, die Summationsbedingung $2 \cdot N$ - und die Enthalpiebilanz N -mal berechnet werden (n – Anzahl der Komponenten; N – Anzahl der theoretischen Böden). Die Anwendung iterativer Lösungsverfahren bedingt die Eingabe von Schätz(Start)werten. Insbesondere bei derart komplexen Gleichungssystemen kann die Wahl dieser Schätzwerte nicht dem Zufall überlassen werden. Deshalb sollten mit Hilfe von *Short cut-Methoden* (Methoden von Fenske, Underwood und Gilliland) Abschätzungen zum minimalen Rücklaufverhältnis n_{\min} , zur minimalen Bodenzahl N_{\min} sowie zum Zusammenwirken Rücklaufverhältnis n und Stufenzahl N durchgeführt werden.

3 Aufbau von Rektifikationskolonnen

In der Rektifikationskolonne wird durch wiederholtes Verdampfen und Kondensieren die Anreicherung der leichter siedenden Komponente erzielt. Je häufiger sich diese Vorgänge wiederholen, desto besser ist die Trennung. Deshalb ist ein intensiver Kontakt der Phasen sehr wichtig. Nur so kann ein intensiver Stoffaustausch erreicht werden. Für die Erhöhung der Stoffaustauschrate sorgen Einbauten bzw. Packungen. Man unterscheidet zwischen



Die Flüssigkeit fließt unter Einfluss der Schwerkraft innerhalb der Kolonne von oben nach unten. In Bodenkolonnen muss sie horizontal angebrachte Böden passieren. Aufgrund eines Überlaufwehres wird die Flüssigkeit gestaut, bevor sie über den Ablaufschacht zum nächst tieferen Boden fließt. Der Dampf steigt aufgrund des Druckabfalls vom Sumpf durch an den Böden angebrachte Öffnungen sowie durch die auf den Böden gestaute Flüssigkeit zum Kopf der Kolonne. Während des Passierens der gestauten Flüssigkeit findet der Stoffaustausch zwischen den Phasen statt. In der Abb. 8 ist dieser Vorgang für eine mit Glockenböden ausgestattete Kolonne dargestellt.

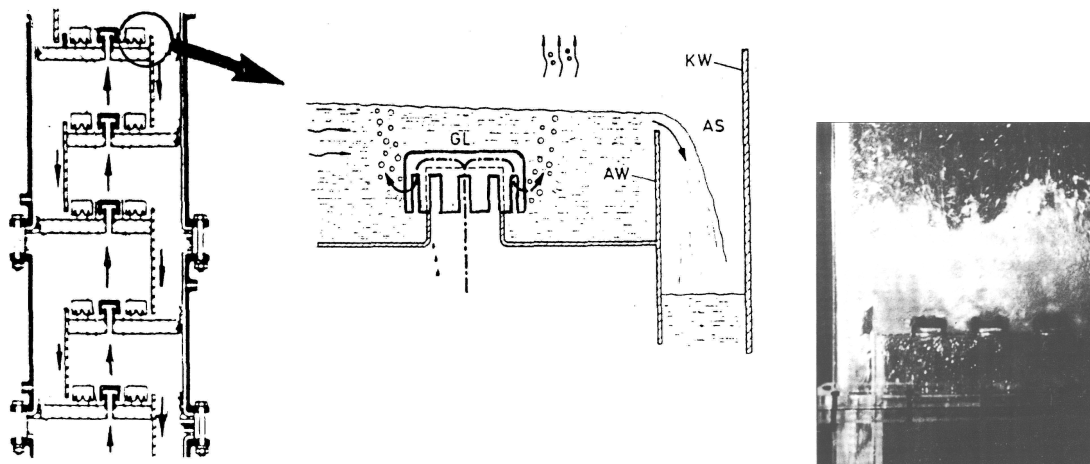


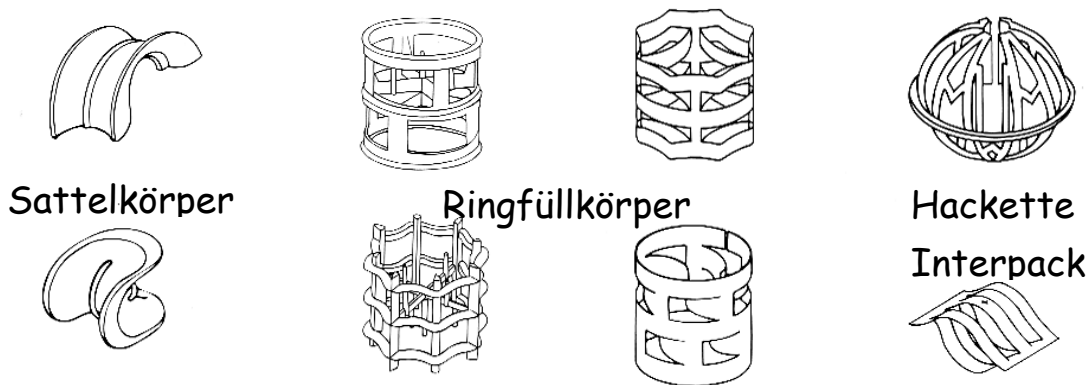
Abb. 8: Stoffströme in einer Glockenbodenkolonne
GL – Glocke; AW – Ablaufwehr; AS – Ablaufschacht; KW - Kolonnenwand

Beim Glockenboden wird der Dampf nach Durchtritt durch die Bodenöffnung in die Flüssigkeit gelenkt. Dabei muss er Schlitze passieren, die eine feinere Verteilung der Dampfblasen gewährleisten. Neben den Glocken kann eine entsprechende Umlenkung des Dampfstroms

durch auf die Bodenschlitze aufgebrachte Rinnen erfolgen. Unterhalb jeder Rinne bildet sich eine Art Tunnel, was zur Namensgebung „Tunnelboden“ führt. Schließlich kann eine Umlenkung des Dampfstroms durch bewegliche Einbauten erfolgen. Deren Verwendung hat den Vorteil, dass bei einer zu geringen Dampfbelastung die Bodenschlitze geschlossen werden. Anstelle von Böden, die eine Umlenkung des Dampfstroms gewährleisten, können Siebböden in die Rektifikationskolonnen eingebaut werden. Siebböden sind im Prinzip Lochplatten, über welche (bei ausreichender Dampfbelastung) die Flüssigkeit strömt.

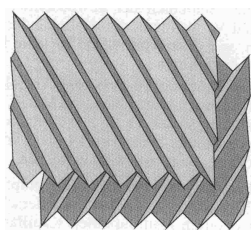
In Packungskolonnen findet der Stoffaustausch kontinuierlich innerhalb einer Füllkörpererschüttung oder einer strukturierten Anordnung von Gazeen bzw. Blechen statt. Zur Erzielung eines guten Stoffaustausches bei niedrigem Druckverlust wurden eine Vielzahl von Packungs- und Füllkörperarten entwickelt, die in unterschiedlicher Größe und verschiedenen Werkstoffen angeboten werden. Die Abb. 9 zeigt wichtige Beispiele für Füllkörper sowie eine strukturierte Packung und den Aufbau einer Packungskolonne.

Füllkörper für Schüttungen



strukturierte Blechpackung

a) Anordnung gewellter Bleche (Kreuzkanalstruktur)



b) Melapak-Segment

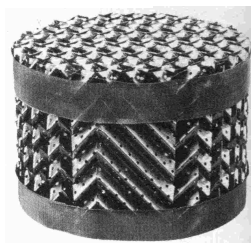
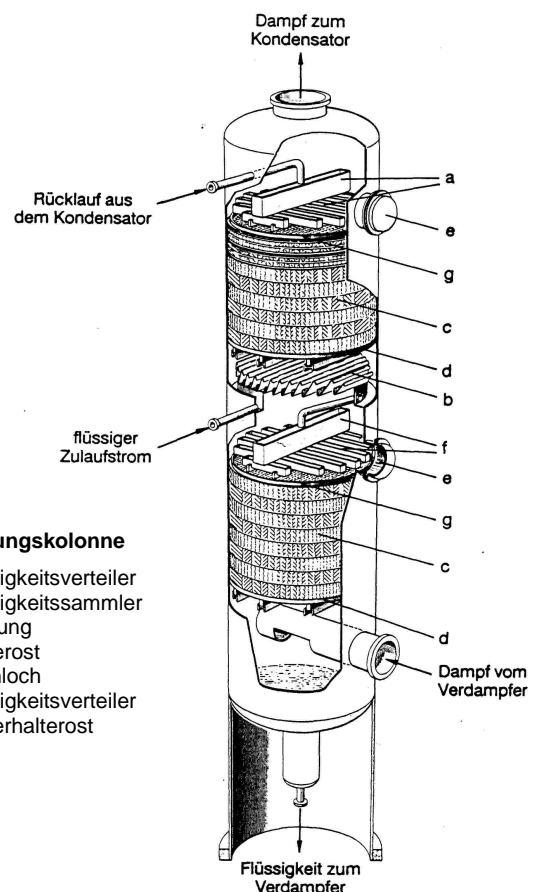


Abb. 9: Füllkörper sowie eine strukturierte Packung und Aufbau einer Packungskolonne



Der Aufbau einer Packungskolonne zeigt, dass oberhalb der Packung mittels eines Flüssigkeitsverteilers der Rücklaufstrom gleichmäßig über den Kolonnenquerschnitt verteilt wird. Während des Durchfließens der Packung strebt die Flüssigkeit zum Kolonnenrand, während der aufsteigende Dampf einen Zentralstrom in der Mitte der Kolonne ausbildet. Deshalb muss nach Durchströmen einer Packungshöhe von 3 – 6 m die Flüssigkeit mit Hilfe von Einbauten (Flüssigkeitssammler und –verteiler) neu verteilt werden. Darüber hinaus kann innerhalb der Füllkörperpackung mit Hilfe von Wandabweisern der Randgängigkeit entgegengewirkt werden.

Für die Festlegung des Durchmessers einer Füllkörperkolonne ist die Kenntnis der maximalen Dampf- und Flüssigkeitsbelastung wichtig. Diese beiden Größen wirken sich direkt auf den Druckverlust innerhalb der Kolonne aus. Der Druckverlust steigt mit der Dampfbelastung. Ab Erreichen der „Staugrenze“ wird das Herabfließen des Kondensats behindert, so dass der Flüssigkeitsinhalt innerhalb der Packung zunimmt. Damit sinkt die dem Dampfstrom zur Verfügung stehende freie Querschnittsfläche, was zu einer Erhöhung der Dampfgeschwindigkeit (zusätzliche Turbulenzen) und einer Verbesserung des Stoffaustausches führt. Bei einem zu starken Dampfstrom wird an der „Flutgrenze“ die Flüssigkeit am kontinuierlichen Abfließen gehindert. Die Kolonne ist dann mit einer zusammenhängenden Flüssigkeitssäule gefüllt, durch die der Dampf hindurch perlt. Unter diesen Bedingungen steigt einerseits der Druckverlust stark an, während andererseits die Trennwirkung abfällt. Die beste Trennwirkung wird kurz unterhalb der „Flutgrenze“ erreicht (Abb. 10).

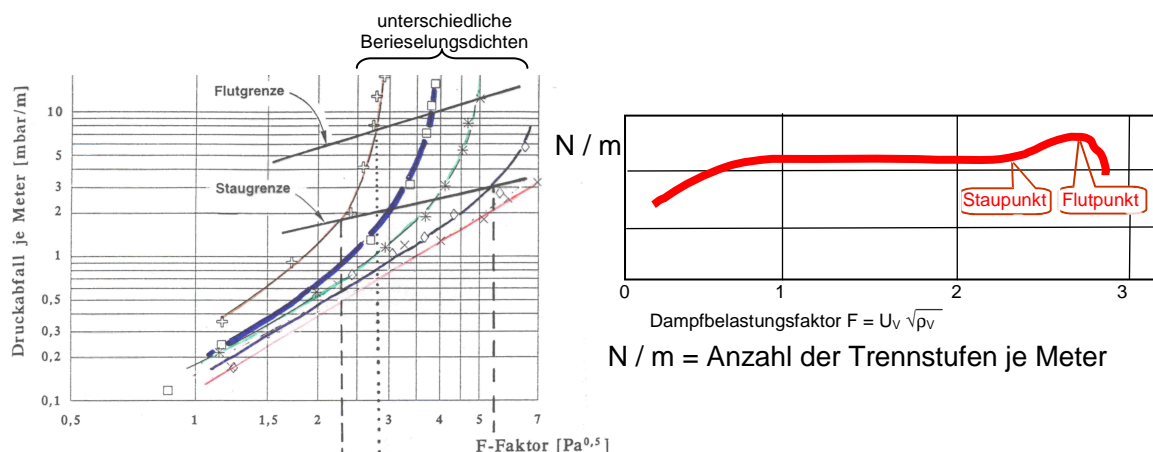


Abb. 10: spezifischer Druckverlust und Anzahl der theoretischen Trennstufen/m (NTU/m) als Funktion des F-Faktors
($F = \text{Dampfgeschwindigkeit im freien Querschnitt} * \sqrt{\text{Dampfdichte}}$)

Aufgabe: Auch bei der Rektifikation unterliegt der Stoff- und Wärmeaustausch zwischen Dampf- und Kondensatphase kinetischen Gesetzmäßigkeiten. Wie wird bei der Verwendung von Bodenkolonnen bzw. bei Verwendung von Packungskolonnen die Stoff- und Wärmeübergangskinetik berücksichtigt?

Experimentelle Aufgabenstellung

Trennen Sie ein vorgegebenes Toluol-Methylcyclohexan-Gemisch destillativ und ermitteln Sie jeweils die theoretische Bodenzahl n_{th} nach dem THIELE-McCABE-Verfahren

- 1) mit einer Bodenkolonnen unter Variation der Heizlast (190 V, 170 V, 150 V und 130 V).
- 2) mit einer Füllkörperkolonne mit Stahlwendeln, 190 V und der Heizstufe II unter Variation des Rücklaufverhältnisses ($v = \infty$ (vollständiger Rücklauf), 10, 5, 3)

Versuchsdurchführung

Ermittlung der Kopfzusammensetzung

Die Zusammensetzung des Kopfproduktes wird durch Messung der Dampfphasentemperatur unterhalb des Kondensators bestimmt. Mit Hilfe des Siedediagramms lässt sich aus der gemessenen Temperatur die Zusammensetzung des Kopfproduktes ermitteln. Das Siedediagramm kann aus den im Anhang gegebenen Literaturdaten konstruiert werden.

Ermittlung der Blasenzusammensetzung

Die Zusammensetzung des Blaseninhaltes wird refraktometrisch bestimmt. Hierzu entnimmt man nach Einstellung einer konstanten Kopftemperatur dem Sumpf eine repräsentative Probe, indem man mit einer Spritzenkanüle das Septum des Probenrohres durchsticht und nach mehrmaligem Spülen der Spritze etwa 1 - 2 ml aufzieht. Im Anhang finden Sie Messwerte, mit deren Hilfe sich eine refraktometrische Eichkurve erstellen lässt. Die tabellierten Volumenanteile sind jedoch zuvor in Molenbrüche x_2 des Leichtersiedenden umzurechnen.

Versuchsauswertung

Nach der Konstruktion des Gleichgewichtsdiagramms lässt sich aus den gemessenen Daten die Anzahl der jeweiligen theoretischen Trennstufen nach McCabe-Thiele graphisch ermitteln. Für die unter Variation des Rücklaufverhältnisses ermittelten Messdaten berechnen Sie die jeweilige Verstärkergerade (eine Abtriebsgerade muss hier nicht berücksichtigt werden).

Anhang I

Dampf- und

Flüssigkeitszusammensetzung

des Zweistoffgemisches

Toluol/Methylcyclohexan

für verschiedene Siedetemperaturen

(bei Normaldruck $P = 760$ Torr)

| $\vartheta / ^\circ\text{C}$ | x_1 | y_1 |
|------------------------------|-------|-------|
| 110.60 | 0.00 | 0.000 |
| 108.55 | 0.10 | 0.143 |
| 106.90 | 0.20 | 0.270 |
| 105.60 | 0.30 | 0.378 |
| 104.50 | 0.40 | 0.470 |
| 103.55 | 0.50 | 0.560 |
| 102.75 | 0.60 | 0.650 |
| 102.15 | 0.70 | 0.737 |
| 101.65 | 0.80 | 0.818 |
| 101.20 | 0.90 | 0.906 |
| 100.85 | 1.00 | 1.000 |

Anhang II

Messwerte zur Erstellung einer

refraktometrischen Eichkurve

| $V_{(\text{Toluol})}$ | $V_{(\text{MCH})}$ | n_D^{20} |
|-----------------------|--------------------|------------|
| 50 | 0 | 1.49736 |
| 45 | 5 | 1.48948 |
| 40 | 10 | 1.48163 |
| 35 | 15 | 1.47401 |
| 30 | 20 | 1.46608 |
| 25 | 25 | 1.45884 |
| 20 | 30 | 1.45146 |
| 15 | 35 | 1.44432 |
| 10 | 40 | 1.43702 |
| 5 | 45 | 1.42969 |
| 0 | 50 | 1.42312 |

| | M | $\rho \text{ (g/cm}^3\text{)}$ |
|------------------|-------|--------------------------------|
| Toluol | 92.15 | 0.8669 |
| Methylcyclohexan | 98.19 | 0.7694 |