

Einleitung

In einer Vielzahl von chemischen Produktionsanlagen besteht die Notwendigkeit, Flüssigkeitsgemische teilweise oder vollständig in ihre Bestandteile zu zerlegen. Eine der wichtigsten Methoden stellt die Destillation dar. Dieser Trennprozess setzt sich aus den Grundoperationen Verdampfen und Kondensieren zusammen. Das zu trennende Flüssigkeitsgemisch wird bis zur Siedetemperatur erwärmt; die dann einsetzende Verdampfung führt zu einer Dampfphase, in der die leichter siedenden Komponenten angereichert sind, während die Komponenten mit höherer Siedetemperatur in der flüssigen Phase aufkonzentriert werden. Der durch eine Teilverdampfung entstehende Dampf wird von der Flüssigkeit getrennt und kondensiert. Somit liegen nach der Destillation zwei Flüssigkeiten vor, die sich in ihrer Zusammensetzung unterscheiden. Diese Verfahrensweise ermöglicht in Abhängigkeit von dem Flüssigkeitsgemisch und der Prozessführung eine mehr oder weniger vollständige Zerlegung des Flüssigkeitsgemisches in die einzelnen Komponenten. Die Destillation wird kontinuierlich und diskontinuierlich durchgeführt. Oftmals muss unter Vakuum gearbeitet werden, um eine thermische Schädigung des zu trennenden Gemisches zu vermeiden oder den Trenneffekt zu erhöhen. Die einfache Destillation führt zu einer unvollkommenen Trennung von Flüssigkeitsgemischen; ihre mehrmalige Wiederholung in einer sogenannten Gegenstromdestillation, auch Rektifikation genannt, kann dagegen zur Abtrennung der Komponenten in hoher Reinheit verwendet werden. Bei der kontinuierlichen Rektifikation wird ein Flüssigkeitsrücklauf erzeugt, der dem aufsteigenden Dampf entgegengeführt wird. Die Kolonne lässt sich an der Einlaufstelle des zu trennenden Flüssigkeitsgemisches in eine sogenannte Verstärkersäule (oberer Kolonnenteil) und eine Abtriebssäule (unterer Kolonnenteil) unterteilen. Um einen möglichst guten Stoff- und Wärmeaustausch auf jedem Kolonnenboden zwischen dem aufsteigenden Dampf und der hinabfließenden Flüssigkeit zu erreichen, gibt es verschiedene Einbauten in der Kolonne. Für unterschiedliche Trennaufgaben können folgende Grundtypen: Bodenkolonnen, Füllkörperkolonnen, Filmkolonnen oder Kolonnen mit rotierenden Einbauten eingesetzt werden.

Aufgabenstellung

In diesem Versuch soll die Rektifikation eines Flüssigkeitsgemischs bestehend aus Methylcyclohexan (MCH) und Toluol untersucht werden. Der Versuch ist in zwei Abschnitte unterteilt:

- a) In einer Gleichgewichtsapparatur wird das isobare Verdampfungsgleichgewicht des binären Systems (MCH/ Toluol) untersucht.
- b) Mit gegebenen Daten der Rektifikation des Flüssigkeitsgemischs aus MCH und Toluol in einer kontinuierlich arbeitenden Glockenbodenkolonne wird aus den Zusammensetzungen des Einlauf-, Kopf- und Sumpfproduktes bei unterschiedlichen Betriebspunkten unter stationären Bedingungen die theoretische Stufenzahl N_{th} der Kolonne bestimmt. Dafür wird das experimentell bestimmte Gleichgewichtsdiagramm aus Abschnitt a) genutzt.

Informieren Sie sich anhand der nachstehenden Literatur über folgende Themenkomplexe:

- Grundprinzip der Destillation
- Arten der Destillation
- Aufbau und Arbeitsweise von Destillationskolonnen
- Berechnung von Destillationskolonnen
- McCabe -Thiele Diagramm

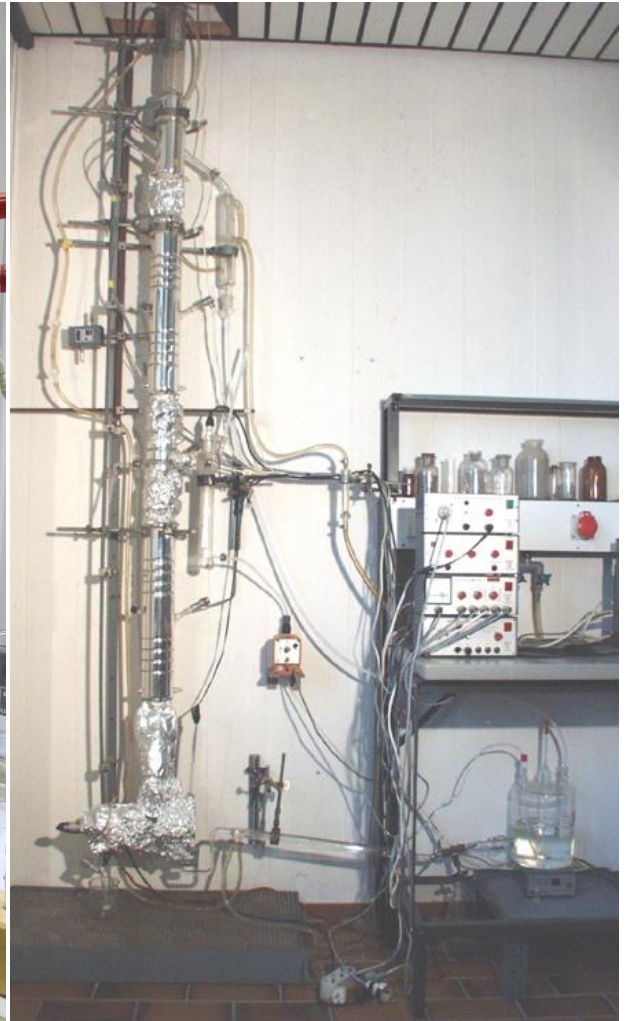
Literatur

- Thermische und Mechanische Grundoperationen: TCA
Wärmeübertragung mit Phasenänderung
Stoffaustauschprozesse
Destillation
Rektifikation
- Arno Behr David W. Agar Jakob Jörissen „Einführung in die Technische Chemie“, Spektrum Akademischer Verlag Heidelberg 2010, ISBN 978-3-8274-2073-2

Versuchsapparatur



Gleichgewichtsapparatur



kontinuierlich arbeitende
Glockenbodenkolonne (Datenquelle)

Zur Bestimmung des Phasengleichgewichtes wird eine Gleichgewichtsapparatur eingesetzt. Dabei wird das Flüssigkeitsgemisch bekannter Zusammensetzung auf Siedetemperatur erhitzt und die sich bildende Dampfphase in einem Rückflusskühler kondensiert. Die Zusammensetzung beider Phasen wird analysiert. Eine Rektifikation findet in der Gleichgewichtsapparatur nicht statt.

Die Daten zur Auswertung im McCabe -Thiele stammen aus einer kontinuierlich arbeitenden Glockenbodenkolonne mit 21 praktischen Böden. Das Rücklaufverhältnis und die Zusammensetzung am Sumpf, Kopf und Einlaufboden der Kolonne werden zur Auswertung vorgegeben.

Versuchsdurchführung

Folgende Experimente sind durchzuführen:

1. Ermitteln Sie die Kalibrierkurve $x = f(n_D^{20})$ für das binäre Gemisch Methylcyclohexan und Toluol mit Hilfe eines Abbè-Refraktometers. Stellen Sie sich dafür neun verschiedene Mischungen her und messen Sie zusätzlich n_D^{20} der reinen Komponenten. Tragen Sie in der Grafik den Molenbruch der leichter flüchtigen Komponente auf.
2. Messen Sie für diese neun Mischungen das isobare Verdampfungsgleichgewicht des binären Systems (MCH/Toluol) in der Gleichgewichtsapparatur bei dem herrschenden atmosphärischen Druck (Luftdruckmessung!).
Das Flüssigkeitsgemisch MCH/Toluol bekannter Zusammensetzung wird auf Siedetemperatur erhitzt. Nach Einstellung des Verdampfungsgleichgewichtes wird die Dampfphasentemperatur gemessen und der Gleichgewichtsapparatur je eine Probe aus der Dampf- und aus der Flüssigphase entnommen.

Hinweise zur Auswertung und Diskussion

Die zur Auswertung benötigten Stoffdaten liegen am Arbeitsplatz vor.

1. Die Zusammensetzung der einzelnen Proben kann mit der aufgestellten Kalibrierkurve bestimmt werden. Zeichnen Sie das Siedediagramm $T = f(x_{MCH}^{Dampf})$ sowie das Gleichgewichtsdiagramm $x_{MCH}^{Dampf} = f(x_{MCH}^{Flüssig})$.
2. Berechnen Sie die Gleichgewichtskurven (Siede-, Taukurve) und tragen Sie die Daten in das Siedediagramm ein. Unter der Annahme, dass das System MCH-Toluol ideales Verhalten zeigt, ergibt sich für den Molenbruch der leichter flüchtigen Komponente (MCH) in der flüssigen Phase Gleichung 1 und für die Gasphase Gleichung 2.

$$x_{MCH}^{Flüssig} = \frac{P_L - P_{0,Toluol}}{P_{0,MCH} - P_{0,Toluol}} \quad (1)$$

$$x_{MCH}^{Dampf} = \frac{x_{MCH}^{Flüssig} \cdot P_{0,MCH}}{P_L} \quad (2)$$

mit: $x_{MCH}^{Flüssig}$ Molenbruch Methylcyclohexan in der Flüssigkeitsphase
 x_{MCH}^{Dampf} Molenbruch Methylcyclohexan in der Dampfphase
 P_L Atmosphärischer Druck
 $P_{0,Toluol}$ Dampfdruck des reinen Toluol
 $P_{0,MCH}$ Dampfdruck des reinen Methylcyclohexan

Der Dampfdruck der reinen Komponenten $p_{0,i}$ lässt sich mit der Gleichung nach August berechnen

$$\lg(p_{0,i}) = A - \frac{B}{T} \quad (3)$$

Konstanten der August-Gleichung	M	Toluol
A [-]	7,473	7,762
B [K]	1718	1873

3. Bestimmen Sie mit Hilfe vorgegebener Daten für einen Betriebspunkte der kontinuierlich arbeitenden Kolonne das Mindestrücklaufverhältnis und bei einem vorgegebenen Rücklaufverhältnis die theoretische Stufenzahl N_{th} grafisch nach McCabe-Thiele.

4. Die Ergebnisse sind zu diskutieren

Script Version 6.12.2016