

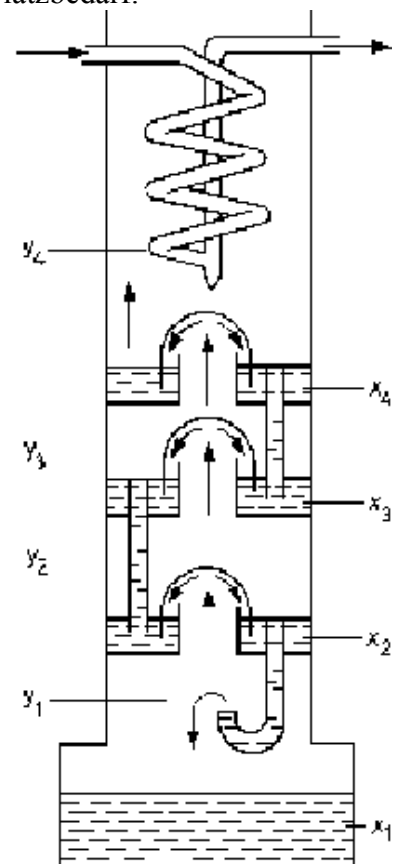
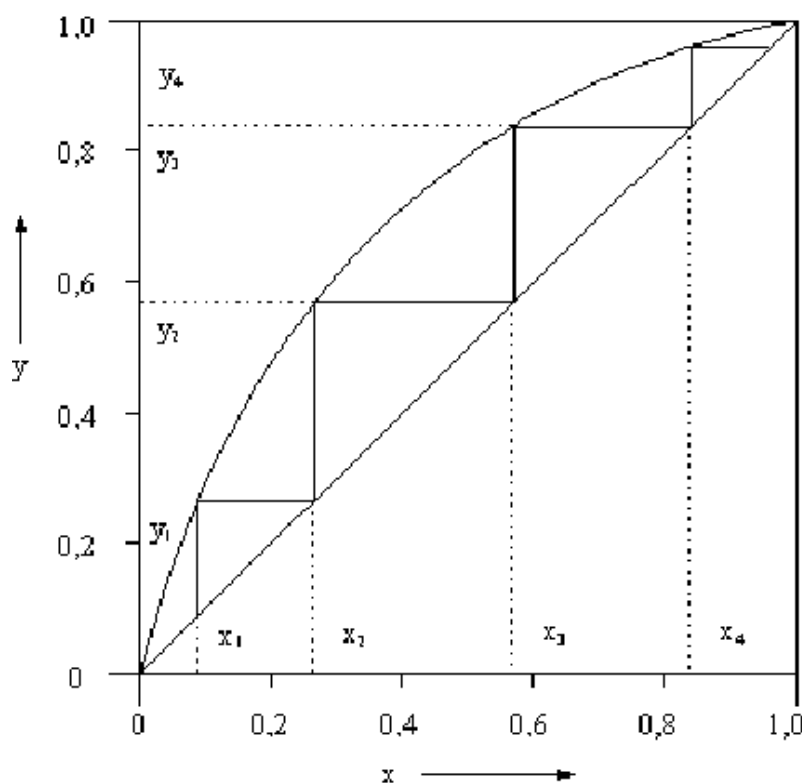
### Versuch 6: Rektifikation

#### Ziel:

Die Effizienz zweier verschiedener Trennsäulen, einer fünfbödigen Glockenbodenkolonne und einer mit Raschig-Ringen gefüllten Füllkörperkolonne bei der Trennung eines Methanol-Wasser-Gemischs, soll verglichen werden.

#### Grundlagen:

Rektifikation ist ein thermisches Trennverfahren und stellt eine Weiterentwicklung der Destillation oder einer Hintereinanderschaltung vieler Einfachdestillationsschritte dar, wobei das Destillat eines Einfachdestillationsschrittes als Ausgangsmischung des nächsten Einfachdestillationsschrittes dient. Wird bei einer Rektifikation nur die zur Analyse notwendige Probe und kein Destillat entnommen, betrachtet man die einfachste Art der Rektifikation, sie verläuft unter vollständigem Rücklauf (d.h. das gesamte Destillat fließt vom Kühler zurück in die Kolonne). Die wesentlichen Vorteile der Rektifikation sind, dass die Anlage kontinuierlich betrieben werden kann, dass der Trenneffekt im Vergleich zur Destillation um ein vielfaches höher ist, da sich das Verdampfungsgleichgewicht gleich mehrfach einstellt (stationäre Zustände, verdampfen  $\approx$  kondensieren) sowie der verglichen mit herkömmlichen Destillationsapparaturen wesentlich geringere Platzbedarf.



Die Trennleistung einer Rektifikationsapparatur kann aus dem Siedediagramm (siehe Skizze) der flüssigen Mischung abgelesen werden. Dabei wird nach dem Erreichen konstanter Temperaturen im Kolonnensumpf und am Kolonnenkopf die Zusammensetzung des Sumpfes

in die Siedekurve, die des Kopfes in die Kondensationskurve eingetragen. Das Abzählen der so ermittelten theoretischen Böden ergibt die Anzahl der nötigen hintereinander durchzuführenden Einfachdestillationen, um dieselbe Stofftrennung zu erzielen. In diesem Fall wurde die Retifikation sowohl mit einer Glockenbodenkolonne (siehe Skizze) als auch mit einer Füllkörperkolonne, welche mit Raschig-Ringen gehüllt wurde, durchgeführt.

#### Durchführung:

In die Rundkolben unterhalb der beiden Kolonnen füllt man jeweils 750 ml einer Mischung aus 90 Volumenprozent Wasser und 10 % Methanol, fügt ein paar Siedesteine hinzu und schaltet die Heizplatten ein. Während man wartet, dass sich im „Sumpf“, also dem Rundkolben mit der Ausgangsmischung, sowie am Kopf der Kolonne die Temperatur nicht mehr ändert, erstellt man eine Eichkurve, um die Effizienz der Rektifikation zu bestimmen; dazu setzt man 9 Mischungen von Wasser und Methanol mit Methanolanteilen von 10 bis 90 Volumenprozent an und bestimmt mittels eines Refraktometers deren Brechungsindex. Ist in der Kolonne Temperaturkonstanz erreicht, entnimmt man eine Probe aus dem Sumpf sowie einen Teil des Destillats vom Kolonnenkopf und bestimmt den Brechungsindex der Flüssigkeiten.

#### Auswertung:

Mittels der gegebenen Gleichungen für ein Siedediagramm

$$x^l = 17,477296 - 0,50435378 \cdot \vartheta + 0,004886725 \cdot \vartheta^2 - 1,5909167 \cdot 10^{-5} \cdot \vartheta^3$$

und

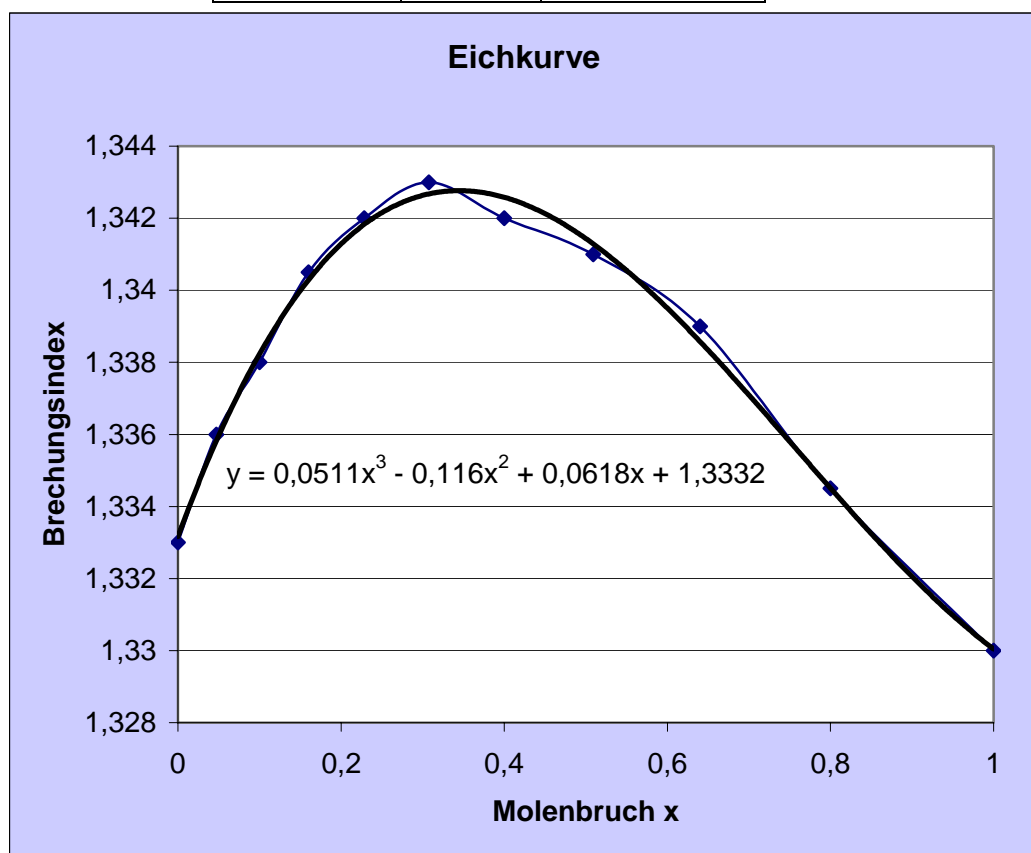
$$x^g = 12,107170 - 0,39526176 \cdot \vartheta + 0,004761594 \cdot \vartheta^2 - 2,0196937 \cdot 10^{-5} \cdot \vartheta^3,$$

wobei  $x^g$  der Molenbruch des Methanols in der Gasphase,  $x^l$  der Molenbruch des Methanols in der flüssigen Phase und  $\vartheta$  die Siedetemperatur ist, wurde ein Siedediagramm erstellt, indem die Molenbrüche für verschiedene Siedetemperaturen berechnet wurden.

$\vartheta$ [°C]	$x(\text{MeOH, fl})$	$x(\text{MeOH, g})$
65	0,971658438	0,986306426
67	0,837212471	0,924936183
70	0,660639619	0,843108009
75	0,426910797	0,725921453
80	0,258540096	0,619599056
85	0,143595641	0,508993115
90	0,070145557	0,378955927
92,5	0,045252193	0,301916958
94	0,033243216	0,250756423
95	0,026257968	0,21433979
100	1E-06	1E-06

Aus den aufgenommenen Werten für den Brechungsindex von Mischungen bekannter Zusammensetzung wurde eine Eichkurve erstellt:

Vol% MeOH	$x(\text{MeOH})$	Brechungsindex
0	0	1,333
10	0,0471	1,336
20	0,1	1,338
30	0,16	1,3405
40	0,2285	1,342
50	0,3077	1,343
60	0,4	1,342
70	0,5091	1,341
80	0,64	1,339
90	0,8	1,3345
100	1	1,33



Zum Ausgleich von Messfehlern, welche die Kurve inexakt werden ließen, wurde ein Regressionspolynom dritten Grades ermittelt.

Aus den gemessenen Brechungsindizes von Sumpf und Destillat der beiden Kolonnen wurde mittels der Eichkurve der Anteil an Methanol in Sumpf und Destillat ermittelt:

stationärer Zustand	Glockenbodenkolonne		Füllkörperkolonne	
	Kopf	Sumpf	Kopf	Sumpf
Brechungsindex	1,3305	1,334	1,3315	1,334
Temperatur [°C]	65	94	67	92,5
$x(\text{MeOH})$ [Eichk.]	0,977	0,013	0,928	0,013

Trägt man diese Werte in das Siedediagramm ein und bestimmt die Anzahl der theoretisch erforderlichen Böden, so erhält man für die Glockenbodenkolonne die tatsächlich vorhandenen 5 Böden; für die Füllkörperkolonne ermittelt man eine Effektivität, die einer theoretischen Zahl von 3 Böden entspricht.

Fehlerbetrachtung:

- ❖ Die Ablesegenauigkeit des Thermometers beträgt  $1^{\circ}\text{C}$ , da keine Zwischenstufen ablesbar waren.
- ❖ Der im Abzug herrschende Unterdruck könnte zu einer Erniedrigung der Siedepunkte geführt haben; außerdem könnte durch Schwankungen in der Pumpleistungen eine Inkonstanz des Luftdrucks eingetreten sein.
- ❖ Beim Ansetzen der Eichlösungen könnte Volumenkontraktionen eingetreten sein.
- ❖ Die Fehler der zum Ansetzen der Eichlösungen und des Destillanden verwendeten Pipetten betragen:
  - 20 ml Messpipette: 0,1 ml
  - 10 ml Vollpipette: 0,05 ml
  - 25 ml Vollpipette: 0,1 ml
  - 30 ml Vollpipette: 0,1 ml
  - 50 ml Vollpipette: 0,2 ml
- ❖ Der Fehler des 500 ml-Messzylinders beträgt 2,5 ml.

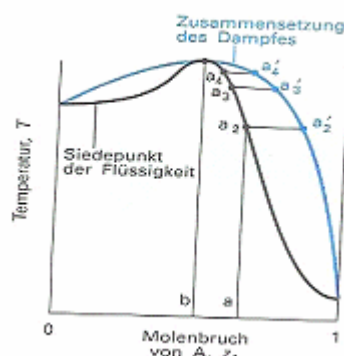
Diskussion:

1.) Eine Rektifikation besteht aus mehreren hintereinander ausgeführten Destillationen, von denen jede ein echtes Gleichgewichtssystem darstellt, d.h. die Flüssigkeit ist mit der darüber liegenden Gasphase im Gleichgewicht; Gasraum und Flüssigkeit haben dieselbe Temperatur. Anhand der unterschiedlichen Temperaturen am Kolonnenkopf und im Sumpf kann man erkennen, dass bei einer Rektifikation zwar ein stationärer Zustand erreicht wird, jedoch kein echtes Gleichgewicht zwischen dem Kolben und der Gasphase am Kopf der Kolonne vorliegt.

2.) Entnimmt man dem System kontinuierlich das Destillat (welches im Idealfall ausschließlich aus der leichter flüchtigen Komponente besteht), ohne neue Substanz nachzulegen, so besteht der Sumpf irgendwann nur noch aus der höhersiedenden Komponente; heizt man dann immer weiter, so geht diese Komponente in die Gasphase über, so dass man dann am Kolonnenkopf eine Anreicherung der höhersiedenden Komponente erhält.

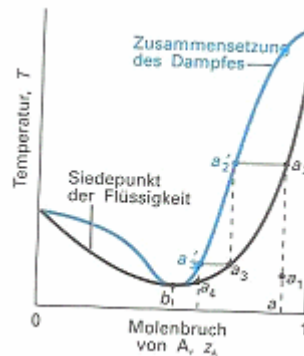
3.)

Azeotrop mit Siedepunktmaximum



a)

Azeotrop mit Siedepunktminimum



b)

- a) Bei Destillation einer Flüssigkeit der Zusammensetzung  $a$  verschiebt sich die Zusammensetzung der zurückbleibenden flüssigen Phase bis nach  $b$ , dann bleibt sie konstant, d.h. dass sich die Zusammensetzung beider Phasen bei weiterer Verdampfung nicht mehr ändert und man somit von einem Azeotrop mit Siedepunktmaximum der Komponenten  $a$  und  $b$  spricht. Dementsprechend ist die Auftrennung der beiden Komponenten nach dem Erreichen des azeotropen Punktes auf diesem Wege nicht mehr möglich, da die Zusammensetzungen von Sumpf und Kondensat stets übereinstimmen.
- b) Bei fraktionierter Destillation einer Mischung  $a$  verschiebt sich die Zusammensetzung des Dampfes in der Kolonne bis nach  $b$ , dann bleibt sie konstant, d.h. dass sich die Zusammensetzung des Dampfes dem azeotropen Punkt immer weiter annähert, ihn jedoch nicht überschreitet. Am Kopf der Kolonne entnimmt man demzufolge Dampf der azeotropen Zusammensetzung.