

Markus Schalk

Kurzwegdestillationskolonne mit Rektifiziereinsatz; Untersuchung der Trennleistung

Masterarbeit

zur Erlangung des akademischen Grades eines Diplomingenieurs der
Studienrichtung Verfahrenstechnik

am Institut für chemische Verfahrenstechnik und Umwelttechnik

unter der Leitung von

Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Matthäus Siebenhofer

Dipl.-Ing. Wolfgang Glasl

2010

Eidesstaatliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen/Hilfsmittel nicht benutzt, und die den benutzten Quellen wörtlich und inhaltlich entnommene Stellen als solche kenntlich gemacht habe.

Graz, am

.....

(Unterschrift)

Danksagung

Für die vorbildhafte Unterstützung bei meinen Tätigkeiten im Rahmen der Diplomarbeit möchte ich mich bei meinen Betreuern Prof. Dr, Matthäus Siebenhofer und Dipl.-Ing. Wolfgang Glasl sowie bei einigen Mitarbeitern der VTU Engineering bedanken.

Besonderer Dank gilt meiner Familie, die mich in jeglicher Hinsicht unterstützt und gefördert hat. Überdies bedanke ich mich bei allen meinen Freunden und Studienkollegen, die mir immer beigestanden und für die nötige Motivation gesorgt haben.

Kurzfassung

Ziel der vorliegenden Masterarbeit war, die Trennleistungssteigerung einer Kurzwegdestillationskolonne durch den Einbau eines Rektifiziereinsatzes zu ermitteln.

Im Rahmen der Untersuchung wurde eine modifizierte Kurzwegdestillationskolonne KD 150 erstmals in Betrieb genommen. Diese ermöglichte aufgrund des Kolonnenrücklaufs eine mehrstufige Betriebsweise. Der aus einem Drahtgestrick bestehende Rektifiziereinsatz intensivierte den Phasenkontakt zwischen der Dampf- und der Flüssigphase.

Die Trennleistungsermittlung der Anlage bzw. des Rektifiziereinsatzes wurde mit einem binären Stoffsystem durchgeführt. Als Testsystem wurde ein Gemisch aus Ethanol und Wasser verwendet.

Vor der Durchführung der praktischen Arbeit wurden ein Versuchsprotokoll und ein Versuchsplan erstellt. Das Protokoll diente der Dokumentation der Versuchsparameter. Im Rahmen der Versuchsplanerstellung wurden Versuchsserien festgelegt, die eine Charakterisierung des Rektifiziereinsatzes ermöglichten. Bei den Untersuchungen mit dem Gemisch Ethanol/Wasser wurde das Vakuumsystem der Anlage nicht verwendet. Die Versuche wurden unter atmosphärischem Druck durchgeführt.

Um den praktischen Teil der Masterarbeit abzurunden wurde ein zweites Stoffsystem untersucht. Ein Gemisch von Omega-3-Fettsäuren stellte ein konkretes Einsatzgemisch für die Kurzwegdestillation unter Vakuum dar. Mit diesem Stoffsystem wurde ebenfalls der Einfluss des Drahtgestricks untersucht.

Abstract

The aim of this master thesis is to determine the improvement in separation capacity of a short path distillation column by assembling a knit mesh.

A modified short path distillation column KD 150 was investigated. Due to reflux multi-stage operation was possible. The knit mesh intensified the phase contact between vapor and liquid phase.

The evaluation of the separation capacity of the facility and accordingly the knit mesh was done with a binary system. An ethanol/water test mix was used.

A test protocol and a test plan were prepared prior to the start of the practical operations. The protocol served as documentation for the test parameters. Within the test plan, test series for characterization of the knit mesh were performed. The vacuum system of the facility was not used during operation with the ethanol/water mixture. The tests were done at atmospheric pressure.

In order to complete the practical part of the master thesis a second test system was tested. The investigated system was a mixture of Omega-3-fatty acids. The test system needs operation of the short path distillation under vacuum. The influence of the knit mesh was also determined with this test system.

Inhaltsverzeichnis

1 Einleitung	1
2. Allgemeine Grundlagen	2
2.1 Destillation.....	2
2.2 Rektifikation.....	2
2.3 Das Stoffsystem Ethanol/Wasser	4
2.3.1 Siedediagramm	4
2.3.2 Druckdiagramm (P-xy-Diagramm)	5
2.3.3 Gleichgewichtsdiagramm	6
2.3.4 Aktivitätskoeffizientenmodelle (NRTL und Wilson) ^[4]	7
2.3.5 Korrelation zwischen der Dichte und dem Ethanolgehalt.....	8
2.4 Bilanzen der Kurzwegdestillationskolonne.....	11
2.4.1 Gesamtmassenbilanz der Anlage	12
2.4.2 Komponentenbilanzen	12
2.4.3 Energiebilanz der Kolonne	13
2.5 Abschätzung der Messgenauigkeiten.....	14
2.5.1 Abschätzung der Wärmeverluste	14
2.5.2 Abschätzung der Messgenauigkeit der Massenbilanz.....	15
3. Die Kurzwegdestillationskolonne ^[6]	16
3.1 Allgemeine Beschreibung der Anlage.....	16
3.2 Technische Daten der Anlage.....	19
3.3 Mess- und Regelungseinrichtungen der Anlage	19
3.3.1 Temperaturmessungen.....	20
3.3.2 Temperaturregelung.....	20
3.3.3 Füllstandregelung	21
3.3.4 Durchflussmessungen bzw. Regelung	22
3.3.5 Druckmessungen.....	22
4 Versuchsplanung	23
4.1 Allgemeine Aufgabenstellung.....	23
4.2 Ethanol/Wasserversuche	24
4.2.1 Dichtemessung	25
4.2.2 Festlegung der Feedmenge.....	25
4.3 Fischölethylesterdestillationsversuche	27
4.3.1 Weiterführende Untersuchungen des Gestricks	28

5 Praktischer Teil.....	29
5.1 Inbetriebnahme und letzte Montagearbeiten	29
5.2 Die Herstellung des Einsatzgemisches	30
5.3 Versuchsdurchführung	31
6 Berechnungen	34
6.1 Temperaturabhängige Stoffdaten.....	34
6.2 Bilanzen und hydraulische Kennzahlen.....	40
6.2.1 Berechnung der hydraulischen Kennzahlen.....	42
7 Ergebnisse.....	45
7.1 Stoffgemisch Ethanol/Wasser	45
7.1.1 Ergebnisse der einstufigen Destillation	45
7.1.2 Ergebnisse der mehrstufigen Destillation mit Einbauten	47
7.1.3 Ergebnisse der mehrstufigen Destillation ohne Einbauten	49
7.1.4 Variation der Wischerkorbdrehzahl.....	53
7.2 Stoffsystem Fischölethylester	55
7.2.1 Gestrickuntersuchung mit Fischölethylester.....	57
7.3 Interpretationen und Ausblick.....	60
8 Allgemeine Probleme	62
9 Zusammenfassung.....	64
10 Literaturverzeichnis	66
11 Anhang.....	67
11.1 Versuchsprotokoll	67
11.2 Weitere Versuchsergebnisse	71
11.3 Zusammenfassung der Zusammensetzungen.....	72
11.4 Abbildungsverzeichnis	73
11.5 Tabellenverzeichnis.....	74

1 Einleitung

Thermische Trennmethode spielen in sehr vielen technischen Prozessen eine wesentliche Rolle. Die klassischen Trennkonzepte wie die Destillation, Extraktion, Adsorption, Absorption und Trocknung kommen häufig zum Einsatz.

Alle genannten Grundoperationen sind bereits gut erforscht. Um in der heutigen Zeit die Forschung und Entwicklung vorantreiben zu können, ist es notwendig, die klassischen Konzepte für eine breit gefächerte Anwendungspalette gesondert zu optimieren.

Die Grundlage für Wettbewerbsbeständigkeit und Konkurrenzfähigkeit, mit der jedes Unternehmen konfrontiert ist, sind neue Erkenntnisse hinsichtlich der Prozessoptimierung und der Prozessentwicklung, die aus Forschungsergebnissen abgeleitet und umgesetzt werden können.

Die Kurzwegdestillation ist ein optimiertes thermisches Trennverfahren. Die Kombination mit einem Vakuumsystem ermöglicht es, die Destillation bei einer wesentlich tieferen Temperatur durchzuführen. Die Verdampfung des Flüssigkeitsgemisches erfolgt nach dem Prinzip eines Dünnschichtverdampfers. Der auf dem beheizten Kolonnenmantel herabfließende Fallfilm weist bei diesem Verdampfungsprinzip eine sehr kurze Kontaktzeit auf. Deshalb können in einer Kurzwegdestillationskolonne auch temperaturempfindliche Flüssigkeitsgemische destilliert werden.

Grundlage für die Modifizierung der Kurzwegdestillationskolonne ist die Realisierung einer mehrstufigen Betriebsweise. Über Sprühdüsen gelangt der Rücklauf in die Kolonne. Durch das Einsprühen wird die Oberfläche des rotierenden Drahtgestricks benetzt. Das Gestrick weist eine hohe spezifische Oberfläche aus und soll den Phasenkontakt zwischen der Dampf- und Flüssigphase verbessern.

2. Allgemeine Grundlagen

2.1 Destillation

In vielen technischen Produktionsanlagen ist es notwendig, Flüssigkeitsgemische teilweise oder vollständig in die Einzelkomponenten zu zerlegen. Das Destillationsverfahren bietet diese Möglichkeit und ist auf unterschiedliche Weisen einsetzbar.

Beim Destillieren wird das Einsatzgemisch auf Siedetemperatur erwärmt und der Verdampfungsprozess gestartet. In der Dampfphase reichert sich die leichtersiedende Komponente an, während sich die Komponente mit der höheren Siedetemperatur im Destillationsrückstand anreichert. Der aufsteigende Dampf wird kondensiert und als Produkt gewonnen. [1]

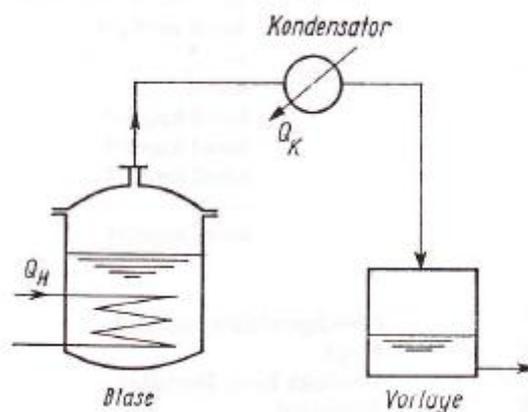


Abbildung 1 Prinzip einer einstufigen diskontinuierlichen Destillation [1]

2.2 Rektifikation

Im Vergleich zur Destillation wird bei der Rektifikation ein Teil des Destillats als Flüssigkeitsrücklauf am Kopf der Kolonne aufgegeben. Der aufsteigende Dampf tritt mit der Flüssigkeit im Gegenstrom in Kontakt. Der Phasenkontakt erfolgt bei einer Füllkörperkolonne kontinuierlich über die gesamte Kolonnenhöhe. Die Füllkörper intensivieren den Phasenkontakt und verbessern die Stoff- und Wärmeübertragung zwischen den beiden Phasen. Die Füllkörper können als regellose Schüttungen, als

Kolonnenböden sowie als strukturierte Packungen ausgeführt werden. In der Abbildung 2 ist eine Rektifikationskolonne schematisch dargestellt. [1]

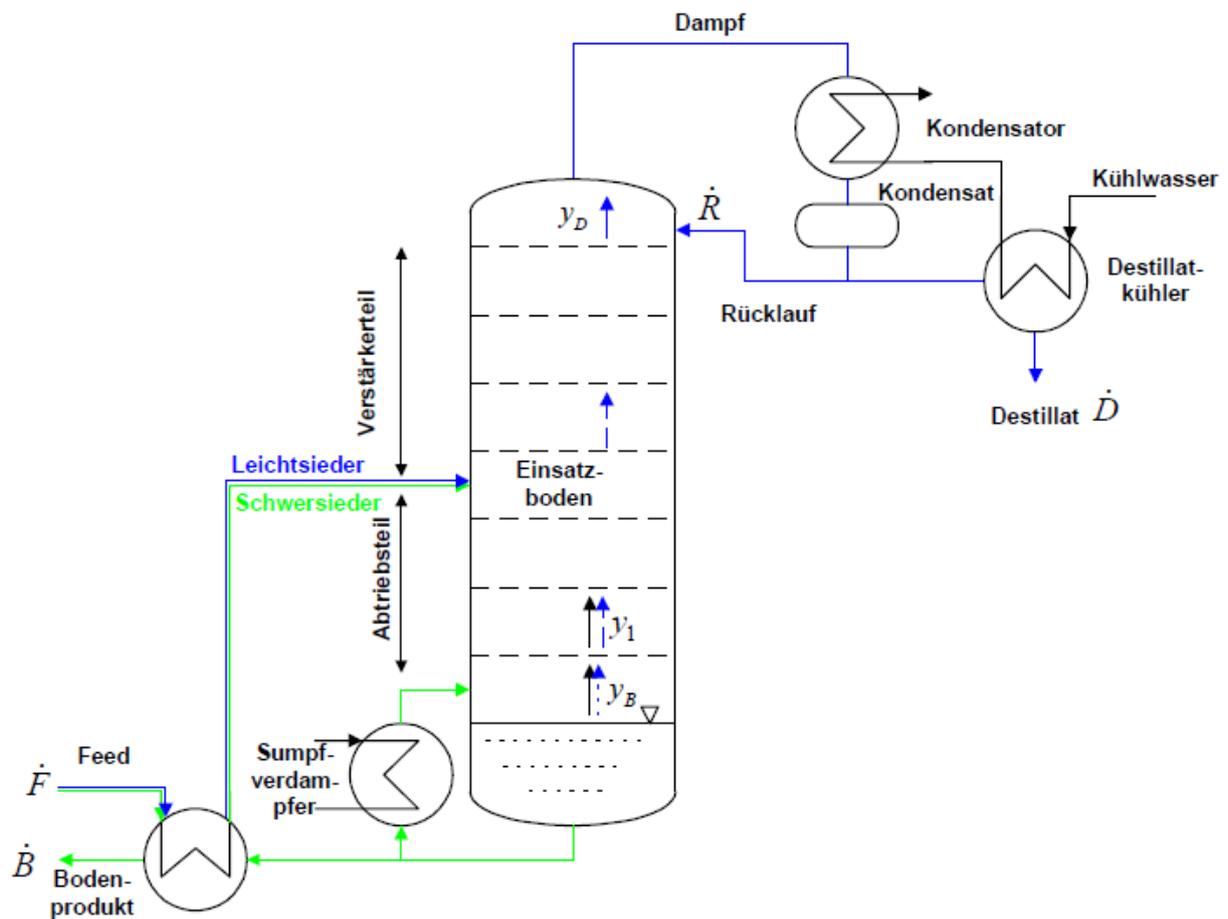


Abbildung 2 Schematische Darstellung der Rektifikation [2]

Der Kolonnenabschnitt oberhalb des Zulaufs wird als Verstärkersäule bezeichnet. Der Abschnitt unterhalb des Zulaufs nennt sich Abtriebssäule. Der Kolonnenzulauf erfolgt an jener Stelle, an der die Zusammensetzung des Zulaufs der Flüssigkeitszusammensetzung in der Kolonne entspricht. [1]

2.3 Das Stoffsystem Ethanol/Wasser

Die Berechnung des Dampf- Flüssiggleichgewichts erfolgte mit CHEMCAD. Zwei Aktivitätskoeffizientenmodelle (NRTL und Wilson) werden für die Berechnung des vorliegenden Stoffsystems empfohlen.

Die berechneten Gleichgewichtslinien unterscheiden sich nur geringfügig voneinander. Für alle weiteren Berechnungen werden die Gleichgewichtsdaten des NRTL Modells verwendet. Ein weiterer Datenvergleich mit experimentellen Gleichgewichtsdaten empfiehlt die Verwendung des NRTL Modells. In Abbildung 5 ist das Gleichgewichtsdiagramm dargestellt.

Das binäre Stoffsystem weist bei einem Massenanteil von 95,3 [Gew%], einer Temperatur von 77,12 [°C] bei einem Systemdruck von 975 [mbar] ein Tiefsiedeazeotrop auf.

Ein Azeotrop ist dadurch charakterisiert, dass die Siede- und die Taulinie zusammenfallen. Das Gemisch verhält sich wie ein Reinstoff. Die siedende Flüssigkeit weist dieselbe Zusammensetzung auf wie der aufsteigende Dampf. Eine weitere destillative Trennung des Stoffsystems ist nur in Form einer Vakuum-, Extraktiv-, oder Hochdruckdestillation möglich. [1]

2.3.1 Siedediagramm

Das Siedediagramm beinhaltet unter der Voraussetzung konstanten Druckes den Verlauf der Siede- und der Taulinie. Der Siede- und Taupunkt eines Gemisches ist von dessen Zusammensetzung abhängig. [3]

Das Siedediagramm wurde für einen Druck von 975 [mbar] ausgewertet. Es ist zu beachten, dass der Ethanolgehalt in Massenanteilen angegeben ist. Das gilt auch für das Druck- und das McCabe Thiele Diagramm.

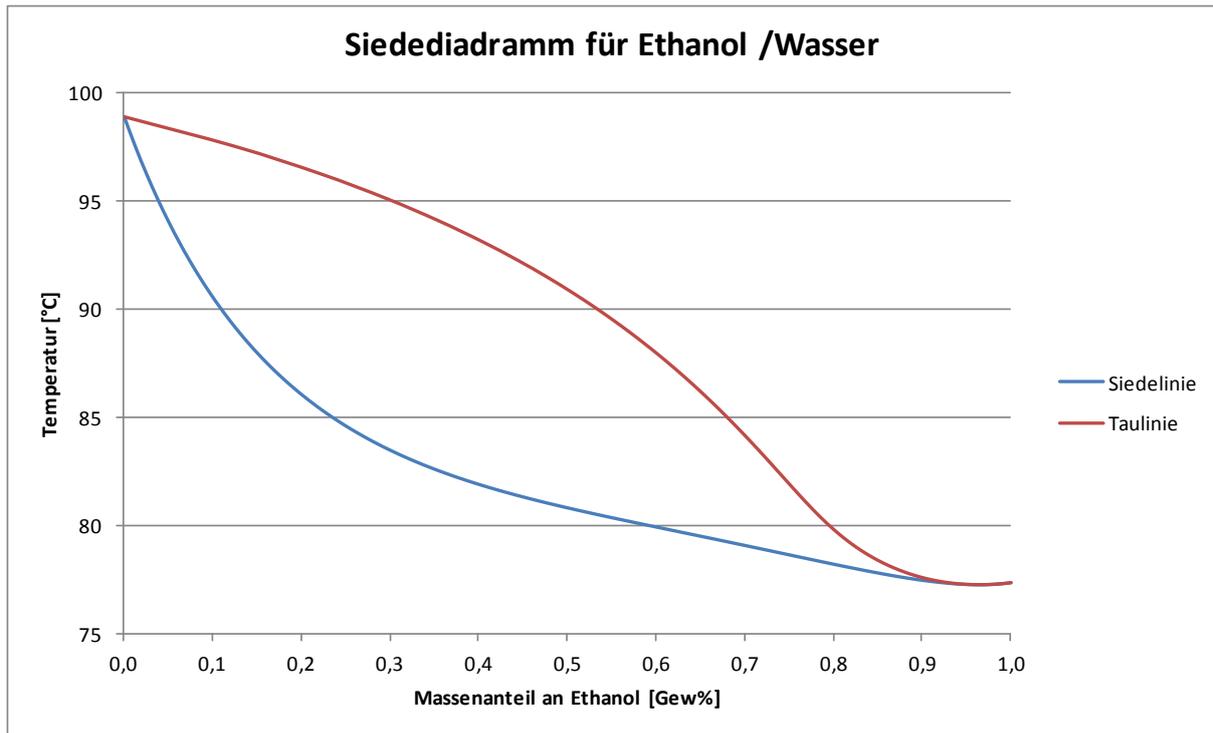


Abbildung 3 T-xy-Diagramm für Ethanol/Wasser bei 975 [mbar]

2.3.2 Druckdiagramm (P-xy-Diagramm)

Im Druckdiagramm ist der Gesamtdruck der Dampf- bzw. der Flüssigphase unter der Voraussetzung, dass die Systemtemperatur konstant ist, dargestellt. Der Gesamtdruck setzt sich aus den Partialdrücken der beiden Komponenten zusammen. [3]

In Abbildung 4 ist das P-xy-Diagramm für eine Temperatur von 20 [°C] dargestellt.

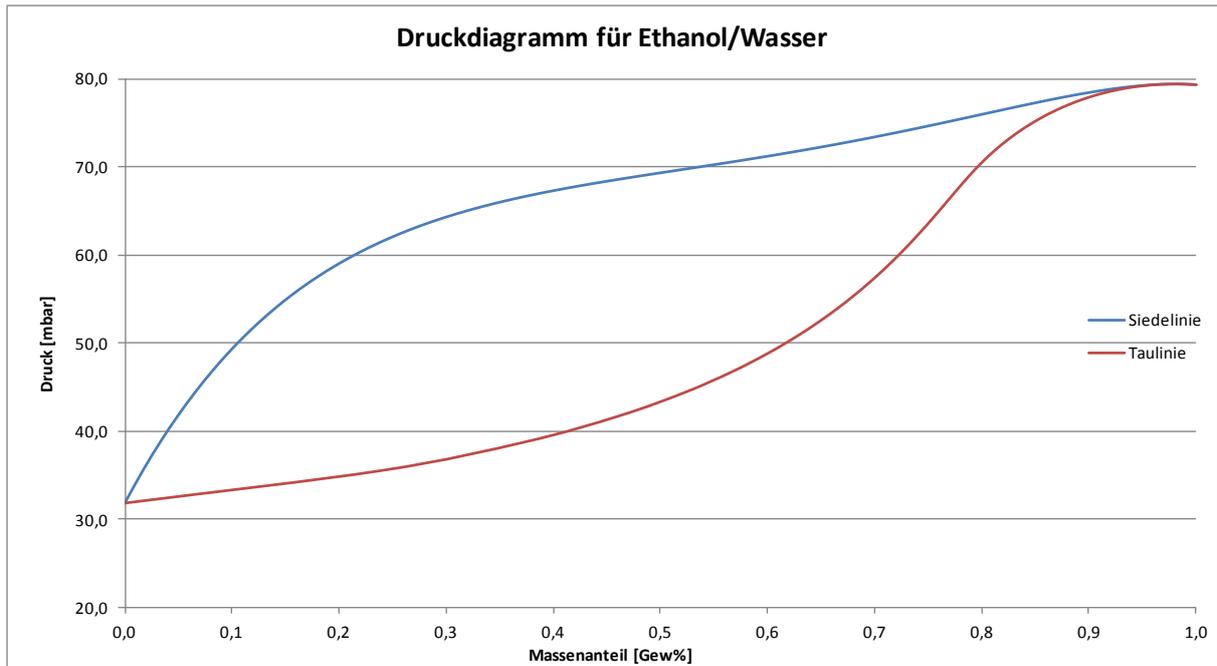


Abbildung 4 P-xy-Diagramm für Ethanol/Wasser bei 20 [°C]

2.3.3 Gleichgewichtsdiagramm

Im Gleichgewichtsdiagramm ist unter Voraussetzung konstanten Druckes der Verlauf der Gleichgewichtszusammensetzung der Dampfphase als Funktion der Zusammensetzung der Flüssigphase dargestellt. [3]

Die Zusammensetzung der beiden Phasen ist in der Abbildung 5 in [Gew%] angegeben.

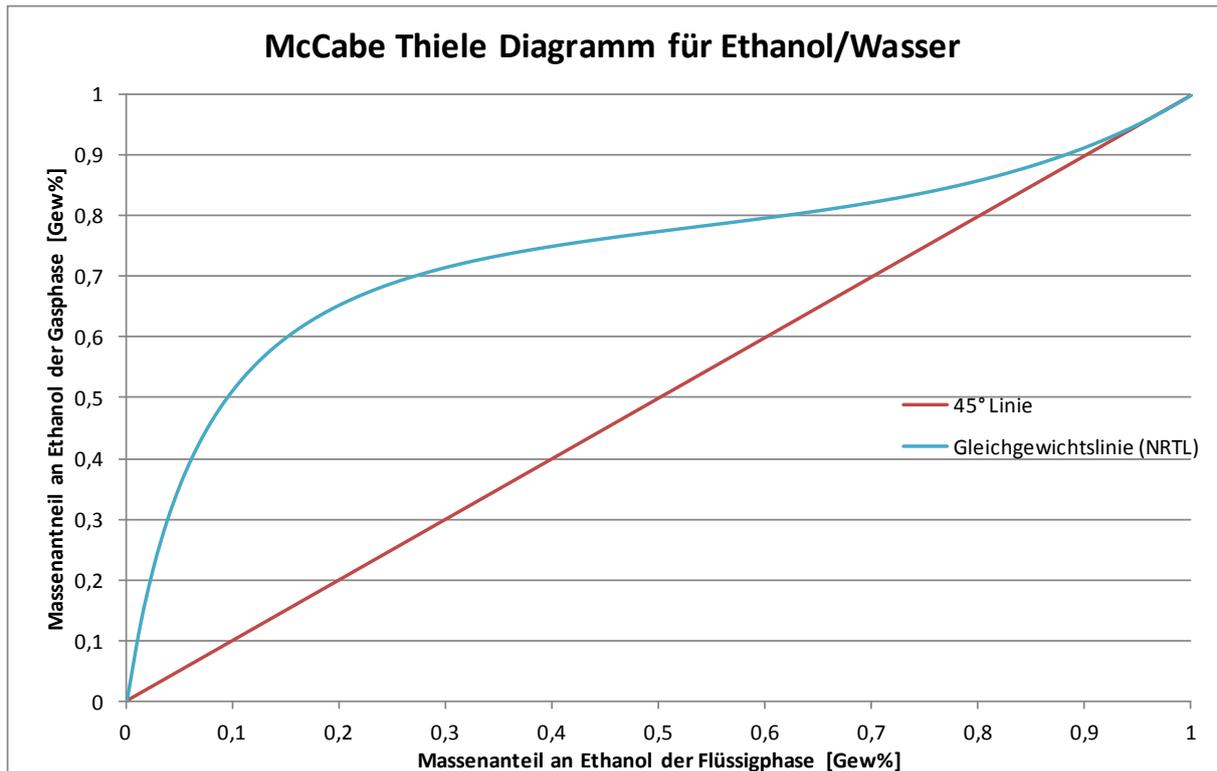


Abbildung 5 McCabe-Thiele-Diagramm für Ethanol/Wasser bei 975 [mbar]

2.3.4 Aktivitätskoeffizientenmodelle (NRTL und Wilson) ^[4]

In diesem Kapitel werden die Berechnungsgleichungen der beiden Aktivitätskoeffizientenmodelle (NRTL, Wilson) zusammengefasst.

$$\ln \gamma_1 = -\ln(x_1 - \Lambda_{12}x_2) + x_2 \left(\frac{\Lambda_{12}}{x_1 + \Lambda_{12}x_2} - \frac{\Lambda_{21}}{\Lambda_{21}x_1 + x_2} \right) \quad (1)$$

$$\ln \gamma_2 = -\ln(x_2 - \Lambda_{21}x_1) + x_1 \left(\frac{\Lambda_{12}}{x_1 + \Lambda_{12}x_2} - \frac{\Lambda_{21}}{\Lambda_{21}x_1 + x_2} \right) \quad (2)$$

$$\Lambda_{ij} = \frac{v_j}{v_i} \exp\left(\frac{-\Delta\lambda_{ij}}{T}\right) \quad (3)$$

v_j, v_i molares Volumen der reinen Flüssigkeiten

Λ_{ij} Wilson Parameter

$\Delta\lambda_{ij}$	Wechselwirkungsparameter der beiden Komponenten i und j
γ_1, γ_2	Aktivitätskoeffizienten
x_i	Stoffmengenanteil der Komponente i

$$\ln\gamma_1 = x_2^2 \left[\tau_{21} \left(\frac{G_{21}}{x_1 + x_2 G_{21}} \right)^2 + \frac{\tau_{12} * G_{12}}{(x_2 + x_1 G_{12})^2} \right] \quad (4)$$

$$\ln\gamma_2 = x_1^2 \left[\tau_{12} \left(\frac{G_{12}}{x_2 + x_1 G_{12}} \right)^2 + \frac{\tau_{21} * G_{21}}{(x_1 + x_2 G_{21})^2} \right] \quad (5)$$

$$G_{ij} = \exp(-\alpha_{ij} * \tau_{ij}) \quad (6)$$

$$\tau_{ij} = \frac{\Delta g_{ij}}{T} \quad (7)$$

τ_{ij}	NRTL Parameter der Komponente i und j
G_{ij}	NRTL Parameter der Komponente i und j
α_{ij}	Nonrandomness-Parameter: $\alpha_{ij} = \alpha_{ji}$
Δg_{ij}	Wechselwirkungsparameter zwischen i und j
γ_1, γ_2	Aktivitätskoeffizienten
x_i	Stoffmengenanteil der Komponente i

2.3.5 Korrelation zwischen der Dichte und dem Ethanolgehalt

Für die spätere Auswertung der Proben ist es notwendig, über die Dichtebestimmung des Ethanol/Wassergemisches auf die Zusammensetzung schließen zu können. Ein Polynom soll den Zusammenhang zwischen der Dichte und dem Ethanolgehalt beschreiben.

Für die Generierung der Korrelation wurden unterschiedliche Ethanol/Wassergemische hergestellt, die einer Dichtemessung unterzogen werden. Bei der Herstellung der Proben wurde VE-Wasser und Ethanol (96 Vol%, 1Vol% MEK) verwendet. Elf verschiedene Proben mit unterschiedlichen Zusammensetzungen wurden untersucht.

Der Wassergehalt des Ethanols (5,77 [Gew%]) wurde mit der Karl Fischer Methode bestimmt. Die Wassergehaltsbestimmung war erforderlich, um die Massenanteile der Proben zu korrigieren. Das Vergällungsmittel wurde bei der Berechnung nicht berücksichtigt, da das Ethanol praktisch dieselbe Dichte aufweist.

In der Abbildung 6 ist die Korrelation zwischen der Dichte und dem Ethanolgehalt graphisch dargestellt. Die Abbildung enthält auch einen aus Literaturwerten bestimmten Dichteverlauf sowie das Polynom, mit dem alle Umrechnungen durchgeführt wurden.

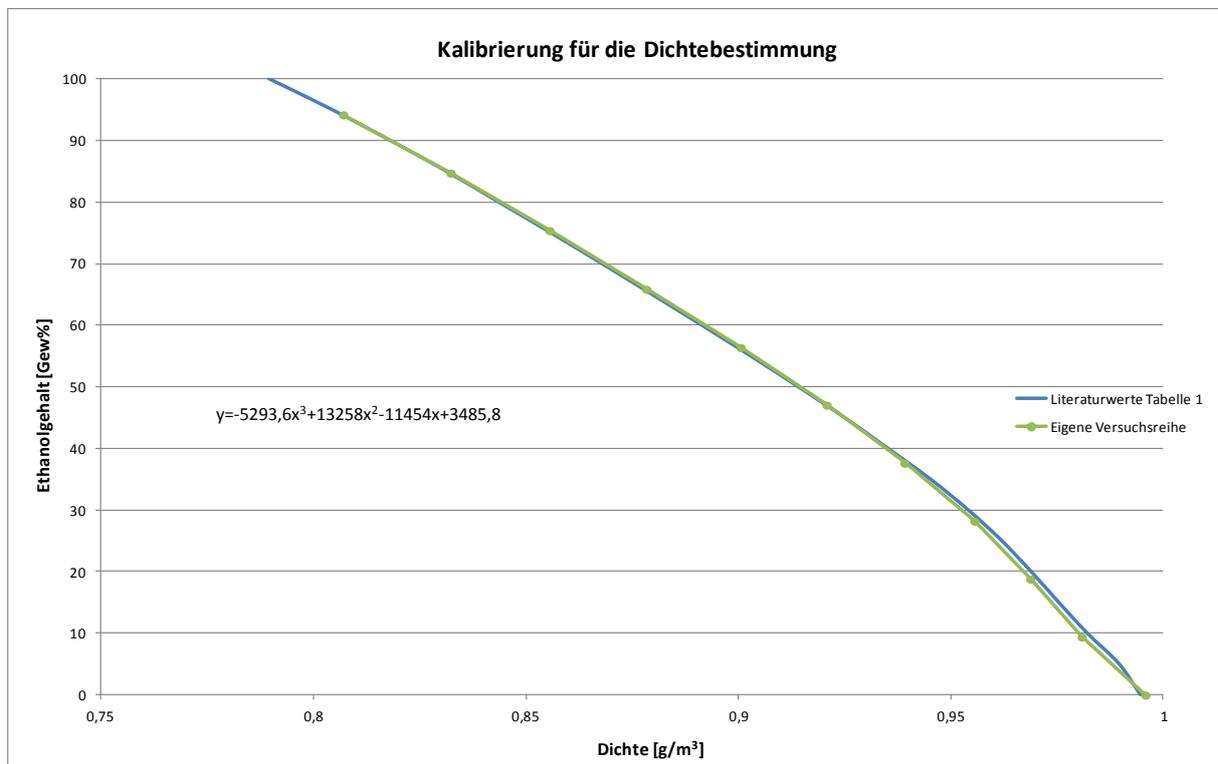


Abbildung 6 Korrelation zwischen Dichte und Zusammensetzung [Gew%]

In der Tabelle 1 ist der Zusammenhang zwischen der temperaturabhängigen Dichte und der Flüssigkeitszusammensetzung in Zahlenwerten ausgedrückt. Von Bedeutung ist die Dichte bei 20 [°C], da die Dichtemessung bei dieser Temperatur durchgeführt wurde.

C ₂ H ₆ O Äthanol									M = 46,07
Gew.-%	2	5	10	15	20	25	30	35	
0 °C	0,9960	0,9914	0,9849	0,9800	0,9757	0,9712	0,9654	0,9578	
20 °C	0,9945	0,9895	0,9820	0,9753	0,9688	0,9619	0,9540	0,9451	
40 °C	0,9885	0,9831	0,9749	0,9667	0,9588	0,9504	0,9408	0,9305	
60 °C	0,9795	0,9740	0,9640	0,9555	0,9464	0,9370	0,9263	0,9150	
80 °C	0,9679	0,9620	0,9515	0,9420	0,9320	0,9220	0,9105	0,8990	
100 °C	0,9542	0,9480	0,9370	0,9265	0,9160	0,9050	0,8935	0,8820	
Gew.-%	40	45	50	55	60	65	70	75	
0 °C	0,9494	0,9398	0,9294	0,9185	0,9074	0,8960	0,8842	0,8725	
20 °C	0,9351	0,9249	0,9140	0,9028	0,8913	0,8796	0,8678	0,8558	
40 °C	0,9201	0,9090	0,8976	0,8862	0,8743	0,8625	0,8504	0,8380	
60 °C	0,9038	0,8925	0,8806	0,8690	0,8562	0,8450	0,8316	0,8200	
80 °C	0,8870	0,8755	0,8630	0,8515	0,8390	0,8270	0,8140	0,8012	
100 °C	0,8700	0,8580	0,8460	0,8335	0,8210	0,8085	0,7955	0,7825	
Gew.-%	80	85	90	95	100				
0 °C	0,8604	0,8479	0,8348	0,8212	0,8063				
20 °C	0,8435	0,8312	0,8180	0,8043	0,7895				
40 °C	0,8258	0,8133	0,8002	0,7864	0,7715				
60 °C	0,8074	0,7950	0,7814	0,7680	0,7536				
80 °C	0,7885	0,7760	0,7625	0,7490	0,7348				
100 °C	0,7695	0,7565	0,7430	0,7295	0,7157				

Tabelle 1 Korrelation zwischen der Dichte und der Zusammensetzung [5]

2.4 Bilanzen der Kurzwegdestillationskolonne

In diesem Kapitel werden die Massen- sowie die Energiebilanz der Destillationskolonne erstellt. Um die Bilanzen zu veranschaulichen dient die Abbildung 7, in der die Kolonne sowie alle übergehenden Massen- und Energieströme dargestellt sind.

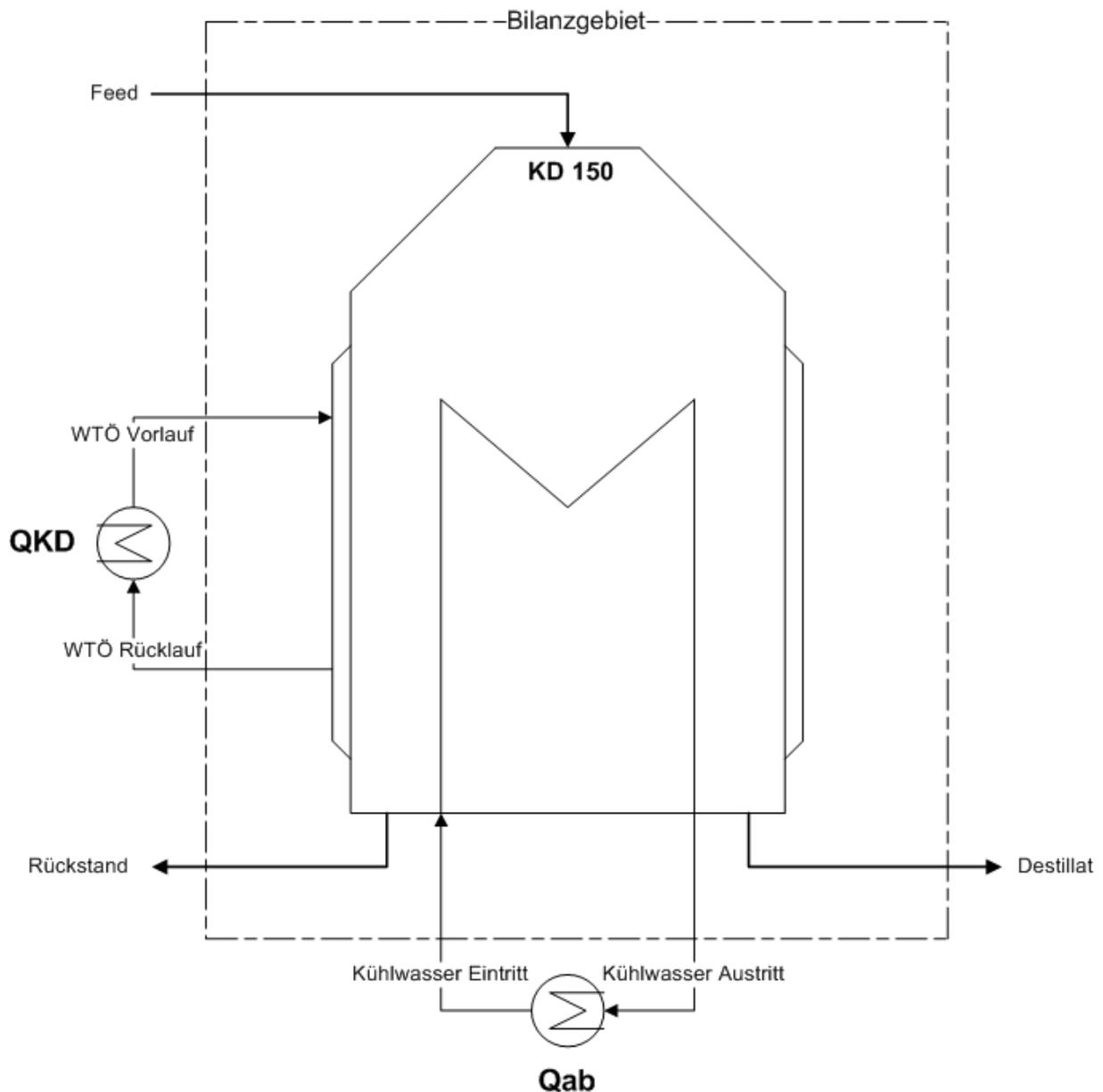


Abbildung 7 Bilanzgebiet der Kurzwegdestillationskolonne

2.4.1 Gesamtmassenbilanz der Anlage

In die Kolonne tritt ein Feed mit einer beliebigen Zusammensetzung ein. Die austretenden Ströme werden als Destillat und Rückstand bezeichnet. Werden an den beiden Kältefallen, die sich am Entgaser bzw. an der Kurzwegdestillationskolonne befinden, Dämpfe kondensiert, treten zwei weitere Ströme aus dem Bilanzgebiet aus.

$$\dot{m}_F = \dot{m}_R + \dot{m}_D \quad (8)$$

$$\dot{m}_F - \dot{m}_{KE} = \dot{m}_R + \dot{m}_D + \dot{m}_{KKD} \quad (9)$$

\dot{m}_F	Massenstrom Feed
\dot{m}_R	Massenstrom Rückstand
\dot{m}_D	Massenstrom Destillat
\dot{m}_{KKD}	Massenstrom Kältefalle KD
\dot{m}_{KE}	Massenstrom Kältefalle Entgaser

2.4.2 Komponentenbilanzen

Die Komponentenbilanz wurde aus den Massenströmen und bei der jeweiligen Zusammensetzung gebildet. Bei der Bildung der Komponentenbilanz werden nur die Komponenten des binären Gemisches erfasst. Verunreinigungen werden bei der Bilanzierung nicht berücksichtigt.

$$m_F * w_{\text{EtOH},F} = m_D * w_{\text{EtOH},D} + m_R * w_{\text{EtOH},R} + m_{\text{KKD}} * w_{\text{EtOH},\text{KKD}} \quad (10)$$

$w_{\text{EtOH},F}$	Massenbruch Ethanol in Feed
$w_{\text{EtOH},R}$	Massenbruch Ethanol im Rückstand
$w_{\text{EtOH},D}$	Massenbruch Ethanol im Destillat
$w_{\text{EtOH},\text{KKD}}$	Massenbruch Ethanol Kondensator 2
$w_{\text{EtOH},\text{KE}}$	Massenbruch Ethanol Entgaser

2.4.3 Energiebilanz der Kolonne

Die Energiebilanz der Kolonnen lässt sich aufgrund der hohen Messstellenanzahl auf verschiedene Arten berechnen. Da die Kühlwassereintritts- und Austrittstemperatur sowie die Kühlwassermenge bekannt sind, wird die abgeführte Wärmemenge über den Kühlwasserkreislauf berechnet. Die abgeführte Wärmemenge kann auch über die Verdampfungsenthalpie des Destillats in Kombination mit der Destillatmenge berechnet werden.

Bei der Erstellung der Energiebilanz werden Vereinfachungen angenommen. Die anfallenden Flüssigkeitsmengen in den beiden Kältefallen werden vernachlässigt, da die Flüssigkeitsmengen im Vergleich zur Feedmenge verhältnismäßig klein sind. Die beiden Flüssigkeitsmengen liegen in der Größenordnung von 0,01% der Feedmenge.

$$\dot{m}_F * h_F + \dot{Q}_{\text{KD}} = \dot{m}_R * h_R + \dot{m}_D * h_D + \dot{m}_W * c_{pW} * \Delta T_W + \dot{Q}_{\text{Verl.}} \quad (11)$$

$$\dot{m}_F * h_F + \dot{Q}_{\text{KD}} = \dot{m}_R * h_R + \dot{m}_D * h_D + \dot{m}_D * \Delta h_{vD} + \dot{Q}_{\text{Verl.}} \quad (12)$$

h_F	Enthalpie des Feeds
h_R	Enthalpie des Rückstandes
h_D	Enthalpie des Destillats
\dot{m}_W	Massenstrom an Kühlwasser
c_{pW}	spezifische Wärmekapazität des Kühlwassers
ΔT	Temperaturdifferenz des Kühlwassers
Δh_{vD}	Verdampfungsenthalpie des Destillats
$\dot{Q}_{Verl.}$	Gesamter Wärmeverlust der Destillationsanlage
\dot{Q}_{KD}	Die über den Verdampfer zugeführte Wärmemenge

2.5 Abschätzung der Messgenauigkeiten

Dieses Kapitel dient der Abschätzung der maximal zulässigen Abweichung der Massen- und Energiebilanz. Bei der Energiebilanz sind Abweichungen, die innerhalb der abgeschätzten Wärmeverluste liegen, tolerier- und argumentierbar. Bei der Massenbilanz liegt die Grenze im Bereich der Genauigkeit der Messinstrumente.

2.5.1 Abschätzung der Wärmeverluste

Die Wärmeverluste der Anlage setzen sich aus den Rohrleitungsverlusten und aus den Wärmeverlusten der Kolonne zusammen.

$$\dot{Q}_{Verl.} = \dot{Q}_{Verl.,Leitung} + \dot{Q}_{Verl.,KD} \quad (13)$$

Zunächst wird die Oberfläche der Rohrleitungen und der Kolonne berechnet. Der Wärmeübergangskoeffizient sowie die Temperaturdifferenz zwischen der Oberfläche

und der Destillationsanlage werden abgeschätzt. Für den α -Wert werden $5 \text{ [W/m}^2\text{*K]}$ und für die Temperaturdifferenz $60 \text{ [}^\circ\text{C]}$ angenommen. Die Gleichungen 14 und 15 dienen der Berechnung der Wärmeverluste. Die Verluste liegen in der Größenordnung von 5% der zugeführten Wärmemenge.

$$\dot{Q}_{\text{Verl.,Leitung}} = A_{\text{Leistung}} * \alpha * \Delta T \quad (14)$$

$$\dot{Q}_{\text{Verl.,KD}} = A_{\text{KD}} * \alpha * \Delta T \quad (15)$$

A_{Leistung}	Oberfläche der Leitungen
A_{KD}	Oberfläche der Destillationskolonne
α	Wärmedurchgangskoeffizient
ΔT	Temperaturdifferenz zwischen Oberfläche und Umgebung

2.5.2 Abschätzung der Messgenauigkeit der Massenbilanz

Der durchschnittliche Fehler der installierten Durchflussmessung beträgt $\pm 0,15\%$ vom Messwert. Bei der Wiegung liegt die Messgenauigkeit der Waage bei $\pm 0,1 \text{ Kg}$ pro Messung. Daraus resultiert eine zulässige Abweichung von $0,4 \text{ Kg}$ pro Versuchslauf.

3. Die Kurzwegdestillationskolonne ^[6]

3.1 Allgemeine Beschreibung der Anlage

Dieses Kapitel soll den Aufbau der Destillationsanlage erläutern. Alle Apparate, Pumpen und Armaturen sind mit Nummern versehen und in der Abbildung 8 dargestellt.

Die Anlage wird von einem Vorlagebehälter B2701 mit dem zu verarbeitenden Medium gespeist. Der Behälter ist mit einem Rührwerk ausgestattet. An der Behälterwand sind Strombrecher montiert, die den Rühreffekt verbessern, da sie die Trombenbildung erschweren. Das homogenisierte Medium wird mit der Pumpe P2701 durch den Wärmetauscher W2702 und durch die Entgasungskolonne EA1203 gefördert. Der Durchfluss wird mittels frequenzgesteuerter Pumpe in Kombination mit einem Durchflussmesser eingestellt. Der Wärmetauscher, der mit einem Wärmeträgeröl beheizt wird, erwärmt das Gemisch auf die erforderliche Betriebstemperatur. Für die Vorwärmung durch den Wärmetauscher ist ein eigener Kreislauf installiert, der mit heißem Wärmeträgeröl aus dem Hauptkreis je nach Bedarf über ein Regelventil GV30108 versorgt wird. Somit wird über die Vorlauftemperatur (TIC30107) des Subkreises die Solltemperatur des Gemisches (TIC27006) zur Entgasungskolonne über das Regelventil eingestellt.

Die leicht flüchtigen Substanzen werden unter Vakuum im Entgaser entfernt und anschließend im Kondensator C2501 kondensiert. Das anfallende Kondensat sammelt sich im Pufferbehälter B4001. Sollten im Kondensator für die flüchtigen Substanzen keine geeigneten Kondensationsbedingungen vorherrschen, erfolgt die Kondensation in der Flüssigkeitsringvakuumpumpe V3501.

Über ein Siphon gelangt das entgaste Medium aus der Entgasungskolonne in den Kurzwegverdampfer K1011, der aus einem zylindrischen Verdampfer und aus einem innenliegenden Kondensator besteht. Das Gemisch wird über den gesamten Umfang der zylindrischen Innenseite der Kolonne verteilt und fließt nach unten. Durch die mit Wärmeträgeröl beheizten Wände der Kolonne wird die Verdampfungsleistung eingebracht. Der entstehende Dampf durchströmt das Drahtgestrick von außen nach innen in Richtung Kondensator. Im Gegenzug wird von der Innenseite des Gestricks

eine variable Menge an Destillat auf das Gestrück gesprüht (Rücklauf der Kolonne). Dieser Vorgang erhöht die Trennwirkung der Anlage. Der zum Kondensator gelangende Dampf wird dort vollständig kondensiert und gelangt über den zentralen Ablauf in die Pumpvorlage der Destillataustragspumpe P2911.

Die anfallende Destillatmenge kann im Standby Betrieb wieder in den Vorlagebehälter B2701, oder in ein Gebinde gepumpt werden. Vor der Pumpvorlage im Destillatablauf ist auch ein Zulauf zur Pumpe P2911 installiert. Mit dieser frequenzgesteuerten Pumpe kann eine definierte Rücklaufmenge eingestellt und konstant gehalten werden. Die Düsen, über die der Rücklauf auf dem Drahtgestrick versprüht wird, sind untereinander in zwei gegenüberliegenden Rohren angeordnet, sodass sich ein linienförmiges Sprühbild ergibt. Aufgrund der Verbindung des Drahtgestricks mit dem rotierenden Wischerkorb erfolgt eine gleichmäßige Verteilung des Rücklaufs über das gesamte Gestrück.

Der Wischerkorb wird mit einem frequenzgesteuerten Motor angetrieben. Die Drehdurchführung der Antriebswellen wird mit einer Gleitringdichtung abgedichtet. Die Dichtung wird mit einem Sperrmedium überlagert, um den Vakuumraum der Anlage zusätzlich abzudichten.

Das nichtverdampfte Stoffgemisch wird über einen eigenen Ablauf zur Pumpvorlage P2811 geleitet und anschließend entweder in den Vorlagebehälter (Standby Betrieb), oder in ein Gebinde (Produktionsbetrieb) gefördert.

Das Vakuumsystem setzt sich aus einer Flüssigkeitsringvakuumpumpe V3501 mit einer vorgeschalteten Gasstrahlpumpe V3502 sowie aus drei in Serie geschalteten Wälzkolbenvakuumpumpen zusammen. Zwischen dem Vakuumsystem und der Destillationskolonne ist eine Kältefalle zwischengeschaltet, um unerwünschte Dämpfe zu kondensieren und abzuscheiden.

Das Verfahrensfließbild der Kurzwegdestillationsanlage ist in Abbildung 8 dargestellt. Die Pumpen- und Apparatebezeichnungen beziehen sich ebenfalls auf diese Abbildung.

Untersuchung der Trennleistung einer Kurzwegdestillationskolonne

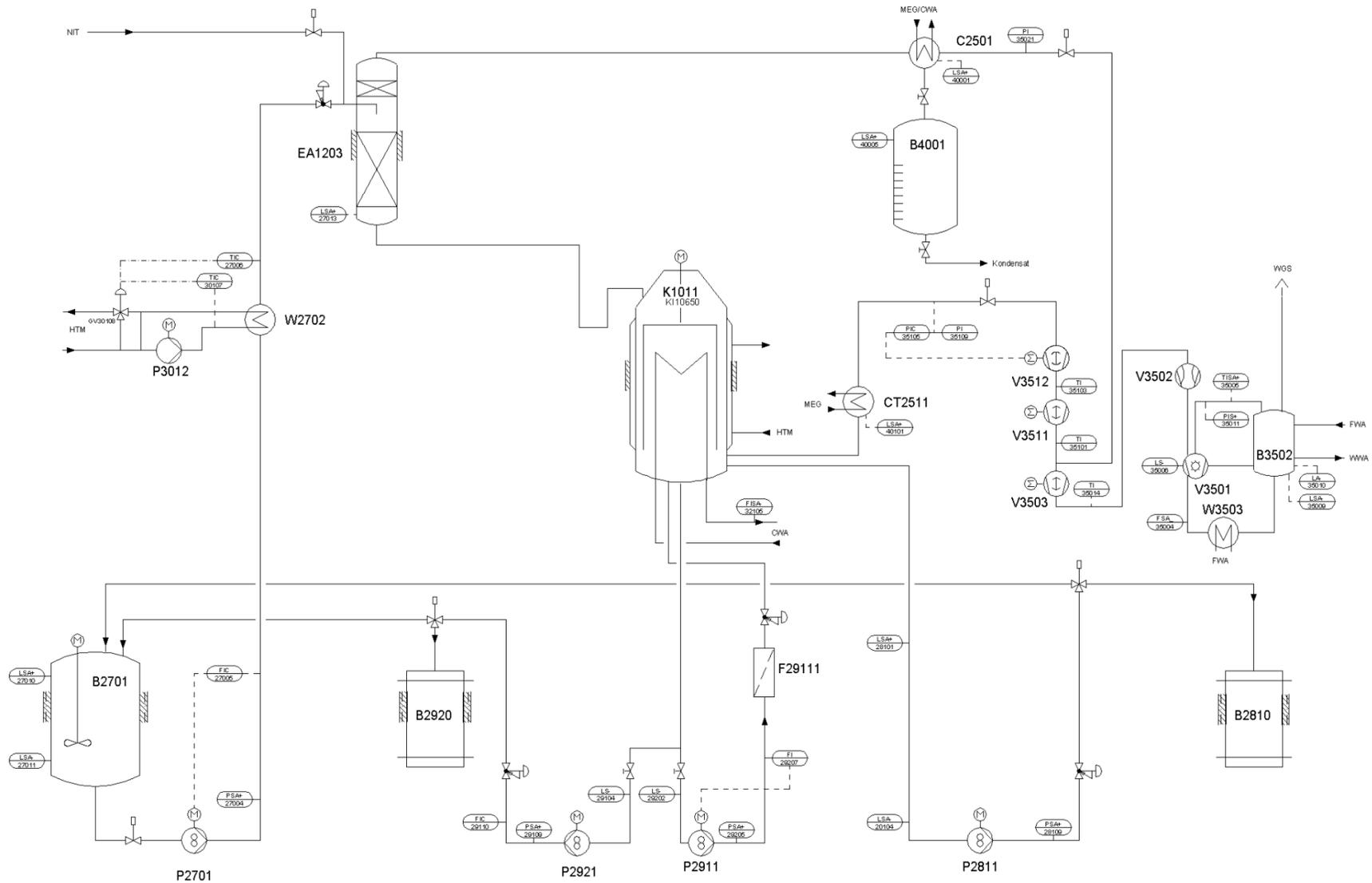


Abbildung 8 Verfahrensfließbild der Kurzwegdestillationskolonne

3.2 Technische Daten der Anlage

Die wichtigsten technischen Daten der Destillationskolonne sowie des Gestricks sind in der Tabelle 2 zusammengefasst.

Kolonne		
Heizmanteloberfläche	1,50	[m ²]
Kolonnendurchmesser	0,70	[m]
Höhe Kurzwegdestillator	2,59	[m]
Gestrick		
Spez. Oberfläche	500	[m ² /m ³]
Packungsdichte	200	[kg/m ³]
Innendurchmesser	0,39	[m]
Außendurchmesser	0,59	[m]
Höhe	0,77	[m]
Oberfläche innen	0,94	[m ²]
Oberfläche außen	1,43	[m ²]
Gewicht	24	[kg]

Tabelle 2 Technische Daten der Anlage [6]

3.3 Mess- und Regelungseinrichtungen der Anlage

Da diese Destillationsanlage sowohl für Versuche als auch eine Produktion eingesetzt wird, verfügt die Anlage über eine Vielzahl von Mess- und Regelungseinrichtungen, um praktisch eine automatisierte Produktion durchführen zu können. Die wichtigsten Einrichtungen werden im folgenden Kapitel dargelegt.

3.3.1 Temperaturmessungen

Bei den Temperaturmessern handelt es sich um Widerstandsthermometer, die mit einem Platinwiderstand ausgestattet sind. Der Temperaturmessbereich liegt zwischen -200 und +600 °C.

Signifikante Prozessparameter liefern die Temperaturmessstellen TIC27006, TIC30107 und TISA+35005. Es handelt sich dabei um die Eintrittstemperatur in die Entgaserkolonne, die Wärmeträgeröltemperatur im Subkreislauf und die Betriebsmittelflüssigkeitstemperatur der Flüssigkeitsringvakuumpumpe, die als Sicherheitsparameter und als Prozessparameter angesehen wird. Die genaue Positionierung der Messstellen kann dem Verfahrensfließbild entnommen werden.

Des Weiteren gibt es eine Reihe von Temperaturmessstellen, die für die Betriebssicherheit der Anlage benötigt werden, aber für den eigentlichen Prozess nicht erforderlich sind.

3.3.2 Temperaturregelung

Wird die Destillation über einen längeren Zeitraum durchgeführt (Produktionsphase über mehrere Tage), ist es von entscheidender Bedeutung, dass nur selten manueller Regelungsbedarf besteht. Bei der Kurzwegdestillationsanlage wird die Eintrittstemperatur des Einsatzgemisches in die Kolonne über das PLS mittels PID-Regler konstant gehalten, indem die zirkulierende Wärmeträgerölmenge über das Regelventil GV30108 angepasst wird.

Ist die Eintrittstemperatur in die Kolonne nicht konstant, ändern sich die Mengenverhältnisse zwischen Rückstands- und Destillatmenge sowie deren Zusammensetzung.

Die Temperaturregelung ist besonders nach einer erneuten Befüllung des Vorlagebehälters, oder nach längerem „Standby Betrieb“ von großer Wichtigkeit, da mit größeren Temperaturdifferenzen bzw. mit einer steigenden Gemischtemperatur im Vorlagebehälter zu rechnen ist.

3.3.3 Füllstandregelung

Eine weitere sehr wichtige Regelungseinheit ist die Regelung der Füllstandhöhe in den beiden Pufferbehältern vor der Rückstand- bzw. der Destillataustragspumpe. Die minimale sowie die maximale Füllstandhöhe sind mit jeweils einem LSL (minimale Füllstandhöhe) bzw. einem LSH (maximale Füllstandhöhe) begrenzt. Wird einer der beiden Levels unter- bzw. überschritten, erfolgt die Abschaltung oder eine voreingestellte Drehzahländerung der Pumpe. Die Anpassung der Drehzahl erfolgt wie bei der Temperaturanpassung mit einem PID Regler. Ist der Regler deaktiviert, folgt nach der Unter- bzw. Überschreitung der zulässigen Füllstandhöhen die Abschaltung der Pumpe.

Wird ein gut schmierendes Einsatzgemisch verwendet (z.B. Fischölethylester), dann ist der LSL nur beim Starten der Pumpe von Bedeutung. Danach wird die anfallende Flüssigkeitsmenge mit einer leicht überhöhten Pumpendrehzahl gefördert. Die Füllstandhöhe wird dadurch immer minimiert. Diese Methode ist bei schlecht schmierenden Medien unzulässig, da Schäden an der Pumpe entstehen können.

Eine weitere Regelmöglichkeit ist die manuelle Füllstandregelung über die Schaugläser oberhalb der beiden Pufferbehälter. Diese Art der Füllstandregelung kommt bei den Ethanol/Wasserdestillationsversuchen zum Einsatz. Bei dieser Regelung bedarf es einer ständigen visuellen Kontrolle der Füllstandes durch den Anlagenbetreiber, da sonst Schäden an der Pumpe oder am Wischerkorb durch die aufgestaute Flüssigkeit entstehen können. Die Füllstandhöhe wird über die Drehzahl der Rückstands- und Destillataustragspumpe eingestellt. Bei steigendem Flüssigkeitsspiegel ist die Pumpendrehzahl zu erhöhen.

Während der zwanzigminütigen Versuchsdurchführung sollte sich der Füllstand nicht ändern. Vor allem bei geringen Destillat- und Rückstandsmengen (Feed 30 Kg/h) spielt die Füllstandhöhe für eine genaue Bilanzierung eine wesentliche Rolle.

3.3.4 Durchflussmessungen bzw. Regelung

In der gesamten Anlage sind vier Durchflussmesser (ein FI und drei FIC's) installiert. Die erste Messung wird direkt nach dem Vorlagebehälter durchgeführt. Mit einer frequenzgesteuerte Pumpe kann eine beliebige Feedmenge (zwischen 2 und 250 kg/h) eingestellt werden. Dies gilt auch für die Destillat- und die Rücklaufmenge.

Die beiden Durchflussmesser befinden sich direkt nach der Destillataustragpumpe P2921 bzw. nach der Rücklaufpumpe P2911. Für den Rückstand ist kein eigener Durchflussmesser vorgesehen, da sich dieser Massenstrom aus der Gesamtmassenbilanz berechnen lässt. Der vierte Durchflussmesser gibt Auskunft über die aktuelle Kühlwassermenge, die durch den innenliegenden Kondensator strömt. Die Kühlwassermenge kann per Hand über ein Ventil eingestellt werden.

Die Ströme können direkt am Durchflussmesser sowie am Prozessleitsystem abgelesen werden.

3.3.5 Druckmessungen

Die Anlage ist mit drei Drucksensoren ausgestattet, die vor allem dann von Bedeutung sind, wenn das Vakuumsystem aktiviert ist. Die Kolonne selbst ist mit zwei Druckmessern ausgestattet, die für unterschiedliche Druckniveaus ausgelegt sind. Der erste Drucksensor ist für einen Druckbereich von einer Atmosphäre bis 10 mbar ausgelegt. Der zwei Sensor misst nur im Feinvakuumbereich zwischen 0,001 und 10 mbar. Ein weiterer Drucksensor befindet sich im Bereich des Grobvakuum.

Druckseitig der Rückstands-, Destillataustrag- und der Rücklaufpumpe befindet sich jeweils ein PI, der den Förderdruck der jeweiligen Pumpe anzeigt. Die zulässige Druckdifferenz kann von Hand direkt am Druckmessgerät eingestellt werden.

4 Versuchsplanung

4.1 Allgemeine Aufgabenstellung

Im praktischen Teil der Arbeit wird die Kurzwegdestillationsanlage KD 150 hinsichtlich ihrer Trennleistung untersucht. Es soll untersucht werden, ob sich durch einen Rektifiziereinsatz bessere Trennergebnisse erzielen lassen. Das Gemisch aus Ethanol und Wasser dient der Trennstufenbestimmung der Kurzwegdestillationsanlage. Dieses Gemisch ist deswegen geeignet, weil es sich um ein bekanntes Testgemisch handelt, dem sowohl experimentelle als auch berechnete Stoffdaten zugrunde liegen.

In einer separaten Versuchsreihe wird ein zweites Einsatzgemisch untersucht. Fischölethylester stellt ein konkretes Anwendungsgemisch für die Kurzwegdestillation unter Vakuum dar und soll den experimentellen Teil der Diplomarbeit abrunden. Bei den Fischölethylestertrennversuchen werden ausschließlich die Versuchsergebnisse betrachtet. Die Stoffeigenschaften sowie die thermodynamischen Hintergründe des Stoffsystems werden nicht betrachtet.

Um Aussagen über die Verbesserung der Trenneigenschaft durch den Rektifiziereinsatz treffen zu können, wird die Destillation (Stoffgemisch Ethanol/Wasser) vorerst ohne Einbauten (einstufige Destillation) durchgeführt. Anschließend folgt unter ähnlichen Rahmenbedingungen die mehrstufige Destillation ohne Einbauten, um die aufgrund des Rücklaufs herbeigeführten Trennleistungssteigerung zu ermitteln.

Nach dem Einbau des Rektifiziereinsatzes erfolgt neuerlich die gleiche Versuchsabwicklung, um die Ergebnisse der drei Versuchsserien miteinander vergleichen zu können. Der Vollständigkeit halber wird die einstufige Destillation auch mit Einbauten untersucht. Die ergänzenden Versuche werden im vollen Umfang nur mit dem Ethanol/Wasser Gemisch durchgeführt.

Der Versuchsablauf mit dem Fischöl gestaltet sich wesentlich einfacher. Es werden nur zwei Versuchsserien durchgeführt. Die einstufige Destillation ohne Einbauten sowie die mehrstufige Destillation mit Einbauten werden verglichen.

4.2 Ethanol/Wasserversuche

Die Versuche mit Ethanol und Wasser dienen der Trennleistungsbestimmung für die Destillationskolonne. Um eine Vielzahl an Vergleichswerten zu generieren setzt sich jede Versuchsserie aus fünf einzelnen Versuchen, die jeweils ein anderes Schnittverhältnis aufweisen, zusammen. Das Schnittverhältnis (L/V) ist definiert aus dem Verhältnis zwischen der Flüssigkeitsmenge (L) und der Dampfmenge (V) und beschreibt die Steigung der Betriebsgeraden im McCabe Thiele Diagramm.

Während der Versuche wird nur das Schnittverhältnis variiert. Alle anderen Parameter, wie die Feedmenge, Wischerkorbdrehzahl und Feedzusammensetzung werden konstant gehalten.

Nach dem Erreichen eines stationären Betriebszustandes erfolgt ein 30 minütiger Bilanzlauf. Von allen ein- und austretenden Stoffströmen wird eine Probe entnommen. Die Zusammensetzung der Proben wird über die Dichtemessung ermittelt. In der Tabelle 3 sind die Ethanol/Wassertrennversuche zusammengefasst.

Einsatzgemisch	Zusammensetzung	Gestrick	Feedmenge	Rücklauf
-	[%]	-	[kg/h]	-
EthOH/H ₂ O	25	nein	30 und 70	mit und ohne
EthOH/H ₂ O	55	nein	30 und 70	mit und ohne
EthOH/H ₂ O	25	ja	30 und 70	mit und ohne
EthOH/H ₂ O	55	ja	30 und 70	mit und ohne

Tabelle 3 Übersicht der Ethanol/Wasserversuche

Eine separate Versuchsserie soll zeigen, ob die Drehzahl des Wischerkorbes einen Einfluss auf die Trenneigenschaft hat. Die Versuchsdurchführung läuft so ab, dass ein beliebiger Betriebspunkt gewählt und der Wischerkorb mit vier verschiedenen Drehzahlen (40, 60, 80 und 100% der maximalen Drehzahl) betrieben wird. Die Probenahme erfolgt jeweils nach dem Erreichen eines stationären Betriebspunktes.

Diese Versuchsserie wird ausschließlich mit dem Ethanol/Wasser Gemisch durchgeführt.

4.2.1 Dichtemessung

Die Dichtemessung der Proben erfolgt mit dem digitalen Dichtemessgerät DMA 40 der Firma Anton Paar GmbH. Die Dichte wird über die elektronische Schwingungsdauermessung ermittelt, indem ein hohler, gläserner Schwingkörper zu einer ungedämpften Schwingung angeregt wird. Die Schwingkörpertemperatur wird mit einem Thermostat konstant auf 20°C gehalten. [7]

Die zu messende Flüssigkeit wird mit Hilfe einer Spritze in den Schwingkörper eingebracht. Die Messung ist abgeschlossen sobald sich der Messwert nicht mehr ändert. Mit der Kalibrationsgeraden erfolgt die Berechnung der Flüssigkeitsdichte.

$$y = 9,9102 * 10^{-5} * x - 3,38804$$

Kalibrationsgerade

y Flüssigkeitsdichte [g/m³]

x Schwingung

4.2.2 Festlegung der Feedmenge

Bei den Destillationsversuchen mit dem Gemisch aus Ethanol und Wasser stellt sich die Frage, welche Feedmenge gewählt wird. Da bei jeder Versuchsserie fünf unterschiedliche Schnittverhältnissen untersucht werden, ist es nötig, mit der vorhandenen Verdampferleistung einen Großteil der Feedmenge verdampfen zu können.

Für das Verdampfen eines 25%igen Ethanol/Wassergemisches ist aufgrund der hohen Verdampfungsenthalpie des Wassers eine hohe Verdampferleistung erforderlich. Mit der Gleichung 16 kann die nötige Verdampferleistung einer

beliebigen Flüssigkeitsmenge berechnet werden. Die Verdampfungsenthalpie eines Gemisches wird über die Verdampfungsenthalpien der Reinstoffe berechnet, wobei die Zusammensetzung des Gemisches mit den Masse- bzw. Stoffmengenanteilen berücksichtigt werden. Die Gleichungen 17 zeigt, wie die Verdampfungsenthalpie eines binären Gemisches berechnet wird.

$$\dot{Q} = \dot{m} * \Delta h_V \quad (16)$$

$$\Delta h_V = w_{\text{EthOH}} * \Delta h_{V,\text{EthOH}} + w_{\text{H}_2\text{O}} * \Delta h_{V,\text{H}_2\text{O}} \quad (17)$$

Δh_V	Verdampfungsenthalpie des Gemisches
$\Delta h_{V,\text{EthOH}}$	Verdampfungsenthalpie von Ethanol
$\Delta h_{V,\text{H}_2\text{O}}$	Verdampfungsenthalpie von Wasser
\dot{m}	Massenstrom des Gemisches
\dot{Q}	Erforderliche Verdampferleistung
w_{EthOH}	Massenanteil Ethanol
$w_{\text{H}_2\text{O}}$	Massenanteil Wasser

Aufgrund der Leistung des Heizaggregats wird die Feedmenge auf 70 [kg/h] festgelegt.

Obwohl die vorhandene Leistung der Heizanlage des Wärmeträgeröls ausreicht, um eine Flüssigkeitsmenge von 100 [kg/h] zu verdampfen, zeigten sich beim Verdampfen einige Probleme. Bei der einstufigen Destillation konnte das Schnittverhältnis von 10/90 nicht eingestellt werden. Ab einer Wärmeträgerölvorlaufstemperatur von ca. 165°C wird die kritische Wärmestromdichte überschritten, und es kommt zum Filmsieden. Direkt an der Heizmanteloberfläche bildet sich ein isolierender Dampffilm, der den Wärmeübergang verschlechtert.

Dieses Phänomen wird auch als Siedekrise bezeichnet. Aus diesem Grund wurde eine weitere Versuchsserie mit einer Feedmenge von 30 [kg/h] gestartet. Bei der geringeren Feedmenge konnten alle fünf Schnittverhältnisse untersucht werden.

Bei der mehrstufigen Betriebsweise tritt der Rücklauf unterkühlt in die Kolonne ein. Das vorhin erwähnte Verdampfungsproblem tritt bei den Versuchen mit Rücklauf bereits bei einem Schnittverhältnis von 30/70 auf.

4.3 Fischölethylesterdestillationsversuche

Die Destillation von Fischölethylester hat den Hintergrund, den Omega-3-Fettsäuregehalt im Rückstand zu erhöhen. Omega-3-Fettsäuren sind ein Sammelbegriff für Fettsäuren, die für den menschlichen Körper essentiell sind. Sie zeichnen sich dadurch aus, dass sie mehrfach ungesättigt und langkettig sind. Fischöle enthalten eine Vielzahl an Omega-3-Fettsäuren. Von entscheidender Bedeutung sind die Eicosapentaensäure (EPA) und die Docosahexaensäure (DHA), die separiert nur in Fischölen vorkommen.

Die Versuche waren so aufgebaut, dass zwei verschiedene Versuchsserien durchgeführt wurden, wobei nur einstufig ohne Einbauten sowie mehrstufig mit Einbauten destilliert wurde. Durch die Variation der Schnittverhältnisse wurden bei jeder der beiden Serien vier Vergleichswerte generiert.

Die beiden Versuchsserien können als Vorversuche betrachtet werden, die Aufschluss über optimale Prozessbedingungen lieferten. Mit den gefundenen Prozessbedingungen wurde eine Produktionsphase abgewickelt, bei der insgesamt sechs Tonnen Fischölethylester kontinuierlich destilliert wurden.

Alle gezogenen Proben wurden einer GC-Analyse unterzogen, um die Zusammensetzung des Feed, Destillats und des Rückstands zu bestimmen. Die Versuche als auch die Produktionsphase wurden im Feinvakuum durchgeführt ($p \approx 0,01$ [mbara]), da die Fettsäureester thermisch nicht unbegrenzt belastbar sind.

4.3.1 Weiterführende Untersuchungen des Gestricks

Bei den ersten Versuchen (Ethanol/Wasser), die mit den Einbauten durchgeführt wurden, zeigte sich, dass die Düsen für die gewählte Rücklaufmenge zu groß dimensioniert waren. Das rückgeführte Destillat tropfte aus den Düsen und gelangte nicht auf das Drahtgestrick, sondern direkt in den Rückstand der Destillationskolonne. Neue Düsen mit einer kleineren Querschnittsfläche verbesserten das Sprühbild der Düsen signifikant.

Die weiteren Untersuchungen sollten die Frage beantworten, ob weiterhin ein Teil des Rücklaufs in den Rückstand tropft bzw. durch das Drahtgestrick sickert und somit die Trennung erschwert bzw. den Trenneffekt verschlechtert.

Die Kolonne wurde bei diesen Untersuchungen ohne Feed betrieben. Über eine provisorische Schlauchverbindung wurde die Rücklaufpumpe der Anlage mit Flüssigkeit aus dem Vorlagebehälter versorgt. Der Rücklauf der Kolonne wurde als Feed ausgeführt, um einen kontinuierlichen Betrieb zu ermöglichen. Vor allem wegen des Vakuums war eine kontinuierliche Betriebsweise unumgänglich.

Ziel dieser Untersuchung war es, praktisch die gesamte eingebrachte Flüssigkeitsmenge zu verdampfen. Fällt bei der maximal zulässigen Vorlauftemperatur des Heizöls weiterhin eine große Rückstandsmenge an, kann davon ausgegangen werden, dass ein Teil des Rücklaufs entweder von den Düsen direkt in den Rückstand tropft, oder durch das Gestrick sickert.

Zusätzlich wurde bei dieser Versuchsserie auch der Einfluss der Wischerkorbdrehzahl untersucht. Die Wischerkorbdrehzahl sowie die Vorlauftemperatur des Wärmeträgeröls wurden während der Versuchsserien variiert. Die Wischerkorbdrehzahl wurde zwischen 50, 70 und 90% der maximalen Drehzahl variiert. Die Rücklaufmenge wurde während der Versuchsdurchführung konstant auf einen Massenstrom von 40 [kg/h] gehalten. Die Vorlauftemperatur wurde zwischen 170 und 200 [°C] variiert.

Die Bildung der Massenbilanz erfolgte über die Durchflussmesser des Destillats und des Rücklaufs. Der Bilanzierungszeitraum betrug zehn Minuten. Vor der Bildung der Massenbilanz musste sichergestellt sein, dass stationäre Verhältnisse vorherrschen.

5 Praktischer Teil

5.1 Inbetriebnahme und letzte Montagearbeiten

Vor der ersten Inbetriebnahme waren noch Montagearbeiten durchzuführen. Es handelt sich dabei um die Montage von Schlauchverbindungen, welche die Anlage mit Heiz- bzw. mit Kühlmedien versorgten. Dazu gehörten die Leitungen für das Wärmeträgeröl, die Kühlwasserversorgung für den innenliegenden Kondensator sowie die Kältemittelleitungen der nach dem Entgaser und der Kolonne geschalteten Kondensatoren (Kältefallen). Auch die Flüssigkeitsringvakuumpumpe benötigte einen eigenen Kühlkreislauf. Die beiden letztgenannten Kondensatoren sind für das Vakuumsystem erforderlich, da sie verhindern, dass kondensierbare Dämpfe in das Vakuumsystem gelangen. Desweiteren waren die Wärmeträgerölanlage und die Vakuumpumpen mit Ölen zu befüllen. Bei der Befüllung war darauf zu achten, dass die Pumpen sowie der Kreislauf des Wärmeträgeröls entlüftet wurden. Auch die Drehrichtungen aller Motoren galt es zu überprüfen, um die erwartungsgemäße Funktion der Pumpen sicherzustellen und um Schäden an einer Pumpe bzw. am Getriebe zu vermeiden.

Die Inbetriebnahme war der erste Abschnitt der praktischen Arbeit und diente vor allem dem Kennenlernen der Anlage sowie der Überprüfung der Funktionsweisen aller Armaturen und Anzeigen. Für die ersten Testläufe wurde ausschließlich Wasser verwendet, da die Dichtheit der Anlage noch nicht überprüft wurde. Dabei war zu beachten, dass die Pumpendrehzahlen aufgrund der schlechten Schmiereigenschaften von Wasser niedrig gewählt wurden.

Die Funktionsweise des PLS wurde vor der Inbetriebnahme getestet, um sicherzustellen, dass die für den Schutz der Pumpen und der Armaturen nötigen Verriegelungen auch richtig im Prozessleitsystem implementiert wurden. Die PLS Tests wurden mittels Computersimulation durchgeführt.

5.2 Die Herstellung des Einsatzgemisches

Die Herstellung der Mischung erfolgte direkt im Vorlagebehälter der Anlage. Von jedem der beiden Gemische (~25 und ~55 Gew%) wurden insgesamt 200 [kg] hergestellt, da sonst der Flüssigkeitsspiegel im Behälter zu niedrig war. Es musste sichergestellt werden, dass der Rührer ausreichend tief die Flüssigkeit eintaucht, um für eine gute Durchmischung zu sorgen. Bei der Herstellung der Mischung wurden zuerst 145 bzw. 85 [kg] VE-Wasser vorgelegt. Anschließend folgte die Zugabe des Ethanols. Die beiden Komponenten wurden nach der Einwaage mit einer Fassungspumpe in den Vorlagebehälter gefördert.

Das Gemisch wurde mit Hilfe des Rührwerks homogenisiert und anschließend beprobt. Kleine Abweichungen von der 25 bzw. 55% Marke spielten keine Rolle, da bei allen zukünftigen Probenahmen auch eine Feedprobe entnommen wurde.

Das Fischöl befand sich in IBC Containern und wurde vor der Befüllung homogenisiert, um alle Versuche mit derselben Feedzusammensetzung durchführen zu können. Mit Hilfe einer Fassungspumpe wurde das Öl in den bereits mit Stickstoff inertisierten Vorlagebehälter der Destillationsanlage gefördert. Durch das Inertisieren wurden unerwünschte Oxidationsprozesse vermieden.

5.3 Versuchsdurchführung

Die komplette Steuerung der Destillationsanlage erfolgte über das Prozessleitsystem. Es ließen sich alle Motoren sowie die für die Regelung nötigen Ventile ansteuern. Nur die externen Aggregate mussten separat aktiviert werden.

Die Vorlauftemperatur des Wärmeträgeröls, mit dem die Destillationsanlage beheizt wurde, konnte je nach Versuch auf die gewünschte Temperatur eingestellt werden. Die Erwärmung des Wärmeträgeröls erfolgte mit einem elektrischen Heizaggregat. Der einstellbare Temperaturbereich des Vorlaufes lag zwischen 0 und 250 [°C].

Neben dem Heizaggregat wurden auch das Kälte- und Kühlaggregat eingeschaltet. Das Kühlmittel wurde für die Kondensation des Destillats (innenliegender Kondensator) benötigt. Das Kältemittel kondensiert die im Entgaser und die im zweiten Kondensator anfallenden Dämpfe.

Um den Kolonnenfeed zu aktivieren, musste zuerst der Antrieb für den Wischerkorb gestartet und das am Boden des Vorlagebehälters sitzende Absperrventil geöffnet werden. Danach wurde die Subkreislaufpumpe eingeschaltet, um den Feed vorzuwärmen. Die Feed- sowie auch alle übrigen Zahnradpumpen waren frequenzgesteuert, wodurch die Fördermengen über die Pumpendrehzahlen eingestellt wurden. Die Eingabe der gewünschten Pumpendrehzahl erfolgte über das Prozessleitsystem.

Kurz nachdem das Einsatzgemisch in die Kolonne gelangte, war auch mit der Bildung einer Rückstands- bzw. Destillatmenge zu rechnen. Nach den jeweiligen Abläufen befanden sich Pufferbehälter, die sich mit dem Destillat bzw. mit dem Rückstand füllten. Durch die Aktivierung der Rückstands- bzw. Destillataustragpumpe wurden die anfallenden Flüssigkeitsmengen in den Vorlagebehälter (Standby-Betrieb), oder in ein externes Gebinde (Produktionsbetrieb) gefördert.

Bei der mehrstufigen Betriebsweise wurde, nachdem sich bereits eine größere Destillatmengen gebildet hat, zusätzlich die Rücklaufpumpe aktiviert, um einen Teil des Destillats über die Sprühdüsen zurück in die Kolonne zu fördern. Das Rücklaufverhältnis wurde über die Pumpendrehzahlen der Rücklauf- bzw. der Destillataustragpumpe eingestellt.

Die Vorlauftemperatur der Wärmeträgerölanlage wurde vor dem Start der Anlage vorerst auf einen moderaten Temperaturbereich eingestellt. Erst nachdem der Feed in die Kolonne eintritt und sich ein Flüssigkeitsfilm auf der Heizfläche gebildet hat, wurde die Vorlauftemperatur des Wärmeträgeröls auf die gewünschte Endtemperatur eingestellt. So wurde sichergestellt, dass die Oberfläche des beheizten Kolonnenmantels nicht unnötig hohen Temperaturen ausgesetzt war.

Ein weiterer wichtiger Aspekt einer sicheren Anlagenbetriebsweise war, dass nach dem Einschalten der Heizanlage der innenliegende Kondensator mit Kühlwasser versorgt wurde, um den Druck in der Kolonne zu regulieren. Um das Gefahrenpotential eines unkontrollierten Druckanstieges zu beseitigen, erfolgte das Öffnen der Kugelhähne B40007 und B40103. Somit fand ein ständiger Druckausgleich mit der Umgebung statt. Aus sicherheitstechnischer Sichtweise war diese Maßnahme notwendig, da sich das Kühlaggregat automatisch ausschaltete, falls der Kühlmittelflüssigkeitsstand im Kühlaggregat den Minimalwert erreichte.

Diese Maßnahmen sind nur erforderlich, wenn Destillationsversuche ohne Verwendung des Vakuumsystems unter atmosphärischem Druck durchgeführt werden.

Wurde die Vorlauftemperatur des Wärmeträgeröls erhöht, stieg automatisch die produzierte Dampfmenge. Dadurch konnte das geplante Schnittverhältnis über die Vorlauftemperatur eingestellt werden. Das Einstellen des geplanten Schnittverhältnisses nahm meist viel Zeit in Anspruch, da man sich nur schrittweise an den Sollwert annäherte und das System relativ träge war. Wurde die Vorlauftemperatur um ein Grad Celsius erhöht, dauert es einige Minuten bis sich aufgrund der Temperaturerhöhung auch die Dampfmenge erhöhte.

Sobald das gewünschte Schnittverhältnis eingestellt war und stationäre Verhältnisse vorlagen, konnte der zwanzigminütige Bilanzlauf gestartet werden. Die Massenbilanz der Anlage wurde gebildet, indem am Beginn und am Ende des Bilanzierungszeitraumes die Summenzählerstände an den Durchflussmessgeräten abgelesen wurden. Für eine genaue Bilanz war eine exakte Füllstandregelung erforderlich. Die manuelle Regelung sah vor, dass am Bilanzierungsstart sowie am Bilanzierungsende die Füllstände der beiden Pufferbehälter exakt dieselbe Höhe

aufwiesen. Die Regelung erfolgte über die Drehzahlanpassung der Rückstands- und Destillataustragpumpe.

Da die Rückstandsleitung der Anlage mit keinem Durchflussmessgerät ausgestattet war, erfolgte die Bilanzierung auch durch Wiegung der Rückstands- und der Destillatmenge.

Während des Bilanzlaufs wurde die Anlage auf die Produktionsbetriebsweise umgeschaltet. Dabei werden das Destillat sowie das Sumpfprodukt des Destillationsprozesses in externe Gebinde gefördert und zur Wiegung bereitgestellt. Die Probenahme fand am Ende des Bilanzlaufs statt. Es wurde je eine Feed-, Destillat-, Rückstandsprobe entnommen. Die nach den beiden Kältefallen kondensierten Flüssigkeitsmengen wurden ebenfalls gewogen und analysiert.

6 Berechnungen

Die in diesem Kapitel folgenden Berechnungen beziehen sich auf einen einzelnen Versuch, der als exemplarisches Beispiel für die Berechnungsdurchführung dient. Alle übrigen Berechnungsergebnisse sind tabellarisch im Anhang der Dokumentation zusammengefasst.

6.1 Temperaturabhängige Stoffdaten

Ein Großteil der für die Berechnung erforderlichen Parameter stammen aus der CHEMCAD Stoffdatenbank. Bei den Stoffwerten wie der spezifischen Wärmekapazität und der Dichte handelt es sich um temperaturabhängige Parameter. Die Temperaturabhängigkeit ist in Tabelle 4 dargestellt.

Temperatur	Ethanol	Wasser	Temperatur	Ethanol	Wasser
[°C]	cp [kJ/kgK]	cp [kJ/kgK]	[°C]	cp [kJ/kgK]	cp [kJ/kgK]
0	2,253	4,227	50	2,673	4,177
5	2,286	4,215	55	2,726	4,178
10	2,322	4,205	60	2,781	4,180
15	2,359	4,196	65	2,839	4,183
20	2,398	4,190	70	2,898	4,187
25	2,439	4,184	75	2,960	4,191
30	2,481	4,181	80	3,024	4,196
35	2,526	4,178	85	3,091	4,201
40	2,573	4,177	90	3,160	4,207
45	2,622	4,176	95	3,231	4,213

Tabelle 4 Temperaturabhängige Stoffdaten [8]

Für die tabellarische Auswertung der Versuchsergebnisse wird eine Trendlinie generiert, die den Verlauf der Cp-Werte und der Dichte im Temperaturbereich

zwischen 0 und 100 [°C] abbildet. Die beiden Polynome zweiten Grades sind in der Abbildung 9 dargestellt.

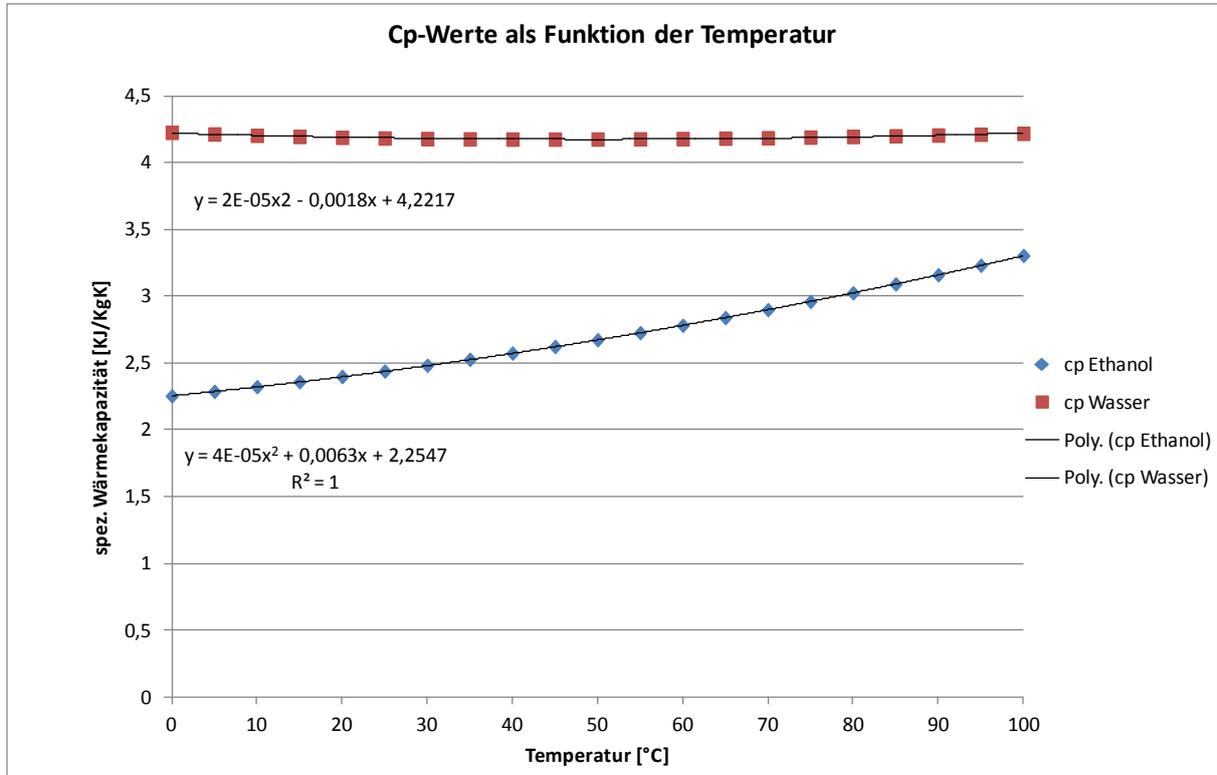


Abbildung 9 Graphische Darstellung der Cp-Werte

Für die Berechnung der Energiebilanz sind die Dichte und die spezifische Wärmekapazität des Kühlwassers (30 [Vol%] DOWCAL) und des Thermalöls (Thermia B) erforderlich. Durch das Generieren einer Trendlinie kann zwischen zwei Stützstellen linear interpoliert werden. Die Geradengleichung ist in der Abbildungen 10 und 11 angeführt. Der Tabelle 5 sind die temperaturabhängigen Stoffparameter des Thermalöls zu entnehmen.

Temperatur	Dichte	Cp-Wert
[°C]	[kg/m ³]	[kJ/kgK]
0	876	1,809
20	863	1,882
40	850	1,954
100	811	2,173
150	778	2,355
200	746	2,538

Tabelle 5 Dichte und Cp-Werte von Thermia B [9]

Aus den Abbildungen 10 und 11 ist ersichtlich, dass zwischen den Stoffwerten und der Temperatur im Bereich von 0 bis 200 [°C] ein linearer Zusammenhang besteht. Der Kurvenverlauf wird über eine lineare Trendlinie angenähert.

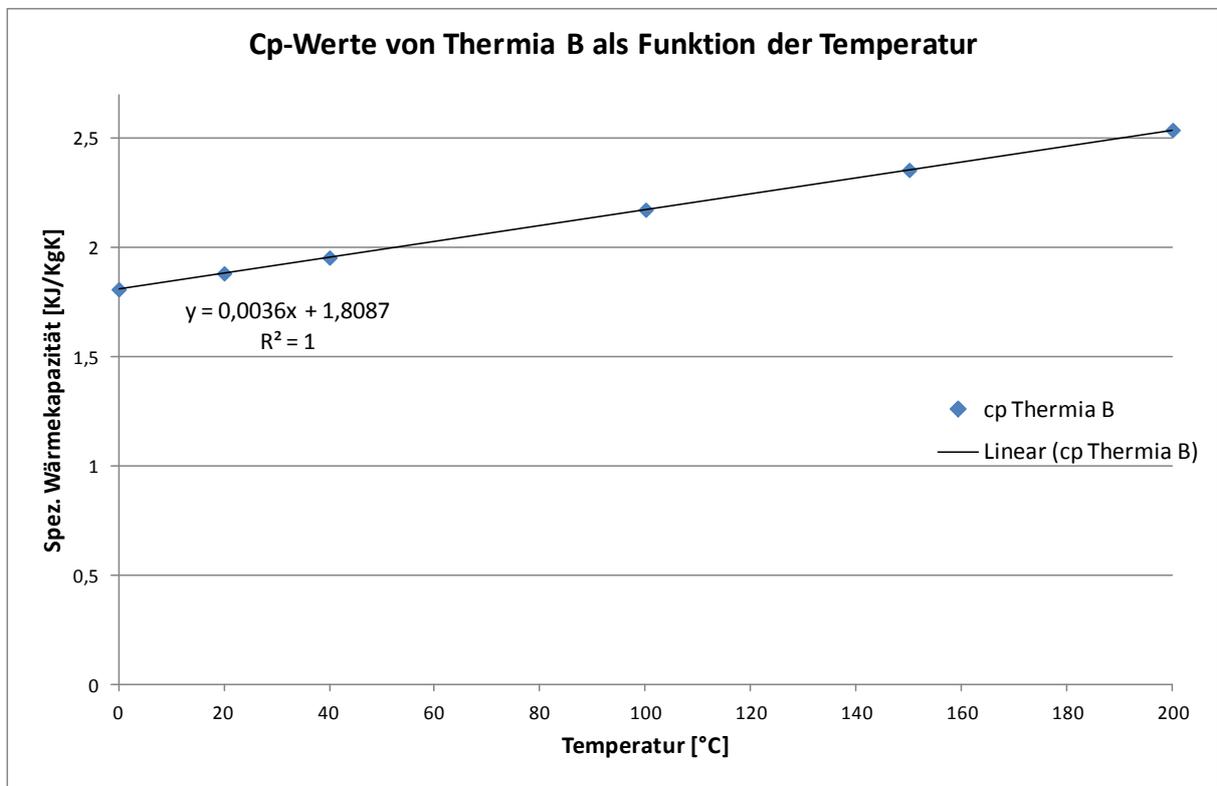


Abbildung 10 Verlauf der spez. Wärmekapazität von Thermia B

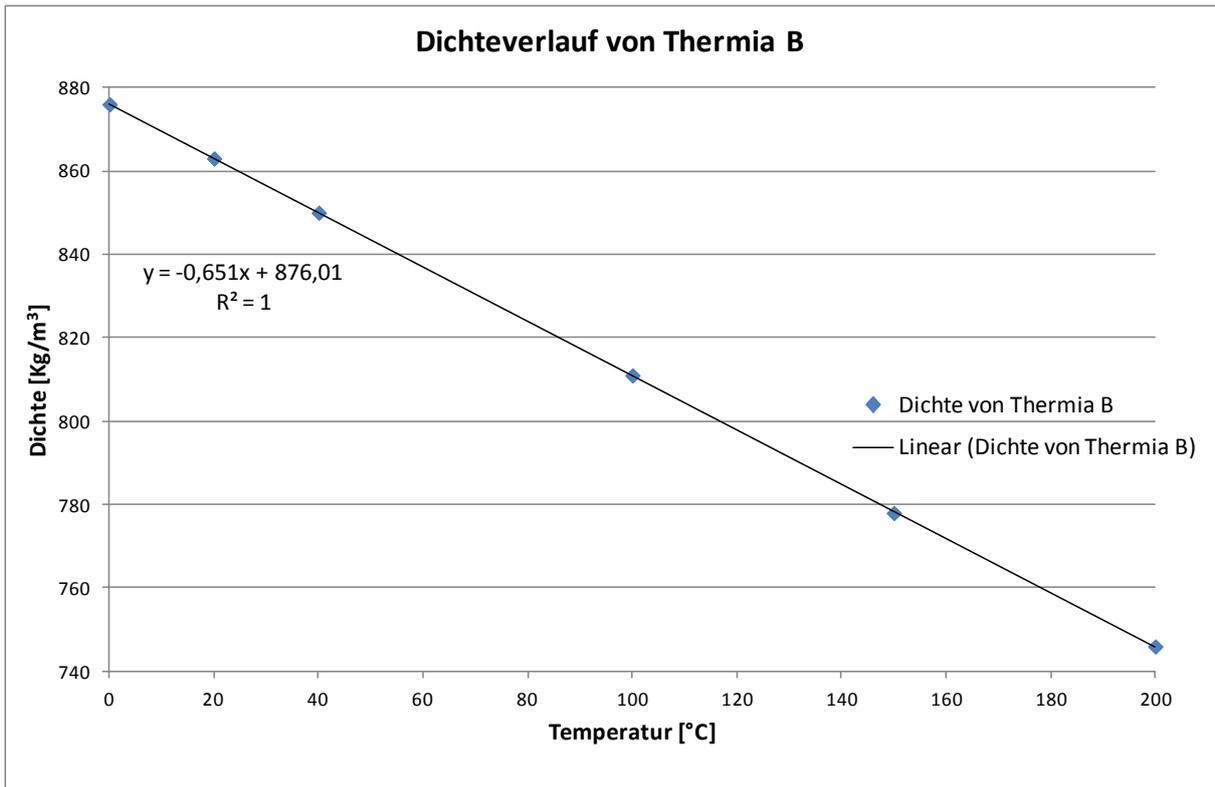


Abbildung 11 Dichteverlauf von Thermia B

Das Kühlwasser besteht zu 30 [Vol%] aus DOWCAL 20 und zu 70 [Vol%] aus VE-Wasser. Die Tabelle 6 beinhaltet die temperaturabhängigen Dichte- und Cp-Werte der eingesetzten Kältemittelmischung.

Temperatur	Dichte	Cp-Wert
[°C]	[kg/m³]	[kJ/kgK]
0	1036,1	3,818
10	1032,5	3,84
20	1028,3	3,872
30	1023,7	3,9
40	1018,5	3,93
50	1012,9	-
60	1006,7	-
70	1000	-
80	992,8	-
90	985,1	-
100	976,9	-

Tabelle 6 Dichte und Spez. Wärmekapazität von DOWCAL 20 [10]

Die beiden Verläufe wurden über die Polynome des zweiten bzw. des vierten Grades angenähert und der Berechnung zugänglich gemacht. Die Gleichungen der Polynome sind wiederum in den jeweiligen Abbildungen enthalten. Es sei nochmals darauf hingewiesen, dass mit den Gleichungen nur Werte interpoliert werden dürfen, die im Bereich des Messdatensatzes liegen. Für Temperaturen, die außerhalb des Bereiches liegen, verlieren die verwendeten Gleichungen ihre Gültigkeit.

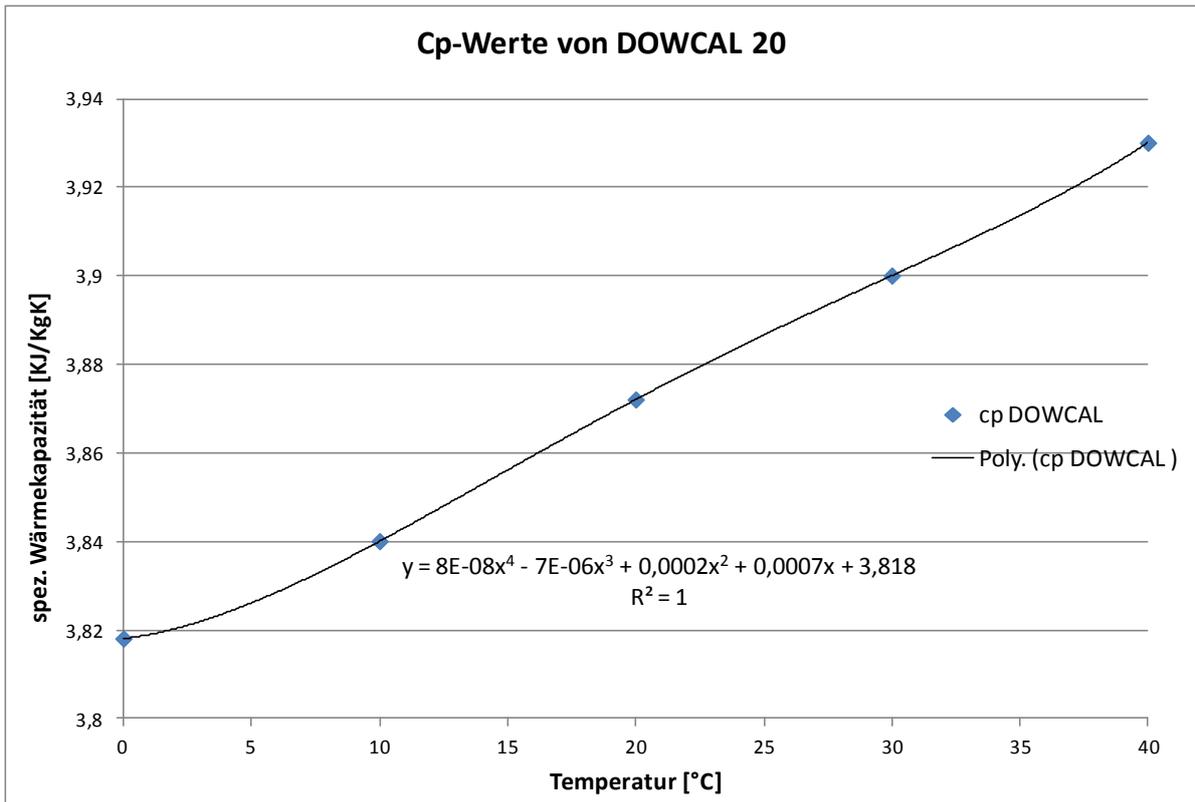


Abbildung 12 Verlauf der spez. Wärmekapazität von DOWCAL 20

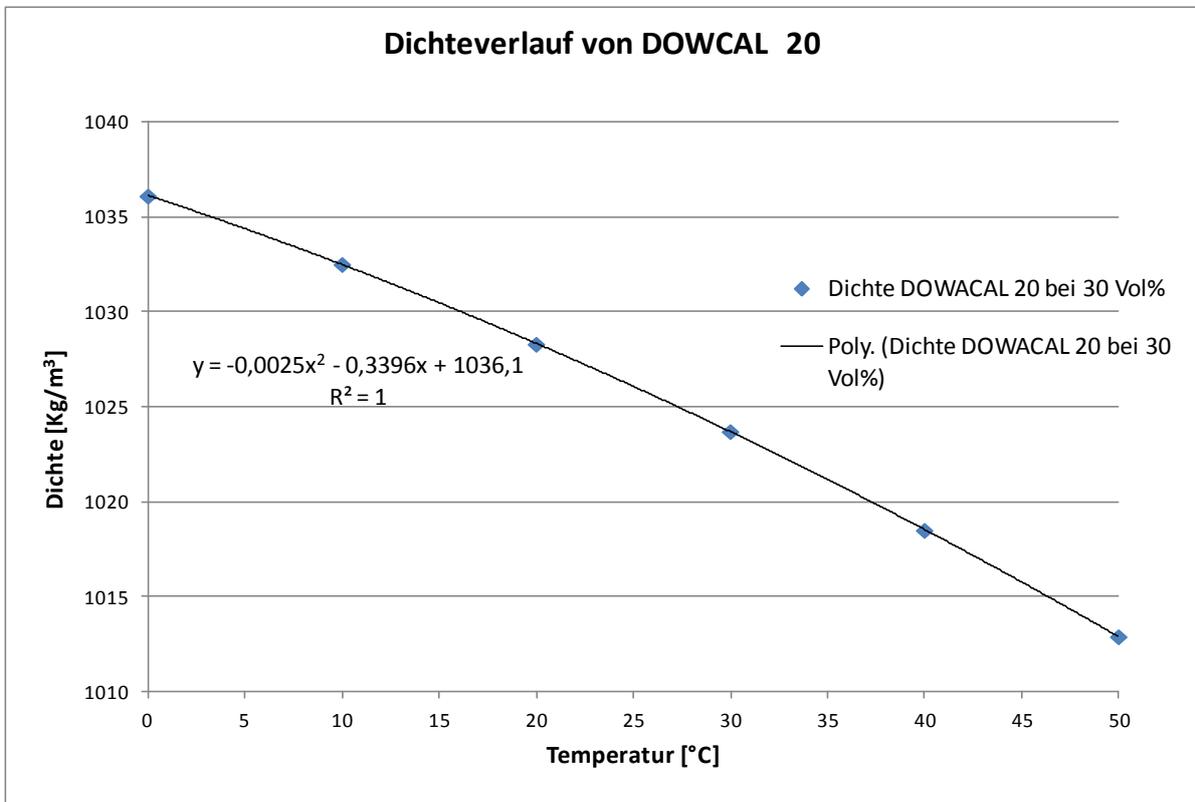


Abbildung 13 Dichteverlauf von DOWCAL 20

6.2 Bilanzen und hydraulische Kennzahlen

Wird die Massenbilanz nur mit Hilfe der Durchflussmesser bestimmt, dann muss die Rückstandsmenge aus der Gesamtbilanz berechnet werden. Um das Messergebnis zu untermauern erfolgt eine weitere Bilanzierung, indem die Destillat- und die Rückstandsmenge sowie die entnommenen Proben gewogen werden.

Bei jedem der durchgeführten Versuche wurden die Massen und Energiebilanz überprüft sowie die hydraulischen Kennzahlen der Dampf- und Flüssigkeitsbelastung berechnet. Für eine beispielhafte Berechnung werden die Versuchsdaten des elften Versuchs herangezogen. Die für die Berechnung erforderlichen Daten sind in der Tabelle 7 abgebildet. Die Tabelle beinhaltet größtenteils Messwerte, die aus dem Versuchsprotokoll stammen. Für die Berechnung der Massen- und Energiebilanz werden die Gleichungen 8 und 10 verwendet.

Um die Dampf- und Flüssigkeitsbelastung berechnen zu können erfolgt zuvor die Berechnung der Gasdichte, der Kolonnenquerschnittfläche sowie der Gasgeschwindigkeit.

Daten für die Berechnungen				
Massenstrom Feed	30,4	[Kg/h]	15,20	[Kg]
Massenstrom Destillat	8,6	[Kg/h]	4,30	[Kg]
Massenstrom Rückstand	21,8	[Kg/h]	10,90	[Kg]
Massestrom KKD	0,08	[Kg/h]	0,04	[Kg]
Massenstrom KE	0,51	[Kg/h]	0,26	[Kg]
Massenstrom Kühlwasser	0,95	[Kg/h]	0,47	[Kg]
Massenstrom Thermalöl	2,54	[Kg/h]	1,27	[Kg]
Probe Destillat	0,15	[Kg/h]	0,08	[Kg]
Probe Rückstand	0,2	[Kg/h]	0,10	[Kg]
Spez. Wärmekapazität Feed	3,85	[KJ/KgK]	-	-
Spez. Wärmekapazität Destillat	3,32	[KJ/KgK]	-	-
Spez. Wärmekapazität Rückstand	4,07	[KJ/KgK]	-	-
Spez. Wärmekapazität Kühlwasser	3,87	[KJ/KgK]	-	-
Temperatur Feed	60,8	[°C]	-	-
Temperatur Destillat	19,0	[°C]	-	-
Temperatur Rückstand	89,35	[°C]	-	-
Eintrittstemperatur Kühlwasser	18,5	[°C]	-	-
Austrittstemperatur Kühlwasser	20,0	[°C]	-	-
Massenanteil Ethanol im Feed	24,14	[Gew%]	-	-
Massenanteil Ethanol im Destillat	48,28	[Gew%]	-	-
Massenanteil Ethanol im Rückstand	13,65	[Gew%]	-	-
Massenanteil Ethanol KKD	67,71	[Gew%]	-	-
Massenanteil Ehanol KE	71,42	[Gew%]	-	-
Dichte Dampf	0,86	[Kg/m ³]	-	-
Bilanzzeitraum	30	[Min]	-	-



Rechenwert



Messwert

Tabelle 7 Systemparameter für die Berechnungen

6.2.1 Berechnung der hydraulischen Kennzahlen

Freier Kolonnenquerschnitt

$$A = d * \pi * L \quad (19)$$

Normdichte einer Gasmischung ^[5]

Für die Berechnung des F-Faktors ist die Dichte des Gases unter den aktuellen Prozessbedingungen erforderlich. Zuerst wird die Gasdichte unter Normbedingungen berechnet. Mit Hilfe des idealen Gasgesetzes kann die Gasdichte näherungsweise mit den vorherrschenden Prozessbedingungen umgerechnet werden.

$$\rho_{N,i} = \frac{M_i}{V_N} \quad (20)$$

$$\rho_N = \sum r_i * \rho_{N,i} \quad (21)$$

$\rho_{N,i}$	Normdichte der Komponente i
r_i	Volumenanteil der Komponente i
M_i	Molekulargewicht der Komponente i
V_N	Molvolumen 22,4 [l/mol]
ρ_N	Normdichte der Gasmischung

Es sei darauf hingewiesen, dass die Berechnungsgenauigkeit der hydraulischen Kennzahlen von untergeordneter Bedeutung ist. Es soll gezeigt werden, in welcher Größenordnung die Kennzahlen liegen. Für die Berechnung einer mittleren

Gasdichte des Ethanol/Wassergemisches wird die Feedzusammensetzung herangezogen.

Gasdichte unter Prozessbedingungen ^[11]

$$\rho = \rho_N * \frac{p}{p_N} * \frac{T_N}{T} \quad (22)$$

p, T Prozessdruck und Prozesstemperatur

p_N, T_N Normaldruck und Normaltemperatur

Gasgeschwindigkeit ^[11]

$$w_g = \frac{\dot{V}}{A} \quad (23)$$

F-Faktor (Dampfbelastung) ^[11]

$$F = w_g * \sqrt{\rho_g} \quad (24)$$

w_g Gasgeschwindigkeit

ρ_g Gasdichte

Flüssigkeitsbelastung ^[11]

$$w_l = \frac{\dot{V}_l}{A} \quad (25)$$

Die Ergebnisse der Bilanzen und der hydraulischen Berechnungen sind in Tabelle 8 zusammengefasst.

Berechnungsergebnisse		
Abweichung der Massenbilanz	0,027	[kg]
Zugeführte Wärmemenge Methode 1	5,8	[kW]
Zugeführte Wärmemenge Methode 2	5,3	[kW]
Dampfgeschwindigkeit	0,01	[m/s]
F-Faktor	0,01	[Pa] ^{0,5}
Flüssigkeitsbelastung	0,0125	[m ² /m ³ h]

Tabelle 8 Ergebnisse der Berechnungen

Die Differenz der Massenbilanz, die sich aufgrund der beiden Bilanzierungsmethoden einstellt, liegt im Bereich von 0,03 Kg. Dieser Wert ist vertretbar, weil die maximal zulässige Abweichung aufgrund der Messungenauigkeit 0,4 [kg] beträgt.

Die Energiebilanz wurde auf zwei unterschiedliche Arten berechnet. Zum einen mit der Gleichung 11 und zum anderen über die Wärmeträgeröltemperaturdifferenz und der Wärmeträgerölmenge. Die Rechenergebnisse des elften Versuchs zeigen eine Abweichung von 8%. Die Abweichung liegt im Bereich der abgeschätzten Wärmeverluste. Die Wärmeverluste liegen abhängig von der zugeführten Wärmemenge in der Größenordnung von 5%.

Der F-Faktor, der die Gasbelastung des Gestricks beschreibt, liegt in der Größenordnung von 0,01 [Pa]^{0,5}. Die Flüssigkeitsbelastung weist einen Wert von 0,0125 [m²/m³/h] auf.

7 Ergebnisse

7.1 Stoffgemisch Ethanol/Wasser

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der Destillationsversuche grafisch und tabellarisch dargestellt. Für die grafische Darstellung wird das Gleichgewichtsdiagramm herangezogen. Die Berechnungsgrundlage der Gleichgewichtsdaten ist das NRTL-Modell. Die Grafiken enthalten die Ergebnisse aus der einstufigen Destillation ohne Einbauten sowie die Rektifikationsergebnisse mit und ohne Einbauten.

7.1.1 Ergebnisse der einstufigen Destillation

Die wichtigsten Versuchsparameter dieser Versuchsserie, sind in der Tabelle 9 zusammengefasst. Es ist ersichtlich, dass die Feedmenge zwischen den Versuchen variiert, weil mit der Zeit die Gemischtemperatur im Vorlagebehälter steigt und sich auch die Zusammensetzung leicht ändert. Diese Erscheinung gilt auch für alle weiteren Versuchsserien.

Nr.	Feed	Destillat	Rückstand	Rücklauf	w_F	w_D	w_R	L/V	r
-	[kg/h]	[kg/h]	[kg/h]	[kg/h]	[Gew%]	[Gew%]	[Gew%]	-	-
42	70,35	21,84	48,51	0	53,09	74,49	40,93	2,22	0
43	71,01	7,26	63,75	0	52,19	74,57	48,70	8,78	0
44	70,05	39,09	30,96	0	53,65	72,51	31,60	0,79	0
45	69,9	48,45	21,45	0	54,69	67,16	24,52	0,44	0

Tabelle 9 Versuchsparameter der einstufigen Destillation

Aus der Abbildung 14 ist ersichtlich, dass sich die Zusammensetzung des Rückstands und des Destillats bei einem Schnittverhältnis von 30/70 mit der Gleichgewichtszusammensetzung deckt. Das entspricht dem theoretischen

Maximalwert einer einstufigen Destillation. Tendenziell kann aber davon ausgegangen werden, dass beim einstufigen Prozess die Gleichgewichtszusammensetzung knapp nicht erreicht wird. Eine gewisse Messfehlertoleranz muss berücksichtigt werden, da die Darstellung im Gleichgewichtsdiagramm auf Messwerten basiert. Zum einen auf dem Massenverhältnis zwischen Flüssigkeits- und Dampfmenge und zum anderen auf der Dichtemessung, die zur Ethanolgehaltbestimmung dient.

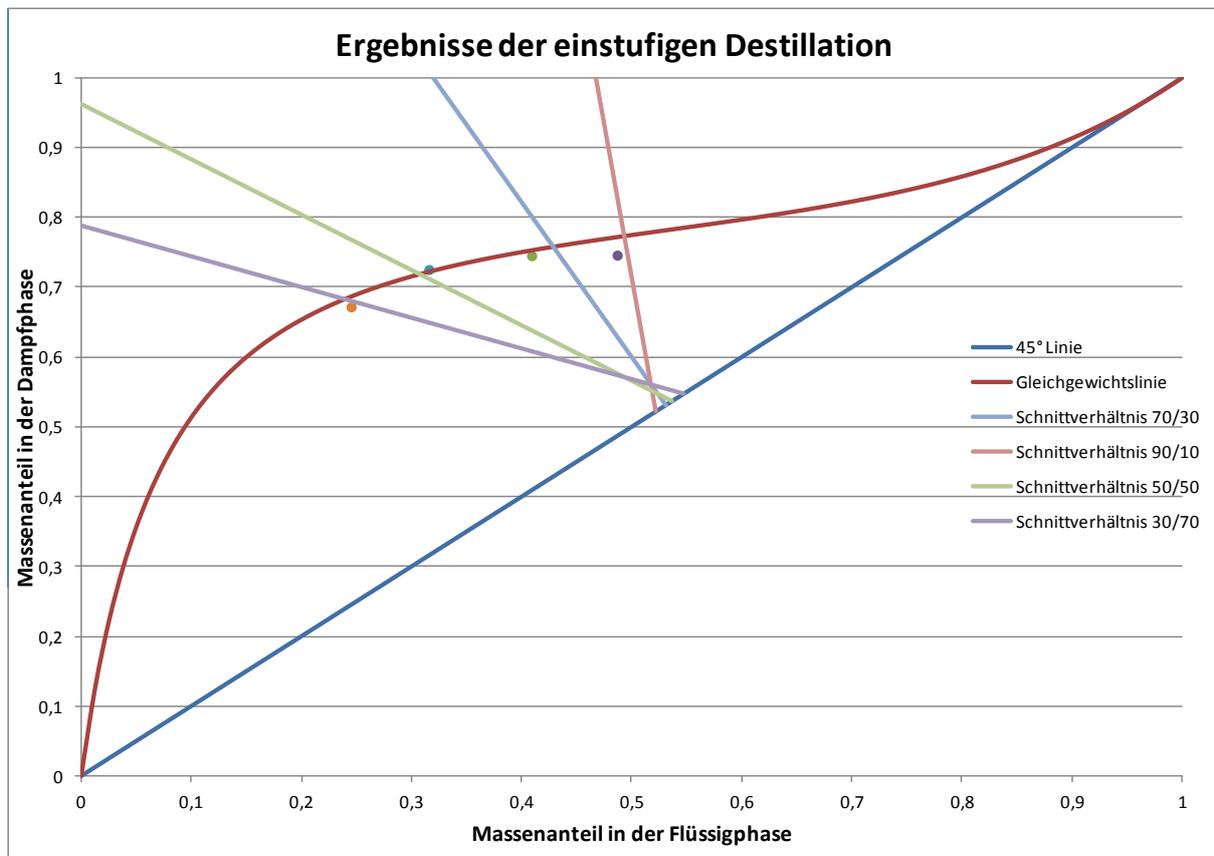


Abbildung 14 Versuchsergebnisse Ethanol/Wasser bei 975 [mbar]

Um die Versuchsergebnisse nicht nur graphisch, sondern auch mit einer Rechengröße miteinander vergleichen zu können wird die erreichte Stufenanzahl für alle durchgeführten Versuche berechnet. Die Stufenanzahl charakterisiert den Abstand von der Gleichgewichtslinie zum Messwert.

Als Referenz dient die relative Flüchtigkeit, die mit den Gleichgewichtsdaten jedes einzelnen Versuchs berechnet wird. Mit der Zusammensetzung der Rückstands- und

Destillatprobe wird ebenfalls der Trennfaktor berechnet und auf die Referenzgröße normiert. Ist die Probenzusammensetzung mit der Gleichgewichtszusammensetzung ident, dann sind die beiden Rechengrößen gleich groß und es wird exakt eine Stufe realisiert. Der Tabelle 10 sind die Ergebnisse der Stufenberechnung dargestellt. Bei den Schnittverhältnissen 70/30 und 50/50 wird praktisch eine theoretische Stufe erreicht.

Schnittverhältnis L/V			
90/10	70/30	50/50	30/70
Stufenanzahl			
0,89	0,99	0,99	0,94

Tabelle 10 Stufenanzahl der einstufigen Destillation

7.1.2 Ergebnisse der mehrstufigen Destillation mit Einbauten

Die wichtigsten Versuchsparameter dieser Versuchsserie sind der Tabelle 11 zusammengefasst.

Nr.	Feed	Destillat	Rückstand	Rücklauf	w_F	w_D	w_R	L/V	r
-	[kg/h]	[kg/h]	[kg/h]	[kg/h]	[Gew%]	[Gew%]	[Gew%]	-	-
34	69,00	7,44	61,56	34,50	51,65	80,41	47,27	8,27	4,64
35	69,87	24,00	45,87	34,30	52,71	78,56	38,66	1,91	1,43
36	69,75	35,97	33,78	34,30	54,32	74,80	30,08	0,94	0,95
37	69,30	46,20	23,10	34,50	55,79	69,94	25,87	0,50	0,75

Tabelle 11 Versuchsparameter der mehrstufigen Destillation mit Einbauten

Durch den Einbau des Rektifiziereinsatzes und durch den Kolonnenrücklauf wurde der Trenneffekt deutlich verbessert. Die Abbildung 15 zeigt, dass die Messergebnisse jenseits der Gleichgewichtslinie zu finden sind. Beim Schnittverhältnis 30/70 liegen die Messergebnisse jedoch nur ganz knapp über der

Gleichgewichtslinie. Es ist zu bedenken, dass das Rücklaufverhältnis kleiner wird, wenn die produzierte Dampfmenge steigt, da die Rücklaufmenge konstant gehalten wird. Dieses Prinzip gilt für alle Versuche, die mit Rücklauf durchgeführt werden.

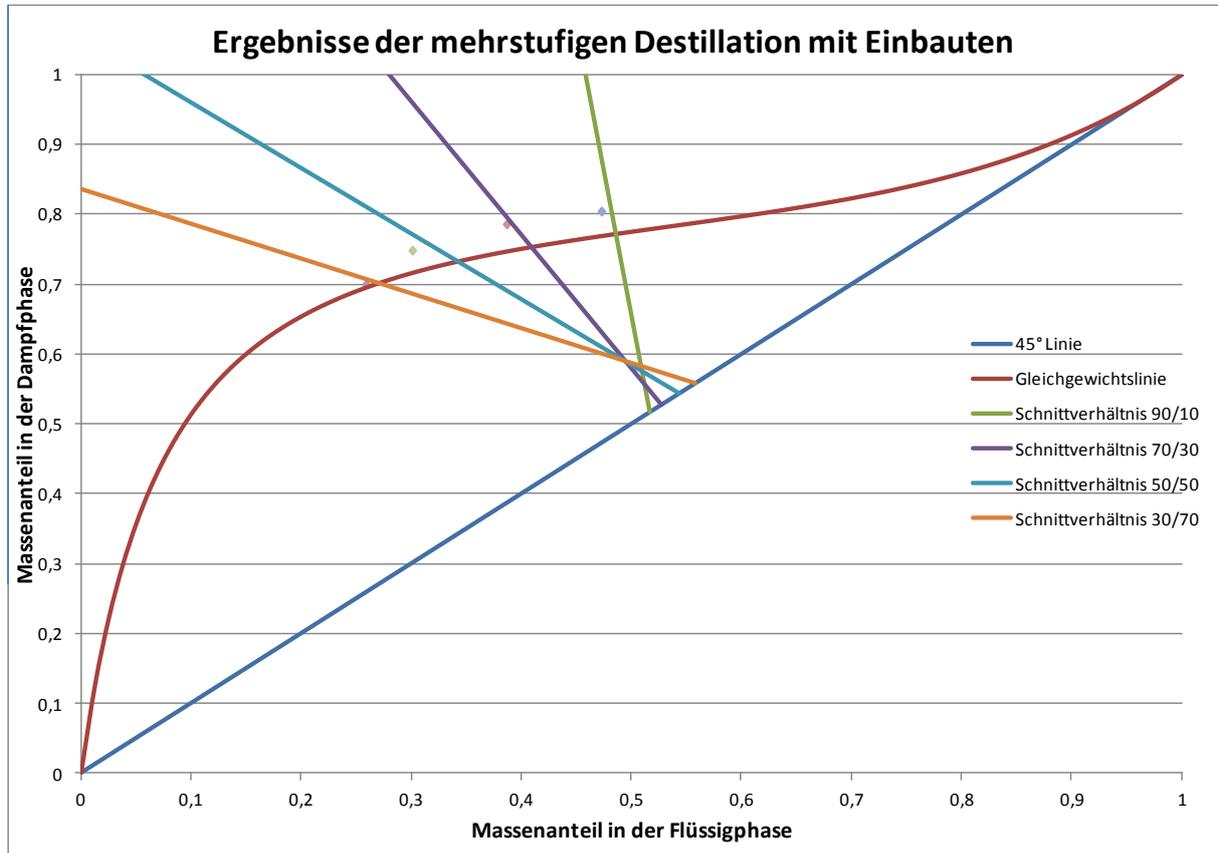


Abbildung 15 Versuchsergebnisse Ethanol/Wasser bei 975 [mbar]

Aus den Abbildungen 14, 15 und 16 ist auch erkennbar, dass die Messpunkte nicht exakt auf den Bilanzgeraden liegen.

In Zahlen ausgedrückt steigt die Stufenanzahl aufgrund des Rücklaufs und wegen der Einbauten bei einem Schnittverhältnis 70/30 von knapp einer Stufe auf 1,35 Stufen. In Tabelle 12 sind die Ergebnisse dieser Versuchsserie zusammengefasst.

Schnittverhältnis L/V			
90/10	70/30	50/50	30/70
Stufenanzahl			
1,30	1,35	1,31	1,06

Tabelle 12 Stufenanzahl der Serie mit Rücklauf und Einbauten

7.1.3 Ergebnisse der mehrstufigen Destillation ohne Einbauten

Bei dieser Versuchsreihe wird untersucht, welchen Einfluss die rückgeführte Destillatmenge ausübt. Der Rektifiziereinsatz wurde bei dieser Versuchsserie nicht eingebaut. In der Tabelle 13 sind die wichtigsten Versuchsparameter dargestellt.

Nr.	Feed	Destillat	Rückstand	Rücklauf	w _F	w _D	w _R	L/V	r
-	[kg/h]	[kg/h]	[kg/h]	[kg/h]	[Gew%]	[Gew%]	[Gew%]	-	-
38	69,87	7,35	62,52	34,5	51,55	79,26	47,49	8,51	4,69
39	70,17	22,2	47,97	34,5	52,41	77,95	38,74	2,16	1,55
40	67,68	34,95	32,73	34,5	53,60	75,04	29,52	0,94	0,99
41	71,13	49,65	21,48	34,5	55,17	68,32	21,24	0,43	0,69

Tabelle 13 Versuchsparameter der mehrstufigen Destillation ohne Einbauten

Die Versuchsergebnisse ohne Einbauten sind den Ergebnissen aus der Versuchsserie mit Einbauten sehr ähnlich. Bei den Schnittverhältnissen 90/10 und 70/30 weist die Destillatzusammensetzung ohne Einbauten einen etwas geringeren Ethanolgehalt auf, als bei der Versuchsserie mit Einbauten. Ein gespiegeltes Bild zeigt sich bei den Schnittverhältnissen 50/50 und 30/70. Die Abbildung 16 zeigt die Versuchsergebnisse der mehrstufigen Destillation ohne Einbauten.

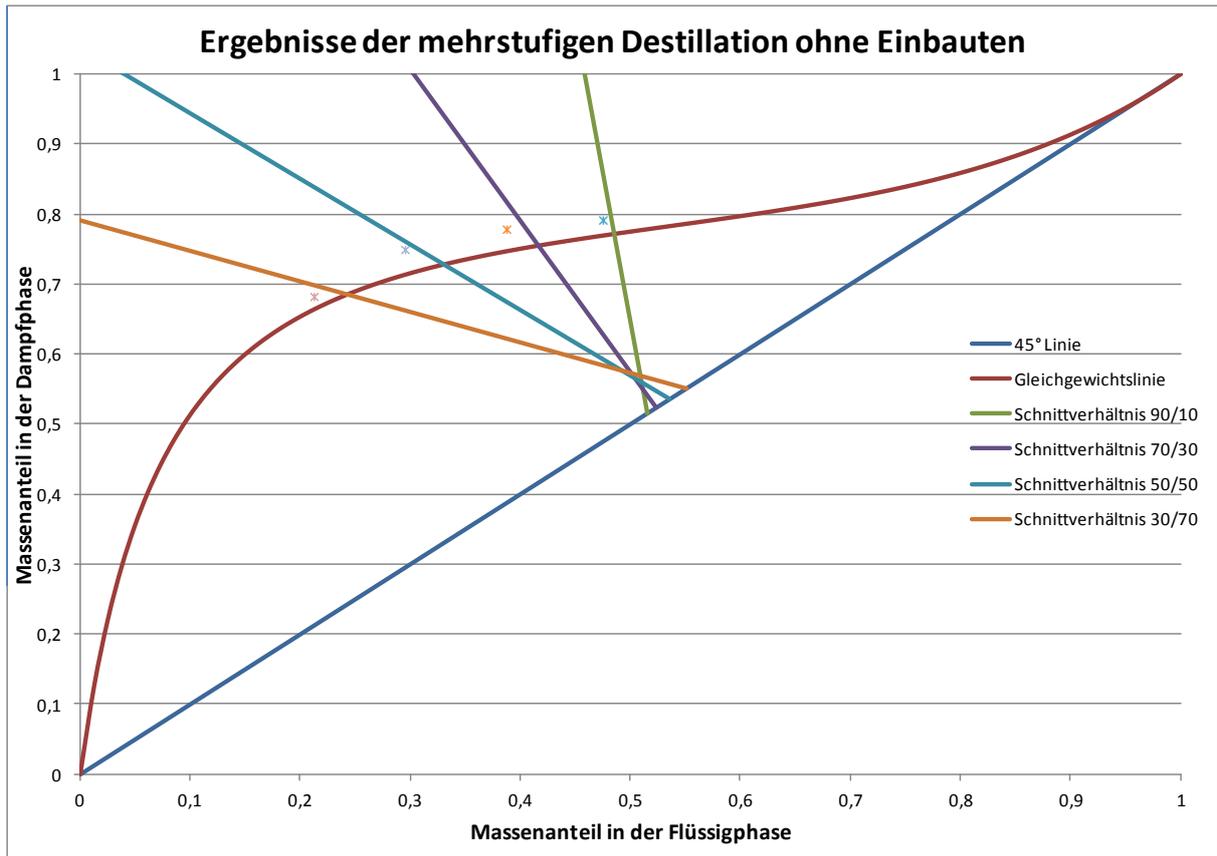


Abbildung 16 Versuchsergebnisse Ethanol/Wasser bei 975 [mbar]

In der Tabelle 14 sind die Ergebnisse der Versuche tabellarisch zusammengefasst. Die Tabelle zeigt, dass die höchste Stufenanzahl bei der Destillation mit Rücklauf und mit den Einbauten bei einem Schnittverhältnis von 70/30 erreicht wird. Wird die Destillation ohne Einbauten aber mit Rücklauf durchgeführt, sinkt die Stufenanzahl von 1,35 auf einen Wert von 1,27.

Serie	L/V	Stufenanzahl	Serie	L/V	Stufenanzahl	Serie	L/V	Stufenanzahl
Einstufige Destillation ohne Rücklauf	90/10	0,89	Destillation mit Rücklauf ohne Einbauten	90/10	1,20	Destillation mit Rücklauf mit Einbauten	90/10	1,30
	70/30	0,99		70/30	1,27		70/30	1,35
	50/50	0,99		50/50	1,33		50/50	1,31
	30/70	0,94		30/70	1,19		30/70	1,06

Tabelle 14 Zusammenfassung der Stufenberechnung

Um diese Aussagen grafisch zu veranschaulichen dient die Abbildung 17, die alle bisherigen Versuchsergebnisse beinhaltet. Um diese Abbildung nicht zu überladen, erfolgt die Darstellung der Bilanzgeraden für die drei bisherigen Versuchsserien nur schematisch.

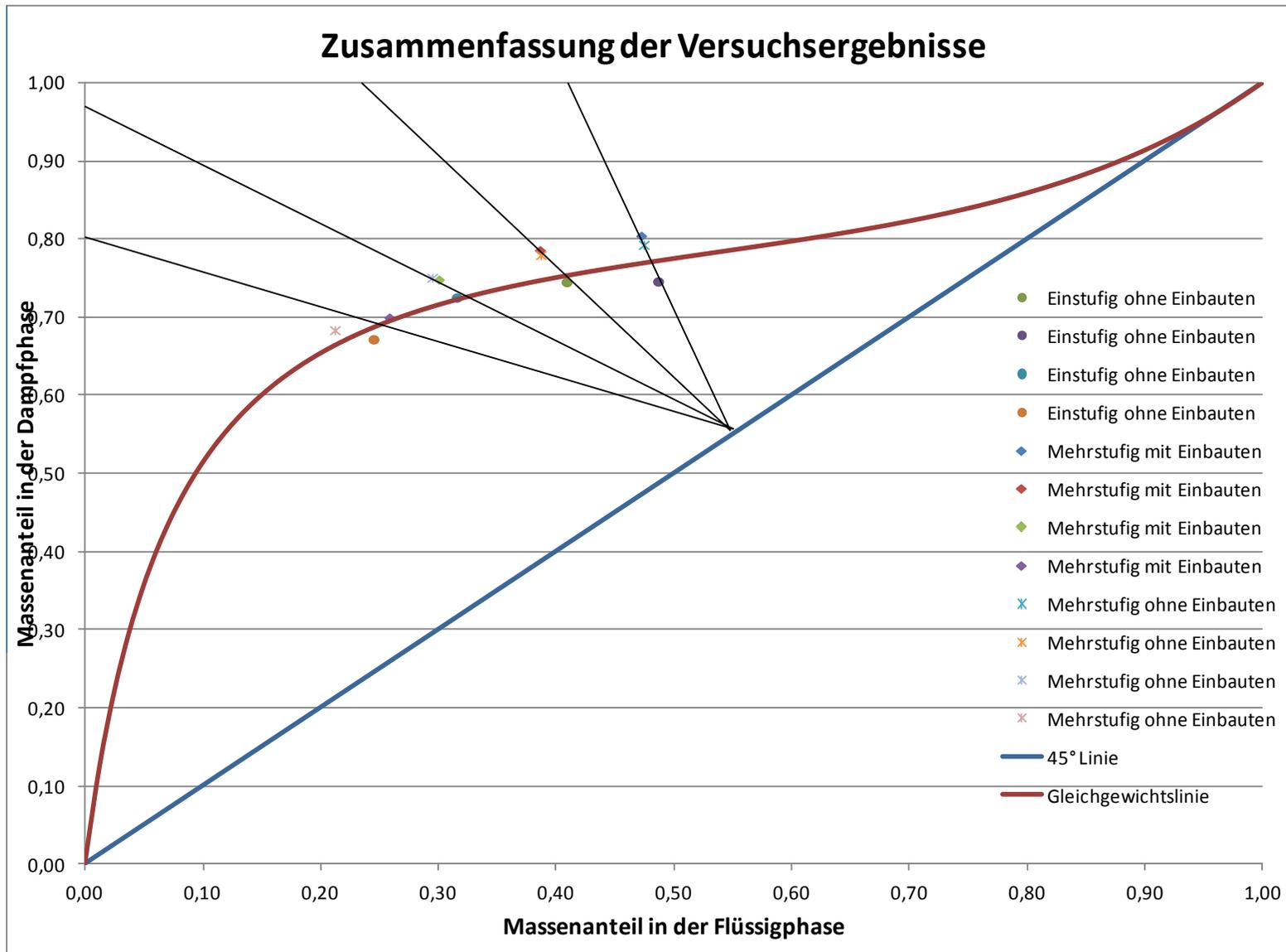


Abbildung 17 Zusammenfassende Darstellung der Versuchsergebnisse

7.1.4 Variation der Wischerkorbdrehzahl

Bei diesen Versuchsserien wurde untersucht, ob die Wischerkorbdrehzahl einen Einfluss auf die Trennleistung der Anlage hat. Es wurden zwei Versuchsserien durchgeführt, die einstufige Destillation ohne Einbauten sowie die mit Rücklauf ausgeführte Destillation mit Einbauten. Die Rahmenbedingungen der Versuchsdurchführung sind in der Tabelle 15 anhand des Versuchsprotokolls dargestellt. Aus der Tabelle ist ersichtlich, dass die Feedmenge bei gleichbleibender Pumpendrehzahl nicht konstant bleibt. Mit voranschreitender Versuchsdauer steigt die Gemischtemperatur im Vorlagebehälter, was zur Folge hat, dass die Fördermenge steigt.

Vers.Nr.	L/V	Drehzahl	Feed	T _{Feed}	Destillat	WTÖ-Taus	WTÖ-Tein	Rücklauf	r
-	-	[%]	[Kg/h]	[°C]	[Kg/h]	[°C]	[°C]	[Kg/h]	-
16	50/50	40	30,1	61,2	15,1	106	104	0	0
13	50/50	60	30,2	61,5	14,5	106	104	0	0
17	50/50	80	30,5	61,6	15,2	106	104	0	0
18	50/50	100	31,9	61,9	16,9	106	104	0	0
24	90/10	60	68,5	62,5	6,7	118	115	21	3,1
25	90/10	100	70,2	67,6	7	118	115	21	3

Tabelle 15 Versuchsparameter Wischerkorbdrehzahlvariation

Aus der Tabelle ist ersichtlich, dass bei den Versuchen ohne Rücklauf ein Betriebspunkt mit vier unterschiedlichen Wischerkorbdrehzahlen getestet wurde. Bei der zweiten Versuchsserie wurden nur zwei unterschiedliche Drehzahlen untersucht. Die Ergebnisse dieser Untersuchung werden in der Tabelle 16 zusammengefasst.

Aus den Versuchsergebnissen geht hervor, dass mit steigender Wischerkorbdrehzahl der Ethanolgehalt im Destillat sinkt, da sich gleichzeitig die Destillatmenge erhöht. Dadurch verändert sich auch das Schnittverhältnis (L/V). Bei der einstufigen Destillation bedeutet dies, dass Aufgrund der höheren Drehzahl die Verdampfung an der Heizfläche verbessert wird. Der Wärmeübergang von der Heizfläche auf das

Einsatzgemisch wird verbessert. Die Versuchsergebnisse des Versuchs Nr. 13 unterstützen die gerade getroffene Annahme nicht. Es kann nicht mit absoluter Sicherheit ausgeschlossen werden, dass die Probenahme bei nicht stationären Verhältnissen durchgeführt wurde.

Vers.Nr.	Drehzahl	L/V	w _D	w _R	Ethanolmenge Destillat	Destillatmenge
-	[%]	-	[Gew%]	[Gew%]	[kg/h]	[kg/h]
16	40	50/50	42,4	11,3	6,54	15,44
13	60	50/50	42,8	9,8	6,47	15,12
17	80	50/50	41,2	9,9	6,58	20,80
18	100	50/50	40,0	8,5	6,87	22,90
24	60	90/10	68,6	19,0	5,09	21,80
25	100	90/10	68,1	18,8	6,43	22,00

Tabelle 16 Versuchsergebnisse

Bei der mehrstufigen Destillation ist die Interpretation der Versuchsergebnisse wesentlich schwieriger, da auch nur zwei Datensätze vorhanden sind. Die Steigerung der Dampfmenge könnte auch bedeuten, dass zusätzlich zur verbesserten Wärmeübertragung auch noch die Flüssigkeitsmenge reduziert wird, die möglicherweise durch das Gestrick in Richtung Kolonnenrückstand tropft. Diesbezüglich werden noch weitere Untersuchungen mit dem zweiten Einsatzgemisch angestellt.

Durch die Bildung der Komponentenbilanz kann die Ethanolmenge im Destillat berechnet werden. Aus der Tabelle 16 ist zu sehen, dass sich bei der einstufigen Destillation die Ethanolmenge kaum ändert. Bei der Destillation mit Rücklauf beträgt der Unterschied mehr als 1,3 [kg/h], was zum größten Teil auf eine höhere Feedmenge rückzuführen ist.

7.2 Stoffsystem Fischölethylester

In Tabelle 17 sind alle relevanten Prozessparameter der durchgeführten Versuche abgebildet. Vier unterschiedliche Schnittverhältnisse wurden sowohl einstufig ohne Einbauten als auch mehrstufig mit Einbauten getestet.

Vers.Nr.	Feed	T _{Feed}	Dest. Flow	Rücklauf	WTÖ- Ein	WTÖ-Aus	WTÖ-Flow	T _{KW,aus}	T _{KW,ein}	KW-Flow	Druck	Prob.Nr.
-	[kg/h]	[°C]	[kg/h]	[kg/h]	[°C]	[°C]	[l/min]	[°C]	[°C]	[l/h]	[mbara]	-
1	111,2	105	45,5	0	125	123	188	24	21,9	2980	< 0,01	5, 6
2	112	105,2	50,5	0	129	127	188	25,9	23,4	2990	< 0,01	7, 8
3	112,7	105	56	0	133	131	188	26	23,4	2995	< 0,01	9, 10
4	113	104,9	63	0	138	135	188	26	24	2993	< 0,01	11, 12
5	150	104,8	72,5	0	141	138	188	27,3	24	2985	< 0,01	13, 14
6	112	105,7	62,5	34,8	175	172	186	31	27,1	2999	0,01	15, 16
7	112	105,1	56,7	34,8	173	170	185	29,2	24,3	2950	< 0,01	17, 18
8	112	105,3	50,7	35,8	170	167	185	28,9	24,2	2975	< 0,01	19, 20
9	112	104,9	44,8	36,4	165	162	185	29	25	2974	< 0,01	21, 22
10	112	106,9	47	50	175	171	185	29,1	24,8	2990	0,01	24, 25

Tabelle 17 Versuchsparameter der Fischöldestillation

Die grau gekennzeichneten Versuche wurden bei einem Schnittverhältnis von 50/50 und bei einem Systemdruck weniger als 0,01 mbar durchgeführt. Die mehrstufige Destillation wurde mit einem Rücklaufverhältnis von 0,6 betrieben, wobei die Rücklaufmenge bei allen Schnittverhältnissen zwischen 34,8 und 36,4 [Kg/h] betrug.

Aus der Tabelle 18 geht hervor, dass die maximale Anreicherung (EPA, DHA) des Ausgangsproduktes bei einem Schnittverhältnis von etwa 50/50 mit Einbauten erreicht wird. Der Kolonnenfeed weist einen EPA Massenanteil von 14,97 [Gew%] auf. Durch den Rektifiziereinsatz erhöht sich die EPA Gehalt im Rückstand auf 23,81 [Gew%]. Bei der einstufigen Destillation steigt der EPA Anteil auf 20,9 [Gew%]. Entsprechendes gilt auch für die DHA Konzentration, jedoch aufgrund der geringeren Ausgangskonzentration in geringerem Maßstab. Gleichzeitig sinkt der EPA Gehalt im Destillat von 14,97 auf 9,11 bzw. 11,36 [Gew%].

Untersuchung der Trennleistung einer Kurzwegdestillationskolonne

Prob.Nr.	Bezeichnung	Datum	Feed	Anteil	Einbauten	Rücklauf	EPA A%	DHA A%	EPA wt%	DHA wt%
-	-	-	kg/h	-	-	kg/h	-	-	-	-
1	Produkt "2109"	09.06.	-	-	-	-	19,09%	7,97%	14,97%	7,14%
5	Rückstand	09.06.	112	60%	ohne	-	26,33%	13,14%	19,93%	11,20%
6	Destillat	09.06.	112	40%	ohne	-	9,72%	1,60%	8,36%	1,57%
7	Rückstand	09.06.	112	55%	ohne	-	27,72%	14,22%	21,26%	11,00%
8	Destillat	09.06.	112	45%	ohne	-	10,72%	1,80%	10,24%	1,82%
9	Rückstand	09.06.	112	50%	ohne	-	28,46%	15,40%	20,90%	11,46%
10	Destillat	09.06.	112	50%	ohne	-	11,85%	2,25%	11,36%	2,17%
11	Rückstand	09.06.	112	45%	ohne	-	28,92%	16,57%	20,58%	11,88%
12	Destillat	09.06.	112	55%	ohne	-	13,36%	2,79%	12,45%	2,62%
15	Rückstand	10.06.	112	45%	mit	34,8	31,71%	17,72%	23,50%	13,09%
16	Destillat	10.06.	112	55%	mit	34,8	10,15%	1,92%	9,98%	1,86%
17	Rückstand	10.06.	112	50%	mit	34,8	32,56%	17,12%	23,81%	12,51%
18	Destillat	10.06.	112	50%	mit	34,8	9,42%	1,61%	9,11%	1,54%
19	Rückstand	10.06.	112	55%	mit	35,8	30,95%	16,25%	21,87%	11,55%
20	Destillat	10.06.	112	45%	mit	35,8	8,45%	1,36%	7,99%	1,32%
21	Rückstand	10.06.	112	60%	mit	36,4	29,36%	13,92%	22,99%	10,96%
22	Destillat	10.06.	112	40%	mit	36,4	6,99%	1,03%	6,54%	0,98%

Tabelle 18 Versuchsergebnisse der Fischöldestillation

Eine Komponentenbilanz ist in Tabelle 19 dargestellt. Diese Tabelle gibt Anhaltspunkte welche Einstellungen zu minimalem EPA/DHA Verlust bzw. zu maximaler Ausbeute führen. Die Genauigkeit der Bilanz sinkt bei höheren Konzentrationen.

Einbauten	Rückstands- anteil	Feed [kg/h]		Destillat [kg/h]		Rückstand [kg/h]		Kontrolle	
		EPA	DHA	EPA	DHA	EPA	DHA	EPA	DHA
ohne	60%	16,99	8,16	3,75	0,70	13,39	7,53	-0,15	-0,06
ohne	55%	16,99	8,16	5,16	0,92	13,10	6,78	-1,27	0,47
ohne	50%	16,99	8,16	6,36	1,22	11,70	6,42	-1,08	0,53
ohne	45%	16,99	8,16	6,27	1,32	10,37	5,99	0,34	0,86
mit	60%	18,20	7,81	2,93	0,44	15,45	7,37	-0,18	0,00
mit	45%	18,20	7,81	4,03	0,67	13,47	7,11	0,70	0,03
mit	50%	18,20	7,81	5,10	0,86	13,33	7,01	-0,24	-0,06
mit	55%	18,20	7,81	6,15	1,15	11,84	6,60	0,21	0,06

Tabelle 19 Komponentenbilanz der Fischöldestillation

Die Berechnung der hydraulischen Kennzahlen zeigt, dass abhängig vom Systemdruck die Dampfbelastung im Bereich von $0,5 \text{ [Pa]}^{0,5}$ liegt. Für den örtlichen Systemdruck im Bereich der Heizfläche und dem Gestrück ist eine Druckmessung nicht möglich. Die Systemdruckmessstelle der Kolonne ist positioniert, dass der Systemdruck nach der Kältefalle der Kolonne gemessen wird. Aus diesem Grund werden für die Kältefalle, der Rohrkrümmung und für das Gestrück Druckverluste angenommen. Der Druck in dem besagten Bereich wird mit $0,05 \text{ [mbar]}$ abgeschätzt. Für die Berechnung der Dichte wurde die Gasdichte von Methyloleat herangezogen. Die Berechnung der druckabhängigen Gasdichte erfolgte mit CHEMCAD.

7.2.1 Gestrückuntersuchung mit Fischölethylester

In der Tabelle 20 sind die Ergebnisse der Gestrückuntersuchung dargestellt. Es ist ersichtlich, dass die Destillatmenge von der Vorlauftemperatur des Wärmeträgeröls als auch von der Drehzahl des Wischerkorbs abhängt. Die eingesetzte Rücklaufmenge betrug 40 [kg/h] .

WTÖ- Vorlauf	D ₉₀	D ₇₀	D ₅₀
[°C]	[kg/h]	[kg/h]	[kg/h]
170	28,8	23,28	10,5
180	29,22	23,28	10,68
190	33	29,2	17,2
200	37,3	33,3	19,6

Tabelle 20 Darstellung der Versuchsergebnisse

D₉₀ Destillatmenge bei 90% der maximalen Wischerkorbdrehzahl

D₇₀ Destillatmenge bei 70% der maximalen Wischerkorbdrehzahl

D₅₀ Destillatmenge bei 50% der maximalen Wischerkorbdrehzahl

Es zeigt sich, dass bei 90% der maximalen Drehzahl und bei einer Vorlauftemperatur von 200°C mehr als 37,3 [kg/h] an die Heizfläche gelangen und dort verdampft werden. Die restlichen 2,7 [kg/h] gelangen in den Rückstand der Destillationskolonne. Es ist ersichtlich, dass die Drehzahl eine signifikante Rolle spielt. Wird die Drehzahl auf 50% der Maximaldrehzahl reduziert, dann gelangen nur noch 19,6 anstatt der 37,3 [kg/h] an die Heizfläche. Dieser Effekt hängt mit der Fliehkraft zusammen. Die Reduktion der Wischerkorbdrehzahl hat auch eine Reduktion der Schleuderzahl zu Folge. Aus diesem Grund gelangt eine größere Flüssigkeitsmenge bei einer geringeren Wischerkorbdrehzahl in den Kolonnenrückstand.

Auf eine weitere Temperaturerhöhung wurde verzichtet, weil das Einsatzgemisch thermisch nicht unbegrenzt belastbar ist. Die Abbildung 18 spiegelt die Versuchsergebnisse grafisch wieder.

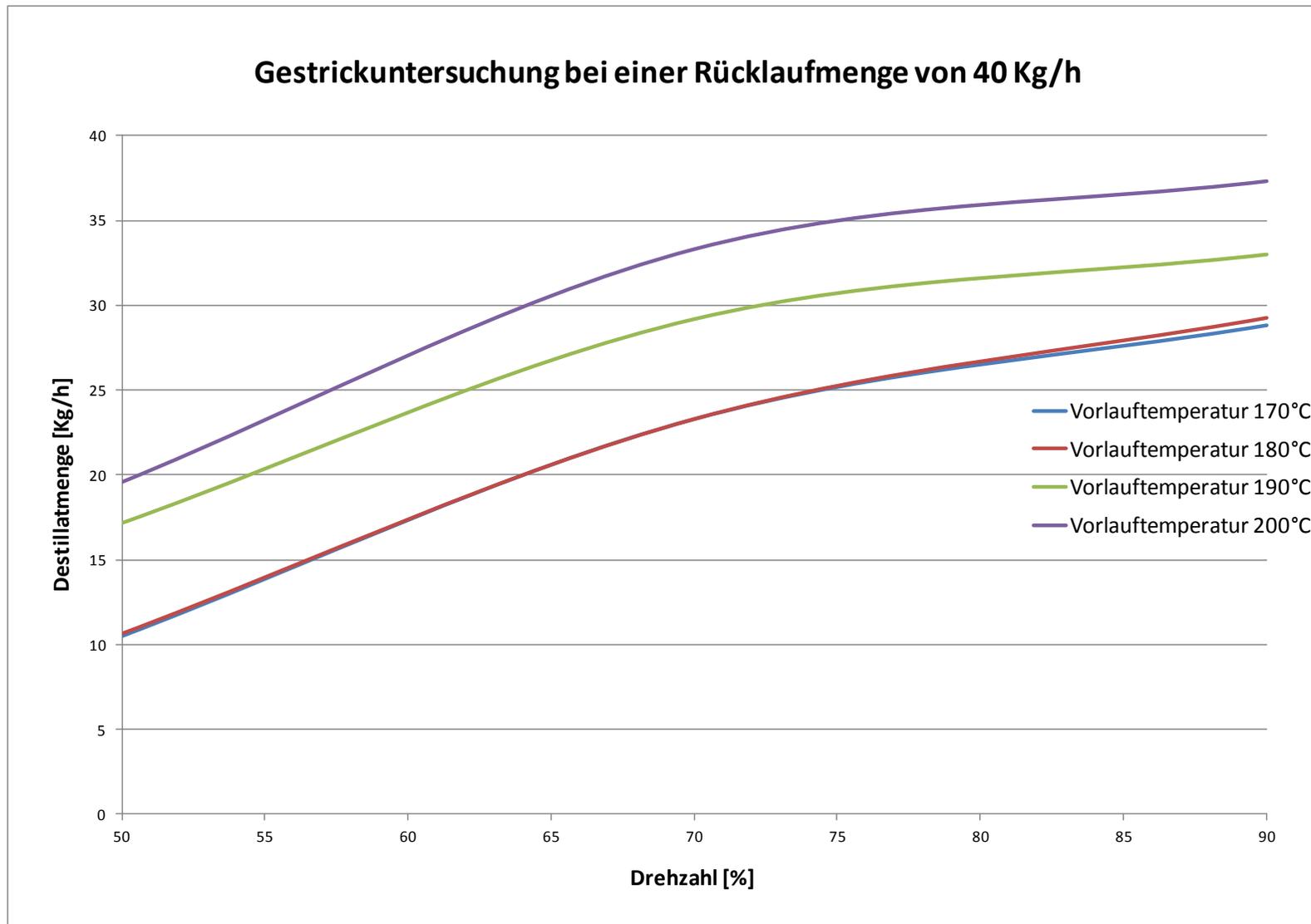


Abbildung 18 Graphische Darstellung der Gestrickuntersuchung

7.3 Interpretationen und Ausblick

Die maximale zu erwartende Trennleistungssteigerung des Rektifiziereinsatzes ist durch die Dicke von 10 cm limitiert. Vergleichbare Packungen des Packungsherstellers Montz, die ebenfalls eine spezifische Oberfläche von $500\text{m}^2/\text{m}^3$ aufweisen, erreichen fünf theoretische Trennstufen je Meter Packungsdicke. Mit einer 10 cm dicken Packung könnten in etwa 0,5 Stufen erreicht werden.

Aus den Versuchsergebnissen geht hervor, dass die Trennleistungssteigerung deutlich geringer ausfällt, als die maximale Steigerung von 0,5 theoretischen Stufen. Dies ist auch damit zu begründen, dass zum einen das Gestrück mit einer zu niedrigen Dampfbelastung betrieben wurde. Der F-Faktor lag bei den Versuchen in der Größenordnung $0,01 [\text{Pa}]^{0,5}$. Vergleichbare Packungen, die ebenfalls eine ähnliche spezifische Oberfläche aufweisen, werden mit einer deutlich höheren Dampfbelastung betrieben. Der F-Faktor liegt im Bereich 0,1 und 2 $[\text{Pa}]^{0,5}$.

Zum anderen konnte besonders bei der Destillation von Fischölethylester gezeigt werden, dass die Drehzahl des Wischerkorbes einen erheblichen Einfluss auf die Destillats- bzw. Rückstandsmenge hat. Gelangt ein Teil des Rücklaufs in den Rückstand der Kolonne, dann verschlechtert sich das Trennergebnis erheblich.

Bei der Destillation von Fischölethylester verbessert der Rektifiziereinsatz in Kombination mit der mehrstufigen Betriebsweise die Trennung deutlich. Jedoch wurden keine mehrstufigen Destillationsversuche ohne Einbauten durchgeführt. Im Vergleich zu den Versuchen mit Ethanol und Wasser lag die Dampfbelastung des Gestrücks in der Größenordnung $0,5 [\text{Pa}]^{0,5}$.

Auf Basis der Versuchsergebnisse wird die Untersuchung von Hochleistungspackungen, die im Bereich von 10-15 theoretischen Stufen je Meter Packungsdicke liegen sowie eine Modifizierung des Drahtgestrücks, für sinnvoll erachtet.

Eine mögliche Modifizierung des Drahtgeflechtes wäre der Einbau von Trennblechen. Die Bleche haben die Aufgabe die nach unten laufenden Flüssigkeitstropfen zu sammeln und dadurch die Tropfen zu vergrößern. Größere Tropfen würden bei gleicher Schleuderzahl leichter an die Heizfläche geschleudert als kleine Tropfen.

In weiterer Folge sollte ein anderes Einsatzgemisch untersucht werden, mit dem die vom Packungshersteller geforderte Dampf- bzw. Flüssigkeitsbelastung eingehalten werden kann.

8 Allgemeine Probleme

Bei der Erstinbetriebnahme zeigten sich einige Probleme. Eine Plastikfolie, die Rohrleitungselemente im nicht eingebauten Zustand gegen Verschmutzungen schützte, verhinderte den Durchfluss des Wärmeträgeröls durch den Subkreislauf der Anlage. Die Demontage einiger Rohrleitungselemente waren nötig, um die Folie entfernen zu können.

Nach der ersten Aktivierung des Vakuumsystems verhinderte eine gebrochene Schweißnaht an einer Flanschverbindung die Druckabsenkung. Durch die Erneuerung der Schweißnaht konnte die erwartungsgemäße Funktion des Vakuumsystems sichergestellt werden.

Wegen der beschränkten Verdampfungsleistung wurde die Feedmenge mit 70 [kg/h] festgelegt. Die eingebauten Düsen (äquivalenter Bohrungsdurchmesser 1 [mm]) zeigten erst bei einem Durchfluss von 60 [kg/h] ein zufriedenstellendes Sprühbild. Um das Sprühbild des Rücklaufs bei einer geringeren Durchflussmenge zu verbessern wurde die unterste der insgesamt sechs Düsen mit einem Stopfen verschlossen. Es gelangt aber nicht, die Durchflussmenge mit den eingebauten Düsen so stark zu reduzieren, dass auch ein kleines Rücklaufverhältnis eingestellt werden konnte. Die Rücklaufmenge sollte zwischen 30 und 35 Kg/h betragen, um auch ein Rücklaufverhältnis von etwa 0,5 realisieren zu können. Aus diesem Grund wurden wesentlich kleinere Düsen (äquivalenter Bohrungsdurchmesser 0,13 [mm]) bestellt und untersucht.

Die kleineren Düsen zeigten bereits bei einer Durchflussmenge von unter 20 [kg/h] zufriedenstellendes Sprühbild. Die Düsen hatten aber den entscheidenden Nachteil, dass sie leicht verstopften und somit einen dauerhaften Anlagenbetrieb nicht ermöglicht haben. Durch den Einbau von Düsen, die einen äquivalenten Bohrungsdurchmesser von 0,26 [mm] aufwiesen, konnte ein zufriedenstellendes Sprühbild bei einer Rücklaufmenge von 30 [kg/h] realisiert werden.

Bei den Fischöldestillationsversuchen traten weitere Probleme auf. Aufgrund von Oxidationsvorgängen bildeten sich mit der Zeit Polymere, die zu starken Verschmutzungen und zur Belagbildung beitrugen. Von der Belagbildung waren zwei Pumpen besonders stark betroffen. Die Rückstandaustrags- und eine

Wälzkolbenvakuumpumpe waren durch die Polymere blockiert. Durch die Reinigung und durch manuelles Andrehen der Pumpen konnten diese wieder gängig gemacht werden. Die Wälzkolbenvakuumpumpe wurde zerlegt und mit einem Lösungsmittel gereinigt. Der Ölstand der Wälzkolbenpumpe hatte sich aufgrund der Mischung mit dem Fischöl erhöht. Durch einen Ölwechsel konnte ein möglicher Getriebeschaden verhindert werden.

9 Zusammenfassung

Ziel der Diplomarbeit war, die Erstinbetriebnahme der Kurzwegdestillationskolonne KD 150 sowie die Untersuchung der Trennleistungssteigerung durch Einbauten.

Bei den Einbauten handelte es sich um ein Drahtgestrick mit einer spezifischen Oberfläche von $500 \text{ m}^2/\text{m}^3$. Das Gestrick wurde am rotierenden Wischerkorb der Kolonne befestigt und sollte aufgrund der hohen spezifischen Oberfläche den Phasenkontakt zwischen der Dampf- und der Flüssigphase intensivieren und den Stoffaustausch verbessern.

Bevor die Anlage in Betrieb genommen werden konnte, mussten noch einige Montagearbeiten durchgeführt werden. Es galt die Kühlmittel-, Kälte-, und Wärmeträgerölversorgung mithilfe von Schlauchverbindungen sicherzustellen. Der Heizkreislauf wurde mit dem Wärmeträgeröl gefüllt und gleichzeitig entlüftet.

Nach der Erstellung eines Versuchsprotokolls, das der Dokumentation aller wichtigen Anlagenparameter diene, konnte mit der Versuchsplanung begonnen werden.

Als Testsystem für die Trennstufenbestimmung der Anlage wurden zwei unterschiedliche Mischungen aus Ethanol und Wasser eingesetzt. Die Mischungen wiesen einen Ethanolgehalt von 25 bzw. 55 [Gew%] auf. Das Versuchskonzept umfasste sowohl einstufige als auch mehrstufige Destillationsversuche, wobei das Gestrick bei beiden Destillationsarten zum Einsatz kam.

Vier unterschiedliche Schnittverhältnisse wurden bei jeder Versuchsserie untersucht, um eine Vielzahl an Vergleichspunkten zu generieren. Die Feedmenge von 70 [kg/h] wurde entsprechend der vorhandenen Verdampferleistung angepasst.

Bei der einstufigen Destillation ohne Einbauten erreichte der Ethanolgehalt im Destillat einen Maximalwert von 66 [Gew%] bei einem Schnittverhältnis von 90/10. Der Ethanolgehalt stieg aufgrund der Kolonnenrückläufe auf 72 [Gew%]. Mit Einbauten betrug der Massenanteil an Ethanol im Destillat 72,3 [Gew%]. Die gleiche Tendenz zeigt sich auch beim Schnittverhältnis 70/30. Bei den Verhältnissen 50/50 und 30/70 wurden ohne Einbauten bessere Ergebnisse erzielt.

Bei der mit dem Ethanol/Wassergemisch durchgeführten Gestrückuntersuchung konnte gezeigt werden, dass eine Drehzahlerhöhung die Verdampfungseigenschaften des Dünnschichtverdampfers verbessert.

Neben dem Testgemisch Ethanol/Wasser wurde ein weiteres Einsatzgemisch untersucht. Die Destillation von Omega-3-Fettsäuren stellte ein konkretes Anwendungsgemisch für die Kurzwegdestillation unter Vakuum dar. Mit diesem Multikomponentengemisch wurden zwei Versuchsserien durchgeführt. Die einstufige Destillation ohne Einbauten sowie die mehrstufige Destillation mit dem Rektifiziereinsatz. Die Ergebnisse zeigen eine deutliche Verbesserung der Trenneigenschaft durch den Rektifiziereinsatz. Der Feed wies einen EPA Gehalt von 14,97 [Gew%] auf. Durch die einstufige Destillation stieg der EPA Gehalt im Rückstand bei einem Schnittverhältnis von 50/50 auf 20,9 [Gew%]. Mit dem Rektifiziereinsatz stieg der EPA Gehalt auf 23,8 [Gew%] was einer Steigerung von rund 19% entspricht.

Die mit dem Fischöl durchgeführte Gestrückuntersuchung zeigte, dass die Drehzahländerung des Wischerkorbes einen großen Einfluss auf das Mengenverhältnis L/V hat.

10 Literaturverzeichnis

- [1] **Bockhardt, H. D., Güntzschel, P., Poetschukat, A.** Grundlagen der Verfahrenstechnik für Ingenieure. Stuttgart: Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie Leipzig, 1992.
- [2] **Siebenhofer, M.** Thermische Verfahrenstechnik 1 Vorlesung/Destillation, Graz, 2009.
- [3] **Sattler, K.** Thermische Trennverfahren Grundlagen, Auslegung, Apparate, zweite überarbeitete Auflage, Weinheim: VHC Verlagsgesellschaft, 1995.
- [4] **Gmehling, J., Kolbe, B.** Thermodynamik. Stuttgart: Georg Thieme Verlag, 1988.
- [5] **Poling, B. E., Prausnitz J. M., O'Connell, J. P.** Properties of Gases and Liquids. McGraw-Hill, 1987
- [6] **UIC GmbH.** Anlagendokumentation KD 150/EA250, 2011.
- [7] **Anton Paar GmbH.** Bedienungsanleitung DMA 40.
- [8] **Chemstations Deutschland GmbH.** CHEMCAD Stoffdatenbank.
- [9] **Shell GmbH.** Stoffdaten Thermia B. [Onlinezitat vom: 05.11.2011] <http://www.heizoel-kassel.de/images/products/3/8637411924a76deca08fba.pdf>.
- [10] **DOW Chemical Company.** Stoffdaten DOWCAL 20. [Onlinezitat vom 05.11.2011] http://msdssearch.dow.com/PublishedLiteratureDOWCOM/dh_004b/0901b8038004b57d.pdf?filepath=/heattrans/pdfs/noreg/18001461.pdf&fromPage=GetDc.
- [11] **Sattler, K., Till, A.** Thermische Trennverfahren, Aufgaben und Auslegungsbeispiele. Weinheim: WILEY-VCH Verlag, 2007.

11 Anhang

11.1 Versuchsprotokoll

Datum	Uhrzeit	Vers.Nr.	Code	T _{FEED}	Feed	Destillat	Rücklauf	Drehzahl WK	WTÖ-Vorlauf	WTÖ-Rücklauf	WTÖ-Flow	T _{KÜHL,aus}	T _{KÜHL,ein}	Kühlwasser
-	-	-	-	[°C]	[kg/h]	[kg/h]	[kg/h]	[%]	[°C]	[°C]	[l/min]	[°C]	[°C]	[l/h]
11.03.11	12:00	1	R0/OG/90-10/F70	58,5	73,5	8,1	0	60	89	87	176	18	16,5	3265
11.03.11	14:40	2	R0/OG/70-30/F70	64,1	73,3	24	0	60	119	115	162	21,1	17,8	3218
15.03.11	12:30	3	R0/OG/50-50/F70	60	68,7	35,2	0	60	146	140	148	26,3	20,9	3075
15.03.11	15:00	4	R0/OG/30-70/F70	64,3	62,8	42,9	0	60	161	154	147	31,5	24,5	2650
16.03.11	14:45	5	R0,5/OG/70-30/F70	61	77,2	23,7	0	60	131	127	180	20,5	16,5	3280
16.03.11	16:00	6	R1/OG/70-30/F70	59,3	75,8	23,2	0	60	142	137	177	22	15	3556
17.03.11	14:00	7	R0,7/OG/50-50/F70	63	68,1	33,7	0	60	155	149	184	26,5	19,5	3590
17.03.11	17:00	8	R0,3/OG/50-50/F70	60,6	74	37,5	0	60	149	143	184	20,8	18,3	3580
18.03.11	14:00	9	R0,5/OG/30-70/F30	62,8	31	20	10	60	140	136	180	22,9	18,3	3573
18.03.11	16:00	10	R0,3/OG/70-30/F30	59,2	30,3	22,7	6,5	60	127	123	180	22,1	15,7	3545
21.03.11	16:00	11	R0/OG/70-30/F30	60,8	30,6	8,8	0,0	60,0	88,0	87,0	186,0	20,0	18,5	3320
22.03.11	12:30	12	R0/OG/90-10/F30	56,2	30,1	3,1	0,0	60,0	61,0	60,0	178,0	20,7	20,5	3300
22.03.11	14:00	13	R0/OG/50-50/F30	61,2	30,2	14,5	0,0	60,0	107,0	105,0	187,0	20,0	16,2	3290
22.03.11	16:00	14	R0/OG/30-70/F30	62,4	30,2	21,4	0,0	60,0	119,0	116,0	187,0	21,5	17,0	3070

Abbildung 19 Versuchsprotokoll 1/4

Untersuchung der Trennleistung einer Kurzwegdestillationskolonne

Datum	Uhrzeit	Vers.Nr.	Code	T _{FEED}	Feed	Destillat	Rücklauf	Drehzahl WK	WTÖ-Vorlauf	WTÖ-Rücklauf	WTÖ-Flow	T _{KÜHL,aus}	T _{KÜHL,ein}	Kühlwasser
-	-	-	-	[°C]	[kg/h]	[kg/h]	[kg/h]	[%]	[°C]	[°C]	[l/min]	[°C]	[°C]	[l/h]
22.03.11	18:00	15	R0/OG/10-90/F30	63,7	30,1	27,2	0,0	60,0	130,0	127,0	187,0	21,8	16,5	3308
23.03.11	13:00	16	R0/OG/50-50/F30	61,0	30,0	15,0	0,0	40,0	106,0	104,0	188,0	22,0	18,8	2913
23.03.11	14:00	17	R0/OG/50-50/F30	61,0	30,0	15,0	0,0	80,0	106,0	104,0	187,0	22,1	18,9	2915
23.03.11	15:00	18	R0/OG/50-50/F30	61,0	32,0	17,0	0,0	100,0	106,0	104,0	187,0	22,5	19,1	3070
04.04.11	12:00	19	R3/MG/90-10/F30	62,5	30,2	4,0	12,8	50,0	106,0	104,0	187,0	24,0	22,2	3206
04.04.11	14:00	20	R1,4/MG/70-30/F30	62,2	30,7	8,8	13,0	50,0	115,0	112,0	187,0	29,0	25,3	3228
04.04.11	16:00	21	R0,96/MG/50-50/F30	68,6	30,0	14,2	13,6	50,0	126,0	122,0	187,0	23,1	17,5	3208
04.04.11	17:00	22	R1/MG/50-50/F30	69,7	31,0	13,2	13,4	100,0	126,0	122,0	187,0	24,0	19,0	3000
05.04.11	15:00	23	R1,4/MG/90-10/F70	62,3	69,5	7,3	12,8	100,0	110,0	107,0	188,0	22,5	18,5	2042
07.04.11	13:00	24	R2.7/MG/90-10/F70	62,5	68,5	6,7	21,0	60,0	118,0	115,0	189,0	31,8	26,8	2081
07.04.11	16:00	25	R2.3/MG/90-10/F70	67,6	70,2	7,0	21,0	100,0	118,0	115,0	188,0	33,5	28,5	2087
08.04.11	13:00	26	R0,8/MG/70-30/F70	64,6	68,0	22,0	17,0	60,0	135,0	131,0	187,0	29,9	24,5	3250
08.04.11	14:00	27	R0/MG/70-30/F70	64,5	69,5	22,0	0,0	60,0	118,0	115,0	187,0	27,2	22,8	3226
08.04.11	16:00	28	R0/MG/90-10/F70	61,2	69,3	7,0	0,0	60,0	88,0	87,0	187,0	25,0	22,0	3217
12.04.11	15:00	29	RO/MG/70-30/F70	62,0	71,0	22,5	0,0	60,0	101,0	99,0	188,0	24,3	20,3	2242
12.04.11	17:00	30	RO/MG/90-10/F70	59,5	70,0	7,0	0,0	60,0	71,0	70,0	183,0	20,9	17,9	2230
14.04.11	11:00	31	RO/MG/30-70/F70	61,5	70,6	49,3	0,0	60,0	132,0	127,0	188,0	27,8	18,3	2262
14.04.11	13:00	32	RO/MG/10-90/F70	62,4	69,7	63,0	0,0	60,0	154,0	148,0	183,0	31,3	20,1	2270
14.04.11	15:00	33	R0/MG/50-50/F70	62,3	69,5	36,0	0,0	60,0	118,0	115,0	186,0	25,0	23,7	2256

Abbildung 20 Versuchsprotokoll 2/4

Untersuchung der Trennleistung einer Kurzwegdestillationskolonne

Datum	Uhrzeit	Vers.Nr.	Code	T _{FEED}	Feed	Destillat	Rücklauf	Drehzahl WK	WTÖ-Vorlauf	WTÖ-Rücklauf	WTÖ-Flow	T _{KÜHL,aus}	T _{KÜHL,ein}	Kühlwasser
-	-	-	-	[°C]	[kg/h]	[kg/h]	[kg/h]	[%]	[°C]	[°C]	[l/min]	[°C]	[°C]	[l/h]
21.04.11	16:00	34	R4,5/MG/90-10/F70	63,9	69,8	7,3	34,5	60,0	121,0	118,0	147,0	31,3	26,0	3247
22.04.11	10:00	35	R1,6/MG/70-30/F70	62,3	70,0	22,0	34,3	60,0	139,0	134,0	182,0	30,8	24,5	2458
17.04.11	18:00	36	R1/MG/50-50/F70	66,7	70,0	36,0	34,3	60,0	148,0	143,0	182,0	37,0	27,3	2463
18.04.11	19:00	37	R0,73/MG/30-70/F70	71,0	69,8	46,3	34,5	60,0	160,0	154,0	181,0	42,1	30,8	2435
19.04.11	20:00	38	R4,7/OG/90-10/F70	61,9	70,3	7,1	34,5	60,0	118,0	114,0	181,0	26,0	19,6	2248
20.04.11	21:00	39	R1,6/OG/70-30/F70	62,2	70,2	22,1	34,5	60,0	132,0	127,0	179,0	28,0	19,4	2258
21.04.11	22:00	40	R1/OG/50-50/F70	66,5	70,1	34,5	34,5	60,0	144,0	139,0	179,0	31,9	22,7	2272
22.04.11	23:00	41	R0,73/OG/30-70/F70	70,7	70,1	48,7	34,5	60,0	161,0	154,0	178,0	37,5	24,2	2272
03.05.11	13:00	42	R0/OG/70-30/F70	62,3	70,4	21,5	0,0	60,0	102,0	99,0	183,0	20,9	15,0	1850
03.05.11	17:00	43	R0/OG/90-10/F70	55,3	70,1	7,2	0,0	60,0	71,0	70,0	180,0	16,9	14,8	2152
04.05.11	13:00	44	R0/OG/50-50/F70	62,2	70,0	35,6	0,0	60,0	118,0	115,0	183,0	23,0	16,7	2180
04.05.11	16:00	45	R0/OG/30-70/F70	62,8	70,0	48,4	0,0	60,0	134,0	130,0	184,0	26,3	17,5	2185
20.05.11	12:00	46	R1,6/OG/70-30/F70	70,0	70,0	22,0	34,3	60,0	150,0	144,0	179,0	39,2	31,6	3060
20.05.11	16:00	47	R4,5/OG/90-10/F70	72,5	70,0	7,0	34,4	60,0	130,0	126,0	180,0	35,8	29,8	3050
30.05.11	12:00	48	R3,5-OG/70-30/F30	72,3	30,0	9,6	34,3	60,0	140,0	135,0	182,0	36,6	27,7	1971
30.05.11	15:00	49	R2,4-OG/50-50/F30	79,2	30,0	14,9	34,3	60,0	151,0	145,0	181,0	40,1	27,6	1961
31.05.11	12:00	50	R9,6-OG/90-10/F30	72,2	30,0	3,4	34,1	60,0	127,0	123,0	177,0	35,9	29,4	2005
01.06.11	15:00	51	R3,8-MG/70-30/F30	77,0	30,0	8,9	34,4	60,0	143,0	139,0	183,0	35,8	27,1	2199
01.06.11	17:00	52	R2,28-MG/50-50/F30	81,5	30,0	14,5	34,4	60,0	153,0	148,0	183,0	35,3	26,5	3009

Abbildung 21 Versuchsprotokoll 3/4

Untersuchung der Trennleistung einer Kurzwegdestillationskolonne

Datum	Uhrzeit	Vers.Nr.	Code	T _{FEED}	Feed	Destillat	Rücklauf	Drehzahl WK	WTÖ-Vorlauf	WTÖ-Rücklauf	WTÖ-Flow	T _{KÜHL,aus}	T _{KÜHL,ein}	Kühlwasser
-	-	-	-	[°C]	[kg/h]	[kg/h]	[kg/h]	[%]	[°C]	[°C]	[l/min]	[°C]	[°C]	[l/h]
03.06.11	14:00	53	R10-MG/90-10/F30	72,0	30,0	3,3	34,3	60,0	134,0	130,0	180,0	33,0	28,3	3032
03.06.11	16:00	54	R1,6-MG/70-30/F70	63,6	70,0	21,3	34,4	60,0	152,0	146,0	181,0	37,1	29,4	3020
03.06.11	17:30	55	R4,3-MG/90-10/F70	64,6	70,0	7,6	34,5	60,0	134,0	130,0	179,0	35,0	28,9	3008
06.06.11	14:00	56	R0-MG/50-50/F70	58,6	70,0	35,7	0,0	60,0	138,0	134,0	179,0	35,1	28,6	3015

Abbildung 22 Versuchsprotokoll 4/4

11.2 Weitere Versuchsergebnisse

In der Abbildung 23 sind die Versuchsergebnisse von drei Versuchsserien zusammengefasst. Bei den Versuchsserien handelt es sich um die mehrstufige Destillation mit und ohne Einbauten sowie um die einstufige Destillation ohne Einbauten. Die Versuche wurden mit einer Feedmenge von 30 [kg/h] durchgeführt. Die Feedzusammensetzung betrug 25 [Gew%].

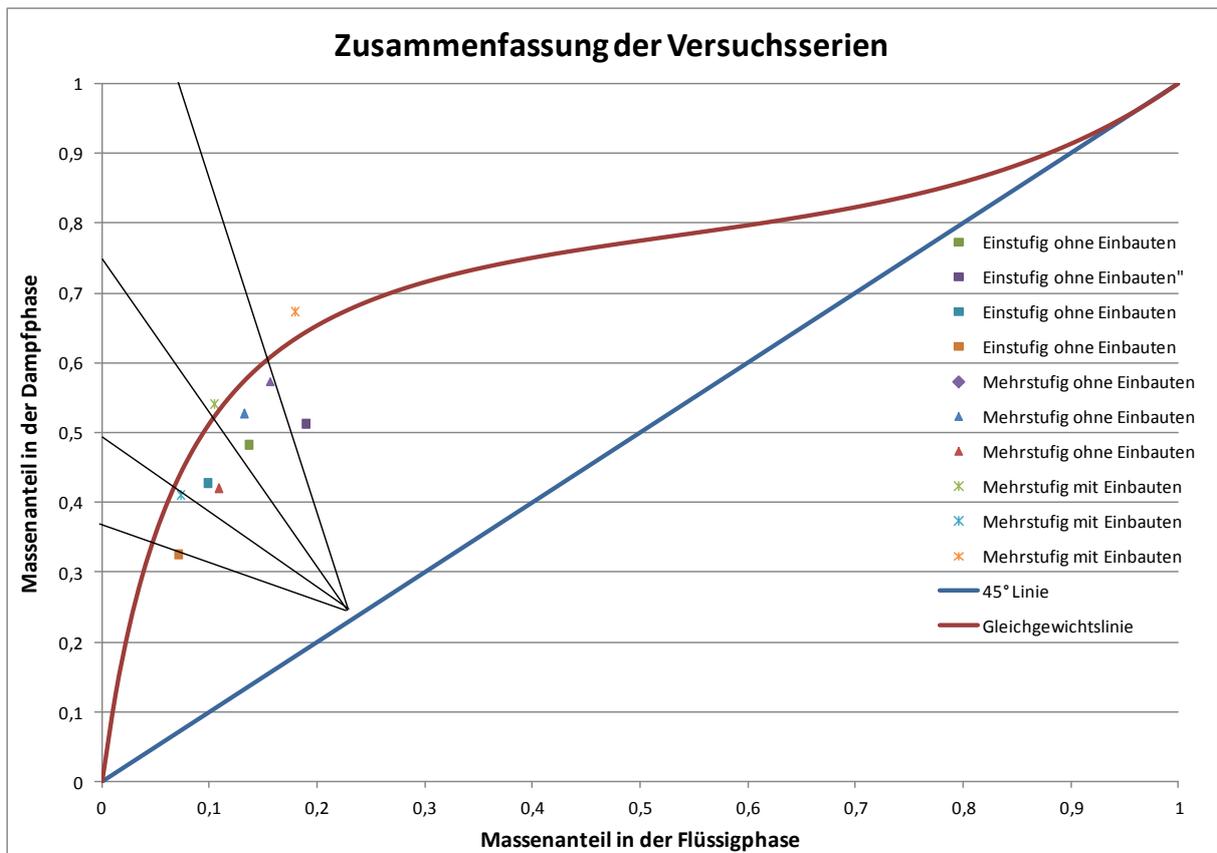


Abbildung 23 Versuchsserie mit $F=30$ kg/h und $w_F=25$ [Gew%]

11.3 Zusammenfassung der Zusammensetzungen

Vers.Nr.	w _F	w _D	w _R	Vers.Nr.	w _F	w _D	w _R
-	[Gew%]	[Gew%]	[Gew%]	-	[Gew%]	[Gew%]	[Gew%]
1	0,26	0,62	0,20	29	0,55	0,76	0,44
2	0,26	0,57	0,14	30	0,54	0,76	0,51
3	0,27	0,46	0,09	31	0,56	0,69	0,26
4	0,28	0,37	0,07	32	0,58	0,62	0,22
5	0,24	0,49	0,15	33	0,55	0,73	0,34
6	0,24	0,50	0,15	34	0,52	0,80	0,47
7	0,25	0,39	0,14	35	0,53	0,79	0,39
8	0,25	0,39	0,11	36	0,54	0,75	0,30
9	0,25	0,29	0,24	37	0,56	0,70	0,26
10	0,25	0,28	0,21	38	0,52	0,79	0,47
11	0,24	0,48	0,14	39	0,52	0,78	0,39
12	0,23	0,51	0,19	40	0,54	0,75	0,30
13	0,24	0,43	0,10	41	0,55	0,68	0,21
14	0,25	0,33	0,07	42	0,53	0,74	0,41
15	0,26	0,28	0,06	43	0,52	0,75	0,49
16	0,24	0,42	0,12	44	0,54	0,73	0,32
17	0,24	0,41	0,10	45	0,55	0,67	0,25
18	0,25	0,40	0,08	46	0,25	0,57	0,11
19	0,23	0,57	0,16	47	0,24	0,69	0,19
20	0,23	0,53	0,13	48	0,25	0,54	0,10
21	0,24	0,42	0,11	49	0,25	0,41	0,07
22	0,24	0,44	0,09	50	0,23	0,67	0,18
23	0,21	0,63	0,17	51	0,25	0,48	0,17
24	0,24	0,69	0,19	52	0,25	0,40	0,15
25	0,23	0,68	0,19	53	0,25	0,58	0,19
26	0,26	0,58	0,12	54	0,25	0,57	0,13
27	0,25	0,57	0,13	55	0,22	0,66	0,18
28	0,24	0,57	0,20	56	0,24	0,42	0,07

Tabelle 21 Probenzusammensetzung in [Gew%]

11.4 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1 Prinzip einer einstufigen diskontinuierlichen Destillation [1].....	2
Abbildung 2 Schematische Darstellung der Rektifikation [2].....	3
Abbildung 3 T-xy-Diagramm für Ethanol/Wasser bei 975 [mbar].....	5
Abbildung 4 P-xy-Diagramm für Ethanol/Wasser bei 20 [°C].....	6
Abbildung 5 McCabe-Thiele-Diagramm für Ethanol/Wasser bei 975 [mbar]	7
Abbildung 6 Korrelation zwischen Dichte und Zusammensetzung [Gew%].....	9
Abbildung 7 Bilanzgebiet der Kurzwegdestillationskolonne	11
Abbildung 8 Verfahrensfliessbild der Kurzwegdestillationskolonne.....	18
Abbildung 9 Graphische Darstellung der Cp-Werte.....	35
Abbildung 10 Verlauf der spez. Wärmekapazität von Thermia B.....	36
Abbildung 11 Dichteverlauf von Thermia B.....	37
Abbildung 12 Verlauf der spez. Wärmekapazität von DOWCAL 20	39
Abbildung 13 Dichteverlauf von DOWCAL 20	39
Abbildung 14 Versuchsergebnisse Ethanol/Wasser bei 975 [mbar]	46
Abbildung 15 Versuchsergebnisse Ethanol/Wasser bei 975 [mbar]	48
Abbildung 16 Versuchsergebnisse Ethanol/Wasser bei 975 [mbar]	50
Abbildung 17 Zusammenfassende Darstellung der Versuchsergebnisse.....	52
Abbildung 18 Graphische Darstellung der Gestrückuntersuchung	59
Abbildung 19 Versuchsprotokoll 1/4	67
Abbildung 20 Versuchsprotokoll 2/4	68
Abbildung 21 Versuchsprotokoll 3/4	69
Abbildung 22 Versuchsprotokoll 4/4	70
Abbildung 23 Versuchsserie mit $F=30$ kg/h und $w_F=25$ [Gew%].....	71

11.5 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1 Korrelation zwischen der Dichte und der Zusammensetzung [5]	10
Tabelle 2 Technische Daten der Anlage [6].....	19
Tabelle 3 Übersicht der Ethanol/Wasserversuche	24
Tabelle 4 Temperaturabhängige Stoffdaten [8]	34
Tabelle 5 Dichte und Cp-Werte von Thermia B [9]	36
Tabelle 6 Dichte und Spez. Wärmekapazität von DOWCAL 20 [10]	38
Tabelle 7 Systemparameter für die Berechnungen	41
Tabelle 8 Ergebnisse der Berechnungen.....	44
Tabelle 9 Versuchsparameter der einstufigen Destillation.....	45
Tabelle 10 Stufenanzahl der einstufigen Destillation	47
Tabelle 11 Versuchsparameter der mehrstufigen Destillation mit Einbauten.....	47
Tabelle 12 Stufenanzahl der Serie mit Rücklauf und Einbauten	49
Tabelle 13 Versuchsparameter der mehrstufigen Destillation ohne Einbauten	49
Tabelle 14 Zusammenfassung der Stufenberechnung	50
Tabelle 15 Versuchsparameter Wischerkorbdrehzahlvariation.....	53
Tabelle 16 Versuchsergebnisse	54
Tabelle 17 Versuchsparameter der Fischöldestillation	55
Tabelle 18 Versuchsergebnisse der Fischöldestillation	56
Tabelle 19 Komponentenbilanz der Fischöldestillation	56
Tabelle 20 Darstellung der Versuchsergebnisse	57
Tabelle 21 Probenzusammensetzung in [Gew%]	72