



Technische Universität Graz



MARKUS STAUBER, BSc

METHANOL/ETHANOL/WASSER  
DIE KUNST DER SCHNAPSERZEUGUNG

MASTERARBEIT

Zur Erlangung des akademischen Grades eines  
Diplom Ingenieurs der Verfahrenstechnik

erreicht an der

**Technischen Universität Graz**

Betreuung durch

Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. MATTHÄUS SIEBENHOFER

Institut für Chemische Verfahrenstechnik und Umwelttechnik  
Technische Universität Graz

Graz, März 2015



## Statutory Declaration

I declare that I have authored this thesis independently, that I have not used other than the declared sources/resources, and that I have explicitly marked all material which has been quoted either literally or by content from the used sources.

Graz, \_\_\_\_\_  
Date Signature

## Eidesstattliche Erklärung<sup>1</sup>

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 entnommenen Stellen als solche kenntlich gemacht habe.

Graz, am \_\_\_\_\_  
Datum Unterschrift

---

<sup>1</sup>Beschluss der Curricula-Kommission für Bachelor-, Master- und Diplomstudien vom 10.11.2008; Genehmigung des Senates am 1.12.2008

# Danksagung

Mein aufrichtigster Dank geht an meinen Betreuer Herrn Univ.-Prof.Dipl.-Ing. Dr. techn. Siebenhofer und seinen Mitarbeitern, für die Ermöglichung dieser Masterarbeit und einer tollen „Lehrzeit“ als Studien- und Projektassistent am Institut für Chemische Verfahrenstechnik und Umwelttechnik in den letzten Jahren.

Besonders bedanken möchte ich mich bei Herrn Dipl.-Ing. Dr. techn. Nikolaus Schwaiger für die freundschaftliche Unterstützung und analytische Kompetenz.

Meinen Eltern, meinen Nichten, meinen Schwestern und Schwagern, meiner Oma und meinen Schwiegereltern in spe möchte ich für die nie endende Unterstützung meinen außerordentlichen Dank aussprechen.

Mein innigster Dank geht an die Liebe meines Lebens, meine besten Freundin und Lebensgefährtin - Christine. Für die über das Studium hinausgehende Unterstützung in jeder Lebenslage bin ich dir von Herzen dankbar.

# Kurzfassung

Die vorliegende Arbeit untersucht den Stand der Technik des Schnapsbrennens und die Möglichkeit schädliches Methanol zu entfernen. Dazu werden sowohl Simulationen als auch Laborversuche durchgeführt. Durch Simulation wird der Destillationsprozess nachgestellt und gezeigt, dass bei der Destillation mit einer einstufigen Brennanlage Methanol (im Verhältnis zu Ethanol) angereichert wird. Aus der Simulation und den Validierungsexperimenten geht hervor, dass die Veränderung des Rücklaufverhältnisses keinen Einfluss auf eine mögliche Methanolabtrennung hat. Daraus kann geschlossen werden, dass bei Destillationsanlagen nach dem aktuellen Stand der Technik während des Brennprozesses Methanol im Verhältnis zu Ethanol angereichert wird.

Es wurde eine Destillationsanlage entwickelt, um Methanol zu entfernen und eine Anreicherung von Methanol im Verhältnis zu Ethanol zu verhindern. Dabei wurden Ansätze gewählt, bei denen das Rücklaufverhältnis variiert und ein Konzentrationsprofil aufgebaut wird.

Aufgrund der Simulationsergebnisse und Versuchsreihen wird empfohlen, die Destillationsanlagen nach dem aktuellen Stand der Technik um eine Rektifikations säule mit vorgeschaltetem Kondensator und extern steuerbarem Rücklauf zu erweitern. In dieser Säule kann ein Konzentrationsprofil aufgebaut werden, das es ermöglicht das für den Körper schädliche Methanol über den Vorlauf abzutrennen.

# Abstract

This thesis investigates the latest technological standards of distilling schnaps and the possibility to remove noxious methanol. Therefore simulations as well as laboratory experiments are being conducted. The distillation process is reconstructed by simulation and it is shown that during the distillation with a single-stage distillation column, methanol in relation to ethanol is being enriched during the process. The simulation and the validation experiments clearly show that in single stage distillation the alteration of the reflux ratio has no influence on methanol separation.

Therefore it can be said that due to the current state of technology which is state of the art, during the distillation process methanol in relation to ethanol is being enriched in the distillate with ongoing process, but it cannot be separated from ethanol.

A distillation column was developed to remove methanol and to prevent an enrichment of methanol in ratio to ethanol. Therefore some approaches were chosen where the reflux ratio varies and a concentration profile is formed.

Based on the simulation results and the series of experiments which were conducted it is recommended that distillation columns due to the latest technological standards should be upgraded with a fractionating column with a preceding condenser and an external controllable reflux.

In this column it is possible to construct a concentration profile which makes it possible to detach harmful methanol.

# Inhaltsverzeichnis

Danksagung	ii
Kurzfassung	iii
Abstract	iv
Abkürzungs- und Symbolverzeichnis	xii
<b>1 Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2 Grundlagen der Schnapserzeugung</b>	<b>4</b>
2.1 Destillation . . . . .	4
2.1.1 Definition . . . . .	4
2.1.2 Destillationsformen . . . . .	5
2.2 Thermodynamik . . . . .	8
2.2.1 Phasengleichgewicht . . . . .	8
2.2.2 Dampf-Flüssig-Gleichgewicht . . . . .	12
<b>3 Verfahrenstechnische Beschreibung der Destillation</b>	<b>16</b>
3.1 Einfache Alkoholdestillationsanlagen . . . . .	17
3.1.1 Verdampfung . . . . .	17
3.1.2 Kondensation . . . . .	18
3.1.3 Partielle Kondensation in Prozessen . . . . .	19
3.1.4 Rücklauf und interner Rücklauf . . . . .	20
3.2 Rektifikationskolonnen . . . . .	21
3.2.1 Externer Rücklauf . . . . .	22
3.2.2 Einbauten . . . . .	22
3.3 Stand der Technik . . . . .	25
3.4 Aufbau von Genussdestillen . . . . .	25
3.4.1 Brennblase . . . . .	26
3.4.2 Helm . . . . .	26

3.4.3	Steig- und Geistrohr . . . . .	27
3.4.4	Kühlvorrichtung . . . . .	27
3.4.5	Ablaufvorrichtung . . . . .	28
3.4.6	Sonderbauformen von Destillationsanlagen . . . . .	28
3.4.7	Verstärkereinheit . . . . .	29
3.4.8	Dephlegmator . . . . .	30
3.5	Brennkurve . . . . .	30
3.5.1	Rauhbrand . . . . .	31
3.5.2	Feinbrand . . . . .	31
3.6	Trennstufen und McCabe-Thiele Verfahren . . . . .	33
3.6.1	Trennstufenkonzept . . . . .	33
3.6.2	Grafische Beschreibung des Destillationsvorgangs - McCabe-Thiele Verfahren . . . . .	33
3.6.3	Rücklauf und McCabe-Thiele . . . . .	37
<b>4</b>	<b>Biochemische Grundlagen der Schnapserzeugung</b>	<b>41</b>
4.1	Alkoholische Gärung . . . . .	41
4.2	Stoffwechselprozess . . . . .	42
4.2.1	Der Rohstoff . . . . .	42
4.2.2	Die Mikroorganismen . . . . .	42
4.2.3	Der Prozess . . . . .	43
4.3	Produkte und alkoholische Nebenprodukte . . . . .	44
4.3.1	Ethanol . . . . .	44
4.3.2	Alkoholische Nebenprodukte . . . . .	44
<b>5</b>	<b>Praktischer Teil</b>	<b>48</b>
5.1	Simualtion . . . . .	48
5.2	Aufbau der Simulation n=1 Stufen . . . . .	48
5.2.1	Beschreibung des Simulationsaufbaus für n=1 . . . . .	49
5.3	Gleichgewichtsmodell NRTL . . . . .	55
5.3.1	NRTL-Non Random Two Liquid . . . . .	56
5.4	Stellgrößen der Simulation . . . . .	57
5.4.1	Rücklaufverhältnis . . . . .	58
5.4.2	Maischezusammensetzung . . . . .	59
5.5	Monitoring und Integrationsregeln . . . . .	59
5.5.1	Strip Charts . . . . .	59
5.5.2	Integrator . . . . .	60

5.6	Experimenteller Ansatz	60
5.6.1	Validierungsversuche	60
5.6.2	Methanolabtrennversuche	61
5.7	Rohstoff	61
5.8	Aufbau der Versuchsanlage	61
5.8.1	Heiz- und Rührvorrichtung	63
5.8.2	Destillationsblase/Vorlagebehälter	64
5.8.3	Destillationssäule	64
5.8.4	Steig- und Geistrohr	64
5.8.5	Kopftemperaturmessfühler Pt100	65
5.8.6	Kopfkondensator	65
5.8.7	Rücklaufteiler	65
5.8.8	Vakuuvorrichtung	65
5.8.9	Destillatsammelbehälter und Probennahmestelle	66
5.8.10	Steuereinheit	66
5.8.11	Durchlaufkühler	66
5.9	Versuchsablauf	67
5.9.1	Vorlage	67
5.9.2	Inbetriebnahme	68
5.9.3	Dokumentation	68
5.9.4	Probenahme	69
5.10	Analytik	69
5.10.1	GC-FID Standards	69
5.10.2	Auswertung	72
5.11	Versuchsreihen	73
5.11.1	Validierungsversuche	73
5.11.2	Methanolabtrennversuche	75
5.12	Bilanzen	80
<b>6</b>	<b>Ergebnisse</b>	<b>83</b>
6.1	Simulation	83
6.1.1	Einstufige Simulation mit $r=0$	84
6.1.2	$r=0$ bis $r=10$	89
6.1.3	Simulation $r=20$ $r=40$	93
6.1.4	Auswirkungen auf das Methanol-Ethanol Verhältnis	94
6.2	Experimente	96
6.2.1	Validierungsversuche	96

6.2.2	Validierungsversuche vs Simulation . . . . .	100
6.2.3	Methanolabtrennversuche . . . . .	102
6.3	Bilanzen . . . . .	118
<b>7</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>119</b>
<b>8</b>	<b>Anhang</b>	<b>121</b>
	<b>Literatur</b>	<b>151</b>

# Abbildungsverzeichnis

2.1	Siedediagramm . . . . .	14
2.2	McCabe-Thiele . . . . .	15
3.1	Schema einer einfachen Alkoholdestillationsanlage . . . . .	17
3.2	Arbeitsschema von Verstärkerdestillen . . . . .	21
3.3	Klassische einstufige Destillationsanlage . . . . .	25
3.4	Verstärkerdestille . . . . .	29
3.5	Bilanzgebiet der Verstärkersäule . . . . .	34
3.6	McCabe-Thiele Beispiel . . . . .	36
3.7	McCabe-Thiele bei variablem internem Rücklauf . . . . .	37
3.8	McCabe-Thiele bei externem Rücklauf und $r$ =konstant . . . . .	38
3.9	McCabe-Thiele bei externem Rücklauf und $r$ =variabel . . . . .	39
5.1	Batchsimulation . . . . .	48
5.2	Guideline for Choosing a Property Method . . . . .	56
5.3	Versuchsanlage . . . . .	62
5.4	Checkliste Anlage . . . . .	68
5.5	Beispiel eines Ethanol-Chromatogramms . . . . .	72
5.6	Anlagenschema Validierungsversuche . . . . .	73
5.7	Anlagenschema Methanolabtrennung . . . . .	75
5.8	Kolonnenprofil . . . . .	77
6.1	Beispiel: Simulationsergebnis . . . . .	83
6.2	Simulation $r=0$ . . . . .	84
6.3	MeOH/EtOH vs Zeit . . . . .	85
6.4	MeOH/EtOH vs Temperatur . . . . .	86
6.5	Zielverlauf Isolationseffekt . . . . .	87
6.6	Zielverlauf Peakeffekt . . . . .	87
6.7	Simulation $r=1$ - $r=10$ . . . . .	89
6.8	Ethanol $r=1$ - $r=10$ . . . . .	90

6.9	Methanol $r=1$ - $r=10$ . . . . .	91
6.10	Übersicht . . . . .	92
6.11	Simulation $r=20$ $r=40$ . . . . .	93
6.12	MeOH-EtOH vs Zeit Gesamt . . . . .	94
6.13	MeOH-EtOH vs Zeit $r=20$ $r=40$ . . . . .	95
6.14	Validierungsversuch $r=0$ . . . . .	96
6.15	Validierungsversuch $r=5$ . . . . .	97
6.16	Validierungsversuch $r=10$ . . . . .	97
6.17	$r=0,4,10$ . . . . .	99
6.18	MeOH/EtOH-Verhältnis - Simuliert . . . . .	100
6.19	MeOH/EtOH-Verhältnis Validierungsversuche . . . . .	101
6.20	Ansatz Methanolabtrennungsversuche . . . . .	102
6.21	MeOH-Abtrennung FK 1 . . . . .	103
6.22	MeOH-Abtrennung FK 2 . . . . .	103
6.23	MeOH-Abtrennung FK 3 . . . . .	104
6.24	MeOH/EtOH-Verhältnis mit Füllkörper . . . . .	105
6.25	MeOH-Abtrennung $r=12$ FKS 1 . . . . .	107
6.26	MeOH-Abtrennung $r=16$ FKS 2 . . . . .	107
6.27	MeOH/EtOH FKS 1 FKS 2 . . . . .	109
6.28	MeOH-Abtrennung $r=16$ FKS 3 . . . . .	110
6.29	MeOH-Abtrennung $r=18$ FKS 4 . . . . .	110
6.30	MeOH-Abtrennung $r=20$ FKS 5 . . . . .	111
6.31	MeOH/EtOH FKS 3 FKS 4 FKS 5 . . . . .	112
6.32	MS.T - Prozess . . . . .	114
6.33	MeOH-Abtrennung MK 1 . . . . .	115
6.34	MeOH-Abtrennung MK 2 . . . . .	116
6.35	MeOH/EtOH MK 1 MK 2 . . . . .	117
8.1	Validierungsversuch $r=0$ . . . . .	122
8.2	Validierungsversuch $r=1$ . . . . .	123
8.3	Validierungsversuch $r=2$ . . . . .	124
8.4	Validierungsversuch $r=3$ . . . . .	125
8.5	Validierungsversuch $r=4$ . . . . .	126
8.6	Validierungsversuch $r=5$ . . . . .	127
8.7	Validierungsversuch $r=6$ . . . . .	128
8.8	Validierungsversuch $r=7$ . . . . .	129
8.9	Validierungsversuch $r=9$ . . . . .	130

8.10 Validierungsversuch  $r=10$  . . . . . 131

# Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

## Allgemein

ATVR	Anschütz-Thiele-Vorrichtung
$\dot{D}$	Destillatstrom [Masse/Zeiteinheit]
D	Destillat / Destillatmenge
d	Achsenabschnitt der Arbeitsgeraden
$\Delta h_v$	Verdampfungsenthalpie
$\Delta$	Sollzustand - Istzustand
DN	Nennweite
EC	Ethylcarbammat
EtOH	Ethanol
FID	Flammenionisationsdetektor
FK	Füllkörper
g	Gramm
$\dot{G}$	Dampfstrom [Masse/Zeiteinheit]
GC	Gaschromatograph
GGW	Gleichgewicht
h	Stunde
H <sub>2</sub> O	Wasser
HCN	Cyanwasserstoff
k	Steigung der Arbeitsgeraden
kg	Kilogramm
kmol	Kilomol
kPa	Kilopascal
kW	Kilowatt
l	Liter
L	Kondensatstrom

LEDs	Leuchtdioden
m	Masse
MeOH	Methanol
mg	Milligramm
min	Minute
MK	Apfelmaische
ml	Milliliter
mm	Millimeter
NRTL	Non-Random-Two-Liquid
P	Druck
ppm	part per million
PR	Peng-Robinson
PVT	Druck/Volumen/Temperatur
$Q_{Ab}$	abgeführte Energie am Kopfkondensator
$Q_{Zu}$	zugeführte Energie am Heizelement
$\dot{R}$	Rücklaufstrom [Masse/Zeiteinheit]
R	Rücklaufmenge
r	Rücklauf
$r_{ext}$	externer Rücklauf
$r_{int}$	interner Rücklauf
$r_{min}$	minimales Rücklaufverhältnis
$r_{opt}$	optimales Rücklaufverhältnis
s	Sekunde
S	gespiked
SRK	Soave-Redlich-Kwong
$\Sigma$	Summe
t	Zeitpunkt
T	Temperatur
$T_{Cool}$	Kühlwassereintrittstemperatur
$T_{Heat}$	Solltemperatur am Heizelement
$T_K$	Kondensationstemperatur / Tautemperatur
$T_{Kopf}$	Kopftemperatur
$T_S$	Siedetemperatur
$T_{Sumpf}$	Sumpftemperatur
V	aufsteigender Dampfstrom
var	variabel
VDF	Verdünnungsfaktor

VLE	Dampf/Flüssig-Gleichgewicht
W	Watt
$w_i$	Massenanteil einer Komponente
WB	Weißburgunder
x.y	Platzhalter für Versuch x Probe y
$x_i$	Konzentration einer Komponente in der Flüssigphase
$y_i$	Konzentration einer Komponente in der Dampfphase
%Gew	Gewichtsprozent
%Vol	Volumenprozent

## Indizes (tiefgestellt)

LM	Lösungsmittel
i	Komponentenindex
verd	Verdünnung

## Indizes (hochgestellt)

0	Standardzustand
$\alpha$	Alphaphase (fest, flüssig oder gasförmig)
$\beta$	Betaphase (fest, flüssig oder gasförmig)
L	flüssig / liquid
S	Sättigungszustand
V	dampfförmig / vapour

## Symbole in Formeln

$a$	Aktivität
$f$	Fugazität
$G$	Gibbs Energie
$\gamma$	Aktivitätskoeffizient
$n$	Molmenge
$\varphi$	Fugazitätskoeffizient
$Poy$	Poyntingfaktor
$R$	allgemeine Gaskonstante
$\mu$	chemisches Potential
$\zeta$	Konzentrationsmaß
$\Phi$	Realfaktor

## Diagramme

$r_{(Ende)}$	Rücklaufverhältnis bei Destillationsende
$r_{(Start)}$	Rücklaufverhältnis bei Destillationsstart
$r_{(t1)}$	Rücklaufverhältnis zum Zeitpunkt $t_1$
$r_{(t2)}$	Rücklaufverhältnis zum Zeitpunkt $t_2$
$x_{D(Ende)}$	Destillatkonzentration bei Destillationsende
$x_{D(Start)}$	Destillatkonzentration bei Destillationsstart
$x_{D(t=1,2)}$	Destillatkonzentration zum Zeitpunkt $t_1$ und $t_2$
$x_{S(Ende)}$	Sumpfkonzentration bei Destillationsende
$x_{S(Start)}$	Sumpfkonzentration bei Destillationsstart
$x_{S(t1)}$	Sumpfkonzentration zum Zeitpunkt $t_1$
$x_{S(t2)}$	Sumpfkonzentration zum Zeitpunkt $t_2$

# 1 Einleitung

## Relevanz des Themas

Die Erzeugung von Schnaps bzw. die Destillation ist ein Thermisches Trennverfahren, das auf eine lange Tradition zurückgeht. Ohne Destillation war es nicht möglich hochprozentige alkoholische Substanzen, wie beispielsweise Rum oder Schnaps, zu erzeugen. Mit dem Anstieg des Alkoholgehaltes durch die Destillation stieg allerdings auch der Anteil der für den menschlichen Körper schädlichen Begleitstoffe.

Der Destillationsprozess trennt Flüssigkeitsgemische in deren Einzelkomponenten. Dieser Prozess, wie auch die Destillationsapparaturen, durchliefen viele technische Entwicklungsstufen. Während Destillationsanlagen für die Chemieindustrie große Aufmerksamkeit und dadurch große Revolutionen erfuhren, geriet die Entwicklung der Schnapsdestillationsanlagen ins Stocken. Die wissenschaftliche Auseinandersetzung mit Thermischen Trennverfahren lässt deshalb einiges an Entwicklungspotential für Destillationsapparate zur Genussalkoholherstellung erkennen.

Der Rohstoff zur Schnapsproduktion ist die vergorene Maische aus Früchten.<sup>2</sup> Durch den Gärungsprozess der Maische entsteht Ethanol, umgangssprachlich auch Alkohol genannt. Durch die Destillation wird dieser angereichert und man erhält Schnaps. Dieser sollte trinkfähig einen Alkoholgehalt von circa 42%vol und viele Aromen der Maische aufweisen. Neben Ethanol beinhalten Maischen viele Gärungsnebenprodukte. Neben ungefährlichen Nebenprodukten, die vorwiegend den Geschmack beeinflussen, beinhalten Maischen für den menschlichen Organismus giftige und zum Teil kanzerogene Stoffe.

---

<sup>2</sup>Sortenreine Maischen, bspw. aus Äpfel, Birnen, Zwetschken, usw.

Der Destillationsprozess arbeitet nach dem Prinzip von Siedepunktunterschieden und unterscheidet nicht zwischen erwünschten oder unerwünschten (giftigen) Produkten, weshalb beide im Destillat enthalten sind. Methanol als wichtigstes unerwünschtes gefährliches Nebenprodukt hat einen Siedepunkt von  $64,7^{\circ}\text{C}$ , Ethanol siedet bei  $78,3^{\circ}\text{C}$ . In der Konstruktion von Alkoholdestillen wurde weniger darauf geachtet den Anteil von Methanol zu verringern, vielmehr wurde die Energie in die Erhöhung der Ausbeute des Destillats gesteckt. Anstrengungen, die unerwünschten Bestandteile (vorwiegend Methanol) im Rohstoff (Maische) zu minimieren, wurden vorwiegend im Rahmen von Versuchen im biochemischen Fachbereich durchgeführt. Der Destillationsprozess zur Herstellung von methanolfreien bzw. -armen Schnäpsen wurde jedoch nie ausführlich beleuchtet.

## Aufgabenstellung und Zielsetzung

Aufgabenstellung dieser Arbeit ist es, den Destillationsprozess für die Herstellung von Genussalkohol aus der Sicht der Verfahrenstechnik zu durchleuchten und den Stand der Technik von Destillationsanlagen aus verfahrenstechnischer Sicht kritisch zu hinterfragen. Dabei wird untersucht, welche Destillationsapparaturen verwendet werden und wie diese arbeiten. Produktseitiges Hauptaugenmerk liegt auf der Entfernung von Methanol. Ziel der Arbeit ist es herauszufinden, ob handelsübliche Schnapsdestillen in der Lage sind ein methanolfreies Destillat zu erzeugen. Schließlich sollte aus den Erkenntnissen dieser Arbeit ein Vorschlag resultieren, wie Genussalkoholdestillen zukünftig konzipiert werden sollten, um ein methanolfreies bzw. methanolarmes Produkt zu produzieren.

## Aufbau

Zu Beginn der Arbeit bedarf es dazu einer Auseinandersetzung mit den verfahrenstechnischen Grundlagen der Schnapserzeugung. Durch die „Verfahrenstechnische Beschreibung“ wird ein Überblick über die verfahrenstechnisch relevanten Arbeitsmechanismen der Alkoholdestillation gegeben und mit dem „Stand der Technik“

verglichen. Die biochemischen Grundlagen geben einen Überblick über die Wandlung von Zucker zu Alkohol und die dabei entstehenden Nebenprodukte. Im praktischen Teil wird das exakte Vorgehen bei der Simulation und den Versuchen sowie deren Aufbau und Auswertung beschrieben. Weiters wird in diesem Kapitel auf die verwendete Analytik eingegangen. In Kapitel 7 werden die Ergebnisse von Simulation und Versuchen verglichen, beschrieben und dargestellt.

## 2 Grundlagen der Schnapsерzeugung

In diesem Kapitel wird die verfahrenstechnische Grundoperation „Destillation“ beschrieben und aus Sicht der Schnapsdestillation betrachtet. Es wird dargestellt, welche Destillationsmethode für ein Stoffgemisch von Vorteil ist. Zusätzlich wird auf die thermodynamischen Voraussetzungen (Phasengleichgewicht) beim Destillieren eingegangen. Es wird ausschließlich auf die Destillation bei atmosphärischen Bedingungen eingegangen.

### 2.1 Destillation

#### 2.1.1 Definition

Unter Destillation (lat. *destillare* „herabtröpfeln“) versteht man ein Thermisches Grundverfahren zum Trennen von Flüssigkeitsgemischen. Diese können in ihre Bestandteile getrennt werden oder nach dem Destillationsverfahren andere Gemischzusammensetzungen aufweisen.<sup>3</sup> Einer der wesentlichsten Vorteile hierbei ist, dass bei diesem Prozess vorwiegend flüssige Phasen beteiligt sind. Diese lassen sich z.B. durch große Siedepunktunterschiede verhältnismäßig leicht voneinander abtrennen und garantieren hohe Reinheit im Produkt.<sup>4 5</sup> Als Grundprinzip kann ein Wechselspiel von Verdampfen und Kondensieren des Flüssigkeitsgemisches genannt werden, welches seit vermutlich mehr als 3000 Jahren praktiziert wird.<sup>6</sup> Die Entwicklung, anfänglich den Alchemisten überlassen, erlebte um 1880 ihre große Revolution in Bezug auf Feed-/Produktmengen, deren Ausbeute und Reinheit im Flüssigkeitsgemisch bzw. Destillat.<sup>7</sup> Bei der Destillation werden Flüssigkeiten

---

<sup>3</sup>Vgl. Schönbacher, 2002 [S.352]

<sup>4</sup>Vgl. Mersmann, Kind und Stchlmaier, 2005 [S.225 ]

<sup>5</sup>Vgl. Mersmann, Kind und Stchlmaier, 2005 [S.226]

<sup>6</sup>Vgl. Young und Prahl, 1932 [S.3]

<sup>7</sup>Vgl. Vauck und Müller, 1992 [S.695]

bis zum Siedepunkt erhitzt. Die aufsteigenden Dämpfe werden kondensiert und als Destillat abgeführt.<sup>8</sup> Sowohl das über den Kopf abgeführte Destillat als auch das im Sumpf verbleibende Medium können als Produkt definiert werden. Üblicherweise wird jedoch das Kopfprodukt/Destillat auf Grund der Reinheit als Zielprodukt spezifiziert.

Bezeichnung für	
Sumpf	Kopfprodukte
Vorlage	Destillat
Feed	Produkt

Tabelle 2.1: Destillationsbezeichnungen

## 2.1.2 Destillationsformen

Destillation kann als Sammelbegriff für viele Destillationsmechanismen angesehen werden. Liegen Siedepunkte der zu trennenden Komponenten im Flüssigkeitsgemisch weit auseinander, besteht der Dampf fast ausschließlich aus der tiefsiedenden Komponente. Wird dieser Dampfstrom durch Kondensation sofort verflüssigt, weist das Destillat hohe Reinheit auf. Dieses Vorgehen wird als Einphasenstromdestillation oder „einfache Destillation“ bezeichnet.<sup>9</sup> Der Dampfstrom tritt nicht mit dem entgegenströmenden Kondensat (Rücklauf) in Kontakt, lässt sich aber auf Grund chemisch-physikalischer Gesetzmäßigkeiten (zB. Wärmeverlust und Schwerkraft) nicht ausschließen.

Dieser als Rücklauf definierte Kondensatstrom kommt jedoch bei dem Trennverhalten (Stoffaustausch) nicht merklich zur Geltung.<sup>10</sup> Bei der Erzeugung von Genussalkohol wird vorwiegend die Methode der „einfachen Destillation“ verwendet.

Wird der aufsteigende Dampf oder das aufsteigende Dampfgemisch kondensiert und eine definierte Menge des Destillats dem Destillationsprozess zurückgeführt, spricht man von einer Gegenstrom- oder Zweiphasendestillation. Dabei stehen der flüssige, zurückgeführte Anteil (Rücklauf) und der aufsteigende Dampf intensiv in Kontakt. Durch den dabei existierenden Wärme- und Stoffaustausch zwischen

<sup>8</sup>Vgl. Fleischhauer, 2007 [S.172]

<sup>9</sup>Vgl. Vauck und Müller, 1992 [S.695]

<sup>10</sup>Vgl. Vauck und Müller, 1992 [S.695]

Dampf- und Flüssigphase ist man in der Lage hochreine Produkte zu destillieren.<sup>11</sup> Forciert man diesen Stoffaustauscheffekt und stellt diesem Prozess zusätzliche Stoffaustauschfläche zur Verfügung, wird dies in der Verfahrenstechnik als Rektifikation bezeichnet. Im Vergleich zur einfachen Destillation kann die Rektifikation als Mehrfachdestillation bezeichnet werden.

Verfügt die Einfach- oder Mehrfachdestillation über eine konstante Zufuhr des Stoffgemisches (Feed), bezeichnet man dies als kontinuierliche Arbeitsweise. Wird jedoch ein Feed vorgelegt, zum Beispiel in einer Destillationsblase, spricht man von einer diskontinuierlichen Destillation.

### Diskontinuierliche Arbeitsweise

Die diskontinuierliche Arbeitsweise wird auch als Chargendestillation bezeichnet. Dabei wird das Ausgangsgemisch<sup>12</sup> (binäre oder Multikomponentengemische) in eine Blase vorgelegt, es existiert kein Feedstrom<sup>13</sup>. Das Volumen solcher Blasen kann baulich flexibel gestaltet werden. Die Blasenfüllung sollte jedoch nicht mehr als 75% des Blasenvolumens annehmen.<sup>14</sup> Mit fortlaufendem Destillationsprozess ändern sich im Chargenbetrieb die Vorlagemenge und Vorlagezusammensetzung. Bei einfacher Destillation mit diskontinuierlicher Arbeitsweise ist zusätzlich mit stetiger Änderung der Produktzusammensetzung zu rechnen.

Das Vorlagegemisch wird indirekt beheizt. Rauchgase, Heißdampf, Thermoöle oder elektrische Energie sind die in der Technik verwendeten Energiequellen.<sup>15</sup> Bei der Wahl des Wärmeträgers kann man heute auf ein großes Portfolio zugreifen. Heizmäntel, Heizpilze oder in die Vorlage eingesetzte Rohrbündel sind Beispiele dafür. Versetzt man das Vorlagemedium durch Rühren in Bewegung, kann eine gute Durchmischung und eine ebenso gute Wärmeübertragung gewährleistet werden.

Zur Verflüssigung bzw. Kondensation des Dampfes werden Wärmetauscher eingesetzt. Die Oberflächenkondensation ist ein Teil des Arbeitsmechanismus.<sup>16</sup> Betrieben werden solche Kondensatoren/Wärmetauscher meist im Gegen-, Kreuz- oder Gleichstrom.

<sup>11</sup>Vgl. Schönbacher, 2002 [S.353]

<sup>12</sup>=Vorlagegemisch

<sup>13</sup>Vgl Schönbacher, 2002 [S.353]

<sup>14</sup>Vgl. Vauck und Müller, 1992 [S.697 ff.]

<sup>15</sup>Vgl. Mersmann, Kind und Stichlmair, 2005 [S.240]

<sup>16</sup>Vgl. Mersmann, Kind und Stichlmair, 2005 [S.240 f.]

## Aufbau einer diskontinuierlichen Destillationsanlage

1. Heizung
2. Brennraum/Blase
3. Säule
4. Kondensator
5. Ablaufvorrichtung
6. Rücklaufteiler (*optional*)

## Einphasenstromdestillation

Bei der einfachen Destillation wird die Vorlage erhitzt und zum Sieden gebracht. Der dabei entstehende Dampf wird über einen Aufsatz (Säule, Helm,...) zum Kondensator geleitet, dort verflüssigt und abgeleitet. Charakteristikum der einfachen Destillation ist die stetige Änderung der Dampf- und somit auch stetige Änderung der Destillatzusammensetzung. Lediglich bei großen Siedepunktunterschieden kann mit dieser Methode eine tolerierbare Reinheit im Produkt gewährleistet werden.<sup>17</sup>

## Rektifikation

Rektifikation (*recte facere*) bedeutet „berichtigen“, „verbessern“. Man versteht darunter eine Konzentrationssteigerung im Destillat, welche über die einfache Destillation hinausgeht. Sie ist jene Destillationsform, die am leistungsfähigsten arbeitet.<sup>18</sup> Der Aufbau einer diskontinuierlichen Rektifikationskolonne ist einer Einstromdestillationsanlage sehr ähnlich. Die Rektifikation arbeitet nach dem Gegenstromprinzip. Der durch Kontakt von Flüssig- und Dampfphase hervorgerufene Stoffaustausch, erlaubt es Vielstoffgemische in Fraktionen zu zerlegen.<sup>19</sup>

Dieser Arbeitsmechanismus erlaubt fast vollständiges Trennen binärer Vorlagegemische in einem Arbeitsgang.<sup>20</sup> Rektifikationskolonnen arbeiten wie folgt: Zwischen Vorlagebehälter und Kondensator befindet sich die Destillationssäule. In diesem Teil

<sup>17</sup>Vgl. Mersmann, Kind und Stichelmaier, 2005 [S.240 f.]

<sup>18</sup>Vgl. Mersmann, Kind und Stichelmaier, 2005 [S.244 f.]

<sup>19</sup>Vgl. Mersmann, Kind und Stichelmaier, 2005 [S.302]

<sup>20</sup>Vgl. Kortüm und Hertha, 1952 [S.300]

der Anlage treffen der aufsteigende Dampf und das zurückgeführte Destillat aufeinander. Durch das Aufeinandertreffen kommt es zu einem intensiven Wärme- und Stoffaustausch. Im Vergleich zur einstufigen Destillation ist dieser zurückgeführte Destillatanteil einstellbar. Um den Stoffaustausch zu intensivieren, muss die Durchdringung der Dampf- in die Flüssigphase gewährleistet sein. Ausschlaggebend dabei ist die vorhandene Kontaktfläche (Phasengrenzfläche, Stoffaustauschfläche) in der Destillationssäule. Durch Kolonneneinbauten kann die Stoffaustauschfläche künstlich vergrößert werden.

Beim Rektifikationsmechanismus verhält sich ein Gemisch aus Methanol, Ethanol und Wasser folgendermaßen: Die höhersiedende Komponente (Wasser) kondensiert am entgegenkommenden Flüssigkeitsstrom. Tiefsieder (Ethanol, Methanol) werden im Dampf angereichert. Prinzipiell kann die Rektifikation als Aneinanderreihung von einfachen Destillationskolonnen angesehen werden.

## 2.2 Thermodynamik

### 2.2.1 Phasengleichgewicht

Sind zwei Phasen fest/flüssig, flüssig/flüssig, flüssig/dampförmig im Gleichgewicht, muss folgende Beziehung erfüllt sein.

**Das Thermodynamische Gleichgewicht gilt wenn:** <sup>21</sup>

$$\begin{array}{ll} \alpha, \beta & \text{Phasen} \\ T^\alpha = T^\beta & \text{Temperatur} \\ p^\alpha = p^\beta & \text{Druck} \\ \mu_i^\alpha = \mu_i^\beta & \text{Chemisches Potential} \end{array}$$

Sowohl Temperatur als auch Druck müssen in den teilnehmenden Phasen ident sein. Weiters darf keine Reaktion ablaufen oder Stoffaustausch unter den beteiligten Phasen stattfinden - das chemische Potential muss 0 sein. Sind diese Bedingungen erfüllt, befindet sich ein System im thermodynamischen Gleichgewicht.

Bei jeglicher Art der Destillation liegen Flüssigkeit und Dampf nebeneinander vor. Somit ist die Kenntnis des Dampf-Flüssig-Gleichgewichts (VLE - Vapour Liquid

<sup>21</sup>Vgl. Gmehling und Kolbe, 1992 [S.12 ff.]

Equilibrium) eine Notwendigkeit. Die Gleichgewichtsbeziehung für ein VLE lässt sich wie folgt beschreiben.

**VLE wird beschrieben durch:** <sup>22</sup>

$$\begin{array}{ll} L, V & \text{Liquid, Vapour} \\ T^L = T^V & \text{Temperatur} \\ p^L = p^V & \text{Druck} \\ f^L = f^V & \text{Fugazität} \end{array}$$

Neben gleicher Temperatur und Druck, muss die Flüssigphase (L) und Dampfphase (V) gleiche Werte für die Fugazität  $f$  besitzen.

### Definition von Hilfsgrößen

Die Fugazität  $f$  ist eine von *Lewis* definierte Hilfsgröße zur einfachen Beschreibung des chemischen Potentials von realen Fluiden.<sup>23</sup> In weiterer Folge wird auf Hilfsgrößen zur Beschreibung der Fugazität eingegangen. Die Gibbsche Enthalpie ist wie die Fugazität ein thermodynamisches Potential. Sie beschreibt den energetischen Zusammenhang zwischen den Zustandsgrößen Temperatur, Druck und Stoffmenge.

$$dG = -SdT + VdP + \sum \mu_i dn_i \quad (2.1)$$

$$G = G(T, P, n_i) \quad (2.2)$$

$-SdT$       *thermodynamisches Potential*

$VdP$       *thermodynamisches Potential*

$\sum \mu_i dn_i$       *Bildungsenergie*

Die Fugazität lässt sich mit der Gibbschen Energie wie folgt in Zusammenhang bringen ( $T = \text{konstant}$ ).

<sup>22</sup>Vgl. Gmehling und Kolbe, 1992 [S.12]

<sup>23</sup>Vgl. Gmehling und Kolbe, 1992 [S.24]

**Fugazität und Gibbs:** <sup>24</sup>

$$dg = RT \ln f \quad (2.3)$$

$dg$	Änderung Gibbs
$R$	Gaskonstante
$T$	Temperatur
$f$	Fugazität

Durch Einführen des Fugazitätskoeffizienten ergibt sich für die Darstellung der Fugazität Folgendes:

$$\varphi = \frac{f}{P} \quad (2.4)$$

$\varphi$	Fugazitätskoeffizient
$P$	Druck
$f$	Fugazität

Die Fugazität stellt in diesem Fall eine Druckkorrektur dar. Im idealen Fall einer Mischung entspricht die Fugazität dem Dampfdruck. Im realen Gemisch ist dies nicht der Fall.

Durch Einführen des Aktivitätskoeffizienten  $\gamma$  kann der Zusammenhang zwischen Aktivität  $a$  und Konzentrationsmaß  $\zeta$  beschrieben werden.<sup>25</sup> Durch den Aktivitätskoeffizienten kann die Abweichung realer Mischungen von idealen Mischungen beschrieben werden.<sup>26</sup> Definiert wird  $\gamma$  wie folgt:<sup>27</sup>

$$a_i = \frac{f_i}{f_i^0} \quad (2.5)$$

$$\gamma_i = \frac{a_i}{\zeta_i} \quad (2.6)$$

$a_i$	Aktivität
$f_i$	Fugazität
$f_i^0$	Standardfugazität
$\gamma_i$	Aktivitätskoeffizient
$\zeta_i$	Konzentrationsmaß

<sup>24</sup>Vgl. Gmehling und Kolbe, 1992 [S.9]

<sup>25</sup>Vgl. Wagner, 1975 [S.118]

<sup>26</sup>Vgl. Wagner, 1975 [S.119]

<sup>27</sup>Vgl. Sattler, 2001 [S.83]

$\zeta$  kann ein beliebiges Konzentrationsmaß annehmen, üblicherweise wird auf Molbasis  $x_i, y_i$  oder Massenis  $w_i$  zurückgegriffen.  $f_i^0$  beschreibt hierbei einen frei wählbaren Standardzustand. Dabei muss jedoch die Temperatur des gewählten Zustandes beachtet werden. Die Temperatur des gewählten Standardzustandes muss gleich der Temperatur der Mischung entsprechen. Der Standardzustand kann wie folgt beschrieben werden:<sup>28</sup>

$$f_i^0(p_i^S) = f_i^S = \varphi_i^S p_i^S \quad (2.7)$$

$f_i^0$	Standardfugazität
$\varphi_i^S$	Sättigungszustand Fugazitätskoeffizient
$p_i^S$	Sättigungsdampfdruck
$f_i^S$	Fugazität im Sättigungszustand

Die Sättigungsbedingungen (Druck und die daraus resultierende Temperatur) entsprechen nicht den Systembedingungen. Je nach Systemdruck erfährt die Komponente, ausgehend vom Sättigungszustand, eine Expansion oder Kompression.<sup>29</sup> Um diesen Übergang zu beschreiben wird ein Korrekturfaktor, der *Poyntingfaktor*  $Poy_i$ <sup>30</sup>, eingeführt.

$$Poy_i = e^{\frac{v_i^L(p-p_i^S)}{RT}} \quad (2.8)$$

$Poy_i$	Poyntingfaktor
$v_i$	Molares Volumen der Komponente
$P$	Systemdruck
$p_i^S$	Sättigungsdampfdruck
$p - p_i^S$	Druckkorrektur
$R$	Gaskonstante
$T$	Systemtemperatur

Durch Einführen des Realfaktors<sup>31</sup>  $\Phi$  wird die später aufgezeigte Gleichgewichtsbeziehung vereinfacht.

<sup>28</sup>Vgl. Gmehling und Kolbe, 1992 [S.94]

<sup>29</sup>Vgl. Gmehling und Kolbe, 1992 [S.105]

<sup>30</sup>Beschreibt die Standardfugazität bei Systemdruck und Systemtemperatur

<sup>31</sup>Vgl. Schönbacher, 2002 [S.286]

$$\Phi_i = \frac{Poy_i \varphi_i^S}{\varphi_{i,(V,L)}} \quad (2.9)$$

$\Phi_i$	<i>Realfaktor</i>
$Poy_i$	<i>Poyntingfaktor</i>
$\varphi_i^S$	<i>Sättigungszustand Fugazitätskoeffizient</i>
$\varphi_{i,V,L}$	<i>Fugazitätskoeffizient Dampfphase, Flüssigphase</i>

## 2.2.2 Dampf-Flüssig-Gleichgewicht

Wie zuvor beschrieben, muss bei Phasengleichgewicht Temperatur  $T$ , Druck  $P$  und Fugazität  $f$  gleiche Werte aufweisen. Die zuvor definierten Größen und Hilfsgrößen werden nun in Zusammenhang gebracht.

Zur Beschreibung der Flüssigphase  $L$  wird die Methode mit Aktivitätskoeffizienten  $\gamma_i$  am häufigsten verwendet.<sup>32</sup> Wie bereits bekannt, wird neben dem Aktivitätskoeffizienten noch die Standardfugazität benötigt. Zusätzlich muss der gewählte Standardzustand auf Systembedingungen, bezogen auf Druck und Temperatur, normiert werden. Um dies zu erreichen wird mit dem Poyntingfaktor korrigiert und mit dem Realfaktor vereinfacht.

Die reale Gas- bzw. Dampfphase  $V$  wird durch den Fugazitätskoeffizienten beschrieben. Die Beschreibung der Flüssigphase erfolgt durch den Aktivitätskoeffizienten. Dieses Vorgehen beschreibt Systeme mit niedrigem Betriebsdruck nahezu perfekt.<sup>33</sup> Neigen die Komponenten nicht zur Assoziation<sup>34</sup>, kann unter diesen Bedingungen der Realfaktor mit 1 bewertet werden. Mit diesen Annahmen lässt sich das VLE wie folgt darstellen:

<sup>32</sup>Vgl. Gmehling und Kolbe, 1992 [S.110]

<sup>33</sup>Vgl. Schönbacher, 2002 [S.285 f.]

<sup>34</sup>zwischenmolekulare Kräfte

$$f_i^L = f_i^V \quad (2.10)$$

$$x_i \cdot \gamma_i \cdot f_i^0 = \varphi_i^S \cdot y_i \cdot P \quad (2.11)$$

$$x_i \cdot \gamma_i \cdot \varphi_i^S \cdot P_i^S \cdot e^{\frac{v_i^L(p-p_i^S)}{RT}} = \varphi_i^S \cdot y_i \cdot P \quad (2.12)$$

$$x_i \cdot \gamma_i \cdot \varphi_i^S \cdot P_i^S \cdot P_0 y_i = \varphi_i^S \cdot y_i \cdot P \quad (2.13)$$

$$x_i \cdot \gamma_i \cdot P_i^S \cdot \Phi_i = y_i \cdot P \quad (2.14)$$

$$x_i \cdot \gamma_i \cdot P_i^S = y_i \cdot P \quad (2.15)$$

Für diese gewählte Methode zur Darstellung des Dampf-Flüssig-Gleichgewicht ist die Kenntnis des Aktivitätskoeffizienten notwendig. Ebenso gibt es Möglichkeiten, beide Phasen ( $V,L$ ) mit Fugazitätskoeffizienten zu beschreiben. Auswahlkriterium dafür sind die teilnehmenden Komponenten und deren Aggregatzustand.

### Beschreibung Modelle

Es gibt ein großes Portfolio an Modellen und Ansätzen zur Berechnung von realen Mischungen. Solche Berechnungen können iterativ oder mit kubischen Zustandsgleichungen erfolgen. Beide Möglichkeiten (iterativ und kubisch) können das PVT-Verhalten<sup>35</sup> beteiligter Phasen als Funktion von  $p$ ,  $T$  und  $x$ ,  $y$  beschreiben.<sup>36</sup>

Jedes Modell ist vor Anwendung kritisch zu hinterfragen und auf seine Tauglichkeit für das Stoffsystem und die Betriebsbedingungen zu prüfen. Etablierte Modelle beschreiben Systeme mit geringem Druck nahezu perfekt, neigen aber dazu bei höheren Druckbedingungen zu versagen.<sup>37</sup>

Die in der Praxis etabliertesten Zustandsgleichungen zur Beschreibung von VLEs sind ( $SRK$ ), Peng-Robinson ( $PR$ ) und  $NRTL$ .<sup>38</sup>

### Darstellung von VLEs

Die grafische Darstellung von VLEs lässt sich bei vorhandenen Gleichgewichtsdaten leicht realisieren und findet in der Praxis bei der Bewertung von Stoffgemischen

<sup>35</sup>Über das PVT-Verhalten lässt sich der thermodynamische Zustand beschreiben.

<sup>36</sup>Vgl. Schönbacher, 2002 [S.309]

<sup>37</sup>Vgl. Gmehling und Kolbe, 1992 [S.118]

<sup>38</sup>Vgl. Schönbacher, 2002 [S.309]

und der Auslegung von Prozessen großen Anklang. Das Temperaturdiagramm (Siedediagramm) und das Zusammensetzungsdiagramm sind für die Destillation die fundamentalsten Diagrammtypen.<sup>39</sup> Beide Diagrammtypen beschreiben den Zusammenhang zwischen einer siedenden und einer kondensierenden Komponente.

### Siedediagramm

Im Siedediagramm wird die Siedetemperatur  $T_S$  (mit der Zusammensetzung  $x$  der Flüssigphase) und die Kondensationstemperatur (Tautemperatur)  $T_K$  (mit der Zusammensetzung der Dampfphase  $y$ ), bei konstantem Systemdruck und unter Gleichgewichtsbedingungen grafisch in Zusammenhang gebracht.  $x$  und  $y$  beschreiben die Molanteile der leichter flüchtigen Komponente.<sup>40</sup>

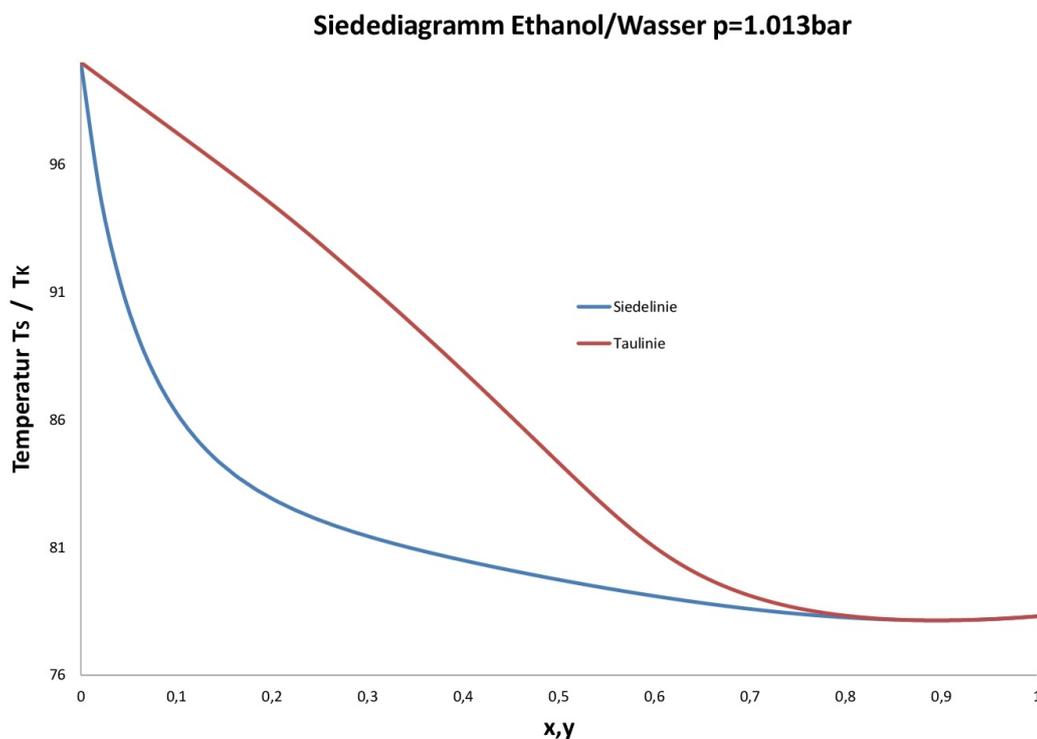


Abbildung 2.1: Siedediagramm

Abbildung 2.1 zeigt ein Siedediagramm für die binäre Mischung von Ethanol und Wasser bei 1,013 bar Systemdruck.

<sup>39</sup>Vgl. Christen, 2010 [S.418]

<sup>40</sup>Vgl. Christen, 2010 [S.416]

## Zusammensetzungsdiagramm

Das Zusammensetzungsdiagramm, oder  $x, y$  Diagramm, wird in der Technik als McCabe-Thiele Diagramm bezeichnet. Es wurde von den Herren McCabe und Thiele erstmals in dieser Form verwendet und nach ihnen benannt.<sup>41</sup> Die Darstellungsform der Dampfphase  $y$  im Gleichgewicht als Funktion der Flüssigphase  $x$ , bei konstantem Systemdruck, ist charakteristisch. Diese Art der Darstellung findet vor allem bei realen Mischungen große Verwendung.<sup>42</sup>

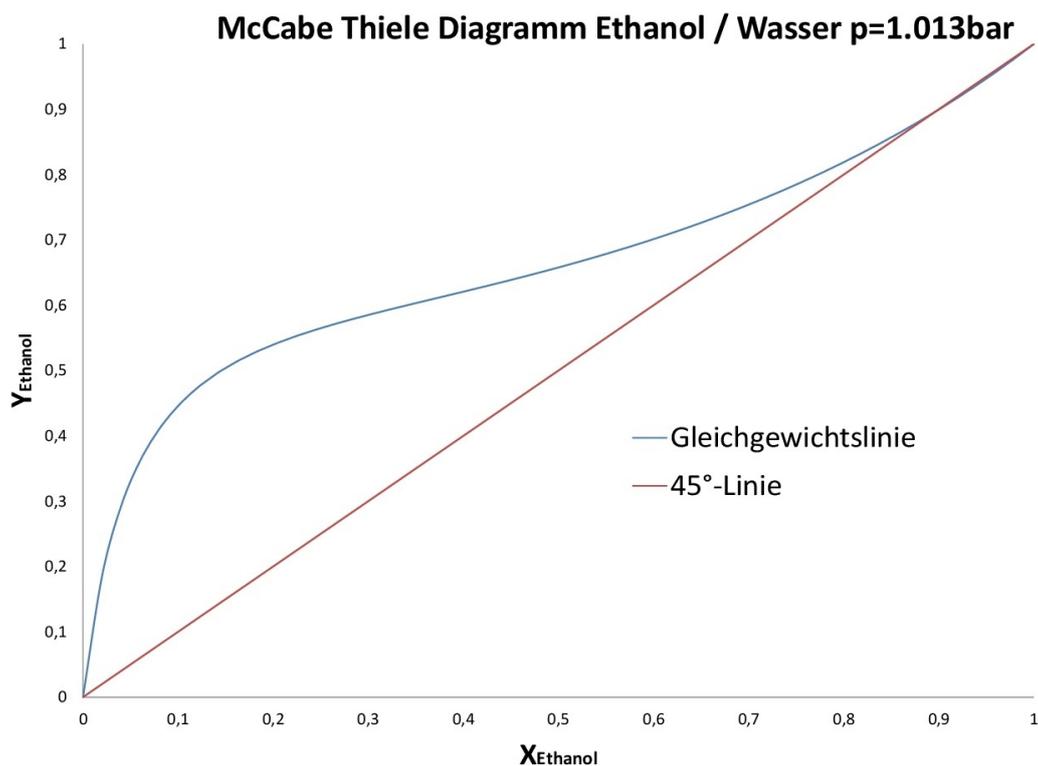


Abbildung 2.2: McCabe-Thiele

Verläuft die Gleichgewichtslinie,  $y = f(x)$ , oberhalb der  $45^\circ$  Linie kann die Trennung der Komponenten gewährleistet werden. Wird sie von der Gleichgewichtslinie geschnitten, sind die Zusammensetzungen der Flüssig- und Dampfphase im Schnittpunkt ident  $x = y$ . Eine destillative Trennung kann in diesem Fall nicht durchgeführt werden. Die  $45^\circ$  Linie dient als Hilfslinie und folgt der Gesetzmäßigkeit von  $x = y$ . Sie wird zur besseren Veranschaulichung immer miteingezeichnet.<sup>43</sup>

<sup>41</sup>Vgl. Christen, 2010 [S.409]

<sup>42</sup>Vgl. Vauck und Müller, 1992 [S.715]

<sup>43</sup>Vgl. Christen, 2010 [S.419]

## 3 Verfahrenstechnische Beschreibung der Destillation

In diesem Kapitel werden, aus der Sicht der Verfahrenstechnik, die wichtigsten Thermischen Vorgänge von einfachen Alkoholdestillationsanlagen und Verstärkerdestillen beschrieben. Zusätzlich wird die Arbeitsweise beider Destillationstypen erläutert. Auf essentielle Prozessgrößen<sup>44</sup> wird eingegangen. Mit dem Mc-Cabe-Thiele Verfahren wird eine verfahrenstechnische Möglichkeit zur grafischen Behandlung des Destillationsprozesses gezeigt.

---

<sup>44</sup>wie Rücklaufverhältnis oder Trennstufe

## 3.1 Einfache Alkoholdestillationsanlagen

In [Abbildung 3.1](#) wird das Arbeitsschema einer einfachen Alkoholdestillationsanlage gezeigt.

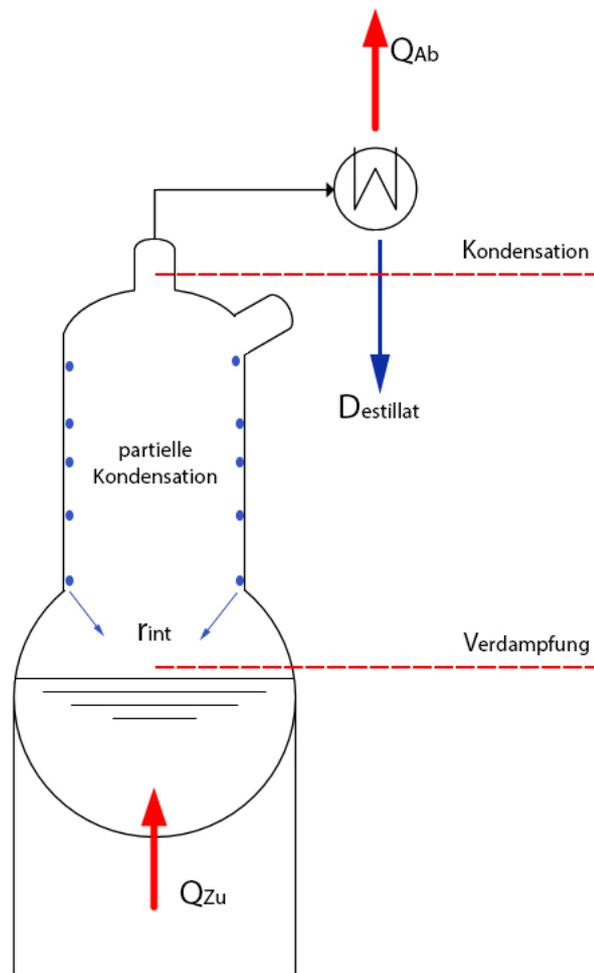


Abbildung 3.1: Schema einer einfachen Alkoholdestillationsanlage

Neben Verdampfung und Kondensation wird auf die Vorgänge zwischen Verdampfungs- und Kondensationsoberfläche eingegangen.

### 3.1.1 Verdampfung

Wird ein Flüssigkeitsgemisch durch Zufuhr von Wärme vom liquiden Zustand in den dampfförmigen Zustand übergeführt, spricht man von *Verdampfen*.<sup>45</sup> Erhöht

<sup>45</sup>Vgl. Christen, 2010 [S.374]

man die Wärmezufuhr, erhöht sich die Temperatur im Flüssigkeitsgemisch. Erreicht diese Temperatur die Siedetemperatur einer oder mehrerer Komponenten des Gemisches, verdampfen diese oder im Extremfall eine davon. Der Dampfdruck hat damit auch den Systemdruck erreicht.<sup>46</sup> Die Verdampfung an sich kann bereits als thermisches Trennverfahren betrachtet werden. Liegen die Siedetemperaturen zweier Komponenten in einem Gemisch weit voneinander entfernt und wird die höhersiedende Komponente als Produkt benötigt, kann die niedriegsiedende Komponente *abgedampft* werden. Verdampft eine Flüssigkeit unterhalb der Siedetemperatur, spricht man von *verdunsten*. Verdampft eine Flüssigkeit bei Siedetemperatur oder knapp darüber, spricht man von *sieden*.<sup>47</sup>

### 3.1.2 Kondensation

Beim Kondensationsvorgang wird ein dampfförmiges Gemisch durch Entzug von Wärme in den flüssigen Aggregatzustand übergeführt.<sup>48</sup> Physikalisch gesehen beschreibt die Kondensation die Umkehrfunktion zur Verdampfung. Absolut gesehen muss bei der Kondensation jene Energie abgezogen werden, welche bei der Verdampfung hinzugefügt worden ist (Kondensationsenthalpie = Verdampfungsenthalpie<sup>49</sup>).<sup>50</sup> Dieser Mechanismus kann durch *a*) Verringern der Temperatur oder *b*) Erhöhen des Systemdrucks herbeigeführt werden. Eine Kombination aus *a* und *b* wird als Mischkondensation bezeichnet. Bei der Destillation unter atmosphärischen Bedingungen findet ausschließlich *a* Anwendung.

Durch die Kondensation wird Dampf an der Kondensationsoberfläche in den flüssigen Zustand übergeführt. Dieser Vorgang kann auf zwei Arten erfolgen. Bilden sich an der Kondensationsoberfläche vorwiegend Tropfen, spricht man von einer Tropfenkondensation. Entsteht ein Kondensatfilm, wird dies als Filmkondensation bezeichnet. Anstrebsamer ist die Tropfenkondensation, da der Wärmeübergangskoeffizient<sup>51</sup> größer ist. Der Kondensatfilm stellt sich im Vergleich als zusätzliche Hürde dar.<sup>52</sup> Die Aufrechterhaltung der Tropfenkondensation ist technisch gesehen schwer zu realisieren. Das gebildete Kondensat wird bei zunehmender Tropfengröße

---

<sup>46</sup>Vgl. Stichlmair, 2010 [S.385]

<sup>47</sup>Vgl. Christen, 2010 [S.375 ff.]

<sup>48</sup>Vgl. Christen, 2010 [S.391 ff.]

<sup>49</sup>Enthalpie ist ein Maß für den Energiegehalt bei einem thermodynamischen Zustand.

<sup>50</sup>Vgl. Kortüm und Hertha, 1952 [S.87]

<sup>51</sup>beschreibt die Intensivität des Wärmeübergangs

<sup>52</sup>Vgl. Mersmann, Kind und Stichlmair, 2005 [S.197]

abfließen und dadurch einen Kondensatfilm auf die Kondensationsoberfläche auftragen. Durch die Kondensationsoberflächeneigenschaften (zB. Rauigkeiten) kann dem entgegengewirkt werden.

### Kälteträger

Als Kälteträger sollen Medien verwendet werden die auf den Prozess abgestimmt sind. Bei Lebensmittelprozessen sollte beispielsweise auf giftige Kälteträger verzichtet werden. Für die Kondensation von Genussalkohol wird Frischwasser eingesetzt.

### Kondensatoren

Bei der Konstruktion von Kondensatoren sind Arbeitsdruck und Kühlmethode die wichtigsten Parameter.<sup>53</sup> Oberflächenkondensatoren ordnet man den indirekten Wärmeüberträgern zu - sie ermöglichen die Gewinnung reiner Kondensate.

### 3.1.3 Partielle Kondensation in Prozessen

Unter partieller Kondensation versteht man in der Technik eine Teilkondensation eines Dampfgemisches.<sup>54</sup> Dieser Effekt kann gezielt erfolgen oder durch Zufall geschehen. Kondensation tritt nur ein, wenn die thermodynamischen Gesetzmäßigkeiten es erlauben (Temperaturgefälle und Druck). Zufällige partielle Kondensation kann beispielsweise in schlecht isolierten Dampfräumen oder in Totzonen ausgelöst werden.<sup>55</sup> Bei einfachen Schnapsdestillen ist dieser Effekt erwünscht,<sup>56</sup> bei Industrieanlagen ungern gesehen. Bei zufälliger Kondensation in Dampfräumen wird dadurch zwar die Produktqualität verbessert, jedoch bleibt dem Betreiber die Reproduzierbarkeit bzw. Beeinflussung vorenthalten. Chemisch gesehen wird bei der partiellen Kondensation in Dampfräumen das Dampfgemisch mit der leichtsiedenden Komponente angereichert und führt nach totaler Kondensation zur höheren Produktreinheit. Eine bedingte Beeinflussung der partiellen Kondensation ist durch Dephlegmatoren gegeben.

---

<sup>53</sup>Vgl. Vauck und Müller, 1992 [S.530]

<sup>54</sup>Vgl. Schönbacher, 2002 [S.352]

<sup>55</sup>Vgl. Vauck und Müller, 1992 [S.531]

<sup>56</sup>Vgl. Pischl, 2008 [S. 72]

### 3.1.4 Rücklauf und interner Rücklauf

#### Rücklauf

Bei der Destillation muss der Dampfstrom den Weg von der Verdampfungsoberfläche zur Kondensationsoberfläche zurücklegen. Der Dampf oder das Dampfgemisch durchwandert dabei die Destillationssäule bzw. den Dampfraum. Unter adiabaten Bedingungen<sup>57</sup> wird das gesamte Dampfgemisch durch Kondensation verflüssigt und als Destillat ab- oder zum Teil zurückgeführt. Da adiabate Bedingungen nur in der Theorie beständig sind, wird der aufsteigende Dampfstrom partiell in der Destillationssäule kondensieren. Dieses Kondensat wird auf Grund der gravitativen Gesetzmäßigkeiten abfließen und in der Vorlage wieder verdampft. In der Verfahrenstechnik wird der dem Dampfgemisch entgegenströmende Kondensatfilm als Rücklauf bezeichnet.

#### Interner Rücklauf

Als interner Rücklauf wird in der Verfahrenstechnik jener Kondensatstrom definiert, welcher sich von der Verdampfungsoberfläche bis hin zur Kondensationsoberfläche von Natur aus bildet, ohne diesen bewusst zu forcieren bzw. zu verstärken. Will man den internen Rücklauf als Parameter verdeutlichen, wird dies durch [Gleichung 3.1](#) gezeigt.<sup>58</sup>

$$r_{int} = \frac{L}{V} \quad (3.1)$$

Dabei wird das Verhältnis von zurückfließendem Kondensatstrom zu aufsteigendem Dampfstrom gebildet. Die Basis hierbei sind die jeweiligen Molenströme. Der interne Rücklauf kann einen Wert zwischen 0 und 1 annehmen. 0 würde hierbei keinen Rücklauf und 1 totalen Rücklauf bedeuten. Aus Sicht des Stoffaustausches steckt im internen Rücklauf sehr geringes Potential.

---

<sup>57</sup>adiabat = thermische Zustandsänderung, ohne Energie mit der Umgebung auszutauschen

<sup>58</sup>Vgl. Christen, 2010 [S.435 ff.]

## 3.2 Rektifikationskolonnen

Abbildung 3.2 zeigt das Arbeitsschema einer Rektifikationskolonne/Verstärkerdestille. Der wesentliche Unterschied von Verstärkerdestillen zur einfachen Alkoholdestille liegt innerhalb der Verdampfungs- und Kondensationsoberfläche.

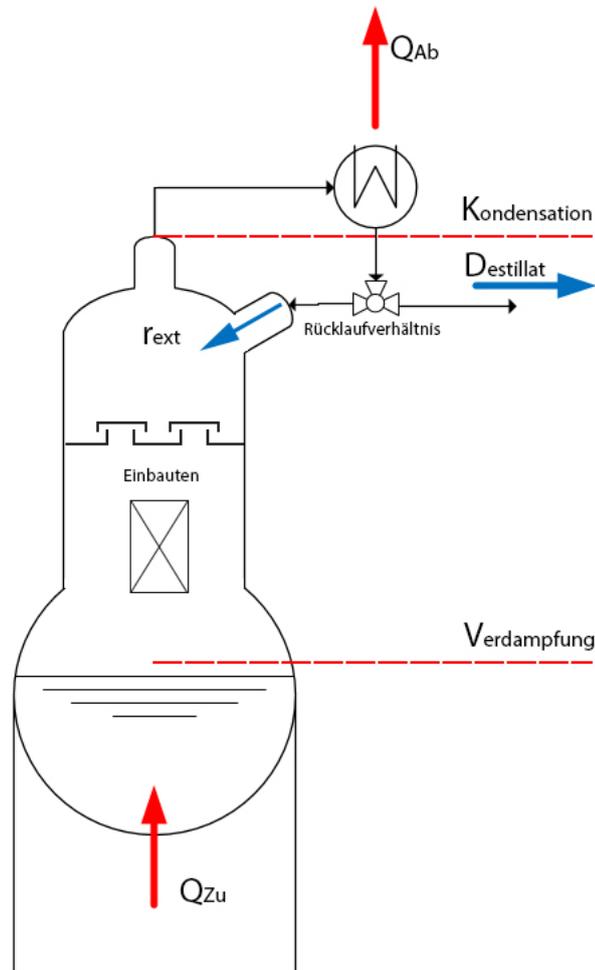


Abbildung 3.2: Arbeitsschema von Verstärkerdestillen

Um hohe Produktqualitäten zu erreichen, greift man in der Praxis auf die Mehrfachdestillation<sup>59</sup> zurück. Um hohe Reinheiten im Destillat zu gewährleisten wird bei Verstärkerdestillen der Stoffaustausch forciert. Der Stoffaustausch wird mit Einbauten und Rücklauf gewährleistet. Da für diese Operation der interne Rücklauf und die Stoffaustauschfläche nicht ausreichen, wird der Rücklauf extern vorgegeben und die Destillationsanlage mit Einbauten versehen.

<sup>59</sup>= Rektifikation = Verstärkerdestille

### 3.2.1 Externer Rücklauf

Extern bedeutet, dass der gesamte Dampfstrom am Kopf der Anlage kondensiert<sup>60</sup> und ein Teil des Destillates via Rücklaufvorrichtung<sup>61</sup> in die Destillationsanlage zurückgeführt wird. Dieser zurückgeführte flüssige Kondensatstrom steht in der Destillationssäule mit der Dampfphase im Gegenstromkontakt und ist durch seine Regelbarkeit nicht dem Zufall überlassen. Arithmetisch wird dies durch das Rücklaufverhältnis  $r$  dargestellt.

$$r = \frac{R}{D} \quad (3.2)$$

Gleichung 3.2 beschreibt das Verhältnis von Rücklaufmenge zur Destillatmenge. Im Gegensatz zum internen Rücklauf kann der externe Rücklauf zwischen 0 und  $\infty$  variieren.

### 3.2.2 Einbauten

Einbauten findet man nicht nur in Rektifikationskolonnen. Ist deren Bedarf gegeben, werden diese auch in einstufigen Destillationskolonnen verbaut.<sup>62</sup> Vorwiegend werden bei Destillationsanlagen Böden und Packungen verbaut. Packungen können in regelloser Anordnung (Füllkörper) oder in geordneter Struktur eingesetzt werden. Einbauten intensivieren den stetigen Wärme- und Stoffaustausch zwischen Dampf- und Flüssigphase. Damit dies bis ins Gleichgewicht gegeben ist muss Folgendes erfüllt sein.

**Die Intensivierung erfolgt durch:**<sup>63</sup>

1. Vergrößerung der Kontaktfläche
2. Vergrößerung der Kontaktzeit

---

<sup>60</sup>entspricht totaler Kondensation

<sup>61</sup>zB. Magnetventilschaltung

<sup>62</sup>Vgl. Fleischhauer, 2007 [S.199]

**Die Auswahl von Einbauten sollte nach folgenden Gesichtspunkten erfolgen:** <sup>64</sup>

1. Trennwirkung
2. Belastbarkeit (Dampfgeschwindigkeit und Rücklaufstromrate)
3. Druckverlust
4. Gemischeigenschaften (zB.: korrosiv, schäumend)
5. Kolonnenleistung (Reinheit)
6. Kosten

## Böden

Bei Einbauböden existiert eine Flüssigkeitszwangsführung. Das zurückgeführte Kondensat wird durch Zulauf- und Ablaufschächte vom nächst höheren Boden auf den nächsten transportiert. Durch Wehre vor dem Ablaufschacht (Siphon) wird ein definierter Flüssigkeitsstand auf dem Boden gewährleistet. Durch Schlitze, Bohrungen, Hälse oder Kappen (Dampfdurchtrittsöffnungen) wird der aufsteigenden Dampfphase die Dispergierung in die Flüssigphase ermöglicht. Es entsteht eine Sprudelschicht. In dieser findet der Wärme- und Stoffaustausch statt. In der Übergangsschicht/Beruhigungszone trennt sich die Dampf- von der Flüssigphase, ohne wesentlich zum Stoffaustausch beizutragen. Durch die Zwangsführung begegnen sich Flüssig- und Dampfphase im Kreuzstrom.<sup>65</sup>

Einbauböden sind in der Fertigung sehr aufwendig und geometrisch bis ins kleinste Detail definiert. Dementsprechend sind die Anschaffungskosten im Vergleich zu anderen Einbauten hoch.

## Füllkörper

Füllkörper lassen sich unterscheiden in Einsatz- oder Schütffüllkörper. Einsatzfüllkörper werden in der Technik auch als Packungen bezeichnet.<sup>66</sup>

## Schütffüllkörper

---

<sup>65</sup>Vgl. Sattler, 2001 [S.208]

<sup>66</sup>Vgl. Vauck und Müller, 1992 [S.738]

Diese Art von Füllkörpern sind in ihrer Geometrie gleich geformt und können zwischen 3 und 200 mm groß sein. Je nach Betriebsmedium können sie aus beliebigen Materialien wie Keramik, Glas, Kunststoff uvm. gefertigt werden.<sup>67</sup> Ihr Einsatzbereich beschränkt sich nicht nur auf die Destillation sondern ist für jegliche Art von Stoffaustauschprozesse geeignet. Je kleiner solche Füllkörper gestaltet sind desto ausgeprägter der Trenneffekt. Durch die regellose Anordnung ist keine Flüssigkeitszwangsführung gegeben. Die Flüssigphase folgt dem Weg des geringsten Widerstands. Die vier Grundtypen von Füllkörpern sind Raschigring, Pallring, Hackette und Sattel.<sup>68</sup>

### Packungen

Geordnete Packungen finden ihr Einsatzgebiet bei schwierigen Trennaufgaben. Niedriger Betriebsdruck oder hohe Rektifikationssäulen können solche Bedingungen sein. Bei der Herstellung finden Materialien wie Metalle, Kunststoffe, Keramik und Graphit Verwendung. Durch die aufwendige Herstellung erreichen Packungen ein Vielfaches an spezifischen Oberflächen, verglichen mit Füllkörpern. Sie besitzen eine hohe Trennwirkung, sind jedoch anfällig für Verschmutzungen und Verkrustungen. Der Stoffaustausch geschieht im Gegenstrom. Dabei verläuft die Flüssig- und Dampfphase zickzackförmig.<sup>69</sup> Den Weg dafür geben gefaltete Metallbänder vor. Damit wird eine Flüssigkeitszwangsführung realisiert.

---

<sup>67</sup>Vgl. Christen, 2010 [S.440]

<sup>68</sup>Vgl. Stichlmair, 2010 [S.327]

<sup>69</sup>Vgl. Christen, 2010 [S.444]

### 3.3 Stand der Technik

### 3.4 Aufbau von Genussdestillen

Grundsätzlich muss das Vorhandensein von wenigen Komponenten gegeben sein, um erfolgreich trinkfähigen Alkohol zu produzieren. [Abbildung 3.3](#) soll dies verdeutlichen.

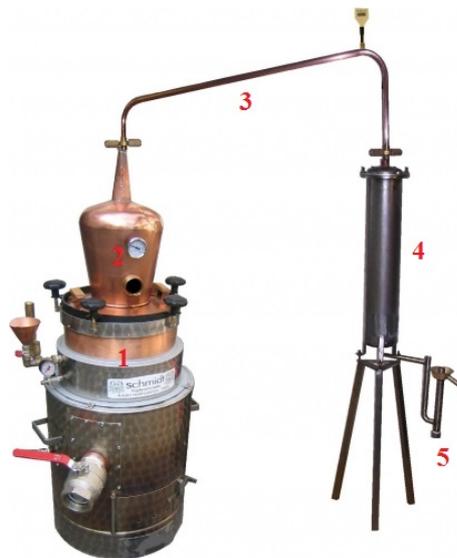


Abbildung 3.3: Klassische einstufige Destillationsanlage<sup>70</sup>

#### Aufbau einer handelsüblichen Schnapsdestillationsanlage

1. Brennblase/Brennraum
2. Helm/Dampfraum
3. Steig- und Geistrohr
4. Kühlvorrichtung
5. Ablaufvorrichtung

Der Aufbau der Alkoholdestillen hat sich über die Jahre nicht merklich geändert. Lediglich Destillationsanlagen der Chemieindustrie genossen größere Reformen. Klassische Schnapskessel wären auch nicht in der Lage große Produktmengen in

<sup>70</sup>[www.tiroler-kupferschmiede.com](http://www.tiroler-kupferschmiede.com)

höchster Produktreinheit zu erzeugen. Umso kritischer betrachtet werden muss daher die Beeinflussung der klassischen Genussalkoholdestillation durch die Chemieindustrie, deren Erkenntnisse oft willkürlich für die Schnapsfermentation übernommen wurden. Als Beispiel dafür sind die Einbauten zu nennen.

### 3.4.1 Brennblase

Die Brennblase, in der Technik Vorlagebehälter genannt, beinhaltet das zu verdampfende Medium, die Maische. Diese kann in rein flüssiger Form (zB. Apfelmost, Wein) oder in einer Kombination aus Feststoff<sup>71</sup> und Flüssigkeit vorkommen. Eine Energiequelle (Gasfeuerung, Ölfeuerung oder Holzfeuerung) mit Sitz unter der Brennblase erhitzt die Maische in der Brennblase. Solche Brennblasen werden oft aus Kupfer gefertigt. Kupfer eignet sich durch seine werkstoffspezifischen Eigenschaften, der Verformbarkeit und Wärmeleitfähigkeit, besonders gut zum Bau von Brennblasen.

Die Brennblase hat in diesem Zusammenhang die primäre Aufgabe des Wärmeüberträgers. Sie wird dadurch auch doppelwandig angefertigt. In den Hohlraum wird Wasser eingefüllt, das erhitzt wird. Durch das Doppelwandprinzip wird eine homogene Wärmeübertragung gewährleistet.

### 3.4.2 Helm

Der Helm ist eines der wichtigsten Elemente von handelsüblichen Schnapsdestillationsanlagen. Er schließt den Vorlagebehälter (die Brennblase) ab. Je nach Ausführung in Größe und Form, schafft er Volumen für das in der Brennblase verdampfte Medium. Nicht nur die Größe des Helms ist hierbei ausschlaggebend, sondern auch das Verhältnis zwischen Volumen und Oberfläche. Die Oberfläche des Helms dient dem Dampfgemisch als Grenzfläche zur Umgebung, auf dem das Dampfgemisch partiell kondensiert. Das an der Innenseite des Helms kondensierte Alkohol-Wassergemisch fließt zurück in die Brennblase. Wie im Kapitel Grundlagen definiert, entspricht dies dem internen Rücklauf  $r_{int}$ . Das Ausmaß des internen Rücklaufs beeinflusst die Produktreinheit. Je größer der interne Rücklauf, desto reiner das Produkt. Um den internen Rücklauf zu vergrößern, wurde vorwiegend in den Wintermonaten (kühle Umgebung) Alkohol destilliert. Man erwirkte damit ein größeres Temperaturgefälle für die Kondensation. Auch feuchte Tücher, welche auf den Helm

<sup>71</sup>beispielsweise gequetschtes, vergorenes Obst

gelegt werden, verstärken die Kühlung durch Verdunstungskühlung.

Es wurde sehr viel Energie in die Konstruktion solcher Helmformen gesteckt. Aus der Form des Helms kann jedoch letztlich nur sehr wenig Information für das interne Rücklaufverhalten gewonnen werden.<sup>72</sup> Rein aus der Form lassen sich keine verwertbaren Indikationen für die Qualität des Produktes ableiten.

### 3.4.3 Steig- und Geistrohr

Das Steig- bzw. das Geistrohr beschreibt die Verbindung vom Helm zur Kühlvorrichtung. Technisch gesehen ist es die letzte Hürde des Dampfes zur Kondensationsoberfläche. Idealerweise sollte das Geist- und Steigrohr der Geometrie des Helmes angepasst sein. Eine zu kleine Dimensionierung würde zu einem großen Druckverlust führen, der den Helm in seinem Temperaturprofil und somit auch die Brandqualität negativ beeinflussen würde. Aus verfahrenstechnischer Sicht sollte der Lage des Geistrohres mehr Aufmerksamkeit geschenkt werden. Als Vorbild könnte die Lage in [Abbildung 3.3](#) dienen. Das Geistrohr sollte vom Helm aus steigend zur Kühlvorrichtung montiert werden. Dadurch wird dem aufsteigenden Dampfgemisch wieder die Möglichkeit geboten zu kondensieren, um den internen Rücklauf zu erhöhen. So wird die Trennwirkung positiv beeinflusst. Der höchste Punkt des Geistrohres eignet sich am besten für die Montage eines Thermometers. Nur an diesem Messpunkt können Aussagen über die Alkoholkonzentration im Destillat getätigt werden.<sup>73</sup>

### 3.4.4 Kühlvorrichtung

Die Kühlung hat die Aufgabe das Dampfgemisch zu kondensieren. Durchgeführt wird dies mittels Oberflächenkondensation. Sie sollte möglichst rasch vonstatten gehen. Das Destillat soll die Kühlung möglichst kühl verlassen, da bei höheren Temperaturen im Produkt die Aromaqualität negativ beeinflusst wird.<sup>74</sup> Aromastoffe sind Niedrigsieder, die sich bereits bei Raumtemperatur verflüchtigen. Durchgesetzt hat sich der Schlangenkühler im Gegenstrombetrieb, welcher bis zu zwei Meter hoch ausgeführt sein kann.<sup>75</sup>

---

<sup>72</sup>Vgl. Pischl, 2008 [S.72]

<sup>73</sup>Vgl. Schmickl und Malle, 2011 [S.58 ff.]

<sup>74</sup>Vgl. Pischl, 2008 [S.72]

<sup>75</sup>Vgl. Pischl, 2008 [S.73]

### 3.4.5 Ablaufvorrichtung

Die Ablaufvorrichtung setzt sich aus zwei Elementen zusammen, einer Vorlagevorrichtung und einem Schnabelablauf.<sup>76</sup> Die Vorlagevorrichtung ist eine in der Geometrie definierte syphonartige Vertiefung, in der sich das Destillat sammelt. In dem Syphon kann ein Aräometer<sup>77</sup> eingeführt werden, welches die Möglichkeit bietet, das Destillat auf seinen Alkoholgehalt zu untersuchen. Ferner wird durch den Syphon auch ein gewisser Gegendruck in der Apparatur, je nach Höhe des Syphons, gehalten. Die von dem Aräometer gewonnenen Werte sind als grobe Richtwerte der Alkoholreinheit anzusehen. Nach der Ablaufvorrichtung wird das Destillat in einem Behälter gesammelt.

### 3.4.6 Sonderbauformen von Destillationsanlagen

In dem Kapitel zuvor wurde eine klassische einstufige Alkoholdestille beschrieben, welche es durch ihre Kozeptionierung nicht erlaubt, durch einmaliges Brennen übliche Qualitätskriterien zu erfüllen. In diesem Teil der Arbeit werden Destillationsanlagen beschrieben, welche laut Hersteller in der Lage sind, durch einmaliges Destillieren solche Kriterien (Alkoholkonzentration) zu erfüllen. Bezeichnet werden solche Anlagen als Verstärkeranlagen. In der Verfahrenstechnik würde man diese als Rektifikationsanlagen bezeichnen.

Sie unterscheiden sich im Wesentlichen durch eine zusätzliche Komponente von der klassischen Ausführung. Die Aufgabe dieser zusätzlichen Einheit ist das Aufkonzentrieren eines gewünschten Teilnehmers des Dampfgemisches.

---

<sup>76</sup>Vgl. Pischl, 2008 [S.74 ff.]

<sup>77</sup>Aräometer arbeiten nach dem Archimedischen Prinzip

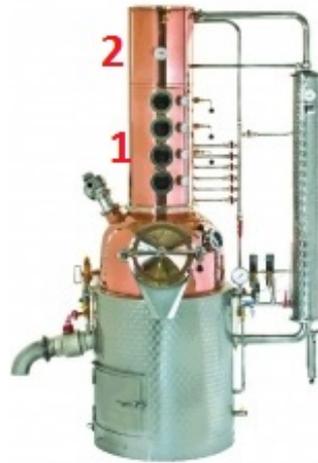


Abbildung 3.4: Verstärkerdestille

78

### Aufbau einer Verstärkerdestille

1. Verstärkereinheit
2. Dephlegmator

Die klassische Alkoholdestille bleibt mit ihren fünf Komponenten erhalten. Die Kombination aus 1 und 2 wird von den Herstellern als Aromator bezeichnet. Ob sich diese Einheit positiv auf die Aromaqualität des Produkts auswirkt, kann aus verfahrenstechnischer Sicht nicht beurteilt werden, lediglich die Funktionsweise wird nachfolgend beschrieben.

#### 3.4.7 Verstärkereinheit

Hinter der sogenannten Verstärkereinheit verbergen sich Kolonneneinbauten. Bei Alkoholdestillationapparaturen haben sich Glockenböden durchgesetzt.

Glockenböden sind aufwändig in der Herstellung, was sich in den Anschaffungskosten widerspiegelt. Sie liefern bei großen Durchsatzraten ein gutes Trennergebnis und sind unanfällig gegen Rücklaufschwankungen.<sup>79</sup> Letzteres ist vermutlich ausschlaggebend dafür, dass diese Form von den Herstellern bevorzugt wird. Glockenböden sind ein Beispiel dafür, wie Erkenntnisse der Chemieindustrie ihren Weg in die Schnapsdestillation fanden. Zusätzlich sollte noch erwähnt werden, dass

<sup>78</sup>[www.tiroler-kupferschmiede.com](http://www.tiroler-kupferschmiede.com)

<sup>79</sup>Vgl. Fleischhauer, 2007 [S.201]

ausschließlich Glockenböden in Verstärkereinheiten verbaut sind. Die Verwendung von alternativen Einbauten wurde von Herstellern noch nicht angeboten.

### 3.4.8 Dephlegmator

Als Dephlegmation wird eine Teilkondensation bezeichnet. Die ausführende Apparatur dabei ist der Dephlegmator. Die Dephlegmation steigert die Trennfähigkeit von Einsatzgemischen bei einfachen Destillationen und findet aufgrund einfacher Herstellung große Verwendung.<sup>80</sup> Verbaut sind solche Vorkühler einerseits direkt über der Destillierblase oder wenn vorhanden über den Verstärkereinheiten.<sup>81</sup>

Das Funktionsprinzip des Dephlegmators kann mit einem Filter verglichen werden. Das Kühlwasser wird wenige Grade unter der Siedetemperatur der höhersiedenden Komponente des Vorlagegemisches eingestellt. Man kondensiert einen Teil des Dampfgemisches.<sup>82</sup> Somit erreicht man eine Anreicherung des Dampfgemisches mit der leichtsiedenden Komponente. Die höher siedende Komponente kondensiert am Dephlegmator und fließt zurück in den Vorlagebehälter. Der angereicherte Dampf wird nach Überwinden des „Filters“ einer völligen Kondensation unterzogen.<sup>83</sup> Ein sehr spezielles Einsatzgebiet findet der Dephlegmator bei der Destillation von Genussalkohol. Seine Funktion dabei ist es eine hohe interne Rücklauftrate zu erzeugen.

Dephlegmatoren in Verstärkereinheiten sind Röhrenkühler. Das Rücklaufverhalten wird durch Füllstand und Temperatur gesteuert. Diese Methode zur Rücklaufsteuerung ist hinsichtlich Effizienz stark anzuzweifeln.

## 3.5 Brennkurve

Temperatur- und Aräometerwerte in diesem Kapitel beruhen, wenn nicht anderes angegeben, auf Erfahrungswerte aus mündlicher Überlieferung.

Mit klassischen Brennanlagen ([Abbildung 3.3](#)) wird grundsätzlich zwei Mal gebrannt

---

<sup>80</sup>Vgl. Vauck und Müller, 1992 [S.702]

<sup>81</sup>Vgl. Pischl, 2008 [S.83]

<sup>82</sup>Vgl. Christen, 2010 [S.398 ff.]

<sup>83</sup>Vgl. Vauck und Müller, 1992 [S.702]

(Rauh- und Feinbrand)<sup>8485</sup>. Erst durch zweimaliges Brennen und anschließender Verdünnung mit Wasser erhält man trinkfähigen Alkohol hoher Qualität. Die Genusskonzentration wird meist auf rund 42% Vol eingestellt. Im Gegensatz dazu wird mit Verstärkeranlagen einmalig gebrannt (nur Feinbrand) und anschließend mit Wasser verdünnt. Nur ein gewisser Anteil des Destillats ist zum Verzehr geeignet.

Das Destillat wird in drei Teile fraktioniert: Vorlauf, Edelbrand und Nachlauf. Um zu unterscheiden, welcher Produktteil gerade kondensiert wird, ist das Vorhandensein eines Thermometers am Ende des Steigrohrs notwendig. Ist keine Temperaturindikation vorhanden, wird mittels Aräometer unterschieden. Erfahrene Schnapsbrenner verkosten das Produkt zusätzlich.

### 3.5.1 Rauhbrand

Beim Rauhbrand wird das Ziel verfolgt, den durch die alkoholische Gärung entstehenden Alkohol (und Aromastoffe) vollständig abzutrennen und in das Destillat überzuführen.<sup>86</sup> Bei diesem Brenndurchgang wird ein relativ alkoholarmses Destillat (je nach Maische und Brenngerät), mit einem Gesamtalkoholgehalt von 17-25%Vol produziert.<sup>87</sup> Dieser Brenndurchgang wird thermisch sehr schonend durchgeführt, da bei übermäßiger Energiezufuhr das Ausdampfen des Alkohols zwar beschleunigt, die Aromaqualität jedoch stark beeinträchtigt wird.<sup>88</sup> Die Bestandteile des Rauhbrands der verwendeten Maische sind die erwünschten Komponenten wie Ethanol, Wasser und Aromastoffe aber ebenso die unerwünschten Nebenprodukte der alkoholischen Gärung.<sup>89</sup>

### 3.5.2 Feinbrand

Die Verstärkung der Alkoholkonzentration und eine Aromaanreicherung sind die Ziele, die mit dem Feinbrand forciert werden. Gleichzeitig wird eine Abtrennung unerwünschter Aromen bzw. aromabeeinflussender Negativkomponenten angestrebt.

---

<sup>84</sup>Rauhbrand = erster Brenndurchgang

<sup>85</sup>Feinbrand = zweiter Brenndurchgang

<sup>86</sup>Vgl. Pieper, 1993 [S.263]

<sup>87</sup>Vgl. Pieper, 1993 [S.264 ff.]

<sup>88</sup>Vgl. Pischl, 2008 [S.92]

<sup>89</sup>Vgl. Pischl, 2008 [S.93]

Dies wird mit einer Dreifach-Fraktionierung - Vorlauf, Edelbrand und Nachlauf - durchgeführt.<sup>90</sup> Bei Verstärkerdestillen gelten diese Ziele bei einmaligem Brennen.

### Vorlauf

Mit dem Vorlauf sollen unerwünschte Gärprodukte wie Acetaldehyd, Ethylacetat, Aceton, usw. entfernt werden. Würde man den Vorlauf nicht entfernen, so hätte man die unerwünschten Tiefsieder, im Fall von Methanol auch die giftigen Stoffe, im Produkt. Diese Stoffe würden auch den Geschmack des Schnapses negativ beeinträchtigen.<sup>91</sup> Bei vielen Destillateuren herrscht die Irrmeinung, dass giftiges Methanol über den Vorlauf entfernt werden kann. Methanol bleibt größtenteils im Destillat. Der Vorlauf dient jedoch zur Entfernung von unerwünschten Geschmacksveränderern. Die Abnahme des Vorlaufs sollte bei einer Dampftemperatur von ca. 80°C beendet werden. Wenn kein Thermometer vorhanden ist, sollte das Aräometer nicht mehr als 60% Vol anzeigen. Um sicherzugehen empfiehlt sich eine Geruchskontrolle.

### Edelbrand

Der Edelbrand stellt die größte Fraktion bei der Destillation dar. Er beinhaltet das Zielprodukt Ethanol und je nach Maische die Aromastoffe. Diese Fraktion sollte bis zur einer Dampftemperatur von ca. 91°C oder bis zu einem Alkoholgehalt von 20%Vol gesammelt werden.<sup>92</sup>

### Nachlauf

Der Nachlauf hat einen sehr geringen Ethanolgehalt, da die Maische von Vorlauf und Edelbrand ausgelaugt ist. Man spricht von einer Ethanolkonzentration von 5 bis 20 %Vol. Diese Fraktion ist keinesfalls verloren. Die Literatur empfiehlt, diese Fraktion zu sammeln und ein zweites Mal dem Brennvorgang zu unterziehen. Jedoch empfiehlt sich hier den Nachlauf zu verkosten, da sich in ihm vermehrt Fuselöle befinden.<sup>93</sup>

---

<sup>90</sup>Vgl. Pieper, 1993 [S.264 f.]

<sup>91</sup>Vgl. Schmickl und Malle, 2011 [S.73]

<sup>92</sup>Vgl. Schmickl und Malle, 2011 [S.74 f.]

<sup>93</sup>Vgl. Pischl, 2008 [S.96]

## 3.6 Trennstufen und McCabe-Thiele Verfahren

### 3.6.1 Trennstufenkonzept

Eine Trennstufe kann als Übertragungseinheit gesehen werden. Bei Gegenstromdestillationen werden Dampf- und Kondensatstrom vertikal aneinander vorbeigeführt.<sup>94</sup> Dabei ist ein Wärme- und Stoffaustausch erwünscht. Treten die Dampf- und Flüssigphase miteinander in Kontakt und reicht die Kontaktzeit aus, dass sich das Gleichgewicht in beiden Phasen vollständig einstellt, spricht man von einer idealen Trennstufe. Dieser Begriff lässt sich auf alle Kolonnentypen der Gegenstromdestillation übertragen. Allgemein trifft die Aussage zu, dass als theoretische Trennstufe jegliche Kolonneneinheit bezeichnet werden kann, welche es den beteiligten Phasen ermöglicht thermodynamisches Gleichgewicht zu erreichen.<sup>95</sup> Bei der Rektifikation werden viele solcher theoretischen Stufen realisiert.

**Zur Realisierung einer theoretischen Trennstufe muss Folgendes erfüllt sein:**<sup>96</sup>

1. Intensiver Wärme- und Stoffaustausch auf jeder Stufe
2. Ausreichender Kontakt und Durchmischen der Dampf- und Flüssigphase
3. Wärme- und Stoffaustausch zwischen den Stufen, jedoch nicht bis zum Gleichgewicht
4. Für den Stoffaustausch muss ausreichend Kontaktfläche geboten werden
5. Kein Entrainment<sup>97</sup>

### 3.6.2 Grafische Beschreibung des Destillationsvorgangs - McCabe-Thiele Verfahren

Auf Grund vieler Einflussfaktoren (Hydrodynamik, Turbulenz, Wärme- und Stofftransport) ist eine mathematische Lösung zur Beschreibung des Destillationsvorganges schwer möglich. Diese zeitgleich ablaufenden Prozesse sind dafür verantwortlich, dass auf grafische Methoden zur Beschreibung des Destillationsprozesses zurückgegriffen wird.<sup>98</sup> Die wichtigste Methode für diese Arbeit ist das so genannte McCabe-Thiele Verfahren. Es dient zur Bestimmung der Anzahl von theoretischen

<sup>94</sup>Vgl. Worthoff und Siemens, 2012 [S.274]

<sup>95</sup>Vgl. Vauck und Müller, 1992 [S.708 ff.]

<sup>97</sup>Entrainment = Mitreißen von Flüssigkeit vom Dampfstrom

<sup>98</sup>Vgl. Christen, 2010 [S.426]

Stufen bei binären Stoffgemischen. Ebenso kann umgekehrt überprüft werden, welche Trennleistung bei entsprechender Anlagenmodifikation (zB.: Rücklaufvariation) erreicht wurde.

### Randbedingungen für die Verwendung des McCabe-Thiele Verfahrens: <sup>99</sup>

1. Dampf- und Flüssigkeitsstrom längs der Kolonne konstant
2. Vorhandensein von Rücklauf
3. Druck- und Wärmeverlust der Kolonne vernachlässigbar klein

Punkt 1 ist erfüllt wenn die Verdampfungsenthalpien der zu trennenden Stoffe nahezu gleich groß sind, somit gilt  $\Delta h_v \approx \text{konstant}$ .<sup>100</sup> Punkt 2 ist gegeben wenn partielle Kondensation ausreicht und  $r_{int}$  existiert oder eine Rücklaufsteuerung (extern oder Dephlegmator) vorhanden ist. Für Punkt 3 sind die Voraussetzungen durch ein offenes System der Destillationsanlage ( $p = \text{konstant}$ ) und Isolierung gegeben.

Die Grundlage zur Ermittlung der theoretischen Stufenzahl ist die Kenntnis der Arbeitsgeraden. Bei diskontinuierlichen Prozessen beschränkt sich die Anzahl der Arbeitsgeraden auf eine - der Verstärkergeraden. Über die Bilanz am Kopfbereich der Kolonne, kann diese mathematisch beschrieben werden. Die Verstärkergerade folgt der Gesetzmäßigkeit einer Linearen.

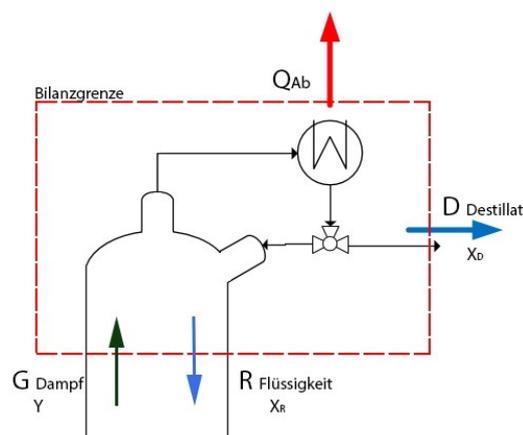


Abbildung 3.5: Bilanzgebiet der Verstärkersäule

101

<sup>99</sup>Vgl. Jakubith, 1998 [S.467]

<sup>100</sup>Vgl. Jakubith, 1998 [S.467]

<sup>101</sup>Vgl. Christen, 2010 [S.436]

In [Abbildung 3.5](#) wird das Bilanzgebiet für die Beschreibung der Arbeitsgeraden der Verstärkerkolonne aufgezeigt. Nach folgender Herleitung wird diese in das McCabe-Thiele  $(x,y)$  Diagramm übertragen.

#### Bilanzgebiet Kopf:

$$\dot{G} = \dot{R} + \dot{D} \quad (3.3)$$

$$\dot{G} \cdot y = \dot{R} \cdot x_R + \dot{D} \cdot x_D \quad (3.4)$$

Aus [Gleichung 3.4](#) und [Gleichung 3.2](#) ergibt sich durch Umformen der Komponentenbilanz die Arbeitsgerade:

$$y = \frac{r}{(r+1)} \cdot x + \frac{1}{(r+1)} \cdot x_D \quad (3.5)$$

#### Steigung und Achsenabschnitt

$$k = \frac{r}{(r+1)} \quad (3.6)$$

$$d = \frac{x_D}{(r+1)} \quad (3.7)$$

$k$       *Steigung der Arbeitsgeraden*

$d$       *Achsenabschnitt der Arbeitsgeraden*

## Beispiel

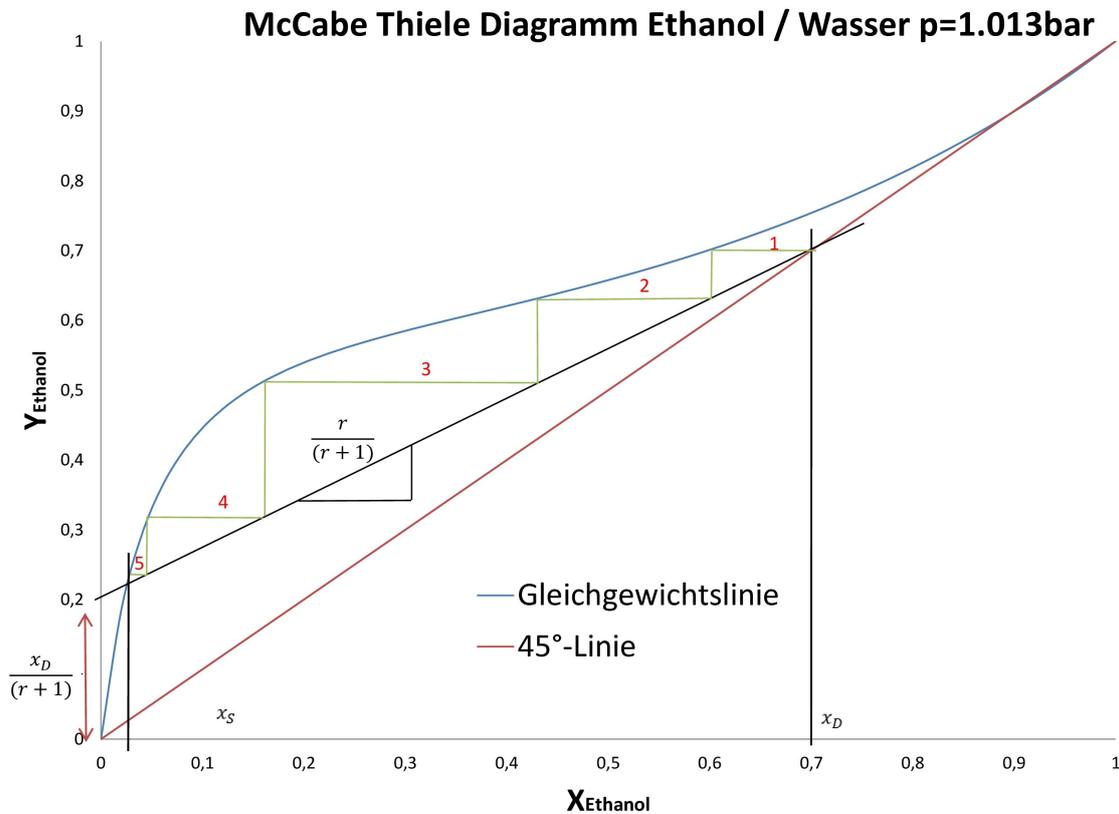


Abbildung 3.6: McCabe-Thiele Beispiel

Als Aussage aus [Abbildung 3.6](#) gilt: Bei einem Rücklaufverhältnis von  $r = 4$  und einer Vorlagekonzentration von  $x_S = 0,01$  werden bei einer Destillatzusammensetzung von  $x_D = 0,7$  5 theoretische Stufen realisiert. Nach dem Trennstufenkonzept bedeutet dies, dass 5 mal ein Phasengleichgewicht zwischen Dampf- und Flüssigphase realisiert wurde.

### 3.6.3 Rücklauf und McCabe-Thiele

Zur Ermittlung der theoretischen Stufenanzahl ist die Kenntnis des Rücklaufverhältnisses essentiell. Bei einfacher diskontinuierlicher Destillation (einfache Alkoholdestillationsanlagen) ist die Beschreibung des internen Rücklaufverhältnisses nicht möglich. Bei externer Rücklaufsteuerung ergeben sich jedoch zwei Möglichkeiten zur Beschreibung der theoretischen Stufenzahl.

#### McCabe-Thiele bei variablem internem Rücklauf

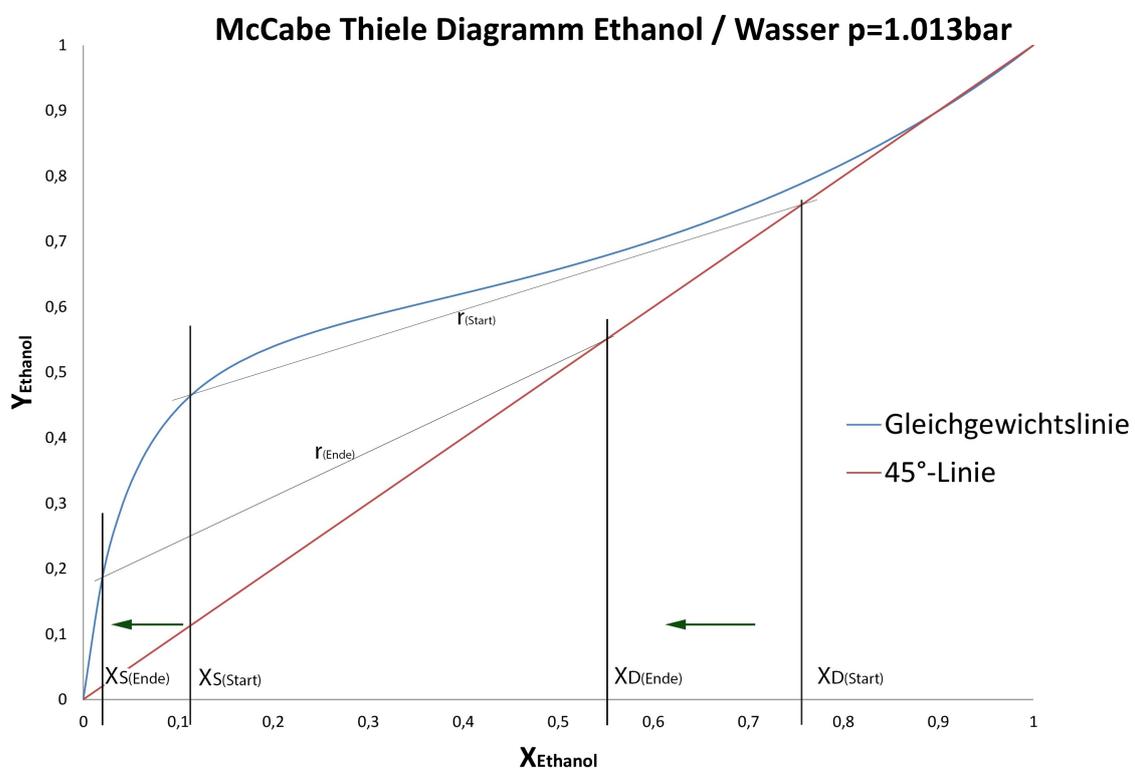


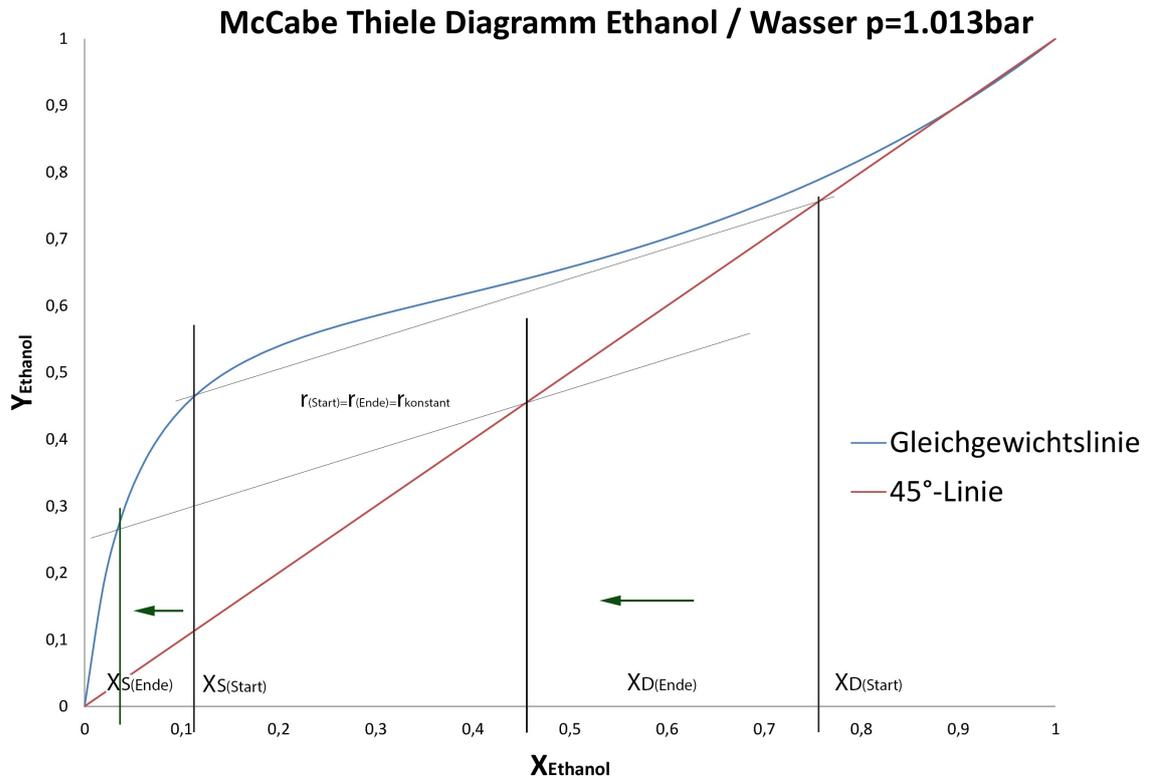
Abbildung 3.7: McCabe-Thiele bei variablem internem Rücklauf

102

Abbildung 3.7 beschreibt das Rücklaufverhalten einer diskontinuierlichen einstufigen Destillation. Dabei ist ersichtlich, dass sich neben der Rücklaufänderung die Produkt- und Sumpfkonzentration mit der Zeit ändert. Die Steigungen der Arbeitsgeraden ergeben sich aus den Destillat- und Sumpfszusammensetzungen bei Destillationsstart und Destillationsende.

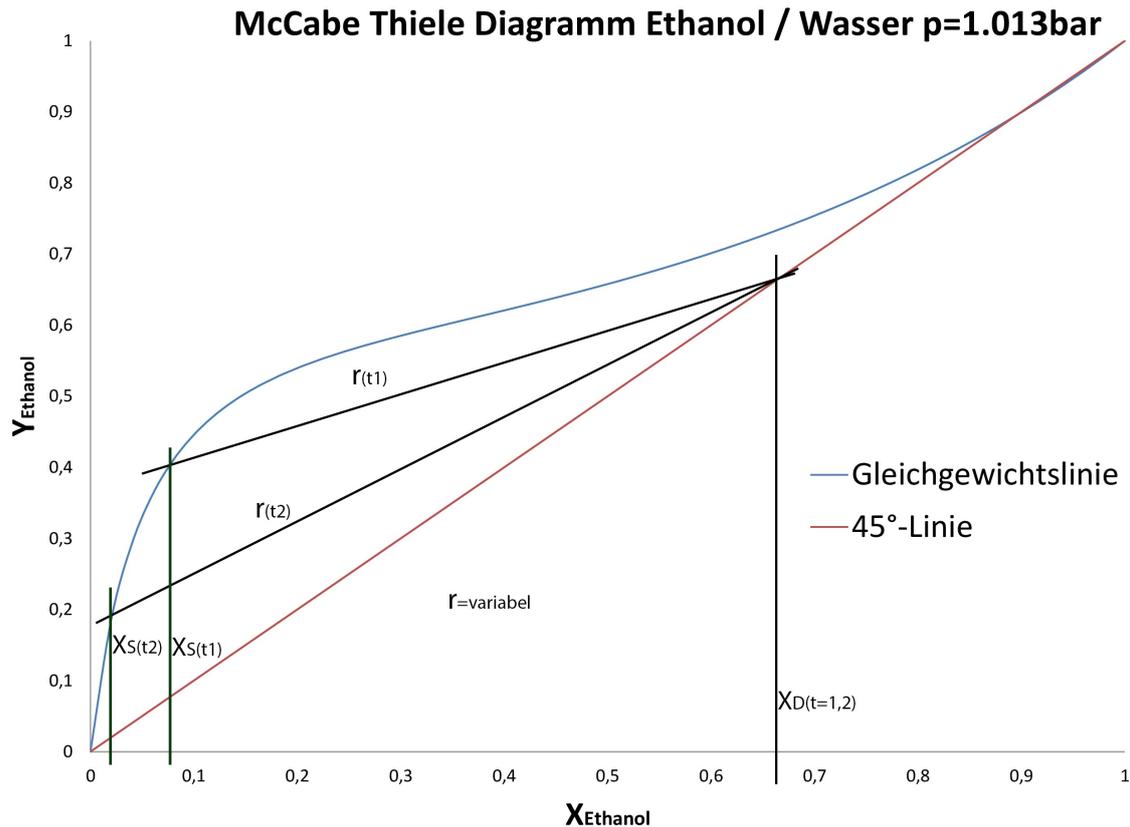
<sup>102</sup>Prof. Siebenhofer Präsentation TTTK, Schladming 2014

## McCabe-Thiele bei externem Rücklauf

Abbildung 3.8: McCabe-Thiele bei externem Rücklauf und  $r=\text{konstant}$ 

103

<sup>103</sup>Vgl. Fleischhauer, 2007 [S.198]

Abbildung 3.9: McCabe-Thiele bei externem Rücklauf und  $r=\text{variabel}$ 

104

Die zwei Möglichkeiten die Betriebsgerade bei externer Rücklaufsteuerungsmöglichkeit zu beeinflussen sind in [Abbildung 3.8](#) und [Abbildung 3.9](#) dargestellt. [Abbildung 3.8](#) zeigt das Verhalten der Betriebsgeraden bei konstantem Rücklaufverhältnis. Durch das konstante Rücklaufverhältnis wird die Steigung der Arbeitsgeraden über den gesamten Destillationszeitraum nicht verändert. Die Zusammensetzung des Destillates ändert sich. Möglichkeit zwei wird in [Abbildung 3.9](#) gezeigt. Durch stetige Anpassung des Rücklaufverhältnisses wird die Steigung der Arbeitsgeraden kontinuierlich beeinflusst. Daraus ergibt sich die Möglichkeit auf eine Zielkonzentration im Destillat zu regeln.

<sup>104</sup>Vgl. Fleischhauer, 2007 [S.198]

## Rücklaufgrenzen

In [Gleichung 3.2](#) wurde das Rücklaufverhältnis definiert. Bei der Batchdestillation oder Batchrektifikation mit vorhandener Rücklaufregelung ergeben sich somit zwei Grenzfälle.  $r = \infty$  und  $r = r_{min}$ .

### Fall $r = \infty$

Im Fall  $r = \infty$  wird das gesamte Kondensat in die Kolonne zurückgeführt. Mit dieser Modifikation deckt sich die Arbeitsgerade mit der  $45^\circ$  Linie im McCabe-Thiele Diagramm. Betreibt man mit dieser Einstellung eine Destillationsanlage, produziert man kein Produkt. Die Wirtschaftlichkeit ist in diesem Fall nicht gegeben. Aus der Zusammensetzung des Destillates (Kondensates) und des Sumpfes kann auf die Trennleistung (Anzahl der realisierbaren Trennstufen) geschlossen werden.

### Fall $r = r_{min}$

Bei  $r = r_{min}$  wird genau so viel oder genau so wenig Kondensat zurückgeführt, dass die Trennaufgabe gerade erfüllt wird.<sup>105</sup> Bezeichnet wird dies als minimales Rücklaufverhältnis. Der Rücklauf sollte in diesem Fall genau so groß gestaltet werden, dass eine Anreicherung der tiefsiedenden Komponente gegeben ist.

Für den Betrieb muss somit ein Rücklaufverhältnis zwischen den Grenzen gewählt werden. Zusätzlich fließen bei der Wahl des optimalen Rücklaufverhältnisses  $r_{Opt}$  wirtschaftliche Aspekte mit ein, da diese bei großen Rücklaufverhältnissen bei der Verdampfung und Kondensation mitberücksichtigt werden müssen.

---

<sup>105</sup>Vgl. Christen, 2010 [S.443 ff.]

# 4 Biochemische Grundlagen der Schnapserzeugung

## 4.1 Alkoholische Gärung

Als Gärung bezeichnet man den Abbau von organischen Stoffen durch Mikroorganismen. Mikroorganismen sind einzellige oder mehrzellige Organismen,<sup>106</sup> die im Vergleich zu höheren Lebewesen eine enorme Stoffwechselvielfalt auszeichnen. Gärungsprozesse werden nach dem Stoffwechselprodukt bezeichnet. Ein Beispiel dafür ist die Milchsäuregärung, mit dem Endprodukt Milchsäure.<sup>107</sup> Solche Abbauprozesse dienen den Organismen zur Energiegewinnung (Vermehrung). Wärmeenergie wird auf Grund der Metabolisierung<sup>108</sup> meistens abgegeben. Im Gegensatz zu den Einzellern, besteht für den Menschen größeres Interesse an den Produkten. Organische Säuren, Alkohole, Lösungsmittel oder Gase als Gärungsprodukte sind von großer industrieller Relevanz.<sup>109</sup>

Der Gärungsprozess, der Alkohol als Produkt hat, wird als *alkoholische Gärung* bezeichnet.<sup>110</sup> Mikroorganismen, die die Umwandlung von Zucker zu Alkohol durchführen, sind Hefen.<sup>111 112</sup>

---

<sup>106</sup>Vgl. Senn, Friedl und Gröngröft, 2009 [S.770]

<sup>107</sup>Vgl. Cypionka, 2010 [S.165]

<sup>108</sup>biochemischer Abbau

<sup>109</sup>Vgl. Elend u. a., 2009 [S.778 f.]

<sup>110</sup>Vgl. Wild und Schmitt, 2012 [S.272]

<sup>111</sup>Vgl. Senn, Friedl und Gröngröft, 2009 [S.793]

<sup>112</sup>Vgl. Baltés und Matissek, 2011 [S.469]

## 4.2 Stoffwechselprozess

### 4.2.1 Der Rohstoff

Die Substrate<sup>113</sup> der alkoholischen Gärung sind C<sub>6</sub>-Zucker (Monosachharide).<sup>114</sup> Sie sind die Basis für alkoholische Gärungsprozesse.<sup>115</sup> Rohrzucker, Rübenzucker und Malzzucker (Disaccharide) müssen vor der alkoholischen Gärung gespalten werden.

Zuckerlieferanten können Früchte oder Getreide jeglicher Art sein. Ausschlaggebend für die Menge an Alkohol, welche bei der Gärung umgesetzt wird, ist vorwiegend der Zuckergehalt und der Reifegrad der Früchte. Bevor die Gärung startet, durchlaufen Früchte und Getreide einen mechanischen Zerkleinerungsprozess.<sup>116</sup> Damit wird den Mikroorganismen eine größere Oberfläche zur Umsetzung geboten.

### 4.2.2 Die Mikroorganismen

Bei Hefen unterscheidet man zwischen *echten* (A) und *Reinzuchthefen* (B). Ein natürliches Vorhandensein verschiedener Hefestämme, kann als echte oder wilde Hefe bezeichnet werden. Ein daraus gezielt ausselektierter und vermehrter Stamm, kann als Reinzuchtheife bezeichnet werden.<sup>117</sup>

Echte Hefen findet man auf jeder Frucht aus der Most, Wein oder in späterer Folge Schnaps erzeugt wird. Auf der Schale von Früchten befinden sich nicht nur Stämme die als Abbauprodukt Ethanol aufweisen. Unerwünschte Begleiter wie Pilze können den Gärprozess in Quantität und Qualität negativ beeinflussen. Aus diesem Grund greifen Schnapserzeuger bei der Vergärung der Maische auf Reinzuchthefestämme zurück. Durch Zugabe solcher Kulturen, werden Abbauprodukte unerwünschter Hefen unterdrückt. Ein solches Negativbeispiel ist die Kahlhefe. Sie bildet einen Biofilm an der Oberfläche der Maische aus, der durch Oxidation mit Luft hervorgerufen wird.<sup>118</sup>

---

<sup>113</sup>Als Substrate werden in der Biochemie Ausgangsstoffe für Stoffwechselprozesse bezeichnet.

<sup>114</sup>Vgl. Bruchmann, 1993 [S.34]

<sup>115</sup>Vgl. Senn, Friedl und Gröngröft, 2009 [S.794]

<sup>116</sup>=unvergorene Maische

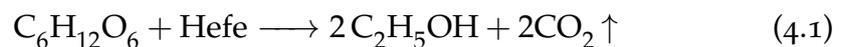
<sup>117</sup>Vgl. Bruchmann, 1993 [S.47]

<sup>118</sup>Vgl. Bruchmann, 1993 [S.45]

Bei der Erzeugung der Wodka- oder Rum-Grundmaische werden Bakterien<sup>119</sup> eingesetzt.<sup>120</sup>

### 4.2.3 Der Prozess

Durch Anwesenheit von Zuckern (Monosacchariden) und Hefen Typ *A* oder *B* läuft der Stoffwechselprozess, die Gärung, nach folgender Formel ab:<sup>121</sup>



$\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$	<i>Hexose</i>
$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	<i>Ethanol</i>
$\text{CO}_2$	<i>Kohlendioxid</i>

Diese Reaktion läuft unter anaeroben<sup>122</sup> Bedingungen ab.<sup>123</sup> Die in [Gleichung 4.1](#) dargestellte Form der alkoholischen Gärung wird als Bruttogleichung bezeichnet. Sie wurde 1815 von *Gay Lussac* definiert und gilt bis heute.<sup>124</sup>

Die Bruttogleichung beschreibt den direkten Weg von Glucose zu Ethanol<sup>125</sup> und Kohlendioxid. Die optimalen Gärungsbedingungen liegen zwischen 25°C und 30°C. Unter- oder überschreitet man diese Bedingung, kann die Gärung gehemmt oder gestoppt werden. Überschreitet man die Temperatur, kann das Absterben der Kulturen die Folge sein. Unterschreitet man diese, wird die Reaktion sehr langsam aber doch durchgeführt. Das entstehende, aufsteigende Kohlendioxid dient der natürlichen Durchmischung der Maische.<sup>126</sup>

<sup>119</sup>im Volksmund Turbohefen

<sup>120</sup>Vgl. Elend u. a., 2009 [S.779]

<sup>121</sup>Vgl. Wollrab, 2014 [S.362]

<sup>122</sup>Stoffwechselforgänge ohne Sauerstoff

<sup>123</sup>Vgl. Baltes und Matissek, 2011 [S.469]

<sup>124</sup>Vgl. Bruchmann, 1993 [S.36]

<sup>125</sup>EtOH

<sup>126</sup>Vgl. Bruchmann, 1993 [S.37]

## 4.3 Produkte und alkoholische Nebenprodukte

### 4.3.1 Ethanol

Ethanol,  $C_2H_5OH$ , ist ein einwertiger gesättigter Alkohol ( $T_S = 78.3^\circ C$ ) und wird im Volksmund als Alkohol bezeichnet.<sup>127</sup> Alkohol aus abdestillierter Maische ist eine klare, leicht bewegliche Flüssigkeit mit einer Vielzahl an Aromen. Er ist mit Wasser mischbar. Je nach Rohstoff oder Verarbeitungsprozess (Ansetzen, Destillieren, Parfümieren) wird Alkohol als Schnaps, Branntwein, Geist oder Edelbrand veredelt und als Genussmittel in höheren Konzentrationen verkauft.<sup>128</sup> Die Angabe des Alkoholgehaltes erfolgt im Handel in Volumenanteil (%Vol). Bier und Wein enthalten ebenso durch Gärung entstandenen Alkohol, weisen im Vergleich jedoch eine geringere Alkoholkonzentrationen auf. In der Technik wird Ethanol als Lösungsmittel eingesetzt. Man greift hierbei auf andere Herstellungsmethoden zurück.<sup>129</sup> Der Siedepunkt liegt bei  $78.3^\circ C$ .

### 4.3.2 Alkoholische Nebenprodukte

#### Glycerin

Dieser 3-wertige Alkohol entsteht bei jeder alkoholischen Gärung. Bei 100 g Saccharose werden ca. 3g in Glycerin umgesetzt.<sup>130</sup> Glycerin ist ein farbloser, ölig, süßlich schmeckender Begleitalkohol und kann zu den Flavorverbindungen<sup>131</sup> gezählt werden.<sup>132</sup> Der Siedepunkt liegt bei  $290^\circ C$  und Glycerin gelangt aus diesem Grund bei Destillationen nicht ins Produkt.

#### Acetaldehyd

Acetaldehyd,  $CH_3CHO$ , wird trivial als Aldehyd bezeichnet. Es kann als Zwischenprodukt der alkoholischen Gärung und aufgrund von Fehlgärungen, ausgelöst durch Kahlmhefen, Milchsäure- und Essigbakterien, entstehen. Aldehyd zeichnet

---

<sup>127</sup>Vgl. Franzke, 1999 [S.55]

<sup>128</sup>Vgl. Pischl, 2008 [S.109]

<sup>129</sup>Vgl. Franzke, 1999 [S.55]

<sup>130</sup>Vgl. Pieper, 1993 [S.236]

<sup>131</sup>Im Allgemeinen alkoholische Begleitstoffe: Ester, Säuren, Ketone...

<sup>132</sup>Vgl. Franzke, 1999 [S.64]

sich durch einen stechenden Geruch aus, welcher in geringen Konzentrationen in Bränden wahrgenommen werden kann.<sup>133</sup> Auf Grund des geringen Siedepunktes, 20°C, kann es jedoch im Vorlauf abgetrennt werden.<sup>134</sup>

### Fuselöle

Die Bezeichnung Fuselöl dient als allgemeiner Überbegriff. Unter diesem Trivialnamen werden höhere Alkohole, deren Siedepunkt zwischen 82 und 158°C liegen, zusammengefasst.<sup>135</sup> 3-Methylbutanol, 2-Methylbutanol, 2-Methylpropanol, und Propanol sind die Hauptbestandteile und nehmen rund 80% der Gesamtmenge ein.<sup>136</sup> Im Produkt werden diese Nebenprodukte mit fortlaufender Destillation angereichert. Durch sorgfältiges Umschalten von Edelbrand zu Nachlauf können die Anteile von Fuselölen im Produkt jedoch sehr gering gehalten werden. Kleine Mengen beeinflussen das Destillat im Geschmack positiv, größere Mengen können durch Geruch und kratzenden Geschmack festgestellt werden und somit als fehlerhaftes Produkt bezeichnet werden. Größere aufgenommene Mengen können für den Menschen gesundheitsschädigend wirken, wodurch eine gesetzliche Grenze bei Spirituosen von 0,1% Vol festgelegt wurde. Die „Katerwirkung“ wird zum größten Teil diesen Begleitern zugeschrieben.<sup>137</sup>

### Essigsäure

Die Bildung der Essigsäure ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) wird den Essigsäurebakterien in der Maische zugeordnet. Die Entstehung wird als „Essigsäuregärung“ bezeichnet.<sup>138</sup> Diese Säure führt zur erheblichen Qualitätsminderung der Maische zur Spirituosenerzeugung. Die Essigsäure nimmt 90% der gesamten Säuren in Maischen ein.<sup>139</sup> Sie ist eine klare, sauer riechend und schmeckende Flüssigkeit mit einem Siedepunkt von 118°C. Auf Grund des Siedepunktes kann nicht ausgeschlossen werden, dass dieses unerwünschte Produkt in das Destillat übergeht. Bei längerer Lagerung der

---

<sup>133</sup>Vgl. Pieper, 1993 [S.237]

<sup>134</sup>Vgl. Franzke, 1999 [S.64]

<sup>135</sup>Vgl. Pieper, 1993 [S.236]

<sup>136</sup>Vgl. Franzke, 1999 [S.57]

<sup>137</sup>Vgl. Kolb, 1993 [S.58]

<sup>138</sup>Vgl. Kolb, 1993 [S.44]

<sup>139</sup>Vgl. Franzke, 1999 [S.81]

Maische verestert ein Teil der Essigsäure zu Essigsäureethylester, welcher einen Siedepunkt von  $74,5^{\circ}\text{C}$  besitzt.<sup>140</sup> Der „Essigester“ kann aber auf Grund des geringen Siedepunktes im Vorlauf größtenteils abgetrennt werden. Ein geringer Anteil des Essigesters im Produkt trägt zur Aromaausbildung bei, bei Übermaß wird dies als sehr störend empfunden.

## Methanol

Methanol ( $T_S = 64.7^{\circ}\text{C}$ ),  $\text{CH}_3\text{OH}$ , ist stark toxisch. Es ist eine farblose, klare, leicht bewegliche Flüssigkeit. Seine Herkunft wird fälschlicherweise der alkoholischen Gärung zugeschrieben. Methanol ist in Form von Estern und Ethern in jeder Pflanze und jedem Obst vorhanden. Bestimmte Enzyme (Pektinesterasen) können während des Gärungsvorganges das Methanol daraus abspalten und freisetzen.<sup>141</sup> Durch die Pektinesterase ist bei Maischen mit hohem Pektingehalt (zB. Kernobsttrester) eine erhöhte Methanolkonzentration zu erwarten. Obstsaft zum Vergleich sind bekanntlich unvergoren und weisen einen Methanolgehalt von *0,005 bis 0,02%* auf.<sup>142</sup> Destilliert man methanolbelastete Maischen wird das Destillat höchstmögliche Konzentrationen aufweisen. Um diesen Mechanismus entgegenzuwirken, werden Maischen zusätzlich gezuckert. Dadurch ist rein rechnerisch gesehen das Verhältnis von Methanol zu Ethanol verringert und nachgewiesen, dass gezuckerte Maischen einen geringen Methanolgehalt im Destillat aufweisen. Durch Destillation oder Rektifikation von Maischen können trotz geringer Methanolkonzentrationen in der Maische hohe Methanolanteile im Destillat erreicht werden.<sup>143</sup> Auf Grund der Auswirkung von Methanol auf den menschlichen Organismus wurden Grenzwerte bei Spirituosen eingeführt.

Methanol wird im menschlichen Organismus oxidativ abgebaut. Dabei entstehen Formaldehyd und Ameisensäure. Ameisensäure verursacht eine pH-Wert-Senkung des Blutes. Der Sauerstofftransport wird dadurch herabgesetzt. Übermäßige Einnahme verursacht eine Schädigung des Zentralnervensystems (Sehnerven) und kann zur Erblindung führen.<sup>144</sup>

---

<sup>140</sup>Vgl. Pieper, 1993 [S.238]

<sup>141</sup>Vgl. Franzke, 1999 [S.56]

<sup>142</sup>Vgl. Franzke, 1999 [S.56]

<sup>143</sup>Vgl. Pieper, 1993 [S.238]

<sup>144</sup>Vgl. Wollrab, 2014 [S.392 ff.]

## Blausäure

Blausäure (Cyanwasserstoff-HCN) tritt bei eingemaischten Steinobstsorten auf. Mit einem Siedepunkt von  $25^{\circ}\text{C}$  ist eine Überführung in das Destillat leicht möglich.<sup>145</sup> HCN ist sehr giftig und wirkt bei einer Aufnahme durch den Menschen bereits bei 50 - 70mg tödlich.<sup>146</sup> Die gesetzliche Grenze bei Bränden liegt bei 4mg pro 100g Spirituose. Grundsätzlich kann die Aussage getätigt werden, dass bei ordnungsgemäßigem Umgang mit Steinobst, Steinobstmaischen und anschließender Destillation, die Mengen im Destillat weit unter der gesundheitsschädigenden Grenzen liegt.<sup>147</sup>

## Ethylcarbammat

Ethylcarbammat ( $\text{CH}_3\text{--CH}_2\text{--O--CONH}_2$ ), kurz EC, kommt bei allen fermentierten<sup>148</sup> Lebensmitteln als Gärungsnebenprodukt vor. Bei Steinobst bzw. Steinobstmaischen tritt die EC-Bildung vermehrt auf. Blausäure und Salze der Blausäure (Cyanide) können für das Auftreten von EC verantwortlich gemacht werden.<sup>149</sup> Der Bildungsmechanismus ist sehr komplex. Bei Lagerung des Destillats an Licht ist ein EC-Anstieg nachgewiesen.<sup>150</sup> Weiters besitzt Ethylcarbammat eine kanzerogene Wirkung.

Durch dieses Problem fanden Cyanid-Katalysatoren ihren Weg in den Destillationsprozess. Diese Katalysatoren (eingebaut über dem Dephlegmator) bieten der Dampfphase eine Kupferoberfläche in der Hoffnung, dass ethylcarbammat- und blausäurehaltige Dämpfe einen Cyan-Kupferkomplex bilden.<sup>151</sup> Diese Komplexbildung setzt jedoch eine blanke Oberfläche des Kupfers voraus, welche durch die mangelnde Oxidationsfreudigkeit des Kupfers schwer zu erfüllen ist. In der Praxis findet diese Methode zur Abscheidung von EC und HCN keine Anwendung, da die Funktionsweise nicht merklich gegeben ist.

---

<sup>145</sup>Vgl. Pieper, 1993 [S.241]

<sup>146</sup>Vgl. Franzke, 1999 [S.84]

<sup>147</sup>Vgl. Pieper, 1993 [S.241]

<sup>148</sup>Fermentation = enzymatische Umwandlung = Gärung

<sup>149</sup>Vgl. Franzke, 1999 [S.71]

<sup>150</sup>Vgl. Pieper, 1993 [S.242]

<sup>151</sup>Vgl. Pieper, 1993 [S.243]

# 5 Praktischer Teil

## 5.1 Simulation

Mit Aspen HYSYS® greift man auf ein renommiertes Programm zur Beschreibung dynamischer Prozesse zu. Thermische Prozesse, wie die Destillation, können durch eine Vielzahl von vorhandenen Spezifikationen (Gleichgewichtsmodelle, Stoffdaten, usw.) gut beschrieben bzw. simuliert werden. Bei einem großen vorgefertigten Portfolio an thermischen Prozessen (zB.: Extraktion, Destillation ) bietet HYSYS® dem Benutzer die Möglichkeit Grundprozesse nach seinem Bedürfnis zu erweitern.

## 5.2 Aufbau der Simulation n=1 Stufen

### Aufbau der Versuchsanlage

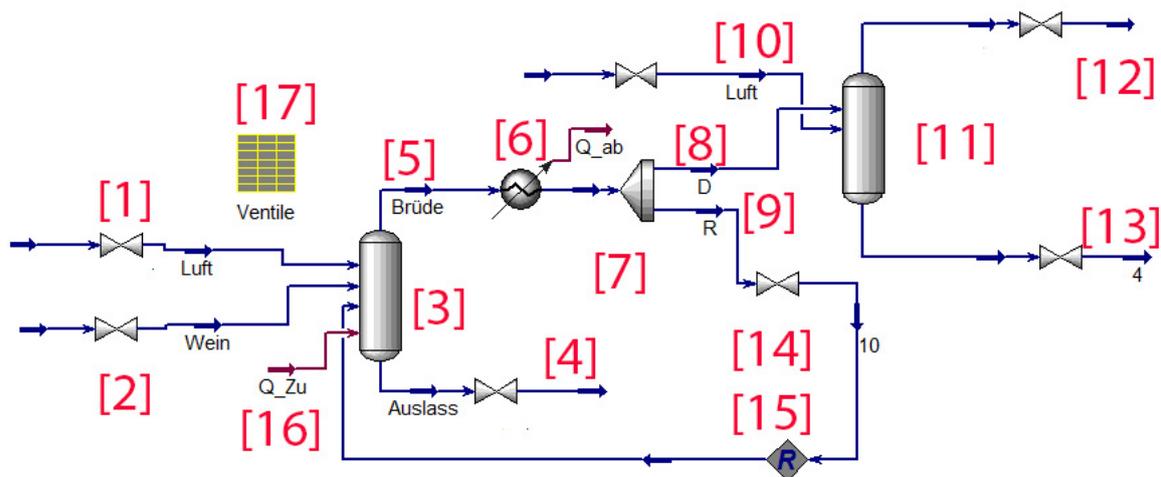


Abbildung 5.1: Batchsimulation

## Beschreibung der Versuchsanlage

1. Inertspülung
2. Vorlagenfeed
3. Destillationsapparatur
4. Entleerung
5. Kopftemperaturabnahme
6. Kopfkondensator  $Q_{ab}$
7. Rücklaufteiler
8. Destillatstrom
9. Rücklaufstrom
10. Inertspülung Sammelbehälter 10
11. Sammelbehälter
12. Atmosphärenverbindung
13. Destillatauslass
14. Stabilisierungsventil 14
15. Rücklaufstrom
16. Energiestrom  $Q_{zu}$
17. Prozesssteuerung

### 5.2.1 Beschreibung des Simulationsaufbaus für n=1

#### 1 Inertspülung

Die Inertgasspülung trägt maßgebend zur Konvergenz der Simulation bei. Beim Modellieren der Simulation geht HYSYS<sup>®</sup> vom trockenen Zustand (dry startup) aus. Dies bedeutet, dass Ventile, Rohrleitungen und vorhandene Reaktoren oder Tanks völlig leer sind. Wobei „leer“ als undefiniertes Volumen anzusehen ist. Durch den Spülvorgang, mit reinem Stickstoff, werden undefinierte Volumina verdrängt bzw. durch definiertes Volumen ( $N_2$ ) substituiert.

#### Stromspezifikation

Der Spülvorgang wurde bei offenen Ventilen an den Positionen [1], [4], [10], [12] und [13] für 10 Minuten simuliert. Anschließend wurden die Auslassventile an den Positionen [1] und [4] und das Einlassventil an der Position [1] geschlossen. Die Positionen [10] und [12] wurden zu 99% und 10% verschlossen.<sup>152</sup>

<sup>152</sup>Dieses Vorgehen wird unter Punkt 11 und 13 näher erläutert.

Druck	Temperatur	Massenfluss	Zusammensetzung N <sub>2</sub>
kPa	°C	kg/h	w <sub>N<sub>2</sub></sub>
110	25	50	1

Tabelle 5.1: Inertstromspezifikation

## 2 Vorlagenfeed

Der Vorlagenfeed dient zur Spezifikation der Maischenzusammensetzung. Der Zulaufstrom (Material Strom) an Position [2] übernimmt hierbei die Hauptfunktion. Die Zusammensetzungen im Feedstrom werden in %Gew eingegeben. Die Bedingungen für den Feedstrom wurden wie folgt vorgegeben:

Druck	Temperatur	Massenfluss
kPa	°C	kg/h
110	25	50

Tabelle 5.2: Feedstrombedingungen

Als Basis für die Vorlagenfeedzusammensetzung sind Weine am Gaschromatographen hinsichtlich Methanol-/ Ethanolgehalt untersucht worden. Der verbleibende Anteil<sup>153</sup> wird Wasser zugeordnet. Die Ergebnisse wurden gemittelt und der Methanolgehalt aufgerundet. Daraus ergibt sich folgendes Rohstoffprofil für die Simulation:

wi Feedvorlage		
MeOH	EtOH	H <sub>2</sub> O
% Gew	% Gew	% Gew
90,5	9,3	0,2

Tabelle 5.3: Feedvorlage

<sup>153</sup>auf 100%

### 3 Destillationsapparatur

Wie beim Schnapsbrennen kann bei der Simulation die Destillationsapparatur [3] als Herzstück angesehen werden. Für den Zweck, den einfachen, 1-stufigen Schnapsbrennprozess grundlegend zu untersuchen wurde der Separator gewählt. Dieser bietet multiple Eingänge (für Flüssigphasen) und zwei Ausgänge. Die Ausgänge für eine Flüssig- und eine Gasphase sind vorgegeben. Zusätzlich besitzt der Separator einen integrierten Reboiler, der in dieser Simulation als Heizelement Verwendung findet.

Zur Spezifikation der Geometrie werden die dynamischen Features<sup>154</sup> des Separators verwendet. Damit wurde die Separatorgeometrie (Sphäre<sup>155</sup>) der Versuchsgeometrie (Kugelgefäß) angepasst. In nachstehender Tabelle werden alle Spezifikationen des Separators zusammengefasst.

Sphärenvolumen	Flüssigvolumen	Holdup	Druckverlust	Energieverlust
Liter	%	-	kPa	kW
2	50	von Feed	0	0

Tabelle 5.4: Separatorspezifikation

50% des Sphärenvolumens ist für die Maische vorgesehen. Absolut entspricht dies einem Liter Maische für die Simulation.

### 4 Entleerung

Der Entleerung bzw. dem Auslassventil kommt bei der Simulation keine spezielle Aufgabe zu. Bei der Inertgaspülung ist dieses Ventil geöffnet.

### 5 Kopftemperaturabnahme

Zur Temperaturüberwachung bzw. zur Dokumentation wurde die Position [5] in [Abbildung 5.1](#) gewählt. Überwacht wird an dieser Stelle die Temperatur in der Verbindungsleitung vom Separator zum Kondensator. In der Simulation wurde diese Verbindung als Brüde und die Temperatur als  $T_{Kopf}$  bezeichnet. Die simulierte

<sup>154</sup>Spezifikationsmöglichkeiten die nur bei dynamischer Simulation verwendet werden können

<sup>155</sup>=Kugel

Kopftemperatur gilt als wichtigster Referenzparameter für den experimentellen Teil dieser Arbeit.

## 6 Kopfkondensator

Zur Verflüssigung der Dampfphase wurde ein Standard-Kühler verwendet. Dabei wurde die Austrittstemperatur mit 20°C vorgegeben.

## 7 Tee

Das Tee (Position [7]) übernimmt bei diesem Simulationsaufbau die Aufgabe eines Rücklaufteilers. Der durch den Kopfkondensator verflüssigte Brüdenstrom wird am Tee prozentuell in zwei Ströme ( $R$  und  $D$ ) aufgeteilt.  $R$  beschreibt den Rücklaufstrom,  $D$  beschreibt den Destillatstrom. Gemäß [Gleichung 3.2](#) kann aus diesen Strömen das externe Rücklaufverhältnis gebildet werden.

Unter Verwendung des dynamischen Features<sup>156</sup> ermöglicht HYSYS® virtuelles Öffnen der Ventile der abgeführten Ströme ( $R$  und  $D$ ). Die Eingabe für den Öffnungsgrad der Ventile erfolgt in %. Aus diesem errechnet HYSYS® Fraktionsparameter<sup>157</sup> nach denen der anstehende flüssige Materialstrom aufgeteilt wird. Mit dem Tee ist es somit möglich verschiedene Rücklaufverhältnisse zu simulieren.

---

<sup>156</sup>use split as dynamic flow specs

<sup>157</sup>Splitfractions

## Splitbeispiel

Als Fallbeispiel soll ein Rücklaufverhältnis von  $r = 3$  nachgebildet werden. Absolut wird von einem anstehenden flüssigen Massenstrom von  $M = 10 \frac{\text{kg}}{\text{h}}$  ausgegangen.

r = 3 / M=10 kg/h			
	Valve Openings	Splitfractions	Absolut
	%	-	kg/h
D	20	0,25	2,5
R	60	0,75	7,5

Tabelle 5.5: Splitbeispiel

## 8,9 Destillatstrom D und Rücklaufstrom R

Punkt [8] und [9] beschreiben den durch das Tee vorgegebenen Destillat- und Rücklaufstrom.

## 10 Stabilisierungsventil

Dieses Ventil dient lediglich zur Stabilisierung der Druckverhältnisse. Durch das Einbauen dieses Ventiles wurde auf Grund von Druckunterschieden hervorgerufener Rückfluss im Strom R unterbunden und somit das System stabilisiert.

## 11 Inertspülung Sammelbehälter

Um undefiniertes Volumen im Sammelbehälter zu verdrängen, wurde dieser ebenfalls mit einer Inertgasspülung versehen.

## 12, 13 Sammelbehälter und Atmosphärenverbindung

Als Sammelbehälter wurde ein Separator gewählt, dieser erfüllt aber rein die Funktion eines Tanks mit einem Volumen von zwei Liter. Der integrierte Reboiler wird nicht genutzt. Für den Prozess wichtig sind die Ventile an der Position [10] und [12]. Diese sind nicht völlig verschlossen und dienen zur Spezifikation bzw. Stabilisierung des Druckprofils im Simulationsprozess.

## 14 Destillatauslass

Real könnte man diese Position als Probenahmestelle definieren. In der Simulation ist die Wichtigkeit dieser Position sekundär. Lediglich bei der Inertgasspülung wurde das Ventil geöffnet und anschließend geschlossen.

## 15 Rücklaufstrom R

Jeder zurückgeführte Massen- oder Molenstrom muss programmintern mit einem so genannten Recycle versehen werden. Durch die Anwesenheit einer Recycleoperation bezieht HYSYS<sup>®</sup> diesen in den Iterations- bzw. Berechnungszyklus mit ein.<sup>158</sup>

## 16 Energiezufuhr

Energieströme werden in HYSYS<sup>®</sup> als rot gefärbte Materialströme dargestellt. Ob Energie abgezogen (Position [6]) oder hinzugefügt (Position [16]) wird, ist in den Stromspezifikationen zu definieren. Da bei den Experimenten eine Heizleistung von  $Q_{Zu} = 0.8 \text{ kW}$  in Anspruch genommen wird, wurde diese Spezifikation für die Simulation übernommen.

## 17 Prozesssteuerung

Das erstellte Spreadsheet dient zur Steuerung und zur Überwachung des Simulationsprozesses. Durch automatisierte Vorgänge sind für jede Simulation gleiche Voraussetzungen gewährleistet. Gesteuert werden der Befüllungs- und Spülalgorithmus

---

<sup>158</sup>Vgl. Aspen Technology, 2004 [S.5-203]

und die Heizleistung. Überwacht wurde die Kopftemperatur, Rücklauf (Rücklaufstrom und Rücklaufverhältnis) und die  $N_2$ -Konzentration im System.

### Spülalgorithmus

Der Spülprozess öffnet alle im System existierenden Ventile bis die  $N_2$ -Konzentration im Tank  $> 95\%$  beträgt.

### Befüllungsprozess

Das Ventil an Position [2] wurde solange geöffnet bis der Vorlagebehälter sein definiertes Flüssigkeitslevel (50%) erreicht hat.

### Visualisierung

Das für die Simulation verwendete Rücklaufverhältnis, die Kopftemperatur und  $N_2$ -Konzentration im System wird zur Kontrolle visualisiert.

## 5.3 Gleichgewichtsmodell NRTL

Wie in [Abschnitt 2.2](#) erläutert, steht heute ein großes Portfolio an Modellen zur Gleichgewichtsbeschreibung zur Verfügung. Ein Berechnungsmodell soll jedoch vor der Anwendung auf Stoff- und Prozesstauglichkeit geprüft werden. HYSYS<sup>®</sup> bzw. Aspen Plus gibt mit den *Guidelines for Choosing a Property Method*<sup>159</sup> den Weg zur Auswahl vor.

---

<sup>159</sup>Vgl. Aspen Technology, 2000 [S.178 ff.]

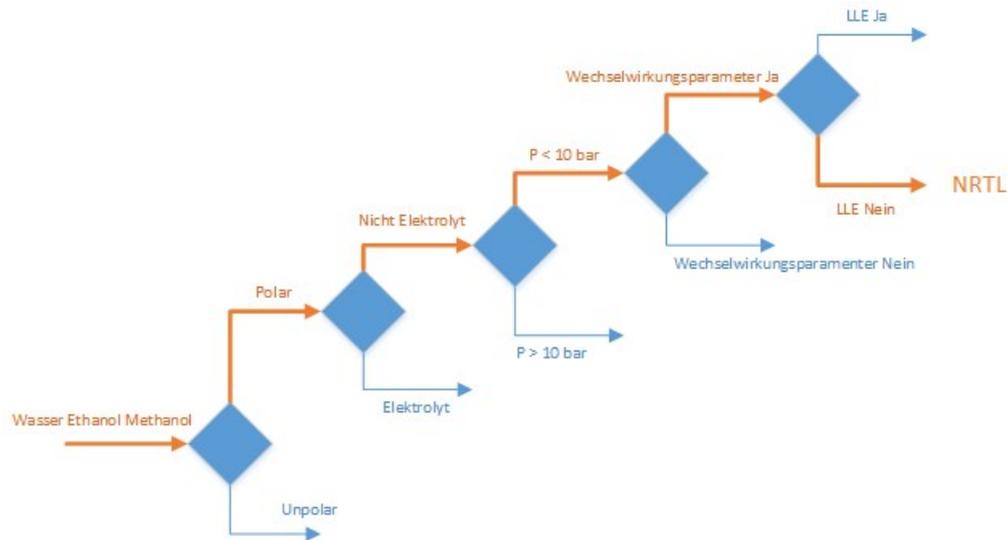


Abbildung 5.2: Guideline for Choosing a Property Method

160

Durch Abarbeiten des Entscheidungsbaumes fiel die Wahl für das VLE-Modell auf NRTL.

### 5.3.1 NRTL-Non Random Two Liquid

Das NRTL-Modell wurde 1968 von Renon und Prausnitz präsentiert und revolutionierte die computergestützte Simulation von Trennprozessen.<sup>161</sup> Neben der Beschreibung von Dampf/Flüssig-Gleichgewichten bietet NRTL auch die Möglichkeit Flüssig/Flüssig-Gleichgewichte zu berechnen. Das Berechnungskonzept beruht auf dem Konzept der lokalen Zusammensetzung, welches die Wechselwirkungen zwischen zwei Molekülen beschreibt. Dieser Ansatz lässt sich ebenso auf Multikomponentengemische übertragen, wodurch NRTL bei Kenntnis der Zweistoff-Parameter in der Lage ist, Mehrkomponentensysteme einfach zu beschreiben.<sup>162</sup>

Zur Beschreibung des Stoffsystems Methanol-Ethanol-Wasser ist NRTL somit hinreichend genau. Zusätzlich wurde institutsintern die Auswahl des Modells auf Grund von Erfahrungswerten bestätigt.<sup>163</sup>

<sup>160</sup>Vgl. Aspen Technology, 2000 [S.178 ff.]

<sup>161</sup>Vgl. Pfennig, 2003 [S.146 f.]

<sup>162</sup>Vgl. Schönbacher, 2002 [S.259]

<sup>163</sup>Mündliche Mitteilung DI. Schmidt Martin

## 5.4 Stellgrößen der Simulation

Die veränderbaren Größen beschränkten sich bei der Simulation auf Rücklaufverhältnis, Maischenzusammensetzung und Heizleistung. Primäre Stellgröße ist das Rücklaufverhältnis. Um homogene Simulationsbedingungen zu schaffen, wurde die Heizleistung für jeden Simulationsrun gleich gewählt. Die Maischenzusammensetzung in der Simulation ist an reale Werte angelehnt. Lediglich die Methanolkonzentration wurde für die Simulation aufgerundet, um das Verhalten von Methanol quantitativ besser bewerten zu können. Die Startkonzentration ist für jede Trendsimulation ident, siehe [Tabelle 5.2](#). Die Startkonzentrationen für Validierungssimulationen sind in [Tabelle 5.7](#) dargestellt.

### 5.4.1 Rücklaufverhältnis

Tabelle 5.6 zeigt die verwendeten Spezifikationen am Tee zur Umsetzung von Rücklaufverhältnissen.

Rücklaufverhältnis $r$	$R_{Valve}$	$D_{Valve}$	$R_{Split}$	$D_{Split}$	$r_{berechnet}$
-	%	%	-	-	
0	0	100	0	1	0
1	5	5	0.5	0.5	1.000
2	4	2	0.667	0.333	2.003
3	6	2	0.75	0.25	3.000
4	8	2	0.8	0.2	4.000
5	10	2	0.883	0.167	5.287
6	12	2	0.857	0.143	5.993
7	14	2	0.875	0.125	7.000
8	16	2	0.889	0.111	8.009
9	18	2	0.9	0.1	9.000
10	20	2	0.909	0.091	9.989
16	32	2	0.941	0.059	15.949
20	40	2	0.952	0.048	19.833
30	60	2	0.968	0.032	30.250
40	80	2	0.976	0.024	40.667

Tabelle 5.6: Rücklaufparameter

## 5.4.2 Maischезusammensetzung

Tabelle 5.7 zeigt die Startbedingungen für die Simulation. Die Startkonzentrationen entsprechen realen Werten aus der GC-Analyse.

r	Versuch	Probe	MeOH	EtOH	H <sub>2</sub> O
-	-	-	% Gew	% Gew	% Gew
1	WB2	IN	0,003	9,475	90,490
2	WB3	IN	0,009	9,784	90,207
3	WB4	IN	0,006	10,169	89,825
4	WB5	IN	0,006	10,527	89,467
5	WB6	IN	0,005	9,722	90,273
6	WB7	IN	0,005	9,784	90,211
7	WB8	IN	0,006	10,226	89,768
0	WB9	IN	0,005	10,439	89,556
9	WB10	IN	0,008	10,673	89,247
10	WB11	IN	0,004	10,400	89,596

Tabelle 5.7: Feedzusammensetzungen für die Simulation

## 5.5 Monitoring und Integrationsregeln

### 5.5.1 Strip Charts

Zur Darstellung und Überwachung von Prozessvariablen werden Strip-Charts verwendet. Prozessvariablen sind zu definieren und dienen einerseits zur Kontrolle und in weiterer Folge zur Auswertung. Während der dynamischen Simulation werden diese in vorgegebenen Intervallen abgefragt, gespeichert und gegebenenfalls visualisiert. Das dadurch entstandene Datenpaket kann in beliebige Auswertungsumgebungen exportiert werden. Tabelle 5.8 zeigt die dokumentierten Prozessvariablen.

Versuchszeit	$T_{\text{Sumpf}}$ [3]	$T_{\text{Kopf}}$ [5]	$x_{\text{MeoH},D}$	$x_{\text{EtOH},D}$	$w_{\text{MeoH},D}$	$w_{\text{EtOH},D}$
s	°C	°C	kmol/kmol	kmol/kmol	kg/kg	kg/kg

Tabelle 5.8: Prozessvariablen

## 5.5.2 Integrator

Der Integrator wurde wie folgt spezifiziert.

Acceleration	Display Interval	Real Time Factor	Step Size
-	[min]	-	[s]
1	0.0166	0.1	0.1

Tabelle 5.9: Integrationseinstellungen

## 5.6 Experimenteller Ansatz

Mit dem experimentellen Teil werden zwei wesentliche Aspekte bearbeitet. Zum einen werden die aus der Simulation hervorgehenden Ergebnisse, Aussagen und Interpretationen anhand von Validierungsversuchen untersucht. Die zweite potentielle Kernfrage beschäftigt sich mit der Möglichkeit Methanol bei der Alkoholdestillation im Vorlauf thermisch abzutrennen. Eine Destillations-/Rektifikationskolonne mit externen Rücklaufteiler steht dazu am Institut zu Verfügung.

### 5.6.1 Validierungsversuche

**Die Anforderung an die Validierungsversuche ist gegeben durch**

1. Untersuchung der Simulationstrends
2. Abtrennung von Methanol bei einfacher Destillation

Mit den Validierungsversuchen werden durchgeführte einstufige Simulationen nachgeahmt. Hauptaugenmerk liegt hierbei nicht auf exaktem Übereinstimmen von Ergebnissen, sondern lediglich auf Bestätigung der Trends. Hierbei wurden, äquivalent zur Simulation, die Auswirkung des Rücklaufverhältnisses auf den einfachen Schnapsbrennprozess untersucht. Weiterer Untersuchungsgegenstand dieser Versuchsreihe ist das Verhalten von Methanol bei einfacher Batchdestillation unter realen Bedingungen. Außerdem soll der Mythos *Methanol in Vorlauf* auf Richtigkeit überprüft werden.

## 5.6.2 Methanolabtrennversuche

### Anforderung an die Methanolabtrennversuche

1. Möglichkeit der Abtrennung durch Vergrößern der Stoffaustauschfläche
2. Abtrennen von Methanol durch Aufbauen eines Konzentrationsprofils

Bei diesen Experimenten werden gezielte Maßnahmen gesetzt, um anfänglich Methanol in hoher Konzentration zu gewinnen und dieses über den Vorlauf zu entfernen. Das Aufkonzentrieren soll durch zusätzliche Stoffaustauschfläche (Raschigringe) und unter Einflussnahme bzw. Variation des Rücklaufverhältnisses geschehen. Grundsätzlich werden mit diesen Versuchen Verstärkerdestillen nachgestellt. Der wesentliche Unterschied liegt bei der tatsächlichen Einflussnahme des Rücklaufverhältnisses. Im Vergleich zum *State of the Art*, bei dem die Rücklaufsteuerung über Dephlegmatoren oder den Helm bzw. das Geistrohr erfolgt, und somit als ungenau beziffert werden kann, wird bei diesen Experimenten eine gezielte Rücklaufaktung vorgegeben.

## 5.7 Rohstoff

Als Rohstoff wird Weißwein verwendet, dessen Gehalt an Methanol, Ethanol und Wasser gut vergorener Obstmaische oder Rauhbränden mit niedrigem Ethanolgehalt entspricht.

Steirischer Weißburgunder

Pewal-Weine 8442 Kitzeck

## 5.8 Aufbau der Versuchsanlage

Zur Durchführung des experimentellen Teils wurde eine Apparatur DN<sub>30</sub> der Firma NORMAG<sup>®</sup> verwendet. Ausgestattet mit einem Kolonnenschuss, der mit Füllkörper versehen werden kann, besteht die Möglichkeit zur einfachen Destillation oder Rektifikation. Ein vorhandener Vakuummantel der Kolonnenschüsse liefert größtmögliche adiabatische Bedingungen. Willkürliches Rücklaufverhalten wird dadurch großflächig unterbunden. Rücklauf bzw. Rücklaufverhältnisse werden bei dieser Destillationsanlage extern vorgegeben. Der Wertebereich kann zwischen  $r = \infty$  und  $r = 0$  variiert werden. Zwei Pt Elemente liefern Informationen über

Kopf- und Sumpftemperatur. Die Betriebsbedingungen belaufen sich auf eine Maximaltemperatur von  $300^{\circ}\text{C}$ . Weiters besteht die Möglichkeit unter Normaldruck und Vakuum zu destillieren. In [Abbildung 5.3](#) sind alle Komponenten der Versuchsanlage gekennzeichnet und werden in weiterer Folge beschrieben.

### Aufbau der Versuchsanlage

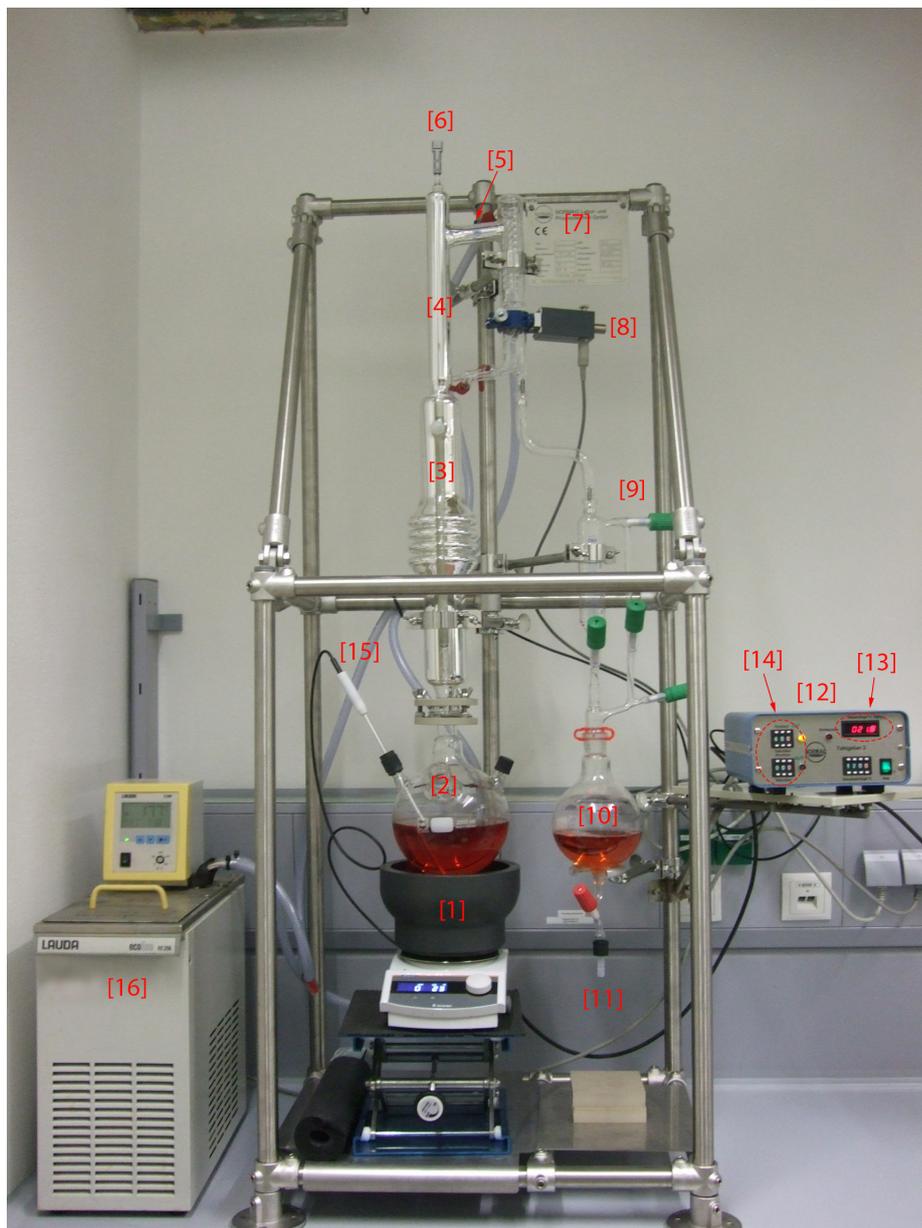


Abbildung 5.3: Versuchsanlage

## Beschreibung der Versuchsanlage

1. Heiz- und Rührvorrichtung 800W
2. Destillationsblase/Vorlagebehälter 2 Liter
3. Destillationssäule aktive Höhe 1m
4. Steigrohr
5. Geistrohr
6. Kopftemperaturmessfühler Pt100
7. Kopfkondensator
8. Rücklaufteiler
9. Vakuumvorrichtung (*optional*)
10. Destillatsammelbehälter
11. Probenahmestelle
12. Steuereinheit
13. Kopftemperaturanzeige
14. Rücklauftaktung
15. Sumpftemperaturmessfühler Pt1000
16. Durchlaufkühler

### 5.8.1 Heiz- und Rührvorrichtung

Ein kombiniertes Gerät der Marke heidolph<sup>164</sup> erlaubt das Beheizen und Durchmischen von Flüssigkeiten in einem Durchgang. Auf der Heizplatte sitzt ein Heaton-Aufsatz mit passender Geometrie des verwendeten Siedekolbens. Dadurch kann eine gute Wärmeübertragung auf das Vorlagegemisch gewährleistet werden. Die Rührvorrichtung (mit Rührfisch) sichert gute Durchmischung und wirkt sich positiv auf die Wärmeübertragung aus. Die Leistung der Heizplatte ist mit einem Maximum von 0.8kW fixiert.

#### Sumpftemperaturmessfühler Pt1000

Der Sumpftemperaturmessfühler ist ein wesentlicher Teil des Heizsystems, mit dem einerseits die Sumpftemperatur überwacht und andererseits beim Heizgerät eine Solltemperatur der Vorlage eingestellt werden kann. Die Heizung variiert bis zum Erreichen der Solltemperatur ihre Leistung.

---

<sup>164</sup>[www.heidolph-instruments.de](http://www.heidolph-instruments.de)

Bei den Versuchen wird eine Solltemperatur von  $103^{\circ}\text{C}$  vorgegeben. Eine Temperatur, die das Vorlagegemisch nie erreichen kann. Somit wird die volle Heizleistung von  $800\text{ W}$  in Anspruch genommen und eine konstante Dampfbelastung in der Kolonne erreicht.

### 5.8.2 Destillationsblase/Vorlagebehälter

Ein zwei Liter Siedekolben in Kugelform und aus Borosilikatglas 3.3<sup>165</sup> gefertigt, ist die Destillationsblase. Zur Befüllung und Entleerung steht eine DN 32 Stutzenöffnung zur Verfügung. Zusätzlich ist das Siedegefaß mit zwei DN 18 Stutzen ausgerüstet. Die Sumpftemperaturmessung erfolgt über Messfühler, die über diese Stutzen in den Kolben eingesetzt werden.

### 5.8.3 Destillationssäule

Als Destillationssäule dient ein Kolonnenschuss mit einem Normdurchmesser von  $30\text{ mm}$ . Die Länge ist mit  $300\text{ mm}$  begrenzt. Um einen Energieverlust größtmöglich vorzubeugen, ist der Kolonnenschuss mit einem silberspiegelten Vakuummantel ausgestattet.

#### Einbauten

Die Destillationssäule kann mit Einbauten versehen werden. Für Destillationsversuche mit Einbauten, wurde der Kolonnenschuss auf eine Höhe von ca.  $300\text{ mm}$  mit Raschigringen aus Borosilikatglas 3.3 befüllt. Die Nennweite der Raschigringe ist  $3 \times 3\text{ mm}$ .

### 5.8.4 Steig- und Geistrohr

Als Steig- und Geistrohr fungiert ein weiterer Kolonnenschuss mit Sitz auf der Destillationssäule. Der Durchmesser und die Gesamtlänge betragen  $30\text{ mm}$  und  $300\text{ mm}$ . Das in [Abbildung 5.3](#) definierte und ersichtliche Geistrohr hat eine Länge von  $100\text{ mm}$ . Kolonnenschuss 2 wird nicht mit Einbauten ausgestattet. Um möglichst

---

<sup>165</sup>sehr temperatur- und chemikalienbeständig

adiabate Bedingungen zu wahren, ist dieser Teil ebenfalls mit einem silberspiegelten Vakuummantel ausgestattet.

### 5.8.5 Kopftemperaturmessfühler Pt100

Zur Erfassung der Dampftemperatur ist am Kopf der Kolonne ein vierpoliges Pt100-Element angebracht. Diese Messstelle ist die wichtigste für die experimentellen Untersuchungen. Die Kopftemperatur  $T_{Kopf}$  ist als Bindeglied zwischen Experiment und Simulation anzusehen. Zusammensetzungen und Verhältnisse werden auf Grund dieser Temperatur miteinander verglichen.

### 5.8.6 Kopfkondensator

Der Kopfkondensator ist Teil des zweiten Kolonnenaufsatzes. Seine Aufgabe ist es, anstehendes Dampfgemisch total zu kondensieren. Die dazu zur Verfügung stehende Wärmeaustauschfläche beträgt laut Hersteller<sup>166</sup>  $0.002 \text{ m}^2$ . Als Kühlmedium wird Wasser verwendet.

### 5.8.7 Rücklaufteiler

Die Rücklaufvorrichtung setzt sich aus einem Elektromagneten und einem elektromagnetischen Pendeltrichter zusammen. Während der Abnahmephase (Destillat) wird der Elektromagnet so bestromt, dass der Pendeltrichter angezogen wird. Die Abnahmestelle ist somit fixiert und das Destillat kann in den Destillatsammelbehälter abfließen. In der Rücklaufphase wird der Pendeltrichter abgestoßen und das Destillat als Rücklaufstrom dem Prozess zurückgeführt.

### 5.8.8 Vakuumvorrichtung

Bei der Vakuumvorrichtung handelt es sich um eine Anschütz-Thiele-Vorrichtung. Diese Einheit ermöglicht durch Anbringen einer Vakuumpumpe das Destillieren unter Vakuum. Bei den Experimenten wurde auf ein Vakuum verzichtet. Alle

---

<sup>166</sup>Normag Labor- und Prozesstechnik GmbH

Vakuumventile der Vorrichtung wurden geöffnet, um atmosphärische Bedingungen in der Kolonne zu erreichen.

### 5.8.9 Destillatsammelbehälter und Probennahmestelle

Als Destillatsammelbehälter wird ein Kugelgefäß mit einem Volumen von 1000 ml eingesetzt. Der Behälter ist mit einem Olivenablauf ausgerüstet, der durch Schrauboliven geschlossen und geöffnet werden kann. Wurde die gewünschte Probenmenge erreicht, wurde der Ablauf geöffnet, die gesamte Probe entnommen und anschließend zügig wieder verschlossen.

### 5.8.10 Steuereinheit

Die Steuereinheit wird vom Hersteller NORMAG<sup>®</sup> als Digital-Taktgeber bezeichnet. Die essentiellsten Elemente dieses Steuergerätes sind die Möglichkeit der individuellen Rücklauftaktung und die Abnahme der Kopftemperatur.

#### Kopfmeraturanzeige

Zur Visualisierung steht eine 4-stellige Digitalanzeige in °C zu Verfügung.

#### Rücklauftaktung

Die Einstellung für Abnahme und Rücklauf erfolgte über eine Zeitschalteinheit. Die Abnahme- und Rücklaufzeiten konnten manuell in Sekunden eingegeben werden. Der Wertebereich kann zwischen 0.1 bis 99.9 Sekunden variiert werden. Das Verhältnis der Rücklaufzeit zur Abnahmezeit bildet das Rücklaufverhältnis. Über LEDs wird die Stellung des Pendeltrichters visualisiert.

### 5.8.11 Durchlaufkühler

Das Kühlmedium ist Wasser. Die Kühlwassertemperatur wurde auf 12 °C eingestellt und der Durchfluss mit einem optischen Flowindikator überwacht.

## 5.9 Versuchsablauf

### 5.9.1 Vorlage

Vorbereitet wird ein sauberes, trockenes Becherglas mit einem Volumen von 1000 ml. Dieses wird auf einer Laborwaage tariert. Anschließend wird das Becherglas mit dem Destillationsgut (1 Flasche Wein) befüllt und gewogen. Zur Dokumentation wird dieser Wert mit  $Masse_{ein}$  notiert. Mit einem Glastrichter wird die Destillationsblase ([Abbildung 5.3](#) [2]) mit dem Wein befüllt. Im Anschluss wird das mit Wein benetzte Becherglas erneut auf die zuvor tarierte Waage gestellt und abermals gewogen. Die angezeigte Masse wurde mit  $Masse_{aus}$  dokumentiert. Das Heizelement mit Heaton-Aufsatz wird mit einer Laborhebebühne unter das Siedegefaß in Position gebracht und das integrierte Rührwerk aktiviert. Nach einer kurzen Mischperiode (ca. 5 Minuten) wird mit einer Spritze eine Referenzprobe gezogen, gewogen und in einem Probengefaß verwahrt. Diese Probe beschreibt nach der analytischen Untersuchung die Ausgangskonzentrationen im Gemisch und wird immer als  $Feed.IN$  dokumentiert. Aus diesen Arbeitsschritten ergibt sich folgende Berechnung zur tatsächlichen Vorlagemenge.

#### Vorlagemenge:

$$Vorlagemenge = Masse_{ein} - Masse_{aus} - Feed.IN \quad (5.1)$$

$Vorlagemenge$	<i>Masse des Weines in Destillationsblase</i>
$Masse_{ein}$	<i>Gesamtmasse Becherglas + Wein</i>
$Masse_{aus}$	<i>Gesamtmasse Becherglas + Weinbenetzung</i>
$Feed.IN$	<i>Masse Referenzprobe</i>

### 5.9.2 Inbetriebnahme

Vor Inbetriebnahme ist folgende Checkliste abzuarbeiten.

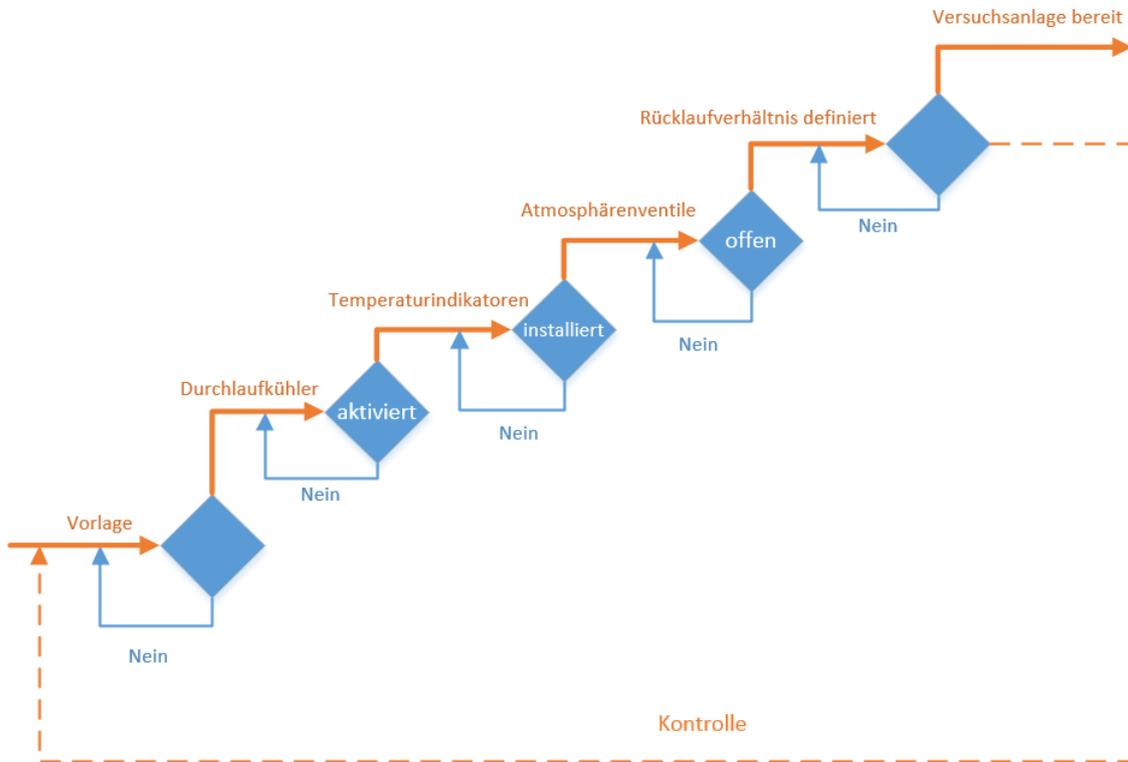


Abbildung 5.4: Checkliste Anlage

Ist die Checkliste abgearbeitet, ist die Anlage bereit zur Inbetriebnahme. Dazu ist die Sumpftemperatur am Heizelement vorzugeben. Anschließend ist die Heizung zu aktivieren. Ab diesem Zeitpunkt wird eine Stoppuhr gestartet.

### 5.9.3 Dokumentation

Während der Destillationsversuche werden folgende Größen dokumentiert.

Versuchszeit	$T_{Heat}$	$T_{Sumpf}$	$T_{Kopf}$	Probenmenge
[min]	[°C]	[°C]	[°C]	[g]

Tabelle 5.10: Dokumentationsgrößen

Die Temperaturen werden von den jeweiligen Anzeigegeräten abgelesen und im Minutentakt dokumentiert, wobei  $T_{Heat}$  einmalig zu notieren ist. Die Versuchszeit ist der Stoppuhr zu entnehmen. Die Probenmenge wird durch die Laborwaage ermittelt.

#### 5.9.4 Probenahme

Um quantitative und qualitative Aussagen treffen zu können, wurden Destillatproben gesammelt und entnommen. Dabei wurde wie folgt vorgegangen: Um möglichst gleiche Probenmengen (ca. 5-7 ml) zu entnehmen wurde die Anschütz-Thiele-Vorrichtung (ATVR) als Probenfalle verwendet. Die ATVR ist mit einem verschließbaren Vorlagebehälter (100ml) ausgerüstet. Durch das kleine Gefäßvolumen ergab sich hierbei eine gute optische Kontrolle zur Entnahme gleicher Probegrößen.

### 5.10 Analytik

Zur quantitativen Untersuchung wird ein Gaschromatograph mit Flammenionisationsdetektor (GC-FID) verwendet. Bestimmt werden die Massenanteile von Ethanol und Methanol. Neben Ethanol und Methanol befindet sich im Destillat und Destillationsgut eine Vielzahl von anderen Kohlenwasserstoffverbindungen. Aromastoffe, Öle und Säuren sind Beispiele dafür. Auf die quantitative Bestimmung solcher Teilnehmer wird verzichtet und der verbleibende Massen- bzw. Mengenanteil Wasser zugerechnet.

#### 5.10.1 GC-FID Standards

Um Massenanteile von Ethanol und Methanol bestimmen zu können wird der GC-FID zuvor auf diese Substanzen kalibriert. Dabei werden für Ethanol und Methanol Standards hergestellt. Die Standards werden mit geeignetem Lösungsmittel verdünnt, um gesuchte Substanzen eindeutig zu identifizieren (keine Peaküberlagerung). Die Ergebnisse der GC-FID Analyse werden durch Chromatogramme

dargestellt. Aus den Chromatogrammen ergeht die Retentionszeit<sup>167</sup> und der Ausschlag (Peak) der Analyten hervor. Die Retentionszeit dient der Zuordenbarkeit der Peaks. Die Fläche unter einem Peak (Area) beschreibt dessen Menge.

Dieser Prozess wird für jeden Standard durchgeführt. Der Kalibrationsbereich beläuft sich bei Ethanol von 900 bis 99859 ppm<sup>168</sup> und bei Methanol von 50 bis 2000 ppm. Die daraus resultierenden Areas werden den Konzentrationen (ppm) gegenüber aufgetragen und man erhält für jede Substanz eine sogenannte Kalibrationsgerade mit linearer Gesetzmäßigkeit ( $y = k \cdot x + d$ ). Für jede Messreihe werden die Standards neu vermessen.

### Verdünnung

Damit sich die Probenzusammensetzungen immer im Kalibrationsbereich befinden, werden diese mit einem Lösungsmittel (Solvent) verdünnt. Da bei den Versuchen ein breites Spektrum an Ethanol- und Methanolkonzentrationen zu erwarten ist, wurden die Verdünnungen wie folgend gewählt.

	Lösungsmittel	Feed <sub>In</sub>	Destillate	Feed <sub>Out</sub>	Probengröße
<b>Ethanol</b>	Dioxan	1:10	1:10	1:10	1ml
<b>Methanol</b>	Ethanol	1:2	1:2	1:2	1ml

Tabelle 5.11: Probenverdünnung

### Interpretationsbeispiel 1:10 bei 1ml Probengröße

Eine Gesamtmenge von 1 ml wird auf 1 Teil zu untersuchende Substanz und 9 Teile Lösungsmittel aufgeteilt. Liegt eine Probe außerhalb<sup>169</sup> des Kalibrationsbereichs wird diese mit einer angepassten Verdünnung neu vermessen. Der Verdünnungsprozess wird dokumentiert, um die tatsächliche Verdünnung *VDF* zu errechnen.

<sup>167</sup>Zeit die die Probe benötigt, um die Trennsäule zu passieren

<sup>168</sup>ppm=part per million

<sup>169</sup>Über- oder Unterschreiten der Kalibrationskonzentrationen (ppm)

**Verdünnungsfaktor VDF:**

$$VDF = \frac{m_{Probe} + m_{LM}}{m_{Probe}} \quad (5.2)$$

$$[VDF] = \frac{g_{verd}}{g_{Probe}} \quad (5.3)$$

$VDF$	<i>Verdünnungsfaktor</i>
$m_{Probe}$	<i>Masse Probe</i>
$m_{LM}$	<i>Masse Lösungsmittel</i>
$[VDF]$	<i>Einheit VDF</i>
$g_{verd}$	<i>Gramm Verdünnung</i>
$g_{Probe}$	<i>Gramm Probe</i>

## 5.10.2 Auswertung

Aus der Kalibration ergeben die Geradenkoeffizienten,  $k_i$  und  $d_i$ , der Substanzen  $i$ . Die GC-FID Analyse liefert die Areas ( $Ar_i$ ) der analysierten Proben. Kombiniert man diese Parameter besitzt die Kalibrationsgerade folgende Form:

$$y_i = Ar_i \cdot k_i + d_i \quad (5.4)$$

$y_i$  gibt hierbei Auskunft über das Verhältnis der Komponente  $i$  zur Gesamtverdünnung. Wird der VDF hinzugezogen, lässt sich daraus der Massenanteil der Komponente  $i$  beschreiben.

$$w_i = y_i \cdot VDF = (Ar_i \cdot k_i + d_i) \cdot VDF \quad (5.5)$$

Durch die Dimensionsanalyse wird dies nachstehend belegt.

$$w_i \left[ \frac{g_i}{g_{Probe}} \right] = y_i \left[ \frac{g_i}{g_{verd}} \right] \cdot VDF \left[ \frac{g_{verd}}{g_{Probe}} \right] \quad (5.6)$$

**Beispiel für  $i = Ethanol$**

$$w_{EtOH} \left[ \frac{g_{EtOH}}{g_{Probe}} \right] = y_{EtOH} \left[ \frac{g_{EtOH}}{g_{verd}} \right] \cdot VDF \left[ \frac{g_{verd}}{g_{Probe}} \right] \quad (5.7)$$

Abbildung 5.5 zeigt ein Beispiel eines Auswertungschromatogramms.

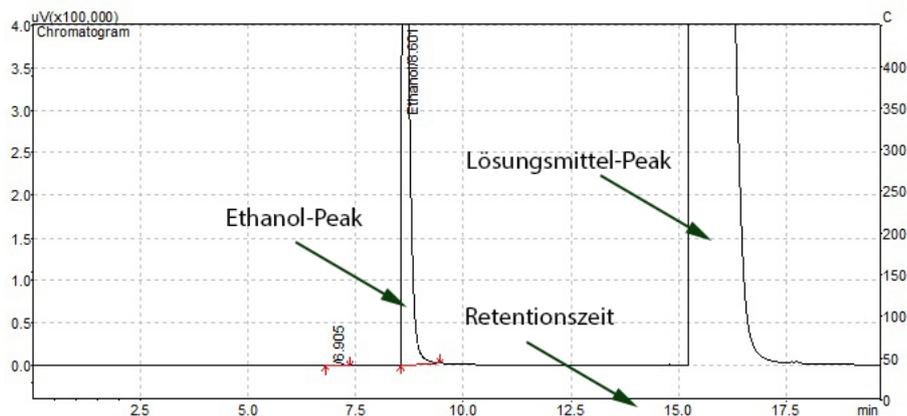


Abbildung 5.5: Beispiel eines Ethanol-Chromatogramms

## 5.11 Versuchsreihen

In [Abschnitt 5.11](#) wird das genaue Vorgehen der Versuchsreihen beschrieben. Die dafür verwendete Anlagenmodifikation und deren Auswirkung wird ausführlich erläutert. Zur Nachvollziehbarkeit und Dokumentation wird eine Versuchsnomenklatur eingeführt und beschrieben.

### 5.11.1 Validierungsversuche

#### Anlagenschema Validierungsversuche

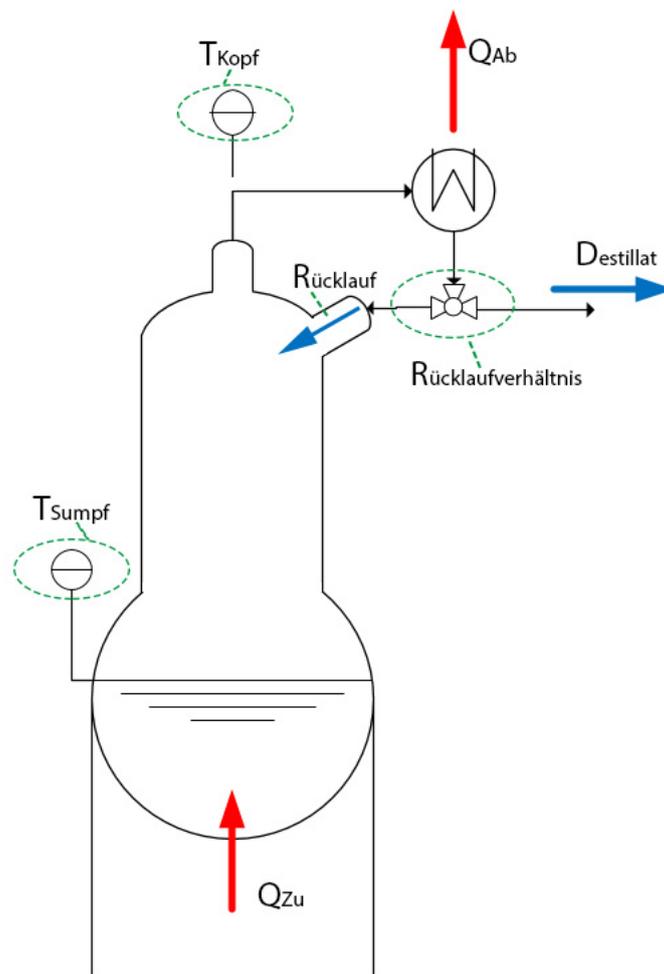


Abbildung 5.6: Anlagenschema Validierungsversuche

[Abbildung 5.6](#) zeigt das Anlagenschema der Versuchsanlage bei den Validierungsversuchen. Die Anlage befindet sich bei diesen Experimenten im *Leerzustand*. Dies

bedeutet, dass keine zusätzliche Stoffaustauschfläche verbaut ist. Die Stoffaustauschfläche und somit die Anlagentrennleistung beschränkt sich auf die Kolonnenschussgeometrie. Um eine konstante Dampfbelastung in der Kolonne zu erzeugen wird bei  $T_{Sumpf}$  eine Solltemperatur mit  $T_{heat} = 103^{\circ}\text{C}$  vorgegeben. Dieses Vorgehen ruft bei dem Heizelement eine Maximallast von  $Q_{zu} = 0.8\text{kW}$  hervor. Das Rücklaufverhältnis  $r$ , wird durch den Taktgeber vorgegeben und der Simulation angepasst. Die Kondensation  $Q_{ab}$  wird mit einem Umlaufkühler durchgeführt. Die Kühlwassereintrittstemperatur  $T_{cool}$  wurde mit  $12^{\circ}\text{C}$  vorgegeben. Die dokumentierten Parameter sind  $T_{Sumpf}$ ,  $T_{Kopf}$ , *Rücklaufverhältnis* und *Destillatmenge*.

**Dokumentationsparameter**

$T_{Sumpf}$	$T_{Kopf}$	$r$	$m_{Destillat}$
[ $^{\circ}\text{C}$ ]	[ $^{\circ}\text{C}$ ]	-	[g]

Tabelle 5.12: Dokumentationsparameter Validierungsversuche

**Nomenklatur Validierungsversuche**

$$\begin{array}{ll}
 & WBx.y \qquad (5.8) \\
 WB & \text{Rohstoff} \\
 x.y & \text{Versuch } x, \text{ Probe } y
 \end{array}$$

### 5.11.2 Methanolabtrennversuche

Auf eine Simulation dieser Versuchsreihe wurde verzichtet, da bei den Abtrennungsversuchen eine grundsätzliche Möglichkeit gesucht wird, um Methanol tatsächlich dem Vorlauf der Destillation zuzuordnen.

Abbildung 5.8 beschreibt das Schema der Anlage bei Methanolabtrennungsversuchen. In dieser Versuchsreihe ist der Kolonnenschuss, Abbildung 5.3 [3], mit Raschigringen befüllt. Eine Verstärkereinheit wird damit dargestellt und der Prozess wird mit zusätzlicher Soffaustauschfläche ausgestattet. Betriebs- und Dokumentationsparameter (Tabelle 5.12) sind analog zu den Validierungsversuchen.

#### Anlagenschema Methanolabtrennversuche

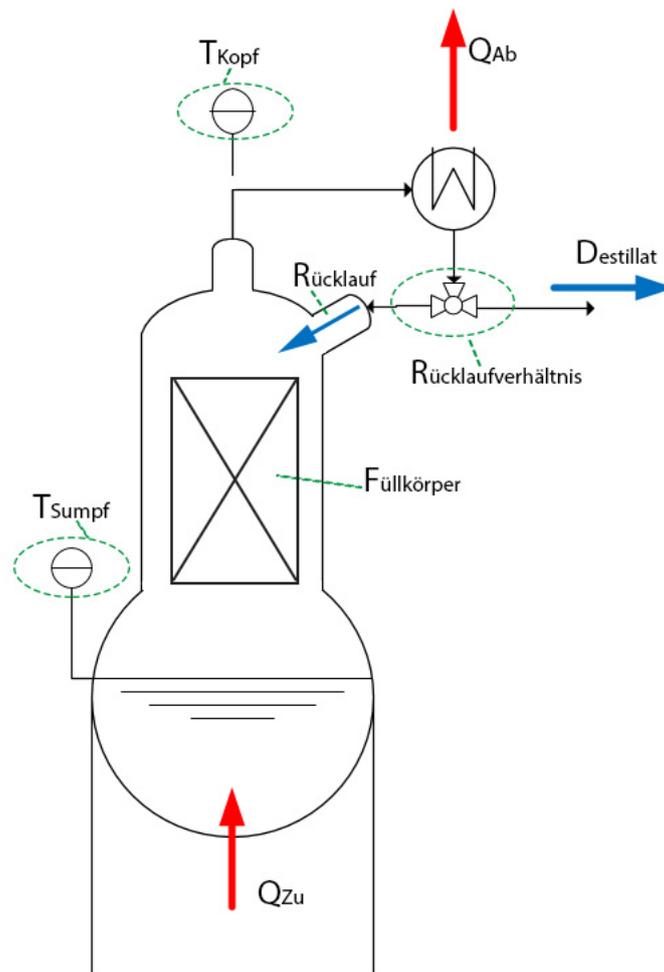


Abbildung 5.7: Anlagenschema Methanolabtrennung

## Methanolabtrennung Versuchsreihe 1

Die Abfolge dieser Versuchsreihe ist analog zu jener der Validierungsversuche. Der Unterschied liegt jedoch bei der Trennleistung der Kolonne. Durch Einbauten wird diese gesteigert. Untersucht wird, ob mit vergrößerter Stoffaustauschfläche eine gute Methanol/Ethanol - Trennung durchgeführt werden kann. Variiert wird dabei das Rücklaufverhältnis. Dokumentationsparameter lt. [Tabelle 5.12](#).

### Nomenklatur Versuchsreihe 1

*WBFKx.y* (5.9)

<i>WB</i>	<i>Rohstoff</i>
<i>FK</i>	<i>Füllkörper</i>
<i>x.y</i>	<i>Versuch x Probe y</i>

## Methanolabtrennung Versuchsreihe 2

Bei diesem Versuchszyklus wird in der Verstärkereinheit ein Konzentrationsprofil aufgebaut. [Abbildung 5.8](#) soll diesen Ansatz grafisch unterstützen.

### Kolonnenprofil

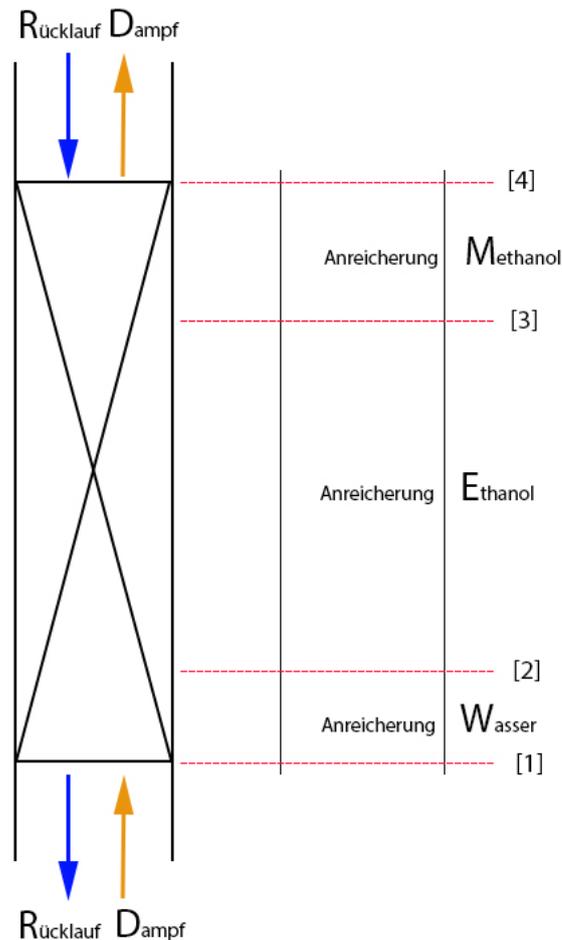


Abbildung 5.8: Kolonnenprofil

Durch Setzen von  $r = \infty$ <sup>170</sup> wird der Kontakt zwischen Dampf- und Flüssigphase über eine definierte Zeitspanne erzwungen. Der Stoffaustausch wird dadurch intensiviert. Durch diese Intensivierung wird der Verstärkereinheit ein Konzentrationsprofil aufgezwungen. Das Anreicherungsprofil erfolgt gemäß den Siedepunkten

<sup>170</sup>Es erfolgt keine Entnahme von Destillat

der Komponenten. In der Grafik berücksichtigt wird lediglich Methanol - Ethanol und Wasser, da deren Verhalten von Interesse ist. In [Abbildung 5.8](#) beschreiben die Linien [1] bis [4] die Grenzflächen der Anreicherungszone.

### Ideales Verhalten

In den Bereichen [1] bis [2], [2] bis [3] und [3] bis [4] herrscht ein steigendes Konzentrationsgefälle der Komponenten Wasser, Ethanol und Methanol. Dies bedeutet zB. für Methanol, dass es an der Stelle [3] in geringster und an der Stelle [4] in maximaler Konzentration vorhanden ist. Bei idealem Trennverhalten würde Methanol an Stelle [4] als Reinstoff vorhanden sein. Analog gilt dies für Wasser und Ethanol an den Stellen [1]-[2] und [2]-[3]. Ein Erreichen eines solchen Profils ist mit dieser Anlage nicht möglich. Einerseits werden dabei nur 3 Komponenten eines Multikomponenten-Gemisches berücksichtigt, andererseits erfordert eine Aufbereitung in dieser Form chromatographisches Trennen mit einer Trennstufenzahl über 1000.

### Reales Verhalten

Bei realem Verhalten ist eine vollkommene Abtrennung der interessierenden Komponenten nicht zu erwarten. Es sind aber Zonen höchster Konzentrationen der Gemische zu erwarten. Dies bedeutet, dass Methanol lokal zwar ein hohes Konzentrationsmaß besitzen kann, jedoch von einem Anteil Dritter<sup>171</sup> begleitet wird. Für eine vollständige Abtrennung dieser Komponenten, reicht die Trennleistung der Versuchskolonnen nicht aus. Dieses Phänomen lässt sich auch auf den Stand der Technik von Alkoholdestillationsanlagen übertragen.

Um diesen Ansatz zu überprüfen, wurde der Maische zusätzlich Methanol hinzugefügt. Durch das zugefügte Methanol wird eine bessere Ausbildung des Profils erwartet. Durch Analyse der Proben wird dieser Grundgedanke quantitativ und qualitativ beschrieben.

Bei diesen Versuchsreihen 1 und 2 wird auf übliche Qualitätskriterien des Destillats, wie Geschmack, nicht geachtet. Ausschließlich die Möglichkeit Methanol anfänglich zu entfernen ist der Untersuchungsgegenstand.

---

<sup>171</sup>zB.: begleitende Tiefsieder

**Nomenklatur Versuchsreihe 2**

$$WBFKS_{x,y} \quad (5.10)$$

<i>WB</i>	<i>Rohstoff</i>
<i>FK</i>	<i>Füllkörper</i>
<i>S</i>	<i>gespiked</i>
<i>x.y</i>	<i>Versuch x Probe y</i>

**Referenzversuche mit echter Maische**

Mit vergorener Apfelmaische werden die entwickelten Ansätze der Abtrennversuche auf Tauglichkeit überprüft. Dabei sind vor allem die geringen Methanolanfangskonzentrationen von Interesse. Anfänglich erfolgt ein Aufkonzentrieren der Maische, mit  $r = \infty$  und definierter Dauer, in der Verstärkersäule. Anschließend werden diese hochreinen Anteile bei niedrigem Rücklaufverhältnis, mit Hauptaugenmerk auf Methanol, entfernt.

Ziel dabei ist es, Methanol auch in geringen Konzentrationen im Destillationsgut über den Vorlauf zügig zu entfernen. Anschließend soll mit geringem Rücklaufverhältnis destilliert werden.

**Nomenklatur Referenzversuche**

$$MK_{x,y} \quad (5.11)$$

<i>MK</i>	<i>Rohstoff</i>
<i>x.y</i>	<i>Versuch x Probe y</i>

## 5.12 Bilanzen

Tabelle 5.13 zeigt die erstellte Auswertungstabelle. Diese beinhaltet die Versuchsbezeichnung, das verwendete Rücklaufverhältnis, Destillationsmengen (Vorlagemenge, Probenmengen, Sumpfrückstand), die Kopftemperatur bei Probenentnahme und die Ergebnisse der analytischen Auswertung von Methanol und Ethanol (Gewichtsprozent) der jeweiligen Versuchsproben. Diese Auswertungstabelle bildet die Grundlage für die Berechnung bzw. Darstellung der Auswertungsparameter, wie Methanol/Ethanol - Verhältnis und Bilanzen. Der Aufbau wird nachstehend kurz beschrieben.

### Beispiel

Versuch	r	Nr.	$w_i$ Destillat		Masse Destillat			$\Sigma_{kum}$ Destillat		$T_{Kopf}$ - °C
			MeOH % Gew	EtOH % Gew	Probe g	MeOH g	EtOH g	MeOH g	EtOH g	
MK 1	10	IN	0,0609	8,055	761,43	0,464	61,333			
MK 1	10	1	2,3565	84,6443	3,55	0,084	3,005	0,084	3,00	76,8
MK 1	10	2	1,7962	82,2031	3,51	0,063	2,885	0,147	5,89	76,9
MK 1	10	3	1,2655	94,8414	3,73	0,047	3,538	0,194	9,43	76,9
MK 1	10	4	0,9775	94,3209	3,74	0,037	3,528	0,230	12,96	77
MK 1	10	5	0,8051	94,7524	3,59	0,029	3,402	0,259	16,36	77
MK 1	10	6	0,6734	94,3616	3,39	0,023	3,199	0,282	19,56	77
MK 1	10	7	0,5818	93,821	5,2	0,030	4,879	0,312	24,43	77
MK 1	10	8	0,4952	94,1095	4,78	0,024	4,498	0,336	28,93	77
MK 1	10	9	0,4588	94,1787	3,71	0,017	3,494	0,353	32,43	77
MK 1	20	10	0,4475	93,7954	4,21	0,019	3,949	0,372	36,38	77
MK 1	20	11	0,4383	93,2567	3,67	0,016	3,423	0,388	39,80	77,1
MK 1	20	12	0,4187	94,0773	4	0,017	3,763	0,405	43,56	77,1
MK 1	20	13	0,3723	75,8965	4,22	0,016	3,203	0,421	46,76	77,2
MK 1	20	14	0,3137	92,0132	4,19	0,013	3,855	0,434	50,62	77,4
MK 1	20	15	0,2668	88,8964	3,76	0,010	3,343	0,444	53,96	78,1
MK 1	20	16	0,2175	84,7768	3,6	0,008	3,052	0,452	57,01	79,4
MK 1	20	17	0,1822	71,8435	4,22	0,008	3,032	0,459	60,05	87,6
MK 1	20	18	0,156	51,2427	2,51	0,004	1,286	0,463	61,33	93,7
MK 1	20	Out	0	0,27964	663,92	0,000	1,857			

Tabelle 5.13: Auswertungstabelle

### Probennummerierung

IN beschreibt den Startzustand. OUT beschreibt den Endzustand. Destillatsproben variieren hinsichtlich der Anzahl.

### $w_i$ Destillat

Zeigt die Ergebnisse der GC-Analyse die durch die Kalibrierkurven in Gewichtsprozent umgerechnet werden. IN und OUT beschreiben die Zusammensetzung des Destillationsguts vor und nach der Destillation.

### Mengen

IN beschreibt die eingewogene Menge an Destillationsgut. OUT beschreibt die Menge die nach dem Destillationsprozess im Siedegefaß verblieben ist. Die Probenmenge wird ebenfalls dokumentiert. Die Menge an Methanol und Ethanol einer Probe oder vorgelegten Menge, wird mit Hilfe der zugehörigen Zusammensetzung berechnet. Aus Gründen der Reproduzierbarkeit werden die Komponentenmengen in  $\sum$  *Destillat* kumuliert dargestellt. Diese berechneten Mengen fließen bei der Erstellung der Bilanz (MeOH und EtOH) mit ein.

### Bilanzbeispiel

MK 1 r= 10/20								
SOLL :	Sumpf		IST :	Destillat		Δ :	SOLL - IST	
	MeOH	EtOH		MeOH	EtOH		MeOH	EtOH
	g	g		g	g		g	g
IN	0,464	61,333		-	-		0,001	-1,86
OUT	0,000	1,857		-	-			
<b>IN - OUT</b>	0,464	59,477	<b>AB:</b>	0,463	61,33	<b>% Fehler:</b>	0,12	-3,12

Tabelle 5.14: Bilanzbeispiel

#### SOLL

Das SOLL beschreibt die Bilanz um den Vorlagebehälter. Die Zustände (Zusammensetzungen, Komponentenmengen) vor Destillationsbeginn werden den Zuständen nach Abschluss der Destillation gegenübergestellt. Daraus ergeben sich errechnete Mengen an Methanol und Ethanol, die während des Destillationsprozesses in das Destillat übergeführt werden. Mit IN-OUT werden die übergeführten Ethanol- und Methanolumengen berechnet. Sie beschreiben gleichzeitig den SOLL-Zustand <sup>172</sup>.

#### IST / AB

Die IST-Mengen beruhen auf den entnommenen Destillatproben. Die Mengenanteile von Ethanol und Methanol werden mit der jeweiligen Probenzusammensetzung berechnet und kumuliert. Die kumulierte Menge der Komponenten Ethanol und Methanol entsprechen somit der gesamt übergeführten Menge. Diese beschreiben den IST-Zustand.

#### Δ - % Fehler

Mit der Fehlerberechnung wird der SOLL- und IST-Zustand verglichen. Δ errechnet sich aus der Differenz zwischen SOLL- und IST-Mengen an Ethanol und Methanol. Daraus ergeben sich positive (rechnerisch zu wenig abgeführte) oder negative (rechnerisch zu viel abgeführte) Komponentenmengen. Diese Fehlermengen werden auf Basis SOLL=100% prozentual dargestellt.

<sup>172</sup>Auf Basis der Sumpfbilanz übergeführte Mengen

# 6 Ergebnisse

## 6.1 Simulation

Die Simulationen liefern Informationen über das Verhalten von Ethanol und Methanol während des Destillationsprozesses. Dieses Verhalten wird bei verschiedenen Rücklaufverhältnissen untersucht. Grundlage für die Bewertung und Interpretation sind Simulationsdaten. Als Aufbereitungsbeispiel dient [Abbildung 6.1](#). Dabei wird der Massenanteil von Ethanol (Primärordinate) und Methanol (Sekundärordinate) über die Simulationszeit (Abszisse) aufgetragen.

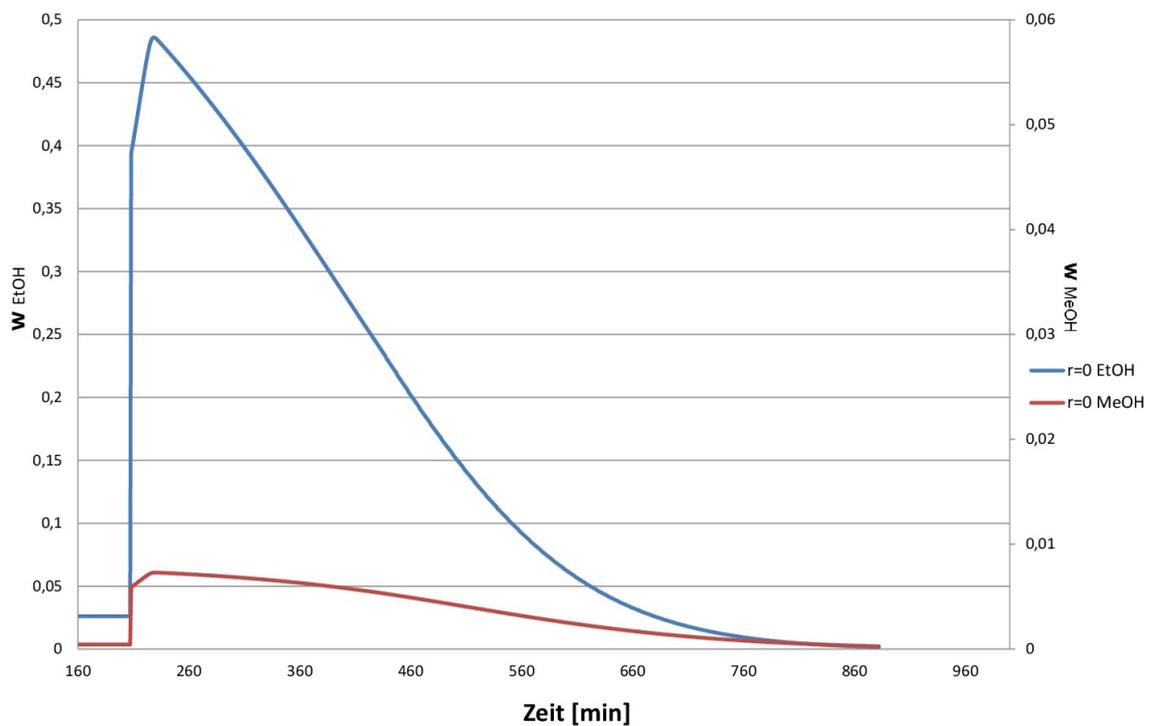


Abbildung 6.1: Beispiel: Simulationsergebnis

Die Feedstrom und somit Sumpfzusammensetzung des Destillationsgutes der Simulation wurde spezifiziert mit:

i	H <sub>2</sub> O	MeOH	EtOH
-	kg/kg	kg/kg	kg/kg
w <sub>i</sub>	0,905	0,002	0,093

Tabelle 6.1: Sumpfzusammensetzung

Rücklaufspezifikationen sind [Tabelle 5.6](#) zu entnehmen.

### 6.1.1 Einstufige Simulation mit $r=0$

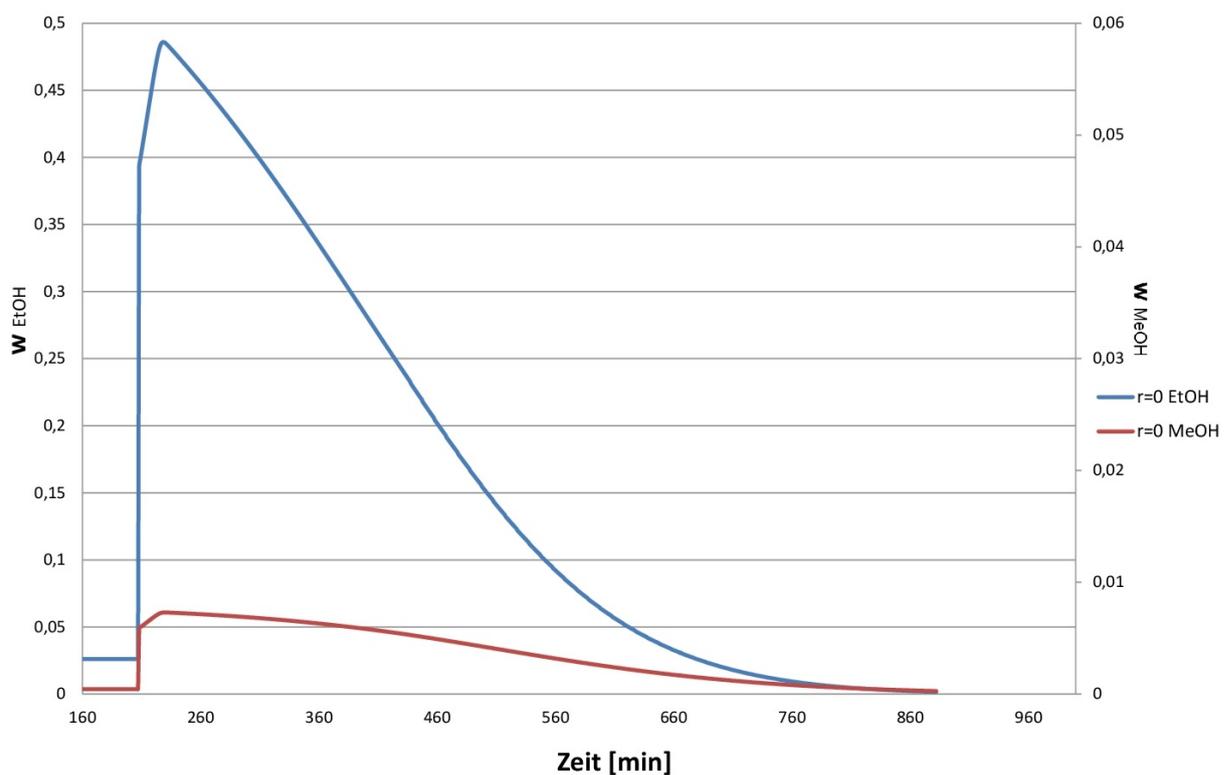


Abbildung 6.2: Simulation  $r=0$

#### Verlauf Ethanol

Ein schnelles Ansteigen und anschließend zügige Abnahme der Ethanolkonzentration im Destillat entspricht dem Erscheinungsbild beim Schnapsbrennen. Ausgeprägt sind die Steigungen der Zu- und Abnahme. Markant hingegen ist der Verlauf des

Methanols.

### Verlauf Methanol

Methanol spricht in der Simulation fast Zeitgleich mit Ethanol an, steigt kurzfristig und nimmt über den Simulationsprozess langsam ab. Vergleicht man beide Verläufe ist ersichtlich, dass die Änderung des Konzentrationsmaßes von Ethanol ausgeprägter verläuft als jene von Methanol.

### Interpretation

Wäre das Abtrennverhalten Methanol von Ethanol markant vorhanden müsste die Steigung des Methanolverlaufs ausgeprägter sein als jene des Ethanols. Eine Zuordnung des Methanols im Vorlauf ist dahingehend stark anzuzweifeln.

Bildet man ein Verhältnis der Methanol- und Ethanolzusammensetzung ist auf Grund der geringen Methanolabnahme ein Anstieg dieses Verhältnisses zu erwarten. Dies bedeutet eine Anreicherung von Methanol (im Verhältnis zu Ethanol) bei fortschreitender Destillation im Destillat.

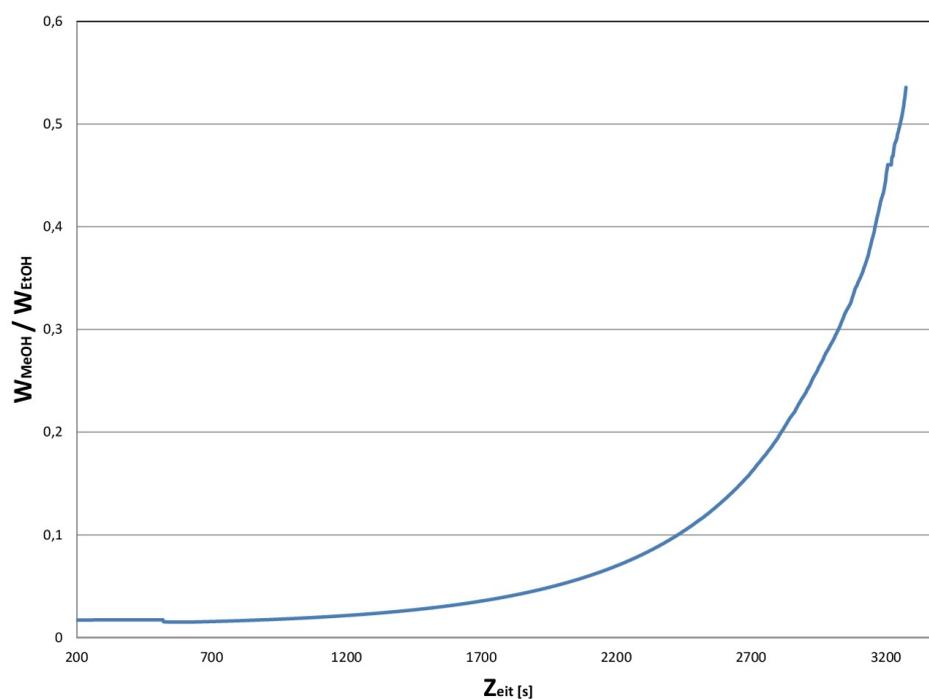


Abbildung 6.3: MeOH/EtOH vs Zeit

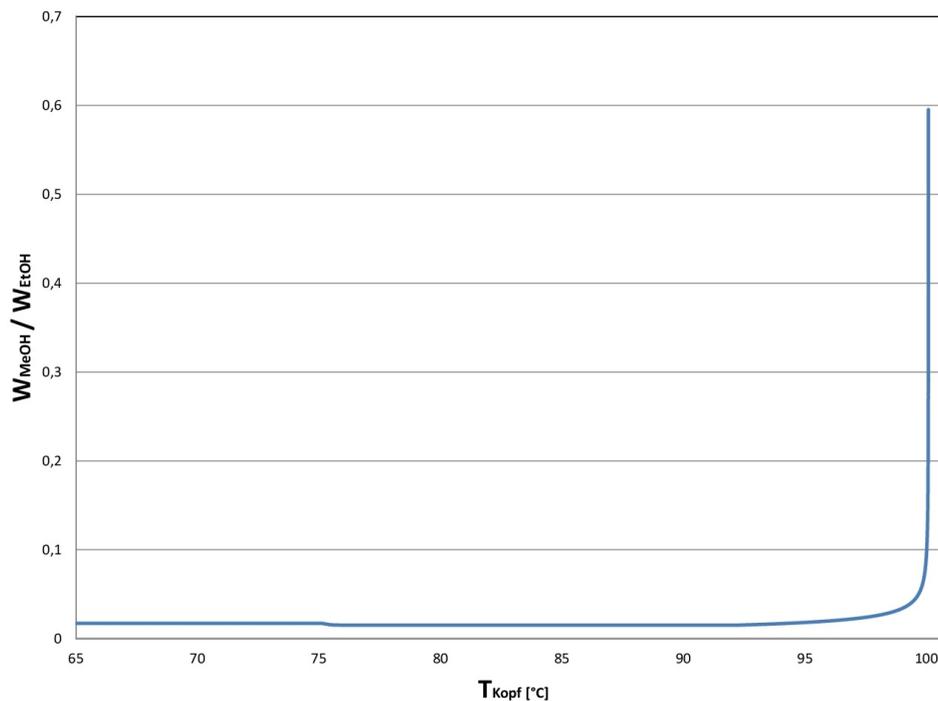


Abbildung 6.4: MeOH/EtOH vs Temperatur

Abbildung 6.3 und Abbildung 6.4 beschreiben dieses Verhältnis und bestätigen den Trend der Methanolzunahme, wobei Abbildung 6.4 kritischer bewertet werden muss. Wird das MeOH/EtOH - Verhältnis gegenüber der Temperatur aufgetragen erfolgt eine aufsteigende Tendenz ab einer Temperatur von ca. 75°C. Grund für die geringe Ausbildung dieses Verlaufs ist die Vernachlässigung des Heatloss<sup>173</sup> in der Simulation. Ein ausgeprägter Anstieg des Verhältnisses MeOH/EtOH ist unter realen Bedingungen ähnlich Abbildung 6.3 zu erwarten. Je weniger Ethanol im Destillat vorhanden ist, desto steiler ist das Verhältnis ausgeprägt.

<sup>173</sup>=Energieverlust

## Zielverläufe zur Methanolabtrennung

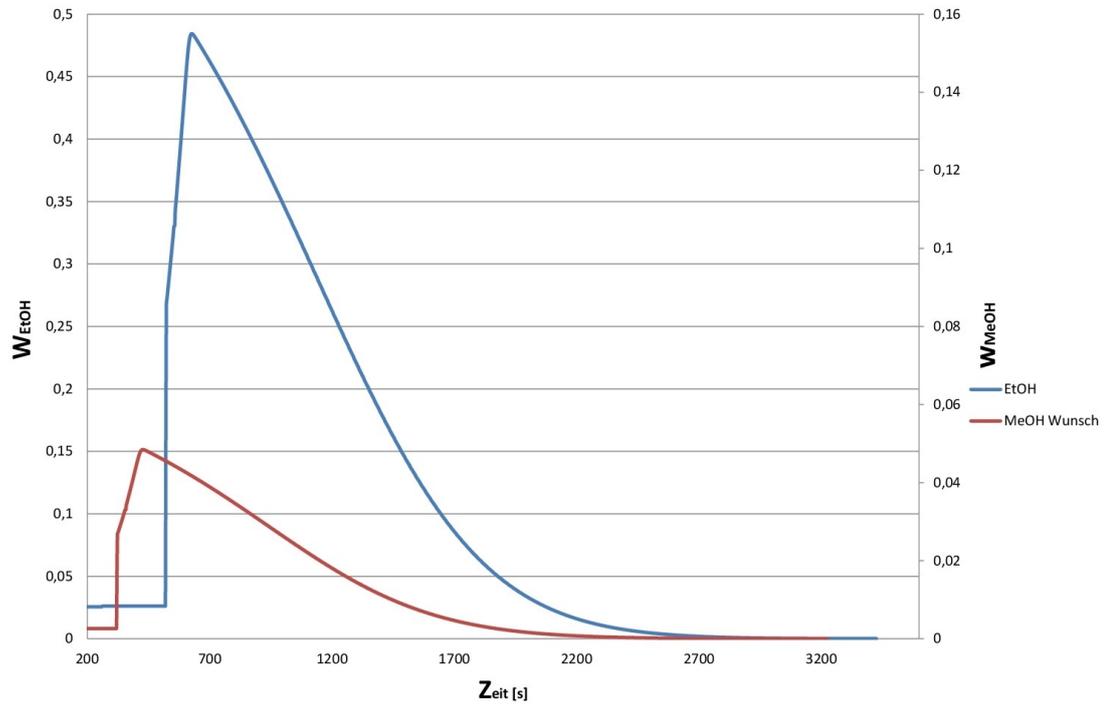


Abbildung 6.5: Zielverlauf Isolationseffekt

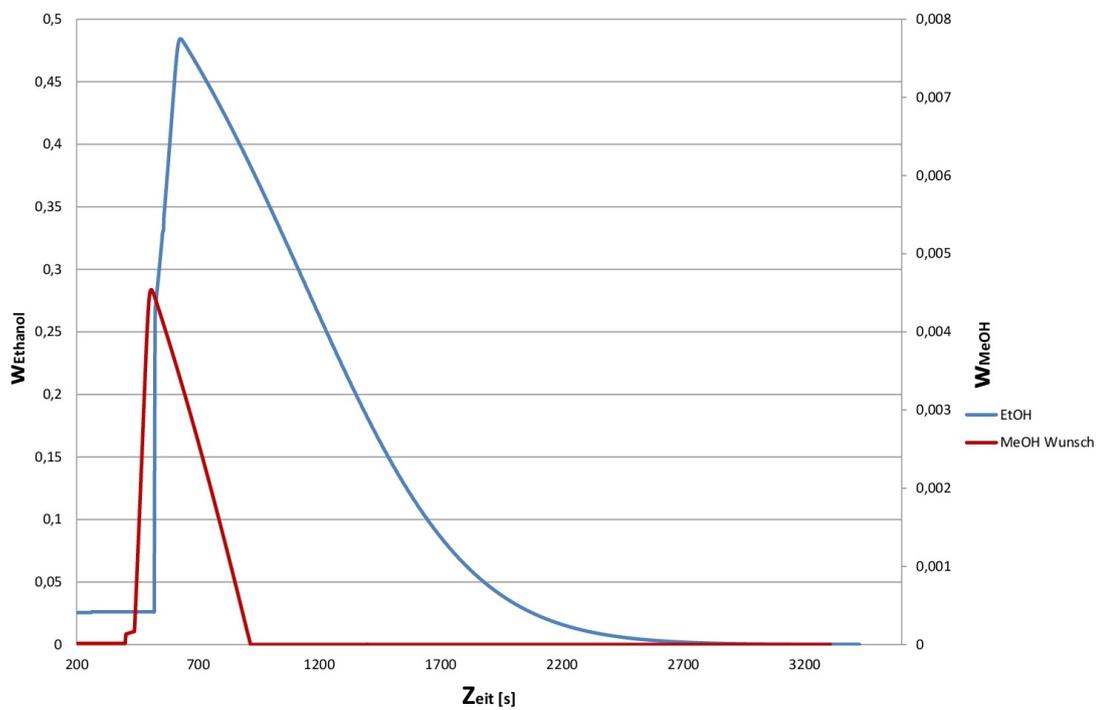


Abbildung 6.6: Zielverlauf Peakeffekt

[Abbildung 6.5](#) und [Abbildung 6.6](#) zeigen mögliche Methanolverläufe die hinsichtlich einer Methanolvorlaufabtrennung realisiert werden müssten. Bei [Abbildung 6.5](#) spricht Methanol wesentlich früher an als Ethanol. Eine Phasenverschiebung von Methanol würde dies hervorrufen. Auf Grund des Siedepunktes dieser Substanz ist dieser Ansatz durchaus vertretbar. Diese Phasenverschiebung setzt allerdings ein hohes Maß an Stoffaustausch voraus. Ist dieser ausreichend, kann Methanol so isoliert werden und über den Vorlauf abgezogen werden. Dieser Ansatz wird an dieser Stelle als Isolationseffekt definiert.

[Abbildung 6.6](#) beschreibt eine weitere Profilvariante zur Methanolabtrennung. Beide Verläufe sprechen ungefähr zur selben Zeit an, mit dem Unterschied, dass das Maß an Methanol deutlich erhöht ist. Eine solche Vorstellung setzt ebenso ein großes Maß an Stoffaustausch voraus, eine Isolierung erfolgt jedoch nicht. Dieser Ansatz soll als Peakeffekt definiert werden. Durch reine Erhöhung des externen Rücklaufverhältnisses in der Simulation wird das Verhalten der Methanol-/Ethanolverläufe hinsichtlich Isolations- und Peakeffekt untersucht. Ebenso die Auswirkung der Rücklauferhöhung auf das Methanol/Ethanol-Verhältnis.

## 6.1.2 $r=0$ bis $r=10$

Abbildung 6.13 visualisiert Simulationsergebnisse bei inkrementierter Rücklauferhöhung.

### Gesamtverlauf

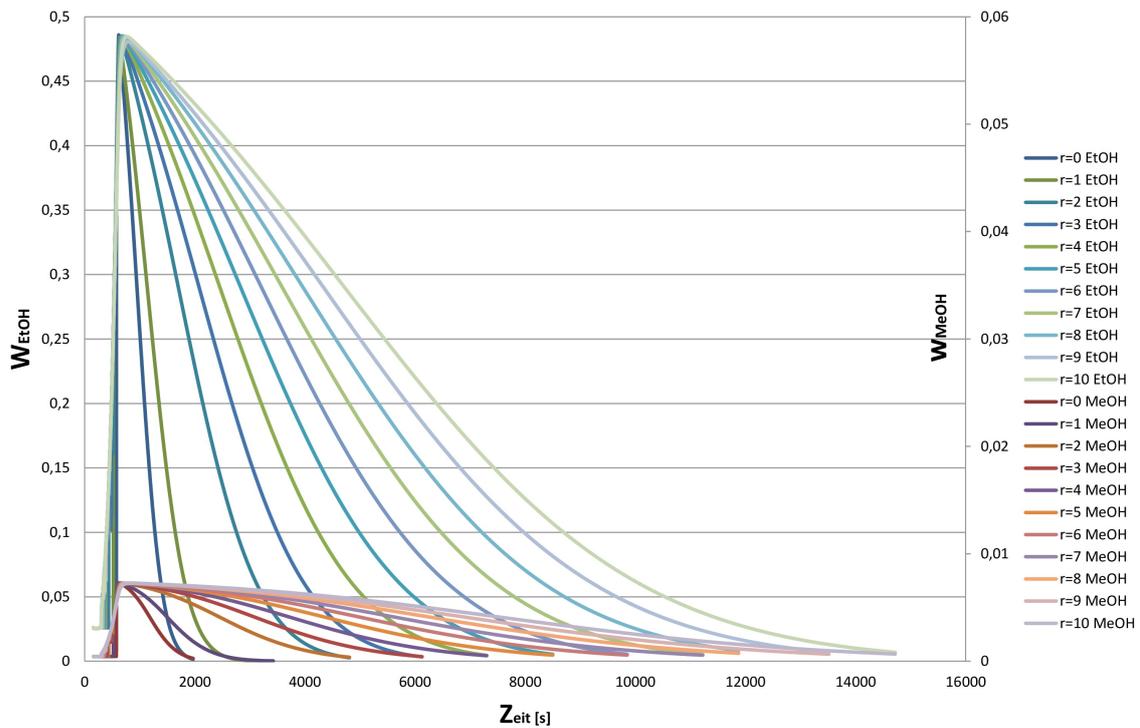
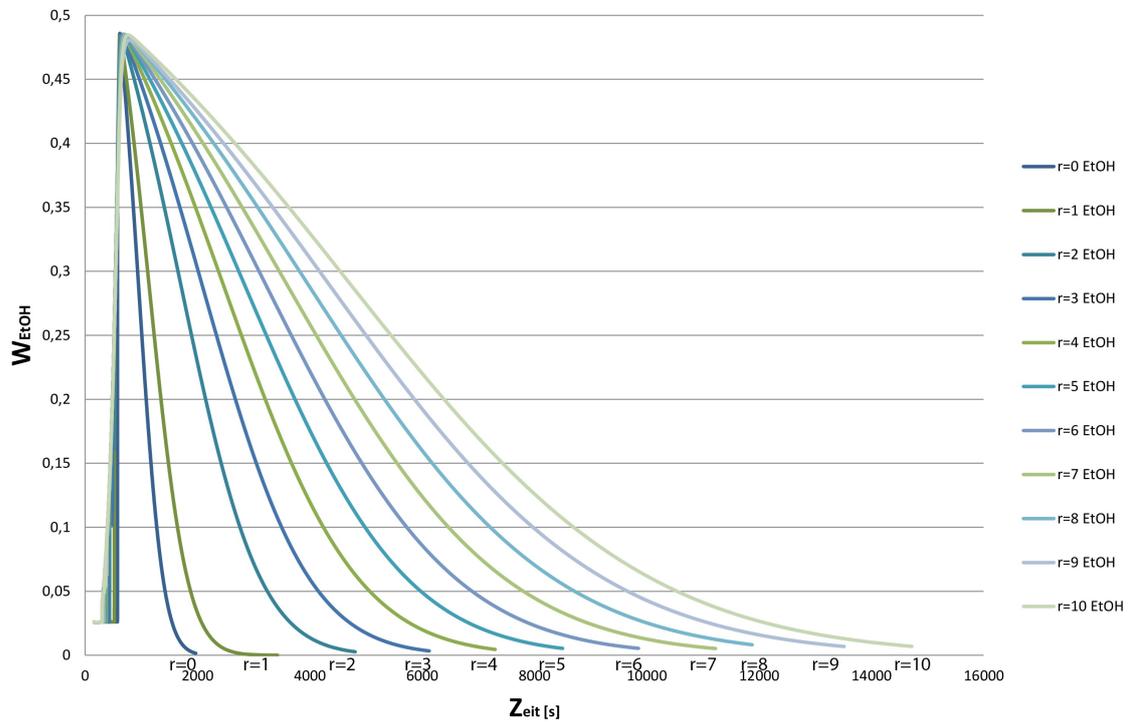


Abbildung 6.7: Simulation  $r=1$  -  $r=10$

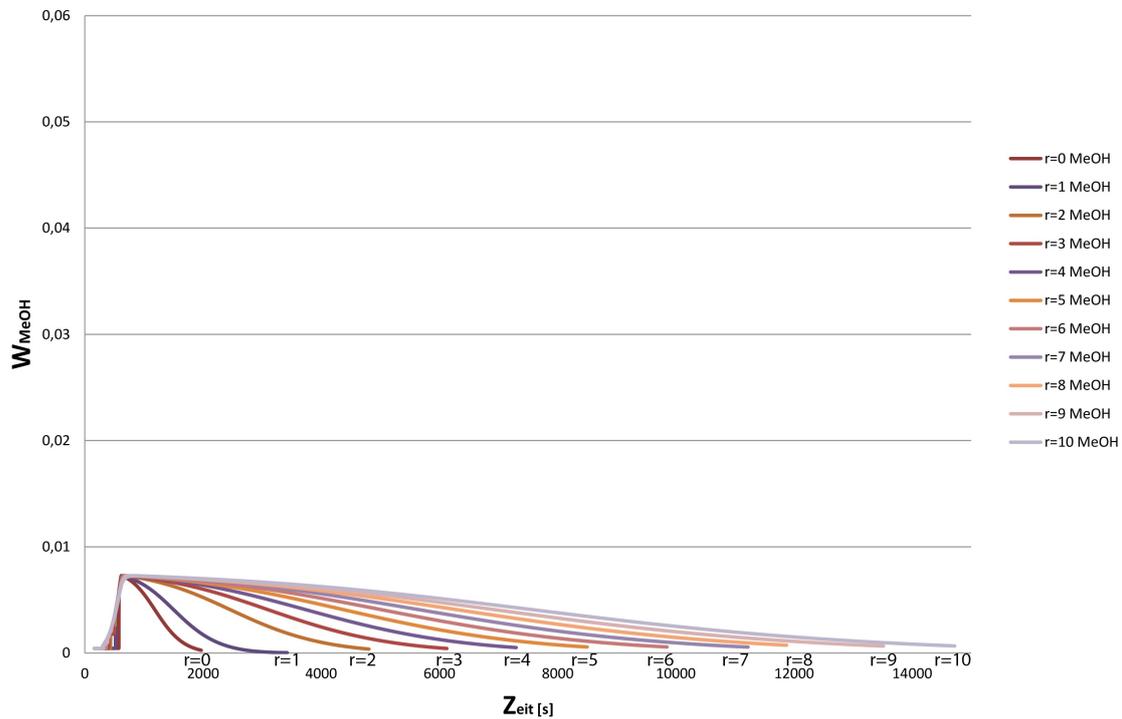
Aus Gründen der Übersicht werden Ethanol- und Methanolverläufe vom Destillat gesondert dargestellt und hinsichtlich Isolier- bzw. Peakeffekt bewertet. Der Ethanolverlauf wird der Primärordinate, der Methanolverlauf der Sekundärordinate gegenüber der Zeit zugeordnet.

## Ethanolverlauf

Abbildung 6.8: Ethanol  $r=1 - r=10$ 

Der Ethanolverlauf  $w_{EtOH}$  liefert bei Rücklauferhöhung ein konsistentes Gesamtbild. Bei stufenweiser Erhöhung des Rücklaufverhältnisses reagiert ebenfalls der Gesamtverlauf in zeitlicher Hinsicht. Vergleicht man die Steigungen bei zunehmendem Rücklaufverhältnis bilden sich diese flacher aus. Anders bewertet kann dadurch festgestellt werden, dass über einen längeren Zeitraum ein Produkt mit höherer Reinheit gewonnen werden kann. Diese Feststellung kann auf Grund des Stoffaustausches, hervorgerufen durch Rücklaufänderung, zurückgeführt werden. Für eine Erhöhung der Maximalkonzentration reicht eine reine Rücklauferhöhung nicht aus. Weiters kann gut beobachtet werden, dass bei Simulationen mit  $r > 4$  die Konzentrationsverläufe und Auslaufbereiche nah zusammenfallen. Die Folge einer geringfügigen Erhöhung des Rücklaufs wirkt sich nur mehr bedingt auf die Produktqualität aus. Dies ist in der Simulation sehr gut zu erkennen, real wird eine solche Grenze ausgeprägter zu erwarten sein.

## Methanolverlauf

Abbildung 6.9: Methanol  $r=1 - r=10$ 

Der Methanolverlauf weist ein ähnliches Verhalten zu Ethanol auf. Bei Rückläuferhöhung flacht der Konzentrationsverlauf mit geringer Steigung ab. Eine Isolierung bzw. Erzeugung eines Peaks ([Abbildung 6.5](#), [Abbildung 6.6](#)) tritt durch Rücklaufänderung nicht ein. Es mag zwar danach aussehen, dass dem Prozess durch die Erhöhung eine größere Menge Methanol entfernt wird, jedoch ist im Verhältnis zu Ethanol keine markante Qualitätssteigerung zu erwarten. [Abbildung 6.10](#) soll diese Aussage verdeutlichen.

## Übersicht

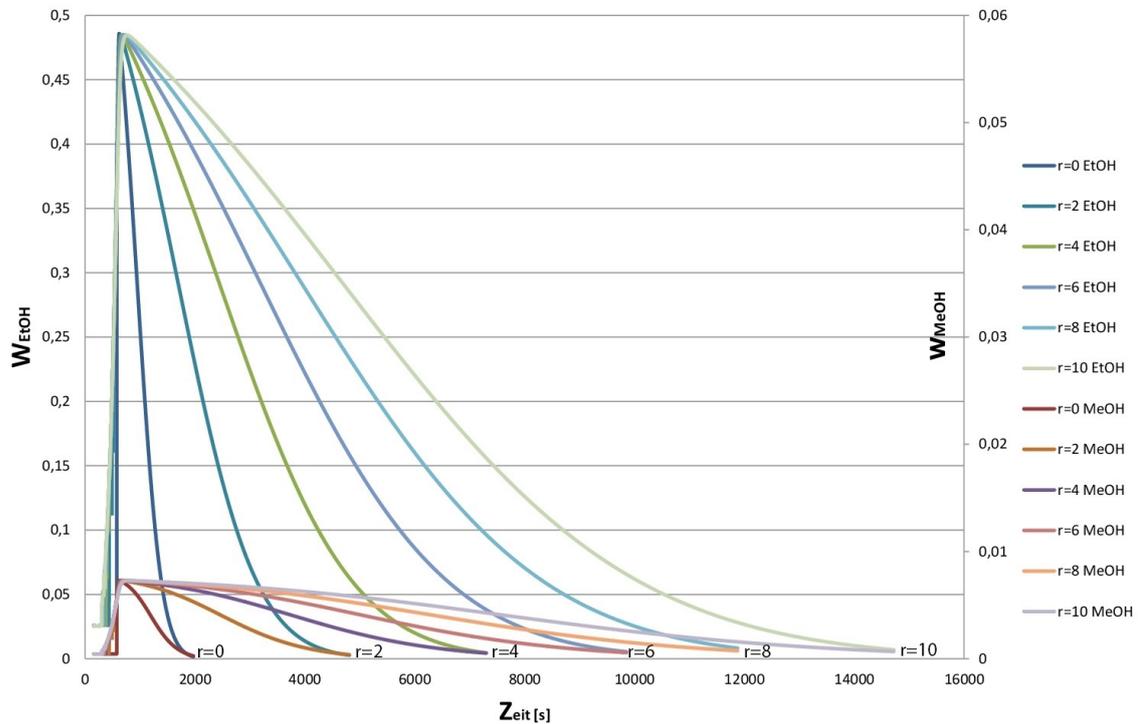


Abbildung 6.10: Übersicht

In [Abbildung 6.10](#) sind die Verläufe von Methanol und Ethanol für  $r = 0, 2, 4, 6, 8, 10$  dargestellt. Dabei geht eindeutig hervor, dass sich bei jeder Rücklaufvariante für Methanol und Ethanol das selbe Verlaufsbild ergibt. Es tritt keine Phasenverschiebung (Isolierereffekt) oder Anreicherung (Peakeffekt) durch Rücklauferhöhung ein. Um diese Aussagen zu festigen, wird dies abschließend mit Simulationen bei hohen Rücklaufverhältnissen ( $r = 20$  und  $r = 40$ ) verdeutlicht.

### 6.1.3 Simulation $r=20$ $r=40$

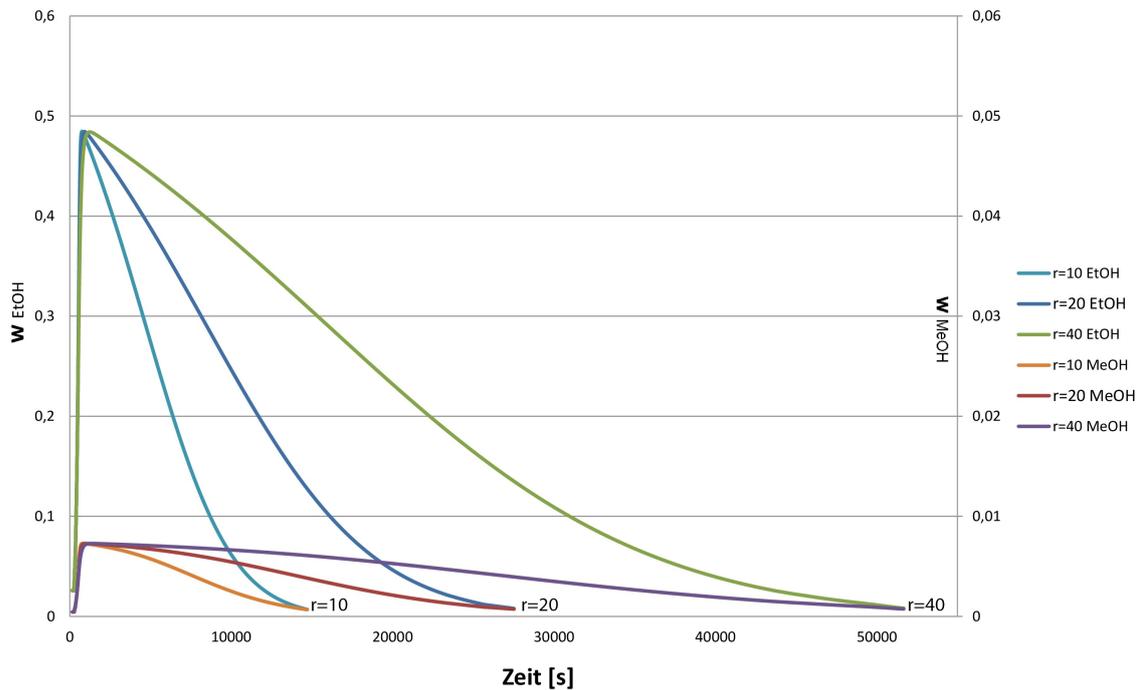


Abbildung 6.11: Simulation  $r=20$   $r=40$

Auch mit sehr großen Rücklaufverhältnissen kann der gewünschte Isolations- bzw. Peakeffekt nicht erreicht werden. Der Stoffaustausch bzw. die Trennleistung kann auch durch ein Rücklaufverhältnis von  $r=20$  oder  $r=40$  nicht künstlich erhöht bzw. erzwungen werden. Unabhängig davon ist zu erwarten, dass auch einfache Brenn- anlagen solch ein Verlaufsbild liefern. Eine Methanolabtrennung ist gemäß dieser Simulationen anzuzweifeln.

### 6.1.4 Auswirkungen auf das Methanol-Ethanol Verhältnis

Eine Änderung des Rücklaufverhältnisses beeinflusst ebenfalls das Verhältnis von Methanol zu Ethanol. Dabei wird  $w_{MeOH}/w_{EtOH}$  gegenüber der Zeit und Temperatur aufgetragen. Mit folgenden Diagrammen wird diese Änderung aufgezeigt und näher beschrieben.

#### MeOH/EtOH-Verhältnis bei r=0 bis 10

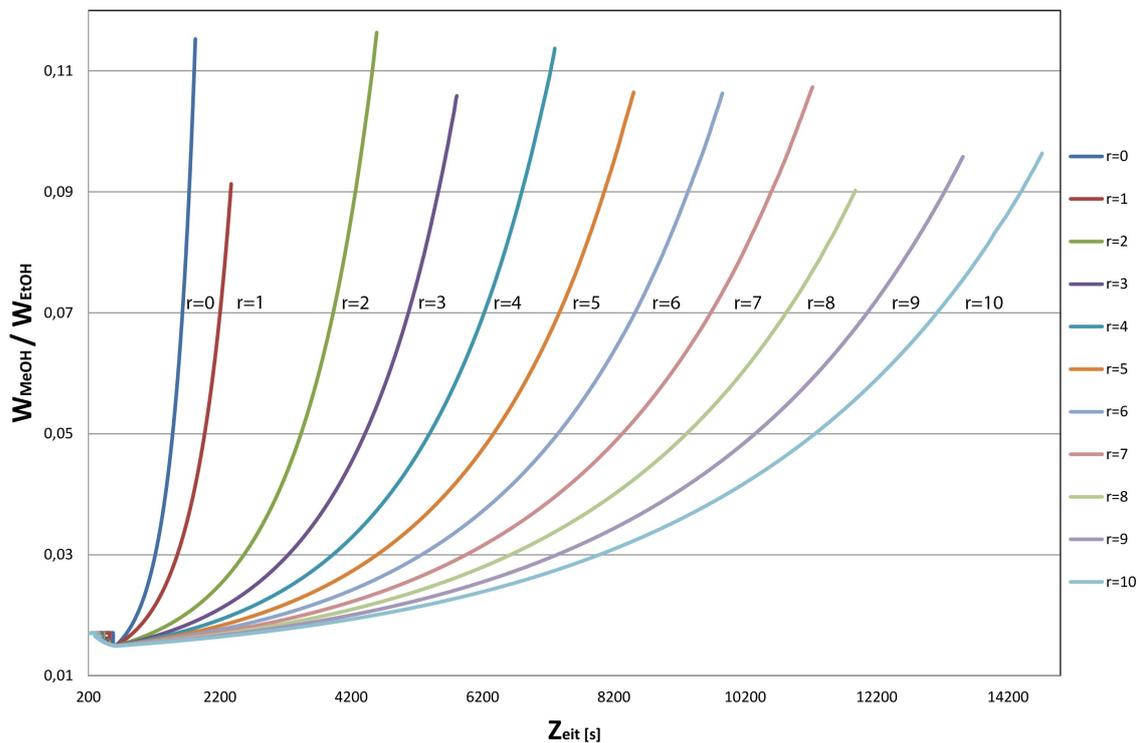
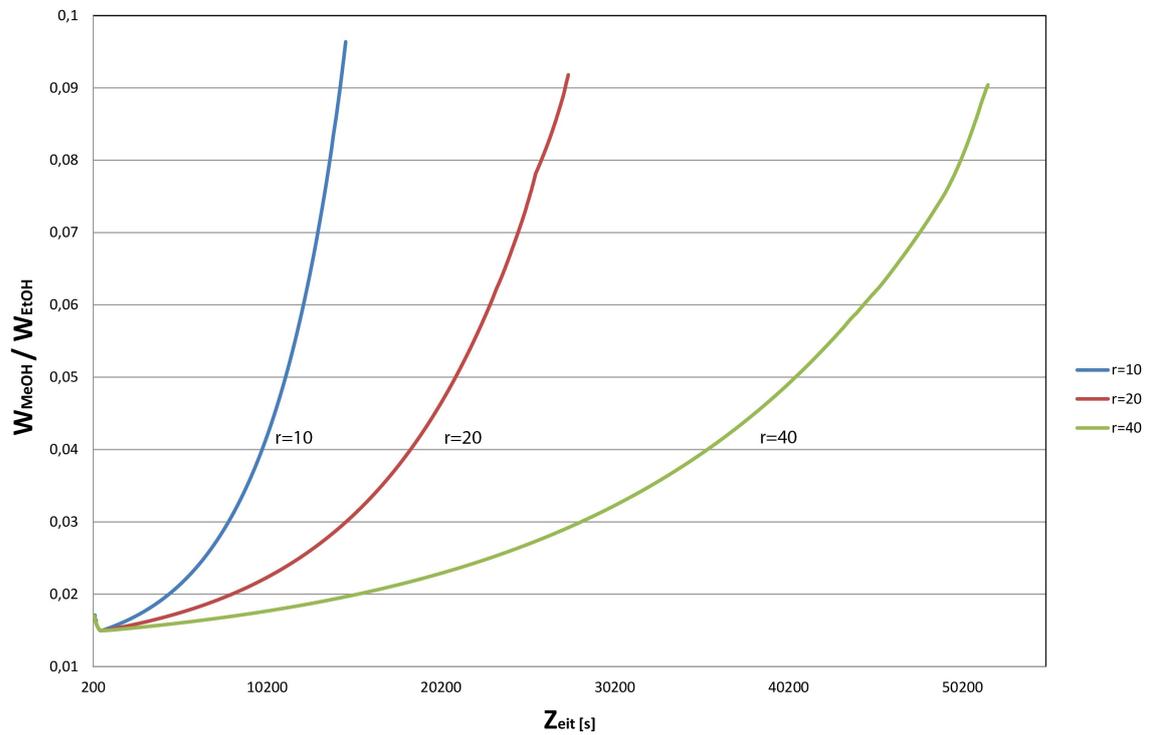


Abbildung 6.12: MeOH-EtOH vs Zeit Gesamt

Bei größerem Rücklaufverhältnis verliert  $w_{MeOH}/w_{EtOH}$  zunehmend an Steigung. Gleichzeitig wird eine Verschiebung in Richtung der Zeitachse erzwungen. Hervorgerufen wird diese durch den intensiveren Destillationsprozess, welcher bei höheren Rücklaufverhältnis mehr Zeit in Anspruch nimmt. Als wichtigste Beobachtung soll der positive Aufwärtstrend genannt werden. Das Verhältnis  $w_{MeOH}/w_{EtOH}$  steigt bei jeder Rücklaufkonstellation. Die Annahme der Anreicherung von Methanol bei fortschreitender Destillation wird auch mit dieser Auswertung unterstützt.

**MeOH/EtOH-Verhältnis bei Simulationen mit  $r=20$  und  $r=40$** Abbildung 6.13: MeOH-EtOH vs Zeit  $r=20$   $r=40$ 

Identische Interpretationen können den Simulationen mit  $r=20$  und  $r=40$  entnommen werden. Die Trends sind völlig analog zu den vorhergegangenen Beschreibungen.

## 6.2 Experimente

### 6.2.1 Validierungsversuche

In *Abschnitt 7.2.1* werden die aus den Versuchen hervorgehenden Konzentrationsverläufe dargestellt. Dazu wurden die entnommenen Proben auf Ethanol untersucht. Die Abnahme erfolgte bei einer Probengröße von ca. 5-7 ml, die Kopftemperatur im Abnahmezyklus wurde dokumentiert. Die Kopftemperatur dient als Referenzparameter für Simulationen. Dies bedeutet, dass bei einer Versuchsprobe welche bei 75°C Kopftemperatur entnommen wird, mit der identen Kopftemperatur der Simulation hinsichtlich Methanol/Ethanol-Zusammensetzung im Destillat verglichen wird. Die Simulation wird mit den Versuchsspezifikationen (Maischezusammensetzung und Systemdruck) versehen. Methanolverläufe werden der Sekundärordinate, Ethanolverläufe der Primärordinate zugeordnet. Simulierte Werte sind als Punkte im Diagramm gekennzeichnet.

#### Konzentrationsverläufe

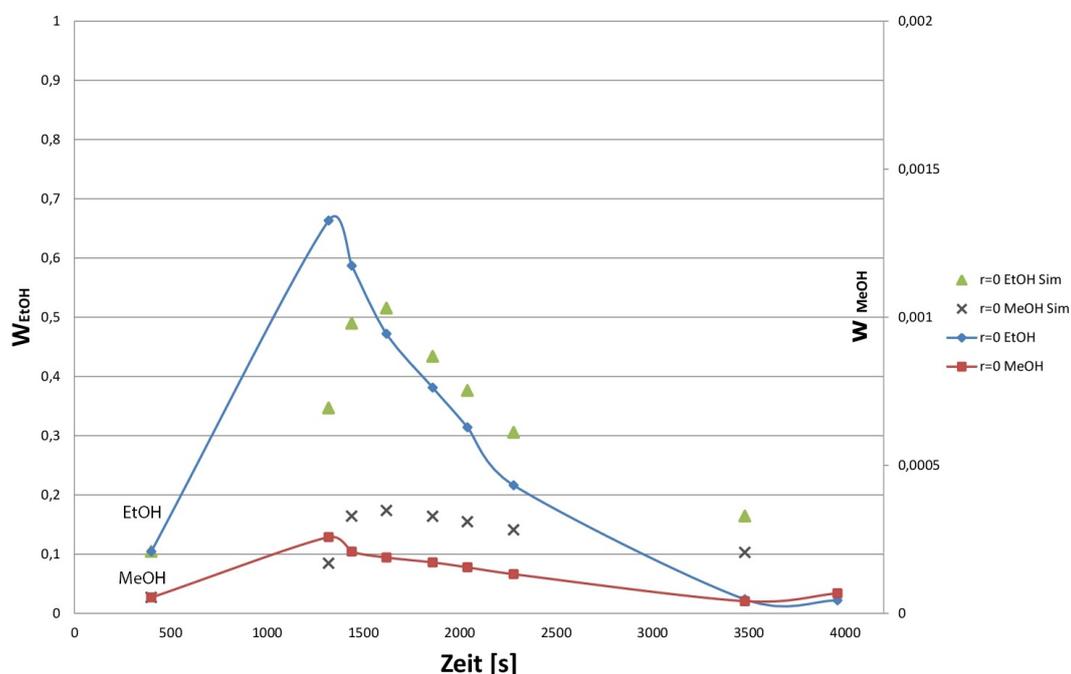


Abbildung 6.14: Validierungsversuch  $r=0$

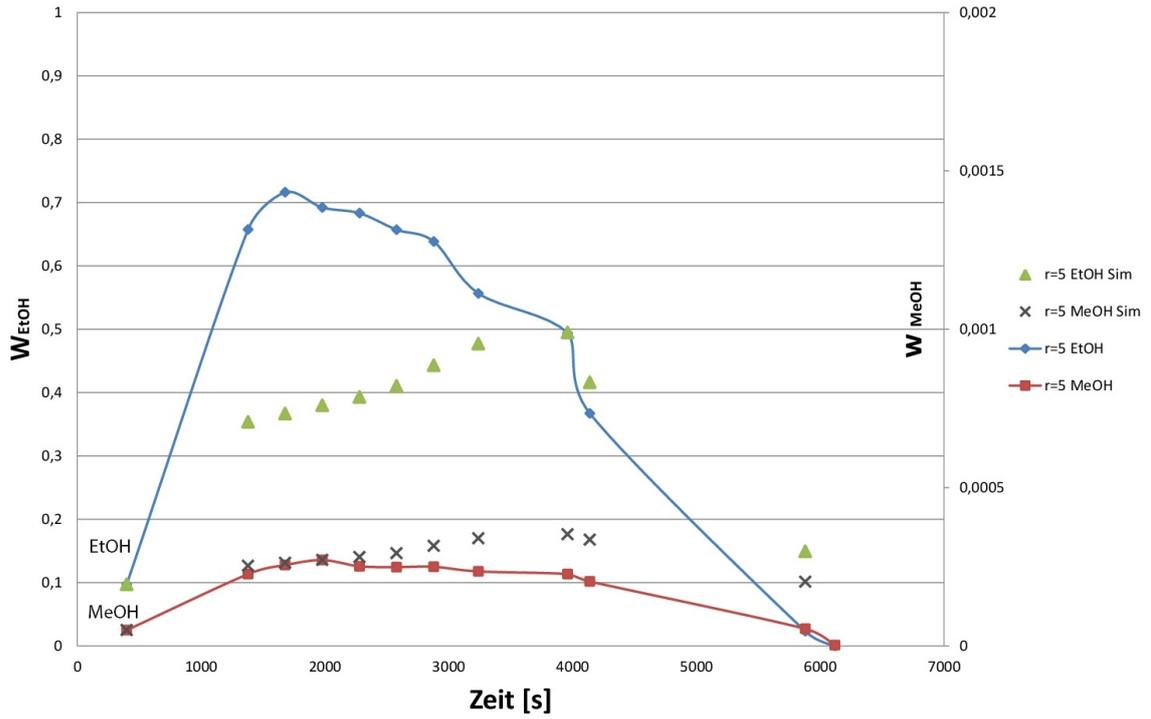


Abbildung 6.15: Validierungsversuch r=5

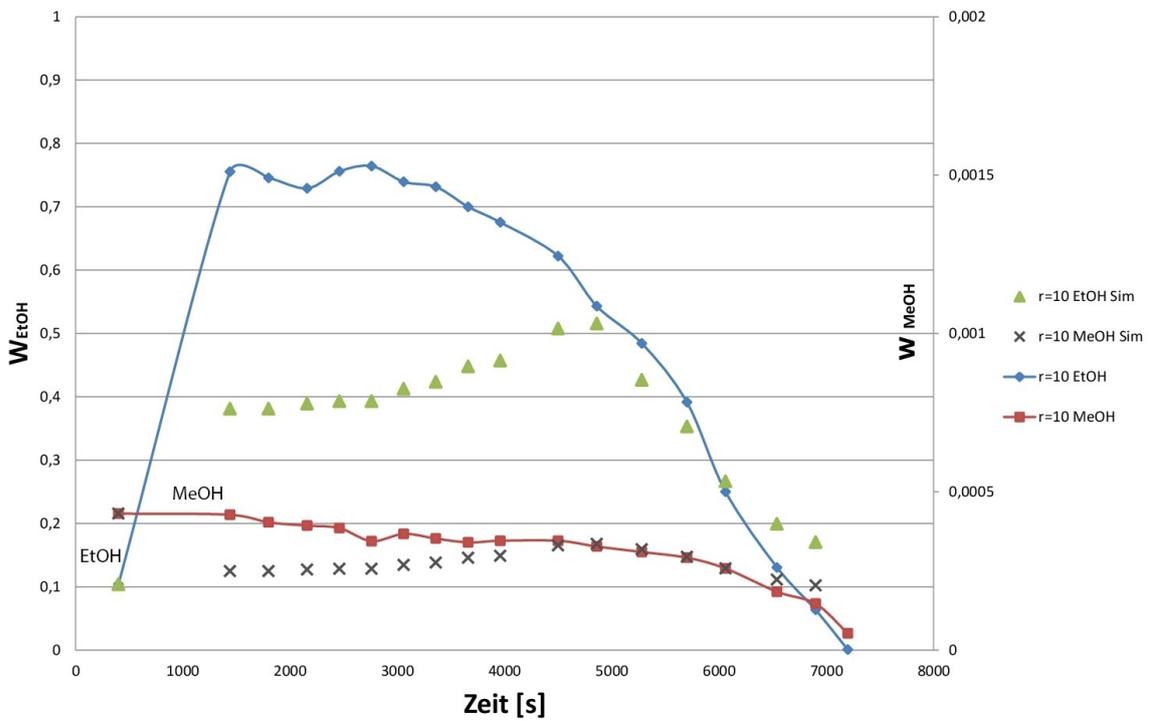


Abbildung 6.16: Validierungsversuch r=10

Abbildung 6.14 bis Abbildung 6.16<sup>174</sup> beschreiben grafisch die durchgeführten Laborversuche zur Validierung der Simulationen.

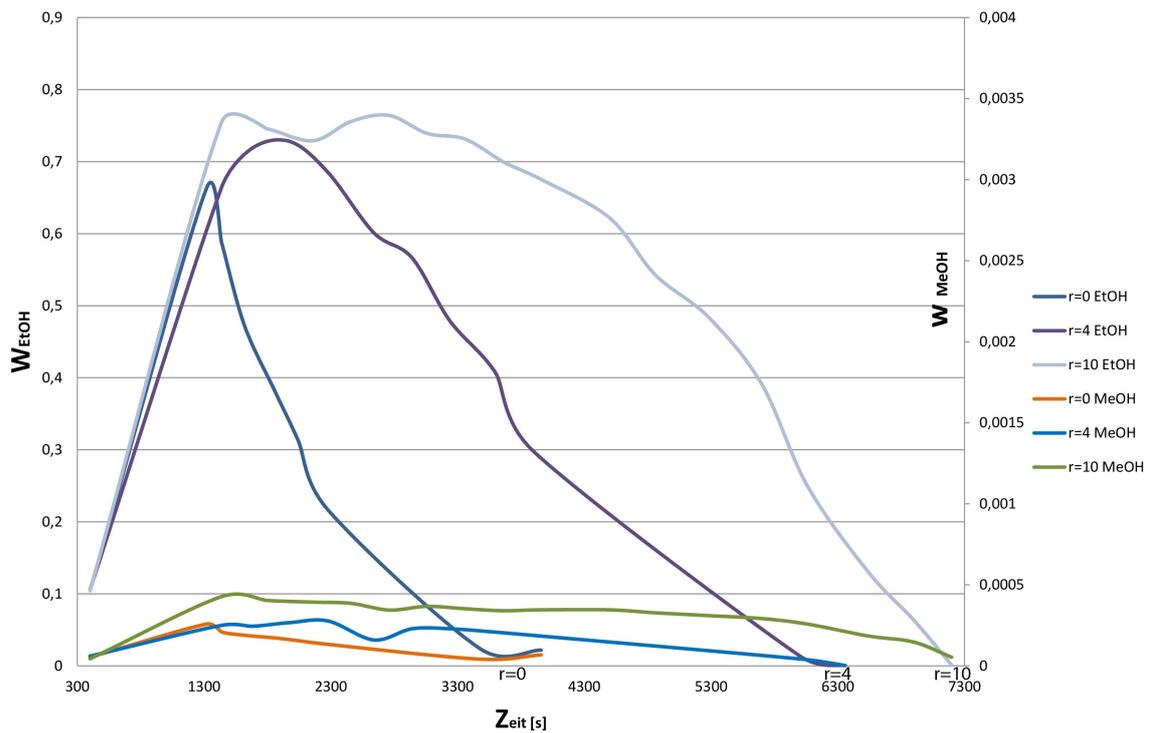
### Interpretation

Die Konzentrationsverläufe von Methanol und Ethanol der Versuchsreihe bestätigen die durch die Simulation vorhergesagten Trends. Der Ethanolverlauf zeichnet sich durch schnelles Ansteigen und Abfallen aus. Der Methanolverlauf kann ebenso als gut vorhergesagt beschrieben werden. Ein kurzes Ansteigen und kontinuierliches Abflachen der Methanolkonzentration kann durch diese Versuchsreihe bestätigt werden. Schwächen der Simulation sind hinsichtlich der Absolutkonzentrationen zu erkennen. Die Absolutkonzentrationen der Simulation und der Versuche schwanken und stimmen selten überein.

Hinsichtlich Isolations- oder Peakeffekt kann die Simulationsvorhersage ebenso bestätigt werden. Nur durch Erhöhen des Rücklaufverhältnisses kann keiner dieser Effekte erreicht werden. Durch die Validierungsversuchsreihe kann die Aussage getätigt werden, dass bei der Destillationen von Schnaps - bei fortschreitender Destillationsdauer - ein Methanolanreicherungsprozess nicht auszuschließen ist.

---

<sup>174</sup>Konzentrationsverläufe für r=1 2 3 4 6 7 9 befinden sich im Anhang

Abbildung 6.17:  $r=0,4,10$ 

Durch Vergleichen der Versuche  $r=0$ ,  $r=4$  und  $r=10$  wird der Methanol-/Ethanolverlauf hinsichtlich der Simulationsvorhersage erneut bestätigt. Durch [Abbildung 6.17](#) kann gezeigt werden, dass durch größer werdenden Rücklauf die jeweiligen Methanol- und Ethanolkonzentrationen erhöht werden, sich aber am Gesamtverlauf nichts ändert. Bei fortschreitender Destillation nimmt die Konzentration an Ethanol ab, wobei sich Methanol nahezu konstant verhält.

## 6.2.2 Validierungsversuche vs Simulation

Simuliert man mit Versuchsbedingungen (Tabelle 5.7) und bildet man bei äquivalenter Kopftemperatur<sup>175</sup> das Methanol/Ethanol-Verhältnis der simulierten Konzentrationen so ergibt sich folgender Verlauf:

### Simulation mit Versuchsspezifikation

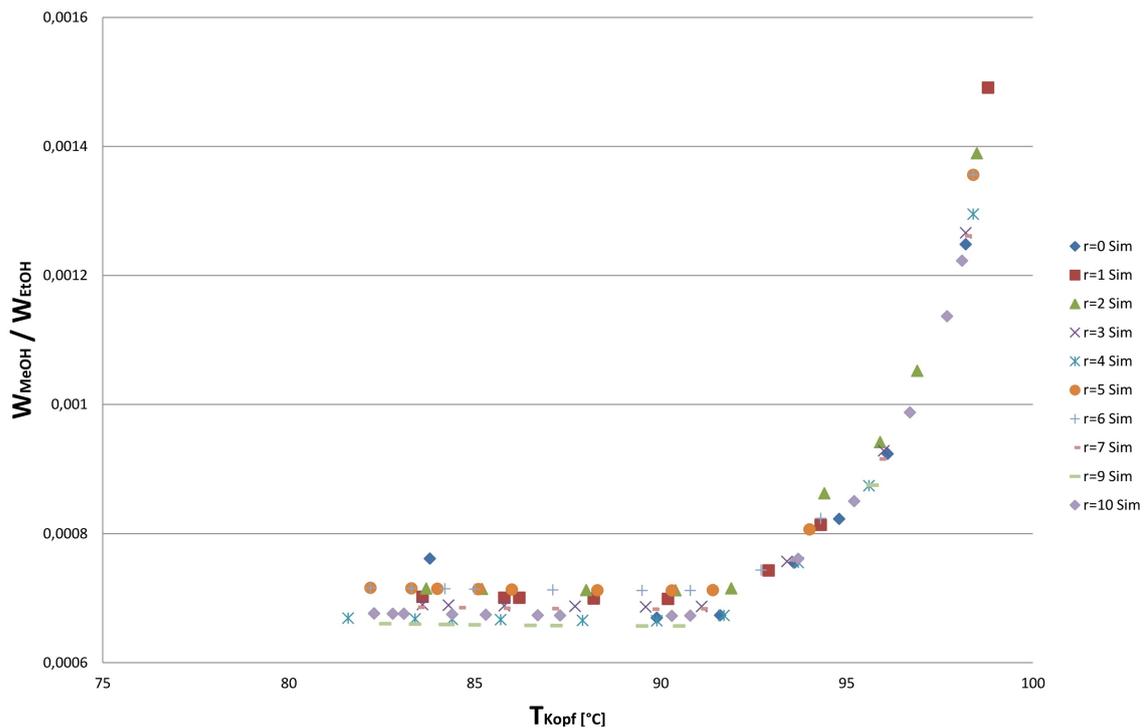


Abbildung 6.18: MeOH/EtOH-Verhältnis - Simuliert

Dabei ist wie schon zuvor, eine steigende Tendenz des gebildeten Verhältnisses bei zunehmender Destillationsdauer (größer werdende Kopftemperatur) zu beobachten. Ausgehend von den Methanol-/Ethanolverläufen ist ein Eintreten eines ähnlichen bzw. gleichen Trends für Validierungsversuche ebenfalls zu erwarten. Durch [Abbildung 6.19](#) ist dieses bestätigt.

### MeOH/EtOH-Verhältnis Validierungsversuche

<sup>175</sup>Kopftemperatur Simulation = Kopftemperatur Versuch

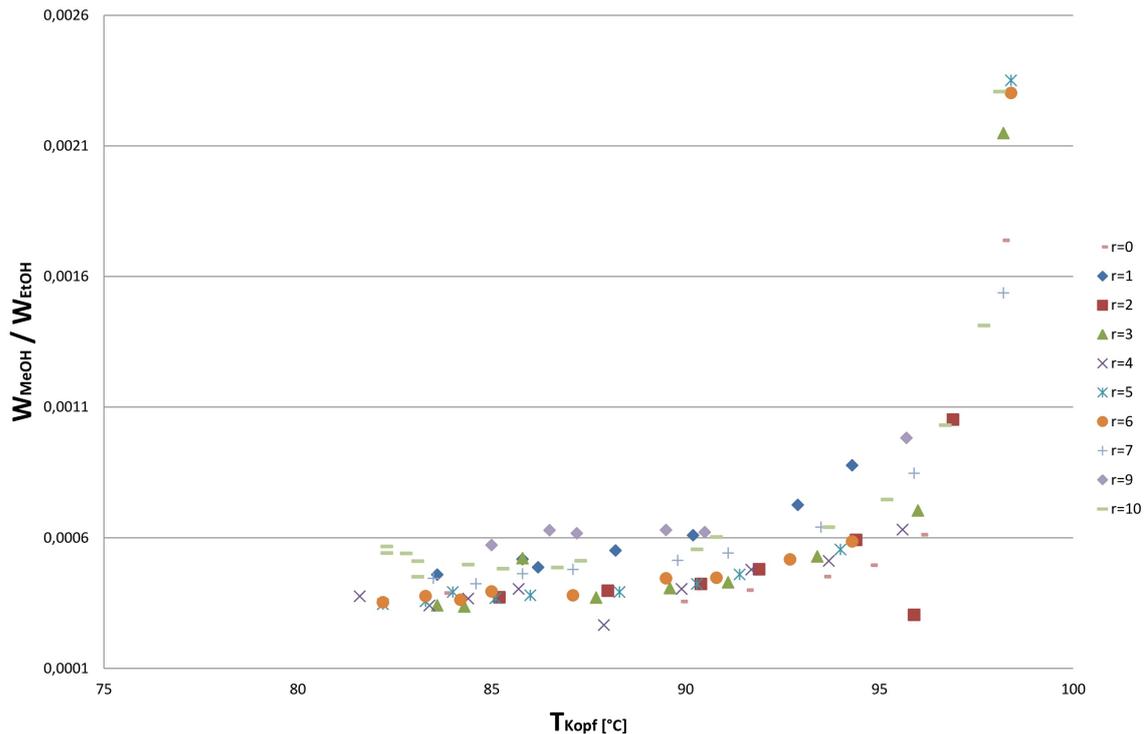


Abbildung 6.19: MeOH/EtOH-Verhältnis Validierungsversuche

Wie schon vermutet, steigt das Verhältnis von Methanol zu Ethanol. Zum Unterschied zur Simulationsvorhersage ist das Ansteigen dieses Verhältnisses von Anfang an ausgeprägter, als jenes der Simulation. In Absolutwerten ist dieses Verhalten ebenfalls zu beobachten. Weiters ist zu erkennen, dass bei größer vorgegebenem Rücklaufverhältnis, der gesamte Trendverlauf in die positive y-Ordinate verschoben wird. Daraus kann man schließen, dass bei höher werdendem Rücklaufverhältnis die Methanol-/Ethanolkonzentrationen zwar steigen, durch die fehlende Trennwirkung jedoch das Verhältnis nicht beeinflusst wird. Beachtet man die Absolutwerte der Versuchsverläufe, [Abbildung 6.14](#) bis [Abbildung 6.16](#), wird dies bestätigt.

### Ansatz für Methanolabtrennversuche

Mit der Versuchsreihe der Methanolabtrennung ist das Bestreben gegeben, das Ansteigen des MeOH/EtOH-Verhältnisses zu beeinflussen. Die Möglichkeit dies umzusetzen ist durch den Isolier- oder Peakansatz diskutiert worden. Eine Durchführung hinsichtlich Isoliereffekt ist durch die beschränkte Trennleistung der Versuchsanlage (und ebenfalls bei Schnapsdestillen) zu bezweifeln, der Peakeffekt hingegen als realistisch anzusehen. Die Auswirkung des Peakeffekts auf das Verhältnis ist in [Abbildung 6.20](#) angedeutet.

## Versuch

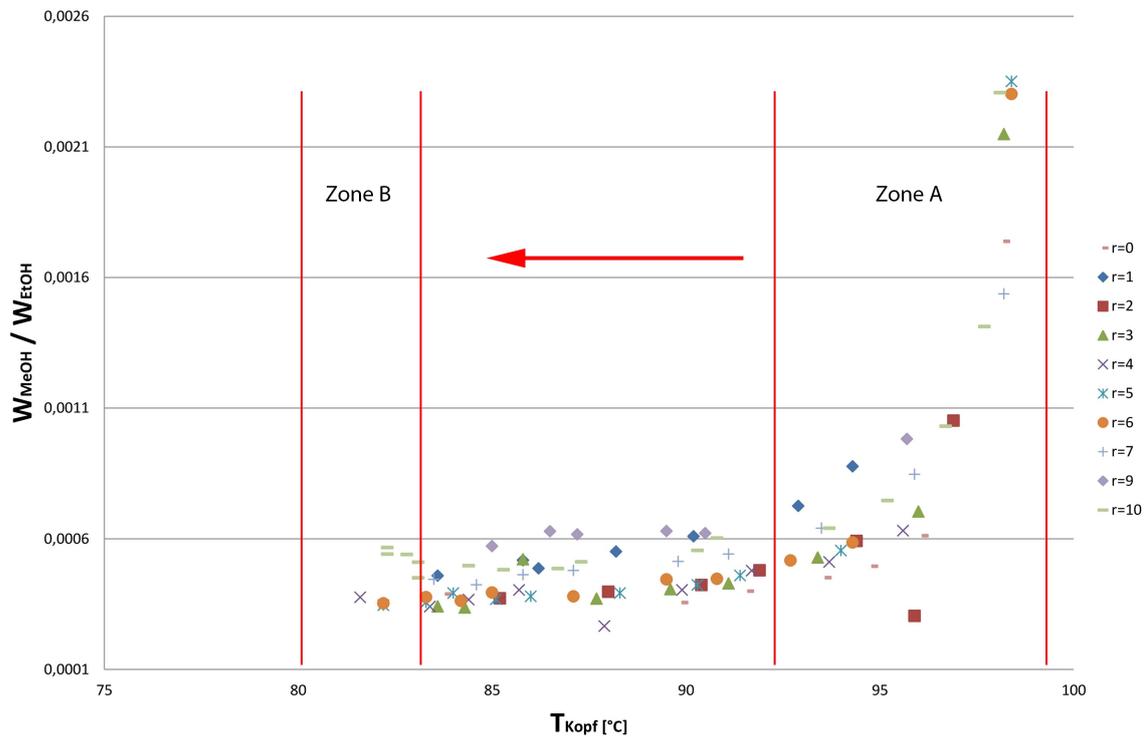


Abbildung 6.20: Ansatz Methanolabtrennungsversuche

Der steigende Trend des Verhältnisses ist nicht nur durch Simulation und Versuche bewiesen. Es ist stark anzunehmen, dass dieser Trend auch bei Alkoholdestillationsanlagen vertreten ist. Primäres Ziel der Methanolabtrennungsversuche ist, diesen stark steigenden Trend zu verschieben. In [Abbildung 6.20](#) ist diese gedachte Verschiebung angedeutet. Zone A beschreibt den herrschenden Trend. Dieser ist auf Grund von wenig Ethanol bei viel Methanol bei fortschreitender Destillation stark ausgeprägt. Eine Verschiebung (in Zone B) würde nicht nur bedeuten, dass ein Großteil von Methanol tatsächlich über den Vorlauf entfernt werden könnte, sondern auch den destillierten Schnaps möglichst methanolarm produziert zu haben.

### 6.2.3 Methanolabtrennversuche

#### Versuchsreihe 1

Mit der Versuchsreihe 1 der Methanolabtrennungsserie wird eine Verstärkerdestille nachgebildet. Dabei wird der Kolonnenschuss mit zusätzlicher Stoffaustauschfläche (Raschigringe) ausgerüstet. Durch die zusätzlich zur Verfügung gestellte

Stoffaustauschfläche wird untersucht, ob diese bei vorgegebenen Rücklaufverhältnis ausreicht um einen Peak- oder Isoliereffekt des Methanols zu erreichen.

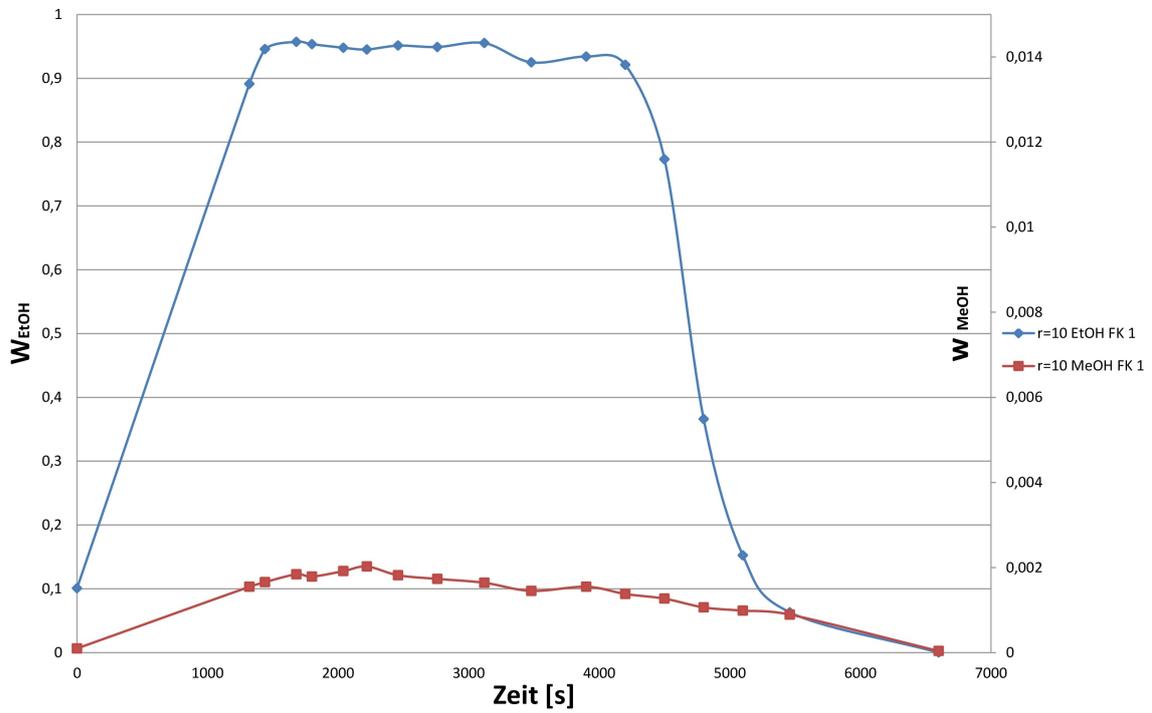


Abbildung 6.21: MeOH-Abtrennung FK 1

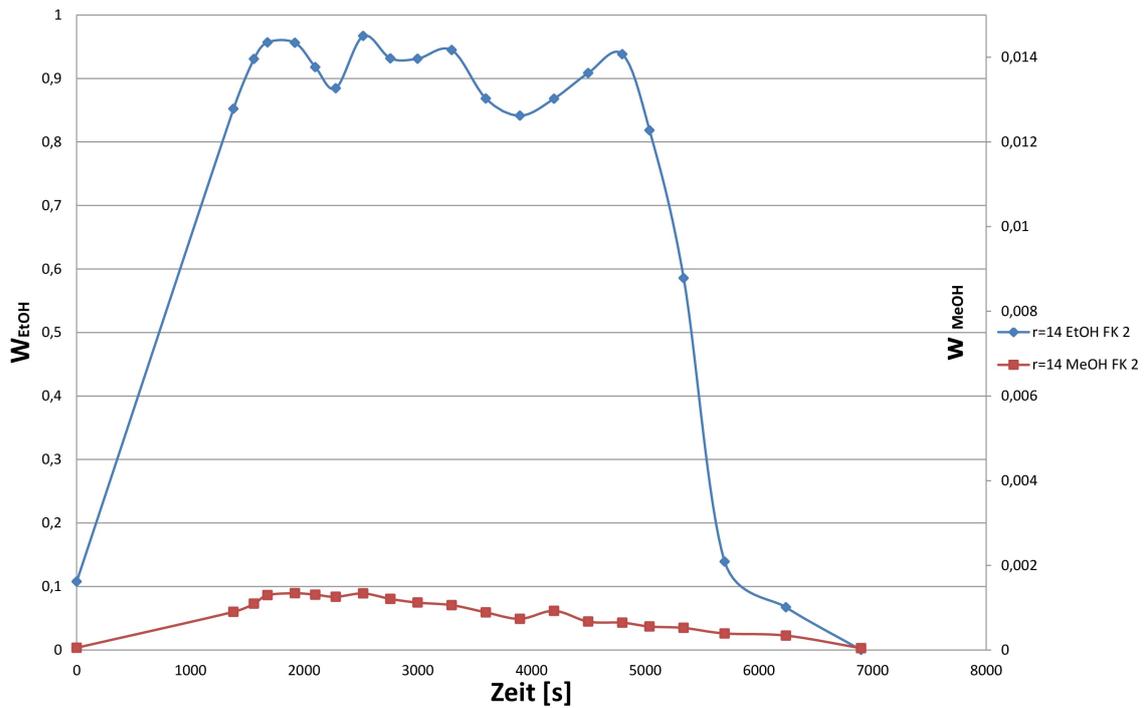


Abbildung 6.22: MeOH-Abtrennung FK 2

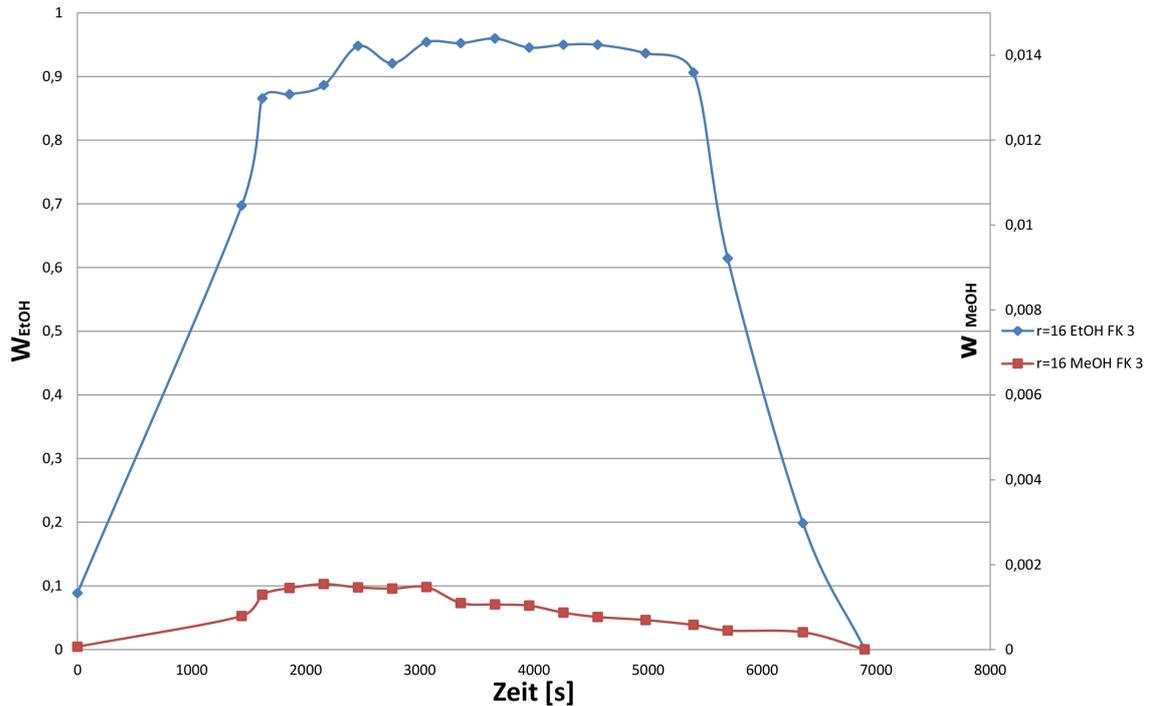


Abbildung 6.23: MeOH-Abtrennung FK 3

Nach Durchführung von Versuchen mit einem Rücklaufverhältnis von  $r=10$ ,  $r=14$  und  $r=16$  wurde diese Versuchsreihe eingestellt. [Abbildung 6.21](#) bis [Abbildung 6.23](#) zeigen die Resultate. Es wird kein Methanolpeak und keine Isolation des Methanols erreicht. Die Absolutwerte sind im Vergleich zu den Validierungsversuchen deutlich erhöht, ändern jedoch nichts am bereits bekannten Verlaufsverhalten von Methanol. Der Ethanolverlauf zeigt im Vergleich zur Validierungsserie ein neues Verhalten. Der Ethanolverlauf ist Sattel-ähnlich. Über den Großteil des Destillationszeitraums bleibt die Absolutkonzentration auf dem selben Niveau und bricht bei fortschreitender Destillation rasch ein.<sup>176</sup> Bei Validierungsversuchen ist dieses Verhalten nach Erreichen der Maximalkonzentration bereits zu beobachten.

<sup>176</sup>Das Einbrechen ist auf die ausgebeutete Vorlage zurückzuführen.

## Auswirkung auf das MeOH/EtOH-Verhältnis

Durch den Konzentrationsverlauf von Methanol und Ethanol ergibt sich folgender Verlauf für das MeOH/EtOH-Verhältnis:

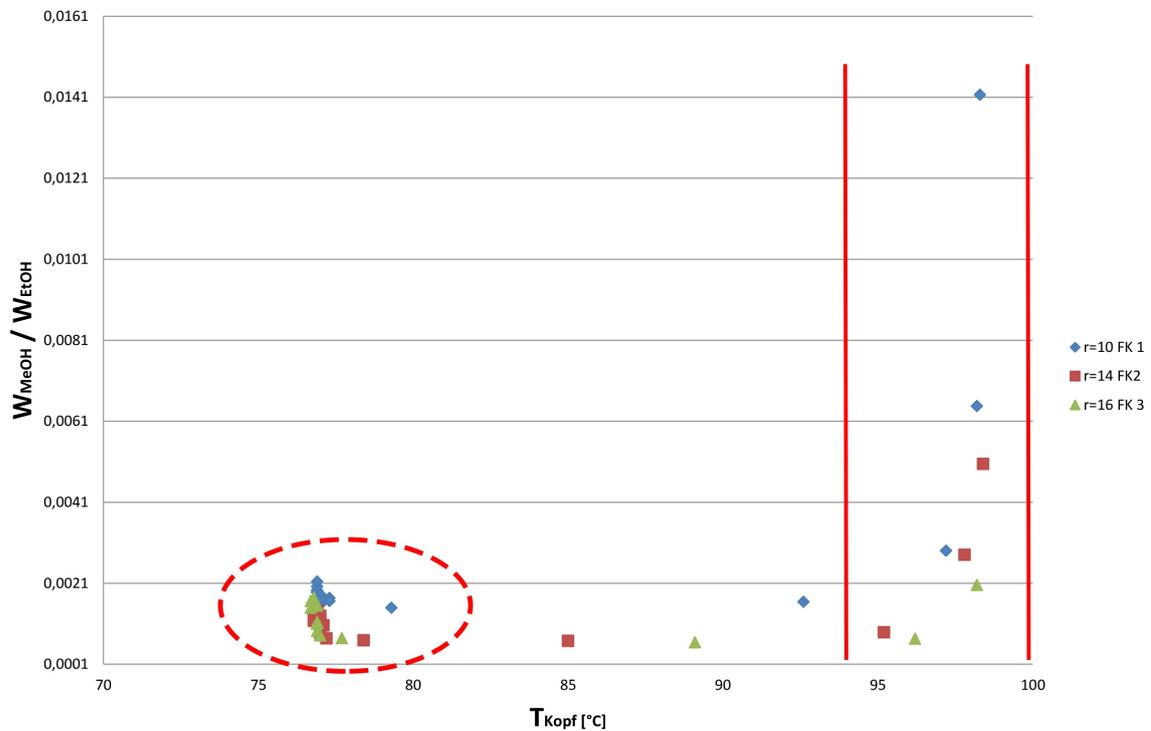


Abbildung 6.24: MeOH/EtOH-Verhältnis mit Füllkörper

Es ergeben sich zwei Zonen. Zone A, welche durch das Abnehmen von Ethanol gekennzeichnet ist und einen Anstieg des Verhältnisses verursacht, und eine Clusterzone<sup>177</sup> am Beginn des Destillationsprozesses. Als Erklärung kann der durch Einbauten hervorgerufene Stoffaustausch genannt werden. Dadurch wird eine höhere Konzentration von Ethanol (Sattelverlauf) über den Destillationszeitraum produziert. Das daraus gebildete Verhältnis (viel Ethanol bei relativ gleich bleibendem Methanol) ergibt bei konstant bleibender Kopf­temperatur einen Cluster.

<sup>177</sup>lokale Ansammlung von verschiedenen Messwerten bei ähnlicher Kopf­temperatur

## Versuchsreihe 2

Diese Versuchsreihe zielt darauf ab, im befüllten Kolonnenschuss ein Konzentrationsprofil aufzubauen. Dieses Profil wird durch das Rücklaufverhältnis  $r = \infty$ <sup>178</sup> hervorgerufen. Das gesamte Destillat wird dem Prozess zurückgeführt und erneut destilliert. Der dadurch intensivierte Stoffaustausch zwischen Flüssig- und Dampfphase soll Zonen größter Konzentrationen (Ethanol, Methanol) schaffen. Untersuchungsgegenstand ist die Ausbildung eines Peak- oder Isolationseffekts.

In [Tabelle 6.2](#) wird die Vorgehensweise der Versuchsreihe 2 verdeutlicht. Die Profilentwicklung erfolgt mit  $r = \infty$  über einen definierten Zeitraum. Beim Ankommen des ersten Destillates, wird eine Stoppuhr gestartet und der Destillationsprozess für eine Stunde ohne Abnahme von Destillat weiter durchgeführt. Anschließend wird das Rücklaufverhältnis auf Versuchsspezifikationen angepasst und in weiterer Folge konstant gehalten. Das Abdestillieren erfolgt analog den vorhergegangenen Versuchen.

	Rücklauf	Zeit
	-	[min]
Profilaufbaubedingungen	$\infty$	60

Tabelle 6.2: Profilaufbau

<sup>178</sup>Keine Abnahme von Destillat

Konzentrationsprofile Versuchsreihe 2

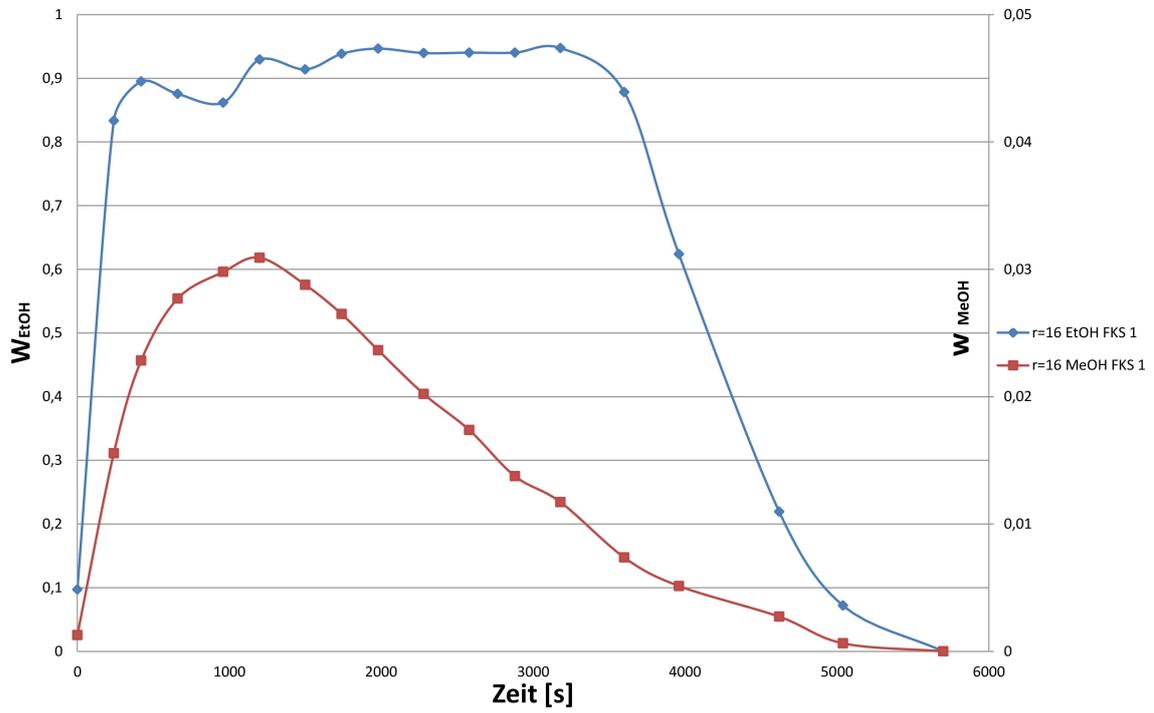


Abbildung 6.25: MeOH-Abtrennung  $r=12$  FKS 1

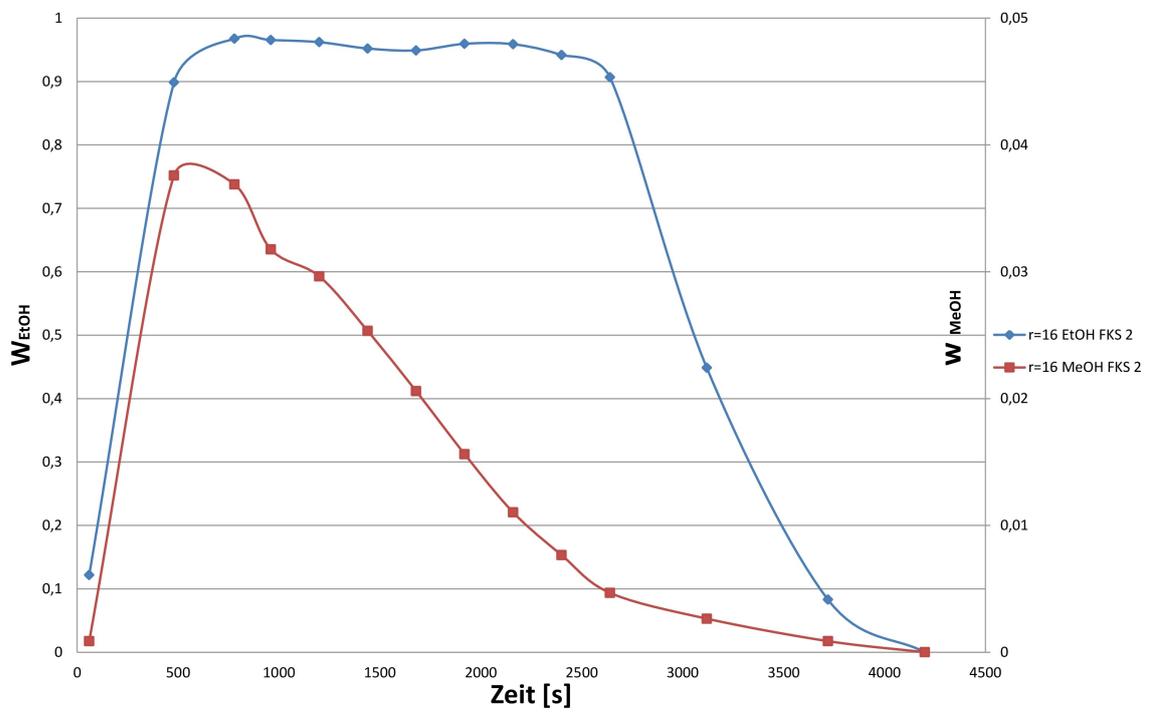


Abbildung 6.26: MeOH-Abtrennung  $r=16$  FKS 2

### Versuche FKS 1 und FKS 2

Der Versuch FKS 1 mit  $r = 12$  zeigt positive Tendenz hinsichtlich der Peakausbildung von Methanol. Der sprunghafte Anstieg erreicht mit der 6ten Probe sein Maximum. Weiters sind die Steigungen der Zu- und Abnahme der Methanolkonzentration sehr stark ausgeprägt. In der Abnahmephase von Methanol ist diese jedoch zu gering ausgebildet, dass behauptet werden kann eine Abtrennung von Methanol bei  $r = 16$  zu erreichen. Ein deutlicheres Bild liefert der Versuch FKS 2. Mit  $r = 16$  ist das Steigungsverhalten der Methanolkonzentrationen viel ausgeprägter. Vergleicht man die Versuchsreihe 1 mit der Versuchsreihe 2 erreicht man absolut eine 1400% – ige Steigerung der Maximalkonzentration.

Ethanol hingegen zeigt relativ gleiches Verhalten wie in Versuchsserie 1 (Sattelerlauf). Der Stoffaustausch zwischen Flüssig- und Dampfphase mit Einbauten reicht offenbar aus, um einen Sattelerlauf zu erzielen. Das Erzeugen eines Konzentrationsprofils wirkt sich wie schon vermutet primär auf das Verhalten von Methanol aus. Um ein eindeutiges Verhalten von Methanol zu beschreiben wird der Ausgangsmischung bei den Versuchen FSK 3 ( $r=16$ ), 4 ( $r=18$ ) und 5 ( $r=20$ ) mehr Methanol (1-2 Gramm) hinzugefügt.

## Auswirkung auf das MeOH/EtOH-Verhältnis

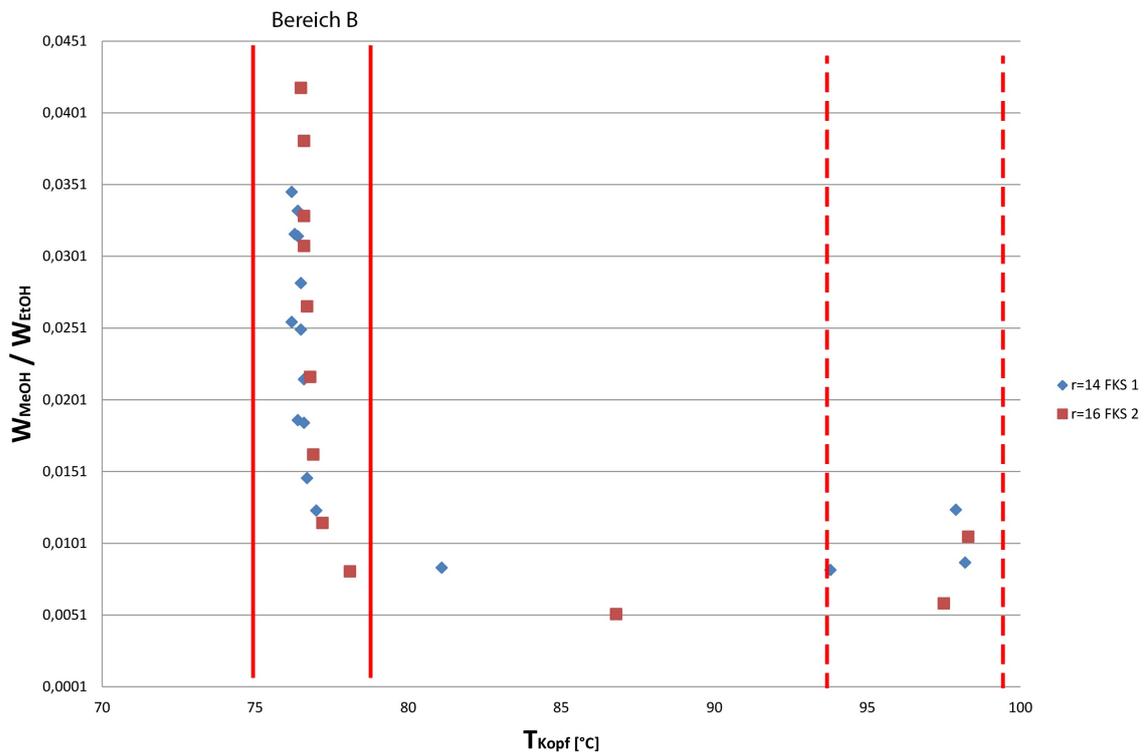


Abbildung 6.27: MeOH/EtOH FKS 1 FKS 2

Das gebildete MeOH/EtOH-Verhältnis aus den Versuchen FKS 1 und FKS 2 ist in [Abbildung 6.27](#) dargestellt. Durch den vorhandenen Peakeffekt des Methanols wird eine fast vollkommene Verschiebung des Verlaufs von Bereich A in den Bereich B erzwungen. Durch den nun herrschenden Sattelverlauf von Ethanol wird die Bildung des Verhältnisses sicherlich begünstigt.

Ausgehend vom theoretischen Ansatz (Aufbauen eines Konzentrationsprofils in der Kolonne), scheint dieser auch praktisch durchführbar zu sein.

Versuche FKS 3 4 5

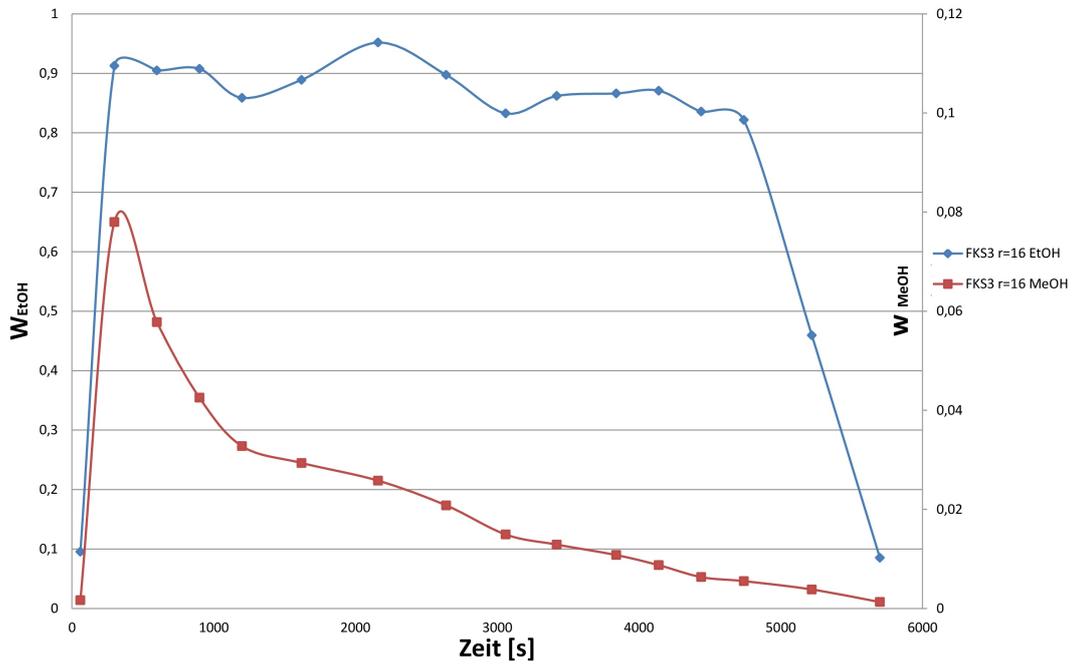


Abbildung 6.28: MeOH-Abtrennung r=16 FKS 3

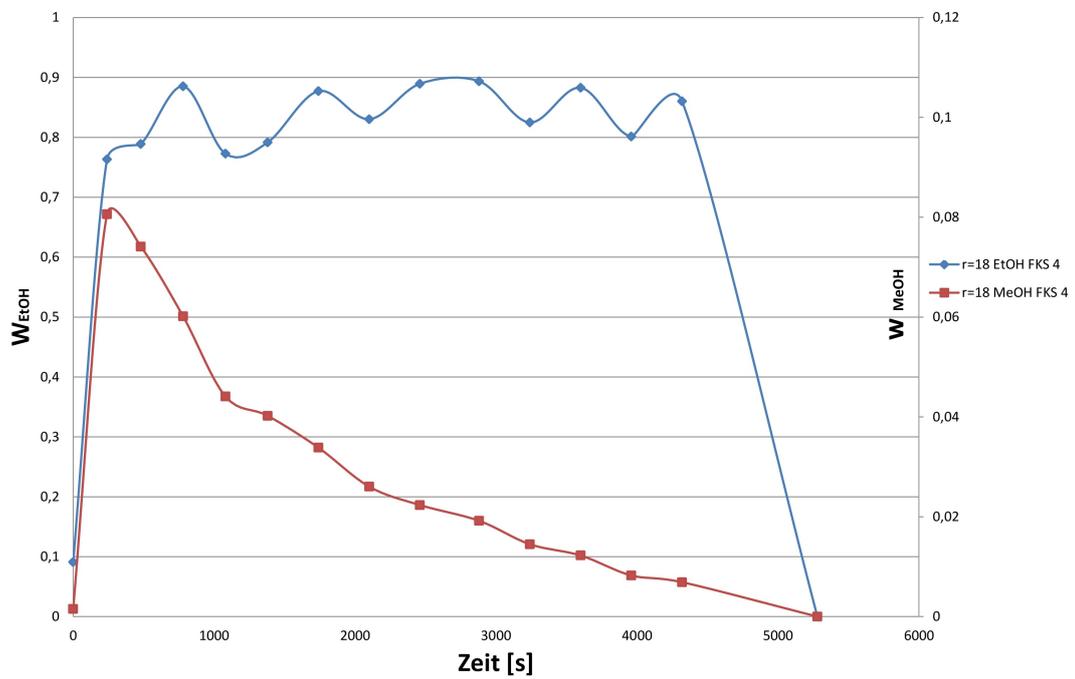
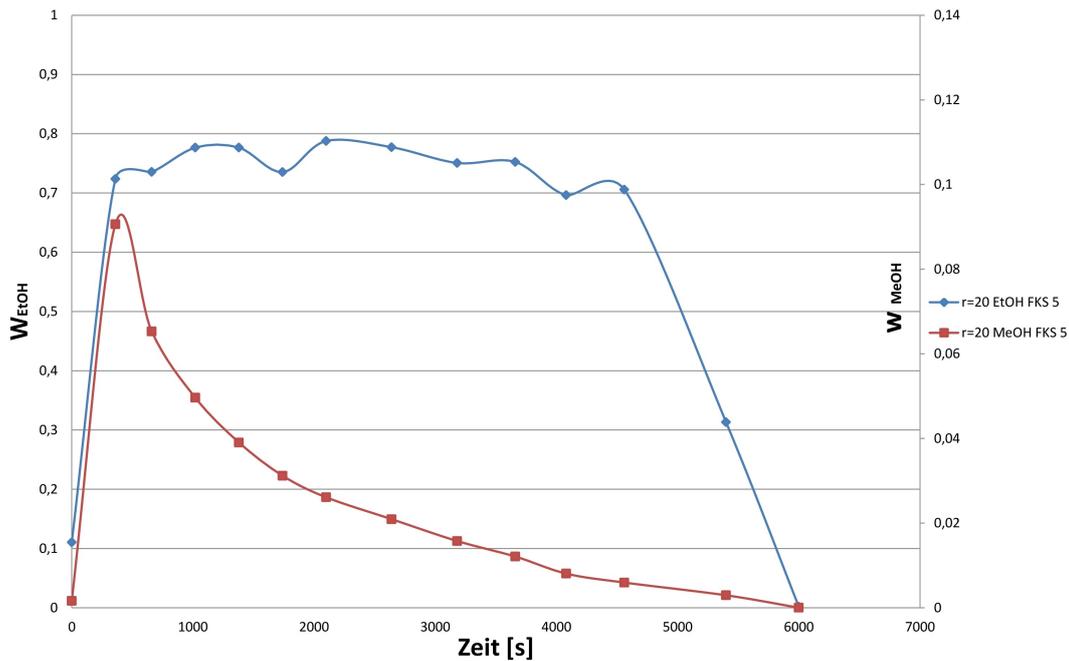


Abbildung 6.29: MeOH-Abtrennung r=18 FKS 4

Abbildung 6.30: MeOH-Abtrennung  $r=20$  FKS 5

Wie zuvor beschrieben wurde bei den Versuchen FKS 3, 4, 5 dem Destillationsgut zusätzliches Methanol beigemischt. Nach 15 Minuten Durchmischung wurde der Arbeitsalgorithmus analog zur Versuchsreihe 1 gestartet. [Abbildung 6.28](#) bis [Abbildung 6.30](#) zeigen die Konzentrationsverläufe der Versuche FKS 3, 4 und 5. Dabei ist ein eindeutiger Methanolpeak zu erkennen. Markant dabei ist dessen ausgeprägte Steigung. Der anfängliche Sprung ist leicht zu erklären. Nach Umschalten auf Destillatentnahme besitzt die erste Probe (durch einstündigen Profilaufbau) im Vergleich zu den restlichen Versuchsproben die größte Methanolkonzentration und somit auch die größte Methanolvolumen. Zusätzlich soll die negative Steigung nach Erreichen der Maximalkonzentration erwähnt werden. Diese ist ausgeprägter als jene von Ethanol und lässt die Vermutung zu, dass während der ersten Destillationsphase (Umschalten von  $r=\infty$  auf Abnahme) eine fortgeführte Abtrennung von Methanol in der Säule stattfindet.

Die Versuche wurden mit einem Rücklaufverhältnis von  $r = 16$ ,  $r = 18$  und  $r = 20$  betrieben. Diese Spezifikation beeinflusst jedoch den entstehenden Peak nicht. Lediglich das Abfallen des Peaks wird, laut [Abbildung 6.28](#) bis [Abbildung 6.30](#), bei größer vorgegebenem Rücklaufverhältnis beeinflusst. Bei größer gewähltem Rücklaufverhältnis ( $r=20$ ) kann das Abtrennverhalten von Methanol kurzfristig aufrecht gehalten werden.

## Auswirkung auf das MeOH/EtOH-Verhältnis

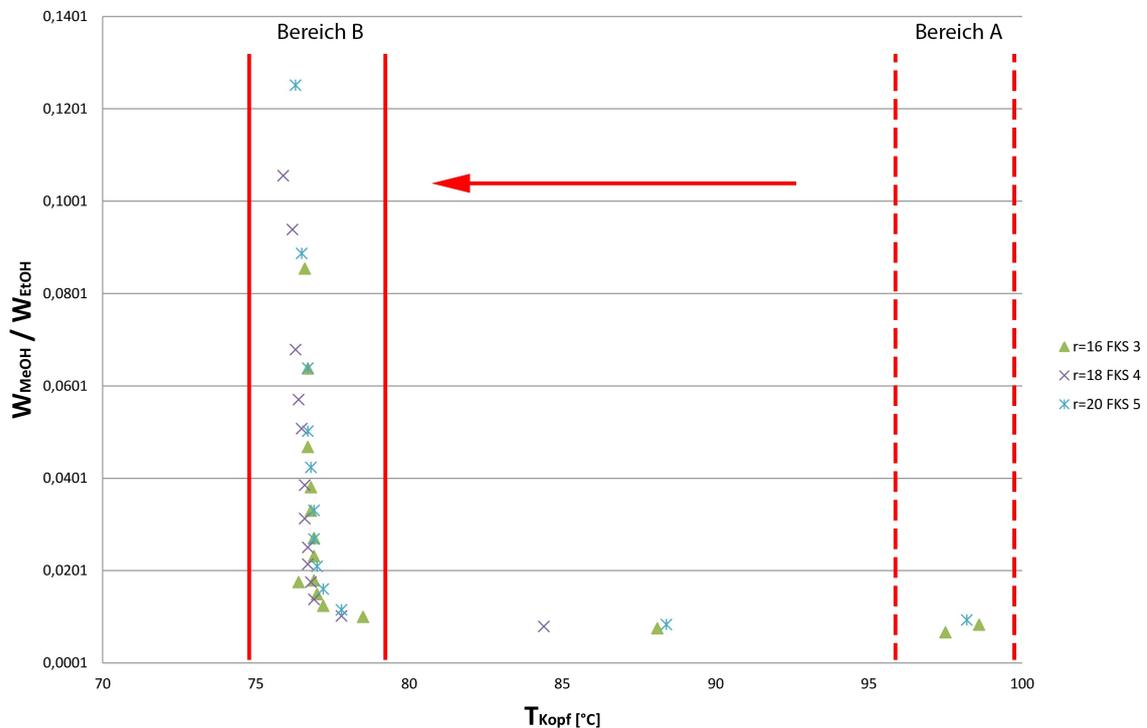


Abbildung 6.31: MeOH/EtOH FKS 3 FKS 4 FKS 5

Abbildung 6.31 zeigt das gebildete MeOH/EtOH-Verhältnis der Versuche FKS 3, 4 und 5. Bei diesen Versuchen wird eine vollkommene Verschiebung von MeOH/EtOH von Bereich A<sup>179</sup> in den Bereich B<sup>180</sup> erreicht. Die Methanolanreicherung wurde somit vorgezogen.

Anhand Abbildung 6.31 kann die Behauptung getätigt werden, dass das Konzept eines Konzentrationsprofils zur Methanolabtrennung absolut möglich ist.

---

<sup>179</sup>Destillationsende

<sup>180</sup>Destillationsstart

## Referenzversuche mit Maische

Verwendet man die Erkenntnisse aus den Validierungsversuchen und den Versuchsreihen 1 und 2, ergibt sich ein neuer Ansatz zur Destillation von Genussalkohol, der auf die Entfernung des giftigen Methanols abzielt. Voraussetzung ist die Kontrolle des Rücklaufverhaltens. Zusätzlich muss eine Kolonneneinheit mit Einbauten vorhanden sein.<sup>181</sup>

### Kontrolle des Rücklaufs

Der wichtigste Aspekt dieses Ansatzes ist die Kontrolle der Rücklaufmenge. Diese lässt sich durch einen extern montierten Rücklaufteiler mit vorgeschaltetem Totalkondensator realisieren. Dephlegmatoren sind dafür nicht geeignet. Die Filterwirkung zielt darauf ab, einen höheren Alkoholgehalt (und somit Ethanol und Methanol) zu erreichen. Die angestrebte Trennwirkung mit Dephlegmatoren zu erreichen ist unwahrscheinlich.

### Nutzung des Peakeffekts

Durch das Einstellen eines Konzentrationsprofils in einer Kolonneneinheit ( $r = \infty$  für einen definierten Zeitraum) kann dieser Methanolpeak beim Umschalten auf Abnahme des Destillats (Vorlauf) völlig entfernt werden. Der Großteil des Methanols kann bei diesem Vorgehen tatsächlich dem Vorlauf zugeordnet werden. Eine schleichende Anreicherung wird damit verhindert.

---

<sup>181</sup>Die Trennwirkung der Einbauten muss sehr hoch sein!

## Umsetzung

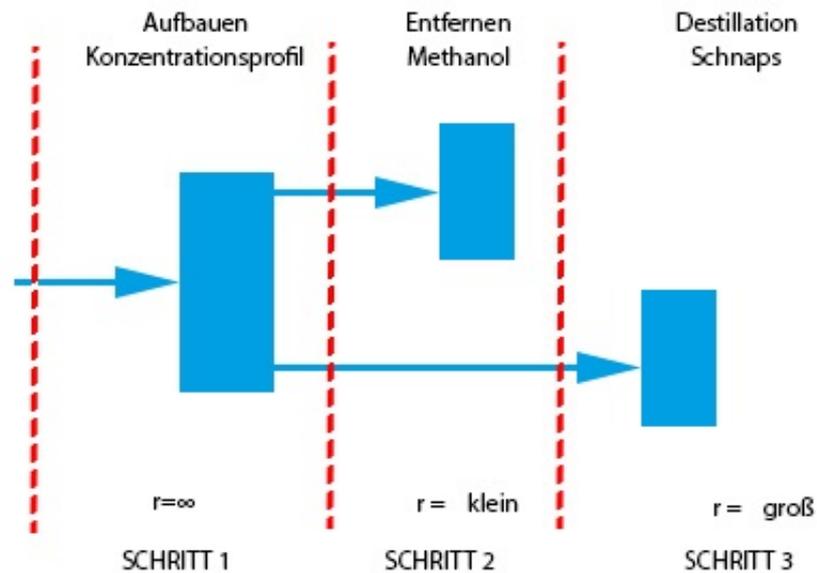


Abbildung 6.32: MS.T - Prozess

Abbildung 6.32 zeigt die Vorgehensweise für Maischeversuche. In Schritt 1 wird die Erkenntnis der Versuchsreihe 2, Aufbauen des Konzentrationsprofils, durchgeführt. Der daraus resultierende Methanolpeak wird in Schritt 2 mit geringem Rücklaufverhältnis entfernt und dem Vorlauf der Destillation zugeordnet. In Schritt 3 wird bei größerem Rücklaufverhältnis destilliert (Schnapsdestillation). Dieses Gesamtkonzept wird als MS.T-Prozess definiert.

## Referenzversuch MK 1 mit MS.T-Prozess

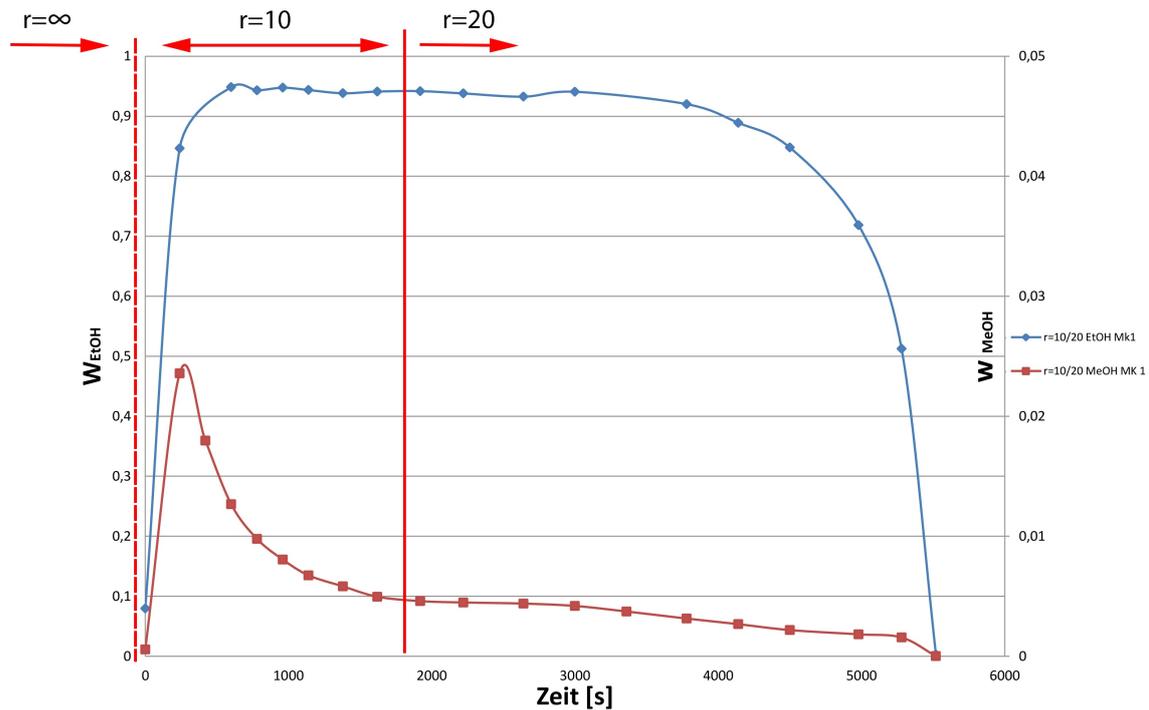


Abbildung 6.33: MeOH-Abtrennung MK 1

Abbildung 6.33 zeigt nach Umsetzung des MS.T-Prozesses mit  $r=10$  in Prozessschritt 2 und  $r=20$  in Prozessschritt 3 die daraus resultierenden Ergebnisse. Dabei ist auch bei geringen Methanolkonzentrationen in der Maische ein eindeutiger Methanolpeak zu erkennen. Das Prinzip des Konzentrationsprofils ist auch bei klassischer Maische gegeben. Ab Prozessphase 3 ( $r = 20$ ) flacht der Methanolgehalt im Destillat sehr stark ab, beschränkt sich aber auf eine Konzentration von  $< 0.5\%$ . Der Ethanolgehalt besitzt eine Sattelform. Der funktionierende Stoffaustausch, bei gegebenem Rücklaufverhältnis, kann dafür verantwortlich gemacht werden.

## Referenzversuch MK 2 mit MS.T-Prozess

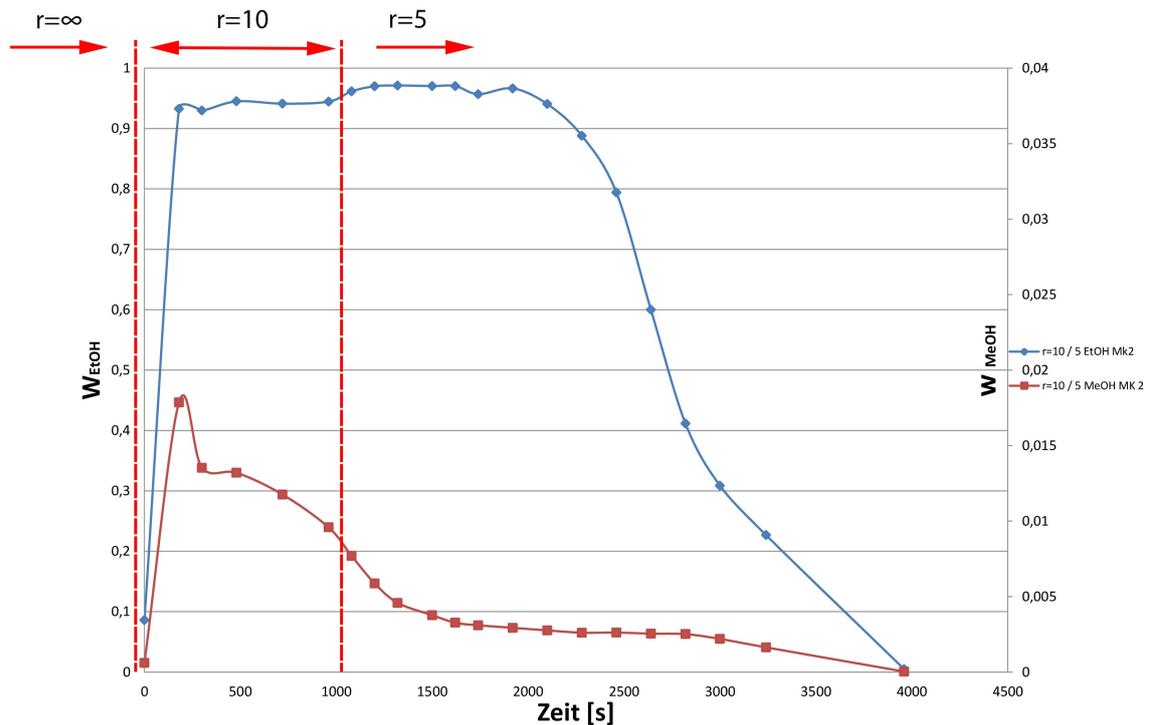


Abbildung 6.34: MeOH-Abtrennung MK 2

Der Versuch MK 2 wurde ebenfalls mit dem MS.T-Prozess durchgeführt. Auch hier ist ein eindeutiger Methanolpeak erreicht worden, welcher in Prozessschritt 2 dem Vorlauf zugeordnet werden kann. Prozessschritt 3 wurde mit  $r = 5$  durchgeführt, was jedoch lt. [Abbildung 6.34](#) primär den Ethanolverlauf beeinflusst. Dieser nimmt über einen Zeitraum kontinuierlich ab. Solch ein Verlauf ist aus den Validierungsversuchen ( $r=0$  bis  $r=10$ ) bekannt. Bei relativ konstantem Methanolgehalt würde durch den gegebenen Ethanolverlauf das Verhältnis von MeOH/EtOH ansteigen und somit eine Anreicherung von Methanol bedeuten.

## Auswirkung auf das MeOH/EtOH-Verhältnis

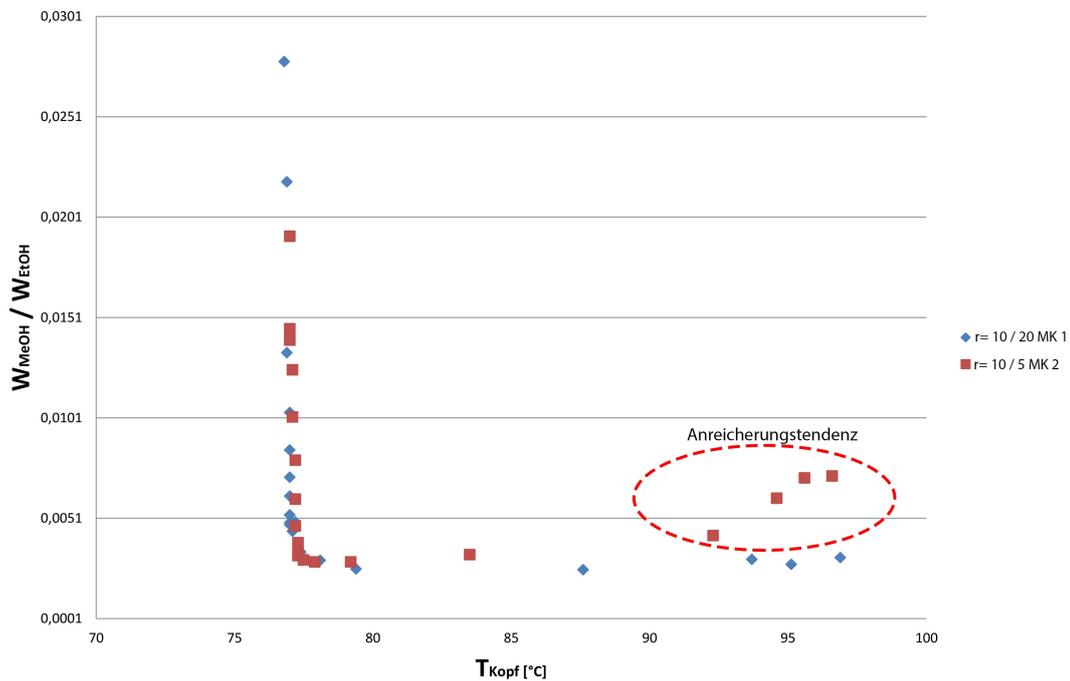


Abbildung 6.35: MeOH/EtOH MK 1 MK 2

Das gebildete MeOH/EtOH-Verhältnis der Versuche MK 1 und MK 2 wird in [Abbildung 6.35](#) dargestellt. Vergleicht man diese ist eine eindeutige Anreicherungstendenz des Versuchs MK 2 (roter Verlauf mit  $r = 10/5$ ) zu erkennen. Das Rücklaufverhältnis von  $r = 5$  scheint im Prozessschritt 3 als zu niedrig gewählt. Der Ethanolverlauf soll eine Sattelform aufweisen. Mit zu klein gewähltem Rücklaufverhältnis kann dieser nicht erreicht werden. Basierend auf allen durchgeführten Versuchen kann eine Empfehlung zur Einstellung des Ethanol-sattelverlaufs mit  $r \geq 10$  abgegeben werden. Der MeOH/EtOH-Verlauf von Versuch MK 1 mit  $r = 10/20$  erfüllt das Konzept des MS.T-Prozesses. Eine vorgezogene Methanolanreicherung kann mit  $r=10$  (Prozessschritt 2) durchgeführt und über den Vorlauf entfernt werden. In Prozessschritt 3 erreicht man mit  $r=20$  einen Ethanol-sattelverlauf und somit keine weitere Anreicherung des MeOH/EtOH-Verhältnisses.

Allgemein kann folgende Erkenntnis aus diesen Untersuchungen gezogen werden: Durch Batchrektifikation kann Methanol bei  $r = \infty$  zu einem Peak „verdichtet“ werden. Ein Rücklaufverhältnis von  $r = 10$  zur Methanolabführung ist sinnvoll, da keine extreme Beeinflussung auf den Methanol- und Ethanolverlauf zu erkennen ist. Um ein erneutes Anreichern von Methanol zu vermeiden muss das Rücklaufverhältnis in Prozessschritt 3 so gewählt werden, dass der Ethanolverlauf sattelähnlich gegeben ist.

## 6.3 Bilanzen

Die Auswertungstabellen und die daraus berechneten Bilanzen sind detailliert dem Anhang beigefügt.

## 7 Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit untersucht den Stand der Technik des Schnapsbrennens und die Möglichkeit schädliches Methanol zu entfernen. Dazu werden sowohl Simulationen als auch Laborversuche durchgeführt. Mit Hilfe des Simulationsprogrammes HYSYS® wird der Destillationsprozess nachgestellt und gezeigt, dass bei der Destillation mit einer einstufigen Destille Methanol (im Verhältnis zu Ethanol) im Destillat angereichert wird. Aus der Simulation geht hervor, dass die Veränderung des Rücklaufverhältnisses in der einstufigen Destillation keinen Einfluss auf eine mögliche Methanolabtrennung hat. Daraus kann geschlossen werden, dass bei Schnapsdestillationsanlagen nach dem Stand der Technik während dem Brennprozess Methanol (im Verhältnis zu Ethanol) angereichert wird. Handelsübliche Anlagen sind daher nicht geeignet, methanolarme Produkte zu erzeugen.

Zur Ausführung einer Destillationsanlage, um Methanol zu entfernen und die Anreicherung von Methanol (im Verhältnis zu Ethanol) zu verhindern, wurden verschiedene Ansätze entwickelt. In einem ersten Versuch wurde die Stoffaustauschfläche in der Destillationssäule mit Raschigringen vergrößert. Dadurch erhöhte sich die Ethanolkonzentration, während der Methanolverlauf unverändert bleibt. Eine reine Vergrößerung der Stoffaustauschfläche verhindert die Methanolanreicherung nicht.

Im zweiten Versuchsteil wird das Rücklaufverhältnis mit  $r=\infty$  (es erfolgt keine Abnahme von Destillat) eingestellt und über eine definierte Zeitspanne gehalten. Dadurch wird in der Destillationssäule ein Konzentrationsprofil gemäß den Siedepunkten aufgebaut. Eine Separierung von Methanol und Ethanol wird erreicht. Anschließend wird die Destillation mit verändertem Rücklaufverhältnis fortgeführt. Durch den Aufbau des Konzentrationsprofil wird die Methanolanreicherung an den Beginn der Destillation verschoben. Eine Entfernung von Methanol über den Vorlauf wird dadurch ermöglicht.

Im Referenzversuch werden die vorangegangenen Versuchsreihen kombiniert. Mit vergorener Apfelmaische als Rohstoff wird ein Konzentrationsprofil aufgebaut. Die Methanolanreicherung wird mit einem kleinem Rücklaufverhältnis abgeführt (Vorlauf). Bei angepasstem Rücklaufverhältnis (Methanol-Sattelverlauf) wird in der Folge Genussalkohol produziert. Die Analyse zeigt, dass Methanol über den Vorlauf entfernt wird und eine Methanolanreicherung ausgeschlossen ist.

Aufgrund der Simulationsergebnisse und Versuchsreihen wird empfohlen, die Destillationsanlagen nach dem aktuellen Stand der Technik um eine Rektifikationsäule mit vorgeschaltetem Kondensator und extern steuerbaren Rücklauf zu erweitern. In dieser kann ein Konzentrationsprofil aufgebaut werden, das ermöglicht das für den Körper schädliche Methanol über den Vorlauf abzutrennen.

# 8 Anhang

## Konzentrationsverläufe Validierungsversuche

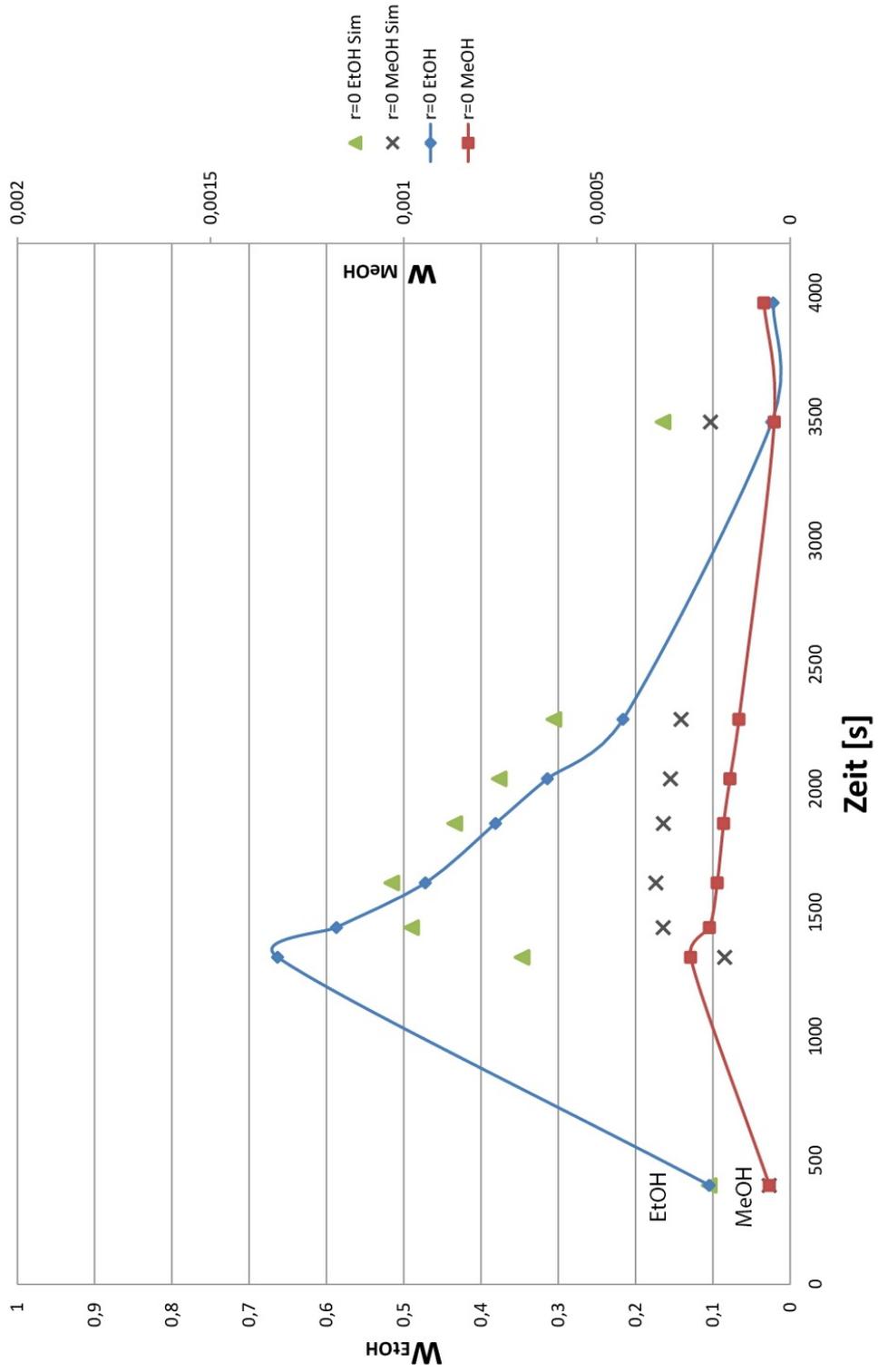


Abbildung 8.1: Validierungsversuch  $r=0$

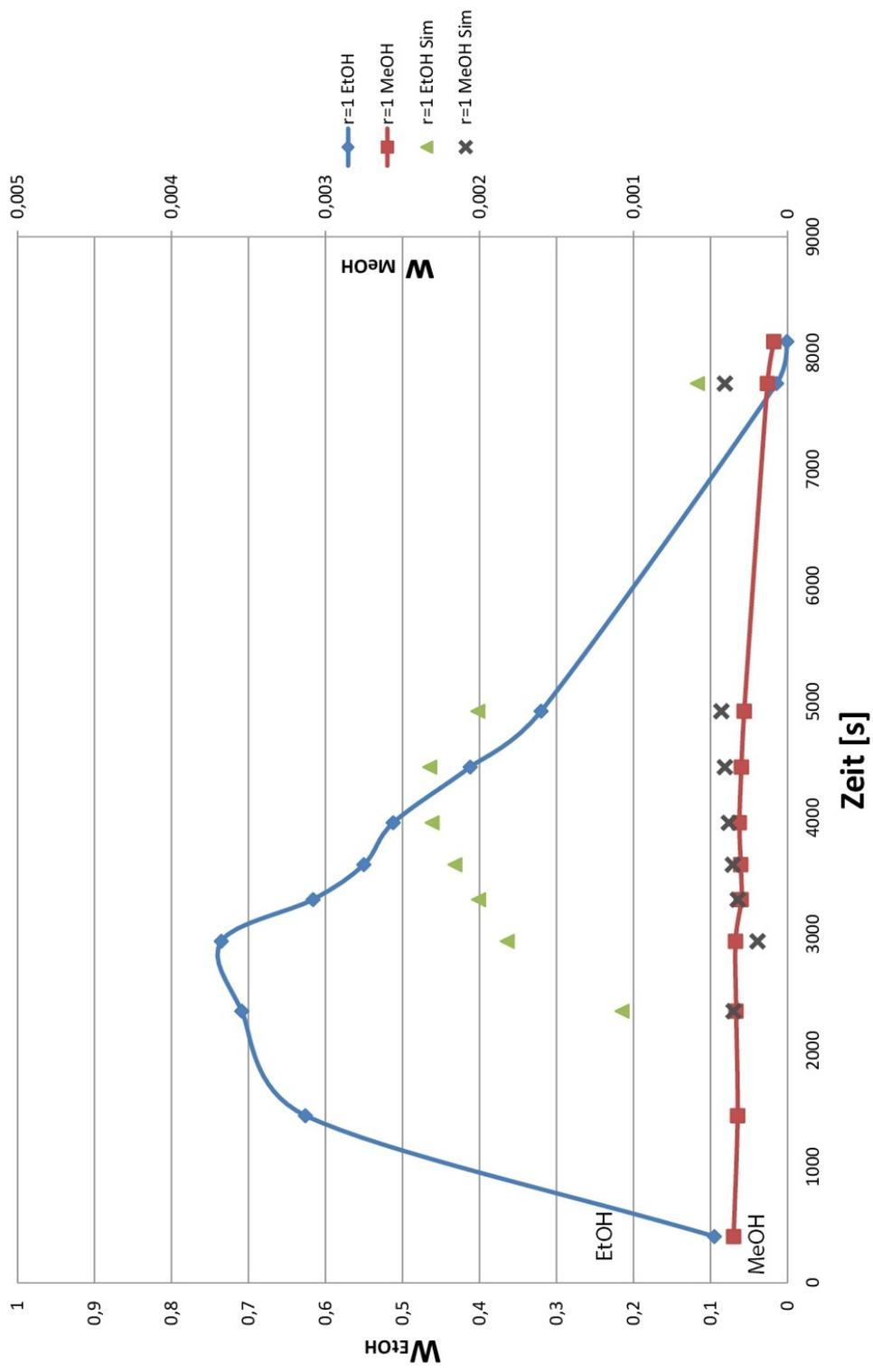


Abbildung 8.2: Validierungsversuch  $r=1$

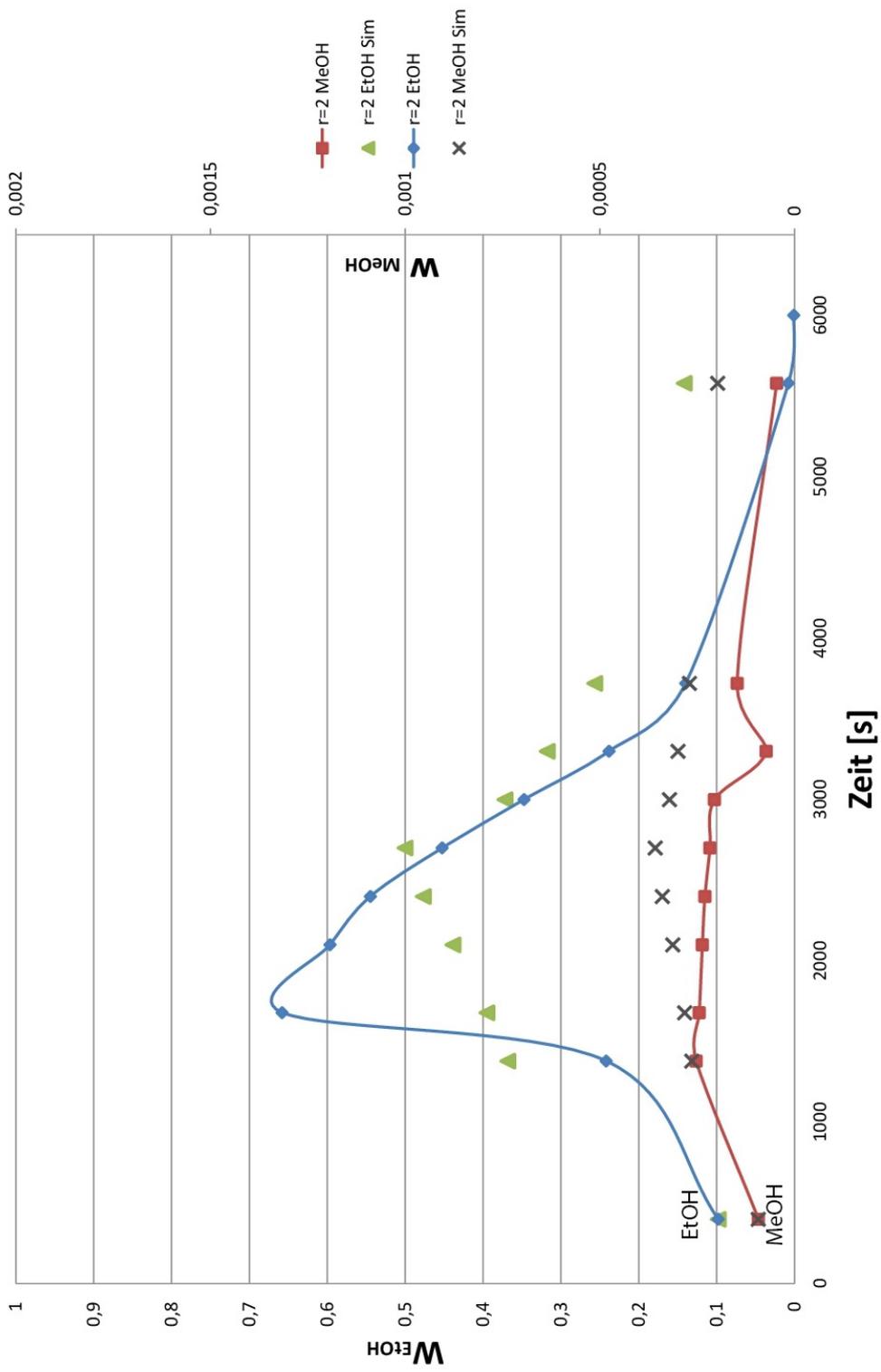


Abbildung 8.3: Validierungsversuch  $r=2$

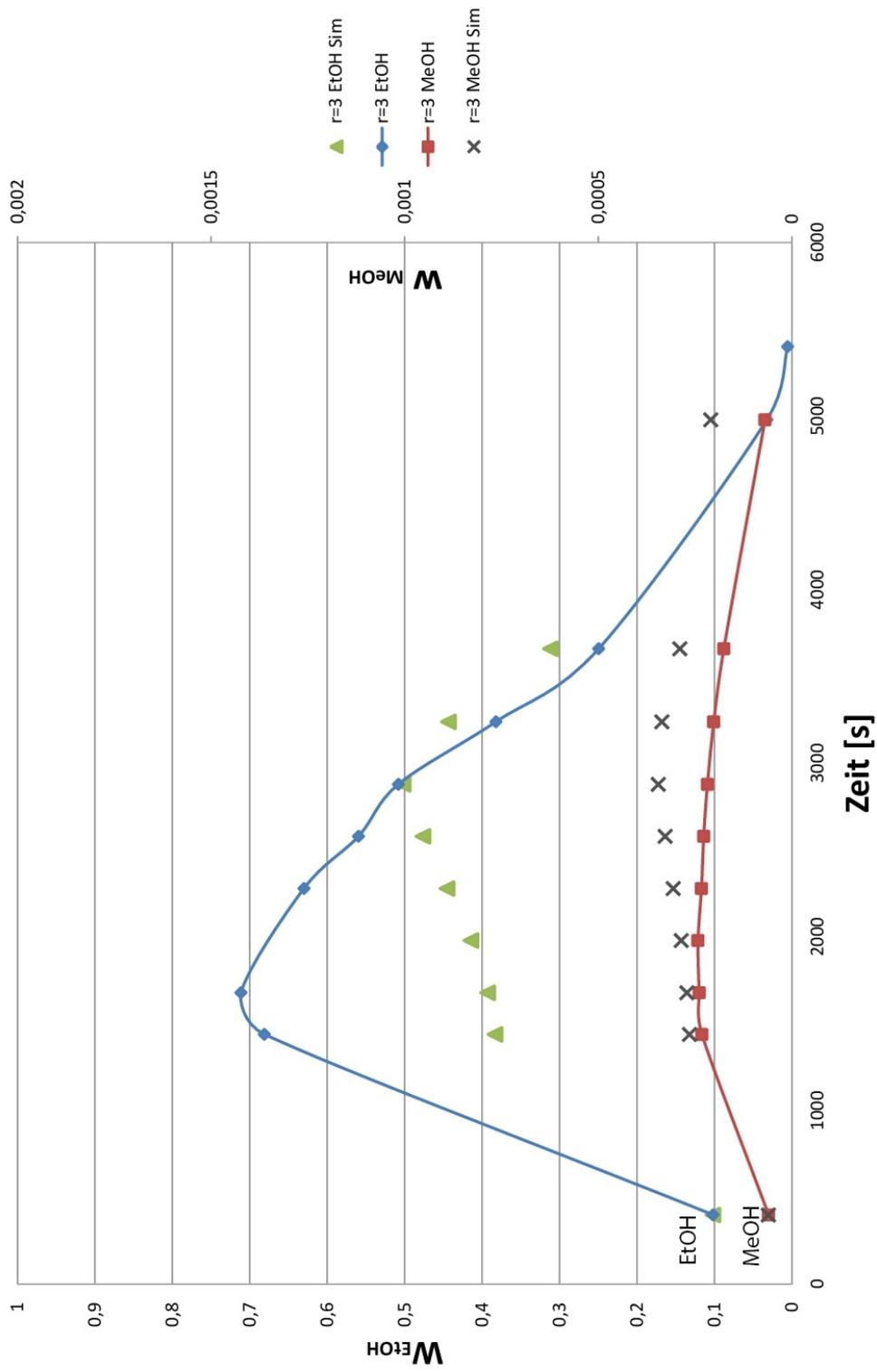


Abbildung 8.4: Validierungsversuch  $r=3$

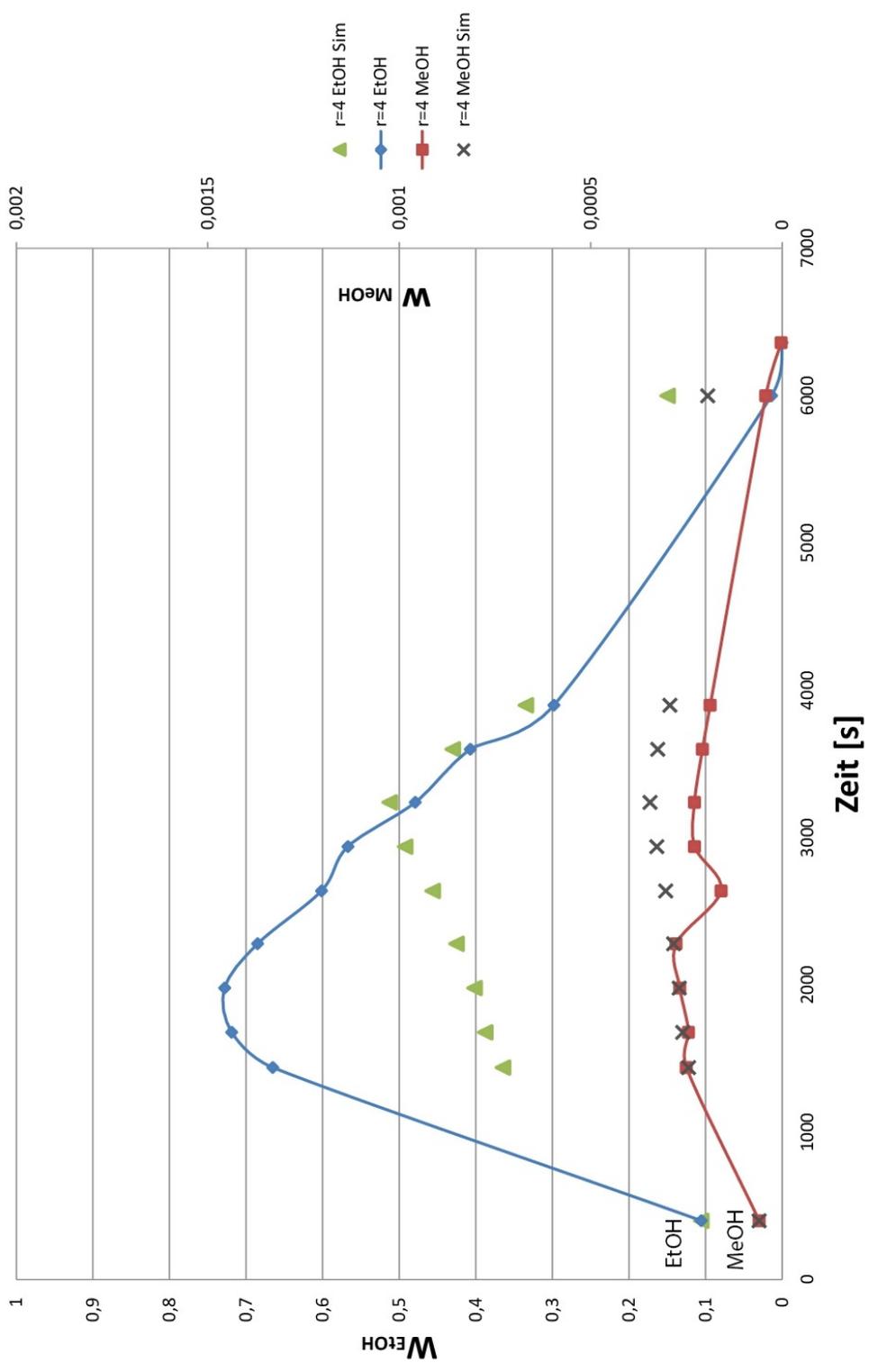


Abbildung 8.5: Validierungsversuch  $r=4$

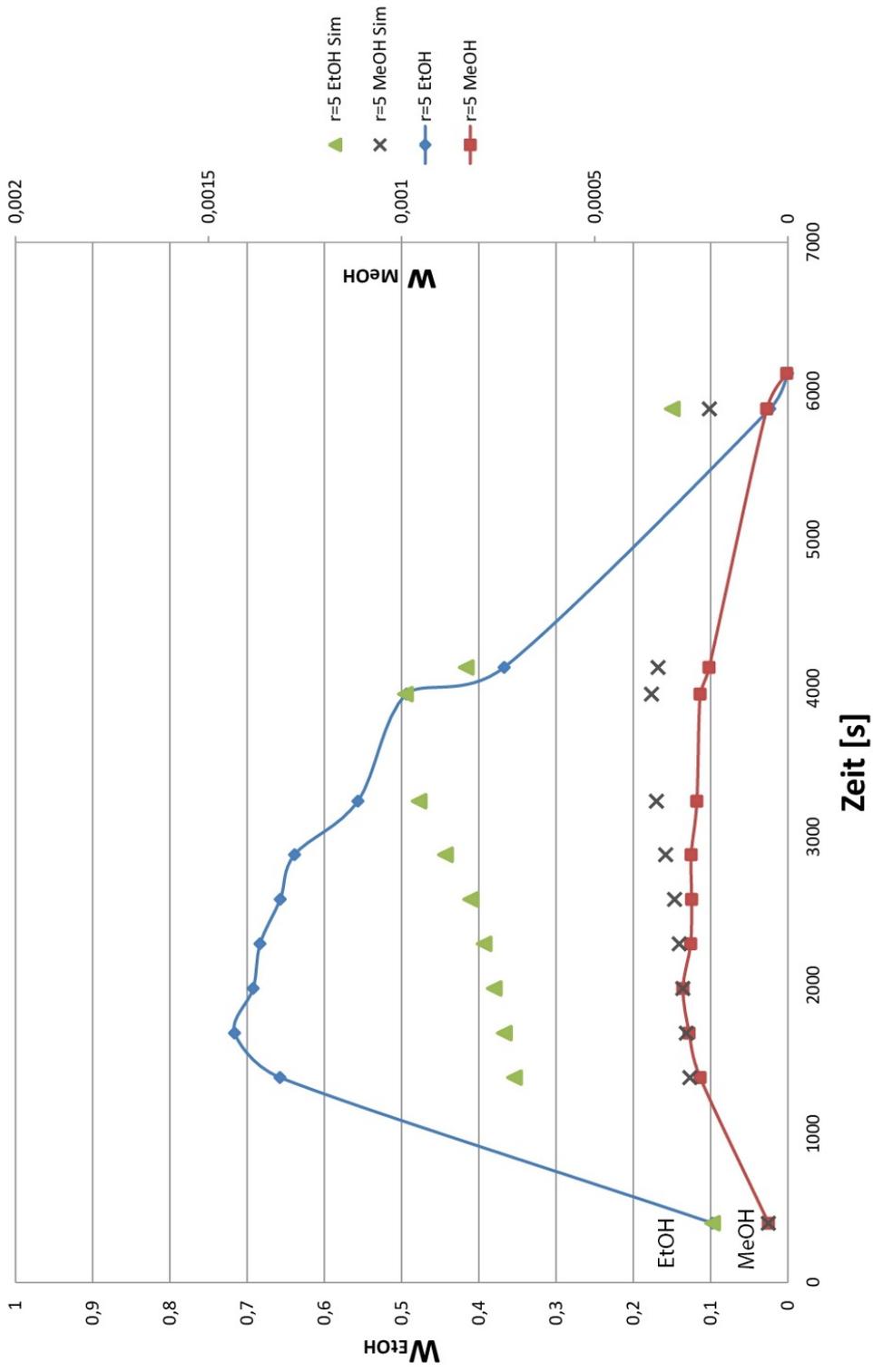


Abbildung 8.6: Validierungsversuch  $r=5$

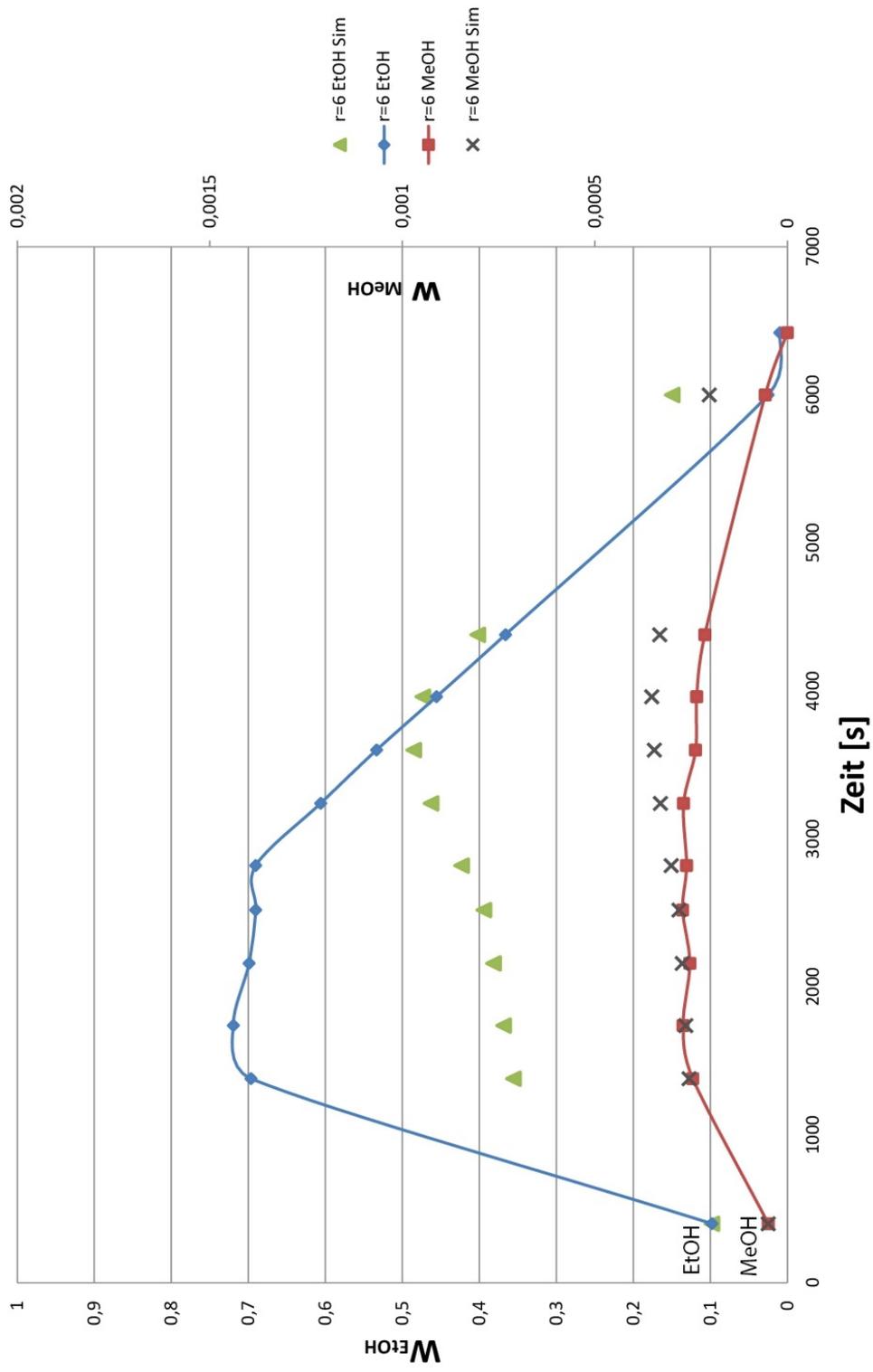


Abbildung 8.7: Validierungsversuch  $r=6$

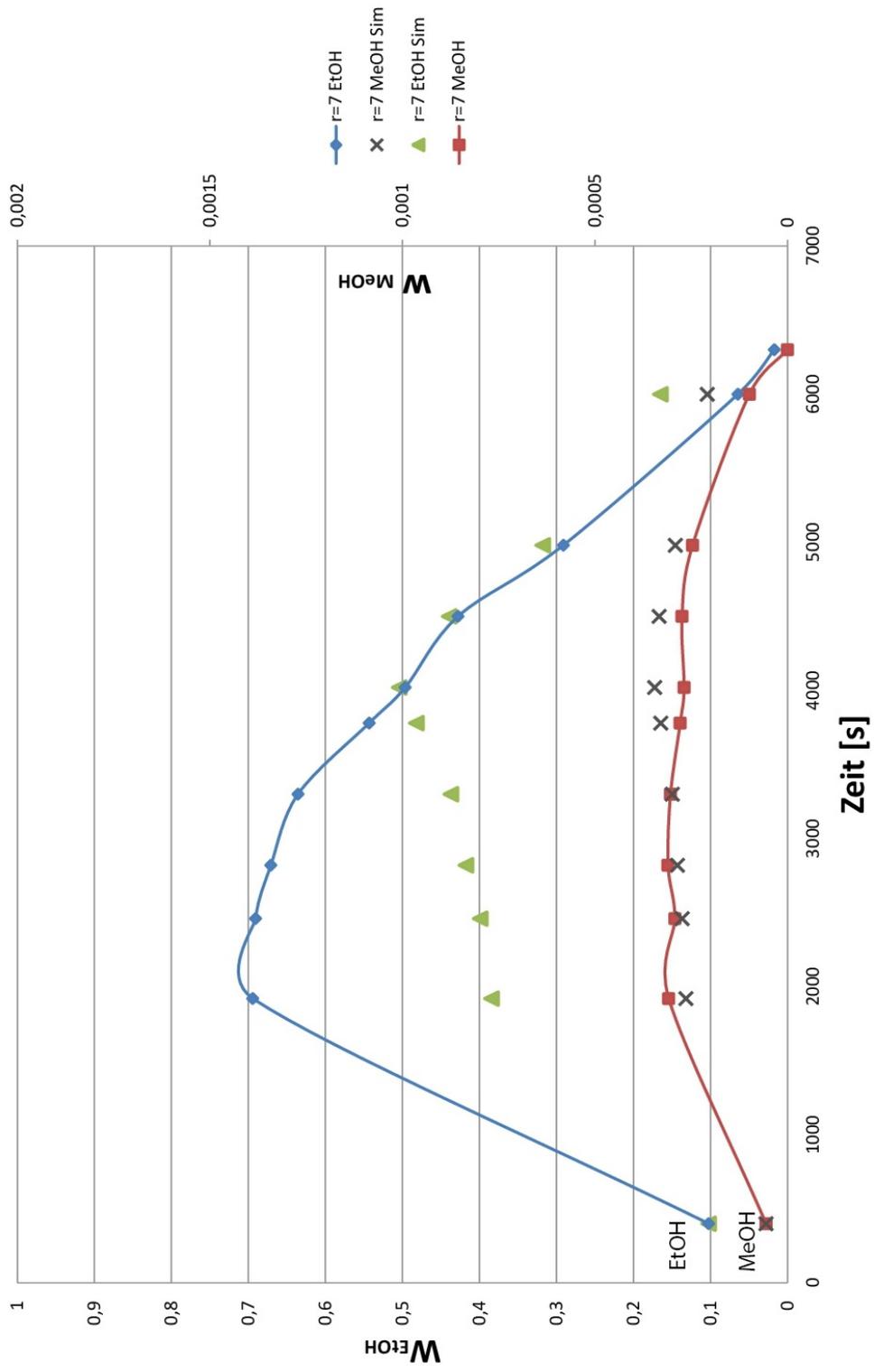


Abbildung 8.8: Validierungsversuch  $r=7$

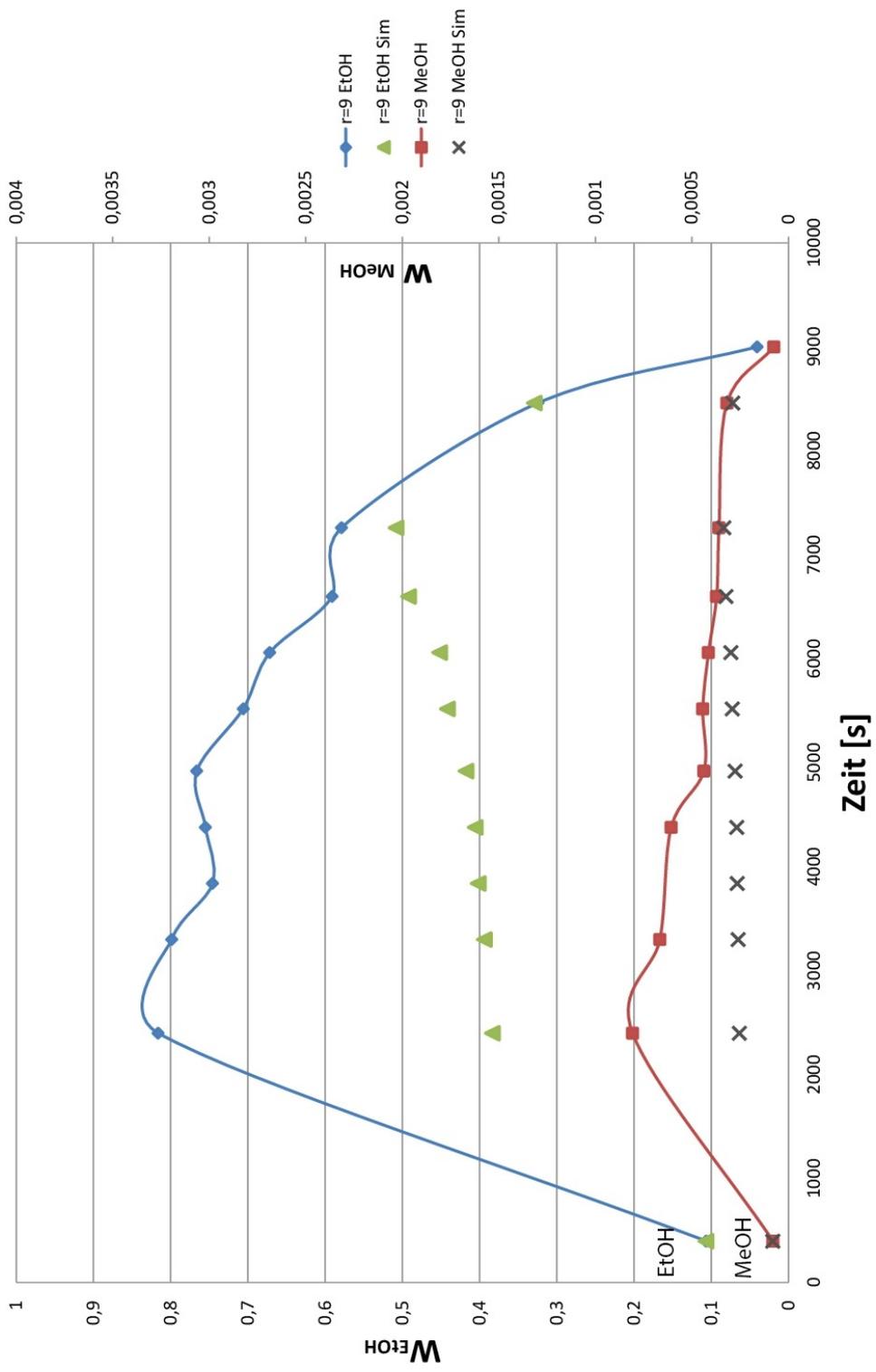


Abbildung 8.9: Validierungsversuch  $r=9$

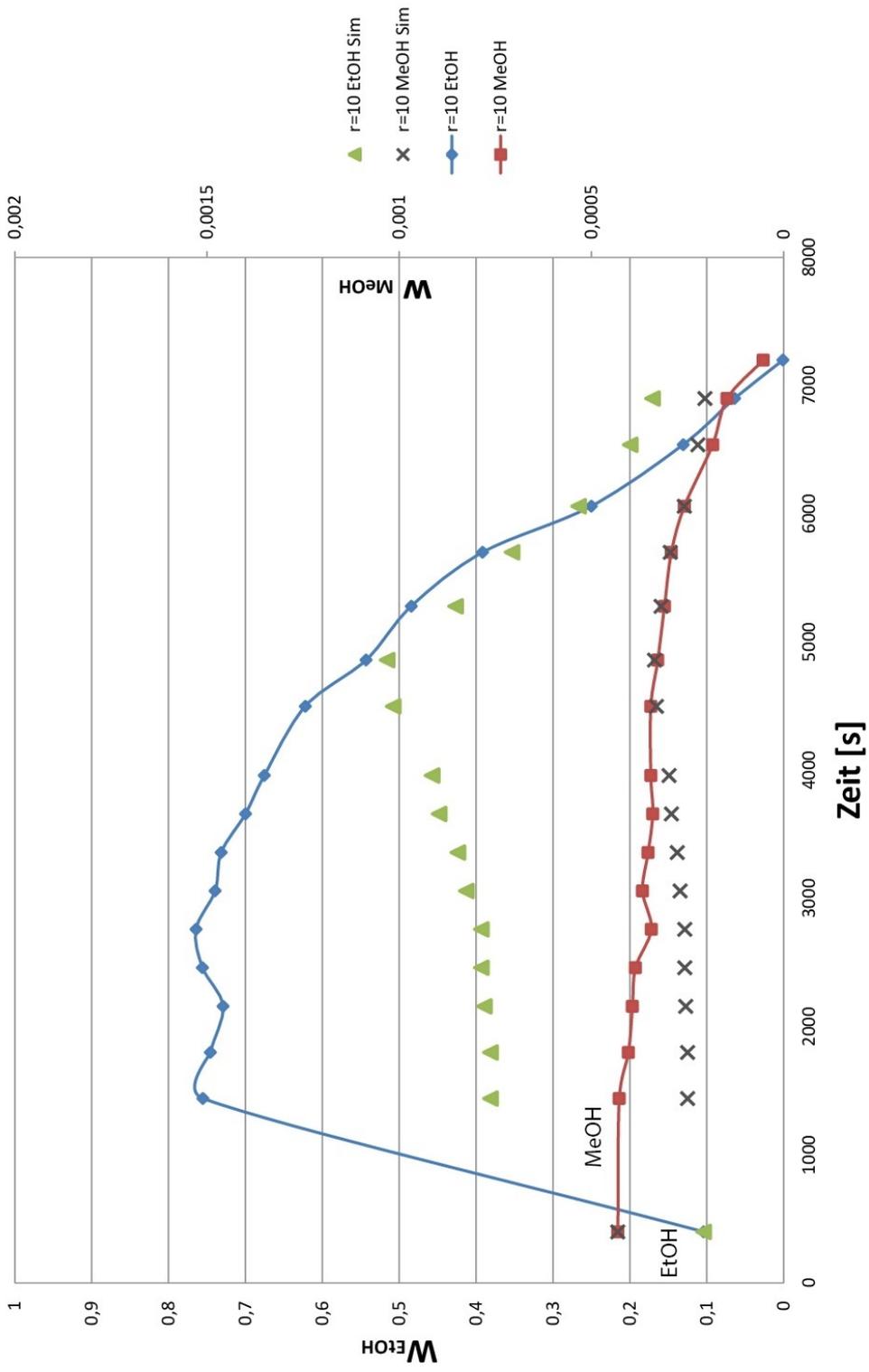


Abbildung 8.10: Validierungsversuch r=10

## Auswertungstabellen Validierungsversuche

			$w_i$ Destillat		$T_{Kopf}$	MeOH/EtOH	MeOH/EtOH
Versuch	r	Nr.	MeOH	EtOH	-	real	simuliert
-	-	-	% Gew	% Gew	°C	-	-
WB 2	1	IN	0,0349	9,47505			
WB 2	1	1	0,0324	62,5763	85,8	0,00052	0,00070
WB 2	1	2	0,0333	70,8605	69,7	0,00047	0,00071
WB 2	1	3	0,0337	73,5174	83,6	0,00046	0,00070
WB 2	1	4	0,0299	61,587	86,2	0,00049	0,00071
WB 2	1	5	0,0303	55,0024	88,2	0,00055	0,00072
WB 2	1	6	0,0312	51,1719	90,2	0,00061	0,00070
WB 2	1	7	0,0299	41,1724	92,9	0,00073	0,00074
WB 2	1	8	0,028	31,9853	94,3	0,00088	0,00081
WB 2	1	9	0,013	1,39972	98,8	0,00925	0,00149
WB 2	1	OUT	0,0088	0,04024			

Tabelle 8.1: Auswertung WB 2 r=1

			$w_i$ Destillat		$T_{Kopf}$	MeOH/EtOH	MeOH/EtOH
Versuch	r	Nr.	MeOH	EtOH	-	real	simuliert
-	-	-	% Gew	% Gew	°C	-	-
WB 3	2	IN	0,0092	9,78399			
WB 3	2	1	0,0252	24,1616	83,7	0,00104	0,00071
WB 3	2	2	0,0244	65,7882	85,2	0,00037	0,00071
WB 3	2	3	0,0236	59,6408	88	0,00040	0,00071
WB 3	2	4	0,023	54,452	90,4	0,00042	0,00071
WB 3	2	5	0,0217	45,2277	91,9	0,00048	0,00071
WB 3	2	6	0,0205	34,7261	94,4	0,00059	0,00086
WB 3	2	7	0,0072	23,813	95,9	0,00030	0,00094
WB 3	2	8	0,0147	13,9715	96,9	0,00105	0,00105
WB 3	2	9	0,0046	0,77719	98,5	0,00587	0,00139
WB 3	2	OUT	0,0004	0,07313			

Tabelle 8.2: Auswertung WB 3 r=2

Versuch	r	Nr.	$w_i$ Destillat		$T_{Kopf}$	MeOH/EtOH	
			MeOH	EtOH		-	real
-	-	-	% Gew	% Gew	°C	-	-
WB 4	3	IN	0,006	10,1688			
WB 4	3	1	0,0232	68,1126	83,6	0,00034	0,00069
WB 4	3	2	0,0239	71,1238	84,3	0,00034	0,00069
WB 4	3	3	0,0242	46,4718	85,8	0,00052	0,00069
WB 4	3	4	0,0233	62,9876	87,7	0,00037	0,00069
WB 4	3	5	0,0228	55,951	89,6	0,00041	0,00069
WB 4	3	6	0,0218	50,7967	91,1	0,00043	0,00069
WB 4	3	7	0,0201	38,1916	93,4	0,00053	0,00076
WB 4	3	8	0,0175	24,9331	96	0,00070	0,00093
WB 4	3	9	0,0069	3,2149	98,2	0,00215	0,00127
WB 4	3	OUT	0,0014	0,53857			

Tabelle 8.3: Auswertung WB 4 r=3

Versuch	r	Nr.	$w_i$ Destillat		$T_{Kopf}$	MeOH/EtOH	
			MeOH	EtOH		-	real
-	-	-	% Gew	% Gew	°C	-	-
WB 5	4	IN	0,006	10,5271			
WB 5	4	1	0,025	66,4869	81,6	0,00038	0,00067
WB 5	4	2	0,0244	71,8625	83,4	0,00034	0,00067
WB 5	4	3	0,0267	72,7798	84,4	0,00037	0,00067
WB 5	4	4	0,0276	68,4699	85,7	0,00040	0,00067
WB 5	4	5	0,0159	60,1162	87,9	0,00026	0,00067
WB 5	4	6	0,0229	56,6714	89,9	0,00040	0,00066
WB 5	4	7	0,0229	47,8901	91,7	0,00048	0,00067
WB 5	4	8	0,0208	40,6852	93,7	0,00051	0,00075
WB 5	4	9	0,0188	29,7681	95,6	0,00063	0,00087
WB 5	4	10	0,0043	1,37697	98,4	0,00309	0,00129
WB 6	4	OUT	0,0002	0,00503			

Tabelle 8.4: Auswertung WB 5 r=4

			$w_i$ Destillat		$T_{Kopf}$	MeOH/EtOH	MeOH/EtOH
Versuch	r	Nr.	MeOH	EtOH	-	real	simuliert
-	-	-	% Gew	% Gew	°C	-	-
WB 6	5	IN	0,005	9,72212			
WB 6	5	1	0,0227	65,7207	82,2	0,00034	0,00072
WB 6	5	2	0,0255	71,6196	83,3	0,00036	0,00071
WB 6	5	3	0,0271	69,1978	84	0,00039	0,00071
WB 6	5	4	0,0251	68,3091	85,1	0,00037	0,00071
WB 6	5	5	0,0249	65,6973	86	0,00038	0,00071
WB 6	5	6	0,025	63,832	88,3	0,00039	0,00071
WB 6	5	7	0,0235	55,6433	90,3	0,00042	0,00071
WB 6	5	8	0,0227	49,3459	91,4	0,00046	0,00071
WB 6	5	9	0,0203	36,7001	94	0,00055	0,00081
WB 6	5	10	0,0054	2,29911	98,4	0,00235	0,00136
WB 6	5	OUT	0,0002	0,00508			

Tabelle 8.5: Auswertung WB 6 r=5

			$w_i$ Destillat		$T_{Kopf}$	MeOH/EtOH	MeOH/EtOH
Versuch	r	Nr.	MeOH	EtOH	-	real	simuliert
-	-	-	% Gew	% Gew	°C	-	-
WB 7	6	IN	0,0049	9,78416			
WB 7	6	1	0,0245	69,6335	82,2	0,00035	0,00072
WB 7	6	2	0,0271	71,9255	83,3	0,00038	0,00071
WB 7	6	3	0,0253	69,8867	84,2	0,00036	0,00071
WB 7	6	4	0,0272	69,0091	85	0,00039	0,00071
WB 7	6	5	0,0262	69,0143	87,1	0,00038	0,00071
WB 7	6	6	0,0269	60,5912	89,5	0,00044	0,00071
WB 7	6	7	0,0238	53,3322	90,8	0,00045	0,00071
WB 7	6	8	0,0235	45,5568	92,7	0,00052	0,00074
WB 7	6	9	0,0214	36,5821	94,3	0,00059	0,00082
WB 7	6	10	0,0057	2,49059	98,4	0,00230	0,00136
WB 7	6	OUT	0	0,97328			

Tabelle 8.6: Auswertung WB7 r=6

Versuch	r	Nr.	$w_i$ Destillat		$T_{Kopf}$ - °C	MeOH/EtOH	MeOH/EtOH
			MeOH % Gew	EtOH % Gew		real	simuliert
-	-	-				-	-
WB 8	7	IN	0,0056	10,2263			
WB 8	7	1	0,0308	69,4062	83,8	0,00044	0,00069
WB 8	7	2	0,0292	69,059	89,9	0,00042	0,00068
WB 8	7	3	0,031	67,0614	91,6	0,00046	0,00068
WB 8	7	4	0,0304	63,54	93,6	0,00048	0,00068
WB 8	7	5	0,0278	54,2915	94,8	0,00051	0,00068
WB 8	7	6	0,0268	49,6244	96,1	0,00054	0,00068
WB 8	7	7	0,0274	42,7661	98,2	0,00064	0,00076
WB 8	7	8	0,0246	29,0866	95,9	0,00085	0,00092
WB 8	7	9	0,0099	6,42305	98,2	0,00154	0,00126
WB 8	7	OUT	0	1,69955			

Tabelle 8.7: Auswertung WB 8 r=7

Versuch	r	Nr.	$w_i$ Destillat		$T_{Kopf}$ - °C	MeOH/EtOH	MeOH/EtOH
			MeOH % Gew	EtOH % Gew		real	simuliert
-	-	-				-	-
WB 9	0	IN	0,0053	10,4389			
WB 9	0	1	0,0257	66,3137	83,8	0,00039	0,00076
WB 9	0	2	0,0208	58,6876	89,9	0,00036	0,00067
WB 9	0	3	0,0188	47,205	91,6	0,00040	0,00067
WB 9	0	4	0,0172	38,1031	93,6	0,00045	0,00075
WB 9	0	5	0,0155	31,405	94,8	0,00049	0,00082
WB 9	0	6	0,0132	21,6032	96,1	0,00061	0,00092
WB 9	0	7	0,0041	2,35658	98,2	0,00174	0,00125
WB 9	0	OUT	0,0068	2,1816			

Tabelle 8.8: Auswertung WB 9 r=0

			$w_i$ Destillat		$T_{Kopf}$	MeOH/EtOH	MeOH/EtOH
Versuch	r	Nr.	MeOH	EtOH	-	real	simuliert
-	-	-	% Gew	% Gew	°C	-	-
WB 10	9	IN	0,08	10,6732			
WB 10	9	1	0,0807	81,6078	82,6	0,00099	0,00066
WB 10	9	2	0,0665	79,8442	83,4	0,00083	0,00066
WB 10	9	3	0,1682	74,5594	84,2	0,00226	0,00066
WB 10	9	4	0,0607	75,4812	84,3	0,00080	0,00066
WB 10	9	5	0,0438	76,6005	85	0,00057	0,00066
WB 10	9	6	0,0443	70,5884	86,5	0,00063	0,00066
WB 10	9	7	0,0414	67,1502	87,2	0,00062	0,00066
WB 10	9	8	0,0372	59,0794	89,5	0,00063	0,00066
WB 10	9	9	0,0359	57,8542	90,5	0,00062	0,00066
WB 10	9	10	0,0318	32,4215	95,7	0,00098	0,00087
WB 10	9	OUT	0,0075	4,03473			

Tabelle 8.9: Auswertung WB 10 r=9

			$w_i$ Destillat		$T_{Kopf}$	MeOH/EtOH	MeOH/EtOH
Versuch	r	Nr.	MeOH	EtOH	-	real	simuliert
-	-	-	% Gew	% Gew	°C	-	-
WB 11	10	IN	0,431	10,4			
WB 11	10	1	0,0427	75,5116	82,3	0,00057	0,00068
WB 11	10	2	0,0403	74,5421	82,3	0,00054	0,00068
WB 11	10	3	0,0393	72,893	82,8	0,00054	0,00068
WB 11	10	4	0,0385	75,5716	83,1	0,00051	0,00068
WB 11	10	5	0,0344	76,4156	83,1	0,00045	0,00068
WB 11	10	6	0,0367	73,9172	84,4	0,00050	0,00067
WB 11	10	7	0,0352	73,1355	85,3	0,00048	0,00067
WB 11	10	8	0,034	69,9798	86,7	0,00049	0,00067
WB 11	10	9	0,0345	67,5253	87,3	0,00051	0,00067
WB 11	10	10	0,0345	62,192	90,3	0,00056	0,00067
WB 11	10	11	0,0327	54,2839	90,8	0,00060	0,00067
WB 11	10	12	0,031	48,4135	93,7	0,00064	0,00076
WB 11	10	13	0,0292	39,1354	95,2	0,00075	0,00085
WB 11	10	14	0,0258	25,0057	96,7	0,00103	0,00099
WB 11	10	15	0,0184	13,0535	97,7	0,00141	0,00114
WB 11	10	16	0,0147	6,3541	98,1	0,00231	0,00122
WB 11	10	OUT	0,0053	0,0717			

Tabelle 8.10: Auswertung WB 11 r=10

## Auswertungstabellen Methanolabtrennversuche

Versuch	r	Nr.	$w_j$ Destillat		Masse Destillat			$\Sigma_{kum}$ Destillat		$T_{Kopf}$	- °C	MeOH/EtOH	real
			MeOH % Gew	EtOH % Gew	Probe g	MeOH g	EtOH g	MeOH g	EtOH g				
-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
FK 1	10	IN	0,021	10,832	706,58	0,149	76,537	0,003	1,97	77,3	0,0017	0,0017	
FK 1	10	1	0,155	89,100	2,21	0,003	1,969	0,009	5,27	77	0,0018	0,0018	
FK 1	10	2	0,166	94,553	3,49	0,006	3,300	0,017	9,20	76,9	0,0019	0,0019	
FK 1	10	3	0,184	95,703	4,11	0,008	3,933	0,025	13,50	76,9	0,0020	0,0020	
FK 1	10	4	0,179	95,332	4,51	0,008	4,299	0,036	18,84	76,9	0,0021	0,0021	
FK 1	10	5	0,191	94,778	5,63	0,011	5,336	0,046	23,86	76,9	0,0019	0,0019	
FK 1	10	6	0,202	94,506	5,31	0,011	5,018	0,057	29,43	77	0,0018	0,0018	
FK 1	10	7	0,182	95,112	5,86	0,011	5,574	0,085	45,35	77	0,0017	0,0017	
FK 1	10	8	0,173	94,888	7,92	0,014	7,515	0,098	53,37	77	0,0016	0,0016	
FK 1	10	9	0,164	95,509	8,8	0,014	8,405	0,113	62,82	77,3	0,0015	0,0015	
FK 1	10	10	0,145	92,480	8,67	0,013	8,018	0,124	69,64	79,3	0,0016	0,0016	
FK 1	10	11	0,155	93,398	10,12	0,016	9,452	0,131	74,24	92,6	0,0029	0,0029	
FK 1	10	12	0,138	92,087	7,41	0,010	6,824	0,139	76,27	98,2	0,0065	0,0065	
FK 1	10	13	0,127	77,307	5,94	0,008	4,592	0,143	76,54	98,3	0,0142	0,0142	
FK 1	10	14	0,106	36,583	3,95	0,004	1,445						
FK 1	10	15	0,099	15,216	3,88	0,004	0,590						
FK 1	10	16	0,089	6,311	4,21	0,004	0,266						
FK 1	10	OUT	0,004	0,004	594,28	0,021	0,026						

Tabella 8.11: Auswertung FK 1 I=10

Versuch	r	Nr.	$w_j$ Destillat		Masse Destillat			$\Sigma_{kum}$ Destillat		$T_{Kopf}$	- °C	MeOH/EtOH	real
			MeOH % Gew	EtOH % Gew	Probe g	MeOH g	EtOH g	MeOH g	EtOH g				
-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
FK2	14	IN	0,0139	10,071	728,78	0,101	73,395						
FK2	14	1	0,090	85,206	1,7	0,002	1,449	0,002	1,45	77,1	0,0011	0,0011	
FK2	14	2	0,109	93,068	2,38	0,003	2,215	0,004	3,66	76,8	0,0012	0,0012	
FK2	14	3	0,129	95,676	3,28	0,004	3,138	0,008	6,80	76,8	0,0014	0,0014	
FK2	14	4	0,134	92,031	3,48	0,005	3,203	0,013	10,00	76,8	0,0015	0,0015	
FK2	14	5	0,131	91,775	3,43	0,004	3,148	0,018	13,15	76,9	0,0014	0,0014	
FK2	14	6	0,126	88,440	3,5	0,004	3,095	0,022	16,25	76,9	0,0014	0,0014	
FK2	14	7	0,134	96,667	4,77	0,006	4,611	0,028	20,86	76,9	0,0014	0,0014	
FK2	14	8	0,121	93,155	5,24	0,006	4,881	0,035	25,74	77	0,0013	0,0013	
FK2	14	9	0,112	93,098	4,87	0,005	4,534	0,040	30,27	77	0,0012	0,0012	
FK2	14	10	0,106	94,455	6,53	0,007	6,168	0,047	36,44	77	0,0011	0,0011	
FK2	14	11	0,089	86,820	6,24	0,006	5,418	0,052	41,86	77	0,0010	0,0010	
FK2	14	12	0,073	84,132	6,44	0,005	5,418	0,057	47,28	77	0,0009	0,0009	
FK2	14	13	0,092	86,808	6,23	0,006	5,408	0,063	52,69	77,1	0,0011	0,0011	
FK2	14	14	0,067	90,853	7,13	0,005	6,478	0,068	59,16	77,2	0,0007	0,0007	
FK2	14	15	0,064	93,819	6,71	0,004	6,295	0,072	65,46	78,4	0,0007	0,0007	
FK2	14	16	0,055	81,817	5,22	0,003	4,271	0,075	69,73	85	0,0007	0,0007	
FK2	14	17	0,052	58,541	4,41	0,002	2,582	0,077	72,31	95,2	0,0009	0,0009	
FK2	14	18	0,039	13,920	4,89	0,002	0,681	0,079	72,99	97,8	0,0028	0,0028	
FK2	14	19	0,034	6,723	5,84	0,002	0,393	0,081	73,38	98,4	0,0050	0,0050	
FK2	14	OUT	0,004	0,001	618,12	0,026	0,009						

Tabella 8.12: Auswertung FK 2 I=14

Versuch	r	Nr.	$w_j$ Destillat		Masse Destillat			$\Sigma_{kum}$ Destillat		$T_{Kopf}$	- °C	MeOH/EtOH	real
			MeOH % Gew	EtOH % Gew	Probe g	MeOH g	EtOH g	MeOH g	EtOH g				
-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
FK3	16	IN	0,015	10,439	734,56	0,107	76,681						
FK3	16	1	0,079	69,714	1,88	0,001	1,311	0,001	1,31	76,9	0,0011		
FK3	16	2	0,129	86,524	2,88	0,004	2,492	0,005	3,80	76,7	0,0015		
FK3	16	3	0,145	87,185	4,11	0,006	3,583	0,011	7,39	76,7	0,0017		
FK3	16	4	0,154	88,621	5,32	0,008	4,715	0,019	12,10	76,8	0,0017		
FK3	16	5	0,146	94,786	5,48	0,008	5,194	0,027	17,29	76,9	0,0015		
FK3	16	6	0,143	92,046	5,56	0,008	5,118	0,035	22,41	76,9	0,0016		
FK3	16	7	0,147	95,394	5,37	0,008	5,123	0,043	27,54	76,9	0,0015		
FK3	16	8	0,109	95,220	6,23	0,007	5,932	0,050	33,47	76,9	0,0011		
FK3	16	9	0,106	95,957	5,87	0,006	5,633	0,056	39,10	76,9	0,0011		
FK3	16	10	0,103	94,532	5,92	0,006	5,596	0,062	44,70	76,9	0,0011		
FK3	16	11	0,087	94,977	6,04	0,005	5,737	0,068	50,43	76,9	0,0009		
FK3	16	12	0,077	94,965	6,28	0,005	5,964	0,072	56,40	77	0,0008		
FK3	16	13	0,069	93,629	9,22	0,006	8,633	0,079	65,03	77,7	0,0007		
FK3	16	14	0,058	90,585	8,59	0,005	7,781	0,084	72,81	89,1	0,0006		
FK3	16	15	0,045	61,428	3,94	0,002	2,420	0,086	75,23	96,2	0,0007		
FK3	16	16	0,041	19,846	7,29	0,003	1,447	0,089	76,68	98,2	0,0021		
FK3	16	OUT	0,000	0,062	626,02	0,001	0,386						

Tabella 8.13: Auswertung FK 3 r=16

Versuch	r	Nr.	$w_i$ Destillat		Masse Destillat			$\Sigma_{\text{kum}}$ Destillat		$T_{\text{Kopf}}$	- °C	MeOH/EtOH	real
			MeOH % Gew	EtOH % Gew	Probe g	MeOH g	EtOH g	MeOH g	EtOH g				
-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
FKS 1	16	IN	0,217	10,204	735,85	1,594	75,086						
FKS 1	16	1	1,556	83,325	1,45	0,023	1,208	0,023	1,21	76,4	0,0187		
FKS 1	16	2	2,283	89,495	3,22	0,074	2,882	0,096	4,09	76,2	0,0255		
FKS 1	16	3	2,769	87,536	4,57	0,127	4,000	0,223	8,09	76,3	0,0316		
FKS 1	16	4	2,979	86,163	5,99	0,178	5,161	0,401	13,25	76,2	0,0346		
FKS 1	16	5	3,091	92,923	5,33	0,165	4,953	0,566	18,20	76,4	0,0333		
FKS 1	16	6	2,878	91,376	6,05	0,174	5,528	0,740	23,73	76,4	0,0315		
FKS 1	16	7	2,648	93,831	6,05	0,160	5,677	0,900	29,41	76,5	0,0282		
FKS 1	16	8	2,365	94,650	5,35	0,127	5,064	1,027	34,47	76,5	0,0250		
FKS 1	16	9	2,021	93,952	6,68	0,135	6,276	1,162	40,75	76,6	0,0215		
FKS 1	16	10	1,738	94,015	7,02	0,122	6,600	1,284	47,35	76,6	0,0185		
FKS 1	16	11	1,376	94,012	7,05	0,097	6,628	1,381	53,98	76,7	0,0146		
FKS 1	16	12	1,172	94,732	7,19	0,084	6,811	1,465	60,79	77	0,0124		
FKS 1	16	13	0,737	87,823	10,02	0,074	8,800	1,539	69,59	81,1	0,0084		
FKS 1	16	14	0,513	62,366	5,89	0,030	3,673	1,569	73,26	93,8	0,0082		
FKS 1	16	15	0,273	21,938	6,87	0,019	1,507	1,588	74,77	97,9	0,0124		
FKS 1	16	16	0,063	7,195	4,4	0,003	0,317	1,590	75,09	98,2	0,0088		
FKS 1	16	OUT	0,000	0,005	619,3	0,001	0,028						

Tabelle 8.14: Auswertung FKS 1 r=16

Versuch	r	Nr.	$w_i$ Destillat		Masse Destillat			$\Sigma_{kum}$ Destillat		$T_{Kopf}$	real
			MeOH	EtOH	Probe	MeOH	EtOH	EtOH	MeOH		
-	-	-	% Gew	% Gew	g	g	g	g	g	-	-
FKS 2	16	IN	0,190	9,183	736,4	1,399	67,624				
FKS 2	16	1	3,759	89,854	5,14	0,193	4,618	0,193	4,62	76,5	0,0418
FKS 2	16	2	3,689	95,815	6,32	0,233	6,055	0,426	10,67	76,6	0,0385
FKS 2	16	3	3,176	96,528	5,01	0,159	4,836	0,585	15,51	76,6	0,0329
FKS 2	16	4	2,964	96,193	6,81	0,202	6,551	0,787	22,06	76,6	0,0308
FKS 2	16	5	2,533	95,192	6,5	0,165	6,187	0,952	28,25	76,7	0,0266
FKS 2	16	6	2,059	94,886	6,78	0,140	6,433	1,091	34,68	76,8	0,0217
FKS 2	16	7	1,562	95,934	7,18	0,112	6,888	1,204	41,57	76,9	0,0163
FKS 2	16	8	1,103	95,874	7,9	0,087	7,574	1,291	49,14	77,2	0,0115
FKS 2	16	9	0,767	94,154	7,48	0,057	7,043	1,348	56,19	78,1	0,0081
FKS 2	16	10	0,468	90,659	6,1	0,029	5,530	1,377	61,72	86,8	0,0052
FKS 2	16	11	0,265	44,843	6,41	0,017	2,874	1,394	64,59	97,5	0,0059
FKS 2	16	12	0,088	8,308	6,14	0,005	0,510	1,399	65,10	98,3	0,0106
FKS 2	16	OUT	0,000	0,003	624,35	0,001	0,022				

Tabelle 8.15: Auswertung FKS 2 r=16

Versuch	r	Nr.	$w_i$ Destillat		Masse Destillat			$\sum_{kum}$ Destillat		$T_{Kopf}$	- °C	MeOH/EtOH	real
			MeOH % Gew	EtOH % Gew	Probe g	MeOH g	EtOH g	MeOH g	EtOH g				
-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
FKS 3	16	IN	0,2645	9,54434	736,97	1,949	70,339						
FKS 3	16	1	7,8001	91,2588	5,38	0,420	4,910	0,420	4,91	76,4	0,0855		
FKS 3	16	2	5,7778	90,4856	5,58	0,322	5,049	0,742	9,96	76,6	0,0639		
FKS 3	16	3	4,253	90,7536	5,33	0,227	4,837	0,969	14,80	76,7	0,0469		
FKS 3	16	4	3,2747	85,8676	4,68	0,153	4,019	1,122	18,81	76,7	0,0381		
FKS 3	16	5	2,9359	88,8998	5,73	0,168	5,094	1,290	23,91	76,8	0,0330		
FKS 3	16	6	2,5796	95,1694	5,74	0,148	5,463	1,438	29,37	76,8	0,0271		
FKS 3	16	7	2,0806	89,737	5,47	0,114	4,909	1,552	34,28	76,9	0,0232		
FKS 3	16	8	1,493	83,2601	5,64	0,084	4,696	1,636	38,98	76,9	0,0179		
FKS 3	16	9	1,2894	86,1855	5,56	0,072	4,792	1,708	43,77	76,9	0,0150		
FKS 3	16	10	1,0778	86,6112	6,47	0,070	5,604	1,778	49,37	77	0,0124		
FKS 3	16	11	0,8737	87,074	6,1	0,053	5,312	1,831	54,68	77,2	0,0100		
FKS 3	16	12	0,6321	83,5487	6,8	0,043	5,681	1,874	60,36	78,5	0,0076		
FKS 3	16	13	0,5515	82,138	6,4	0,035	5,257	1,909	65,62	88,1	0,0067		
FKS 3	16	14	0,3834	45,946	6,54	0,025	3,005	1,934	68,63	97,5	0,0083		
FKS 3	16	15	0,1301	8,53113	10,14	0,013	0,865	1,948	69,49	98,6	0,0153		
FKS 3	16	OUT	0,0012	0,00432	622,31	0,007	0,027						

Tabelle 8.16: Auswertung FKS 3 r=16

Versuch	r	Nr.	$w_i$ Destillat		Masse Destillat			$\sum_{kum}$ Destillat		$T_{Kopf}$	- °C	MeOH/EtOH	real
			MeOH % Gew	EtOH % Gew	Probe g	MeOH g	EtOH g	MeOH g	EtOH g				
-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
FKS 4	18	IN	0,3225	9,07546	738,87	2,383	67,056						
FKS 4	18	1	8,0588	76,318	4,44	0,358	3,389	0,358	3,39	75,9		0,1056	
FKS 4	18	2	7,409	78,87	3,98	0,295	3,139	0,653	6,53	76,2		0,0939	
FKS 4	18	3	6,013	88,506	5,18	0,311	4,585	0,964	11,11	76,3		0,0679	
FKS 4	18	4	4,4102	77,2585	5,28	0,233	4,079	1,197	15,19	76,4		0,0571	
FKS 4	18	5	4,0215	79,145	6,06	0,244	4,796	1,441	19,99	76,5		0,0508	
FKS 4	18	6	3,3836	87,7085	6,84	0,231	5,999	1,672	25,99	76,6		0,0386	
FKS 4	18	7	2,6024	83,017	7,07	0,184	5,869	1,856	31,86	76,6		0,0313	
FKS 4	18	8	2,2335	88,9295	5,93	0,132	5,274	1,989	37,13	76,7		0,0251	
FKS 4	18	9	1,918	89,3475	5,99	0,115	5,352	2,103	42,48	76,7		0,0215	
FKS 4	18	10	1,4479	82,467	5,75	0,083	4,742	2,187	47,22	76,8		0,0176	
FKS 4	18	11	1,2247	88,2805	6,67	0,082	5,888	2,268	53,11	76,9		0,0139	
FKS 4	18	12	0,8218	80,1295	7,73	0,064	6,194	2,332	59,31	77,8		0,0103	
FKS 4	18	13	0,6885	86,0145	7,37	0,051	6,339	2,383	65,65	84,4		0,0080	
FKS 4	18	OUT	0,0002	0,0132	645,62	0,001	0,085						

Tabelle 8.17: Auswertung FKS 4 r=18

Versuch	r	Nr.	w <sub>i</sub> Destillat		Masse Destillat			Σ <sub>kum</sub> Destillat		T <sub>Kopf</sub>	MeOH/EtOH	real
			MeOH	EtOH	Probe	MeOH	EtOH	EtOH	MeOH			
-	-	-	% Gew	% Gew	g	g	g	g	g	-	°C	-
FKS5	20	IN	0,3219	9,894	733,8	2,362	72,602					
FKS 5	20	1	9,0594	72,3635	5,69	0,515	4,117	0,515	4,12	76,3	0,0325	
FKS 5	20	2	6,5281	73,5405	5,96	0,389	4,383	0,905	8,50	76,5	0,1252	
FKS 5	20	3	4,9612	77,6435	6,62	0,328	5,140	1,233	13,64	76,7	0,0888	
FKS 5	20	4	3,9032	77,6435	6,61	0,258	5,132	1,491	18,77	76,7	0,0639	
FKS 5	20	5	3,1187	73,5185	6,22	0,194	4,573	1,685	23,35	76,8	0,0503	
FKS 5	20	6	2,6086	78,771	5,24	0,137	4,128	1,822	27,47	76,9	0,0424	
FKS 5	20	7	2,0915	77,7205	8,32	0,174	6,466	1,996	33,94	76,9	0,0331	
FKS 5	20	8	1,5758	75,0585	8,21	0,129	6,162	2,125	40,10	77	0,0269	
FKS 5	20	9	1,2094	75,24	7,85	0,095	5,906	2,220	46,01	77,2	0,0210	
FKS 5	20	10	0,8057	69,63	8,11	0,065	5,647	2,285	51,66	77,8	0,0161	
FKS 5	20	11	0,5937	70,5595	8,69	0,052	6,132	2,337	57,79	88,4	0,0116	
FKS 5	20	12	0,2936	31,306	8,19	0,024	2,564	2,361	60,35	98,2	0,0084	
FKS 5	20	OUT	0,0002	0,187	620,11	0,001	1,160					

Tabelle 8.18: Auswertung FKS 5 r=20

Versuch	r	Nr.	$w_i$ Destillat			Masse Destillat			$\Sigma_{kum}$ Destillat		$T_{Kopf}$	MeOH/EtOH	real
			MeOH % Gew	EtOH % Gew	Probe g	MeOH g	EtOH g	MeOH g	EtOH g	MeOH g			
MK 1	10	IN	0,0609	8,055	761,43	0,464	61,333						
MK 1	10	1	2,3565	84,6443	3,55	0,084	3,005	0,084	3,00	76,8	0,0278		
MK 1	10	2	1,7962	82,2031	3,51	0,063	2,885	0,147	5,89	76,9	0,0219		
MK 1	10	3	1,2655	94,8414	3,73	0,047	3,538	0,194	9,43	76,9	0,0133		
MK 1	10	4	0,9775	94,3209	3,74	0,037	3,528	0,230	12,96	77	0,0104		
MK 1	10	5	0,8051	94,7524	3,59	0,029	3,402	0,259	16,36	77	0,0085		
MK 1	10	6	0,6734	94,3616	3,39	0,023	3,199	0,282	19,56	77	0,0071		
MK 1	10	7	0,5818	93,821	5,2	0,030	4,879	0,312	24,43	77	0,0062		
MK 1	10	8	0,4952	94,1095	4,78	0,024	4,498	0,336	28,93	77	0,0053		
MK 1	10	9	0,4588	94,1787	3,71	0,017	3,494	0,353	32,43	77	0,0049		
MK 1	20	10	0,4475	93,7954	4,21	0,019	3,949	0,372	36,38	77	0,0048		
MK 1	20	11	0,4383	93,2567	3,67	0,016	3,423	0,388	39,80	77,1	0,0047		
MK 1	20	12	0,4187	94,0773	4	0,017	3,763	0,405	43,56	77,1	0,0045		
MK 1	20	13	0,3723	75,8965	4,22	0,016	3,203	0,421	46,76	77,2	0,0049		
MK 1	20	14	0,3137	92,0132	4,19	0,013	3,855	0,434	50,62	77,4	0,0034		
MK 1	20	15	0,2668	88,8964	3,76	0,010	3,343	0,444	53,96	78,1	0,0030		
MK 1	20	16	0,2175	84,7768	3,6	0,008	3,052	0,452	57,01	79,4	0,0026		
MK 1	20	17	0,1822	71,8435	4,22	0,008	3,032	0,459	60,05	87,6	0,0025		
MK 1	20	18	0,156	51,2427	2,51	0,004	1,286	0,463	61,33	93,7	0,0030		
MK 1	20	Out	0	0,27964	663,92	0,000	1,857						

Tabelle 8.19: Auswertung MK 1 r=10/20

Versuch	r	Nr.	$w_j$ Destillat			Masse Destillat			$\Sigma_{\text{kum}}$ Destillat			$T_{\text{Kopf}}$	MeOH/EtOH	real
			MeOH	EtOH	Probe	MeOH	EtOH	MeOH	EtOH	MeOH	EtOH			
-	-	-	% Gew	% Gew	g	g	g	g	g	g	g	g	°C	-
MK 2	10	IN	0,0595	8,60305	1318,8	0,785	113,46	0,056	2,90	0,056	2,90	77	0,0191	-
MK 2	10	1	1,7849	93,2517	3,11	0,056	2,900	0,098	5,84	0,098	5,84	77	0,0145	-
MK 2	10	2	1,3519	92,9774	3,16	0,043	2,938	0,143	9,02	0,143	9,02	77	0,0140	-
MK 2	10	3	1,3197	94,4966	3,37	0,060	4,800	0,203	13,82	0,203	13,82	77,1	0,0125	-
MK 2	10	4	1,1753	94,1142	4,75	0,046	4,487	0,294	24,04	0,294	24,04	77,1	0,0101	-
MK 2	10	5	0,958	94,4539	5,96	0,046	5,731	0,336	31,04	0,336	31,04	77,2	0,0080	-
MK 2	10	6	0,7685	96,1618	7,22	0,031	6,546	0,367	37,59	0,367	37,59	77,2	0,0047	-
MK 2	5	7	0,5866	96,9987	6,74	0,041	10,509	0,408	48,10	0,408	48,10	77,3	0,0039	-
MK 2	5	8	0,4575	97,1187	10,83	0,023	6,705	0,430	54,80	0,430	54,80	77,3	0,0034	-
MK 2	5	9	0,3764	97,0368	6,91	0,022	6,708	0,452	61,51	0,452	61,51	77,3	0,0032	-
MK 2	5	10	0,3263	97,0324	7,01	0,031	10,129	0,483	71,64	0,483	71,64	77,5	0,0030	-
MK 2	5	11	0,3094	95,6849	10,48	0,028	9,659	0,511	81,30	0,511	81,30	77,9	0,0029	-
MK 2	5	12	0,2924	96,6476	10,27	0,026	8,996	0,537	90,29	0,537	90,29	79,2	0,0029	-
MK 2	5	13	0,2754	94,051	10,13	0,023	6,949	0,560	97,24	0,560	97,24	83,5	0,0033	-
MK 2	5	14	0,26	88,8082	8,75	0,019	4,583	0,580	101,83	0,580	101,83	92,3	0,0042	-
MK 2	5	15	0,2539	59,9859	7,64	0,016	2,626	0,596	104,45	0,596	104,45	94,6	0,0061	-
MK 2	5	16	0,2508	41,1524	6,38	0,013	1,802	0,608	106,25	0,608	106,25	95,6	0,0071	-
MK 2	5	17	0,2193	30,8602	5,84	0,014	1,934	0,622	108,19	0,622	108,19	96,6	0,0072	-
MK 2	5	18	0,1633	22,6743	8,53	0,032	5,521							
MK 2	5	19	0,0027	0,47092	1172,47									
-	5	Out												

Tabelle 8.20: Auswertung MK 2 r=10/5

## Bilanzen

### Methanolabtrennung Versuchsreihe 1

FK 1 r=10								
SOLL :	Sumpf		IST :	Destillat		$\Delta$ :	SOLL - IST	
	MeOH	EtOH		MeOH	EtOH		MeOH	EtOH
	g	g		g	g		g	g
IN	0,149	76,537		-	-		-0,015	-0,026
OUT	0,021	0,026		-	-			
<b>IN - OUT</b>	0,128	76,510	<b>AB:</b>	0,143	76,536	<b>Fehler %:</b>	-11,59	-0,03

Tabelle 8.21: Bilanz FK 1 r=10

FK 2 r=14								
SOLL :	Sumpf		IST :	Destillat		$\Delta$ :	SOLL - IST	
	MeOH	EtOH		MeOH	EtOH		MeOH	EtOH
	g	g		g	g		g	g
IN	0,101	73,395		-	-		-0,006	0,002
OUT	0,026	0,009		-	-			
<b>IN - OUT</b>	0,075	73,386	<b>AB:</b>	0,081	73,385	<b>% Fehler:</b>	-8,46	0,002

Tabelle 8.22: Bilanz FK 2 r=14

FK 3 r=16								
SOLL :	Sumpf		IST :	Destillat		$\Delta$ :	SOLL - IST	
	MeOH	EtOH		MeOH	EtOH		MeOH	EtOH
	g	g		g	g		g	g
IN	0,107	76,681		-	-		0,017	-0,38
OUT	0,001	0,386		-	-			
<b>IN - OUT</b>	0,106	76,294	<b>AB:</b>	0,089	76,678	<b>% Fehler:</b>	16,41	-0,50

Tabelle 8.23: Bilanz FK 3 r=16

## Methanolabtrennung Versuchsreihe 2

### FKS1 FKS2 mit MeOH versetzt

FKS 1 r=16								
SOLL :	Sumpf		IST :	Destillat		$\Delta$ :	SOLL - IST	
	MeOH	EtOH		MeOH	EtOH		MeOH	EtOH
	g	g		g	g		g	g
IN	1,591	74,955		-	-		-0,001	-0,16
OUT	0,001	0,028		-	-			
<b>IN - OUT</b>	1,590	74,926	<b>AB:</b>	1,590	75,09	<b>% Fehler:</b>	-0,04	-0,21

Tabelle 8.24: Bilanz FKS 1 r=16

FKS 2 r=16								
SOLL :	Sumpf		IST :	Destillat		$\Delta$ :	SOLL - IST	
	MeOH	EtOH		MeOH	EtOH		MeOH	EtOH
	g	g		g	g		g	g
IN	1,399	67,624		-	-		-0,001	2,50
OUT	0,001	0,022		-	-			
<b>IN - OUT</b>	1,398	67,602	<b>AB:</b>	1,399	65,10	<b>% Fehler:</b>	-0,08	3,70

Tabelle 8.25: Bilanz FKS 2 r=16

## FKS3 FKS4 FKS5 mit MeOH versetzt

FKS 3 r=18								
SOLL :	Sumpf		IST :	Destillat		$\Delta$ :	SOLL - IST	
	MeOH	EtOH		MeOH	EtOH		MeOH	EtOH
	g	g		g	g		g	g
IN	1,949	70,339		-	-		-0,006	0,82
OUT	0,007	0,027		-	-			
<b>IN - OUT</b>	1,942	70,312	<b>AB:</b>	1,948	69,49	<b>% Fehler:</b>	-0,29	1,17

Tabelle 8.26: Bilanz FKS 3 r=18

FKS 4 r=18								
SOLL :	Sumpf		IST :	Destillat		$\Delta$ :	SOLL - IST	
	MeOH	EtOH		MeOH	EtOH		MeOH	EtOH
	g	g		g	g		g	g
IN	2,383	67,056		-	-		-0,001	1,33
OUT	0,001	0,085		-	-			
<b>IN - OUT</b>	2,382	66,971	<b>AB:</b>	2,383	65,65	<b>% Fehler:</b>	-0,05	1,98

Tabelle 8.27: Bilanz FKS 4 r=18

FKS 5 r=20								
SOLL :	Sumpf		IST :	Destillat		$\Delta$ :	SOLL - IST	
	MeOH	EtOH		MeOH	EtOH		MeOH	EtOH
	g	g		g	g		g	g
IN	2,362	72,602		-	-		0,000	11,09
OUT	0,001	1,160		-	-			
<b>IN - OUT</b>	2,361	71,443	<b>AB:</b>	2,361	60,35	<b>% Fehler:</b>	0,00	15,53

Tabelle 8.28: Bilanz FKS 5 r=20

## Methanolabtrennung Referenzversuche mit Maische

MK 1 r= 10/20								
SOLL :	Sumpf		IST :	Destillat		$\Delta$ :	SOLL - IST	
	MeOH	EtOH		MeOH	EtOH		MeOH	EtOH
	g	g		g	g		g	g
IN	0,464	61,333		-	-		0,001	-1,86
OUT	0,000	1,857		-	-			
<b>IN - OUT</b>	0,464	59,477	<b>AB:</b>	0,463	61,33	<b>% Fehler:</b>	0,12	-3,12

Tabelle 8.29: Bilanz MK1 r=10/20

MK 2 r= 10/5								
SOLL :	Sumpf		IST :	Destillat		$\Delta$ :	SOLL - IST	
	MeOH	EtOH		MeOH	EtOH		MeOH	EtOH
	g	g		g	g		g	g
IN	0,785	113,457					0,130	-0,25
OUT	0,032	5,521						
<b>IN - OUT</b>	0,753	107,936	<b>AB:</b>	0,622	108,19	<b>% Fehler:</b>	17,32	-0,23

Tabelle 8.30: Bilanz MK 2 r=10/5

# Literatur

- Aspen Technology (2000). *Aspen Plus User Guide*. 18.4.2014. URL: <http://web.ist.utl.pt/ist11038/acad/Aspen/AspUserGuide10.pdf>.
- (2004). *HYSYS 2004.2 Operations Guide*. 18.05.2014. URL: <https://www.ualberta.ca/CMENG/che312/F06ChE416/HysysDocs/AspenHYSYSOperationsGuide.pdf>.
- Baltes, Werner und Reinhard Matissek (2011). *Alkoholische Lebens- und Genussmittel*. 7. Aufl. Springer.
- Bruchmann, Ernst-Erich (1993). »Chemische und biochemische Grundlagen der Brennereitechnologie«. In: *Technologie der Obstbrennerei*. Hrsg. von Hans Joachim Pieper, Ernst-Erich Bruchmann und Erich Kolb. 2. Aufl. Ulmer, S. 13–45.
- Christen, Daniel S. (2010). *Praxiswissen der chemische Verfahrenstechnik*. 2. Aufl. Springer.
- Cypionka, Heribert (2010). *Grundlagen der Mikrobiologie*. 4. Aufl. Springer.
- Elend, Christian u. a. (2009). »Grundlagen der biochemischen Umwandlung«. In: *Energie aus Biomasse*. Hrsg. von Martin Kaltschmitt, Hans Hartmann und Hermann Hofbauer. 2. Aufl. Springer, S. 769–791.
- Fleischhauer, Wiljo (2007). »Destillation«. In: *Taschenbuch der Verfahrenstechnik*. Hrsg. von Karl Schwister. Bd. 3. Auflage. Carl Hanser Verlag, S. 172–208.
- Franzke, Claus (1999). »Chemische und physikalische Eigenschaften von Alkoholen«. In: *Alkohol und Alkoholfolgekrankheiten*. Hrsg. von Manfred V. Singer und Stephan Teyssen. Springer, S. 53–58.
- Gmehling, Jürgen und Bärbel Kolbe (1992). *Thermodynamik*. 2. Aufl. Wiley-VCH.
- Jakubith, Manuel (1998). *Grundoperationen und chemische Reaktionstechnik: Eine Einführung in die Technische Chemie*. Wiley-VCH.
- Kolb, Erich (1993). »Mikrobiologische Grundlagen der Brennereitechnologie«. In: *Technologie der Obstbrennerei*. Hrsg. von Hans Joachim Pieper, Ernst-Erich Bruchmann und Erich Kolb. 2. Aufl. Ulmer, S. 46–77.
- Kortüm, Gustav und Buchholz-Meisenheimer Hertha (1952). *Die Theorie der Destillation und Extraktion von Flüssigkeiten*. Springer.

- Mersmann, Alfons, Matthias Kind und Johann Stichlmair (2005). *Thermische Verfahrenstechnik: Grundlagen und Methoden*. Springer.
- Pfennig, Andreas (2003). *Thermodynamik Der Gemische*. Engineering online library. Springer.
- Pieper, Hans Joachim (1993). »Betriebsführung«. In: *Technologie der Obstbrennerei*. Hrsg. von Hans Joachim Pieper, Ernst-Erich Bruchmann und Erich Kolb. 2. Aufl. Ulmer, S. 211–307.
- Pischl, Josef (2008). *Schnapsbrennen*. Leopold Stocker Verlag.
- Sattler, Klaus (2001). *Thermische Trennverfahren: Grundlagen, Auslegung, Apparate*. 3. Aufl. Wiley-VCH.
- Schmickl, Helge und Bettina Malle (2011). *Schnapsbrennen als Hobby*. Verlag die Werkstatt.
- Schönbucher, Axel (2002). *Thermische Verfahrenstechnik*. Springer.
- Senn, Thomas, Anton Friedl und Arne Gröngröft (2009). »Ethanolherzeugung und -nutzung«. In: *Energie aus Biomasse*. Hrsg. von Martin Kaltschmitt, Hans Hartmann und Hermann Hofbauer. 2. Aufl. Springer, S. 769–791.
- Stichlmair, Johann (2010). »Distillation, 1. Fundamentals«. In: *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. Wiley-VCH, S. 425–454.
- Vauck, Wilhelm R. A. und Hermann A. Müller (1992). *Grundoperationen chemischer Verfahrenstechnik*. 9. Aufl. Dt. Verl. f. Grundstoffindustrie.
- Wagner, Wolfgang (1975). *Chemische Thermodynamik*. Hrsg. von Kurt Schwabe. Springer.
- Wild, Aloysius und Volker Schmitt (2012). *Biochemische und physiologische Versuche mit Pflanzen*. Springer.
- Wollrab, Adalbert (2014). *Organische Chemie: Eine Einführung für Lehramts- und Nebenfachstudenten*. 4. Aufl. Springer.
- Worthoff, Rüdiger und Wolfgang Siemens (2012). *Grundbegriffe der Verfahrenstechnik*. 3. Aufl. Wiley-VCH.
- Young, Sydney und Walter Prahl (1932). *Theorie und Praxis der Destillation*. Springer.