

Skript zum Praktikum: Bachelor Water Science TVT

WS 2017/2018

(26.02.2018 – 30.03.2018)

Gesamtleitung:

Prof. Stephan Barcikowski

stephan.barcikowski@uni-due.de

Prof. Mathias Ulbricht

mathias.ulbricht@uni-due.de

Wissensch. Leitung:

Dr. Alexandra Wittmar

alexandra.wittmar@uni-due.de

Technische Leitung:

Inge Danielzik

inge.danielzik@uni-due.de

Florian de Kock

florian.dekock@uni-due.de

Sekretariat:

Roswitha Nordmann

roswitha.nordmann@uni-due.de

Inhalt

Praktikumsordnung.....	5
Versuche und Betreuer	7
1. Durchströmung und Aufwirbelung von Schüttgutschichten durch Wasser.....	8
Kurzzusammenfassung	9
Theorie.....	9
Versuchsaufbau	10
Versuchsdurchführung	11
Aufgabenstellung.....	12
Anhang.....	12
2. Wärmetauscher.....	13
Kurzzusammenfassung	14
Theorie.....	14
Versuchsaufbau	15
Versuchsdurchführung	16
Aufgabenstellung.....	16
Anhang.....	17
3. Extraktion (Mixer-Settler)	19
Kurzzusammenfassung	20
Theorie.....	20
Versuchsaufbau	21
Versuchsdurchführung	22
Aufgabenstellung.....	23
Anhang.....	24

4. Adsorption (Durchbruchverhalten an Aktivkohle)	26
Kurzzusammenfassung	27
Theorie	27
Versuchsaufbau	28
Versuchsdurchführung	29
Aufgabenstellung.....	30
Anhang.....	31
5. Rektifikation (Stoffbilanz) (Ethanol/Wasser)	33
Kurzzusammenfassung	34
Theorie	34
Versuchsaufbau	35
Versuchsdurchführung	36
Aufgabenstellung.....	38
Diskussion.....	40
Anhang.....	41
6. Absorption (Begaster Rührkessel)	43
Kurzzusammenfassung	44
Theorie	44
Versuchsaufbau	45
Versuchsdurchführung	46
Aufgabenstellung.....	47
Diskussion.....	48
Anhang.....	49
7. Advanced Photooxidation	52
Kurzzusammenfassung	53
Theorie	53
Versuchsaufbau	54
Versuchsdurchführung	55

Aufgabenstellung.....	56
Diskussion.....	56
Anhang.....	57
8. Destillation (Wärmebilanz)	58
Kurzzusammenfassung	59
Theorie.....	59
Versuchsaufbau	60
Versuchsdurchführung	61
Aufgabenstellung.....	63
Anhang.....	65

Praktikumsordnung

Spezielle Praktikumsordnung für das Praktikum „Thermische Verfahrenstechnik Wasser“ im B.Sc. Studiengang „Water Science“

1. Eingangsvoraussetzungen

Teilnahme an der Vorbesprechung zum Praktikum mit Sicherheitsunterweisung sowie Information über diese Praktikumsordnung (Unterschrift).

2. Zeitraum der Durchführung

Das Bachelor-Praktikum „Thermische Verfahrenstechnik Wasser“ wird nur im Wintersemester angeboten. Die Zeiten werden rechtzeitig durch Aushang bekannt gegeben.

3. Praktikumsinhalt und -durchführung

Das Praktikum umfasst Versuche aus den Gebieten Grundoperationen der Verfahrenstechnik, Thermische Trennverfahren und Technologien zur Wasserreinigung.

Das Praktikum besteht aus insgesamt **8 Versuchen**, die in der Regel in Zweiergruppen oder Dreiergruppen durchgeführt werden. Die theoretischen Grundlagen sowie die Planung der Versuchsdurchführung mit evtl. erforderlichen Vorausberechnungen werden in einem Versuchsvorgespräch (Antestat) diskutiert.

Die Anmeldung zum **Antestat** hat so frühzeitig zu geschehen, dass der Termin 1 Woche vor Versuchsbeginn liegt, um sicherzustellen, dass eine eventuell notwendige 1. Wiederholung vor dem Versuchstermin durchgeführt werden kann. Ein 2. Wiederholungsversuch besteht nicht.

Ein Versuch kann nur begonnen werden, wenn die Studierenden im Antestat gezeigt haben, dass sie die wesentlichen theoretischen Grundlagen zum Versuch wie auch seiner praktischen Durchführung beherrschen.

Vor der Versuchsdurchführung werden die Praktikanten vom Betreuer bzw. von der Betreuerin über **sicherheitsrelevante**, die Versuchsdurchführung betreffende Sachverhalte belehrt. Der Inhalt der Belehrung ist in einer am Versuch ausliegenden Liste zu dokumentieren und von Betreuern sowie Praktikanten per Unterschrift zu bestätigen.

Sollte ein Kandidat der Zweier- oder Dreiergruppe nicht die erforderlichen Leistungen im Vorgespräch erbringen, kann dieser getrennt von den anderen Teilnehmern von der Teilnahme am Versuch ausgeschlossen werden. Der betreffende Kandidat hat dann die Möglichkeit das Antestat einmal zu wiederholen. Ein 2. Wiederholungsversuch besteht nicht.

Sollte der 1. **Wiederholungsversuch** ebenfalls negativ ausfallen dann wird der Kandidat, der das Antestat bestanden hat, einer anderen Gruppe zugewiesen, so dass dieser nicht alleine den Versuch bzw. die Versuche durchführen muss.

Zum Ende jedes Versuchs werden, wenn für diesen Versuch in Papierform vorgesehen, die **Messprotokolle** sowie die grundlegenden Auswertungen von dem Assistenten abgezeichnet.

4. Versuchsbericht

Zu jedem Versuch ist von **jeder Gruppe** ein eigener Bericht anzufertigen, der folgende Gliederung umfasst:

1. Aufgabenstellung und Theorieteil
2. Versuchsaufbau und -durchführung
3. Auswertung mit nachvollziehbarer Darstellung des Lösungsweges
4. Diskussion der Ergebnisse, einschließlich Fehlerbetrachtung
5. Anhang (Messprotokolle, Chromatogramme etc.)

Die Berichte sind innerhalb von **einer** Woche (am 5. Werktag*) nach Beendigung des jeweiligen Versuchs beim Assistenten abzugeben (Dokumentation der Abgabe). Die Protokolle müssen vom Praktikanten in **Papierform** als vollständiger Ausdruck inklusive Anhang eingereicht werden. Die Papierform muss dabei in sich verständlich sein (Formatierung und Benennung von Ausdrucken beachten!). Zusätzlich kann der Assistent, abhängig vom Versuch, auf einer Abgabe in elektronischer Form bestehen.

Die Durchsicht des Berichtes **erfolgt innerhalb der folgenden** Woche (bis zum 5. Werktag* nach Protokollabgabe). Die Assistenten werden den Bericht als „erfolgreich bestanden“ oder „nicht bestanden“ bezeichnen. Für die „nicht bestanden“ Protokolle wird Gelegenheit zur **einmaligen Korrektur** gegeben, die jeweils **innerhalb einer Woche** (am 5. Werktag* nach fristgerechter 1. Korrektur) **abzugeben und vom Assistenten durchzusehen ist**.

Der Studierende ist dafür verantwortlich, dass er spätestens **nach Ablauf der 2. Woche** (am 10. Werktag* nach dem Versuchstag) den Bericht für eine evtl. Korrektur beim Praktikumsleiter oder beim entsprechende Assistent/-in **abholt**.

Der Bericht muss **spätestens 4 Wochen nach dem Versuch abgezeichnet** sein.

Werden die Fristen nicht eingehalten oder entspricht der Bericht nicht den Anforderungen für „erfolgreich bestanden“, **wird der Versuch nicht anerkannt**.

5. Nacharbeitung und Wiederholung

Für **maximal einen Versuch** wird die **Möglichkeit der Nacharbeitung bzw. Wiederholung** innerhalb der ersten zwei Wochen zu Beginn der vorlesungsfreien Zeit nach dem Sommersemester **gegeben**. Ein nicht bestandenenes Praktikum kann einmal wiederholt werden.

6. Praktikumsschein

Der Praktikumsschein wird nach erfolgreicher Durchführung der Versuche (alle Versuche als „erfolgreich bestanden“ bewertet) von Prof. Ulbricht oder Prof. Barcikowski erstellt.

Essen, Februar 2018

Die Hochschullehrer der Lehrstühle für Technische Chemie

* Als Werktage gelten hier in der Regel Montag-Freitag. Ausgenommen sind gesetzliche Feiertage.

Versuche und Betreuer

Vers. Nr.	Ort	Versuchsbezeichnung	Betreuer	E-Mail
1	S07S01D10	Schüttgutschicht	Simon Siebeneicher/ Florian de Kock	simon.siebeneicher@uni-due.de florian.dekock@uni-due.de
2	S07S01D10	Wärmetauscher	Derek Koch	dereck.koch@uni-due.de
3	S05R00L50	Extraktion (Mixer-Settler)	René Streubel	rene.streubel@uni-due.de
4	S07S01D10	Adsorption (Durchbruchverhalten an Aktivkohle)	Andreas Schielke	andreas.schielke@uni-due.de
5	S07S01D04	Rektifikation (Stoffbilanz) [Ethanol/Wasser]	Sarah Stephan / Florian de Kock	sarah.stephan@uni-due.de florian.dekock@uni-due.de
6	S05R00L50	Absorption (Begaster Rührkessel)	Sanae Gassa	sanae.gassa@uni-due.de
7	S07S01D04	Advanced Photooxidation	Jens Schumacher	jens.schumacher@uni-due.de
8	S07S01D04	Destillation (Wärmebilanz)	Vanessa Schnecke	vanessa.schnecke@uni-due.de

1. Durchströmung und Aufwirbelung von Schüttgutschichten durch Wasser

Wissenschaftlicher Betreuer: Simon Siebeneicher,

Telefon: 0203/379-8123; Raum: 1.19 (NETZ)

Email: simon.siebeneicher@uni-due.de

Technischer Betreuer: Florian de Kock

florian.dekock@uni-due.de

S07S06D31 (Lab-Büro) / Tel. 0201/183-6174

S07S06C24 (Sozialraum) / Tel. 0201/183-6169

S05R00L50 (Chem.Halle) / Tel. 0201/183-4362

Standort: S07 S01 D10



Kurzzusammenfassung

Unter Zuhilfenahme des Prinzips der kommunizierenden Röhren soll in diesem Versuch der Zusammenhang zwischen den Strömungszuständen und dem daraus resultierenden Druckabfall in einer Schüttgutschicht veranschaulicht werden. Es werden des Weiteren charakteristische Eigenschaften einer Schüttgutschicht und eines Wirbelschichtreaktors beobachtet, berechnet und daraufhin bewertet.

Theorie

Themenkreis Grundoperationen:

Vorbereitungen zum Antestat:

Versuchsziel, Versuchsaufbau, Versuchsdurchführung, Versuchsauswertung, in der Auswertung vorkommenden Auftragungen mit theoretischen und reellen Verläufen, zur Auswertung benötigte und verwandte Formeln, Schüttgut, Eigenschaften von Schüttgütern (Formfaktor, Widerstandsbeiwert, etc.), Fachbegriffe, Wirbelschichtreaktoren, Wirbelschichtarten/-prozesse, Strömungsmessung, Strömungsarten sowie -eigenschaften, Statik der Fluide (kommunizierende Röhren), Anwendungen und Beispiele für Wirbelschichtreaktoren, Vor- und Nachteile von Wirbelschichtreaktoren.

Empfohlene Literatur:

- 1) F. Patat, K. Kirchner; Praktikum der Technischen Chemie; 3. Auflage, de Gruyter, Berlin, 1975
- 2) E. Fitzer, F. Fritz, G. Emig; Technische Chemie: Einführung in die Chemische Reaktionstechnik; 4. Auflage, Springer Verlag, Berlin, 1995
- 3) M. Baerns, A. Behr, A. Brehm, J. Gmehling, H. Hofmann, U. Onken, A. Renken; Technische Chemie; Wiley-VCH, Weinheim, 2006
- 4) Skript zur Vorlesung Technische Chemie II: Grundlagen der thermischen Verfahrenstechnik
- 5) W. Vauck, H. Müller; Grundoperationen chemischer Verfahrenstechnik; 11. Auflage, Wiley-VCH, Stuttgart, 2000

Versuchsaufbau

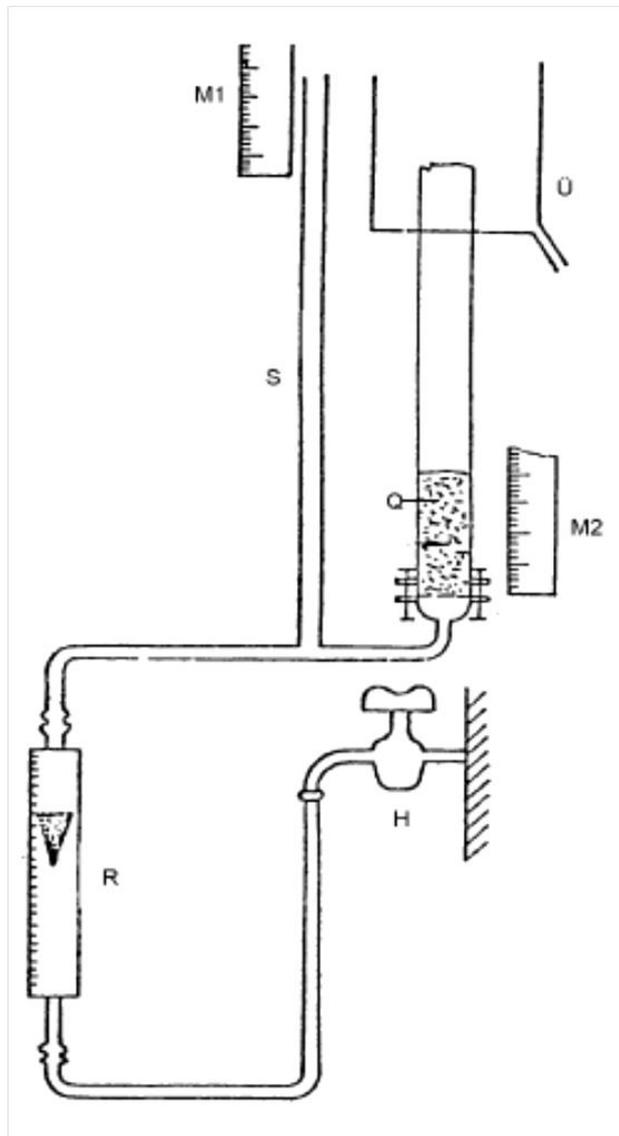


Abbildung 1: Versuchsaufbau "Durchströmung und Aufwirbelung von Schüttgutschichten durch Wasser"

H = Wasserhahn

R = Schwebekörper-Rotameter

S = Steigrohr

Q = Quarzsand

M1, M2 = Maßstäbe

Ü = Überlaufgefäß

Versuchsdurchführung

1) Bestimmung der Porosität

Zunächst wird die Porosität ϵ des verwendeten Quarzsandes bestimmt. Dazu wird ein ausreichend großes Volumen Sand (ca. 10-15 mL) in einem Messzylinder mit Wasser aufgefüllt, sodass alle Hohlräume gefüllt sind und keine Luft mehr in der Schicht eingeschlossen ist. Eventuell überschüssiges Wasser wird abdekantiert. Zu bestimmen sind die Massen der einzelnen Komponenten (Messzylinder leer, Messzylinder gefüllt mit Sand, Messzylinder gefüllt mit Sand und Wasser) und das Volumen der verwendeten Sandschicht.

2) Blindmessung

Der Wasserzulauf wird vorsichtig bei geschlossenem Zulaufventil der Apparatur geöffnet. Daraufhin wird sich davon überzeugt, dass die gesamte Apparatur frei von Luftblasen ist. Gegebenenfalls wird die Luft aus der Anlage entfernt. Der Meniskus der Wassersäule im Steigrohr wird auf der Nulllinie der Messskala durch verschieben dieser positioniert. Die Blindmessung beginnt bei dem kleinsten einzustellenden Volumenstrom (3 L/h), welcher dann in Schrittwerten von 2 L/h erhöht wird. Für jeden Volumenstrom ist die Höhe der Wassersäule im Steigrohr zu messen. Die Messung ist bei einem Volumenstrom von 41 L/h beendet.

3) Hauptmessung

Eine definierte Masse an Schüttgut wird nun in die Apparatur eingefüllt, wobei die Schütthöhe ca. 8-10 cm betragen sollte. Nach einer homogenen Durchmischung des Schüttguts durch öffnen des Zulaufventils wird dieses schnell geschlossen, wodurch das Schüttgut sich gleichmäßig auf dem Anströmboden absetzen kann. Nach 20 Minuten Wartezeit kann mit der Messung begonnen werden. Bis zum Erreichen des Lockerungspunktes werden Volumenstrom-Schrittwerten von 0,5 L/h verwendet. Nach dem Lockerungspunkt können Schrittwerten von 1 L/h gewählt werden (bei Unsicherheiten Schrittwerten von 0,5 L/h länger beibehalten). Für jeden Volumenstrom sind die Höhen der Wassersäule im Steigrohr sowie die Höhe der Schüttgutschicht zu bestimmen. Die Messung ist beendet, wenn die Schüttgutschicht nicht mehr klar definiert werden kann.

Nach Beendigung des Versuches ist der Sand aus der Apparatur zu entfernen und diese mit Wasser zu reinigen. Der Sand wird zur Wiederverwendung getrocknet.

Aufgabenstellung

- 1) Zunächst wird die Porosität (relatives Zwischenkornvolumen), sowie die Dichte des Sandes aus den aufgenommenen Werten berechnet.
- 2) In einem Diagramm wird der Druckabfall Δp über die Schicht gegen die Lineargeschwindigkeit w doppelt logarithmisch aufgetragen. Der Druckverlust des leeren Rohres wird jeweils verrechnet. Dem Diagramm werden die Exponenten von w im Festbett und im Fließbett entnommen und auf die vorliegenden Strömungsverhältnisse geschlossen. Des Weiteren wird der Lockerungspunkt der Schüttgutschicht berechnet.
- 3) Berechnen Sie den Widerstandsbeiwert $C_{w,h}$ der Schüttgutschicht und tragen Sie diesen als Funktion der Reynoldszahl im Bereich der ruhenden Schicht ebenfalls doppelt logarithmisch auf. Aus dieser Auftragung wird sowohl die Steigung der Geraden, als auch der Formfaktor bestimmt.
- 4) Überprüfen Sie Ihre Messergebnisse durch berechnen des theoretischen Druckverlustes am Wirbelpunkt und der theoretischen Auflockerungsgeschwindigkeit.
- 5) Stellen Sie den Zusammenhang zwischen Lineargeschwindigkeit und Porosität graphisch dar.
- 6) Diskutieren Sie Ihre Ergebnisse.

Anhang

Vorgegebene Werte: Dicke des Rohres: $d=28$ mm

2. Wärmetauscher

Wissenschaftlicher Betreuer: Dereck Koch

Email: dereck.koch@uni-due.de

Telefon: 0201/183-6168; Raum: S07 S01 D36

Technischer Betreuer: Dereck Koch

(Standort des Versuches: S07 S01 D10)



Kurzzusammenfassung

Das Ziel des Versuches „Wärmedurchgang an einer Rohrschlange“ ist es den Wärmeübergangskoeffizienten auf beiden Seiten einer Rohrschlange in einem Thermostaten experimentell zu bestimmen. Hierfür wird Wärme eines fluiden Mediums durch die Wand einer Rohrschlange auf ein anderes fluides Medium übertragen. Die Rohrschlange, welche im durchgeführten Versuch verwendet wird, dient dabei als Wärmetauscher. Aus der gemessenen Wärmebilanz für das rohrdurchströmende Wasser, einer Berechnung des Wärmeübergangskoeffizienten auf der Rohrinenseite und der Größe der Übertragungsfläche sowie der Temperaturdifferenz als Triebkraft, soll der Wärmedurchgangskoeffizient berechnet werden, wodurch der Wärmeübergangskoeffizient auf der Thermostateite ermittelt werden kann.

Theorie

Vorbereitungen zum Antestat:

Versuchsaufbau und Durchführung; Strömungszustand der Flüssigkeit (Strömungsarten); Wärmetransporte; Wärmedurchgang durch eine Wand; Dimensionslose Kennzahlen; Stoffführung in Wärmeaustauschapparaturen; Typen von Wärmeaustauschern.

Empfohlene Literatur:

- 1) Skript zum Grundpraktikum Technische Chemie für B. Sc. Chemie, Universität Duisburg-Essen
- 2) G. Emig, E. Klemm: *Technische Chemie – Einführung in die chemische Reaktionstechnik*, Springer - Lehrbuch (ursprüngl. erschienen unter E. Fitzer, W. Fritz), **2005**
- 3) P. Grassmann, F. Widmer: *Einführung in die Thermische Verfahrenstechnik* 3. Auflage, Walter de Gruyter, Berlin **1997**
- 4) Patat, Kirchner: *Praktikum der technischen Chemie*, WILEY-VCH, 5. Auflage, **2013**
- 5) Baehr, H.D.; Stephan, K.: *Wärme- und Stoffübertragung*, Springer; Auflage: 7, **2010**
- 6) M. Baerns, A. Behr, A. Brehm, J. Gmehling, H.Hofmann, U. Onken, A. Renken: *Technische Chemie*, 1. Auflage, Wiley-VCH, **2006**
- 7) VDI-Wärmeatlas, 2013, Editors VDI e.V. ISBN: 978-3-642-19980-6 (Print) 978-3-642-19981-3 (Online), Seiten: 785 – 792. Version online verfügbar über Springerlink für Uni. DUE Zugehörigen

Versuchsaufbau

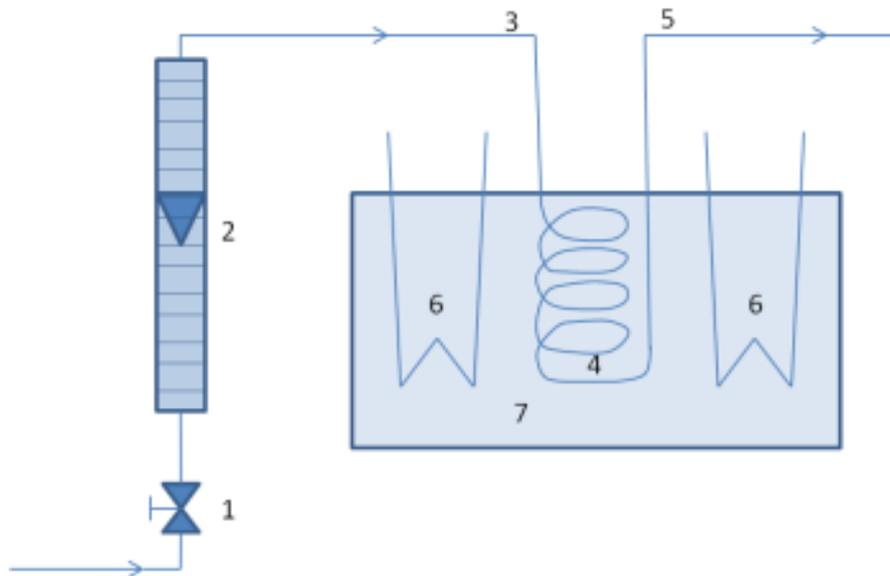


Abbildung 2: schematischer Aufbau des Wärmetauschers

- 1 Regelventil
- 2 Durchflussmesser
- 3 Einlaufstrecke mit Temperatursensor
- 4 Rohrschlange mit Temperatursensor in der Wand
- 5 Auslaufstrecke mit Temperatursensor
- 6 Thermostat mit Pumpe
- 7 Wasserbad mit Temperatursensor

Das Wasser aus dem Leitungsnetz wird durch einen Durchflussmesser (2) mit vorgeschaltetem Regelventil (1) geführt, von dort aus über eine Zuleitung in eine Einlaufstrecke (3), zur Ausbildung der Strömungsform, geleitet. Aus der Einlaufstrecke wird das Wasser übergangslos in eine Rohrschlange (4), die sich in einem Wasserbad (7) mit vorher einzustellender konstanter Temperatur befindet, geführt. Die Temperatur im Wasserbad wird dabei mittels der Thermostaten (6) eingestellt und durch die Pumpen für eine gleichmäßige Temperaturverteilung gesorgt. Am Anfang und Ende der Rohrschlange befinden sich die Temperatursensoren zur Messung der Ein- und Austrittstemperatur des Wassers. Nach Messung der Austrittstemperatur wird das Wasser über einen Schlauch in den Abfluss geleitet.

Versuchsdurchführung

Mit Hilfe der Thermostate wird das Wasserbad auf die gewünschte Badtemperatur (zwischen 25 und 72°C) reguliert. Mittels des Regelventils wird die Durchflussmenge im Bereich zwischen 15 und 100 L/h eingestellt. Die jeweiligen Badtemperaturen und Volumenströme für den Versuch werden am Versuchstag erhalten. Die Durchflussmenge ist von Zeit zu Zeit etwas nach zu regeln, da der Durchflussmesser auf Druckschwankungen im Leitungsnetz reagiert.

Ist die Apparatur in Betrieb genommen, also Durchflussmenge und Temperatur eingestellt, muss abgewartet werden, bis sich in der Versuchsapparatur der stationäre Zustand eingestellt hat.

Anschließend sind folgende Messwerte aufzunehmen:

1. Durchflussmenge
2. Wasserein- und Wasseraustrittstemperatur
3. Badtemperatur
4. Rohrwandtemperatur

Aufgabenstellung

Aus der Wärmebilanz für die übertragene Wärmemenge und der Berechnung des Wärmeübergangskoeffizienten in einem durchströmten Rohr ist der Wärmeübergangskoeffizient für den Wärmeübergang an einer Rohrschlange zu bestimmen. Für die Berechnung des Wärmeübergangskoeffizienten in einer Rohrschlange sind entsprechende Berechnungssätze aus dem VDI-Wärmeatlas (siehe Literaturliste) zu entnehmen: (Es ist zwischen laminarer und turbulenter Strömung zu unterscheiden.)

- 1) Bestimmen Sie aus der Wärmebilanz den Wärmedurchgangskoeffizienten (k-Wert).
- 2) Berechnen Sie mit Hilfe der aufgenommenen Messwerte den Wärmeübergangskoeffizienten für den Wärmeübergang im Innenrohr. Berücksichtigen Sie ggf. die Temperaturabhängigkeit der benötigten Stoffdaten.
- 3) Ermitteln Sie aus k-Wert und α_i -Wert den Wärmeübergangskoeffizienten für den Wärmeübergang an die Rohrschlange. Das Rohr ist dünnwandig!
- 4) Auftragung von den Wärmenübergangskoeffizienten und Wärmedurchgangs-koeffizient bei unterschiedlichen Volumenströmen und Badtemperaturen

Anhang

Erforderliche Berechnungsdaten:

Länge der Rohrschlange $L = 1500 \text{ mm}$

Durchmesser der Rohrschlange $D = 80 \text{ mm}$

Innendurchmesser des Rohres $d_i = 3 \text{ mm}$

Wandstärke des Rohres $s = 0,5 \text{ mm}$

Wärmeleitfähigkeit Kupfer $\lambda_{\text{Cu}} = 393 \frac{\text{W}}{\text{m}^2 \cdot \text{K}}$

Messprotokoll zum Versuch Wärmedurchgang

Assistent: Dereck Koch

(Gruppe: /Datum:)

	\dot{v}	T_{Bad}	T_{Ein}	T_{Aus}	T_{Wand}
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					
10					
11					
12					
13					
14					
15					
16					

3. Extraktion (Mixer-Settler)

Wissenschaftlicher Betreuer: Rene Streubel,

Email: rene.streubel@uni-due.de

Tel. 0201/183-3141; Raum: S07 S06 C27

Technischer Betreuer: Florian de Kock

florian.dekock@uni-due.de

S07S06D31 (Lab-Büro) / Tel. 0201/183-6174

S07S06C24 (Sozialraum) / Tel. 0201/183-6169

S05R00L50 (Chem.Halle) / Tel. 0201/183-4362

Standort: Chem. Halle



Kurzzusammenfassung

In diesem Versuch sollen die physikochemischen Grundlagen zum Verständnis von Extraktions- und Phasengleichgewichtseinstellungen erarbeitet werden. Durch geschickte Bilanzierung von Massenströmen, soll in diesem Zusammenhang eine hinreichend genaue Modellierung des Extraktionsprozesses erfolgen. Als Modellsystem wird hierbei eine wässrige Benzoesäurelösung gewählt, die mittels Cyclohexan extrahiert werden kann. Auf dieser Grundlage wird im ersten Teil des Versuches das Phasengleichgewicht des Modellsystems bei verschiedenen wässrigen Benzoesäurekonzentrationen bestimmt, um im zweiten Teil die Effektivität der Trennstufen innerhalb der Extraktionsanlage zu untersuchen. Die Menge an Benzoesäure wird dabei in allen Versuchen durch Titration mittels einer 0,1 mol/L NaOH Lösung ermittelt.

Theorie

Vorbereitungen zum Antestat:

- Was versteht man unter Extraktion (Wie und Warum Stofftransport, welches idealisierte Gesetz beschreibt den Stofftransport?)
- Anforderungen an das Extraktionsmittel?
- Wann wendet man die Extraktion an?
- Arten von Extraktion in Hinblick auf den Aggregatzustand von Lösungsmittel und Extraktionsmittel?
- Anwendungsbeispiele für Extraktion in Industrie und Alltag?
- Betriebsarten einer Extraktionsapparatur in Hinblick auf die Stromrichtung?
- Schematische Verschaltung der Apparate (Mixer, Settler, Pumpe) in einer mehrstufigen Mixer Settler Apparatur im Gegenstrom?
- Bezeichnung der einzelnen Stoffströme?
- Bilanzierung der Extraktion (Massenbilanz aufstellen, Beladungen einführen, Arbeitsgerade ermitteln)?
- Bedingungen um McCabe Thiele anwenden zu können / Vorgehen beim McCabe Thiele Verfahren?
- Dreiecksdiagramm (Ablese, Konode, Binodalkurve, Kritischer Punkt, Hebelgesetz)?
- Was ist das Ziel der Untersuchung - Was möchte man ermitteln?
- Was wird gemessen und wie wird der Versuch prinzipiell ausgewertet?

Bezug zur Vorlesung: Zuordnung TCII (Grundoperationen/Thermische Trennverfahren)

Empfohlene Literatur:

- 1) W. R. A. Vauck, H. A. Müller, Grundoperationen Chemischer Verfahrenstechnik, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Stuttgart
- 2) A. Behr, D. W. Agar, J. Jörissen, Einführung in die technische Chemie, Spektrum Akademischer Verlag
- 3) M. Baerns, A. Behr, A. Brehm, J. Gmehling, H. Hofmann, U. Onken, A. Renken Technische Chemie, Wiley-VCH, Weinheim
- 4) P. Grassmann, F. Widmer, Einführung in die thermische Verfahrenstechnik, De Gruyter

Versuchsaufbau

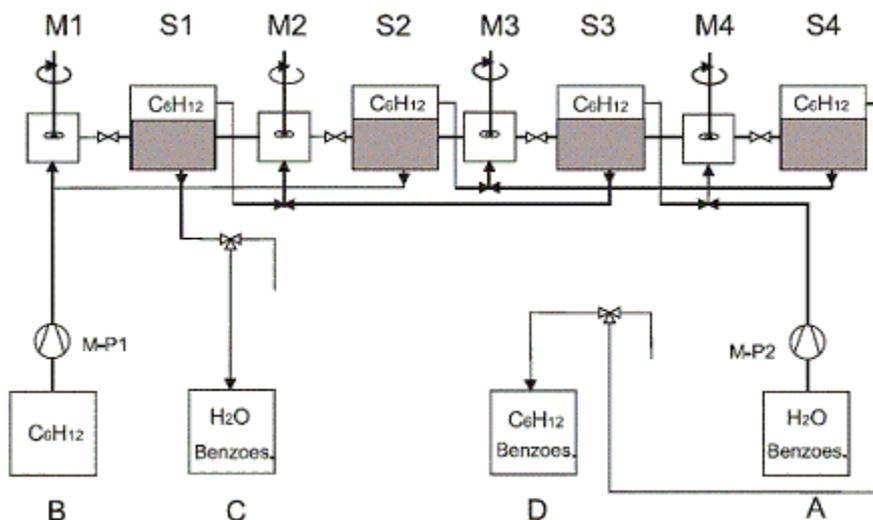


Abbildung 2: Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus

Erklärung zu dem Fließschema:

- M1-M4: Mixer Apparatur 1-4
- S1-S4: Settler Apparatur 1-4
- A: Benzoessäure/Wasser Zulauf
- B: Cyclohexan Zulauf
- C: abgereicheres Wasser Ablauf
- D: angereichertes Cyclohexan Ablauf
- M-P1: Membranpumpe (Cyclohexan)
- M-P2: Membranpumpe (Benzoessäure/Wasser)

Versuchsdurchführung

Im ersten Schritt soll die Konzentration der gesättigten wässrigen Benzoesäure bestimmt werden. Es werden von der bereits angesetzten, gesättigten Benzoesäure/Wasser-Lösung 1,5 L entnommen und filtriert. 500ml werden vorrätig gehalten der Rest in die Benzoesäurevorlage der Anlage (Behälter A siehe Abbildung 2) filtriert.

Dann kann die Konzentration der gesättigten wässrigen Benzoesäurelösung durch eine dreifach Titration von 10ml Lösung mit 0,1 mol/L NaOH bestimmt werden. Der NaOH Verbrauch an der Bürette sollte innerhalb der drei Wiederholungsmessungen nur um maximal 0,2ml um den Mittelwert streuen. Hierbei kommt es auf Übung an. Dies ist wichtig, um später ein sauberes Konzentrations-Zeitprofil zu erhalten, da dabei nur eine Einfach-Titration an jedem Settler (zum Probenahmezeitpunkt) möglich ist. Die NaOH und Phenolphthalein werden dabei zur Verfügung gestellt. Um effektiv zu arbeiten, ist vor der Titration der ungefähre Bedarf (Volumen) an 0,1 mol/L NaOH zu berechnen, um 10ml Benzoesäure zu neutralisieren. Die notwendigen Konstanten können dem Anhang entnommen werden.

Im zweiten Schritt wird eine Verdünnungsreihe der Benzoesäure angesetzt. Folgende Verdünnungsstufen sind herzustellen:

Volumen (Benzoesäure)	Volumen (Wasser)	Gesamtvolumen
10 ml	40 ml	50ml
20 ml	30 ml	50ml
30 ml	20 ml	50ml
40 ml	10 ml	50ml
50 ml	0 ml	50ml

Die Verdünnungsstufen werden nacheinander im Scheidetrichter mit jeweils 50ml Cyclohexan ausgeschüttelt und die wässrige Phase abgenommen. Dann wird die Konzentration an Benzoesäure, von jeweils 3x10ml der abgereicherten wässrigen Phase (aus dem Scheidetrichter), titrimetrisch bestimmt. Auch hier sollten die Ergebnisse nur um maximal 0,2ml um den Mittelwert streuen.

Parallel zum zweiten Schritt wird zusammen mit dem Betreuer die Extraktionsapparatur in Betrieb genommen. Hierbei werden alle Ventile, welche die Mixer mit den Settlern der nächsten Stufe verbinden sowie die Entlüftungen der Settler geöffnet und die Rührmotoren eingeschaltet.

Aus den Settlern 1-4 werden jeweils 10ml wässrige Phase entnommen. Diese „Nullprobe“ spiegelt den Ausgangszustand der Apparatur wieder.

Danach können die Pumpen auf einen Volumenstrom eingestellt werden, welcher vom Betreuer angegeben wird. Die Pumpen und eine Stopuhr werden gleichzeitig gestartet. Aus den Settlern 1-4 werden über 90 Minuten alle 15 Minuten je 10ml wässrige Phase entnommen und titriert.

Aufgabenstellung

- 1) Berechnung der Beladungen an Benzoesäure in Cyclohexan- und Wasserphase der ausgeschüttelten Verdünnungsreihe
- 2) Aufstellung und Diskussion der Phasengleichgewichtskurve von Benzoesäure am Phasenübergang zwischen Wasser und Cyclohexan (Hinweist zur Diskussion: aus dem Kurvenverlauf schließen in welcher Phase sich die Benzoesäure besser löst und wie sich demnach qualitativ (also keine Berechnungen) die Aktivitätskoeffizienten der Benzoesäure in den beiden Phasen verteilen)
- 3) Darstellung und Vergleich des Konzentrations-Zeit-Profiles der 4 Settler in einem c-t-Diagramm (Hinweist: Bitte alle 4 Profile in einem Diagramm darstellen)
- 4) Aufstellung einer Massenbilanz der Extraktionsanlage sowie Herleitung und Aufstellung der Arbeitsgeraden mit Beladungen (Hinweist: Analog zur Herleitung der Verstärkergeraden im Rektifikationsprozess – statt Molenbrüchen werden Beladungen verwendet!)
- 5) Darstellen von Phasengleichgewichtskurve und Arbeitsgerade
→ Durchführung es McCabe Thiele Stufenzugverfahren zur Bestimmung der Zahl an theoretischen Trennstufen
 - a. grafisch
 - b. rechnerisch – bitte Zwischenschritte angeben
- 6) Berechnung des Bodenwirkungsgrades und kurze Diskussion zur Bedeutung des Ergebnisses (Hinweist: wird auch als mittleres Austauschverhältnis bezeichnet)

Anhang

Messprotokoll zum Versuch Extraktion

Assistent: Rene Streubel (S07 S06 C27, -3141)

(Gruppe: /Datum:)

Titration der konzentrierten Benzoesäure				
Verbrauch 0,1M NaOH	an	$V_1 = \text{_____ ml}$	$V_2 = \text{_____ ml}$	$V_3 = \text{_____ ml}$

Verdünnungsreihe – mit 50ml Cyclohexan ausgeschüttelt				
10 40	Verbrauch an 0,1M NaOH	$V_1 = \text{_____ ml}$	$V_2 = \text{_____ ml}$	$V_3 = \text{_____ ml}$
20 30	Verbrauch an 0,1M NaOH	$V_1 = \text{_____ ml}$	$V_2 = \text{_____ ml}$	$V_3 = \text{_____ ml}$
30 20	Verbrauch an 0,1M NaOH	$V_1 = \text{_____ ml}$	$V_2 = \text{_____ ml}$	$V_3 = \text{_____ ml}$
40 10	Verbrauch an 0,1M NaOH	$V_1 = \text{_____ ml}$	$V_2 = \text{_____ ml}$	$V_3 = \text{_____ ml}$
50 00	Verbrauch an 0,1M NaOH	$V_1 = \text{_____ ml}$	$V_2 = \text{_____ ml}$	$V_3 = \text{_____ ml}$

Pumpeneinstellungen		
eingestellter Volumenstrom	$\dot{V}_{P1} = \text{_____} \frac{l}{h}$	$\dot{V}_{P2} = \text{_____} \frac{l}{h}$

Konzentrations-Zeit-Profil					
		Settler 1	Settler 2	Settler 3	Settler 4
T0	Verbrauch an 0,1M NaOH	$V_1 = \text{_____ ml}$	$V_2 = \text{_____ ml}$	$V_3 = \text{_____ ml}$	$V_4 = \text{_____ ml}$
T15	Verbrauch an 0,1M NaOH	$V_1 = \text{_____ ml}$	$V_2 = \text{_____ ml}$	$V_3 = \text{_____ ml}$	$V_4 = \text{_____ ml}$
T30	Verbrauch an 0,1M NaOH	$V_1 = \text{_____ ml}$	$V_2 = \text{_____ ml}$	$V_3 = \text{_____ ml}$	$V_4 = \text{_____ ml}$
T45	Verbrauch an 0,1M NaOH	$V_1 = \text{_____ ml}$	$V_2 = \text{_____ ml}$	$V_3 = \text{_____ ml}$	$V_4 = \text{_____ ml}$
T60	Verbrauch an 0,1M NaOH	$V_1 = \text{_____ ml}$	$V_2 = \text{_____ ml}$	$V_3 = \text{_____ ml}$	$V_4 = \text{_____ ml}$
T75	Verbrauch an 0,1M NaOH	$V_1 = \text{_____ ml}$	$V_2 = \text{_____ ml}$	$V_3 = \text{_____ ml}$	$V_4 = \text{_____ ml}$
T90	Verbrauch an 0,1M NaOH	$V_1 = \text{_____ ml}$	$V_2 = \text{_____ ml}$	$V_3 = \text{_____ ml}$	$V_4 = \text{_____ ml}$

Angegebene Daten:

$M_{\text{Benzoessäure}}$	$122 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$
M_{NaOH}	$40 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$
$M_{\text{Benzoessäure}}$	$122 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$
$L_{\text{Benzoessäure} \text{Wasser}}(25^\circ\text{C})$ (Löslichkeit)	$\approx 2,9 \frac{\text{g}}{\text{L}}$
$pK_s(\text{Benzoessäure})$	4,2
berechnetes Volumen an $0,1 \frac{\text{mol}}{\text{l}}$ NaOH zur Neutralisierung von 10ml gesättigter Benzoessäure	$V_{\text{NaOH}} = \text{_____ ml}$

4. Adsorption (Durchbruchverhalten an Aktivkohle)

Wissenschaftlicher Betreuer: Andreas Schielke

Email: andreas.schielke@uni-due.de

Tel. 0201/183-2711; Raum: S07 S01 D20

Technischer Betreuer: Florian de Kock

florian.dekock@uni-due.de

S07S06D31 (Lab-Büro) / Tel. 0201/183-6174

S07S06C24 (Sozialraum) / Tel. 0201/183-6169

S05R00L50 (Chem.Halle) / Tel. 0201/183-4362

Standort: Grundpraktikum (S07 S01 D10)



Kurzzusammenfassung

In dem Versuch *Adsorption an Aktivkohle* soll die Trennoperation der Adsorption untersucht werden. Hierbei soll insbesondere auf die Adsorbierbarkeit des Adsorbens nach selektiver Trennung eines Cyclohexandampf-Argon-Gemisches eingegangen werden. Die Adsorption wird mit einem Wärmeleitfähigkeitsdetektor gemessen, außerdem erfolgt eine gravimetrische Analyse der Aktivkohle. Aus den erhaltenen Daten sollen verschiedene Beladungen der Aktivkohle, sowie eine Adsorptionsisotherme ermittelt werden. Auch die Zusammensetzung des Volumenstroms soll bestimmt werden. Schließlich soll anhand der Untersuchung des Adsorptionsprozesses die Effektivität und Wirtschaftlichkeit der Aktivkohle bewertet und die Adsorption als Trennverfahren in den Vergleich zu anderen Trennverfahren gesetzt und eingestuft werden.

Theorie

Vorbereitungen zum Antestat:

- Adsorption
 - o Grundbegriffe, Mechanismen, Anwendung (in der Industrie)
 - o Unterschied Beladung und Bedeckungsgrad
- Adsorptionsisothermen
 - o Annahmen, Unterschiede, Formeln, Graphen
- Adsorbentien
 - o Eigenschaften von einem guten Adsorptionsmittel, Arten und Unterschiede, Anwendung
 - o Aktivkohle: besondere Eigenschaften, Vor- und Nachteile, Anwendung
- Adsorberbauarten
 - o Beschreibung verschiedener Adsorber (Festbett-, Rotor-, Radial-adsorber), Unterschiede und Anwendung
 - o Diskontinuierliche/kontinuierliche Fahrweise
- Wärmeleitfähigkeitsdetektor (WLD)
 - o Aufbau, Funktionsweise, Vor- und Nachteile
 - o Wheatstone'sche Brückenschaltung
- Auswertung
 - o Benötigte Formeln und Vorgehensweise
 - o Zu ermittelnde Größen
 - o Clausius-Clapeyron-Gleichung (Herleitung und Umformung in die für die Auswertung notwendige Form)
 - o Flächenberechnung, Molenbrüche

Der Praktikumsversuch „Adsorption an Aktivkohle“ bezieht sich auf die Vorlesung TCII/III und gehört zu dem Themengebiet der Grundoperationen.

Empfohlene Literatur:

- 1) M. Baerns, A. Behr, A. Brehm, J. Gmehling, H. Hofmann, U. Onken, A. Renken, Technische Chemie, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim
- 2) K. Sattler, Thermische Trennverfahren, WILEY-VCH Verlag GmbH, Weinheim
- 3) A. Schönbacher, Thermische Verfahrenstechnik, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg
- 4) P. W. Atkins, J. de Paula, Physikalische Chemie, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim
- 5) G. Wedler, Lehrbuch der Physikalischen Chemie, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim
- 5) W. R. A. Vauck, H. A. Müller, Grundoperationen Chemischer Verfahrenstechnik, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Stuttgart

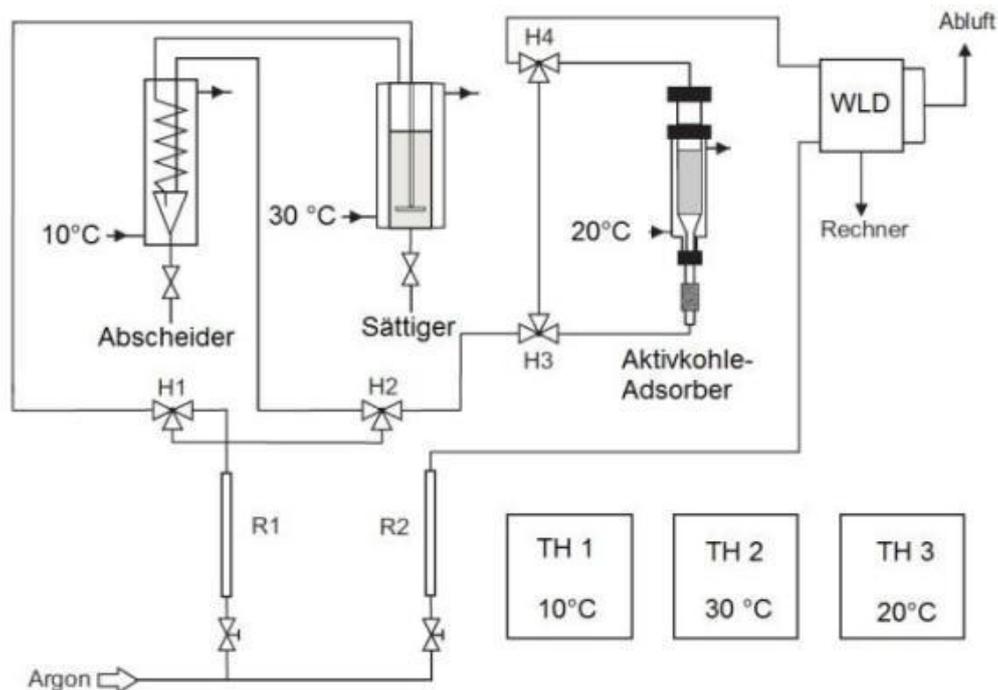
Versuchsaufbau

Abbildung 3: Fließschema der Adsorptionsanlage

Erklärung zu dem Fließschema:

- H1, H2, H3, H4: 3-Wege-Hähne zum Zu- und Wegschalten des Sättigers und des Adsorbers
- R1, R2: Rotameter zur Feineinstellung des Volumenstroms an Argon
- TH 1, TH 2, TH 3: Thermostaten für den Abscheider, Sättiger, Adsorber
- WLD: Wärmeleitfähigkeitsdetektor

Versuchsdurchführung

Zu Beginn des Versuches muss die Apparatur ohne zugeschalteten Reaktor und Sättiger mit dem Trägergasstrom (Argon aus der Hausleitung) gespült werden. Hierzu wird der Haupthahn aufgedreht und die Feineinstellung des Volumenstroms auf 4,8 L/h an den Rotametern vorgenommen.

Der Reaktor, in dem sich bereits Aktivkohle befindet und diese mit Glaswolle fixiert wurde, wird vor der eigentlichen Versuchsdurchführung aus der Apparatur ausgebaut und gewogen. Anschließend wird der Reaktor wieder in die Apparatur eingebaut und es wird geprüft, ob alle Ausgänge dicht verschlossen sind.

Die Thermostaten werden (falls nötig) auf die entsprechende Temperatur eingestellt und eingeschaltet:

Reaktor: 20°C

Sättiger: 30°C

Abscheider: 10°C

Zudem wird das Kühlwasser eingeschaltet.

Nach Erreichen aller Temperaturen und wenn die komplette Apparatur mit Argon gespült ist (zu sehen an der konstanten Linie auf der Spannungs-Zeit-Aufzeichnung) wird die Nulllinie aufgenommen, wobei nur der **Reaktor** zugeschaltet ist (H1, H2 zu, H3, H4 offen).

Sobald die Nulllinie einen konstanten Wert erreicht hat und diesen für ca. 15-20 Minuten hält, kann die Maximallinie aufgenommen werden. Hierbei ist nur der **Sättiger** zugeschaltet (H1, H2 offen, H3, H4 zu).

Wenn die Maximallinie einen konstanten Wert erreicht hat und diesen ebenfalls für ca. 15-20 Minuten hält, kann mit der Adsorption des Cyclohexans begonnen werden. Der **Reaktor** und der **Sättiger** sind zugeschaltet (H1, H2, H3, H4 offen).

Die Adsorption ist abgeschlossen, wenn der Wert der Maximallinie wieder erreicht wird und für ca. 15-20 Minuten konstant ist. Es werden alle Hähne geschlossen. Anschließend wird das Thermostat für den Reaktor ausgeschaltet, der Reaktor ausgebaut und gewogen. Danach wird der Reaktor wieder eingebaut und alle Ausgänge auf Dichtigkeit geprüft.

Der Thermostat für den Reaktor wird auf 80°C eingestellt und wieder eingeschaltet. Das Kühlwasser wird abgestellt. Die Desorption kann gestartet werden, sobald die Datenpunkte auf der Spannungs-Zeit-Aufzeichnung wieder die Nulllinie erreicht haben und eine

Temperatur von 50-60°C im Reaktor erreicht wurde. Bei diesem Vorgang ist nur der **Reaktor** zugeschaltet (H1, H2 zu, H3, H4 offen). Die Desorption kann abgebrochen werden, sobald die Datenpunkte die Nulllinie wieder erreicht haben.

Die Thermostaten und der Argonstrom werden ausgeschaltet. Der Reaktor wird aus der Apparatur ausgebaut und nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur nochmals gewogen. Schließlich wird der Reaktor wieder in die Apparatur eingebaut. Die aufgezeichneten Daten werden vom Betreuer gespeichert und den Studenten übergeben

Aufgabenstellung

- 1) Bestimmen Sie den Arbeitsbereich (Spannung und Zeit) der Versuchsdurchführung und passen Sie Ihre Daten danach an.
- 2) Bestimmen Sie die Maximalbeladung und die Restbeladung.
- 3) Berechnen Sie den Volumenstrom von Cyclohexan und des gesamten Dampf-Trärgas-Gemisches anhand
 - a. der gegebenen theoretischen Daten.
 - b. der Maximalbeladung und der aufgenommenen Spannungsdaten.
- 4) Berechnen Sie die Durchbruchbeladung.
- 5) Ermitteln Sie für das von Ihnen geprüfte Adsorbens eine Adsorptionsisotherme, indem Sie die Beladung gegen die reduzierten Drücke (Quotient aus Partialdruck des Dampfanteils im Gemisch und Sättigungsdampfdruck bei der Prüftemperatur) auftragen. Vergleichen sie diese in der Diskussion mit Adsorptionsisothermen aus der Literatur.

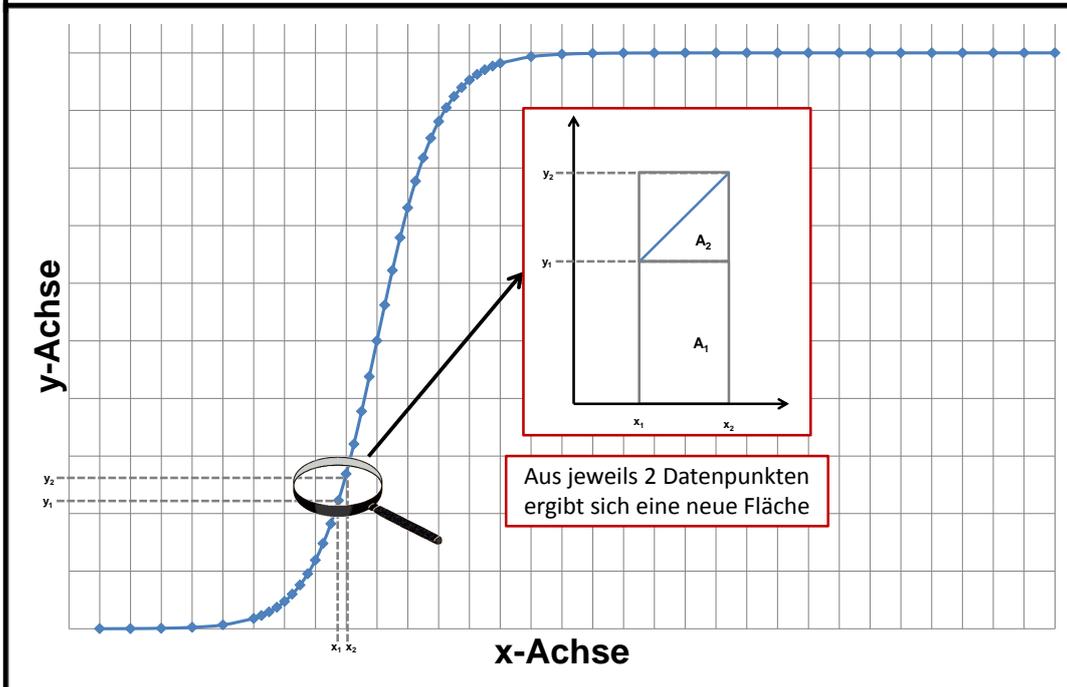
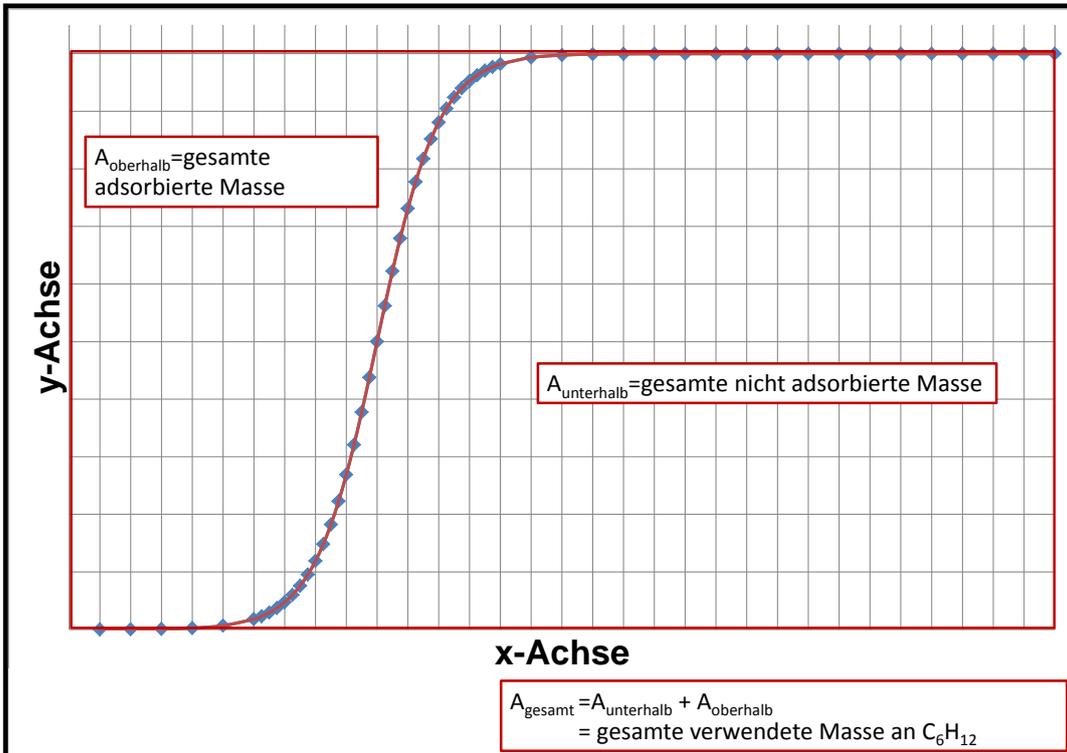
Planen Sie aufgrund Ihrer Versuchsergebnisse eine Adsorberanlage für einen Durchsatz von 10000 m³ Dampf-Trärgas-Gemisch pro Tag mit der von Ihnen verwendeten Zusammensetzung.

Anhang

Im Folgenden sind einige Anmerkungen zur Anfertigung des Versuchsprotokolls aufgeführt, welche unbedingt eingehalten werden sollten:

- Die Auswertung kann wahlweise in Origin oder Excel durchgeführt werden.
- Eine eindeutige Benennung (mit Definition) von Variablen ist durchzuführen.
- Die Einhaltung der Benennung von Variablen über den gesamten Bericht wird erwartet.
- Alle Berechnungen und graphischen Darstellungen zur Bestimmung der für die Auswertung notwendigen Werte müssen angegeben werden (Kalibration etc.)
- Verständliche Erläuterungen zu den durchgeführten Berechnungen sind anzugeben.
- Das Original-Messprotokoll ist dem Bericht beizulegen.
- Literaturangaben sind im Text durchgehend durchzuführen.

Im Folgenden soll kurz gezeigt werden, wie die Flächenberechnung in der Auswertung erfolgen sollte:



5. Rektifikation (Stoffbilanz) (Ethanol/Wasser)

Wissenschaftlicher Betreuerin: Sarah Stephan

sarah.stephan@uni-due.de

S07 S06 D20, Tel. 6173 (Essen)

Technischer Betreuer: Florian de Kock

florian.dekock@uni-due.de

S07 S06 D31 (Lab-Büro), Tel. 6174 (Essen)

S05 R00 L50 (Chem. Halle), Tel. 4362 (Essen)

Standort des Versuchs: S07 S01 D04



Kurzzusammenfassung

In diesem Versuch soll ein Ethanol/Wasser-Gemisch mittels eines thermischen Trennverfahrens in ein Kopf- und Sumpfprodukt aufgetrennt werden. Dabei soll der Zusammenhang zwischen den Komponenten in der Dampf- und Flüssigkeitsphase aufgezeigt werden. Der Trennerfolg und die physikalischen Prinzipien sollen mit Hilfe des McCabe-Thiele-Verfahrens ermittelt werden.

Theorie

Vorbereitungen zum Antestat:

- Eigenschaften der Rektifikation
- Aufbau einer Glockenbodenkolonne
- Azeotrope Gemische und Volumenkontraktion
- Raoult'sches und Dalton'sches Gesetz
- Dampfdruckdiagramm mit Zweiphasengebiet
- Siedediagramm mit Konode, Tau- und Siedelinie
- McCabe-Thiele-Diagramm (Verstärkungs-, Abtriebs-, Schnittpunktgerade, Bodenzahl, usw.)
- Bilanzen einer Bodenkolonnenrektifikation (Feed-, Kopf-, Sumpf-Strom, usw.)
- Durchführung und Auswertung
- Phasengleichgewichte (insbes. Vapor- Liquid)
- Minimierung der Fehlerquadratsumme

Empfohlene Literatur:

- 1) E. Kirschbaum; Destillier und Rektifiziertechnik, 3. Auflage, Kahlruhe, Springer, 1960.
- 2) F. Patat, K. Kirchner; Praktikum der Technischen Chemie, 4. Auflage, Berlin, Gruyter, 1986
- 3) P.Grassmann, F. Widmer; Einführung in die Thermische Verfahrenstechnik, 3. Auflage, Berlin, Gruyter, 1997.
- 4) H. Hofmann, U. Onken, A. Renken; Technische Chemie, 1. Auflage, Weinheim, Wiley, 2006.
- 5) A. Schönbacher; Thermische Verfahrenstechnik, 1. Auflage, Berlin, Springer, 2002.
- 6) A. Mersmann, M. Kind; Thermische Verfahrenstechnik, 2.Auflage, München, Springer, 2005.
- 7) D. Christen; Praxiswissen der chemischen Verfahrenstechnik, 1. Auflage, Berlin, Springer, 2005.
- 8) K.Sattler, T. Adrian; Thermische Trennverfahren, 1. Auflage, Weinheim, Wiley, 2007.

Versuchsaufbau

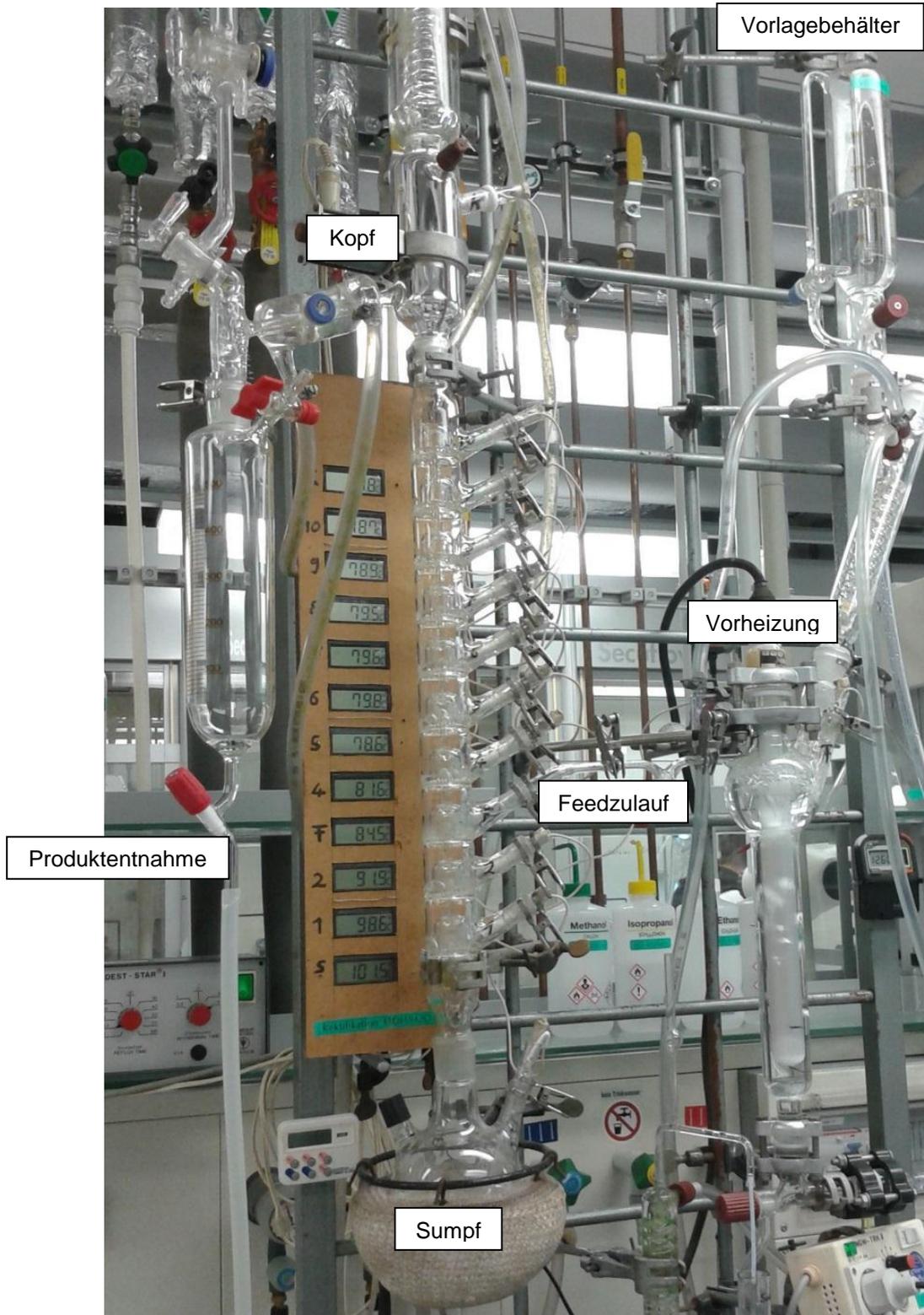


Abbildung 5: Versuchsaufbau eines Rektifikationskolonne

Versuchsdurchführung

Eine Einführung in die Versuchsanlage sowie die Durchführung werden vor Ort mit dem technischen Betreuer besprochen. Der technische Betreuer gibt zwei verschiedene Rücklaufverhältnisse vor, die während des laufenden Versuchs eingestellt werden sollen. Als erstes sollen verschiedene Gemische aus Ethanol und Wasser hergestellt werden. Deren Brechungsindizes werden mit Hilfe eines Refraktometers bestimmt, um eine Korrelation zwischen Stoffgemisch und Brechungsindex herzustellen. Danach wird der Brechungsindex vom Feed und in regelmäßigen Abständen die Brechungsindizes von Kopf- und Sumpfprodukt bestimmt. Die relevanten Daten werden in einem Tagesprotokoll (zweifache Ausführung) gesammelt und zur Erstellung der McCabe-Thiele-Diagramme herangezogen. Abschließend soll der Trennerfolg bei verschiedenen Rücklaufverhältnissen diskutiert werden.

1) Inbetriebnahme der Apparatur

Vor Erstellung der Kalibriergeraden, wird das Kühlwasser der Apparatur bis zum Anschlag aufgedreht und die beiden Heizungen (Sumpf- und Vorheizung) eingeschaltet. Dabei ist darauf zu achten, dass der Feedzulauf geschlossen ist und die Einstellung der Rückflusssteuerung (DEST-STAR I) auf **ZU** eingestellt ist.

Sobald die Kalibration abgeschlossen ist, wird der Hahn am Vorlagebehälter vorsichtig geöffnet und eine Zutropf-Geschwindigkeit von 1,5 Tropfen pro Sekunde eingestellt. Dazu wird zur Kontrolle die Stoppuhr genutzt und der Hahn so eingestellt, dass innerhalb von ca. 10 sec ($\pm 0,5$ sec) 15 Tropfen gezählt werden.

An der Rückflusssteuerung muss kontrolliert werden, dass das vorgegebene Rücklaufverhältnis eingestellt ist.

2) Kalibrationsreihe

Für die Konzentrationsbestimmung der Proben soll eine Kalibrationsreihe angesetzt und mit einer aufsteigenden Vol-Konzentration an Ethanol gemessen werden. Dazu stehen diverse Mess- bzw Vollpipetten zur Verfügung. Die Kalibrationsreihe wird anschließend mit dem Refraktometer vermessen und die Werte im Tagesprotokoll festgehalten (der Betreuer gibt eine kurze Einweisung).

Weiterhin ist eine Probe des Feeds zu vermessen und der Wert ebenfalls zu notieren.

3) Start der Rektifikation

Sobald der Feedstand im Vorratsbehälter die Null-Markierung auf der Skala erreicht hat, wird die Stoppuhr (am Stahlgestell) gestartet, der Feedzulauf geöffnet, der Sumpfkolben ausgetauscht und ausgeleert und zum Schluss die Einstellung am DEST-STAR I von **ZU** auf **Normal** geändert.

Die Temperaturen der Anzeige, links neben der Kolonne, werden auf das zweite Blatt des Tagesprotokolls eingetragen und dokumentiert.

Nach ca. 9:30 min wird der Hahn für die Produktentnahme geöffnet und das Kopfprodukt in dem Messzylinder „Kopf“ gesammelt.

Bei 10:00 min wird der Produktentnahmehahn geschlossen und der Sumpfkolben ausgetauscht sowie der Füllstand im Feedvorlage-Kolben dokumentiert. Das Volumen des Sumpf- und des Kopfproduktes wird im Tagesprotokoll vermerkt und die Brechungsindices gemessen und ebenfalls dokumentiert.

Das Kopfprodukt wird im Anschluss in der Flasche „Kopf“ entsorgt und das Sumpfprodukt kann in den Ausguss gegeben werden.

Dieser Vorgang wird alle 10 min wiederholt.

Nach 60 min wird das Rücklaufverhältnis umgestellt, dazu werden die Zeiten, die auf dem Tagesprotokoll angegeben sind, am DEST-STAR I eingestellt.

4) Auffüllen des Feedvorrats-Behälters

Bei einem Feed Verbrauch von ca. 300 – 325 ml muss der Vorratsbehälter wieder aufgefüllt werden, dazu wird das Mariott'sche Rohr aus dem Behälter genommen und mithilfe des Trichters der Tropftrichter wieder aufgefüllt (aber nicht höher als die „0“-Markierung, da sonst kein Ablesen des Feed Verbrauchs mehr möglich ist!). Das Mariott'sche Rohr wird wieder eingesetzt und die Tropfgeschwindigkeit kontrolliert und ggf. angepasst.

Das Auffüllen wird mit Zeitangabe und aufgefülltem Volumen im Tagesprotokoll angegeben.

5) Ausschalten der Apparatur

Nach 120 min werden die letzten Proben gezogen und vermessen. Die Heizungen sollen ausgeschaltet werden, der Feedzulauf geschlossen und die Feedzugabe gestoppt werden.

Das Kühlwasser der Apparatur bleibt solange der Aufbau noch warm ist angeschaltet.

Die Kalibrationslösungen mit **>50 Vol-% Ethanolanteil** werden in die „Kopfflasche“ gegeben und alle weiteren Lösungen mit **<49 Vol-% Ethanol** werden über das Abwasser entsorgt.

Alle verwendeten Arbeitsmittel werden einmal mit VE- Wasser ausgespült bzw. mit einem trockenem Papiertuch gereinigt und offen auf ein Blatt Papier gestellt.

Die Abnahme des Arbeitsplatzes und der Aufzeichnungen erfolgt über den Betreuer.

Aufgabenstellung

- 1) Erstellen Sie eine Kalibrierungskurve mit Excel und geben Sie die Kurvengleichung mit Bestimmtheitsmaß an. Ermitteln Sie den maximalen Brechungsindex der Kurvengleichung. Berechnen Sie die Zusammensetzung des Flüssigkeitsgemisches des Feeds in Mol%.
- 2) Erstellen Sie mit nachfolgender Tabelle das McCabe-Thiele-Diagramm mit Hilfe von Excel.

x	0,01	0,02	0,05	0,15	0,20	0,35	0,50	0,70	0,78	0,80	0,90	0,95
	0	0	0	0	0	0	0	0	7	0	0	0
y	0,06	0,14	0,38	0,59	0,64	0,73	0,77	0,82	0,85	0,85	0,91	0,95
	5	0	0	5	8	3	1	2	7	9	3	0

(x = Molenbruch des Leicht sieders, Flüssigphase; y = Molenbruch des Leicht sieders, Dampfphase)

Nähern Sie die Gleichung mit Formel 1

$$y = 0,95(x - 0,95)\exp [Ax + Bx^2 + Cx^3]$$

an, indem Sie die Koeffizienten A, B und C über die Minimierung der Fehlerquadratsumme mit Hilfe von Excel bestimmen.

- 3) Berechnen Sie die Verstärkungsgerade wie in der Versuchsdurchführung besprochen für das erste Rücklaufverhältnis. Zur Berechnung werden die ermittelten Gemische aus Ethanol und Wasser am Kopf und im Sumpf der Kolonne verwendet. Zeichnen Sie die Verstärkungsgerade anschließend in das McCabe-Thiele Diagramm ein.
- 4) Berechnen Sie den thermischen Korrekturfaktor und ermitteln Sie damit die Schnittpunktgerade im McCabe-Thiele Diagramm.

$$\mu = 1 + \frac{c_{P,F} \cdot (T_{mST} - T_F)}{\Delta_V H}$$

($\Delta_V H$ = Verdampfungsenthalpie des Gemisches; $c_{P,F}$ = Spezifische Wärmekapazität des Gemisches; T_{mST} = Siedetemperatur des Gemisches; T_F = Temperatur des Feeds)

	Siedetemperatur [°C]	Verdampfungs- enthalpie [kJ/kg]	Spezifische Wärmekapazität [kJ/kg K]
Ethanol	78,1	839	2,45
Wasser	100	2257	4,192

- 5) Zeichnen Sie die Abtriebsgerade in das McCabe-Thiele Diagramm ein. (Hinweis: Die Wiederaufheizrate ist nicht bekannt)
- 6) Ermitteln Sie mittels des Treppenzugverfahrens die theoretische Trennstufenzahl. Wie viele Kolonnenböden werden theoretisch benötigt und wie viele praktische Böden besitzt unsere Kolonne? Welcher Wirkungsgrad ergibt sich?
- 7) Berechnen Sie die Verstärkungsgerade wie in der Versuchsdurchführung besprochen, für das zweite Rücklaufverhältnis. Zeichnen Sie die Verstärkungsgerade anschließend in ein zweites McCabe-Thiele Diagramm ein. Verfahren Sie danach analog wie in den Aufgaben 4, 5 und 6.
- 8) Ermitteln Sie in einem weiteren Diagramm das Mindestrücklaufverhältnis. Erläutern Sie Ihre Schritte.
- 9) Berechnen Sie nach Kirschbaum die maximale Belastbarkeit (Dampfstrom) für die hier angewandte Kolonne mit einem Dampfgemisch gleich dem des Feeds. Dazu berechnen Sie ebenfalls die Flüssigkeitsdichte des Gemisches (Feed), sowie die Dampfdichte (über das "Ideale Gasgesetz" oder über das „Molare Volumen“ eines Idealen Gases).

$$U_{max} = \frac{C}{(d_{Gl})^{0,2}} \cdot \sqrt{\frac{\rho_F}{\rho_D} \cdot h}$$

(U_{max} = maximale Belastung; C = Kolonnenkonstante; d_{Gl} = Glockendurchmesser; ρ_F = Flüssigkeitsdichte; ρ_D = Dampfdichte; h = Bodenabstand)

Kolonnenkonstante	C	$6,05 \cdot 10^{-2} \text{ m}^{0,7}/\text{s}$
Glockendurchmesser	d_{Gl}	28 mm
Kolonnendurchmesser	d_{Ko}	42 mm
Bodenabstand	h	47 mm

- 10) Berechnen Sie den maximalen Volumenstrom pro Stunde. Gehen Sie von dem Maß des Kolonnendurchmessers aus.

- 11) Berechnen Sie anhand des Volumenstroms und der Dampfdichte den maximalen Massenstrom pro Stunde.
- 12) Ermitteln sie die Feed-, Sumpf- und Kopfströme der Kolonne über die Messwerte (in 10-Minuten- Intervallen).

Diskussion

- 1) Diskutieren Sie den Einfluss des Rücklaufverhältnisses auf die Trennleistung und die Temperatur der Kolonne unter Berücksichtigung der Ergebnisse aus den Aufgaben 6 und 7. Diskutieren Sie ergänzend das ermittelte minimale Rücklaufverhältnis hinsichtlich der gemessenen Ethanol-Anteile im Produktstrom bei den eingestellten Rücklaufverhältnissen.
- 2) Diskutieren Sie die Feed-, Sumpf- und Kopfströme hinsichtlich des berechneten maximalen Volumenstroms (Maximalbelastung). Diskutieren Sie wie die Belastung mit der Trenngüte korreliert.
- 3) Diskutieren Sie die Auswertung hinsichtlich Ihrer getroffenen Annahmen. Betrachten Sie insbesondere die, für das McCabe Thiele-Verfahren vorausgesetzten Gegebenheiten.
- 4) Diskutieren Sie die in der Auswertung erhaltenen Ergebnisse hinsichtlich ihrer Genauigkeit. Welche Näherungen, Annahmen oder Fehler werden gemacht?
- 5) Diskutieren Sie, ob ...
 - a. Die Stoffstrombilanz der Kolonne ausgeglichen ist
 - b. Inwiefern das Rücklaufverhältnis die Stoffströme beeinflusst und welche Stoffströme beeinflusst werden.

Anhang

Tagesprotokoll (1/2)

Mischungsverhältnis		Brechungsindex [n_D^{20}]	Datum:		
0% Ethanol	100% Wasser		Gruppe: Teilnehmer: Rücklaufverhältnisse:		
10% Ethanol	90% Wasser				
20% Ethanol	80% Wasser				
30% Ethanol	70% Wasser				
40% Ethanol	60% Wasser				
50% Ethanol	50% Wasser				
60% Ethanol	40% Wasser				
70% Ethanol	30% Wasser				
80% Ethanol	20% Wasser				
90% Ethanol	10% Wasser				
100% Ethanol	0% Wasser				
Feed (Vorlage)					

Verh.	Rücklauf	Entnahme

Zeit [min]	Rücklaufverhältnis	Feed [mL]	Produkt [mL]	Sumpf [mL]	Kopf [n_D^{20}]	Sumpf [n_D^{20}]
0						
10						
20						
30						
40						
50						
60						
70						
80						
90						
100						
110						
120						

Datum, Unterschrift des Betreuers

Tagesprotokoll (2/2)

	0 min	10 min	20 min	30 min	40 min	50 min	60 min	70 min	80 min	90 min	100 min	110 min	120 min
Kopf													
10													
9													
8													
7													
6													
5													
4													
Feed													
2													
1													
Sumpf													

Datum, Unterschrift des Betreuers

6. Absorption (Begaster Rührkessel)

Wissenschaftliche Betreuerin: Sanae Gassa

Email: sanae.gassa@uni-due.de

Tel: 0201/183-6128, Raum: S07 S01 D41,

Technische Betreuerin: Claudia Schenk

Email: claudia.schenk@uni-due.de

Tel.: 0201/183-3037

Standort: S05 R00 L50



Kurzzusammenfassung

Bei verschiedenen Operationen in der chemischen Technik wird verlangt, dass eine in einem Gasstrom vorliegende Komponente in einer Flüssigkeit absorbiert werden muss, um dort z. B. mit einem bereits gelösten Reaktionspartner zu reagieren. In diesem Versuch soll die Sauerstoffabsorption in Wasser mittels eines begasteten Rührkessels untersucht werden. Für die Sauerstoffabsorption in Wasser sind die volumetrischen Stoffübergangskoeffizienten β_a für drei verschiedene Rührertypen in Abhängigkeit von der Drehzahl zu bestimmen. Für den Scheibenrührer ist außerdem der maximale Gasdurchsatz zu ermitteln.

Theorie

Vorbereitungen zum Antestat:

- Absorption: Definition, Anwendung
- Zweifilmtheorie: schematische Darstellung, Stoffübergänge, Fick'sches Gesetz, Henry-Gesetz
- Grenzflächenenergieerneuerungstheorie
- Strömungsarten: Strömungsprofile, Reynoldszahl
- Rührertypen, allgemeine Rühraufgaben, Welche Rührer werden in diesem Versuch verwendet und wie sehen die resultierenden Strömungen aus?
- Maximaler Gasdurchsatz
- Volumetrischer Stoffübergangskoeffizient
- Durchführung, Welche Parameter werden verändert? Was wird gemessen?, Ziel des Versuches
- Auswertung: Alle relevanten Formeln, die für die Auswertung benötigt werden, lernen!

Empfohlene Literatur:

- 1) Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie, 4. Auflage (Herausgeber: E. Bartholome, E. Biekert, H. Hellmann, H. Ley), Weinheim, Verlag Chemie, 1984.
- 2) G. Astarita, Mass Transfer with Chemical Reaction, 1. Auflage, Amsterdam – London – New York, Elsevier, 1967.
- 3) P. Dankwerts, Gas-Liquid-Reactions, 1. Auflage, New York, McGraw-Hill, 1970.
- 4) F. Patat, K. Kirchner, Praktikum der Tech. Chemie, 4. Auflage, Berlin, Gruyter, 1986.
- 5) P. Grassmann, F. Widmer, Einführung in die Thermische Verfahrenstechnik, 3. Auflage, Berlin, Gruyter, 1997.
- 6) M. Baerns, H. Hofmann, A. Renken, Chemische Reaktionstechnik – Lehrbuch der Technischen Chemie Band 1, 3. durchgesehene Auflage, Stuttgart, Georg Thieme Verlag, 1999.

Versuchsaufbau

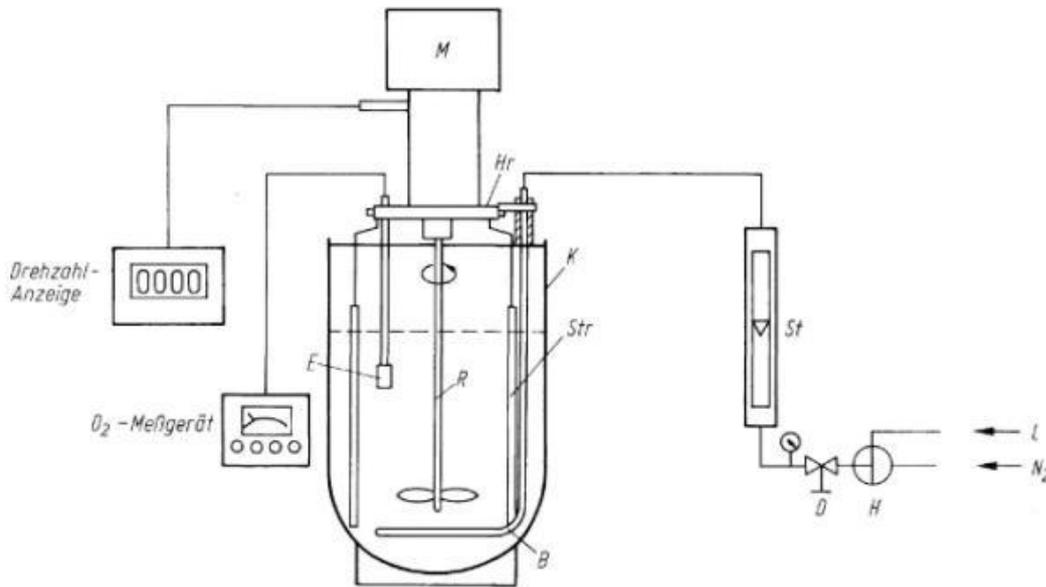


Abbildung 6:: Der begaste Rührkessel.

- K = Kessel (50-L-Glasgefäß mit Klöpperboden)
- B = Begasungsfritte
- H = Dreiwegehahn
- D = Druckminderer
- St = Durchflussmesser
- Hr = Halteringsring
- Str = Strombrecher
- E = Sauerstoff-Elektrode
- M = Motor
- R = Rührer (MIG-, Propeller- und Scheibenrührer)

Als Kessel K dient ein 50-L-Glasgefäß mit Klöpperboden (Flüssigkeitsinhalt 35 L), in das eine Begasungsfritte eingebaut ist. Die Fritte dient zur Vorverteilung des einzuleitenden Gases. Über den Dreiwegehahn H kann wahlweise Druckluft L oder Stickstoff N_2 zugeführt werden. Der Volumenstrom kann am Druckminderer reguliert und am Durchflussmesser St abgelesen werden. Das Rührwerk ist stufenlos regelbar. Es ist als Ganzes an einem Stativ befestigt und kann in der Höhe verstellt werden. An dem Halteringsring Hr des Rührgefäßes sind vier Strombrecher Str befestigt, die in das Rührgefäß eintauchen. Die Drehzahl n wird an der Rührwelle induktiv abgenommen und auf einem digitalen Drehzahlmessgerät angezeigt. Mit Hilfe einer Sauerstoff-Elektrode E wird die Sauerstoffmassen-konzentration der Flüssigkeit gemessen. Diese wird auf dem Messgerät direkt in mg/L O_2 angezeigt. Mit einem integrierten Temperatursensor wird außerdem die Temperatur gemessen.

Versuchsdurchführung

Vorbereitungen:

- A1.** Die Sauerstoff-Elektrode wird vor Versuchsbeginn gegebenenfalls vom Assistenten kalibriert.
- A2.** Die zu untersuchenden Drehzahlen und Volumenströme werden vom Assistenten vorgegeben.
- A3.** Die Durchmesser der zu untersuchenden Rührer (MIG-, Propeller- und Scheibenrührer) sind vor Versuchsbeginn von den Studenten zu ermitteln.
- A4.** Die temperaturabhängige Sauerstoffsättigungskonzentration kann für jeden Versuchsdurchlauf experimentell ermittelt werden oder geeigneter Literatur entnommen werden.

Untersuchung der Luftsauerstoff-Absorption:

- B1.** Zunächst wird die Luftsauerstoff-Desorption durchgeführt. Hierzu wird die Rührerdrehzahl auf 600 min^{-1} gestellt und der Dreiwegehahn so verstellt, dass Stickstoff in den Kessel eingeleitet wird. Der Volumenstrom wird auf 650 L/h eingestellt und die Sauerstoffkonzentration am Monitor bis zu einem Wert von $\sim 1.3 \text{ mg/L O}_2$ verfolgt.
 - B2.** Die Temperatur wird notiert.
 - B3.** Nun kann mit dem Absorptionsversuch begonnen werden. Zunächst wird die Rührerdrehzahl auf den vorgegebenen Wert gesetzt. Dann wird der Dreiwegehahn auf Druckluft verstellt und der Volumenstrom entsprechend den Vorgaben eingestellt.
 - B4.** Die Sauerstoffkonzentration wird bis zu einem Sättigungswert von $\sim 80\text{-}85 \%$ verfolgt. Die Zeiten und die zugehörigen Massenkonzentrationen werden entsprechend notiert. Insgesamt sollen ungefähr 10 Messwertepaare aufgenommen werden; inklusive Nullwert ($t = 0$).
 - B5.** Gegebenenfalls wird die Sauerstoffsättigungskonzentration experimentell bestimmt.
- Die Luftsauerstoff-Absorption und –Desorption sind für drei verschiedene Rührer und jeweils drei verschiedene Rührerdrehzahlen durchzuführen.

Bestimmung des maximalen Gasdurchsatzes für den Scheibenrührer:

- C1.** Die Rührerdrehzahl wird auf 250 min^{-1} gestellt und der Dreiwegehahn auf Druckluft verstellt.
- C2.** Der Volumenstrom wird auf $\sim 40 \text{ L/h}$ eingestellt und in Intervallen von 3 Minuten um je einen Skalenteil erhöht.

C3. Das Rührerdrehmoment wird mittels geeigneter Software währenddessen am PC verfolgt.

C4. Sobald man den Bereich des maximalen Gasvolumenstroms eingegrenzt hat, wird dieser zur genaueren Bestimmung noch einmal in Schritten von 0.5-Skalenteile untersucht.

Versuchsdauer ca. 3 bis 4 Stunden

Aufgabenstellung

1. Der volumetrische Stoffübergangskoeffizient $\beta_1 a$

Aus den in Aufgabenteil B ermittelten Daten wird der volumetrische Stoffübergangskoeffizient ermittelt. Für die Sauerstoffabsorption gilt:

$$\frac{dc}{dt} = \beta_1 a \cdot (c' - c) \quad (\text{Gl. 1})$$

Mit t = Zeit, c = Sauerstoffkonzentration, c' = Sauerstoffsättigungskonzentration

Aus Gl. (1) folgt:

$$\frac{dc}{c' - c} = \beta_1 a \cdot dt \quad (\text{Gl. 2})$$

Die Integration der Gl. (2) mit $t = 0$, $c = 0$ ergibt:

$$\ln \frac{c'}{c' - c} = -\beta_1 a \cdot t \quad (\text{Gl. 3})$$

Wird $\ln \frac{c'}{c' - c}$ gegen die Zeit t aufgetragen, so sollte sich eine Gerade ergeben. $\beta_1 a$ kann aus der Steigung errechnet werden.

2. Die Reynolds-Zahl

Die Reynolds-Zahl wird nach Gl. (4) berechnet:

$$\text{Re} = \frac{d_R^2 \cdot \pi \cdot n}{\nu} \quad (\text{Gl. 4})$$

Mit d_R = Rührerdurchmesser, n = Drehzahl, ν = kinematische Viskosität

Für die drei Rührer ist der volumetrische Stoffübergangskoeffizient β_a gegen Re doppelt-logarithmisch abzutragen.

3. Der maximale Gasdurchsatz

Für den Scheibenrührer ist der maximale Gasvolumenstrom nach Gl. (5) – (7) zu berechnen und mit dem gemessenen Wert zu vergleichen.

Froude-Zahl:
$$Fr = \frac{n^2 \cdot d_R}{g} \quad (\text{Gl. 5})$$

Maximale Gasdurchsatz-Zahl:
$$Q_{\max} = 0,194 \cdot Fr^{0,75} \quad ; \text{ für } 0,1 < Fr < 0,2 \quad (\text{Gl. 6})$$

Gasdurchsatz-Zahl:
$$Q = \frac{\dot{V}}{n \cdot d_R^3} \quad (\text{Gl. 7})$$

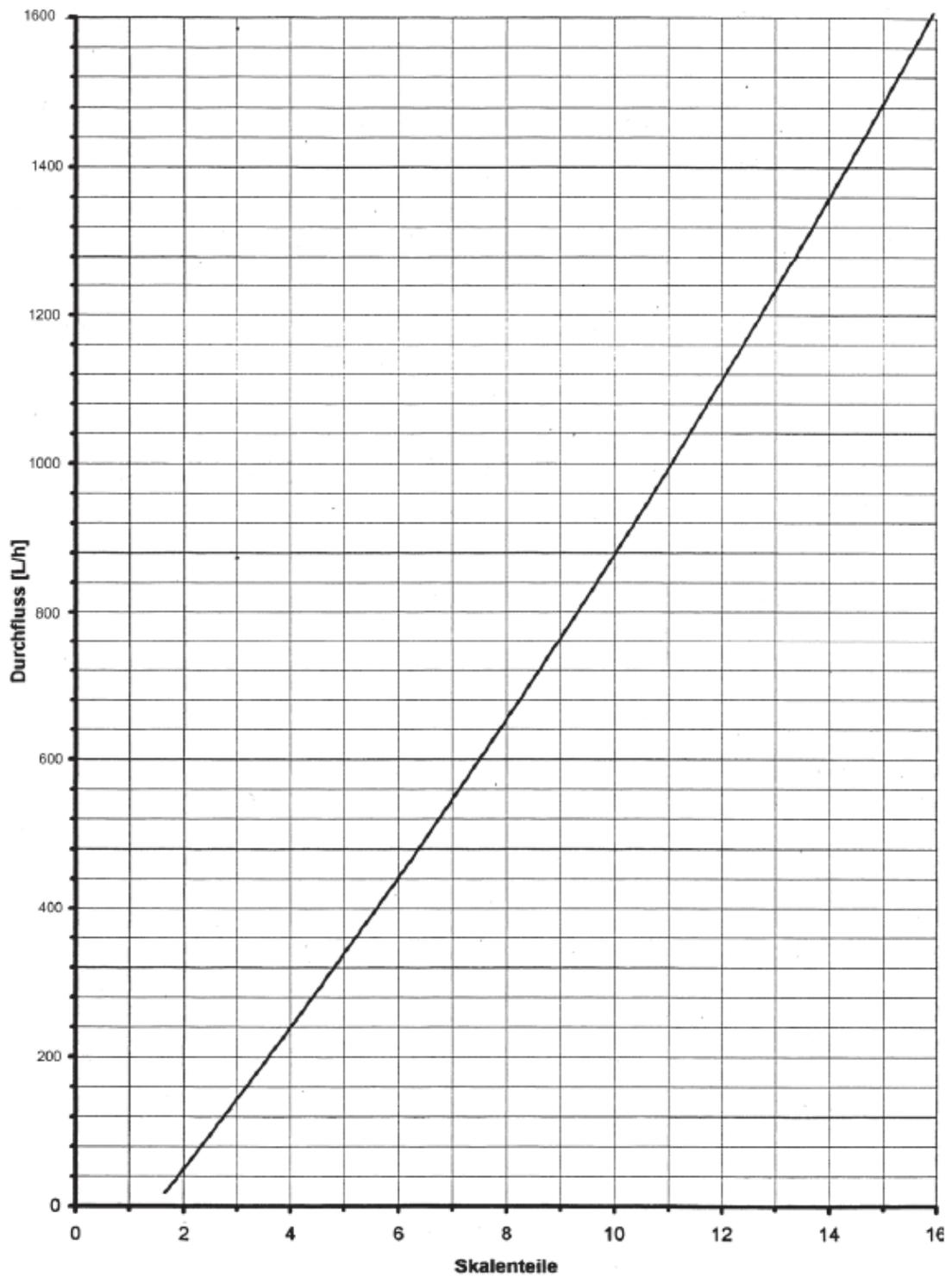
Mit g = Erdbeschleunigung, \dot{V} = Gasvolumenstrom

Diskussion

- 1) Diskutieren Sie den Einfluss der unterschiedlichen Rührertypen und der Drehzahl auf die Sauerstoffabsorption in Wasser.
- 2) Vergleichen Sie den theoretisch berechneten mit dem experimentell ermittelten maximalen Gasdurchsatz.
- 3) Diskutieren Sie die in der Auswertung erhaltenen Ergebnisse zum volumetrischen Stoffübergangskoeffizient und maximalen Gasdurchsatz hinsichtlich ihrer Genauigkeit. Welche Fehlerquellen liegen vor?

Anhang

Eichung Durchflussmesser [ROTA L 40 / 1600 - 6811]



7. Advanced Photooxidation

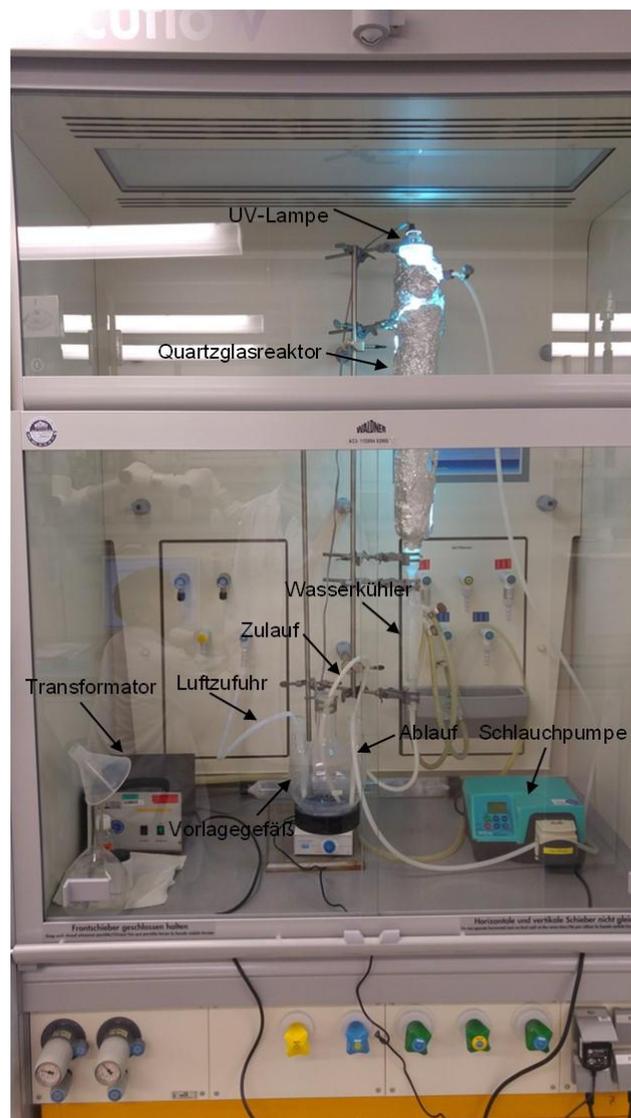
Wissenschaftliche Betreuer: Jens Schumacher

Email: jens.schumacher@uni-due.de

Tel: 0203/379-8228, Raum 4.14 (NETZ),

Standort: S07 S01 D04

Technische Betreuer: Jens Schumacher



Kurzzusammenfassung

Im Versuch „Photooxidation“ soll Ethylenglycol als Beispielmolekül für einen organischen Schadstoff in einer wässrigen Lösung abgebaut werden. Es wird das Verfahren der katalysierten Photooxidation angewendet. Dabei fungiert der mit UV-Licht bestrahlte Halbleiter Titandioxid als Katalysator. Das Ethylenglykol wird über mehrere Zwischenprodukte zu Wasser und Kohlenstoffdioxid abgebaut. Der Reaktionsmechanismus verläuft über photochemisch erzeugte Elektronen-Loch-Paare an der Partikeloberfläche und über freie Radikale. Die Konzentration des Ethylenglycols wird während des Versuches mittels *total organic carbon* (TOC) Analyse kontinuierlich überwacht.

Theorie

Vorbereitungen zum Antestat:

- Theorie
 - Ethylenglykol: Eigenschaften, Herstellung, Verwendung, Sicherheit
 - TiO₂: Eigenschaften, Herstellung, Verwendung
 - Heterogene Katalyse: Grundlagen Katalyse, Vor- und Nachteile, Kinetik, Mechanismen
 - Photokatalytischer Effekt von TiO₂, Bändermodell, Mechanismus, Einflussgrößen, Einfluss des pH-Wertes
- Durchführung/Auswertung
 - Durchführung des Versuches
 - TOC: Unterschiedliche Kohlenstoffarten, Direktverfahren, Differenzverfahren
 - Berechnung der Anregungswellenlänge mittels der Bandlücke des Katalysators
 - Theoretischer TOC-Wert einer Ethylenglykol-Lösung

Empfohlene Literatur:

- 1) K. N. Kim, M. R. Hoffmann, *Korean J. Chem. Eng.*, 25(1), 89-94, 2008.
- 2) A. Fujishima, X. Zhang, D. A. Tryk, *Surface Science Reports*, 63, 515-582, 2008.
- 3) E. Riedel, C. Janiak, *Anorganische Chemie*, 9. Auflage, De Gruyter, Berlin, 2015.
- 4) K. Camman, *Instrumentelle analytische Chemie*, Springer, Berlin, 2001.
- 5) M. Baerns, A. Behr, A. Brehm *et al.*, *Technische Chemie*, Wiley-VCH, Weinheim, 2006.

Versuchsaufbau

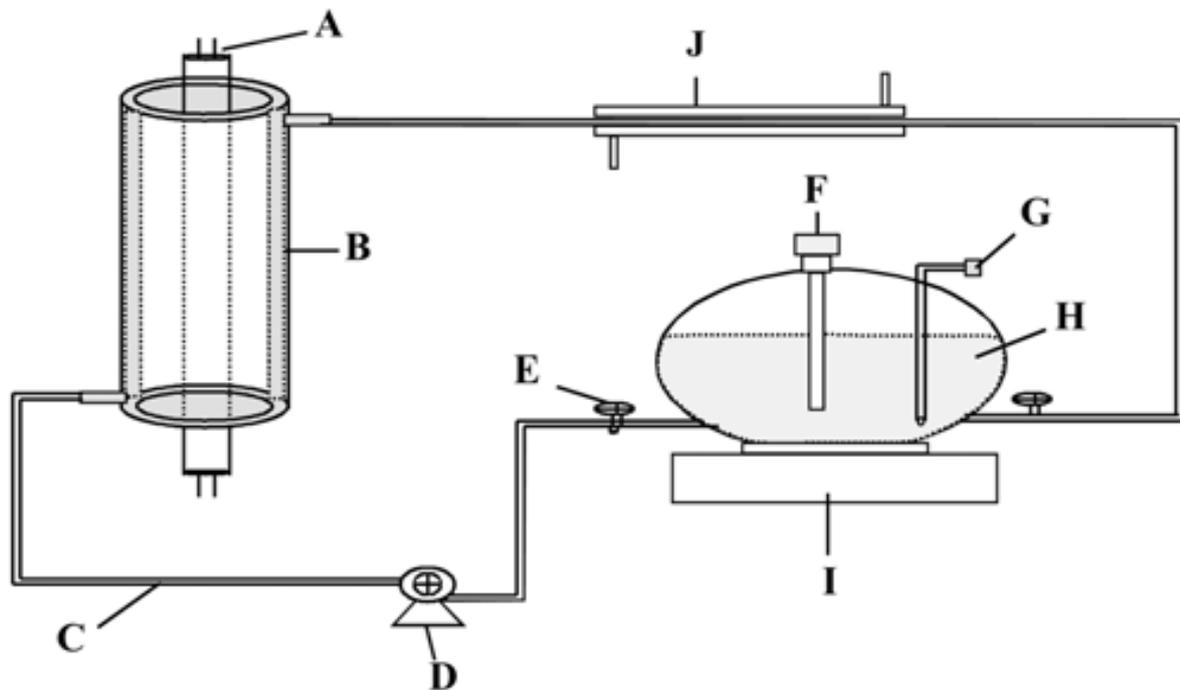


Abbildung 7: Schematische Darstellung Versuchsaufbau [1]

- A: UV-Lampe
- B: Quarzglas Reaktor (ummantelt mit Aluminiumfolie)
- C: PVC - Schlauch
- D: Schlauchpumpe
- E: Ventil (in unserem Aufbau nicht vorhanden)
- F: Probenentnahmestelle
- G: Luftzufuhr
- H: Reaktionsgemisch
- I: Magnetrührplatte
- J: Wasserkühler

Versuchsdurchführung

Die Gesamtdauer des Versuches beträgt ca. 4 bis 4 ½ Stunden.

1) Reinigung der Apparatur

- Es wird 1 L Milli-Q Wasser in das Vorratsgefäß gegeben und zur Reinigung der Apparatur 10 Minuten im Kreis gepumpt
- Anschließend wird die Apparatur inklusive Schläuche entleert.

2) Vorlegen der Chemikalien

- Es wird 1 L einer Ethylenglycol-Lösung angesetzt (Konzentration wird jeweils bekannt gegeben). Die entsprechende Menge Ethylenglykol wird mit einer Pasteurpipette auf einem Wägeschiffchen eingewogen und mit Milli-Q Wasser in einen Messkolben überführt und anschließend mit Milli-Q Wasser auf 1 L aufgefüllt.
- Die entsprechende Menge des Katalysators TiO_2 (wird jeweils bekannt gegeben) wird auf einem Wägeschiffchen vorgelegt.

3) Inbetriebnahme der Apparatur und Probenentnahme

- Das Kühlwasser wird angestellt.
- Die Lösung wird 10 min ohne UV-Licht oder Katalysator im Kreis gepumpt
- Es wird die erste Probe zur TOC-Bestimmung genommen. Dazu werden ca. 20 mL Lösung aus dem Vorratsgefäß mit Hilfe einer Einwegspritze mit Kanüle entnommen und in das TOC-Probengefäß überführt.
- Nach der ersten Probenentnahme erfolgt die Zugabe des vorgelegten Katalysators.
- Die Luftzufuhr wird angestellt.
- Die Dispersion wird 10 min im Kreis gepumpt.
- Es wird eine weitere Probe zur TOC Bestimmung genommen. Es ist jedoch bei dieser und allen weiteren Proben darauf zu achten, dass die Dispersion bei der Überführung in das TOC-Probengefäß durch einen $0,45 \mu\text{m}$ Spritzenfilter filtriert wird. Dies dient der Abtrennung des Katalysators, der sonst das TOC-Messgerät beschädigen würde.
- Die UV-Lampe wird eingeschaltet.
- Es werden für drei Stunden alle 20 min Proben zur TOC Bestimmung entnommen. Die Proben werden ebenfalls durch einen Spritzenfilter filtriert.

4) Reinigung der Apparatur

- Die Apparatur wird inklusive Schläuchen entleert.

- Die Apparatur wird zweimal mit Milli-Q Wasser gefüllt und für jeweils ca. 5 min gespült. Nach beiden Spülvorgängen ist die die Apparatur komplett zu entleeren.
- Die TOC-Probengefäße und alle anderen verwendeten Geräte werden gespült und im Trockenschrank getrocknet.

Aufgabenstellung

- 1) Berechnen sie die zur Anregung benötigte Wellenlänge des Lichts. Als Grundlage recherchieren sie die Bandlücke von TiO_2 .
- 2) Berechnen Sie den theoretischen TOC-Gehalt der angesetzten Ethylenglykol-Lösung anhand der Einwaage und vergleichen sie diesen mit dem gemessenen Wert.
- 3) Was ist nach Zugabe des Katalysators, jedoch vor Einschalten der UV-Lampe zu beobachten? Wie ändern sich die Werte es IC und TOC?
- 4) Tragen sie den zeitlichen Verlauf von TC, TOC und IC in Abbildungen als absolute und relative Werte auf.

Diskussion

- 1) Diskutieren Sie die erhaltenen Ergebnisse. In wie weit weicht der theoretische TOC-Wert für ihre Einwaage vom gemessenen Wert ab? Was sind mögliche Erklärungen?
- 2) Wie ist der beobachtete Effekt bei der Katalysatorzugabe zu erklären? Was sind die Gründe für die Änderungen des IC und TOC?
- 3) Ist die TOC-Abnahme während des Versuches groß oder klein? Welche anderen Methoden zur Abwasserreinigung gibt es und wie schätzen Sie den Abbau mit Hilfe der Photokatalyse im Vergleich zu anderen Methoden zur Abwasserbehandlung ein?

Das Tagesprotokoll wird am Versuchstag vom Assistenten unterschrieben und ist an den Bericht anzuheften. Bei der zweiten Abgabe des Berichts ist die erste Version hinter die Korrektur zu heften.

Anhang

Tagesprotokoll - Photooxidation

Versuchsdurchführung [TT.MM.JJ]	
Konzentration Ethylenglykol [g/L]	
Einwaage TiO ₂ [g]	

Name der Proben-tabelle im TOC Programm:

Besonderheiten während der Versuchsdurchführung:

Datum, Unterschrift des Betreuers

8. Destillation (Wärmebilanz)

Wissenschaftliche Betreuerin: Vanessa Schneck

Email: vanessa.schnecke@uni-due.de

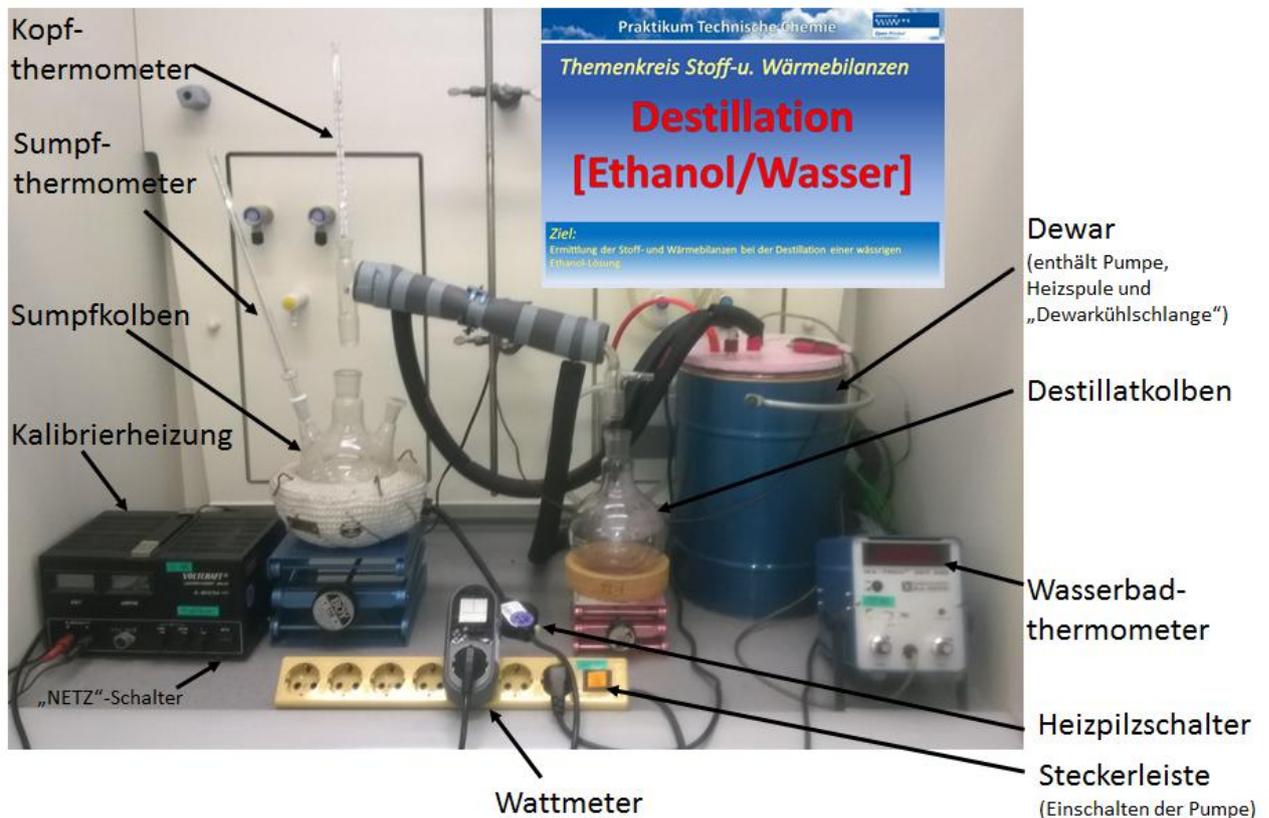
Tel: 0201/183-3039; Raum: S05 R01 L23

Technische Betreuer: Tobias Kallweit

Email: tobias.kallweit@uni-due.de

Tel: 0201/183-3037

Standort: S07 S01 D04



Kurzzusammenfassung

Im Versuch „Wärmebilanz“ soll ein Ethanol/Wasser-Gemisch unbekannter Zusammensetzung durch Destillation in möglichst reine Einzelkomponenten aufgetrennt werden. Um das Gemisch aus Wasser und Ethanol zu verdampfen, muss dem System Energie zugeführt werden. Diese Energie wird gebraucht, um den Heizpilz sowie den Kolben mit Inhalt zu erhitzen und um Ethanol und Wasser zu verdampfen. Bei der anschließenden Kondensation des Dampfes wird die Verdampfungsenthalpie als Kondensationswärme an das den Kühlmantel durchströmende Wasser abgegeben, wodurch sich die Temperatur im Dewargefäß erhöht. Ziel des Versuchs ist es, eine Massen- und Wärmebilanz aufzustellen. Außerdem ist die Wärmekapazität des Kalorimeters (Wasserwert) zu bestimmen. Mittels Pyknometer soll der Ethanolgehalt in Ausgangsgemisch (Feed), Sumpf und Destillat bestimmt werden, um das Trennverfahren zu bewerten.

Theorie

Der Praktikumsversuch „Wärmebilanz Destillation Ethanol/Wasser“ bezieht sich auf die Vorlesung Thermische Verfahrenstechnik Wasser.

Vorbereitungen zum Antestat:

- Theorie
 - o Destillation: Prinzip, Grundbegriffe, apparativer Aufbau, Anwendungen
 - o Kalorimetrie, Wärmekapazität, Wasserwert
 - o Ideale und nicht-ideale Gemische, Azeotrop
 - o Siedediagramm; McCabe-Thiele-Diagramm
- Durchführung/Auswertung
 - o wie wird der Ethanolgehalt in Feed, Sumpf und Destillat bestimmt?
 - o wie wird der Wasserwert berechnet?
 - o wie werden die Bilanzen aufgestellt?
 - Massenbilanz
 - Wärmebilanz (Berechnung von: 1. Energieverbrauch des Heizpilzes, 2. Wärme zum Erhitzen des Feeds, 3. Wärme zum Verdampfen des Feeds, 4. Aufgenommene Wärme des Wasserbads)
- Wodurch kann es zu Wärme- bzw. Massenverlusten kommen?
- Wie kann die Trennleistung verbessert werden?

Empfohlene Literatur:

- 1) M. Baerns, A. Behr, A. Brehm, J. Gmehling, H. Hofmann, U. Onken, A. Renken, Technische Chemie, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim

- 2) A. Schönbacher, Thermische Verfahrenstechnik, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg
 3) P. W. Atkins, J. de Paula, Physikalische Chemie, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim

Versuchsaufbau

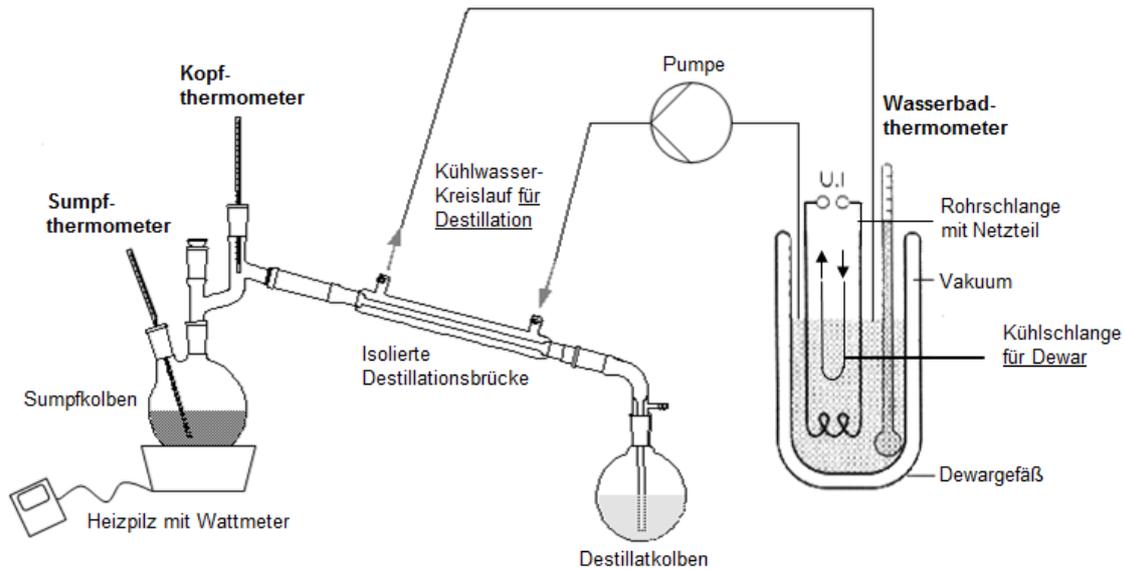


Abbildung 8: Schematischer Aufbau zum Versuch Wärmebilanz Destillation

Zum Versuchsaufbau gehören:

- 1L Sumpfkolben mit Sumpfthermometer und Kopfthermometer
- Heizpils (angeschlossen an ein Wattmeter)
- Isolierte Destillationsbrücke
- 1L Destillatkolben
- Dewar-Gefäß mit ca. 5 kg Wasser. Dieses enthält:
 - o Pumpe (verbunden mit dem Kühlmantel der Destillationsbrücke)
 - o Rohrschlange zum Heizen (angeschlossen an ein Labornetzteil mit Strom- und Spannungsanzeige)
 - o Thermometer (relative Temperatur: „0.000“ entspricht 24°C)
 - o Kühleisenschlange zum Herunterkühlen des Dewarinhalts (Wasser) vor Versuchsbeginn
- Stoppuhr
- Ethanol/Wasser-Gemisch in brauner Glasflasche
- Pyknometer, Spritze und Kanüle
- Waage

Versuchsdurchführung

1) Bestimmung der Wärme, die von der Pumpe ins System eingebracht wird

- Das Wasserbadthermometer wird eingeschaltet (angegeben wird eine *relative* Temperatur, die Temperatur kann wie folgt umgerechnet werden:

<i>Relative Temperatur</i>	<i>Temperatur in °C</i>
-5,000	19,000
-4,000	20,000
-3,000	21,000
-2,000	22,000
usw.	usw.

- Die Umwälzpumpe im Kalorimeter wird eingeschaltet (*Steckerleiste an*).
- Der Inhalt des Kalorimeters ist durch öffnen des Kühlwasserstromes (*linker grüner Hahn unter dem Abzug bis zur Markierung aufdrehen*) auf ca. 19°C herunter zu kühlen.
- Die Temperatur ist erreicht, wenn das Wasserbadthermometer „-5,000“ anzeigt.
- Danach wird das Kühlwasser abgestellt (*grüner Hahn zu*).
- Das System wird fünf Minuten equilibriert.
- Dann wird die Wasserbadtemperatur abgelesen (t_{0min}) und die Stoppuhr gestartet.
- Für zehn Minuten wird jede Minute die Wasserbadtemperatur abgelesen und notiert.
- Für Versuchsteil 2 kann die Pumpe eingeschaltet bleiben (*Steckerleiste an*).

2) Destillation

- Sumpf- und Destillatkolbens befinden sich im Trockenschrank.
- Die Massen des leeren Sumpf- sowie des leeren Destillatkolbens werden notiert (Waage Sauter K12 steht gegenüber vom Abzug: „ON/OFF“ zum Einschalten; „TARE“ zum Trieren).
- In den Sumpfkolben sind ca. 500 mL EtOH/Wasser Gemisch einzuwiegen (Braunglasflasche Aufschrift „FEED“).
- Der Sumpfkolben, der nun das Gemisch enthält, wird erneut gewogen.
- Sumpf- und Destillatkolben werden an die Apparatur angeschlossen.
- Der Sumpfkolben wird mit Alufolie isoliert.
- Die Destillation wird nun gestartet (*zur Kontrolle: Steckerleiste ist an, grüner Hahn ist zu*).

- Das Wattmeter wird in die Steckerleiste gesetzt und die Stromzufuhr für Wattmeter und Heizpilz wird hergestellt ($t = 0 \text{ min}$).
- Der Heizpilz wird auf *Stufe III* gestellt.
- Die Uhr am Wattmeter beginnt zu laufen und die über die Versuchsdauer vom Heizpilz aufgebrauchte Energie wird in kWh angezeigt.
- Die Temperaturen werden jede Minute abgelesen und in einer Tabelle festgehalten (T_{Sumpf} , T_{Kopf} , $T_{\text{Wasserbad}}$)
- Wenn die Siedetemperatur 95°C erreicht (Sumpfthermometer!), wird der Heizpilz ausgeschaltet (Stufe 0) und der Endwert am Wattmeter notiert.
- Die Temperaturen werden noch für weitere zehn Minuten notiert.
- Die Massen der gefüllten Destillat- und Sumpfkolben werden bestimmt.
- Der Sumpfkolben wird in einem Wasserbad bzw. unter fließendem Wasser auf ca. 20°C abgekühlt (Handschuhe benutzen).
- Für Versuchsteil 3 muss zuerst die Temperatur der Badflüssigkeit durch Öffnen des Kühlkreislaufs um ca. 5°C abgesenkt (*grüner Hahn bis zur Markierung aufdrehen*). Die Pumpe bleibt eingeschaltet (Steckerleiste ein).
- (Ggf. kann auch mit Versuchsteil 4 fortgefahren werden.)

3) Bestimmung des Wasserwertes

- Nach Schließen der Dewarkühlung (grüner Hahn zu) wird das System fünf Minuten equilibriert.
- Zur Kontrolle: Die Pumpe ist eingeschaltet (Steckerleiste an).
- Die Kalibrierheizung wird eingeschaltet („NETZ“-Schalter).
- Die Spannung soll auf 20-25 V eingestellt werden.
- Jede Minute werden Spannung und Stromstärke an der Kalibrierheizung abgelesen und die Wasserbadtemperatur notiert, um die sich einstellende Temperaturdifferenz zu erhalten.
- Nach zehn Minuten werden Pumpe (grüner Hahn zu) und Kalibrierheizung („NETZ“-Schalter aus) ausgeschaltet.
- Der Wasserwert wird anhand der zugeführten elektrischen Leistung, der Zeit und der Temperaturdifferenz berechnet.

4) Bestimmung des Ethanolgehaltes

- Zum Schluss werden mittels Pyknometers die Dichten (1) des eingesetzten Gemisches (Feed), (2) der verbliebenen Sumpfflüssigkeit sowie (3) des Destillats bestimmt.
- Das Pyknometer sowie die Spritze werden mit der zu analysierenden Flüssigkeit gespült.
- Das Pyknometer wird vollständig und blasenfrei mit der Spritze bis zum Rand befüllt.
- Der Stopfen wird aufgesetzt, sodass etwas Flüssigkeit überläuft.
- Das Pyknometer wird vollständig abgetrocknet und an der *Feinwaage Precisa* (Waage neben der Tür) gewogen.
- Mittels beiliegender Tabelle wird der Alkoholgehalt ermittelt.
- Alle Flüssigkeiten aus dem Versuch werden anschließend in einer Flasche gesammelt (Braunglasflasche Aufschrift „RESTE“). Die Kolben werden gespült und im Trockenschrank getrocknet.

Aufgabenstellung

- 1) Ermitteln Sie die **Zusammensetzung** von Feed, Sumpf und Destillat (in Gew%, Vol%, mol% und g EtOH).
- 2) Stellen Sie eine **Massenbilanz** auf. Wodurch kann es zu Massenverlusten kommen?
- 3) Beschreiben Sie, zu welcher Temperaturerhöhung im Wasserbad es allein durch das Betreiben der **Pumpe** kommt (Einheit: K/min). Stellen Sie die Messergebnisse in einem Temperatur-gegen-Zeit-Diagramm dar. Beachten Sie, dass die Temperaturerhöhung durch die Pumpe sowohl in die Bestimmung des Wasserwerts (4) als auch in die Wärmebilanz der Destillation (5) eingeht.
- 4) Bestimmen Sie den **Wasserwert** des Kalorimeters. Stellen Sie die Messergebnisse in einem Temperatur-gegen-Zeit-Diagramm dar.
- 5) Stellen Sie die Messergebnisse der **Destillation** in einem Temperatur-gegen-Zeit-Diagramm dar und erläutern Sie den Verlauf der drei Kurven.

Zeigen Sie schematisch, an welchen Stellen während der Destillation Wärme in das System eingeht, wo Wärme übertragen und ggf. frei wird.

Stellen Sie eine Wärmebilanz für die Destillation auf, in die Sie folgende Parameter einbeziehen:

Q_{Heizpilz} , $Q_{\text{Wasserbad}}$, $Q_{\text{Feed, Erhitzen}}$, $Q_{\text{Destillat, Verdampfen}}$, $Q_{\text{Destillat, Kondensieren}}$, $Q_{\text{Destillat, abkühlen}}$

Wie viel Energie muss der Heizpilz (theoretisch) aufbringen, um den Feed zu erhitzen und zu verdampfen? Inwieweit geht die vom Heizpilz eingebrachte Energie auf das Kühlwasser im Dewar über? Wodurch kommt es zu Wärmeverlusten?

- 6) Ermitteln Sie anhand eines McCabe-Thiele-Diagramms (→Literaturrecherche; Quelle bitte angeben) den maximal erreichbaren Ethanolgehalt im Destillat für den hier verwendeten Aufbau (in mol% und Gew%). Welche Annahmen müssen für diese Überlegungen getroffen werden?
- 7) Wodurch lässt sich eine erhöhte Trennleistung für das Wasser/Ethanol-Gemisch erreichen?

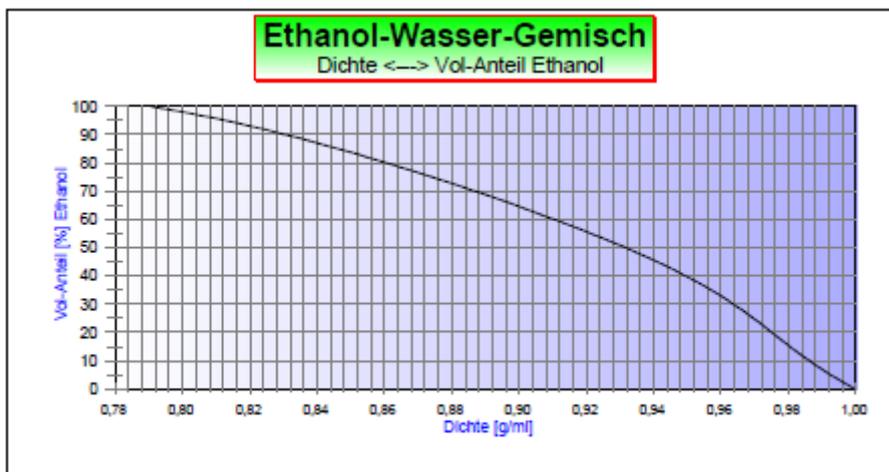
Das Messprotokoll wird am Versuchstag vom Assistenten unterschrieben und ist an den Bericht anzuheften. Bei der zweiten Abgabe des Berichts ist die erste Version hinter die Korrektur zu heften. Bitte erstellen Sie eine Beispielrechnung, bevor Sie Ergebnistabellen angeben.

Anhang

Tabelle 1: Dichte von Ethanol/Wasser-Gemischen verschiedener Zusammensetzung bei 20°C

Ethanol-Wasser-Gemische								
Dichte(20) [g/ml]	Gew%- Ethanol	Vol%- Ethanol	Dichte(20) [g/ml]	Gew%- Ethanol	Vol%- Ethanol	Dichte(20) [g/ml]	Gew%- Ethanol	Vol%- Ethanol
1,00000	0	0	0,94662	35	41,9	0,87158	69	76,0
0,99813	1	1,3	0,94473	36	43,0	0,86920	70	76,9
0,99629	2	2,5	0,94281	37	44,1	0,86680	71	77,8
0,99451	3	3,8	0,94086	38	45,2	0,86440	72	78,6
0,99279	4	5,0	0,93886	39	46,3	0,86200	73	79,5
0,99113	5	6,2	0,93684	40	47,4	0,85958	74	80,4
0,98955	6	7,5	0,93479	41	48,43	0,85716	75	81,2
0,98802	7	8,7	0,93272	42	49,51	0,85473	76	82,1
0,98653	8	10,0	0,93062	43	50,6	0,85230	77	83,0
0,98505	9	11,2	0,92849	44	51,6	0,84985	78	83,8
0,98361	10	12,4	0,92636	45	52,6	0,84740	79	84,6
0,98221	11	13,6	0,92421	46	53,7	0,84494	80	85,4
0,98084	12	14,8	0,92204	47	54,7	0,84245	81	86,2
0,97948	13	16,1	0,91986	48	55,8	0,83997	82	87,1
0,97816	14	17,3	0,91766	49	56,8	0,83747	83	87,9
0,97687	15	18,5	0,91546	50	57,8	0,83496	84	88,7
0,97560	16	19,7	0,91322	51	58,8	0,83242	85	89,5
0,97431	17	20,9	0,91097	52	59,8	0,82987	86	90,2
0,97301	18	22,1	0,90872	53	60,8	0,82729	87	91,0
0,97169	19	23,3	0,90645	54	61,8	0,82469	88	91,8
0,97036	20	24,5	0,90418	55	62,8	0,82207	89	92,5
0,96901	21	25,7	0,90191	56	63,8	0,81942	90	93,2
0,96763	22	26,9	0,89962	57	64,8	0,81674	91	94,0
0,96624	23	28,1	0,89733	58	65,8	0,81401	92	94,7
0,96483	24	29,2	0,89502	59	66,8	0,81127	93	95,4
0,96339	25	30,4	0,89271	60	67,7	0,80848	94	96,1
0,96190	26	31,6	0,8904	61	68,6	0,80567	95	96,7
0,96037	27	32,7	0,88807	62	69,6	0,8028	96	97,4
0,95880	28	33,9	0,88574	63	70,5	0,79988	97	98,1
0,95717	29	35,1	0,88339	64	71,5	0,79688	98	98,7
0,95551	30	36,2	0,88104	65	72,4	0,79383	99	99,3
0,95381	31	37,4	0,87869	66	73,3	0,79074	100	100,0
0,95207	32	38,5	0,87632	67	74,2			
0,95028	33	39,6	0,87396	68	75,1			
0,94847	34	40,7						

Merck: Tabellen für das chemische Labor, S. 9



Messprotokoll zum Versuch Wärmebilanz Destillation Ethanol/Wasser

Assistentin: Vanessa Schneck (S05 R01 L23, -3039)

(Gruppe: /Datum:)

Massenbilanz

Masse Sumpfkolben leer:	$m_{S,l} =$ _____
Masse Sumpfkolben mit Gemisch <u>vor</u> Destillation:	$m_{S,vor} =$ _____
Masse Sumpfkolben <u>nach</u> Destillation:	$m_{S,nach} =$ _____
Masse Destillatkolben leer:	$m_{D,l} =$ _____
Masse Destillatkolben <u>nach</u> Destillation:	$m_{D,n} =$ _____

Masse Feed	$m_{Feed} =$ _____
Masse Sumpf	$m_{Sumpf} =$ _____
Masse Destillat	$m_{Destillat} =$ _____

Von der Pumpe ins System eingebrachte Leistung

Zeit [min]	Wasserbadtemperatur [°C]
0	
1	
2	
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	
10	

Bestimmung des Wasserwertes

Zeit [min]	Temperatur [K]
0	
1	
2	
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	
10	

Spannung [V]	Stromstärke [A]

Pyknometer

	Masse mit Feed	Masse mit Sumpf	Masse mit Destillat
1. Wert			
2. Wert			
3. Wert			
Mittelwert	$m_{P,Feed} =$ _____	$m_{P,Sumpf}$ _____	$m_{P,Destillat} =$ _____

Angegebene Daten

Spezifische Wärmekapazität [kJ/(kg K)]	Wasser	4,182
	Ethanol	2,428
Verdampfungsenthalpie [kJ/mol]	Wasser	40,7
	Ethanol	40,5
Leermasse des Pyknometers [g]		7,0766
Volumen des Pyknometers [mL]		2,6739

Datum, Unterschrift des Betreuers