

# TC-PRAKTIKUM

## PRAKTIKUMSORDNUNG TC-PRAKTIKUM

### 1. VORAUSSETZUNGEN ZUR ANMELDUNG:

- Laufzettel/Scheine mitbringen
- Anmeldung nur in Zweiergruppen
- Für die verschiedenen Studiengänge gelten die in der Tabelle angegebenen Eingangsvoraussetzungen

TC-Praktikum	Studiengang				
	Chemie Diplom	Chemie Bachelor	Lehramt	Life Science Bachelor (TC I)	Life Science Bachelor (TC II Wahlpflicht)
Eingangsvoraussetzungen	-Klausur TC I -Vordiplom	- Klausur TC I - Mathe I /II	- Mind.10 Wochen TC I	- Klausur TC I (mind. 10 Wo TC I)	- Klausur TC II

### 2. SICHERHEITSHINWEISE:

Bei der Anmeldung zum Praktikum findet eine Sicherheitsbelehrung statt. Jeder Studierende hat zu bestätigen, dass er mit den allgemeinen Regeln über sicheres Arbeiten im Labor vertraut ist. Hefte mit den Richtlinien über "Sicheres Arbeiten im Labor" können bei der Anmeldung und im Praktikumsraum eingesehen werden.

**Rauchen, Essen und Trinken im Labor sind verboten!**

**Es ist eine Schutzbrille und entsprechende Schutzkleidung zu tragen!**

### 3. AUFBAU DES PRAKTIKUMS

Das Praktikum der Technischen Chemie besteht aus 3 Blöcken:

- Block I**
- Verweilzeitverteilung
  - Umsatzverhalten isothermer Reaktoren

- Autotherme Reaktionsführung oder Temperaturregelung

**Block II - Wärmeübertragung in der Wirbelschicht**

- Strömungsmessung

**Block III - Enzyme**

- Adsorption
- Planung und Beurteilung von Destillationsanlagen mit Hilfe der Simulationssoftware ASPEN

In Block I kann zwischen Autotherme oder Temperaturregelung (Bitte Zusatzskript beachten!) gewählt werden. In Block III kann zwischen den Versuchen "Adsorption" und "Planung und Beurteilung von Destillationsanlagen mit Hilfe der Simulationssoftware ASPEN" (Wichtig!! Für diesen Versuch bei Versuchsanmeldung das Zusatzskript abholen) gewählt werden.

#### **4. VORGABEN UND FRISTEN**

Die Studienordnung der Naturwissenschaftlichen Fakultät an unserer Universität schreibt vor, dass die erfolgreiche Teilnahme an einem Praktikum „durch das Lösen der praktischen Aufgaben, ihre Protokollierung und die Kolloquien nachgewiesen wird.“ Diese Leistungen sind von jedem Studentin/Studenten einzeln zu erbringen.

Im Rahmen der Praktikumsordnung werden folgende Regeln festgelegt:

- Termine für einen neuen Block werden erst nach vollständiger Beendigung des vorherigen Blocks vergeben. Ein Block ist abgeschlossen wenn die Protokolle zu den Versuchen abgegeben sind.
- Pro Tag darf nur ein Versuch belegt werden. Der Versuch wird in der Regel im Anschluss an ein 30-60 minütiges Kolloquium durchgeführt. (Ausnahme: Block I, praktische Durchführung Verweilzeitmessungen und Umsatzverhalten).
- Die Protokolle sollten ca. 10-15 Seiten umfassen mit einem kurzen theoretischen Teil und einer ausführlichen Versuchsauswertung. (Details zu den Versuchen siehe Skript TC-Praktikum)
- 1. Abgabe des Protokolls bis spätestens 4 Wochen nach der Versuchsdurchführung.

- **Abgabe der 1. Korrektur spätestens nach einer Woche.**
- **Ein Versuch muss nach 5 Wochen abgeschlossen sein.**  
**(Ausnahme VWZ/EV Block I, hier sind es 3 Monate)**
- **bei Nichteinhaltung der Fristen müssen Kolloquium und Versuch wiederholt werden.**

**Die folgende Tabelle zeigt, welche Voraussetzungen erfüllt sein müssen um das Praktikum erfolgreich abzuschließen.**

TC-Praktikum	Studiengang					
	Chemie Diplom	Chemie Bachelor	Chemie Master	Lehramt	Life Science Bachelor (TC I)	Life Science Bachelor (TC II Wahl- pflicht)
<b>A. Reaktionstechnik</b>						
Verweilzeitmessungen	X	X		X	X	-
Umsatzverhalten	X	X		X	X	-
Autotherme Reaktionsführung oder Temperaturregelung	X	X	X (den im Bach. nicht gewählten)	-	-	-
<b>B. Stoff- u. Wärmeaustausch</b>						
Strömungsmessungen	X	-	X	-	-	X
Wirbelschicht	X	X		X	-	X
<b>C. Trennverfahren/ Biotechnologie</b>						
Destillation u. Rektifikation oder Adsorption	X	-	X/X (beide Versuche)	-	X Adsorption	X Destil- lation
Enzyme	X	X		X	-	
<b>Abschlusskolloquium</b>						
Abschlusskolloquium	X	X		X	X	
Klausur	X	X	X	-	X	X

## 5. ANMELDUNG, VERSUCHSTERMINE UND ASSISTENTEN

	Wer	Wo
Anmeldung	Martina Weiß	R123 a.G.
Terminvergabe	Dr. Michael Dors	R264 a.G.
Versuch	Assistent	Labor
Verweilzeitverhalten	Patrick. Lindner R. 263. a.G.	R 223 a.G.
Umsatzverhalten isotherm. Reaktoren	Astrid Engel R. 109 LNQE	R 223 a.G.
Autotherme Reaktionsführung	Christoph Wolff R. 163. a.G.	R 223 a.G.
Regelung	Jin Meng 265 a.G.	R. 225 a.G.
Strömungsmessung	Stefanie Holz R. 262. a.G.	R 225 a.G.
Wirbelschicht	Isabelle Schoenbeck R165 a.G.	R 225 a.G.
Adsorption	Memet Ünal R. 163. a.G.	R 225 a.G.
Destillation	Alexander Babitzkij R.162. a.G.	R 225 a.G.
Enzyme	Daniel Landgrebe, Alexander Babitzkij R002 n.G./R. 162 a.G.	R 225 a.G.
a.G = altes Gebäude n.G. = neues Gebäude LNQE= Labor für Nano- u. Quantenengineering, Schneiderberg 39		

## VERWEILZEITVERTEILUNG

### **Literatur:**

1. Baerns, Hoffmann, Renken; Chemische Reaktionstechnik  
Lehrbuch der Technischen Chemie, Band 1, G. Thieme Verlag
2. Vorlesung Technische Reaktionsführung I, II, Vorlesungsskript  
A. Renken, K. Schügerl, H. Helmrich
3. E. Fitzer, W. Fritz; Technische Chemie  
2. Auflage Berlin, Springer, 1982
4. F. Patat, K. Kirchner; Praktikum der Technischen Chemie, de Gruyter, Berlin,  
New York 1986
5. O. Levenspiel; Chemical Reaction Engineering , John Wiley, New York 1972
6. K.G. Denbigh, J.C.R. Turner; Einführung in die chemische Reaktionstechnik,  
Verlag Chemie, Weinheim 1971

### **Stichworte:**

- Versuchsaufbau und Durchführung
- Charakterisierung der verschiedenen idealen Reaktoren
- Reaktionsführung - kontinuierlich, diskontinuierlich
- Reale Reaktoren und deren Beschreibung anhand von Modellen  
(Zellen-, Dispersionsmodell)
- Verweilzeit, Verweilzeitverteilung
- Testsignale und deren Auswertung
- Momentenmethode
- Gewichtsfunktion, Faltungintegral
- $E(t)$ ,  $F(t)$ ,  $I(t)$ - Kurven
- Stoffbilanzgleichung, Umsatz

## **1. AUFGABENSTELLUNG:**

1. Für die folgenden Reaktoren bzw. Reaktorkombinationen ist jeweils die Verweilzeitverteilung bei gleichem Volumenstrom zu messen.
  - 1.1 Strömungsrohr (PFR)
  - 1.2 kontinuierlicher Rührkessel (CSTR)
  - 1.3 Strömungsrohr - kont. Rührkessel (PFR - CSTR)
2. Für jeden Versuch sind aus der Verweilzeitverteilung  $E(t)$  die mittlere Verweilzeit und die Varianz anhand der Momentenmethode zu berechnen.
3. Für den kont. Rührkessel, das Strömungsrohr und die Kombination sind  $E(\Theta)$  und  $F(\Theta)$  mit  $\Theta=t/\tau$  zu zeichnen.
4. Für das Strömungsrohr und die Reaktorkombination sind die Bo-Zahl (Dispersionsmodell) und die Kesselzahl  $N$  (Zellenmodell), für das Strömungsrohr außerdem die Re-Zahl, zu berechnen.
5. Für die beiden Reaktoren und die Reaktorkombination ist anhand der Verweilzeit der Umsatz für eine Reaktion 1. Ordnung ( $k= 0,307 \text{ min}^{-1}$ ) zu berechnen.
6. Das Versuchsprotokoll soll neben einem kurzen theoretischen Teil über die Stichworte im wesentlichen die gründliche Ausarbeitung der Messergebnisse, deren Diskussion und eine Fehlerbetrachtung enthalten. Die zur Berechnung notwendigen, während des Versuchs aufgezeichneten, Daten (bitte eine Diskette mitbringen) sind dem Protokoll beizufügen. Zur Auswertung der aufgenommenen Daten können die Rechner des CIP-Pools genutzt werden.

## **2. VERSUCHSDURCHFÜHRUNG:**

Vor Beginn des Versuchs wird der entsprechende Vorratsbehälter mit Leitungswasser gefüllt. Es ist während des Versuchs darauf zu achten, dass dieser Behälter ständig gefüllt ist, damit keine Luftblasen in den Versuchsaufbau gelangen. Luftblasen würden zur Zerstörung der Pumpen führen. Die beiden unteren T-Hähne (1a, 1b) müssen auf den Wasservorratsbehälter eingestellt werden. Die Einstellung

der Pumpen soll nicht verändert werden. Der exakte Volumenstrom wird durch Umstellen des Auslaufs am Dreiwegehahn (2) mittels eines Standzylinders über einen Zeitraum von zwei Minuten gemessen und sollte ca. 500 ml/min betragen.

Zum Anschalten der Versuchsapparatur muss der Hauptschalter (Steckerleiste) eingeschaltet werden. Die Pumpen werden über einen separaten Schalter eingeschaltet. Über einen Messzellenumschalter können die verschiedenen Messzellen angewählt werden. Zur genauen Erfassung der Leitfähigkeit dient das digitale Messgerät. Die Messdatenerfassung erfolgt mit dem PC. Am Leitfähigkeitsmessgerät werden die aktuellen Leitfähigkeits- und Temperaturwerte angezeigt. Das Messgerät arbeitet mit einer automatischen Temperaturkompensation. Die Referenztemperatur beträgt 25°C.

Sobald der Thermostat die vorgegebene Temperatur von ca. 41°C erreicht hat, werden die Pumpen eingeschaltet und gleichzeitig der Hahn 2 für den Auslauf geöffnet (bitte darauf achten, dass der Hahn des Vorratsbehälters geöffnet ist!). Nach einer Anlaufzeit von fünf Minuten zum Spülen der Apparatur und zum Entfernen einiger Luftblasen kann mit dem Entlüften der Leitungen begonnen werden. Die Messzellen liefern falsche Werte wenn sie Luftblasen enthalten. Die Luftblasen werden während des Pumpbetriebes über die Entlüftungstutzen an den Messzellen entfernt (Zweiwegehahn). Danach erfolgt die genaue Einstellung des Flüssigkeitsvolumens im CSTR. Ein zu niedriger Stand wird durch Schließen des Dreiwegehahns am Auslauf und (!) Öffnen des Stopfens am CSTR bei laufenden Pumpen reguliert. Bei zu hohem Flüssigkeitsspiegel werden die Pumpen ausgeschaltet und der Dreiwegehahn so eingestellt, dass die Flüssigkeit abgesaugt werden kann. Wenn die Pumpen danach eingeschaltet werden und gleichzeitig Hahn 2 geöffnet wird, fixiert das unter Druck stehende Luftpolster im CSTR den Flüssigkeitsspiegel. Die Einstellung des stationären Zustandes wird über die Messzelle 3 verfolgt. In den Reaktoren herrscht eine Temperatur von ca. 41°C. Die Leitfähigkeit von H<sub>2</sub>O beträgt dann ca. 0,64 mS/cm.

Die Verweilzeitverteilungskurven werden über die Veränderung der Leitfähigkeit nach Zugabe eines Spurstoffes gemessen. Als Tracer wird eine ausstehende KCl-Lösung verwendet. Die nicht verbrauchte Lösung ist am Ende des Versuches wieder zurückzufüllen. Nach Erreichen eines konstanten Grundsignals kann mit dem Einspritzen des Tracers an den dafür vorgesehenen Septen begonnen werden (CSTR 5 ml, PFR 2 ml, PFR-CSTR 5 ml). Die Kurven werden mindestens über einen Zeitraum von vier hydrodynamischen Verweilzeiten aufgenommen. Vor jedem neuen

Versuch muss die Apparatur solange mit Wasser gespült werden bis die Leitfähigkeit auf den Wert von  $\text{H}_2\text{O}$  gesunken ist.

Am Ende des Versuchs ist die Apparatur mit Wasser zu spülen und auszuschalten. Die Dreiwegehähne 1a und 1b müssen auf Wasser eingestellt sein. Der Platz ist sauber zu hinterlassen.

Daten:

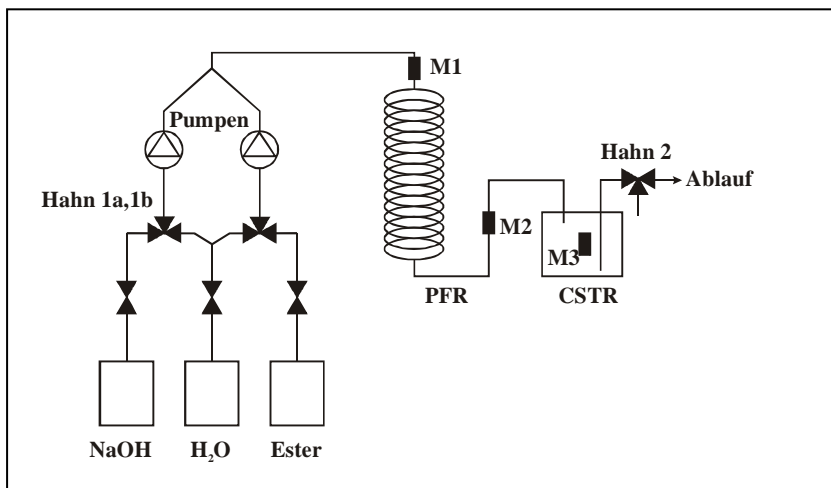
$V_R$  (Rührkessel) = 650 ml (850ml) (an der Markierung)

$V_R$  Strömungsrohr = 520 ml

$\varnothing$  Strömungsrohr = 10 mm

Chemikalien: Kaliumchlorid

### 3. VERSUCHSAUFBAU





# UMSATZVERHALTEN ISOTHERMER REAKTOREN

## **Literatur :**

1. Baerns, Hoffmann, Renken; Chemische Reaktionstechnik  
Lehrbuch der Technischen Chemie, Band 1, G. Thieme Verlag
2. Vorlesung Technische Reaktionsführung I, II, III, Vorlesungsskript  
A. Renken, K. Schügerl, H. Helmrich
3. Fitzer, Fritz ; Technische Chemie ,Springer Verlag
4. F. Patat, K. Kirchner; Praktikum der Technischen Chemie, de Gruyter,  
Berlin, New York 1986
5. M. Jakubith; Chemische Verfahrenstechnik VCH (1991)

## **Stichworte :**

- Versuchsaufbau und Durchführung
- Auswertung
- Berechnung des Umsatzverhaltens idealer Reaktoren
- Einfluss der Kinetik und der Betriebsbedingungen auf den Umsatz realer Reaktoren
- Bestimmung kinetischer Daten
- Begriffe : Mikrokinetik, Makrokinetik, Ausbeute, Selektivität
- Segregation und Zeitpunkt der Vermischung, Auswirkungen auf den Umsatz
- Graphische Methode nach Hoffmann-Schönemann

## **1. AUFGABENSTELLUNG :**

Der Einfluss der Durchmischung auf den Umsatz in kontinuierlich betriebenen isothermen Reaktoren soll untersucht werden. In einer Reihenschaltung von Strömungsrohr und Rührkesselreaktor wird die alkalische Verseifung von Essigsäureäthylester durchgeführt. Unter den gegebenen Versuchsbedingungen kann die Modellreaktion als eine irreversible Reaktion zweiter Ordnung betrachtet werden. Der Verlauf der Reaktion wird durch Leitfähigkeitsmessungen verfolgt, Messzellen befinden sich vor dem Strömungsrohr, zwischen beiden Reaktoren und im Rührkessel.

1. Ermitteln Sie im kontinuierlichen Versuchsteil den Umsatz der einzelnen Reaktoren und der Reaktorkombination aus den im stationären Zustand gemessenen Leitfähigkeitswerten.
2. In einem diskontinuierlichen Versuch soll die Geschwindigkeitskonstante der Reaktion bestimmt werden ( lineare Regression ! ). Außerdem ist mit Hilfe des ermittelten Umsatz-Zeit-Verhaltens später eine Auswertung nach Hoffmann-Schönemann möglich.
3. Berechnen Sie für den kontinuierlichen Versuchsteil die Umsätze mit Hilfe der entsprechenden Gleichungen unter Annahme idealer Reaktoren und Mikrovermischung. Als Verweilzeiten sollen sowohl die über die Momentenmethode berechneten Werte (Versuch "Verweilzeitverteilung") als auch die mittleren hydrodynamischen Verweilzeiten berücksichtigt werden.
4. Stellen Sie die experimentellen und die theoretisch berechneten Werte in einer Tabelle zusammen und interpretieren Sie auftretende Abweichungen. Diskutieren Sie den Einfluss der Durchmischung und des Zeitpunktes der Durchmischung auf den Umsatz. Ist ein sinnvoller Vergleich mit dem Umsatz im Satzreaktor möglich?
5. Ermitteln Sie unter Annahme totaler Segregation den Umsatz im kontinuierlichen Rührkesselreaktor nach der Methode von Hoffmann und Schönemann (  $F(t)$ -Werte aus dem Versuch Verweilzeitverteilung ). Lässt sich eine Aussage über den Segregationsgrad machen? Welche Umsätze würden sich für die Reaktorkombinationen (PFR-CSTR, CSTR-PFR) bei totaler Segregation ergeben?
6. Das Protokoll soll neben einer kurzen Einleitung und Versuchsbeschreibung eine Zusammenstellung der Messwerte (bitte eine Diskette mitbringen) und eine ausführliche Auswertung enthalten, so dass die Berechnungen nachvollziehbar sind. In der Fehlerbetrachtung soll für die verschiedenen Fehlerquellen versucht werden, Größe und Auswirkungen abzuschätzen.

## **2. VERSUCHSDURCHFÜHRUNG :**

### Kontinuierlicher Betrieb

Für den Versuch müssen jeweils 10 Liter Natronlauge (ca. 0,05 M) und Esterlösung (ca. 0,03 M) angesetzt werden. Dazu löst man 20 g NaOH in einem Liter Wasser und füllt dann im Behälter 1 auf 10 l auf. Die exakte Konzentration wird durch Titration von je 10 ml Natronlauge mit 0,1 M HCl bestimmt (falls nicht mehr vorhanden mit FIXANAL nach Gebrauchsanweisung ansetzen) - ein Tropfen Bromthymolblau als Indikator - Doppelbestimmung!

Zur Herstellung der Esterlösung werden 26,5 g (bzw. 29,4 ml) Ester im Behälter 2 auf 10 Liter aufgefüllt.

Der Thermostat hat etwa 20 min nach dem Anschalten die vorgegebene Temperatur von 44°C (Reaktortemperatur ca. 41°C) erreicht. Da nun werden die Dreiwegehähne (1a, 1b) auf Esterlösung und Natronlauge umgestellt (darauf achten, dass die Hähne der Vorratsbehälter geöffnet sind!), die Pumpen eingeschaltet und gleichzeitig Hahn 2 geöffnet. Anschließend entlüftet man die Apparatur und wartet ab, bis der Leitfähigkeitswert der Messzelle 3 (im CSTR) konstant ist (mindestens 15 min), d.h. bis sich angenähert ein stationärer Zustand in der Apparatur eingestellt hat. Jetzt können die Leitfähigkeitswerte der drei Messzellen abgelesen werden.

Die Temperatur in den Reaktoren beträgt ca. 41°C.

700 (900ml) ml des Reaktionsgemisches werden am Auslauf aufgefangen und nach mindestens 90 min Wartezeit die Leitfähigkeit gemessen. Bei vollständigem Umsatz ergibt sich aus der so ermittelten Acetat-Endkonzentration die Konzentration der eingesetzten Esterlösung.

Nach Beendigung der Messungen werden die Pumpen ausgeschaltet und gleichzeitig Hahn 2 geschlossen. Die Dreiwegehähne 1a bzw. 1b werden wieder auf Wasser gestellt. Solange die Pumpen aus sind sollte der Hahn zum Vorratsgefäß Wasser geschlossen sein.

### Diskontinuierlicher Betrieb

Vor Beginn des Versuchs werden die Dreiwegehähne (1a, 1b) auf Wasser umgestellt, der Hahn zum Vorratsgefäß wird geöffnet. Danach werden die Pumpen eingeschaltet und gleichzeitig Hahn 2 geöffnet. Man verfolgt die Abnahme der Leitfähigkeit, bis der Wert der Meßzelle 3 konstant bleibt (ca. 0,64 mS/cm). Die Pumpen werden ausgeschaltet, der Hahn zum Vorratsbehälter geschlossen und das

Wasser aus dem CSTR vollständig abgesaugt. Der Rührkessel wird mit 325 (425) ml Natronlauge und 325 (425) ml Wasser gefüllt. Sobald die Leitfähigkeit konstant ist (Temperatureinstellung), wird der Anfangswert (Natronlauge) abgelesen und dann 1 (1,3) ml unverdünnter Ester eingespritzt. Die Abnahme der Leitfähigkeit wird bis zum vollständigen Umsatz (ca. 30 min) aufgezeichnet. Aus dem Endwert lässt sich die eingespritzte Estermenge ermitteln.

Am Ende des Versuches sollen die Apparatur und die Behälter mit Wasser gespült werden!

### **3. VERSUCHSAUFBAU: siehe "Verweilzeitverteilung"**

Daten :

$V_R$  (Rührkessel) = 650 ml (850) (Markierung)

$V_R$  (Strömungsrohr) = 520 ml

Temperatur 41°C

Chemikalien :

NaOH (40 g/mol)

HCl (0,1 M)

Bromthymolblau

Essigsäureethylester ( 88,1 g/mol Dichte 0,9 g/ml )

# **AUTOTHERME REAKTIONSFÜHRUNG**

## **LITERATUR (Z.B.):**

- W.C. Cohen, J.L. Spencer; Chem.Eng.Prog. 58, 40 - 41,1962
- K.R. Westerp, W.P.M. van Swaij, A.A.C.M. Beenackers: Chemical Reactor Design and Operation; J. Willey, New York, 1984, Kap. VI
- M. Baerns, H. Hoffmann, A. Renken: Chemische Reaktionstechnik; Thieme Verlag, Stuttgart, 1987

-

## **THEORETISCHE VORBEREITUNG:**

- Versuchsaufbau, Durchführung und Auswertung
- Reaktor-Grundtypen
- Arten der Betriebsführung (isotherme, adiabatische, polytrope und autotherme)
- Stoff- und Wärmebilanz für die Grundtypen chemischer Reaktoren (allgemein und speziell für die einzelnen Reaktortypen)
- Strömungsverhalten im leeren Rohr (Def. und Strömungsprofile laminar/turbulent; Re-Zahl, Prandtl Grenzschicht etc)
- Umsatzverhalten einer exothermen Reaktion im gekühlten CSTR (s. Versuch)
- Stabile und instabile Arbeitspunkte (Zünden/Löschen)
- Heterogene Katalyse als Beispiel für eine polytrope Reaktionsführung (Hordenreaktor)

1.

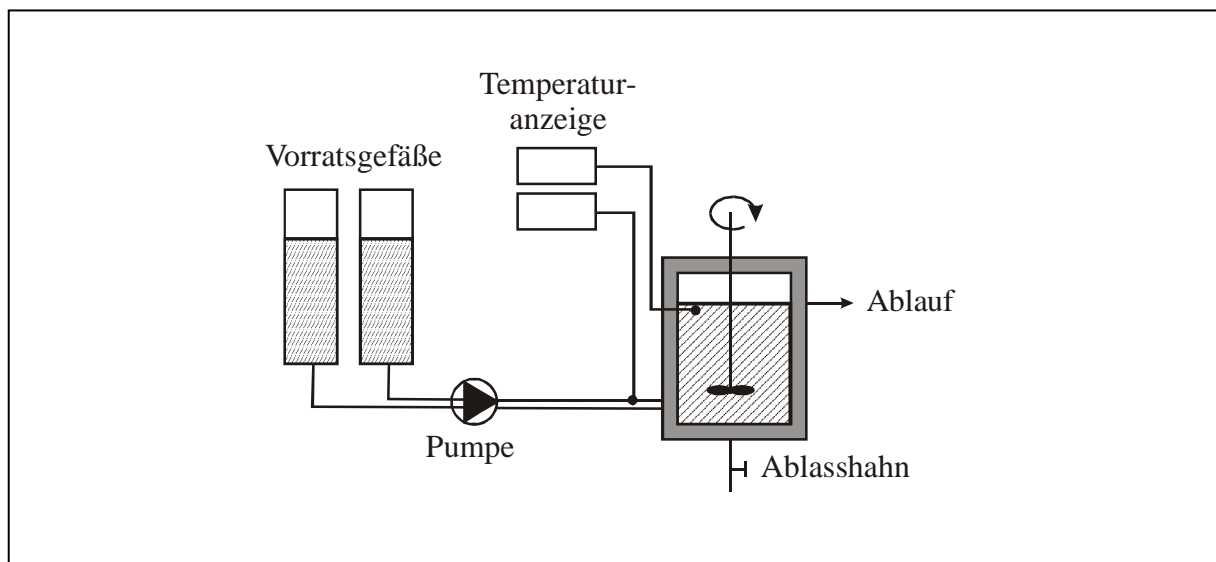
## 1. AUFGABENSTELLUNG :

Es ist das Umsatzverhalten eines adiabatischen, kontinuierlichen Rührkesselreaktors bei autothermer Reaktionsführung zu untersuchen. Dabei soll der Einfluss unterschiedlicher Einlaufkonzentrationen und Verweilzeiten auf die Betriebspunkte des Reaktors ermittelt werden. Als Modellreaktion dient die Reaktion von Natriumthiosulfat (A) mit Wasserstoffperoxid (B) in wässriger Lösung.



Als Messdaten werden die Einlauftemperatur und die Reaktortemperatur bei Variation der Ausgangskonzentration und des Durchsatzes bestimmt. Aus der Temperatur, die sich aus dem Schnittpunkt der Wärmeerzeugungskurve mit der Wärmeabfuhrgeraden ergibt, ist der theoretische Umsatz zu bestimmen und mit dem tatsächlichen Umsatz zu vergleichen, der sich aus der gemessenen Reaktortemperatur ergibt. Eine Diskussion der ermittelten Werte ist vorzunehmen.

## 2. VERSUCHSAUFBAU:



### 3. VERSUCHSDATEN:

- Reaktionsgeschwindigkeit  
bezogen auf obige Reaktion  $r_V = k c_A c_B$  [mol/m<sup>3</sup>s]
- mit Arrhenius Konstante  $k_0 = 6,853 \cdot 10^{11}$  [l/mol s]
- und Aktivierungsenergie  $E_A = 76,5$  [kJ/mol]
  
- Reaktionsenthalpie  $\Delta H_R = -1211,73$  [kJ/mol]
- Reaktorvolumen  $V_R = 0,47$  [l]
  
- Produkt aus Dichte  
und Wärmekapazität  $\rho c_p = 3,97746$  [kJ/K l]
  
- Molmasse (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · 5 H<sub>2</sub>O)M = 248 [g/mol]

### 4. VERSUCHSDURCHFÜHRUNG:

1. Mit Leitungswasser sind je 4 l Natriumthiosulfat- und Wasserstoffperoxid- (c = 35 Gew.%) Lösungen anzusetzen. Die Konzentration der Thiosulfatlösung soll 0,8 mol/l, die Konzentration der Peroxidlösung soll 1,6 mol/l betragen. Die exakten Konzentrationen sind titrimetrisch zu bestimmen.
  
2. Die Bestimmung der Thiosulfatkonzentration erfolgt durch jodometrische Rücktitration. Hierzu werden 10 ml der angesetzten Thiosulfatlösung 1:10 verdünnt. 10 ml dieser verdünnten Lösung werden mit 2 ml 1 n I<sub>2</sub> - Lösung versetzt. Das überschüssige Jod wird sofort gegen 0,1 m Thiosulfatlösung titriert. Wenn die Jodlösung nur noch schwach gelb gefärbt ist, werden ca. 2 ml Stärkelösung zugegeben und bis zur Entfärbung titriert.
  
3. Zur Bestimmung der Wasserstoffperoxidkonzentration werden 10 ml der angesetzten Lösung 1:10 verdünnt. 10 ml dieser verdünnten Lösung werden mit 30 ml 0,2 m Kaliumjodidlösung sowie 20 ml verdünnter Schwefelsäure und einer katalytischen Menge Ammoniummolybdatlösung versetzt. Die Titration erfolgt erneut gegen 0,1 m Thiosulfatlösung.

4. Die Lösungen sind in die jeweiligen Vorratsgefäße zu füllen. Der Ablasshahn des Reaktors wird geschlossen. Die Schläuche werden in den Kassetten festgeklemmt. Die Pumpen einschalten und die entsprechenden Volumenströme einstellen. Für Versuchsteil 1: Gesamtvolumenstrom von 2 l/h, d.h. Teilvolumenströme von 1 l/h einstellen (Pumpeneinstellung 150). Über die Temperaturanzeigen lassen sich die Temperatur im Reaktor bzw. die Einlauftemperatur verfolgen. Sind stationäre Bedingungen erreicht (keine nennenswerten Temperaturschwankungen), sind die Reaktortemperatur und die Einlasstemperatur aufzunehmen.
5. Gemäß Durchführungsbeschreibung 4.) ist der gleiche Versuch mit einem Gesamtvolumenstrom von 4 l/h, d.h. Teilvolumenströme von 2 l/h (Pumpeneinstellung 300), durchzuführen.
6. Die in den Vorratsbehältern verbliebenen Lösungen werden in Gefäße abgelassen und 1:1 verdünnt. Die tatsächlichen Konzentrationen sind gemäß Beschreibung 2.) bzw. 3.) titrimetrisch zu bestimmen. Mit diesen verdünnten Lösungen wird analog der Beschreibung 4.) eine Messung mit einem Gesamtvolumenstrom von 2 l/h durchgeführt.
4. Nach Beendigung der Versuchsreihen ist der Reaktorablasshahn zu öffnen und die Anlage mit Wasser zu spülen, sowie alle benutzten Geräte zu reinigen. Die Kassetten an den Pumpen öffnen. Ergeben sich Probleme, so ist der Assistent zu informieren.

## **5. VERSUCHSAUSWERTUNG:**

Mit Hilfe der im Versuch ermittelten Werte wie Einlass- und Reaktortemperatur, Konzentration und Volumenstrom, sowie den gegebenen Versuchsdaten, ist das Umsatzverhalten des adiabatischen kontinuierlichen Durchflussrührkesselreaktors zu bestimmen. Nach einer theoretischen Einführung ist die Versuchsdurchführung wiederzugeben. An die Auswertung, in der alle ermittelten Werte und Graphiken übersichtlich und nachvollziehbar darzustellen sind, schließt sich eine Diskussion der ermittelten Ergebnisse an.

Das handgeschriebene Messprotokoll soll bei der Abgabe des Protokolls beigelegt werden!



# **Temperaturregelung eines idealen polytropen Durchflussrührkessels: Grundtypen von Reglern**

## **Allgemeine Beschreibung**

**!!! ACHTUNG: Zusatzskript erforderlich !!!**

### **1.VERSUCHSZIEL**

Ziel des Versuchs ist es, ein grundlegendes Verständnis für Regelkreise zu vermitteln. Als Beispiel wird die Temperaturregelung eines polytropen, kontinuierlich betriebenen chemischen Reaktors untersucht. Der Versuch behandelt die folgenden Themen:

- 1 Einfache Grundtypen von Reglern
- 2 Verbesserung der Prozessdynamik und Störunterdrückung durch Regelung
- 3 Stabilität des Regelkreises

Die Durchführung des Versuches erfolgt mittels eines Simulationsprogramms im Rechner. Die Bedienoberfläche des Programms ist analog zu einem Prozessleitsystem gestaltet, um eine möglichst realitätsnahe Wirkung zu erreichen.

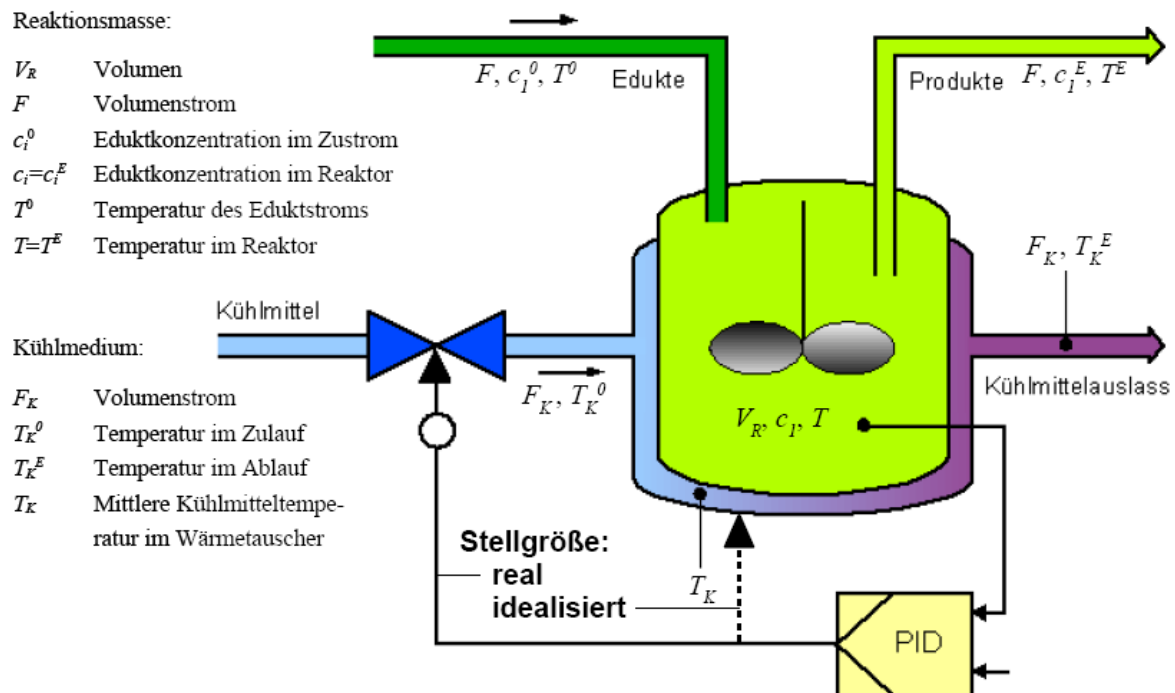
### **2.VERSUCHSANORDNUNG**

Der kontinuierlich betriebene Rührkesselreaktor ist zusammen mit dem Temperaturregler und den verwendeten Formelgrößen schematisch in Abb. 2.1 dargestellt. In Abweichung zur Vorlesung sind hier die Volumenströme mit dem Symbol  $F$  bezeichnet, da  $\dot{V}$  im Simulationsprogramm nicht darstellbar ist.

Im Reaktor laufe eine einfache, exotherme Reaktion mit Kinetik erster Ordnung ab. Um die Temperaturerhöhung zu begrenzen, wird die erzeugte Wärme größtenteils über einen Wärmetauscher - die als Doppelmantel ausgeführte Reaktorwand - auf ein Kühlmedium übertragen und abgeführt. Die für einen bestimmten Umsatz notwendige Reaktionstemperatur kann bei festem Eduktstrom durch einen mit dem Stellventil passend gewählten Kühlmittelstrom eingestellt werden.

Die Aufgabe einer Regelung ist es, den Prozess auf dem vorbestimmten Betriebspunkt zu halten und gegenüber Störungen unempfindlich zu machen. Bei einem chemischen Prozess kommen als Regelgrößen die Konzentrationen der Reaktanden oder die Temperatur in Frage. Eine Temperaturregelung hat den Vorteil,

dass diese Größe sehr leicht messbar ist und sich mittels der Temperatur die Reaktionsgeschwindigkeit und damit der Umsatz direkt kontrollieren lassen.



Bei der gezeigten Temperaturregelung erfolgt die Einstellung des Kühlmittelstroms  $F_K$  durch den Kühlmantel des Reaktors mittels des Reglers über ein Ventil. In diesem Versuch wird idealisierend angenommen, dass der Regler anstelle der realen Stellgröße Kühlmittelstrom ( $F_K$ ) direkt die Kühlmitteltemperatur  $T_K$  einstellt. Trotz dieser Vereinfachung, die besonders bei kleinen Reaktoren im Labormaßstab zulässig ist, haben die in diesem Versuch gewonnenen Ergebnisse allgemeinere Bedeutung.

Zur Regelung der Temperatur der Reaktionsmasse kommen hier folgende Grundtypen von Reglern zum Einsatz: Ein Proportionalregler (P) und ein Integralregler (I) als einfachste Reglertypen, sowie ein Proportional-Integral-Regler (PI) und ein Proportional-Integral-Differenzial-Regler (PID) als typische Vertreter etwas komplexerer Regler. Die Konfiguration der Regler erfolgt in der Bedienoberfläche des Simulationsprogramms.

### 3. THEORETISCHE GRUNDLAGEN

- Regelungstechnische Begriffe (Regelgröße, Führungsgröße, Regelkreis, Sollwert, Istwert, Regler, Regeldifferenz, Regelabweichung, bleibende Regelabweichung, Regelfaktor, Sensitivität)

- Grundtypen von Reglern (Proportionalregler, Integrierende Regler, Proportional-Integral-Differenzial-Regler)
- Automatik- und Handbetrieb
- siehe auch Zusatzskript

#### **4. LITERATUR**

- Handbuch „Simulationsprogramm für dynamische Prozesse“, Institut für Technische Chemie der Leibniz Universität Hannover
- Arbeitsblätter zur Vorlesung „Technische Reaktionsführung: Nicht-isotherme Reaktoren“, Institut für Technische Chemie der Leibniz Universität Hannover
- Müller-Erlwein: Computeranwendungen in der Chemischen Reaktionstechnik. VCH, Weinheim
- Reuter: Regelungstechnik für Ingenieure, Vieweg Verlag

#### **• VERSUCHSDURCHFÜHRUNG UND AUFGABEN**

Die detaillierte Aufgabenstellung mit Hinweisen zur Software ist im Zusatzskript beschrieben!

#### **• VERSUCHSAUSWERUNG UND DISKUSSION**

Bitte detaillierte Hinweise hierzu im Zusatzskript beachten!

Folgende Dateien sind nach dem Versuch im Ordner „Eigene Dateien“ auf dem Windows-Desktop abzulegen:

csv-Datei der exportierten Parameter

csv-Datei der gesamten Zeitverlauf der Prozessgrößen während des Versuchs

Excel-Datei mit den Graphiken und Berechnungen

Word oder Excel-Datei mit dem Protokoll

# STRÖMUNGSMESSUNGEN

In diesem Versuch sollen Strömungsgeschwindigkeiten des Fluids Luft mit verschiedenen Strömungsmessgeräten bestimmt und die verwendeten Geräte miteinander verglichen werden.

1.

Ein Kapillarströmungsmesser (KSM) soll für das Fluid Luft kalibriert werden. Der mit einem nachgeschalteten Blasenähler zu ermittelnde Volumenstrom wird gegen den am KSM auftretenden Druckverlust aufgetragen. In dasselbe Diagramm sollen zusätzlich die theoretisch zu erwartenden Werte für angenommene laminare und turbulente Strömung eingetragen werden.

In der dazugehörigen Tabelle sollten folgende Größen ablesbar sein:

h :	Höhendifferenz am Wassermanometer	[cm]
t <sub>BZ</sub> :	Zeitmessung am Blasenähler	[s]
Δp :	Errechneter Druckverlust	[Pa]
V <sub>BZ</sub> :	Volumenstrom am Blasenähler	[10 <sup>-6</sup> m <sup>3</sup> s <sup>-1</sup> ]
V <sub>lam</sub> :	Errechneter Volumenstrom bei laminarer Strömung	[10 <sup>-6</sup> m <sup>3</sup> s <sup>-1</sup> ]
V <sub>turb</sub> :	Errechneter Volumenstrom bei turbulenter Strömung	[10 <sup>-6</sup> m <sup>3</sup> s <sup>-1</sup> ]
Re :	Reynoldszahl	

Der theoretisch zu erwartende Zusammenhang zwischen Druckverlust und Volumenstrom bei laminarer Strömung ist durch das Gesetz von Hagen-Poiseuille gegeben. Für den Fall der turbulenten Strömung kann mit Hilfe eines empirischen Ansatzes nach Blasius die folgende Formel erhalten werden:

$$\dot{V}_{turb} = \pi \cdot \sqrt[7]{\frac{d^{19} \cdot \Delta p^4}{0,3164^4 \cdot l^4 \cdot \rho^3 \cdot \eta \cdot 1024}} \quad \text{[Gleichung 1]}$$

2.

Ein Schwebekörperdurchflussmesser (SDM) ist auf bestimmte Außenbedingungen geeicht (T=294,3 K, p=101325 Pa). Es sollen der Fehler des SDM bei Abweichung von den Eichbedingungen sowie der Einfluss des Betriebsdruckes festgestellt und diskutiert werden. Für drei verschiedene Betriebsdrücke p<sub>Btr</sub> werden je 9 eingestellte Volumenströme sowohl mit dem SDM als auch mit dem nach geschalteten

Blasenzähler gemessen. Die Volumenströme am SDM werden in ein Diagramm gegen die Volumenströme des Blasenzählers aufgetragen (für jeden Betriebsdruck eine Datenreihe). Anschließend werden die Werte des SDM normiert (Gleichung 2, der Widerstandsbeiwert wird als konstant vorausgesetzt) und in einem analogen Diagramm wieder gegen die Volumenströme des Blasenzählers aufgetragen. Zum Vergleich soll in beiden Diagrammen die „ideale“ Gerade ( $V_{BZ}$  gegen  $V_{BZ}$ ) dargestellt werden. Die Aussagen der beiden Diagramme sind zu diskutieren.

In den dazugehörigen Tabellen (eine für jeden Betriebsdruck) sollte folgendes ablesbar sein:

$V_{SDM}$	:	Volumenstrom am SDM	[l/h]
$t_{BZ}$	:	Zeitmessung am Blasenzähler	[s]
$V_{BZ}$	:	Berechneter Volumenstrom am Blasenzähler	[l/h]
$V_{SDM}^N$	:	Normierter Volumenstrom am SDM	[l/h]
Fehler $_{SDM}$	:	Fehler des unnormierten SDM	[%]
Fehler $_{SDM}^N$	:	Fehler des normierten SDM	[%]

Es sind folgende Werte zu bilden :

$$P_{SDM} = P_{Btr} + P_{außen}$$

$$V_{SDM}^N = V_{SDM} * \sqrt{(p * 298,15K / (T_{Raum} * 101325Pa))} \quad \text{[Gleichung 2]}$$

$$\text{Fehler}_{SDM} = (V_{BZ} - V_{SDM}) * 100 \% / V_{BZ}$$

$$\text{Fehler}_{SDM}^N = (V_{BZ} - V_{SDM}^N) * 100 \% / V_{BZ}$$

Anschließend wird durch Mittelwertbildung der mittlere Fehler für jeden Betriebsdruck sowohl für die normierten als auch für die unnormierten Werte ermittelt.

3.

An einer Messblende soll für verschiedene Volumenströme der Druckabfall gemessen werden. Als Referenz dient hier ein SDM, dessen Werte nach Gleichung 2 normiert werden müssen. Die mit dem SDM gemessenen wie auch die normierten Werte sind in ein Diagramm gegen den Wirkdruck aufzutragen. In dasselbe Diagramm werden die aus dem Wirkdruck berechneten Volumenströme (Gleichung

3) eingetragen. Bei der Berechnung nach Gleichung 3 wird die Luft in erster Näherung als inkompressibel angesehen. Zur Berücksichtigung der Strahlkontraktion hinter der Blende müssen die gemessenen Druckdifferenzen mit dem Faktor 0,85 multipliziert werden, um den Wirkdruck  $\Delta p_{\text{Blende}}$  zu erhalten. Die Aussagen des entstehenden Diagrammes sind zu diskutieren.

Die dazugehörigen Tabelle sollte folgende Werte enthalten:

$V_{\text{SDM}}$	:	Volumenstrom am SDM	$[\text{m}^3/\text{h}]$
$h$	:	Höhendifferenz am Wassermanometer	$[\text{cm}]$
$p_{\text{Dose}}$	:	Abgelesener Druck am Dosenmanometer	$[10^3 \text{ Pa}]$
$\Delta p_{\text{Blende}}$	:	Aus Höhendifferenz berechneter Wirkdruck	$[\text{Pa}]$
$p_{\text{ges}}$	:	Gesamtdruck	$[10^3 \text{ Pa}]$
$p_{\text{SDM}}$	:	Am SDM anliegender Druck	$[10^3 \text{ Pa}]$
$V_{\text{SDM}}^{\text{N}}$	:	Normierter Volumenstrom am SDM	$[\text{m}^3/\text{h}]$
$V_{\text{ber}}$	:	Aus Druckverlust berechneter Volumenstrom	$[\text{m}^3/\text{h}]$

Die Werte berechnen sich wie folgt:

$$p_{\text{ges}} = p_{\text{außen}} + p_{\text{Dose}}$$

$$\Delta p_{\text{Blende}} = 0,85 * \Delta p_{\text{gemessen}}$$

$$p_{\text{SDM}} = p_{\text{ges}} - \Delta p_{\text{Blende}}$$

$$V_{\text{SDM}}^{\text{N}} : \text{ siehe vorn}$$

$$V_{\text{ber}} = 0,6478 * A_0 * \sqrt{2p_{\text{Blende}} / \rho_{\text{Fluid}}} \quad [\text{Gleichung 3}]$$

Zu allen Versuchsteilen ist neben der Auswertung der Messergebnisse auch eine Diskussion und eine Fehlerbetrachtung notwendig (z.B. Vergleich von berechneten und gemessenen Werten, Anwendungsbereiche, Kritik an Berechnungsgrundlagen, verbleibende Fehler nach Korrekturen).

## **VERSUCHSDURCHFÜHRUNG:**

1.

Außendruck und Raumtemperatur messen

2.

KSM

- Grob- und Feinventil müssen geschlossen sein (Feinventil nur zur Regulierung, nicht zur Absperrung! Bitte nicht fest schließen)
- Zuleitungshahn langsam öffnen
- Grobventil öffnen
- Volumenstrom durch vorsichtiges Öffnen des Feinventils einregulieren, dabei das U-Rohrmanometer beobachten
- Ausgangsschlauch des KSM und Blasenähler verbinden und mit der Stoppuhr die Zeit für die Volumenstrombestimmung nehmen
- insgesamt 10 Versuche durchführen (Minimum 50 mm WS)
- Grob- und Feinventil nach dem Versuch schließen (Achtung! Feinventil nur leicht zudrehen!)

3.

SDM

- Einlassventil öffnen
- Druckminderventil auf gewünschten Betriebsdruck einstellen
- Durchfluß am Feinventil des SDM einregulieren eventuell Betriebsdruck nachregulieren
- Ausgangsschlauch des SDM mit dem Blasenähler verbinden
- Volumenströme von SDM und Blasenähler bestimmen
- für 3 verschiedene Arbeitsdrücke je 9 Volumenströme einstellen
- nach dem Versuch Druckminderventil entlasten und Feinventil schließen

4.

Meßblende

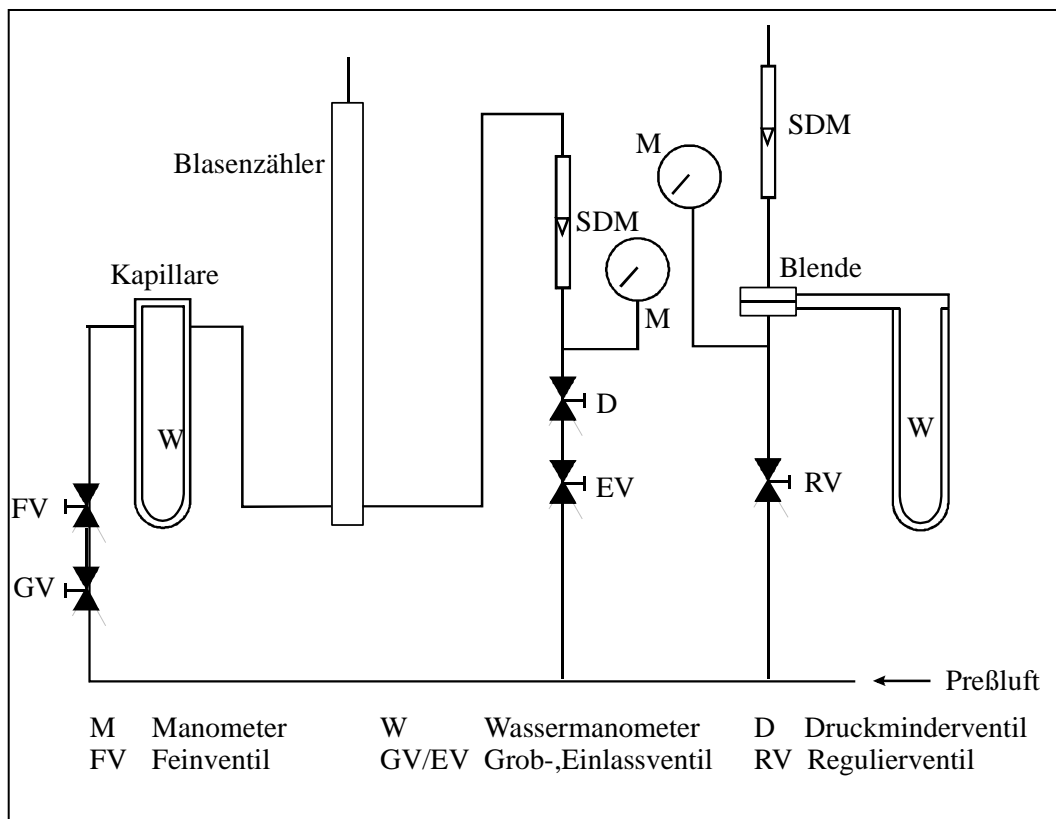
- Hauptventil muss vollständig geöffnet sein, jetzt mit dem Regulierventil die Volumenströme einstellen
- für 10 verschiedene Durchflüsse jeweils den Druckabfall an der Blende ermitteln. Wie man am Dosenmanometer ablesen kann, ist der Druckabfall über dem SDM sehr gering, und kann daher vernachlässigt werden ( $p_{\text{ges}} \gg p_{\text{außen}}$ )

- Zum Entlüften der Apparatur erst den Zuleitungshahn dann das Regulierventil schließen.

### DATEN FÜR DIE BERECHNUNGEN:

Kapillarlänge	=	0,2 m
Kapillardurchmesser	=	$8,8 \cdot 10^{-4}$ m
Meßblendeninnendurchmesser	=	$5,93 \cdot 10^{-3}$ m
Meßblendenaußendurchmesser	=	$1,6 \cdot 10^{-2}$ m
Volumen Blasenähler	=	$400 \text{ cm}^3$ (gestrichelte Linie)
dyn. Viskosität der Luft	=	$1,82 \cdot 10^{-5} \text{ Pa}\cdot\text{s}$
Dichte der Luft	=	$1,2 \text{ kg/m}^3$

### VERSUCHSAUFBAU:





**VORBEREITUNG:**

- Versuchsdurchführung
- Aufbau und Funktionsprinzip der Meßgeräte, Vor- und Nachteile, theoretische Grundlagen zur Beschreibung (Hagen-Poiseuille- und Bernoulli-Gleichung, Kontinuitätsgleichung)
- Strömungsarten
- Grundlagen der Ähnlichkeitstheorie (am Beispiel der Reynoldszahl)
- Fließverhalten realer Fluide (Newtonsches Reibungsgesetz, Rheologie)

**LITERATUR:**

1.

Vauck - Müller : Grundoperationen chemischer Verfahrenstechnik  
VCH Verlag, Weinheim ; 7. Auflage 1988 ; Kap. 2  
Seiten 55-100

2.

P.Grassmann : Physikalische Grundlagen der Verfahrenstechnik  
Salle und Sauerländer, Frankfurt ; 3. Auflage 1983 ; Kap. 4  
Seiten 153-205

3.

M. Jakubith: Chemische Verfahrenstechnik; 1991; Kap. 3,9,16

# PLANUNG UND BEURTEILUNG VON DESTILLATIONSANLAGEN MIT HILFE DER SIMULATIONSSOFTWARE ASPEN

## Allgemeine Beschreibung

**!!! ACHTUNG: Zusatzskript erforderlich !!!**

### 1. THEORETISCHE GRUNDLAGEN

- Siede-/Dampfdruck-/ Gleichgewichtsdiagramme für ideale und reale mischbare bzw. nicht mischbare Zweistoffgemische; Raoult, Henry, Dalton.
- Verschiedene Destillationsverfahren, Anwendung, technische Ausführung
- Azeotrope, Trennung von Azeotropen
- Kenngrößen Rektifikation, z.B. Rücklaufverhältnis, Trennstufenzahl, mittleres Verstärkungsverhältnis, HETP
- McCabe-Thiele-Konzept für diskontinuierlich und kontinuierlich betriebene Kolonnen, Arbeitsgeraden
- Aufbau Rektifikationsanlage

#### 1.1 LITERATUR

-W. Vauck, H. Müller

Grundoperationen der Chemischen Verfahrenstechnik, 6. Auflage, Verlag Chemie, Weinheim, 1982

-G. Wedler

Lehrbuch der physikalischen Chemie, Verlag Chemie, Weinheim, 1982

-E.Kirchbaum

Destillier- und Rektifizieretechnik, 4.Auflage Berlin, Göttingen, Heidelberg, Springer 1969

-F. Patat, K. Kirchner

Praktikum der Technischen Chemie, de Gruyter, Berlin, New York 1986

### 2. AUFGABENSTELLUNG GLEICHGEWICHTSDESTILLATION

Die detaillierte Aufgabenstellung mit Tipps zur Software ist im Zusatzskript beschrieben.

#### Aufgabe A (Stoffdatenbank):

Welches Verhalten des Gemisches MCH - Benzol wird durch die dargestellte Gleichgewichtskurve gezeigt ?

Erstellt noch zwei weitere Gleichgewichtsdiagramme für Gemische mit ähnlichem Verhalten. Welches davon abweichende Verhalten binärer Gemische kennt ihr noch?

Findet jeweils Gemische, die solches Verhalten zeigen. Erstellt jeweils Gleichgewichtskurven und speichert diese.

(Achtung : Diese Aufgabe wird im Rahmen des Kolloquiums für diesen Versuch näher spezifiziert !)

TIP: Schon bei der Vorbereitung auf diesen Versuch passende typische Kombinationen zusammenstellen. Die Komponenten dazu möglichst gesammelt zusätzlich eintragen. Danach dann direkt die Analyse anwählen.

#### Aufgabe B (Rektifikation):

Welche Zusammensetzung haben die beiden Produktströme ? Gebt jeweils die Mol-Anteile Toluol und MCH zusammen mit den Rücklaufverhältnis (RR) und dem Zugabeort (theor. Boden der Kolonne) an.

Wie verändert das Rücklaufverhältnis (RR) bei festem Zugabeort die Zusammensetzung der Produktströme ? Der Zugabeort soll wie bisher bei Stage 10 sein. Wählt 5 charakteristische Punkte aus.

#### Aufgabe C (Sensitivitätsanalyse):

Erzeugt eine entsprechende Grafik für die Abhängigkeit der Zusammensetzung des Destillates vom Zugabeort.

Führt eine zweite Sensitivitätsanalyse für die Abhängigkeit des Molenanteils im Destillat vom Rücklaufverhältnis durch. (Zu variierende Größe nun nicht mehr Feed-Stage sondern Mole-RR!). Das Rücklaufverhältnis soll dabei im Bereich 3 bis 150 in Schritten von 20 variiert werden.

Wählt für diese Analyse einen Zugabeort des zu trennenden Gemisches, der aufgrund der vorher durchgeführten Sensitivitätsanalyse einen möglichst hohen Anteil an MCH im Destillatstrom verspricht. Erzeugt eine Grafik für diese Abhängigkeit.

Kann mit dieser Anlage reines MCH gewonnen werden ? Wie hoch ist der maximal erreichbare Molenanteil im Destillatstrom ? Welcher Zugabeort und welches Rücklaufverhältnis muß dafür realisiert werden ?

#### Aufgabe D (Stoffdatenbank, Modell):

Erzeugt mit Hilfe der ASPEN Stoffdatenbank eine Gleichgewichtskurve für das Gemisch Methylcyclohexan – Toluol.

#### Aufgabe E (Extraktive Destillation):

Welcher Molanteil an MCH im Destillat kann hierbei erreicht werden ?

Welche Abhängigkeit besteht zwischen der Zugabemenge Phenol und der Reinheit des Destillates ? Führt zur Klärung dieser Frage eine Sensitivitätsanalyse durch. Die Zugabemenge von Phenol soll dabei zwischen 300 und 1000 kMol/h in Schritten von 50 kMol/h variiert werden.

### 3. VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Die Bedienung der Simulationssoftware Aspen sowie die Versuchsdurchführung wird im Zusatzskript zum Versuch detailliert beschrieben. Dieses Skript wird den Praktikanten bei der Anmeldung zum Versuch ausgehändigt. Der Versuch wird an Rechnern im CIP-Pool des Fachbereiches Chemie durchgeführt.

Das Zusatzskript ist nach Versuchsbeendigung beim Assistenten abzuliefern.

### 4. AUSWERTUNG

Die erarbeiteten Ergebnisse sind auf Basis der mit der Simulationssoftware erzeugten Plots zu diskutieren. Alle erzeugten Plots zu den gestellten Aufgabenteilen sind als Anhang an das Protokoll anzufügen.

# **WÄRMEÜBERGANG IN DER WIRBELSCHICHT**

## **1. AUFGABENSTELLUNG**

An einer Gas-Feststoff-Wirbelschicht sollen der Druckabfall über die Wirbelschicht und die Wärmeübertragung in der Wirbelschicht als Funktion der Gasgeschwindigkeit untersucht werden. Die Lockerungsgeschwindigkeit der Wirbelschicht wird anschließend aus diesen Daten ermittelt und mit einem aus einer semi-empirischen Gleichung (Ergun-Gleichung) errechneten Wert verglichen.

## **2. DURCHFÜHRUNG UND AUSWERTUNG**

2.1 Für steigende, wie auch für fallende Anströmgeschwindigkeiten ist der Druckabfall über die Wirbelschicht für jeweils 20 Meßpunkte (2 bis 40 l/min) zu bestimmen. Die Volumenströme werden mittels eines Massendurchflußreglers eingestellt und der Druckabfall über den gesamten Wirbelschichtreaktor (Anströmboden und Wirbelschicht), sowie alleine über den Anströmboden mit zwei Digitalmanometern gemessen.

Der Druckabfall über die Wirbelschicht soll in einem Diagramm als Funktion der Anströmgeschwindigkeit dargestellt werden. Aus diesem Diagramm ist graphisch der Lockerungspunkt der Wirbelschicht zu bestimmen.

Zeitaufwand: ca. 0,5 Stunden

2.2 Es wird ferner die Abhängigkeit des Wärmeübergangskoeffizienten von der Anströmgeschwindigkeit bestimmt. Dazu wird die Heizpatrone in Betrieb genommen und der Volumenstrom am Massendurchflußregler auf 5 l/min eingestellt. Nach ca. einstündiger Wartezeit sollte das Thermoelement in der Wirbelschicht eine konstante Temperaturdifferenz von mindestens 230 °C anzeigen. Weitere einzustellende Volumenströme sind: 9, 13, 17, 21, 25 und 29 l/min. Die Temperaturdifferenzen sollen jeweils nach ca. 30 Minuten abgelesen werden. Ein Diagramm ist anzufertigen, in dem der Wärmeübergangskoeffizient als Funktion der Anströmgeschwindigkeit dargestellt ist. Aus diesem Diagramm wird die Lockerungsgeschwindigkeit graphisch ermittelt.

Zeitaufwand: ca. 4 Stunden

2.3 Aus den für den Feststoff angegebenen Daten sind die theoretischen Lockerungsgeschwindigkeiten nach einer semi-empirischen Formel (Ergung-Gleichung) aus dem VDI-Wärmeatlas [2] zu berechnen und mit den unter 2.1 und 2.2 erhaltenen experimentellen Werten zu vergleichen.

2.4 Eine Fehlerbetrachtung sowie eine Kommentierung des Versuchsablaufs sind zu erstellen.

### **3 . TECHNISCHE DATEN:**

Durchmesser der WS	12,5	cm
Volumen des Heizkörpers	40	cm <sup>3</sup>
Oberfläche des Heizkörpers	5,23*10 <sup>-3</sup>	m <sup>2</sup>
Heizleistung des Heizkörpers	ca. 20	Watt
Sandmasse	4,2	kg
Dichte des Sandes	2650	g/l
Mittlerer Korndurchmesser	0,16	mm
Höhe der Wirbelschicht	24,5	cm

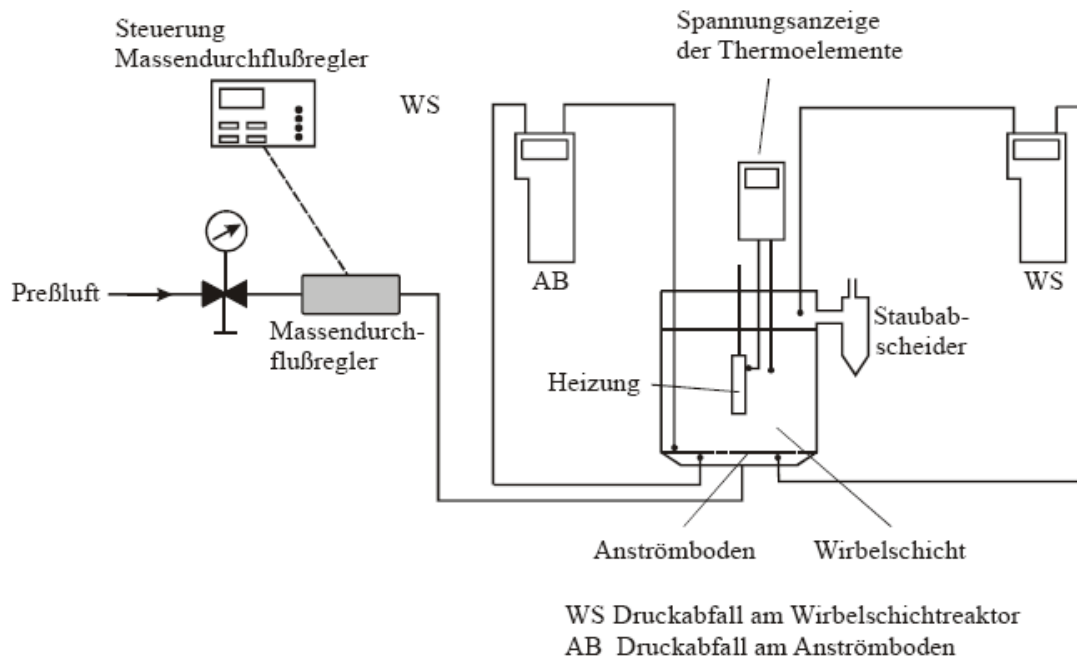
### **4. THEORETISCHE VORBEREITUNG**

1. Beschreibung des Versuchsaufbaus
2. Gang der Auswertung
3. Strömungswiderstände im leeren Rohr
4. Strömungswiderstände bei umströmten Körpern
5. Widerstandsbeiwerte als Funktion der Re-Zahl
6. Sedimentationsgeschwindigkeit von Einzelteilchen ( $Re < 1$ ,  $Re > 2300$ ,  $1 < Re < 2300$ )
7. Wärmeübergang und Wärmedurchgang
8. Wärmeübergangskoeffizient als Funktion der Anströmgeschwindigkeit
9. Modell von Wicke und Fetting
10. Vor- und Nachteile der Wirbelschichttechnik
11. Inhomogenitäten der Wirbelschicht und ihre Auswirkungen auf die Verweilzeitverteilung des Fluids (Vergleich Festbett)

## 5. LITERATUR

1. F. Patat und K. Kirchner, "Praktikum der Technischen Chemie ", Walter de Gruyter & Co., 1963, S. 17 ff
2. VDI-Wärmeatlas, 1984, Lf1
3. Hoffmann, Baerns, Renken, "Chemische Reaktionstechnik", Thieme-Verlag, S. 251 ff
4. D. Geldart, "Gas Fluidization Technology", J.Wiley & Sons, 1986
5. E. Wicke und F. Fetting, "Wärmeübertragung in Gaswirbelschichten", Chem.Ing.Technik, 26.Jahrgang 1954, Nr. 6, S. 301ff

## 6. VERSUCHSAUFBAU



# ADSORPTION

## Ermittlung von Adsorptionsisothermen mittels Durchbruchskurven

### 1. THEORETISCHE VORBEREITUNG

1. Versuchsaufbau und Aufgabenstellung
2. Grundlagen der Adsorption (Physisorption, Chemisorption)
3. Adsorptionsisothermen (BET, Langmuir, Freundlich, Tempkin)
4. Adsorptionsmodelle (Langmuir-Hinshelwood, Eley-Rideal)
5. Einflussgrößen von Stofftransportvorgängen auf die heterogene Katalyse (Film-, Porendiffusion, Thiele-Modul)

#### 1.1 LITERATUR

1. Vauck, Müller: Grundoperationen chemischer Verfahrenstechnik, 6. Aufl. Verlag Chemie, Weinheim, 1982 (S. 717-725)
2. Wedler: Lehrbuch der Physikalischen Chemie, 3. Aufl., Verlag Chemie, Weinheim, 1987 (S. 387 – 392)
3. Jakubith, M.: Chemische Verfahrenstechnik, Verlag Chemie, Weinheim, 1991 (S. 93 – 114)

### 1. THEORIE ZUM VERSUCH

Bei diesem Festbettverfahren wird eine Adsorbenschüttung (Aktivkohle) mit einem Gasstrom definierter Zusammensetzung ( $C_3H_6/N_2$ ) solange durchströmt, bis die Adsorptivkonzentration am Adsorberausgang  $c^E$  der Eingangskonzentration  $c^0$  entspricht (Gleichgewichtsbeladung). Unter der Voraussetzung, daß der Volumenstrom und die Eingangskonzentration des Adsorptivs konstant sind ( $\dot{V}, c^0 = const.$ ), lässt sich aus dem zeitlichen Verlauf der Ausgangskonzentration (Durchbruchskurve) die adsorbierte Stoffmenge  $n^{ad}$  bestimmen.

Üblicherweise setzt man die Ausgangskonzentration  $c^E$  zur Eingangskonzentration  $c^0$  ins Verhältnis und trägt das Verhältnis als Funktion der Zeit auf. Die Fläche unterhalb der Durchbruchskurve ist dann proportional zu dem Adsorptiv, das von dem

Adsorbens nicht mehr aufgenommen wurde und daher den Adsorberausgang erreicht. In *Abb.1* ist der Verlauf einer Durchbruchkurve für ein Einstoffsystem dargestellt.

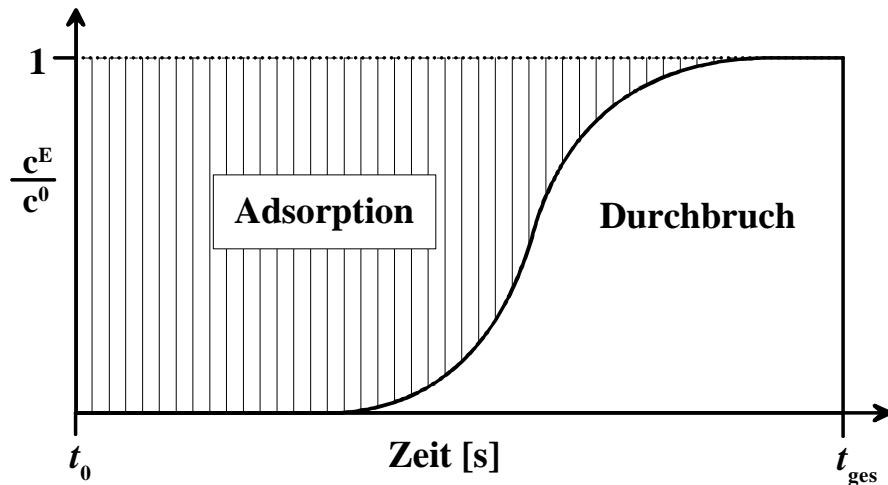


Abb.1: Schematische Darstellung einer Durchbruchkurve im Festbett

Jedes Adsorbenskorn wird mit dem Adsorptiv solange beladen bis es sich mit der Gasphasenkonzentration im Gleichgewicht befindet. Im Durchbruchsbereich ist die Adsorbenschüttung bereits bis zum Gleichgewichtswert beladen, so dass das Adsorptiv den Adsorber mit der Eingangskonzentration  $c^0$  verlässt.

Die Berechnung der Gleichgewichtsbeladungen erfolgt über die Massenbilanz für den Adsorber. Bei konstantem Volumenstrom  $\dot{V}$  und definierter Eingangskonzentration  $c^0$  ergibt sich für die in der Zeit  $t_{ges}$  insgesamt in den Adsorber eingebrachte Stoffmenge:

$$n^{ein} = c^0 \cdot \dot{V} \cdot t_{ges} \quad [1]$$

Die aus dem Adsorber austretende Stoffmenge lässt sich durch Integration der Durchbruchkurve berechnen. Es gilt:

$$n^{aus} = \dot{V} \cdot \int_0^{t_{ges}} c^E dt \quad [2]$$

Die im Gleichgewichtszustand im Adsorber verbleibende Stoffmenge  $n^{ad}$  berechnet sich damit aus der Differenz der beiden Größen:



$$n^{ad} = n^{ein} - n^{aus} \quad [3]$$

## 2. AUFGABENSTELLUNG

1. Bestimmung der Propenkonzentration  $c^E$  [mol/l] im Ablauf des Reaktors anhand der Chromatogramme und der Kalibrierkurve in Abb. 2.
2. Auftragung der Propenausgangskonzentration  $c^E$  gegen die Zeit  $t$  (Durchbruchskurve).
3. Berechnung der adsorbierten Propen-Stoffmengen  $n^{ad}$  für drei verschiedene Propenkonzentrationen nach Gleichung 3.
4. Auftragung der adsorbierten Stoffmenge  $n^{ad}$  gegen die Propenkonzentration  $c^0$  (Adsorptionsisotherme).
5. Auftragung  $\frac{1}{n^{ad}}$  gegen  $\frac{1}{c^0}$ . Erstellung einer Regressionsgeraden durch die Messpunkte und Berechnung des Regressionskoeffizienten  $r$ . Auf Grundlage des Langmuir-Modells, soll aus der Regressionsgeraden die Stoffmenge für eine monomolekulare Bedeckung des Adsorptivs  $n_{mon}^{ad}$  und der Adsorptionskoeffizienten  $k$  bestimmt werden
6. Diskussion der Ergebnisse und Fehlerbetrachtung.

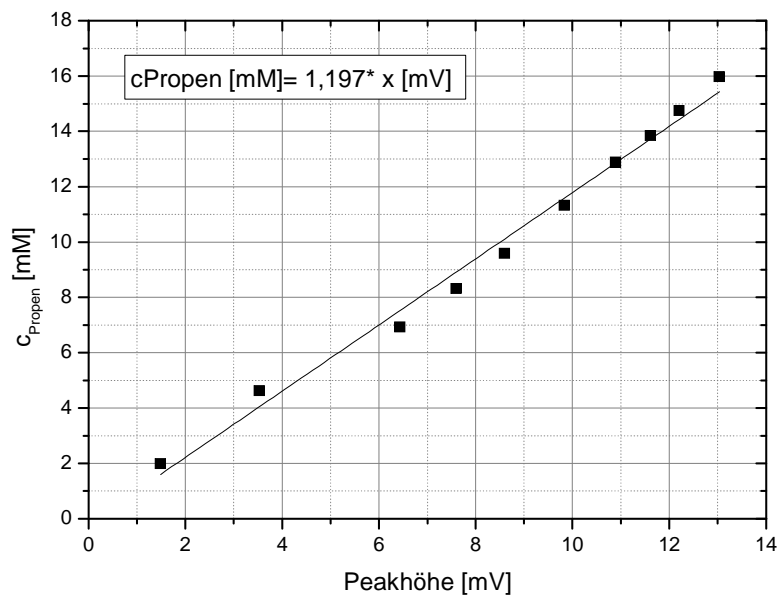
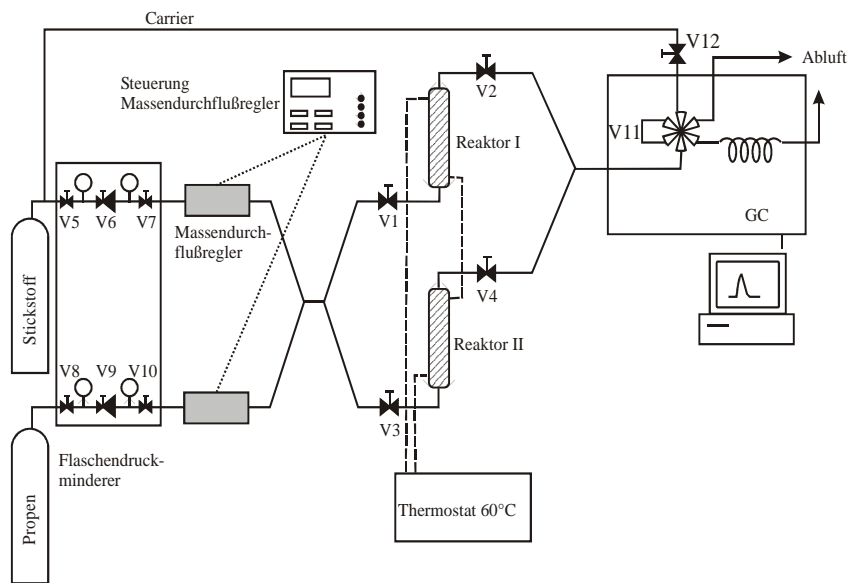


Abb.2: Kalibrierkurve für das GC

### 3. VERSUCHSAUFBAU



Der abgebildete Versuchsaufbau besteht aus einer Gasmischapparatur und einem Gaschromatographen mit Injektionsventil (Probenschleife 1ml). In der Gasmischapparatur werden durch zwei Massendurchflußregler definierte Probengas/Stickstoff-Gemische eingestellt und durch Betätigen des Injektionsventils V11 auf die GC-Säule gegeben. Als Probengas wird Propen verwendet. Stickstoff fungiert sowohl als Mischgas als auch als Trägergas für den Gaschromatographen. Die Detektion erfolgt im Gaschromatographen durch einen Wärmeleitfähigkeitsdetektor.

### 4. ABLAUF

1. Grundzustand überprüfen: Stickstoff- bzw. Propenversorgung geöffnet? (V1/2 bzw. V3/4 geöffnet.)
2. Gaschromatographen einschalten (darf auf keinen Fall ohne Stickstoffzufuhr eingeschaltet werden.!).
3. „GC-Solution“ starten. Instrument 1 starten, Methode „Adsorption“ öffnen (File → open method file → ordner:Praktikum → Adsorbtion.gcm). Download der Parameter an den Gaschromatographen. System „On“ (GC beginnt zu heizen). Der Zustand des GC kann im rechten Fenster beobachtet werden, bitte immer darauf achten das die realen Werte mit den eingestellten Werten übereinstimmen, hier besonders wichtig das immer 40 ml/min Flow mit dem entsprechenden Duckabfall ca. 200 kPa anliegen. (Wenn das nicht der Fall ist kontrollieren ob das Injektionsventil vollständig geöffnet bzw. geschlossen ist.)

4. Thermostat einschalten. Die Temperatur sollte auf 60°C eingestellt sein. Adsorber 1 in Betrieb nehmen (V5/6 geöffnet, Adsorber 2 V7/V8 geschlossen). Den Massendurchflussregler für Stickstoff auf 40% einstellen.
5. Wenn die Temperaturen erreicht sind (GC-Ready) und die Basislinie konstant ist Zero adjust (Basislinie =0) durchführen.
6. Probeinjektion (ohne Propen!) durchführen (discharge 10 Sekunden, Achtung Hebel ganz umlegen, dient zum Spülen der Probenschleife). Es sollte nur ein kleiner Injektionspeak nach ca 2.5 Minuten erscheinen.
7. GC-Solution „Single run“ (linkes Fenster) wählen. Sample Login Filenamen und Probenbeschreibung eingeben, System (☑) in Software starten. Anzeige im Datenaufnahmefenster (ready(Standby)). Die tatsächliche Datenaufnahme beginnt erst wenn am GC der Startknopf betätigt wird.
8. Jetzt den Massendurchflussregler für Propen auf die erste Propenkonzentration (5%) einstellen und jetzt die Datenaufnahme durch bedienen des „Start“-Knopfes am GC starten. (Nach einigen Minuten Injektionsventil V9 auf "discharge" stellen und den Injektionspeak aufzeichnen nach 10 Sekunden das Injektionsventil wieder auf „charge“ schalten.
9. Nach ca. 30 min regelmäßig alle 2 Minuten injizieren. Nach dem Durchbruch stellt sich eine der Konzentration entsprechende Peakhöhe ein. Ist die Konzentration konstant kann mit der nächsten Messung begonnen werden. Zuerst die Datenaufnahme am PC stoppen.(System Stop, Anfrage im Fenster ob die Daten an GC gesendet werden sollen ebenfalls mit ja bestätigen) das Chromatogramm wird gespeichert. Für die 2. Messung wird weiter mit Adsorber I gemessen. Am Steuergerät werden 10% Propen eingestellt gleichzeitig wird die Datenaufnahme wieder gestartet (in der Software Single Run vorbereiten ,System starten, Datenaufnahme durch Starttaste am GC beginnen). Sofort werden wieder alle 2 Minuten Proben injiziert (Schaltventil für ca. 10 Sekunden in "discharge" belassen). Es wird eine Durchbruchskurve für die 2. Probenkonzentration aufgenommen. Nach der 2. Messung die Apparatur mit Stickstoff spülen, dazu das Propen für 10 min auf Null stellen zum Spülen der Leitungen.
10. Für die 3. Probenkonzentration wird Adsorber 2 benutzt. Am Steuergerät für Propen werden 20% eingestellt. V5 und V6 werden geschlossen und V7 und V8 sofort geöffnet. Die Datenaufnahme wird gestartet und sofort wird wieder in möglichst kleinen Abständen (1,5 Minuten) das Probengemisch injiziert.
11. Nach Ende der Messungen Propenzufuhr an Ventil 3/4 schließen. Massendurchflussregler für Propen auf 0 einstellen. Stickstoff auf 80% einregeln und die Ventile V5/6/7/8 öffnen.
12. Methode Ende laden. Download der Parameter an das GC.

# ENZYME

In diesem Versuch soll die Kinetik einer enantioselektiven enzymatischen Hydrolyse eines D,L-Aminosäureesters (D, L- Phenylalaninmethylester) zu der entsprechenden L-Amino-säure und dem D-Ester untersucht werden. Dazu wird ein natives und ein immobilisiertes Enzym verwendet ( $\alpha$ -Chymotrypsin). Im ersten Teil sollen die kinetischen Parameter  $v_{max}$  und  $K_M$  für das native Enzym ermittelt werden; im zweiten Teil wird die Reaktionsgeschwindigkeit für das immobilisierte Enzym untersucht.

## 1. THEORETISCHE GRUNDLAGEN

- Aminosäuren, Proteine, Enzyme
- Enzymkinetik
- Hemmtypen (kompetitive-, nicht kompetitive-, unkompetitive-, Substrat-, Diffusions-Hemmung)
- Allosterische Effekte, Kooperativität
- Enzymimmobilisierung
- Enzyme in der Technik

Literatur: - Karlson, Biochemie, Kurzes Lehrbuch der Biochemie, 12. völlig neu bearbeitete Auflage, Georg Thieme Verlag, Stuttgart,(New York) 1984  
 - Lubert Stryer, Biochemie, Spektrum Chemie, 4. Auflage 1987  
 - Hartmeier, Immobilisierte Biokatalysatoren, SpringerVerlag, Berlin, 1986

## 2. VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Zunächst wird die Reaktortemperatur über das Wasserbad eingestellt!

1. Herstellen der Substratlösung durch Lösen des Substrats in 250 ml Wasser (1g/250 ml entspr. 4g/L).  
Herstellen der Verdünnungslösungen und mit der Stammlösung im Wasserbad vortemperieren.
2. Erst den Titrator, dann den Computer einschalten.
3. Kalibration der pH-Elektrode:  
pH-Elektrode öffnen (Markierungen übereinander)

ca. 40 ml Pufferlösung pH 5 in den Reaktor geben

Run\*Method\*ID1\*Proben\*2 und Messung starten (mit grünem Haken bestätigen).

Nach Ende der Messung Pufferlösung austauschen und wieder starten (grüner Haken).

4. Messung der Substratlösung mit 4g/l.

50 ml Substratlsg. in den Reaktor geben.

Die Messung wieder mit Run starten; jetzt Method ID2 wählen.

Method\*ID2\*Run\*Anzahl Proben 1, Method 2;...Run

Nach der Vortitration auf pH 6 meldet der Titrator „Bestätigung verlangt“, jetzt wird die Reaktion durch Zugabe von 100µl Enzymlösung gestartet.

Gleichzeitig mit der Zugabe des Enzyms die Messung starten (Bestätigung mit dem grünen Haken).

Die Titration dauert 60 Minuten. Die Daten werden vom Computer automatisch aufgenommen und können dort im Titrator-Fenster verfolgt werden. Nach Ende der Messung werden die Daten automatisch abgespeichert. Sie können dann im Systemfenster angesehen und als ASCII-Tabelle exportiert werden.

6. Messung der übrigen Substratkonzentrationen (2g/l, 1g/l, 0,5g/l).

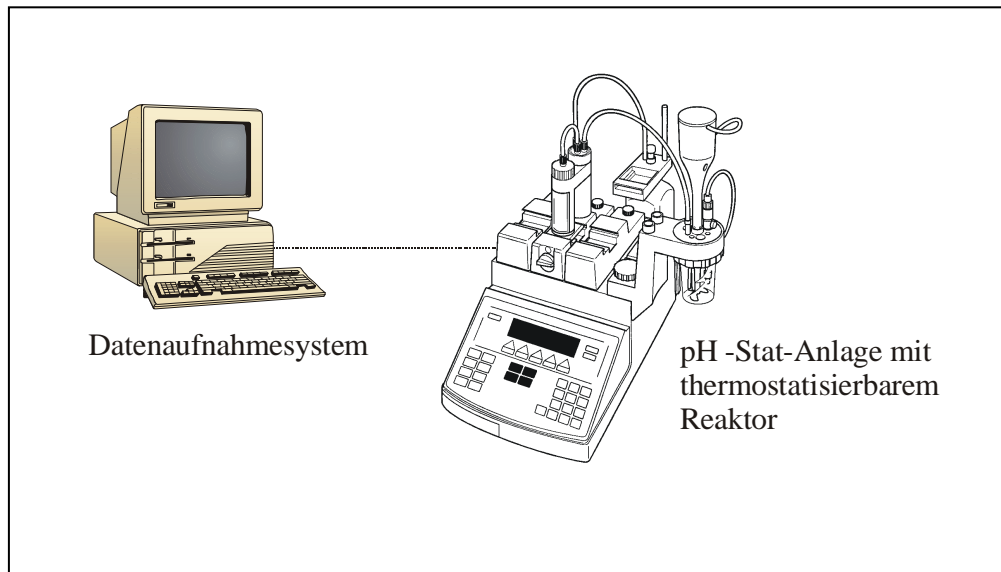
Wie unter Punkt 5 vorgehen, aber am Titrator Method ID 3 wählen, Anzahl der Proben: 1.

Die Messungen werden automatisch nach 10 Minuten beendet.

7. Für den Versuch mit dem immobilisierten Enzym eine Substratlsg. von 2g/l und die komplette Menge des immobilisierten Enzyms einsetzen.

8. Am Ende der Messungen unbedingt pH-Elektrode verschließen.

## 9. VERSUCHSAUFBAU



## 10. PROTOKOLL

Theorie: Sollte folgende Stichpunkte behandeln und max. 6 DIN A4 Seiten lang sein!

Enzyme (Aufbau, Funktion, Cosubstrate (Beispiele), Enzymklassen, Immobilisierungsverfahren, Einsatz von Enzymen i.d. Technik); Kinetik (Michaelis-Menten mit zugrunde liegenden Vereinfachungen, Lineweaver-Burk); verschiedene Hemmtypen (Auswirkung der Hemmung auf  $v_{\max}$  und  $K_M$ ; Un-, Nicht- und Kompetitive Hemmung bei graphischer Darstellung bitte in eine Graphik); Einfluss anderer Parameter auf die Enzymaktivität; Versuchsdurchführung.

Auswertung: Bestimmung der Einzelgeschwindigkeiten  $v$ ,  $v_{\max}$ , und  $K_M$  des nativen Enzyms.

Darstellung nach Lineweaver-Burk (Regress.koef.).

Bestimmung von  $v_{\text{immob.}}$  und Berechnung von  $v_{\max, \text{immob.}}$  unter Annahme, daß  $K_M$  des nativen Enzyms auch für das immobilisierte gültig ist.

Diskussion: Vergleich zwischen nativen und immobilisierten Enzym.

Vergleich der ermittelten Werte mit Daten anderer Gruppen (andere Temperatur bzw. anderes Substrat bei gleicher Temperatur).

Ausführliche Diskussion der beeinflussenden Parameter auf die Aktivität des Enzyms im Versuch.

Fehlerbetrachtung

-----  
Gruppe: \_\_\_\_\_ Ester: \_\_\_\_\_

Temperatur: \_\_\_\_\_ Vergleichsdaten: \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

-----  
Gruppe: \_\_\_\_\_ Ester: \_\_\_\_\_

Temperatur: \_\_\_\_\_ Vergleichsdaten: \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

ANHANGStrömungsmessung:

Kalibrationsdaten für die Schwebekörperdurchflussmesser zu den Versuchsteilen: Blende und SDM Kalibrationsbedingungen: 298,15 K und 101325 Pa					
Skalenteil e	V <sub>SDM</sub> [l/h]	V <sub>Blende</sub> [m <sup>3</sup> /h]	Skalenteil e	V <sub>SDM</sub> [l/h]	V <sub>Blende</sub> [m <sup>3</sup> /h]
1	-	0,259	8,2	94,80	1,916
1,2	-	0,302	8,4	96,46	1,966
1,4	17,28	0,344	8,6	98,12	2,015
1,6	20,04	0,386	8,8	99,76	2,065
1,8	22,81	0,429	9,0	101,40	2,116
2,0	25,57	0,472	9,2	103,05	2,166
2,2	28,31	0,515	9,4	104,67	2,217
2,4	31,04	0,558	9,6	106,32	2,267
2,6	33,74	0,601	9,8	107,94	2,319
2,8	36,42	0,644	10,0	109,54	2,370
3,0	39,06	0,688	10,2	111,11	2,422
3,2	41,67	0,733	10,4	112,65	2,474
3,4	44,23	0,777	10,6	114,15	2,525
3,6	46,77	0,822	10,8	115,62	2,578
3,8	49,26	0,867	11,0	117,05	2,630
4,0	51,72	0,913	11,2	118,44	2,683
4,2	54,15	0,958	11,4	119,79	2,737
4,4	56,54	1,004	11,6	121,10	2,791
4,6	58,90	1,049	11,8	122,54	2,846
4,8	61,23	1,093	12,0	123,60	2,902
5,0	63,52	1,141	12,2	124,78	2,960
5,2	65,78	1,187	12,4	125,94	3,019
5,4	67,99	1,234	12,6	127,07	3,077
5,6	70,17	1,280	12,8	128,17	3,136
5,8	72,31	1,327	13,0	129,27	3,196
6,0	74,40	1,375	13,2	130,36	3,254
6,2	76,45	1,423	13,4	131,45	3,312
6,4	78,46	1,471	13,6	132,55	3,370
6,6	80,43	1,520	13,8	133,65	3,425
6,8	82,36	1,569	14,0	134,76	3,481
7,0	84,24	1,618	14,2	135,88	3,536
7,2	86,09	1,667	14,4	137,00	3,590
7,4	87,91	1,717	14,6	138,14	3,643
7,6	89,68	1,766	14,8	139,27	3,697
7,8	91,41	1,816	15,0	140,4	3,750
8,0	93,12	1,866			