

Reaktionstechnik

Daniel Bomze W05

Paul Gauss W12

Paul Kautny W20

10.11.2009

Inhaltsverzeichnis

1	Aufgabenstellung	3
2	Theoretische Grundlagen	3
2.1	Idealer und Realer Rührkessel	3
2.2	Idealer und Realer Rohrreaktor	3
2.3	Verweilzeit	3
2.4	Verweilzeitverteilungen	3
2.5	Reaktionsrate	4
3	Praktische Durchführung	5
3.1	Versuch: Reaktionstechnik I	5
3.1.1	Versuchsaufbau	5
3.1.2	Benutzte Chemikalien	5
3.1.3	Durchführung	5
3.1.4	Versuchsparameter	6
3.2	Versuch: Reaktionstechnik II	7
3.2.1	Versuchsaufbau	7
3.2.2	Benutzte Chemikalien	7
3.2.3	Durchführung	7
3.2.4	Versuchsparameter	8
4	Auswertung	9
4.1	Versuch: Reaktionstechnik I	9
4.2	Versuch: Reaktionstechnik II	9
5	Zusammenfassung der Ergebnisse	9
6	Anhang	9

1 Aufgabenstellung

Aufgabe war es einen Rührkessel mit Hilfe von idealen Modellen zu beschreiben unter Zuhilfenahme der Spezienbilanz. Beim zweiten Versuch sollte eine heterogene Reaktion kinetisch beschrieben und deren Umsatz festgestellt werden.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Idealer und Realer Rührkessel

Ein idealer Rührkessel zeichnet sich dadurch aus, dass er ideal durchmischt ist, keine Konzentrations- oder Temperaturgradienten aufweist und die Konzentration am Rührkesselaustritt der im Rührkessel entspricht. Die Idealität bezieht sich dabei auf auf das örtliche Verhalten. Ein realer Rührkessel weicht von dieser Idealität ab.

2.2 Idealer und Realer Rohrreaktor

Beim idealen Rohrreaktor geht man davon aus, dass das Strömungsprofil einer Kolbenströmung entspricht, dass es keine Rückvermischung oder Durchmischung in Längsrichtung gibt sowie dass es keine Konzentrationsgradienten in radialer Richtung gibt. Letzteres bedeutet, dass der Reaktor, radial gesehen, ideal durchmischt ist. Ein reales Strömungsrohr weicht von dieser Idealität ab.

2.3 Verweilzeit

Die Verweilzeit ist die Zeit die ein definiertes Flüssigkeitsvolumen in einem Reaktor verweilt. Sie wird aus dem Quotienten des Reaktorvolumens zum austretenden Volumenstrom.

$$\tau = \frac{V_R}{\dot{V}}$$

Die Verweilzeit eines chemischen Reaktors ist eine wichtige reaktionstechnische Kenngröße, da man damit über das Produkt mit der geschwindigkeitskonstante k die sogenannte erste Damköhlerzahl DaI berechnen kann. Für einfache Reaktionen bestimmt diese im wesentlichen den Umsatz.

2.4 Verweilzeitverteilungen

Die Verweilzeitverteilungen werden experimentell auf zwei Wegen bestimmt, durch

- Stoßmarkierung

- Verdrängungsmarkierung

Bei der Stoßmarkierung wird zur Zeit $t = 0$ ein gegenüber dem Reaktionsvolumen sehr kleiner Volumenanteil einer Markierungssubstanz (NaOH) in den Eintrittsstrom des Reaktors gegeben. Mit einer entsprechenden Analyseneinrichtung (Leitfähigkeit, optische Einrichtungen, Zähleinrichtungen) beobachtet man dann den Konzentrations-Zeit-Verlauf der Markierungssubstanz im Austrittsstrom des Reaktors. Man erhält auf diese Weise mit der Funktion als Eingangssignal das Verweilzeitspektrum. Bei der Verdrängungsmarkierung wird zur Zeit $t=0$ der Eintrittsstrom in den Reaktor auf den Markierungsstrom umgestellt. Die Markierungssubstanz verdrängt dann das im Reaktor befindliche Fluid. Man beobachtet den Konzentrations-Zeit-Verlauf der Markierungssubstanz im Austrittsstrom des Reaktors und erhält mit der Stufen- oder Sprungfunktion als Eingangssignal die Verweilzeitsummenkurve. Aus der Verweilzeitverteilung und der Verweilzeitsummenkurve lässt sich dann die mittlere Verweilzeit t berechnen oder grafisch ermitteln.

2.5 Reaktionsrate

Die Reaktionsrate gibt an wieviel Stoffmengenänderung pro Zeitänderung beträgt. Für eine homogene Reaktion kann man folgende Gleichung zur Beschreibung der Reaktionsrate angeben

$$R_A = \frac{dN_A}{dt} \cdot \frac{1}{V} \left[\frac{\text{mol}_A}{\text{s} \cdot \text{m}^3} \right]$$

Betrachtet man die Reaktionsrate für eine heterogene Reaktion so kann man die Reaktionsrate nicht mehr einfach auf ein Volumen beziehen, da die Reaktion ja in zwei oder mehr Phasen abläuft. Man kann nun die Reaktionsrate auf die innere oder äußere Oberfläche oder auf die Masse eines Katalysators beziehen oder aber auf die Stoffmenge, die am Anfang vorgelegen ist, beziehen. Letztere Methode findet hier Verwendung und kann wie folgt formelmäßig beschrieben werden:

$$R_A = -\frac{dN_A}{dt} \cdot \frac{1}{N_{A,0}} = \frac{dX_A}{dt}$$

3 Praktische Durchführung

3.1 Versuch: Reaktionstechnik I

3.1.1 Versuchsaufbau

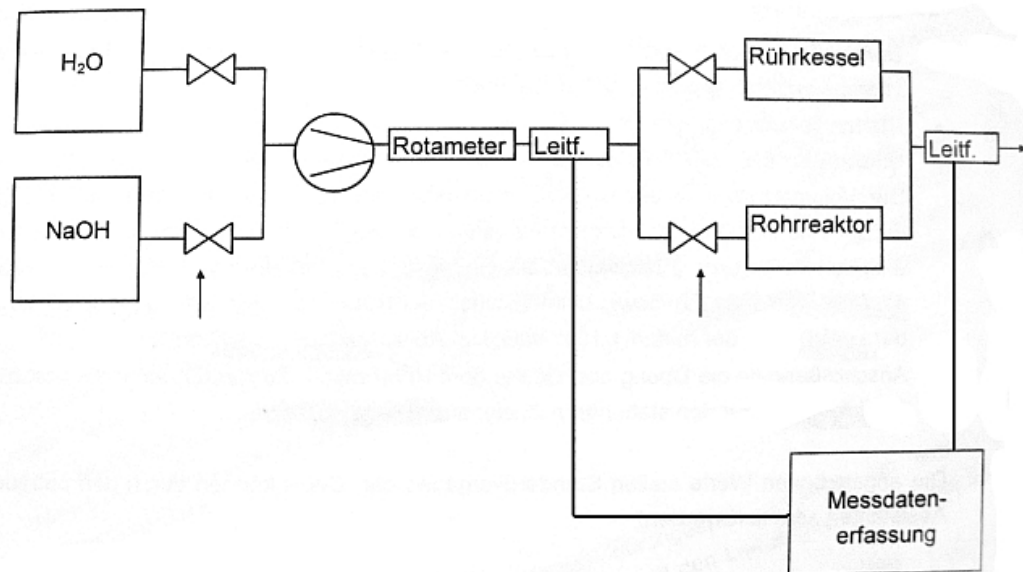


Abbildung 1: Fließbild des Versuchsaufbaus der Übung Reaktionstechnik I

3.1.2 Benutzte Chemikalien

0,1 N NaOH, destilliertes Wasser, Phenolphthalein

3.1.3 Durchführung

Der Rührreaktor wurde mit destilliertem Wasser gefüllt und die Pumpe sowie der Rührer eingeschaltet. Die Pumpe wurde so eingestellt, dass sie destilliertes Wasser aus dem Vorratsbehälter in den Reaktor mit 15 L/min förderte. Anschließend wurde gewartet bis die Leitfähigkeit bei beiden Leitfähigkeitselektroden konstant bei 0,0 mS/cm angelangt war. Anschließend wurde ein Hahn vor der Pumpe umgestellt, sodass die Pumpe von nun an die 0,1 N NaOH förderte und gleichzeitig mit der Aufzeichnung der Leitfähigkeit durch den Computer begonnen. Dabei wurde, wie in der Arbeitsvorschrift beschrieben, die

Pumpen-Einstellung angepasst, sodass die Flussrate wieder 15 L/min betrug. Anschließend wurde gewartet bis die sich die Leitfähigkeit nicht mehr änderte, was nach rund 20 Minuten so weit war.

Dann wurde erneut auf Wasser umgeschaltet, damit der Rohrreaktor von der NaOH gereinigt wurde bis beide Leitfähigkeitselektroden wieder 0,0 mS/cm anzeigten. Das Wasser wurde anschließend aus dem Reaktor abgelassen. Die Daten wurden anschließend mit Hilfe des Computerprogramms gespeichert.

Nach Beendigung dieser Messung wurde ein Hahn umgeschaltet, sodass nun nicht mehr der Rührkessel von der Pumpe gespeist wurde, sondern der Rohrreaktor. Dabei wurde zuerst der Rohrreaktor mit der Bezeichnung „1“ und anschließend der Rohrreaktor mit der Bezeichnung „2A“ untersucht. Die Pumpleistung wurde dabei stets so angepasst, dass die Flussrate 15 L/min betrug. Rohrreaktor „1“ wurde mit destilliertem Wasser gespült bis die Leitfähigkeit bei beiden Elektroden konstant 0,0 mS/cm anzeigte. Sobald dies erreicht wurde, wurde erneut der Hahn für die Speisung mit der NaOH umgelegt, sodass nun NaOH von der Pumpe in den Rohrreaktor gefördert wurde. Simultan erfolgte die Aufzeichnung der Leitfähigkeitsmessungen mit dem Computer. Erneut wurde gewartet bis die Leitfähigkeit vor und nach dem Rohrreaktor den gleichen Wert zeigte. Anschließend wurde mit der Rohrreaktor mit destilliertem Wasser gespült. Genauso wurde mit Rohrreaktor „2A“ verfahren. Die Daten wurden anschließend wieder mit Hilfe des Computerprogramms gespeichert.

3.1.4 Versuchsparameter

Parameter	Wert
Rührerdrehzahl	180 RPM
Flussrate	15 L/min
Pumpen-Einstellung (RK/NaOH)	85
Pumpen-Einstellung (RR/NaOH)	81
Volumen (RK)	1,90 L
Volumen (RR-1)	1,16 L
Volumen (RR-2A)	0,38 L

Tabelle 1: Versuchsparameter RT I

3.2 Versuch: Reaktionstechnik II

3.2.1 Versuchsaufbau

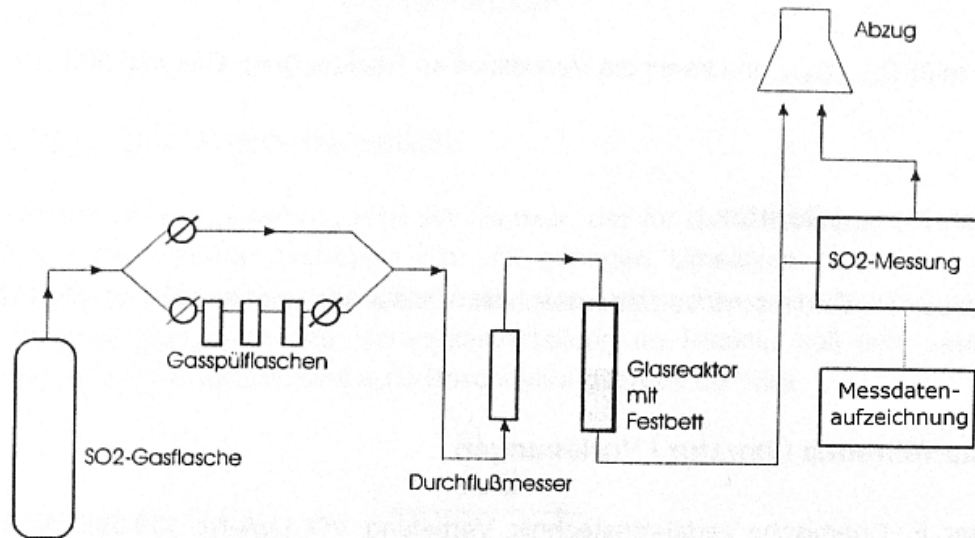


Abbildung 2: Fließbild des Versuchsaufbaus der Übung Reaktionstechnik II

3.2.2 Benutzte Chemikalien

Quarzsand (Körnung: 200 μm), Calciumhydroxid p.A., Fa. Merck, Schwefeldioxid in Stickstoff (896ppm laut Herstellerangabe)

Chemikalie	Einwaage [g]
$\text{Ca}(\text{OH})_2$	0,50
Quarzsand	4,50
Gemisch	3,99

Tabelle 2: Einwaagen von Quarzsand, Calciumhydroxid sowie das daraus angefertigte Gemisch

3.2.3 Durchführung

Calciumhydroxid und Quarzsand wurden wie in Tabelle 2 angegeben eingewogen und anschließend gut miteinander vermischt. Von diesem Gemisch wurden 3,99 g in ein kleines

Glasrohr mit Fritte überführt, welches anschließend sofort an die Apparatur angeschlossen wurde. Sodann wurde der Vordruck der Gasflasche auf 1 bar und die Flussrate auf 50 L/h eingestellt. Der Gasstrom wurde dabei nicht durch Gaswaschflaschen geleitet, die bei dieser Durchführung gar nicht vorhanden waren und vom Tutor angegeben wurde, dass die Durchführung ohne dieser zu erfolgen hat. Gleichzeitig mit dem Öffnen des Gasventils wurde die Datenaufzeichnung auf dem Computer gestartet. Dieser zeichnete die SO_2 -Konzentration nach dem Glasröhrchen mit dem Calciumhydroxid-Sand- Gemisch auf. Nach Beendigung der Messung wurde das Feststoffgemisch aus dem Glasrohr entfernt und mit Zellstoff gereinigt.

3.2.4 Versuchsparameter

Parameter	Wert
Vordruck	1 Bar
Flussrate	50 L/h

Tabelle 3: Versuchsparameter RT II

4 Auswertung

4.1 Versuch: Reaktionstechnik I

$$\frac{c}{c_0} = F(t) = 1 - e^{-\frac{t}{\alpha \cdot \tau}}$$

$$\frac{c}{c_0} = F(t) = 1 - \left[1 + \left(n \cdot \frac{t}{\tau} \right) + \frac{1}{2!} \left(n \cdot \frac{t}{\tau} \right)^2 + \frac{1}{3!} \left(n \cdot \frac{t}{\tau} \right)^3 + \dots + \frac{1}{(1-n)!} \left(n \cdot \frac{t}{\tau} \right)^{n-1} \right] \cdot e^{-\left(n \cdot \frac{t}{\tau} \right)}$$

4.2 Versuch: Reaktionstechnik II

Ansatz der Reaktionsrate

$$\frac{dX}{dt} = k^{-a \cdot X}$$

Umsatz:

$$X = \frac{n \cdot Ca(OH)_2^0 - n \cdot Ca(OH)_2^t}{n \cdot Ca(OH)_2^0}$$

5 Zusammenfassung der Ergebnisse

6 Anhang