

University of Applied Sciences FACHBEREICH
INGENIEUR- UND
NATURWISSENSCHAFTEN

PROTOKOLL REAKTIONSTECHNIK II

$\mathbf{S}\ddot{\mathbf{U}}\mathbf{K}$ Stoffübergang im begasten Rührkessel

Teilnehmer:

Carolin Lohmann Anna Tietjen Roman-Luca Zank

Gruppe: III

Protokollführer: Roman-Luca Zank

Datum der Versuchsdurchführung: 13.10.2020

Abgabedatum: 14.10.2020

Merseburg den 14.10.2020

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	2		
2	Geräte und Chemikalien	2		
3	Durchführung	2		
4	Ergebnisse und Berechnungen4.1 Allgemeine Daten und Annahmen4.2 Messdaten und Berechnungen4.3 Weitere Berechnungen	4		
5	Diskussion	9		
6 Fehlerbetrachtung				
Lit	teraturverzeichnis	11		

1 Einleitung

folgenden Protokoll werden Versuch generierte Messdaten zumSÜK - Stoffübergang im begasten Rührkessel ausgewertet. Ziel ist es, mithilfe des Praktikums und den ermittelten Messdaten Aussagen über den Stoffübergangsprozess eine Absorption zu treffen. Untersucht wird hierfür destilliertes Wasser in einem Rührkessel, welches per Druckluft zugeführten Sauerstoff absorbiert. Als Parameter wird die Drehzahl des Rührers variiert. Alle weiteren Betriebsvorgaben wie Rührertyp oder Temperatur des Wassers werden konstant gehalten. In der Auswertung dieses Protokolls sollen die verschiedenen Betriebszustände der Rührerdrehzahl miteinander verglichen werden.

2 Geräte und Chemikalien

Geräte:

- Rührkessel mit Rührer (hier: Ankerrührer)
- Sauerstoffsonde FDO® 925
- Dreikanal-Tisch-Messgerät INOLAB® MULTI 9430 IDS
- Metallröhrchen und Schläuche

Proben/Chemikalien:

- destilliertes Wasser
- Stickstoff-Gas
- Druckluft

3 Durchführung

Um den Einfluss der Rührerdrehzahl auf den Absorptionsprozess zu untersuchen, wird zunächst das Absorptionsmittel, in diesem Fall destilliertes Wasser, in den Rührbehälter gegeben. Das Thermostat, welches eine konstante Wassertemperatur gewährleistet, wird auf 20°C eingestellt. Danach folgen das Anbringen des Rührers, des gasführenden Metallröhrchens, sowie der Sauerstoffsonde, welche für dieses Praktikum bereits in den entsprechenden Halterungen am Rührkessel montiert wurden. Bei langsamer Drehzahl wird nun überprüft ob der Rührer gegen die zuvor montierte Sauerstoffsonde oder das Metallröhrchen schlägt.

Nach dem Aufbauen der Apparatur wird nun gewartet bis sich das Wasser mit drehendem Rührer auf 20 °C erwärmt. Überprüft wird dies mit der Sauerstoffsonde, welche ebenfalls einen Temperaturfühler besitzt. Gleichzeitig wird mittels Stickstoff der sich im Leistungswasser befindende Sauerstoff ausgetrieben. Dies erfolgte im Praktikum nicht vollständig, sondern jeweils bis zu einem Wert von rund $0.18 \, \frac{\text{mg}}{\text{L}}$ an Sauerstoff.

Nun kann mit dem eigentlichen Versuch begonnen werden und es wird bei festgelegter Drehzahl der Luftsauerstoff konstant zugeführt. Gemessen wird der Volumenstrom an zugeführter Luft mittels Schwebekörperdurchflussmesser in L/min. Im Praktikum wurde sich auf einen Volumenstrom von rund $0.50 \, \frac{\rm L}{\rm min}$ festgelegt. Mit Beginn der Luftzufuhr wird ebenfalls die Messung bzw. das Logging der Temperatur und der Sauerstoffkonzentration im 5 s-Intervall gestartet. Beendet wird die Messung bei einer Sauerstoffkonzentration von rund $8.7 \, \frac{\rm mg}{\rm L}$.

Für eine erneute Messung mit neuer Drehzahl wird ebenfalls der absorbierte Sauerstoff mit Stickstoff ausgetrieben und die Messung erneut gestartet.

4 Ergebnisse und Berechnungen

4.1 Allgemeine Daten und Annahmen

Als allgemeine Daten werden unter diesen Abschnitt Daten aufgeführt, welche lediglich einmalig für das Praktikum bestimmt wurden und nicht mit jeder Messerreihe erneut gemessen (siehe Tab. 1).

Tab. 1: Allgemeine Daten

Umgebungsdruck p_u [bar]	Rührerdurchmesser d_R [m]	Luftvolumenstrom \dot{V}	$\left[rac{ m L}{ m min} ight]$
1,013	0,11	0,5	

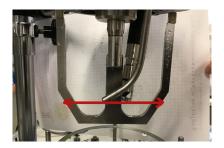


Abb. 1: angenommener Durchmesser am Ankerrührer

Der Rührerdurchmesser wird für die Berechnung der Reynoldszahl auf Höhe des einleitenden Gases angenommen (siehe Abb. 1).

Ebenfalls werden unter diesem Abschnitt die getroffenen Annahmen für die folgenden Berechnungen aufgeführt (siehe Tab. 2).

Tab. 2: Annahmen

Bezeichnung	Annahme	Begründung	
Dichte Wasser	$ \rho_{\rm H_2O} \approx const. $	Wassertemperatur ändert sich unwesentlich ($\Delta T = 0.4 \mathrm{K}$)	
Viskosität Wasser	$\nu_{\rm H_2O} \approx const.$	Wassertemperatur ändert sich unwesentlich ($\Delta T = 0.4 \mathrm{K}$)	
Partialdruck Sauerstoff	$p_{\rm O_2}^* \approx p_{\rm Umgebung}$	$\frac{p_{\rm H_2O}}{p_{\rm Umgebung}} << 1 \rightarrow { m vernachl\"{assigbar}}$	
Sauerstoffanteil	$x_{O_2} = 0,21$	realitätsnaher Wert	
Stoffmenge	$n_{ges} \approx n_{ m H_2O}$	$\frac{n_{\rm O_2}}{n_{\rm H_2O}} << 1 \rightarrow \text{vernachlässigbar}$	

4.2 Messdaten und Berechnungen

Es wurden für dieses Praktikum drei Messreihen durchgeführt, welche Drehzahlen von $80\,\frac{1}{\mathrm{min}}$, $110\,\frac{1}{\mathrm{min}}$ und $140\,\frac{1}{\mathrm{min}}$ umfassten. In Abbildung 2 sind zunächst die Konzentrationsverläufe der einzelnen Messreihen dargelegt. Bereits an dieser Stelle fällt auf, dass Messreihe 1 mit $80\,\frac{1}{\mathrm{min}}$ einen abweichenden Kurvenverlauf zu den übrigen Messreihen aufzeigt. Weiterhin erkennbar ist, dass ohne Betrachtung von Messreihe 1, Messreihe 3 mit $140\,\frac{1}{\mathrm{min}}$ den steileren Kurvenverlauf zeigt. In Gleichung (1) ist die Umrechnung der gemessenen Konzentration $\frac{\mathrm{mg}}{\mathrm{L}}$ in $\frac{\mathrm{mmol}}{\mathrm{L}}$ zu finden.

$$c = \frac{\beta}{M} = \frac{10 \frac{\text{g}}{\text{L}}}{32 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}$$
$$= 0.313 \frac{\text{mol}}{\text{L}}$$
(1)

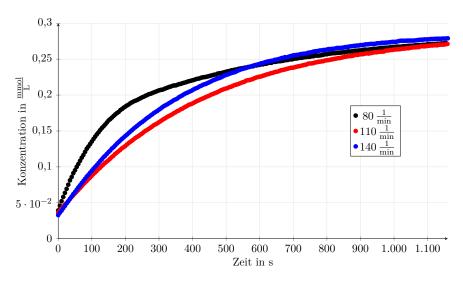


Abb. 2: Konzentrationsverläufe für verschiedene Drehzahlen

In Abbildung 3 wird nun die Stoffmengenänderungsgeschwindigkeit gegenüber der Konzentration aufgetragen. Die Berechnung der Stoffmengenänderungsgeschwindigkeit ist in Gleichung (2) nachzuvollziehen. Auch in dieser Abbildung fällt Messreihe 1 mit dem Verlauf der Datenpunkten gegenüber den übrigen Messreihen auf. Dies legt die Vermutung nahe, dass Messreihe 1 einer fehlerhaften Durchführung unterlegen sein könnte. Ansonsten zeigt sich neben Messreihe 1, erneut Messreihe 3 mit der höchsten Drehzahl auch mit dem steilsten Abfall der Regressionsgeraden.

$$R = \frac{\Delta c}{\Delta t} = \frac{3.91 \cdot 10^{-2} \frac{\text{mmol}}{\text{L}} - 3.28 \cdot 10^{-2} \frac{\text{mmol}}{\text{L}}}{10 \text{ s} - 0 \text{ s}}$$
$$= \underline{6.25 \cdot 10^{-4} \frac{\text{mmol}}{\text{L} \cdot \text{s}}}$$
(2)

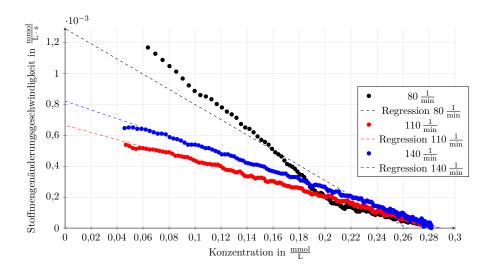


Abb. 3: Stoffmengenänderungsgeschwindigkeiten in Abhängigkeit der Konzentration für verschiedene Drehzahlen (geglättete Messwerte)

Regressionsgeraden:

$$y_{80} = -4,92 \cdot 10^{-3} \cdot x + 1,29 \cdot 10^{-3}$$
$$y_{110} = -2,31 \cdot 10^{-3} \cdot x + 6,65 \cdot 10^{-4}$$
$$y_{140} = -2,85 \cdot 10^{-3} \cdot x + 8,23 \cdot 10^{-4}$$

In einer weiteren Abbildung (siehe Abb 5) werden die Stoffübergangskoeffizienten $k_l \cdot a$ der Reynoldszahl Re gegeneinander aufgetragen. Es wird an dieser Stelle bewusst auf Messreihe 1 verzichtet, da die vorangegangen Auswertungen die Plausibilität dieser Messreihe anzuzweifeln lässt. Für Messreihe 2 und 3 wurden jeweils ein differentieller Ansatz und ein integraler Ansatz zur Bestimmung des Stoffübergangskoeffizienten verfolgt. Diese unterschiedlichen Ansätze führen zu unterschiedlichen jedoch ähnlichen Ergebnissen (siehe Abb. 5). Es lässt in dieser Abbildung bereits erkennen, dass mit höheren Reynoldszahlen höhere Stoffübergangskoeffizienten erreicht werden.

Die Berechnung der Reynoldszahl mittels Rührerdreh
zahl n, Rührerdurchmesser d_R und kinetischer Viskositä
t ν ist unter Gleichung (3) darstellt.

$$Re = \frac{(d_R)^2 \cdot n \cdot \pi}{\nu} = \frac{(0.11 \,\mathrm{m})^2 \cdot 80 \,\frac{1}{\mathrm{min}} \cdot \pi}{10 \cdot 10^{-6} \,\frac{\mathrm{m}^2}{\mathrm{s}}}$$

$$= \frac{(0.11 \,\mathrm{m})^2 \cdot 1.333 \,33 \,\frac{1}{\mathrm{s}} \cdot \pi}{10 \cdot 10^{-6} \,\frac{\mathrm{m}^2}{\mathrm{s}}}$$

$$= \underline{50 \,684 = 5 \cdot 10^4}$$
(3)

Für den differentiellen Ansatz wird lediglich der Betrag, des Anstiegs, der jeweiligen Regressionsgeraden unter Abb. 3 genutzt. Dieser entspricht dem differentiellen Stoffübergangskoeffizienten $[k_l \cdot a]_{diff}$. Ebenfalls lässt sich in diesem Schritt die Phasenkonzentration im Gleichgewicht c^* bestimmen. Hierfür wird aus der Regressiongeraden der Schnittpunkt mit der x-Achse berechnet (siehe Gleichung (4)). Die Werte hierfür sind in Tabelle Tab. 3 aufgeführt.

$$y = m \cdot x + n = y_{110} = -2,31 \cdot 10^{-3} \cdot x + 6,65 \cdot 10^{-4}$$

$$x(\text{für } y = 0) = c^* = \frac{-n}{m}$$

$$c_{110}^* = \frac{-6,65 \cdot 10^{-4}}{-2,31 \cdot 10^{-3}}$$

$$= 2,89 \cdot 10^{-1} \frac{\text{mmol}}{\text{L}}$$

$$(4)$$

Für den integralen Ansatz ist zunächst c^* zu bestimmen. In dieser Auswertung wird davon ausgegangen, dass die letzte aufgenommene Konzentration c der Konzentration c^* entspricht. Diese Konzentration c^* wird dann, wie in Abbildung 4 gegen die Zeit aufgetragen. Der Anstieg dieser Regressionsgeraden entspricht dann wiederum $[k_l \cdot a]_{int}$. Eine Berechnung des $[k_l \cdot a]_{int}$ ist unter Gleichung (6) zu finden.

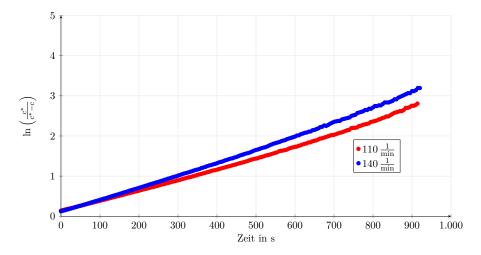


Abb. 4: Integraler Ansatz zur Bestimmung des $[k_l \cdot a]_{int}$

Regressionsgleichungen:

$$y_{110} = 2.84 \cdot 10^{-3} \cdot x + 0.064$$

$$y_{140} = 3.30 \cdot 10^{-3} \cdot x + 0.045$$
(5)

$$y = m \cdot x + n = y_{110} = 2.84 \cdot 10^{-3} \cdot x + 0.064$$
$$[k_l \cdot a]_{int} = m$$
$$= 2.84 \cdot 10^{-3} \frac{1}{s}$$
(6)

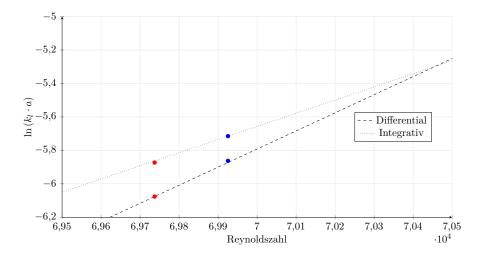


Abb. 5: Natürlich logarithmierter Stoffübertragungskoeffizient $k_l \cdot a$ in Abhängigkeit der Reynoldszahl Re für verschiedene Drehzahlen

Regressionsgeraden:

$$y_{\text{diff}} = 1,08 \cdot 10^{-3} \cdot x - 81,53$$

 $y_{\text{int}} = 7,85 \cdot 10^{-4} \cdot x - 60,64$

4.3 Weitere Berechnungen

In diesem Abschnitt werden Beispielrechnungen für weitere geforderte Werte wie der Henry-Konstante oder der effektiven Reaktionsgeschwindigkeit dargelegt. Es wird sich hierbei lediglich auf Vorberechnungen der differentiellen Methodik berufen.

Henry-Konstante

$$H [\text{bar}] = \frac{p_u \cdot x_{\text{O}_2}}{c^* \cdot n_{\text{H}_2\text{O}} \cdot V_{\text{H}_2\text{O}}}$$

$$H_{80} = \frac{1,013 \,\text{bar} \cdot 0,21}{2,63 \cdot 10^{-4} \,\frac{\text{mol}}{\text{L}} \cdot 55,45 \,\text{mol} \cdot 1 \,\text{L}}$$

$$= 44 \,937 \,\text{bar}$$
(7)

 $r_{\rm effektiv}$, wenn Konzentration um 10% bei Bulk absinkt

$$r_{\text{effektiv}} = k_l \cdot a \cdot (c^* - c^* \cdot 0, 9)$$

$$r_{\text{effektiv},110} = 2.30 \cdot 10^{-3} \frac{1}{\text{s}} \cdot \left(2.89 \cdot 10^{-4} \frac{\text{mol}}{\text{L}} - 0.9 \cdot 2.89 \cdot 10^{-4} \frac{\text{mol}}{\text{L}}\right)$$

$$= \underline{6.63 \cdot 10^{-8} \frac{\text{mol}}{\text{L} \cdot \text{s}}}$$
(8)

RZA für 100 % Stoffumsatz bei $M=100\,\frac{\rm g}{\rm mol}$

$$RZA = r_{\text{effektiv}} \cdot (M + M_{O_2})$$

$$RZA_{110} = 6.63 \cdot 10^{-8} \frac{\text{mol}}{\text{L} \cdot \text{s}} \cdot \left(100 \frac{\text{g}}{\text{mol}} + 32 \frac{\text{g}}{\text{mol}}\right)$$

$$= 8.76 \cdot 10^{-6} \frac{\text{g}}{\text{L} \cdot \text{s}}$$
(9)

Tab. 3: Zusammenfassende Werte

Betrachteter Wert	$80 \frac{1}{\min}$	$110 \frac{1}{\min}$	$140 \frac{1}{\min}$
$[k_l \cdot a]_{diff} \left[\frac{1}{s}\right]$	$5,06 \cdot 10^{-3}$	$2,30 \cdot 10^{-3}$	$2,82 \cdot 10^{-3}$
$c_{diff}^* \left[rac{\mathrm{mmol}}{\mathrm{L}} ight]$	$2,63 \cdot 10^{-1}$	$2,89 \cdot 10^{-1}$	$2,89 \cdot 10^{-1}$
$[k_l \cdot a]_{int} \left[\frac{1}{\mathrm{s}} \right]$	$3,81 \cdot 10^{-3}$	$2,84 \cdot 10^{-3}$	$3,30 \cdot 10^{-3}$
$c_{int}^* \left[\frac{\text{mmol}}{\text{L}} \right]$	$2,72 \cdot 10^{-1}$	$2,74 \cdot 10^{-1}$	$2,82 \cdot 10^{-1}$
REYNOLDSZAHL	$5,06 \cdot 10^4$	$6,97\cdot10^4$	$6,99 \cdot 10^4$
Henry-Konstante [bar]	44937	40837	40751
$r_{ m effektiv} \left[rac{ m mol}{ m L \cdot s} ight]$	$1,33 \cdot 10^{-7}$	$6,63 \cdot 10^{-8}$	$8,15 \cdot 10^{-8}$
RZA $\left[\frac{g}{L \cdot s}\right]$	$1,75 \cdot 10^{-5}$	$8,76 \cdot 10^{-6}$	$1,08 \cdot 10^{-5}$
Plausibel?	eher nicht	ja	ja

5 Diskussion

Aus den Ergebnissen des Praktikumsversuches und den Berechnungen lässt sich zunächst erkennen, dass sich die Messreihe 1 als nicht plausibel herausstellt. Dies lässt sich auf Durchführungsfehler während des Praktikums zurückführen (siehe Abschnitt 6). Die Messreihen 2 und 3 zeigen jedoch verwertbare Daten, aus denen mögliche Schlüsse gezogen werden können.

Zunächst zeigt sich in Abb. 2, dass im gleichen Zeitintervall Messreihe 3 mit $140 \frac{1}{\text{min}}$ eine höhere Sauerstoffkonzentration erreicht, als Messreihe 2 mit $110 \frac{1}{\text{min}}$. Als These lässt sich hierbei formulieren, dass bei höheren Drehzahlen ein besserer Stoffübergang erfolgt.

Auch in Bezug auf die Stoffmengenänderungsgeschwindigkeiten zeigt Messreihe 3 eine effizientere Performance als Messreihe 2. Zu sehen ist dies an dem steileren Abfall der jeweiligen Regressionsgeraden (siehe Abb. 3), welcher einem schnelleren Umsatz entspricht.

Betrachtet man Abbildung 5 so werden Unterschiede in der differentiellen und in der integrativen Methode deutlich. Vorrangig lässt sich jedoch der integrative Wert kritisch bewerten, da dafür die Annahme der Phasenkonzentration c^* lediglich auf dem letzten Messwert der jeweiligen Messreihe basiert. Dies kann zu entscheidenden Ungenauigkeiten führen. Somit werden auch die folgenden Werte, die aus dieser Grafik mathematisch zu entnehmen sind auf der differentiellen Methodik basieren.

Ob man nun differentiell oder integrativ die Graphen betrachtet ist jedoch unwesentlich, sobald man den generellen Zusammenhang zwischen Reynoldszahl und dem Stoffübergangskoeffizienten betrachtet. Es fällt auf, dass auch hier bei einer höheren Reynoldszahl, sprich einer höheren Drehzahl, ein höherer Stoffübergangskoeffizient auftritt. Zu erkennen ist die dies an den geringeren Werten für $\ln (k_l \cdot a)$. Die ursprüngliche These, dass bei höheren Drehzahlen der Stoffübergang gefördert wird, wird somit nochmals untermauert.

Um nun die Messreihen untereinander nochmals auf Plausibilität zu prüfen, werden die berechneten Henry-Konstanten mit Literaturwerten verglichen.

Tab. 4: Vergleich der HENRY-Konstanten

In Tabelle 4 sind wiederholt die einzelnen Henry-Konstanten aufgeführt. Ebenfalls dargestellt sind die Abweichungen der Konstanten in Bezug auf Messreihe 3 und auf einen recherchierten Literaturwert.

Für die Henry-Konstanten wäre zu erwarten gewesen, dass diese für jede Messreihe demselben Zahlenwert entsprechen. Da dies aufgrund von Messtoleranzen und Annahmen kaum möglich ist, sollten die Werte auch mit einer gewissen Toleranz bewertet werden. So fällt zunächst auf, dass sich alle Werte für die Henry-Konstante in einem ähnlichen Zahlenbereich befinden. Das größte Vertrauen wird hierbei dem Literaturwert zugeordnet, da dieser aus einem Fachbuch stammt [1]. Vergleicht man die Abweichung der Henry-Konstanten mit dem Literaturwert so fällt wiederholt die Messreihe 1 auf.

Sie besitzt mit 17,4 % die höchste Abweichung gegenüber dem Literaturwert und bewegt sich außerhalb der Abweichungen der Messreihen 2 und 3. Diese besitzen Abweichungen zwischen 6,0 - 7 %. Somit bestätigt sich die fehlerhafte Durchführung der Messreihe auch in dieser Auswertung und die Messdaten gelten somit als nicht plausibel.

Betrachtet man die Messreihen 2 und 3 so könnte man behaupten, dass diese als plausibel gelten, wenn die Abweichrate mit 6-7% für diesen Versuch nicht zu hoch erscheint. Für eine weitere Validierung der Messreihen 2 und 3 könnten weitere Literaturwerte hinzugezogen werden.

Vergleicht man die Konstanten der Messreihen nochmals untereinander in Bezug auf Messreihe 3, so zeigt sich das vor allem, dass die Messreihen 2 und 3 untereinander geringe Abweichungen im Vergleich zu Messreihe 1 und 3 haben. Somit würden Messreihe 2 und 3 auch die These der Konstanz der Henry-Konstante bestätigen und könnten somit als plausibel gewertet werden.

Nach diesen Ausführungen stellt sich nun die Frage, welche Schlussfolgerungen für den Stoffübergang von Sauerstoff in Wasser für diesen Versuch getroffen werden können. Die These, dass mit erhöhter Drehzahl ein effizienterer Stofftransport gewährleistet wird, kann mit den Messreihen 2 und 3 in den vorangegangenen Ausführungen bestätigt werden. Eine höhere Drehzahl des Rührers verbessert für diesen Versuchsaufbau die Absorption von Sauerstoff in Wasser.

Der Stoffübergang könnte sich möglicher Weise mit einem geeigneteren Rührer, wie beispielsweise einem Scheibenrührer oder einem Rohrsegmentrührer verbessern, da diese auch in der Praxis für Begasungsprozesse Anwendung finden. Ein Ankerrührer ist für diese Anwendung eher ungeeignet.

Weiterhin könnte, wenn möglich, ein anders Stoffsystem genutzt werden, welches Sauerstoff besser absorbiert als Wasser und somit die Diffusion durch die Phasengrenzen erhöht. Ebenfalls könnte die Phasengrenzfläche erhöht werden, um mehr Stoffkontakt zu ermöglichen. So wäre es denkbar, dass die Luft mit noch feineren Bläschen in die Lösung eingedüst wird. Zuletzt bleibt noch die Möglichkeit die Hydrodynamik zu verbessern. Dies könnte in Form einer Verringerung der jeweiligen Dicken der Phasengrenzen möglich sein.

6 Fehlerbetrachtung

Für Fehler wird hauptsächlich die Messreihe 1 mit $80\frac{1}{\text{min}}$ betrachtet. Da sich in den Leitungen für die Sauerstoffzufuhr noch Stickstoff vom Stripping-Prozess befand kam es zur Beeinträchtigung der Messwerte. Daraufhin wurde die Sauerstoffzufuhr nachgeregelt. Aufgrund dieser Tatsache ist es empfehlenswert die erste Messreihe zu wiederholen. Da die Messreihen 2 und 3 einen ähnlichen, jedoch nicht gleichen Verlauf der Messdaten anzeigen und als plausibel gewertet werden können, kann hier auf eine Wiederholung der Versuchsdurchführung verzichtet werden.

Ansonsten lassen sich die getroffenen Annahmen unter Abschnitt 4 eventuell anzweifeln, welche zu Anfang der Auswertung der Messdaten getroffen wurden. Zusätzlich dazu unterliegen Messeinrichtungen immer gewissen Schwankungen, sowie Fehlertoleranzen. Diese sind jedoch weder im Praktikum noch in der Auswertung negativ aufgefallen.

Literatur

[1] Draxler, Josef ; Siebenhofer, Matthäus: Verfahrenstechnik in Beispielen: Problemstellungen, Lösungsansätze, Rechenwege. Wiesbaden : Springer Vieweg, 2014. http://dx.doi.org/10.1007/978-3-658-02740-7. http://dx.doi.org/10.1007/978-3-658-02740-7. - ISBN 9783658027407