



HOCHSCHULE MERSEBURG

---

# Temperierung und Dosierung eines Laborreaktors

---

## PROJEKTBERICHT THERMISCHE VERFAHRENSTECHNIK II

**vorgelegt von:**

Roman-Luca Zank

**Betreuung:**

Herr Ramhold

**Versuchsdurchführung:**

Ende Mai bis Anfang Juni

**Abgabe:**

10.06.2021

Merseburg den 10.06.2021

## **Inhaltsverzeichnis**

<b>Abbildungsverzeichnis</b>	<b>1</b>
<b>Tabellenverzeichnis</b>	<b>1</b>
<b>1 Einleitung und Versuchsziel</b>	<b>2</b>
<b>2 Theoretische Grundlagen</b>	<b>2</b>
2.1 Dosierung mittels Pumpen . . . . .	2
2.2 Dosierung mittels Tropftrichter oder Tropf . . . . .	2
2.2.1 medizinischer Tropf . . . . .	2
2.2.2 Tropftrichter . . . . .	2
2.3 Temperaturprofile mittels Thermostat . . . . .	2
<b>3 Geräte und Chemikalien</b>	<b>2</b>
<b>4 Versuchsdurchführung</b>	<b>3</b>
<b>5 Ergebnisse</b>	<b>5</b>
<b>6 Diskussion der Ergebnisse</b>	<b>8</b>

## **Abbildungsverzeichnis**

1 Versuchsaufbau-Probenahme . . . . .	3
2 Skizze Seifenblasenzähler . . . . .	5
3 Kalibriergerade - Konzentrationen in Abhängigkeit der Absorbanzen . .	6

## **Tabellenverzeichnis**

1 Kalibrierlösungen . . . . .	3
2 Wellenlängen der Lösungen K2, K4 und K5 mit maximaler Absorbanz .	5
3 Wellenlängen der Lösungen K2, K4 und K5 mit maximaler Absorbanz .	6
4 Gemessene Zeiten des Seifenblasenzählers . . . . .	6
5 Wellenlängen der Lösungen K2, K4 und K5 mit maximaler Absorbanz .	7

# 1 Einleitung und Versuchsziel

Für eine Arbeit des POLYMERSERVICE MERSEBURG (PSM) wird ein 2L-Reaktorsystem mit automatischer Dosierung über mehrere Stunden gefordert. Weiterhin sollen über Temperaturprofile Aufheiz- und Abkühlvorgänge gesteuert werden. Beide Anforderungen sind für zwei verschiedene Polymerisationen nötig, welche an dieser Stelle nicht näher erläutert werden.

Ziel des Projektes im Rahmen des Moduls thermischer Verfahrenstechnik II ist es, dass in Form einer studentischen Arbeit ein Prototyp für ein mögliches Reaktorsystem aufgebaut und vorgestellt wird. Die Anforderungen an das geforderte System wurden hierfür abstrahiert und vereinfacht. Dabei wird aufgezeigt welche Möglichkeiten in der Umsetzung mit bereits vorhandenen Mitteln an der HOCHSCHULE MERSEBURG bestehen.

In Tabelle ?? ist aufgeführt welche Anforderungen, das System erfüllen müsste laut PSM und welche Anforderungen das abstrahierte Projekt erfüllt.

## 2 Theoretische Grundlagen

### 2.1 Dosierung mittels Pumpen

Spritzenpumpe

Zahnradpumpe

Schlauch-Peristaltik-Pumpe

Membranmagnetpumpe

### 2.2 Dosierung mittels Tropftrichter oder Tropf

#### 2.2.1 medizinischer Tropf

#### 2.2.2 Tropftrichter

### 2.3 Temperaturprofile mittels Thermostat

[Anleitungen verlinken](#)

## 3 Geräte und Chemikalien

Geräte:

- portable Pumpe:  
AMETEK - Alpha 1 Airsampler
- Spektralphotometer:  
ANALYTIK JENA - Spekol 1500
- Kunststoff-Pipetten
- 50 mm Küvetten
- Stoppuhr
- Schraubverschlüsse mit Dichtungen für Waschflaschen
- Kunststoffschläuche
- Messkolben verschiedener Volumina
- Mess- und Vollpipetten verschiedener Volumina
- 100 mL Waschflaschen mit Frittenensatz

Proben/Chemikalien:

- SALTZMANN-Reagenz
- destilliertes Wasser
- Vergleichslösung mit Natriumnitrit (1 mL enthält umgerechnet  $1 \mu\text{g NO}_2$ )

## 4 Versuchsdurchführung

### Probenahme der Raumluft

Der Versuch begann um 8:02 Uhr mit der 90-minütigen Probenahme von  $\text{NO}_2$  unter einem Abzug im Labor Hg/E/2/17. Ziel ist es mit Hilfe des Versuchsaufbaus  $\text{NO}_2$  aus der Raumluft in 25 mL SALTZMANN-Lösung zu absorbieren (siehe Abb. 1). Hierfür wurde nach Aufbau des Versuchstandes die Pumpe eingeschaltet. Der Volumenstrom wurde am Ende der gesamten Versuchsdurchführung bestimmt.

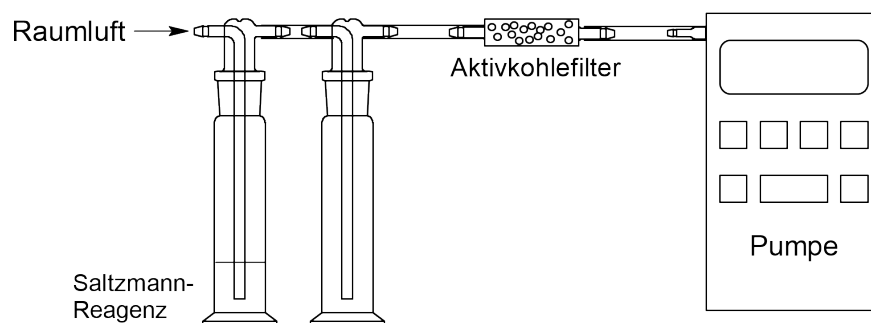


Abb. 1: Versuchsaufbau-Probenahme

### Kalibrierung mit Natriumnitrit-Lösung

Während die Probenahme lief, wurden parallel dazu die Kalibrierlösungen hergestellt. Hierfür wurde eine Vergleichslösung mit einer Massenkonzentration von  $1,5 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$  Natriumnitrit zur Verfügung gestellt. Umgerechnet hatte die Lösung eine Massenkonzentration von  $1 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$   $\text{NO}_2$ . In Tabelle 1 sind die Verdünnungsreihen nach der Versuchsanleitung mit den benötigten Volumina dargestellt.

Tab. 1: Kalibrierlösungen

Kalibrierlösung	Zielkonzentration [ $\frac{\text{mg}}{\text{L}}$ ]	Volumen Vergleichslösung [mL]	Volumen Saltzmann-Lösung [mL]
K1	0,01	0,5	49,5
K2	0,02	1,0	49,0
K3	0,03	1,5	48,5
K4	0,04	2,0	48,0
K5	0,06	3,0	47,0
K6	0,08	4,0	46,0

Je höher die Konzentration der Kalibrierlösung gewesen war, desto intensiver erschien die Farbe des Farbstoffes. Nach dem Herstellen der Lösungen und 15-minütigem Warten wurden mit den Kalibrierlösungen K2, K4 und K5 die Wellenlänge des Absorptionsmaximums  $\lambda_{\text{max}}$  bestimmt. Zunächst ist dafür eine Küvette mit destilliertem Wasser als Referenz im Spektralphotometer vermessen und hinterlegt worden. Danach erfolgte die Vermessung der genannten Kalibrierlösungen und deren

Messwerte für  $\lambda_{max}$  wurden arithmetisch gemittelt. Die Ergebnisse dieser Messungen finden sich unter Abschnitt 5.

Nach der Bestimmung der Wellenlänge des Absorptionsmaximums  $\lambda_{max}$  konnten nun die Absorbanzen für alle Kalibrierlösungen bei dieser Wellenlänge bestimmt werden. Mit Hilfe dieser Absorbanzen ist nun ein Aufstellen der Kalibriergerade zur Messung der Konzentration der Raumlufprobe möglich. Mehr dazu unter Abschnitt 5.

### **Messung der Raumlufprobe:**

Sobald die 90 Minuten vergangen waren, wurde die Probenlösung nochmals für 15 Minuten stehen gelassen, sodass sich der Farbstoff vollständig ausbilden konnte. Währenddessen wurde die Probenahmeapparatur abgebaut und die Pumpe an den Seifenblasenzähler angeschlossen. Die Messungen der Absorbanz der Raumlufprobe erfolgte nach Ablauf der Wartezeit auf gleiche Weise wie die Messung der Kalibrierlösungen. Es wurden drei Messungen von Absorbanzen bei der ermittelten Wellenlänge  $\lambda_{max} = 548 \text{ nm}$  für die Raumlufprobe durchgeführt.

### **Volumenstrom der Pumpe**

Der Volumenstrom der Pumpe wurde mittels Seifenblasenzähler ermittelt. Eine Skizze des Versuchsaufbaus ist in Abbildung 2 zu sehen. Hierfür wurde die Pumpe mit der oberen Schlauchtülle des Seifenblasenzählers verbunden und eingeschaltet. Am unteren Ende des Seifenblasenzählers wurde die Seifenblasenlösungen an die Öffnung gegeben, sodass diese von der Pumpe angesaugt wurde. Es bildeten sich flache Seifenblasen, welche sich entlang der Skalierung bis zum Doppelboden des Seifenblasenzähler bewegten. Nach dem mehrere Blasen das obere Ende des Zählers erreicht hatten, wurde mit der Messung des Volumenstroms begonnen.

Hierfür wurde erneut eine Seifenblase durch ein Ansaugen der Pumpe im Seifenblasenzähler gebildet.

Sobald diese die beginnende Skalierung für den 500 mL-Abschnitt des Zählers erreichte, wurde die Zeit gemessen die die Seifenblase brauchte, um die obere Marke von 500 mL zu erreichen. Insgesamt wurde diese Messung dreimal durchgeführt und eine mittlere Zeit berechnet, die Seifenblasen benötigten. Aus diesem Wert wird unter Abschnitt 5 der Volumenstrom der Pumpe bestimmt.

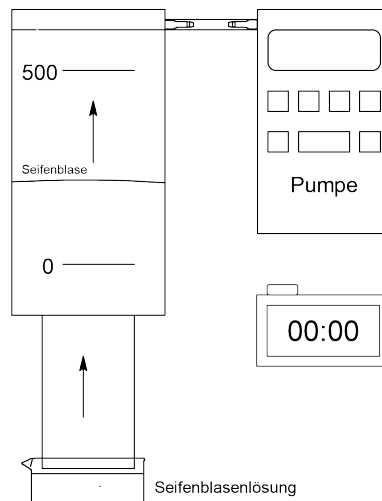


Abb. 2: Skizze Seifenblasenzähler

## 5 Ergebnisse

Die durchgeführten Versuchsabschnitte sind bei einer Raumtemperatur von  $\vartheta_a = 24,1\text{ }^\circ\text{C}$  durchgeführt worden. Während der Probennahme und der Bestimmung des Volumenstroms wies die Pumpe eine Durchschnittstemperatur von  $\vartheta = 26\text{ }^\circ\text{C}$  auf.

### Kalibrierung

Im vorangegangenen Versuchsabschnitt wurde bereits die Wellenlänge des Absorptionsmaximums  $\lambda_{max}$  erwähnt. In Tabelle 2 sind die ermittelten Wellenlängen der Lösungen K2, K4 und K5 aufgeführt.

Tab. 2: Wellenlängen der Lösungen K2, K4 und K5 mit maximaler Absorbanz

Kalibrierlösung	max. Absorbanz	Wellenlänge [nm]
K2	0,1107	548
K4	0,2074	548
K5	0,3172	548

Da alle drei Kalibrierlösungen in der Wellenlänge mit ihrem Absorptionsmaximum  $\lambda_{max} = 548\text{ nm}$  übereinstimmten, wurde dieser Wert auch in der weiteren Versuchsdurchführung zur Bestimmung der Absorbanzen genutzt. Die bestimmten Absorbanzen der Kalibrierlösungen K1 bis K6 sind in Tabelle 3 aufgeführt. Weiterhin sind in Abbildung 3 in Form einer Kalibriergerade die Konzentrationen in Abhängigkeit von den gemessenen Absorbanzen dargestellt.

Tab. 3: Wellenlängen der Lösungen K2, K4 und K5 mit maximaler Absorbanz

Kalibrierlösung	Konzentration $[\frac{\mu\text{g}}{\text{L}}]$	Absorbanz $[-]$
K1	10	0,0557
K2	20	0,1092
K3	30	0,1595
K4	40	0,2056
K5	60	0,3049
K6	80	0,4174

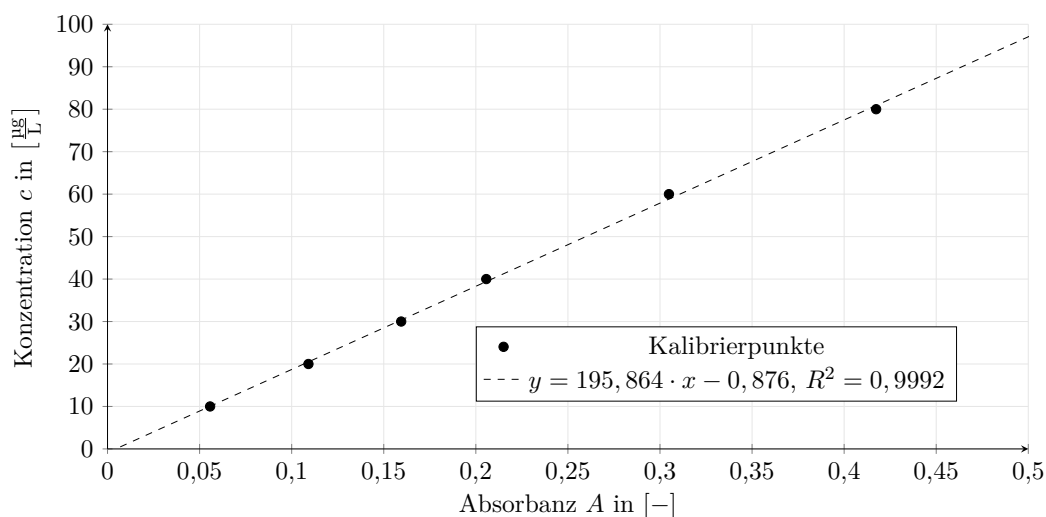


Abb. 3: Kalibriergerade - Konzentrationen in Abhängigkeit der Absorbanzen

## Volumenstrom der Pumpe

Der Volumenstrom der Pumpe lässt sich aus den gemessenen Zeiten bestimmen, die die Seifenblasen benötigten, um sich innerhalb eines Volumens von 500 mL zu bewegen (siehe Tab. 4, Gl. 1).

Tab. 4: Gemessene Zeiten des Seifenblasenzählers

Messung	Volumen [L]	Zeit [s]
M1	0,5	48,013
M2	0,5	48,003
M3	0,5	48,004
Mittelwert	0,5	48,07

$$D = \frac{V}{t} = \frac{0,5 \text{ L}}{48,07 \text{ s}} = 104,02 \cdot 10^{-4} \frac{\text{L}}{\text{s}} = \underline{\underline{0,624 \frac{\text{L}}{\text{min}}}} \quad (1)$$

## Messung der Raumlufprobe

Mit der nun aufgestellten Kalibriergerade können nun aus gemessenen Absorbanzen (siehe Tab. 5) der Raumlufprobe die Konzentrationen bestimmt werden (siehe Gl.2).

Die Konzentration an NO<sub>2</sub> in der Raumluft bestimmt sich mit Hilfe von Gleichung 3.

$$\begin{aligned} c &= 195,864 \frac{\mu\text{g}}{\text{L}} \cdot A - 0,876 \frac{\mu\text{g}}{\text{L}} \\ &= 195,864 \frac{\mu\text{g}}{\text{L}} \cdot 0,0267 - 0,876 \frac{\mu\text{g}}{\text{L}} = \underline{\underline{4,354 \frac{\mu\text{g}}{\text{L}}}} \end{aligned} \quad (2)$$

$$\begin{aligned} \beta &= \frac{m_A}{D \cdot t} \cdot \frac{T_n + \vartheta}{T_n + \vartheta_a} = \frac{0,153 \mu\text{g}}{0,624 \cdot 10^{-3} \frac{\text{m}^3}{\text{min}} \cdot 90 \text{ min}} \cdot \frac{273 \text{ K} + 26 \text{ K}}{273 \text{ K} + 24,1 \text{ K}} \\ &= \underline{\underline{1,95 \frac{\mu\text{g}}{\text{m}^3}}} \end{aligned} \quad (3)$$

Tab. 5: Wellenlängen der Lösungen K2, K4 und K5 mit maximaler Absorbanz

Analysenprobe	Messung 1	Messung 2	Messung 3	Mittelwert
Absorbanz $A$	0,0267	0,0290	0,0270	0,02757
Konzentration $c$ [ $\frac{\mu\text{g}}{\text{L}}$ ]	4,354	4,804	4,412	4,523
Masse $m$ [ $\mu\text{g}$ ] pro 25 mL	0,109	0,120	0,110	0,113
Konzentration $\beta$ [ $\frac{\mu\text{g}}{\text{m}^3}$ ]	1,95	2,15	1,98	2,03

Es fällt auf, dass alle drei Messungen und demzufolge auch der Mittelwert für  $\beta$  kleiner sind als der Arbeitsplatzgrenzwert für NO<sub>2</sub> laut Gefahrstoffverordnung ( $\beta < 950 \frac{\mu\text{g}}{\text{m}^3}$ ).



## 6 Diskussion der Ergebnisse

Grundlegend erscheinen die berechneten Raumluftkonzentrationen  $\beta$  als plausibel, da mit sehr kleinen Konzentrationen zu rechnen war. Auch die Tatsache, dass damit der Arbeitsplatzgrenzwert unterschritten ist, erscheint sinnvoll, da keine offensichtliche Emissionsquelle im Praktikum vorbereitet oder ersichtlich gewesen war.

Die Kalibriergerade mit der die Konzentration an  $\text{NO}_2$  in der Absorptionslösung bestimmt wurde, hat mit einem Bestimmtheitsmaß von  $R^2 = 0,9992$  eine ausreichende Genauigkeit. Jedoch ist der Kalibrierbereich zu kritisieren, da alle Messungen der Raumluftprobe unter dem kleinsten Wert der Kalibrierung liegen. Zwar könnte man davon ausgehen, dass der Fehler in der Linearität gering ausfallen könnte, besser wäre jedoch wenn die kleinste Kalibrierlösung unter dem Messwert liegen würde. Da jedoch bereits mit dieser Genauigkeit eindeutig ist, dass der Messwert mit  $2,03 \frac{\mu\text{g}}{\text{m}^3}$  unter dem Arbeitsplatzgrenzwert mit  $950 \frac{\mu\text{g}}{\text{m}^3}$  liegt, wird eine weitere Anpassung des Verfahrens für diesen Verwendungszweck als nicht-sinnvoll erachtet. Ist jedoch eine genauere Messung der  $\text{NO}_2$ -Konzentration nötig sollte die Kalibrierung entsprechend der zu erwartenden Messwerte angepasst werden.

Ebenfalls gilt es zu beachten, dass alle Messwerte dem Einfluss Messtoleranzen der genutzten Geräte sowie zufälligen Fehlern unterliegen.