



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:	28.06.2021

Merseburg den 28.06.2021

Inhaltsverzeichnis

Abbildungsverzeichnis	1
Tabellenverzeichnis	1
1 Einleitung und Versuchsziel	2
2 Theoretische Grundlagen	3
2.1 Dosierung mittels Tropftrichter	3
2.2 Ausflussgeschwindigkeit - TORRICELLI-Theorem	3
2.3 Dosierung mittels Pumpen	4
2.4 Temperaturprofile mittels Thermostat	5
3 Geräte und Chemikalien	5
4 Versuchsdurchführung	6
4.1 Einstellen der Temperaturprofile	6
4.2 Pumpendosierung	7
4.3 Ankerrührer	7
5 Ergebnisse	8
6 Diskussion der Ergebnisse	11
7 Zusammenfassung und Fazit	12
Literaturverzeichnis	13

Abbildungsverzeichnis

1	Skizze der realen Anforderungen an das Reaktorsystem	3
2	Skizze der vereinfachten Anforderungen an das Reaktorsystem für Prozess 1	3
3	Temperaturkurve für den vereinfachten Prozess 1	8
4	Gegenüberstellung der geforderten Volumenströme der Prozesse 1 und 2 gegenüber den möglichen Volumenströmen mit den vorhandenen Pumpen	9
5	Abweichung vom Startvolumenstrom in Abhängigkeit von der Zeit	10

Tabellenverzeichnis

1	zusammengefasste Anforderungen Prozess 1 und 2	2
2	Projektanforderungen: Vereinfachung des Prozesses 1	2
3	Messungen für die Bestimmung des Leitungswasserstromes	8
4	Gemessene Dauer für Aufheiz- und Abkühlvorgänge	8
5	Volumenströme der Magnet-Membranpumpe in verschiedenen Einstellungen	9
6	Minimale Volumenströme der Zahnradpumpe	9
7	Volumenströme der Zahnradpumpe in Abhängigkeit von der Zeit	10

1 Einleitung und Versuchsziel

Für eine Arbeit des POLYMERSERVICE MERSEBURG (PSM) wird ein temperiertes 2L-Reaktorsystem mit automatischer Dosierung über mehrere Stunden gefordert. Mit diesem Reaktorsystem sollen testweise Polymerisationen durchgeführt werden. Somit liegt der Fokus des Systems auf der Reproduzierbarkeit der Prozesse.

Ziel des Projektes im Rahmen des Moduls Thermische Verfahrenstechnik II ist es, dass in Form einer studentischen Arbeit ein Prototyp für ein solches Reaktorsystem aufgebaut und vorgestellt wird. Die benötigten Spezifikationen an das geforderte System wurden hierfür abstrahiert und vereinfacht (vgl. Tab. 1 und 2, sowie Abb. 1 und 2). Dabei wird aufgezeigt welche Möglichkeiten in der Umsetzung mit bereits vorhandenen Mitteln an der HOCHSCHULE MERSEBURG bestehen.

Tab. 1: zusammengefasste Anforderungen Prozess 1 und 2

Anforderung	Beschreibung
2L-Reaktor	Es wird ein offener 2L-Reaktor für die Reaktion benötigt.
Temperaturprofile	Die Temperaturen des Prozesses sind über Temperaturprofile einzustellen mit $\delta_{\max} = 135^\circ\text{C}$.
Edukte	Es werden vorgegebene, wässrige Edukte genutzt.
Ankerrührer	Für die Durchmischung ist ein Ankerrührer zu verwenden. Es darf keine Trombe entstehen.
Stickstoffatmosphäre	Es ist eine Stickstoffschutzatmosphäre auszuführen.
Wasserdampfdestillation	Es ist eine Wasserdampfdestillation auszuführen.
Kühler	Es wird eine Kühlung ausgeführt und Kondensat in einem externen Behälter aufgefangen.
pH-Wert	Für Prozess 2 ist eine pH-Wert Messung und Regelung notwendig.
Gefriertrocknung	Für Prozess 2 ist eine Gefriertrocknung notwendig.
Feeds Prozess 1	Feed 1: über 3 h mit $135 \frac{\text{mL}}{\text{h}}$ Feed 2: über 2 h mit $500 \frac{\text{mL}}{\text{h}}$ Feed 3: über 4 h mit $11,25 \frac{\text{mL}}{\text{h}}$ Feed 4: über 1 h mit $20 \frac{\text{mL}}{\text{h}}$
Feeds Prozess 2	Feed 1: über 4 h mit $20 \frac{\text{mL}}{\text{h}}$ Feed 2: über 5 h mit $6,78 \frac{\text{mL}}{\text{h}}$ Feed 3: zeitnahes Zugabe von 0,238 5 mL unter Beachtung des Siedeverzuges Feed 4: sekundenschnelle Zugabe von 0,055 5 mL Feed 5: sekundenschnelle Zugabe von 0,122 3 mL Feed 6: je nach pH-Wert Zugabe von 0,065 9 mL

Tab. 2: Projektanforderungen: Vereinfachung des Prozesses 1

Anforderung	Beschreibung
2L-Reaktor	Es wird ein offener 2L-Reaktor für die Reaktion benötigt.
Temperaturprofile	Die Temperaturen des Prozesses sind über Temperaturprofile einzustellen mit $\delta_{\max} = 80^\circ\text{C}$.
Feed 1 zu dosieren	Feed 1 ist mit $135 \frac{\text{mL}}{\text{h}}$ über 3 h zuzudosieren.
Feed 4 zu dosieren	Feed 4 ist mit $20 \frac{\text{mL}}{\text{h}}$ über 1 h zuzudosieren.
Feed 3 & Feed 4	Feed 3 und 4 werden nicht ausgeführt.
Edukte	Wasser wird als Ersatz für die realen Edukte genutzt.
Ankerrührer	Für die Durchmischung ist ein Ankerrührer zu verwenden. Es darf keine Trombe entstehen.
Stickstoffatmosphäre	Es wird keine Schutzatmosphäre ausgeführt.
Wasserdampfdestillation	Es wird keine Wasserdampfdestillation ausgeführt.
Kühler	Es wird keine Kühlung ausgeführt und kein Kondensat aufgefangen.

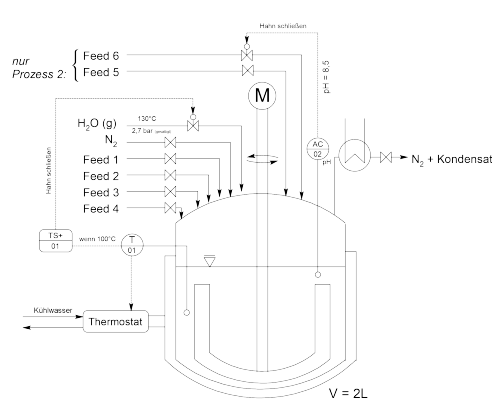


Abb. 1: Skizze der realen Anforderungen an das Reaktorsystem

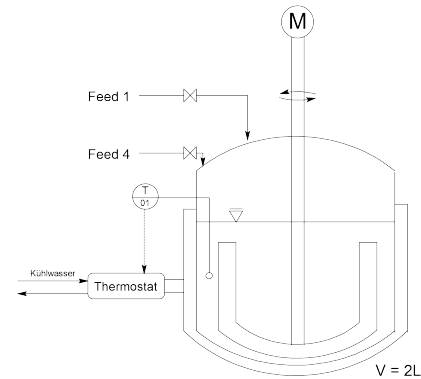


Abb. 2: Skizze der vereinfachten Anforderungen an das Reaktorsystem für Prozess 1

2 Theoretische Grundlagen

In diesem Abschnitt werden die theoretischen Grundlagen aufgeführt, die für die Projektbearbeitung und Diskussion notwendig sind. Es wird sich hierbei hauptsächlich auf das Thema der Dosierung konzentriert, da diese den Hauptschwerpunkt des Projektes darstellt.

2.1 Dosierung mittels Tropftrichter

Die einfachste Variante, um eine „automatische“ Dosierung über einen festgelegten Zeitraum zu dosieren, ist ein höher gelegener, gefüllter Behälter mit einer Leitung zum Reaktionsraum. Ein typisches Beispiel hierfür ist der Tropftrichter. Ein Tropftrichter beschreibt ein Glasgerät, welches im Labor zum Zutropfen von Flüssigkeiten zu einer Reaktionsmischung verwendet wird. Hierbei lässt sich über einen Hahn innerhalb kurzer Zeiträume eine genaue Dosierung realisieren. [1]

Zu den Vorteilen des Tropftrichter gehören die leichte Handhabung und die einfache Montage. Nachteilig ist jedoch, dass Volumenströme auf Dauer nicht genau eingestellt werden können (siehe 2.2 TORRICELLI-Theorem) und der Tropftrichter nicht für hochviskose Stoffe geeignet ist.

2.2 Ausflussgeschwindigkeit - Torricelli-Theorem

Der Tropftrichter weist das Problem auf, dass sich mit sinkendem Flüssigkeitsspiegel auch eine verringerte Strömungsgeschwindigkeit einstellt. Grund hierfür ist das Sinken des hydrodynamischen Druckes mit der Höhe des Füllstandes. Eine Beschreibung für diese Tatsache bietet das TORRICELLI-Theorem. Dieses trifft die Annahme, dass sich Fluidteilchen, ähnlich dem freien Fall, in einer Flüssigkeit bewegen, wenn der Flüssigkeitsspiegel langsam fällt. In der Praxis heißt dieses langsame Sinken des Flüssigkeitsspiegels, dass zwischen der Oberfläche des Flüssigkeitsspiegels A_1 und der Fläche des Austrittsloches als ideale Öffnung A_2 , $A_1 \gg A_2$ gilt [2]. Ausgehend von diesen Annahmen und der Tatsache, dass sich die Höhe des Flüssigkeitsspiegels h und somit auch die Geschwindigkeit v in Abhängigkeit von der Zeit verändern, ergibt sich somit Gleichung (1) [3].

$$v(t) = \sqrt{2 \cdot g \cdot h(t)} \quad (1)$$

Um nun bestimmen zu können über welchem Verlauf die Ausflussgeschwindigkeit abnimmt, ist der Flüssigkeitsspiegel $h(t)$ als Funktion von der Zeit zu ermitteln. Grundlage hierfür bieten das Aufstellen und Lösen von Differentialgleichungen (siehe [3]). Als Ergebnis dieser Umformungen ergibt sich Gleichung (2) mit H als Höhe des Füllstandes zum Zeitpunkt $t = 0$.

$$h(t) = \left(\sqrt{H} - \frac{A_2}{A_1} \cdot \sqrt{\frac{g}{2}} \cdot t \right)^2 \quad (2)$$

Es fällt auf, dass in Gleichung (2) der Flüssigkeitsspiegel quadratisch abfällt und die Höhe des Flüssigkeitsspiegels H in Gleichung (1) in einer Wurfelfunktion in die Ausflussgeschwindigkeit eingeht. Daraus ergibt sich, dass die Ausflussgeschwindigkeit linear gegenüber der Zeit abfällt. Der Anstieg bzw. Abfall der Ausflussgeschwindigkeit über der Zeit hängt laut Gleichung (2) von der Höhe H , sowie dem Verhältnis der Lochoberfläche zur Oberfläche des Flüssigkeitsspiegels $\frac{A_2}{A_1}$ ab. Schlussendlich ergeben sich damit Gleichung (3) und Zusammenhang (4).

$$\dot{V}(t) = A_2 \cdot v(t) = A_2 \cdot \sqrt{2 \cdot g \cdot \left(\sqrt{H} - \frac{A_2}{A_1} \cdot \sqrt{\frac{g}{2}} \cdot t \right)^2} \quad (3)$$

$$\dot{V} \sim t \quad (4)$$

2.3 Dosierung mittels Pumpen

Über das TORRICELLI-Theorem wurde deutlich, dass ein linearer Abfall des Volumenstroms über der Zeit besteht, ausgehend von Tropftrichter-ähnlichen Systemen. Ist jedoch eine konstante Zudosierung über einen längeren Zeitraum nötig, ist die Auslegung eines solchen Dosiersystems mittels Tropf zu aufwendig oder die technische Umsetzbarkeit für so kleine Volumenströme schlecht realisierbar. An dieser Stelle kann sich der Einsatz eines geregelten Pumpensystems anbieten.

Ein solches Dosierpumpensystem setzt sich grundlegend aus vier Bestandteilen zusammen. Dazu gehören eine Pumpe zum Fördern des Mediums, ein Messgerät zur Förderstrommessung, ein Stellglied (z.B. Stellventil oder Pumpenmotor), sowie ein Regler, welcher Soll- und Messwert vergleicht und danach das Stellglied einstellt. [4]

Moderne Laborpumpen können den zuvor beschriebenen Abfall des hydrostatischen Drucks durch eigene Regeleinrichtungen kompensieren. [5]

Hinweis: In der Versuchsdurchführung ist nicht auf eine solche Regelung worden!

Zahnradpumpe

Zahnradpumpen sind rotierende Verdrängungspumpen (Umlaufpumpen), welche über eine formschlüssige Bewegung eines Zahnradwalzenpaares im Pumpengehäuse Flüssigkeiten fördern können. Sie eignen sich vor allem für mittel- bis hochviskose Medien und kleine, konstante Volumenströme. Gegenüber Feststoffpartikeln im Fördermedium reagieren Zahnradpumpen hingegen sehr empfindlich. Weiterhin sollte eine Zahnradpumpe nicht trocken (mit Luft) betrieben werden. [4]

Magnet-Membranpumpe

Als klassische Dosierpumpe gilt die Kolben-Membranpumpe. Ein Bauform dieser Pumpen für kleinere Volumenströme ist jedoch die Magnet-Membrandosierpumpe.

Über einen an einer Spule angelegter Wechselstrom wird ein sich wechselnd auf- und abbauendes Magnetfeld erzeugt. Dieses Magnetfeld bewegt daraufhin einen sogenannten Schwinganker, welcher über einen Hebel auf die Pumpenmembran wirkt. Die oszillierende Bewegung der Membran sorgt dann schlussendlich für das Pumpen des Fördermediums. Durch jeden Hub des Schwingankers wird dabei eine gleichgroße Portion der Flüssigkeit transportiert, was einen konstanten, jedoch auch pulsierenden Förderstrom zur Folge hat. Dennoch eignen sich Membranpumpen gut als beständige Dosierpumpen für (feststoffhaltige) Flüssigkeiten [4, 6].

Schlauch-Peristaltik-Pumpe

Schlauchpumpen sind ebenfalls Umlaufpumpen und funktionieren nach dem Prinzip der Verdrängung. In einem kreisförmigen Pumpengehäuse drücken zwei bis drei umlaufende Rollen einen hochelastischen Kunststoffschlauch an einer Abrollstelle zusammen. Durch dieses Abquetschen des Schlauches wird ein Flüssigkeitsvolumen eingeschlossen was dazu führt, dass durch weiteren Umlauf der Rollen die Flüssigkeit in Richtung der Druckseite der Pumpe gefördert wird. Vorteil der Schlauchpumpe ist, dass bis auf den Schlauch keine Pumpenteile mit dem Fördermedium in Berührung kommen und sich die Schläuche kostengünstig wechseln lassen. So können selbst giftige oder aggressive Stoffe gefördert werden. Als Nachteil lässt sich vermerken, dass Schlauchpumpen nicht vollständig pulsationsfrei (schwellend) arbeiten. [4]

Spritzenpumpe

Im Gegensatz zu den zuvor beschriebenen Pumpen ist die Spritzenpumpe kaum im industriellen Maßstab zu finden. Spritzenpumpen werden hauptsächlich in der Medizin zur kontinuierlichen Verabreichung von Medikamenten, aber auch zur kontinuierlichen Dosierung im chemischen Labor genutzt. Gewährleistet wird die Dosierung über einen Schrittmotor mit einer Schneckenstange, welche den Kolben der Spritze bewegen. Über ein entsprechendes Eingabesystem können die Förderraten eingestellt werden. Vorteil der Spritzenpumpe ist es, dass Förderraten von wenigen $\frac{\mu\text{L}}{\text{min}}$ pulsationsfrei erreicht werden können. Der Nachteil besteht darin, dass aufgrund der hohen Dosiergenauigkeit und des technischen Aufwandes Spritzenpumpen vergleichsweise kostenintensiv sind. Weiterhin ist das zu dosierende Volumen auf das Volumen der Spritze limitiert (meist 150 mL). [7, 8]

2.4 Temperaturprofile mittels Thermostat

Temperaturprofile im Labormaßstab lassen sich mit Hilfe eines Thermostat-Systems umsetzen. Dieses System verfügt über ein ansteuerbares Umwälzthermostat über welches die Temperaturprofile einprogrammiert werden können. Ebenso verfügt das System über ein Temperierbad mit einer Temperierflüssigkeit, wie zum Beispiel Wasser. Über eine Heizspirale, eine Kühlspirale und einer Pumpe können somit verschiedenste interne und externe Temperieraufgaben umgesetzt werden.

3 Geräte und Chemikalien

Chemikalien:

Für alle Vorgänge wurde im Labor verfügbares Leitungswasser genutzt.

Geräte:

- JULABO Thermostat TopTech MW
- Computer mit JULABO EASY TEMP und WINCONTROL [9, 10]
- zwei PVC-Gewebesläuche mit Schlauchschellen für Verbindung von Thermostat mit Reaktor
- zwei PVC-P-Släuche mit Schlauchschellen für Thermostatkühlung (APDatec 840)
- zwei PVC-P-Släuche für Pumpendosierung (TOL Original Guttasyn)
- verschiedene 2 L-Bechergläser
- ISMATEC Microliter Zahnradpumpe
- PROMINENT BETA/5 Magnet-Membrandosierpumpe
- Präzisionsmessgerät AHLBORN ALMEMO 2890-9
- Thermoelementstecker AHLBORN ALMEMO ZA-9000-FSK2-NORM E4 - NiCr (TYP K)
- 2L-Reaktor (Höhe:Durchmesser-Verhältnis 4:1)
- IKA EUROSTAR POWER Laborrührer mit verschiedenen Ankerrührern

4 Versuchsdurchführung

In diesem Abschnitt wird die Versuchsdurchführung beschrieben. Da die Handhabung mit der genutzten Software und der Aufbau jedoch recht umfangreich waren, findet sich bei Bedarf auch eine ausführlichere Beschreibung unter diesem Link: <http://gofile.me/5IeRY/D4qveFRmS>.

4.1 Einstellen der Temperaturprofile

Vorbereitung des Thermostates und des Reaktors

Begonnen wurde die Versuchsdurchführung mit der Inbetriebnahme des Thermostats. Hierfür wurden die PVC-Gewebe-Släuche über einen Schlauch-Gewinde-Adapter mit dem 2L-Reaktor verbunden. Das jeweils andere Ende der Schläuche war bereits mit dem Thermostat über Schlauchschellen befestigt. Für die Verbindung mit dem Thermostat war zu beachten, dass der Schlauch mit dem heizenden Vorlaufstrom an der unteren Seite des Reaktors festgeschraubt wurde, um Luftblasen im Reaktormantel zu vermeiden. Danach wurden ebenfalls über Schlauchschellen weitere PVC-Släuche mit den Ein- und Ausgängen der Thermostatkühlung verbunden. Der eingehende Schlauch wurde auf der gegenüberliegenden Seite mit einem Wasseranschluss (ungeöffnet) versehen. Der ausgehende Schlauch führte in einen Abguss. Nun konnte das Thermostat eingeschaltet werden und es meldete sich sofort eine Fehlermeldung E01, welche in diesem Fall auf einen zu niedrigen Füllstand im Behälter des Thermostates hinwies. Nach Auffüllen des Thermostatbades wurde das Gerät erneut ohne Fehlermeldung gestartet und man konnte am Thermostat manuell eine Solltemperatur eingeben und den Prozess starten. Um jedoch mit Temperaturrampen arbeiten zu können, war das Herstellen einer Verbindung zu einem PC mit serieller RS-232-Schnittstelle und installierter JULABO EASY TEMP Software nötig.

Messwertaufnahme der Temperaturprofile

Da die aufgenommenen Messwerte der EASY TEMP-Software nicht in der kostenfreien Variante des Programms exportiert werden können, war für die Messwertaufnahme eine externe Messung notwendig. Hierfür wurde das Präzisionsmessgerät AHLBORN ALMEMO 2890-9 mit Thermoelementstecker genutzt. Ein Messfühler wurde dabei für die Messung der Lufttemperatur und einer für die Temperatur des Thermostatbades genutzt. Über ein passendes Datenkabel, welches in den oberen rechten USB-Ports des Rechners gesteckt wurde, konnte nun über die Software WINCONTROL eine exportierbare Messwertaufzeichnung realisiert werden.

Zeitmessung der Heiz- und Abkühlvorgänge

Für eine grobe Abschätzung der Dauer der geforderten Prozesse wurden das Aufheizen des leeren Reaktors beginnend bei 25 °C und das Abkühlen von zuvor einzustellenden 80 °C wieder auf 25 °C gemessen. Die 25 °C werden hierbei als Raumtemperatur angenommen. Diese Abschätzungen sollten in der weiteren Versuchsdurchführung dazu dienen, die Temperaturprofile einstellen zu können.

Es erfolgte lediglich eine einzige Messung bei der das Thermostat mit einer Solltemperatur gestartet wurde. Die Zeitmessung begann ab einer Temperatur von 25 °C und erfolgte bis zum Erreichen der 80 °C. Nachdem die Solltemperatur erreicht wurde, ist diese für eine Zeit von mehr als 5 min gehalten worden. Danach wurde die Solltemperatur auf 25 °C eingestellt und es begann die zweite Zeitmessung zusammen mit einem Kühlstrom. Hierzu wurde ein Leitungswasserstrom (23 °C, 55 $\frac{\text{L}}{\text{h}}$) in das Thermostat eingeleitet, um eine möglichst schnelle Kühlung zu erreichen. Für die Messung des maximalen Leitungswasserstromes wurden über drei Messreihen die Zeit gestoppt und das jeweils aufgefangene Wasser ausgewogen.

Konfigurieren der Temperaturprofile

Nach Bestimmung der Aufheiz- und Abkühlzeiten konnten nun die Temperaturprofile über die EASY TEMP Software einprogrammiert werden. Die Dauer von 9 h über die, die Zieltemperatur von 80 °C gehalten werden soll, wurde durch die Anforderungen an den Prozess 1 vorgegeben (siehe Tab. 1). Der Prozess ist bisher nicht über den gesamten Zeitraum über 9 h getestet worden.

4.2 Pumpendosierung

Die Dosierung mittels Pumpen war mit einer Magnet-Membranpumpe und einer Zahnradpumpe möglich. Untersucht wurden beide Pumpen auf ihren minimalen Volumenstrom bei der geringstmöglichen Einstellung. Da die Zahnradpumpe deutlich geringere Volumenströme erreichte, wurden weitere Arbeiten lediglich mit dieser Pumpe vollzogen. Aufgrund der Beobachtung eines abfallenden Volumenstrom mit der Höhe des Flüssigkeitsspiels des Vorratsbehälters (2 L-Becherglas) wurden für die Zahnradpumpe zusätzlich Messreihen aufgenommen. Hierfür wurde die Zeit gemessen, die die Pumpe brauchte, um bestimmte Volumina über eine bestimmte Zeit zu fördern zusammen mit der sinkenden Höhe des Flüssigkeitsspiegels. Dadurch sollte bestimmt werden, welcher Fehler durch diese Art der Dosierung entsteht. Mit der Magnet-Membrandosierpumpe erfolgte keine solche Untersuchung. Mehr dazu unter Abschnitt 5.

4.3 Ankerrührer

Nach dem der wesentliche Teil des Projektes vollendet war, wurde zusätzlich ein Edelstahl-Ankerrührer, sowie ein dazu passender Laborrührer montiert, ausgerichtet und erfolgreich auf Funktion getestet.

5 Ergebnisse

Ergebnisse der Temperaturprofile

In Tabelle 3 sind die Messwerte für die Bestimmung des maximalen Volumenstroms des Kühlwassers und in Tabelle 4 sind die gemessenen Zeiten zum Aufheizen und Abkühlen des leeren Reaktorsystems aufgeführt.

Tab. 3: Messungen für die Bestimmung des Leitungswasserstromes ($\delta_{\text{Kühlwasser}} = 23,2^\circ\text{C}$)

Messreihe	Zeit t [s]	Masse g [g]	Volumen V [mL]	Volumenstrom \dot{V} [$\frac{\text{L}}{\text{h}}$]
1	6,5	103	103,3	57,2
2	10,0	146	146,4	52,7
3	8,0	124	124,3	55,9
Mittelwert	8,2	124	124,6	55,3

Für diesen Versuch konnte ein mittlerer Kühlwasserstrom von $55,3 \frac{\text{L}}{\text{h}}$ mit einer Wassereingangstemperatur von $23,2^\circ\text{C}$ bestimmt werden.

Tab. 4: Gemessene Dauer für Aufheiz- und Abkühlvorgänge mit $\delta_{\text{Start}} = 25^\circ\text{C}$

Starttemperatur	Aufheizzeit bis $\delta = 80^\circ\text{C}$	Abkühlzeit von $\delta = 80^\circ\text{C} \rightarrow 25^\circ\text{C}$
25°C	24 min	24 min

Für das Erreichen der Solltemperatur von 80°C und einer Starttemperatur von 25°C ergab sich für das genutzte Thermostat eine Aufheizzeit von 24 min. Die umgekehrte Kühlung des Thermostates von 80°C auf 25°C ergab unter Nutzung des maximalen Kühlwasserstrom ebenfalls 24 min.

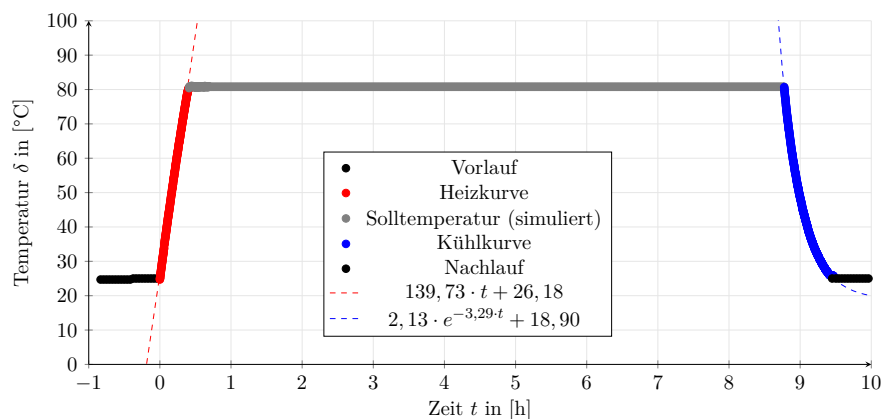


Abb. 3: Temperaturkurve für den vereinfachten Prozess 1 mit simulierten Verlauf der Solltemperatur

Als Folge dieser Ergebnisse wurden die Temperaturprofile so programmiert, dass zum Aufheizen bzw. Abkühlen jeweils 25 min Zeit sind. In Abb. 3 sind alle thermischen Vorgänge für den gesamten Prozess 1 ohne Wasserdampfdestillation in einem Diagramm dargestellt. Zu beachten ist, dass der Verlauf der Solltemperatur bis auf ein paar Minuten zu Beginn nicht gemessen wurde (siehe Abb. 3)! Der weitere Verlauf der Solltemperatur ist für die Prozessdarstellung simuliert worden. Weiterhin ist zu erkennen, dass der Temperaturverlauf des Aufheizens linear steigend und der der Abkühlung exponentiell fallend verläuft. Der Zeitpunkt $t = 0$ wurde mit Beginn des Aufheizvorganges festgelegt.

Ergebnisse der Pumpendosierung

In Tabelle 5 sind die Ergebnisse der Volumenströme bei verschiedenen Pumpeneinstellungen der Magnetmembran-Pumpe aufgeführt. Zeit- und Volumenmessung sind hierbei unpräzise, dennoch ist die Tendenz der Einstellungen erkennbar. Als grobe Abschätzung zeigt sich, dass die Magnet-Membranpumpe ein minimalen Volumenstrom von rund $6 \frac{\text{mL}}{\text{min}}$ bzw. $360 \frac{\text{mL}}{\text{h}}$ hat. In Tabelle 6 sind die Messergebnisse für die untersuchte Zahnradpumpe aufgeführt. Hierfür wurde die minimale Drehzahl danach bestimmt bei welcher Einstellung noch ein Volumenstrom zu verzeichnen ist. Anzumerken ist, dass sich die Messwerte auf einen bestimmten Füllstand des Behälters beziehen. Zudem stehen Vorratsbehälter und Pumpe auf gleicher Höhe. Diese Angaben sind wichtig, da festgestellt wurde, dass je nach Höhe des Füllstandes und Höhenunterschied zwischen Behälter und Pumpe sich unterschiedliche minimale Drehzahlen ergeben. Die Magnet-Membranpumpe ist nicht auf diesen Zusammenhang untersucht worden, es wird jedoch erwartet, dass auch für diese Pumpe eine Abhängigkeit des Volumenstroms vom Füllstand besteht. Daher sind die Messwerte in Tabelle 5 und 6 kritisch zu bewerten. Eine grobe Abschätzung der Volumenströme im Vergleich zur Magnet-Membranpumpe und den geforderten Volumenströmen ist dennoch möglich (vgl. Abb. 4). In dieser Abbildung 4 fällt bereits auf, dass beide Pumpen den meisten Anforderungen des Prozesses nicht gerecht werden.

Tab. 5: Volumenströme der Magnet-Membranpumpe in verschiedenen Einstellungen

Messreihe	Hublänge [%]	Hubfrequenz [%]	Zeit [min]	Volumen [mL]	Volumenstrom $\left[\frac{\text{mL}}{\text{min}}\right]$	Volumenstrom $\left[\frac{\text{mL}}{\text{h}}\right]$
1	40	40	1,5	101	67,3	4038
2	20	20	2,0	112	56,0	3360
3	40	10	0,5	20	40,0	2400
4	40	10	1,0	34	34,0	2040
5	40	10	1,0	29	29,0	1740
6	40	10	1,0	28	28,0	1680
7	20	10	2,0	31	15,5	930
8	10	10	2,0	20	10,0	600
9	5	10	2,0	12	6,0	360

Tab. 6: Minimale Volumenströme der Zahnradpumpe

Messreihe	Zeit [min]	Volumen [mL]	Volumenstrom $\left[\frac{\text{mL}}{\text{min}}\right]$	Volumenstrom $\left[\frac{\text{mL}}{\text{h}}\right]$
1	5	17,0	3,4	204
2	5	16,0	3,2	192
3	5	16,5	3,3	198

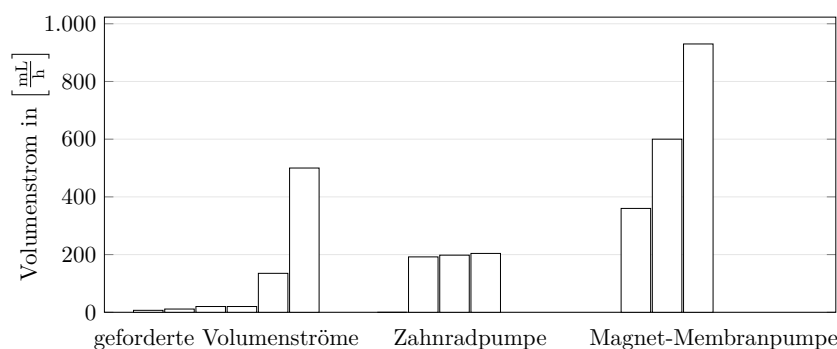


Abb. 4: Gegenüberstellung der geforderten Volumenströme der Prozesse 1 und 2 gegenüber den möglichen Volumenströmen mit den vorhandenen Pumpen

Die Tatsache, dass die Volumenströme der Zahnradpumpe abhängig vom Füllstand sind wird in Tabelle 7 untermauert. Hierbei wurden bei verschiedenen Drehzahlen und gleicher Höhendifferenz zwischen Vorratsbehälter und Pumpe, bestimmte Volumina über die Zeit gemessen. Die dargestellte Zeit ist hierbei als Offset der ersten Zeitmessung der jeweiligen Messreihe zu verstehen.

Tab. 7: Volumenströme der Zahnradpumpe in Abhängigkeit von der Zeit

Messreihe	Zeit [s]	Volumen [mL]	Volumenstrom $\left[\frac{\text{L}}{\text{h}}\right]$	$\frac{\bar{V}_0 - \bar{V}_i}{\bar{V}_0}$ [%]
1	0	200	24,8	0
	30	400	24,4	2
	60	600	24,0	3
2	0	200	24,8	0
	30	400	24,4	2
	126	1000	23,2	6
	200	1400	22,0	11
3	0	200	12,6	0
	60	400	12,3	3
	124	600	11,9	6
	194	800	11,5	9
4	0	100	2,6	0
	153	200	2,5	6
	241	250	2,4	9
	334	300	2,3	13
	535	400	2,1	18

Für die Volumenströme der vier Messreihen gilt:

$$\dot{V}_1 = \dot{V}_2 > \dot{V}_3 > \dot{V}_4$$

Da nach dem TORRICELLI-Theorem (siehe Abschnitt 2.2) ein linearer Abfall der Fließgeschwindigkeit bzw. des Volumenstroms zu erwarten ist, wird ebenfalls ein linearer Anstieg der Abweichung des Startvolumenstroms über der Zeit erwartet. Aufgetragen ist dieser Zusammenhang in Abb. 5.

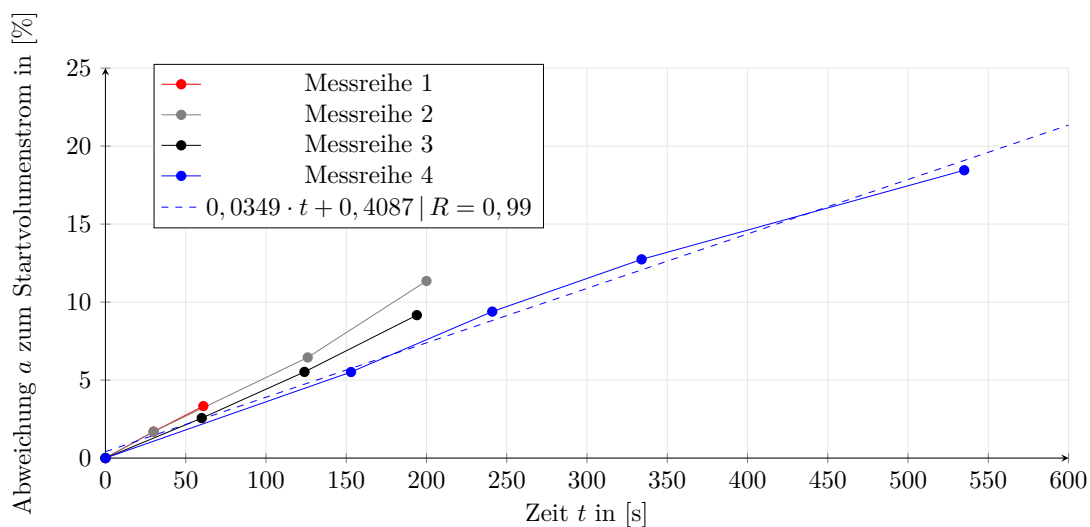


Abb. 5: Abweichung vom Startvolumenstrom in Abhängigkeit von der Zeit

In Abbildung 5 ist zu erkennen, dass alle Messreihen jeweils eine Gerade ergeben. Zudem zeigt sich, dass Messreihe 1, mit dem höchsten Volumenstrom, den höchsten Anstieg und

Messreihe 4, mit dem geringsten Volumenstrom, den geringsten Anstieg aufweist. Berechnet man zusätzlich für Messreihe 4 die, die Zeit benötigt wird um eine Abweichung von 100 %, sprich $\dot{V} = 0 \frac{\text{L}}{\text{h}}$, zu erreichen so ergibt sich eine Zeit von $t_{\text{Ende}} \approx 48 \text{ min}$ (vgl. Gleichung (5)).

$$a_{M4} = 0,0349 \cdot t + 0,4087$$

$$t = \frac{a_{M4} - 0,4087}{0,0349} = \frac{100 - 0,4087}{0,0349} = 2855 \text{ s} \approx \underline{48 \text{ min}} \quad (5)$$

$$a_{M4} = 0,0349 \cdot t + 0,4087$$

$$t = \frac{a_{M4} - 0,4087}{0,0349} = \frac{10 - 0,4087}{0,0349} = 275 \text{ s} \approx \underline{5 \text{ min}} \quad (6)$$

6 Diskussion der Ergebnisse

Die Ergebnisse der Temperaturprofile deuten auf ein vielversprechendes Versuchsergebnis in Bezug auf Prozess 1. Betrachtet man die Messwertaufnahme der Temperaturprofile kann kritisiert werden, dass die Temperaturen extern und nicht über das Thermostat selbst gemessen wurden. Das kann dazuführen, dass Messwertabweichungen vorliegen können, diese werden jedoch als gering eingeschätzt. Entscheidender ist der Punkt der Solltemperatur für den Prozess und der Isttemperatur im Reaktor. Alle Temperaturrampen sind für die Temperatur des Reaktormantels mit der Temperierflüssigkeit, nicht jedoch auf eine sich im Reaktor befindliche Reaktionsmischung ausgelegt. Es ist demnach in der weiteren Bearbeitung der Prozessauführung zu beachten, dass möglicherweise zusätzliche Pufferzeiten für die Temperierung der Reaktionsmischung nötig sind. Grund dafür ist, dass nicht davon ausgegangen werden kann, dass die Temperatur der Reaktionsmischung direkt der Temperatur des Reaktormantels entspricht. Dennoch ist zu erwarten, dass die Pufferzeiten im Verhältnis zur Gesamtprozessdauer sehr gering ausfallen. Weiterhin ist zu beachten, dass falls für den Prozess ein anderes Thermostat oder ein anderer Kühlwasserstrom genutzt wird, die Heiz- und die Kühlkurve abweichend ausfallen können. Gerade in Bezug auf den Kühlwasserstrom ist es wahrscheinlich, dass wenn der Versuchsstand in einem anderen Labor aufgebaut wird, die Kühlzeit bei kühlerem Leistungswasser deutlich verringert werden kann.

Die Ergebnisse der Dosierung mittels Pumpen deuten im Vergleich zur Temperierung des Reaktors auf deutlich mehr Bearbeitungsbedarf bei weiterer Ausführung der Prozesse hin. Der Grund hierfür liegt darin, dass kein geregeltes Pumpensystem vorliegt und somit keiner der untersuchten Pumpen den geforderten Dosieranforderungen genügt. So können weder konstante $135 \frac{\text{mL}}{\text{h}}$ noch $20 \frac{\text{mL}}{\text{h}}$ des vereinfachten Prozesses erreicht werden (vgl. Tab. 2 und Abb. 4). Der kleinste Volumenstrom für die geforderten Prozesse 1 und 2 mit $6,78 \frac{1}{\text{mh}}$ schließt sich somit ebenfalls aus (vgl. Tab. 1). Zwar scheint es laut Tab. 4 möglich, dass sowohl Zahnradpumpe als auch Magnet-Membranpumpe den Feed 2 des Prozesses 1 mit $500 \frac{\text{mL}}{\text{h}}$ (siehe Tab. 1) erfüllen könnten, jedoch müssen an dieser Stellen ebenfalls Einschränkungen getroffen werden. Die Magnet-Membranpumpe liegt in ihren zwei minimalen Einstellungen mit $360 \frac{\text{mL}}{\text{h}}$ und $600 \frac{\text{mL}}{\text{h}}$ zwischen dem geforderten Feed 2 mit $500 \frac{\text{mL}}{\text{h}}$. Problem hierbei ist, dass die Magnetmembranpumpe nicht stufenlos geregelt werden kann und somit ein Volumenstrom direkt von der Pumpe aus nicht realisiert werden kann. Zu dem ist eine gute Reproduzierbarkeit in diesen Einstellungen laut Hersteller nicht gegeben [11, S. 7]. Im Vergleich dazu kann die genutzte Drehzahl der Zahnradpumpe,

zwar stufenlos geregelt werden, jedoch ergibt sich für diese Pumpe das Problem der starken Abhängigkeit vom Füllstand des Behälters. Bestätigt ist die Abhängigkeit durch den linearen Zusammenhang zwischen der auftretenden Abweichung über die Zeit nach dem TORRICELLI-Theorem (siehe Abb. 5). Ein passender Volumenstrom müsste demnach regelmäßig über Drehzahl und Behälterfüllstand manuell nachjustiert werden.

Gute Reproduzierbarkeit und eine simple Handhabung sind damit jedoch nicht gegeben. Eine Möglichkeit zu große Volumenströme zu reduzieren könnte das Teilen des Volumenstromes sein, sowie das Verringern der Fläche der Austrittsöffnung für die Dosierung. Aber auch den Einfluss des Füllstandes könnte man mit einem Behälter mit vergrößerter Fläche des Flüssigkeitsspiegels in Betracht ziehen. Jede Möglichkeit müsste jedoch ebenfalls in einer weiteren Versuchsdurchführung untersucht werden. Eine elegantere Lösung könnte die Nutzung einer Dosierpumpe sein, die bereits den geforderten Ansprüchen entspricht, wie zum Beispiel die PROMINENT MAGNET-MEMBRANDOSIERPUMPE GAMMA/ X. Über eine zusätzliche Sauglanze im Dosierbehälter wird die Höhe des Füllstandes an die Pumpe übertragen und die Leistung der Pumpe für die Dosierung entsprechend angepasst [5, 12].

7 Zusammenfassung und Fazit

Die Zielstellung die vereinfachte Prozessführung aus Tabelle 2 umzusetzen ist nicht vollständig gelungen. Hauptproblem des vereinfachten Prozesses stellt die Dosierung dar. Über die langen Zeiträume über die die jeweiligen Feeds zu dosiert werden sollen, kommen für eine konstante Dosierung lediglich geregelte Pumpensysteme in Frage. Die für den Versuch genutzten Pumpen sind hierbei nicht für die derzeitige Ausführung des Prozesses geeignet oder nur unter ständiger Nachjustierung zu Lasten einer erschwerten Reproduzierbarkeit einsetzbar.

Die Einstellung der Temperaturprofile für den vereinfachten Prozess erwies sich als erfolgreich, jedoch sollte in der weiteren Bearbeitung darauf geachtet werden, dass nicht die Temperatur des Reaktormantels, sondern die der Reaktionsmischung im Fokus steht. Demnach ist zu erwarten, dass sich Aufheiz- und Kühlprozesse in der realen Ausführung der Prozesse 1 und 2 leicht verzögern werden. Eine Anpassung dieses Aspektes in der Programmierung des Thermostates ist jedoch leicht möglich.

Fazit des Versuches ist, dass bevor weitere Anforderung der Prozesse wie Stickstoffatmosphäre oder Wasserdampfdestillation überprüft werden, die Dosierung der Feeds umzusetzen ist. Hierfür sollten Möglichkeiten anderer Pumpen, wie zum Beispiel Spritzen- oder Schlauchpumpen, eine verzweigte Führung der Volumenströme oder auch Vorratsbehälter mit größerem Flüssigkeitsspiegeloberfläche in Betracht gezogen werden. Die vereinfachte Temperierung des Reaktors, sowie die Inbetriebnahme des Rührers werden als erfolgreich bewertet.

Literatur

- [1] HÜNIG, Siegfried: *Arbeitsmethoden in der organischen Chemie: (mit Einführungspraktikum)*. Berlin : Lehmanns Media LOB.de, 2006 <http://www.ioc-praktikum.de/methoden/skript/Arbeitsmethoden.pdf>. – ISBN 3-86541-148-7
- [2] KURZWEIL, Peter (Hrsg.) ; FRENZEL, Bernhard (Hrsg.) ; GEBHARD, Florian (Hrsg.): *Physik Formelsammlung: Für Ingenieure und Naturwissenschaftler*. 1. Aufl. Wiesbaden : Vieweg, 2008 (Studium Technik). http://deposit.d-nb.de/cgi-bin/dokserv?id=2862907&prov=M&dok_var=1&dok_ext=htm. – ISBN 978-3-8348-0251-4
- [3] SCIENCE tec: *Ausströmen von Flüssigkeiten (Torricelli's Theorem)* - tec-science. Version: 2019. <https://www.tec-science.com/de/mechanik/gase-und-fluessigkeiten/ausstromen-ausflussgeschwindigkeit-fluessigkeiten-torricelli-theorem/>
- [4] IGNATOWITZ, Eckhard ; FASTERT, Gerhard: *Chemietechnik*. 11. Aufl. Haan-Gruiten : Verl. Europa-Lehrmittel, 2013 (Europa-Lehrmittel). – ISBN 9783808570579
- [5] [HTTPS://WWW.INDUSTR.COM](https://www.industr.com/de/immer-exakt-dosieren-1656700): *Immer exakt dosieren*. Version: 16.06.2021. <https://www.industr.com/de/immer-exakt-dosieren-1656700>
- [6] WIKIPEDIA (Hrsg.): *Schwingankerpumpe*. Version: 2019. <https://de.wikipedia.org/w/index.php?title=Schwingankerpumpe&oldid=194811549>
- [7] WIKIPEDIA (Hrsg.): *Spritzenpumpe*. Version: 2020. <https://de.wikipedia.org/w/index.php?title=Spritzenpumpe&oldid=197907183>
- [8] KD SCIENTIFIC INC.: *Dual Syringe Infusion Only Pump - Legato 200*. Version: 16.06.2021. <https://www.kdscientific.com/legato-200-syringe-pump.html>
- [9] JULABO GMBH: *Easy Temp*. <https://www.julabo.com/de/service/downloads/software>
- [10] AKROBIT SOFTWARE GMBH: *WinControl*. <https://www.akrobit.de/Downloads/tabid/56/language/de-DE/Default.aspx>
- [11] PROMINENT DOSIERTECHNIK GMBH: *BetriebsanleitungMagnetdosierpumpeBeta® BT4a und BT5a*. <https://www.prominent.de/resources/OperatingInstructions/German/167/BA-BE-025-11-09-G.pdf>
- [12] PROMINENT GMBH: *Magnet-Membrandosierpumpe gamma/ X*. Version: 28.06.2021. <https://www.prominent.de/de/Produkte/Produkte/Dosierpumpen/Magnet-Membrandosierpumpen/p-gamma-x.html>