



PROTOKOLL REAKTIONSTECHNIK

Versuche Kinetik, Verweilzeit & Umsatzgrad

Gruppe I (BCUT4)

Teilnehmer:

Roman-Luca Zank
Willy Messerschmidt

Protokollführer:	Roman-Luca Zank & Willy Messerschmidt
Datum der Versuchsdurchführung:	15.05.2020
Abgabedatum:	19.05.2020

Merseburg den 19. Mai 2020

Inhaltsverzeichnis

1	Zielbeschreibung	2
1.1	Kinetik	2
1.2	Verweilzeit	2
1.3	Umsatzgrad	2
2	Durchführung	2
2.1	Durchführung zum Versuch Kinetik	2
2.2	Durchführung zum Versuch Verweilzeit	2
2.3	Durchführung zum Versuch Umsatzgrad	3
3	Auswertung	3
3.1	Berechnung eines kontinuierlichen Reaktors	8
4	Fazit	8
5	Fehlerbetrachtung	8
	Literaturverzeichnis	9

1 Zielbeschreibung

1.1 Kinetik

Die kinetischen Parameter einer Verseifungsreaktion sollen aus der MessgröSse Leitfähigkeit bestimmt werden. Die Betrachteten GröSSen sind Reaktionsordnung, StoSSFaktor und Aktivierungsenergie.

1.2 Verweilzeit

Ziel dieses Versuches ist die Beschreibung einer realen Reaktorkaskade. Aus experimentellen Daten sollen die KenngröSSen Bodensteinzahl und Kesselzahl des Verweilzeitverhaltens abgeleitet werden.

1.3 Umsatzgrad

Der Umsatzgrad der Verseifungsreaktion, welche auch in den vorausgegangenen Versuchen Betrachtet wurde, wird in diesem Versuch an einer realen Anlage unter identischen Prozessbedingungen wie auch zuvor ermittelt.

2 Durchführung

2.1 Durchführung zum Versuch Kinetik

Der Verwendete Reaktor wies ein Volumen von 1 L auf. Das Reaktionsgemisch wurde mit einem Ankerrührer bei einer Drehzahl von $100 \frac{1}{\text{min}}$ homogenisiert. Ein Thermostat sorgte für konstante Temperaturen. Der Versuch wurde drei mal wiederholt. Dabei lagen die Temperaturen bei 23,5 °C, 30,2 °C und 37,0 °C.

Es wurde die hydrolytische Spaltung des Essigsäureethylesters in alkalischem Millieu untersucht.

Einer Vorlage aus 1 L 0,05 molarer Natriumhydroxidlösung wurde zum Zeitpunkt Null jeweils 0,05 Mol reiner Essigsäureethylether zugegeben.

Die Leitfähigkeitsmessung erfolgte automatisch alle 5 Sekunden durch das INOLAB-IDS MULTI9430 in Verbindung mit einer entsprechenden Sonde automatisch für annähernd 15 Minuten.

2.2 Durchführung zum Versuch Verweilzeit

Anstelle des einfachen Rührkessels wurde hier eine Rührkesselkaskade aus drei Rührkesseln eingesetzt. Jeder Kessel verfügte über einen eigenen Rührer. Es wurde Deionisiertes Wasser und eine eingefärbte, schwache Salzlösung verwendet. Im ersten Teilversuch wurde durch die Zugabe einer geringen Menge Salzlösung eine Impuls-markierung erzeugt. Der Volumenstrom an deionisiertem Wasser belief sich auf $8 \frac{\text{L}}{\text{h}}$.

Im zweiten Teil fand eine Verdrängung des deionisierten Wassers durch das leicht Salzbeladene Wasser statt. Der Salzwasservolumenstrom betrug in diesem Fall $10 \frac{\text{L}}{\text{h}}$. Messstellen für die Leitfähigkeit befanden sich hinter jedem Kessel.

Die Leitfähigkeitswerte wurden automatisch alle fünf Sekunden über den Computer erfasst. Zur Dosierung des Wassers wurde über Schlauchpumpen verwirklicht.

2.3 Durchführung zum Versuch Umsatzgrad

In Vorbereitung auf den Versuch zum Umsatzgrad wurden je 6 L 0,1 molare Natriumhydroxid- und Essigsäureethylesterlösung angemischt. Die Anlage mit der Rührkesselskaskade wurde entleert. Es wurde der gleiche Gesamtvolumenstrom wie im zweiten Teil des Versuches zur Verweilzeit, von $10 \frac{\text{L}}{\text{h}}$ eingestellt. Dieser setzte sich aus $5 \frac{\text{L}}{\text{h}}$ Natriumhydroxidlösung und $5 \frac{\text{L}}{\text{h}}$ Essigsäureethylesterlösung zusammen. Die Leitfähigkeitswerte wurden nach jedem der drei Kessel automatisch alle fünf Sekunden aufgenommen.

3 Auswertung

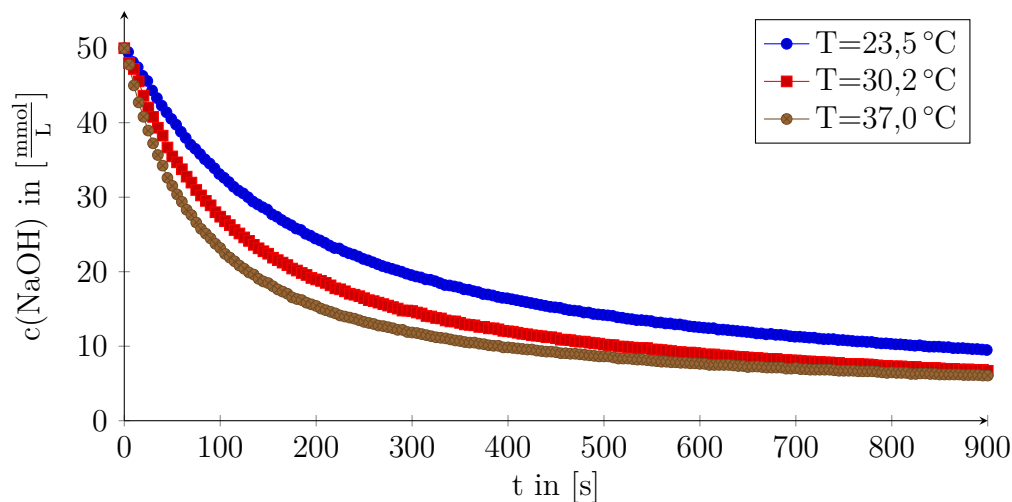


Abb. 1: Konzentration von NaOH über der Zeit

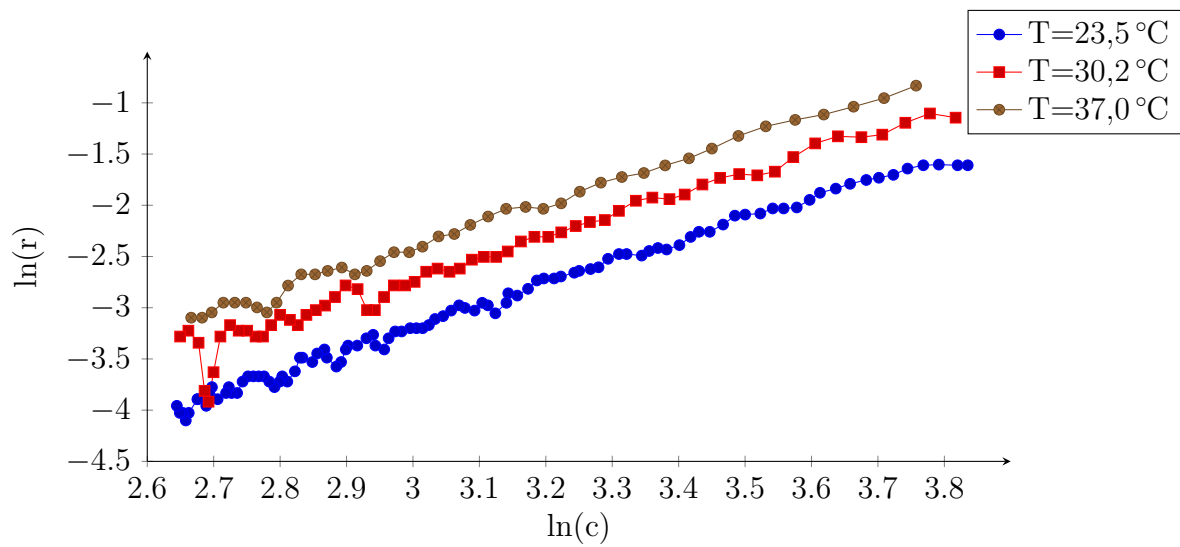


Abb. 2: Konzentration über der Zeit

Abb. 2 Regressionsgeraden

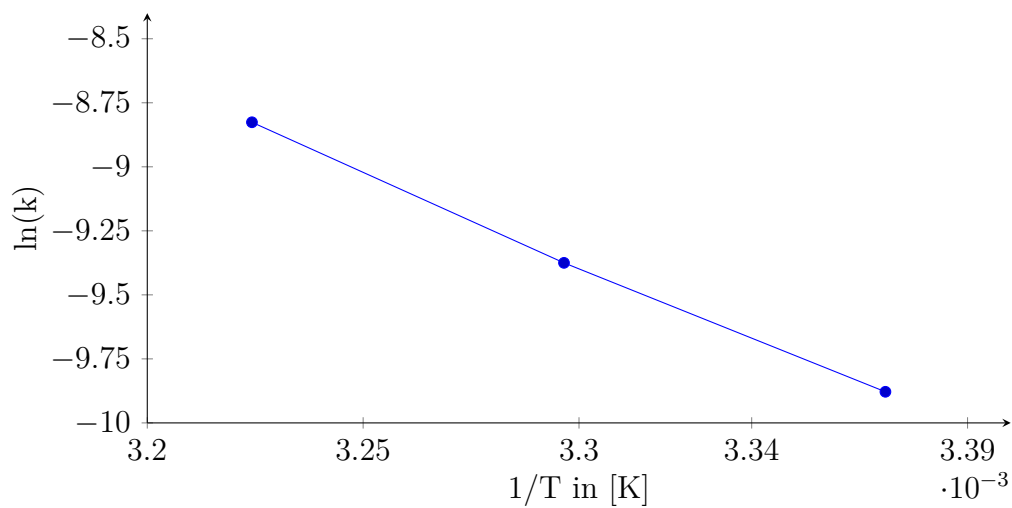


Abb. 3: Arrhenius-Diagramm

Abb. 3 Regressionsgerade

Tab. 1: Kinetische Kennwerte

Temperatur in °C	Stoßfaktor k in	Reaktionsordnung n in	ln k	$\frac{1}{T}$ in K
23,5	$5,13 \cdot 10^{-5}$	2,21	-9,88	$3,37 \cdot 10^{-3}$
30,2	$8,48 \cdot 10^{-5}$	2,19	-9,38	$3,30 \cdot 10^{-3}$
37,0	$1,47 \cdot 10^{-4}$	2,14	-8,83	$3,22 \cdot 10^{-3}$

Berechnungen

Tab. 2: Kinetische Konstanten

k_0	E_A in $\frac{\text{kJ}}{\text{mol}}$
$1,6 \cdot 10^6$	59,6

Berechnungen

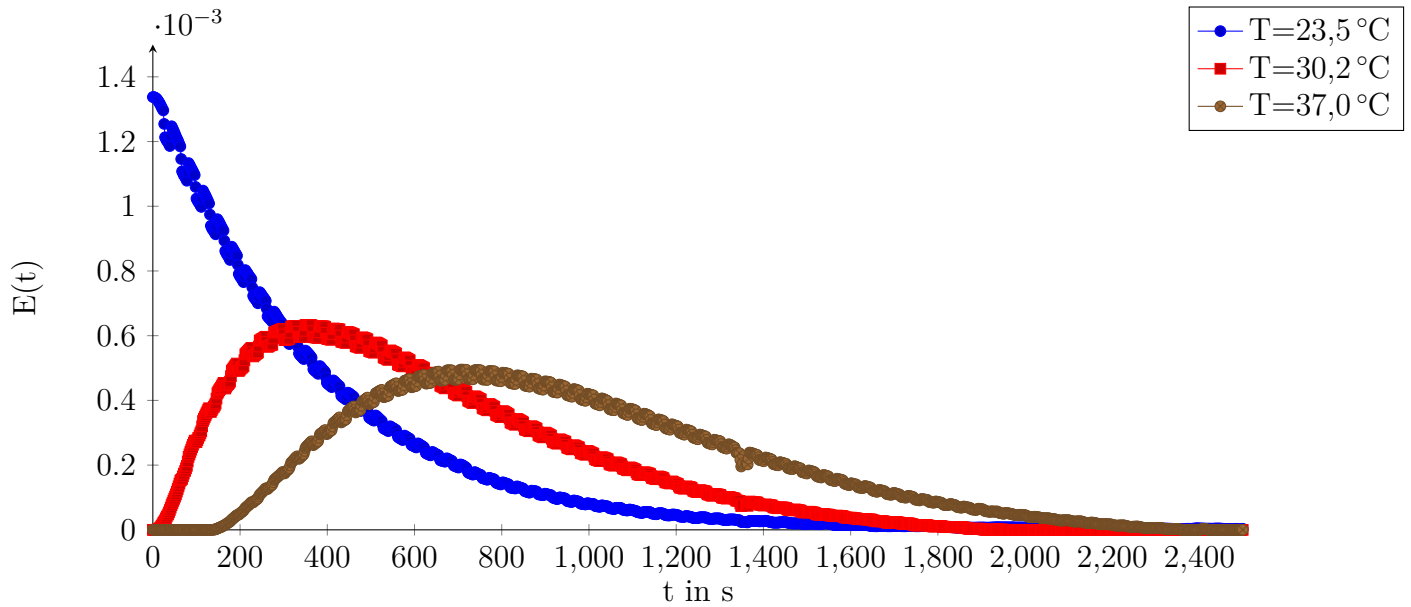


Abb. 4: $E(t)$ Impulsmarkierung

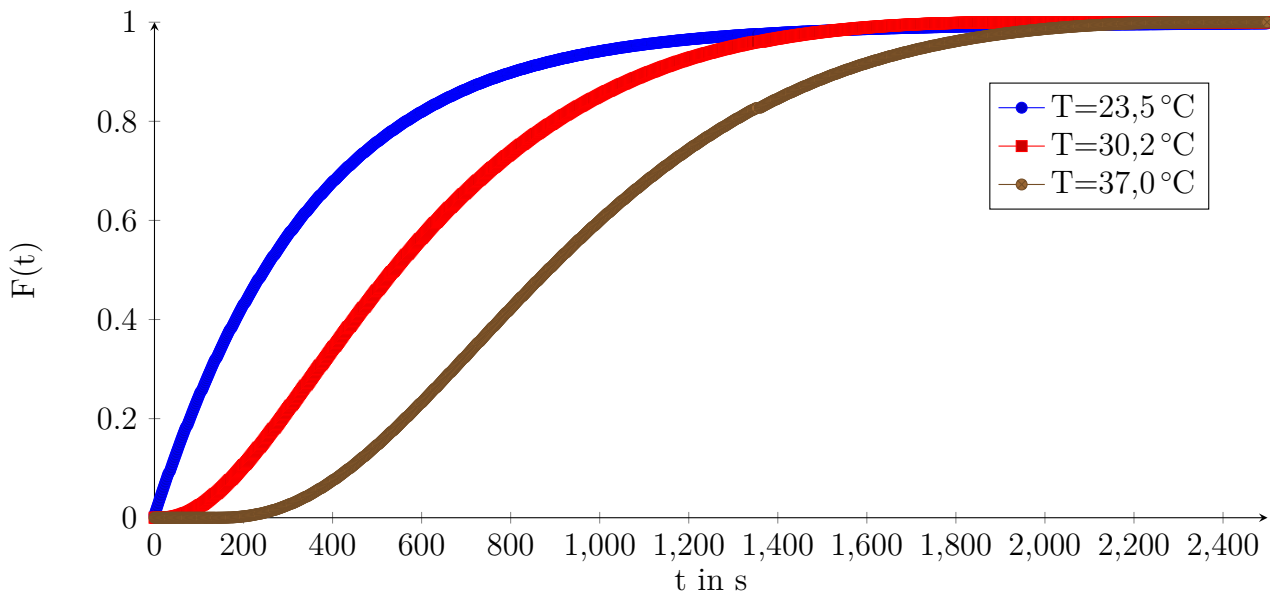


Abb. 5: $F(t)$ Impulsmarkierung

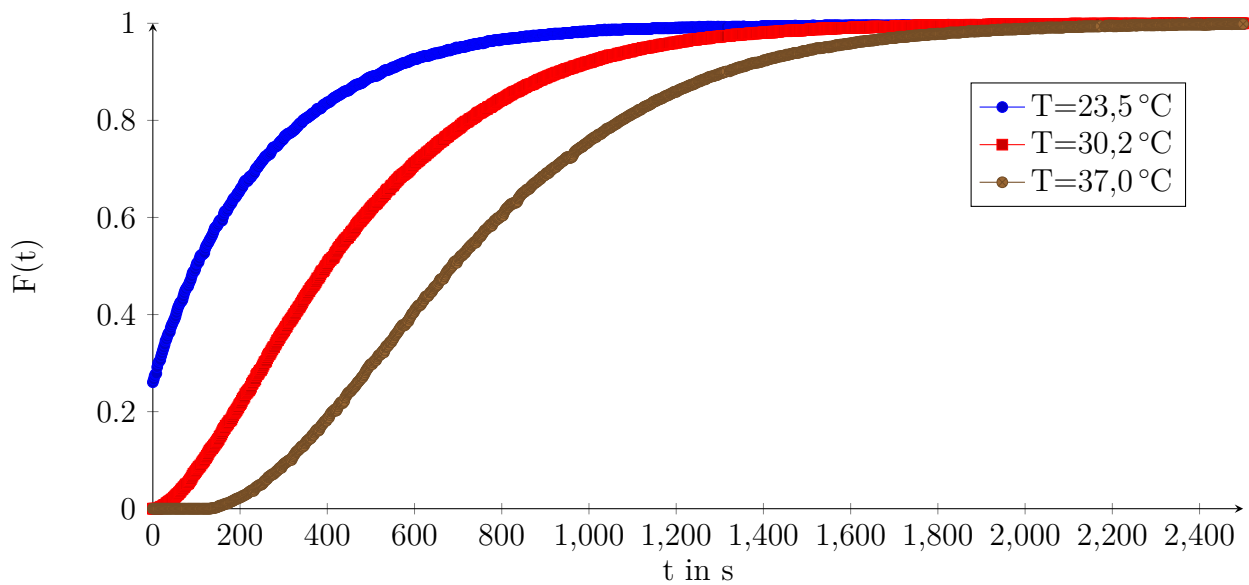


Abb. 6: $F(t)$ Verdrängung

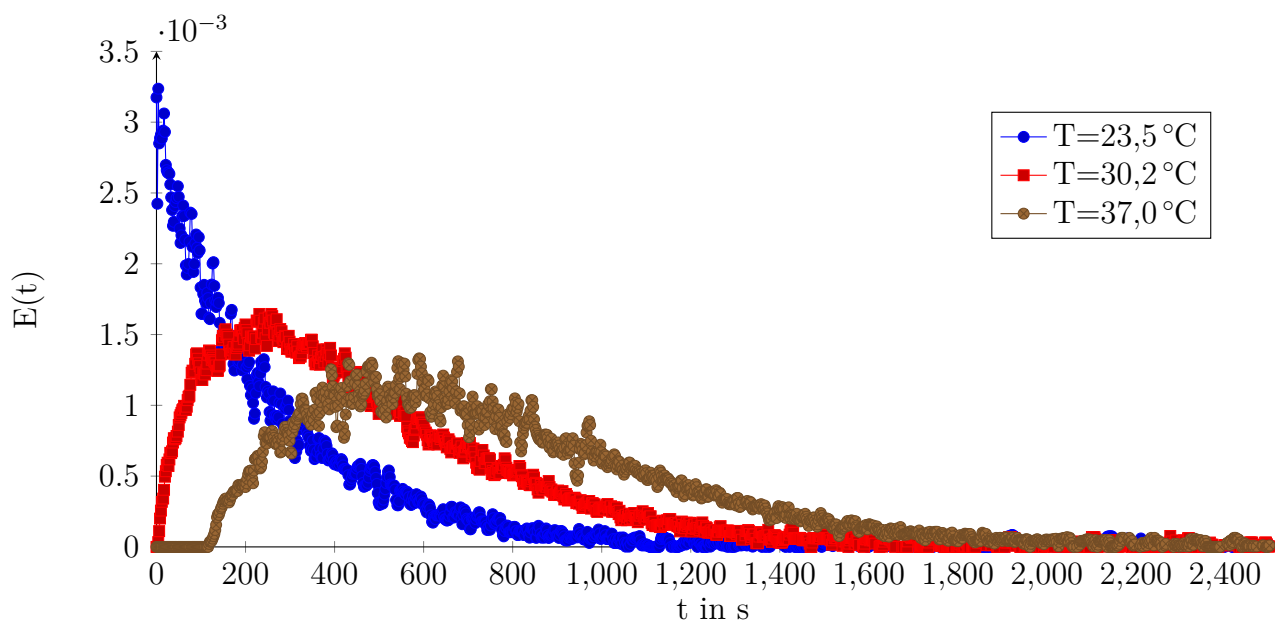


Abb. 7: $E(t)$ Verdrängung

Tab. 3: Berechnete Werte aus den Verweilzeiten der Impulsmarkierung

	RK1	RK1+RK2	RK1+RK2+RK3
VWZ in min	≈ 6	≈ 10	≈ 16
Varianz in	134 459	128 017	177 191
Normierte Varianz in	1,05	0,35	0,20
Bodensteinzahl	$1,9 \cdot 10^{-2}$	4,5	8,9
Kesselzahl	1,5	3,3	5,5

Tab. 4: Berechnete Werte aus den Verweilzeiten der Verdrängung

	RK1	RK1+RK2	RK1+RK2+RK3
VWZ in min	≈ 6	≈ 16	≈ 25
Varianz in	75 059	372 779	1 165 252
Normierte Varianz in	0,48	0,41	0,50
Bodensteinzahl	2,7	3,5	2,6
Kesselzahl	2,5	2,8	2,4

Berechnungen + (Mittelwerte ?)

Tab. 5: experimentell bestimmte Umsatzgrade

	RK1	RK1+RK2	RK1+RK2+RK3	Mittelwert
X in %	≈ 49	≈ 66	≈ 73	≈ 63

Tab. 6: analytische Umsatzgrade aus den kinetischen Kennwerten

	T=23,5 °C	T=30,2 °C	T=37,0 °C
X in %	≈ 64	≈ 72	≈ 77

Tab. 7: Ideale Umsatzgrade aus E(t) und $X_{\text{analytisch}}$

	RK1	RK1+RK2	RK1+RK2+RK3
X in % bei T= 23,5 °C	≈ 50	≈ 57	≈ 62
X in % bei T= 30,2 °C	≈ 71	≈ 75	≈ 78
X in % bei T= 37,0 °C	≈ 80	≈ 82	≈ 84

Berechnungen + Graphen

3.1 Berechnung eines kontinuierlichen Reaktors

- $100\,000 \frac{\text{t}}{\text{a}}$ Natriumacetat
- Reaktionstemperatur 32°C
- Umsatzgrad $X = 80\%$

4 Fazit

Welche Aussagen lässt der Versuch zu
ca 1/4 Seite

5 Fehlerbetrachtung

Bei der Herstellung der Natronlauge für den Versuchsteil Kinetik ging etwas Lösung verloren. Dies wurde dadurch ersichtlich, dass beim Befüllen von drei MaSSkolben zu je 1l, ein MaSSkolben nicht gänzlich gefüllt werden konnte. Der Verlust wird auf maximal 5 mL geschätzt. Die resultierende Abweichung beträgt damit 0,5% und kann gegenüber anderen zufälligen Fehlern vernachlässigt werden.

Im Versuchsteil Umsatzgrad wurde der Verlauf dadurch gestört, dass eine Schlauchpumpe Luft zog. Die Reaktionslösung setzte sich damit ab einem schwer zu bestimmenden Zeitpunkt nicht mehr äquimolar zusammen. Die Endleitfähigkeit konnte daher nicht aus dem Produktgemisch ermittelt werden. Anstatt dieser wurde für die Berechnungen die mittlere Endleitfähigkeit aus dem Versuchsteil Kinetik noch einmal verwendet.

Der Essigsäureethylether besitzt einen Flammpunkt von -4°C und ist damit als leicht flüchtig einzustufen. Während der Umsetzung im offenen Rührkessel, insbesondere bei Temperaturen bis knapp 40°C , könnte ein geringer Anteil verdampft sein. Da die zugegebene Menge auf $\frac{1}{100}\text{mL}$ genau abgemessen wurde, könnte sich dieser Einfluss auf die Reaktion ausgewirkt haben.

Allgemein sind Mess- und Ableseungenauigkeiten in vernachlässigbarer Grössenordnung anzunehmen.

Literatur