

Universität Karlsruhe
Institut für Chemische Technik
Prof. Dr. H. Bockhorn

Versuchsbeschreibung
zum
Chemisch-Technischen Grundpraktikum

Verweilzeitspektren

1. Literatur

- J. Hagen, Chemische Reaktionstechnik, VCH, 1993
- Baerns/Hofmann/Renken, Chemische Reaktionstechnik, Georg Thieme Verlag, 1987
- Prof. Dr. H. Bockhorn, Vorlesungsskript Chemische Technik I, Universität Karlsruhe

2. Aufgabenstellung

Aufgabe dieses Versuches ist die Bestimmung und der Vergleich der Verweilzeitspektren für einen stationär betriebenen Rührkesselreaktor, eine stationär betriebene Kaskade aus Rührkesselreaktoren und ein Strömungsrohr sowie eine Strömungsspirale. Ergänzend ist das Verweilzeitspektrum des Rührkesselreaktors mit dem Verweilzeitspektrum eines idealen Rührkesselreaktors zu vergleichen und die Bodensteinzahl für die Reaktorkaskade zu bestimmen.

3. Experimentelle Aufgaben

Für alle vier Anordnungen ist für einen Durchsatz von 110 l/h das Verweilzeitspektrum mittels Tracer/Leitfähigkeitsmessung zu bestimmen. Hieraus ist für jede Anordnung die mittlere Verweilzeit durch graphische Integration zu bestimmen und die erhaltenen Ergebnisse sind zu vergleichen. Ergänzend ist für das Strömungsrohr die Verweilzeitverteilung und die mittlere Verweilzeit für einen Durchfluss von 60 l/h zu ermitteln. Die Reaktorvolumina werden Ihnen bei Versuchsbeginn mitgeteilt.

4. Theorie

Bitte arbeiten Sie sorgfältig die Abschnitte 2 und 3 des Skriptes Chemische Technik I durch und machen Sie sich mit den gegebenen Übungsaufgaben vertraut. Diese Abschnitte beinhalten ebenfalls die Theorie zur Umsatzbestimmung bei Kopplung von Reaktion und Verweilzeitcharakteristik.

4.1. Einführung

Ein wichtiges Kriterium für kontinuierlich durchströmte Apparate ist ihr Verweilzeitverhalten.

Infolge molekularer und turbulenter Diffusion, durch Scherkräfte und erzwungene Konvektion halten sich sehr kleine Teile des strömenden Mediums (gelöste oder dispergierte Teilchen) unterschiedlich lange in dem durchströmten Apparat auf. Daraus resultiert eine Verweilzeitverteilung aller gleichzeitig in das System eingetretener Teilchen. Sie ist für das gegebene System ein Charakteristikum.

Für ideale Reaktoren, die durch definierte Vermischungszustände gekennzeichnet sind – wie sofortige und vollständige Durchmischung für den idealen Rührkessel und Kolbenströmung für das ideale Strömungsrohr – lässt sich dieses Verweilzeitverhalten berechnen.

Die Bedeutung der theoretischen Zusammenhänge liegt darin, dass durch Messen des Verweilzeitverhaltens eines realen Reaktors Abweichungen vom idealen Verhalten erkannt und ihr Einfluss auf den Umsatz einer chemischen Reaktion vorausbestimmt werden kann.

4.2 Grundlagen

4.2.1 Verweilzeit – Summenfunktion und Verweilzeitspektrum

Die mittlere hydrodynamische Verweilzeit τ ($= V_R / \dot{V}$) bzw. mittlere Verweilzeit \bar{t} eines strömenden Mediums in einem System sagt über die tatsächliche Aufenthaltszeit (Verweilzeit) bestimmter sehr kleiner Teile dieses Mediums, z.B. einzelner Moleküle oder dispergierter Teilchen, nur beim idealen Strömungsrohr etwas aus; denn nur in einem idealen Strömungsrohr bewegen sich alle Teile des strömenden Mediums definitionsgemäß mit der gleichen Geschwindigkeit durch das Rohr, so dass die tatsächliche Verweilzeit für alle Teilchen gleich und mit der mittleren Verweilzeit identisch ist. In allen anderen durchströmten Systemen ist die effektive Verweilzeit der einzelnen Teilchen nicht für alle Teilchen des Durchsatzstromes gleich groß. Vielmehr sind die effektiven Verweilzeiten der einzelnen Teilchen, welche gleichzeitig in das System eingespeist wurden, über ein mehr oder weniger breites Spektrum von Verweilzeiten verteilt.

4.2.2 Meßmethoden zur Verweilzeitbestimmung

Das Verweilzeitverhalten eines Systems wird experimentell durch Verfolgen von Antwortsignalen auf aufgezwungene Störungen bestimmt. Als Störfunktionen (Eingangssignale) werden Sprungfunktionen, z.B. ein Konzentrationssprung einer Markierungssubstanz, zur Messung der Verweilzeit - Summenfunktionen sowie Nadelfunktionen, z.B. ein Injektionsstoß mit einer Markierungssubstanz zur Bestimmung des Verweilzeitspektrums verwendet, vergleiche Skript Chemische Technik II.

Es wird sich nun die Frage erheben, wodurch sich ein kontinuierlich durchströmter realer Rührkessel von einem Idealkessel unterscheidet. Beim Idealkessel wird vorausgesetzt, dass der Zulaufstrom sofort mit dem gesamten Kesselinhalt vermischt wird. Diese Voraussetzung wird bei einem realen Rührkessel nicht streng erfüllt sein, da eine vollständige Vermischung eine gewisse Zeit erfordert. Als Folge davon wird das experimentell bestimmte Antwortsignal, welches aus einer Konzentrationsänderung einer Markierungssubstanz im Zulaufstrom nach einer Konzentration resultiert, anfangs gegenüber dem Antwortsignal, welches aus einer Konzentrationsänderung einer Markierungssubstanz im Zulaufstrom nach einer Sprungfunktion resultiert, anfangs gegenüber dem Antwortsignal eines Idealkessels, verzögert sein. Andererseits werden gleichzeitig Teile des Zulaufstroms, welche noch nicht mit dem Kesselinhalt vermischt wurden, unmittelbar in den Austragstrom gelangen. Dadurch werden unregelmäßige Schwankungen am Anfang des Antwortsignals hervorgerufen, welche quantitativ schwierig zu beschreiben sind. Es ist einleuchtend, dass die Anordnung der Zulauf- und Austragstutzen relativ zueinander und zur Rührereinrichtung diese unregelmäßigen Schwankungen sehr stark beeinflussen.

Das Verhalten eines Idealkessels wird von einem realen Rührkessel umso besser angenähert, je kleiner das Verhältnis zwischen der Zeit, welche zu einer vollständigen Vermischung benötigt wird, und der mittleren Verweilzeit des strömenden Mediums im Rührkessel ist. Eine genügende Annäherung eines realen Rührkessels an einen Idealkessel wird in der Regel erreicht, wenn der Wert dieses Verhältnisses kleiner als 1:10 ist.

5. Versuchsdurchführung

- Bemerkungen

Für jeden Reaktortyp gibt es einen eigenen Wasserabsperrhahn. Der Hauptwasserhahn ist lediglich so weit aufzudrehen, dass ein Durchfluss von maximal 120 l/h erreicht wird. Bitte stellen Sie die vom Assistenten angegebenen Messbereiche am Leitfähigkeitsmessgerät vor Versuchsbeginn ein, um Fehlversuche zu vermeiden. Beim Wechseln der Messstecker ist das Gerät zuvor auszuschalten, die Zellkonstante zu prüfen (befindet sich auf der Messzelle) und die Apparatur mit Sorgfalt zu behandeln. Die Messstreifen sind mit Durchsatz und Messbereich, Schreibvorschub, Startzeitpunkt und Versuchstyp zu kennzeichnen.

Die Auswertung erfolgt durch graphische bzw. numerische Integration. In beiden Fällen sind die Zwischenschritte ausreichend zu dokumentieren.

6. Versuchsbedingungen

- Rührkessel; 110 l/h; Reaktorvolumen 6,1 l; Schreibmessbereich 200 mV; Papiervorschub 6 cm/min
- Rührkesselkaskade; 110 l/h; Reaktorvolumen 5 l; Schreibmessbereich 200 mV; Papiervorschub 6 cm/min
- Strömungsrohr; 110 l/h bzw. 60 l/h; Reaktorvolumen 1,8 l; Schreibmessbereich 100 mV; Papiervorschub 30 cm/min
- Strömungsspirale; 60 l/h; Reaktorvolumen 2 l; Schreibmessbereich 100 mV; Papiervorschub 30 cm/min

Bedienung des Leitfähigkeitsmessgerätes

- Einschalten: Taste On/Off
- Einstellen der Zellkonstante C:

Taste C drücken bis in der zweiten Display-Zeile „100 l/cm“ erscheint (fest eingestellte Zellkonstante). Nochmals C drücken, dann erscheint die frei einstellbare Zellkonstante.

Einstellung mit der V – und der Λ – Taste.

Zurück zum Messen und der Temperaturanzeige mit der χ – Taste.

- Messbereichauswahl

Durch wiederholtes Drücken der χ – Taste können verschiedene Messbereiche und Auflösungen ausgewählt werden. Bei der Anzeige „SAL“ oder „TDS“ sind spezielle Funktionen angewählt, die nicht benötigt werden.