

Gruppe 1

Georg Alexander Müller
[REDACTED]

Marc Geyer
[REDACTED]

Franz Thiemann
[REDACTED]

Praktikum Technische Chemie

Versuch:

Verweilzeitspektrum

Universität Leipzig

WiSe 2021

Betreuer: [REDACTED]

Protokollabgabe: 14. Dezember 2021

Bewertung:

Inhaltsverzeichnis

1	Aufgabenstellung	2
2	Theoretische Grundlagen	2
2.1	Ideale Reaktoren	2
2.2	Hydrodynamische Verweilzeit	3
2.3	Berechnung der Verweilzeitspektren	3
2.4	Ermitteln der mittleren Verweilzeit aus der Verweilzeitverteilung	4
2.5	Äquivalente Rührstufenzahl	5
3	Ergebnisse und Auswertung	5
3.1	Verweilzeitspektren	5
3.2	Bestimmen der mittleren Verweilzeiten	8
3.3	Summenkurven	13
3.4	Anzahl äquivalenter Rührstufen	13
4	Fehlerbetrachtung	17
5	Zusammenfassung	18
6	Quellen	19

1 Aufgabenstellung

Im Versuch soll das Verweilzeitverhalten eines idealen Rührkessels, einer Rührkesselkaskade mit 2-4 Kesseln und eines Strömungsdrohrs bei den Flussraten 100 ml min^{-1} , 130 ml min^{-1} und 160 ml min^{-1} untersucht werden. Dazu sind die Verweilzeitspektren zu ermitteln und die Zahl der äquivalenten Rührstufen zu berechnen.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Ideale Reaktoren

Zur theoretischen Betrachtung kontinuierlicher Reaktionen werden ideale Reaktoren als Modellsysteme eingesetzt. Dabei wird zwischen dem idealen kontinuierlichen Rührkessel (CSTR) und dem idealen Strömungsrohrreaktor (PFR) unterschieden. Beide Reaktortypen erreichen nach einer initialen Phase einen stationären Zustand, ab welchem sich die Konzentration an einem Ort zeitlich nicht mehr ändert.

Im idealen kontinuierlichen Rührkessel wird davon ausgegangen, dass durch permanente Durchmischung die Konzentration an jedem Ort im Reaktorvolumen stets gleich ist (homogene Konzentration). Die im Reaktor vorliegende Konzentration entspricht somit der Konzentration des Ablaufs. Die Konzentration des Zulaufs fällt hingegen schlagartig auf die Konzentration des Reaktors ab. Die vergleichsweise niedrige Konzentration im Reaktor sorgt dabei für eine geringe Reaktionsgeschwindigkeit was in einer kleinen Raum-Zeit-Ausbeute resultiert. Trotzdem werden kontinuierliche Rührkessel häufig in der Industrie eingesetzt, da sie geringe Anschaffungskosten besitzen und einfach beheizbar sind.

Im kontinuierlichen Strömungsrohr wird hingegen von einer Pfropfenströmung in einem zylinderförmigen Rohr ausgegangen.¹ Die turbulente Strömung sorgt für eine radiale Vermischung, während sich in axiale Richtung ein pfropfenförmiges Strömungsprofil ausbildet. Dies verhindert die axiale Vermischung. Die Konzentration des Edukts nimmt somit von der Zulaufkonzentration entsprechend der Reaktionskinetik zur Ablaufkonzentration ab. Dies stellt einen heterogenen Konzentrationsverlauf dar. Der ideale Strömungsrohr-Reaktor besitzt eine höhere Raum-Zeit-Ausbeute, aber auch deutlich höhere Konstruktionskosten wie einen typischerweise größeren Flächenbedarf. Da hohe Strömungsgeschwindigkeiten für die turbulente Strömung benötigt werden eignet sich der Strömungsrohrreaktor nicht für Prozesse mit längeren Verweilzeiten.

2.2 Hydrodynamische Verweilzeit

Die mittlere Verweilzeit τ beschreibt wie lange eine Substanz im Mittel nach Zugabe im Reaktor verbleibt bis sie den Reaktor wieder verlässt. Sie lässt sich für ideale Reaktoren aus dem Reaktorvolumen V_{rkt} und der linearen Flussrate \dot{V} berechnen:

$$\tau = \frac{V_{rkt}}{\dot{V}} \quad (1)$$

2.3 Berechnung der Verweilzeitspektren

Um die hydrodynamische Verweilzeit experimentell zu ermitteln, ist die Aufnahme eines Verweilzeitspektrums erforderlich. Dazu wird ein Puls einer Markersubstanz, welche nicht an der Reaktion beteiligt ist zum Zeitpunkt $t = 0$ in den Reaktor gegeben und die Konzentration des Markers am Reaktorausgang in Abhängigkeit der Zeit gemessen. Für ideale Reaktoren können die Spektren auch theoretisch berechnet werden:

Im Falle eines Strömungsrohrs tritt aufgrund der Pfropfenströmung keine axiale Durchmischung auf. Der zugegebene Puls wandert als idealer Pfropfen durch das Strömungsrohr. Somit entspricht das Verweilzeitspektrum der mittleren Verweilzeit (Gl. 1). In der Realität wird keine Pfropfenströmung erreicht, diese kann aber durch eine turbulente Strömung angenähert werden. Für den idealen Rührkessel und die Rührkesselkaskade lässt sich die Verweilzeitfunktion ausgehend von der Summenkurve herleiten. Für den Rührkessel ergibt sich eine Funktion der Form:

$$w(t) = \frac{1}{\tau} \cdot e^{-\frac{t}{\tau}} \quad (2)$$

Wobei τ die mittlere Verweilzeit (Gl. 1) beschreibt. Eine Rührkesselkaskade kann mit der folgenden Funktion beschrieben werden:

$$w(t) = \frac{d}{dt} \left(1 - \left(1 + \sum_{m=1}^{n-1} \frac{1}{m!} \cdot \left(\frac{t}{\tau} \right)^m \right) \cdot e^{-\frac{t}{\tau}} \right) \quad (3)$$

Dabei beschreibt n die Anzahl der Rührkessel im Bereich von $[2, \infty)$

Es ist zu erwarten, dass die reale mittlere Verweilzeit von der Gemessenen abweichen wird. Diese Abweichung kann auf ein nicht ideales Strömungsverhalten in den Reaktoren zurückgeführt werden. Hier ist vor allem das „Totzonen“ und das Ausbilden von Kurzschlussströmen zu erwähnen. Dabei entstehen Totvolumina, welche das effektive Reaktorvolumen und somit die mittlere Verweilzeit verkürzen.

2.4 Ermitteln der mittleren Verweilzeit aus der Verweilzeitverteilung

Um die Verweilzeiten aus den aufgenommenen Verweilzeitspektren zu ermitteln muss zunächst die Summenkurve der aufgenommenen Daten berechnet werden. Die Summenkurve ist das Integral des Verweilzeitspektrums und beschreibt somit, welcher Anteil der zugesetzten Markersubstanz den Reaktor wieder verlassen hat.

$$W(t) = \int_{t=0}^{t=\infty} w(t)dt \quad (4)$$

Aus der Summenkurve kann nun die Normierungskonstante bestimmt werden. Da die Summenkurve auf den Bereich $[0, 1]$ normiert wird, entspricht die Konstante dem Maximalwert der Funktion. Das Verweilzeitspektrum wird durch die Division mit der gleichen Konstante auf ein Integral von 1 normiert. Das normierte Verweilzeitspektrum beschreibt die Wahrscheinlichkeitsdichte, dass ein Markermolekül zu einem bestimmten Zeitpunkt den Reaktor verlässt. Daher kann die Verweilzeit als Erwartungswert dieser Verteilung angesehen werden. Dies kann in der folgenden Formel ausgedrückt werden:

$$\tau = \int_{t=0}^{t=\infty} w(t) \cdot t dt \quad (5)$$

Eine weitere Möglichkeit zur Ermittlung der Verweilzeit basiert auf der Stoffbilanz des Rührkessels:

$$\frac{dn_A}{dt} = \frac{V_{rkt} \cdot dc_A}{dt} = -\dot{V} \cdot c_a \quad (6)$$

Durch Einsetzen der Definition der mittleren Verweilzeit (1) ergibt sich:

$$\frac{dc_A}{dt} = \frac{c_A}{\tau} \quad (7)$$

Durch Integration von Gleichung (7) ergibt sich der relative Konzentrationsverlauf im Rührkessel nach Erreichen der maximalen Konzentration:

$$\frac{c_A}{c_{A,0}}(t) = e^{-\frac{t}{\tau}} \quad (8)$$

Durch Logarithmierung kann Gleichung (8) linearisiert werden und so der lineare Bereich des abnehmenden Verweilzeitspektrums $w(t)$ gefittet werden:

$$\ln(c_A) = \ln(c_{A,0}) - \frac{t}{\tau} \quad (9)$$

Somit ergibt sich die mittlere Verweilzeit τ als negatives Reziprokes des Anstieges. Diese Methode kann aber nur zur Bestimmung der Verweilzeit von Rührkesseln bestimmt werden, da die Stoffbilanz bei Rührkesselkaskaden und dem Stömungsrohr von der in Gleichung (7) abweicht.

2.5 Äquivalente Rührstufenzahl

Die Anzahl der äquivalenten Rührstufen beschreibt, wie viele ideale Rührkessel in einer Kaskade angeordnet werden müssen um ein vergleichbares Verweilzeitspektrum zu erhalten. Daher kann die Anzahl der äquivalenten Rührstufen zur Charakterisierung von Strömungsrohr und Rührkesselkaskade verwendet werden. Zur Ermittlung wird das Verhältnis der Verweilzeiten der Schnittpunkte (t_a, t_b) des Verweilzeitspektrums mit einer bestimmten Höhe betrachtet. Die Zahl äquivalenter Rührstufen lässt sich daraus durch Interpolation von Literaturwerten² ermitteln. Im Durchgeführten Versuch wird zur Ermittlung die halbe Peakhöhe ($H = 0.5$) verwendet. In einer ideal arbeitenden Kaskade ergibt sich dabei die Anzahl der Rührkessel, für ein Ideales Strömungsrohr ist die Anzahl der Rührkessel unendlich. Für einen optimalen Umsatz ist eine hohe Anzahl an Rührstufen vorteilhaft, nicht ideale Bedingungen in den Rührkesseln (z.B. Kurzschlussströme) können ebenfalls zu einer Erhöhung der Rührstufenzahl führen.

3 Ergebnisse und Auswertung

3.1 Verweilzeitspektren

Die eingestellten Flussraten wichen aufgrund mangelnder Kalibrierung der Pumpe leicht von den eingestellten Flussraten ab. Es wurde daher mit den mittleren gemessenen Flussraten gerechnet. Für das Strömungsrohr wurden dabei die folgenden Verweilzeitverteilungen erhalten:

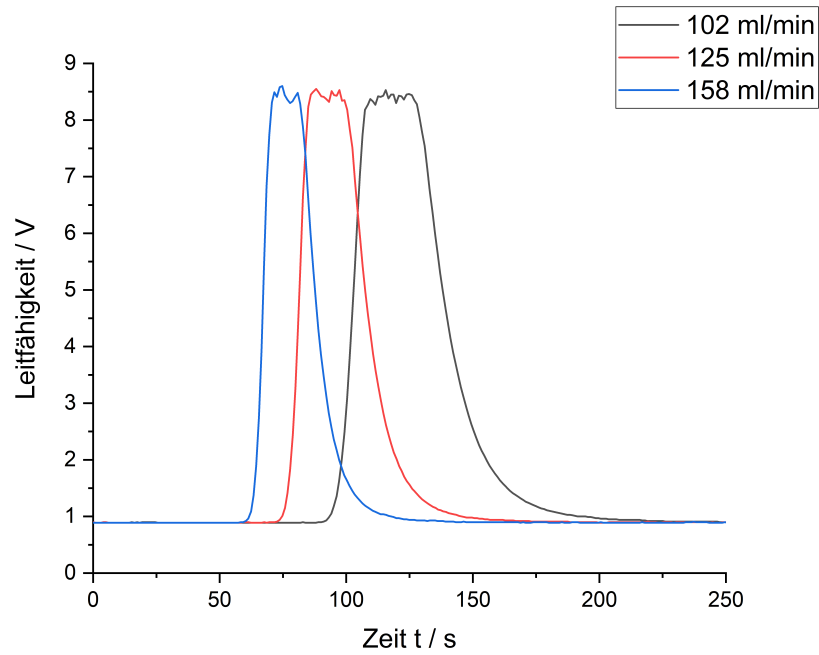


Abb. 1: Verweilzeitverteilungen des Strömungsrohrs bei den Flussraten 102 ml ml^{-1} , 125 ml ml^{-1} und 158 ml ml^{-1} .

Die fehlenden Spitzen der Peaks könnten auf den berechneten Messbereich des Sensors zurückzuführen sein. Für die Rührkesselkaskade konnten die folgenden Verweilzeitverteilungen erhalten werden:

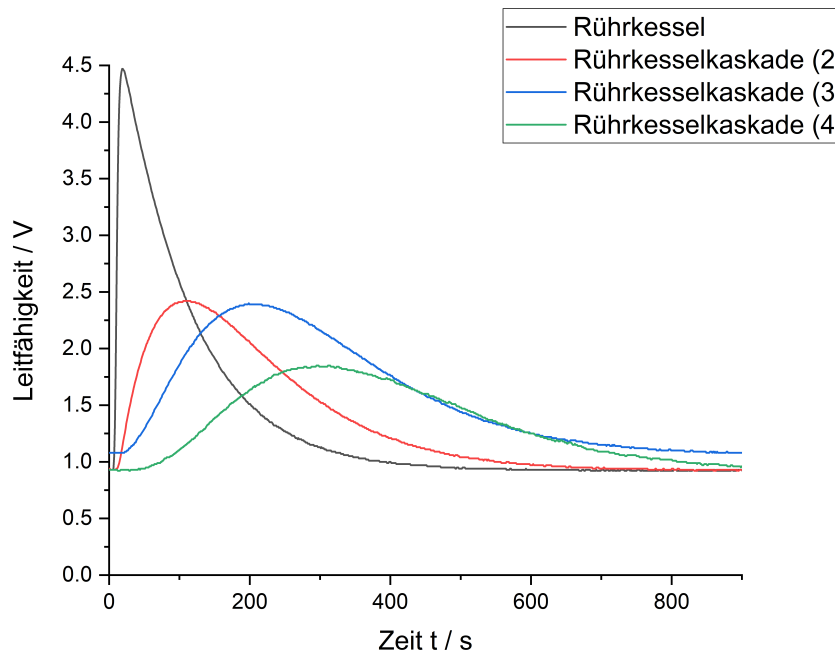


Abb. 2: Verweilzeitverteilungen der Rührkesselkaskade bei einer Flussrate von 99 ml ml^{-1} .

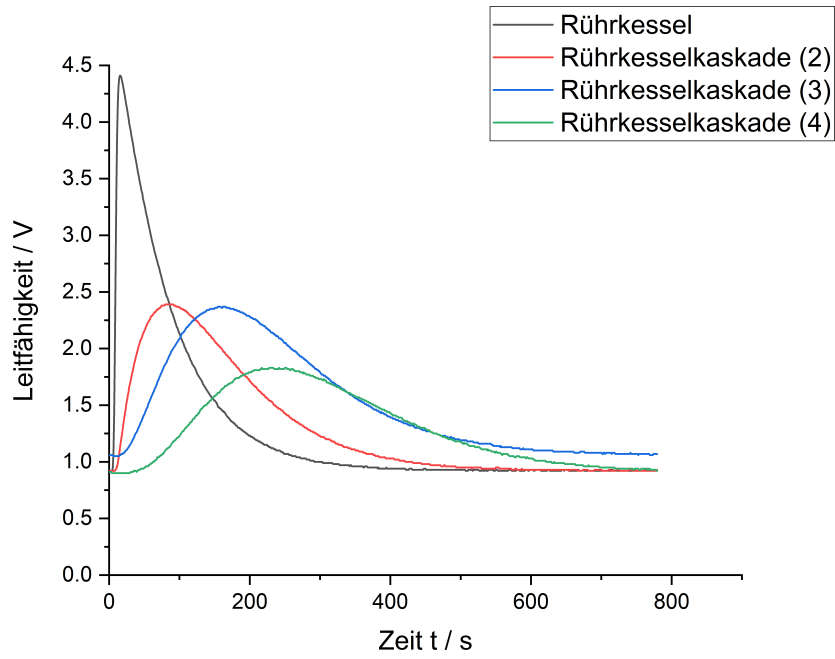


Abb. 3: Verweilzeitverteilungen der Rührkesselkaskade bei einer Flussrate von 126 ml ml^{-1} .

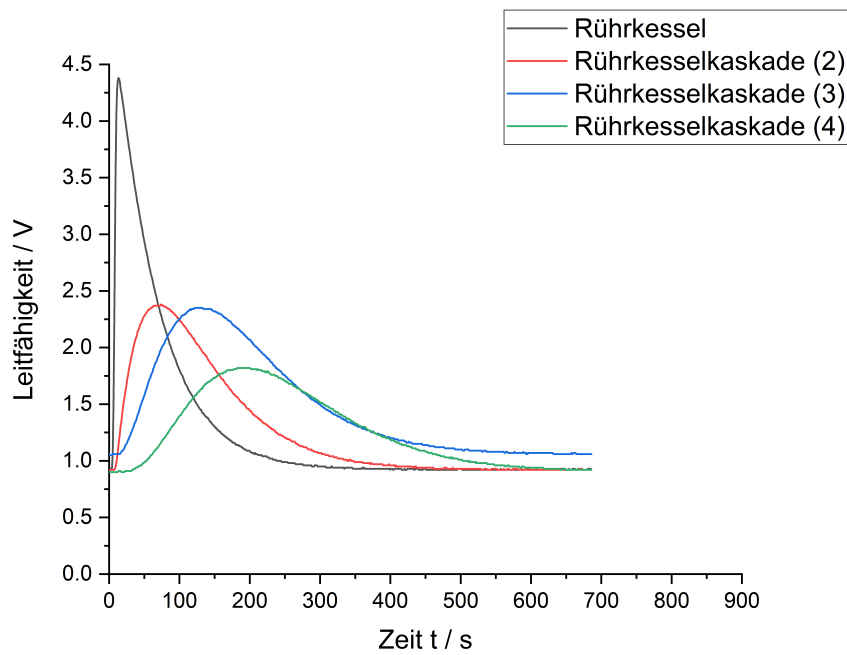


Abb. 4: Verweilzeitverteilungen der Rührkesselkaskade bei einer Flussrate von 155 ml ml^{-1} .

3.2 Bestimmen der mittleren Verweilzeiten

Zur Bestimmung der theoretischen Verweilzeiten werden die angegebenen Volumina von 188 ml für das Strömungsrohr und 146 ml pro Rührkessel verwendet. Für die Rührkesselkaskade werden entsprechend vielfache des Wertes für den Rührkessel verwendet. Die Berechnung wird exemplarisch für das Strömungsrohr bei 100 ml min^{-1} und Eine Rührkesselkaskade aus 4 Rührkesseln bei 130 ml min^{-1} berechnet:

$$\tau_{100,theo}^{PFR} = \frac{V_{rkt}}{\dot{V}} = \frac{188 \text{ ml}}{100 \text{ ml min}^{-1}} = 112.8 \text{ s} \quad (10)$$

$$\tau_{130,theo}^{4xCSTR} = \frac{4 \cdot V_{rkt}}{\dot{V}} = \frac{4 \cdot 146 \text{ ml}}{130 \text{ ml min}^{-1}} = 210.2 \text{ s} \quad (11)$$

Die Weiteren theoretischen Verweilzeiten sind in der untenstehenden Tabelle dargestellt:

Tabelle 1: Theoretisch berechnete Verweilzeiten für das Strömungsrohr, einen Rührkessel und eine Rührkesselkaskade von 2 bis 4 Rührkesseln.

Reaktor	Gesamtvolumen	Verweilzeit in s		
		102 ml min ⁻¹	125 ml min ⁻¹	158 ml min ⁻¹
Flussrate	in ml			
PFR	188	111	90.2	71.4
Flussrate		99 ml min ⁻¹	126 ml min ⁻¹	155 ml min ⁻¹
CSTR	146	88.5	69.5	56.5
2xCSTR	292	177	139	113
3xCSTR	438	266	209	170
4xCSTR	584	354	278	226

Zur Bestimmung der experimentellen Verweilzeiten werden, wie in Kapitel 2.4 beschrieben, die normierten Summenkurven der Verweilzeitversuche berechnet. Dazu muss zunächst der Untergrund durch Subtraktion der kleinsten Spannung einer Messreihe entfernt werden. Die Untergrund-Leitfähigkeit tritt auf, da im Versuch Leitungswasser eingesetzt wird, welches bereits eine gewisse Ionenkonzentration besitzt, was für eine Grundleitfähigkeit sorgt.

Für die Normalisierung auf ein Integral von 1 wurden die folgenden Konstanten ermittelt:

Tabelle 2: Maximalwerte der nicht normierten Summenkurven und damit die Normierungskonstanten.

Reaktor	Gesamtvolumen	Verweilzeit in s		
Flussrate	in ml	102 ml min ⁻¹	125 ml min ⁻¹	158 ml min ⁻¹
PFR	188	311	229	179
Flussrate		99 ml min ⁻¹	126 ml min ⁻¹	155 ml min ⁻¹
CSTR	146	395	299	240
2xCSTR	292	391	294	236
3xCSTR	438	455	357	288
4xCSTR	584	381	302	245

Diese Integrale stellen ein Maß für die zugegebene Menge der Markersubstanz dar. Daher ist zu erwarten, dass diese bei einer Messung der Rührkesselkaskade für alle Rührkessel gleich ist, da die Markersubstanz alle Rührkessel passiert. Dies ist allerdings nur in grober Näherung festzustellen und wird in Kapitel 4 diskutiert. Die normierten Summenkurven sind im Folgenden dargestellt:

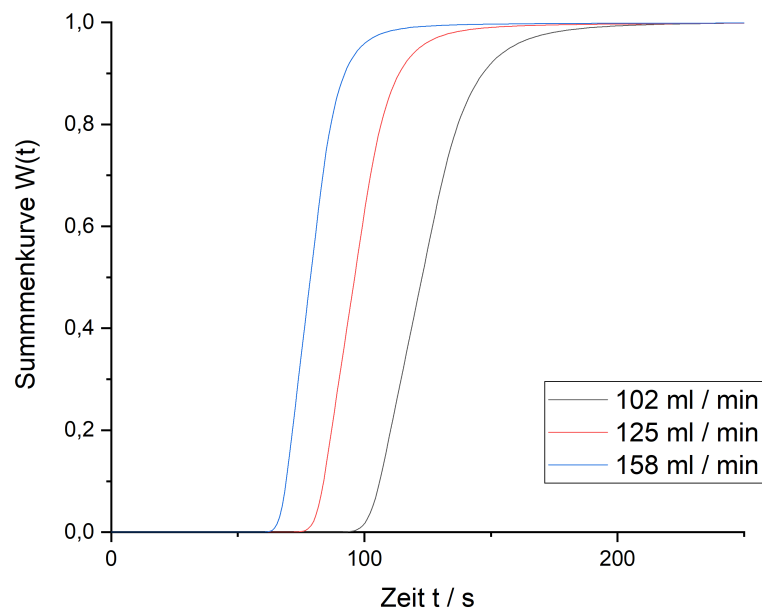


Abb. 5: Normierte Summenkurven für das Strömungsrohr (PFR) bei verschiedenen Flussraten.

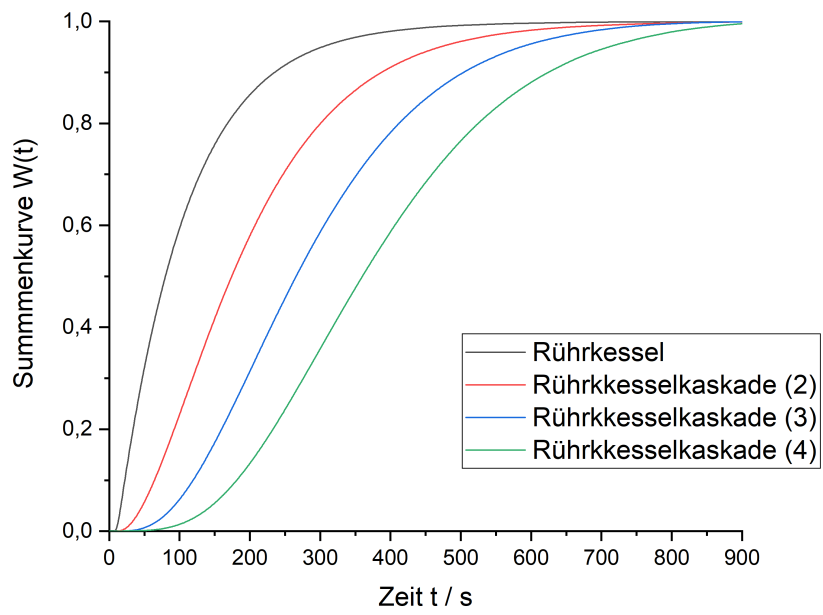


Abb. 6: Normierte Summenkurven der Rührkesselkaskade bei einer Flussrate von 99 ml ml^{-1} .

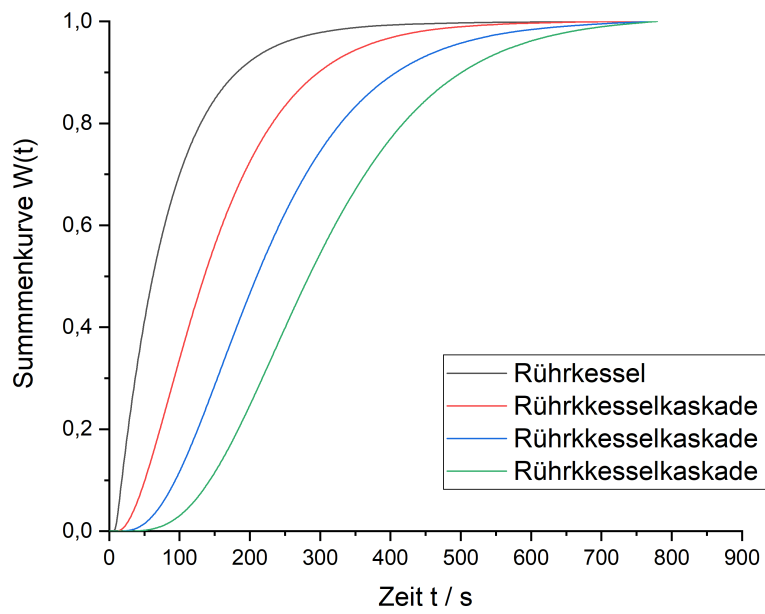


Abb. 7: Normierte Summenkurven der Rührkesselkaskade bei einer Flussrate von 126 ml ml^{-1} .

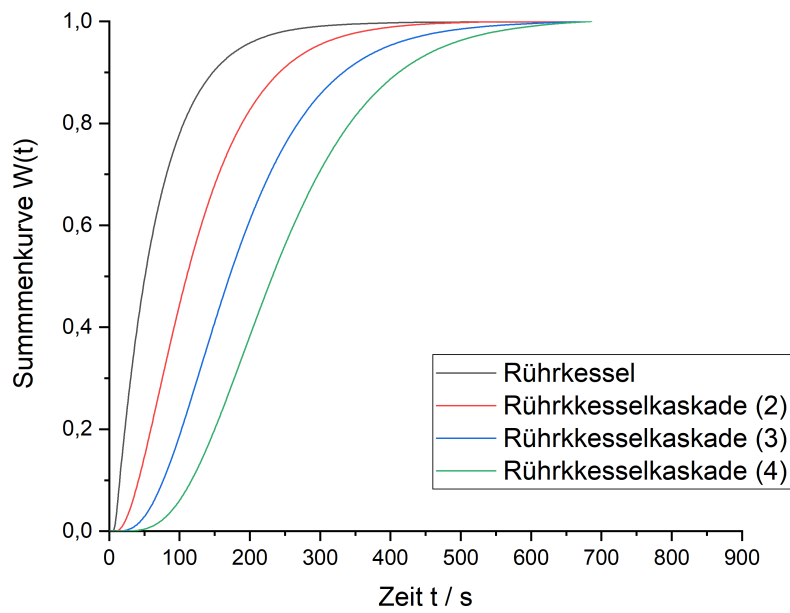


Abb. 8: Normierte Summenkurven der Rührkesselkaskade bei einer Flussrate von 155 ml ml^{-1} .

Durch Integration von $w(t) \cdot t$ kann nun die Verweilzeit erhalten werden:

$$\tau = \int_{t=0}^{t=\infty} w(t) \cdot t dt \quad (12)$$

Tabelle 3: Aus experimentellen Daten ermittelte Verweilzeiten für das Strömungsrohr, einen Rührkessel und eine Rührkesselkaskade von 2 bis 4 Rührkesseln

Reaktor	Gesamtvolumen in ml	Verweilzeit in s		
		100 ml min^{-1}	130 ml min^{-1}	160 ml min^{-1}
PFR	188	125	98.4	80.4
CSTR	146	110	85.2	69.5
2xCSTR	292	206	159	129
3xCSTR	438	292	234	191
4xCSTR	584	384	305	251

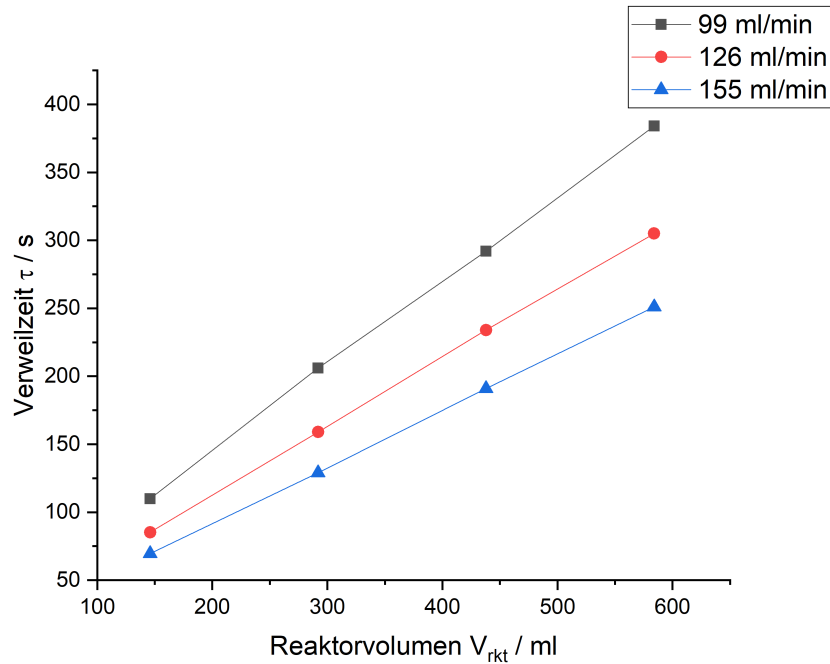


Abb. 9: Darstellung der ermittelten Verweilzeiten der Rührkesselkaskade in Abhängigkeit des Gesamtvolumens

Wie in Abbildung 9 erkennbar ist, verhalten sich die experimentell ermittelten Verweilzeiten proportional zu den vorliegenden Gesamtreaktorvolumina, was mit Gleichung (1) übereinstimmt. Die Verweilzeiten des Strömungsrohrs weichen geringfügig von dieser Geraden ab, da in diesem Fall leicht andere Flussraten vorlagen. Mit zunehmender Flussrate nehmen die Verweilzeiten ab, was sich mit dem Zusammenhang $\tau \propto \frac{1}{V}$ deckt.

Die mittels Integration von $w(t) \cdot t$ ermittelten Verweilzeiten sind etwas länger als die mit Gleichung (1) theoretisch berechneten mittleren Verweilzeiten. Dabei ist die relative Abweichung der theoretischen Werte sowohl in der Rührkesselkaskade als auch im Strömungsrohr weitestgehend unabhängig von der Flussrate. Die relative Abweichung ist bei einem einzelnen Rührkessel mit -19% am größten und für eine Kaskade mit 4 Rührkesseln mit 9% am geringsten. Dies ist teilweise auf die zusätzlichen Schläuche von der Pumpe zum Rührkessel, sowie zwischen den Rührkesseln zurückzuführen, da deren Volumen bei der Berechnung der theoretischen Verweilzeit nicht berücksichtigt wurde. Die Hauptursache der Abweichung ist aber dennoch das nicht ideale Verhalten der Reaktoren: In den Reaktoren können sich Totzonen ausbilden, diese reduzieren das effektive Volumen des Reaktors, was zu einer kürzeren experimentellen Verweilzeit führt. Im Gegensatz zu Kurzschlussströmen sind Totzonen nur schwer im Verweilzeitspektrum zu identifizieren. Eine weitere Ursache für die kürzeren Verweilzeiten ist das Auftreten von Segregation im Reaktor, was die Ausbildung von Konzentrationsgefällen zur Folge hat. Auch hierbei wird das

effektive Reaktorvolumen reduziert, was die Verweilzeit vergeringert.

3.3 Summenkurven

Für die Summenkurve eines idealen Strömungsrohrs ist ein sprunghafter Übergang von 0 auf 1 zum Zeitpunkt der mittleren Verweilzeit zu erwarten, da die gesamte Markersubstanz als Proben durch das Strömungsrohr wandert und dies exakt nach der Verweilzeit wieder verlässt. Das in diesem Versuch verwendete Strömungsrohr verhält sich damit nicht ideal, was an der nicht unendlichen Steigung der Summenfunktionen (Abbildung 5) zu erkennen ist. Die Summenkurven der Strömungsrohre (Abbildung 6 bis 8) zeigen dennoch verglichen mit denen der Rührkesselkaskaden einen deutlich steileren Anstieg. Der Anstieg der Summenkurven der Kaskaden nimmt mit zunehmender Anzahl an Rührkesseln bei gleicher Flussrate zu. Für den Grenzfall einer Kaskade aus unendlich vielen Rührkesseln ist damit ein Verhalten wie bei einem Strömungsrohr zu erwarten. Mit zunehmender Flussrate werden auch die Summenkurven steiler.

3.4 Anzahl äquivalenter Rührstufen

Zur Bestimmung der Anzahl äquivalenter Rührstufen werden die Verweilzeitspektren auf den Bereich $[0,1]$ normiert. (Abweichend von der in Kapitel 3.2 durchgeführten Normierung auf ein Integral von 1). In diesen Graphen wurde eine Höhenlinie bei $Y = 0.5$ eingezeichnet um die Schnittpunkte t_a (Ansteigen des Peaks) und t_b (Abfallen des Peaks) ablesen zu können. Die ermittelten Werte sind in Tabelle 4 aufgeführt. Die anschließende Interpolation der Literaturwerte wurde mit dem bereitgestellten Java-Applet durchgeführt und die resultierenden äquivalenter Rührstufen in Tabelle 4 gelistet.

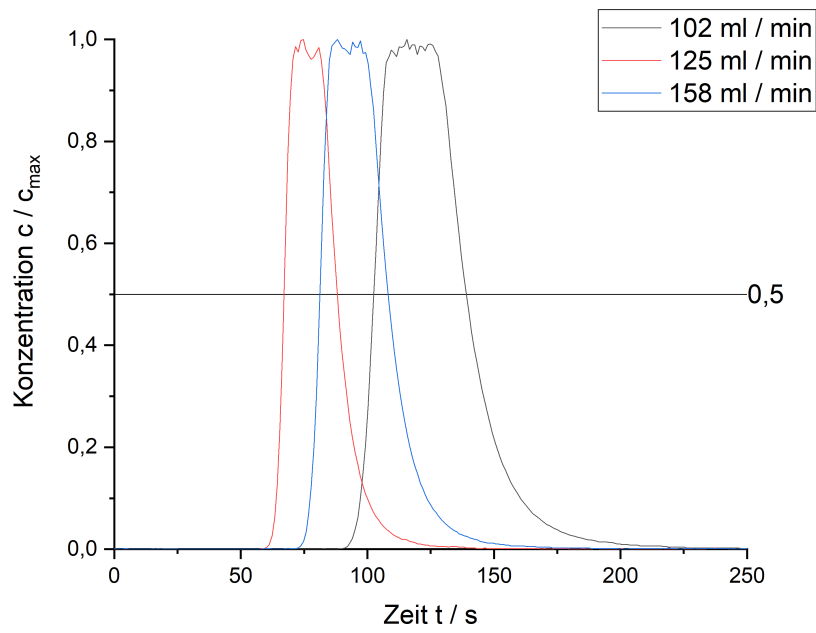


Abb. 10: Höhennormierte Verweilzeitspektren für das Strömungsrohr (PFR) bei verschiedenen Flussraten

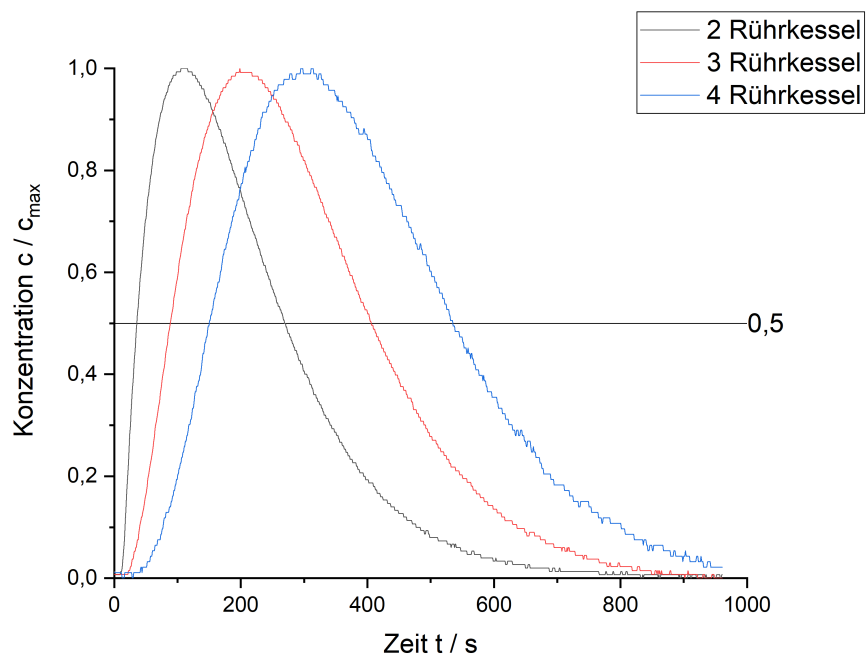


Abb. 11: Höhennormierte Verweilzeitspektren der Rührkesselkaskade bei einer Flussrate von 99 ml ml^{-1} .

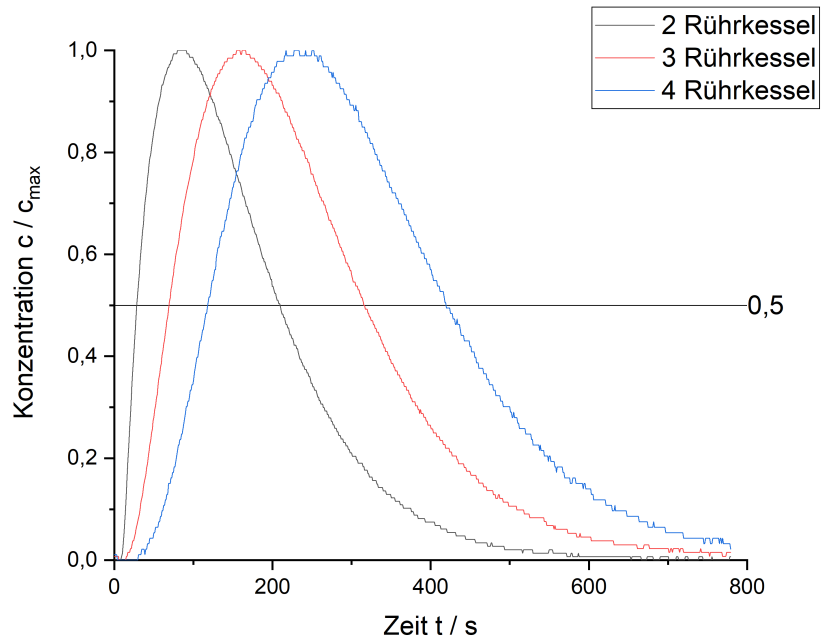


Abb. 12: Höhennormierte Verweilzeitspektren der Rührkesselkaskade bei einer Flussrate von 126 ml ml^{-1} .

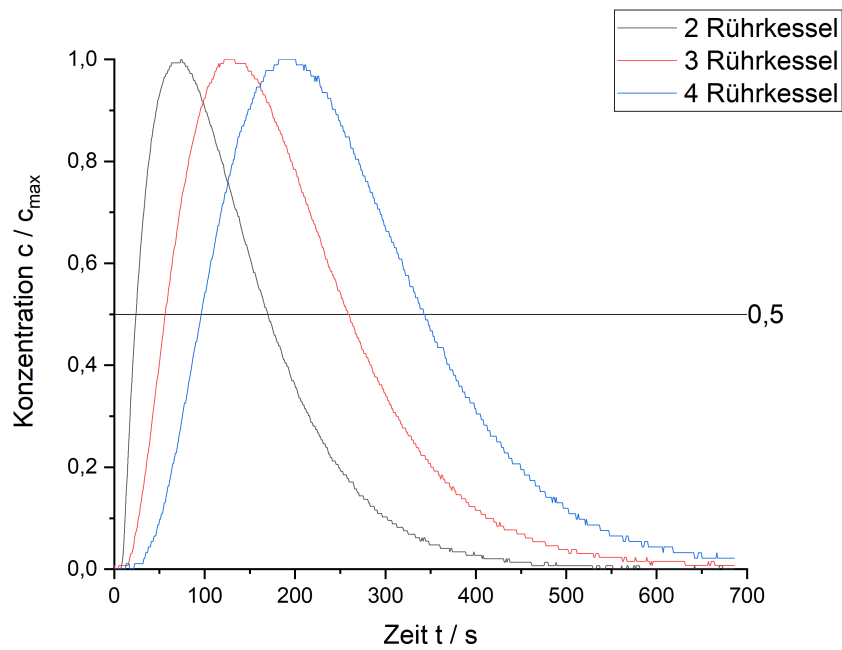


Abb. 13: Höhennormierte Verweilzeitspektren der Rührkesselkaskade bei einer Flussrate von 155 ml ml^{-1} .

Tabelle 4: Ermittelte Anzahl der Äquivalenten Rührstufen und dazu benötigte Messwerte

Reaktor	\dot{V} in $\frac{\text{ml}}{\text{min}}$	t_a in s	t_b in s	$\frac{t_a}{t_b}$	Rührstufenanzahl
CSRT x2	99.0	35.3	269	0.131	2.4
	126	28.5	208	0.137	2.5
	155	24.1	170	0.142	2.5
CSRT x3	99.0	88.2	407	0.217	3.5
	126	69.3	315	0.220	3.5
	155	55.9	259	0.216	3.4
CSRT x4	99.0	151	534	0.283	4.6
	126	118	420	0.281	4.5
	155	96.4	343	0.281	4.5
PFR	102	102	139	0.734	58.7
	125	81.1	108	0.751	68.3
	158	67.1	88.2	0.761	74.5
PFR-Fitt	102	105	133	0.789	99.5
	125	83.3	104	0.801	112
	158	68.6	85.5	8.02	113.8

Die ermittelten äquivalenten Rührstufen liegen für die Rührkesselkaskade stets ca. 0.5 über der tatsächlichen Anzahl von Rührkesseln in der Kaskade. Dies kann auf die Verbindungsrohre zwischen den Rührkesseln zurückgeführt werden. Diese wirken als kleine Strömungsrohre und erhöhen so die Rührstufenanzahl. Eine weitere Ursache können Kurzschlussströmungen in den Kesseln sein, welche zur Verschmälerung des Peaks führen und so die ermittelte Rührstufenanzahl leicht erhöhen. Die beobachteten Rührstufenanzahl zeigen in der Rührkesselkaskade im Rahmen der Messgenauigkeit keine Abhängigkeit von der Flussrate \dot{V} . Dies kann damit erklärt werden, dass die Strömungsverhältnisse in den Kesseln überwiegend durch das Rühren bestimmt werden (annähernd ideal arbeiten) und somit der Einfluss der Strömungsgeschwindigkeit vernachlässigbar ist. Im Vergleich zur Rührkesselkaskade zeigt das Strömungsrohr eine wesentlich höhere Anzahl äquivalenter Rührstufen, was auf die fehlende axiale Vermischung in diesem zurückgeführt werden kann. Des Weiteren zeigt sich eine starke Zunahme der Rührstufenanzahl mit der Strömungsgeschwindigkeit. Da mit zunehmender Fließgeschwindigkeit die Strömung turbulenter wird (Reynoldszahl steigt), nähert sich das Strömungsprofil zunehmend der idealen Pfropfenströmung an. Dementsprechend nähert sich auch die Rührstufenanzahl ihrem idealen Wert von ∞ an. Es ist allerdings zu beachten, dass die Peaks aufgrund des Messbereichs abgeschnitten wurden. Die durchgeführte Normierung berücksichtigt somit nicht die eigentliche Höhe des Peaks, was in einem zu kleinem t_a und einem zu großem t_b resultiert. Daher wurden mit dieser Methode zu wenige Rührstufen ermittelt. Um dies zu kompensieren können die am Sensorlimit ($> 8\text{ V}$) befindlichen Daten entfernt und der Peak in Origin 2019 gefittet werden. Die

dabei erhaltenen Peaks (Abbildung 14) wurden ebenfalls zur Berechnung der Rührstufenzahl herangezogen. Die dabei ermittelten Werte sind in Tabelle 4 als PFR - Fitt gelistet.

Wie zu erwarten ergeben sich dabei nochmal deutlich höhere Rührstufenzahlen als mit den Originaldaten ermittelt. Die Abhängigkeit von der Strömungsgeschwindigkeit ist ebenfalls vorhanden, allerdings deutlich schwächer ausgeprägt.

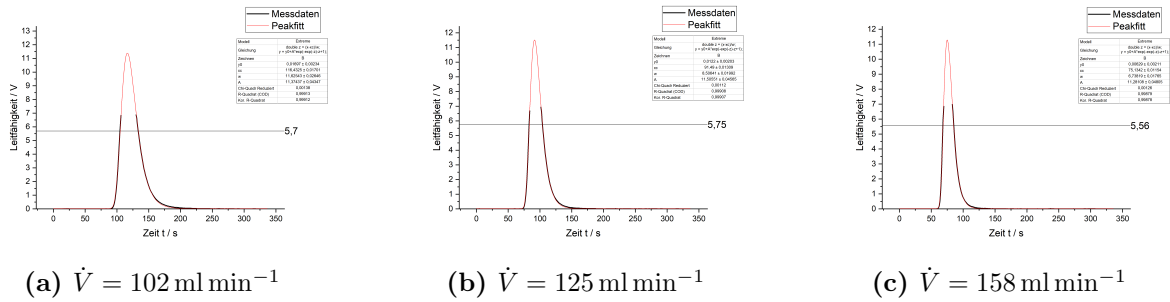


Abb. 14: Gefittete Verweilzeitspektren des Strömungsrohrs zur Ermittlung von t_a und t_b .

4 Fehlerbetrachtung

Im gesamten Versuch wurden zur Repräsentation der Konzentration Leitfähigkeiten verwendet. Dabei wurde davon ausgegangen, dass sich die Leitfähigkeit proportional zur Konzentration verhält. Dies ist allerdings nicht der Fall, da die Leitfähigkeit laut dem KOHLRAUSCHSchem Quadratwurzelgesetz von der Wurzel der Leitfähigkeit abhängt. Dies stellt einen möglichen Grund für das Abweichen der Integrale in Tabelle 2 dar. Zur Berechnung der theoretischen mittleren Verweilzeiten wurden die in den Messdaten angegebenen Reaktorvolumina und die mittlere Flussrate genutzt. Die Flussrate schwankte jedoch leicht im Laufe des Versuches, was zu einer Verzerrung der aufgenommenen Verweilzeitspektren führen kann. Die angegebenen Reaktorvolumina beziehen sich ausschließlich auf die Reaktoren selbst, diese sind aber über Schläuche miteinander verbunden, was das reale Volumen erhöht und somit die Verweilzeit etwas verlängern sollte. Dies könnte teilweise die Abweichung zwischen gemessenen und berechneten Verweilzeiten erklären. Des Weiteren wurde bei der Betrachtung der Anlage ein deutliches Algenwachstum im Strömungsrohr festgestellt, was die Strömung beeinflusst und zu einer Abweichung von der idealen Pfropfenströmung führt. Dies führt zu einer axialen Vermischung innerhalb des Strömungsrohrs, was den Peak verbreitert und somit zu einer Verlängerung der gemessenen Verweilzeit, sowie zu einer Reduktion der ermittelten Rührstufenzahl führt. Zu Beginn des Versuches wurde festgestellt, dass die Leitfähigkeitssensoren der Anlage abweichende Grundleitfähigkeiten zeigten. Dies wurde in der Auswertung kompensiert, indem für jeden Leitfähigkeitsensor ein anderer Unter-

grund definiert wurde. Daher sollten die unterschiedlichen Grundleitfähigkeiten das Ergebnis nicht beeinflussen. Des Weiteren scheinen die Sensoren auf einen Leitfähigkeitswert von ca. 8 V begrenzt zu sein, was bei der Aufnahme der Verweilzeitspektren des Strömungsrohrs für ein Abschneiden der Peaks sorgte. Dementsprechend ist zu erwarten, dass die daraus ermittelten Verweilzeiten etwas zu lang und die Summenkurven etwas zu flach sind. Zur Ermittlung der Rührstufenzahl wurden die Peaks daher gefittet um die originale Peakhöhe zu ermitteln. Um die Komplexe Peakform mit Tailing fitten zu können mussten Fittfunktionen mit vielen Parametern verwendet werden, daher ist ein Abschätzen der Genauigkeit des Fitts nicht möglich. Es ist aber davon auszugehen, dass die aus gefitteten Werten ermittelten Rührstufen näher am realen Wert liegen als die nicht gefitteten. Um die Anzahl der Rührstufen aus dem $\frac{t_a}{t_b}$ -Verhältniss zu bestimmen wurden die Literaturdaten mit dem bereitgestellten Applet interpoliert. Im Bereich hoher äquivalenter Rührstufen sind allerdings in der Literatur nur vergleichsweise wenige Datenpunkte vorhanden, weshalb auch die Interpolation fehlerbehaftet sein kann.

5 Zusammenfassung

Zusammenfassend ist festzustellen, dass die theoretisch ermittelten mittleren Verweilzeiten bei der verwendeten Apparatur nur eine grobe Näherung der Verweilzeiten darstellt. Dies ist vor allem auf das nicht ideale Strömungsverhalten in den Reaktoren zurückzuführen. Generell ist aber zu erkennen, dass die Verweilzeit mit steigenden Reaktorvolumen proportional zunimmt und mit steigender Flussrate abnimmt. An den Summenfunktionen ist deutlich zu erkennen, dass das Strömungsrohr vom idealen Verhalten abweicht, aber auch dass sich die Summenfunktionen von Rührkesselkaskaden mit zunehmender Rührkesselanzahl an das Strömungsrohr annähern. Die ermittelten Rührstufenzahlen entsprechen für die Rührkesselkaskade in etwa der Anzahl der Rührkessel. Das Strömungsrohr besitzt dabei um ein vielfaches mehr äquivalenter Rührstufen verglichen mit der Rührkesselkaskade. Während die Rührstufenzahl im Strömungsrohr von der Flussrate abhängt, ist sie in der Kaskade unabhängig davon.

6 Quellen

Literatur

1. Arne Kuhlmann Edina Medra, P. D. F. R. Reale Reaktoren für homogene Reaktionen (Zugegriffen am 30.11.2021), Chemgapedia, http://www.chemgapedia.de/vsengine/vlu/vsc/de/ch/10/homogene_reaktoren/reale_reaktoren/reale_reaktoren.vlu/Page/vsc/de/ch/10/homogene_reaktoren/reale_reaktoren/stroemungsrrohr/stroemungsrrohr.vscml.html.
2. Verweilzeitspektrum (zugegriffen am 11.12.2021), Uni Leipzig, https://moodle2.uni-leipzig.de/pluginfile.php/81644/mod_resource/content/2/Verweilzeit_181018.pdf.

Die Daten wurden mit Origin 2019 ausgewertet und dargestellt