

**Institut für Technische Chemie  
Technische Universität Clausthal**

**Technisch-chemisches Praktikum TCB**

**Versuch: *Stofftransport in einer Blasensäule***

### **Einleitung**

Bei der technischen Gasreinigung und –trennung finden Stoffaustauschvorgänge zwischen der Absorberflüssigkeit und dem Gasmisch statt.

Absorptionsverfahren können diskontinuierlich bzw. kontinuierlich betrieben werden; die Einteilung bezieht sich dabei auf das Absorptionsmittel (Flüssigphase), da das Gasmisch die Anlage stets kontinuierlich durchströmt. Bei der diskontinuierlichen Arbeitsweise wird das Gasmisch mit der abzutrennenden Komponente ( $\hat{=}$  Absorptiv) in die vorgelegte Absorptionsflüssigkeit bis zur Sättigung eingeleitet. Beim kontinuierlichen Betrieb kann die Gasphase sowohl im Gleich- als auch im Gegenstrom zu der Flüssigphase geführt werden.

Für die Prozessführung ist neben dem Absorptionsgleichgewicht der Stoffübergang von der Gasphase in die Flüssigphase von Bedeutung. Die Zweifilmtheorie fluider Phasen nach Lewis und Whitman bildet die Grundlage für die Beschreibung der Stoffübertragung bei der Absorption. Danach muss das Absorptiv aus der Gasphase durch je eine Gas- und eine Flüssigkeitsgrenzschicht diffundieren. Diese Grenzschichten stellen die Hauptwiderstände des Stofftransportes dar. Unmittelbar an der Phasengrenzfläche herrscht nach diesem Modell zu jedem Zeitpunkt des Vorganges Gleichgewicht. Der Stoffübergang kann mit Hilfe des Stoffübergangskoeffizienten  $\beta$ , der Austauschfläche und der treibenden Kraft, z.B. des Konzentrationsgefälles des Absorptivs, beschrieben werden.

Blasensäulen werden in der Chemischen Industrie nicht nur als Absorptionseinheit (mit geringer Trennstufenzahl), sondern viel häufiger als sogenannte technische Reaktoren in unterschiedlichen Bauweisen verwendet, so z.B. bei Oxydationen, Hydrierungen oder Chlorierungen. Das Gas wird mittels einer in der Blasensäule eingebauten Lochplatte in der Flüssigkeit dispergiert. Durch diese Einbauten wird eine annähernd ideale Durchmischung bzw. starke Rückvermischung erhalten.

### **Aufgabenstellung**

Durch eine Blasensäule mit entmineralisiertem Wasser als diskontinuierlicher Phase wird ein konstanter Gasstrom aus Stickstoff und 2 bis 5 Vol% Kohlendioxid geleitet. Die Absorption des Kohlendioxids in Wasser wird durch *on-line*-Messung der Kohlendioxidkonzentration im Ausgangsstrom bis zur Sättigung verfolgt. Aus den Messdaten werden der mittlere Stoffstrom und der Stoffübergangskoeffizient  $\beta$  für CO<sub>2</sub>/Wasser berechnet. Dies geschieht auf Grundlage des Filmmodells. Es werden zwei Messungen bei unterschiedlichen CO<sub>2</sub>-Konzentrationen durchgeführt und die Ergebnisse verglichen.

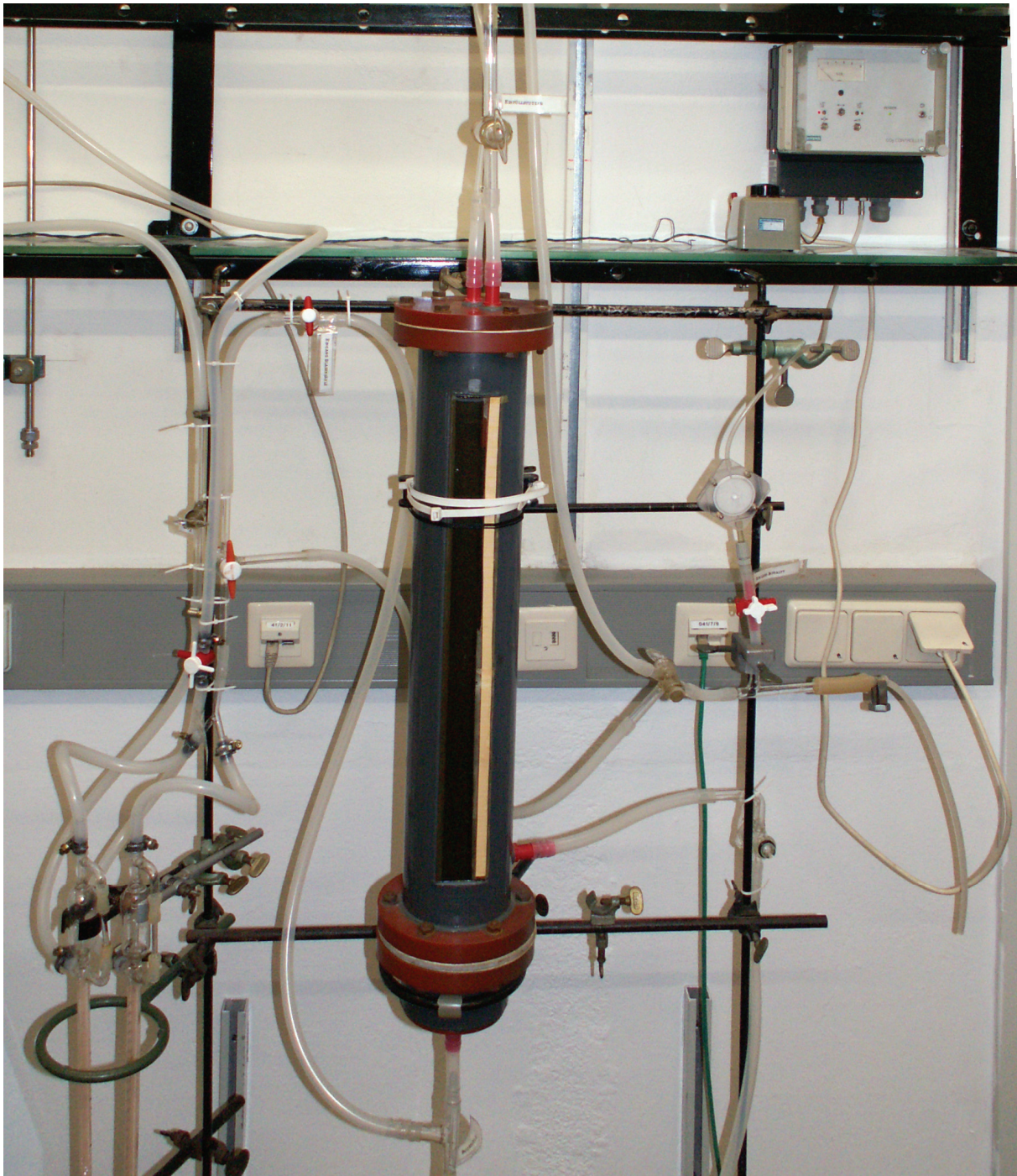
*Informieren Sie sich anhand der nachstehenden Literatur über folgende Themenkomplexe:*

- Stofftransport
- Diffusion
- Konvektion
- Stoffübergang (dimensionslose Kennzahlen, Kriteriengleichungen)
- Stoffdurchgang
- Absorption
- Desorption
- Absorptionsapparate

### **Literatur**

- Vorlesung: Thermische und Mechanische Grundoperationen, TU Clausthal  
Wärme- und Stofftransport  
Grundlagen des Stofftransportes  
Stoffaustauschprozesse  
Absorption
- E. Fitzer, W. Fritz; G. Emig, Technische Chemie
- J. Gmehling, A. Brehm, Grundoperationen
- U. Onken, A. Behr, Chemische Prozesskunde

## Versuchsapparatur



Die Gase werden aus Druckgasflaschen entnommen. Eine Feinregulierung der Gasströme findet durch Ändern der Eintauchtiefe der Tauchrohre an den Manostaten statt. Nach Passieren der Blasensäule wird der Gasstrom im CO<sub>2</sub>-Controller analysiert und mit einem A/D-Wandler erfasst. Die Messdaten werden im Intranet des Instituts für Technische Chemie gespeichert:

p:\tc-praktikum\Blasensaule

## Versuchsdurchführung

In den Blasensäulenreaktor werden 2 L entmineralisiertes Wasser eingefüllt. Die Apparatur ist vor Versuchsbeginn mit Stickstoff zu spülen, bis sich am CO<sub>2</sub>-Controller ein konstant niedriger Wert einstellt. Die Volumenströme Stickstoff und Kohlendioxid werden durch Heben und Senken der Tauchungen an den Manostaten feinreguliert. Der Versuch beginnt mit Öffnen des CO<sub>2</sub>-Hahns und gleichzeitigem Starten der Messwertaufnahme (CO<sub>2</sub>-Gehalt in der Gasphase) am Rechner. Nach ca. 30 min sollte der Messwert einen konstanten Wert erreicht haben, so dass die Messung beendet werden kann. Für die Auswertung ist es notwendig, zusätzlich Luftdruck und die Temperatur des Wassers in ein Messprotokoll aufzunehmen. Es werden zwei Versuche bei unterschiedlichen CO<sub>2</sub>-Konzentrationen durchgeführt.

## Hinweise zur Auswertung und Diskussion

1. Die vom Rechner aufgenommene Datenreihe enthält die Messwerte des CO<sub>2</sub>-Controllers im Abstand von einer Sekunde. Die Datei kann mit einem Tabellenkalkulationsprogramm geöffnet und ausgewertet werden. Der CO<sub>2</sub>-Anteil X (= Volumenbruch) in der Gasphase wird aus den Messeinheiten (E) nach folgender Gleichung 1 ermittelt:

$$X_{\text{Gas}}(t) = E \cdot 0,05 \quad (1)$$

Die Funktion  $X_{\text{Gas}}(t)$  ist in einem Diagramm darzustellen.

2. Bei der Auswertung der Messdaten wird von der Zweifilmtheorie ausgegangen. Als Vereinfachung wird angenommen, dass eine Strömungsgrenzschicht nur auf Seite der flüssigen Phase zu berücksichtigen ist, sowie dass beide Phasen makroskopisch ideal durchmischt sind. Die Triebkraft des Stoffaustausches zum jeweiligen Zeitpunkt t ist daher gleich der Differenz zwischen der Gleichgewichtskonzentration CO<sub>2</sub> im Wasser  $c^*_1(t)$  und der tatsächlichen Konzentration  $c_1(t)$  in der wässrigen Phase (s. Gl. 2, Gl. 5):

$$\Delta c(t) = c^*_1(t) - c_1(t) \quad [\text{mol/L}] \quad (2)$$

Die Gleichgewichtskonzentration im Wasser  $c^*_1(t)$  [in mol/L] wird aus dem CO<sub>2</sub>-Gehalt des Gases  $X_{\text{Gas}}(t)$  mit Hilfe des Bunsen'schen Absorptionskoeffizienten  $\alpha$  [in Norm-cm<sup>3</sup>/cm<sup>3</sup>] errechnet:

$$c^*_1(t) = \alpha \cdot p \cdot X_{\text{Gas}}(t) / (R \cdot T) \quad (3)$$

mit: Temperatur T [K]  
Luftdruck p [Pa]

Die Temperaturabhängigkeit  $\theta$  von  $\alpha$  im Bereich von 10 bis 30 °C wird durch die folgende Gleichung 4 wiedergegeben:

$$\alpha = 4,571 \cdot 10^{-4} \cdot \theta^2 - 4,469 \cdot 10^{-2} \cdot \theta + 1,590 \cdot 10^0 \quad (4)$$

mit der Temperatur  $\theta$  [°C].

Die tatsächliche CO<sub>2</sub>-Konzentration in der wässrigen Phase in Abhängigkeit von der Messzeit lässt sich in diesem Versuch nicht direkt bestimmen. Daher wird eine mittlere Gaskonzentration errechnet:

$$\overline{c_1(t)} = \frac{\Delta t}{t} \cdot \sum_{t=0}^{t/\Delta t} c_1^*(t) \quad (5)$$

Der mittlere Stoffstrom  $\dot{n}$  beträgt:

$$\overline{\dot{n}(t)} = \frac{c_1^*(t) \cdot V_1}{t} \quad (6)$$

mit:  $\overline{\dot{n}} = \beta \cdot \overline{\Delta c} \cdot A_S$  [mol/ s] (7)

ergibt sich für den Stoffübergangskoeffizienten  $\beta$  die nachfolgende Gleichung 8:

$$\beta = \frac{V_1}{A_S} \cdot \frac{c_1^*(t)}{t \cdot [c_1^*(t) - \overline{c_1(t)}]} \quad (8)$$

Darin sind  $V_1$  das Volumen des Wassers und  $A_S$  die Stoffaustauschfläche. Letztere lässt sich aus dem im stationären Zustand in der Blasensäule befindlichen Gasvolumen  $V_g$  und dem mittleren Durchmesser der Blasen  $d_B$  errechnen:

$$A_S = 6 \cdot V_g / d_B \quad [\text{cm}^2] \quad (9)$$

Das Gasvolumen ist aus dem Volumenstrom des Trägergases, der Strömungsgeschwindigkeit der Gasblasen und der Länge der Blasensäule zugänglich:

$$\dot{V} = 28.15 \cdot ST + -29.4 \quad [\text{ml/min}] \quad (10)$$

ST = Skalenteile N<sub>2</sub>

Strömungsgeschwindigkeit = 31 cm/s

Länge = 36 cm

Die Auswertung der Messreihe beginnt mit dem ersten Messwert, der über der Basislinie liegt; dieser Wert repräsentiert auch  $t_0$ , womit die Totzeit der Apparatur berücksichtigt werden kann. Da aufgrund der asymptotischen Annäherung kein Zeitpunkt  $t^*$  für eine Gleichgewichtseinstellung ( $\hat{=}$  quasistationärer Zustand) zu bestimmen ist, wird der

Stoffübergangskoeffizient  $\beta$  für alle  $t > t_0$  nach obiger Gleichung 8 berechnet und in einem Diagramm gegen  $t$  aufgetragen. Für  $t > t^*$  sollte  $\beta$  innerhalb der Messgenauigkeit einen konstanten Wert annehmen.

3. Führen Sie im Protokoll sämtliche Berechnungen mitsamt einer Einheitenbetrachtung an einem beispielhaften Wert durch, den Sie dem Bereich  $t > t^*$  entnehmen.

4. Diskutieren und vergleichen Sie die Ergebnisse für zwei Messungen bei unterschiedlichen  $\text{CO}_2$ -Konzentrationen.

Script Version 10.5.2012