

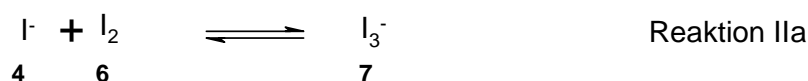
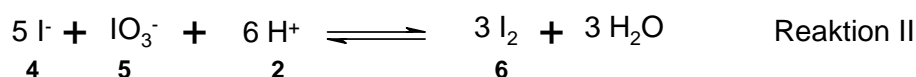
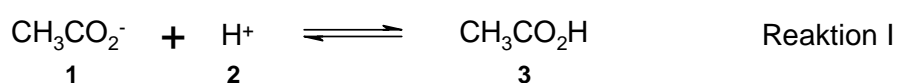
Versuch Mischeffizienz

Zielstellung:

Vergleich der Mischeffizienz verschiedenen Mikromischer.

Grundlagen:

Zum Vergleich des Einflusses von unterschiedlichen Mikromischern auf die Produkte einer chemischen Reaktion wird ein Reaktionssystem verwendet, bei dem zwei Reaktionen um Protonen konkurrieren. Hierzu werden zwei Reaktionslösungen **A** und **B** mit unterschiedlichen Flussraten durch die Mischer gefördert. Die Reaktionslösung **A** enthält KI und KIO₃ sowie CH₃CO₂Na. Als Lösung **B** werden verdünnte Schwefelsäure Lösung unterschiedlicher Konzentration eingesetzt. Beide Lösungen werden im Verhältnis 1:1 durch den Mischer gefördert und mit Hilfe des UV-Vis Spektrometers die Bildung des I₃⁻ Ions bei 354 nm detektiert für die unterschiedlichen Flussraten und H⁺ Konzentrationen bestimmt.



Die nach Reaktion II und IIa gebildete Menge an I₃⁻ ist ein Indikator für das Mischverhalten und kann mit Hilfe des Lambert-Beerschen Gesetzes (Gl 3) quantifiziert werden. Im Falle einer schnellen Vermischung der beiden Reaktionslösungen wird die sehr schnell ablaufende Reaktion I sämtliche Protonen umsetzen und die Reaktion II kann nicht ablaufen. Entstehen jedoch Volumenbereiche mit schlechter Vermischung kann der Lokale pH-Wert ansteigen und Reaktion II und IIa laufen ab und produziert I₃⁻ welches mittels der UV/Vis Messung detektiert werden kann. Voraussetzung für eine mischabhängige Bildung des I₃⁻ ist hierbei, dass die Reaktionen schneller ablaufen als der fluidische Mischprozess.

$$E = \varepsilon_\lambda \cdot [I_3^-] \cdot l \quad [-] \quad \text{Gl. 1}$$

Zur Untersuchung des Einflusses unterschiedlicher Mischergeometrien auf den Reaktionsverlauf wird einerseits die Verweilzeit der Reaktionslösungen im Mischer und andererseits die Kinetik der Reaktion variiert. Da die Mikrovermischung der beiden Reaktionslösungen Voraussetzung für den Ablauf der Reaktionen ist, beeinflusst das Mischverhalten die Reaktion. Die Reaktionsgeschwindigkeit bestimmt wie viel Stoffmenge pro Zeit umgesetzt wird und ist von der Konzentration der Ausgangsmaterialien, der Temperatur sowie weiteren Faktoren wie z.B. dem Salzgehalt abhängig (Gl 1). Ohne das kinetische Gesetz im Detail zu kennen kann die Reaktionsgeschwindigkeit durch Variation der Säurekonzentration $[H^+]$ beeinflusst werden.

$$r \approx [H^+]^a, [IO_3^-]^b, [Ac^-]^c, T, \dots \quad \text{Gl. 2}$$

$$[I_3^-] \approx r([H^+], T, \dots) \cdot \dot{V} \cdot \eta \quad \text{Gl. 3}$$

Die Bildung der I_3^- Ionen im Mikromischer hängt von der Reaktionsgeschwindigkeit r , der Verweilzeit τ (Reaktionszeit) sowie der Mischgüte η ab (Gl 2).

Die Zusammensetzung der Lösung ist durch die Iodid-Konzentration stöchiometrisch limitiert, so dass maximal eine Extinktion von E_{\max} erreicht werden kann. E_{\max} muss hierzu zunächst bestimmt werden. Während der Messung wird der auftretende Druckverlust gemessen. Die dissipierte Energie ε welche durch Reibung innerhalb des Mikromischers in die Flüssigkeit übertragen wird ist ein Maß für die Energie die zur Durchmischung der Flüssigkeiten beiträgt. Die dissipierte Energie ε kann nach Gl. 3 berechnet werden. M stellt die Masse dar in die die Energie dissipiert wird.

$$\varepsilon = \frac{\Delta P \cdot \dot{V}}{M} \quad \left[\frac{W}{kg} = \frac{J}{s \cdot kg} = \frac{m^2}{s^3} \right] \quad \text{Gl. 4}$$

$$\text{Re} = \frac{w \cdot d_h}{\nu} \quad [-] \quad \text{Gl. 5}$$

Verwenden Sie die gemessenen Extinktionen E zur Bestimmung der reaktiven Mischeffizienz η :

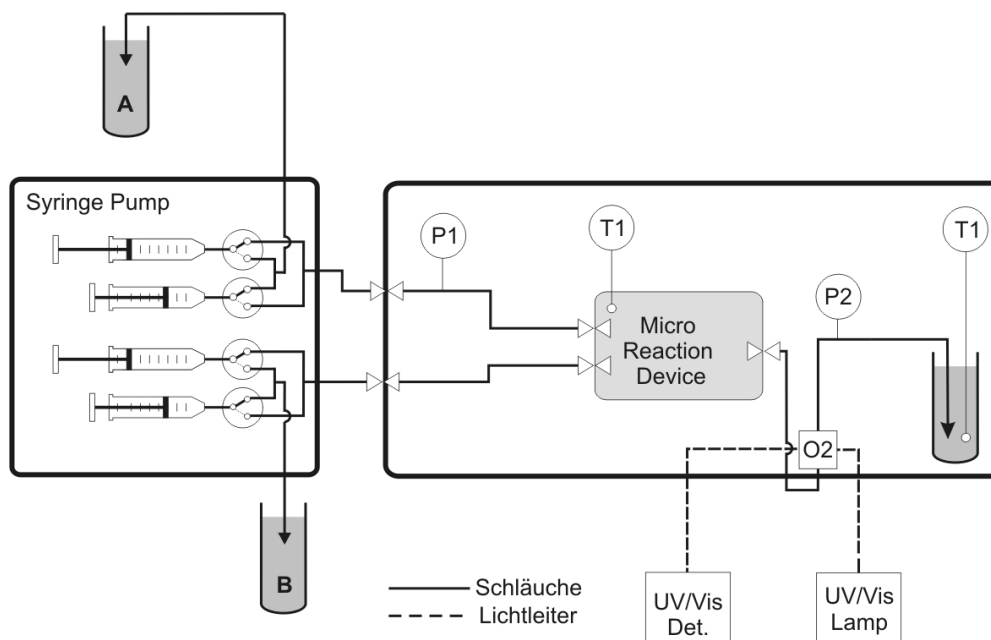
$$\eta = \frac{E_{\max} - E(\dot{V}, H^+)}{E_{\max}} \cdot 100$$

Herstellung der Lösungen:

Lösung	Masse	n [mol]	Lösen in L	Konz. [mol/L]	Salz	Equivalenten
I	82.03 g	1.0	1.0	1.0	Natriumacetat	NaAc
	5.80 g	0.035		0.035	Kaliumiodid	KI
II	82.03 g	1.0	1.0	1.0	Natriumacetat	NaAc
	1.50 g	0.007		0.007	Kaliumiodat	KIO ₃
B				0.20	Schwefelsäure	

Kurz vor der Messung werden Lösung **I** und **II** exakt im Verhältnis 1:1 gemischt und in das Vorratsgefäße für Lösung **A** gefüllt.

Versuchsaufbau:



Aufgabenstellung:

- 1.) Vermessen Sie die Glasreaktoren M 1 - 6 jeweils mit den verdünnten Schwefelsäure Lösungen in einem Flussraten Bereich von 0 - 20 ml/min.
- 2.) Tragen Sie die gemessene Extinktion gegen die Flussraten für die jeweiligen Mischer auf und bestimmen Sie E_{\max} .
- 3.) Berechnen Sie aus dem Druckverlust die dissipierte Energie
- 4.) Ermitteln Sie die relative Mischeffizienz und tragen Sie diese gegen die dissipierte Energie sowie gegen die Re-Zahl auf auf.
- 5.) Vergleichen Sie die Mischer und Diskutieren Sie die Unterschiede

Versuchsdurchführung

Nach Einweisung durch den Versuchsbetreuer ist zur Durchführung des Versuches die Steuerungssoftware konfiguriert werden. Führen Sie Messungen im Flussratenbereich von 0 – 10.000 $\mu\text{L} / \text{min}$ durch.