

Protokoll

# **Aufheizgeschwindigkeit**

Gruppe 29

Guido Petri, Matrikelnummer 364477

Rami Michael Saoudi, Matrikelnummer 356563

Inhaltsverzeichnis

Aufgabenstellung.....2  
1. Theorie.....2  
2. Experimenteller Teil.....4  
3. Auswertung.....6  
4. Ergebnis und Diskussion.....9  
5. Zusammenfassung.....9  
6. Symbolverzeichnis.....9  
7. Anhang.....10  
8. Verwendete Literatur.....11

**Aufgabenstellung**

Im Versuch wird einen 2-Liter-Laborreaktor untersucht. Die Wärmekapazität  $W_R$  und der Wärmedurchgangskoeffizient  $k_W A_W$  des Reaktors wird mithilfe von einen einfachen Siedevorgang von Methanol bestimmt. Die Wärmekapazität des Reaktors und von Methanol werden verglichen.

**1. Theorie**

Wärmemengen können durch Energiebilanzgleichungen beschrieben werden:

$$S_{Energie} = \Phi_{Energie} + R_{Energie} \quad (1)$$

Energieströme sind dann diese Formel durch die Zeit abgeleitet:

$$\frac{dS_{Energie}}{dt} = \frac{d\Phi_{Energie}}{dt} + \frac{dR_{Energie}}{dt} \quad (2)$$

In unserem Fall wird die innere Energie  $U$  für der Speicherterm  $S_{Energie}$  eingesetzt:

$$S_{Energie} = U = m_R \cdot c_R \cdot T + m_I \cdot c_I \cdot T \quad (3)$$

Für den benutzten Rührkessel besteht der Transportstrom aus zwei Teile: einmal der konduktiver Energiestrom, was die Energie entspricht, die von außen in das Reaktor gelangt, ohne Massezusatz; und einmal der konvektive Energiestrom, was die Energie entspricht, die von einer zum Reaktor zugegebene Masse addiert wird. Diese Energieströme werden wie folgend beschrieben:

$$\Phi_{Kond} = Q_{Kond} = k_W A_W (\bar{T}_W - T) \quad (4)$$

$$\Phi_{Kony} = Q_{Kony} = m_{ein} \cdot c_I \cdot T_{ein} - m_{aus} \cdot c_I \cdot T_{aus} \quad (5)$$

Der Wandlungsstrom ist Energie, die durch Reaktionen oder Phasenumwandlungen entsteht. In unserem Fall die benötigte Energie, um die in dem Rührkessel enthaltene Flüssigkeit zu verdampfen

und die Energie, die von dem Dampf abgenommen wird, um diesen zu verflüssigen. Dieser Vorgang wird durch einen Rückflusskühler geleistet. Die Formel dafür lautet:

$$R_{Energie} = \Delta H_V (n_{Kondensation} - n_{Verdampfung}) \quad (6)$$

Unsere Gesamtenergiebilanz lautet dann:

$$\frac{d(m_R \cdot c_R \cdot T + m_I \cdot c_I \cdot T)}{dt} = \frac{d(m_{ein} \cdot c_I \cdot T_{ein} - m_{aus} \cdot c_I \cdot T_{aus} + k_W A_W (\bar{T}_W - T))}{dt} + \frac{d(\Delta H_V (n_{Kondensation} - n_{Verdampfung}))}{dt} \quad (7)$$

Eine Vereinfachung wird an diesen Punkt verwendet. Man nimmt an, dass die Wärmekapazität der Flüssigkeit und des Reaktors von der Zeit und Temperatur unabhängig ist. Es gilt auch die Voraussetzung, dass im Reaktor ideal durchgemischt wird; Dadurch ist die Austrittstemperatur gleich die Temperatur T. Durch geeignetes ausklammern bekommt man:

$$(m_R \cdot c_R + m_I \cdot c_I) \frac{dT}{dt} = c_I \frac{d(m_{ein} \cdot T_{ein} - m_{aus} \cdot T_{aus})}{dt} + k_W A_W (\bar{T}_W - T) + \Delta H_V \frac{d(n_{Kondensation} - n_{Verdampfung})}{dt} \quad (8)$$

Diese Energiebilanz ist also eine Differentialgleichung 1. Ordnung. Für das eindeutiges Lösen dieser Gleichung braucht man also eine Anfangsbedingung, wie zum Beispiel:

$$T(t=0) = T_0 \quad (9)$$

In unserem Experiment gehen wir von einigen Literaturwerte aus; der Wärmekapazität, Siedetemperatur, Dichte, Molmasse und Verdampfungsenthalpie von Methanol. Durch Einsetzen dieser Werte erfährt man, dass die obige Bilanzgleichung zwei unbekannte Terme behält, nämlich  $k_W A_W$  und der Massenstrom, der durch das Sieden verursacht wird. Da man  $k_W A_W$  nicht direkt messen kann, misst man den Massenstrom dadurch, dass man die Zeit für einen Volumenstrom von 50 mL misst. Dieses Vorgehen muss in einem quasistationären Zustand gemessen werden, da sonst andere Effekte wie zum Beispiel die Tatsache, dass am Anfang des Siedens keinen Gleichgewicht zwischen die Verdampfungsenthalpie  $\Delta H_V$ , die an der Umgebung abgegeben wird, und zwischen den Wassermantel an unseren Laborreaktor herrscht. Man soll also nach Siedeanfang warten, bis sich dieses Gleichgewicht einstellen kann, und dann die Zeit messen. Zum Zeitpunkt dieses Gleichgewichtes gilt folgendes:

$$0 = \frac{dT}{dt} \quad (10)$$

Durch geeignetes Einsetzen und Betrachten:

$$0 = k_W A_W (\bar{T}_W - T) + \Delta H_V \frac{d(n_{Kondensation})}{dt} \quad (11)$$

Diese Gleichung gilt nur im Gleichgewichtszustand. Mit dem Volumenstrom und die Dichte und Molmasse kann man der Molenstrom berechnen:

$$\frac{d(n_{\text{Kondensation}})}{dt} = \frac{dV}{dt} \cdot \frac{\rho}{M} \quad (12)$$

Man kann dann direkt der Produkt  $k_W A_W$  bestimmen, und daraus die Wärmekapazität  $m_R c_R$  des Reaktors:

$$(m_R \cdot c_R + m_l \cdot c_l) \frac{dT}{dt} = c_l \frac{d(m_{\text{ein}} \cdot T_{\text{ein}} - m_{\text{aus}} \cdot T_{\text{aus}})}{dt} + k_W A_W (\bar{T}_W - T) + \Delta H_V \frac{d(n_{\text{Kondensation}} - n_{\text{Verdampfung}})}{dt} \quad (13)$$

$$(m_R \cdot c_R + m_l \cdot c_l) \frac{dT}{dt} = k_W A_W (\bar{T}_W - T) \quad (14)$$

$$\ln\left(\frac{T_W - T_0}{T_W - T}\right) = \frac{k_W A_W}{(m_R \cdot c_R + m_l \cdot c_l)} \cdot t \quad (15)$$

Da das mit den Werten der Aufheizphase berechnet werden vereinfacht sich die Gleichung: es gibt kein siedendes Methanol.

## 2. Experimenteller Teil

### a. Reaktion

Der einzige Vorgang in diesem Versuch ist das Sieden von Methanol, was mit einem Rückflusskühler wieder verflüssigt wird.

### b. Aufbau

Der Versuch besteht aus einem Laborreaktor, in dem einen Rührer steht. Um den Laborreaktor ist einen Wassermantel, welches zu einem einfachen Thermostat angeschlossen ist; man kann also die Temperatur des Wassermantels umstellen. Die Messungsaufnahmen werden durch einen Computer geführt, der zu zwei Thermoelementen verbunden ist. Einem Thermoelement ist in das Wassermantel und misst die Temperatur dieses; das andere Thermoelement misst die Temperatur in das Reaktor selbst. Der Reaktor ist oben geschlossen und hat einen Auslassventil, wofür einen Rückflusskühler gekoppelt ist. Dieses macht es, dass alle Methanoldämpfe wieder flüssig werden. Am Rückflusskühler ist ein Dreiwegehahn gekoppelt, welches man umstellen kann, sodass das wieder verflüssigte Methanol rausdestilliert werden kann. Am Ende eines Kühlers steht ein 50 mL Messzylinder. Zur Hand hat man eine Stoppuhr.

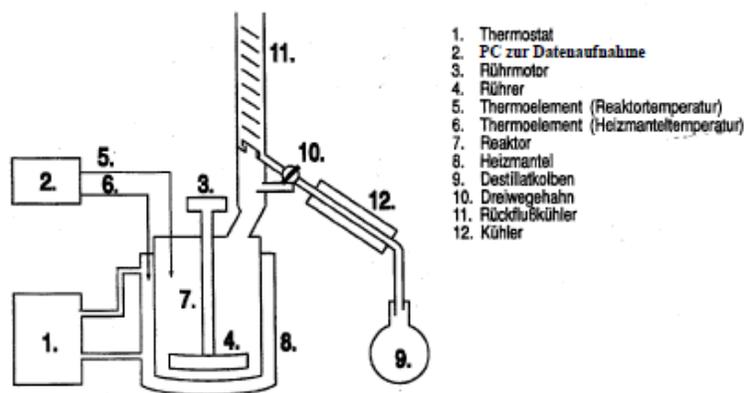


Abb. 1: Schematischer Versuchsaufbau

Abbildung aus Quelle 2

### c. Durchführung

Das Thermostat wird auf 85 °C gestellt. Möglichst genau 1 kg Methanol wird gewogen. Dieses 1 kg wird in den Reaktor reingegossen. Der Computer wird angeschaltet. Nachdem das Thermostat sich eingestellt hat werden die Wasserkühlung für das Rückflusskühler und der Rührer angeschaltet, die Messung begonnen und die Hähne zwischen dem Thermostat und das Wassermantel geöffnet. Die Messwerte werden vom Computer aufgenommen. Nach einiger Zeit fängt das Methanol an zu sieden. Die Temperatur an diesem Zeitpunkt soll 65 °C betragen. Nach ungefähr 5 Minuten hat sich ein Gleichgewicht eingestellt, wobei genau so viel Energie aus dem Wassermantel in das Reaktor reinkommt, als Energie aus dem verdampften Methanol in die Umgebung verloren geht. An diesem Zeitpunkt dreht man der Dreivehahn, sodass das verflüssigte Methanol nicht wieder in dem Reaktor gelangt, sondern durch einen Kühler in einen Messzylinder. Man misst hier die Zeit, die gebraucht wird, um 50 mL Methanol durch das Kühler strömen zu lassen. Ab dem Zeitpunkt, wo das erste Tropfen in den Messzylinder fällt, soll die Zeit gestoppt werden, bis die Flüssigkeit die 50 mL Marke überschreitet. Nach Ende der Messungen wird der Methanol wieder abgekühlt mithilfe des Thermostats und verantwortungsbewusst entweder weggeworfen oder zurück ins Behälter gegossen, falls sauber gearbeitet wurde. Der Thermostat, Computer und Rührer werden ausgeschaltet und die Wasserkühlung geschlossen.

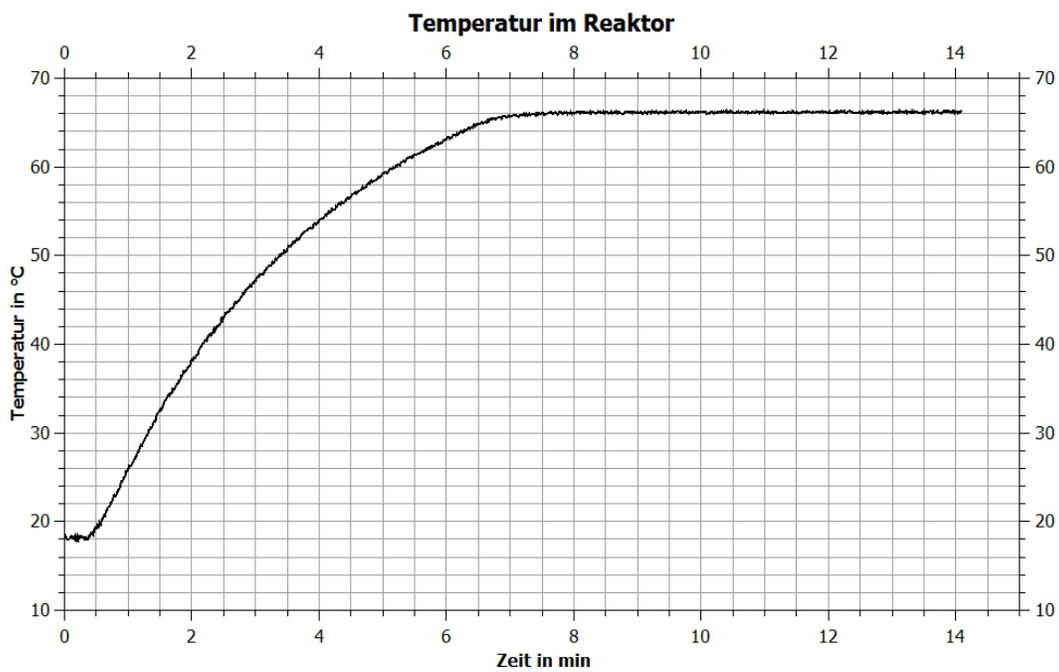
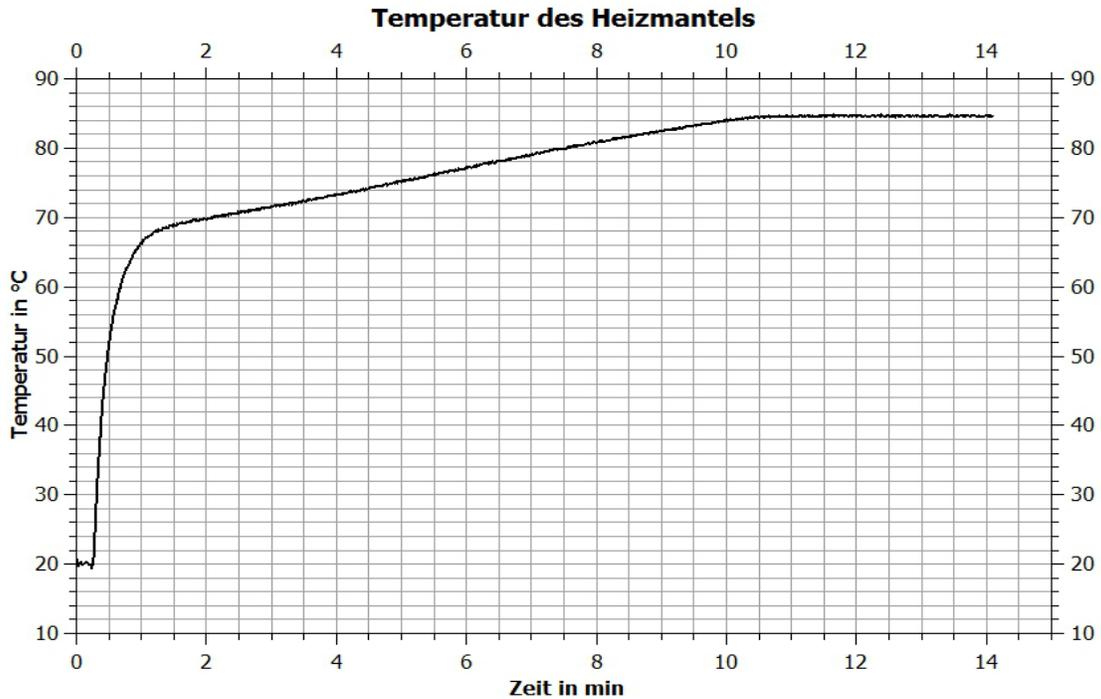
### d. Beobachtungen/Messprotokolle

Während des Versuches wurde beobachtet, dass der Heizmantel sich viel schneller als ihr Inhalt erhitzt hat. Das Methanol hat sich bis zum Siedepunkt erhitzt und blieb bei der Temperatur konstant. Beim weiteren Erhitzen des Heizmantels bis 85 °C hat sich das Methanol immer kräftiger verdampft. Die Zeit, wofür unser Aufbau gebraucht hat, um 50 mL Methanol durchströmen zu lassen, betrug 151,9 s. Die genauen tabellarisch aufgegliederten Messwerte, die vom Computer aufgenommen wurden, befinden sich unter folgendem Link.

<http://www.guidopetri.com/labreports/tc/aufheiz%20Gruppe%2029.txt>

3. Auswertung

Von den Messwerten für die Temperatur des Heizmantels und des Reaktorinhaltes wurde jeweils einen Graphen erstellt:



Die Zeitmessung wird in Gleichung 12 eingesetzt und man bekommt der Molenstrom:

$$\frac{d(n_{Kondensation})}{dt} = \frac{dV}{dt} \cdot \frac{\rho}{M} \quad (12)$$

$$\frac{d(n_{Kondensation})}{dt} = \frac{-50 \text{ mL}}{141,9 \text{ s}} \cdot \frac{0,79 \frac{\text{g}}{\text{mL}}}{32,04 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = -8,116 \cdot 10^{-3} \frac{\text{mol}}{\text{s}}$$

Durch Einsetzen dieses Wertes in Gleichung 11:

$$0 = k_w A_w (\bar{T}_w - T) + \Delta H_v \frac{d(n_{Kondensation})}{dt} \quad (11)$$

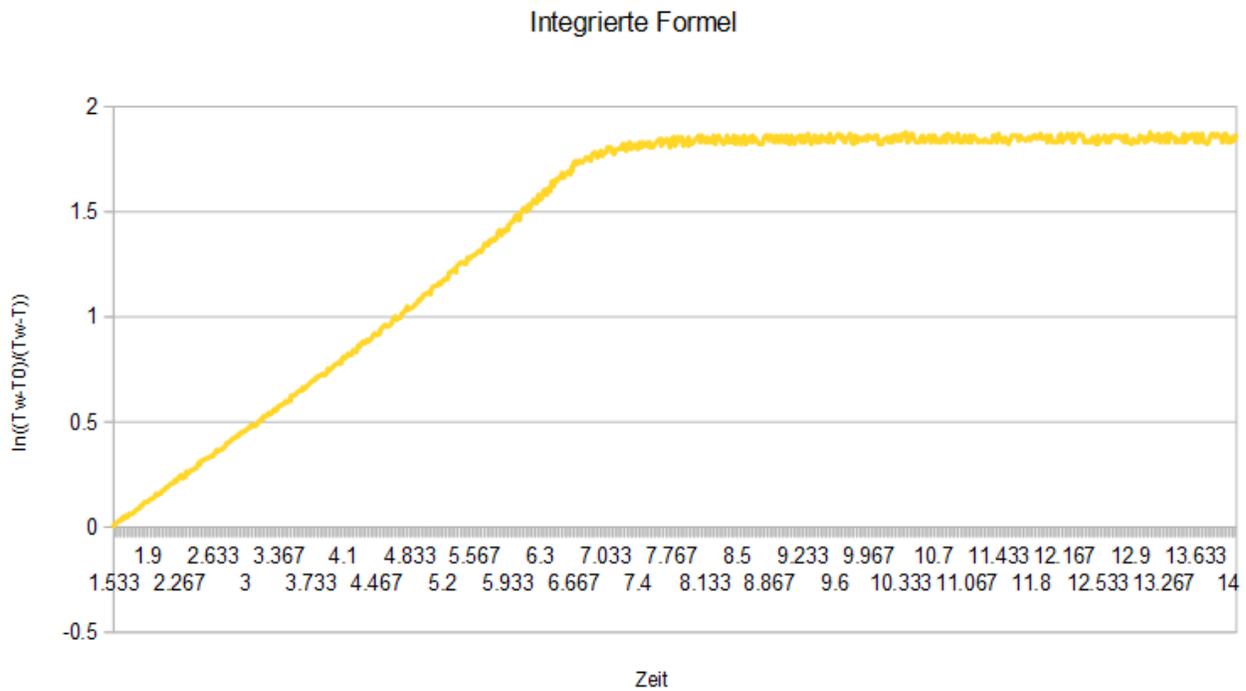
$$0 = k_w A_w (357,769 \text{ K} - 339,312 \text{ K}) - 37,58 \cdot 10^3 \frac{\text{J}}{\text{mol}} \cdot 8,116 \cdot 10^{-3} \frac{\text{mol}}{\text{s}}$$

$$k_w A_w = 1,6525 \cdot 10^1 \frac{\text{J}}{\text{K} \cdot \text{s}} = 16,525 \frac{\text{J}}{\text{K} \cdot \text{s}}$$

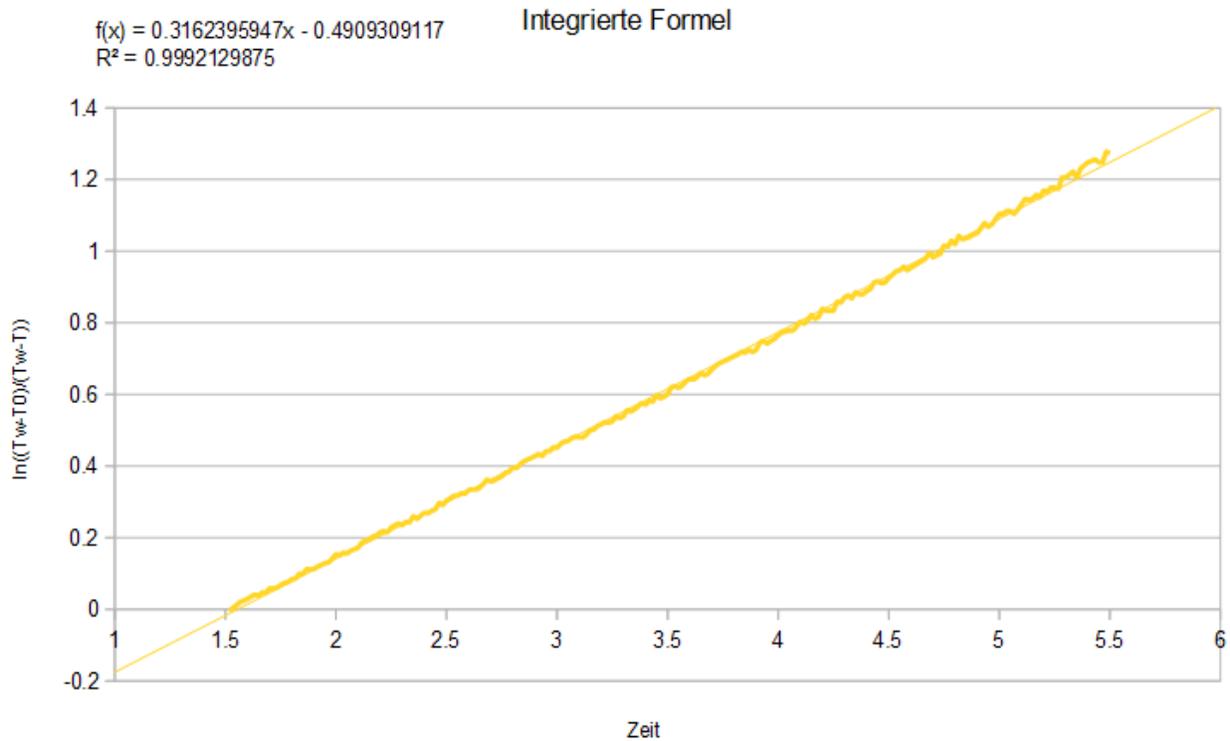
Man bekommt also den Produkt  $k_w A_w$ . Mit Gleichung 15 kann man  $m_R c_R = W_R$  bestimmen:

$$\ln\left(\frac{T_w - T_0}{T_w - T}\right) = \frac{k_w A_w}{(m_R \cdot c_R + m_l \cdot c_l)} \cdot t \quad (15)$$

Diese Formel ist in lineare Form und kann somit graphisch aufgetragen werden. Dafür wurde  $T_w = 345,611 \text{ K}$  benutzt, was der einfache Durchschnitt zwischen  $t = 1,5 \text{ min}$  und  $t = 5,5 \text{ min}$  betrug.



Näher an der Gerade:



Daraus ergibt sich eine Steigung von x:

$$0,3162395947 \frac{1}{\text{min}} = \frac{k_w A_w}{(m_R \cdot c_R + m_l \cdot c_l)}$$
$$3,162395947 \cdot 10^{-1} \frac{1}{\text{min}} = \frac{1,6525 \cdot 10^1 \frac{\text{J}}{\text{K} \cdot \text{s}} \cdot 60 \frac{\text{s}}{\text{min}}}{(m_R \cdot c_R + 1,008 \text{ kg} \cdot 2,42 \cdot 10^3 \frac{\text{J}}{\text{kg} \cdot \text{K}})}$$
$$m_R \cdot c_R = 695,92 \frac{\text{J}}{\text{K}}$$

Daraus ergibt sich also eine Wärmekapazität von 0,69592 kJ K<sup>-1</sup>.

#### 4. Ergebnis und Diskussion

Das Versuch hat viel Bedeutung, besonders im Industriebereich, denn es ermöglicht einem, die Wärmekapazität eines jenes Reaktors zu berechnen. Das erlaubt einem, die genaue Temperatur in einem Reaktor sehr genau zu kontrollieren. Unser Ergebnis für die Wärmekapazität scheint uns jedoch etwas klein zu sein, besonders wenn man das im Vergleich zur Wärmekapazität von Methanol setzt. Das kann jedoch sein, wenn der Reaktor weniger als 1 kg wiegt, da die Wärmekapazität von Silicatglas ungefähr bei 0,8 kJ/K\*kg ist. Mögliche Fehlerquellen für das Versuch sind zum Beispiel die fehlende Isolierung an der oberen Seite des Reaktors, eine ungenaue Übertragung des Methanolvolumens in das Reaktorgefäß oder eine ungenaue Zeitmessung für das Verdampfen von 50 mL Methanol. Dazu zählen auch Annäherungen wie zum Beispiel die Annahme, dass der Reaktor nur die Verdampfungsenthalpie von Methanol an der Umgebung verliert. Diese ist im realen Fall nicht so, da es durchaus möglich ist, dass der wieder verflüssigte Methanol mehr Wärme an der Umgebung abgibt. Unsere Messungen sind stark von diesen Annäherungen beeinflusst, aber eine reale und exakte Betrachtung wäre sehr schwierig durchzuführen.

#### 5. Zusammenfassung

Der Produkt k<sub>w</sub>A<sub>w</sub> beträgt 16,525 J K<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup>. Die Wärmekapazität des Reaktors betrug 0,69592 kJ K<sup>-1</sup>. Diese ist also rund so groß wie die von Methanol.

#### 6. Symbolverzeichnis

##### Symbole

Energie	J	Energie
S	J	Speicherterm
Φ	J	Transportstrom
R	J	Wandlungsstrom
t	s	Zeit

m	kg	Masse
c	$\text{J kg}^{-1}\text{K}^{-1}$	spezifische Wärmekapazität
T	K	Temperatur
Q	J	Wärmemenge
$k_w$	$\text{Jm}^{-2}\text{s}^{-1}\text{K}^{-1}$	Wärmedurchgangskoeffizient
$A_w$	$\text{m}^2$	Wärmeaustauschfläche
$T_w$	K	Temperatur des Wassermantels
n	mol	Molanzahl
$\Delta H_v$	$\text{kJ mol}^{-1}$	Verdampfungsenthalpie
$\rho$	$\text{g mL}^{-1}$	Dichte
M	$\text{g mol}^{-1}$	Molare Masse
V	mL	Volumen

**Indizes**

R	Reaktor
aus	Austretend
ein	Eintretend
kond	konduktiv
konv	konvektiv
Energie	Energie
W	Wand
I	Reaktorinhalt
Kondensation	Kondensation
Verdampfung	Verdampfung

**7. Anhang**

**Messdaten im Anhang.** Link: <http://www.guidopetri.com/labreports/tc/aufheiz%20Gruppe%2029.txt>

**Benutzte Chemikalien:**

Methanol

H225, H331, H311, H301, H370

P210, P233, P280, P302+352, P304+340, P308+310, P403+235

## **8. Verwendete Literatur**

1. <[http://gestis.itrust.de/nxt/gateway.dll?f=templates\\$fn=default.htm\\$vid=gestisdeu:sdbdeu\\$3.0](http://gestis.itrust.de/nxt/gateway.dll?f=templates$fn=default.htm$vid=gestisdeu:sdbdeu$3.0)>, am 9. Januar 2016 um 1:00 besucht.
2. Skript für den Versuch Aufheizgeschwindigkeit, I. Hauschild / A. Visnjevski / M. Patzlaff / F. Beuster. Version von 2012.