

Versuchsauswertung Trenntechnik
ADSORPTION

Mario Di Franca (*2033543*)
Florian Enzenberger (*2033971*)
Sebastian Werner (*2033878*)

Versuchsbetreuer: Dipl.-Ing. Oliver Spuhl

Durchgeführt am 18.11.2004

Inhaltsverzeichnis

| | | |
|----------|--|-----------|
| 1 | Versuchsbeschreibung | 1 |
| 1.1 | Der Adsorptionsvorgang | 1 |
| 1.2 | Adsorption als Trennverfahren | 1 |
| 1.3 | Versuchsaufbau Adsorption | 1 |
| 1.4 | Versuchsaufbau Desorption | 1 |
| 1.5 | Versuchsablauf | 1 |
| 2 | Messreihen | 2 |
| 2.1 | Versuchsbedingungen | 2 |
| 2.2 | Bestimmung der Massendifferenzen | 2 |
| 2.3 | Desorption | 3 |
| 2.4 | Kalibrierung von C1 und C2 | 3 |
| 2.5 | Messwerte der Adsorption | 4 |
| 3 | Ergebnisse | 4 |
| 3.1 | Durchbruchskurven | 4 |
| 3.2 | Beladung | 6 |
| 3.3 | Halbwerts-, Endbelade- und Durchbruchzeit | 9 |
| 3.4 | Länge der Massentransferzone | 10 |
| 3.5 | Temperaturverlauf | 10 |
| 3.6 | Restbeladekapazität nach Regeneration | 11 |
| 4 | Diskussion der Ergebnisse und Fehlerbetrachtung | 11 |
| 4.1 | Vergleich der Beladungskurven | 11 |
| 4.2 | Fehlerquellen | 13 |

1 Versuchsbeschreibung

1.1 Der Adsorptionsvorgang

Bei der Adsorption handelt es sich um eine Bindung von Fluidmolekülen (Adsorptiv) aus der Gas- oder Flüssigphase an die Oberfläche eines Festkörpers (Adsorbens).

Der Grenzfilm der Moleküle (Adsorpt) bildet mit dem Adsorbens eine Einheit (Adsorbat). Je nachdem wie stark die Bindungen sind, unterscheidet man zwischen Physisorption und Chemisorption. Bei der ersten Art überwiegen elektrostatische und Van-der-Waals Kräfte, bei der zweiten werden ionische oder kovalente Bindungen ausgebildet.

Dabei wird Wärme bzw. die sog. Adsorptionsenthalpie frei, die beim Desorptionsvorgang wieder zugeführt werden muss um das Adsorpt vom Adsorbens wieder abzutrennen.

Im Gleichgewicht verlassen genau so viele Moleküle (Desorption) die aktiven Zentren des Festkörpers, wie gleichzeitig wieder gebunden werden (Adsorption). Somit handelt es sich hier um ein dynamisches Gleichgewicht.

1.2 Adsorption als Trennverfahren

In der Trenntechnik benutzt man dieses Verfahren, um Flüssigkeiten oder Gasgemische voneinander zu trennen. Besondere Bedeutung hat es bei Reinigung von Abgasen, Chemikalien, Abwässern, sowie in der Arzneimittel- und Lebensmittelherstellung.

In unserem Versuch geht es darum, zunächst ein Gemisch aus Luft und 2-Propanol zu erzeugen, um dann beide Bestandteile wieder voneinander zu trennen. Dabei wird der Gasstrom über Aktivkohle (Adsorbens) geleitet und 2-Propanol durch Adsorption von der Luft abgetrennt. Zur Regeneration des Adsorptivs, wendet man ein Temperatur- und Druckwechselverfahren an.

1.3 Versuchsaufbau Adsorption

Anfangs wird Luft aus dem Versorgungsnetz durch eine Reinigungssäule geleitet. Diese enthält kleine Kugeln, die die Aufgabe haben, den Luftstrom zu reinigen. Danach wird dieser geteilt und passiert zwei Volumenstrommessgeräte.

Anschließend passiert der eine Teil zwei Waschflaschen mit 2-Propanol und danach mehrere Packungskolonnen, die die Aufgabe haben eventuell noch vorhandene Flüssigkeitströpfchen vollständig in Gas zu überführen. Nach Wiedervereinigung dieser zwei Ströme, gelangen sie in den Adsorber, der bis zu einer gewissen Höhe mit Aktivkohle-Pellets gefüllt ist. Das Restgas wird in den Abzug geleitet.

Der Adsorber ist an drei Stellen mit Temperaturmessfühlern versehen und der Volumenstrom vorher und nachher wird durch Volumenstrommesser angegeben. Die drei Temperaturfüler sind gleichmässig über die Höhe verteilt und mit einem Computer zum Zweck der Messdatenspeicherung verbunden.

1.4 Versuchsaufbau Desorption

Die Desorption wird in einem regelbaren Heizgerät durchgeführt, indem gleichzeitig eine Vakuumpumpe an den Adsorber angeschlossen wird. Dadurch werden die nötigen Bedingungen erzeugt, um das Adsorbens zu regenerieren.

1.5 Versuchsablauf

Vor Versuchsbeginn werden die Waschflaschen in vollem und leerem Zustand, deren Stopfen und der Adsorber (leer und beladen) gewogen.

Der Versuch wird gestartet, indem ein bestimmtes Verhältnis der Volumenströme über Ventile an den Volumenstrommessgeräten eingestellt, der Volumenstrom vor und nach dem Adsorber ungefähr gleich gewählt und die Software des Rechners gestartet wird. Hier kann man den zeitlichen Verlauf der Temperatur an den drei Messstellen beobachten. Der Versuch wird abgebrochen, wenn sich die Ausgangskonzentration nicht mehr ändert.

Die Desorption erfolgt in oben beschriebenem Gerät und dauert eine halbe Stunde.

2 Messreihen

2.1 Versuchsbedingungen

Nach Vorgabe durch den Assistenten wurden 3 Messungen mit unterschiedlichen Gasbeladungen an Isopropanol durchgeführt:

| Konzentration 2-Propanol: | 65% | 55% | 45% |
|----------------------------------|-------------|------------|------------|
| Volumenstrom 2-Propanol: | 130 l/h | 130 l/h | 130 l/h |
| Volumenstrom Luft: | 70 l/h | 106,5 l/h | 158,9 l/h |
| Messvolumenstrom: | 3 l/h | 3 l/h | 3 l/h |
| Länge Adsorber: | 15 cm | 14,7 cm | 15,2 cm |
| Leergewicht Adsorber: | 114,16 g | 113,20 g | 113,04 g |
| Einwaage Aktivkohle: | 45,91 g | 44,57 g | 46,25 g |
| Leergewicht Flasche 1: | 353,24 g | | |
| Einwaage Isopropanol 1: | 34,5 g | 48,33 g | 45,63 g |
| Leergewicht Flasche 2: | 429,15 g | | |
| Einwaage Isopropanol 2: | 88,3 g | 133,54 g | 112,14 g |
| Wasserbadtemperatur: | 20,1 °C | | |
| Versuchsdauer: | 8520 s | 7200 s | 9625 s |
| Versuchstemperatur: | 20,0 °C | | |
| Umgebungsdruck: | 1013 mbar | | |
| Partialdruck 2-Propanol: | 41,65 mbar | | |
| Molmasse 2-Propanol: | 60,09 g/mol | | |
| Molmasse Benzol: | 78,11 g/mol | | |

Tabelle 1: Eingestellte Werte und allgemeine Versuchsdaten bei verschiedenen 2-Propanol Konzentrationen

2.2 Bestimmung der Massendifferenzen

Durch Wiegen nach den Versuchen wurden jeweils die Massendifferenzen von Adsorber und den Waschflaschen ermittelt.

| | | | |
|----------------------------------|------------|------------|------------|
| Konzentration 2-Propanol: | 65% | 55% | 45% |
| Gewicht Aktivkohle: | 60,7 g | 58,94 g | 60,94 g |
| Zunahme durch Adsorption: | 14,79 g | 14,37 g | 14,69 g |
| Restmenge Isopropanol 1: | 28,07 g | 45,63 g | 41,47 g |
| Abnahme durch Abdampfen: | 6,48 g | 2,7 g | 4,16 g |
| Restmenge Isopropanol 2: | 55,74 g | 102,7 g | 70,79 g |
| Abnahme durch Abdampfen: | 32,56 g | 30,84 g | 41,35 g |
| Gesamtmenge verdampft: | 39,01 | 33,54 g | 45,51 g |

Tabelle 2: Massendifferenzen nach der Adsorption

2.3 Desorption

Die Desorption der jeweiligen Adsorber wurde unter verschiedenen Temperaturen durchgeführt. Auch hier wurde jeweils gewogen.

| | | | |
|----------------------------------|------------|------------|------------|
| Konzentration 2-Propanol: | 65% | 55% | 45% |
| Desorptionstemperatur: | 140 °C | 130 °C | 120 °C |
| Desorptionsdauer: | 30 min | | |
| Gewicht Aktivkohle: | 54,97 g | 53,73 g | 57,00 g |
| Abnahme ggü. Adsorption: | 5,73 g | 5,2 g | 3,94 g |
| Restmasse Isopropanol: | 9,06 g | 9,16 g | 10,75 g |

Tabelle 3: Massendifferenzen nach der Desorption

2.4 Kalibrierung von C1 und C2

Zur Bestimmung einer Umrechnungsgleichung von Skalenteilen in die Gasbeladung muss eine Kalibrierung vorgenommen werden. Hierbei wird die Gasbeladung gegen die Skalenteile grafisch aufgetragen und mit einem Polynom 2. Grades gefittet. Die Gasbeladung ergibt sich aus:

$$y_{Gas} = \frac{\Delta m_{Waschflasche}}{t_{Versuch} \cdot (\dot{V}_{Iso} + \dot{V}_{Luft})} \quad (1)$$

Die für die Berechnung notwendigen Werte $\Delta m_{Waschflasche}$, $t_{Versuch}$ und die Volumenströme \dot{V}_{Iso} und \dot{V}_{Luft} wurden aus Tabelle 2 bzw. 1 auf der vorherigen Seite entnommen. Da man die Gasbeladung vor und nach dem Absorber als konstant annehmen kann, werden diese in der Abb. 1 verwendet. Zudem wurde vorausgesetzt, dass die jeweilige Funktion durch den Nullpunkt geht, da ja bei keiner Gasbeladung auch kein Ausschlag festzustellen sein sollte.

| Konzentration 2-Propanol | C1 (Skalenteile) | C2 (Skalenteile) | y_{Gas} |
|---------------------------------|-------------------------|-------------------------|-----------------------------|
| 65 % | 8,15 | 9,41 | 0,082 g/l |
| 55 % | 7,60 | 8,61 | 0,071 g/l |
| 45 % | 7,01 | 7,72 | 0,059 g/l |
| 0 % | 0 | 0 | 0 g/l |

Tabelle 4: Werte für die Kalibrierungskurve

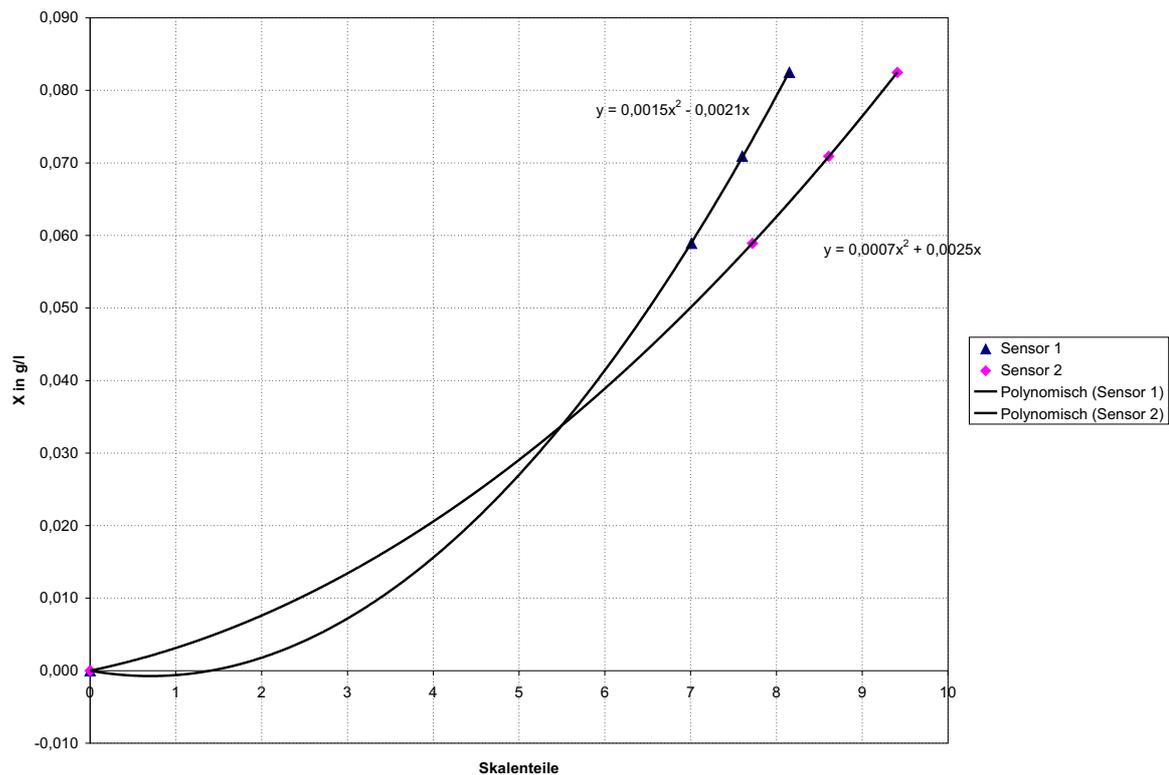


Abbildung 1: Kalibrierungskurve

Dadurch ergeben sich die Fitting-Funktionen von:

$$\text{Sensor 1: } y_{Gas} = 0,0015 C1_{SKT}^2 - 0,0021 C1_{SKT} \quad (2)$$

$$\text{Sensor 2: } y_{Gas} = 0,0007 C2_{SKT}^2 + 0,0025 C2_{SKT} \quad (3)$$

Diese wurden zur Berechnung der *kalibrierten* Konzentrationswerte $C1$ und $C2$ verwendet.

2.5 Messwerte der Adsorption

Die Messwerte der Adsorption befinden sich in der Excel-Datei *versuchsdaten.xls*.

3 Ergebnisse

3.1 Durchbruchkurven

Aus den Messwerten ergeben sich nach der Kalibrierung der Gassensoren folgende Durchbruchkurven:

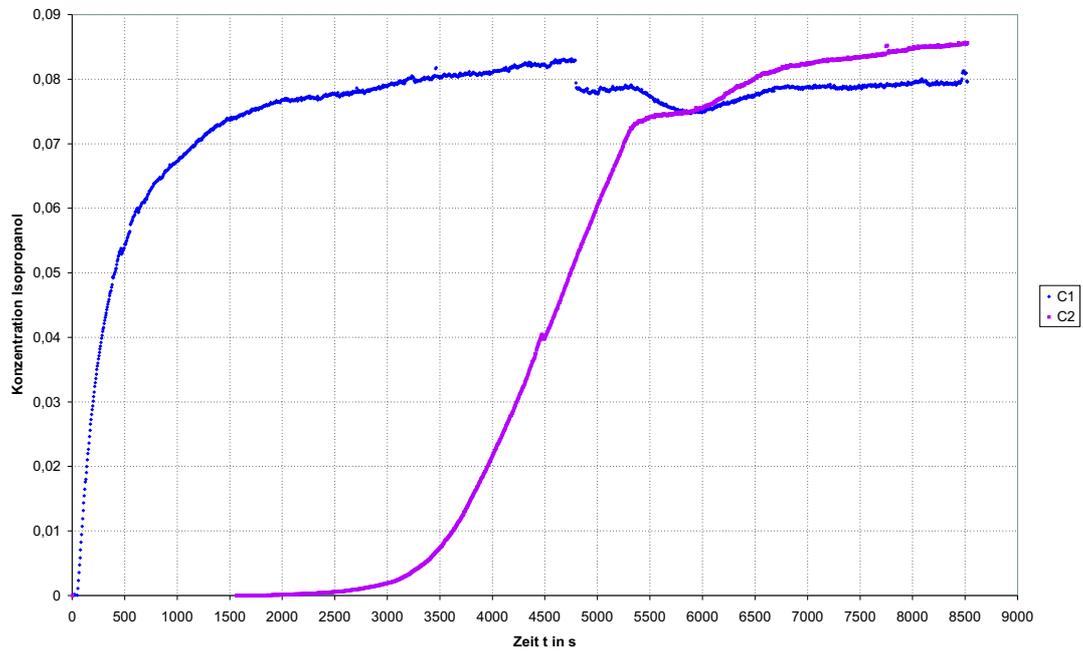


Abbildung 2: Durchbruchskurve Versuch 1

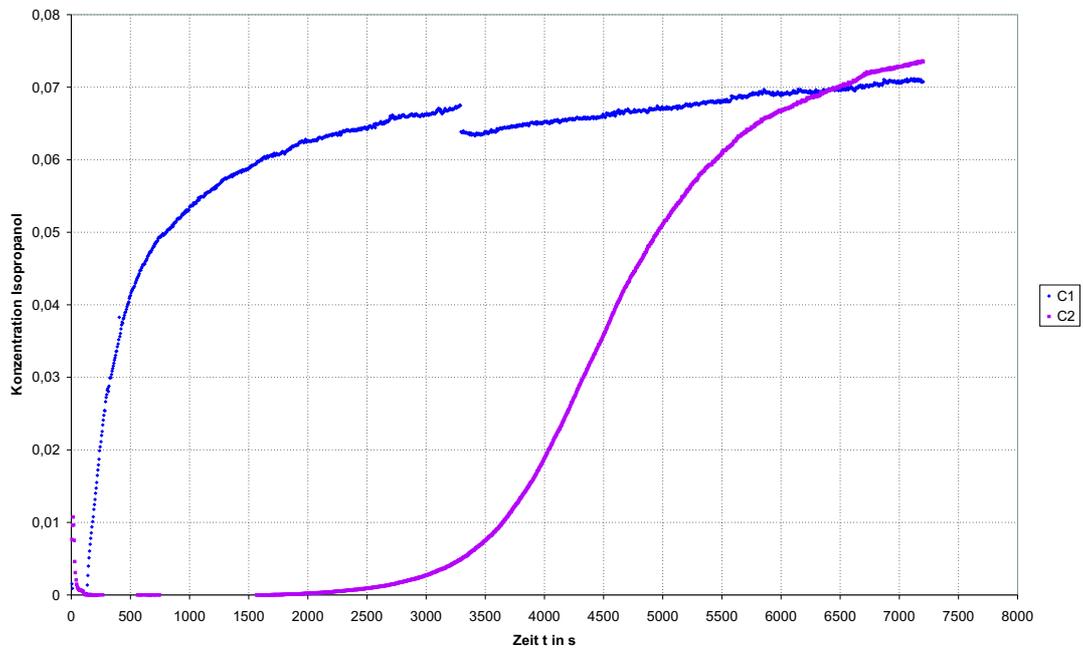


Abbildung 3: Durchbruchskurve Versuch 2

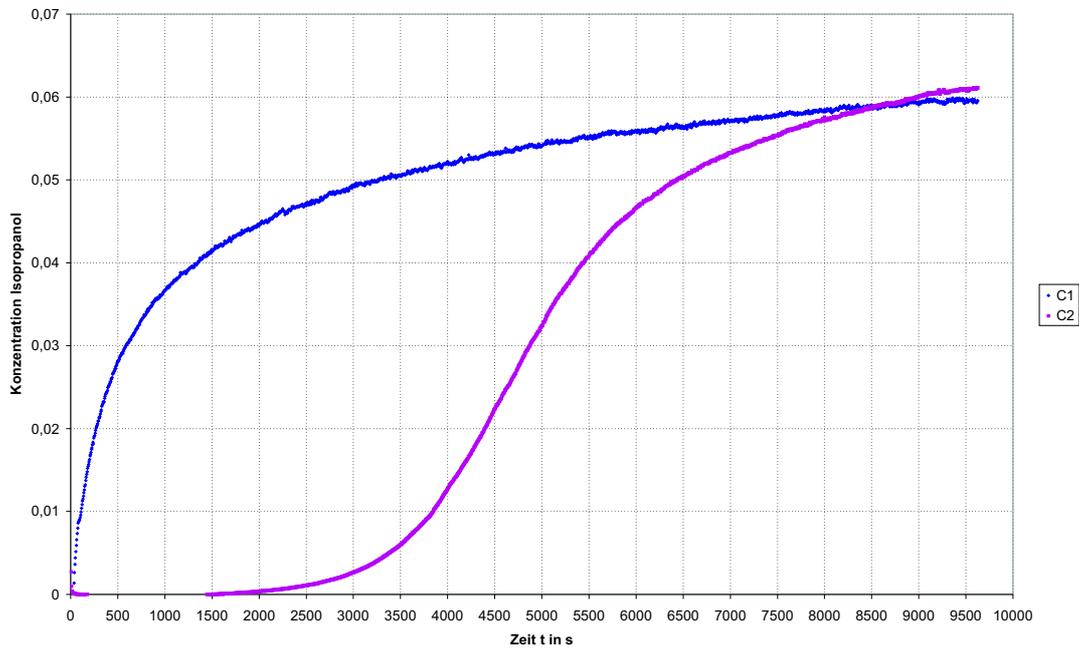


Abbildung 4: Durchbruchskurve Versuch 3

3.2 Beladung

3.2.1 Abwiegen des Adsorbers

Zur Berechnung der Beladung des Adsorbers benötigt man die Masse vor und nach der Adsorption, um die adsorbierte Menge Isopropanol berechnen zu können. Die Beladung ergibt sich dann als Quotient von Massendifferenz und Masse des Adsorbens und lässt sich somit nach folgender Formel berechnen:

$$X_{\text{Adsorber}} = \frac{\Delta m_{\text{Adsorber}}}{m_{\text{Adsorbens}}} \quad (4)$$

Somit ergibt sich:

| Konzentration 2-Propanol: | | 65% | 55% | 45% |
|------------------------------|-----------------------------|-------|-------|-------|
| $\Delta m_{\text{Adsorber}}$ | g | 14,79 | 14,47 | 14,69 |
| $m_{\text{Adsorbens}}$ | g | 45,91 | 44,57 | 46,25 |
| $X_{\text{Adsorbens}}$ | $g/g_{\text{Adsorbens}}$ | 0,322 | 0,325 | 0,318 |
| $X_{\text{Adsorbens}}$ | $mmol/g_{\text{Adsorbens}}$ | 5,36 | 5,40 | 5,29 |

Tabelle 5: Bestimmung der Beladung durch Wiegen des Adsorbens

3.2.2 Benutzung der Durchbruchskurve

Wenn man die Konzentrationsdifferenzen (Differenzen der Gasbeladungen des in den Adsorber einströmenden und aus dem Adsorber ausströmenden Gases) über der Zeit numerisch integriert (*negative Differenzen ausgeschlossen, d.h. nur die Fläche zwischen den Kurven C₁ und C₂*),

erhält man den Konzentrationsanteil, der adsorbiert wird. Dieser Konzentrationsanteil, multipliziert mit dem Volumenstrom (*bedingt durch den abgezweigten Messvolumenstrom um 3 l/h geringer*), liefert die absolute Masse des Adsorpts. Dividiert man durch die Masse des Adsorbens erhält man die Beladung.

Als Formel:

$$X_{\text{Adsorbens}} = \Sigma [(y_{\text{ein}} - y_{\text{aus}}) \cdot \Delta t] \cdot \frac{\dot{V}_{\text{ein}}}{m_{\text{Adsorbens}}} \quad (5)$$

| Konzentration 2-Propanol: | | 65% | 55% | 45% |
|---|-----------------------------|------------|------------|------------|
| \dot{V}_{ein} | l/h | 197,0 | 233,5 | 285,9 |
| \dot{V}_{ein} | l/s | 0,055 | 0,065 | 0,080 |
| $\Sigma y_{i,\text{ein,Gas}} \cdot \Delta t$ | $g \cdot s/l$ | 426,52 | 386,11 | 417,59 |
| $\Sigma y_{i,\text{aus,Gas}} \cdot \Delta t$ | $g \cdot s/l$ | 111,96 | 134,83 | 207,14 |
| $\Sigma (y_{i,\text{ein,Gas}} - y_{i,\text{aus,Gas}}) \cdot \Delta t$ | $g \cdot s/l$ | 314,57 | 251,27 | 210,45 |
| m_{Adsorpt} | g | 17,21 | 16,30 | 16,71 |
| $m_{\text{Adsorbens}}$ | g | 45,91 | 44,57 | 46,25 |
| $X_{\text{Adsorbens}}$ | $g/g_{\text{Adsorbens}}$ | 0,375 | 0,365 | 0,361 |
| $X_{\text{Adsorbens}}$ | $mmol/g_{\text{Adsorbens}}$ | 6,25 | 6,09 | 6,02 |

Tabelle 6: Bestimmung der Beladung mit Hilfe der Durchbruchkurve

3.2.3 Dubinin-Gleichung

Es existiert eine Reihe von Modellansätzen um Adsorptionsisothermen quantitativ beschreiben zu können. Neben der einfachsten Form, der Langmuir-Gleichung, gibt es die Freundlich-Gleichung, sowie die BET-Gleichung als Weiterentwicklung der Langmuir-Gleichung. Die Dubinin-Gleichung ermöglicht es, den Einfluss der Temperatur bei der Adsorption zu berücksichtigen. Zudem ermöglicht die Dubinin-Theorie aus Adsorptionsisothermen eines bekannten Stoffes, die eines unbekanntes Stoffes zu ermitteln. Als Standardisotherme hat sich die des Benzols durchgesetzt, die wir verwenden, um die Beladepkapazitäten der Aktivkohle für Isopropanol zu ermitteln. Die bekannteste Form der Dubinin-Gleichung lautet:

$$X = \frac{w_0}{v} \cdot \exp \left[-B \cdot \left(\frac{T}{\beta} \cdot \log \frac{p_s}{p} \right)^n \right] \quad (6)$$

Die adsorbens-spezifischen Konstanten w_0 , B , und n werden aus den Angaben der Benzol-Isotherme für die Aktivkohle Silicarbon SC 40 ermittelt. Die Werte für den Dubinin-Exponenten n liegen dabei im Bereich von 1 bis 3, wobei man für $n = 2$ die beste Linearisierung erhält. Durch Logarithmische Umformung der Dubinin-Gleichung erhält man:

$$\log X = \log \left(\frac{w_0}{v} \right) - 0,434 \cdot B \cdot \left(\frac{T}{\beta} \right)^n \cdot \left(\log \left(\frac{p_s}{p} \right) \right)^n \quad (7)$$

Welche folgende logarithmische Auftragung liefert:

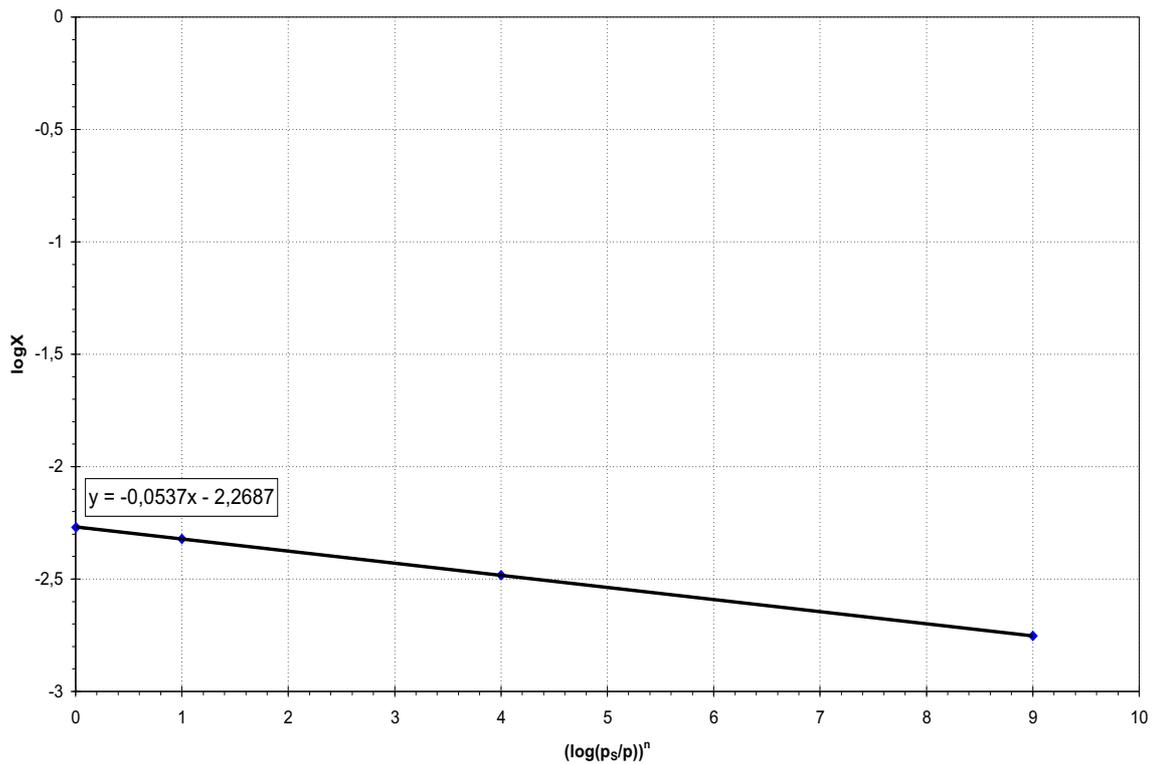


Abbildung 5: Logarithmische Auftragung von $\log X$ gegen $(\log \frac{p_s}{p})^n$

Die Geradensteigung beträgt $0,434 \cdot B \cdot \left(\frac{T}{\beta}\right)^n$. Daraus errechnet sich $B = -1,44 \cdot 10^{-6} K^{-1}$. Der Achsenabschnitt beträgt $\log\left(\frac{w_0}{v}\right)$, was zu einem Adsorptionsporenvolumen $w_0 = 0,478 \text{ cm}^3/g$ führt. Für Benzol beträgt der Affinitätskoeffizient β 1. Für andere Substanzen kann β über das Verhältnis Parachor zu Parachor der Standardsubstanz (Benzol) berechnet werden.

$$\beta = \frac{P}{P_0} = 0,794 \quad (8)$$

Aus den im Anhang der Versuchsanleitung entnommenen Dampfdrücken wurde durch Auftragung von $\ln p$ gegen $1/T$ der Dampfdruck von Isopropanol bei $20^\circ C$ zu $41,65 \text{ mbar}$ ermittelt.

| Adsorbens-spezifische Konstanten | |
|----------------------------------|------------------------------|
| n | 2 |
| B | $-1,44 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ |
| w_0 | $0,478 \text{ cm}^3/g$ |
| β | 0,794 |
| weitere Daten | |
| p_{ges} | 1013 mbar |
| $p_{2-Propanol}^{LV}$ | 41,65 mbar |

Tabelle 7: Adsorbens-spezifische Konstanten und weitere Daten für die Dubinin-Gleichung

Die entsprechenden Partialdrücke für 2-Propanol erhält man durch Multiplikation der Molbruch y mit dem Gesamtdruck p_{ges} . Der relative Druck des Adsorptivs p/p_s ist das Verhältnis

aus dessen Partialdruck und Sättigungsdampfdruck. Nun können alle Werte in die Dubinin-Gleichung der Form (6) eingesetzt werden und man erhält für verschiedene Partialdrücke die entsprechenden Beladungen X .

| Konzentration $y_{2-Propanol}$ | | Molenbruch Y | Partialdruck p_i | $\frac{p}{p_s}$ | $\frac{p_s}{p}$ | Beladung X |
|--------------------------------|-------|----------------|--------------------|-----------------|-----------------|--------------|
| Vol - % | g/l | | mbar | | | mmol/g |
| 65,0 | 0,084 | 0,031 | 31,19 | 0,759 | 1,317 | 5,37 |
| 55,0 | 0,072 | 0,027 | 26,82 | 0,651 | 1,536 | 5,35 |
| 45,0 | 0,060 | 0,022 | 22,28 | 0,540 | 1,852 | 5,31 |

Tabelle 8: Beladung für verschiedene Partialdrücke des 2-Propanols

3.3 Halbwerts-, Endbelade- und Durchbruchzeit

Die Halbwertszeit wurde graphisch durch Vergleich der zwei Flächen unter der Durchbruchskurve ermittelt (siehe Abb. 15, Seite 28 der Versuchsbeschreibung): Dazu wurden in einer Excel-Tabelle zum einen die Fläche unter der niedrigeren Kurve (im linken Bereich des Diagramms) und diejenige zwischen den beiden Kurven (im rechten Bereich des Diagramms) berechnet, so dass beide gleich gross sind und die dazugehörige Zeit abgelesen (Diese teilt die beiden Flächen in zwei gleiche Teile). Die Durchbruchzeit wurde durch Vergleich der Ausgangs- mit der sich um 5% ändernden Konzentration ermittelt. Die Restbeladezeit wurde durch Ablesen des Endes der Durchbruchskurven herausgefunden. Exemplarisch wird hier für Versuch 3 die entsprechende Ermittlung dargestellt.

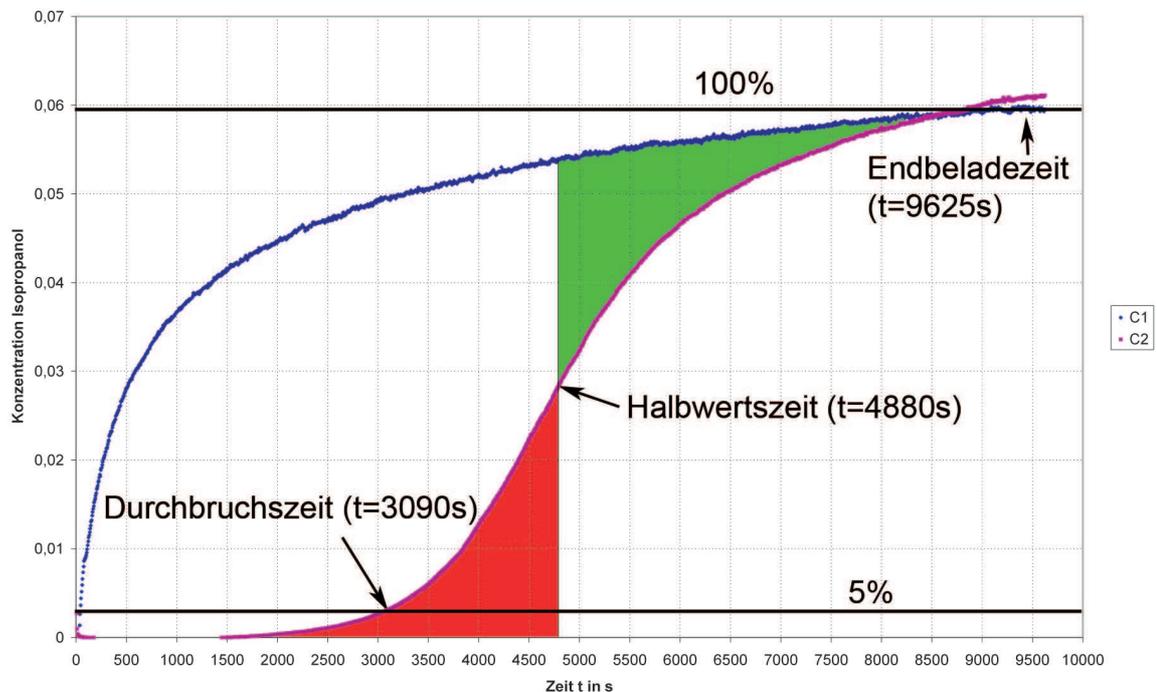


Abbildung 6: Bestimmung von Halbwerts- und Durchbruchzeit

3.4 Länge der Massentransferzone

Die Länge der Massentransferzone lässt sich mit Hilfe der Gleichung:

$$MTZ = 2 \cdot \frac{Z}{t_h} \cdot (t_h - t_b) \quad (9)$$

ermitteln. Somit ergibt sich:

| Konzentration 2-Propanol: | 65% | 55% | 45% |
|---------------------------|----------|----------|----------|
| Länge der Schüttung Z : | 0,15 m | 0,147 m | 0,152 m |
| Endbeladezeit: | 8520 s | 7200 s | 9625 s |
| Halbwertszeit t_h : | 4445 s | 4445 s | 4880 s |
| Durchbruchzeit t_b : | 3295 s | 3150 s | 3090 s |
| Länge MTZ : | 0,0776 m | 0,0857 m | 0,1115 m |

Tabelle 9: Berechnung der Länge der Massentransferzone

3.5 Temperaturverlauf

Der Temperaturverlauf im Adsorber wurde mit drei axial versetzt angeordneten Thermoelementen aufgezeichnet. Zu erwarten wäre ein Temperaturpeak, der mit fortschreitender Adsorption den Adsorber nach oben durchwandert. Die gemessenen Temperaturverläufe zeigen bei allen drei Versuchen eine starke Streuung (*Rauschen*) im Bereich von fast $\pm 10^\circ\text{C}$. Außerdem ist kein aussagekräftiger Unterschied zwischen den drei Temperaturverläufen zu erkennen. Deshalb beschränken wir uns auf die beispielhafte Abbildung des Temperaturverlaufes von Versuch 1.

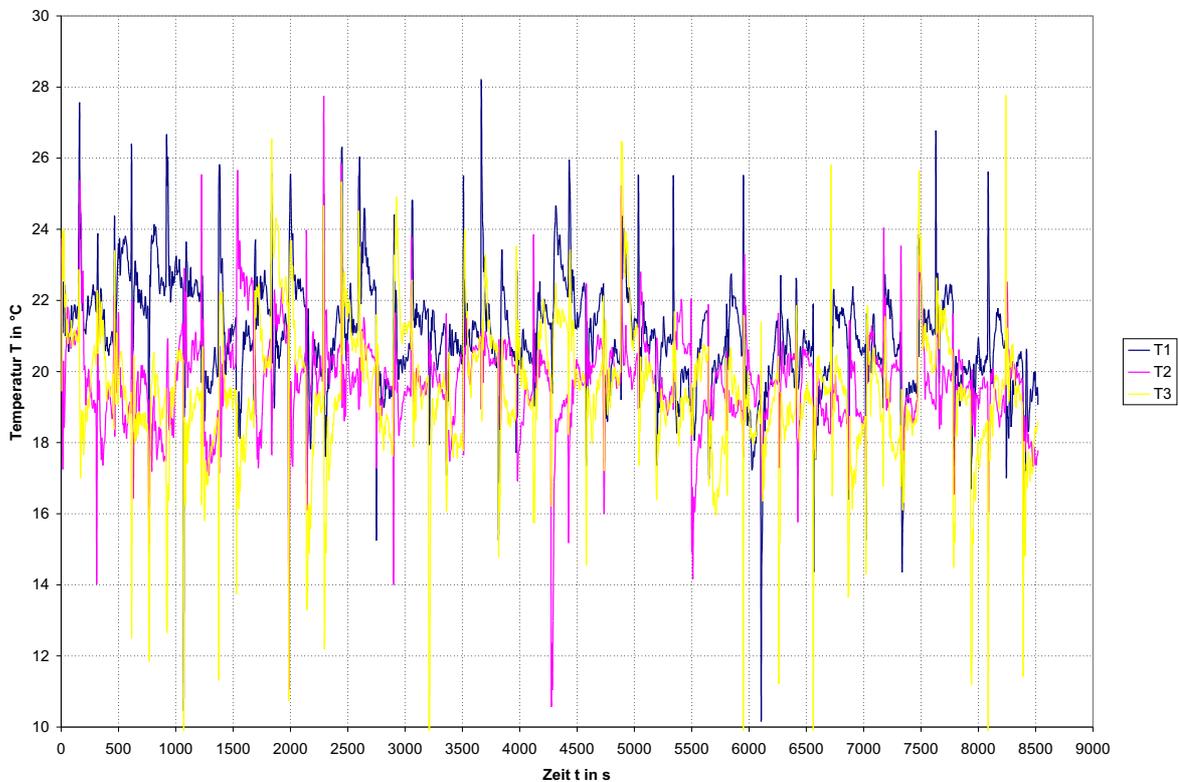


Abbildung 7: Temperaturverlauf im Versuch 1

3.6 Restbeladepazität nach Regeneration

Für eine Betrachtung der Desorption müssen die Temperatur (als Randbedingung) sowie die Beladungen vor und nach der Desorption verglichen werden. Hierbei ist speziell die relative Restbeladung interessant, die sich als $X_{rel} = \frac{X_{nach}}{X_{vor}}$ ergibt.

| | | | |
|----------------------------------|------------|------------|------------|
| Konzentration 2-Propanol: | 65% | 55% | 45% |
| Desorptionstemperatur: | 140 °C | 130 °C | 120 °C |
| Gewicht Aktivkohle: | 54,97 g | 53,73 g | 57,00 g |
| Masse Isoprop vorher: | 14,79 g | 14,47 g | 14,69 g |
| Beladung vorher: | 0,244 | 0,246 | 0,241 |
| Restmasse an 2-Propanol: | 9,06 g | 9,16 g | 10,75 g |
| Beladung nachher: | 0,165 | 0,170 | 0,189 |
| Relative Restbeladung: | 0,676 | 0,691 | 0,784 |

Tabelle 10: Beladung vor und nach der Desorption

Wie erwartet ist die Desorption bei höheren Temperaturen effektiver, was sich an der geringeren relativen Restbeladung erkennen lässt.

4 Diskussion der Ergebnisse und Fehlerbetrachtung

4.1 Vergleich der Beladungskurven

Die Beladung wurde mittels Wiegen, Berechnung aus der Durchbruchskurve und über die Dubinin-Theorie ermittelt. Dabei ergaben sich folgende Werte:

| Verfahren: | | | Wiegen | Durchbruchskurve | Dubinin |
|------------------|---------------|-----------------|--------------|------------------|--------------|
| Versuchs-# | Konzentration | $\frac{p}{p_s}$ | Beladung X | Beladung X | Beladung X |
| | Vol - % | | mmol/g | mmol/g | mmol/g |
| Versuch 1 | 65,0 | 0,759 | 5,36 | 6,25 | 5,37 |
| Versuch 2 | 55,0 | 0,651 | 5,40 | 6,09 | 5,35 |
| Versuch 3 | 45,0 | 0,548 | 5,29 | 6,02 | 5,31 |

Tabelle 11: Beladung für die Versuchsreihen bei verschiedenen Ermittlungsverfahren

Stellt man die erhaltenen Beladungswerte in einem Balkendiagramm einander gegenüber erhält man folgendes Resultat:

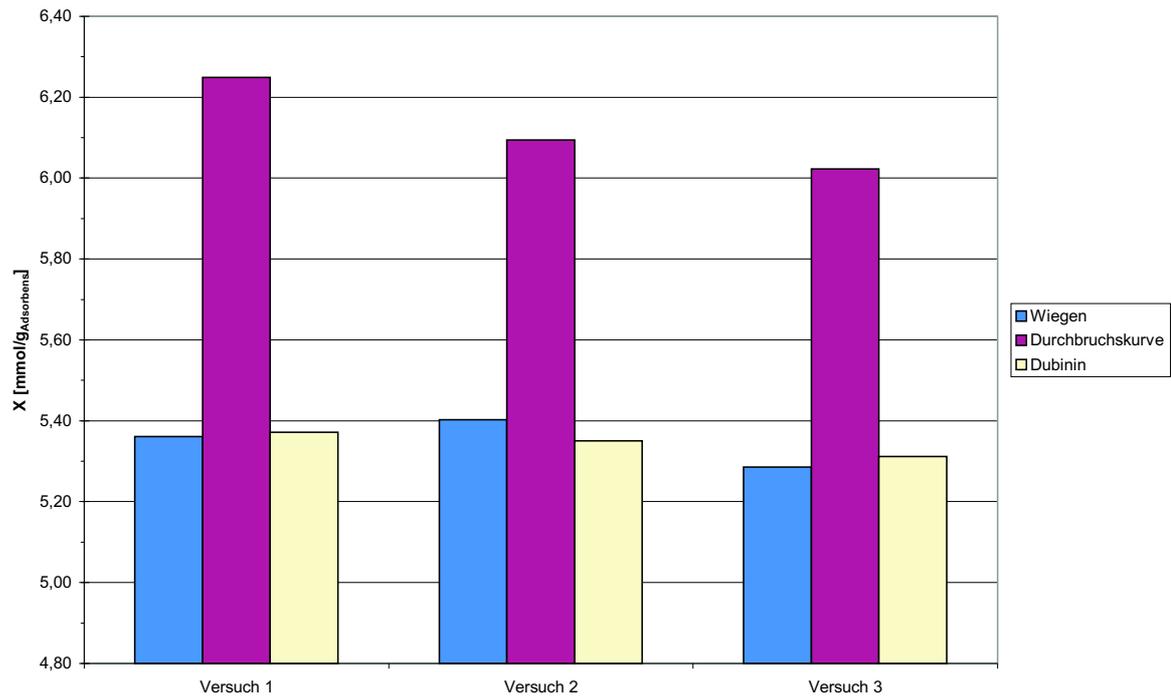


Abbildung 8: Gegenüberstellung der Beladungen für verschiedene Methoden.

Eine Auftragung als Adsorptionsisotherme scheint aufgrund der wenigen Messreihen wenig verlässlich, soll jedoch der Vollständigkeit halber trotzdem abgebildet werden. Als Fitting-Funktion in Abb. 9 wurde ein Polynom 3. Grades verwendet.

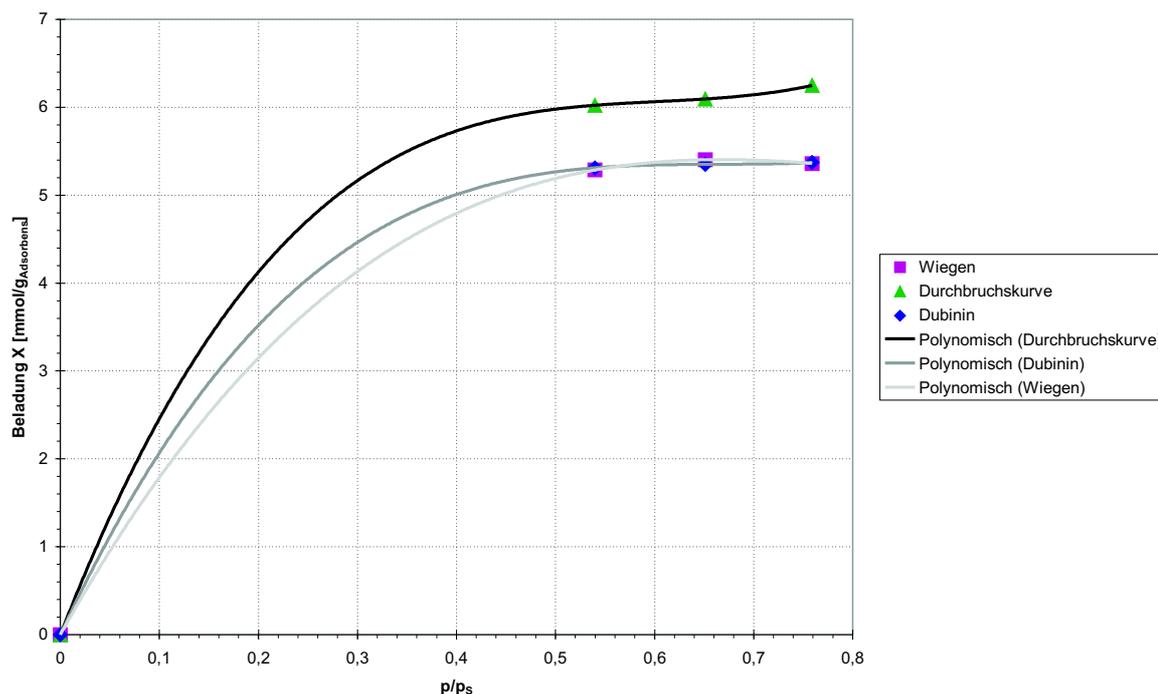


Abbildung 9: Adsorptionsisothermen für unterschiedlich ermittelte Beladungen

Nach der Theorie der Physisorption steigt die Beladungskurve zunächst linear an (*Langmuir*-Bereich) und es kommt dann zu einer Sättigung. Die Abflachung des linearen *Langmuir*-Bereichs liegt etwa im Bereich von $\frac{p}{p_s} \approx 0,5$. Allerdings ist diese Aussage sehr gewagt, da es stark von der verwendeten Fitting-Funktion abhängt. Für eine verlässliche Aussage wären mehr Messwerte im Bereich $\frac{p}{p_s} < 0,5$ notwendig. Die Sättigungswerte liegen in einem relativ engem Intervall zwischen 5,29 und 6,25 mmol/g.

4.2 Fehlerquellen

4.2.1 Temperaturverlauf

- Praktisch nicht isolierte Apparatur und deren vergleichsweise kleiner Durchmesser. Somit findet zum einen ein rascher Temperaturengleich zwischen Adsorber und Umgebung statt und zum anderen kann die Messung durch Schwankungen von außen beeinflusst werden.
- Thermoelemente befinden sich nicht im Zentrum der Adsorbenschüttung. Dies wäre für eine realistische Temperatureaufzeichnung von Vorteil.
- Messungenauigkeit der Thermoelemente oder deren Reaktionszeit zu langsam.

4.2.2 Beladungs- und Durchbruchkurven

In den Beladungskurven von Versuch 1 (3 auf Seite 5) und Versuch 2 (4 auf Seite 6) sind deutlich "Absätze" in der jeweiligen Kurve für die Konzentration C_1 erkennbar ($V_1: \approx 4800\text{ s}$, $V_2: \approx 3300\text{ s}$). Dies ist auf eine Schwankung bzw. Nachregulierung des Volumenstroms für Luft bzw. Isopropanol zurückzuführen.

- Ungenaue Gas-Sensoren: Die Konzentration am Sensor C1 stieg kontinuierlich an, obwohl laut Rotameter der jeweilige Volumenstrom konstant blieb.
- Umrechnung/Kalibrierung: Da keine systematische Kalibrierung der Gassensoren durchgeführt wurde (D.h. Aufnahme von Messwerten für bekannte Konzentrationen), musste die Kalibrierung über ein Polynom 2. Grades erfolgen. Die Anzahl von 3 Messwerten (plus Nullpunkt) ist für eine zuverlässige Kalibrierung zu gering.
- Isopropanol aus den Waschflaschen dampft in der Zeit von der Beendigung der Messung bis zum Wiegen ab. Folge sind zu geringe Δm für die Ermittlung von Gasbeladungen, den Partialdruck von Isopropanol und letztendlich auch in die Beladungskurve nach Dubinin ein..
- Die für die Berechnung nach dem Wägeverfahren notwendige Massendifferenz der Adsorber kann z.B. durch Adsorption von Wasser beeinflusst sein.