

Versuchsauswertung Trenntechnik
EXTRAKTION

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

Versuchsbetreuer: Dr.-Ing. D. Freitag

Durchgeführt am 13.12.2004

Die Rohdaten der Versuchsauswertung sind unter
<http://172.17.0.67/trenn/extraktion/> abrufbar.

Inhaltsverzeichnis

1	Versuchsbeschreibung	1
2	Messreihen	1
2.1	Versuchsbedingungen	1
2.2	Versuchsergebnisse	2
3	Ergebnisse	3
3.1	Massengehalt	3
3.2	Gleichgewichtsdiagramme	4
3.3	Beladungsdiagramme	6
3.4	Dreiecksdiagramme	8
3.5	Ermittlung des minimalen Lösemittelstromes	11
3.6	Bestimmung der Anzahl der theoretischen Trennstufen	12
4	Diskussion der Ergebnisse und Fehlerbetrachtung	13
4.1	Einfluss des Zulaufverhältnisses	13
4.2	Einfluss der Stufenzahl	13
4.3	Vergleich und Beurteilung der verschiedenen Auswerteverfahren	14
4.4	Fehlerquellen	15
4.5	Abschliessender Kommentar	15

1 Versuchsbeschreibung

Bei der Flüssig-Flüssig-Extraktion handelt es sich um ein Trennverfahren bei dem eine (oder mehrere) Komponenten aus einem Flüssigkeitsgemisch entfernt werden. Dabei wird die unterschiedliche Löslichkeit der abzutrennenden Komponente in zwei verschiedenen Lösungsmitteln ausgenutzt; diese sollen nicht oder nur begrenzt ineinander mischbar sein.

Um zwei unterschiedliche Phasen zu bekommen, wird also eine andere Substanz zugegeben, dessen Eigenschaften (Polarität, Löslichkeitsverhalten) maßgeblich für den Erfolg des Trennvorgangs verantwortlich sind. Prinzipiell unterscheidet man zwischen zwei Arten der Extraktion:

Bei der physikalischen Extraktion wird der Wertstoff durch einen rein physikalischen Lösungsvorgang vom Abgeber (Raffinat) in den Aufnehmer (Extrakt) überführt. Dagegen erfolgt bei der chemischen Extraktion eine Reaktion des Wertstoffs mit dem Aufnehmer, so dass sich eine spezielle chemische Verbindung ergibt. Das hat zur Folge, dass die chemische Extraktion eine höhere Selektivität, eine höhere Reaktionsgeschwindigkeit und damit eine schwierigere Regeneration des Aufnehmers aufweist.

Heutzutage wird dieses Verfahren überall dort in der Trenntechnik verwendet, wo ein Stoffgemisch auf Grund seines kleinen Trennfaktors schwer zu trennen ist, wo Gemische einen Azeotropen Punkt aufweisen oder temperaturempfindlich sind. In unserem Versuch soll der Einfluss verschiedener Parameter (Anzahl der Trennstufen, Verhältnis der Volumenströme von Feed und Solvent) auf das Trennergebnis untersucht werden.

Die Stoffströme werden nach dem Gegenstromprinzip geführt, so dass sich ein möglichst effektiver und schneller Austausch ergibt.

2 Messreihen

2.1 Versuchsbedingungen

Die Volumenströme werden während eines Versuches dreimal gemessen und dann gemittelt.

	Versuch 1	Versuch 2	Versuch 3
$\dot{V}_{Feed,1}$	2,13 l/h	1,14 l/h	1,277 l/h
$\dot{V}_{Feed,2}$	2,057 l/h	1,065 l/h	1,274 l/h
$\dot{V}_{Feed,3}$	2,0 l/h	1,073 l/h	1,275 l/h
\dot{V}_{Feed}	2,062 l/h	1,0305 l/h	1,275 l/h
$\dot{V}_{Solvent,1}$	1,38 l/h	1,32 l/h	1,078 l/h
$\dot{V}_{Solvent,2}$	1,309 l/h	1,309 l/h	1,066 l/h
$\dot{V}_{Solvent,3}$	1,256 l/h	1,286 l/h	1,086 l/h
$\dot{V}_{Solvent}$	1,315 l/h	1,093 l/h	1,077 l/h

Tabelle 1: Volumenströme

Die Dichte des Feeds wird anhand der Dichten von Aceton, Wasser und 1-Heptanol und dessen Zusammensetzung ermittelt.

$$\rho_{Feed} = \rho_{Aceton} \cdot w_{Aceton,Feed} + \rho_{Wasser} \cdot w_{Wasser,Feed} + \rho_{Heptanol} \cdot w_{1-Heptanol,Feed} \quad (1)$$

Da als Solvent destilliertes Wasser zum Einsatz kommt beträgt die Dichte hier $1,00 \text{ g/cm}^3$. Mit den bekannten Dichten können die gemessenen Volumenströme in Massenströme umgerechnet werden.

ρ_{Aceton}	0,79 g/cm ³		
ρ_{Wasser}	1,00 g/cm ³		
$\rho_{1-Heptanol}$	0,82 g/cm ³		
	Aceton	Wasser	1-Heptanol
w_{Feed}	0,297	0,053	0,650

Tabelle 2: Ausgangsdaten zur Dichtermittlung (Quelle der Dichten: <http://www.gefahrstoffdaten.de>)

Das Lösungsmittelverhältnis v ergibt sich zu

$$v = \frac{\dot{S}}{\dot{F}} \quad (2)$$

wobei \dot{S} und \dot{F} als Massenströme eingesetzt werden. Zusammengefasst ergeben sich somit die folgenden Versuchsbedingungen:

	Versuch 1		Versuch 2		Versuch 3	
Trennstufen	2		4		2	
\dot{F}	2,062 l/h	1,692 kg/h	1,0305 l/h	1,071 kg/h	1,275 l/h	1,046 kg/h
\dot{S}	1,315 l/h	1,315 kg/h	1,093 l/h	1,093 kg/h	1,077 l/h	1,077 kg/h
v	0,777		1,020		1,029	
$c_{Aceton,Feed}$	≈ 30 Gew. - %					

Tabelle 3: Versuchsbedingungen

Variiert wurden nach Vorgaben des Versuchsbetreuers die Anzahl der Trennstufen sowie der Volumenstrom des Feed bzw. Solvens.

2.2 Versuchsergebnisse

Massenanteil Aceton	Versuch 1	Versuch 2	Versuch 3
organische Phase			
w_{Feed}	0,2965	0,2964	0,2964
$w_{Abscheider4}$		0,1336	
$w_{Abscheider3}$		0,0955	
$w_{Abscheider2}$	0,0751	0,0280	0,1171
$w_{Abscheider1}$	0,0280	0,0636	0,0407
$w_{Raffinat}$			
wässrige Phase			
$w_{Solvens}$	0,0		
$w_{Abscheider4}$		0,1541	
$w_{Abscheider3}$		0,1064	
$w_{Abscheider2}$	0,1255	0,0682	0,1609
$w_{Abscheider1}$	0,0150	0,0273	0,0695
$w_{Extrakt}$			

Tabelle 4: Acetongehalt in Massenanteilen

Bei Versuch 1 und 3 werden nur 2 Trennstufen verwendet, deswegen sind die Werte für die Abscheider 3 und 4 *leer*.

3 Ergebnisse

3.1 Massengehalt

Um die unten angegebenen Massenanteile zu ermitteln, wird zunächst anhand der Brechungsindices der Massenanteil des Acetons ermittelt. Mit diesem wählt man die entsprechende Linie und sucht deren Schnittpunkte mit der Binodalkurve. Aus diesen Punkten erhält man jeweils die Zusammensetzung der organischen und wässrigen Phase durch Ablesen im Dreiecksdiagramm. Die Zusammensetzung des Feeds erhält man durch Mischungsrechnung, wobei die Vorgabe darin besteht die Acetonkonzentration im Feed auf 30 Massenprozent einzustellen. Dazu dient das Raffinat einer Vorgängergruppe (Raffinat, alt), welches mit reinem Aceton aufkonzentriert wird. Anhand der Einwaagen ergibt sich die Zusammensetzung des Feeds für alle 3 Phasen:

$$w_{Feed} = \frac{(w_{Raffinat,alt} \cdot m_{Raffinat,alt} + w_{Aceton} \cdot m_{Aceton})}{(m_{Raffinat,alt} + m_{Aceton})} \quad (3)$$

3.1.1 Versuch 1

$$Einwaage_{Raffinat,alt} = 1153,81 \text{ g}$$

$$Einwaage_{Aceton} = 346,34 \text{ g}$$

	organische Phase			wässrige Phase		
	Aceton	Wasser	1-Heptanol	Aceton	Wasser	1-Heptanol
$w_{Raffinat,alt}$	8,53	6,89	84,58			
w_{Aceton}	100,00	0,00	0,00			
$w_{Feed/Extrakt}$	29,65	5,30	65,05	12,55	87,35	0,10
$w_{Abscheider2}$	7,51	6,90	85,50	12,55	87,35	0,10
$w_{Abscheider1}$	5,50	5,50	91,70	1,50	98,40	0,10
$w_{Raffinat/Solvent}$	4,50	4,50	92,90	0,00	100,00	0,10

Tabelle 5: Massengehalt Versuch 1 (in Prozent)

3.1.2 Versuch 2

$$Einwaage_{Raffinat,alt} = 1153,84 \text{ g}$$

$$Einwaage_{Aceton} = 346,16 \text{ g}$$

	organische Phase			wässrige Phase		
	Aceton	Wasser	1-Heptanol	Aceton	Wasser	1-Heptanol
$w_{Raffinat,alt}$	8,53	6,89	84,58			
w_{Aceton}	100,00	0,00	0,00			
$w_{Feed/Extrakt}$	29,64	5,30	65,06	21,55	78,35	0,10
$w_{Abscheider4}$	13,36	7,89	78,75	15,41	84,49	0,10
$w_{Abscheider3}$	9,55	7,12	83,30	10,64	89,26	0,10
$w_{Abscheider2}$	2,80	5,53	91,67	6,82	93,08	0,10
$w_{Abscheider1}$	1,27	5,40	93,33	2,73	97,17	0,10
$w_{Raffinat/Solvent}$	2,55	5,78	91,67	0,00	100,00	0,00

Tabelle 6: Massengehalt Versuch 2 (in Prozent)

3.1.3 Versuch 3

$$Einwaage_{Raffinat,alt} = 576,86 \text{ g}$$

$$Einwaage_{Aceton} = 173,06 \text{ g}$$

	organische Phase			wässrige Phase		
	Aceton	Wasser	1-Heptanol	Aceton	Wasser	1-Heptanol
$w_{Raffinat,alt}$	29,65	5,30	65,05			
w_{Aceton}	100,00	0,00	0,00			
$w_{Feed/Extrakt}$	29,64	5,30	65,06	14,86	85,04	0,10
$w_{Abscheider2}$	11,71	7,46	80,83	16,09	83,81	0,10
$w_{Abscheider1}$	4,07	5,93	90,00	6,95	92,95	0,10
$w_{Raffinat/Solvent}$	2,55	5,78	91,67	0,00	100,00	0,00

Tabelle 7: Massengehalt Versuch 3 (in Prozent)

3.2 Gleichgewichtsdiagramme

Mit Hilfe der Gleichgewichtslinie für die wässrige Phase (aus Tabelle 4 des Versuchsscripts) und den Messwerten der Aceton-Massenkonzentration für Feed/Extrakt, Abscheider 1 bis 2 bzw. 4 sowie Raffinat/Solvent werden die folgenden Gleichgewichtsdiagramme erstellt. Dabei wird die Aceton-Massekonzentration der Raffinatphase auf der x-Achse, die der Extraktphase auf der y-Achse aufgetragen.

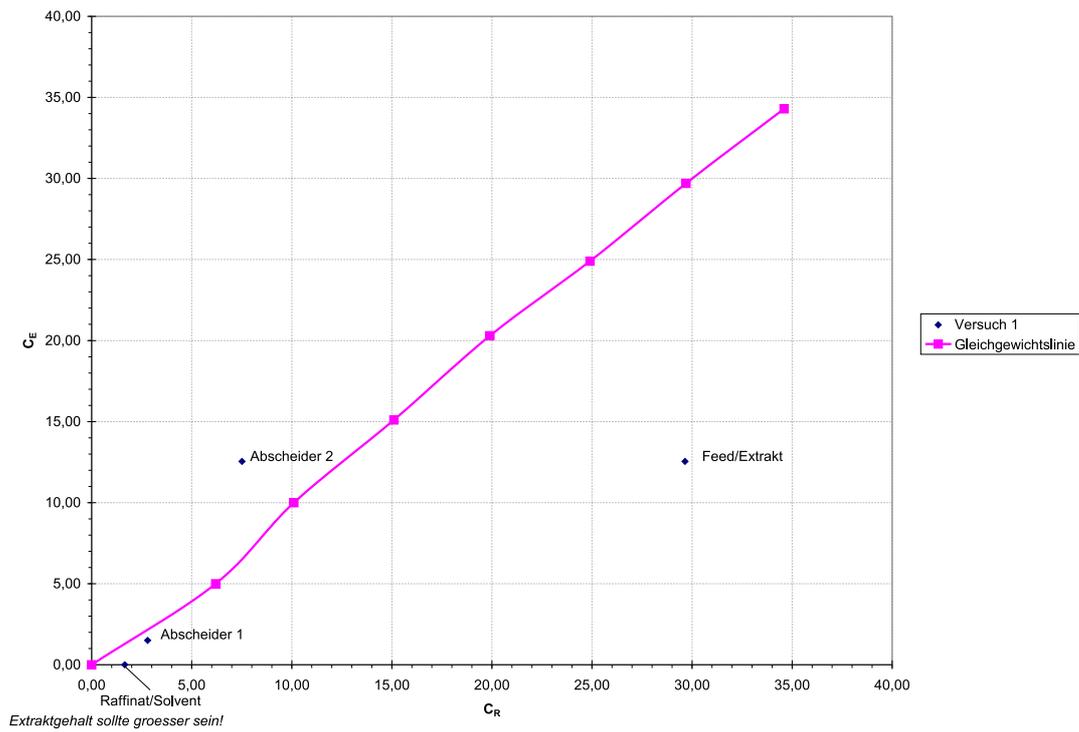


Abbildung 1: Gleichgewichtsdiagramm Versuch 1

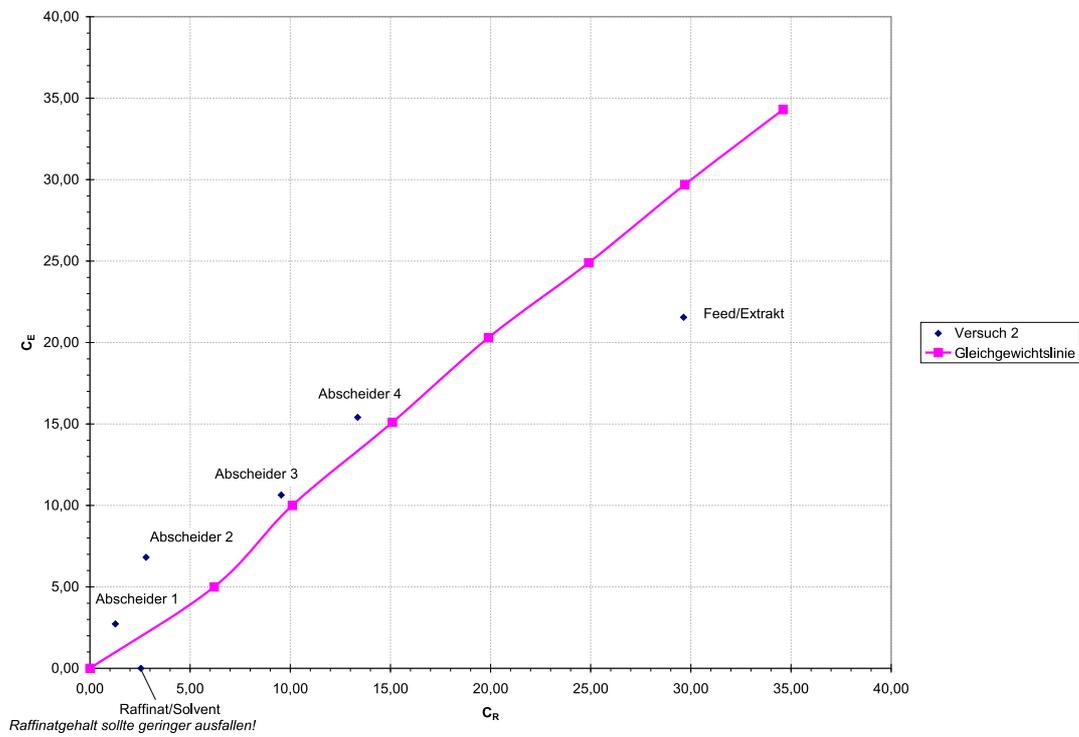


Abbildung 2: Gleichgewichtsdiagramm Versuch 2

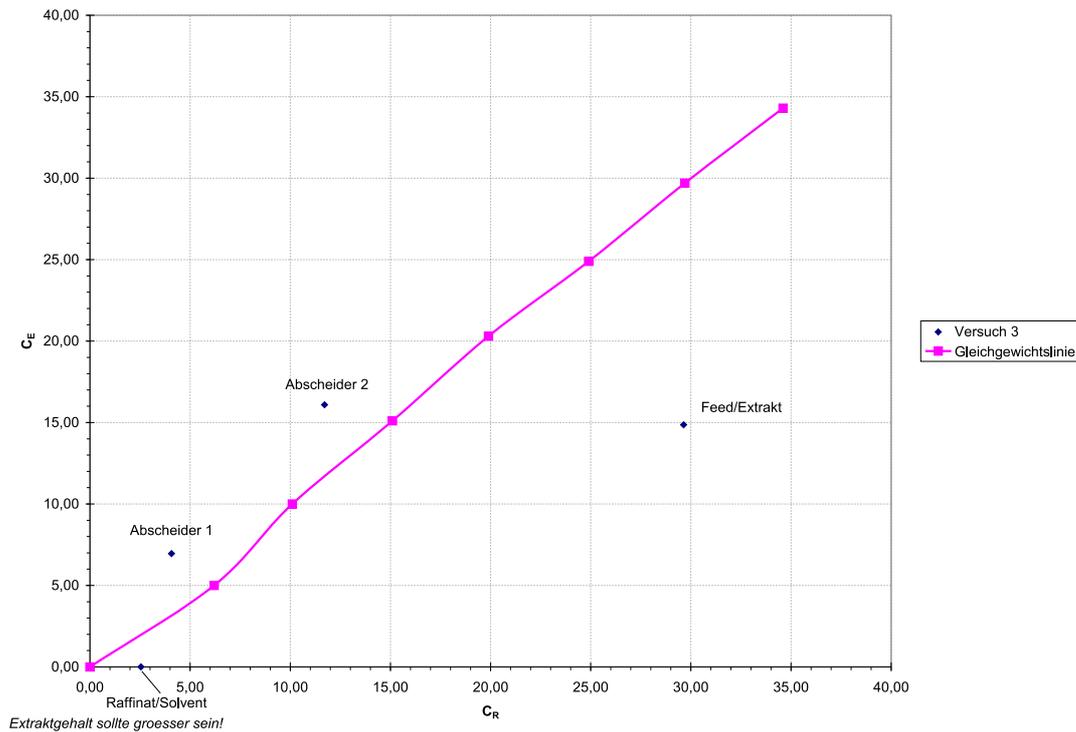


Abbildung 3: Gleichgewichtsdiagramm Versuch 3

3.3 Beladungsdiagramme

Im Beladungsdiagramm werden die Verhältnisse von Wertstoffmenge zu Trägerstoffmenge der jeweiligen Phase gegeneinander aufgetragen. Dabei wird die Beladung der Raffinatphase

$$X_R = \frac{w_{Aceton,org.}}{1 - w_{1-Aceton,org.}} \quad (4)$$

auf der x-Achse und die Beladung der Extraktphase

$$X_E = \frac{w_{Aceton,wssr.}}{1 - w_{Aceton,wssr.}} \quad (5)$$

auf der y-Achse aufgetragen. Für die Versuche 1 bis 3 ergeben sich folgende Beladungen:

	Versuch 1		Versuch 2		Versuch 3	
	X_R	X_E	X_R	X_E	X_R	X_E
Feed/Extrakt	0,4215	0,1435	0,4213	0,2747	0,4213	0,1745
Abscheider 4			0,1542	0,1822		
Abscheider 3			0,1056	0,1191		
Abscheider 2	0,0812	0,1435	0,0288	0,0732	0,1326	0,1918
Abscheider 1	0,0288	0,0152	0,0129	0,0281	0,0424	0,0747
Raffinat/Solvent	0,0168	0,0000	0,0262	0,0000	0,0262	0,000

Tabelle 8: Werte für Beladungsdiagramme (Beladungen X_R , X_E dimensionslos)

3.3.1 Versuch 1

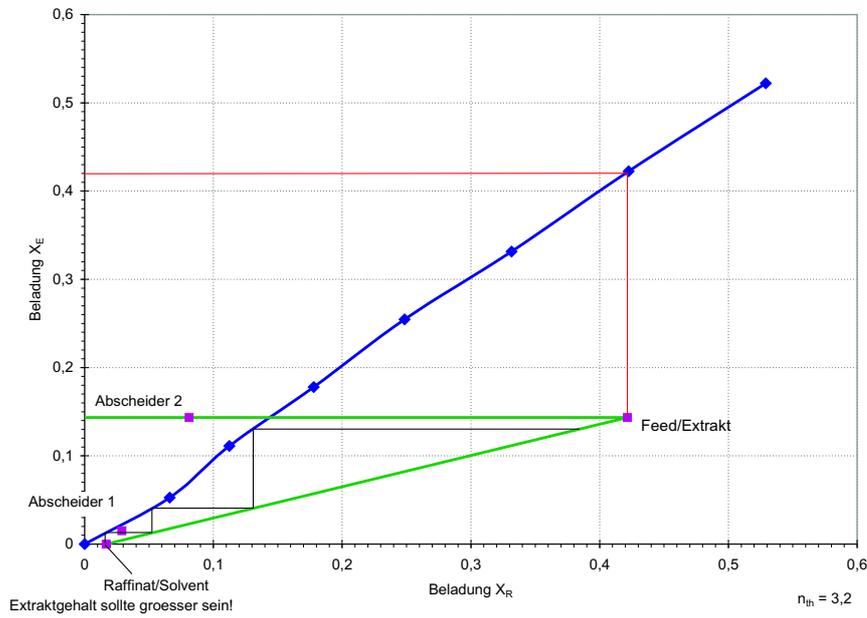


Abbildung 4: Beladungsdiagramm Versuch 1

3.3.2 Versuch 2

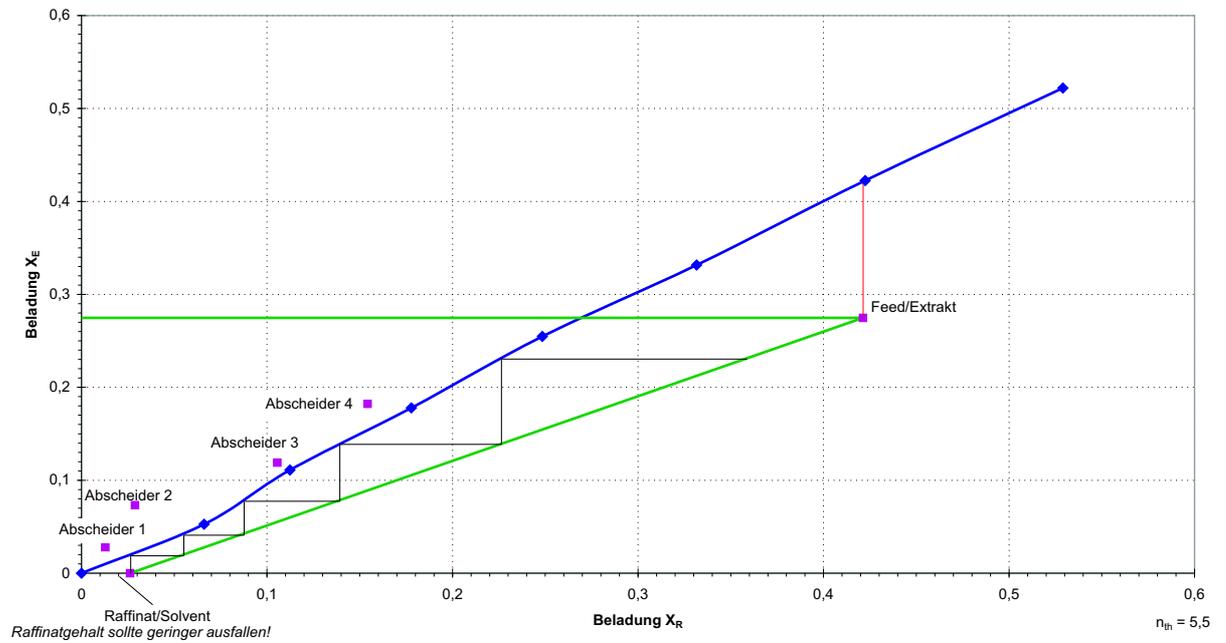


Abbildung 5: Beladungsdiagramm Versuch 2

3.3.3 Versuch 3

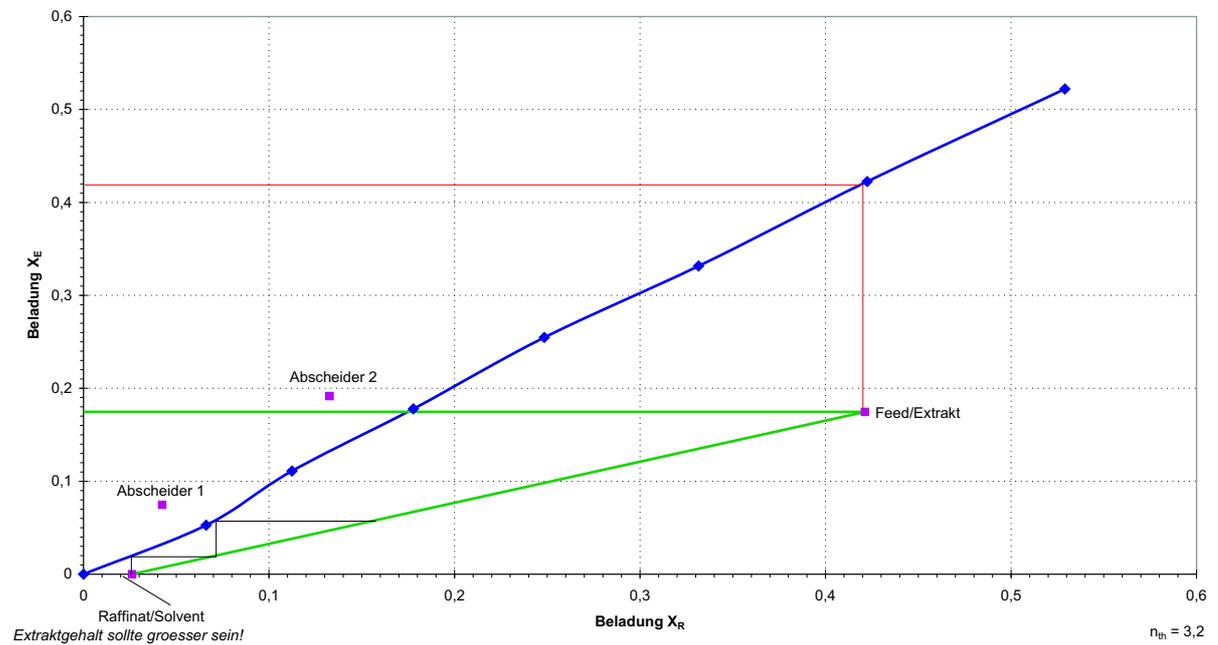


Abbildung 6: Beladungsdiagramm Versuch 3

3.4 Dreiecksdiagramme

Zur Beurteilung einer Extraktion ist das Dreiecksdiagramm besonders gut geeignet. Aus denen in Tabelle 4 im Versuchsscript gegebenen Daten wurde unter Verwendung der vom *Department of Geography* der *Loughborough University* unter <http://www.loro.ac.uk/research/phys-geog/tri-plot/> bereitgestellte Excel-Vorlage die angefügten Dreiecksdiagramme erstellt.

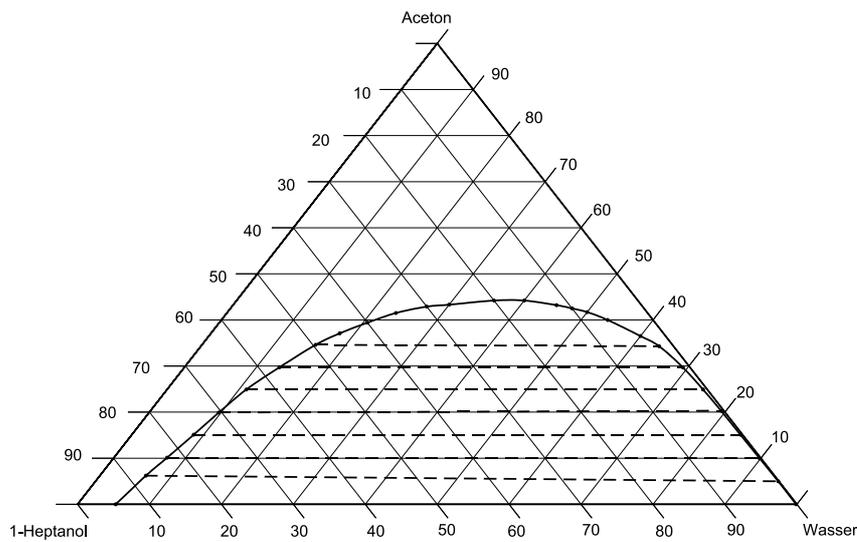
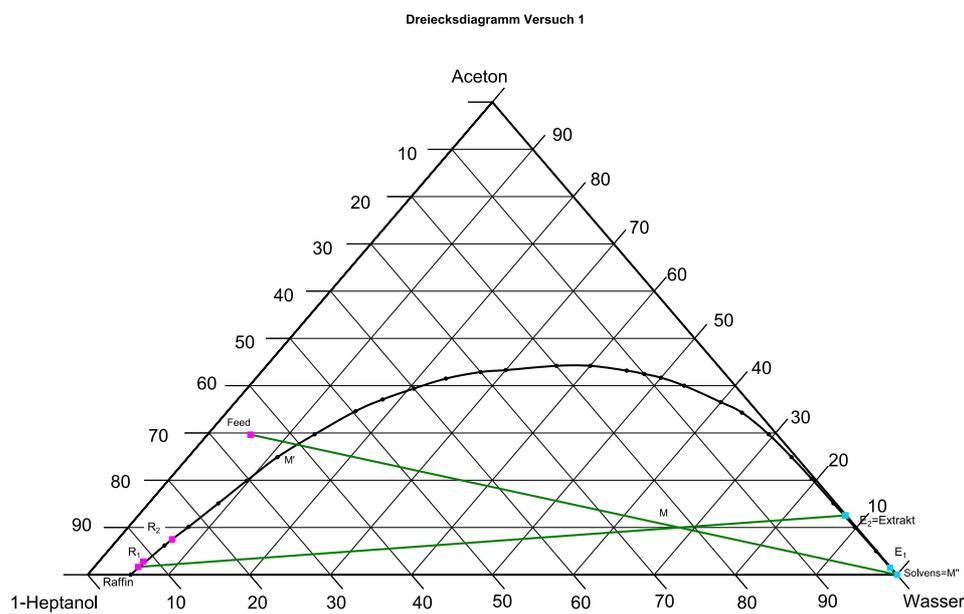


Abbildung 7: Dreiecksdiagramm des Dreiphasen-Systems 1-Heptanol, Aceton, Wasser

Die Messwerte der einzelnen Versuche werden in den folgenden Dreiecksdiagrammen dargestellt.



Extraktgehalt sollte groesser sein!

Abbildung 8: Dreiecksdiagramm mit Messwerten von Versuch 1

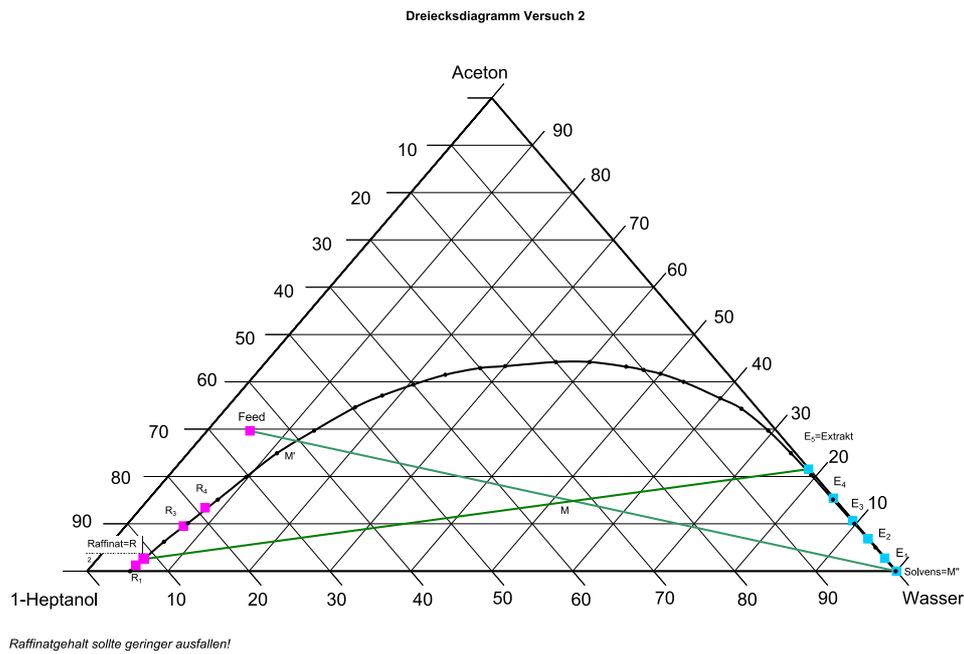


Abbildung 9: Dreiecksdiagramm mit Messwerten von Versuch 2

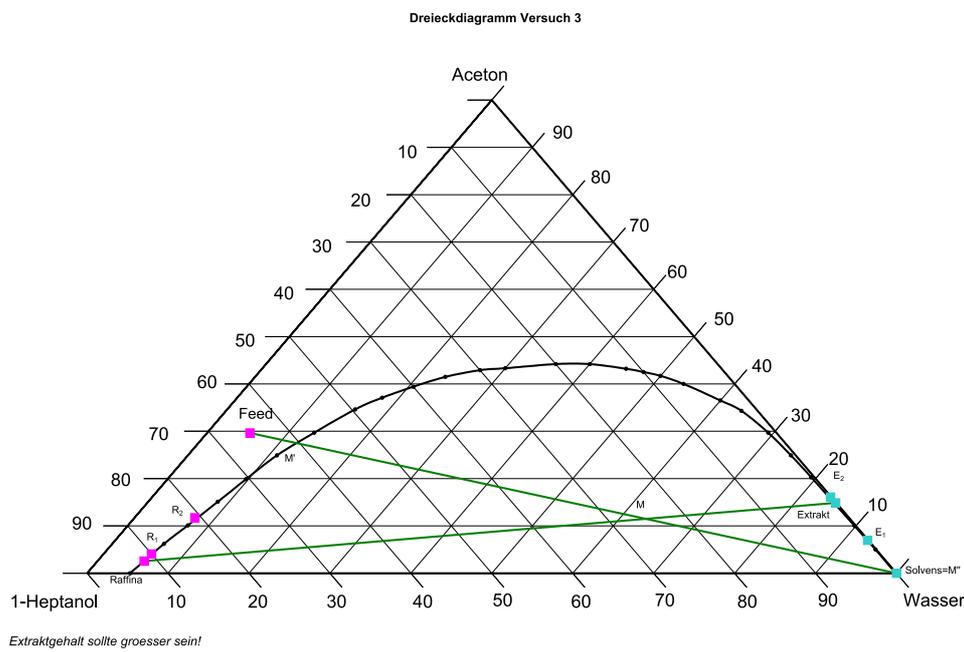


Abbildung 10: Dreiecksdiagramm mit Messwerten von Versuch 3

3.5 Ermittlung des minimalen Lösemittelstromes

3.5.1 Ermittlung über das Dreiecksdiagramm

Ausgehend vom Feed erhält man durch Parallelverschiebung ins Zweiphasengebiet eine entsprechende Konode. Der rechte Endpunkt dieser Konode liefert den maximal möglichen Acetongehalt im Extrakt. Verbindet man die Punkte Extrakt und Raffinat und zusätzlich Feed und Solvent erhält man den Schnittpunkt M. Dieser Schnittpunkt stellt das Mischungsverhältnis aus Feed und Solvent dar und liefert durch Ablesen aus dem Dreiecksdiagramm den Wassergehalt $w_{Mischung}$. Diese Konstruktion ist in Anlage 1 bis 3 nachzuvollziehen. Über folgende Mischungsrechnung erhält man den minimalen Lösungsmittelstrom:

$$\dot{S}_{min} = \frac{w_{Mischung} \cdot \dot{F} - w_{Feed} \cdot \dot{F}}{1 - w_{Mischung}} \quad (6)$$

Für die drei Versuche erhält man folgendes Ergebnis

	Versuch 1	Versuch 2	Versuch 3
$w_{Mischung}$	0,425	0,42	0,42
w_{Feed}	0,0530	0,0530	0,0530
\dot{F}	1,692 kg/h	1,071 kg/h	1,046 kg/h
\dot{S}_{min}	1,095 kg/h	0,678 kg/h	0,662 kg/h
v_{min}	0,647	0,633	0,633

Tabelle 9: Ermittlung des minimalen Lösemittelstroms aus dem Dreiecksdiagramm

Das minimale Lösungsmittelverhältnis beträgt demnach $v_{min} = 0,63$.

3.5.2 Ermittlung über das Beladungsdiagramm

Alternativ kann der minimale Lösemittelstrom auch über das Beladungsdiagramm ermittelt werden. Hierzu nutzt man die in Abbildung 11 im Script angegebene Formel und das bekannte \dot{F} .

$$\left(\frac{\dot{F}}{\dot{S}}\right)_{max} = \frac{1}{v_{min}} \quad (7)$$

Da v_{min} unbekannt ist, nutzt man den Zusammenhang:

$$\dot{F} \cdot (w_F - w_R) = \dot{S} \cdot (w_E - w_S) \quad (8)$$

Somit ergibt sich:

$$\frac{1}{v_{min}} = \frac{\dot{F}}{\dot{S}_{min}} = \frac{w_{E,max} - w_S}{w_F - w_R} \quad (9)$$

Die $X_{E,max}$ wurden jeweils aus den Beladungsdiagrammen abgelesen. Da im Beladungsdiagramm (wie der Name schon sagt) in Beladungen gearbeitet wird, muss noch über Formel 2 im Script auf Massenanteile zurückgerechnet werden. Hierbei sind die Beladungen X_E und X_S auf Wasser bezogen, während X_F und X_R auf Heptanol bezogen sind.

	Versuch 1	Versuch 2	Versuch 3
\dot{F}	1,692 kg/h	1,071 kg/h	1,046 kg/h
$X_{E,max}$	0,420	0,420	0,420
$w_{E,max}$	0,296	0,296	0,296
X_S	0,000	0,000	0,000
w_S	0,000	0,000	0,000
X_F	0,421	0,421	0,421
w_F	0,297	0,296	0,296
X_R	0,017	0,026	0,026
w_R	0,017	0,026	0,026
\dot{S}_{min}	1,602 kg/h	0,981 kg/h	0,958 kg/h
v_{min}	0,947	0,916	0,916

Tabelle 10: Ermittlung des minimalen Lösemittelstroms aus dem Beladungsdiagramm

Es ergibt sich ein durchschnittliches minimales Rücklaufverhältnis von $v_{min} = 0,926$.

3.6 Bestimmung der Anzahl der theoretischen Trennstufen

3.6.1 Bestimmung über das Beladungsdiagramm

Aus den Beladungsdiagrammen wird die Anzahl der theoretischen Trennstufen grafisch bestimmt und abgelesen. Hierbei wird vom Feed-Punkt ausgehend ein Treppenzug zwischen Arbeitsgerade und Gleichgewichtskurve konstruiert. Die Grafiken 4 bis 6 zeigen das vorgehen. Der Stufenwirkungsgrad s wird durch

$$s = \frac{n_{th}}{n_{pr}} \quad (10)$$

bestimmt.

Somit ergibt sich:

	Versuch 1	Versuch 2	Versuch 3
Anzahl der theoret. Trennstufen n_{th}	3,2	5,5	3,2
Anzahl der prakt. Trennstufen n_{pr}	2	4	2
Stufenwirkungsgrad s	1,6	1,375	1,6

Tabelle 11: Werte für die Anzahl der Trennstufen und des Verstärkungsverhältnisses

Aus der ermittelten Stufenwirkungsgeraden ergibt sich als arithmetischer Mittelwert der mittlere Stufenwirkungsgrad zu:

$$s = 1,525$$

3.6.2 Bestimmung über das Dreiecksdiagramm

Um die theoretische Anzahl der Trennstufen aus dem Dreiecksdiagramm zu ermitteln, benötigt man die Zustandspunkte von Feed (F), Lösungsmittel (M'') und Reststoff (R). Der Abstand $\overline{MM''}$ ergibt sich aus folgender Formel:

$$\overline{MM''} = \overline{FM''} \cdot \frac{\dot{F}}{\dot{F} + \dot{S}} \quad (11)$$

Nachdem man den Punkt M ermittelt hat, verbindet man R mit M, verlängert diese Strecke bis zur Binodallinie und erhält den Schnittpunkt E ($=E_n$). Anschliessend verbindet man jeweils F

mit E und R mit S, so dass sich der Punkt P (Polpunkt) als Schnittpunkt dieser beiden Strecken ergibt. Nun geht man von E ausgehend entlang der entsprechenden Konode und sucht den Schnittpunkt mit der Binodalkurve (R_{n-1}). Von R_{n-1} ausgehend zieht man eine Linie Richtung Polpunkt bis zur Binodale und findet E_{n-1} . Von hier aus verfährt man analog so lange, bis man den Punkt R erreicht. Die Anzahl der Zacken ergibt n_{th} .

In unserem Fall ergeben sich Polpunkte, die sehr weit vom Dreiecksdiagramm entfernt, bzw. wie in Versuch 1 gar nicht vorhanden sind. Somit ist keine grafische Ermittlung der theoretischen Anzahl der Trennstufen möglich.

4 Diskussion der Ergebnisse und Fehlerbetrachtung

4.1 Einfluss des Zulaufverhältnisses

Wie aus den Trendlinien in 11 zu erkennen ist, wird bei gleichbleibender Stufenanzahl aber erhöhtem Lösungsmittel-/Zulaufverhältnis eine höhere Acetonbeladung in der wässrigen Phase erreicht. Die Steigung der Geraden ändert sich praktisch nicht. Dies ist darauf zurückzuführen, dass ja mehr Lösungsmittel verfügbar ist, aber der Vorgang des Stoffübergangs an sich nicht schneller oder gar besser verläuft.

Dieses Ergebnis geht aus den Trendlinien hervor, deswegen sei zu deren Aussagekraft erwähnt, dass diese bereits durch kleine Abweichungen verfälscht werden können.

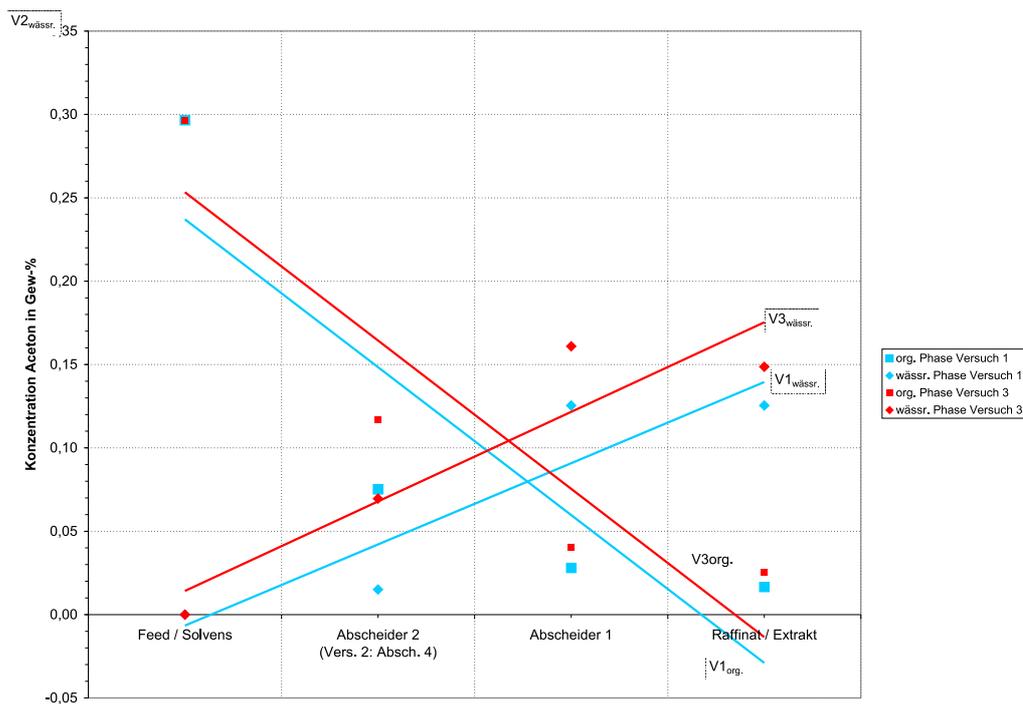


Abbildung 11: Trendlinien zum Konzentrationsprofil

4.2 Einfluss der Stufenzahl

Wie aus den Trendlinien in 12 auf der nächsten Seite zu erkennen ist, wird bei steigender Stufenanzahl die Steigung der Geraden in der wässrigen Phase höher. In der organischen Phase wird

das Gefälle ebenfalls etwas größer.

Erwartungsgemäß ist die Konzentration von Aceton in der wässrigen Phase bei 4 Trennstufen (Versuch 2) höher als bei 2 Trennstufen (Versuch 3).

Dies ist darauf zurückzuführen, dass das Gegenstromprinzip stärker zum Tragen kommt. D.h. der nur noch relativ schwach beladenen organischen Phase kommt direkt mit dem frischen Solvens in Kontakt, was zur Folge hat, dass die Konzentration des Aceton in der wässrigen Phase insgesamt höher ist.

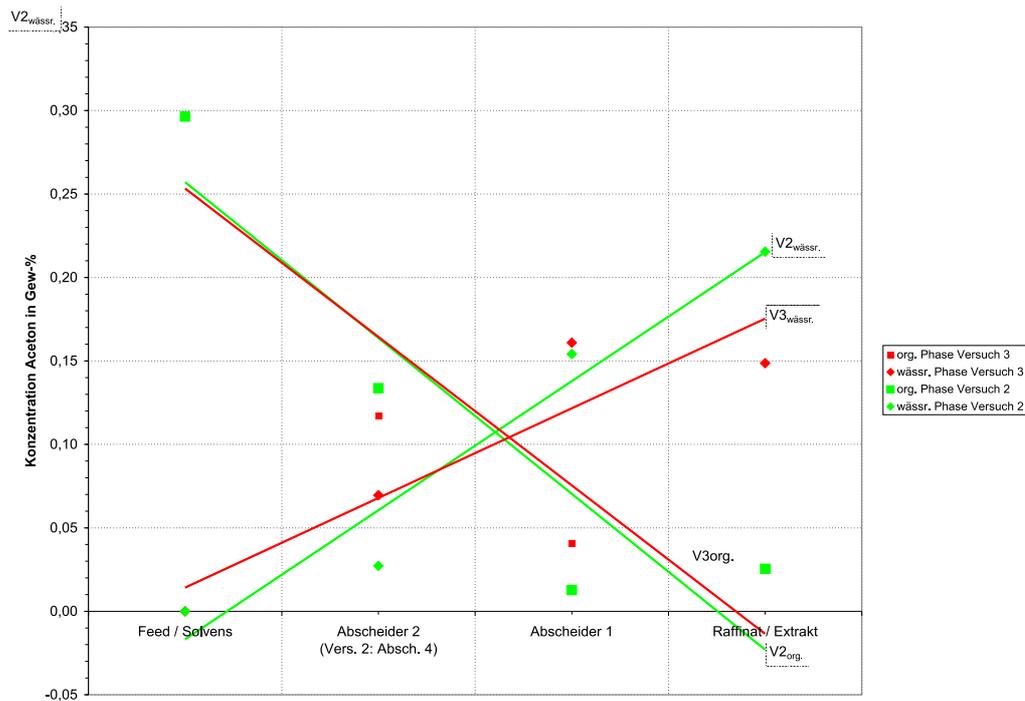


Abbildung 12: Trendlinien zum Konzentrationsprofil

4.3 Vergleich und Beurteilung der verschiedenen Auswerteverfahren

Da im Dreiecksdiagramm eine Auswertung der theoretischen Trennstufen nicht möglich ist, kann diese lediglich aus dem Beladungsdiagramm ermittelt werden. Dabei ergeben sich theoretisch mehr Trennstufen, als praktisch vorhanden sind. Dies führt zu einem Stufenwirkungsgrad $s > 1$, was bedeutet, dass die Anlage effektiver arbeitet, als dies theoretisch möglich ist. Diese Annahme erscheint wenig sinnvoll, so dass man davon ausgehen kann, dass die Ermittlung aus dem Beladungsdiagramm ebenfalls keine verlässlichen Ergebnisse liefert.

Die Ermittlung des minimalen Lösungsmittelstromes ist sowohl über das Dreiecksdiagramm, als auch über das Beladungsdiagramm möglich. Allerdings ergeben sich dabei Werte, die voneinander abweichen.

	Versuch 1	Versuch 2	Versuch 3
\bar{F}	1,692 kg/h	1,071 kg/h	1,046 kg/h
$\bar{S}_{min,Dreiecksd.}$	1,095 kg/h	0,678 kg/h	0,662 kg/h
$v_{min,Dreiecksd.}$	0,647	0,633	0,633
$\bar{S}_{min,Beladungsd.}$	1,602 kg/h	0,981 kg/h	0,958 kg/h
$v_{min,Beladungsd.}$	0,947	0,916	0,916
Abweichung	31,7%	30,9%	30,9%

Tabelle 12: Vergleich der minimalen Lösemittelströme

Auffallend ist, dass die Abweichung des größeren Wertes zum entsprechenden kleineren Wert ca. 30% beträgt. Deshalb ist ein systematischer Fehler bei der Berechnung nicht auszuschließen.

4.4 Fehlerquellen

- Mischer: Unter Umständen werden die Phasen im Mischer nur mangelhaft dispergiert.
- Abscheider: Es ist sehr wahrscheinlich, dass im Abscheider nur eine ungenügende Phasentrennung erfolgt.
- Probenahme: Da nur eine Spritze zur Probenahme aus den Abscheidern vorhanden ist, ist eine saubere Unterscheidung zwischen organischer und wässriger Phase nicht gegeben. Für ein sauberes Ausspülen der Spritze fehlt meist die Zeit, da die zweite Probenahme zeitnah erfolgen soll.
- Refraktometer: Probe enthält leichtflüchtige Bestandteile (Aceton, 1-Heptanol), die durch ihr schnelles Abdampfen die Messwerte massiv verschlechtern. Das Ablesen des Brechungsindex ist den Unsicherheitsfaktor "menschliches Auge unterworfen". Schon eine minimale Änderung des Brechungsindex hat eine verhältnismäßig große Abweichung der Konzentration zur Folge. Das Umrechnen von Brechungsindex auf Konzentration erfolgt grafisch und stellt einen weiteren Unsicherheitsfaktor da.
- Volumenstrommessung: Durch das intervalweise Pumpverhalten muss der Zeitpunkt von Messstart und -ende genau abgepasst werden (deswegen dreimalige Messung des Volumenstroms und anschließende Mittelung).
- Auswertung: Da eine entsprechende Spezialsoftware nicht vorliegt, müssen grafische Auswertungen (Messen von Abständen, z.B. Ermittlung des Mischungspunktes, Ablesen von Konzentrationen aus dem Dreiecksdiagramm) händisch erfolgen. Dies bringt weitere Unsicherheiten mit sich.

4.5 Abschliessender Kommentar

Es muss festgestellt werden, dass die gemessenen Werte nicht den Erwartungen entsprechen bzw. sogar gegenläufige Ergebnisse liefern. Laut Auskunft des Versuchsbetreuers ist dieser Sachverhalt bereits bekannt und wohl auf eine unzuverlässig arbeitende Praktikumsapparatur zurückzuführen. Außerdem sind ungewöhnlich viele Fehlerquellen vorhanden, die sich aber kaum vermeiden lassen.

Zur Sicherheit der durchführenden Studenten sei angemerkt: Bei der Messung mittels Refraktometer ist der Student über die gesamte Versuchsdauer den Dämpfen der organischen Substanzen

schutzlos ausgesetzt. Der MAK-Wert für Aceton beträgt beispielsweise $1200 \text{ mg}/\text{m}^3$. Ob dieser Wert eingehalten wird ist fraglich. Eine Verbesserung der Bedingungen wäre sicherlich durch Arbeiten unter dem Abzug möglich.