



Verfahrenstechnisches Praktikum (22999) am Engler-Bunte-Institut **- Versuch C1 -**

INHALT

1	BESTIMMUNG DER MOLMASSE U. DER MOLANTEILE (C1).....	2
1.1	Molmassenbestimmung von Kohlenstoffdioxid CO₂, durch Wägung, Volumen- und Druckmessung	2
1.1.1	Grundlagen.....	2
1.1.2	Aufgabenstellung	4
1.1.3	Versuchsdurchführung.....	4
1.1.3.1	Auswertung der Ergebnisse	7
1.1.4	Kontrollfragen.....	7
1.2	Herstellung eines Gasgemisches aus Kohlendioxid und Stickstoff und Bestimmung der molaren Anteile (Wägung, Druckmessung und Orsat- Analyse)	8
1.2.1	Grundlagen.....	8
1.2.2	Aufgabenstellung	8
1.2.3	Versuchsdurchführung.....	9
1.2.3.1	Auswertung der Ergebnisse	10
1.2.4	Kontrollfragen.....	11

betreut von:
Dr.-Ing. S. Bajohr
F. Mörs M.Sc.

Geb.: 40.51, R. 307,
Geb.: 40.51, R. 111,

☎ 0721/ 608-48928
☎ 0721/ 608-41273

1 Bestimmung der Molmasse u. der Molanteile (C1)

1.1 Molmassenbestimmung von Kohlenstoffdioxid CO₂, durch Wägung, Volumen- und Druckmessung

1.1.1 Grundlagen

Die Molmasse M eines Stoffes entspricht der Masse von $6,023 \cdot 10^{23}$ Teilchen (= 1 Mol) dieses Stoffes. Sie wird im Allgemeinen in der Einheit g/mol angegeben. Für die Molmasse werden häufig auch die Begriffe "Molgewicht" oder "Molekulargewicht" verwendet. Die Molmassen von Gasen lassen sich aus der Zustandsgleichung der Gase (Gasgesetz) bestimmen. Für **ideale Gase** lautet die Zustandsgleichung:

$$p \cdot V = n \cdot R \cdot T \quad (1)$$

Mit:

p = Druck; $[P] = \text{Pa} = \text{N/m}^2$ V = Volumen; $[V] = \text{m}^3$

n = Molzahl; $[n] = \text{mol}$ (Anzahl der Mole Gas, die im Volumen V eingeschlossen sind)

T = absolute Temperatur; $[T] = \text{K}$

R = Universelle Gaskonstante; $R = 8,314 \text{ J}/(\text{mol}\cdot\text{K})$

Für die Molzahl eines reinen Gases im Volumen V gilt definitionsgemäß:

$$n = m / M \quad (2)$$

Mit:

m = Masse des Gases im Volumen V ; $[m] = \text{g}$

M = Molmasse des Gases; $[M] = \text{g/mol}$

Durch Einsetzen von (2) in (1) folgt:

$$p \cdot V = (m / M) \cdot R \cdot T \quad (3)$$

Wenn p , V , T und m gemessen werden, lässt sich die Molmasse M aus Gleichung (3) bestimmen.

Ideale Gas sind Gase, bei denen ihr Eigenvolumen und die zwischenmolekularen Wechselwirkungen vernachlässigt werden können. Das reale Verhalten wird durch Einfügen des Realgasfaktors Z in die ideale Zustandsgleichung (1) berücksichtigt:

$$p \cdot V = Z \cdot n \cdot R \cdot T \quad (4)$$

Der Realgasfaktor Z ist eine Funktion von der Temperatur und insbesondere vom Druck (siehe Abbildung 1).

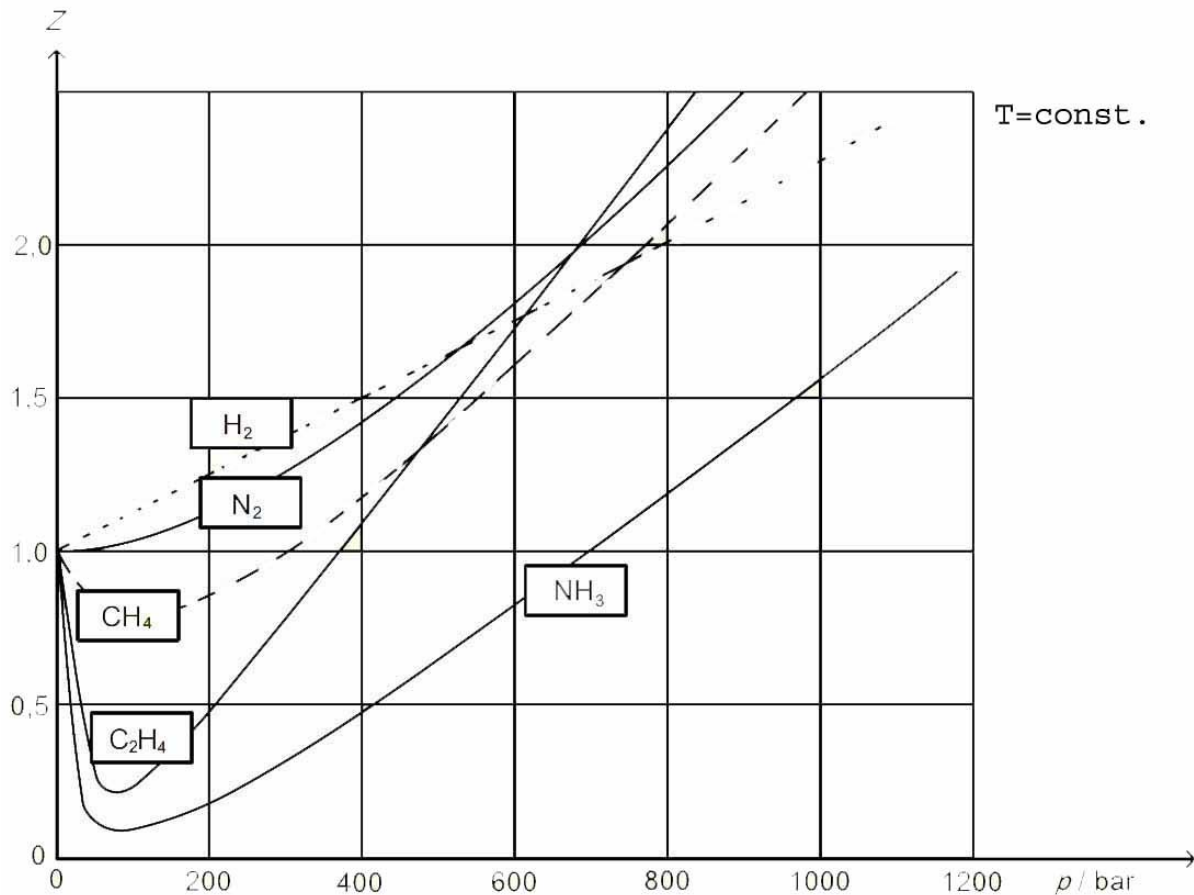


Abb. 1: Realgasfaktor verschiedener Gase

[16.10.09; http://www.chemgapedia.de/vsengine/vlu/vsc/de/ch/1/pc/pc_01/pc_01_04/pc_01_04_01.vlu/Page/vsc/de/ch/1/pc/pc_01/pc_01_04/pc_01_04_03.vscml.html]

Bei Normbedingungen ($T = 273,15 \text{ K}$; $p = 1,013 \text{ bar}$) ist Z für alle Gase ungefähr 1. Das bedeutet, dass für die meisten Gase in der Nähe der Umgebungsbedingungen ideales Verhalten vorausgesetzt werden kann.

Das Theorem der korrespondierenden Zustände besagt, dass sich alle Stoffe in ihrem kritischen Punkt in einem vergleichbaren Zustand befinden. Normiert man die Zustandsgröße auf ihren kritischen Wert (reduzierte Zustandsgröße), so lässt sich damit eine stoffunabhängige Funktion für den Realgasfaktor formulieren.

Die reduzierten Zustandsgrößen lauten:

$$T_r = \frac{T}{T_{kr}} \quad (5) \quad \text{und} \quad p_r = \frac{p}{p_{kr}} \quad (6)$$

Abbildung 2 zeigt eine für die Praxis hinreichend genaue Übereinstimmung der Abschätzung mit real gemessenen Werten.

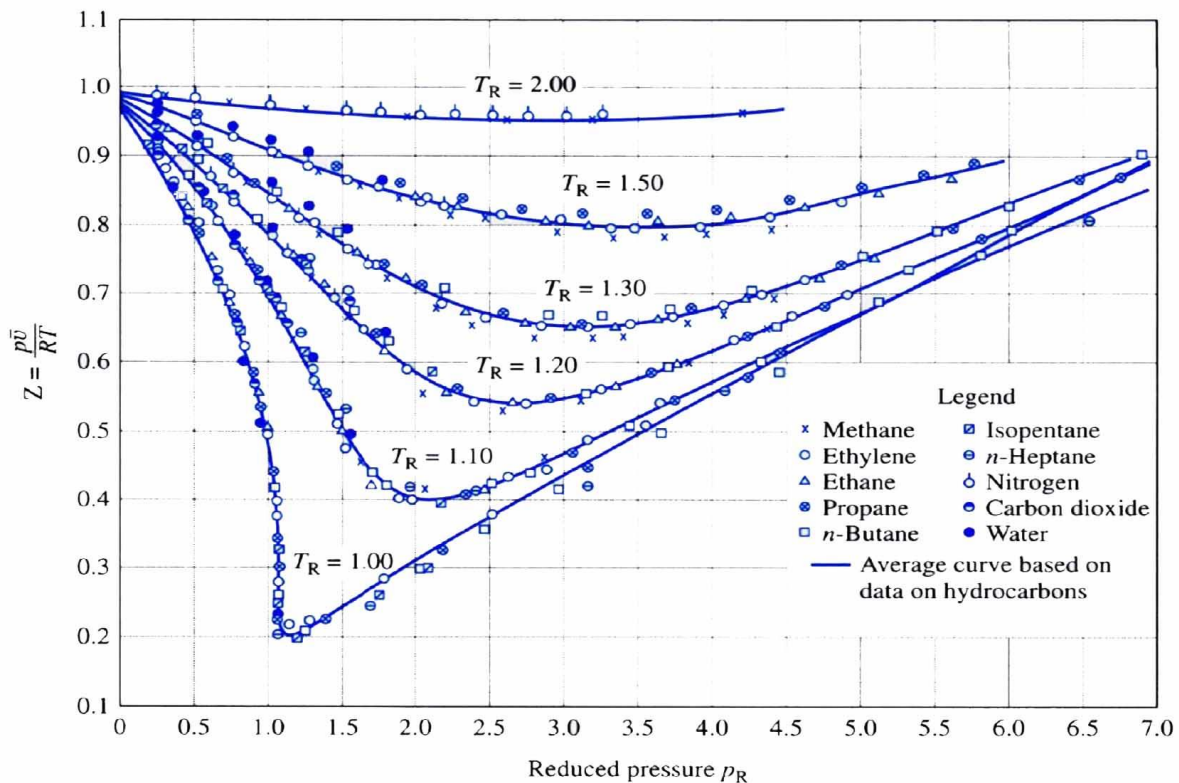


Abb. 2: Realgasfaktor als Funktion der reduzierten Größen T_r u. p_r
 [Gour-Jen Su, "Modified Law of Corresponding States", Ind. Eng.Chem., (international. ed.) 38 (1946), p. 803]

1.1.2 Aufgabenstellung

Die Molmasse von Kohlenstoffdioxid (CO_2), ist mit Hilfe der idealen Gasgleichung zu ermitteln.

1.1.3 Versuchsdurchführung

In Abbildung 3 ist das Fließbild der Versuchsanordnung dargestellt. In der Kohlenstoffdioxidvorratsflasche liegt das Kohlenstoffdioxid als Flüssigkeit vor und steht bei 20 °C unter einem Druck von $57,25\text{ bar}$.



Um einen sicheren Ausgangszustand festzustellen, sind zuerst alle Ventile zu schließen.



Am Feinmessmanometer (PI 3) darf niemals Vakuum angelegt werden, da es sonst zerstört wird.

Die Probenahme flasche wird nun mit der Vakuumpumpe evakuiert. Hierbei sind alle Ventile mit Ausnahme der Ventile (V-10), (V-16), (V-17), (V-18) und (V-32) geschlossen zu halten.



Die Vakuumpumpe darf nur bei geschlossenem Kugelhahn an der Vakuumpumpe (V-32) eingeschaltet werden.

Der Druckabfall ist am Vakuummanometer (PI 4) zu beobachten. Nach Erreichen eines stationären Wertes wird das Ventil (V-16) geschlossen.



Vor dem Abschalten der Vakuumpumpe werden (Manometer beobachten!) die Ventile V-17, V-18 und V-32 geschlossen um eine Rücklaufen der Betriebsflüssigkeit aus der Vakuumpumpe in die Anlage zu verhindern.

Das Ventil (V-16) wird geschlossen und die Probenahmeflasche wird abgeschraubt und gewogen. Nachdem die Probenahmeflasche wieder angeschraubt ist, wird nochmals evakuiert. Anschließend werden die Ventile (V-17, V-18, V-32) geschlossen.

Bei geschlossenen Ventilen (V-17) und (V-18) wird die Probenahmeflasche mit Kohlenstoffdioxid über das Ventil V-6 und V-8 bis zu einem Druck von ca. 40 bar gefüllt. Der Druck wird am Feinmessmanometer (PI3) abgelesen.

Danach wird die mit CO₂ gefüllte Probenflasche wieder gewogen. Die eingeschlossene CO₂-Masse ergibt sich als Differenz der ermittelten Gewichte.

Nach der Öffnung der Ventile (V-16), (V-14) und anschließend (V-13) und vorsichtigem Öffnen des Nadelventils (V-15) strömt das CO₂ über die Gasuhr (FI 7), die das ausgeströmte Gasvolumen misst, aus. Die Gastemperatur wird am Austritt aus dem Gaszähler mit einem Thermometer (TI 9) gemessen.

Nachdem das Kohlendioxid ausgeströmt ist, muss die Probenahmeflasche nochmals gewogen werden, um die ausgeströmte Gasmasse zu ermitteln.

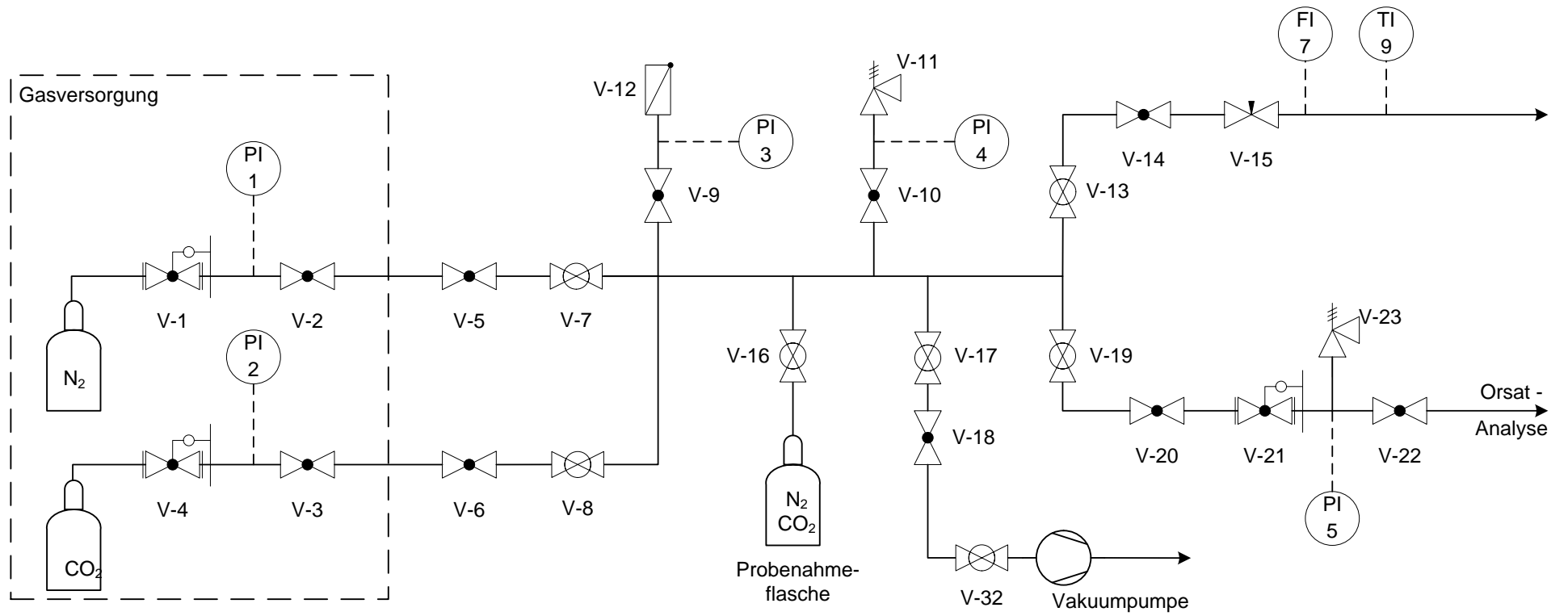


Abb. 3: Fließbild der C1-Versuchsanlage

1.1.3.1 Auswertung der Ergebnisse

- a) Berechnen Sie aus den gemessenen Größen und der universellen Gaskonstante die Molmasse von Kohlendioxid.
- b) Berechnen Sie das Volumen der Probennahmeflasche einmal mittels der Zustandsgleichung für ideale Gase (Gl. 1) und einmal mittels der vorgestellten Realgasgleichung (Z-Diagramm findet sich im Anhang).

1.1.4 Kontrollfragen

1. Wie viele Teilchen sind ein Mol?
2. Aus welcher Zustandsgleichung kann die Molmasse eines idealen Gases bestimmt werden?
3. Was bedeutet "Ideales Gas" (Modellvorstellung)?
4. Berechnen Sie das Molvolumen eines idealen Gases im Normzustand!
5. Wie wird das reale Verhalten eines Gases berücksichtigt?
6. Interpretieren Sie die Kurvenverläufe in Abbildung 1!
7. Wie und bei welchem Druck liegt Kohlenstoffdioxid in unseren Breiten in der Flasche vor?
8. Beschreiben Sie den Versuchsablauf (nur den "Roten Faden")!
9. Welcher Druck wird am Feinmessmanometer angezeigt?

1.2 Herstellung eines Gasgemisches aus Kohlendioxid und Stickstoff und Bestimmung der molaren Anteile (Wägung, Druckmessung und Orsat- Analyse)

1.2.1 Grundlagen

In Mischungen idealer Gase addieren sich die Partialdrücke p_i der einzelnen Komponenten zum Gesamtdruck p (Gesetz von Dalton) und die Molzahlen n_i zur Gesamtmolzahl n . Für Gasmischungen lässt sich Gleichung (1) damit erweitern:

$$(p_1 + p_2 + \dots) \cdot V = (n_1 + n_2 + \dots) \cdot R \cdot T \quad (1a)$$

und Gleichung (3) zu:

$$(p_1 + p_2 + \dots) \cdot V = (m_1/M_1 + m_2/M_2 + \dots) \cdot R \cdot T \quad (3a)$$

Die molaren Anteile x_i eines Stoffgemisches, auch Molenbrüche genannt, werden wie folgt definiert:

$$x_i = \frac{n_i}{\sum n_i} = \frac{(m_i/M_i)}{\sum(m_i/M_i)} \quad (7)$$

Für ideale Gase lassen sich die Molenbrüche auch darstellen als:

$$x_i = \frac{p_i}{\sum p_i} = \frac{p_i}{p} \quad (\text{abgeleitet aus dem Gesetz von Dalton}) \quad (8)$$

$$x_i = \frac{V_i}{\sum V_i} = \frac{V_i}{V} \quad (9)$$

Soll eine Gasmischung bestimmter Zusammensetzung hergestellt werden, so können die Gase nacheinander in ein Volumen V eingepresst und die Partialdrücke p_i gemessen werden.

Eine andere Möglichkeit besteht darin, verschiedene Volumina V , mit einem Gas bis zu einem Druck p zu füllen und die Volumina V dann zu verbinden. Im Laufe der Zeit vermischen sich dann die Gase. Die Messung von Partialvolumina zur Bestimmung der molaren Anteile wird bei der Orsat-Analyse ausgenutzt, bei der die einzelnen Gaskomponenten nacheinander durch Absorption in möglichst selektiv absorbierenden Lösungsmitteln aus dem Gas entfernt werden.

1.2.2 Aufgabenstellung

In einer Probenahmeflasche soll ein Gemisch mit einem CO_2 -Molanteil von $x_{\text{CO}_2} = 25\%$ und einem N_2 -Molanteil von $x_{\text{N}_2} = 75\%$ hergestellt werden. Der Gesamtdruck

soll 80 bar betragen. Durch Druckmessung, Wägung der Druckflasche und Orsat-Analyse sollen die Molenbrüche bestimmt werden.

1.2.3 Versuchsdurchführung

Die Probenahmeflasche (Siehe Fließbild in Abb. 3) wird mit CO_2 , bis zu einem Druck von 20 bar gefüllt und gewogen. Anschließend wird N_2 bis zu einem Gesamtdruck von 80 bar aufgedrückt und die Flasche nochmals gewogen.

Nun wird die Flasche umgekehrt in die Halterung zurückgestellt und mindestens 30 min gewartet, bis sich die Gase vermischt haben; danach erfolgt die Analyse mit dem Orsat-Gerät, das in Abbildung 4 dargestellt ist.

Der Orsat-Analysator wird zunächst gasfrei gemacht und anschließend mit dem Gas aus der Probenahmeflasche über einen Druckminderer und einen Silikonschlauch beschickt. (siehe Beschreibung unten)



Der Druckminderer ist bei geschlossenem Ventil V-22 so einzustellen, dass sich nur ein sehr geringer Entnahmedruck ergibt (ca. 100 mbar). Die Einstellung darf nur bei Anwesenheit der Aufsichtsperson durchgeführt werden!

Beschreibung des Orsat-Analysators

Im Niveaugefäß (3) befindet sich angesäuertes Wasser, welches die Funktion einer Sperrflüssigkeit hat. Da es sich bei CO_2 , um ein "saures Gas" handelt, wurde die Sperrflüssigkeit angesäuert, um die CO_2 -Löslichkeit möglichst weit herabzusetzen.

Zunächst wird die Messburette (2) mit Sperrflüssigkeit gefüllt. Hierzu wird das Niveaugefäß (3) angehoben und das Gas aus der Messburette über den Dreiweghahn (b) in die Umgebung abgelassen. Ist die Burette gefüllt, wird der Hahn (b) geschlossen.

Koppeln Sie anschließend über beide Hähne (a) u. (b) die Messburette (2) mit dem Absorptionsgefäß (1).

Lassen Sie nun die Sperrflüssigkeit aus der Burette (2) in das Niveaugefäß (3) zurückfließen. Dadurch wird die im Vorratsgefäß (4) vorliegende Kalilauge in das Absorptionsgefäß (1) gesaugt. Ist das Gefäß (1) gasfrei, wird der Hahn (a) geschlossen.

Wie bereits zuvor wird das Gas aus der Messburette (2) über den Hahn (b) in die Umgebung abgelassen und erneut mit Sperrflüssigkeit gefüllt. Die Gefäße (1) und (2) sollten nun beide gasfrei sein.

Nun wird die Bürette (2) mit dem Gas aus der Probenflasche über den Druckminderer (eingestellten Entnahmedruck vorher testen) gefüllt.

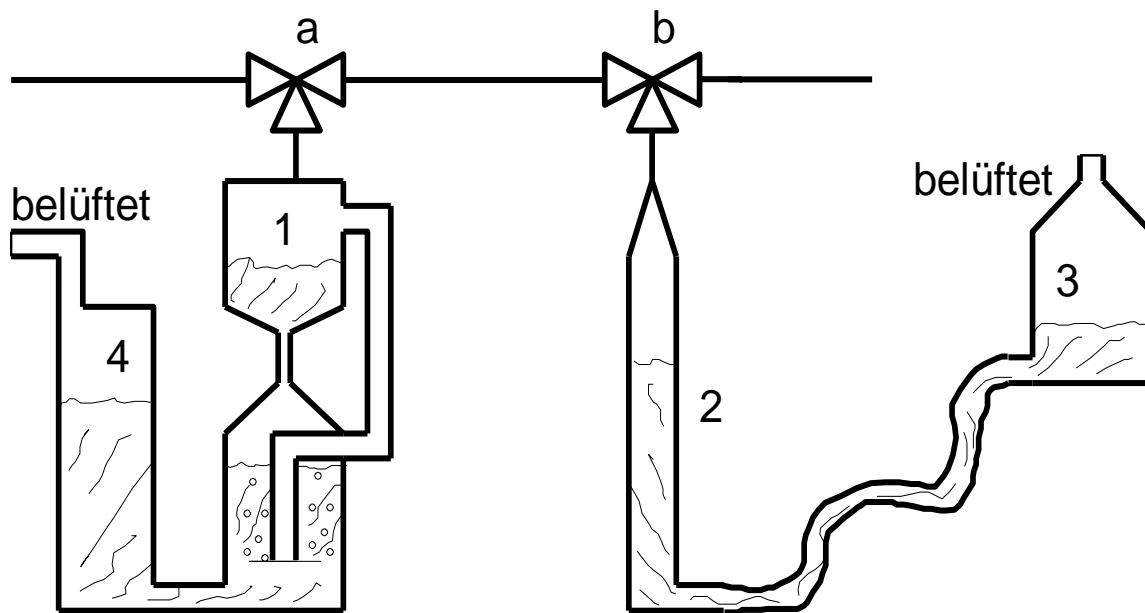
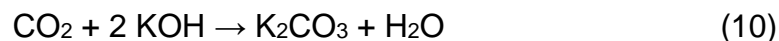


Abb. 4: Orsat-Analysator

In der Bürette (2) sollen ca. 100 ml des Probegases bei Umgebungsdruck vorliegen. Zum richtigen Ablesen müssen der Flüssigkeitsspiegel in der Bürette (2) und im Niveaugefäß (3) auf gleicher Höhe sein.

Durch Umstellen der Dreiwegehähne (a) und (b) und Heben des Niveaugefäßes (3) wird das Gasvolumen in das Absorptionsgefäß (1) gedrückt. Dort sprudelt es, durch den Sprudelkopf in kleine Gasblasen zerteilt, durch die Kalilauge.

Dabei läuft folgende Reaktion ab:



Danach wird das Restgas in die Messbürette zurückgesaugt. Dieser Vorgang wird solange durchgeführt (ca. dreimal), bis das CO_2 vollständig absorbiert ist und keine Volumenänderung mehr festgestellt werden kann (Anmerkung: Stickstoff reagiert nicht mit Kalilauge und wird daher nicht absorbiert).

1.2.3.1 Auswertung der Ergebnisse

Berechnen Sie den Molenbruch x_{CO_2} nach den im Versuch vorgestellten Methoden.

Angaben zu Versuch 1.2

Die Molmasse von Stickstoff N_2 beträgt ca. 28 g/mol.

Für Kohlenstoffdioxid (CO_2) ist die aus Versuch 1.1 ermittelte Molmasse einzusetzen.

1.2.4 Kontrollfragen

1. Wie ist der Molenbruch definiert?
2. Wie lautet das Gesetz von Dalton?
3. Mit welchen Methoden können Molenbrüche in Gasgemischen bestimmt werden?
4. Welche Methode ist am genauesten?
5. Wie funktioniert die Orsat-Analyse?
6. Welche Reaktion läuft bei der Absorption von CO_2 in Kalilauge ab?
7. Wird Stickstoff in Kalilauge absorbiert?

