

5.1.2. Rührzelle

Vergleichende Untersuchungen zur reaktionsgekoppelten Einzeltropfenextraktion wurden in einer Rührzelle gemäß Abb.5.4. mit dem Stoffsystem Xylol/Wasser und Phenol als Übergangskomponente durchgeführt. Als Reaktionskomponente in der wässrigen Phase wurde wiederum NaOH eingesetzt. Der Reaktivextraktionsprozess wurde wiederum mit dem rein physikalischen Stofftransport verglichen. Der experimentelle Teil der Untersuchungen geht auf eine Arbeit von Bumbullis zurück (16).

Die verwendete Rührzelle ist im wesentlichen eine Kopie des von Nitsch entworfenen Apparates (24), der auf dem Gebiet der Kopplung von Stoff- und Wärmeübergang und Fluidodynamik in Rührzellen die wohl umfangreichsten Untersuchungen vorgelegt hat (25,26). Insbesondere hat er sich eingehend mit Stoffübergangshemmungen durch grenzflächenaktive Materialien befaßt (27,28).

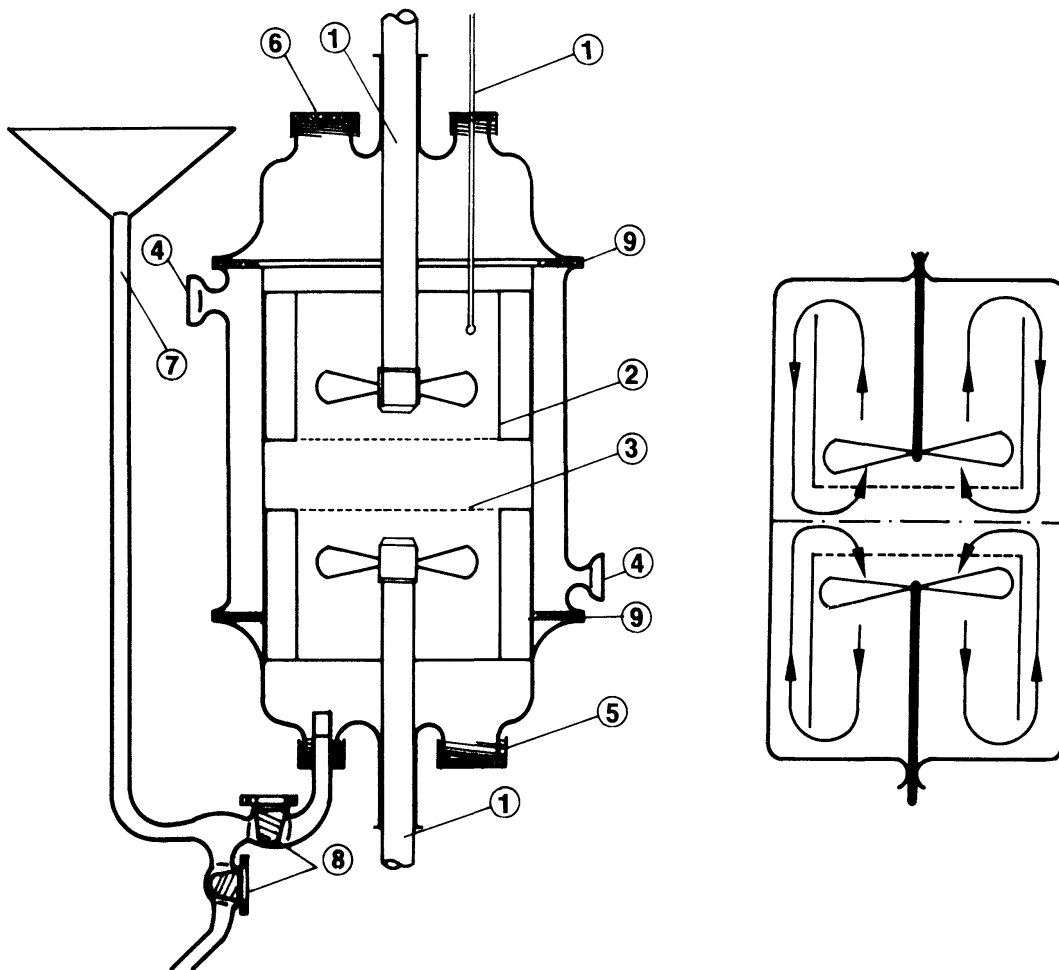


Abb.5.4.: Rührzelle zur experimentellen Untersuchung der Reaktiextraktion

- | | |
|-----------------------------------|----------------------------------|
| 1 Rührer | 2 Strömungsumlenkbleche |
| 3 Sieb | 4 Thermostatisierung |
| 5 Probenahmestutzen, untere Phase | 6 Probenahmestutzen, obere Phase |
| 7 Einfülltrichter | 8 Ventile |
| 9 Dichtung | |

Stoffübergangsmessungen in einer Rührzelle erfordern höchste Anforderungen an die Sauberkeit der verwendeten Apparatur als auch an die Reinheit der verwendeten Chemikalien, denn anders als bei Messungen an Einzeltropfen, deren Grenzfläche zum umgebenden Medium bei der Tropfenbildung jedesmal erneuert wird, bleibt in der Rührzelle die Grenzfläche über längere Zeit unverändert erhalten. Grenzflächenaktive Stoffe können somit die Phasengrenzfläche verunreinigen und damit den Stoffübergang negativ beeinflussen, was sich in einer Verminderung des Stoffdurchgangskoeffizienten ausdrückt.

Nach jeder Messung muß die Rührzelle komplett auseinandergelöst werden. Man reinigt gründlich mit Aceton und destilliertem Wasser und läßt schließlich über Nacht in DECONEX-Lösung stehen. Vor der erneuten Verwendung wird wiederum mit viel destilliertem Wasser und nochmals mit Aceton gespült. Xylol wird einmal rektifiziert, Wasser in einer Quarzbidestillationsapparatur gereinigt.

Der Stoffübergang mit und ohne Reaktion wird isotherm bei 20°C gemessen. Eine Probenahme aus der Rührzelle ist über hierfür vorgesehene Stutzen möglich. Die Rührerdrehzahlen werden in Abhängigkeit der beiden Phasen so eingestellt, daß sich die Drehzahlen verhalten wie die kinematischen Viskositäten von Wasser und Xylol. In beiden Phasen liegen dann ähnliche fluid-dynamische Zustände vor, die Reynoldszahlen sind identisch. Für das Stoffsystem Wasser/Xylol resultiert so ein Drehzahlverhältnis von 1,38. Beide Rührer werden mit einem elektronischen digitalanzeigenden Drehzahlmesser überwacht. Die Konzentrationsbestimmung des in die wässrige Phase übergegangenen Phenols erfolgte durch Probenahme zu diskreten Zeitpunkten und photometrischer Analyse bei 270 nm.