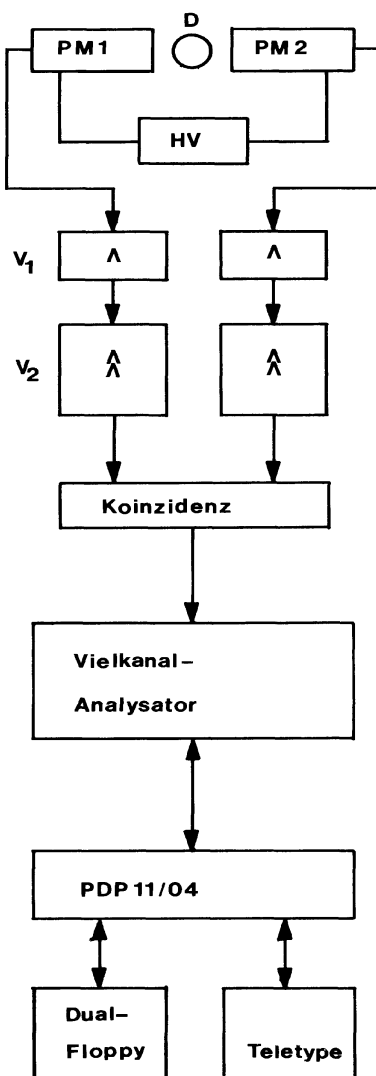


5.3. Elektronische Datenerfassung und -Verarbeitung

Bei den Untersuchungen zur Einzeltropfenreaktivextraktion in der Kreislaufapparatur fielen pro Meßreihe etwa 1000 Meßwerte an. Diese Datenmenge macht eine automatische Datenerfassung und -Verarbeitung erforderlich.

5.3.1. Meßelektronik

Für flüssigszintillationsmeßtechnische Stoffübergangsuntersuchungen benötigt man eine Messanordnung, die im wesentlichen aus dem Detektor, einer nachgeschalteten Impulsformung und Verstärkung der Impulserfassung und Abspeicherung sowie einem angekoppelten Prozeßrechner zur direkten Bearbeitung der Daten besteht. Das zugehörige Fließschema zeigt Abb.5.10. Aufgrund der heutigen schnelleren und preiswerteren Erfassungselektronik und Messdatenverarbeitung sollten Ergebnisse mit erheblich reduziertem Kostenaufwand erzielbar sein.



D : Strömungskanal mit Düse

PM: Photomultiplier RCA 4523

HV: Hochspannungsversorgung

Vorverstärker:

Canberra Photomultiplier-Base
Preamplifier 2007P

Hauptverstärker: Ortec 490 B

Koinzidenz: Ortec 418 A

Vielkanalanalysator Ortec 6240 B

Vorverstärker-Ausgang:

Unipolare positive Impulse linear
proportional der Ladung an der
PM -Anode

Anstiegszeit 20 ns

Decay time constant 50 µs nominal 93

Ladungsempfindlichkeit 4,5 mV/picocoulomb

Hauptverstärker:

Eing.: Vorverst.-Ausgang

Ausg.: +5V-Normimpulse

Rechner: PDP 11-04

Floppy-Laufwerk: AED 3100 LP

Terminal: Teletype

Abb.5.10: Elektronische Signalverarbeitung und Datenerfassung

Als Detektor dienen zwei gegenüberliegende Photomultiplier, deren Ladungsimpulse nach Impulsformung und -Verstärkung einer Koinzidenzeinheit zugeführt werden. Nicht koinzidente Signale,

die vom termischen Rauschen der Photokathode herrühren, werden hier eliminiert. Koinzidente Impulse werden in +5V-Rechtecksignale mit einer Impulsdauer von 500 nsec überführt. Der Vielkanal-Analysator sammelt die einfallenden Impulse für ein vorgegebenes Zeitintervall und speichert die Impulsraten in sequentielle Kanäle ab (Speicherplätze). Als Meßgröße erhält man somit eine Impulsratenzeitfunktion für äquidistante Zeitabschnitte. Jede Meßreihe enthält etwa 1000 Meßpunkte. Diese gemessene Impulsratenfunktion bildet die eigentlichen Rohdaten, die mit Hilfe eines Prozeßrechners auf Massenspeicher abgelegt werden können. Andererseits erlaubt der Prozeßrechner die direkte Verarbeitung der gemessenen Impulsratenfunktion, ihre Überführung in eine Konzentrations/Zeitfunktion und aus letzterer die Berechnung der Stoff übergangsparameter.

5.3.2. Verarbeitung der Rohdaten

Durch die Möglichkeit zur schnellen Auswertung der Meßdaten wird die Effizienz der aufwendigen experimentellen Untersuchungen ganz drastisch verbessert, da unbrauchbare Meßreihen als solche sofort erkannt und die Versuchsplanung entsprechend korrigiert werden kann. Zur flexiblen Datenmanipulation und Früherkennung von Meßfehlern wurde ein umfangreiches Softwarepaket mit dem Namen "BUSY" entwickelt, mit dem auch Input/Output-Operationen zwischen Vielkanal-analysator und Prozeßrechner ausgeführt wurden. Die Optionen von BUSY sind nachstehend beschrieben:

Routine	Funktion
BUSY	Hauptprogramm mit Unterprogrammaufrufen zur Verarbeitung von äquidistanten und nichtäquidistanten Meßwerten
IPE	Interpolation/Extrapolation, parabolisch
DLN	Differenzieren; parabolisch nach Logarithmierung
ITG	Integration
ZCH	Zeichnen
AUS	Ausgeben von Daten; Floppy Disk, Teletype
MMS	Minimum/Maximum-Suche
MOM	Statistische Momente
GAP	Glätten; parabolisch, 3 bis nnn Punkte
DIP	Differenzierungen; 3 bis nnn Punkte
LOP	Lineare Operation
BVD	Beschneiden und Verdünnen von Daten
LRA	Lineare Regression
ATD	Austausch von Daten
UDR	Umkehr der Reihenfolge
MOP	Funktionsoperationen; Testfunktionen
DSP	Datensichtkontrolle auf MCA-Schirm
EIN	Einlesen von Daten; MCA, Floppy Disk, Teletype

Das Programmpaket war so organisiert, daß neben dem rufenden Hauptprogramm BUSY lediglich die gerade benötigte Unteroutine kernspeicherresident ist (overlay-file Struktur). Hierdurch war es möglich, das Programm selbst in kleinere Computer zwischen 16 bis 24 kB RAM zu laden. Diese Softwareanforderung ist heute naturgemäß ohne Bedeutung.

Durch die stapelweise Abarbeitung des Datenmanipulationsprogramms BUSY in Kombination mit Programmen, die die Impulsratenzeitfunktion in eine Konzentrations-Zeitfunktion umrechnen sowie aus dem Konzentrations/Zeit-Verlauf die Stoffdurchgangskoeffizienten und Molenstromdichten in Abhängigkeit von der Extraktionszeit berechnen sowie die Ergebnisse in übersichtlicher Form darstellen, müssen pro ausgewerteter Meßreihe lediglich jeweils etwa 5 von 150 Parametern geändert werden. Hierdurch wird eine sinnvolle automatische Stapelverarbeitung der Daten erst

ermöglicht. Für die Auswertung einer Meßreihe im interaktiven Betrieb werden zwischen 2-3 Stunden benötigt, die Änderung der Parameter in der Befehlsabfolge des Stapeljobs zwischen 1-2 Minuten. Die zur Auswertung benötigte Rechenzeit auf der PDP 11/04 beträgt etwa 20 Min. Die Rohdaten werden zunächst durch abschnittsweise definierte Glättungsparabeln über 75-201 Punkte geglättet, dann wird die Nullrate subtrahiert, danach wird durch die maximale Zählrate I_0 dividiert. I_0 ist die Nutzrate ohne gelöste Übergangskomponente.

Bei allen Einzeltropfenreaktivextraktionsuntersuchungen mit der Stoffübergangsrichtung disperse Phase => kontinuierliche Phase wird I_0 gegen Ende der Extraktion, d.h. bei großen Extraktionszeiten erreicht. Die relative Zählrate wird im Anschluß daran in eine Konzentration umgerechnet. Da prinzipiell nicht jede Meßreihe hinsichtlich aller möglichen Modelle aufgrund des nicht zu bewältigenden Aufwandes durchleuchtet werden kann, wird standardmäßig die Molenstromdichte sowie der totale Stoffdurchgangskoeffizient gemäß Zweifilmtheorie ausgerechnet. So wird in allen Fällen für Extraktionen mit gekoppelter Reaktion als auch ohne Reaktion verfahren. Treten beim Vergleich der Stoffdurchgangskoeffizienten mit und ohne Reaktion Unterschiede auf, so wird versucht, diese durch geeignete Modelle zu erklären. Es bleibt anzumerken, daß alle Meßreihen standardmäßig verglichen wurden, um so evtl. auftretende Besonderheiten im Hinblick auf die Transport/Reaktionskopplung aufzuspüren. Die Molenstromdichte ergibt sich definitionsgemäß zu

$$j_d = \frac{1}{F} \cdot v_d \cdot \frac{dc_d}{dt} = \frac{r_T}{3} \cdot \frac{dc_d}{dt} \quad (5.3.)$$

Der totale Stoffdurchgangskoeffizient wird aus Gl.5.3. durch Division durch die momentane mittlere Konzentration der Übergangskomponenten im Tropfen erhalten. Im Anschluß daran kann der so erhaltene Stoffdurchgangskoeffizient gemäß verschiedener Modelle interpretiert werden. In Anlehnung an die Zweifilmtheorie ergibt sich beispielsweise

$$k_t = \frac{1}{\frac{1}{k_d} + \frac{H}{k_c}} \quad (5.4.)$$

Gl.(5.4.) wird erhalten durch Kombination von Gl.(3.2.50a) mit (3.2.50b). Ob k_c , k_d oder k_t einem rein physikalischen Transportprozeß zuzordnen sind oder Parameter eines Reaktivextraktionsprozesses sind, ergibt sich aus den Randbedingungen des Experiments.

Symbole

c	Konzentration	(mol/cm ³)
D	Diffusionskoeffizient	(cm ² /s)
F	Phasengrenzfläche	(cm ²)
H	Verteilungskoeffizient bei Gleichgewicht c_d/c_c	(-)
j	Molenstromdichte	(mol/cm ⁻² /s)
\bar{k}_t	mittlerer Stoffdurchgangskoeffizient	(cm/s)
k_t	momentaner Stoffdurchgangskoeffizient	(cm/s)
k	Stoffübergangskoeffizient	(cm/s)
l	Tropfenfallstrecke	(cm)
r_T	Tropfenradius	(cm)
s	Verhältnis der effektiven Diffusionswege c.P./d.P.	(-)
t	Zeit	(s)
u_t	Relativgeschwindigkeit d.P./c.P.	(cm/s)
V	Volumen	(cm ³)
\dot{V}	Volumenstrom für Tropfenbildung	(cm ³ /s)
W_d	relativer dynamischer Transportwiderstand der dispersen Phase	(-)

Indices

c	kontinuierliche Phase
d	disperse Phase
o	Anfangs-
e	End-

Literatur

1. Bumbullis, W.; Schwerpunktspraktikum, Inst. f. Techn. Chemie der UNI Hannover, (1977)
2. Halwachs, W.; Howind, H.R.: Int.J.Heat Mass Transfer, 22, 488 (1979)
3. Reschke, M.; Diplomarbeit, Institut für Technische Chemie der UNI Hannover, (1980)
4. Wellek, R.M.; Brunson, R.J.: Canad.J.Chem.Eng., 53, 150 (1975)
5. Mensing, W.; Schügerl, K.: Chem.Ing.Tech., 42 (12), 837 (1970)
6. Streicher, R.; Schügerl, K.: Chem.Eng.Sei., 32, 23 (1977)
7. Zimmermann, V.; Halwachs, W.; Schügerl, K.: Chem.Ing.Tech. 52 (3), 259 (1980)
8. Zimmermann, V.; Halwachs, W.; Schügerl, K.: Proceed.Intern. Solv.Extraction Conf., Liege, 80-18 (1980)
9. Zimmermann, V.; Halwachs, W.; Schügerl, K.: Chem.Eng.Comm., 7, 95 (1980)
10. Schügerl, K.; Dimian, A.: Chem.Eng.Sei., 35, 963 (1980)
11. Streicher, R.: Dissertation, UNI Hannover (1975)
12. Brauer, H.; Mewes, D.: Stoffaustausch einschließlich chemischer Reaktionen, Verlag Sauerländer, Aarau/Frankfurt (1971)
13. Röhm & Haas Comp., Philadelphia; Amberlite/LA-2, technical notes
14. Hänsel, R.; Schlichting, E.: Diplomarbeit, Inst.f.Techn. Chemie d. UNI Hannover, (1981)
15. Reschke, M.: Diplomarbeit, Inst.f.Technische Chemie, UNI Hannover, (1980)
16. Bumbullis, W.: Schwerpunktspraktikum, Inst.f.Technische Chemie, UNI Hannover, (1977)
17. Li, N.N.: US-Patent 3,410,794 (1968)
18. Völkel, W.; Halwachs, W.; Schügerl, K.: J.Membr.Sci., 6, 19 (1980)
19. Halwachs, W.; Schügerl, K.; Chem.Ing.Tech., 50 (10), 767 (1978)
20. Halwachs, W.; Flaschel, E.; Schügerl, K.; J.Membr.Sci., 6, 33 (1980)
21. Halwachs, W.; Völkel, W.; Schügerl, K.: Proceedings Intern. Solvent Extraction Cont., Liege (1980)
22. Halwachs, W.; Völkel, W.; Brunner, G.; Schügerl, K.: Proceedings Intern. Symp. of Artificial Liver Support, Celle (1980)
23. Arndt, M.; Halwachs, W.; Schügerl, K.: Biomed.Techn. 25, 278 (1980)
24. Nitsch, W.; Raab, M.; Wiedholz, R.: Chem.Ing.Tech. 45 (16), 1026 (1973)
25. Nitsch, W.; Kruis, B.: J.Inorg.Nucl.Chem., 40, 857 (1978)
26. Nitsch, W.; Kähni, J.G.: Ger.Chem. Eng., 3, 96 (1980)
27. Nitsch, W.; Weber, G.: Chem.Ing.Tech., 48(8), 715 (1976)
28. Nitsch, W.; Heck, K.D.: Wärme und Stoffübertragung, 9, 53 (1976)