

Aufnahme einer Durchbruchskurve von Aktivkohle

Versuchsziele

- Einen Versuch zur Adsorption durchführen
- Lernen, wie man Wasser aufbereiten, also säubern kann
- Aktivkohle als Adsorptionsmittel kennenlernen.
- Die Beladungsgrenze von Aktivkohle experimentell ermitteln.
- Zusammenwirken von Adsorption und Stofftransport erkennen.

Grundlagen

Für die Reinigung von Gasen und die Trennung von flüssigen Stoffgemischen wird sich häufig die Adsorption zu Nutzen gemacht. Dieses Verfahren wird in der Umwelttechnik angewandt, um Abgase zu reinigen oder Abwasser aufzubereiten. Dabei bildet ein Feststoff das Adsorptionsmittel (Adsorbens). Der Stoff, der aus dem Gemisch herausgefiltert werden soll, also der zu adsorbierende Stoff wird als Adsorptiv bezeichnet. Der Adsorbant ist der bereits angelagerte Stoff.

Unterschieden wird die Adsorption in Physisorption und Chemisorption. Bei der Physisorption liegen Van-der-Waals Kräfte der Anlagerung an dem Feststoff zu Grunde. Außerdem kommt es hierbei zu keiner Veränderung der chemischen Struktur des Adsorbanten oder des Adsorbens. Bei der Chemisorption hingegen gleicht die Stärke der Bindung an das Adsorbens denen einer chemischen Bindung. Die Anlagerung ist dabei nur in einer Monoschicht möglich, da es sonst zu keiner Bindung kommen kann. Weiterhin kann es zu Zerfall des adsorbierten Teilchens durch die Bindung an die Oberflächentome kommen.

Häufig genutzte Adsorptionsmittel sind Aktivkohle und Molekularsiebe. Adsorptionsmittel weisen immer nur eine bestimmte Beladungsgrenze auf. Diese ist von verschiedenen Faktoren abhängig, z.B. Molekülgröße und Struktur der Moleküle, die adsorbiert werden sollen. Auch Eigenschaften des Adsorptionsmittels selbst bestimmen die Beladungsgrenze, z.B. innere Oberfläche oder Menge an Adsorptionsmittel.

Adsorptionsmittel können nicht unbegrenzt adsorbieren. Ein Filter verliert seine filtrierenden Eigenschaften, wenn das Maximum eines zu adsorbierenden Stoffes erreicht ist. Dann kommt es zum sogenannten Durchbruch. Mit dem Durchbruch weist das Filtrat die gleiche Konzentration auf, wie die zu filtrierende Lösung. Ein solcher Durchbruch kann mit einer Durchbruchskurve ermittelt werden. Diese ist für jedes Stoffpaar (Adsorptionsmittel und Adsorptiv) anders.

In diesem Versuch soll die Durchbruchskurve von Indigocarmin an Aktivkohle ermittelt werden. Dazu wird eine Indigocarminlösung auf Aktivkohle gegeben. In definierten Abständen wird die Extinktion des Filtrats mit einem Photometer gemessen, bis diese wieder den Ausgangswert der unfiltrierten Lösung annimmt.



Abb. 1: Versuchsaufbau.

Gefährdungsbeurteilung

Ethanol ist leicht entzündlich. Deswegen nicht in der Nähe von Brandquellen arbeiten!

| Indigocarmin | |
|--|--|
|  Signalwort: Achtung | Gefahrenhinweise H302 Gesundheitsschädlich bei Verschlucken. Sicherheitshinweise P330 Mund ausspülen. P301+P312 BEI VERSCHLUCKEN: Bei Unwohlsein GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen. |
| Ethanol | |
|  Signalwort: Gefahr | Gefahrenhinweise H225 Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar. Sicherheitshinweise P210 Von Hitze / Funken / offener Flamme / heißen Oberflächen fernhalten. Nicht rauchen. |

Geräte und Chemikalien

| | |
|--|----------|
| 1 Pocket-CASSY 2 Bluetooth..... | 524 018 |
| 1 CASSY Lab 2..... | 524 220 |
| 1 Sockel..... | 300 11 |
| 1 Stativstange 25 cm, 12 mm Ø..... | 300 41 |
| 1 Doppelmuffe S..... | 301 09 |
| 1 Universalklemme 0...80 mm..... | 666 555 |
| 1 Eintauchphotometer S..... | 524 069 |
| 1 Chromatografiesäule 235 x 20 mm..... | 665 592 |
| 1 Messkolben Boro 3.3, 1000 ml..... | 665 796 |
| 1 Löffelspatel Edelstahl, 180 mm..... | 666 968 |
| 1 Kompaktwage 440-3N 200g, 0,01 g..... | 667 7977 |
| 1 Laborbecher PMP, 25 ml, h.F..... | 604 009 |
| 1 Becherglas PP, 250 ml, n.F..... | 664 123 |
| 1 Glaswolle, 10 g..... | 672 1000 |
| 1 Aktivkohle, gekörnt, 100 g..... | 670 2000 |
| 1 Indigocarmin, 10 g..... | 672 3400 |
| 1 Ethanol, Lösungsmittel, 1 l..... | 671 9720 |
| 1 Schliff fett..... | 661 082 |

Versuchsaufbau und -vorbereitung

Aufbau der Apparatur

1. Die Apparatur wird wie in Abb. 1 zu sehen aufgebaut.
2. Dazu die Stativstange im Sockel befestigen.
3. An der Stativstange mit Hilfe einer Doppelmuffe S und einer Universalklemme die Chromatografiesäule befestigen.
4. In die Chromatografiesäule etwas Glaswolle als Zusatz zur Glasfritte geben.

Hinweis: Die Glaswolle dient lediglich dazu, dass die Glasfritte der Chromatografiesäule nicht zu stark verschmutzt.

5. Das Eintauchphotometer S mit dem Pocket-CASSY verbinden.

6. CASSY Lab 2 starten und [Einstellungen laden](#).

Einstellungen in CASSYLab

Transmission: 445 nm aktiv

Extinktion: aktiv


Aufnahme: manuell

Formel für das Umrechnen der Anzahl der Messungen in ml:
Volumen Indigocarminlösung $V = 15 \cdot n - 15$

Versuchsvorbereitungen

1. Etwa 20 g Aktivkohle einwiegen und in die Chromatografiesäule geben.
2. Den Hahn der Chromatografiesäule verschließen.
Hinweis: Darauf achten, dass der Hahn sich leicht drehen lässt. Evtl. etwas Schliff fett verwenden
3. Die Aktivkohle anschließend so lange mit Ethanol spülen, bis die aufgefangene Flüssigkeit klar ist.
4. Für die Indigocarminlösung 0,03 g Indigocarmin einwiegen und in 1 l Wasser vollständig lösen.

Durchführung

1. Zunächst das Eintauchphotometer S kalibrieren. Dafür in ein Becherglas (25 ml) etwas Wasser geben, das Eintauchphotometer eintauchen und im Menü der Extinktion den Wert $\rightarrow 0 \leftarrow$ einstellen. Das Wasser nachher verwerfen.
2. Zuerst wird bei $\lambda = 445 \text{ nm}$ ein Punkt für die Indigocarminlösung aufgenommen. Dazu 15 ml der Lösung in ein Becherglas (25 ml) geben, das Eintauchphotometer S eintauchen und durch Drücken auf  einen Messwert aufnehmen. Die Lösung zurückgeben und das Becherglas mit etwas Wasser ausspülen.
3. Die Chromatografiesäule mit der Indigocarminlösung befüllen. Kurz warten, bis auch alle Hohlräume der Aktivkohle gefüllt sind.
4. Den Hahn öffnen und 15 ml in einem Becherglas (25 ml) auffangen. Dann den Hahn zunächst schließen.
5. Das Eintauchphotometer S in die aufgefangene Flüssigkeit eintauchen und durch Drücken einen Messwert aufnehmen.
6. Die Flüssigkeit verwerfen und erneut 15 ml durch Öffnen des Hahn auffangen.
7. Indigocarminlösung auf die Chromatografiesäule nachgeben, so dass diese ständig mit Flüssigkeit bedeckt ist.
8. Die Schritte der Messwertbestimmung und des Auffangens der Flüssigkeit so lange wiederholen, bis der Messwert in etwa wieder dem Ausgangswert der ungereinigten Indigocarminlösung entspricht oder sich nicht mehr ändert.

Beobachtung

Bevor die Indigocarminlösung über die Aktivkohlesäule gegeben wurde, hat sie eine dunkelblaue Farbe. Zu Beginn der Messung sind die ersten gesammelten Fraktionen beinahe farblos. Je mehr zu reinigende Lösung jedoch über die Säule läuft, desto mehr nähert sich die Farbe wieder der Ausgangslösung an.

Auswertung

In Abb. 2 ist die Durchbruchskurve von einer 0,03 g/l Indigocarminlösung mit Aktivkohle als Adsorbens zu sehen.

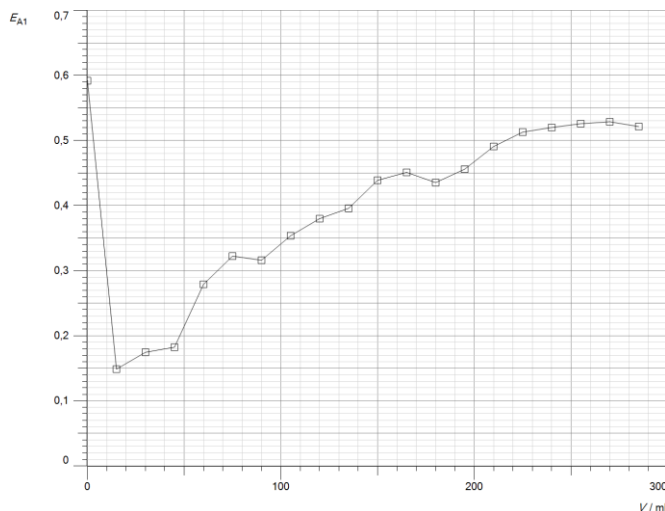


Abb. 2 Durchbruchskurve für Indigocarminlösung.

Der erste Wert bei 0 ml gibt an, wie hoch die Extinktion und damit die Konzentration der ursprünglichen 0,03 g/l Indigocarminlösung liegt.

Der zweite Wert ist die erste Messung der Indigocarminlösung, die durch die Aktivkohle geflossen ist. Es ist zu sehen, dass ein rapider Abfall der Extinktion (also auch Konzentration) stattfindet. Dies deutet darauf hin, dass Indigocarmin gut adsorbiert wird.

Je mehr der Lösung jedoch über die Aktivkohlesäule gegeben wird, desto mehr nimmt die Extinktion wieder zu, bis sie

schließlich beinahe wieder den Ausgangswert erreicht. Aktivkohle ist nur in der Lage, eine bestimmte Menge an Spurenstoffen wie Indigocarmin zu adsorbieren. Die Beladungsgrenze der Aktivkohle ist im Versuch relativ schnell erreicht, weswegen es am Ende des Versuches zum sogenannten Durchbruch kommt. Dieser gibt an, dass der Ausgangswert nahezu wieder erreicht wird und die Lösung somit fast ungefiltert durchfließt.

Der Durchbruch ist in diesem Aufbau nach ca. 250 ml Indigocarminlösung ($c = 0,03 \text{ g/l}$) erreicht. Die verwendeten 20 g Aktivkohle konnten also $m = 75 \text{ mg}$ Indigocarmin adsorbieren.

Ergebnis

In diesem Versuch konnte die Durchbruchskurve von Aktivkohle mit Indigocarminlösung bestimmt werden. Vergleicht man den Wert bei 0 ml mit den ersten Messpunkten der Kurve, so lässt sich zunächst ein klarer Abfall der Indigocarmin-Konzentration feststellen. Dieser nimmt über die Zeit immer weiter zu, da die Beladungsgrenze der Aktivkohle immer weiter ausgereizt wurde, bis sie schließlich erreicht wird.

Die Beladungsgrenze liegt bei ca. 250 ml Indigocarminlösung oder 75 mg Indigocarmin.

Reinigung und Entsorgung

Die Lösungen können im Waschbecken entsorgt werden. Die Aktivkohle im Abfall entsorgen.

Diese Versuchsanleitung wurde nach Anregung von Prof. M. Niethammer und U. Krauß, TU Dresden, erstellt.