

Darja Pečar



Kemijska reakcijska tehnika



I





Univerza v Mariboru

Fakulteta za kemijo
in kemijsko tehnologijo

Kemijska reakcijska tehnika I

Navodila za opravljanje laboratorijskih vaj

Avtorica

Darja Pečar

Julij 2025

Naslov <i>Title</i>	Kemijska reakcijska tehnika I <i>Chemical Reaction Engineering I</i>
Podnaslov <i>Subtitle</i>	Navodila za opravljanje laboratorijskih vaj <i>Manual for Performing Laboratory Exercises</i>
Avtorica <i>Author</i>	Darja Pečar (Univerza v Mariboru, Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo)
Recenzija <i>Review</i>	Andreja Goršek (Univerza v Mariboru, Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo) Vladan Mičić (Univerza v Vzhodnem Sarajevu, Tehnološka fakulteta Zvornik)
Lektoriranje <i>Language editing</i>	Regina Fuchs Godec (Univerza v Mariboru, Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo)
Tehnična urednika <i>Technical editors</i>	Jan Perša (Univerza v Mariboru, Univerzitetna založba) Marina Bajić (Univerza v Mariboru, Univerzitetna založba)
Oblikovanje ovitka <i>Cover designer</i>	Jan Perša (Univerza v Mariboru, Univerzitetna založba)
Grafike na ovitku <i>Cover graphics</i>	Blue and white bubbles in water, foto: wuz, unsplash.com, 2020
Grafične priloge <i>Graphic material</i>	Vsi viri so lastni, če ni navedeno drugače. Pečar (avtorica), 2025

Založnik <i>Published by</i>	Univerza v Mariboru Univerzitetna založba Slomškov trg 15, 2000 Maribor, Slovenija https://press.um.si , zalozba@um.si
Izdajatelj <i>Issued by</i>	Univerza v Mariboru Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo Smetanova ulica 17, 2000 Maribor, Slovenija https://fkkt.um.si , fkkt@um.si
Izdaja <i>Edition</i>	Prva izdaja
Vrsta publikacije <i>Publication type</i>	E-knjiga
Izdano <i>Published at</i>	Maribor, Slovenija, julij 2025
Dostopno na <i>Available at</i>	https://press.um.si/index.php/ump/catalog/book/989



© Univerza v Mariboru, Univerzitetna založba
/ University of Maribor, University of Maribor Press

Besedilo / Text © Pečar, (avtorica), 2025

To delo je objavljeno pod licenco Creative Commons Priznanje avtorstva-Nekomercialno-Brez predelav 4.0 Mednarodna. / *This work is licensed under the Creative Commons Attribution-NonCommercialNoDerivs 4.0 International License.*

Uporabnikom je dovoljeno reproduciranje brez predelave avtorskega dela, distribuiranje, dajanje v najem in priobčitev javnosti samega izvirnega avtorskega dela, in sicer pod pogojem, da navedejo avtorja in da ne gre za komercialno uporabo.

Vsa gradiva tretjih oseb v tej knjigi so objavljena pod licenco Creative Commons, razen če to ni navedeno drugače. Če želite ponovno uporabiti gradivo tretjih oseb, ki ni zajeto v licenci Creative Commons, boste morali pridobiti dovoljenje neposredno od imetnika avtorskih pravic.

<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>

CIP - Kataložni zapis o publikaciji
Univerzitetna knjižnica Maribor

66.01(083.13) (0.034.2)

PEČAR, Darja

Kemijska reakcijska tehnika I [Elektronski vir] : navodila za opravljanje laboratorijskih vaj / avtorica Darja Pečar. - 1. izd. - E-knjiga. - Maribor : Univerza v Mariboru, Univerzitetna založba, 2025

Način dostopa (URL):

<https://press.um.si/index.php/ump/catalog/book/989>

ISBN 978-961-299-019-0 (PDF)

doi: 10.18690/um.fkkt.2.2025

COBISS.SI-ID 243088643

ISBN 978-961-299-019-0 (pdf)

DOI <https://doi.org/10.18690/um.fkkt.2.2025>

Cena Brezplačni izvod

Odgovorna oseba založnika Prof. dr. Zdravko Kačič
For publisher rektor Univerze v Mariboru

Citiranje Pečar, D. (2025). *Kemijska reakcijska tehnika I: navodila za opravljanje*
Attribution laboratorijskih vaj. Univerza v Mariboru, Univerzitetna založba. doi:
10.18690/um.fkkt.2.2025

Kazalo

1. vaja: Umiljanje etilacetata v šaržnem reaktorju	1
Namen vaje	3
Teoretične osnove	3
Aktivacijska energija	4
Pribor in kemikalije	4
Izvedba vaje	4
Izračun in rezultati	5
 2. vaja: Določanje zadrževalnega časa v kontinuirnih reaktorjih	 7
Namen vaje	9
Teoretične osnove	9
Pribor in kemikalije	10
Izvedba vaje	10
Izračun in rezultati	10
 3. vaja: Umiljanje etilacetata v kontinuirnih reaktorjih	 11
Namen vaje	13
Teoretične osnove	13
Pribor in kemikalije	17
Izvedba vaje	18
Izračun in rezultati	18
 4. vaja: Umiljanje etilacetata v cevnem reaktorju	 19
Namen vaje	21
Teoretične osnove	21
Aktivacijska energija	22
Pribor in kemikalije	22
Izvedba vaje	22
Izračun in rezultati	23
 5. vaja: Umiljanje etilacetata v šaržnem in kontinuirnem mešalnem reaktorju	 25
Namen vaje	27
Teoretične osnove	27
Šaržni reaktor	27
Kontinuirni mešalni reaktor	28
Aktivacijska energija	29
Pribor in kemikalije	29
Izvedba vaje	30
Kontinuirni mešalni reaktor	31
Izračun in rezultati	32



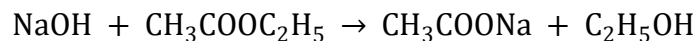
1. VAJA

Umiljanje etilacetata v šaržnem reaktorju



Namen vaje

Pri tej vaji bomo izvedli umiljanje etilacetata z natrijevim hidroksidom v šaržnem reaktorju pri različnih temperaturah. Reakcijo zapišemo kot:



Teoretične osnove

Koncentracijo natrijevega hidroksida v vzorcu določimo retitracijo in jo izračunamo iz:

$$c_A = \frac{c_{\text{NaOH}} (V_{\text{HCl}} - V_{\text{NaOH}})}{V_{\text{HCl}}} \quad (1.1)$$

kjer so: c_{NaOH} koncentracija natrijevega hidroksida, ki ga uporabljamo za titracijo, V_{NaOH} volumen - poraba natrijevega hidroksida pri titraciji, V_{HCl} volumen klorovodikove kisline, ki jo uporabimo za nevtralizacijo vzorca.

Umiljanje etilacetata z natrijevim hidroksidom je ireverzibilna reakcija drugega reda. Enačba za reakcijsko hitrost glede na reaktant A se izrazi kot:

$$-r_A = -\frac{dc_A}{d\tau} = k c_A^2 \quad (1.2)$$

kjer so: c_A koncentracija natrijevega hidroksida, t čas in k konstanta reakcijske hitrosti. Če to enačbo integriramo dobimo:

$$\frac{1}{c_A} - \frac{1}{c_{A0}} = k t \quad (1.3)$$

kjer je: c_{A0} začetna koncentracija natrijevega hidroksida.

Če narišemo graf $1/c_A$ v odvisnosti od t , lahko iz naklona premice določimo konstanto reakcijske hitrosti k .

Presnovo izračunamo po enačbi:

$$X_A = 1 - \frac{c_A}{c_{A0}} = \frac{c_C}{c_{A0}} \quad (1.4)$$

Aktivacijska energija

Za določitev aktivacijske energije izbrane reakcije moramo reakcijo izvest vsaj pri treh različnih temperaturah. Znano je, da temperatura vpliva na konstanto reakcijske hitrosti. Aktivacijsko energijo in pred-eksponentni faktor izračunamo iz Arrhenius-ove enačbe:

$$k = k_0 e^{-\frac{E_a}{RT}} \quad (1.5)$$

kjer so: k_0 pred-eksponentni faktor, R plinska konstanta, T temperatura in E_a aktivacijska energija.

Pribor in kemikalije

- čaše,
- merilni valji,
- bučke,
- EtAc,
- NaOH,
- termometri,
- termostat,
- mešalo,
- konduktometer,
- štoparica,
- šaržni reaktor.

Izvedba vaje

Eksperimente bomo izvajali v šaržnem mešalnem reaktorju. Pripravimo 3 L raztopine natrijevega hidroksida s koncentracijo, $c_{A0} = 0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ in 2 L raztopine etilacetata s koncentracijo, $c_{B0} = 0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$. Pripravimo erlenmajerice za retitracijo. V vsako odpipetiramo 10 mL klorovodikove kisline s koncentracijo, $c = 0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ter dodamo 2-3 kapljice indikatorja fenolftaleina. Bireto napolnimo z raztopino natrijevega hidroksida s koncentracijo, $c = 0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$.

Reakcije bomo izvajali pri temperaturah, $T = (25, 30, 35 \text{ in } 40)^\circ\text{C}$. Šaržni reaktor napolnimo s 600 ml raztopine etilacetata. Merilni valj s 600 ml raztopine natrijevega hidroksida postavimo v termostat. Pred pričetkom reakcije moramo obe raztopini termostatisirati vsaj 10 minut pri želeni temperaturi. Reakcijo pričnemo tako, da raztopino natrijevega hidroksida vlijemo v šaržni reaktor k raztopini etilacetata in hkrati začnemo meriti čas. Takoj vzamemo prvi vzorec (10 mL) in ga damo v pripravljeno erlenmajerico. Zapišemo čas, ko pade zadnja kapljica vzorca v erlenmajerico. Nato odvezujemo vzorce v časovnih intervalih, najprej pogosteje, prvih pet vzorcev zaporedoma, nato vsaki 2 minuti. Nezreagirani natrijev hidroksid v vzorcu se bo nevtraliziral s klorovodikovo kislino in posledično se bo reakcija prekinila. Presežek klorovodikove kisline nato titriramo z natrijevim hidroksidom. Beležimo čas in porabo – volumen pri titraciji. Eksperiment izvajamo 30 minut. Eksperimente po enakem postopku izvedemo še pri ostalih temperaturah.

Izračun in rezultati

- za vsako temperaturo v tabeli podajte vrednosti t , c_A in $1/c_A$,
- narišite graf koncentracija natrijevega hidroksida, c_A , v odvisnosti od časa, t ,
- narišite graf recipročna vrednost koncentracije natrijevega hidroksida, $1/c_A$, v odvisnosti od časa, t ,
- narišite graf presnova, X_A , v odvisnosti od časa, t , pri različnih temperaturah, T ,
- v tabeli podajte vrednosti konstant reakcijske hitrosti, k , in njihove logaritemske vrednosti, $\ln k$, pri vsaki temperaturi, T ,
- narišite Arrhenius-ov diagram,
- izračunajte pred-eksponentni faktor, k_0 in aktivacijsko energijo, E_a .



2.^{VAJA}

Določanje zadrževalnega časa v kontinuirnih reaktorjih



Namen vaje

Namen vaje je določiti zadrževalni čas v različnih kontinuirnih reaktorjih.

Teoretične osnove

Ena izmed metod za določanje zadrževalnega časa je pulzno markiranje. Pri pulznem markiranju opazujemo kako se s časom spreminja koncentracija reakcijskega medija na iztoku iz reaktorja. Koncentracija reakcijskega medija je sorazmerna z njegovo specifično prevodnostjo, zato lahko v naslednjih enačbah koncentracijo, ki se običajno uporablja za izračun zadrževalnega časa, zamenjamo s specifično prevodnostjo:

$$A = \int_0^{\infty} \kappa \, dt \quad (2.1)$$

kjer je: A površina pod krivuljo $\kappa = f(t)$, κ specifična prevodnost in t čas. Funkcija porazdelitve zadrževalnega časa, $E(t)$, je definirana:

$$E(t) = \frac{\kappa(t)}{\int_0^{\infty} \kappa \, dt} \quad (2.2)$$

Površina pod krivuljo $E(t) = f(t)$ je enaka 1:

$$\int_0^{\infty} E(t) \, dt = 1 \quad (2.3)$$

Povprečni zadrževalni čas določimo iz:

$$\bar{t} = \int_0^{\infty} t E(t) \, dt \quad (2.4)$$

Če v reaktorju ni zastojnih področij, potem je $\bar{t}$ enak τ :

$$\tau = \frac{V}{q} \quad (2.5)$$

kjer je: V volumen reaktorja in q pretok skozi reaktor.

Pribor in kemikalije

- brizgalka,
- raztopina $\text{KNO}_3 + \text{KMnO}_4$,
- konduktometra,
- različni kontinuirni reaktorji.

Izvedba vaje

Poskuse bomo izvedli v kontinuirnih reaktorjih: cevnem, mešalnem in kaskadnih mešalnih reaktorjih. Zadrževalni čas določimo z injiciranjem majhne količine zaznamka (pulzno markiranje). Vsak reaktor je opremljen z mestom za injiciranje na vtoku v reaktor in konduktometrom na iztoku iz reaktorja. Odpremo ventile in nastavimo v ustrezen položaj tako, da bo deionizirana voda tekla skozi reaktor z želenim pretokom. Zelo pomembno je, da je pretok skozi reaktor konstanten, da se zadrževalni čas ne spreminja. Pripravimo brizgalko z določeno količino raztopine $\text{KNO}_3 + \text{KMnO}_4$. Istočasno, ko v reaktor injiciramo zaznamek, pričnemo meriti specifično prevodnost in beležiti meritve v programu na računalniku. Specifično prevodnost merimo vsakih 5 sekund. Ob koncu poskusa mora biti vrednost specifične prevodnosti približno enaka kot na začetku poskusa. Postopek ponovimo še za vse ostale kontinuirne reaktorje.

Izračun in rezultati

- nariši graf prevodnost, κ , v odvisnosti od časa, t , za vsak reaktor,
- narišite graf, $E(t)$, v odvisnosti od časa, t , za vsak reaktor,
- narišite graf, $t \cdot E(t)$, v odvisnosti od časa, t , za vsak reaktor,
- izračunajte teoretični zadrževalni čas,
- določite praktični zadrževalni čas,
- v tabeli podajte teoretične in praktične vrednosti zadrževalnega časa za vse reaktorje.



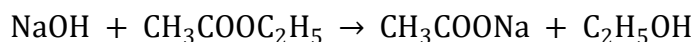
3. VAJA

Umiljanje etilacetata v kontinuirnih reaktorjih



Namen vaje

Namen vaje je izvesti umiljanje etilacetata z natrijevim hidroksidom v različnih kontinuirnih reaktorjih. Reakcijo lahko zapišemo kot:



Teoretične osnove

Eksperimentalne vrednosti koncentracij

Z uporabo Kohlrausch-ovega zakona lahko iz meritev specifične prevodnosti določimo koncentracije komponent v razredčenih raztopinah. V reakcijski raztopini so prisotni Na^+ , OH^- in CH_3COO^- ioni, medtem ko je etil acetat nevtralna molekula in ne prispeva k prevodnosti. Zato lahko prevodnost izrazimo kot:

$$\kappa = \lambda_{\text{Na}^+} c_{\text{Na}^+} + \lambda_{\text{OH}^-} c_{\text{OH}^-} + \lambda_{\text{CH}_3\text{COO}^-} c_{\text{CH}_3\text{COO}^-} \quad (3.1)$$

kjer so: λ_{Na^+} , λ_{OH^-} in $\lambda_{\text{CH}_3\text{COO}^-}$ ionske prevodnosti Na^+ , OH^- in CH_3COO^- ionov, c_{Na^+} , c_{OH^-} in $c_{\text{CH}_3\text{COO}^-}$ pa koncentracije Na^+ , OH^- in CH_3COO^- ionov.

Koncentracija Na^+ ionov se ne spreminja in je enaka začetni koncentraciji natrijevega hidroksida:

$$c_{\text{Na}^+} = c_{\text{A0}} \quad (3.2)$$

Koncentracija CH_3COO^- ionov je enaka koncentraciji natrijevega acetata:

$$c_{\text{CH}_3\text{COO}^-} = c_{\text{C}} \quad (3.3)$$

Koncentracija OH^- ionov je na začetku enaka koncentraciji Na^+ ionov in se s časom znižuje za toliko, kolikor se povečuje koncentracija CH_3COO^- ionov:

$$c_{\text{OH}^-} = c_{\text{A0}} - c_{\text{C}} \quad (3.4)$$

Če upoštevamo vse te izraze za koncentracije enačbo (3.1) zapišemo:

$$\kappa = \lambda_{\text{Na}^+} c_{\text{A0}} + \lambda_{\text{OH}^-} (c_{\text{A0}} - c_{\text{C}}) + \lambda_{\text{CH}_3\text{COO}^-} c_{\text{C}} \quad (3.5)$$

To enačbo preuredimo in izrazimo kot koncentracijo natrijevega acetata:

$$c_C = \frac{c_{A0} (\lambda_{Na^+} + \lambda_{OH^-}) - \kappa}{\lambda_{OH^-} - \lambda_{CH_3COO^-}} \quad (3.6)$$

Začetna specifična prevodnost, κ_0 , ko v reakcijski raztopini še ni natrijevega acetata, je enaka:

$$\kappa_0 = c_{A0} (\lambda_{Na^+} + \lambda_{OH^-}) \quad (3.7)$$

Zato enačbo (3.6) zapišemo:

$$c_C = \frac{\kappa_0 - \kappa}{\lambda_{OH^-} - \lambda_{CH_3COO^-}} \quad (3.8)$$

Razliko ionskih prevodnosti OH^- in CH_3COO^- ionov zapišemo z empiričnim izrazom in upoštevanjem temperaturnega korekcijskega faktorja:

$$c_C = \frac{\kappa_0 - \kappa}{135 + 2,1 (T - 18)} \quad (3.9)$$

kjer je: T temperatura v $^{\circ}C$; (specifične prevodnosti v $mS \cdot cm^{-1}$).

Ko reakcija poteče do konca, je koncentracija natrijevega acetata enaka začetni koncentraciji etil acetata:

$$c_{B0} = \frac{\kappa_0 - \kappa_{\infty}}{135 + 2,1 (T - 18)} \quad (3.10)$$

kjer sta: κ_{∞} specifična prevodnost, ko je reakcija končana in T temperatura v $^{\circ}C$; (specifične prevodnosti v $mS \cdot cm^{-1}$).

Iz enačbe (3.7) izrazimo začetno koncentracijo natrijevega hidroksida:

$$c_{A0} = \frac{\kappa_0}{\lambda_{Na^+} + \lambda_{OH^-}} \quad (3.11)$$

Vsoto ionskih prevodnosti Na^+ in OH^- ionov zapišemo z empiričnim izrazom in upoštevanjem temperaturnega korekcijskega faktorja:

$$c_{A0} = \frac{\kappa_0}{198 + 3,7 (T - 18)} \quad (3.12)$$

kjer je: T temperatura v $^{\circ}\text{C}$; (specifična prevodnost v $\text{mS}\cdot\text{cm}^{-1}$).

Zapišemo enačbe za izračun začetnih koncentracij natrijevega hidroksida in etilacetata ter natrijevega acetata in natrijevega hidroksida v stacionarnem stanju:

$$c_{A0} = \frac{\kappa_0}{198 + 3,7 (T - 18)} \quad (3.13)$$

$$c_{B0} = \frac{\kappa_0 - \kappa_{\infty}}{135 + 2,1 (T - 18)} \quad (3.14)$$

$$c_C = \frac{\kappa_0 - \kappa}{135 + 2,1 (T - 18)} \quad (3.15)$$

$$c_A = c_{A0} - c_C \quad (3.16)$$

kjer so: κ_0 specifična prevodnost, κ specifična prevodnost v stacionarnem stanju, κ_{∞} specifična prevodnost, ko je reakcija končana in T temperatura v $^{\circ}\text{C}$; (prevodnosti v $\text{mS}\cdot\text{cm}^{-1}$).

Presnovo izračunamo po enačbi:

$$X_A = 1 - \frac{c_A}{c_{A0}} = \frac{c_C}{c_{A0}} \quad (3.17)$$

Teoretične vrednosti koncentracij v cevnem reaktorju

Splošna enačba za reakcijsko hitrost reakcije drugega reda se zapiše kot:

$$-r_A = -\frac{dc_A}{d\tau} = k c_A c_B \quad (3.18)$$

Koncentraciji reaktantov izrazimo:

$$c_A = c_{A0} - c_C \quad (3.19)$$

$$c_B = c_{B0} - c_C \quad (3.20)$$

Enačbo (3.6) integriramo in preuredimo, da dobimo izraz iz katerega izračunamo koncentracijo natrijevega hidroksida v stacionarnem stanju:

$$c_A = \frac{c_{A0} (c_{B0} - c_{A0}) e^{k (c_{A0} - c_{B0}) \tau}}{c_{B0} - c_{A0} e^{k (c_{A0} - c_{B0}) \tau}} \quad (3.21)$$

Presnovo izračunamo po enačbi:

$$X_A = 1 - \frac{c_A}{c_{A0}} = \frac{c_C}{c_{A0}} \quad (3.22)$$

Teoretične vrednosti koncentracij v kontinuirnem mešalnem reaktorju

Splošna enačba za reakcijsko hitrost reakcije drugega reda se zapiše kot:

$$-r_A = -\frac{dc_A}{d\tau} = k c_A c_B \quad (3.23)$$

Iz snovne bilance za kontinuirni mešalni reaktor dobimo:

$$(-r_A) V = F_{A0} X_A \quad (3.24)$$

kjer je: F_{A0} molski pretok.

Zadrževalni čas ob upoštevanju enačbe (3.12) izrazimo kot:

$$\tau = \frac{V}{q_V} = \frac{V c_{A0}}{F_{A0}} = \frac{c_{A0} X_A}{-r_A} = \frac{c_{A0} - c_A}{-r_A} \quad (3.25)$$

Torej je:

$$-r_A = \frac{c_{A0} - c_A}{\tau} \quad (3.26)$$

Ob upoštevanju enačb (3.11) in (3.14) ter zveze:

$$c_B = c_{B0} - (c_{A0} - c_A) \quad (3.27)$$

dobimo izraz za izračun koncentracije natrijevega hidroksida v stacionarnem stanju:

$$k \tau c_A^2 + c_A (k \tau (c_{B0} - c_{A0}) + 1) - c_{A0} = 0 \quad (3.28)$$

Presnovo izračunamo po enačbi:

$$X_A = 1 - \frac{c_A}{c_{A0}} = \frac{c_C}{c_{A0}} \quad (3.29)$$

Teoretične vrednosti koncentracij v kaskadnih kontinuirnih mešalnih reaktorjih

Za izračun koncentracije natrijevega hidroksida v stacionarnem stanju za posamezen reaktor v kaskadi kontinuirnih mešalnih reaktorjev uporabimo enačbo (3.16), pri čemer upoštevamo, da je koncentracija na iztoku iz reaktorja enaka koncentraciji na vtoku v naslednji reaktor. Najprej iz enačbe (3.16) izračunamo koncentracijo natrijevega hidroksida na iztoku iz prvega reaktorja c_{A1} nato uporabimo naslednjo zvezo za izračun koncentracije etil acetata na iztoku iz prvega reaktorja c_{B1} :

$$c_{B1} = c_{B0} - (c_{A0} - c_{A1}) \quad (3.30)$$

Ti dve koncentraciji (c_{A1} in c_{B1}) sta enaki koncentracijam na vtoku v drugi reaktor. Nato po istem postopku iz enačb (3.16) in (3.18) izračunamo koncentraciji na iztoku iz drugega reaktorja (c_{A2} in c_{B2}), ki sta hkrati koncentraciji na vtoku v tretji reaktor. Izračunamo še vse preostale koncentracije za celoten kaskadni sistem.

Presnovo izračunamo po enačbi:

$$X_A = 1 - \frac{c_A}{c_{A0}} = \frac{c_C}{c_{A0}} \quad (3.31)$$

Pribor in kemikalije

- čaše,
- merilni valji,
- bučke,
- EtAc,
- NaOH,
- termometer,
- mešalo,
- konduktometra,
- različni kontinuirni reaktorji.

Izvedba vaje

Eksperimente bomo izvedli v kontinuirnih reaktorjih: cevnem, mešalnem in kaskadnih mešalnih reaktorjih. Pripravimo 10 L raztopine natrijevega hidroksida s koncentracijo, $c_{A0} = 0,08 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ in 10 L raztopine etilacetata s koncentracijo, $c_{B0} = 0,06 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$. Rezervoarje napolnite s pripravljenimi raztopinami. Reakcije bomo izvedli pri konstantnem pretoku $q_A = q_B = (5 - 8) \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}$ in sobni temperaturi. Reaktorji bodo predhodno napolnjeni z deionizirano vodo. Vsak reaktor je opremljen z merilnikom prevodnosti na iztoku iz reaktorja. Odpremo ustrezne ventile in nastavimo želeni pretok, pričnemo meriti prevodnost ter istočasno zaženemo postopek merjenja v programu na računalniku. Zelo pomembno je, da je pretok skozi reaktor konstanten, da se zadrževalni čas ne spreminja. Prevodnost merimo vsakih 5 sekund. Ob koncu eksperimenta mora biti vrednost prevodnosti konstantna. Postopek ponovimo še za vse ostale kontinuirne reaktorje.

Izračun in rezultati

- izračunajte začetni koncentraciji natrijevega hidroksida, c_{A0} , in etilacetata, c_{B0} ,
- narišite graf prevodnost, κ , v odvisnosti od časa, t , za vsak reaktor,
- v tabeli podajte teoretične in praktične vrednosti koncentracij in presnove za vsak reaktor.



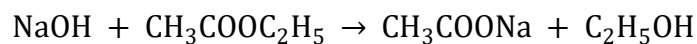
4.^{VAJA}

Umiljanje etilacetata v cevnem reaktorju



Namen vaje

Namen vaje je izvesti umiljanje etilacetata z natrijevim hidroksidom v cevnem reaktorju pri različnih temperaturah in pretokih. Reakcijo lahko zapišemo kot:



Teoretične osnove

Koncentracijo natrijevega hidroksida v vzorcu bomo določili z retitracijo ki jo izračunamo iz:

$$c_A = \frac{c_{\text{NaOH}} (V_{\text{HCl}} - V_{\text{NaOH}})}{V_{\text{HCl}}} \quad (4.1)$$

kjer so: c_{NaOH} koncentracija natrijevega hidroksida, ki ga uporabljamo za titracijo, V_{NaOH} volumen - poraba natrijevega hidroksida pri titraciji, V_{HCl} volumen klorovodikove kisline, ki jo uporabimo za nevtralizacijo vzorca.

Splošna enačba za reakcijsko hitrost reakcije drugega reda glede na reaktant A se zapiše kot:

$$-r_A = -\frac{dc_A}{d\tau} = k c_A^2 \quad (4.2)$$

kjer so: c_A koncentracija natrijevega hidroksida, τ zadrževalni čas in k konstanta reakcijske hitrosti.

Če enačbo (4.2) integriramo dobimo izraz za izračun konstante reakcijske hitrosti v cevnem reaktorju:

$$k = \frac{1}{\tau c_{A0}} \frac{(c_{A0} - c_A)}{c_A} \quad (4.3)$$

kjer je: c_{A0} začetna koncentracija natrijevega hidroksida.

Presnovo izračunamo po enačbi:

$$X_A = 1 - \frac{c_A}{c_{A0}} \quad (4.4)$$

Aktivacijska energija

Za določitev aktivacijske energije izbrane reakcije moramo reakcijo izvest vsaj pri treh različnih temperaturah. Znano je, da temperatura vpliva na konstanto reakcijske hitrosti. Aktivacijsko energijo in pred-eksponentni faktor izračunamo iz Arrhenius-ove enačbe:

$$k = k_0 e^{-\frac{E_a}{RT}} \quad (4.5)$$

kjer so: k_0 pred-eksponentni faktor, R plinska konstanta, T temperatura in E_a aktivacijska energija.

Pribor in kemikalije

- čaše,
- merilni valji,
- bučke,
- erlenmajerice,
- rezervoarji,
- pipete,
- bireta,
- EtAc,
- NaOH,
- HCl,
- štoparica,
- cevni reaktor.

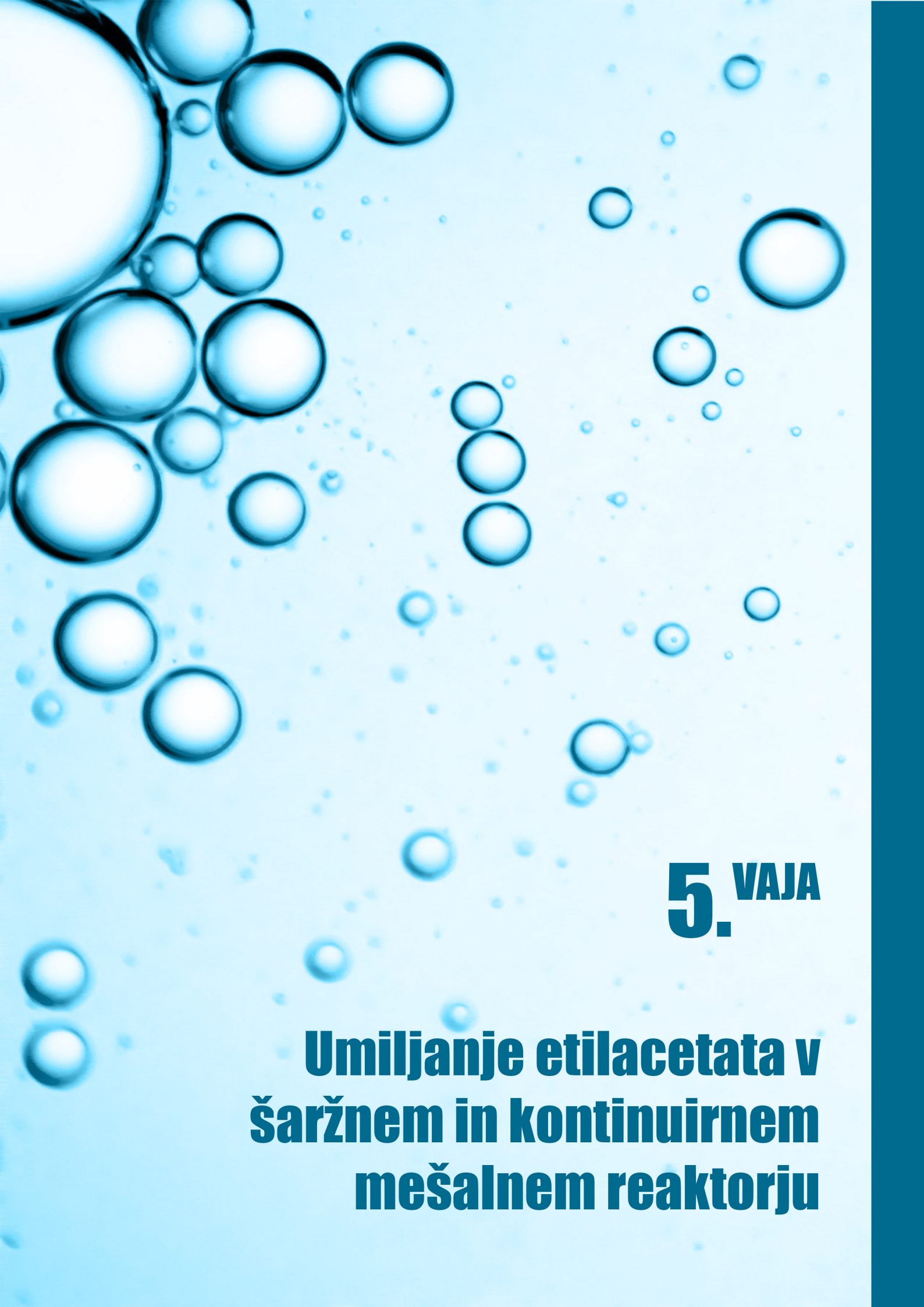
Izvedba vaje

Eksperimente bomo izvajali v kontinuirnem cevnem reaktorju s prostornino, $V = 470$ mL. Pripravimo 10 L raztopine natrijevega hidroksida s koncentracijo, $c_{A0} = 0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ in 10 L raztopine etilacetata s koncentracijo, $c_{B0} = 0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$. Rezervoarje napolnite s pripravljenimi raztopinami. Medtem pripravimo erlenmajerice za retitracijo. V vsako odpipetiramo 10 mL klorovodikove kisline s koncentracijo, $c = 0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ in 2-3 kapljice indikatorja fenolftaleina. Bireto je treba napolniti z raztopino natrijevega hidroksida s koncentracijo, $c = 0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$.

Reakcije bomo izvajali pri različnih pretokih, $q_A = q_B = (100, 60 \text{ in } 30) \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ in različnih temperaturah, $T = (25, 30 \text{ in } 35) ^\circ\text{C}$. Zaženemo program CET Tubular Reactor in izberemo Experiment with Heater, kliknemo Load. Če je reaktorski sistem pravilno povezan z osebnim računalnikom utripa lučka Watchdog. S klikom na Setup preverimo ali je zajemanje podatkov nastavljeno na Automatic in čas zajemanja na Continuous. V okenci vpišemo koncentraciji obeh reaktantov. Pred pričetkom reakcije je potrebno termostatsko tekočino segreti, zato v programu na računalniku nastavimo želeno temperaturo s klikom na Control na avtomatsko regulacijo (na primer Set Point = $25 ^\circ\text{C}$). Vlopiamo Power On in nato Hot Water Circulator. Nastavimo želena pretoka obeh črpalk. Ko je reaktor v celoti napolnjen z reakcijskim medijem pričnemo z zajemanjem podatkov tako, da kliknemo na zeleni gumb Go. Če želimo spremljati podatke v tabelarični obliki, kliknemo na Table ali v grafični obliki s klikom na Graph. V pogled s procesno shemo se vrnemo s klikom na Diagram. Ko se pri določenih eksperimentalnih pogojih vzpostavi stacionarno stanje in se prevodnost več ne spreminja, v vsako od pripravljenih erlenmajeric odpipetiramo 10 mL vzorca. Nezreagirani natrijev hidroksid v vzorcu se bo nevtraliziral s klorovodikovo kislino in posledično se bo reakcija prekinila. Presežek klorovodikove kisline nato titriramo z natrijevim hidroksidom. Postopek ponovimo še pri vseh drugih pretokih in temperaturah. Zajemanje podatkov zaključimo s klikom na rdeči gumb Stop in podatke shranimo.

Izračun in rezultati

- v tabeli podajte vrednosti koncentracije natrijevega hidroksida, c_A , presnove X_A , in konstante reakcijske hitrosti, k , pri vseh eksperimentalnih pogojih,
- narišite graf presnova X_A v odvisnosti od pretoka, q ,
- narišite graf presnova X_A v odvisnosti od temperature T ,
- v tabeli podajte vrednosti konstant reakcijske hitrosti, k , in njihove logaritemske vrednosti, $\ln k$, pri vsaki temperaturi, T ,
- narišite Arrhenius-ov diagram, izračunajte pred-eksponentni faktor, k_0 in aktivacijsko energijo, E_a .



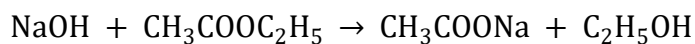
5. VAJA

Umiljanje etilacetata v šaržnem in kontinuirnem mešalnem reaktorju



Namen vaje

Namen vaje je izvesti umiljanje etilacetata z natrijevim hidroksidom v šaržnem in kontinuirnem mešalnem reaktorju. Reakcijo lahko zapišemo kot:



Teoretične osnove

Koncentracijo natrijevega hidroksida v vzorcu določimo z retitracijo in jo izračunamo iz:

$$c_A = \frac{c_{\text{NaOH}} (V_{\text{HCl}} - V_{\text{NaOH}})}{V_{\text{HCl}}} \quad (5.1)$$

kjer so: c_{NaOH} koncentracija natrijevega hidroksida, ki ga uporabljamo za titracijo, V_{NaOH} volumen - poraba natrijevega hidroksida pri titraciji, V_{HCl} volumen klorovodikove kisline, ki jo uporabimo za nevtralizacijo vzorca.

Presnovo izračunamo po enačbi:

$$X_A = 1 - \frac{c_A}{c_{A0}} \quad (5.2)$$

Šaržni reaktor

Red reakcije

Enačba za reakcijsko hitrost za splošni red izraženo glede na reaktant A se izrazi kot:

$$-r_A = -\frac{dc_A}{d\tau} = k c_A^n \quad (5.3)$$

kjer so: c_A koncentracija natrijevega hidroksida, t čas, k konstanta reakcijske hitrosti in n red reakcije. Enačbo 5.3 logaritmiramo in dobimo:

$$\ln\left(-\frac{dc_A}{dt}\right) = \ln k + n \ln c_A \quad (5.4)$$

Če narišemo graf $\ln(-dc_A/dt)$ v odvisnosti od $\ln c_A$, iz naklona premice določimo red reakcije, n , in iz odseka na y-osi $\ln k$.

Red reakcije lahko iz eksperimentalni podatkov določimo s preverjanjem linearnosti odvisnosti različnih koncentracijskih členov v odvisnosti od časa. V tabeli 5.1 so zbrani izrazi za izračun hitrosti reakcije, njihove integrirane oblike in odvisnost koncentracijskih členov pri različnem redu reakcije.

Tabela 5.1: Red reakcije in enačbe reakcijske hitrosti.

Red reakcije	Hitrost reakcije	Integrirana oblika	Linearna odvisnost	Naklon premice	Enota konstante reakcijske hitrosti
0.	$-r_A = k$	$c_{A0} - c_A = k t$	$c_A = f(t)$	$-k$	$\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \cdot \text{min}^{-1}$
1.	$-r_A = k c_A$	$\ln \frac{c_{A0}}{c_A} = k t$	$\ln c_A = f(t)$	$-k$	min^{-1}
2.	$-r_A = k c_A^2$	$\frac{1}{c_A} - \frac{1}{c_{A0}} = k t$	$\frac{1}{c_A} = f(t)$	k	$\text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{min}^{-1}$

Kontinuirni mešalni reaktor

Splošna enačba za reakcijsko hitrost reakcije drugega reda glede na reaktant A se zapiše kot:

$$-r_A = -\frac{dc_A}{d\tau} = k c_A^2 \quad (5.5)$$

kjer so: c_A koncentracija natrijevega hidroksida, τ zadrževalni čas in k konstanta reakcijske hitrosti.

Iz snovne bilance za kontinuirni mešalni reaktor dobimo:

$$(-r_A) V = F_{A0} X_A \quad (5.6)$$

kjer je: F_{A0} molski pretok. Zadrževalni čas ob upoštevanju enačbe (5.6) izrazimo kot:

$$\tau = \frac{V}{q} = \frac{V c_{A0}}{F_{A0}} = \frac{c_{A0} X_A}{-r_A} = \frac{c_{A0} - c_A}{-r_A} \quad (5.7)$$

kjer je: c_A koncentracija natrijevega hidroksida.

Torej je:

$$-r_A = \frac{c_{A0} - c_A}{\tau} \quad (5.8)$$

Ob upoštevanju enačb (5.5) in (5.8) določimo konstanto reakcijske hitrosti v kontinuirnem mešalnem reaktorju v stacionarnem stanju:

$$k = \frac{1}{\tau} \frac{(c_{A0} - c_A)}{c_A^2} \quad (5.9)$$

Aktivacijska energija

Za določitev aktivacijske energije izbrane reakcije moramo reakcijo izvest vsaj pri treh različnih temperaturah. Znano je, da temperatura vpliva na konstanto reakcijske hitrosti. Aktivacijsko energijo in pred-eksponentni faktor izračunamo iz Arrhenius-ove enačbe:

$$k = k_0 e^{-\frac{E_a}{RT}} \quad (5.10)$$

kjer so: k_0 pred-eksponentni faktor, R plinska konstanta, T temperatura in E_a aktivacijska energija.

Pribor in kemikalije

- čaše,
- merilni valji,
- bučke,
- erlenmajerice,
- rezervoarji,
- pipete,
- bireta,
- EtAc,
- NaOH,
- HCl,
- stoparica,
- šaržni in kontinuirni mešalni reaktor.

Izvedba vaje

Šaržni reaktor

Eksperimente bomo izvajali v šaržnem mešalnem reaktorju. Pripravimo 1 L raztopine natrijevega hidroksida in 1 L raztopine etilacetata. Pripravimo erlenmajerice za retitracijo. V vsako odpipetiramo 10 mL klorovodikove kisline s koncentracijo, $c = 0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ter dodamo 2-3 kapljice indikatorja fenolftaleina. Bireto napolnimo z raztopino natrijevega hidroksida s koncentracijo, $c = 0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$.

Reakcije bomo izvajali z natrijevim hidroksidom in etilacetatom z različnimi začetnimi koncentracijami, $c_{A0} = c_{B0} = (0,1, 0,08 \text{ in } 0,06) \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ in pri konstantni temperaturi med $T = (25 - 35) ^\circ\text{C}$. Šaržni reaktor napolnimo s 600 ml raztopine etilacetata. Zaženemo program CEM Continuous Stirred Tank Reactor in izberemo Experiment with Heater, kliknemo Load. Če je reaktorski sistem pravilno povezan z osebnim računalnikom potem utripa lučka Watchdog. S klikom na Setup preverimo ali je zajemanje podatkov nastavljeno na Automatic in čas zajemanja na Continuous. V okenci vpišemo koncentraciji obeh reaktantov. Pred pričetkom reakcije je potrebno termostatsko tekočino segreti, zato v programu na računalniku nastavimo želeno temperaturo s klikom na Control na avtomatsko regulacijo (na primer Set Point = $25 ^\circ\text{C}$). Vlopimo Power On in nato Hot Water Circulator. Ko je temperatura dosežena pričnemo z zajemanjem podatkov tako, da kliknemo na zeleni gumb Go. Reakcijo pričnemo tako, da 600 mL raztopine natrijevega hidroksida čim hitreje vlijemo v šaržni reaktor k raztopini etilacetata in začnemo meriti čas. Nastavimo izbrano hitrost mešanja (Stirrer Control). Hkrati vzamemo prvi vzorec (10 mL) in ga prenesemo v pripravljeno erlenmajerico. Zapišemo čas, ko pade zadnja kapljica vzorca v erlenmajerico. Nato odvezemamo vzorce v časovnih intervalih, najprej pogosteje, prvih pet vzorcev zaporedoma, nato vsaki 2 minuti. Nezreagirani natrijev hidroksid v vzorcu se bo nevtraliziral s klorovodikovo kislino in posledično se bo reakcija prekinila. Presežek klorovodikove kisline nato titriramo z natrijevim hidroksidom. Beležimo čas in porabo – volumen pri titraciji. Eksperiment izvajamo 20 minut. Če želimo spremljati podatke v tabelarični obliki, kliknemo na Table ali v grafični obliki s klikom na Graph. V pogled s procesno shemo se vrnemo s klikom na Diagram. Eksperimente izvedemo še z drugimi začetnimi koncentracijami obeh reagentov. Zajemanje podatkov zaključimo s klikom na rdeči gumb Stop in podatke shranimo.

Kontinuirni mešalni reaktor

Eksperimente bomo izvajali v kontinuirnem mešalnem reaktorju s prostornino, $V = 1500$ mL. Pripravimo 10 L raztopine natrijevega hidroksida s koncentracijo, $c_{A0} = 0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ in 10 L raztopine etilacetata s koncentracijo, $c_{B0} = 0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$. Rezervoarje napolnite s pripravljenimi raztopinami. V reaktor nalijemo deionizirano vodo. Pripravimo erlenmajerice za retitracijo. V vsako odpipetiramo 10 mL klorovodikove kisline s koncentracijo, $c = 0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ in 2-3 kapljice indikatorja fenolftaleina. Bireto je treba napolniti z raztopino natrijevega hidroksida s koncentracijo, $c = 0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$.

Reakcije bomo izvajali pri različnih temperaturah, $T = (25, 30 \text{ in } 35) ^\circ\text{C}$ in konstantnem pretoku, $q_A = q_B = 100 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$. Zaženemo program CEM Continuous Stirred Tank Reactor in izberemo Experiment with Heater, kliknemo Load. Če je reaktorski sistem pravilno povezan z osebnim računalnikom potem utripa lučka Watchdog. S klikom na Setup preverimo ali je zajemanje podatkov nastavljeno na Automatic in čas zajemanja na Continuous. V okenci vpišemo koncentraciji obeh reaktantov. Pred pričetkom reakcije je potrebno termostatsko tekočino segreti, zato v programu na računalniku nastavimo želeno temperaturo s klikom na Control na avtomatsko regulacijo (na primer Set Point = $25 ^\circ\text{C}$). Vlopimo Power On in nato Hot Water Circulator. Nastavimo izbrano hitrost mešanja (Stirrer Control). Ko je temperatura dosežena pričnemo z zajemanjem podatkov tako, da kliknemo na zeleni gumb Go. Nastavimo želeni pretok obeh črpalk. Hkrati vzamemo prvi vzorec (10 mL) in ga prenesemo v pripravljeno erlenmajerico. Zapišemo čas, ko pade zadnja kapljica vzorca v erlenmajerico. Nato odvajamo vzorce v časovnih intervalih, najprej pogostejše, prvih pet vzorcev zaporedoma, nato vsaki 2 minuti. Vzorce jemljemo, dokler ni doseženo stacionarno stanje in se prevodnost več ne spreminja. Ko se vzpostavi stacionarno stanje vzamemo še 3 vzorce zaporedoma. Nezreagirani natrijev hidroksid v vzorcu se bo nevtraliziral s klorovodikovo kislino in posledično se bo reakcija prekinila. Presežek klorovodikove kisline nato titriramo z natrijevim hidroksidom. Beležimo čas in porabo – volumen pri titraciji. Če želimo spremljati podatke v tabelarični obliki, kliknemo na Table ali v grafični obliki s klikom na Graph. V pogled s procesno shemo se vrnemo s klikom na Diagram. Povišamo temperaturo in počakamo, da se ponovno vzpostavi stacionarno stanje. Vzamemo 3 vzorce zaporedoma. Ponovno povišamo temperaturo in počakamo, da se vzpostavi stacionarno stanje. Vzamemo še 3 vzorce zaporedoma. Zajemanje podatkov zaključimo s klikom na rdeči gumb Stop in podatke shranimo.

Izračun in rezultati

- v tabeli podajte vrednosti t in c_A ,
- v tabeli podajte vrednosti t , c_A , $\ln c_A$, $1/c_A$,
- narišite graf koncentracija natrijevega hidroksida, c_A , v odvisnosti od časa, t ,
- narišite graf koncentracija natrijevega hidroksida, $\ln c_A$, v odvisnosti od časa, t ,
- narišite graf koncentracija natrijevega hidroksida, $1/c_A$, v odvisnosti od časa, t ,
- podajte red reakcije, n , konstanto reakcijske hitrosti, k ,
- v tabeli podajte vrednosti konstant reakcijske hitrosti, k , in njihove logaritemske vrednosti, $\ln k$, pri vsaki temperaturi, T ,
- narišite Arrhenius-ov diagram,
- izračunajte pred-eksponentni faktor, k_0 in aktivacijsko energijo, E_a .

Predlagana dodatna študijska literatura

1. Levenspiel Octave, Chemical Reaction Engineering, Third Edition, Wiley, 1998.
2. Navodila za uporabo šaržnega reaktorja (CEB-MKIII Transparent batch reactor), Armfield.
3. Navodila za uporabo cevnega reaktorja (CET-MKII Tubular reactor), Armfield.
4. Navodila za uporabo kontinuirnega mešalnega reaktorja (CEM-MKII Continuous stirred tank reactor), Armfield.

KEMIJSKA REAKCIJSKA TEHNIKA I: NAVODILA ZA OPRAVLJANJE LABORATORIJSKIH VAJ

DARJA PEČAR

Univerza v Mariboru, Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo, Maribor, Slovenija
darja.pecar@um.si

Navodila za opravljanje laboratorijskih vaj pri predmetu Kemijska reakcijska tehnika I so učni pripomoček za študente, da lahko pristopijo k opravljanju eksperimentalnega dela v laboratoriju.

CHEMICAL REACTION ENGINEERING I: MANUAL FOR PERFORMING LABORATORY EXERCISES

DARJA PEČAR

University of Maribor, Faculty of Chemistry and Chemical Engineering, Maribor, Slovenia
darja.pecar@um.si

Manual for performing laboratory exercises in the course Chemical Reaction Engineering I represents a teaching aid for students to be able to approach experimental work in the laboratory.

DOI

[https://doi.org/
10.18690/um.fkkt.2.2025](https://doi.org/10.18690/um.fkkt.2.2025)

ISBN

978-961-299-019-0

Ključne besede:

kemijska reakcijska tehnika,
šaržni reaktor,
kontinuirni reaktor,
kinetični parametri,
aktivacijska energija



Univerzitetna založba
Univerze v Mariboru

Keywords:

chemical reaction
engineering,
batch reactor,
continuous reactor,
kinetic parameters,
activation energy



University of Maribor Press



Univerza v Mariboru

Fakulteta za kemijo
in kemijsko tehnologijo