



# Bachelorarbeit

---

## Adsorption und Desorption von Kohlenwasserstoffen auf Aktivkohle

Bachelor Thesis  
Fachbereich 3. Chemie und Biotechnologie  
Studiengang Angewandte Chemie  
Fachhochschule Aachen  
Campus Jülich

von

**Philipp Kreis**

Matrikelnummer | 856266

*Jülich, 5. Mai 2015*

## **Erklärung**

Diese Arbeit ist von mir selbstständig angefertigt und verfasst. Es sind keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt worden.

\_\_\_\_\_ (Philipp Kreis)

Jülich, den 05.05.2015

Diese Arbeit wurde betreut von:

1. Prüfer: Prof. Dr. Lauth
2. Prüfer: Frau Dipl.-Ing. Adels

## Danksagung

Als erstes möchte ich mich bei allen bedanken die mich während meiner Bachelorarbeit unterstützt und gefördert haben.

Mein besonderer Dank geht an Herrn Prof. Lauth und Frau Dipl.-Ing. Adels die mir für offene Fragen und bei Problemen zur Verfügung standen. Auch danke ich für die Bereitstellung des Labors, in dem ich die Möglichkeiten hatte zu arbeiten und zu forschen.

Danken möchte ich auch gerne den anderen Professoren/innen und Diplomingenieuren, die mir Geräte zur Verfügung gestellt haben sowie mir bei Problemen unter die Arme griffen.

## Inhaltsverzeichnis

1	<b>Einleitung</b> .....	6
1.1	Zielsetzung /Motivation .....	7
2	<b>Theoretischer Hintergrund</b> .....	8
2.1	Adsorption von Gasen.....	8
2.2	Desorption.....	8
2.3	Chemische und physikalische Adsorption .....	9
2.4	Bedeckungsgrad .....	10
2.5	Adsorptionsgeschwindigkeit.....	10
2.6	Adsorptionsisotherme .....	11
2.6.1	Klassifizierung der Adsorptionsisotherme.....	11
2.6.2	Adsorptionsisotherme nach Langmuir.....	12
2.6.3	Adsorptionsisotherme nach Freundlich .....	13
2.6.4	Adsorptionsisotherme nach Henry.....	14
2.7	Gaschromatographie .....	15
2.8	Aktivkohle.....	17
2.9	Sorten und Anwendungen von Aktivkohle.....	18
3	<b>Experimenteller Teil</b> .....	21
3.1	Verwendete Geräte.....	21
3.2	Verwendete Chemikalien.....	21
3.3	Methangas und Stickstoff. ....	21
3.4	Versuchsdurchführung.....	22
3.4.1	Versuch 1: Ad- und Desorption von Erdgas (Methan) an bzw. von Aktivkohle .....	22
3.4.2	Versuch 2: Adsorptionsisotherme von Methan/Stickstoff Gas.....	25
3.4.3	Versuch 3: Adsorption von Feuerzeuggas an Aktivkohle .....	26
4	<b>Auswertung</b> .....	27
4.1	Versuch 1: Ad- und Desorption von Methan an bzw. von Aktivkohle .....	27
4.1.1	Versuchsnummer 1: Temperaturverlauf Muffelofen .....	28
4.1.2	Versuchsnummer 2: Adsorption von Methan an verschiedenen Aktivkohlesorten.....	28
4.1.3	Versuchsnummer 3 : Desorption von Methan .....	29
4.2	Versuch 2: Adsorptionsisotherme von Methan/Stickstoff Gas.....	30

4.3	Versuch 3: Adsorption von Feuerzeuggas an Aktivkohle .....	34
5	<b>Zusammenfassung</b> .....	41
6	<b>Ausblick</b> .....	42
7	<b>Literaturverzeichnis</b> .....	48
7.1	Abbildungsverzeichnis.....	50
7.2	Tabellenverzeichnis .....	51

# 1 Einleitung

Unter Adsorption versteht man das Anlagern von Teilchen an der Grenzfläche fester Körper (Adsorbens). Seit mehreren Jahrhunderten ist das Phänomen der Adsorption schon bekannt. Die erste Erforschung der Adsorption wurde von Scheele 1773 durchgeführt, er entdeckte die Adsorption von Gasen durch Holzkohle. 1876 lieferte Gibbs erstmals eine nach ihm benannte Adsorptionsgleichung, einen Ausdruck für die Abhängigkeit der Oberflächenbeladung von der Stoffkonzentration.[9][4] Im 20. Jahrhundert lieferten Langmuir und Freundlich weitere Adsorptionstheorien, die sich hauptsächlich auf die Beschreibung der Reinstoffadsorption beschränken.[9] Der Zusammenhang der Adsorption wird für gewöhnlich durch Kurven dargestellt, die als Adsorptionsisotherme charakterisiert werden. In der vorliegenden Arbeit beschränken wir uns auf die Adsorption von Gasen.

Einer der größten Vorteile der Adsorption sind die Trennprozesse, in denen geringe Konzentrationen eines Stoffs aus einem Gemisch entfernt werden können.

Deshalb besitzt die Adsorption heute eine breite Anwendung. Ein typisches Anwendungsbeispiel ist die Trennung und Reinigung von Gasgemischen. Die betreffenden Gase können aufgrund der Temperatur- und Druck-Abhängigkeit unterschiedlich stark an der Grenzfläche des Adsorbenten adsorbieren. Diese Art der Adsorption unterscheidet man in der Industrie als Druckwechsel-Adsorption und Temperaturwechsel-Adsorption.[19] Desweiteren kann man somit auch mit Lösungsmitteldämpfen verunreinigte Luft gereinigt werden. Aus Erdgas werden zum Beispiel die schwefelhaltigen Verbindungen entfernt, um die bei der Verbrennung entstehenden Schwefeldioxid-Emissionen zu vermeiden. Das Wasser das im Erdgas enthalten ist wird auch durch Trennprozesse entfernt, damit es nicht zur Verstopfung der Rohre kommt.[14][19]

Ein Nebenaspekt dieser Arbeit ist das Phänomen "schlagende Wetter", das durch den Abbau im Kohlebergwerk entsteht. In dem Nebengestein von Kohlebergwerken kommt Methangas vor, das dort unter einem gewissen Überdruck enthalten ist. Das Gas strömt leicht aus dem Gestein, durch den vorliegenden Luftdruck wird die Menge des ausströmenden Gases beeinflusst. Diese ausströmenden Gase werden durch die Verwirbelungen mit der Luft vermischt. Ein explosionsfähiges Gemisch liegt vor, wenn der Anteil von Methan in der Luft zwischen 4,4 und 16,5 % beträgt. Wenn ausreichend Umgebungsluft, genügend brennbares Gas und eine Zündquelle vorhanden sind kann es zu einer Explosion kommen.[13]

In dieser Arbeit wird das Adsorptionsverhalten verschiedener Kohlenwasserstoffen auf Aktivkohle untersucht. Dafür wird zum einen Methangas und zum anderen Feuerzeuggas als Adsorptiv verwendet. Desweiteren soll das Phänomen der "Schlagende Wetter" mittels Methanadsorption untersucht werden. Da Methan der Hauptbestandteil von Erdgas ist, wird zur Darstellung der "Schlagenden Wetter" reines Methangas verwendet.

## 1.1 Zielsetzung /Motivation

Das Phänomen der Adsorption ist in vielerlei Hinsicht ein interessantes Thema. In der Industrie spielen die adsorptiven Trennverfahren eine wichtige Rolle, so werden zum Beispiel Gasgemische mittels Trennprozesse getrennt oder gereinigt. Aber auch im Alltag findet man das Phänomen der Adsorption wieder. Zum Beispiel enthalten Filter für Pfeifen Aktivkohle um die giftigen Stoffe im Pfeifenrauch zu adsorbieren.[24]

Das Ziel dieser Arbeit ist die Untersuchung der Adsorption von Kohlenwasserstoffen auf Aktivkohle. Mit den vorgestellten Versuchen lassen sich die Vorgänge der Adsorption einfach darstellen. Der erste Teil dieser Arbeit stellt die Reinstoffadsorption von Methan auf Aktivkohle dar. Hierbei soll das Adsorptionsverhalten von Methan auf unterschiedlichen Aktivkohlen und -koxen untersucht werden. Ein weiterer Aspekt der Arbeit ist die Ermittlung der Adsorptionsisotherme von Methan. Hierfür wurden verschiedene Gemische aus Methan und Stickstoff auf die Aktivkohle adsorbiert .

Zur Untersuchung der Adsorption weiterer Kohlenwasserstoffen wird als Adsorptiv Feuerzeuggas verwendet. Unter normalen Bedingungen wird das Adsorptionsvermögen der Komponenten im Feuerzeuggas mittels Gaschromatographen untersucht. Der Schwerpunkt dieser Arbeit sollen die experimentellen Untersuchungen und die Diskussion der Versuchsergebnisse sein.

## 2 Theoretischer Hintergrund

### 2.1 Adsorption von Gasen

Unter Adsorption versteht man die Anlagerung von Gasteilchen an der Grenzfläche eines Festkörpers. Festkörper weisen an ihrer Grenzfläche aktive Zentren auf, an denen Bindungskräfte der einzelnen Atome des Festkörpers nicht voll ab gesättigt sind. Der Festkörper, an dem die Moleküle adsorbieren, wird als Adsorbens bezeichnet. Das vom Adsorbens aufgenommene Teilchen wird Adsorbat und die Teilchen die sich in der gasförmigen Phase aufhalten Adsorptiv genannt. Wenn diese Gasteilchen auf eine Oberfläche treffen, werden diese entweder adsorbiert oder reflektiert. Zur Adsorption kommt es, wenn die Teilchen ihre kinetische Energie und Adsorptionsenergie abgeben können. Die Adsorption ist ein exothermer Vorgang. [9][10]

### 2.2 Desorption

Unter Desorption versteht man die Umkehrung der Adsorption. Um die Desorption zu ermöglichen wird Energie benötigt, denn diese adsorbierten Teilchen müssen wieder von der Oberfläche des Adsorbens angehoben werden. (vgl. Abbildung 1) Die Desorption ist ein endothermer Vorgang. [9][10]

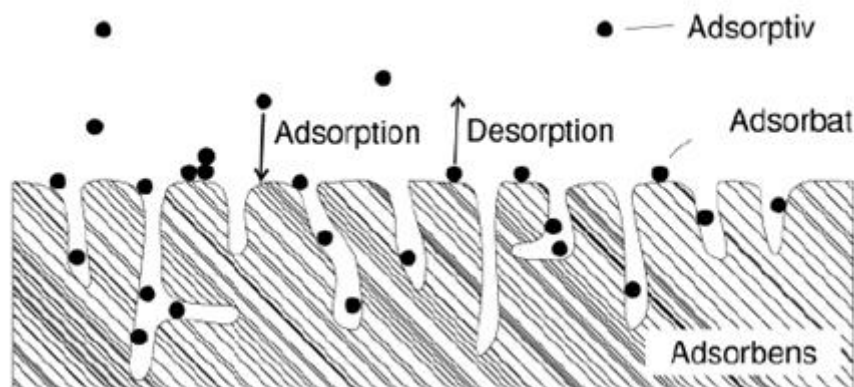


Abbildung 1 Adsorption und Desorption an einer Grenzfläche [6]



### 2.3 Chemische und physikalische Adsorption

Die Adsorption unterscheidet zwei Arten der Anlagerung eines Adsorbats an einer Oberfläche. Hierbei handelt es sich um die physikalische und chemische Adsorption.

#### Chemische Adsorption:

Bei der chemischen Adsorption entstehen zwischen den Gasteilchen und den Teilchen an der Grenzfläche des Adsorbens chemische Bindungen. Da es sich um eine chemische Reaktion handelt wird eine größere Energie frei als bei der physikalischen Adsorption. Hierbei bildet sich nur eine molekulare Schicht aus. Ein Beispiel für die chemische Adsorption wäre der Zerfall von Wasserstoff. (vgl. Abbildung 2) [9][10][2]

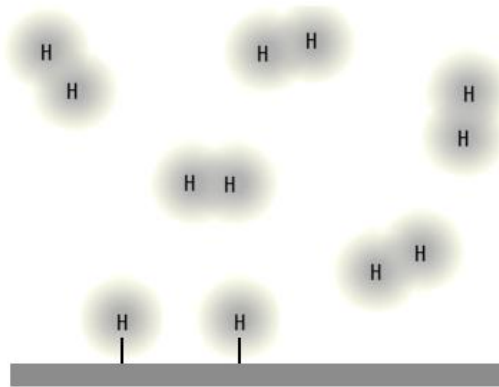


Abbildung 2 Zerfall von Wasserstoff [1]

#### Physikalische Adsorption:

Die Physikalische Adsorption entsteht durch Van-der-Waals-Kräfte. Im Gegensatz zur chemischen Adsorption werden Teilchen nicht chemisch gebunden, sondern sie lagern sich aufgrund der schwachen Anziehungskräfte an der Grenzfläche des Adsorbens an. Speziell bei physisorbierten Teilchen wird wegen der schwachen Bindungen zwischen Adsorbens und Adsorbat eine geringe Energiezufuhr für die Desorption benötigt. Daher reicht auch eine geringe Erhöhung der Temperatur aus, um die Teilchen von der Grenzfläche des Adsorbens zu desorbieren. Zur physikalischen Adsorption gehört auch wie in unseren Fall die Adsorption von Gasteilchen an Aktivkohle. Die entstehende Schicht bei der physikalischen Adsorption kann aus mehreren Moleküllagen bestehen [9][10].

## 2.4 Bedeckungsgrad

Das Adsorbens besitzt eine bestimmte Anzahl von Adsorptionsplätzen an der Oberfläche. Der Bedeckungsgrad beschreibt den Quotient aus der Anzahl der besetzten Adsorptionsplätze durch die die Anzahl der vorhandenen Adsorptionsplätze (vgl. Formel 1). [10][9]

$$\theta = \frac{\text{besetzten Adsorptionsplätze}}{\text{vorhandenen Adsorptionsplätze}} \quad (\text{Gl.2.1})$$

- Ist der Bedeckungsgrad gleich null sind alle Adsorptionsplätze frei. ( $\theta = 0$ )
- Ist der Bedeckungsgrad gleich eins sind alle Adsorptionsplätze besetzt. ( $\theta = 1$ )

## 2.5 Adsorptionsgeschwindigkeit

Die Adsorptionsgeschwindigkeit beschreibt die Geschwindigkeit mit der eine Grenzfläche vom Adsorptiv bedeckt wird. Sie hängt davon ab, wie schnell das Adsorbens die Energie des adsorbierten Teilchens aufnehmen kann. Ist die Geschwindigkeit zu langsam, so werden diese Gasteilchen in die Phase zurückgestoßen. Somit werden auf dem Adsorbens nicht alle auftretenden Gasteilchen adsorbiert.[10][9]

Die Adsorptionswahrscheinlichkeit bezeichnet den Anteil der Stöße die zu einer Adsorption führen(vgl. Formel 2).

$$\text{Adsorptionswahrscheinlichkeit} = \frac{\text{Häufigkeit(Adsorption)}}{\text{Häufigkeit(Auftreffende Teilchen)}} \quad (\text{Gl. 2.2})$$

Mit steigendem Bedeckungsgrad nimmt die Adsorptionswahrscheinlichkeit ab.

## 2.6 Adsorptionsisotherme

Die Adsorptionsisotherme beschreibt die Beziehung zwischen dem adsorbierten Volumen und dem Druck oder der Konzentration des Adsorptivs in der Gas Phase. Bei Adsorptionsisothermen besteht ein Gleichgewicht zwischen Adsorption und Desorption an einer Grenzfläche. [10][9]

### 2.6.1 Klassifizierung der Adsorptionsisotherme

Laut IUPAC können die Adsorptionsisothermen in sechs verschiedene Typenklassen unterteilt werden. (vgl. Abbildung 3)

Die Typ I-Isotherme zeigt das Adsorptionsverhalten von mikroporösen Substanzen mit kleiner äußerer Oberfläche (z.B. Aktivkohle oder Zeolithe). Bei geringen Partialdrücken findet man einen steilen Anstieg der Isotherme. Danach verläuft die Kurve in ein horizontales Plateau, da die Oberfläche vollständig bedeckt ist.[12][10]

Die Typ II-Isotherme stellt die Form einer Isotherme auf einer nicht porösen Substanz oder von Makroporen dar. Bei dem Punkt B geht man davon aus, dass die erste monomolekulare Adsorbatschicht vollständig ist. Bei weiterer Drucksteigerung beginnt die Adsorption weitere Lagen.

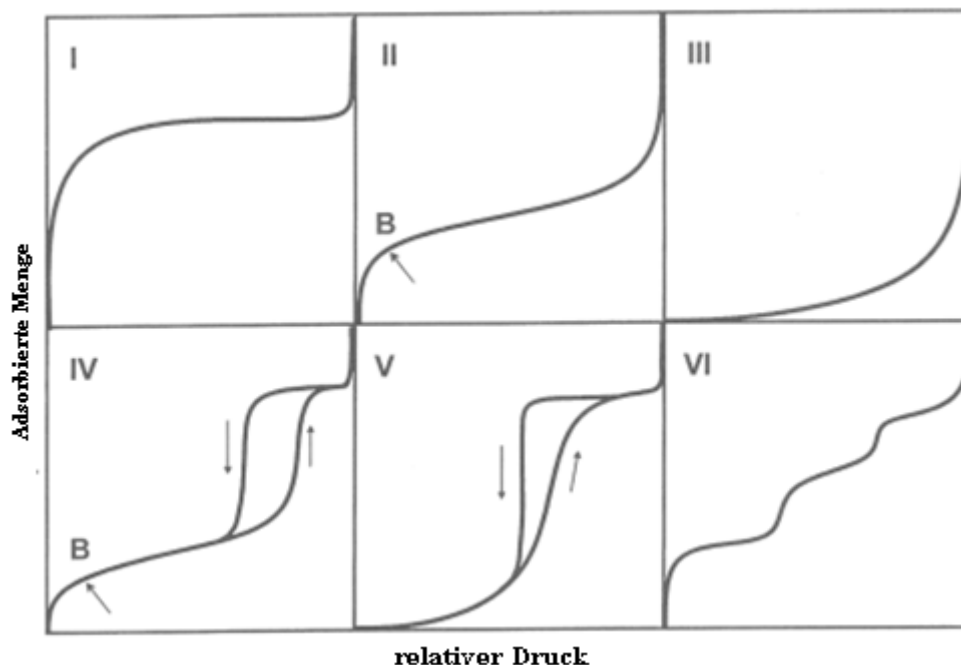


Abbildung 3 Isotherm Typen [11]

Die Typ III-Isotherme zeigt keinen deutlichen Punkt B, also keine sichtbare Monolage auf. Im oberen Druckbereich ähnelt sie dem Typ II. Diesen Typ kann man z.B. bei Wasser an hydrophoben Substanzen beobachten.

Bei der Typ IV-Isotherme handelt es sich um eine Adsorptionshysterese, die durch die Kapillarkondensation in den Mesoporen entsteht. Der erste Teil gleicht der Typ II-Isotherme, wobei der Punkt B wieder die Vervollständigung der ersten Monolage kennzeichnet. Diesen Isothermen Typ erhält man bei vielen mesoporösen Adsorbienten.

Der Typ V-Isotherme kommt sehr selten vor. Diesen Verlauf beobachtet man vor allem bei der Adsorption von polaren Stoffen an hydrophoben Grenzflächen.

Isotherme des Typs VI stellt den Fall einer schrittweisen verlaufenden Mehrschichtadsorption an einer nicht porösen Grenzfläche dar. Die Adsorption von Stickstoff an graphitisiertem Ruß verläuft nach dem Typ VI.[12][10]

## 2.6.2 Adsorptionsisotherme nach Langmuir

Die Langmuir-Isotherme ist von den mathematischen Modellen zur Beschreibung der Adsorption von Teilchen an einem porösen System die einfachste. Die Adsorptionsisotherme stellt den Verlauf des Bedeckungsgrades  $\theta$  in Abhängigkeit des Partialdruckes  $p$  der gasförmigen Komponente dar. (vgl. Abbildung 4) [10][9][4]

Die Langmuir-Isotherme beruht auf folgende Annahmen:

- Alle Bindungsstellen sind gleichwertig und die Oberfläche des Adsorbens ist einheitlich (molekulare Ebene ideal glatt).
- Es bestehen keine Wechselwirkungen zwischen den adsorbierten Molekülen.
- Eine Adsorptionsstelle kann nur durch ein Teilchen besetzt werden.

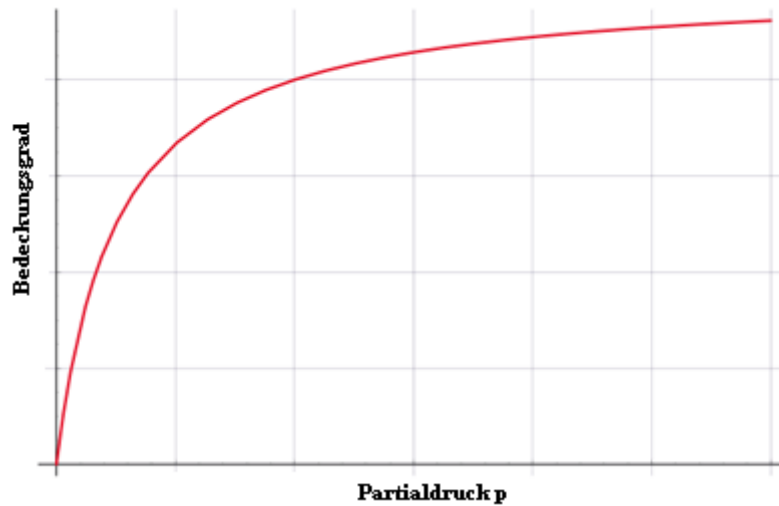


Abbildung 4 Typischer Verlauf einer Langmuir-Isotherme [7]

### 2.6.3 Adsorptionsisotherme nach Freundlich

Nimmt die Adsorptionenthalpie logarithmisch mit der Belegung ab und ist somit nicht unabhängig von der Belegung, so bekommt man eine Adsorptionsisotherme mit zwei Konstanten  $a$  und  $b$ .

Diese Adsorptionsisotherme wurde von Freundlich entdeckt (Freundlich'sche Adsorptionsisotherme). Die folgende Abbildung 5 zeigt die typische Form einer Freundlich'sche Adsorptionsisotherme [10][9][4].

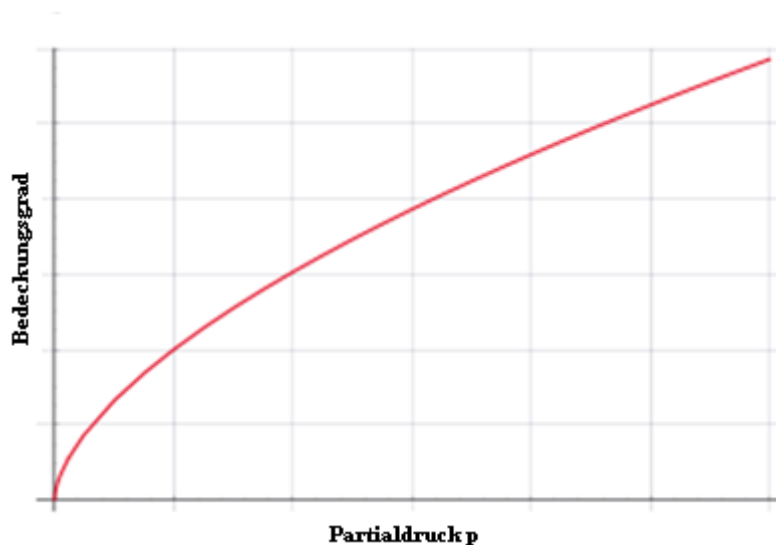


Abbildung 5 Typischer Verlauf einer Freundlich-Isotherme [7]

## 2.6.4 Adsorptionsisotherme nach Henry

Die Henry-Isotherme ist eine lineare Adsorptionsisotherme, sie wird meist nur für den Bereich niedriger Konzentrationen verwendet. Bei dieser Adsorptionsisotherme besteht ein linearer Zusammenhang zwischen Adsorbatkonzentration und dem Partialdruck. (vgl. Abbildung 6) [9][10][4]

Die Abbildung 6 zeigt einen typischen Verlauf einer Henry-Isotherme.

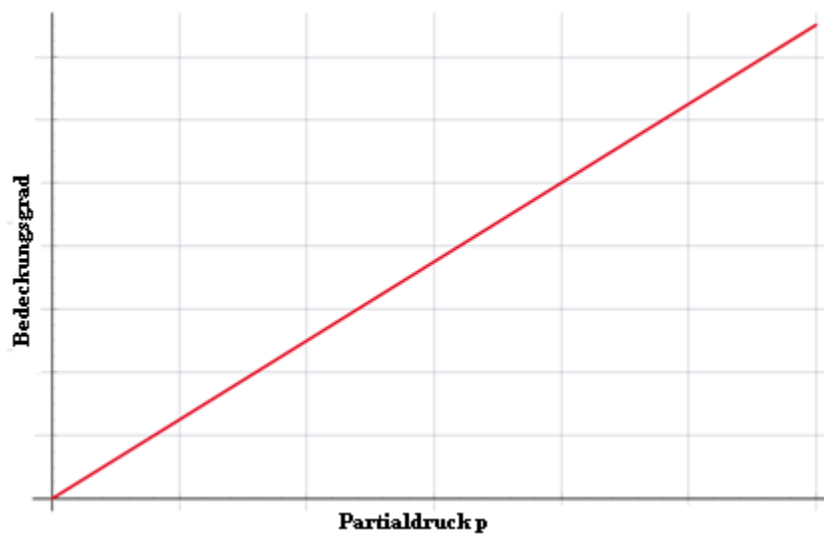


Abbildung 6 Typischer Verlauf einer Henry-Isotherme [7]

Die Henry-Isotherme besitzt folgende Annahmen:

- Die freien Stellen des Adsorbens können nur von einem Molekül oder Gasteilchen besetzt werden.
- Es besteht keine Wechselwirkungen zwischen den Adsorbatmolekülen untereinander.

## 2.7 Gaschromatographie

Bei der Gaschromatographie handelt es sich um eine Methode zur Trennung von Stoffgemischen durch Verteilung der Probe zwischen einer mobilen Phase und einer stationären Phase. Die mobile Phase ist eine gasförmige Phase, in der Gaschromatographie auch als Trägergas bezeichnet. Durch das Trägergas wird die Probe durch die Trennsäule bewegt, aufgrund der verschiedenen Affinitäten zur stationären Phase werden die Substanzen unterschiedlich verzögert. Abhängig wie die Substanz an der stationären Phase sorbiert, desorbiert und von der mobilen Phase transportiert wird unterscheidet man unterschiedliche Trennmechanismen. [8]

Bei der Gasverteilungschromatographie verwendet man als stationäre Phase eine Flüssigkeit und bei Gasadsorptionschromatographie wird ein Feststoff als stationäre Phase eingesetzt. In der Abbildung 7 ist ein typischer Aufbau eines Gaschromatographen.

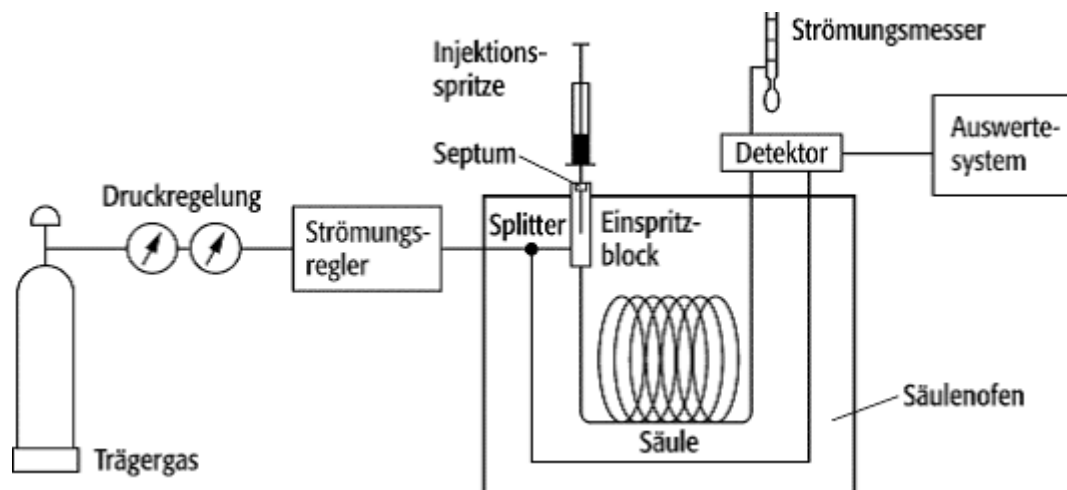


Abbildung 7 Typischer Aufbau eines Gaschromatographen [8]

Mit der Gaschromatographie lassen sich verdampfbare Stoffe oder Gasgemische trennen. Hierbei ist es wichtig, dass der zu analysierende Stoff sich verdampfen lässt, ohne sich zu zersetzen. [8]

Als Trägergas dienen Helium und Stickstoff, in unseren Fall wurde Helium benutzt. Die zu trennenden Stoffe besitzen unterschiedliches Adsorptionsverhalten wodurch sie unterschiedlich schnell durch die stationäre Phase laufen. [8]

Der Detektor stellt dann diese gemessene Änderung als Peak im Diagramm dar.(vgl. Abbildung 8)

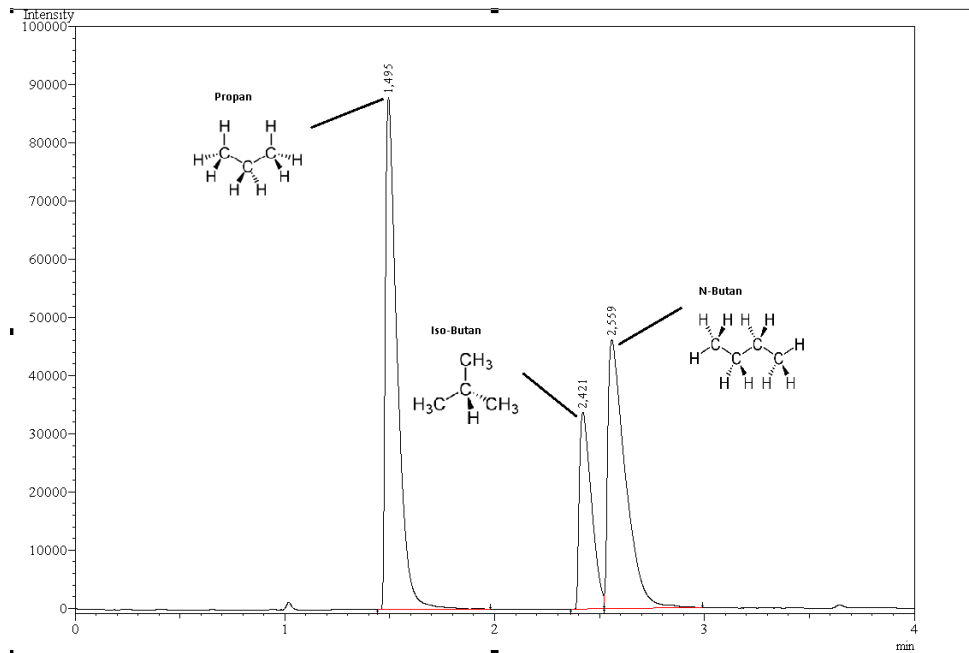


Abbildung 8 Beispiel Chromatogramm Feuerzeuggas

Mithilfe der Auswertung kann man nun anhand der Retentionszeit und der Höhe bzw. Fläche die einzelnen Komponenten qualitativ und quantitativ bestimmen.

Mit folgender Formel kann man nun den Massenanteil( $w$ ) der einzelnen Komponenten im Feuerzeuggas berechnen.

$$w(x) = \frac{A(x)}{(A(x) + A(y))} \quad (\text{Gl.2.3})$$

Der Massenanteil von Propan lässt sich beispielweise errechnen durch:

$$w(\text{Pr opan}) = \frac{A(\text{Pr opan})}{A(\text{Pr opan}) + A(n - \text{Bu tan}) + A(\text{iso} - \text{Bu tan})} \quad (\text{Gl.2.4})$$

Werden diese Werte nun in die Formel eingesetzt, erhält man nun den ungefähren prozentualen Anteil des jeweiligen Gases im Feuerzeuggas.



## 2.8 Aktivkohle

Aktivkohlen besitzen eine poröse Struktur und daher eine große innere Oberfläche. Sie können ein großes Maß an Substanzen adsorbieren, da sie an ihrer inneren Oberfläche die Gasteilchen festhalten können. Die innere Oberfläche von Aktivkohlen ist im allgemeinen größer als  $400 \text{ m}^2/\text{g}$  und das Porenvolumina größer als  $0,2 \text{ m}^3/\text{g}$ . [14]

Bei Aktivkohlen lässt sich die zelluläre Struktur des organischen Materials bei einer ca. 300-fachen Vergrößerung durch ein Mikroskop erkennen.(vgl. Abbildung 9) Die zelluläre Struktur der Aktivkohle besteht aus graphitartigen Platten, die nur einige Atome breit sind. Da die hexagonalen C-Ringe häufig gebrochen sind gibt es an den Stellen eine Möglichkeit für eine Adsorption.[14]

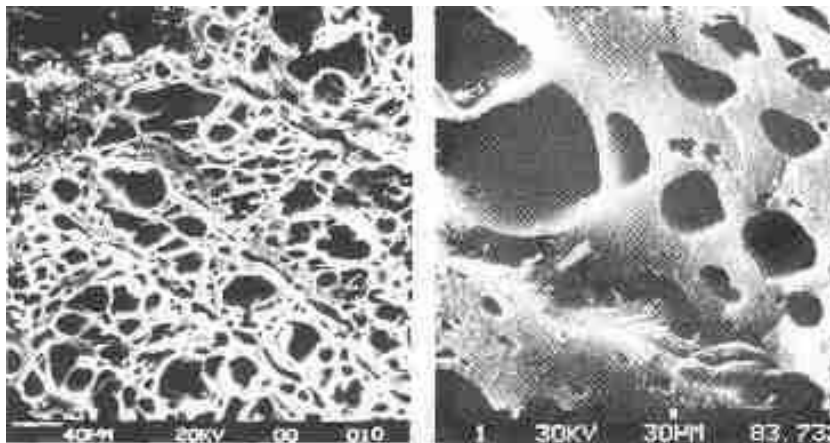


Abbildung 9 Rasterelektronenmikroskopische Bilder von Aktivkohle[15]

Es gibt zwei verschiedene Arten der Herstellung von Aktivkohlen. Da sie aus fast jedem kohlenstoffhaltigen Stoff hergestellt werden können, wird häufig Holz oder Steinkohle verwendet. Die Herstellung aus nicht porösen, kohlenstoffhaltigen Materialien wird als Aktivierung bezeichnet. [14]

Es gibt 2 Herstellungsmethoden:

- Gasaktivierung:  
Durch Wasserdampf wird bei Temperaturen von  $700-1000 \text{ }^\circ\text{C}$  eine Teiloxidation des Kohlenstoffes bewirkt. Es entstehen feinporige Aktivkohlen. [14]

- Chemische Aktivierung:  
Die Rohstoffe werden mit einem dehydratisierend wirkenden Mittel (z.B. Zinkchlorid) vermischt und anschließend bei Temperaturen von 400-600 °C erhitzt. Dabei entstehen grobporige Aktivkohlen.[14]

## 2.9 Sorten und Anwendungen von Aktivkohle

### Granulierte Aktivkohle:

Hier besitzen die Kohlekörner eine unregelmäßige Form. Der Durchmesser beträgt bei granulierten Aktivkohlen über 0,18 mm. Sie werden oft zur Reinigung von Flüssigkeiten verwendet. Desweiteren wird granuliert Kohle mit größeren Körnern auch zur Reinigung von Luft, Gasen oder als Katalysator von Reaktionen eingesetzt. [3]

### Einsatzgebiete:

- Reinigung von Trinkwasser-Aufbereitungsanlagen
- Katalytische Entfernung von restlichen Chlor und Ozon
- Reinigung von Paraffin und Pharmaglycerin
- Entfärbung von flüssigen Lebensmitteln(Zucker, Glucose)



Abbildung 10 Granulierte Aktivkohle [3]

### Geformte Aktivkohle:

Diese Art von Kohle hat die Form von kleinen Zylindern. Durch diese Form besitzt sie einen kleineren Luftwiderstand als die granulierten Aktivkohle. Geformte Aktivkohle gibt es mit folgenden Durchmessern:

1,5mm, 3mm, 4mm.

Hauptsächlich wird die Aktivkohle bei der Ventilation von Luft und Gasen verwendet. [3]

### Anwendungsbereiche:

- Reduktion von flüchtigen organischen Verbindungen
- Reinigung von Abgas
- Reinigung von Erdgas und Biogas
- Deodorisierung der Luft



Abbildung 11 Geformte Aktivkohle [3]

### Pulverkohle:

Diese Aktivkohle besitzt Körner, die nach dem Mahlen nur wenige Hundertstel Millimeter groß sind. Für die Verwendung dieser Art von Aktivkohle erfordert es spezielle Dosierungssystemen.[3]

Anwendungsbereiche:

- Aufbereitung von Trinkwasser
- Abwasserbehandlung
- Anreicherung von Belebtschlamm
- Entfärbung von chemischen Produkten und Lebensmitteln



Abbildung 12 Pulverkohle [3]

Imprägnierte Aktivkohle:

Besitzt die gleiche Form wie die geformte Aktivkohle. Ihre Oberfläche wurde mit einer chemischen Verbindung einem sogenannten Imprägnierstoff beschichtet. Imprägnierte Kohlen verwendet man grundsätzlich zur katalytischen Entfernung von anorganischen Verbindungen aus Gasen. [3]

Anwendungsbereiche:

- Entfernen von anorganischen Verunreinigungen aus Abgasen
- Biogasreinigung von Schwefelwasserstoff
- Reinigung von Erdgas von Quecksilber

### 3 Experimenteller Teil

Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Untersuchung der Adsorption und Desorption von Kohlenwasserstoffen an Aktivkohlen unter normalen Bedingungen. Anhand des Adsorptionsvolumens sollen die Vorgänge, die bei der Adsorption von Kohlenwasserstoffen an Aktivkohlen ablaufen, untersucht werden. Es wurden drei verschiedene Versuche durchgeführt, die sich mit der Adsorption vom Methan- und Feuerzeuggas befassen. Für die Durchführung der experimentellen Untersuchungen wurden mehrere Versuchsaapparaturen aufgebaut. Die Messergebnisse werden in Kapitel 4 dargestellt und diskutiert.

#### 3.1 Verwendete Geräte

Gerät	Typ	Name	Herrsteller
Gaschromatographen	2010 Plus	-	Shimadzu
Exsikkator	-	-	-
Vakuumpumpe	MD 4C	Membran Vakuumpumpe	Vacuubrand GmbH + Co KG
Muffelofen	-	-	-

#### 3.2 Verwendete Chemikalien

Chemikalie	Hersteller	Lieferant
Methan (99,98%)	Linde AG	Linde
Stickstoff	-	-
Aktivkohle	-	-
Feuerzeuggas (Premium Gas)	Ermuri-Gruppe	-

#### 3.3 Methangas und Stickstoff.

Für die Versuche wurde 99,98% Methangas verwendet. Das verwendete Stickstoff wurde aus dem Hahn im Labor benutzt.

### 3.4 Versuchsdurchführung

#### 3.4.1 Versuch 1: Ad- und Desorption von Erdgas (Methan) an bzw. von Aktivkohle

##### Geräte und Chemikalien:

100 ml-Kolbenprober, 60 ml Einwegspritze, Kanüle für die 60 mL-Einwegspritze, Drei-Wege-Hahn, Silikonöl, Glaswolle, kurzes Stückchen Schlauch, Kerze, Methangas, frisch ausgeglühte Aktivkohle

##### Durchführung:

##### Adsorption:

Als erstes werden die Dichtungen der 100 ml Kolbenprober mit etwas Silikonöl gefettet und dann die Leichtgängigkeit der Stempel in dem Kolbenprober überprüft. Da schon möglicherweise Luft an der Oberfläche adsorbiert ist, wird die Aktivkohle in einem Muffelofen ausgeglüht. (vgl. Abbildung 13)

Hierfür wurde die benötigte Menge an Aktivkohle in einen Tiegel eingewogen. Das verwendete Temperaturprogramm des Muffelofens ist in Abbildung 14 abgebildet.

Anschließend wird die frisch ausgeglühte Aktivkohle in einem Exsikkator gestellt und für einige Minuten abgekühlt. Mit einer Vakuumpumpe wird die Aktivkohle im Exsikkator evakuiert um weitere Adsorptionen an der Luft zu verhindern. (vgl. Abbildung 15)



Abbildung 13 Muffelofen

## Versuch Temperaturverlauf Muffelofen

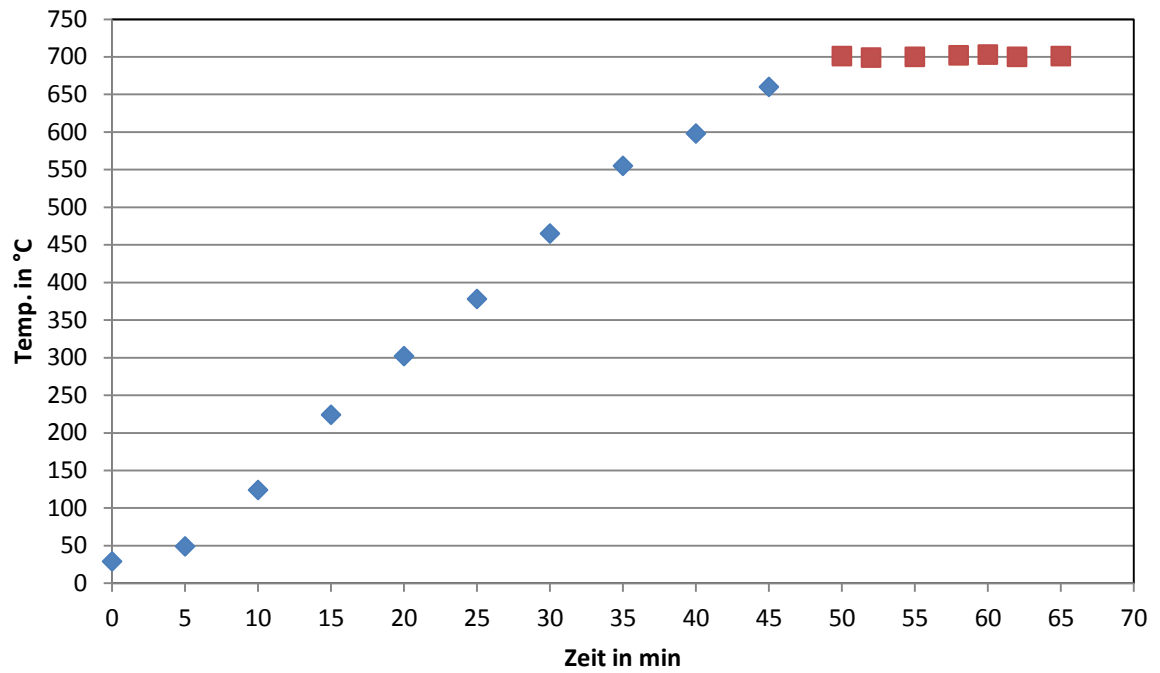


Abbildung 14 Temperaturprogramm Muffelofen



Abbildung 15 Exsikkator mit Vakuumpumpe

Darauf wird aus dem einem 100 ml Kolbenprober der Stempel entfernt und der Konus mit etwas Glaswolle gefüllt, damit die Aktivkohle nicht rausläuft. Die ausgeglühte Aktivkohle wird aus dem Exsikkator genommen. Hierbei werden Handschuhe getragen um keine Verunreinigungen an der Aktivkohle zu verursachen.

Die Aktivkohle füllt man dann bis zur 20 ml Marke ein und schiebt den entfernten Stempel so weit in den Kolbenprober, sodass die Aktivkohle kompakt eingeschlossen ist. Der zweite 100ml Kolbenprober wird mit 100 ml Methangas gefüllt und über ein kurzes Stückchen Schlauch mit dem ersten Kolbenprober verbunden. Durch mehrmaligen Zug und Druck wird das Methangas von dem einen zum anderen Kolbenprober und wieder zurück geleitet . Das verbliebene Gasvolumen wird notiert und der Kolbenprober entleert. (vgl. Abbildung 16)

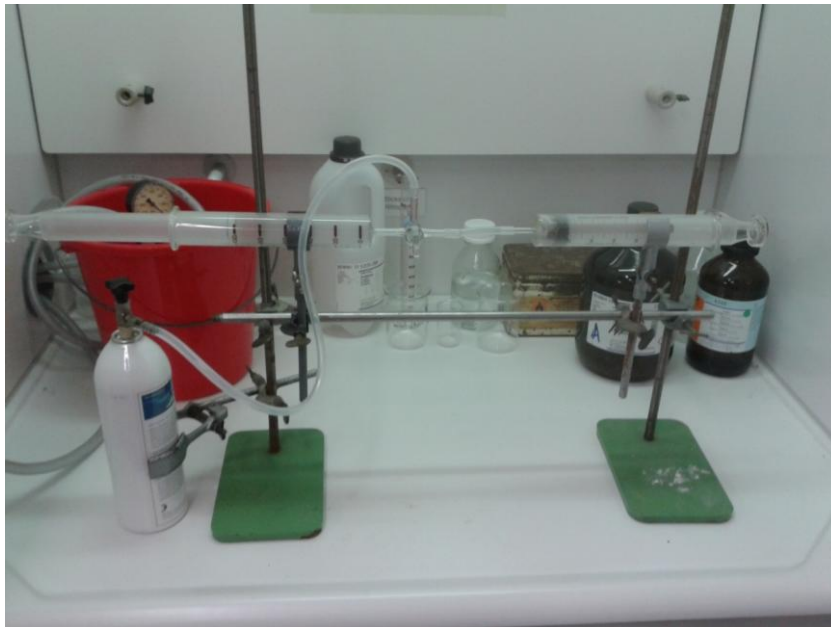


Abbildung 16 Versuchsanordnung Adsorption

#### Desorption:

Zwischen beiden 100ml Kolbenprobern wird nun noch ein Drei-Wege-Hahn eingebaut. Am seitlichen Zugang wird ein weiterer 100ml Kolbenprober angebracht und mittels Schlauch verbunden. Durch das Verstellen des Drei-Wege-Hahns wird nun ein Zugang zwischen den beiden ersten Kolbenprobern eingestellt.

Nun wird durch das Herausziehen des Stempels des leeren Kolbenprobers ein Unterdruck erzeugt, sodass ein Teil des Gases desorbiert und in den Kolbenprober gelangt. Der Kolbenprober wird durch Einstellen des Drei-Wege-Hahns verschlossen.



Anschließend kann das abgezogene Gas dann durch erneutes Einstellen des Drei-Wege-Hahns in den 100ml-Kolbenprober überführt werden(vgl. Abbildung 17). Das Volumen des desorbierten Gases wird abgelesen und notiert.

Eine Gasmaus mit Septum wird mit dem Drei-Wege-Hahn verbunden und das desorbierte Gas wird mit Druck überführt. Nun wird das Gas mit einer Spritze, die mit einer Kanüle versehen ist, abgezogen. Als Nachweis versucht man das Gas langsam in unmittelbarer Nähe einer Flamme gleichmäßig auszudüsen, so dass eine Tochterflamme an der Kanülenspitze sichtbar wird.



Abbildung 17 Versuchsaapparatur Desorption

### 3.4.2 Versuch 2: Adsorptionsisotherme von Methan/Stickstoff Gas

#### Durchführung:

Wie in Versuch 1 wird die Aktivkohle ausgeglüht und die 100ml-Kolbenprober präpariert. Mit veränderlichen Methan/Stickstoff Verhältnissen wird der leere Kolbenprober gefüllt und auf den Kolbenprober mit der Aktivkohle geleitet. Wenn sich das Gleichgewicht eingestellt hat, wird der Verbleib des Restgases notiert und das Gas aus dem Kolbenprober entlassen.(vgl. Tabelle1)

Tabelle 1 Modellmischung Methan/Stickstoff

Versuchsnummer	Verhältnis Methan(ml) : Stickstoff(ml)
1	10:90
2	20:80
3	30:70
4	40:60
5	50:50
6	60:40
7	70:30
8	80:20
9	90:10
10	100:00

### 3.4.3 Versuch 3: Adsorption von Feuerzeuggas an Aktivkohle

#### Durchführung:

Als erstes nimmt man ein Gaschromatogramm von dem Feuerzeuggas auf. Danach wird wie in Versuch 1 die Kolbenprober präpariert und einer davon mit frisch ausgeglühte Aktivkohle bis zur 20ml Marke gefüllt. Dann zieht man mit dem zweiten Kolbenprober 100 ml Feuerzeuggas auf und verbindet wieder den zweiten Kolbenprober mit den ersten über einen kurzen Gummischlauch.

Nun wird das Feuerzeuggas durch Druck und Zug so oft von dem einen Kolbenprober in den anderen geleitet, bis keine Volumenänderung mehr vorliegt (ca.5 bis 10-mal). Das Restgas wird in den Kolbenprober, in der sich keine Aktivkohle befindet, überführt. Das Restvolumen wird abgelesen und notiert. Danach wird das Restgas mittels Druck in ein Vial (1,5ml)überführt und sofort ein Chromatogramm aufgenommen.

Der Kolbenprober wird erneut mit 100ml Feuerzeuggas gefüllt, wieder mit dem anderen Kolbenprober, in der sich die Aktivkohle befindet, verbunden. Das Feuerzeuggas wird wieder auf die gleiche Aktivkohle bis zur Volumenkonstanz hin und her geleitet. Folglich wird das Restvolumen notiert und erneut ein Gaschromatogramm aufgenommen.

Dieser Ablauf wird so oft wiederholt bis praktisch kein Feuerzeuggas mehr an der Aktivkohle adsorbiert ist (7 bis 10 Mal).

## 4 Auswertung

### 4.1 Versuch 1: Ad- und Desorption von Methan an bzw. von Aktivkohle

#### Versuch 1 Allgemeines Ablaufschema:

- Aktivkohle wird im Muffelofen ausgeglüht ( $t= 65\text{min}$ )
- ausgeglühte Aktivkohle wird in den Exsikkator gestellt und abgekühlt
- Mittels Vakuumpumpe wird ein Vakuum im Exsikkator erzeugt.
- Aufbau der Versuchsanordnung
- Adsorption des Methangases
- Desorption
- Nachweis des desorbierten Gases an einer Zündquelle

Obwohl reine Kohlenwasserstoffe ein schlechtes Adsorptionsvermögen an Aktivkohle besitzen, konnten bei diesem Versuch ca. 40 bis 50 ml Methangas an den ausgeglühten Aktivkohlen adsorbiert werden. Für diese Versuche wurden verschiedene Aktivkohlesorten eingesetzt. Aus der Tabelle kann man entnehmen, dass Methan die schlechtesten Adsorptionseigenschaften auf Aktivkohle besitzt, aber immer noch größer als die von Luft (vgl. Tabelle 2). Aufgrund der großen inneren Oberfläche der Aktivkohle lassen sich gasförmige Stoffe an den Grenzflächen mithilfe der van-der-Waals Kräfte adsorbieren.

An der Grenzfläche der Aktivkohle bewirken diese Kräfte einen einseitigen Zug nach innen, das bewirkt eine Verkleinerung der Oberfläche. Da Aktivkohle das Bestreben hat seine Grenzflächenenergie zu vermindern, sättigen sich die freien Bindungskräfte an der Oberfläche der Aktivkohle mit den Teilchen des angrenzenden Gases. [10][21]

Tabelle 2 Adsorptionsvermögen von Paraffinen [18]

Index:

1 = sehr geringe Aufnahmefähigkeit

2 = geringe Aufnahmefähigkeit

3 = gute Aufnahmefähigkeit

Substanz	Index
Methan	1
Ethan	2
Propan	2
Butan	2
Pentan	3

#### 4.1.1 Versuchsnummer 1: Temperaturverlauf Muffelofen

Die Aktivkohle wurde vor jedem Versuch ausgeglüht. Hierfür wurde zum Ausglühen der Aktivkohle ein Muffelofen verwendet. Die Temperatur, an der Aktivkohle anfängt zu glühen, beträgt ca. 700 C°. Für jeden Versuch wurde folgendes Temperaturprogramm verwendet (vgl. Abbildung 14).

Anhand des Diagramms kann man erkennen, dass die Aktivkohle 50 min lang auf eine Temperatur von 700°C hochgeheizt und 15 min lang auf dieser Temperatur gehalten wurde.

Mit einer Vakuumpumpe wurde die Aktivkohle im Exsikkator evakuiert, um weitere Adsorptionen von Stickstoff und Sauerstoff zu verhindern. Es stellt sich heraus, dass die Versuche reproduzierbar sind, dass erkennt man an der geringen Abweichung der Doppelbestimmungen.

#### 4.1.2 Versuchsnummer 2: Adsorption von Methan an verschiedenen Aktivkohlesorten

Bei der Messung der Adsorption von Methan an Aktivkohle wurde jeweils Doppelbestimmungen durchgeführt. Die Werte weichen im Einzelnen sehr minimal ab, worauf man schließen kann, dass der Versuch reproduzierbar ist. (vgl. Tabelle 3)

Tabelle 3: Adsorption von Methan an Aktivkohlen:

##### 1. Bestimmung:

<b>Aktivkohlesorte</b>	<b>Volumen vor der Adsorption (ml)</b>	<b>Volumen nach Adsorption (ml) 1. Bestimmung</b>	<b>Adsorbiertes Volumen (ml) 1. Bestimmung</b>
D43/1 (0,8mm)	100	64	36
Norit GAC 1240W (1mm)	100	55	45
norit row 0,8 supra (0,8mm)	100	50	50
Merck KGaA (1,5mm)	100	62	38

## 2. Bestimmung:

<b>Aktivkohlesorte</b>	<b>Volumen vor der Adsorption (ml)</b>	<b>Volumen nach Adsorption (ml) 2. Bestimmung</b>	<b>Adsorbiertes Volumen (ml) 2. Bestimmung</b>
D43/1 (0,8mm)	100	66	34
Norit GAC 1240W (1mm)	100	58	42
norit row 0,8 supra (0,8mm)	100	52	48
Merck KGaA (1,5mm)	100	61	39

Obwohl Methan als unpolare Stoff schlechte Adsorptionseigenschaften besitzt, konnten trotzdem 50 ml Methangas an der Aktivkohle adsorbieren. Anhand der Tabelle kann man erkennen, dass die Aktivkohlesorte norit row 0,8 supra die besten Eigenschaften und D43/1 die schlechtesten Eigenschaften besitzt, um unpolare Gase zu adsorbieren (vgl. Tabelle 3). Die Aktivkohlenart norit row 0,8 supra gehört zu den geformten Aktivkohlen, die für die Reinigung von Gasen verwendet wird. [3]

### 4.1.3 Versuchsnummer 3 : Desorption von Methan

Tabelle 4 : Desorption von Methan an Aktivkohle

<b>Aktivkohlesorte</b>	<b>Desorbiertes Volumen (ml) 1. Bestimmung</b>	<b>Desorbiertes Volumen (ml) 2. Bestimmung</b>
D43/1 (0,8mm)	29	26
Norit GAC 1240W (1mm)	40	37
norit row 0,8 supra (0,8mm)	36	38
Merck KGaA (1,5mm)	31	27

Es zeigt sich, dass durch den erzeugten Unterdruck ca. 30-40 ml des adsorbierten Methangases von der Grenzfläche der Aktivkohle wieder desorbieren und in den 100 ml Kolbenprober überführen lassen. (vgl. Tabelle 4). Daraus kann man schließen, dass unter normalen Bedingungen Methangas sich leicht wieder von der Aktivkohle desorbieren lässt. Das aufgefangene Methangas wurde dann mittels der Kerze als brennbares Gas nachgewiesen. Die nur schwer sichtbare Flamme des Methangases brennt blau.

## 4.2 Versuch 2: Adsorptionsisotherme von Methan/Stickstoff Gas

### Versuch 2 Allgemeines Ablaufschema:

- Aktivkohle wird im Muffelofen ausgeglüht (t= 65min)
- ausgeglühte Aktivkohle wird in den Exsikkator gestellt und abgekühlt
- Mittels Vakuumpumpe wird ein Vakuum im Exsikkator erzeugt.
- Aufbau der Versuchsapparatur
- Adsorption des Methan/Stickstoff Gemisch (verschiedene Mischverhältnisse)

Bei der Untersuchung des Adsorptionsgleichgewichts und der Diffusion von Methangas wurde mittels Modellmischung aus Methan und Stickstoff eine Adsorptionsisotherme aufgenommen.

Tabelle 5 Adsorption von Methan/Stickstoff Gemisch an GAC 120W:

Nummer	Verhältnis Methan(ml) : Stickstoff(ml)	Partialdruck	vor Adsorption (ml)	nach Adsorption (ml)	Adsorbiertes V (ml)
1	10:90	-	-	-	-
2	20:80	0,2	100	93	7
3	30:70	0,3	100	90	10
4	40:60	0,4	100	86	14
5	50:50	0,5	100	81	19
6	60:40	0,6	100	76	24
7	70:30	0,7	100	70	30
8	80:20	0,8	100	68	32
9	90:10	0,9	100	61	39
10	100:00	1	100	55	45

Hierfür wurde die gleiche Versuchsapparatur wie in Versuch 1 aufgebaut. Dann wurden verschiedene Mischverhältnisse aus Methan und Stickstoff auf die Aktivkohle adsorbiert.(vgl. Tabelle 5) Für den Versuch wurden verschiedene Aktivkohlesorten verwendet. Mit den Werten der Tabelle 5 lässt sich nun die Adsorptionsisotherme graphisch erstellen.

Die Adsorptionsisotherme vom Methan an der Aktivkohle GAC 1240 W ist in der Abbildung 18 bei Raumtemperatur dargestellt. Sie stellt den Zusammenhang vom normalen Druck bis zu niedrigen Partialdrücken auf. Mittels verschiedener Mischverhältnisse von Stickstoff und Methan kommen diese verschiedenen Partialdrücke zustande.

Somit lassen sich mit diesem Versuch die Zusammenhänge der Wechselwirkungen an Aktivkohle simpel darstellen.

Es zeigt sich ein linearer Verlauf, worauf man auf den Typ 1 der klassifizierten Adsorptionsisothermen schließen kann. Diese Art der Adsorptionsisotherme lässt sich am besten mit der Henry-Isotherme beschreiben.

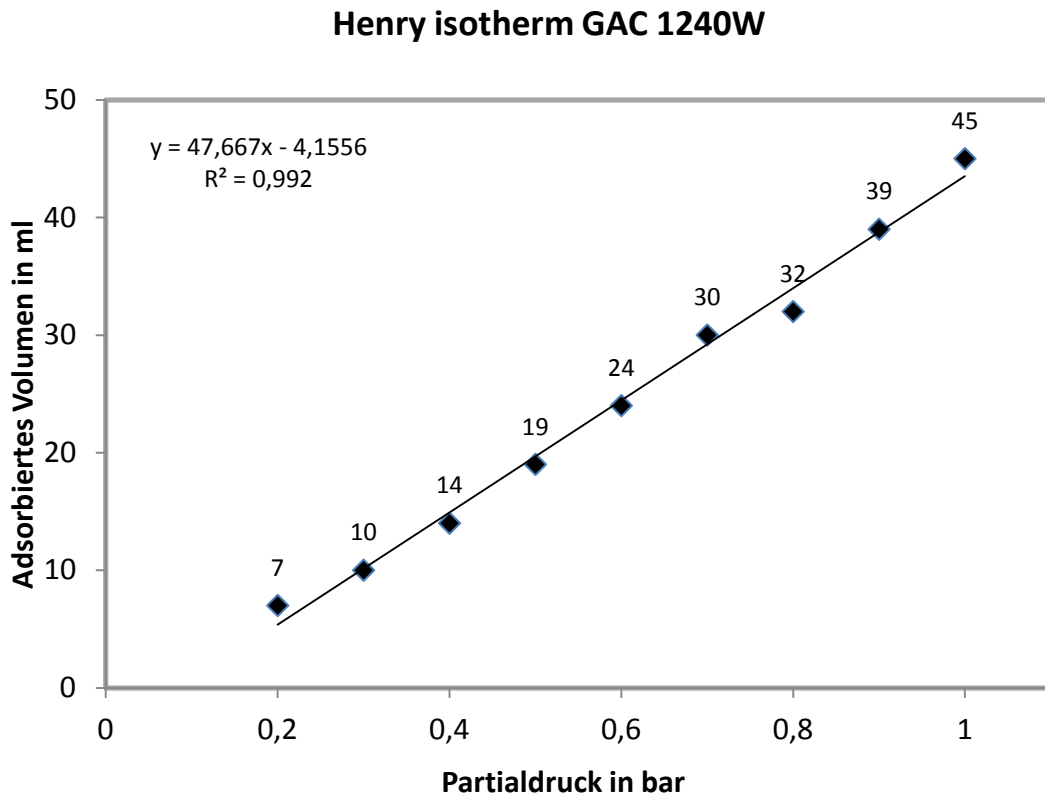


Abbildung 18 Henry-Istherme Methan an GAC 1240 W

Die anderen gezeigten Adsorptionsisothermen zeigen ebenso lineare Zusammenhänge bis zum gemessenen Druckbereich von 1 bar (vgl. Abbildung 19,20,21). Das Entscheidende bei Adsorptionsisothermen sind die Wechselwirkungen zwischen Adsorptiv und Adsorbens. Speziell bei der Henry-Isotherme adsorbieren die Moleküle unabhängig voneinander. Desweiteren ist die Energie der Wechselwirkung vom jedem Teilchen auf der Oberfläche identisch und unabhängig vom Grad der Bedeckung. Daher wird die Henry-Isotherme nur für Bereiche mit niedrigen Konzentrationen verwendet. Da die Adsorptionsisotherme bis zu einem Druck von ein bar verläuft, liegt keine Sättigung der Aktivkohle vor. Für weitere Auswertungen wären die Langmuir-Isotherme oder Freundlich-Isotherme eine weitaus bessere Darstellung.

### Henry isotherm norit row 0,8 supra

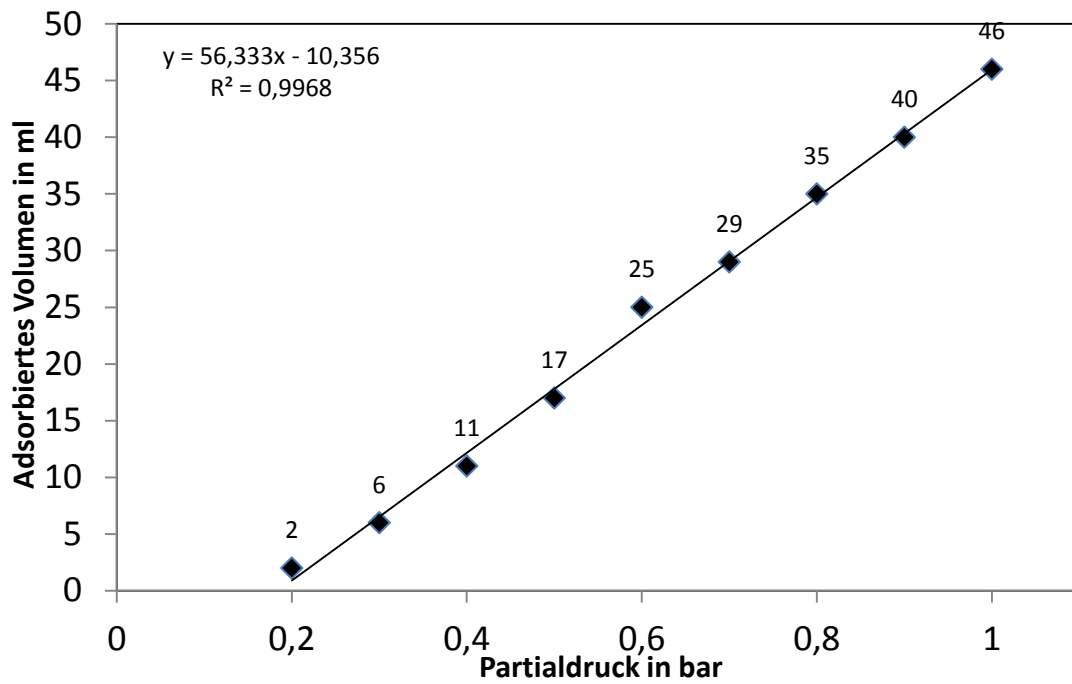


Abbildung 19 Henry-Isotherme von Methan auf row 0,8 supra

### Henry isotherm D43/1

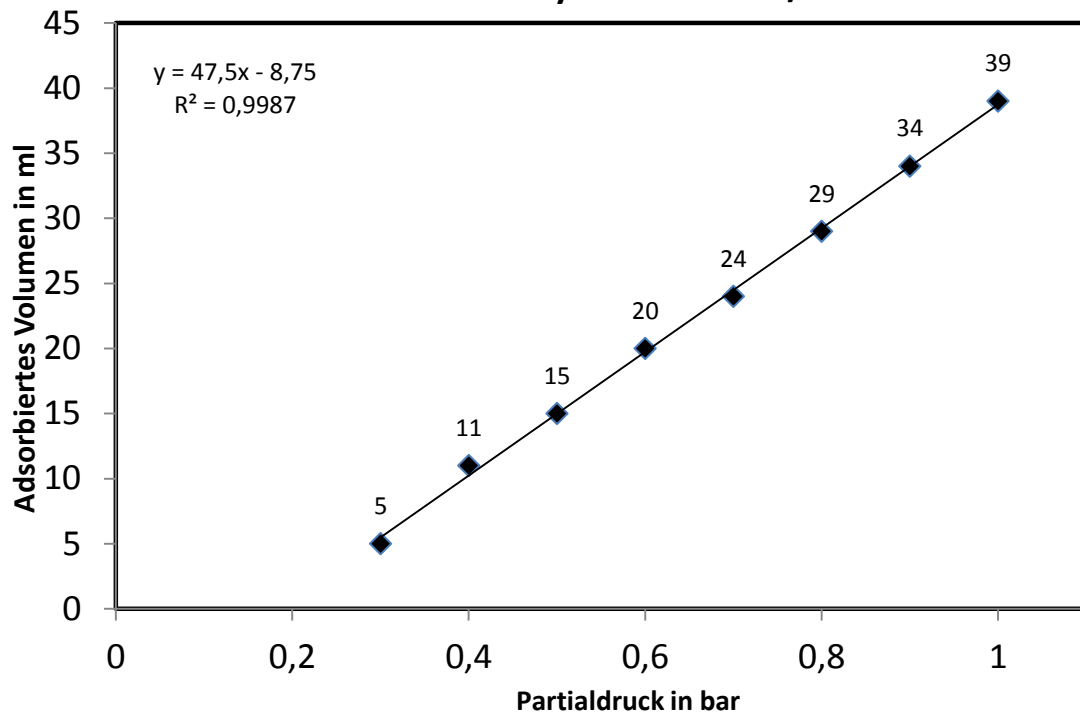


Abbildung 20 Henry-Isotherme von Methan an D43/1



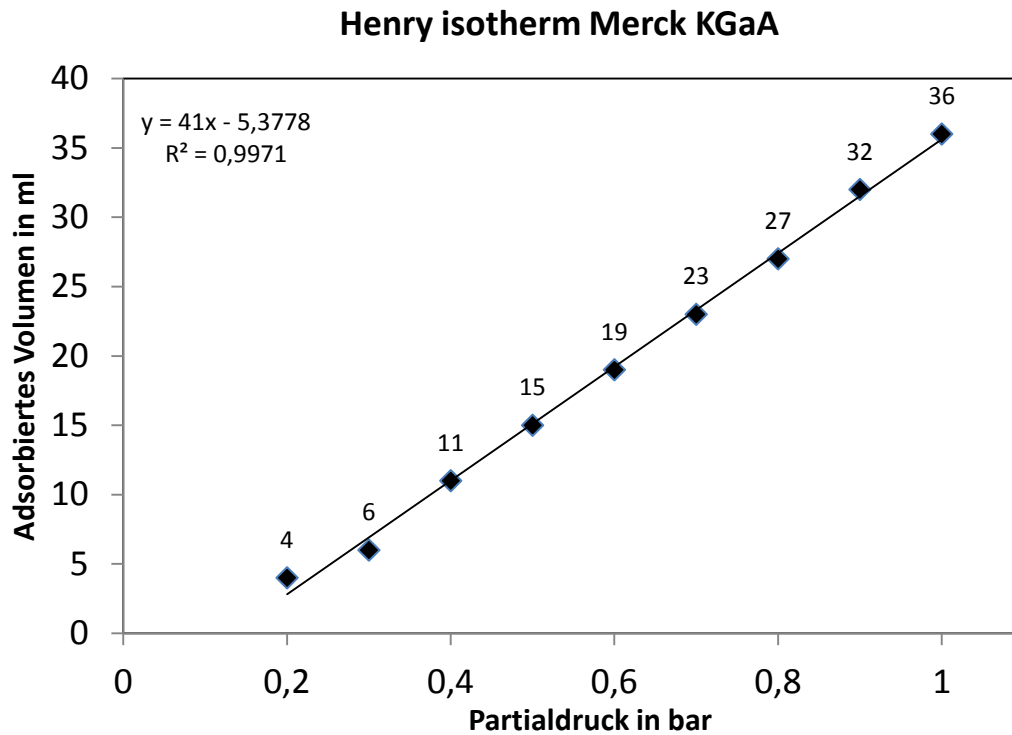


Abbildung 21 Henry Isotherme Methan auf Merck KGaA

Restbeladung des Adsorbens und Temperatureinflüsse wurden bei diesem Versuch nicht berücksichtigt. Trotzdem fällt bei den Messwerten eine geringe Abweichung auf. In allen Fällen war das Bestimmtheitsmaß größer als 0,992, somit ist diese Art der Adsorptionsisotherme ein einfaches und reproduzierbares Modell zur Beschreibung der Methanadsorption.

### 4.3 Versuch 3: Adsorption von Feuerzeuggas an Aktivkohle

#### Versuch 3 Allgemeines Ablaufschema:

- Aktivkohle wird im Muffelofen ausgeglüht (t= 65min)
- ausgeglühte Aktivkohle wird in den Exsikkator gestellt und abgekühlt
- Mittels Vakuumpumpe wird die Aktivkohle evakuiert.
- Aufbau der Versuchsanordnung
- Adsorption 100 ml Feuerzeuggas
- Chromatogramm des Restgases
- weitere Adsorptionen mit Feuerzeuggas ,bis keine Adsorption mehr statt findet
- Desorption
- Nachweis des desorbierten Gases an einer Zündquelle

Eine weitaus bessere Darstellung der Adsorption von gasförmigen Stoffen an Aktivkohle ist die Verwendung von Feuerzeuggas als Adsorptiv. Hierfür wurde jeweils 100 ml Feuerzeuggas auf die Aktivkohle geleitet und vom Restgas ein Chromatogramm erstellt. Der Versuch wurde mit der Aktivkohlesorte norit row 0,8 supra durchgeführt. Auf die unterschiedlichen Chromatogramme wird in der Auswertung eingegangen. Im Gegensatz zu Methan lassen sich mit Feuerzeuggas ca. 600 ml an der Aktivkohle adsorbieren(vgl. Tabelle 6). Mithilfe der Gaschromatographie kann man qualitative Aussagen erhalten, welche einzelnen Komponenten besser oder schlechter an der Aktivkohle adsorbieren. Dafür wurden verschiedene Gaschromatogramme von dem Ausgangsstoff und den Restgasen nach der Adsorption des Feuerzeuggases aufgenommen.

Tabelle 6 Volumen vor und nach der Adsorption von Feuerzeuggas

Volumen vor Adsorption (ml)	Volumen nach Adsorption (ml)	Adsorbiertes Volumen(ml)
100	20	80
100	11	89
100	7	93
100	10	90
100	14	86
100	22	78
100	40	60
100	52	48
100	79	21
900		645

Durch den erzeugten Unterdruck analog zu Versuch 1 konnten bei der Desorption ca-40 ml Feuerzeuggas desorbiert werden. Mittels Ausdüsen des Gases, brennt das Gas mit schwer sichtbarer gelber Flamme.

Als Säule wurde die Nano Plot TH1 verwendet:

Länge: 10m

Innendurchmesser:0,25mm

Außendurchmesser: 0,36 mm

Filmdicke: 1 µm

keramische Phase

FID 1: 320 °C

Max Temperatur: 320 °C

Die Chromatogramme wurden mit Helium als Trägergas aufgenommen.

SPL1

300°C

Split 1/50

Druck: 0,21 bar

Linear Velocity: 20 cm/sec

Reihenfolge der einzelnen Komponenten:

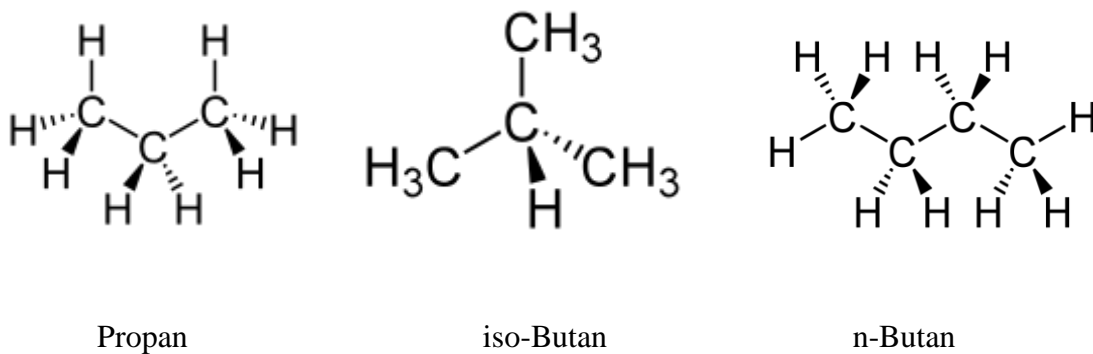


Abbildung 22 Struktur von Propan, iso-Butan, N-Butan [18][19][20]

Das aufgenommen Chromatogramm vom verwendeten Feuerzeuggas (Premium Gas) vor der Adsorption zeigt drei Komponenten (vgl. Abbildung 23). Von links nach rechts handelt es sich um Propan, iso-Butan und n-Butan. Mit den einzelnen Flächen kann der Massenanteil der einzelnen Komponenten im Feuerzeuggas berechnet werden.

Beispielrechnung für Premium Gas:

$$w(x) = \frac{A(x)}{A(x) + A(y)} \quad (\text{Gl.2.1})$$

Der Massenanteil von Propan lässt sich beispielweise errechnen durch:

$$w(\text{Propan}) = \left( \frac{346173}{346173 + 136234 + 268428} \right) * 100\% \quad (\text{Gl.2.2})$$

$$\underline{w(\text{Propan}) = 46\%}$$

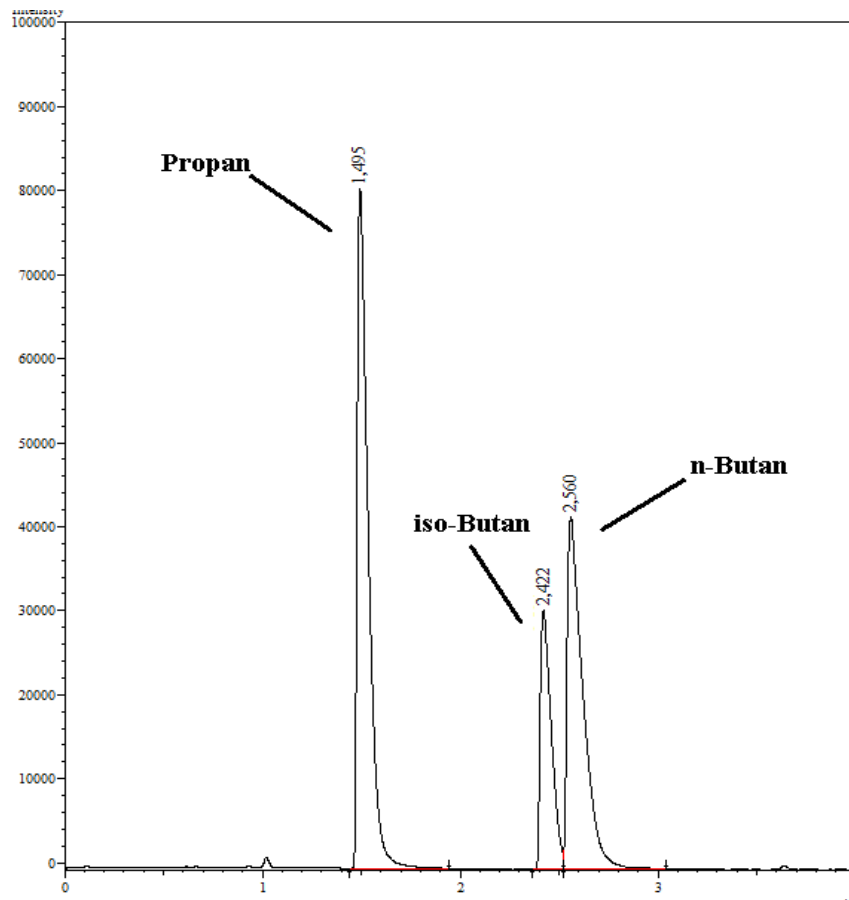


Abbildung 23 Gaschromatogramm von Premium Gas

Tabelle: 7 Chromatogrammwerte Premium Gas

Peak#	Ret.Time	Area	Massenanteil (%)
1	1,495	346173	46
2	2,421	136234	18
3	2,559	268428	35
Total		750835	

Das aufgenommene Chromatogramm nach der ersten Adsorption von den 20 ml Restgas zeigt, dass ziemlich wenig der drei Komponenten noch im Desorbat enthalten ist (vgl. Abbildung 24). Dadurch schließt man, dass fast die gesamte Menge an Komponenten im Feuerzeuggas an der Aktivkohle adsorbiert ist. Da noch 20 ml Restgas vorhanden war, ist die Vermutung, dass es sich beim Restgas fast ausschließlich um Luft handelt. Durch die Adsorption des Feuerzeuggases können Stickstoff und Sauerstoff an der Grenzfläche der Aktivkohle verdrängt worden sein. Aufgrund der stärkeren van-der-Waals Kräfte der Kohlenwasserstoffe können sie besser adsorbieren als Stickstoff und Sauerstoff. [18]

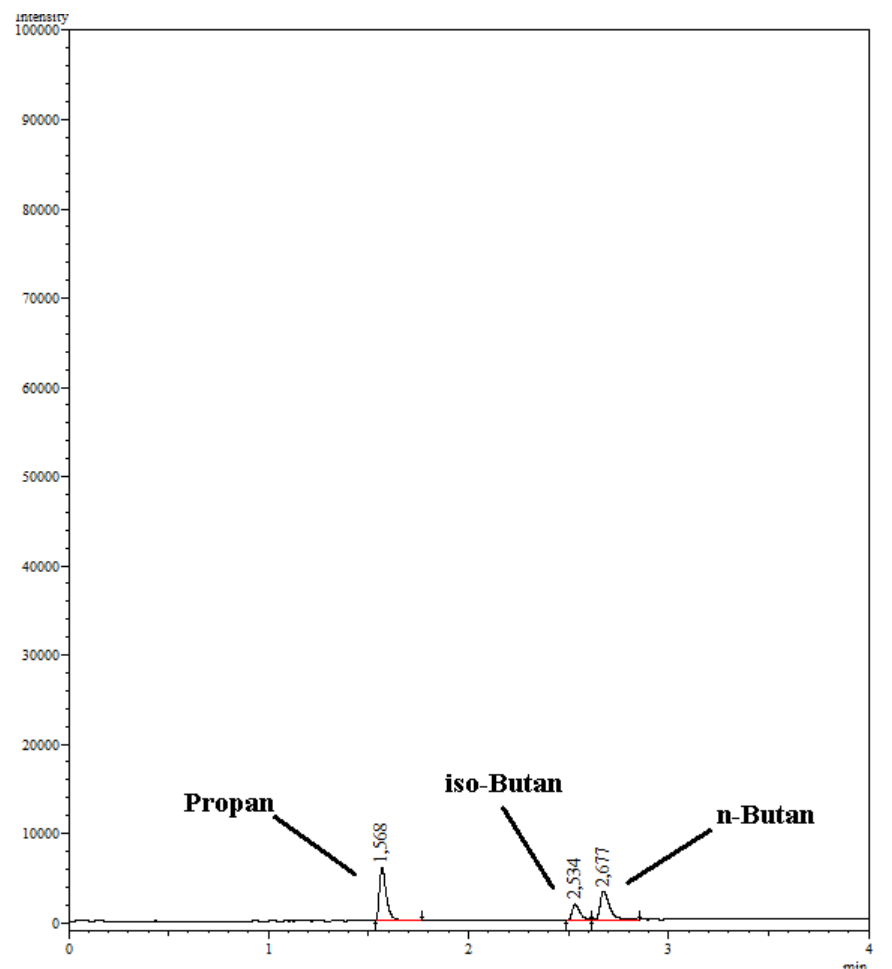


Abbildung 24 Chromatogramm des Desorbats nach 1 Adsorption an Aktivkohle

Tabelle 8 Gaschromatogrammwerte 1.Adsorption:

Peak#	Ret.Time	Area	Massenanteil (%)
1	1,568	14866	49
2	2,534	4820	15
3	2,677	10645	35
Total		30331	

Mittels der Fläche kann man quantitative Aussagen über die Adsorption der einzelnen Komponenten darlegen. (vgl. Abbildung 25,26) Bei der vierten und sechsten Adsorption fällt auf, dass im Restgas der Anteil von N-Butan an meisten und Propan am wenigsten vorhanden ist.

Bei den weiteren Adsorptionen zeigt sich bei den Restgasen, dass der Nachweis an Kohlenwasserstoffen zunimmt (s.Abb.26, 22.). Daran erkennt man, dass sich ein Gleichgewicht zwischen den Molekülen in der Gasphase und den adsorbierten Teilchen ausgebildet hat. Daraus kann man erklären, warum ein Teil des Restgases verbleibt und wieder einige Mengen von Feuerzeuggases adsorbiert werden.

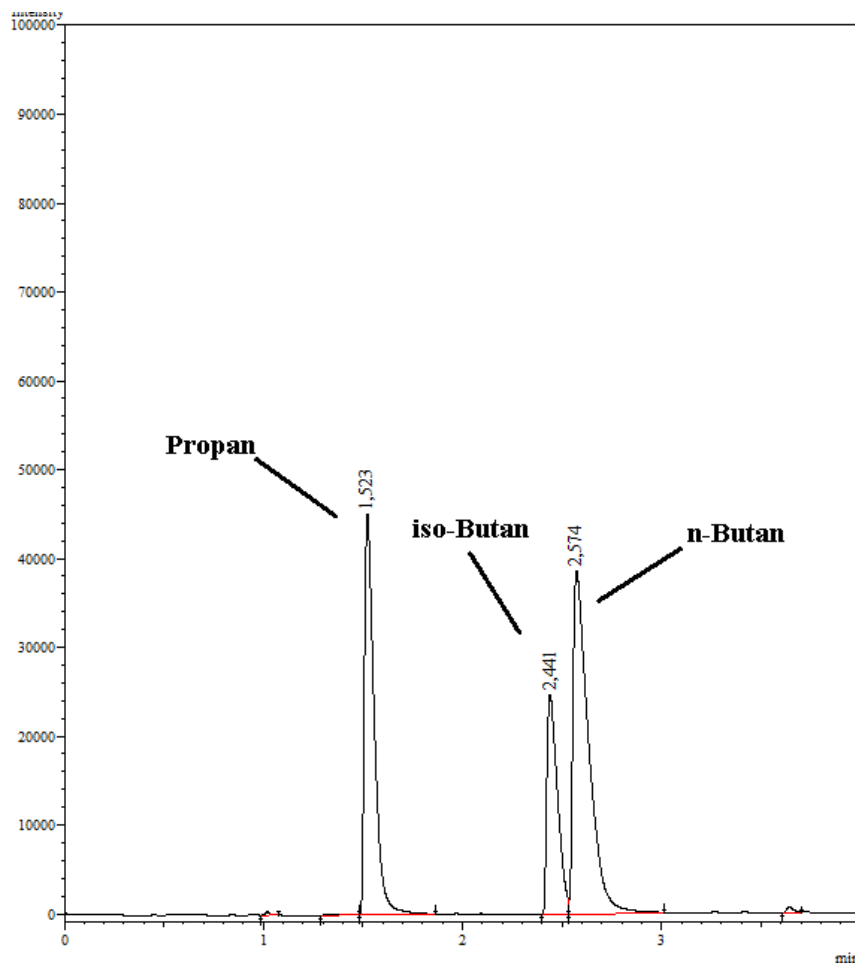


Abbildung 25 Chromatogramm des Desorbats nach 4 Adsorption an Aktivkohle

Tabelle: 9 Gaschromatogrammwerte 4.Adsorption:

Peak#	Ret.Time	Area	Massenanteil (%)
1	1,523	156542	34
2	2,441	92045	20
3	2,574	211151	45
Total		459738	

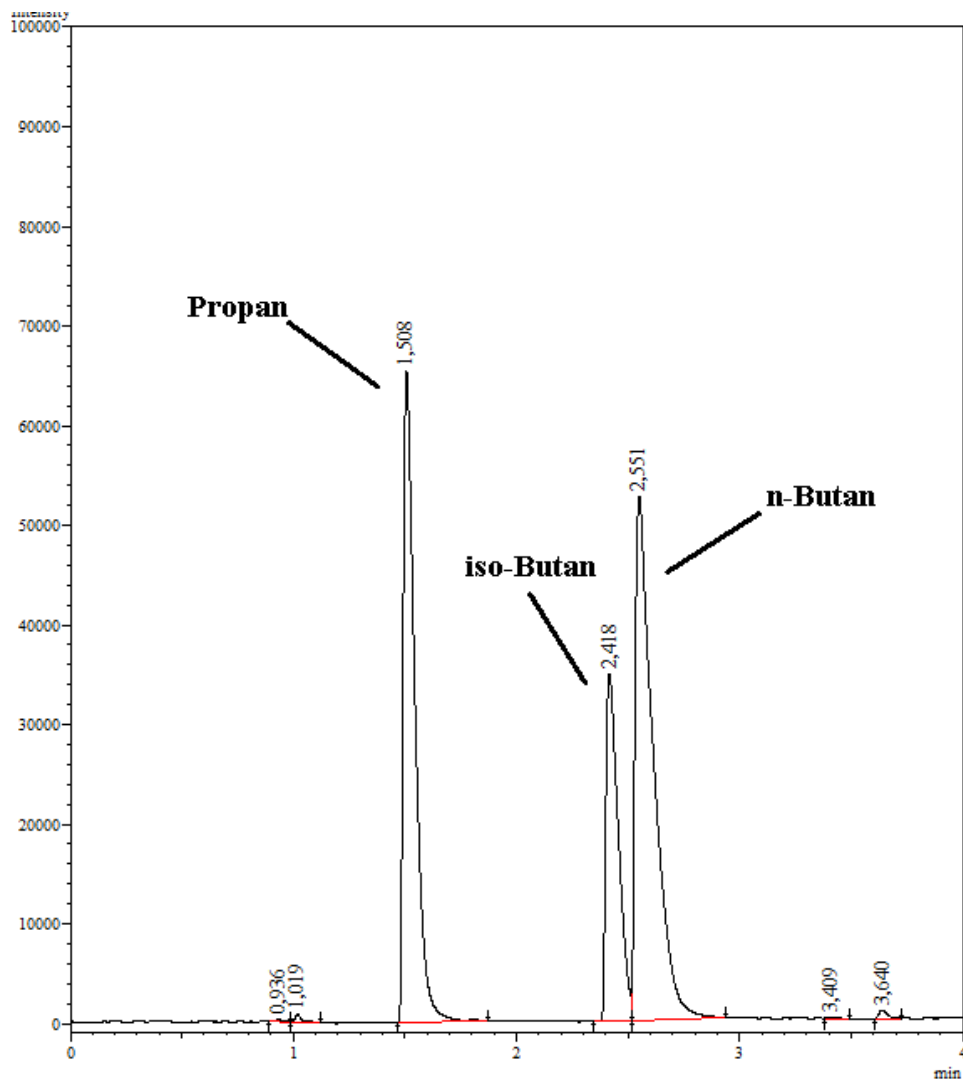


Abbildung 26: Chromatogramm des Desorbats nach 6 Adsorption an Aktivkohle

Tabelle: 10 Gaschromatogrammwerte 6.Adsorption

Peak#	Ret.Time	Area	Massenanteil (%)
1	1,508	239924	35
2	2,418	135563	20
3	2,551	300612	44
Total		676099	

In den Abbildungen 27 und 28 werden die einzelnen Desorptionen des Feuerzeuggases miteinander verglichen. Hier erkennt man, dass die Desorptionen an Propan, iso-Butan und n-Butan kontinuierlich steigen.

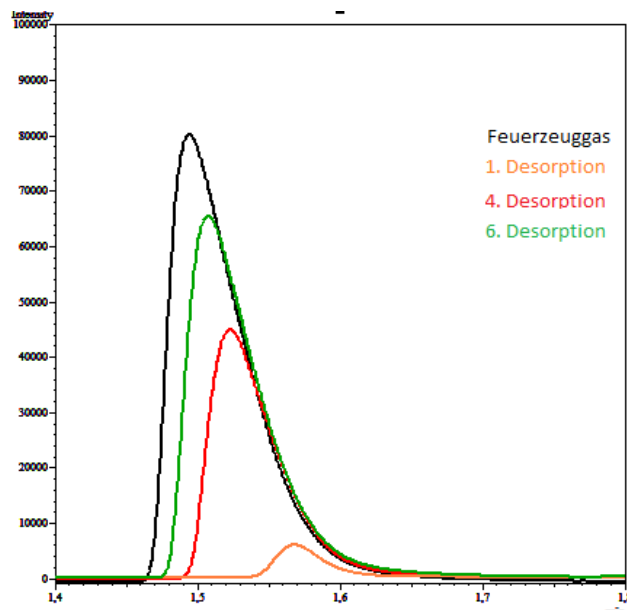


Abbildung 27 Propan Desorption

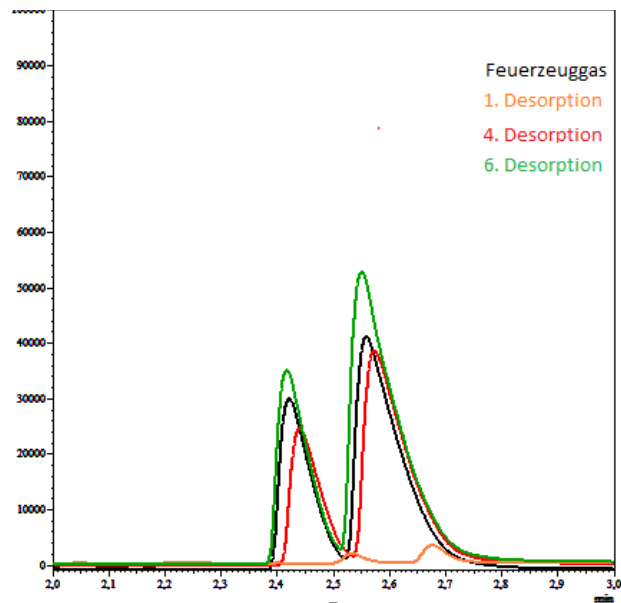


Abbildung 28 iso-Butan/n-Butan Desorption

Desweiteren wird deutlich, dass in den Restgasen überproportional n-Butan und unterproportional Propan enthalten ist. Nach der sechsten Adsorption fällt noch auf, dass der Peak für n-Butan und iso-Butan höher und der von Propan niedriger als in dem Ausgangsstoff ist. Daraus kann man schließen, dass Propan am besten und n-Butan am schlechtesten an der verwendeten Aktivkohle adsorbiert.



## 5 Zusammenfassung

Mit den in dieser Arbeit vorgestellten Versuchen lassen sich die Adsorptionsvorgänge von Kohlenwasserstoffen auf Aktivkohle darstellen.

Auf die "Schlagenden Wetter" übertragen bedeutet dies, dass unter der Erde auch Methangas adsorbiert werden kann. Im Bergbau kann durch den Abbau von Kohlenschichten und den vorherrschenden sinkenden Druck auf die Oberfläche der Kohle ein Teil des Erdgases desorbieren und sich somit in der Luft anreichern. Wie man der Literatur entnehmen kann, liegt ein explosionsfähiges Gemisch vor, wenn die Konzentration von Methan in der Luft zwischen 4,4% und 16,5 % beträgt. Zu einer Explosion kann es kommen, wenn folgende Bedingungen gegeben sind, ausreichend Umgebungsluft, genügend brennbares Gas und eine Zündquelle. [13][17]

Abgesehen von der Entstehung der "schlagenden Wetter" kann man mittels einfacher Versuche die Adsorption von Methangas auf Aktivkohle darstellen. Obwohl Methan ein schlechtes Adsorptionsvermögen besitzt, konnten ca.40 ml Methangas an der Aktivkohle adsorbieren. Das erklärt sich durch die große innere Oberfläche der Aktivkohle die zu den vielseitigsten Adsorbentien gehört. In dem Desorptionsexperiment zeigt sich, dass Methangas unter normalen Bedingungen wieder leicht desorbiert werden kann. Mittels Unterdruck konnten hier ca. 30 ml Methangas der Aktivkohle entzogen werden.

Bei der Untersuchung des Adsorptionsgleichgewichts und der Diffusion von Methangas wurde mittels Partialdrücken aus Methan und Stickstoff eine Adsorptionsisotherme aufgenommen. Anhand des linearen Verlaufes konnte man auf den Typ 1 der klassifizierten Adsorptionsmodelle schließen. Als Modell wurde hier deshalb die Henry-Isotherme verwendet, die optimal bei niedrigen Konzentrationen benutzt werden kann. Die Darstellung der Zusammenhänge der Wechselwirkungen von Methan auf Aktivkohle konnte somit simpel dargestellt werden.

Eine weitaus bessere Darstellung der Adsorption von Kohlenwasserstoffen ist die Verwendung von Feuerzeuggas als Adsorptiv. Hierfür wurde jeweils mehrere Volumina Feuerzeuggas auf die Aktivkohle geleitet und vom Restgas ein Chromatogramm erstellt.

Im Gegensatz zum Methangas konnten bei diesem Versuch ca. 600 ml Feuerzeuggas an der Aktivkohle adsorbieren. Mithilfe des Gaschromatographen konnten hier halb quantitative Aussagen gemacht werden. Hier fiel auf, das n-Butan am besten und Propan am schlechtesten auf der verwendeten Aktivkohle adsorbiert ist.

## **6 Ausblick**

Mit der vorgestellten Arbeit ist es möglich ein Einblick in die Vorgänge der Gleichgewichtseinstellung zwischen Adsorption und Desorption als auch in die Adsorptionsfähigkeiten verschiedener Kohlenwasserstoffen zu bekommen.

Das verwendete Modell der Adsorptionsisotherme ist eine gute Darstellung zur Erklärung der Wechselwirkungen zwischen Adsorptiv und Adsorbens. Da die verwendete Henry-Adsorptionsisotherme nur bei geringen Konzentrationen möglich ist und somit keine Sättigung der Aktivkohle vorliegt, sind weitere Modelle wie die Langmuir- und Freundlich- Isotherme eine weitaus bessere Darstellung. Desweiteren könnte man das Adsorptionsverhalten der Kohlenwasserstoffen auf andere Adsorptionsmittel untersuchen.

# Anhang

Muffelofen Temperatur:

---

versuch 3:

t max: 700°C

t1= 50 min

t2= 15 min

Zeit in min	Temp. in °C
0	29
5	49
10	124
15	224
20	302
25	378
30	465
35	555
40	598
45	660
50	701
52	699
55	700
58	702
60	703
62	700
65	701

Adsorptionsisotherme :

Aktivkohlesorte: Norit GAC 1240W

Lot

640326

size 1 mm

700°C t1=50min t2=15min

Verhältnis	Verhältnis	vor Adsorption	nach Adsorption	Adsorbiertes V	ml
ss	ss	ml	ml	ml	markeAktivkohle
1	10:90				20
2	20:80	100	93	7	20
3	30:70	100	90	10	20
4	40:60	100	86	14	20
5	50:50	100	81	19	20
6	60:40	100	76	24	20
7	70:30	100	70	30	20
8	80:20	100	68	32	20
9	90:10	100	61	39	20
10	100:0	100	55	45	20

Aktivkohlesorte: D43/1

size 0,8 mm

700°C t1=50 min t2=15 min

Verhältnis	Verhältnis	vor Adsorption	nach Adsorption	Adsorbiertes V	ml
ss	ss	ml	ml	ml	markeAktivkohle
1	10:90				20
2	20:80	100			20
3	30:70	100	95	5	20
4	40:60	100	89	11	20
5	50:50	100	85	15	20
6	60:40	100	80	20	20
7	70:30	100	76	24	20
8	80:20	100	71	29	20
9	90:10	100	66	34	20
10	100:0	100	61	39	20

Aktivkohlesorte: norit row 0,8  
size 0,8 mm

700°C t1=50 min t2=15 min

Verhältni ss	Verhältni ss	vor Adsorption ml	nach Adsorption ml	Adsorbiertes V	ml markeAktivkohle
1	10:90			0	20
2	20:80	100	98	2	20
3	30:70	100	94	6	20
4	40:60	100	89	11	20
5	50:50	100	83	17	20
6	60:40	100	75	25	20
7	70:30	100	71	29	20
8	80:20	100	65	35	20
9	90:10	100	60	40	20
10	100:0	100	54	46	20

Merck  
Aktivkohlesorte: KGaA  
size 1,5 mm

700°C t1=50 min t2=15 min

Verhältni ss	Verhältni ss	vor Adsorption ml	nach Adsorption ml	Adsorbiertes V	ml markeAktivkohle
1	10:90				20
2	20:80	100	96	4	20
3	30:70	100	94	6	20
4	40:60	100	89	11	20
5	50:50	100	85	15	20
6	60:40	100	81	19	20
7	70:30	100	77	23	20
8	80:20	100	73	27	20
9	90:10	100	68	32	20
10	100:0	100	64	36	20

## Adsorption von Methan auf verschiedene Aktivkohlesorten:

Aktivkohlesorte: Norit GAC 1240W  
 Lot 640326  
 size 1 mm  
 650°C t1=50min t2=15min

Züge	vor Adsorption ml	nach Adsorption ml	Adsorbiertes V	Aktivkohle		
1	100	80	20	20	Adsorbiertes Volumen	45
2	80	60	20	20		
3	60	55	5	20	desorption Volumen	40

Züge	vor Adsorption ml	nach Adsorption ml	Adsorbiertes V	Aktivkohle		
1	100	81	19	20	Adsorbiertes Volumen	42
2	81	75	6	20		
3	75	58	14	20	desorption Volumen	37

Aktivkohlesorte:  
 norit row 0,8 supra  
 size 0,8 mm  
 700°C t1=50min t2=15min

Züge	vor Adsorption ml	nach Adsorption ml	Adsorbiertes V	Aktivkohle		
1	100	70	30	20	Adsorbiertes Volumen	50
2	70	61	9	20		
3	61	50	11	20	desorption Volumen	36

Züge	vor Adsorption ml	nach Adsorption ml	Adsorbiertes V	Aktivkohle		
1	100	88	12	20	Adsorbiertes V	48
2	88	64	24	20		
3	64	52	10	20	desorption Volumen	38

Merck  
 Aktivkohlesorte: KGaA

size 1,5mm  
 700°C t1=50min t2=15min

Züge	vor Adsorption ml	nach Adsorption ml	Adsorbiertes V	Aktivkohle		
1	100	83	17	16	Adsorbiertes Volumen	<u>38</u>
2	83	68	15	16		
3	68	62	6	16	desorption V	31

Züge	vor Adsorption ml	nach Adsorption ml	Adsorbiertes V	Aktivkohle		
1	100	80	17	16	Adsorbiertes Volumen	<u>39</u>
2	80	64	15	16		
3	64	61	6	16	desorption Volumen	27

Aktivkohlesorte: D43/1

700°C t1=50 min t2= 15 min

Züge	vor Adsorption ml	nach Adsorption ml	Adsorbiertes V	Aktivkohle		
1	100	87	17	20	Adsorbiertes Volumen	<u>36</u>
2	87	66	14	20		
3	66	64	5	20	desorption Volumen	29

Züge	vor Adsorption ml	nach Adsorption ml	Adsorbiertes V	Aktivkohle		
1	100	86	17	20	Adsorbiertes Volumen	<u>34</u>
2	86	70	14	20		
3	70	66	5	20	desorption Volumen	26

## 7 Literaturverzeichnis

- [1] [http://www.chemgapedia.de/vsengine/vlu/vsc/de/ch/10/adsorption/grundlagen/grundlagen\\_der\\_adsorption.vlu.html](http://www.chemgapedia.de/vsengine/vlu/vsc/de/ch/10/adsorption/grundlagen/grundlagen_der_adsorption.vlu.html) (Zugriff am 22. 5 2015).
- [2] <http://ms.zneb.at/html/chemie1/chse28.htm> (Zugriff am 14. 5 2015).
- [3] [http://www.aces.pl/de/56,sorten\\_und\\_anwendung\\_von\\_aktivkohle](http://www.aces.pl/de/56,sorten_und_anwendung_von_aktivkohle) (Zugriff am 12. 5 2015).
- [4] <http://d-nb.info/1028798784/34> (Zugriff am 22. 5 2015).
- [5] [http://www.chemie.tu-darmstadt.de/media/ak\\_plenio/pdf/Script\\_Geraeteanalytik\\_2009.pdf](http://www.chemie.tu-darmstadt.de/media/ak_plenio/pdf/Script_Geraeteanalytik_2009.pdf) (Zugriff am 18. 5 2015).
- [6] [http://www.pci.tu-bs.de/aggericke/PC5-Grenzf/Adsorption\\_an\\_Festkoerpern.pdf](http://www.pci.tu-bs.de/aggericke/PC5-Grenzf/Adsorption_an_Festkoerpern.pdf) (Zugriff am 21. 5 2015).
- [7] <http://de.wikipedia.org/wiki/Sorptionsisotherme> (Zugriff am 26. 5 2015).
- [8] [http://www.techniklexikon.net/images/f1238\\_gaschromatographie.gif](http://www.techniklexikon.net/images/f1238_gaschromatographie.gif) (Zugriff am 25. 5 2015).
- [9] Brdicka, Rudolf. „Grundlagen der physikalischen Chemie.“ 524-549. Berlin: Deutscher Verlag der Wissenschaften, 1990.
- [10] Peter W-Atkins, Julio de Paula. „Physikalische Chemie.“ 1015-1031. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co.KGaA, 2006.
- [11] [http://www.nippon-bel.co.jp/tech/img/semi\\_fig02.gif](http://www.nippon-bel.co.jp/tech/img/semi_fig02.gif) (Zugriff am 2. 6 2015).
- [12] [https://www.helmholtz-berlin.de/forschung/oe/ee/solare-brennstoffe/analytische-methoden/gassorptionmessungen\\_de.html](https://www.helmholtz-berlin.de/forschung/oe/ee/solare-brennstoffe/analytische-methoden/gassorptionmessungen_de.html) (Zugriff am 2. 6 2015).



- [13] <http://www.arbeitssicherheit.de/de/html/fachbeitraege/anzeigen/311/Biogasanlagen/> (Zugriff am 28. 5 2015).
- [14] <http://www.brockhaus.com/fileadmin/media/pdf/Aktivkohlefiltration.pdf> (Zugriff am 4. 6 2015).
- [15] <http://www.wasser-wissen.de/abwasserlexikon/a/aktivkohle.htm> (Zugriff am 4. 6 2015).
- [16] [http://www.chm.tu-dresden.de/pc3/Dokumente/Modul\\_PC-I\\_Teil-III\\_Kap-1-1.pdf](http://www.chm.tu-dresden.de/pc3/Dokumente/Modul_PC-I_Teil-III_Kap-1-1.pdf) (Zugriff am 7. 6 2015).
- [17] Katja Anscheit, Alfred Flint. „schlagende Wetter" oder: Die Adsorption und Desorption gasförmiger Kohlenwasserstoffe an bzw. von Aktivkohle.“ *Chemkon*, 10. 7 2014: 139-142.
- [18] ECEA GmbH, Aufnahmevermögen der Aktivkohle. [http://www.ecea-gmbh.de/Akt\\_Kohle.htm](http://www.ecea-gmbh.de/Akt_Kohle.htm) (Zugriff am 6. 6 2015).
- [19] Adsorption. <http://www.chemie.de/lexikon/Adsorption.html> (Zugriff am 4. 6 2015).
- [20] [http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/thumb/7/72/Propan\\_Keilstrich.svg/150px-Propan\\_Keilstrich.svg.png](http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/thumb/7/72/Propan_Keilstrich.svg/150px-Propan_Keilstrich.svg.png) (Zugriff am 4. 6 2015).
- [21] <http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/thumb/b/b0/Isobutane.svg/160px-Isobutane.svg.png> (Zugriff am 4. 6 2015).
- [22] <http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/thumb/1/16/N-butane.svg/620px-N-butane.svg.png> (Zugriff am 4. 6 2015).
- [23] <http://e-collection.library.ethz.ch/eserv/eth:20912/eth-20912-02.pdf> (Zugriff am 2. 6 2015).
- [24] <http://www.vauen.de/de/filterinformation/wissenswertes-ueberfilter.aspx> (Zugriff am 2. 6 2015).

## 7.1 **Abbildungsverzeichnis**

Abbildung 1 Adsorption und Desorption an einer Grenzfläche [6].....	8
Abbildung 2 Zerfall von Wasserstoff [1].....	9
Abbildung 3 Isotherm Typen [11].....	11
Abbildung 4 Typischer Verlauf einer Langmuir-Isotherme [7] .....	13
Abbildung 5 Typischer Verlauf einer Freundlich-Isotherme [7] .....	13
Abbildung 6 Typischer Verlauf einer Henry-Isotherme [7] .....	14
Abbildung 7 Typischer Aufbau eines Gaschromatographen [8] .....	15
Abbildung 8 Beispiel Chromatogramm Feuerzeuggas .....	16
Abbildung 9 Rasterelektronenmikroskopische Bilder von Aktivkohle[15] ....	17
Abbildung 10 Granulierte Aktivkohle [3].....	18
Abbildung 11 Geformte Aktivkohle [3].....	19
Abbildung 12 Pulverkohle [3].....	20
Abbildung 13 Muffelofen .....	22
Abbildung 14 Temperaturprogramm Muffelofen .....	23
Abbildung 15 Exsikkator mit Vakuumpumpe .....	23
Abbildung 16 Versuchsapparatur Adsorption.....	24
Abbildung 17 Versuchsapparatur Desorption.....	25
Abbildung 18 Henry-Istherme Methan an GAC 1240 W .....	31
Abbildung 19 Henry-Isotherme von Methan auf row 0,8 supra .....	32
Abbildung 20 Henry-Isotherme von Methan an D43/1 .....	32
Abbildung 21 Henry Isotherme Methan auf Merck KGaA .....	33
Abbildung 22 Struktur von Propan, iso-Butan, N-Butan [18][19][20].....	35
Abbildung 23 Gaschromatogramm von Premium Gas .....	36
Abbildung 24 Chromatogramm des Desorbats nach 1 Adsorption an Aktivkohle.....	37
Abbildung 25 Chromatogramm des Desorbats nach 4 Adsorption an Aktivkohle.....	38
Abbildung 26: Chromatogramm des Desorbats nach 6 Adsorption an Aktivkohle.....	39
Abbildung 28 iso-Butan/n-Butan Desorption .....	40
Abbildung 27 Propan Desorption.....	40

## 7.2 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1 Modellmischung Methan/Stickstoff .....	26
Tabelle 2 Adsorptionsvermögen von Paraffine [18] .....	27
Tabelle 3: Adsorption von Methan an Aktivkohlen: .....	28
Tabelle 4 :Desorption von Methan an Aktivkohle .....	29
Tabelle 5 Adsorption von Methan/Stickstoff Gemisch an GAC 120W: 30	
Tabelle 6 Volumen vor und nach der Adsorption von Feuerzeuggas ....	34
Tabelle: 7 Chromatogrammwerte Premium Gas .....	37
Tabelle 8 Gaschromatogrammwerte 1.Adsorption:.....	38
Tabelle: 9 Gaschromatogrammwerte 4.Adsorption: .....	39
Tabelle: 10 Gaschromatogrammwerte 6.Adsorption.....	39