
PRAKTIKUMSBERICHT

Im Rahmen des Berufspraktikums des Studiengangs
Naturwissenschaften in der Informationsgesellschaft

An der Technischen Universität
AG Technische Chemie
im AK von Prof. Dr. Reinhard Schomaecker

Praktikantin: Yen Hoang Le
Praktikumszeitraum: 09.09.2019 – 23.01.2020

Abstract

Mein Berufspraktikum absolvierte ich an der Technischen Universität Berlin im AK von Prof. Dr. Reinhard Schomaecker der Arbeitsgruppe „Technische Chemie / Mehrphasen-Reaktionskinetik“ im Rahmen meines Bachelorstudienganges „Naturwissenschaften in der Informationsgesellschaft“. In diesem Praktikumsbericht gebe ich einen Überblick über mein absolviertes Praktikum in dieser AG und beschreibe zwei meiner durchgeführten Reaktionen.

Offizielle Beschreibung der Arbeitsgruppe „Technische Chemie“

„Unsere Arbeitsgruppe forscht auf dem Gebiet der chemischen Reaktionstechnik. Wichtige Beiträge dazu sind die Reaktionskinetik und die Entwicklung neuer Reaktoren und Verfahrenskonzepte. Besondere Aufmerksamkeit wird auf die Steuerung der Aktivität und Selektivität von Katalysatoren durch die Einlagerung in mikrostrukturierte Umgebungen gelegt. Für homogene Katalysatoren werden Mikroemulsionen oder mizellare Lösungen zur simultanen Optimierung der Reaktionsbedingungen und der Rückgewinnung der Katalysatoren eingesetzt. Für heterogene Katalysatoren, an denen partielle Hydrierungen oder Oxidationen leicht zu Folgereaktionen neigen, werden Membranen als Katalysatorträger untersucht. Die Grundlage aller reaktionstechnischen Konzepte sind ausführliche kinetische Untersuchungen und Modellierungen, wie sie zurzeit z.B. an der partiellen Oxidation kleiner Kohlenwasserstoffe durchgeführt werden.“

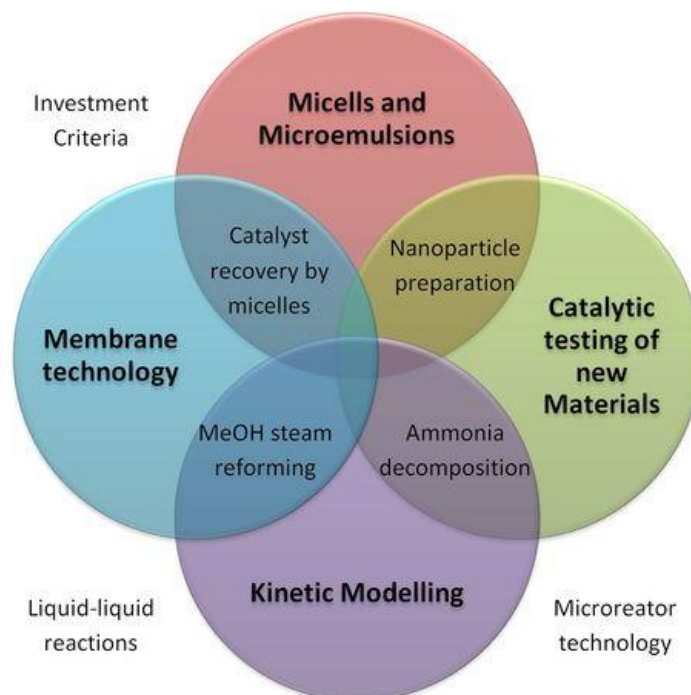


Abbildung 1: Offizielle Beschreibung des AK. [1]

Inhaltsverzeichnis

Die Stellensuche	3
Ziel des Praktikums	4
Praktikumsablauf	4
Die Arbeit im Labor	7
Meine Reaktionsvorbereitung	7
Durchführung	7
Reaktion von Kohlenstoffnitrid	8
Fazit	10
Literaturverzeichnis	10

Die Stellensuche

Im Laufe meines Studiums habe ich viele Module im Bereich der Chemie belegt und mir wurde klar, dass ich mein Praktikum in diesem Bereich absolvieren möchte. Ich habe mich in diversen Webseiten informiert und Recherchen getätigt, welche Stellen für mich in Frage käme. Da in Berlin kaum passende Stellen für mich zu finden waren, bin ich auf die Webseite des *Instituts der Chemie* der TU gegangen und habe mir die diversen Fachgruppen angeschaut. Mich interessierte vor allem die Fachgebiete der Analytischen und Organischen Chemie. Jedoch waren zu der Zeit, als ich mein Berufspraktikum anfangen wollte, keine freien Stellen verfügbar. Zufälligerweise habe ich später auf der Pinnwand im TC Gebäude einige Themen und die dazugehörigen Forschungsprojekte entdeckt. Die Themen habe ich mir zu Hause sorgfältig angeschaut und habe mich für ein Forschungsprojekt entschieden, welches von Herrn Schwarze betreut wird. Ich habe mich via E-Mail mit ihm verständigt und hatte auch in kurzer Zeit ein persönliches Gespräch mit ihm, um organisatorische Punkte zu klären. Bevor ich das Labor betreten konnte, musste ich an einer Sicherheitsbelehrung teilnehmen.

Ziel des Praktikums

Ziel meines Praktikums war die photokatalytische Untersuchung an der Reduktion von Kohlenstoffdioxid mittels diverser Katalysatoren. Es wurde unter Reaktionsbedingungen von einem Druck von 1 bar und einer Temperatur von 40 °C gearbeitet. Ich hatte 7 verschiedene Katalysatoren erhalten und sollte diese untersuchen. Die untersuchten Katalysatoren sollten vorher auf einer Petrischale abgewogen werden. Die Masse sollte um die 50 mg abgewogen werden und die Messergebnisse werden mittels GC ausgewertet.

Praktikumsablauf

Nach der Sicherheitsbelehrung bekam ich eine Einführung ins Labor. Mir wurde erklärt und gezeigt, in welchem Bereich und an welchen Geräten ich in Zukunft arbeiten werde. Ich wurde von einem Doktoranden betreut. Da ich nebenbei noch einen Sprachkurs an der ZEMS belegt hatte, war ich vorwiegend vormittags im Labor und nachmittags an der ZEMS. Bevor ich mit der photokatalytischen Untersuchung anfangen konnte, musste ich die MFC (Abb. 3) von Argon, Kohlenstoffdioxid und Methan, zunächst mittels *Bubble Generator* (Abb. 5), kalibriert werden. Die GC wurde mittels Gasflaschen (Abb. 4) kalibriert. Die Kalibrierung des GC hat sehr viel Zeit in Anspruch genommen. Ich musste zunächst auf einem Druck von 0,8 bar, später auf einem Druck von 1 bar kalibrieren. Die Messung der Gasflaschen dauerten jeweils 25-45 min. Dies wurde jeweils 3x durchgeführt. Wenn die Werte nicht konstant waren, habe ich noch weitere Messungen durchgeführt. Mittels Programms *GC Solution* konnte ich den Verlauf der Kalibrierung verfolgen und auswerten (Abb. 2). Nachdem die Kalibrierung durchgeführt wurde, habe ich mit meinem Doktoranden eine Testreaktion gestartet. Da die Testreaktion gut verlief, habe ich daraufhin die MFC und den GC auf 1 bar kalibriert. Näheres dazu werde ich im Absatz *Meine Reaktionsvorbereitung* beschreiben.

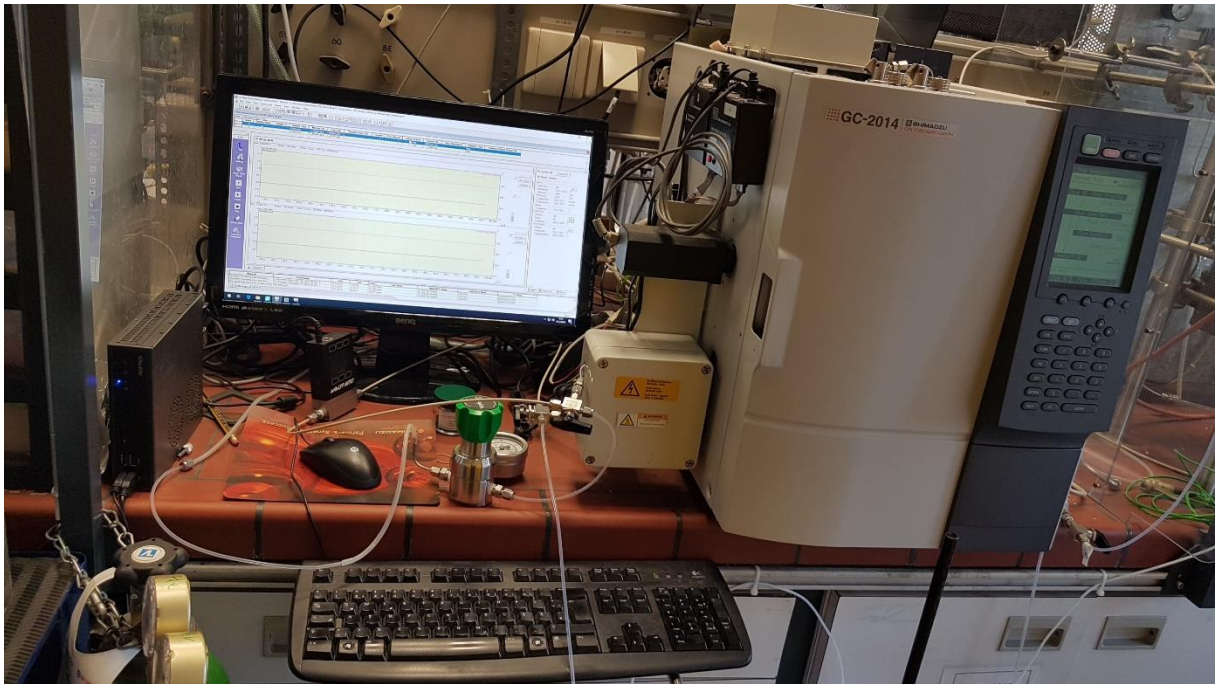


Abbildung 2: Mittels Programms *GC Solution* wurde der Verlauf der durchgeführten Kalibrierungen der GC (rechts) beobachtet. Und mit Druckregler den gewünschten Druck eingestellt.

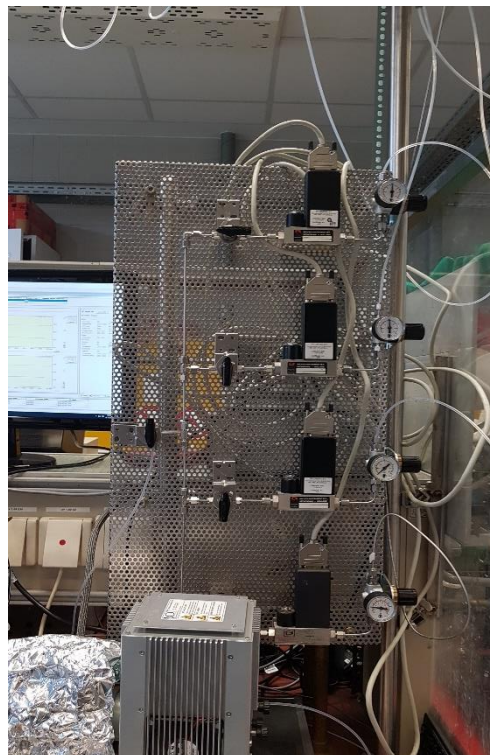


Abbildung 3: Hier ist der Aufbau der MFC dargestellt. Die Ventile dienen der Zufuhr von Argon (ganz oben), Kohlenstoffdioxid (mittig) und Wasserstoff in den Reaktor.



Abbildung 4: Der Aufbau der Gasflaschen, die zur Kalibrierung der GC dienen, wird in dieser Abbildung dargestellt. Die Gasflaschen wurden mittels Sicherheitskette und mit einem Druckregler befestigt.



Abbildung 5: Bubble Generator zur Kalibrierung der MFC.

Die Arbeit im Labor

Meine Reaktionsvorbereitung

Die Kalibrierung erfolgt in 5-er Schritten und der maximale Bereich des *Bubble Generators*, das in Abbildung 5 zu sehen ist, beträgt 250 ccm, und es sollte im besten Falle den Wert von 240 ccm nicht überschreiten. Außerdem ist auf einen konstanten Fluss von $p = 0,8 - 09$ bar des MFC zu beachten und Luftblasen sollten bei der Kalibrierung nicht auftreten, weil es zu Messfehlern führt. Zwischendurch sind es zu Problemen bei den Messungen aufgetreten, weswegen mehrere Messungen mehrmals durchgeführt werden mussten. Mindestens drei Messwerte, die ungefähr gleich zueinander sind, werden gemessen und in einem Diagramm eingetragen. Nach dem die MFC erfolgreich kalibriert wurden, wird mittels *Eco-Leak Finder* nach Lecks gesucht. Da keine Lecks gefunden wurden, wurden nun die Gasflaschen 31, 32, 33, 41, 42, 43, 45, 47 kalibriert, um die Peaks von Ar, CO₂ und CH₄ deutlich erkennbar zu machen. Die Zeitmessung erfolgte an einer *Boxer Peristaltikpumpe*.

Durchführung

Bevor ich mit der Testreaktion von Kohlenstoffnitrid begonnen habe, musste der GC angeschaltet werden. Die beiden Ventile des Wasserstoffs und Druckluft werden leicht aufgedreht. Anschließend kann die GC angeschaltet werden. Das Programm *GC-Solution* wird geöffnet und „Instrument Monitor“ gestartet. Damit die Ausheizmethode gestartet werden kann, wird der Relay-Button gedrückt, damit die Lampe 92 A zu 92 B wechselt. Im Anschluss wird die Aufheizmethode geladen. Nach 20 min wird die Lampe 92 A zu 92 B gewechselt. Nach 10 min wird die Messmethode geladen und die GC wird abgekühlt. Bei einem stationären Temperaturverlauf ist die GC bereit für die Messungen. Damit die Reaktion beginnen kann, werden die beiden Gasventile von Ar und CO₂ geöffnet und ein Setpoint von 75 % (Ar) und 25 % (CO₂) eingestellt. Außerdem wird auf 40 °C temperiert und die Vakuumpumpe und die Peristaltikpumpe angeschaltet.

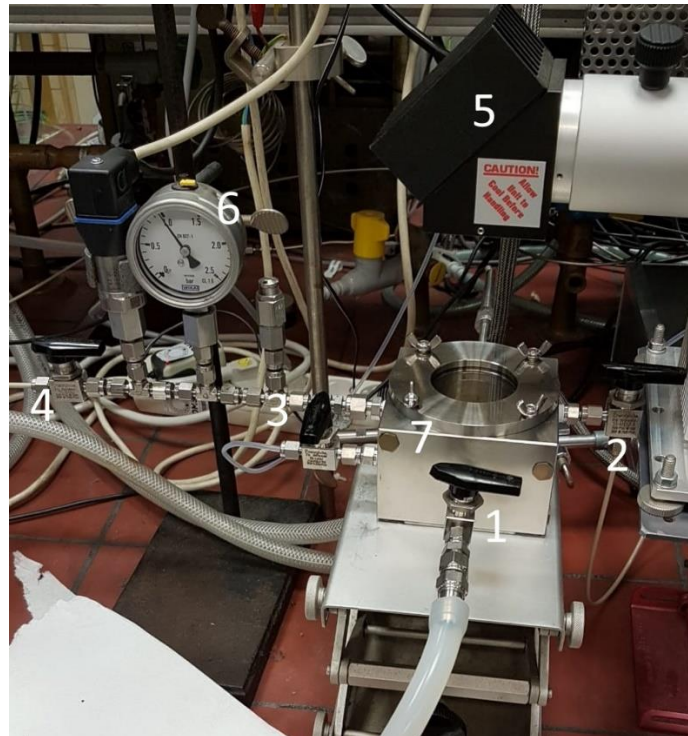


Abbildung 6: In dieser Abbildung ist der Reaktor (7), der mit dem Glasdeckel und den Schrauben befestigt wird, abgebildet. Für die Begasung müssen die Ventile (1), (2) und (4) aufgedreht werden. Mittels Druckmessgerät (6) kann die gewollte Druckzufuhr abgelesen und mittels Druckventil (3) geregelt werden. Außerdem wird die Reaktion mittels UV-Lampe (5) bestrahlt.

Reaktion von Kohlenstoffnitrid, $p = 0,8 \text{ bar}$, $T = 40 \text{ °C}$

In einer kleinen Petrischale wird die Anfangsmasse des C_3N_4 abgewogen und diese beträgt 50,46 mg. Der Reaktor sollte vor Nutzung nochmals mit einem Tuch abgewischt werden. Wenn das abgewogene C_3N_4 vorliegt, wird es vorsichtig in den Reaktor (7) gelegt, wie in Abbildung 4 zu sehen ist. Der Glasdeckel mit den entsprechenden Dichtungen, welche sich unter dem Glasdeckel befinden, wird auf dem Reaktor positioniert. Die vier enthaltenen Schrauben werden jeweils gegenüber festgeschraubt und vor Reaktionsbeginn wird das Vakuum gezogen. Ein Druck von 10 mbar nicht überschritten werden, da sonst das Produkt auf dem Glasdeckel hochgeschleudert bzw. im Reaktor verteilt wird, und es somit zum Massenverlust kommen kann. Die Ventile (1) bis (4) werden nacheinander langsam aufgedreht, sonst wird das Produkt im Reaktor verteilt. Nach diesem Vorgang muss 10 min abgewartet werden, bevor der Reaktor begast werden kann. Damit die Begasung bei einem Druck von 0,8 bar in dem Reaktor erfolgt werden kann, werden die Ventile (1), (2) und (4), die sich an dem Reaktor befinden, zuge dreht. Nur das Druckventil (3) bleibt geöffnet, sodass der Reaktor auf

0,8 bar begast werden kann. Dieser Schritt wird dreimal durchgeführt. Und damit sich die MFC einstellen, werden die Ventile (1) und (3) geöffnet und auch das Ventil, welches zur Peristaltikpumpe führt, geöffnet und 5 min lang durchgespült.

Die UV-Lampe (5) wird über dem Reaktor (7) positioniert, und die Höhe von 10 cm ist einzuhalten. Außerdem wird der Reaktor samt der UV-Lampe mit Alu-Folie abgedeckt, wie in Abbildung 7 zu sehen ist.

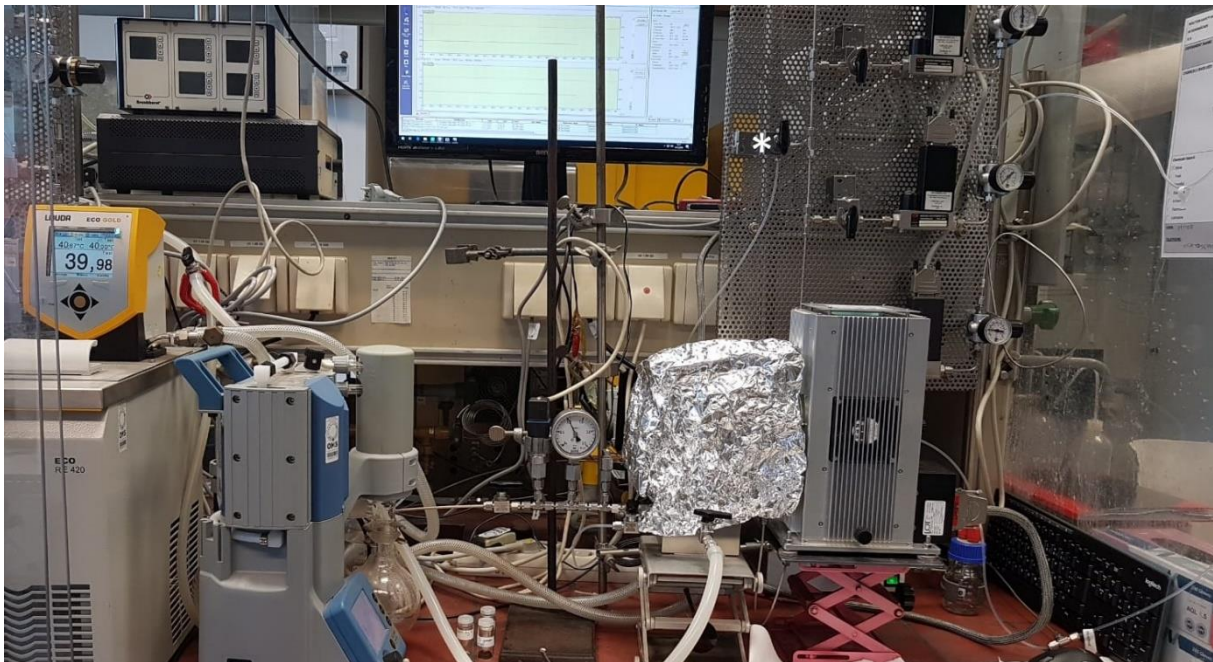


Abbildung 7: Das Gesamtbild der Reaktion. Die UV-Lampe ist mit der Alu-Folie abgedeckt.

Im Folgenden wird das Programm *GC Realtime-Analysis* gestartet, über Batch-Table die entsprechende Methode geladen und gespeichert; und Dateien zur Speicherung der Messungen werden erstellt. Für die Testreaktion wird für jede Stunde eine Datei erstellt. Auch wird eine Datei für die Druckmessung erstellt. Die Reaktion ist für 8 Stunden ausgelegt. Nachdem die Methode geladen ist, wird die UV-Lampe und die Peristaltikpumpe angeschaltet. Schließlich wird im Batch-Table auf dem Startknopf gedrückt und die Reaktion wird gestartet. Damit für den Druckverlauf eine Datei erstellt wird, wird das Programm „Photoreactor.avi“ geöffnet und die Aufzeichnung gestartet. Nach 8 h Messung wird die UV-Lampe zunächst pausiert, damit sich die Lampe abkühlen kann; die Peristaltikpumpe wird ausgeschaltet und der Reaktor wird geöffnet, in dem das Ventil, welches zur Peristaltikpumpe führt, geöffnet wird. Bei dieser Reaktion ist der Katalysator an dem Glasdeckel gekommen. Nach der Reaktion wird der Glasdeckel mit destilliertem Wasser gereinigt und mit einem Tuch abgetrocknet. Daraufhin wird die Methode zum Abkühlen der GC geladen und durchgeführt. Wenn die GC eine Temperatur von 70 °C, im besten Falle 60 °C, erreicht hat, kann die GC ausgeschaltet werden.

Die vorherigen Reaktionen basieren auf einem Druck von 0,8 bar, daher wird die Kalibrierung von $p = 1$ bar angesetzt. Daher wird erneut am *Bubble Generator* kalibriert. Die Kalibrierung erfolgt ebenfalls in 5-er Schritten und der maximale Bereich des *Bubble Generators* beträgt 250 ccm, und es sollte im besten Falle den Wert von 240 ccm nicht überschreiten. Danach erfolgte die Kalibrierung der Gasflaschen. Die Durchführung der Reaktion unter 1 bar verläuft ähnlich.

Fazit

Mein Praktikum im AK von Prof. Dr. Reinhard Schomaecker der Arbeitsgruppe „Technische Chemie / Mehrphasen-Reaktionskinetik“ hat mir gut gefallen. Die Theorie zu der GC war mir schon bekannt, jedoch hatte ich noch nicht die Gelegenheit mit dem Gerät zu arbeiten, und bin daher sehr froh, dass ich diese Gelegenheit erhalten habe. Außerdem konnte ich neue soziale Kontakte im AK knüpfen. Der Doktorand, der mich betreut hat, war stets verfügbar, bei Fragen und Problemen konnte ich jederzeit zu ihm und hat mir immer geholfen. Ich war am Anfang schon sehr begeistert im Labor zu arbeiten, und durch diese Erfahrung wurde mein Wunsch verstärkt nach dem Studium als Laborant zu arbeiten.

Abkürzungsverzeichnis

MFC - Mass Flow Controllern

GC - Gaschromatographie /Gaschromograph

Literaturverzeichnis

[1] https://www.reaction-engineering.tu-berlin.de/fileadmin/fg133/Fotos_ab_2019/Research_fields_test490px.png