

## Praktikum Thermische Grundoperationen (TGO)

Thema: SFE

### Experiment 2

Durchgeführt am 27.01.2026  
Institut für thermische Verfahrenstechnik (V-8)  
Supervisor: Dr. Carsten Zetzl

Abgabedatum des Protokolls: 10.02.2026

Name	Matrikelnummer	Studiengang	Unterschrift
Jordi Miguel Hohmann	589990	CBI	
Justus Klüver	500836	VT	
Alexander Heger	586126	CBI	

**Wir erklären hiermit, dass dieses Protokoll von uns unabhängig verfasst wurde und dass keine anderen als die aufgeführten Quellen, insbesondere keine Internet- oder Literaturquellen, die nicht im Literaturverzeichnis aufgeführt sind, verwendet wurden. Mit dieser Unterschrift bestätigen wir ferner, dass alle hier aufgeführten Personen für das Protokoll verantwortlich sind und dessen Inhalt akzeptieren.**

<b>1. Einführung und Methodik</b>	<b>2</b>
<b>2. Theoretischer Hintergrund und Einführung der relevanten Formeln</b>	<b>2</b>
<b>3. Method</b>	<b>4</b>
<b>4. Ergebnisse und Auswertung</b>	<b>4</b>
<b>5. Fehlerbetrachtung</b>	<b>4</b>
<b>6. Quellen</b>	<b>4</b>
<b>7. Messergebnisse</b>	<b>4</b>

## 1. Einleitung

In diesem Versuch wurde die Extraktion von Ölen aus Naturstoffen untersucht. Dafür werden die besonders thermisch und chemisch schonenden Eigenschaften von überkritischem  $\text{CO}_2$  zu nutze gemacht. Es wurde Amaranthöl aus Amaranthsaat mittels einer Versuchsanlage im Labormaßstab extrahiert um im Folgenden den Extraktionsverlauf und die Prozessparameter zu bestimmen.

## 2. Theoretischer Hintergrund und Einführung der relevanten Formeln

Wird ein Stoff gleichzeitig über seine kritische Temperatur erhitzt und über seinen kritischen Druck verdichtet, gerät es in den Überkritischen Bereich. In diesem Zustand ist die Dichte der Flüssigphase und Gasphase identisch und es kann nicht mehr unterschieden werden. In Abb. 1 ist das p,T Diagramm von  $\text{CO}_2$  dargestellt. Es ist die kritische Temperatur, mit  $31,1^\circ\text{C}$ , und der kritische Druck, mit  $73,7$  bar, gekennzeichnet.

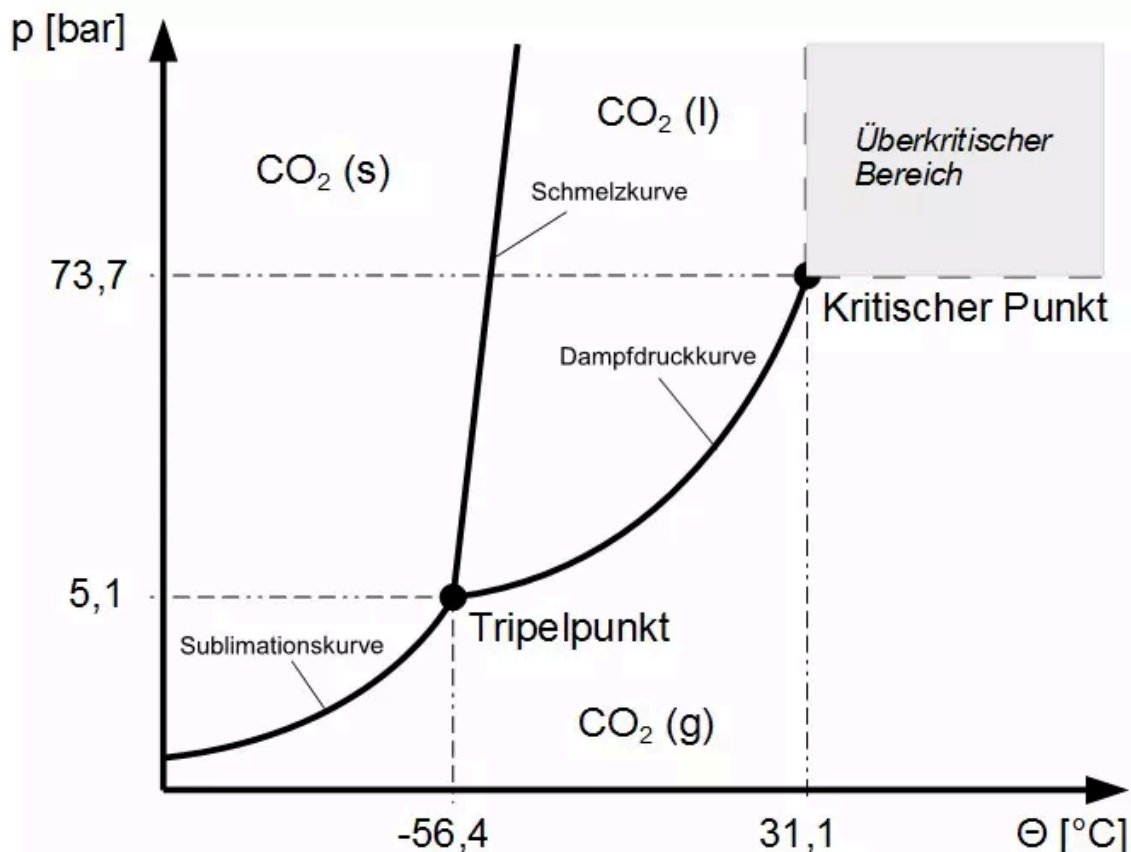


Abb. 1 p,T-Diagramm  $\text{CO}_2$

Innerhalb des überkritischen Bereich vereint CO<sub>2</sub> günstige Eigenschaften von Gasen und Flüssigkeiten:

- niedrige Viskosität und Oberflächenspannung
- hohe Diffusivität
- durch Druck und Temperatur einstellbare Dichte

Die Dichte ist ein Schlüsselfaktor für die Lösungsfähigkeit. Mit steigendem Druck nimmt die Dichte zu, wodurch die Lösungsfähigkeit verbessert wird. Gleichzeitig führt die Erhöhung des Drucks zu einer leichten Polarisierung der CO<sub>2</sub>-Moleküle. Dadurch können je nach Einstellung auch schwach polare Stoffe extrahiert werden; im Gegenzug kann eine Temperaturerhöhung die Dichte verringern, aber auch die Kinetik erhöhen und somit je nach Situation die Lösungsfähigkeit erhöhen.

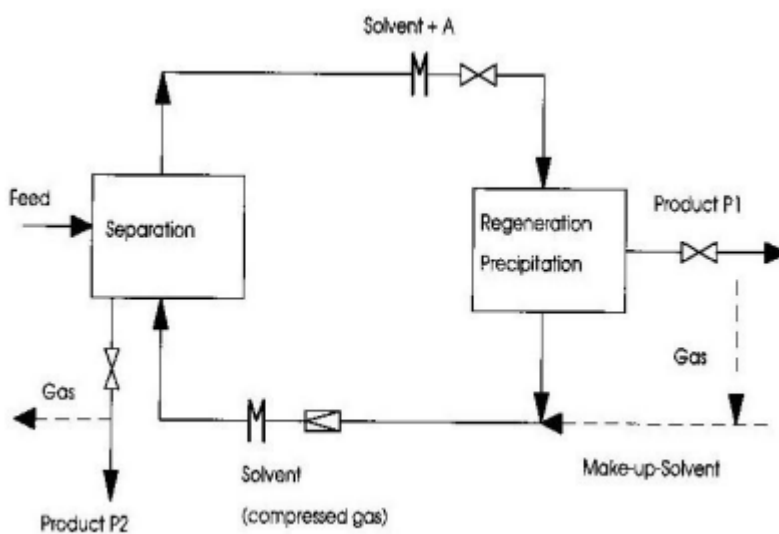


Abb. 2 Flussdiagramm Praktikumsanlage

Abb. 2 zeigt ein Flussdiagramm der Praktikumsanlage. Ein 1 Kg/h CO<sub>2</sub> Strom durchläuft einen Verdichter, welcher auf 325 bar verdichtet, und Wärmeübertrager, welcher auf 50 °C erhitzt; durch diese geht es in den Überkritischen Zustand über. Das CO<sub>2</sub> durchfließt den Extraktor und löst das Öl aus dem gemahlene Amaranth mit durchschnittlicher Partikelgröße von 105 µm und Porosität von 0,4. Das beladene CO<sub>2</sub> wird durch eine beheizte Drossel geführt. Die Entspannung führt zu dem Austritt aus dem Überkritischen Bereich, was zum Ausfallen des Extraktionsgutes führt. Das CO<sub>2</sub> kann nun als Gas entweichen und regeneriert werden. Somit bleibt nur das Extrakt im Behälter zurück.

### 3. Methode und Ergebnisse

Alle Methoden der Auswertung wurden programmatisch mit Python umgesetzt. Hierfür wurden alle Formeln index und wertebasiert auf jedes Wertepaar angewandt, um jegliche Kennzahlen und Werte zu berechnen.

Da ein dynamisches System vorliegt, ändern sich Wertebasierte Kennzahlen über die Zeit.

Zunächst wurde anhand der Messwerte (Gewichte der Phiolen vor und nach dem Befüllen) die Grammatik der Ausbeute bestimmt. Dafür wurde die Differenz aus dem Gewicht vor dem Befüllen und dem Gewicht nach dem Befüllen genommen:

Sample №	Masse [g]	Kumulative Masse [g]
1	0.029	0.029
2	0.04	0.069
3	0.24	0.309
4	0.543	0.852
5	0.733	1.585
6	0.376	1.961
7	0.189	2.15
8	0.14	2.29
9	0.103	2.393

Tab. 1; Massen und Kumulative Massen

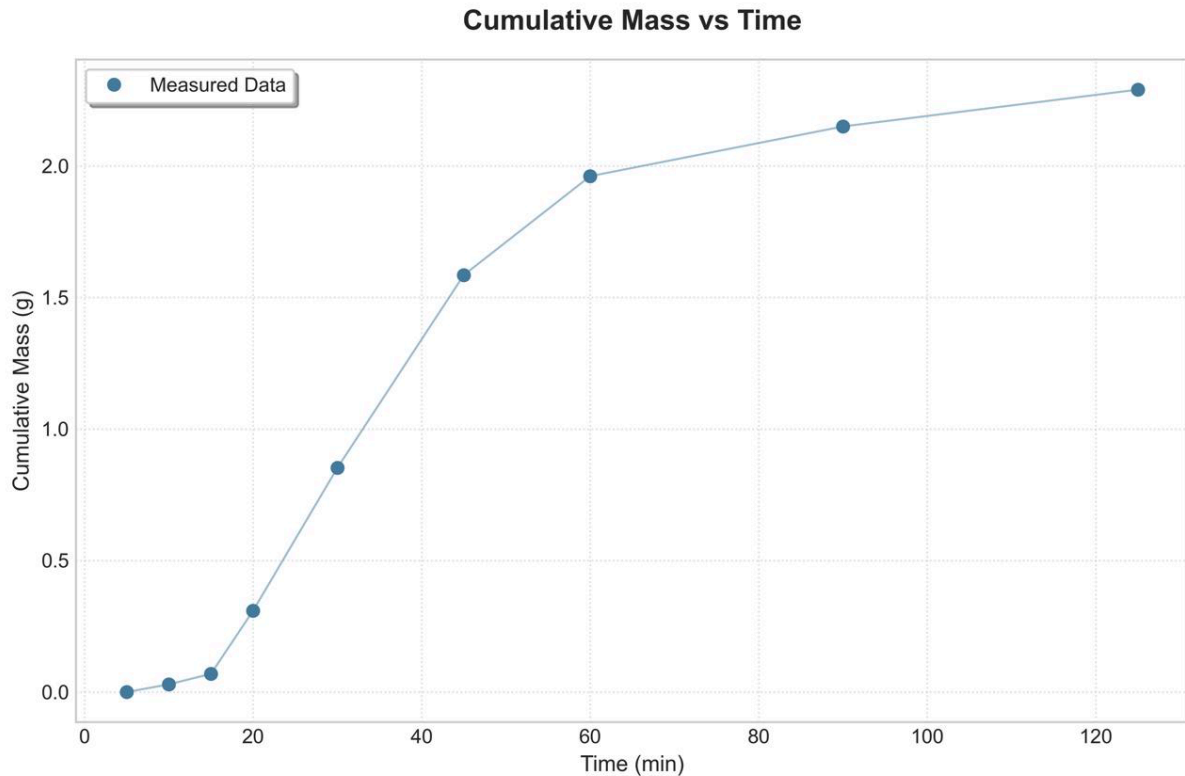


Abb. 3; Kumulative Masse über die Zeit

Nach der Berechnung zur Masse und kumulativen Masse der Muster, wurden aus den jeweiligen Massen die jeweiligen Konzentrationen berechnet, indem die Masse Extrakt durch die Masse an Lösungsmittel geteilt wurde. Die Masse an Lösungsmittel wurde durch Massenstrom mal die Änderung der Zeit berechnet.

$$c = \frac{m}{\dot{m} \cdot t} \quad (1)$$

dann wurde ebenfalls mit der im Skript gegebenen, empirischen formel {2} die Sättigungskonzentration berechnet:

$$c_{sat} = \rho^{9,742} e^{(-26,81 - \frac{18708}{T} + \frac{2186840}{T^2})} \quad (2)$$

Der berechnete Wert für die Sättigungskonzentration betrug etwa 11.18 g/kg.

$$NTU = - \ln\left(\frac{c_{sat} - c_{aus}}{c_{sat} - c_{ein}}\right) = \frac{\beta \cdot A}{\dot{V}} \quad (3)$$

$$\beta = - \frac{\ln\left(\frac{c_{sat} - c_{aus}}{c_{sat} - c_{ein}}\right) \cdot \dot{V}}{\frac{\pi \cdot d_z^2}{4} \cdot \epsilon} \quad (4)$$

Anschließend konnte nun durch Formel {3}, die NTU Zahl für jedes Datenpaar berechnet werden. Desweiteren konnte durch Umstellen von Formel {3} zu {4} auch der Stoffübergangskoeffizient für jedes Datenpaar berechnet werden.

Index	NTU	Stoffübergangskoeff. $\beta$
1	0,0364	3,21e-9
2	0,0457	4,03e-9
3	0,3000	29,38e-9
4	1,0317	90,92e-9
5	0,5763	50,79e-9
6	0,1648	14,53e-9
7	0,0742	6,54e-9
8	0,0272	2,40e-9
9	0,0180	1,41e-9

Tab. 2; NTU und  $\beta$

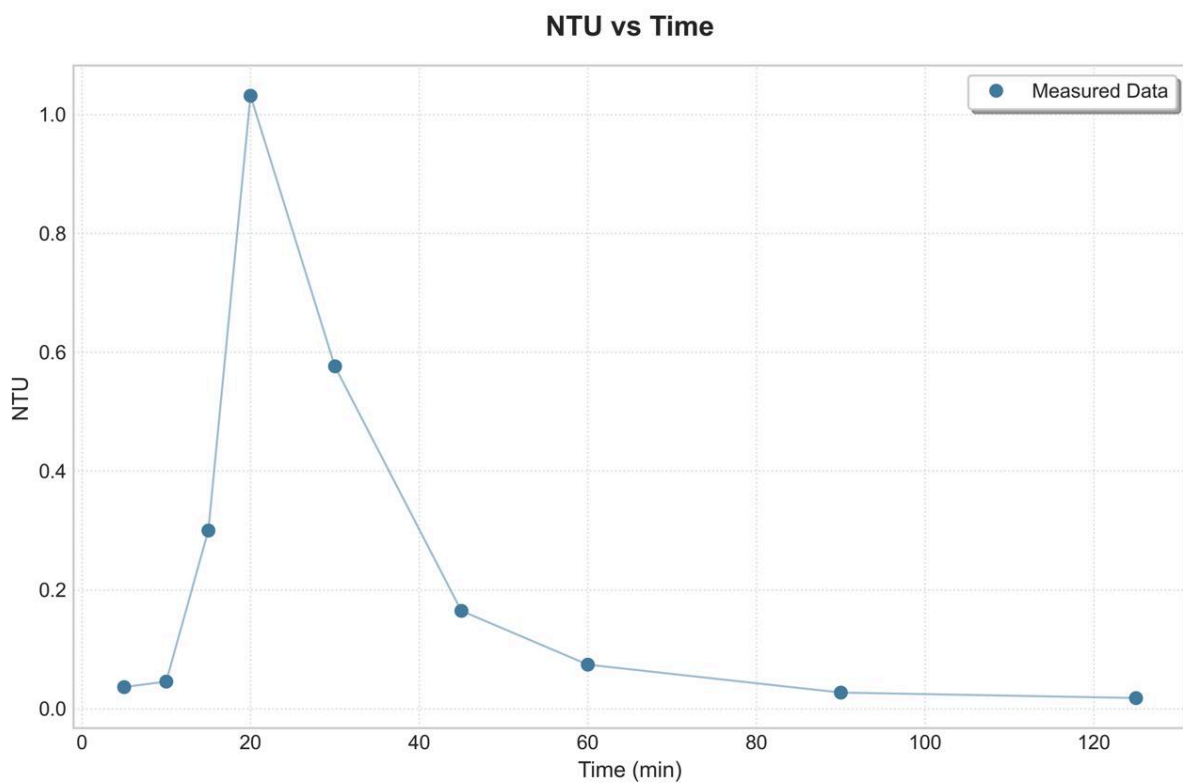


Abb. 4; Veränderung der NTU über die Zeit

Als Hilfswert wurde die "Superficial velocity" {5} und "Interstitial velocity" {6} dazugezogen. Diese Berechnen sich nach der Formel:

$$u_{sup} = \frac{\dot{m}}{\rho \cdot \varepsilon \cdot \pi \cdot d_z^2 / 4} \quad (5)$$

$$u_{int} = \frac{\dot{m}}{\rho \cdot \pi \cdot d_z^2 / 4} \quad (6)$$

Dann wurden mithilfe der Formeln {7}, {8} und {9}, die Dimensionslosen Kennzahlen Sherwood, Schmidt und Reynolds berechnet. Ebenfalls wurden die Kennzahlen Peclet und die  $\delta_{es}$  berechnet.

$$Re = \frac{\rho \cdot u \cdot D}{\eta} \quad (7)$$

$$Sc^{Ne} = \frac{\eta}{\delta} \quad (8)$$

$$Sh^{Ne} = 0,664 \cdot Re^{0,5} \cdot Sc^{1/3} \quad (9)$$

$$Pe = Re \cdot Sc \quad (10)$$

$$\delta_{es} = - \ln\left(\frac{c_{sat} - c_{aus}}{c_{sat} - c_{ein}}\right) \cdot u/a \quad (11)$$

Die Ergebnisse der Berechnungen für die gemittelte Stationäre Phase unter der Annahme, dass diese sich um die Minuten 10 bis 30 abspielte, also Werte mit NTU = 1.0318 berechnet werden können, sind damit:

Reynolds = 0.9539

Sherwood = 0.9691

Schmidt = 3.6578

Peclet = 3.4892

$\delta_{es} = 2.728e-8$

Des Weiteren wurde für die Axiale Dispersion:

$$D = - \frac{\ln\left(\frac{c_{sat} - c_{aus}}{c_{sat} - c_{ein}}\right) \cdot u}{a}$$

Mit eingesetzten Zahlenwerten ergab sich für die Minimale Axiale Dispersion (bei NTU max im stationären Bereich):

$D_{ax} = 1.6746e-7$

Die Auswertung der kumulativen Extraktmasse in Abb. 3 zeigt eine typische Extraktkurve mit einer Anlaufphase, einer stationären Phase, CER, zwischen Minute 10 und Minute 30, einer Übergangsphase mit fallender Extraktionsrate, FER, und schließlich einer instationären Phase der DCER. In der DCER Phase, Diffusion controlled Extraktion Rate, ist der geschwindigkeitsgebende Teil des Stoffübergangs diffusionslimitiert und dementsprechend deutlich langsamer als in der stationären Phase. Dies entspricht den Erwartungen vor dem Versuch.

Analog zu dem Extraktionsfortschritt ist in Abb. 4 die Veränderung der NTU über die Zeit zu sehen. Mit steigendem Prozessfortschritt ist zu sehen, dass der Stoffübergangskoeffizient, und somit auch der NTU-Wert, in der stationären Phase des Extraktionsprozesses sein Maximum besitzt und dort der höchste Stoffaustausch erfolgt.

Im Allgemeinen wurde eine absolute Ausbeute von 2,393g über einen Zeitraum von 125 Minuten Prozesslaufzeit erzielt.

## 5. Fehlerbetrachtung

Die Ergebnisse des Versuchs liegen im erwarteten Bereich und folgen dem analytisch bestimmten Trend. Während der Durchführung des Versuchs gab es eine leer gewogene Probe die weitgehend in die Berechnungen nicht mit eingezogen wurde. Diese ist im Anhang bei den Messwerten die Probe Nummer 6 und wurde mit einer Klammer gekennzeichnet. Dort ist zu sehen, dass die Leereinwage und die eingewogene Probe bis auf drei Nachkommastellen nahezu gleich sind, was in den Messfehlerbereich der Wage fällt. Des Weiteren hat der Versuchsaufbau die Herausforderung einer sehr empfindlichen Durchflusssteuerung, welche manuell geregelt werden musste. Dadurch wurde zeitweise etwas überkorrigiert und die Durchflussrate hatte temporäre Abweichungen von dem Zielwert. Über den Zeitraum des Versuchs ist diese Abweichung allerdings zu vernachlässigen.

## 6. Quellen

[1] Batch SFE of Natural Raw Material Practical Course, Versuchsskript

## 7. Messergebnisse

Batch SFE of solid natural Products :

Screening Unit 100 mL

Date: 08.01.26

Objective : Practical Course TGO

Product: Amaranth milled

Sample Preparation

**Bv** beacher to 163,208g  
**Bn** beacher t<sub>1</sub> : -106,33g  
 → Batch input     g

Humidity :      dry 7 %  
 Particle Size : av 105 μm  
 Porosity ε<sub>b</sub> :      0,4

+**Gw** glass wool 2,603 g:

Pressure : 325 bar  
 Autoclave Temp: 50 °C  
 Valve Temp: 50 °C  
 Flow CO<sub>2</sub>: ca 1 kg/h

**Br** beacher t<sub>end</sub> 161,4 g incl Gw  
2,603 g glaswolle g  
 → Residue mass:     g

Batch Input = **Bv-Bn**      g  
 Batch Resid = **Br-Bn-Gw**      g → extracted mass Δ :     g

Time (min)	Flow kg/h (average)	Pressure Bar (average)	action:	remark	Sample Nr	Vial Empty (g)	Vial Filled (g)	diff (g)	Total (g)	Total Rel. Blmp (%)
0.0 min	0,9	330	Start		1	12,983	13,012			
Proposition : 5 min	0,9	330		Change 1-2 → Vial 1	2	13,333	13,379			
10 min	0,9	330		Change 2→3 → Vial 2	3	10,376	11,416			
15 min	1	330		Change 3→4	4	12,887	13,430			
30 min	20	325		Change 4→5	5	12,885	13,622			
60 min	30	330		Change 5→6	(6)	13,965	13,968			
75 min	45	330		Change 6	7	10,905	11,281			
	60	330			8	12,792	12,981			
	90	325			9	12,969	13,109			
	125	320			10	12,508	12,611			
					11					

Total Yield Σ:     g

Δ = Σ ?

6: 13,968      7: 11,281