



Untersuchungsprotokoll

Protokoll Nr.: 18-487
Seitenzahl: 7
Datum: 07.01.2019

Bestimmung von Dichte, Wärmekapazität, pH-Wert und Reservealkalität einer Kühlsole

Auftraggeber AEE - Institut für Nachhaltige Technologien
Feldgasse 19
A-8200 Gleisdorf

Auftrags-Nr. 241000; RN 487-18 (ILK-intern)

Bearbeiter M. Sc. Christian Hanzelmann, M. Springer, Ute Leuteritz

Aufgabenstellung

Von einer Pekasolar 100 Probe (Wasser-Propylenglykol-Gemisch) wurden Dichte, Wärmekapazität, pH-Wert und die Reservealkalität bestimmt.



Material und Methoden

Der Probeneingang der Pekasolar 100 Probe mit der Bezeichnung „Wärmeträger Fluid Solaranlage Graz FHW“ erfolgte am 23.11.2018. Die Probe war klar und wies eine gelbe Färbung auf.

Dichtebestimmung

Zur Dichtemessung (DIN 51757 [3]) wird eine Dichtemessapparatur DMA HPM kombiniert mit einer Messwerterfassung mPDS 5 der Firma ANTON PAAR eingesetzt. Das Messgerät beruht auf dem Messprinzip, dass die Eigenfrequenz eines metallischen Biegeschwingers von seiner Masse abhängt. Wird der Schwinger durch ein mit der Messflüssigkeit gefülltes, U-förmig gebogenes, dünnes Rohr gebildet, so ist die Eigenfrequenz über die Masse eindeutig mit der Dichte des Mediums verknüpft.

Damit Fremdschwingungen den Messvorgang nicht störend beeinflussen, ist die Dichtemessapparatur schwingungsgedämpft aufgestellt. An geeigneter Stelle ist am Rohr ein elektromagnetisches System angebracht, das mit Hilfe eines Erregerverstärkers die Schwingung des U-Rohres in der Resonanzfrequenz gewährleistet. Der Erregerverstärker überträgt das elektrische Schwing-Signal an eine Auswerte-Elektronik, die die jeweilige Schwingungsdauer anzeigt. Um die Dichte auch in Abhängigkeit von der Temperatur messen zu können, ist der Grundkörper so gestaltet, dass er von einer Temperierflüssigkeit durchflossen wird und somit unterschiedliche Temperaturen eingestellt werden können. Die Temperatur kann im Inneren der Messkammer mit Hilfe von Pt1000-Widerstandsthermometern auf 0,01 K genau gemessen werden. Die maximale Abweichung ist dabei $<0,1$ K. Durch Temperaturänderung wird einerseits das an der Schwingung teilnehmende Volumen infolge der Ausdehnung des Rohrmaterials beeinflusst, andererseits besitzt auch das Messmedium einen thermischen Ausdehnungskoeffizienten. Beides bewirkt eine Änderung der Schwingungsdauer. Auch unterschiedliche Drücke führen zu unterschiedlichen Volumina des Messrohres und somit zu einer Frequenzänderung des Biegeschwingers. Durch Kalibrierung mit Flüssigkeiten bekannter Dichte muss daher der Temperatur- und Druckeinfluss auf die Dichte-Schwingungsdauer-Relation ermittelt werden. Die Temperaturabhängigkeit wurde durch zwei bekannte Flüssigkeiten (n-Pentan und Dichlormethan) ermittelt. Von diesen Substanzen ist auch die Druckabhängigkeit der Dichte bis zu einem Druck von 160 bar bekannt. Die Messabweichung der Dichtebestimmung ist kleiner als 0,5 %. Zur Überprüfung des Druckes ist am Anschluss zum Biegeschwinger ein Drucksensor (0 bis 160 bar) angebracht.

Die Dichte wird im vorgegebenen Temperaturbereich von 20 °C bis 120 °C in Schritten von 20 K bestimmt. Aus den gemessenen Dichten kann mit Hilfe von Gleichung 1 die Dichte in Abhängigkeit der Temperatur berechnet werden.

$$\rho(T) = A + B \cdot T + C \cdot T^2 \quad (T \text{ in K; } \rho \text{ in kg} \cdot \text{m}^{-3}) \quad (1)$$

Wärmekapazitätsbestimmung

Für die Messung der spezifischen Wärmekapazität wird ein Wärmeleitungs-Zwillings-Kalorimeter MICRO DSC VII der Firma Setaram eingesetzt. Die Wärmekapazität wird im vorgegebenen Temperaturbereich von 20 °C bis 90 °C in Schritten von 5 K bestimmt. Mittels Gleichung 2 lässt sich die spezifische Wärmekapazität im Temperaturbereich von 20 °C bis 120 °C ermitteln. Innerhalb des Messbereichs wird die Wärmekapazität mit einer Messunsicherheit kleiner 3 % bestimmt.

$$c_p = a + b \cdot T + c \cdot T^2 \quad (c_p \text{ in J} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}; T \text{ in K}) \quad (2)$$

Die Messung der spezifischen Wärmekapazität wird durch eine Referenzflüssigkeit (Wasser) mit bekannter spezifischer Wärmekapazität überprüft. Dadurch lässt sich die Messunsicherheit auf maximal 1 % reduzieren.

Reservealkalität

Die Reservealkalität wird nach ASTM D 1121 als Doppelbestimmung ermittelt. 10 ml Probe (konzentrierte Sole) werden in ein schmales 250 ml Becherglas, mit einer Auslaufzeit von 1 min pipettiert. Anschließend werden 90 ml destilliertes Wasser hinzugegeben. Nun werden pH-Elektrode und Rührer in die Lösung getaucht und die Lösung gerührt. Zur Bestimmung der Reservealkalität wird die Lösung mit 0,1 N Salzsäure zunächst auf pH 7 und dann langsam auf pH 5,5 titriert. Dazu wird ein Titrono der Firma Metrom verwendet.

pH-Wert

Der pH-Wert der unverdünnten Kühlsole wird nach ISO 10523 mit einer Glaselektrode bestimmt.

Ergebnisse

Dichtebestimmung

Die gemessenen Dichten sind Tabelle 1 zu entnehmen.

Tabelle 1: Gemessene Dichten

Temperatur ϑ [°C]	Dichte ρ [kg·m ⁻³]
20,37	1040,33
39,74	1030,01
60,10	1017,35
80,07	1003,47
100,02	988,11
120,06	971,41

Mit Hilfe von Gleichung 1 wurde eine Anpassung der Dichten der Kühlsole durchgeführt. Die berechneten Dichten sind Tabelle 2 und Abbildung 1 zu entnehmen.

Tabelle 2: Berechnete Dichten

Temperatur		Dichte ρ [kg·m ⁻³]
ϑ [°C]	T [K]	
20	293,15	1040,59
30	303,15	1035,35
40	313,15	1029,74
50	323,15	1023,75
60	333,15	1017,39
70	343,15	1010,66
80	353,15	1003,56
90	363,15	996,08
100	373,15	988,22
110	383,15	980,00
120	393,15	971,40
Koeffizienten	A [kg·m ⁻³]	1028,30
	B [kg·m ⁻³ ·K ⁻¹]	0,5891
	C [kg·m ⁻³ ·K ⁻²]	-0,0019

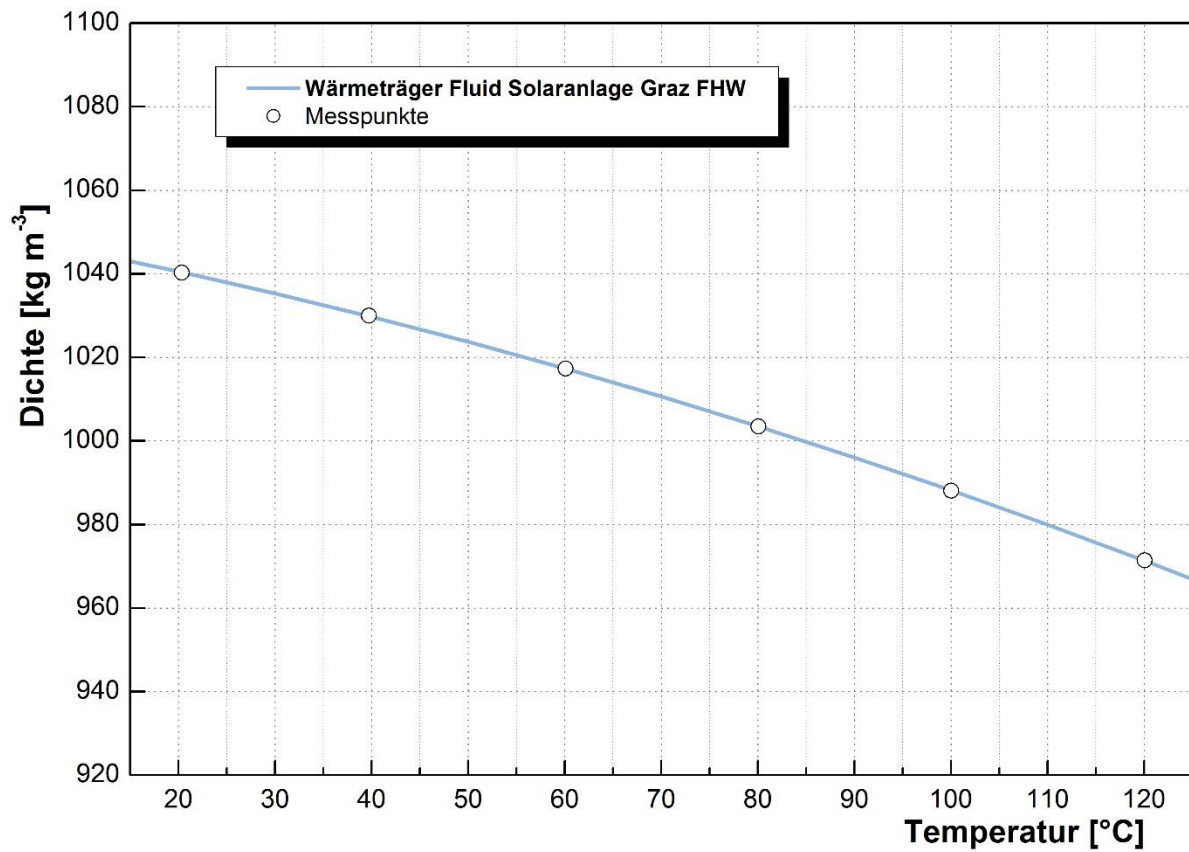


Abbildung 1: Gemessene und berechnete Dichten

Wärmekapazitätsbestimmung

Die gemessenen spezifischen Wärmekapazitäten der Kühlsole sind Tabelle 3 zu entnehmen.

Tabelle 3: Gemessene spezifische Wärmekapazitäten

Temperatur ϑ [°C]	Spez. Wärmekapazität c_p [J·g ⁻¹ ·K ⁻¹]
8,05	3,67076
13,05	3,69713
18,04	3,72357
23,04	3,74395
28,03	3,76232
33,03	3,78009
38,03	3,79761
43,02	3,80975
48,02	3,82402
53,01	3,83731
58,01	3,84833
63,01	3,85953
68,00	3,87145
73,00	3,88114
77,99	3,89277
82,99	3,90404
87,99	3,91155

Mit Hilfe von Gleichung 2 wurde eine Anpassung der spezifischen Wärmekapazitäten der Kühlsole durchgeführt. Die berechneten spezifischen Wärmekapazitäten sind Tabelle 4 und Abbildung 2 zu entnehmen.

Tabelle 4: Berechnete spezifische Wärmekapazitäten

Temperatur		Spez. Wärmekapazität c_p [$\text{J}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$]
ϑ [$^{\circ}\text{C}$]	T [K]	
20	293,15	3,728
30	303,15	3,766
40	313,15	3,800
50	323,15	3,830
60	333,15	3,856
70	343,15	3,878
80	353,15	3,896
90	363,15	3,910
100	373,15	3,920
110	383,15	3,926
120	393,15	3,928
Koeffizienten	a [$\text{J}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$]	0,8197
	b [$\text{J}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{K}^{-2}$]	$1,5829\cdot 10^{-2}$
	c [$\text{J}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{K}^{-3}$]	$-2,0152\cdot 10^{-5}$

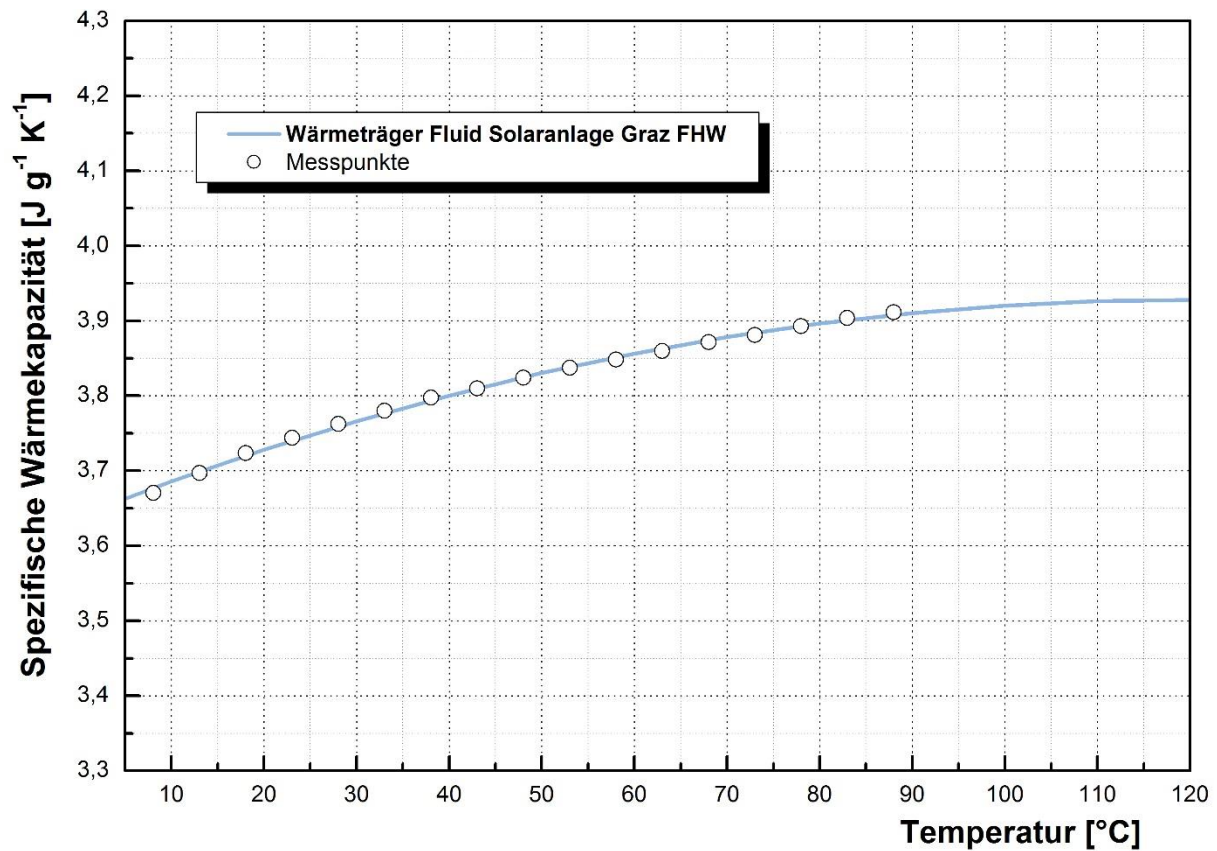


Abbildung 2: Gemessene und berechnete spezifische Wärmekapazität

Reservealkalität

Die Reservealkalität wurde dreimal gemessen. Dabei wurden folgende Mengen an 0,1 N Salzsäure verbraucht.

Tabelle 5: Gemessene Reservealkalitäten

Messung	Reservealkalität [ml]
1	2,676
2	2,724
3	2,690

Somit ergibt sich für die Reservealkalität der Kühlsole ein Wert von 2,7 ml 0,1 N Salzsäure.

pH-Wert

Der pH-Wert der unverdünnten Kühlsole wurde mit 7,64 ermittelt.

Bewertung

Von einer Kühlsole wurden die Kennwerte Dichte, Wärmekapazität, pH-Wert und Reservealkalität bestimmt. Die Dichtewerte der Kühlsole bei 20 °C entsprechen laut www.prokuehlsole.de/de/services/stoffdatenrechner einer 43,5 vol.-%igen Pekasolar-Lösung. Diese weist laut dem Stoffdatenrechner eine Wärmekapazität von $3,71 \text{ J} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ auf, was in guter Korrelation mit dem hier berechneten Wert von $3,728 \text{ J} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{K}^{-1} \pm 1\%$ liegt.

M. Sc. Christian Hanzelmann
Bearbeiter

Manuela Springer
Bearbeiter