

Berichte aus der Verfahrenstechnik

Tim Pöpken

**Reaktive Rektifikation unter
besonderer Berücksichtigung
der Reaktionskinetik am Beispiel
von Veresterungsreaktionen**

Shaker Verlag
Aachen 2001

Die Deutsche Bibliothek - CIP-Einheitsaufnahme

Pöpken, Tim:

Reaktive Rektifikation unter besonderer Berücksichtigung
der Reaktionskinetik am Beispiel von Veresterungsreaktionen/

Tim Pöpken. Aachen: Shaker, 2001

(Berichte aus der Verfahrenstechnik)

Zugl.: Oldenburg, Univ., Diss., 2000

ISBN 3-8265-8638-7

Copyright Shaker Verlag 2001

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen
oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungs-
anlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 3-8265-8638-7

ISSN 0945-1021

Shaker Verlag GmbH • Postfach 1290 • 52013 Aachen

Telefon: 02407 / 95 96 - 0 • Telefax: 02407 / 95 96 - 9

Internet: www.shaker.de • eMail: info@shaker.de

In dieser Arbeit wird die Reaktivrektifikation anhand von zwei Veresterungsreaktionen, der Synthese und Hydrolyse von Methylacetat und Isopropylacetat, experimentell untersucht. Die Reaktionskinetik der mit einem stark sauren, makroporösen Ionenaustauscher katalysierten Reaktionen wird mit Hilfe eines Rührkesselreaktors vermessen und mit zwei reaktionskinetischen Modellen beschrieben. Mit dem einfacheren pseudohomogenen Modell, welches die Annahme macht, dass der Katalysator lediglich katalytisch wirksame, solvatisierte Protonen zur Verfügung stellt, gelingt eine gute Beschreibung sowohl der Konzentrationsverläufe in der Rührzelle als auch der Reaktivrektifikationsexperimente. Verbessert wird diese Beschreibung, wenn das selektive Quellen der Ionenaustauschermatrix mit den Reaktanden durch einen hierfür entwickelten adsorptionskinetischen Ansatz berücksichtigt wird. Die Adsorptionskonstanten können mit einfachen, unabhängigen Experimenten ermittelt werden, so dass beide kinetischen Ansätze über die gleiche Anzahl anpassbarer Parameter verfügen.

In über 60 Experimenten an vier verschiedenen Kolonnenaufbauten wird gezeigt, dass sich die Reaktivrektifikation in einer Packungskolonne gut mit einem einfachen Gleichgewichtsstufenmodell simulieren lässt, sofern eine geeignete Reaktionskinetik berücksichtigt wird. Makrokinetische Effekte haben auf die untersuchten Reaktionen keinen signifikanten Einfluss. Die Trennleistung der untersuchten Katapak[®]-S, sowie der Wärmeverlust der verwendeten DN-50 Glaskolonne werden mit separaten Experimenten quantifiziert und in der Simulation berücksichtigt. Somit muss und kann keine Größe an Daten aus Reaktivrektifikationsexperimenten angepasst werden, was der Simulation Vorhersagecharakter verleiht. Die Simulation ist in der Lage, mit dem gleichen Parametersatz sowohl die Methylacetatsynthese als auch die Methylacetathydrolyse korrekt zu beschreiben. Letzteres gelingt allerdings nur unter Verwendung des adsorptionskinetischen Ansatzes. Die Simulation mit dem Gleichgewichtsstufenmodell beschreibt ebenfalls die durchgeführten Experimente zur Isopropylacetatsynthese. Hierzu sind Parametersätze für das UNIQUAC-Modell und die Reaktionskinetik notwendig, die in dieser Arbeit ermittelt werden.

Unter Annahme chemischen Gleichgewichtes wird in allen untersuchten Fällen ein signifikant zu hoher Umsatz berechnet, obwohl die Kolonne in den meisten Fällen deutlich unterhalb der Sollbelastung von Katapak[®]-S betrieben wurde. Für die Anwendung dieser strukturierten Packung ist ein erhöhter Druck zu empfehlen, um hohe Umsätze bei vertretbaren Durchsätzen zu erzielen. Der höhere Druck bewirkt eine höhere Siedetemperatur und damit auch eine größere Reaktionsgeschwindigkeit.

Für die Analyse der Reaktivrektifikation wurde ein Programmpaket erstellt, welches die Konstruktion von nichtreaktiven und reaktiven Rückstandskurven- bzw. Destillationslinienkarten erlaubt. Die Topologie reaktiver Rückstandskurvenkarten wird für alle relevanten Reaktionsschemata in Vierkomponentensystemen untersucht. Es wird gezeigt, dass sich die Suche nach reaktiven Azeotropen unter Berücksichtigung der Topologie effizienter gestalten lässt. Mit Hilfe des entwickelten Programms kann die Lage der Grenzlinien und -flächen in reaktiven und nichtreaktiven Systemen berechnet werden. Wie sich an den angeführten Beispielen zeigt, sind sowohl Grenzlinien als auch Grenzflächen teilweise stark gekrümmt.