

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung und Aufgabenstellung	1
2	Allgemeiner Teil	3
2.1	Rohstoffe in der industriellen Chemie	3
2.1.1	Fossile Rohstoffe	3
2.1.1.1	Butadien	4
2.1.1.2	Ethylenglykol	6
2.1.2	Nachwachsende Rohstoffe	6
2.1.2.1	Bedeutung nachwachsender Rohstoffe	7
2.1.2.2	Glycerin	8
2.2	Katalyse	8
2.2.1	Heterogene Katalyse	10
2.2.2	Homogene Katalyse	11
2.2.3	Recycling von homogenen Katalysatoren	11
2.3	Die Telomerisation von Butadien	14
2.3.1	Telomerisation von Butadien mit Ethylenglykol	17
2.3.2	Telomerisation von Butadien mit Glycerin	20
2.3.3	Folgechemie der Telomere	22
2.4	Integrierte Reaktions- und Trennverfahren	23
2.4.1	Voraussetzungen	23
2.4.2	Vor- und Nachteile	24
2.5	Reaktive Extraktion	25
2.5.1	Einteilung reaktiver Extraktionsverfahren	26
2.5.2	Industrielle Verfahren	27
2.5.2.1	Prozesse mit vorwiegend trennender Funktionalität	27

2.5.2.2	Synthesen	28
3	Ergebnisse und Diskussion	30
3.1	Thermodynamische Analyse	30
3.1.1	Bestimmung physikalischer Parameter	30
3.1.1.1	Bestimmung der Dichte des Ethylenglykol-Monotelomers	30
3.1.1.2	Bestimmung des Schmelz- und Siedepunkts des Ethylenglykol-Monotelomers	31
3.1.2	Untersuchung des Phasenverhaltens	32
3.1.2.1	Experimentelle Untersuchung	32
3.1.2.2	Modellierung des Phasenverhaltens	33
3.1.3	Stoffübergang	35
3.2	Untersuchung und Optimierung des Reaktionssystems	37
3.2.1	Diskontinuierliche Laborversuche	37
3.2.1.1	Limitierung der Reaktion und Reaktionspfade	37
3.2.1.2	Versuche zum Katalysatorleaching	41
3.2.1.3	Einfluss der Reaktionstemperatur	43
3.2.1.4	Inertisierung	44
3.2.2	Diskontinuierliche Technikumsversuche	45
3.2.2.1	Untersuchung des Scale-Up	46
3.2.2.2	Untersuchung der Reaktionskinetik	46
3.3	Verfahrensentwicklung	48
3.3.1	Zielgrößen der Verfahrensentwicklung	49
3.3.2	Integrierter Reaktor	49
3.3.2.1	Gleichstrom	50
3.3.2.2	Kreuzstrom	51
3.3.2.3	Gegenstrom	51
3.3.2.4	Kreuzgegenstrom	52
3.3.2.5	Zusammenfassung der Reaktorentwicklung	53
3.3.3	Prozessentwicklung	54
3.3.3.1	Eduktaufbereitung	54
3.3.3.2	Produktaufbereitung	55
3.3.3.3	Butadienrückführung	55
3.4	Anlagendesign und Apparateauslegung	55

Inhaltsverzeichnis

3.4.1	Festlegung der Anlagenparameter	56
3.4.1.1	Prozessfenster	56
3.4.1.2	Verweilzeiten	57
3.4.1.3	Reaktorauswahl	57
3.4.2	Auslegung und Detailplanung der Anlagenkomponenten	58
3.4.2.1	Reaktoren	59
3.4.2.2	Abscheider	61
3.4.2.3	Butadienkondensation	63
3.4.2.4	Verdampfer	63
3.4.2.5	Pumpen	64
3.4.2.6	Thermostaten	64
3.4.3	Anlagensicherheit und Explosionsschutz	64
3.4.4	Messwerterfassung und Prozesssteuerung	65
3.4.5	Beschreibung der kontinuierlichen Miniplant	66
3.4.5.1	Eduktvorbereitung und Produktnachbereitung	66
3.4.5.2	Reaktionsteil	67
3.4.5.3	Gegenstrom	67
3.4.5.4	Kreuzgegenstrom	68
3.5	Versuche in der kontinuierlichen Miniplant	69
3.5.1	Versuche im Gegenstrom	69
3.5.2	Versuche im Kreuzgegenstrom	72
3.5.3	Bewertung der kontinuierlichen Versuche	73
3.6	Wirtschaftliche Betrachtung	74
3.6.1	Berechnungsgrundlagen	75
3.6.2	Investitionskosten	76
3.6.3	Betriebskosten	77
3.6.4	Wirtschaftlichkeitsbetrachtung	79
3.7	Telomerisation von Butadien mit Glycerin	81
3.7.1	Diskontinuierliche Laborversuche	81
3.7.1.1	Bestimmung physikalischer Größen	81
3.7.1.2	Einfluss der Rührerdrehzahl	81
3.7.1.3	Einfluss der Reaktionszeit	83
3.7.1.4	Einfluss des Eduktverhältnisses	84
3.7.1.5	Temperatureinfluss	86

3.7.1.6	Katalysatorleaching	86
3.7.1.7	Katalysatorvariation	88
3.7.2	Zusammenfassung der Glycerinversuche	89
3.7.3	Vorversuche in der Miniplant	90
4	Zusammenfassung	92
5	Experimenteller Teil	97
5.1	Verwendete Chemikalien	97
5.2	Analytik	98
5.2.1	GC FID/WLD	98
5.2.1.1	Produkte der Butadien-Ethylenglykol-Telomerisation . .	100
5.2.1.2	Produkte der Butadien-Glycerin-Telomerisation	101
5.2.1.3	Karl-Fischer-Wasserbestimmung	103
5.2.1.4	ICP-Analyse	103
5.3	Versuchsdurchführungen	104
5.3.1	Bestimmung physikalischer Parameter	104
5.3.1.1	Dichtemessungen	104
5.3.2	Laborversuche	104
5.3.3	Versuche an der kontinuierlichen Miniplant	107
5.3.3.1	Probennahme im Batch-Betrieb	107
5.3.3.2	Batch-Versuche	108
5.3.3.3	Kontinuierliche Versuche	109
6	Anhang	110
6.1	Instrumenten- und Apparatelisten	110
6.2	Festigkeitsberechnung	112
6.3	Explosionsschutzdokument	113
6.4	Versuchsdaten Miniplant	115
6.5	Betrieb der Miniplant	116
6.5.1	Vor der Inbetriebnahme	116
6.5.2	Inbetriebnahme	116
6.5.3	Betrieb der Anlage	116
6.5.4	Abfahren der Anlage	117
6.6	Abbildungs- und Tabellenverzeichnis	117

Inhaltsverzeichnis

Abbildungsverzeichnis	117
Tabellenverzeichnis	121
Literaturverzeichnis	121
Zeichnungen und Fließbilder	127