

*Semibatchprozesse in kontinuierliche Prozesse umwandeln*

# Das etwas andere Reaktorkonzept

Fluitem beschäftigt sich seit über 20 Jahren mit der Umstellung von Chargenprozessen auf kontinuierliche Prozesse. Das Unternehmen hat nun ein Reaktorkonzept auf Basis der bekannten Mischer-Wärmetauscher entwickelt, das eine Umwandlung von Semibatchprozessen in eine kontinuierliche Reaktionsführung mit maximalem Umsatz und gleichzeitig sicherer Beherrschbarkeit exothermer Prozesse ermöglicht.

**M**it fortschreitender Automatisierung ist auch die Entwicklung von kontinuierlichen Prozessen mit kleineren Produktionsmengen hochaktuell. Dabei sind bei einer kontinuierlichen Reaktionsführung in einem Strömungsrohr (PFR=plug flow reactor) einige Regeln und Gesichtspunkte besonders zu beachten. Bei Synthesen, die beispielsweise in homogener, flüssiger Phase durchgeführt werden, liegt der große Vorzug von Mikroreaktoren in der sehr guten thermischen Beherrschbarkeit von

stark exothermen Reaktionen. Der Einsatzbereich von Mikroreaktoren beschränkt sich dabei größtenteils auf Laboranwendungen, es sei denn die Reaktoren werden in einer Parallelschaltung eingesetzt. Um einen sicheren Betrieb zu gewährleisten, wird typischerweise der Bagatellmengenansatz und die Explosionstheorie zur Bestimmung der kritischen Apparatedimension verwendet. Nach diesem Ansatz können bei stark exothermen Reaktionen lediglich Kapillaren mit einem Durchmesser  $<2\text{ mm}$  eingesetzt werden. Der Einsatz solcher Kapillaren führt allerdings auch bei wässrigen Systemen zu einer laminaren Strömung, die sich negativ auf die Reaktion auswirken kann.

Sind Produktionsdurchsätze von  $>10\text{ l/h}$  gewünscht, so muss in der Regel auf millistrukturierte Reaktoren ausgewichen werden. Dies führt in herkömmlichen Rohrreaktoren, aufgrund des zwingend abnehmenden Oberflächen-Volumenverhältnisses, zu einer Verschlechterung der Wärmeübertragung. Das ist einer der Hauptgründe, weshalb sich die Überführung von chemischen Prozessen auf millistrukturierte Reaktoren zumeist nur auf schwach exotherme Batch-Reaktionen beschränkt. Fluitem-Mischer-Wärmetauscher können skalierbar mit einem konstanten Oberflächen-Volumen-Verhältnis und mit kon-

stanter Mischleistung gefertigt werden. Allerdings wird dies erst bei einem Oberflächen-Volumenverhältnis von  $<800\text{ m}^2/\text{m}^3$  möglich, da die Reaktoren nach gültigen Regelwerken wie ASME, AD-2000 oder EN13445 herzustellen sind. Man kann somit sagen, dass die Überführung eines diskontinuierlichen chemischen Semibatchprozesses in ein kontinuierliches Verfahren in vielen Fällen entweder nicht angebracht oder zumindest mit erheblichem Aufwand, z. B. einer Kaskadendosierung zum Schutz vor Überhitzung bei stark exothermen Reaktionen, verbunden ist, wenn man sich nur auf eine herkömmliche PFR-Schaltung oder eine PFR-Kaskadenschaltung beschränkt.

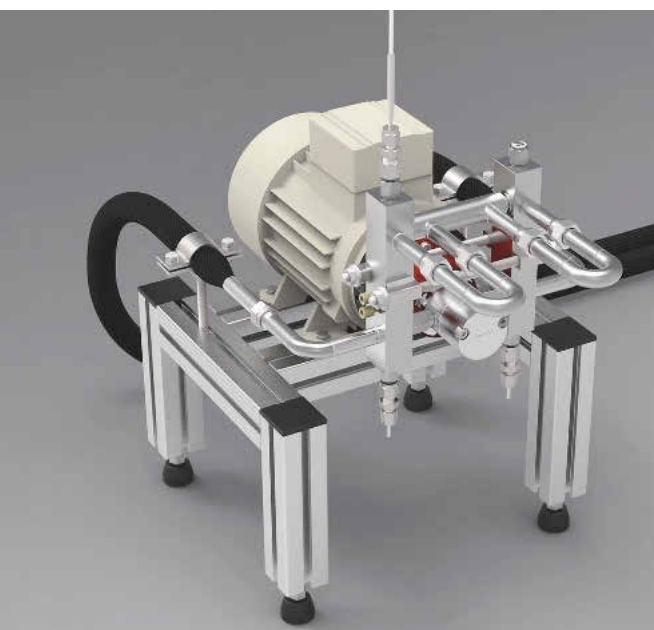
## Kombinierte Reaktorschaltung

Die Strömung im Fluitem-Mischer-Wärmetauscher mit einer Bodensteinzahl  $>100$  nähert sich sowohl im laminaren als auch im turbulenten Strömungsbereich einer idealen Pfropfenströmung an. Es ist auch bekannt, dass sich bei großen Kreislaufverhältnissen von  $R>50$  ein ideales, rückvermischungsfreies Strömungsrohr einem Reaktor mit totaler Rückvermischung, einem kontinuierlichen Rührkesselreaktor (CSTR=continuous stirred-tank reactor) annähert. Mit PFR-Kreislaufreaktoren können demnach zahlreiche Reaktionen isotherm bestens kontrolliert werden. Eine vollständige Rückmischung ist jedoch häufig nicht erwünscht, um eine genaue Steuerung des Reaktionsverlaufs sicherzustellen.

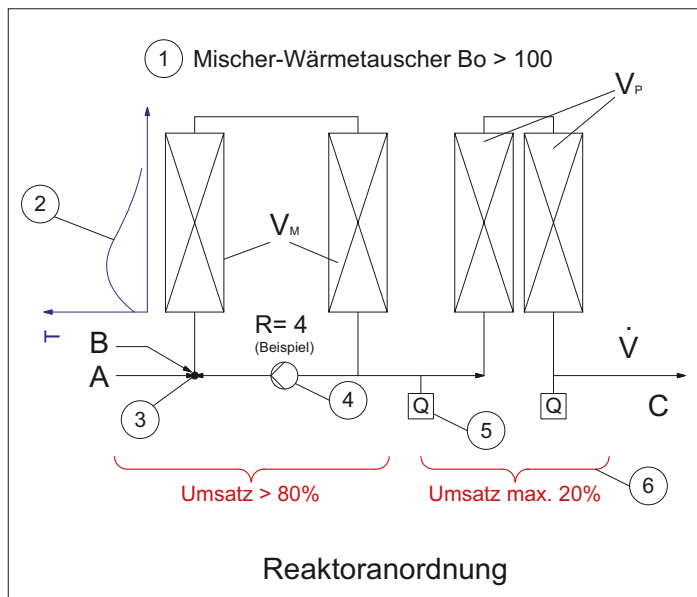
Fluitem hat nun ein Reaktorkonzept auf Basis der bekannten Mischer-Wärmetauscher entwickelt, das eine kontinuierliche Reaktionsführung mit maximalem Umsatz und gleichzeitig sicherer Beherrschbarkeit exothermer Prozesse ermöglicht. Dazu wird nun im Kreislaufreaktor die Kreislaufzeit so reduziert, dass durch die Verdünnung des Produkts eine ausreichende Wärmeabfuhr gewährleistet ist, und zudem der Kreislaufreaktor am Austritt mit einem Strömungsrohr ergänzt, um maximalen Umsatz zu erreichen. Diese Reaktorschaltung wird als PFRR (plug flow recycle reactor) bezeichnet.

Das Fließbild zeigt einen Laborreaktor mit PFRR-Reaktorschaltung, die folgende Eigenschaften besitzt:

- (1) Pfropfenströmung in allen Reaktorabschnitten und über sämtliche Strömungs- und Viskositätsbereiche ( $Bo>100$ )
- (2) messbarer, polytroper Temperaturverlauf am Eintritt der Edukte zur Sicherstellung, dass die Reaktion gezündet hat
- (3) sofortige Vermischung der Zulaufströme mit dem Kreislaufstrom (kurze Mischzeiten)



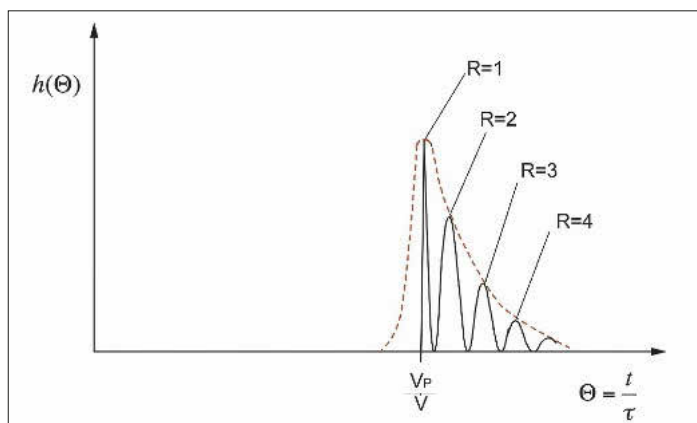
*Die PFRR-Reaktorschaltung, hier am Beispiel eines Laborreaktors mit 10 ml Volumen, verbindet einen PFR-Kreislaufreaktor mit einem nachgeschalteten Strömungsrohrreaktor*



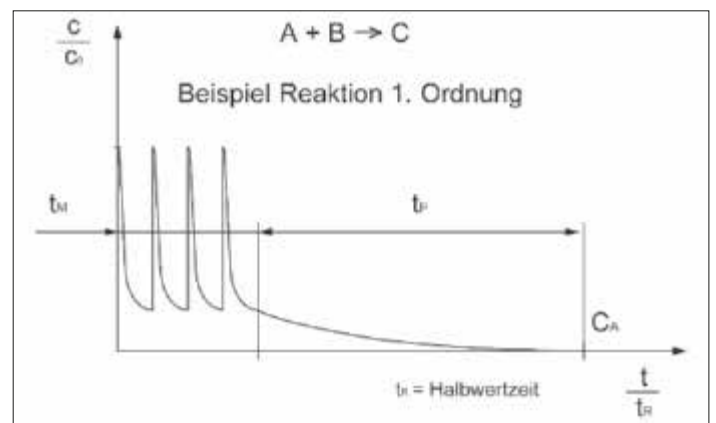
**Fließschema der PFRR-Reaktorschaltung:** (1) *Mischer-Wärmetauscher-Reaktoren mit Kreislaufführung*, (2) *axial in Serie geschaltete Temperatursensoren überwachen das polytrope Temperaturprofil*, (3) *Vermischungspunkt der Zulaufströme mit dem Kreislaufstrom*, (4) *Kreislauffpumpe*, (5) *Infrarot- oder Raman-Sonden zur Umsatzüberwachung*, (6) *nachgeschaltete Mischer-Wärmetauscher-Reaktoren*

scher die Kreislaufzeit zusätzlich reduziert werden, da das schnelle Mischen im Mischer-Wärmetauscher keine Hotspots zulässt. Diese sehr einfache Sicherheitsbetrachtung ermöglicht einen sicheren Betrieb eines kontinuierlichen Prozesses auch ohne umfangreiche kinetische Untersuchungen. Kennt man die Reaktionsenthalpie und somit die adiabatische Temperaturerhöhung, kann eine schnelle Reaktion ausreichend sicher betrieben werden.

Die zwei weiteren Grafiken zeigen schematisch das Verweilzeitverhalten und den Reaktionsverlauf des PFRR. Gut erkennbar ist bei kleinen Kreislaufverhältnissen das enge Verweilzeitverhalten, das üblichen Semibatchprozessen ähnlich ist. Erfahrungsgemäß lassen sich mit der PFRR-Schaltung zahlreiche stark exotherme Semibatchreaktionen auf einfache und sichere Weise in eine kontinuierliche Re-



**Verweilzeitverhalten im PFRR bei Stoßmarkierung**



**Reaktionsverlauf des PFRR**

- (4) kontrolliertes, minimales Rückführverhältnis  $R$
- (5) Qualitäts-/Umsatzüberwachung im kontinuierlichen Betrieb, z. B. mit Infrarot- oder Raman-Sonden
- (6) sicherer Betrieb in Anlehnung an die TRAS 410 ( $\Delta T_{\text{Kühlpanne}} < 50^\circ\text{C}$ ).

### Funktionsweise der Reaktorschaltung

Anstelle des Semibatchbetriebs arbeitet der beispielhafte Laborreaktor kontinuierlich. Die adiabatische Temperaturerhöhung der schnellen exothermen Reaktion beträgt im Beispiel  $\Delta T_{\text{ad}} = 250\text{ K}$  bei einem Gesamtumsatz  $U_A$  von nahezu 100%. Vom Eintritt bis zum Ende der Reaktoren werden axial in Serie geschaltete Temperatursensoren verwendet, um so das polytrope Temperaturprofil stetig zu überwachen. In Anlehnung an die TRAS 410 für Semibatchprozesse darf über die ganze Reaktorschaltung auch bei einer Kühlpanne eine ma-

ximale adiabatische Temperaturerhöhung von  $50\text{ K}$  nicht überschritten werden. Wählt man das Beispiel so, dass im nachgeschalteten Verweilzeitreaktor nur maximal 20% im Volumen  $V_p$  umgesetzt werden, kann man sicher sein, dass die maximale adiabatische Temperaturerhöhung von  $50\text{ K}$  nicht überschritten wird. Die restlichen 80% des Umsatzes, die im Kreislaufreaktor umgesetzt werden müssen, führen ohne ausreichende Kühlung im Falle einer Kühlpanne zu einer nicht zulässigen Temperaturerhöhung von bis zu  $200\text{ K}$ . Um dies zu verhindern, wird in unserem Beispiel eine Verdünnung mit einem Rückführverhältnis von fünf gewählt. Mit dem Einstellen des Rückführverhältnisses erfolgt eine schnelle Verdünnung des neu zudosierten Edukts, sodass im Falle einer Kühlpanne eine Überschreitung der zulässigen Temperaturerhöhung auch ohne Kühlung verhindert wird. In den meisten Fällen kann beim Einsatz der Mischer-Wärmetau-

aktionsführung umwandeln. Die PFRR-Schaltung kann z. B. für folgende Anwendungen eingesetzt werden: Flüssig-Flüssig-Reaktionen mit hoher Wärmetönung, Umrüsten von dreistufigen CSTR-Reaktorkaskaden, Gas-Flüssig-Reaktion mit Wärme- und/oder Stoffaustauschlimitierungen, Polymerisationen und Polyadditionen, Veresterungen resp. Polykondensationen mit stetiger Wasserentnahme und katalytische Festbettreaktionen.

» [www.prozesstechnik-online.de](http://www.prozesstechnik-online.de)

Suchwort: cav0316fluitec

### Autor



**Alain Georg**  
Leitung F+E,  
Fluitec