ETH zürich

ETH Library

Der Einsatz rascher, kompetitiver Reaktionen zur Untersuchung von Mischeinrichtungen

Doctoral Thesis

Author(s):
Lenzner, Joachim

Publication date:
1991

Permanent link:
https://doi.org/https://doi.org/10.3929/ethz-a-000596172

Rights / license:
In Copyright - Non-Commercial Use Permitted

This page was generated automatically upon download from the ETH Zurich Research Collection.
For more information, please consult the Terms of use.

DISS.ETH Nr. 9469

Der Einsatz rascher, kompetitiver Reaktionen zur Untersuchung von Mischeinrichtungen

ABHANDLUNG

Zur Erlangung des Titels
DOKTOR DER TECHNISCHEN WISSENSCHAFTEN

der
EIDGENÖSSISCHEN TECHNISCHEN HOCHSCHULE
ZÜRICH

vorgelegt von

Joachim Lenzner
Dipl. Chem. Ing. ETH
geboren am 12. April 1963
von Deutschland (BRD)

Angenommen auf Antrag von
Prof. Dr. J.R. Bourne, Referent
Prof. Dr. A. Baiker, Korreferent

1991

Zusammenfassung

In dieser Arbeit wird in einem ersten Teil die schnelle Parallel-Folgereaktion von 1-Naphthol mit diazotierter Sulfanilsäure als Testreaktion zur Untersuchung von Mischeinrichtungen neu bewertet.
Das bisher verwendete 2-Reaktionsschema muss auf neu 4 Reaktionen erweitert werden.
Die Überarbeitung der Analytik erbrachte für die photometrische Analyse neue Extinktionsspektren vom Bisazofarbstoff und vom bisher vernachlässigten ortho-Monoazofarbstoff. Für die Bestimmung der einzelnen Farbstoffkonzentrationen ist nun eine 3-Parameterregression notwendig. Dadurch konnte die Genauigkeit der Analyse im Bereich XS<0.15 bedeutend erhöht werden. Neben der photometrischen Analyse wurde auch eine Analyse mit HPLC entwickelt.
Neben der Analytik wurden auch sämtliche Reaktionsgeschwindigkeitskonstanten der vier einzelnen Kupplungsschritte bestimmt.
Die Überarbeitung von Analytik und Kinetik zeigt deutlich, dass man das ortho-Isomere auf keinen Fall vernachlässigen darf, da es bis zu 7% der gebildeten Farbstoffe ausmacht.
Simulationsresultate mit dem 4-Reaktionsschema ergeben leicht höhere XS-Werte als Berechnungen mit dem bisher angewandten 2-Reaktionsschema.

In einem zweiten Teil befasst sich diese Arbeit mit dem "design" einer neuen Testreaktion, da die 1-Naphtholkupplung bei Leistungseinträgen über zirka 200 $W \cdot kg^{-1}$ an ihre Einsatzgrenze stösst. Es wird ein Anforderungsprofil aufgestellt, anhand dessen in Frage kommende Reaktionsvarianten zu beurteilen sind. Durch dieses Ausscheidungsverfahren konnte die Anzahl der Reaktionsvarianten auf 2 reduziert werden; die vielversprechendste davon wurde eingehend untersucht.
Durch das Einführen eines weiteren Edukts (2-Naphthol) zur bestehenden Testreaktion gelang es, ein Reaktionssystem zu entwickeln, das Leistungseinträge bis 10^5 $W \cdot kg^{-1}$ mit hinreichender Genauigkeit abzuschätzen vermag. Der Einsatzbereich der neuen Testreaktion wird anhand von Simulationsrechnungen vorgestellt.

Das neue Reaktionssystem wurde in verschiedenen Reaktorgeometrien mit unterschiedlichen Betriebsbedingungen getestet und mit dem 1-Naphtholsystem im sinnvollen Bereich verglichen. Es zeigte sich eine gute Übereinstimmung der aus beiden Testreaktionen erhaltenen Resultate.

Abstract

In the first part of this work the fast competitive-consecutive reactions between 1-naphthol and diazotized sulfanilic acid were re-evaluated as a test system for the investigation of mixing equipment.
The previously employed two-reaction scheme had to be extended to encompass four reactions.
Checking the spectrophotometric analysis resulted in new extinction coefficients for the bisazo dye and for the previously neglected ortho-monoazo dye. A three parameter regression is now required for determining the individual dye concentrations. This resulted in much improved analytical accuracy in the range XS<0.15. Analysis with HPLC was also developed and applied.
The reaction rate constants of all four coupling steps were measured.
The re-evaluation of the chemical analysis and the reaction kinetics showed that a) the ortho-isomer accounts for 7 % of the dyes and should not be neglected, and b) simulations predict somewhat higher XS values when using the four-reaction scheme.

In the second part the design of a new test system was studied, because the present coupling of 1-naphthol is limited in aqueous solutions to determining energy dissipation rates below 200 $W \cdot kg^{-1}$. A catalogue of requirements was prepared and used to judge the suitability of various fast complex reactions. These were reduced to two systems, the most promising one being investigated in detail.
This consisted of introducing 2-naphthol into the present system as a further reagent, whereby rates of energy dissipation up to 10^5 $W \cdot kg^{-1}$ could be determined in dilute aqueous solutions.
The new system, which exploits the competition between 1- and 2-naphthol, was applied in various reactors and, where possible, compared with the old system. The energy dissipation rates determined through application of the two systems agreed well.