

# Praca dyplomowa inżynierska

## Badanie zintegrowanego procesu estryfikacji i odwadniania mieszaniny reakcyjnej z wykorzystaniem procesu perwaporacji

**Autor: Agata Grudzień**

Nr albumu: 244520

Promotor: dr inż. Andrzej Krasiński

Opiekun pomocniczy: mgr inż. Patrycja Wierzba

Rok akademicki: 2014/2015



### Wprowadzenie

W pracy zaprezentowano propozycję połączenia procesu perwaporacji z reakcją estryfikacji L-winianu dietylu w jednym zintegrowanym procesie, realizowanym w celu poprawy stopnia przereagowania substratów w reakcji. Perwaporacja jest jedną z metod membranowych wykorzystywanych do usuwania wody z mieszaniny reakcyjnej. Jej zaletami są między innymi wysoka selektywność rozdziału, możliwość stosowania do separacji mieszanin azeotropowych (w pracy rozdzielano azeotrop etanol - woda) oraz brak konieczności dodawania innych substancji organicznych.

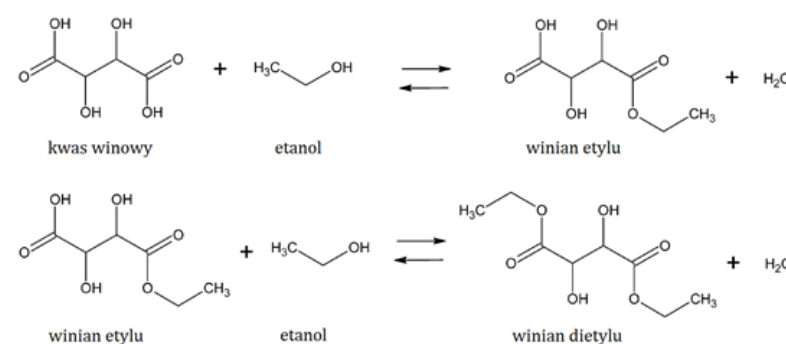
### Cel i zakres pracy

Celem pracy było przeprowadzenie badań estryfikacji L-winianu dietylu w reakcji kwasu winowego z etanolem, w procesie z jednoczesnym odwadnianiem mieszaniny reakcyjnej za pomocą perwaporacji. Zakres pracy obejmował:

- Przegląd literatury dotyczącej procesu perwaporacji i stosowanych membran.
- Opis zastosowań estrów kwasu winowego i przebiegu procesu estryfikacji.
- Badania odwadniania mieszaniny etanol-woda.
- Badanie odwadniania mieszaniny reakcyjnej estryfikacji L-winianu dietylu.
- Analizę wyników badań, wnioski podsumowujące możliwość zastosowania perwaporacji w procesie zintegrowanym z reakcją estryfikacji L-winianu dietylu.

### Opis reakcji estryfikacji L-winianu dietylu

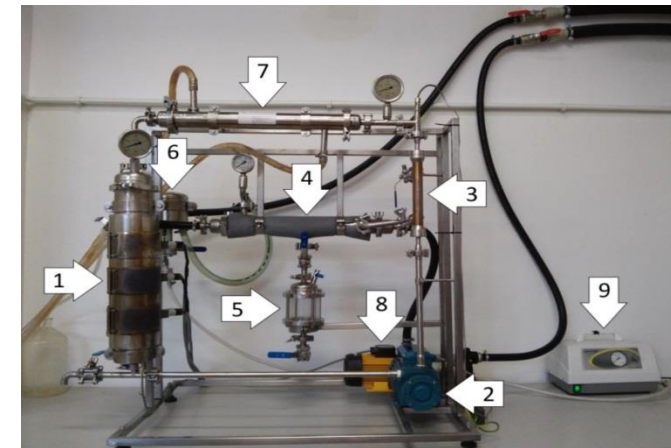
Reakcja estryfikacji L-winianu dietylu z kwasu winowego i etanolu jest reakcją dwuetapową, której schemat przedstawiono na Rysunku 1. Do przeprowadzenia opisanej reakcji estryfikacji potrzebna jest obecność katalizatora. Można stosować katalizatory homogeniczne (kwas siarkowy) lub heterogeniczne (jonity, np. Amberlyst®).



Rys.1. Reakcja estryfikacji kwasu winowego z etanolem

Dodanie katalizatora przyspiesza reakcję, ale nie wpływa na stan równowagi. W celu przesunięcia równowagi reakcji w stronę produktów odbiera się jeden z produktów, w tym przypadku wodę, która jest produktem ubocznym. W niniejszej pracy w celu usunięcia wody z mieszaniny zastosowano proces perwaporacji. Do badań wykorzystano hydrofilową membranę komercyjną o nazwie HybSi® firmy Pervatech. Była to membrana ceramiczna o selektywnej warstwie zeolitowej naniesionej na wewnętrzną stronę cylindrycznego rdzenia, wykonanego z tlenku glinu typu  $\alpha$ , gdzie cienką warstwę pośrednią stanowił tlenek glinu typu  $\gamma$ .

### Układ badawczy



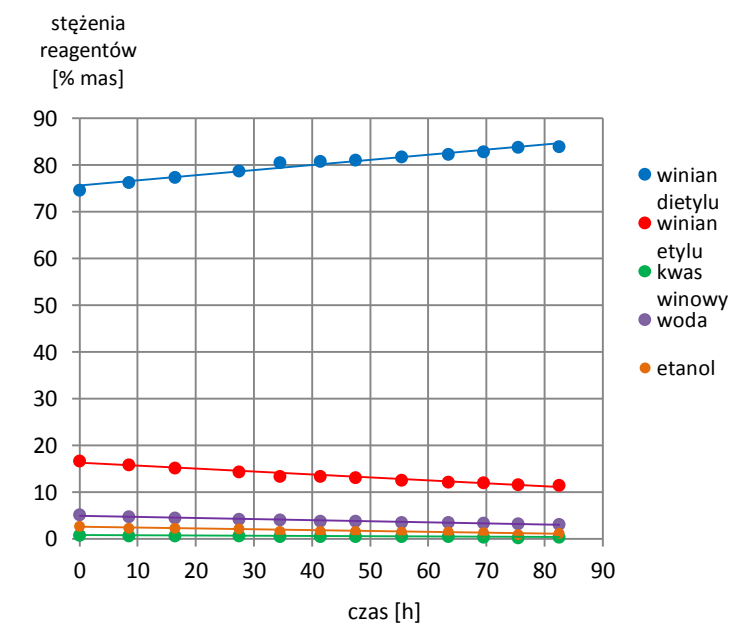
Badania prowadzono w instalacji laboratoryjnej o działaniu okresowym. Fotografie instalacji przedstawiono na Rysunku 2.

1-zbiornik nadawy, 2-pompa obiegowa, 3- obudowa z modulem membranowym, 4-chłodnica permeatu, 5-zbiornik permeatu, 6-odkraplacz, 7-chłodnica nadawy, 8-pompa obiegowa medium chłodniczego, 9-pompa próżniowa

Rys.2. Widok instalacji badawczej

### Wyniki

Rysunek 3 przedstawia zmianę stężenia masowego składników mieszaniny reakcyjnej znajdującej się w zbiorniku nadawy w czasie. Wzrost zawartości winianu dietylu przy jednoczesnym spadku zawartości winianu etylu w mieszaninie wskazuje na postęp reakcji. Odwadnianie mieszaniny reakcyjnej przebiegało znacznie wolniej w porównaniu do odwadniania samej mieszaniny wody i etanolu. Analiza chromatograficzna wykazała, że w permeacie znajdowała się jedynie woda i etanol, co świadczy o tym, że membrana jest selektywna względem związków wielkocząsteczkowych. W trakcie 80 godzin trwania procesu zauważono spadek stężenia wody w nadawie w zakresie od 5,33 do 3,12 % mas.



Rys.3. Wykres zmiany stężenia masowego składników mieszaniny reakcyjnej w funkcji czasu

### Wnioski

Otrzymane, wstępne wyniki badań doświadczalnych wskazują na możliwość zastosowania perwaporacji w zintegrowanym procesie estryfikacji z jednoczesnym usuwaniem wody z mieszaniny reakcyjnej. Spadek stężenia wody w mieszaninie w trakcie przebiegu reakcji oznacza, że równowaga reakcji zostaje przesunięta w stronę produktów. Ponadto w trakcie badań potwierdzono skuteczność, wykorzystywanej hydrofilowej membrany zeolitowej HybSi®.