

Produktgewinnung und Katalysatorrückführung bei Reaktionsführungen in mizellaren Systemen für extraktive Trennoperationen

IGF-Nr. 14832 N 1/2

Ziel des Projektes war die Entwicklung eines neuen Verfahrens zur Produktgewinnung und Katalysatorrückführung bei Reaktionsführungen in mizellaren Systemen und Mikroemulsionen. Der Projektverlauf wurde durch die Definition und Kontroller der Erreichung von insgesamt 12 Milestones begleitet. Um diese Ziele zu erreichen wurden in der Forschungsstelle in Köln die Eigenschaften dieser flüssigen, komplex strukturierten Systeme und deren Aufarbeitung durch temperaturinduzierte Trennung am Beispiel einer enzymkatalysierten Reaktion untersucht. Aufbauend auf diesen Ergebnissen wurden in der Forschungsstelle in Berlin vorrangig reaktionstechnische Aspekte am Beispiel von Hydrierungen und Suzuki-Kupplungen sowie der Vergleich der Aufarbeitungsverfahren (temperaturinduzierte Trennung bzw. Membrantrennung) bearbeitet.

Startpunkt der in Köln durchgeführten Arbeiten war die Untersuchung des Phasenverhaltens und der Mikrostruktur dieser komplexen Systeme sowie der Einfluss der Edukte, Produkte und Katalysatoren auf diese Eigenschaften (Milestone 1, 3 und 4). Ein weiterer zentraler Punkt war die Entwicklung einer Phasentrennapparatur zur Bestimmung der optimalen Bedingungen für die Aufarbeitung des Reaktionsgemisches (Milestone 2). Mit der, in diesem Projekt entwickelten Apparatur kann die Kinetik der Phasentrennung mittels Durchlichtmessungen computergesteuert in Abhängigkeit von der Temperatur, der Zusammensetzung und des Energieeintrags untersucht werden. Die erhaltenen Ergebnisse belegen eindeutig, dass die Phasentrennung im für die Aufarbeitung und Katalysatorrückführung interessanten Dreiphasengebiet bei der Phasenin-versionstemperatur (PIT) am schnellsten ist. Der Energieeintrag hat in den hier untersuchten Systemen keinen Einfluss auf die Phasentrennung.

Anschließend wurde die Lipase-katalysierte Hydrolyse von Triglyceriden zur selektiven Herstellung von Mono- und Diglyceriden als Modellreaktion ausgewählt und in den Mikroemulsionssystemen durchgeführt. Mit Hilfe der für ein in-situ-IR-Spektrometer angeschafften Diamant-Sonde konnte der Reaktionsverlauf online verfolgt (Milestone 5) werden. Die Anreicherung der entstandenen Diglyceride in der extrahierten Öl-Exzessphase wurde mit einem Massenspektrometer detektiert (Milestone 6 und 7). In der Forschungsstelle in Berlin wurden nach der Entwicklung einer geeigneten Laboranlage (Milestone 9) mit entsprechender Analytik (Milestone 8) vorrangig die reaktionstechnischen Aspekte am Beispiel von Hydrierungen und Suzuki-Kupplungen in wässrig-mizellaren Lösungen und Mikroemulsionen untersucht. Als Substrat wurde hierbei überwiegend Itaconsäuredimethylester eingesetzt. Katalysiert wurden die in wässrig-mizellaren Lösungen

durchgeführten Hydrierungen durch einen chiralen Rh/BPPM Komplex. Obwohl enantioselektive Hydrierungen in diesen wässrig-mizellaren Lösungen gut durchführbar waren, konnte gezeigt werden, dass Mikroemulsionen bei hydrophoben Substraten besser geeignet sind. Neben der Hydrierung wurde als Beispiel für eine Suzuki-Kupplung 4-Methylbiphenyl-2-carbonitril in einer technisch relevanten Mikroemulsion hergestellt. Nach der systematischen Untersuchung des Reaktionsverhaltens in diesen komplex strukturierten Flüssigkeiten, stand in Berlin ebenfalls der Trennprozess im Mittelpunkt des Interesses. Allerdings wurde hier komplementär zu den Kölner Untersuchungen die Ultrafiltration für die Rückführung von Katalysator und Tensid eingesetzt (Milestone 10 und 11). So konnte für jedes Tensid eine geeignete Membran gefunden werden kann, die einen hohen Katalysatorrückhalt ermöglicht. Die Übertragung der gefundenen Ergebnisse auf einen kombinierten Reaktions-Filtrations-Prozess lieferte für eine semi-kontinuierliche Hydrierung geringe Raum-Zeit-Ausbeuten (30-50 mmol/(h)), da die Filtrationszeiten sehr lang waren. Erst die kontinuierliche Durchführung brachte eine deutlichere Verbesserung. So konnte die Raum-Zeit-Ausbeute für die Hydrierung von Itaconsäuredimethylester verdoppelt (110 mmol/(h)) werden (Milestone 12). Dabei betrug der Gesamtverlust des Katalysators nur 7% der eingesetzten Menge und der Enantiomerenüberschuss war konstant.

Das Ziel des Vorhabens, ein neues Verfahren zur Produktgewinnung und Katalysatorrückführung bei Reaktionsführungen in mizellaren Systemen und Mikroemulsionen zu entwickeln, wurde somit erreicht!

Forschungsstellen: **TU Berlin / Universität zu Köln**

Leiter des Projektes: Prof. Dr. R. Schomäcker / Prof. Dr. R. Schomäcker

Laufzeit: 01.07.2006-31.12.2008

Betreut durch: AK 1

[zurück](#)

Gefördert durch:



**Bundesministerium
für Wirtschaft
und Klimaschutz**

Das IGF-Vorhaben Nr. 14832 N 1/2 der Forschungsvereinigung Forschungs-Gesellschaft Verfahrens-Technik e.V., Theodor-Heuss-Allee 25, 60486 Frankfurt am Main wurde im Rahmen des Programms „Industrielle Gemeinschaftsforschung (IGF)“ durch das Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

**aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages**