



Daniela Müller (Autor)

# **Rationelle Prozessentwicklung für kontinuierliche Synthesen**

Daniela Müller

---

## **Rationelle Prozessentwicklung für kontinuierliche Synthesen**

---



Cuvillier Verlag Göttingen  
Internationaler wissenschaftlicher Fachverlag

<https://cuvillier.de/de/shop/publications/973>

Copyright:

Cuvillier Verlag, Inhaberin Annette Jentsch-Cuvillier, Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen,  
Germany

Telefon: +49 (0)551 54724-0, E-Mail: [info@cuvillier.de](mailto:info@cuvillier.de), Website: <https://cuvillier.de>

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
1.1	Prozessintensivierung . . . . .	1
1.2	Mikroreaktionstechnik als Werkzeug der Prozessintensivierung	4
1.3	Aktuelle Relevanz umweltverträglicher Schmierstoffe . . . . .	6
1.4	Reaktionskalorimetrie als Werkzeug der Prozessintensivierung	8
1.5	Prozessanalytik von Naturstoffen . . . . .	10
<b>2</b>	<b>Aufgabenstellung und Zielsetzung</b>	<b>13</b>
<b>3</b>	<b>Mikro-Enzym-Membran Reaktor</b>	<b>15</b>
3.1	Aufgabenstellung . . . . .	16
3.2	Entwicklung . . . . .	16
3.3	Kontinuierliche Reaktionen . . . . .	20
3.4	Zusammenfassung und Ausblick . . . . .	30
<b>4</b>	<b>Chemo-enzymatische Epoxidierung</b>	<b>33</b>
4.1	Immobilisierung . . . . .	36
4.2	Optimierung im Satzreaktor . . . . .	37
4.3	Aufbau des kontinuierlichen Reaktors . . . . .	43
4.4	Kontinuierliche Reaktionsführung . . . . .	45
4.5	Zusammenfassung zur enzymatischen Epoxidierung . . . . .	50
<b>5</b>	<b>Chemische Epoxidierung</b>	<b>53</b>
5.1	Optimierung im Satzreaktor . . . . .	57
5.2	Aufbau des kontinuierlichen Reaktors . . . . .	59
5.3	Kontinuierliche Epoxidierung . . . . .	66
5.4	Zusammenfassung zur chemischen Epoxidierung . . . . .	74
<b>6</b>	<b>Alkoholytische Ringöffnung</b>	<b>77</b>
6.1	Optimierung im Satzreaktor . . . . .	79
6.2	Aufbau des kontinuierlichen Reaktors . . . . .	83
6.3	Kontinuierliche alkoholytische Ringöffnung . . . . .	84

<b>7</b>	<b>Phasentrennung und gesamte Schmierstoffsynthese</b>	<b>97</b>
7.1	Thermisches Trennverfahren . . . . .	97
7.2	Absetzbecken/Settler . . . . .	99
7.3	Kontinuierliche Zentrifuge . . . . .	101
7.4	Zusammenfassung zur Phasentrennung . . . . .	105
<b>8</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>107</b>
<b>9</b>	<b>Ausblick</b>	<b>109</b>
<b>10</b>	<b>Material und Methoden</b>	<b>111</b>
10.1	Stabilitätsmessungen der MDH . . . . .	111
10.2	Analytik der Schmierstoffsynthese . . . . .	111
10.3	GC-Analytik . . . . .	112
10.4	Untersuchungen im Reaktionskalorimeter . . . . .	113
10.5	Batches zur enzymatischen Epoxidierung . . . . .	114
10.6	Batches zur alkoholytischen Ringöffnung . . . . .	114
10.7	Kontinuierliche enzymatische Epoxidierung . . . . .	115
10.8	Immobilisierung . . . . .	115
10.9	Proteingehaltbestimmung nach Bradford . . . . .	116
10.10	Bestimmung der Aktivität der CalB . . . . .	117
10.11	Kontinuierliche chemische Epoxidierung . . . . .	117
10.12	Kontinuierliche alkoholytische Ringöffnung . . . . .	117
10.13	Reaktionen im MEMR . . . . .	118
10.14	Geräte . . . . .	119
10.15	Chemikalien . . . . .	120
<b>A</b>	<b>Anhang</b>	<b>121</b>
A.1	Kontinuierliche chemische Epoxidierung . . . . .	121
A.2	Kontinuierliche alkoholytische Ringöffnung . . . . .	124
	<b>Abkürzungsverzeichnis</b>	<b>I</b>
	<b>Lebenslauf</b>	<b>XXV</b>

# Abbildungsverzeichnis

1.1	Ablauf der Prozessintensivierung . . . . .	2
1.2	Anlage zur Produktion von Nitroglycerin . . . . .	5
2.1	Ablauf der Optimierung . . . . .	14
2.2	Einsatzbereich des MEMR . . . . .	14
3.1	Der Mikro-Enzym-Membran Reaktor . . . . .	17
3.2	Filtrationsmodul des Mikro-Enzym-Membran Reaktors . . . . .	18
3.3	Eine gut abgedichtete Membran . . . . .	19
3.4	Eine schlecht abgedichtete Membran . . . . .	20
3.5	Der kleine Plattenstapel . . . . .	21
3.6	Flusszelle für GC-Analytik . . . . .	21
3.7	Reduktion mit einer ADH . . . . .	23
3.8	Kontinuierliche Reduktion von 3-Methyl-2-pentanon . . . . .	24
3.9	Kontinuierliche Reduktion von 4-Chlor-acetophenon . . . . .	25
3.10	Kontinuierliche Reduktion von Butanon . . . . .	26
3.11	Reaktionsgleichung zur Synthese von HPP . . . . .	26
3.12	Kontinuierliche Synthese von HPP . . . . .	27
3.13	Reaktionsgleichung zur Reduktion von NADP <sup>+</sup> mit L-Äpfelsäure . . . . .	29
3.14	Produktion von NADPH . . . . .	31
4.1	Reaktionsgleichung zur enzymatischen Epoxidierung . . . . .	35
4.2	Versuchsplanung . . . . .	39
4.3	Einfluss des pH-Wertes . . . . .	39
4.4	Einfluss der Temperatur . . . . .	40
4.5	Einfluss des Verhältnisses OME : H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> . . . . .	41
4.6	Selektivität als Funktion des Umsatzes . . . . .	42
4.7	Eine Beispielreaktion im Satzreaktor . . . . .	42
4.8	Fließschema des Wirbelschichtreaktors . . . . .	44
4.9	Versuchsaufbau des Wirbelschichtreaktors . . . . .	44
4.10	Verweilzeitverhalten nach dem Kaskadenmodell . . . . .	46