

**AiF-Nr.** 14182 BR

**Thema:** Mikrostrukturreaktoren als Werkzeuge für die verfahrenstechnische Untersuchung exothermer mehrphasiger Reaktionen

**Forschungsstelle:** Leibniz Institut für Katalyse e.V.  
an der Universität Rostock,  
Berlin

**Leiter des Projektes:** Dr. Klaus Jähnisch

**Betreut durch:** AK 1

**Laufzeit:** 01.09.2004 – 31.05.2006

### **Zusammenfassung:**

Die Reaktionen von 1-Decen und 3-Acetoxy-1-octen mit Ozon wurden in einem Mikrofallfilmreaktor untersucht. Beide Olefine unterscheiden sich durch den Substituenten in  $\alpha$ -Stellung zur olefinischen Doppelbindung, wodurch der Ablauf der Reaktion wesentlich beeinflusst wird.

Für 1-Decen gelöst in Dichlormethan erhält man als Hauptprodukt der Ozonierung das langkettige sekundäre Ozonid mit Selektivitäten zwischen 70 und 80%, wobei die Ozonidselektivität nur geringfügig vom Olefinumsatz abhängt. Führt man die Ozonierung von 1-Decen in Methanol als Lösungsmittel durch, bildet sich kein Ozonid, sondern durch Reaktion der Ylidzwischenstufe mit Methanol das langkettige Hydroperoxid. Für vergleichbare Bedingungen liegt die Hydroperoxidselektivität in der gleichen Größenordnung wie die des sekundären Ozonids bei der Verwendung von Dichlormethan als Lösungsmittel. Hieraus lässt sich ableiten, dass die Bildung des sekundären Ozonids vorwiegend über das langkettige Zwitterion als Zwischenstufe und dessen Reaktion mit Formaldehyd abläuft. Bei Anwesenheit der Acetoxygruppe wird dagegen der langkettige Aldehyd als Hauptprodukt erhalten. Aus den Abhängigkeiten der Produktselektivität vom Olefinumsatz wurde für das 3-Acetoxy-1-octen ein formales Reaktionsschema vorgeschlagen, das zeigt, welche Reaktionswege bei der Ozonierung dieses Olefins vorrangig beschriftet werden. Durch den Vergleich von Olefinen mit

unterschiedlichen Substituenten in  $\alpha$ -Stellung zur olefinischen Doppelbindung konnten neue Erkenntnisse zum Einfluss dieser Substituenten auf den Reaktionsmechanismus abgeleitet werden.

Für den Ozonierungsprozess wurden eine Vielzahl reaktionstechnischer Daten wie z. B. Abhängigkeiten der Produktbildung von den Konzentrationen der Olefine in der Flüssigphase, der Ozonkonzentration in der Gasphase, der Reaktionstemperatur, der Verweilzeit und der Gasgeschwindigkeit bestimmt.

Vergleichende Untersuchungen im Batch- und in einem Rieselbettreaktor zeigten bei der Ozonierung zwar ähnliche Ergebnisse in den Produktselektivitäten, haben aber im Vergleich zum Mikrofallfilmreaktor den großen Nachteil, dass hier undefinierte Phasengrenzflächen vorliegen und örtliche Temperaturgradienten nicht ausgeschlossen werden können. Aufgrund des höheren Hold-up weisen diese Reaktoren ein größeres Gefahrenpotential auf.

Es wurden weiterhin erste Erkenntnisse zur Führung der Ozonierungsreaktion in einem Flüssigphasenprozess gewonnen, in dem das Ozon zunächst im Lösungsmittel gelöst und anschließend in einem Mikrostrukturreaktor mit dem Olefin zur Reaktion gebracht wurde.

Die Daten und die allgemein erworbenen Erkenntnisse zum Mechanismus der Ozonierung wurden in einem laufenden BMBF-Projekt zur Auslegung größerskaliger Mikrostrukturreaktoren für die Produktion in technischem Maßstab verwendet.

Die erzielten Ergebnisse zeigen aber auch, dass das ursprüngliche Ziel des Projektes, die Bestimmung der intrinsischen Kinetik der Ozonierung von Olefinen in mikrostrukturierten Reaktoren als Gas/Flüssigreaktion ohne Überlagerung von Stofftransportprozessen, nicht realisierbar war. Auch die verbesserten Stoff- und Wärmetransporteigenschaften eines Mikrostrukturreaktors reichen hierfür nicht aus. Die Ergebnisse machen deutlich, dass die effektive Reaktionsgeschwindigkeit der Olefinozonierung im Mikrofallfilmreaktor stark vom Stofftransport beeinflusst bzw. von diesem bestimmt wird. Die erhaltenen reaktionstechnischen und mechanistischen Erkenntnisse über den Ablauf von Ozonierung können für die technische Umsetzung dieses Prozesses verwendet werden.