

Novel Reactor Technology for Large Scale Catalytic Oxidation

Kai Wegmann¹, Benjamin Otter², Andreas Zogg¹.

Basierend auf der Kupfer-katalysierten Chan-Lam Kupplung von p-Toluolsulfonsäure mit Pyrazol und reinem Sauerstoff als Oxidationsmittel konnte gezeigt werden, dass der an der FHNW-HLS in den vergangenen Jahren entwickelte «Loop-Reaktor»³ (siehe Abbildung 1 und Abbildung 2 rechts) für die Verfahrensentwicklung von Reaktionen mit explosiver Gas-Atmosphäre geeignete ist und sicher betrieben werden kann.

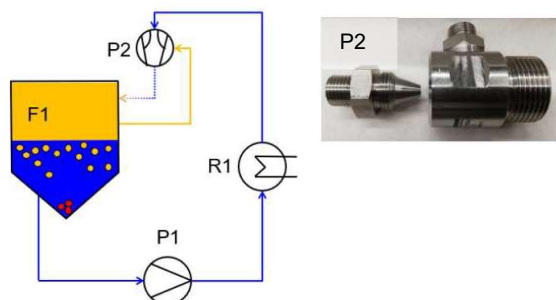


Abbildung 1: «Loop-Reaktor» für g/l-Reaktionen. F1 = Abscheider, P1 = Umwälzpumpe, R1 = Reaktor bzw. Wärmeübertrager, P2 = Venturi Injektor.

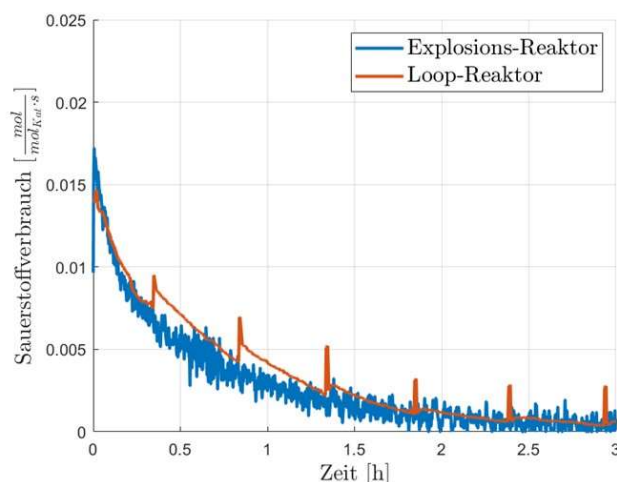
Im Rahmen des Projektes wurden alle Schritte der Verfahrensentwicklung durchgeführt: Zuerst wurden die Reaktionsbedingungen der homogen katalysierten Reaktion optimiert: 1,10-Phenanthroline wurde als bester Ligand und Methanol als bestes Lösungsmittel gefunden. Während der darauffolgenden Optimierung der Reaktionsparameter konnte gezeigt werden, dass sowohl eine Erhöhung des Sauerstoffpartialdruckes als auch eine Erhöhung der Reaktanten-

Konzentration zu einer Inhibierung des katalytischen Systems führen und nicht zu der erwarteten Beschleunigung. Die Vorversuche wurden in einem «Explosionsreaktor» durchgeführt (siehe Abbildung 2, links). In diesem «Explosionsreaktor» ist es möglich vor, während oder nach der chemischen Reaktion die Zündfähigkeit der Gasphase zu überprüfen und den maximalen Explosionsdruck zu messen. Es sind keine Off-Line Experimente in aufwändigen Spezial-Apparaturen notwendig. Basierend auf den selbst erarbeiteten Sicherheitsdaten wurde eine Risikoanalyse für den «Loop-Reaktor» erstellt. Sicherheitskonzept kann wie folgt zusammengefasst werden: Der Auslegungsdruck aller Komponenten des «Loop-Reaktors» entsprechen dem maximal zu erwartenden Explosionsdruck. Dieser wird sowohl rechnerisch als auch messtechnisch im «Explosionsreaktor» ermittelt.

Die während dem Scale-Up frei wählbaren Prozessparameter sind die Rührerdrehzahl beim «Explosionsreaktor» einerseits und die Umwälzrate beim «Loop-Reaktor» andererseits. Die Umwälzrate wurde maximal gewählt und die Rührerdrehzahl im «Explosionsreaktor» wurde so eingestellt, dass der experimentell bestimmte Stofftransportkoeffizient in einem System Wasser – Luft in beiden Reaktoren identisch ist. Wie Abbildung 2 eindrücklich zeigt, hat sich diese Scale-Up Methodik bewährt: Der zeitliche Verlauf des Sauerstoffverbrauches ist bei beiden Reaktoren nahezu identisch. Auch bezüglich Ausbeute und Umsatz konnten keine signifikanten Unterschiede beim Scale-Up festgestellt werden. Der Grundstein für weitere Projektarbeiten konnte somit gelegt werden. In zukünftigen Projekten sollen im Reaktor «R1» (siehe Abbildung 1) katalytisch aktive Oberflächen untersucht werden – als Alternative zu herkömmlichen, pulver-basierten heterogenen Katalysatoren.



Laborverfahren
Explosions-Reaktor
100 ml



Miniplantverfahren
Loop-Reaktor
1.5 Liter

Abbildung 2: Scale-Up vom «Explosions-Reaktor» (links) in den «Loop-Reaktor» (rechts).

¹ FHNW-HLS, Muttenz. ² Syngenta Crop Protection AG, Münchwilen

³ Leonhardt, T.; Zogg, A.; Hutter, C.; Jeisy, J.; Riedl, W. Entwicklung eines neuartigen Rohrreaktorsystems für heterogen katalysierte Mehrphasenreaktionen. Chem. Ing. Tech. 2017, 89, (4), 432–439. <https://doi.org/10.1002/cite.201600147>.