

Methylering van carbonzuren met diazomethaan in flowreactoren

Vrijssen Arne

Academiejaar:

2013-2014

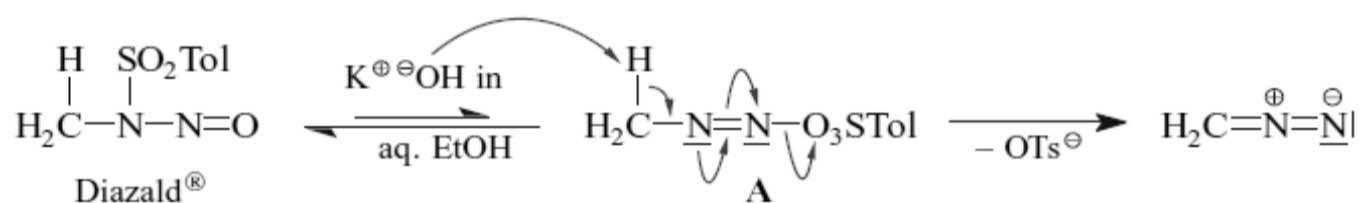
Situering

De verestering van carbonzuren is een industrieel belangrijke reactie waarvoor diazomethaan geschikt is omdat het leidt tot een kwantitatieve omzetting. Diazomethaan heeft echter een groot nadeel, het heeft een explosief karakter en is giftig, waardoor het enkel wordt gebruikt in kleine hoeveelheden en niet toegankelijk is voor de industrie. Door de opkomst microreactoren is worden reacties met diazomethaan mogelijk, zelfs op industriële schaal, omdat microreactoren de veiligheid sterk verbeteren. De opdracht van deze masterproef is het zoeken naar een methode om reacties met diazomethaan op laboschaal en industriële schaal uit te voeren en deze te optimaliseren.

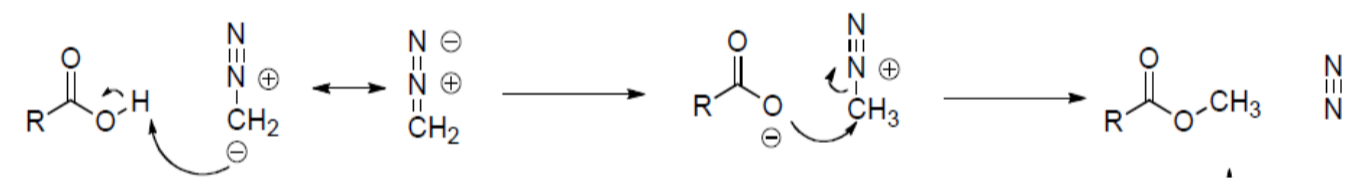
Methode

De reactoren voor de reactie met diazomethaan bestaan uit twee stukken omdat diazomethaan uit precursor wordt ontwikkeld, de gekozen precursor is diazald (reactie 1). In het tweede stuk van de reactor wordt het gevormde diazomethaan in reactie gebracht met benzoëzuur ter vorming van methylbenzoaat (reactie 2). De conversie wordt vervolgens bepaald met behulp van een HPLC-analyse.

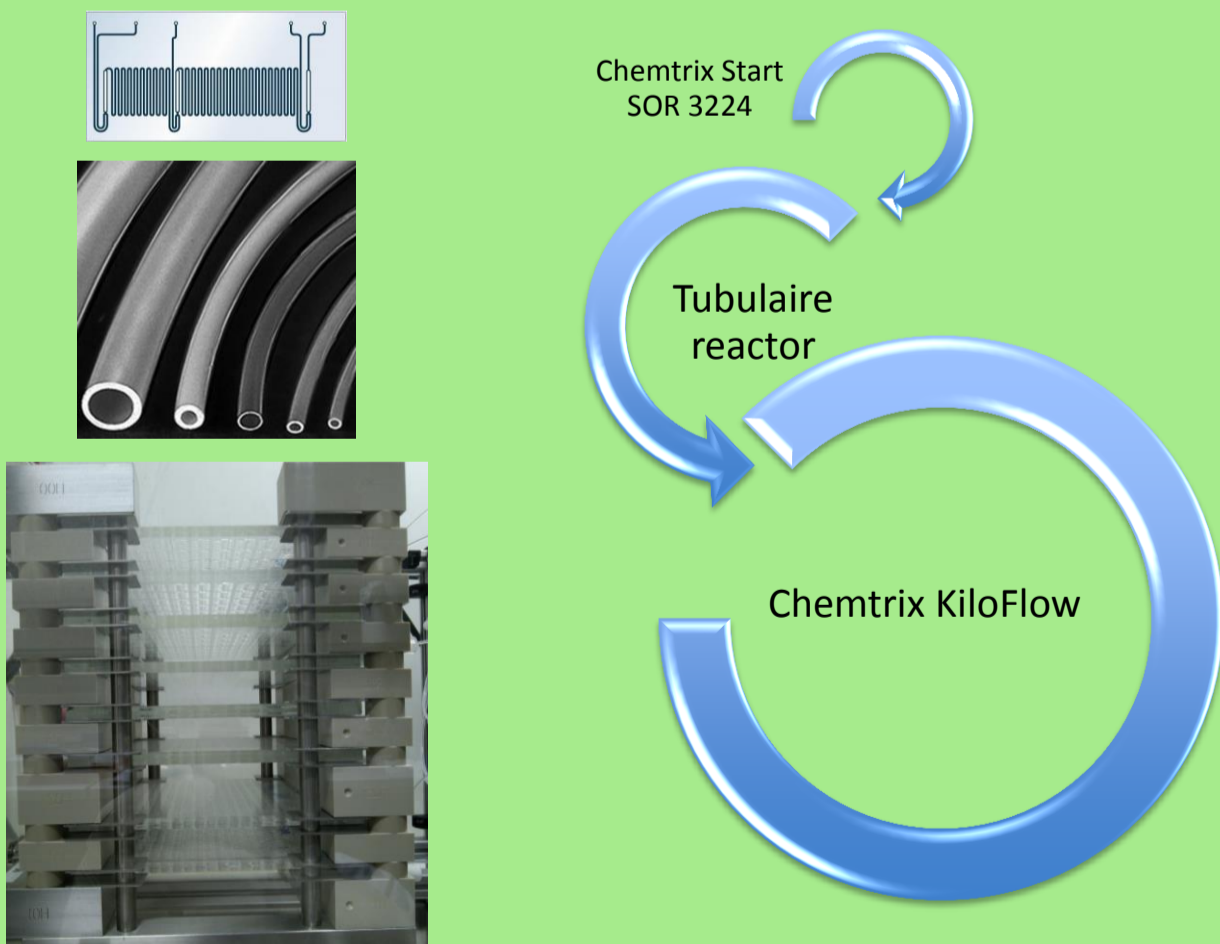
Reactie 1:



Reactie 2:

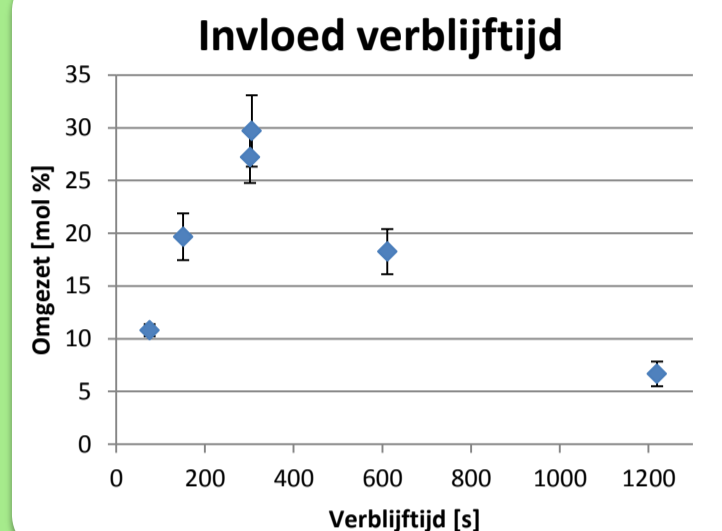


De praktische uitvoering verloopt in drie stappen, waarbij elke stap een opschaling inhoudt. De hiervoor gebruikte reactoren worden in volgend schema weergegeven:

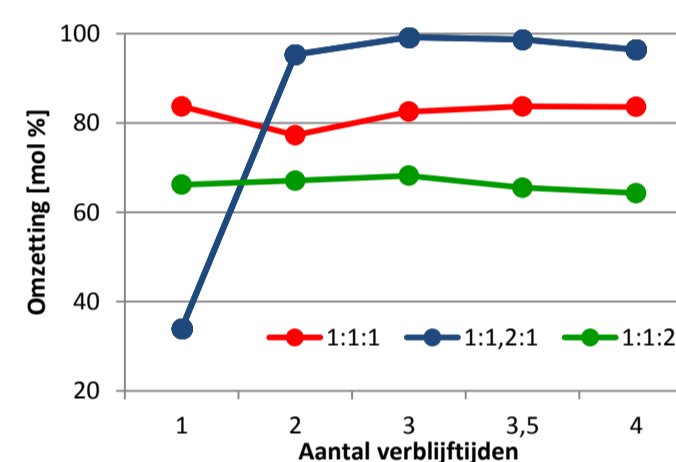


Resultaten

Het verband tussen verblijftijd en omzetting in een tubulaire reactor wordt uitgezet in de figuur rechts. Hierin is een optimum zichtbaar bij een verblijftijd van 300 seconden. In de KiloFlow-reactor kan het optimum bij een kortere verblijftijd worden bereikt als gevolg van een betere menging.



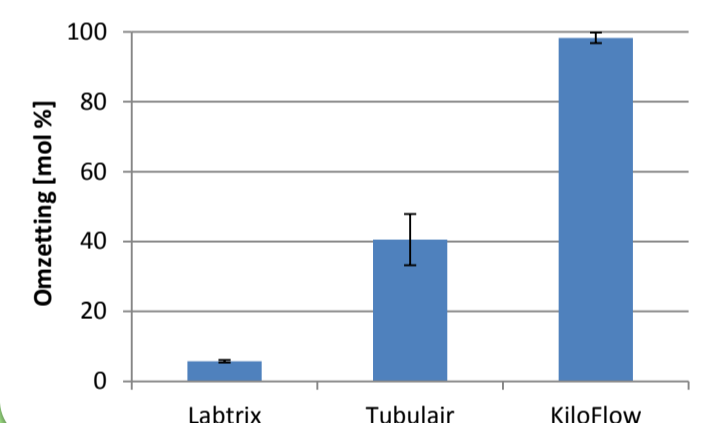
Stabiliteit KiloFlow-proces



De rechtse figuur toont de beste omzettingen voor elke reactor en in onderstaande tabel worden de belangrijkste factoren aangegeven die hiertoe geleid hebben.

| Reactor | Concentratie | Concentratie + verblijftijd |
|----------|--------------|-------------------------------------|
| Labtrix | 0,005 M | Concentratie + verblijftijd |
| Tubulair | 0,05 M | Concentratie + verblijftijd |
| KiloFlow | 0,05 M | 20 % overmaat KOH + KOH in methanol |

Maximaal bereikte omzetting



Conclusie en vooruitblik

De uitvoering van een verestering met een explosief reagens als diazomethaan is veilig in flowreactoren. Bovendien worden met eenvoudige solventen als methanol en diëthylether hoge rendementen behaald. Hoewel de invloed van een aantal parameters, zoals verblijftijd en concentratie, zijn geëvalueerd, is verder onderzoek nodig om het proces te optimaliseren. Hiervoor kunnen volgende factoren worden onderzocht:

- relatie tussen menging en verblijftijd,
- invloed van hogere concentraties,
- Invloed van een overmaat base,
- Invloed van een andere solvent voor benzoëzuur,
- controle van de stabiliteit over langere periodes.

Promotoren / Copromotoren: dr. ir. Leen Thomassen
ing. Sven Gobert