

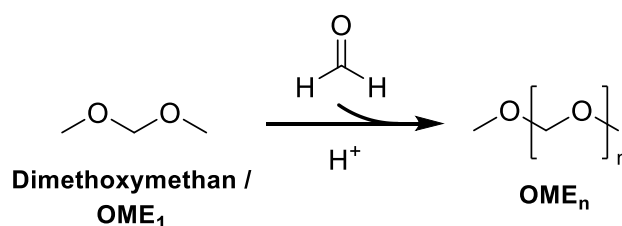
Arbeitstitel: Untersuchung der Synthese von Oxymethylenethern im Hochfeld-Flow-NMR

Fachgebiete: Physikalische Chemie / Katalyse

Betreuer: Prof. Robert Geitner

1. Hintergrund und Motivation

Oligomere des Formaldehyds (OME) sind vielversprechende alternative Kraftstoffe, da sie durch ihre molekulare Struktur mit Sauerstoffeinheiten eine saubere Verbrennung mit deutlich reduzierter Ruß- und Feinstaubbildung ermöglichen. Von besonderem Interesse sind OME mit 3–5 Formaldehyd-Einheiten, da diese hinsichtlich Dampfdruck, Viskosität und Handhabbarkeit die günstigsten Eigenschaften für den praktischen Einsatz aufweisen.



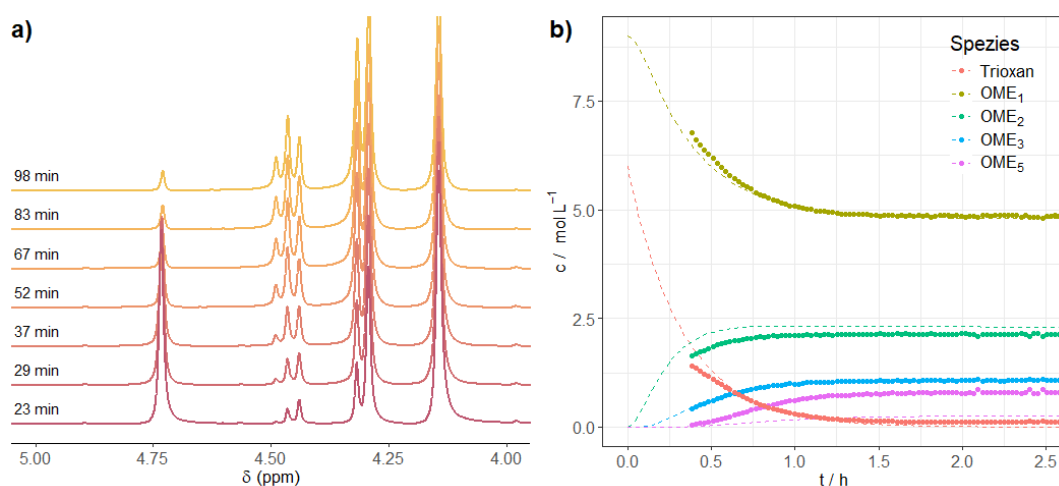
Die Herstellung von OME erfolgt durch Oligomerisation von Methanol oder Dimethoxymethan mit Formaldehyd. Das Wachstum der Ketten folgt dabei der Schulz-Flory-Verteilung, was längere Ketten zunehmend unwahrscheinlich macht. Nebenprodukte wie Methylformiat oder Dimethylether erschweren zusätzlich die Prozessführung.

2. Zielsetzung

In dieser Arbeit soll ein Durchflussreaktor mit einem Hochfeld-NMR-Spektrometer gekoppelt werden, sodass die Reaktionslösung kontinuierlich zwischen Reaktor und NMR-Messspule zirkuliert. Dadurch wird es möglich, die OME-Synthese in Echtzeit und unter praxisnahen Bedingungen zu verfolgen.

3. Methoden

Im Rahmen dieser Arbeit wird zunächst eine vertiefte Literaturrecherche zu bestehenden Konzepten der Reaktor-NMR-Kopplung durchgeführt. Darauf aufbauend soll ein Durchflussreaktor mit einer kontinuierlichen Zirkulation zwischen Reaktor und Hochfeld-NMR-Spektrometer aufgebaut und in Betrieb genommen werden. Dieses Setup erlaubt es, die OME-Synthese unter variierenden Reaktionsbedingungen in Echtzeit zu verfolgen. Die Hochfeld-NMR-Spektroskopie bietet den Vorteil, dass überlappende O-CH₂-O-Signale besser aufgelöst werden können, sodass die Konzentrationsprofile von Formaldehyd und OME₁₋₅ simultan und quantitativ erfasst werden können.



Erwartet wird, dass durch die Kombination von Durchflussreaktor und Hochfeld-NMR eine neuartige Methodik zur kontinuierlichen in-situ Charakterisierung der OME-Synthese etabliert wird. Dies ermöglicht eine detaillierte Analyse der Schulz-Flory-Verteilung und ihrer Abhängigkeit von den gewählten Reaktionsparametern. Darüber hinaus soll gezeigt werden, dass Hochfeld-NMR nicht nur zur simultanen Beobachtung der Zielprodukte, sondern auch zur Untersuchung katalytischer Komponenten geeignet ist.

4. Literatur

Endres, T. Schuett, S. Zechel, M. D. Hager, R. Geitner, U. S. Schubert, *Investigation of the cooperative-effects of Lewis- and Brønstedt acids in homogeneously catalyzed OME fuel synthesis by inline-NMR monitoring*, RSC Advances **2024**, 14, 14942-14948. doi:10.1039/D4RA00744A