

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>ZUSAMMENFASSUNG.....</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>SUMMARY.....</b>	<b>6</b>
<b>3</b>	<b>EINLEITUNG UND PROBLEMSTELLUNG .....</b>	<b>10</b>
<b>4</b>	<b>STAND DES WISSENS UND DER TECHNIK .....</b>	<b>12</b>
4.1	Allgemeine Photochemie .....	12
4.2	Industrielle Chemie .....	13
4.3	Photoreduktion von Carbonylverbindungen.....	16
4.3.1	Publikationsgeschichte zur Synthese von Benzpinakol.....	17
4.3.2	Mechanistische Betrachtung der photochemischen Reaktion von Benzpinakol	21
<b>5</b>	<b>ARBEITS- UND AUFARBEITUNGSVORSCHRIFTEN.....</b>	<b>24</b>
5.1	Voranalyse des eingesetzten Systems .....	24
5.2	Laborapparatur für photochemische Reaktionen .....	24
5.2.1	Aufbau der Laboranlage .....	24
5.2.2	Ermittlung der Rahmenbedingungen.....	26
5.2.3	Durchführung der Photoreaktion in der Laboranlage.....	26
5.3	LED-Anlage für photochemische Reaktionen.....	27
5.3.1	Aufbau der LED-Anlage.....	27
5.3.2	Durchführung der Photoreaktion in der LED-Anlage .....	28
5.4	Pilotanlage zur photochemischen Reaktion.....	28
5.4.1	Auslegung, Konstruktion und Aufbau der Pilotanlage .....	28
5.4.2	Prozesssteuerung und Messwerterfassung.....	32
5.4.3	Ermittlung der Rahmenbedingungen .....	32
5.4.4	Durchführung der photochemischen Reaktionen in der Pilotanlage .....	33
5.5	Reaktionsverfolgung .....	36
5.6	Alternative Reaktionskontrollmöglichkeiten.....	37
5.7	Aufarbeitung der Reaktionslösung .....	37
<b>6</b>	<b>ERGEBNISSE UND DISKUSSION .....</b>	<b>39</b>
6.1	Alternative Herstellung von Benzpinakol.....	39
6.1.1	Reaktion mit Zusatz von Metallverbindung.....	39
6.1.2	Reaktion mit Sonnenlicht.....	41

6.2	Photoreaktionen in der Laboranlage .....	44
6.2.1	Eduktkonzentration und Reaktionsdauer.....	44
6.2.2	Lampenleistung .....	46
6.2.3	Variation der Bedingungen .....	48
6.3	Verfahrensoptimierung.....	57
6.3.1	Aufbau der erweiterten Laboranlage.....	57
6.3.2	Photoreaktionen in der erweiterten Laboranlage .....	58
6.3.3	Massenbilanzbildung .....	59
6.3.4	Feststoffabscheidung während der Reaktion .....	62
6.4	Photoreaktionen in der LED-Anlage.....	66
6.5	Scale-Up.....	68
6.6	Photoreaktionen in der Pilotanlage .....	71
6.6.1	Pumpenleistung .....	74
6.6.2	Eduktkonzentration.....	77
6.6.3	Emissionsspektrum verschiedener UV-Strahler .....	79
6.6.4	Elektrische Reaktorleistung .....	80
6.6.5	Fazit .....	81
6.7	Versuche zur Aufarbeitung der Reaktionslösung .....	83
6.8	Produktanalyse .....	87
6.8.1	Charakterisierung der Nebenprodukte .....	87
6.8.2	Untersuchung der Gelbfärbung .....	94
6.8.3	Trennungsgang von Aceton .....	102
6.9	Alternative Prozessanalytik .....	105
6.9.1	UV/Vis-Analyse.....	105
6.9.2	NIR-Analyse .....	108
<b>7</b>	<b>AUSBLICK.....</b>	<b>111</b>
7.1	Vorschläge zur BPK-Produktion in der Technikumsanlage .....	111
7.2	Prozessverfolgung.....	112
<b>8</b>	<b>LITERATUR.....</b>	<b>114</b>
<b>9</b>	<b>ANHANG .....</b>	<b>121</b>
9.1	Voranalyse des eingesetzten Systems .....	121
9.1.1	Darstellung des Benzophenons und analytische Daten .....	121
9.1.2	Darstellung des Benzpinakols und analytische Daten.....	122
9.1.3	Experimentelle Vorversuche.....	123
9.2	Master-Rezeptur .....	126

9.3	Hydrozyklon .....	126
9.4	Daten zu den Nebenprodukten .....	128
9.5	Charakterisierung der Gelbfärbung .....	132
9.6	Geräteverzeichnis .....	137
9.6.1	Laboranlage.....	137
9.6.2	Strahlungsquelle T <sup>3</sup> 75.....	138
9.6.3	Strahlungsquelle FireFly™ .....	138
9.6.4	Pericyclische Pumpe ROTH CYCLO II .....	139
9.6.5	HPLC-Gerät.....	139
9.6.6	NIR-Gerät .....	140
9.6.7	UV/Vis-Gerät .....	140
9.6.8	Restfeuchte-Messgerät .....	141
9.6.9	Partikelgrößenbestimmung .....	141
9.7	Chemikalienverzeichnis.....	142
9.8	Symbole und Abkürzungen.....	144
9.9	Abbildungen und Tabellen .....	146