

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung.....	1
1.1	Motivation.....	1
1.2	Zielsetzung und Strategie.....	5
2	Struktur der Arbeit	7
3	Theoretische Grundlagen und Stand der Wissenschaft und Technik.....	8
3.1	Organische Elektrochemie.....	8
3.1.1	Eingliederung in die nachhaltige grüne Chemie	8
3.1.2	Grundlagen der organischen Elektrochemie.....	10
3.1.3	Mechanismus der elektrochemischen Reduktion von Carbonylen	12
3.2	Elektrochemische Grundlagen der Elektrosynthese.....	15
3.2.1	Das Faraday-Gesetz: Zusammenhang zwischen Stoffumsatz und Ladung.....	15
3.2.2	Wichtige Kenngrößen der Elektrochemie	16
3.2.3	Stromdichte-Potential-Verhalten einer Elektrode.....	17
3.2.4	Massentransport.....	19
3.2.5	Elektrochemische Zelle und Zellspannung	25
3.2.6	Dreielektrodenaufbau	26
3.2.7	Potentiostatische Synthesen	27
3.2.8	Galvanostatische Synthesen	28
3.2.9	Zyklische Voltammetrie und lineare sweep Voltammetrie.....	29
3.2.10	Elektroden und Elektrodenmaterialien.....	30
3.3	Von der Batchzelle zum Flowreaktor	34
3.3.1	Elektrochemische Batchreaktoren	34
3.3.2	Elektrochemische Flowreaktoren.....	37
3.3.3	Modellierung von elektrochemischen Reaktoren	41
3.3.4	Grundlagen zur hydrodynamischen Charakterisierung von elektrochemischen Flowreaktoren.....	46

3.4	Lignin: Struktur, Gewinnung und Depolymerisation.....	47
3.4.1	Struktur und Gewinnung von Lignin	47
3.4.2	Lignin-Depolymerisation	49
3.5	Vanillin: Grundbaustein biobasierter Polymere und elektrochemische Reduktion.....	50
3.5.1	Rohstoffquellen und Herstellungsprozesse.....	50
3.5.2	Vanillin-basierte Polymere.....	52
3.5.3	Elektrochemische Reduktion von Vanillin	54
4	Experimentelles.....	56
4.1	Verwendete Chemikalien	56
4.2	Versuche in der Batchzelle	57
4.2.1	Versuchsaufbau.....	57
4.2.2	Elektroden und Elektrodenvorbereitung	58
4.2.3	Versuchsdurchführung.....	58
4.3	Versuche im Flowreaktor.....	61
4.3.1	Versuchsaufbau.....	61
4.3.2	Versuchsdurchführungen	64
4.4	Versuche an der rotierenden Scheibenelektrode.....	68
4.4.1	Bestimmung des Diffusionskoeffizienten von Vanillin	68
4.4.2	Bestimmung des Diffusionskoeffizienten von Divanillin	69
4.5	Analytik.....	70
4.5.1	Kapillarelektrophorese gekoppelt mit UV-VIS	70
4.5.2	HPLC gekoppelt mit Diodenarraydetektion und Massenspektrometrie...	71
4.5.3	Größenausschlusschromatographie	71
4.5.4	NMR-Analysen	72
4.5.5	Elementaranalysen.....	73
4.5.6	Fourier-Transform-Infrarotspektroskopie	73

4.5.7	Gaschromatographie gekoppelt mit Flammenionisationsdetektor	73
4.5.8	Thermogravimetrische Analyse	73
4.5.9	Dynamische Differenzkalorimetrie	73
4.5.10	Online UV-VIS Spektroskopie	74
5	Ergebnisse und Diskussion	77
1.1	Erzielte Ergebnisse in der Batchzelle	77
1.1.1	Elektrochemische Vanillin-Reduktion	78
1.1.2	Elektrochemische Divanillin-Reduktion	90
1.1.3	Kurzzusammenfassung der erzielten Ergebnisse in der Batchzelle	105
1.2	Erzielte Ergebnisse im Flowreaktor	107
1.2.1	Hydrodynamische Charakterisierung	109
1.2.2	Elektrochemische Vanillin-Reduktion	115
1.2.3	Elektrochemische Divanillin-Reduktion	129
6	Zusammenfassung	151
7	Ausblick	156
	Verwendete Abkürzungen	158
	Physikalische Größen	161
	Abbildungsverzeichnis	165
	Tabellenverzeichnis	170
	Literaturverzeichnis	171
	Publikationsliste	180
	Betreute Abschluss- und Studienarbeiten	182
	Anhang	183
A.1	Synthese und Analyse von Divanillin	183
A.2	Analysen des isolierten Feststoff der Vanillin-Reduktion in der Batchzelle	186
A.3	Online UV-VIS Validierung der Vanillin-Reduktion im Flowreaktor	190
A.4	Hydrodynamische Charakterisierung	191

A.5 Auflistung von Stoffdaten und Modellparameter	193
A.6 Elektrochemische Vanillin-Reduktion im Flowreaktor	194
A.7 Elektrochemische Divanillin-Reduktion im Flowreaktor	199