

Mini-/ Mikroreaktoren für die direkte Fluorierung

Hill, M., Lang, P., Knapp, C., Woias, P., Crossing, I., Freiburg i.Br./D

Für schnelle, exotherme und potentiell gefährliche Reaktionen, wie der direkten Fluorierung, wären die Durchführung in Mikroreaktoren die ideale Lösung. Besonders durch das große Verhältnis von der Oberfläche zum Volumen wäre die relativ genaue Kontrolle der Reaktionstemperatur möglich. Die Crossing Gruppe hat sich nun, in Kooperation mit dem Institut für Mikrosystemtechnik die Entwicklung eines neuartigen Mikroreaktors zum Ziel gesetzt. Mit diesem Projekt soll die Entwicklung eines leichten, günstigen und sicheren Weges für die direkte Fluorierung von organischen und anorganischen Substraten realisiert werden. Besonders die Perfluorierung ist eine der Reaktionen, die verwirklicht werden soll. Für dieses Projekt kann, unter Anderem, seit 2009 ein Labor für das Arbeiten mit 100 %igem Fluor in Freiburg genutzt werden.

Der entwickelte Mikroreaktor basiert auf einem 2x2 cm Siliziumchip. Silizium wurde als Material gewählt, da hier die gewünschten Strukturen durch etablierte Techniken leicht herstellbar sind. Um eine Resistenz gegen Fluor zu erhalten, wird die Oberfläche mit einem inerten Material beschichtet werden. Materialtests (Abb. 1) haben ergeben, dass 16 µm Nickel auf einer zuvor aufgetragenen Palladiumstartschiicht gut geeignet sind. So kann das Silizium beim Gebrauch von bis zu 100%igem Fluor vor Zerstörung geschützt werden. Gruppen, die sich bisher mit der Herstellung solcher Mikroreaktoren beschäftigt haben, verwendeten meist Mikroreaktoren mit einem *slug* oder *tubular flow* oder Mikrofallfilmreaktoren^[1-3]. Der am IMTEK entwickelte Reaktor wird Mikroblasen innerhalb der ca. 300 µm breiten Kanäle erzeugen. Eine Reihe mehrerer Gaseinlässe auf einem Reaktorchip ist geplant.

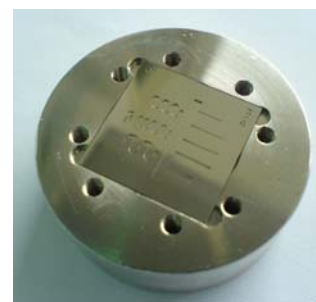


Abb.1: Testchip für Materialtests im



Abb. 2: Der Minireaktor

Zusätzlich zu den Materialtests für den Mikroreaktor, wurden bereits erste Fluorierungsversuche in einem Minireaktor (Abb. 2) durchgeführt. Dieser wurde aus nickelbeschichteten Kupferblöcken gefertigt. Die gefräzten Kanäle haben einen Durchmesser von 1 mm und sind für *slug flow* ausgelegt. Die Daten und die Erfahrungen die mit diesem Reaktor gesammelt werden können, sollen helfen, das Design des Minireaktors schon im Voraus, an mögliche Probleme anzupassen.

[1] Nuria de Mas, Axel Günther, Martin A. Schmidt and Klavs F. Jensen, *Ind. Eng. Chem. Res.* **2003**, 42, 698-710

[2] Richard D. Chambers, Robert C. H. Spink, *Chem. Commun.*, **1999**, 883–884

[3] K. Jähnisch, M. Baerns, V. Hessel, W. Ehrfeld, V. Haverkamp, H. Löwe, Ch. Willie, A. Gruber, *Journal of Fluorine Chemistry*, **2000**, 117-128