



Fachhochschule Aachen, Campus Jülich

Fachbereich Chemie und Biotechnologie

Studiengang: Angewandte Chemie

Bachelorarbeit

vorgelegt zur Erlangung des akademischen Grades Bachelor of Science.

Enantioselektive Reduktion prochiraler Carbonylverbindungen mit Chiralidon R & S
in einem kontinuierlich betriebenen Festbettreaktor

von Stephan Maintz

Matr.-Nr.: 830577

angefertigt im Biokatalyselaboratorium der Fachhochschule Aachen, Campus Jülich

Stolberg, im März 2013

Diese Arbeit wurde betreut von

Referent: Prof. Dr. rer. nat. G. Jeromin

Koreferent: Prof. Dr. rer. nat. W. Rath

Eidesstattliche Versicherung

Ich versichere, dass ich diese Arbeit ohne Hilfe Dritter und nur mit den angegebenen Quellen und Hilfsmitteln angefertigt habe.

Stolberg,

Danksagung

Zu Beginn möchte ich mich bei Herrn Prof. Dr. rer. nat. Günter Erich Jeromin bedanken, der mir dieses Bachelorprojekt erst ermöglicht hat. Ich danke Ihm für die hervorragende Betreuung meiner Arbeit und die erbrachte Hilfestellung zu allen anderen Themen rund ums Studium. Ebenfalls gebührt mein Dank Herrn Prof. Dr. rer. nat. Walter Rath für die Übernahme des Koreferates.

Daneben gilt mein Dank den Menschen, die mir während dieser Arbeit hilfsbereit entgegen gekommen sind. Ich bedanke mich bei:

- Herrn Dipl.- Chem. Günter Reißmann
- Herrn Prof. Dr. rer. nat. Josef Dieckhoff
- Frau Dipl.-Ing. Susanne Berzen
- Frau Brigitte Lehan
- Herrn B. Sc. Denis Simeg

Der Firma Macherey-Nagel GmbH & Co. Kg danke ich für die gute Beratung bei allen Fragen zur Chromatographie.

Besonderer Dank gilt meinen Kommilitonen und Freunden, die mich voller Tatendrang bei der Erstellung meiner Bachelorarbeit unterstützten, mich immer wieder aufs Neue motivierten und meine Arbeit Korrektur lasen. Bei meinem Kollegen Timm Kobus bedanke ich mich für die gute Zusammenarbeit im Labor und seiner großen Hilfsbereitschaft.

Nicht zuletzt möchte ich mich bei meiner Frau und meiner Familie bedanken, da ich mich immer auf Sie verlassen konnte und nie das Gefühl hatte, allein zu sein.

Inhaltsverzeichnis

Kapitel		Seite
1	Einleitung und Aufgabenstellung	1
2	Theoretischer Teil	3
2.1	Herstellung enantiomerenreiner Substanzen im chemischen Labor	3
2.1.1	Racematspaltung	3
2.1.1.1	Derivatisierung	3
2.1.1.2	Chirale Chromatographie	3
2.1.2	Enantioselektive Reaktionen	4
2.2	Enzymtechnologie	5
2.2.1	Enzyme	5
2.2.2	Enzymkatalysierte Reaktionen	6
2.3	Reaktoren im kontinuierlichen Betrieb	9
2.3.1	Kontinuierlich betriebener idealer Rührkessel	9
2.3.2	Ideales Strömungsrohr	10
2.3.3	Rührkesselkaskade	11
2.3.4	Festbett- Reaktor	12
2.4	Definitionen	13
3	Praktischer Teil	17
3.1	Herstellung der Katalysatoren	17
3.1.1	Ergebnisse	17

3.2	Wassergehalt der Katalysatoren	17
3.2.1	Ergebnisse und Diskussion	18
3.3	Aufbau des Festbettreaktors	19
3.3.1	Flüssigkeitschromatographiesäule als Reaktor	19
3.3.2	Silikonschlauch als Reaktor	20
3.4	Umsetzungen	21
3.4.1	Umsetzungen von Acetessigester	21
3.4.2	Umsetzungen von Acetophenon	21
3.4.3	Umsetzungen von 4 Chloracetessigester	22
3.5	Aufarbeitung der Produkte	22
3.5.1	Ergebnisse und Diskussion	24
3.6	Analytik	25
3.6.1	Bestimmung der Umsetzung	25
3.6.1.1	Ergebnisse und Diskussion	28
3.6.2	Bestimmung der Enantiomerenreinheit	42
3.6.2.1	Ergebnisse und Diskussion	43
3.6.3	Bestimmung der spezifischen Drehwerte	47
3.6.3.1	Ergebnisse und Diskussion	47
3.7	Gesamtdiskussion	48
4	Experimenteller Teil	49
4.1	Allgemeine Versuchsvorschriften	49
4.1.1	Katalysatorherstellung	49

4.1.1.1	Chiralidon S	49
4.1.1.2	Chiralidon R	50
4.1.2	Wassergehaltsbestimmung	51
4.1.3	Vorbereitung und Geometrie der Festbettreaktoren	52
4.1.3.1	Vorbereitung	52
4.1.3.2	Geometrie	52
4.1.4	Umsetzungen von Acetessigester	53
4.1.5	Umsetzungen von Acetophenon	57
4.1.6	Umsetzungen von 4 Chloracetessigester	62
4.1.7	Aufarbeitung der Produkte	66
4.1.7.1	Aufarbeitung von 3-Hydroxybuttersäureethylester	66
4.1.7.2	Aufarbeitung von 1-Phenylethanol	68
4.1.7.3	Aufarbeitung von Ethyl-4-chloro-3-hydroxybutyrat	70
4.1.8	Analytik	72
4.1.8.1	Bestimmung der Umsetzung	72
4.1.8.2	Bestimmung der Enantiomerenreinheit	75
4.1.8.3	Bestimmung der spezifischen Drehwerte	79
5	Zusammenfassung	80
6	Anhang	81
6.1	Materialien	81
6.1.1	Geräte	81

6.1.2	Chemikalien	81
6.1.2.1	Eingesetzte Edukte und Vergleichskemikalien	81
6.1.2.2	Verbrauchskemikalien	82
6.2	Verzeichnisse	83
6.2.1	Abbildungsverzeichnis	83
6.2.2	Tabellenverzeichnis	84
6.2.3	Diagrammverzeichnis	84
6.2.4	Literaturverzeichnis	85
6.2.5	Abkürzungsverzeichnis	86