

**Arne Von Berswordt**

# Entwicklung und Scale-up zur Synthese organischer Harze

**Masterarbeit**

# BEI GRIN MACHT SICH IHR WISSEN BEZAHLT



- Wir veröffentlichen Ihre Hausarbeit, Bachelor- und Masterarbeit
- Ihr eigenes eBook und Buch - weltweit in allen wichtigen Shops
- Verdienen Sie an jedem Verkauf

Jetzt bei [www.GRIN.com](http://www.GRIN.com) hochladen  
und kostenlos publizieren



## **Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek:**

Die Deutsche Bibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de/> abrufbar.

Dieses Werk sowie alle darin enthaltenen einzelnen Beiträge und Abbildungen sind urheberrechtlich geschützt. Jede Verwertung, die nicht ausdrücklich vom Urheberrechtsschutz zugelassen ist, bedarf der vorherigen Zustimmung des Verlanges. Das gilt insbesondere für Vervielfältigungen, Bearbeitungen, Übersetzungen, Mikroverfilmungen, Auswertungen durch Datenbanken und für die Einspeicherung und Verarbeitung in elektronische Systeme. Alle Rechte, auch die des auszugsweisen Nachdrucks, der fotomechanischen Wiedergabe (einschließlich Mikrokopie) sowie der Auswertung durch Datenbanken oder ähnliche Einrichtungen, vorbehalten.

## **Impressum:**

Copyright © 2020 GRIN Verlag  
ISBN: 9783346722423

## **Dieses Buch bei GRIN:**

<https://www.grin.com/document/1271782>

**Arne Von Berswordt**

# **Entwicklung und Scale-up zur Synthese organischer Harze**

## **GRIN - Your knowledge has value**

Der GRIN Verlag publiziert seit 1998 wissenschaftliche Arbeiten von Studenten, Hochschullehrern und anderen Akademikern als eBook und gedrucktes Buch. Die Verlagswebsite [www.grin.com](http://www.grin.com) ist die ideale Plattform zur Veröffentlichung von Hausarbeiten, Abschlussarbeiten, wissenschaftlichen Aufsätzen, Dissertationen und Fachbüchern.

### **Besuchen Sie uns im Internet:**

<http://www.grin.com/>

<http://www.facebook.com/grincom>

[http://www.twitter.com/grin\\_com](http://www.twitter.com/grin_com)

Technische Hochschule Georg Agricola

## **Masterarbeit**

# **Entwicklung und Scale-Up zur Synthese organischer Harze**

In dieser Masterarbeit geht es darum, den Herstellungsprozess von Chlorcyan als Edukt zur zweistufigen Synthese eines Cyanatesterharzes zu optimieren und ein Novolak Cyanatester herzustellen. Die höchste Chlorcyanausbeute (89,8%) wurde unter Verwendung einer 10%igen Salzsäure und einer hohen Dosiergeschwindigkeit der Edukte erreicht. Anschließend konnte das gewonnene ClCN via Novolak Phenolharz in Gegenwart eines tertiären Amins in der zweiten Stufe erfolgreich zum Zielprodukt Novolak Cyanatester umgesetzt werden. Zukünftig liegt der Fokus der Prozessoptimierung auf der Zugabe des tertiären Amins.

Abstract:

The aim of this master thesis is to optimize the production process of cyanogen chloride as educt for the two-step synthesis of a cyanate ester resin and to produce a novolac cyanate ester. The highest yield of cyanogen chloride (89.8%) was achieved using a 10% hydrochloric acid and a high dosing rate of the reactants. Subsequently, in the second stage, the obtained ClCN was successfully converted via Novolac phenolic resin in the presence of a tertiary amine to the target product Novolac cyanate ester. In the future, the focus of process optimization will be on the addition of the tertiary amine.

## Inhaltsverzeichnis

I.	Abbildungsverzeichnis .....	IV
II.	Tabellenverzeichnis .....	V
III.	Abkürzungsverzeichnis .....	VI
IV.	Formelverzeichnis .....	IX
1	Zielsetzung .....	1
2	Theoretischer Hintergrund .....	2
2.1	Chlorcyan als Edukt .....	32
2.2	Cyanatester als Produkt .....	37
3	Versuchsaufbau & Durchführung .....	44
3.1	Versuchsapparatur zur Herstellung von Chlorcyan .....	46
3.2	Versuchsdurchführung zur Synthese von Chlorcyan .....	48
3.3	Versuchsapparatur zur Herstellung von Cyanatester .....	51
3.4	Versuchsdurchführung zur Synthese von Cyanatester .....	53
4	Versuchsauswertung .....	58
4.1	Versuchsauswertung Herstellung von Chlorcyan .....	58
4.1.1	Lagerstabilität des Chlorcyans .....	73
4.2	Versuchsauswertung zur Herstellung von Cyanatester via ClCN .....	77
4.3	Versuchsauswertung zur Herstellung von Cyanatester via BrCN .....	80
4.4	Synthese via BrCN vs. ClCN .....	82
5	Analytische Methoden und Messgeräte .....	83
6	Schlussbetrachtung .....	88
7	Literaturverzeichnis .....	90



## I. Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Allgemeine Strukturform herkömmlicher CE-Monomere <sup>3,S.2</sup> .....	2
Abbildung 2: Zusammenhang zwischen der Glasübergangstemperatur T <sub>g</sub> und Bruchdehnung von BMI-, Epoxid- und CE-Harzen <sup>S.432</sup> .....	4
Abbildung 3: Thermisches Verhalten verschiedener kommerzieller Cyanatesterharze <sup>S.40</sup> .....	6
Abbildung 4:Vergleichendes Hygrodehnungsverhalten und dielektrische Eigenschaften (im nicht gequollenen Zustand) von Epoxid-, BMI- und CE-Harzen <sup>15</sup> .....	9
Abbildung 5: Hydrolyse von Polycyanurat <sup>19,S.532</sup> .....	10
Abbildung 6: Umsetzung von Cyanatester zu Carbat <sup>S.527</sup> .....	11
Abbildung 7: Struktureller Aufbau von Lignin <sup>6</sup> .....	25
Abbildung 8: Chemische Strukturformel von Trans-Anethol <sup>64</sup> .....	26
Abbildung 9: Synthese von Kreosol aus Lignin <sup>67</sup> .....	27
Abbildung 10: Synthese von Bisphenol A (BPA) <sup>67</sup> .....	28
Abbildung 11: Global market development from the period 2016-2026 <sup>70</sup> .....	29
Abbildung 12: Region and country wise statistics of the global cyanate ester resins market from the period 2016-2026 <sup>70</sup> .....	31
Abbildung 13: Oligomerisierung von ClCN zu C <sub>3</sub> Cl <sub>3</sub> N <sub>3</sub> <sup>80</sup> .....	37
Abbildung 14: Allgemeines Reaktionsschema für die Herstellung von Cyanatester <sup>15, S.11</sup> .....	38
Abbildung 15: Mögliche Nebenreaktionen bei der Herstellung von Cyanatestern .....	39
Abbildung 16: Hydrolyse von Cyanaten während des Aushärtprozesses <sup>5, S.9</sup> .....	40
Abbildung 17: Aushärtungsprozess via Cyclotrimerisierungsprozess <sup>5, S.2</sup> .....	41
Abbildung 18: Isotherme Polymerisation von unkatalysiertem BADCy <sup>5, S.3</sup> .....	43
Abbildung 19: Versuchsanordnung C <sub>3</sub> N <sub>3</sub> .....	47
Abbildung 20: HCN-polymerisation bei der Zugabe der NaCN-Lsg. auf halber Kolonnenhöhe..	48
Abbildung 21: Apparatur zur Synthese von CE .....	52
Abbildung 22: Zusammenhang Ausbeute (C <sub>3</sub> N <sub>3</sub> ) bez. auf Cl <sub>2</sub> und Dosierrate (Cl <sub>2</sub> ) .....	60
Abbildung 23: Zusammenhang Ausbeute (C <sub>3</sub> N <sub>3</sub> ) bez. auf NaCN und Dosierrate (NaCN) .....	61
Abbildung 24: Zusammenhang Ausbeute (C <sub>3</sub> N <sub>3</sub> ) und Verhältnis NaCN:Cl <sub>2</sub> .....	62
Abbildung 25: HCN-Polymerisation in der Kolonne .....	66
Abbildung 26: Nahaufnahme Polymerisationsbereich .....	66
Abbildung 27: Zusammenhang Ausbeute (C <sub>3</sub> N <sub>3</sub> ) bez. auf Cl <sub>2</sub> und Dosierrate (Cl <sub>2</sub> ) .....	68
Abbildung 28: Zusammenhang Ausbeute (C <sub>3</sub> N <sub>3</sub> ) bez. auf NaCN und Dosierrate (NaCN) .....	69
Abbildung 29: Zusammenhang Ausbeute (C <sub>3</sub> N <sub>3</sub> ) und Verhältnis NaCN:Cl <sub>2</sub> .....	70
Abbildung 30: Vergleich der C <sub>3</sub> N <sub>3</sub> Ausbeute bzgl. Cl <sub>2</sub> .....	71
Abbildung 31: Vergleich der C <sub>3</sub> N <sub>3</sub> Ausbeute bzgl. NaCN .....	72
Abbildung 32: Titrogramm einer Cyanidbestimmung .....	84

## II. Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Handelsnamen und Typen kommerzieller CE Produkte <sup>6,S.451</sup> .....	14
Tabelle 2: Stoffdaten Cyanwasserstoff .....	45
Tabelle 3: Blausäureaustritt als Gefährdung der Abluft .....	45
Tabelle 4: Blausäureaustritt als Gefährdung der Umwelt .....	45
Tabelle 5: Liste relevanter Stoffe (Herstellung CICN) .....	50
Tabelle 6: Liste relevanter Stoffe (Herstellung von CE via CICN).....	55
Tabelle 7: Liste relevanter Stoffe (Herstellung von CICN via BrCN).....	57
Tabelle 8: Versuchsreihe zur Synthese von CICN mit 10%iger HCl.....	59
Tabelle 9: Versuchsreihe zur Synthese von CICN mit 15%iger HCl.....	64
Tabelle 10: Übersicht der Lagerstabilität CICN in Kombination verschiedener Additive.....	76
Tabelle 11: Versuchsdurchführung CE via CICN.....	77
Tabelle 12: Masse CE via CICN nach Trocknung.....	79
Tabelle 13: Synthese CE via BrCN.....	80
Tabelle 14: Masse CE via BrCN nach Trocknung .....	81
Tabelle 15: Parameter GC-MS (Intern).....	87
Tabelle 16: Parameter GC-MS (Extern).....	87

### III. Abkürzungsverzeichnis

Å	Ångström
Ag	Silber
Ag(CN) <sub>2</sub>	Dicyanidoargentat
AgNO <sub>3</sub>	Silbernitrat
AG	Aktiengesellschaft
AGW	Arbeitsplatzgrenzwert
Al	Aluminium
APAC	Asien Pazifik
Äq.	Äquivalent
BADCy	Bisphenol A Dicyanate
BAM	Bundesanstalt für Materialforschung
Be	Beryllium
BECy	Bisphenol E Cyanate ester
BMI	Bismaleinimidharz
BrCN	Bromcyan
BPA	Bisphenol A
c	Stoffmengenkonzentration
C	Kohlenstoff
CAS	Chemical Abstract Service
CAGR	Compound Annual Growth Rate
CE	Cyanatester
CEH	Cyanatesterharz
CH <sub>2</sub> NO <sub>2</sub>	Carbamat
Cl	Chlorcyan
Cl <sub>2</sub>	Chlor
ClCN	Chlorcyan
cm	Zentimeter
cm <sup>-1</sup>	Wellenzahl
CN	Cyanid
Co	Compagnie
Co	Cobalt
CO <sub>2</sub>	Kohlenstoffdioxid
Cp	spezifische Wärmekapazität
Cu	Kupfer