

Mikrowellen-Reaktoren: *Schnelle Brüter*

Am kürzlich ins Leben gerufenen CD-Labor für Mikrowellenchemie wird an der ultraschnellen Erhitzung von Reaktionsgefäßen geforscht. Pharmabranche und Gerätehersteller zeigen großes Interesse an dieser jungen Disziplin.



© beigestellt (3)

Oliver Kappe leitet das junge CD-Labor für Mikrowellenchemie an der Karl-Franzens-Universität in Graz.

Die Erhitzung von Reaktionsgefäßen erfolgt seit Jahrhunderten gleich: Durch Wärmeeinwirkung von außen. Erst vor 20 Jahren kamen einige Wissenschaftler auf die Idee, die damals aufkommenden Haushaltsmikrowellengeräte zur Erwärmung zu nutzen. Dennoch blieb diese Methode, auch aufgrund mangelnden Wissens über Mikrowellen-Spezifika, lange Zeit im Hintergrund.

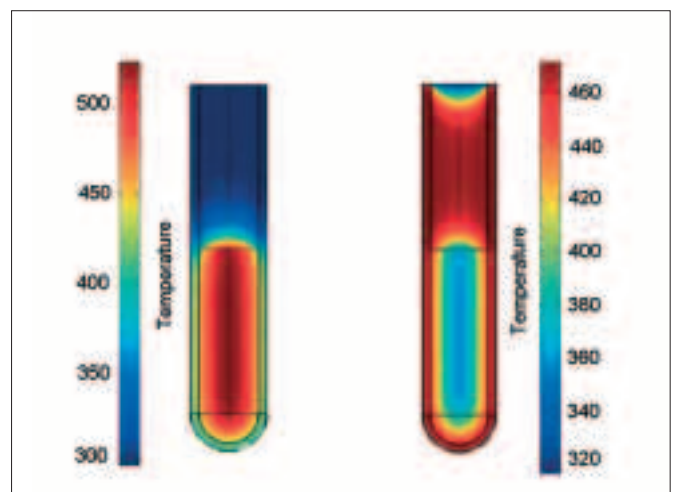
Schnelle Reaktionen. Dabei bietet die Mikrowellenerhitzung eine Reihe von Vorteilen. „Vor allem kann die Reaktionsgeschwindigkeit drastisch erhöht werden“, schwärmt Oliver Kappe, Leiter des erst kürzlich ins Leben gerufenen Christian-Doppler-Labors für Mikrowellenchemie an der Karl-Franzens-Universität in Graz. „Im Extremfall kann man eine Reaktion von mehreren Wochen auf wenige Sekunden verkürzen.“

Sein Interesse an der Mikrowellen-Erhitzung wurde anlässlich eines Vortrags eines amerikanischen Kollegen geweckt. „Ich war gerade mit der Habilitation fertig – der Vortrag war für mich ein

Eye Opener“, erinnert er sich. In den 1990er Jahren wurden von einem kleinen Grüppchen von Wissenschaftlern vor allem modifizierte Haushaltsmikrowellengeräte verwendet. Erst seit einigen Jahren gibt es für Labors spezielle Geräte, die sich vor allem in der genauen Temperatur- und Druckkontrolle auszeichnen. „Ich bin noch in einem sehr frühen Stadium in die Materie eingestiegen. Mittlerweile wendet fast jedes Labor die Mikrowellenerhitzung an. Gleichzeitig ist aber wenig über die theoretischen Grundlagen und die Nebeneffekte bekannt“, fasst Kappe den Status Quo zusammen.

Grundlagenforschung. Das CD-Labor für Mikrowellenchemie soll sich nun diesen Themen widmen. In den ersten zwei bis drei Jahren liegt einer der Schwerpunkte auf der Grundlagenforschung: Was sind die Underlying Principles der Mikrowellenerhitzung? Und welche Reaktionen spielen sich dabei ab? Darüber hinaus soll geklärt werden, ob es nicht-thermische Mikrowelleneffekte gibt oder nicht. „Hier gibt es seit jeher Spekulationen, ob es neben der reinen Erhitzung auch andere Effekte gibt, die beispielsweise Temperatursprünge fördern. Es gibt Theorien, dass diese Effekte aus einer direkten Wechselwirkung des elektrischen Felds mit bestimmten Molekülen im Reaktionsgemisch entstehen.“ Dennoch sei aber der Großteil der Wissenschaftler überzeugt, dass diese Effekte eher Messungenauigkeiten zuzuschreiben sind – in der Mikrowellenerhitzung sind nämlich Temperaturanstiege von mehreren Dutzend Grad in einer Sekunde keine Seltenheit.

Als Mikrowellenstrahlung wird elektromagnetische Strahlung im Frequenzbereich zwischen 0.3 und 300 GHz definiert. Die Labor-Geräte arbeiten wie die Haushaltsmikrowellen bei einer Frequenz von 2.45 GHz, um Störungen der Telekommunikations- und Mobilfunk-Frequenzen zu vermeiden. „Die Energie des Mikrowellenphotons in diesem Frequenzbereich ist mit 0.0016 eV (Elektronenvolt) zu gering, um chemische Bindungen aufzubrechen, und auch niedriger als die Energie der Brownschen Molekularbewe-



Bei der Erhitzung per Mikrowelle wird der Gefäßinhalt zuerst erhitzt (li.), bei der konventionellen Methode der Erhitzung im Ölbad zuerst die Gefäßwand.

gung“, so Kappe. Daraus folge eindeutig, dass Mikrowellen keine chemischen Reaktionen induzieren können.

Automatisierte Verfahren. Derzeit werden die Eigenschaften der Mikrowellenerhitzung vor allem in der Pharma-Branche hoch geschätzt. Hier geht es vor allem um das Discovery und darum, möglichst viele Verbindungen automatisiert rasch zu synthetisieren. Auch die Frage der Aktionsoptimierung – also welche Stoffe die besseren Katalysatoren sind – kann durch den Einsatz von Mikrowellen schneller gelöst werden. „Gerade die automatisierten Verfahren ermöglichen die rasche Prüfung neuer Ideen und die schnelle Optimierung von Reaktionsbedingungen“, fasst Kappe zusammen. „Dass man für eine bestimmte chemische Umwandlung binnen fünf bis zehn Minuten ein aussagekräftiges Ergebnis erhalten kann, hat erheblich zur Akzeptanz der Mikrowellenchemie in Industrie und Hochschule beigetragen, denn konventionelle Methoden benötigen hierfür mehrere Stunden.“

Herausforderungen. „Die technischen Herausforderungen drehen sich um die Sicherheit und die Steuerung der Erwärmung“, so Kappe. Die Erhitzung findet im geschlossenen Gefäß statt, oft befinden sich brennbare organische Lösungsmittel unter Druck. „Bei Anton-Paar-Geräten sind bis zu 80 Bar Druck möglich“, sagt Kappe. Die Messung von Temperatur und Druck erfolgt dabei online über einen angeschlossenen PC. „Für Mikrowellen muss man auf andere Temperatur-Messmethoden zurückgreifen“, so Kappe. Konventionell misst ein Infrarotsensor von außen – dieser erfasst aber eher die Temperatur des Glases und ist somit nur für Routineaufgaben zu gebrauchen. Für die Messung von etwaigen Mikrowelleneffekten benötigt man aber eine Innenmessung – diese wird durch faseroptische Messmethoden realisiert, die genau sind, aber auch teuer. „Gleichzeitig muss man die Faseroptik abschirmen, damit die Chemie die empfindlichen Teile nicht zerstört“, erklärt Kappe die mannigfaltige Problemstellung.

Industriepartner. Mit Anton Paar wird konkret an einer Reaktorentwicklung gearbeitet. Neuere Modelle sollen größere Mengen verarbeiten können – bis dato spielt sich die Erhitzung eher im Milliliter-Bereich ab. Unternehmen der Chemie- und Pharma-Branche sind aber interessiert daran, Hunderte Liter an Lösungen



Mit speziellen Labor-Mikrowellen können Druck und Temperatur online überwacht werden.

weiterzuverarbeiten. Derzeit gibt es nur vier Hersteller, die Mikrowellengeräte für den Laborgebrauch anbieten – die Preisschere klappt zwischen 10.000 und 200.000 Euro.

Mit dem Industriepartner piCHEM will Kappe den Mikrowelleneinsatz in der Biochemie erforschen und vor allem im Bereich der Peptidsynthese Versuche durchführen. Hier wird auf die schnelle Durchführung von maßgeschneiderten Synthesen besonderes Augenmerk gelegt. Gleichzeitig sollen besonders saubere Peptide erzeugt werden – der Einsatz von Mikrowellen erhöht die Ausbeute.

Das junge CD-Labor – es wurde erst am 1. Juli dieses Jahres gegründet – verfügt erst seit wenigen Wochen über das komplette Equipment. Derzeit arbeiten vier Mitarbeiter an den Forschungsprojekten, für weitere Projekte werden noch Firmenpartner gesucht.

BMW A:
Abteilung C1/9
AL Dr. Ulrike Unterer
DDr. Mag. Martin Pilch
Tel.: 01/71100/8257
www.bmwa.gv.at/technologie

CDG:
Gen.Sekr. Dr. Laurenz Niel
Tel.: 01/5042205/11
www.cdg.ac.at

Alle Vorteile in einem Gerät – mit ProMinent

Experts in Chem-Feed and Water Treatment



► Besuchen Sie unsere Website: www.prominent.at

ProMinent®

Die neue Membrandosierpumpe delta® mit optoDrive® Antrieb

- **Höchste Prozesssicherheit:** In den Antrieb integrierte hydraulische Überwachungsfunktionen (Erkennen von verblockten oder geplatzen Dosierleitungen sowie Gaseinschluss)
- **Höchste Dosierqualität:** Wahlweise kontinuierlich oder pulsierend dosieren – stets mit maximaler Genauigkeit
- **Höchste Wirtschaftlichkeit:** Nahezu verschleißfreier Antrieb. Auf separate Durchflussüberwachungen, Überströmeinrichtungen und Pulsationsdämpfer kann verzichtet werden

► www.prominent.de/optodrive

ProMinent Dosiertechnik GmbH • www.prominent.at • Gewerbepark Rosenau A-3332 Rosenau • Tel.: 07448 30 40 • Telefax 07448 42 05 • office@prominent.at