

Ein Mythenjäger *in der Mikrowellenchemie*

Das Christian-Doppler-Labor für Mikrowellenchemie entwickelt das Wissen um den Effekt von Mikrowellen auf chemische Reaktionen in Richtung einer breiteren Anwendung weiter. Dabei möchte man auch klären, welcher Natur diese Effekte sind – auch wenn dabei mancher Mythos zu Bruch geht.



Die Firma Thales möchte im Durchflussreaktor heterogene Katalyse mit Mikrowelleneffekten kombinieren.

In der organischen Synthese ist die Erwärmung des Reaktionsansatzes mithilfe von Mikrowellen mittlerweile eine etablierte Methode. Im Unterschied zur Verwendung eines herkömmlichen Ölbad wird dabei die Wärme nicht von außen durch Beheizung des Reaktionsgefäßes eingebracht, sondern die Reaktionsteilnehmer oder das Lösungsmittel selbst nehmen thermische Energie auf, wenn diese in der Lage sind Mikrowellen zu absorbieren. Auf diese Weise können sehr schnell sehr hohe Temperaturen erzielt werden (durch lokale Überhitzung auch weit über dem Siedepunkt des Mediums), was höhere Reaktionsgeschwindigkeiten und damit höhere Ausbauten unter milderen Konditionen ermöglicht.

Das Christian-Doppler-Labor für Mikrowellenchemie unter der Leitung von C. Oliver Kappe an der Karl-Franzens-Universität Graz hat sich nun daran gemacht, dieses Wissen gemeinsam mit Industriepartnern nach verschiedene Richtungen weiterentwickeln. Zunächst wurde gemeinsam mit dem Unternehmen Pichem untersucht, welchen Einfluss Mikrowellen auf die Peptidsynthese haben könnten. Dabei zeigte sich, dass ein spezieller Vorteil der Verwendung von Mikrowellen auf diesem Anwendungsgebiet nicht gefunden werden kann – ein erstes Ergebnis des seit 2006 existierenden Labors.

Scale-up im Mikrowellenreaktor. Mit den Partnern Anton Paar und Thales arbeitet man nun daran, die Mikrowellenchemie in Richtung einer breiteren industriellen Anwendung weiterzuentwickeln.

Das bedeutet vor allem, dass größere Mengen an Reaktionsgut für mikrowelleninduzierte Reaktionen herangezogen werden müssen. Bei einem solchen Scale-up ist aber zu berücksichtigen, dass Mikrowellen nur eine begrenzte Eindringtiefe in das Reaktionsmedium haben, bei Wasser ist etwa die Intensität der Strahlung nach 1,4 cm auf 33 % abgeklungen. Die langjährige Erfahrung der Gruppe um Oliver Kappe mit verschiedenen Gerätetypen für die Mikrowellenchemie floss in die Entwicklung eines neuartigen Mikrowellenreaktors von Unternehmenspartner Anton Paar ein. Die Mikrowellenapplikation und die Geometrie des Geräts sind dabei so konzipiert, dass auch Lösungsmittel mit sehr schwachen Dipolmomenten wie Toluol oder Dioxan erhitzt werden können. Der Reaktor wurde bereits zur Serienreife entwickelt und wird auf der Fachmesse Achema in Frankfurt erstmals der Fachöffentlichkeit präsentiert.

Mikrowellenchemie im Durchflusssystem. Eine andere Möglichkeit, Mikrowellenchemie mit größeren Ansätzen zu betreiben, sind Durchflussreaktoren. Kappe: „Bei Reaktion in Batch-Systemen müssen, wenn man zu größeren Maßstäben übergeht, immer viele Ansätze mithilfe von Robotern gehandhabt werden.“ Derartige Vorrichtungen erspart man sich bei Durchflusssystemen. Die Firma Thales baut bereits Durchflussreaktoren, die die Vorteile der heterogenen Katalyse an Übergangsmetallen nutzen, und möchte dies nun in Zusammenarbeit mit Kappes CD-Labor mit Mikrowelleneffekten verbinden. Die Scale-up-Problematik fällt hier nach Aussage von Kappe nicht so stark ins Gewicht, da aufgrund der Bewegung des Mediums die Durchmischung stärker ist. Allerdings kön-



Oliver Kappe leitet eines der weltweit führenden Labors auf dem Gebiet der Mikrowellenchemie.

ne man Fließsysteme nur dann verwenden, wenn das Reaktionsmedium selbst völlig homogen und somit frei von suspendierten Teilchen einer anderen Phase ist.

Eine weitere Überlegung führte zu Reaktionsgefäßen aus Siliciumcarbid. Dieses Material koppelt stark ins Mikrowellenfeld ein und gibt die entstehende Wärme effizient an das Reaktionsmedium im Inneren weiter. Ob in der Reaktionslösung selbst dann überhaupt noch ein Mikrowellenfeld existiert, ist Gegenstand aktueller Untersuchungen.

Gibt es einen nichtthermischen Mikrowelleneffekt? Bei allen großflächigen Anwendungen müsse man aber bedenken, dass Mikrowellen eine teure Energieform sind, gibt Kappe zu bedenken, und es sei fraglich, ob die Erzeugung von Wärme mithilfe von Mikrowellen im großindustriellen Maßstab überhaupt wirtschaftlich sein könne. Interessanter wäre der Einsatz, wenn es zusätzlich zu den thermischen Effekten auch sogenannte nichtthermische Effekte gibt, die bei chemischen Reaktionen im Mikrowellenfeld auftreten.

Den 30%igen Grundlagenforschungsanteil des CD-Labors verwendet Kappe darauf, der Frage nachzugehen, ob es solche speziellen Mikrowelleneffekte gibt oder nicht. Die Befürworter von deren Existenz sprechen davon, dass – etwa durch eine Ausrichtung der Moleküldipole – die Aktivierungsenergie einzelner Reaktionsschritte reduziert wird und diese daher schneller ablaufen. Kappe: „In allen Fäl-



Anstatt Glas- (im Bild rechts) könnte man in der Mikrowellenchemie auch Gefäße aus Siliciumcarbid (links) verwenden.

len, die wir bis jetzt untersucht haben, haben wir keinen nichtthermischen Mikrowelleneffekt gefunden.“ Oft seien falsche Temperaturmessungen für die gefundenen Ergebnisse verantwortlich. „Üblicherweise misst man die Temperatur im Reaktionsgefäß mithilfe eines IR-Sensors von außen und vergleicht mit einem herkömmlich beheizten System bei der selben Temperatur“, erklärt Kappe. Misst man aber die Temperatur an verschiedenen Stellen im Inneren, erhält man

in vielen Fällen wesentlich höhere Werte und kann die gefundenen besseren Reaktionsausbeuten darauf und nicht auf einen nichtthermischen Mikrowelleneffekt zurückführen. „Wir haben uns mit dieser Ansicht auch schon Feinde gemacht“, spielt Kappe darauf an, hier möglicherweise einen Mythos zu zerstören. Doch der Unterton verrät, dass ihm die Rolle des Mythenjägers durchaus gefällt.

In der verbleibenden Laufzeit des CD-Labors bis 2013 möchte Kappe die Frage nach speziellen Mikrowelleneffekten „abschließend klären“. Und noch weitere Industriepartner dafür gewinnen, während der Laufzeit in das Programm einzusteigen. „Das CD-Labor ist eine tolle Geschichte“, zieht Oliver Kappe Bilanz – wo sonst wäre die durchgängige Finanzierung eines Forschungsgebiets über sieben Jahre hinweg möglich. Damit kann Kappe auch gegenüber der wissenschaftlichen Konkurrenz punkten, denn: „Nur wenige Leute bekommen Geld für ein so spezielles Forschungsgebiet.“

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

CDG:
Dr. Judith Brunner
Tel.: 01/5042205/11
www.cdg.ac.at