

Schnelle Synthesen durch die richtige Temperatur

Der Einsatz von Syntheseautomaten bei der Suche nach neuen Verbindungen erleichtert die Arbeit des Chemikers. Eine schnelle und genaue Temperierung ist hierbei eine wichtige Voraussetzung. Die neuen Thermostate der Lauda Proline bieten gute Bedingungen für solche Parallelsynthesen. Ein Beispiel ist der Einsatz in der Entwicklungsabteilung der Technochemie GmbH & Co. KG in Dossenheim.

*CARSTEN PERSNER



1 Gesamtsystem Syntheseautomat mit angeschlossenem Kältethermostaten Lauda RP 855

Jeder Chemiker weiß, dass die Temperatur einen großen Einfluss auf Synthesereaktionen besitzt. So führt ein Anstieg der Temperatur im Reaktionsgefäß zu einer Erhöhung der Reaktionsgeschwindigkeit. Dies hat bereits Arrhenius in umfangreichen Studien Ende des 19. Jahrhunderts entdeckt. Bei Gleichgewichtsreaktionen bedeutet dies ein schnelleres Erreichen des Gleichgewichtszustandes. Die Zeiten verkürzen sich also, bis das gewünschte Endprodukt erhalten werden kann. Auf der anderen Seite kann über die Temperatur die Produktverteilung bei chemischen Reaktionen gesteuert werden. Speziell bei organischen Synthesereaktionen laufen Parallel- und Folgereaktionen ab, die die Ausbeute am gewünschten Endprodukt stark beeinflussen können. Hier gilt es, die richtige Temperatur für eine optimale Reaktionsausbeute zu finden und wie gewünscht einstellen zu können.



Beispiel aus der Entwicklung

Bei der Suche nach Synthesewegen für neue Wirkstoffe oder einem optimierten Reaktionsprozess werden immer häufiger Syntheseautomaten eingesetzt. Diese ermöglichen vollautomatisch die reproduzierbare Durchführung und Überwachung von Reaktionen, unabhängig davon, ob es sich um einstufige oder mehrstufige Synthesen handelt. Neben der zeitlich koordinierten Dosierung der Reaktanden spielt die Temperatur in diesem Prozess eine entscheidende Rolle. In der Entwicklungsabteilung der Firma Technochemie, einer 100%igen Tochter der Degussa AG, wird zusammen mit einem Syntheseautomaten „Multi-Max“ von Mettler-Toledo ein Lauda Proline RP 855 C Thermostat eingesetzt, der bei den verschiedenen Synthesereaktionen die benötigten tiefen Temperaturen liefert. Am Standort Dossenheim werden im Kundenauftrag hauptsäch-

lich pharmazeutische Zwischenprodukte und Wirkstoffe sowie Spezialchemikalien, unter anderem für die Halbleiterindustrie, hergestellt. Hierbei handelt es sich um Spezialprodukte, die für den Kunden maßgeschneidert sind.

Problemlösung mit Lauda Proline

Für den Anschluss an den Syntheseautomaten hat sich ein Thermostat aus der neuen Lauda Proline als gute Lösung erwiesen. Der Kältethermostat vom Typ RP 855 C mit einem Arbeitstemperaturbereich von -55 bis 200 °C erfüllt die geforderten Spezifikationen in vollem Umfang. Ausschlaggebend waren hier die sehr schnellen Abkühlzeiten und die einfache Bedienbarkeit. Die Synthesen werden bei Temperaturen zwischen -20 und 100 °C durchgeführt. Es können vier Reaktionsgefäße mit 250 ml Volumen voneinander unabhängig parallel angesteuert werden. In die Reaktionsplätze integrierte elektrische Heizungen sorgen für Erwärmung, die Wärmeabfuhr erledigt der Thermostat.

Eine besondere Herausforderung stellt die Platzsituation im Labor dar. Es war nötig, dass der Kältethermostat als Untertischgerät eingebaut werden musste (Abb. 1). Das Plus am RP 855 C ist die kompakte Bauweise. Mit 40 x 45 cm Grundfläche kann das Gerät ohne besondere Einbaumaßnahmen unter den Labortisch gestellt werden. Eine herkömmliche Bedienung über die Tastatur am Ge-

*Dr. C. Persner, Lauda Dr. R. Wobser GmbH & Co. KG, 97912 Lauda-Königshofen

3 Der Kältethermostat Lauda RP 855 C mit Varioflexpumpe

2 Anschluss der Lauda Command Konsole an den Kälthelostataten Lauda RP 855 C



rätecontroller ist jedoch so nicht oder nur noch schwer möglich. Hier zeigt sich laut Anwender einer der Vorteile der flexiblen Bedienkonzeption

der Proline. Sollwertvorgaben, ob als Einzelwert oder komplettes Programm mit verschiedenen Zeit- und Temperaturwerten, können vom Benutzer wahlweise direkt am Gerät oder über einen PC vorgegeben werden.

Alternativ erfolgt die Programmierung mit Hilfe der abnehmbaren Bedienkonsole des Kontrollkopfes Command so einfach wie am Bildschirm eines Computers. Genauso einfach ist die Überprüfung des Programmablaufes. Das grafikfähige Display erlaubt die Echtzeitüberwachung der aktuellen Soll- und Ist-Temperaturen auf einen Blick. Die Command-Konsole kann am Schreibtisch des Anwenders platziert werden, der bis zu 50 Meter vom eigentlichen Versuchsaufbau entfernt liegen kann, sodass der Prozess jederzeit unter Kontrolle bleibt. Nur so ist der platzsparende Einbau des Thermostaten unter die Laborzeile möglich.

Leistung in kompakter Form

Ein wichtiges Kriterium für die Verwendung der Proline Thermostate ist der schnelle Wechsel zwischen den unterschiedlichen Prüftemperaturen, um die Reaktionsabläufe mit einem Gerät zu optimieren. „Zeit ist Geld“ gilt speziell bei der Synthese kundenspezifischer Substanzen. Besonders wichtig ist in diesem Fall die Abkühlgeschwindigkeit im Syntheseprozess. Das SmartCool-System liefert die Kälteleistung dann, wenn sie benötigt wird. Beim Lauda RP 855 C sind dies bis zu 1,6 kW verfügbare Kälteleistung bei 20 °C Badtemperatur. Benötigt wird diese Leistung, wenn ein schnelles Abkühlen von 80 auf -10 °C innerhalb kürzester Zeit für das gesamte Synthesesystem erfolgen muss. Genauso wichtig sind die Kraftreserven bei Einsetzen stark

exothermer Reaktionen in den Kolben. Ohne schnelle Gegenkühlung könnte die Temperatur bis 40 Kelvin über den gewünschten Temperaturwert weglafen.

Starke Umwälzung

Kontinuierliches Arbeiten über einen weiten Temperaturbereich bis zu -30 °C in Kombination mit einer konstanten Wärmeabfuhr ist ein weiteres Muss für die Anwendung bei Technochemie. Als Badflüssigkeit wird das Silikonöl Lauda Kryo 51 verwendet. Die Varioflexpumpe der Lauda Proline Thermostate ermöglicht den Einsatz der Temperierflüssigkeit im Bereich bis -30 °C für diese Anwendung. In diesem Temperaturbereich steigt die Viskosität des Silikonöles so stark an, dass die Pumpen herkömmlicher Thermostate keine ausreichende Baddurchmischung und somit Wärmeabfuhr aus dem externen System gewährleisten können.

Der hohe Wirkungsgrad der Varioflexpumpe ermöglicht jedoch auch bei tiefen Endtemperaturen die geforderte Durchflussmenge und somit Kühlleistung vor Ort. Die Leistung kann in acht Stufen auf die jeweilige Applikation eingestellt werden, um einen optimalen Durchfluss zu erreichen.

Fazit

Erst der Einsatz neuester Technologien im Bereich der Temperiertechnik ermöglicht die schnelle und effiziente Temperaturkontrolle des Syntheseautomaten über einen weiten Temperaturbereich. Mit den Thermostaten der Lauda Proline gelingt es, diese Anforderungen zu erfüllen und dem Kunden großen Zusatznutzen zu bieten, wie am Anwendungsbeispiel mit dem Thermostatenmodell RP 855 C gezeigt werden konnte. 


Weitere Informationen:

www.laborpraxis.de

 InfoClick

128881

- Mehr zur Lauda Proline mit Anwendungsbeispielen
- Nehmen Sie Kontakt mit dem Lauda Service Center auf.
- Fordern Sie mehr Informationen über den Mettler Toledo Multimax an.

 Fax: +49 (0 93 43) 5 03 - 1 88