

## ANWENDERBERICHT



### REAKTIONSCHEMIE IM KLEINEN MASSSTAB BEI GERINGEN TEMPERATUREN OHNE TROCKENEIS/ACETON

Wenn in der synthetischen Chemie niedrige Temperaturen für einen sehr langsamen oder stereospezifischen Reaktionsschritt erforderlich sind, verwenden Wissenschaftler in der Regel ein Trockeneis-/Aceton-Dewargefäß, um Temperaturen von bis zu  $-78\text{ °C}$  zu erreichen.

Obwohl diese Lösung preiswert und leistungsstark ist, hat sie eine Reihe von deutlichen Nachteilen: die Reaktionstemperatur kann nicht kontrolliert werden, Experimente können nicht über Nacht laufen und es muss sichergestellt sein, dass Trockeneis zur Verfügung steht. Zudem besteht die Möglichkeit, dass das Trockeneis ausgeht oder überhaupt nicht verfügbar ist.

JULABO hat gemeinsam mit Asynt eine Lösung entwickelt, die diese Probleme mit einem einzigen Produkt löst und gleichzeitig die Möglichkeit bietet, eine Reihe verschiedener Gefäße und Gefäßgrößen für mehr Flexibilität zu verwenden.

## DIE HERAUSFORDERUNG

Zu Beginn des Projekts haben wir eine Reihe verschiedener Experten im Bereich synthetische Chemie befragt. Wir wollten herausfinden, ob wir ein Produkt entwickeln können, das die Probleme lösen kann und gleichzeitig über eine verbesserte Funktionalität verfügt.

Als wesentliche Anforderungen wurden festgelegt:

- Möglichst niedrige Temperaturen, mindestens  $-60\text{ °C}$ .
- Unbeaufsichtigter Betrieb mit der Möglichkeit, über Nacht zu laufen.
- Trockenkühlung ohne Lösungsmittel oder Silikonöl.
- Flexibilität bei der Verwendung verschiedener Gefäße bis 100 ml, einschließlich Rundkolben und Fläschchen.
- Kurze Zeitspanne von der Systemaktivierung bis zum Erreichen der eingestellten Temperatur, möglichst unter 1 Stunde.

Um eine Lösung zu entwickeln wurde entschieden zu prüfen, ob zwei verschiedene, bestehende technologische Lösungen der beiden Unternehmen JULABO und Asynt kombiniert werden könnten. JULABO bietet Temperierlösungen an und eines der Produkte – die FT900-Serie – ist ein kompressorbasiertes Kühlsystem, das zur Kühlung verschiedener Sonden bei einer Reihe von Anwendungen verwendet wird. Eines dieser Produkte verfügt über einen flexiblen Schlauch, um  $-78\text{ °C}$  in Lösungsmittelbädern zu erzeugen. Obwohl die FT900-Serie das Problem teilweise löste, konnten einige der Anforderungen nicht erfüllt werden. Dieses Produkt wurde daher als Grundlage zur Kühlung verwendet.

Asynt ist ein Lieferant von Laborgeräten, der stolz auf sein flexibles und reaktives Produktentwicklungsprogramm ist, mit dem das Unternehmen neue, nachhaltige Produkte liefert. Eine der wichtigsten, ständig wachsenden Produktlinien von Asynt ist das DrySyn-Sortiment – eine saubere und sichere Alternative zu Öl- und Eisbädern sowie Heizmänteln. Das umfassende Know-how bei der Konstruktion und Bearbeitung von Metallen und Kunststoffen ermöglicht es dem Unternehmen, unterschiedliche kundenspezifische Lösungen für Anwenderprobleme anzubieten.



FT902



## DIE LÖSUNG

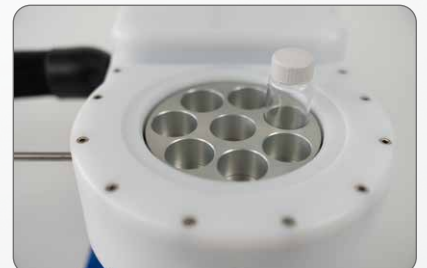
Das Entwicklungsteam testete eine Reihe verschiedener Prototypen und kam schließlich zu einem kombinierten System, das einen modifizierten JULABO FT902 und ein völlig neues DrySyn-Blockdesign zum neuen FroSyn vereint.

Der FT902 verfügt über einen Pt100-Fühler, der eine direkte Temperaturüberwachung der bearbeiteten Aluminiumplatte oder sogar innerhalb des Reaktionsgefäßes ermöglicht, sowie über eine einzigartige Kühlsonde, die innerhalb von Sekunden direkt in den FroSyn-Block eingesetzt werden kann. Darüber hinaus steht der FT902 auf Rädern, so dass er schnell bewegt und in der Nähe des Experiments aufgestellt werden kann. Dadurch wird wertvoller Platz im Labor und/oder der Abzugshaube gespart.

Die FroSyn-Platte ist aus dem thermisch effizienten Material Aluminium gefertigt und sitzt in einem thermoplastischen Gehäuse. Die Verwendung einer speziellen Isolierung um die Kühlsonde und die Platte am FroSyn verbessert die Leistung und hält das Gerät eisfrei, während gleichzeitig das Risiko von Kälteverbrennungen des Anwenders im Betrieb vermieden wird. Die kleine Stellfläche des FroSyn ermöglicht für ein effizientes Mischen der Proben die Positionierung auf der Platte eines herkömmlichen Magnetrührers.

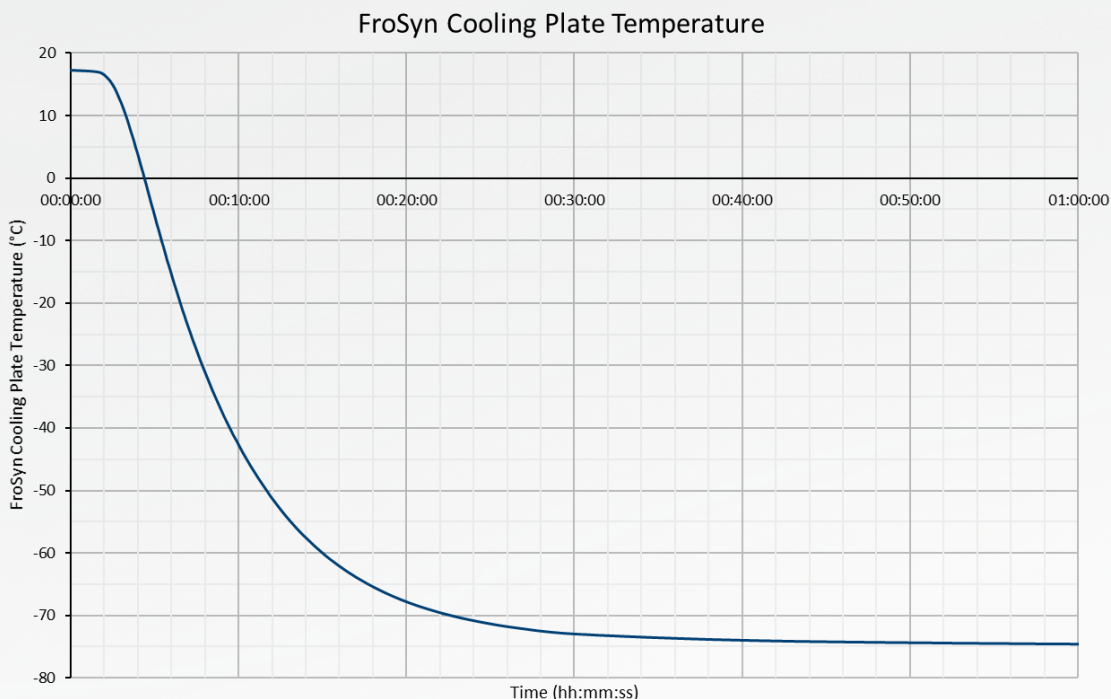


Darüber hinaus wurde eine Reihe von Einsätzen speziell für alle standardisierten Labor-Reaktionsgefäße entwickelt. Dazu gehören ein Satz Standardeinsätze für Rundkolben von 50 ml bis 500 ml sowie Positionierungsplatten für Röhrchen und Phiolen. Die Verwendung von Gewichten und Dichtungen für die Kolbeneinsätze oder einer Glashaube für die Positionierungsplatten verhindert die Bildung von Eis zwischen den Glasgefäßen und dem FroSyn-Kühlblock. Darüber hinaus ist weiteres kundenspezifisches Kühlzubehör erhältlich, das verschiedene Anwendungen ergänzt, z.B. ein Haltemodul mit vier Positionen für die Batterieforschung und -entwicklung.



## LEISTUNG

Das Endprodukt wurde über mehrere Wochen hinweg bewertet um sicherzustellen, dass es die ursprünglich beschriebenen Anforderungen erfüllt.



In der Industrie und im akademischen Bereich wurde bereits eine Reihe von Geräten an Chemiker ausgeliefert, um Feedback zur Leistung zu erhalten. Dr. Karim Bahou von der John Bower Group an der Universität Liverpool erklärte:

*„Wir freuen uns sehr, dass wir kürzlich einen FroSyn für unser Labor erworben haben. Wir haben den FroSyn eingesetzt, um enantioselektive katalytische Reaktionen bei niedriger Temperatur für längere Reaktionszeiten durchzuführen. Durch die Verwendung des Phioleneinsatzes können wir mehrere parallele Reaktionen einrichten, um verschiedene Reaktionsbedingungen bei niedriger Temperatur gleichzeitig zu testen. Wenn wir Versuche hochskalieren möchten, können wir dies tun, indem wir einfach den Einsatz wechseln, um größere Kolben zu verwenden. Das ist eine saubere und übersichtliche Lösung, die nur einen kleinen Teil der Abzugshaube beansprucht – keine umständlichen Kühlbäder mehr!“*

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass das FroSyn-System eine eigenständige Lösung für die synthetische Chemie bei niedrigen Temperaturen bietet, ohne die Nachteile von Trockeneis- / Acetonbädern. Ganz gleich, ob Sie ein Screening im kleinen Maßstab oder eine Chargensynthese mit geringem Volumen verwenden, ermöglicht das System einen reproduzierbaren, unbeaufsichtigten Betrieb ohne Silikonölbäder oder große Mengen Trockeneis.

## KURZINFO JULABO

Die JULABO GmbH, gegründet 1967 in Deutschland, entwickelt anspruchsvolle Temperiertechnik und steht für Innovation und Kompetenz in diesem Bereich. Unsere mit modernster Regeltechnik ausgestatteten Geräte kommen dort zum Einsatz, wo höchste Temperaturgenauigkeit oder schnellste Reaktion auf Temperaturänderungen wichtig sind. Mehr als 600.000 installierte JULABO Geräte weltweit belegen die hohe Akzeptanz bei Anwendern in Forschung und Industrie. Mit bewährter Qualität „Made in Germany“ und schnellem und kompetentem Service durch Ansprechpartner vor Ort hat sich JULABO zu einem marktführenden Unternehmen für Temperierlösungen entwickelt.