

Zum Einsatz des Büchi Druckreaktors „midiclave“ bei der Synthese stark enantiomerenangereicherter Duftstoffe

Christian Dressel, Thomas Rödel

Hochschule Merseburg, Fachbereich Ingenieur- und Naturwissenschaften, Organische und Makromolekulare Chemie, Merseburg, DE

Duftstoffe finden in vielen Bereichen unseres täglichen Umfeldes Einsatz. Dabei handelt es sich in den meisten Fällen jedoch nicht um Reinsubstanzen sondern um Stoffgemische, bei denen oftmals nur wenige Prozent den gewünschten Sinneseindruck hervorrufen. Der Rest belasten Mensch und Umwelt unnötig, da viele synthetisch erzeugte Duftstoffe biologisch schwer abbaubar sind. Unsere Arbeitsgruppe beschäftigt sich mit Synthesoptimierungen – hier sollte ein Verfahren zu Herstellung stark enantiomerenangereicherter Duftstoffen im Labormaßstab etabliert werden (Abb. 1a). Enantiomere sind inkongruente spiegelbildliche Verbindungen, von denen meist nur eine der beiden eine positive Molekül/Rezeptor-Wechselwirkung hervorruft (Abb. 1b).

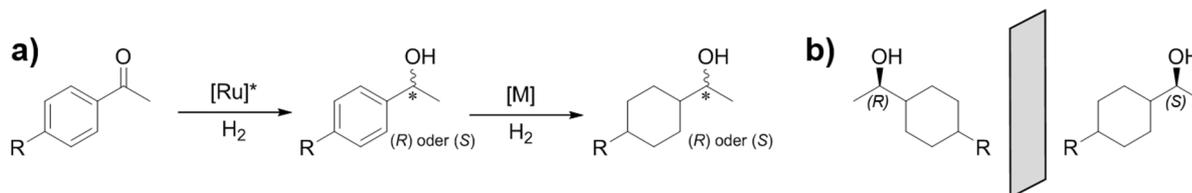


Abbildung 1. a) Syntheschema zur Herstellung enantiomerenangereicherter Duftstoffe. Die Zweistufensynthese umfasst eine asymmetrische Hydrierung mittels chiraalem Katalysator und eine Kernhydrierung mit gängigen Metall/Träger-Katalysatoren, b) Enantiomere verhalten sich wie Bild und Spiegelbild, die sich nicht in Deckung bringen lassen

Für die Durchführung der Synthesen wurde der „midiclave“ Druckreaktor von Büchi eingesetzt (s. Abb. 2a). Je nach Problemstellung wurde ein 1 Liter oder ein 250 Milliliter Druckgefäß am Autoklaven verwendet. Die exakte Temperaturregelung, ein leistungsstarker Rührantrieb mit Magnetkupplung (inkl. Drehzahlmessung) und die vollautomatische Hydrierstation [BPC2] ermöglichen die präzise Einstellung und Reproduzierbarkeit von Prozessbedingungen. Elektronisch gesteuerte Spülsequenzen und ein Bodenauslassventil gestatten darüber hinaus ein zeiteffizientes und sicheres Arbeiten. Zudem konnte der Fortschritt der Reaktionen mit Hilfe einer Probenentnahmeschleife zu unterschiedlichen Zeiten untersucht werden, was zu einem besseren Verständnis der ablaufenden Reaktionen führte.

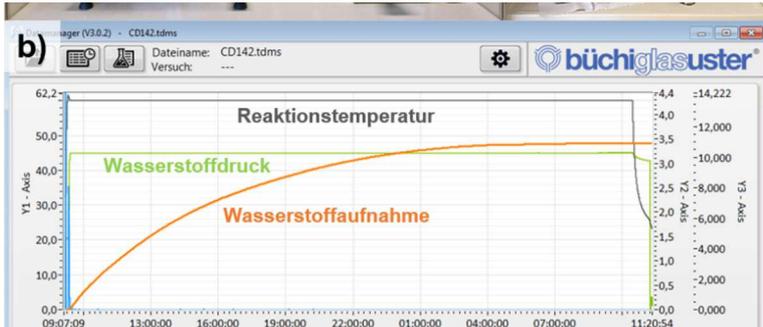


Abbildung 2. a) Midiclave Druckreaktor mit 1 l Gefäß und dazugehörige Steuereinheit, b) typische Hydrierkurven

Die Optimierung der Reaktionen erfolgte durch Veränderung des Drucks im Bereich von 10 bis 100 bar und der Temperatur im Bereich von 25 °C bis 200 °C. Nach Einfüllen der Reaktionsmischung in den Autoklaven wurde der Reaktionsraum inertisiert und mit dem Aktivgas Wasserstoff gespült. Nach Temperierung der Reaktionsmischung wurde der Wasserstoffenddruck eingestellt und die Reaktion elektronisch verfolgt (Abb. 2b). Durch Variation der Prozessparameter und Bewertung der jeweiligen Produktqualität mittel GCMS-Analytik konnten die optimalen Bedingungen für die Synthesen ermittelt werden. Diese Untersuchungen ermöglichen gezielte Synthese der geruchsbestimmenden Komponenten, wodurch zum einen qualitativ hochwertigere Duftstoffe mit >95% Reinheit erhalten werden und zum anderen ein ressourcenschonendes Herstellungsverfahren ermöglicht wird.



C3 PROZESS- UND
ANALYSETECHNIK