

## **REAKTIONSVERFOLGUNG MITTELS REAKTIONSKALORIMETRIE UND FTIR-SPEKTROSKOPIE**

In der industriellen Forschung und Entwicklung spielen möglichst kurze Entwicklungszeiten eines potentiellen Produkts bis zur Markteinführung eine wichtige ökonomische Rolle. Die Synthese von organischen Stoffen im Feinchemikalien- oder pharmazeutischen Bereich beinhaltet meist eine Vielzahl von Syntheseschritten, die alle mit einem möglichst optimalen Syntheseverfahren hinsichtlich Ausbeute, Qualität und Ressourcen durchgeführt werden können. Bei der Entwicklung dieser Verfahren spielt die Online-Verfolgung der chemischen Reaktionen gegenüber der einer Synthese nachgeschalteten Analytik eine zunehmende Rolle. Moderne Reaktionskalorimeter sind meist als Laborautomaten ausgelegt, die eine definierte Durchführung der Synthesen hinsichtlich wesentlicher Verfahrensparameter wie z.B. Temperatur, Druck, pH, Dosierung usw. erlauben. Die Reaktionskalorimetrie liefert als der Reaktionsgeschwindigkeit proportionale Größe den Wärmestrom, dessen Integration über die Zeit die Reaktionswärme bzw. den Wärmeumsatz ergibt. Anhand dieser Meßgrößen können wichtige Informationen und Schlußfolgerungen hinsichtlich des Reaktionsverlaufs gezogen werden. Der zeitliche Verlauf gibt Aufschluß über notwendige Reaktionszeiten, die Dosierkontrolle oder eine mögliche Akkumulation. Das ermittelte thermische Potential zeigt an, ob bei einem Syntheseschritt die Temperatur sich sicherheits- oder qualitätsrelevant auswirken kann. Bei entsprechend korrekter Charakterisierung des Kalorimeters (Zeitkonstanten, Wärmekapazität) ist eine thermokinetische Auswertung der Wärmestromkurven möglich. Die ermittelten Reaktionswärmen stellen allerdings oftmals Bruttoreaktionswärmen dar, die neben der eigentlichen Reaktionswärme Wärmetönungen aus Kristallisations-, Mischungs- oder Lösungsprozessen enthalten. Eine Trennung dieser Effekte ist meist schwierig oder unmöglich. Die zusätzliche Verfolgung der Synthesen über ATR-Sonden, die im Boden der Reaktoren eingebaut oder in das Reaktionsgemisch eintauchen können, gibt zeitaufgelöst den Verlauf der IR-Spektren. Dies ermöglicht die direkte Verfolgung von Strukturinformationen. Die gemessenen Absorptionen können mit der Konzentration von Komponenten korreliert werden, deren Verlauf wiederum kinetisch ausgewertet werden kann. Zusätzlich können spektrale Informationen über Intermediate und Zwischenstufen erhalten werden. Reaktionskalorimetrisch ermittelten Wärmeeffekten können mittels IR-spektroskopisch erhaltenen Strukturinformationen besser einzelne Reaktionsschritte zugeordnet werden. Die Anwendung der Kombination aus Reaktionskalorimetrie und FTIR-Spektroskopie soll anhand von Beispielen (Carbonylreaktionen, Grignardreaktion, elektrophile Substitution am Aromaten, Reduktion) gezeigt werden.