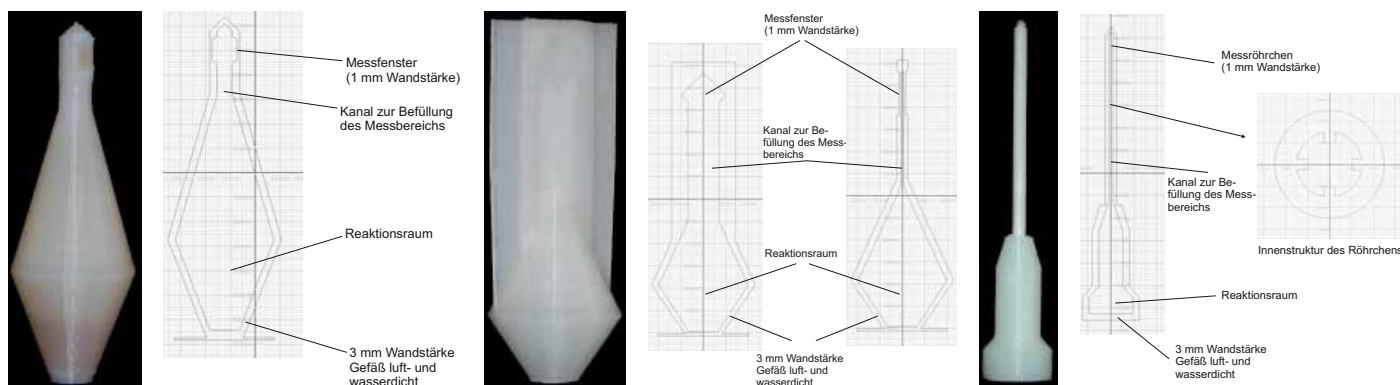


# 3D-gedruckte Reaktionsgefäße



## 3D-gedruckte Reaktionsgefäße - der Weg zum digitalen Labor

Die hier vorgestellten und vollständig 3D-gedruckten Objekte haben das Ziel, die Vorgehensweise und den Alltag in chemischen Forschungslaboratorien grundlegend neu zu gestalten. Dabei werden zwei einzigartige Optionen des 3D-Drucks genutzt:

- Die Möglichkeit, sehr komplex geformte Gegenstände in einem Stück zu fertigen
- Die Tatsache, dass der 3D-Druck „vor Ort“ durchgeführt wird

Das Prinzip der 3D-gedruckten Reaktionsgefäße beruht darauf, die Objekte direkt im Labor zu drucken und während Druckpausen mit Reagenzien zu füllen. Im Gegensatz zu konventioneller Fertigung entstehen so vollständig abgekapselte Systeme, welche über keine Öffnung (Undichtigkeit) mehr verfügen. Das Befüllen kann dabei nur in ein noch nicht final fertiges Objekt erfolgen, was mit anderen Herstellungsmethoden nicht vereinbar ist. Um die in Laboratorien üblichen Messungen zur Reaktionskontrolle durchführen zu können, werden angesetzte Messaufbauten (Küvetten) ebenfalls 3D-gedrukt. Dabei handelt es sich teilweise um komplexe Geometrien, die mit dem 3D-Druck problemlos realisiert werden können. Kontrollmessungen können nun direkt in dem 3D-gedruckten Objekt erfolgen, ohne dieses zu öffnen und Proben zu entnehmen. Über die Gestaltung einer inneren Gefäßgeometrie ist auch eine weiterführende Kontrolle z.B. über die Durchmischung der Komponenten denkbar.

## Prinzip

Die Idee hinter dem Konzept der 3D-gedruckten Reaktionsküvetten beruht darauf, die Option des 3D-Drucks zu nutzen, dass das Objekt „vor Ort“ erstellt wird. Dies steht in vollständigem Kontrast zu der bisherigen Vorgehensweise, Laborgeräte aus einem Standardkatalog zu beschaffen oder Spezialgeräte in fertiger Form von einem Glasbläser erstellen zu lassen. Stattdessen wird die gewünschte Geometrie eines Reaktionsgefäßes aus einer Datenbank geladen. Dabei wird die Entscheidung über die Größe des Reaktionsansatzes (Volumen) sowie die zu verwendende Messmethode (z.B. UV/Vis-, IR oder NMR-Spektroskopie) getroffen. Anschließend wird der 3D-Druck direkt im Labor gestartet. Zu einem geeigneten Zeitpunkt (i.d.R. nachdem der Druck des Reaktionsraumes zu 2/3 fertig gestellt wurde) wird der 3D-Druck pausiert und das Gefäß mit den Ausgangschemikalien für eine gewünschte Reaktion befüllt (s. Abb. 1). Schließlich wird der Druck exakt an der pausierten Position wieder aufgenommen (ggf. zur Einfüllung weiterer Komponenten wiederholt pausiert) und finalisiert.

Insgesamt wird so ein vollständig gekapseltes Reaktionsgefäß, befüllt mit allen notwendigen Chemikalien, ohne jede Öffnung zur Umgebung erzeugt. Um die üblichen analytischen Methoden ohne Umbauten an Spektrometern und anderen wissenschaftlichen/technischen Geräten zu ermöglichen, können die angesetzten 3D-gedruckten Messaufbauten durch eine 180° Drehung des Gefäßes mit der Reaktionslösung befüllt werden.

## Vorgestelltes Produkt

3D-gedrucktes kombiniertes Reaktions- und Messgefäß für die:

1. Infrarot (IR)
2. Durchlicht (UV/VIS) und
3. Kernresonanz (NMR) Spektroskopie



## Ausgangssituation

Die altbekannte Vorgehensweise in Laboratorien an Hochschulen und in der Industrie basiert auf der Verwendung von Standardgefäßen („Kolben“), welche in verschiedenen Formen und Größen verfügbar sind. Dies wird kombiniert mit Standard-Aufsätzen (z.B. zur tropfenweisen Zugabe von Komponenten) sowie der Probennahme zur Reaktionskontrolle. Hierbei werden geringe Mengen („Proben“) der Produktmischung aus dem Kolben entnommen und in ein geeignetes Messgefäß überführt. Nach der Untersuchung der Probe („Messung“) wird über den Fortschritt der Reaktion entschieden. Diese Vorgehensweise mit ihren standardisierten Gefäßen stößt an verschiedenen Punkten an ihre Grenzen. Z.B. ist die Handhabung von heutzutage alltäglichen luftempfindlichen, oft an Luft selbst entzündlichen, Chemikalien nicht trivial. Dabei wird meist in einer sog. Handschuhbox unter einer Schutzgas-Atmosphäre der Kolben mit allen Komponenten befüllt, anschließend aus der Handschuhbox ausgeschleust, einer Reaktionsführung (Rühren und Heizen) unterworfen. Anschließend erfolgt (meist wiederholtes) Einschleusen, eine Entnahme einer kleinen Probe, das luftdichte Verschließen der Probe in einem Messröhrchen und das Wiederverschließen des Kolbens und das Ausschleusen der Probe (zur Messung) und des Kolbens (zur weiteren Reaktionsführung). Diese Vorgehensweise ist zwar Routine, aber dennoch komplex und zeitaufwändig sowie fehleranfällig, da eine einmalige Kontamination mit Luft die z.T. wochenlang laufende Reaktion irreversibel schädigt.

Noch aufwändiger ist die Untersuchung der direkten Mischung von Komponenten im Messgerät selber. Dies ist bei sehr schnellen Reaktionen u.a. zur Aufklärung von Reaktionsverläufen von Interesse. Da die Messgefäße zur Untersuchung von Proben und nicht zur Mischung von Komponenten ausgelegt sind, bedingt dies i.d.R. komplexe Umbauten an den Messgefäßen oder den Spektrometern selber. Insbesondere in der Kombination der Untersuchung von hochreaktiven Chemikalien in teuren Messgeräten (typisches Beispiel die Kernresonanz-Spektroskopie als aussagekräftigste Methode der modernen organisch-chemischen Analytik) sind derartige Umbauten nur mit großem Planungsaufwand zu realisieren, da nur wenige dieser dauerhaft ausgelasteten Messgeräten mit Anschaffungskosten im 7stelligen Bereich zur Verfügung stehen, die dann für andere Messungen blockiert sind. Die hier dargestellte und erfolgreich angewandte Vorgehensweise beruht auf dem 3D-Druck von hochoptimierten Reaktionsgefäßen, welche die Reaktionsführung und die Analytik (Messungen) miteinander verbinden. Dabei besteht weiterhin die Option, über die innere Struktur der Reaktionsgefäße Kammern einzuführen, um ein Mischen der Komponenten im Messgefäß zu realisieren.

Abb. 1. Foto einer nahezu fertig gestellten NMR-Messröhrchen/Spinner Kombination (der untere Teil wurde mit der Reaktionslösung befüllt).