

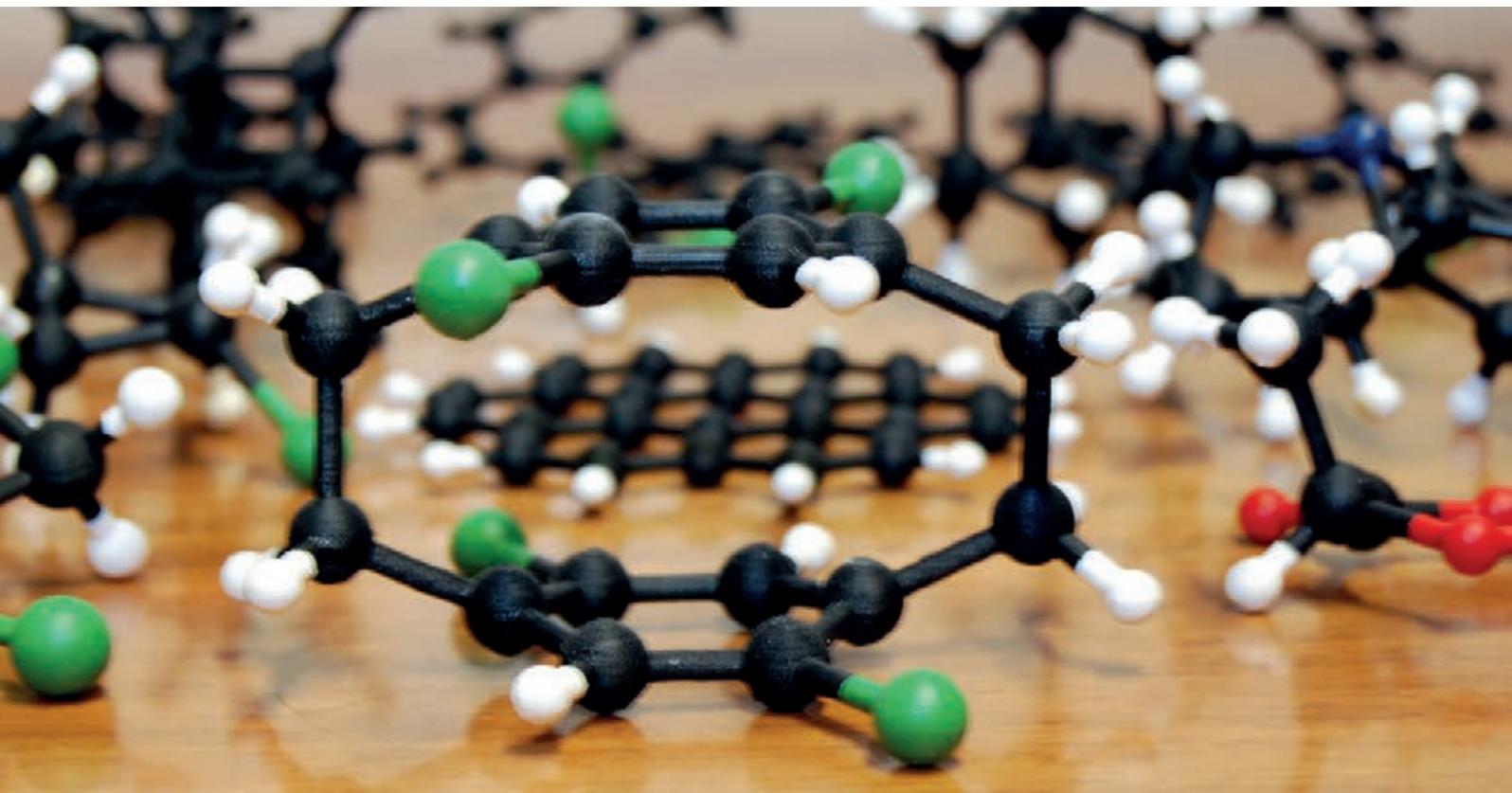
Prof. Dr. Eike
Hübner, Institut
für Organische
Chemie

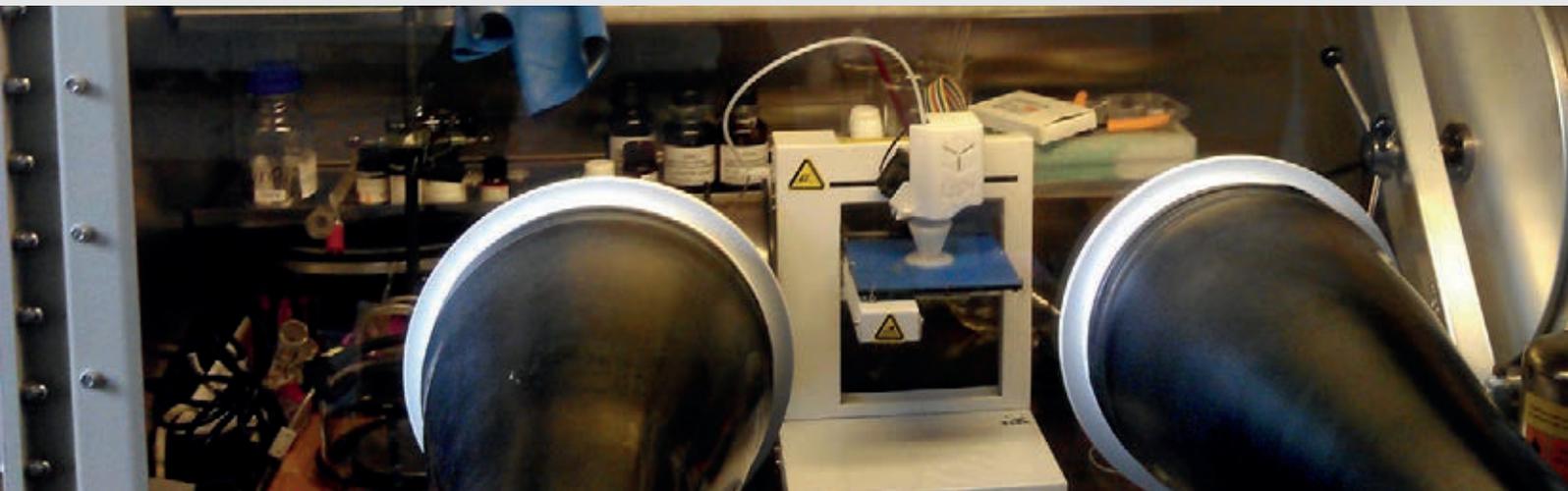
1.7 FDM-3D-Druck unter Schutzgasbedingungen

Die Technologie des 3D-Druckens erobert nach und nach immer weitere Bereiche des Alltags, der industriellen Fertigung und der unterschiedlichsten Forschungsgebiete. Während vor einigen Jahren der 3D-Druck noch als exotische Spielerei galt, hat sich das Konzept, auf den jeweiligen Einzelfall optimierte Objekte darstellen zu können, nicht zuletzt auch wegen der immer breiteren Verfügbarkeit und gesunkenen Kosten von 3D-Druckern, immer mehr durchgesetzt. Mittlerweile werden bereits mechanisch belastbare Komponenten wie Bauteile von unbemannten Flugzeugen mittels 3D-Druck erzeugt. Je nach Anwendungszweck existieren unterschiedliche „Druckmethoden“, die in sich in ihren Kosten, dem Aufwand und der Qualität der erzeugten Objekte deutlich unterscheiden. Als ausgesprochen kostengünstige Methode hat sich das „Fused Deposition Modeling“ (FDM) durchgesetzt, bei dem ein Strang aus dem Kunststoff-Rohmaterial aufgeschmolzen und schichtweise auf einer Grundplatte aufgetragen wird und dabei dreidimensionale, massive oder hohle Objekte erzeugt.

Am Institut für Organische Chemie der TU Clausthal wurde der 3D-Druck zuerst unterstützend in der Lehre eingesetzt. Dabei wurde eine Arbeitsumgebung erschaffen, in welcher der gesamte Workflow etabliert wurde, um ausgehend von mittels quantenchemischer Methoden berechneter oder mittels Röntgenstrukturanalyse bestimmter Strukturen 3D-Modelle aus Polylactid „ausdrucken“ zu können. Im Rahmen eines aus Studienqualitätsmitteln geförderten Projekts konnte so die gesamte Vorlesung der „Stereochemie“ mit anschaulichen und vor allem exakt skalierten und detailgenauen Modellen versorgt werden, die ein tieferes Verständnis für sterische Einflüsse und stereochemische Phänomene erlauben.

Aufbauend auf diesen Erfahrungen wuchs die Idee, 3D-gedruckte Reaktionsgefäße in der chemischen Forschung einzusetzen. Erstmals wurde dazu ein speziell für diesen Anwendungszweck angeschaffter FDM-Drucker in die Schutzgasatmosphäre einer Glove-Box eingebracht. Nach der Realisierung der Ansteuerung des Druckers in dieser abgeschotteten Umgebung und





dem Design geeigneter Reaktionsgefäße konnte so unter dem Ausschluss von Sauerstoff gedruckt werden. Dabei wurde in Kooperation mit dem Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik eine signifikante Steigerung der mechanischen Stabilität der gedruckten Objekte verglichen mit einem Druck unter „Normalbedingungen“ festgestellt. In Kooperation mit dem Institut für Anorganische und Analytische Chemie konnte aufgeklärt werden, dass diese höhere Stabilität nicht durch eine veränderte Kristallinität der Polymere hervorgerufen wird. Somit wird die höhere Stabilität wahrscheinlich durch eine bessere Haftung der extrem dünnen Schichten aufeinander, die durch die Unterdrückung von Oxidationsprozessen während des Druckes erreicht wird, verursacht. Daraus ergibt sich die Option, durch die vergleichsweise einfache Flutung der Druckkammer von FDM-Druckern mit Stickstoff Objekte erhöhter Stabilität erzeugen zu können.

In der abgeschlossenen Schutzgasatmosphäre der Glove-Box konnten Reaktionsgefäße und Küvetten gedruckt und während kurzer Pausen des Drucks mit hochreaktiven Reagenzien befüllt werden. Nach der Beendigung des Drucks können die Gefäße ausgeschleust und unter Erhalt der Schutzgasbedingungen in ihrem Inneren auf die für chemische Reaktionen notwendige Temperatur gebracht werden. Durch speziell für die Anwendung designte Reaktionsküvetten kann die Reaktion dabei ohne Öffnung des Gefäßes mittels IR-, UV/VIS- oder NMR-Spektroskopie untersucht werden. Durch Vergleichsmessungen konnte dabei die analytische Eignung für die genannten Metho-

den sowie in Kooperation mit dem Institut für Physikalische Chemie die Anwendbarkeit für die Fluoreszenzspektroskopie aufgezeigt werden. Dabei erfolgte die Anwendung dieser spektroskopischen Methoden erstmalig in gedruckten Küvetten. Nach Test- und Nachweisreaktionen, welche der Untersuchung der Sauerstoffdichtigkeit der gedruckten Gefäße, der Stabilität und der Lösungsmittelverträglichkeit galten, stehen Gefäße mit einer Druckstabilität bis ca. 5 bar, einer Temperaturstabilität bis 100 °C, einer Dichtigkeit gegenüber der Eindiffusion von Sauerstoff und Wasser von mehreren Wochen und einer Stabilität gegenüber den meisten organischen Lösungsmitteln zur Verfügung. Dementsprechend gelang es schließlich, in Gefäßen aus Acrylnitril-Butadien-Styrol Synthesen mit hochreaktivem Trimethylaluminium durchzuführen, während der Reaktion spektroskopisch zu verfolgen und den Nutzen dieser Methode mit der Darstellung neuer Verbindungen unter Beweis zu stellen. Ebenso konnten kontrolliert radikalische Polymerisationen von Styrol in den Gefäßen durchgeführt werden. Durch die Verwendung von Gefäßen aus einem Nylon-Copolymer konnte mit dem ebenfalls hochreaktiven tert-Butyllithium gearbeitet werden. Aktuell laufen moderne, Palladium-katalysierte Reaktionen in einem Satz aus optimierten und routinemäßig druckbaren Reaktionsküvetten.

Die erhaltenen Ergebnisse stießen sowohl in der chemischen wie auch in der 3D-Druck Gemeinde auf großes Interesse, so dass sie kurzfristig publiziert wurden und mit Hilfe der frei zur Verfügung gestellten Druckdateien eine breitere Anwendung finden können.