

フロー型マイクロ波加熱装置による 有機材料の高効率合成

研究のポイント

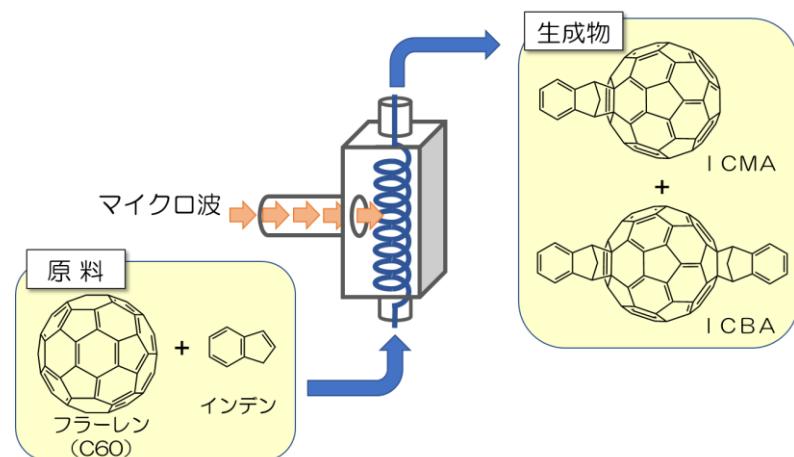
- フロー型マイクロ波加熱技術を発展させ低極性溶媒中でも高温反応が可能に。
- 加熱で変化する溶媒の誘電特性に合わせてマイクロ波の周波数をフィードバック制御。
- モデル反応としてフラレン誘導体合成において、10倍の生産性向上を実証。

研究のねらい

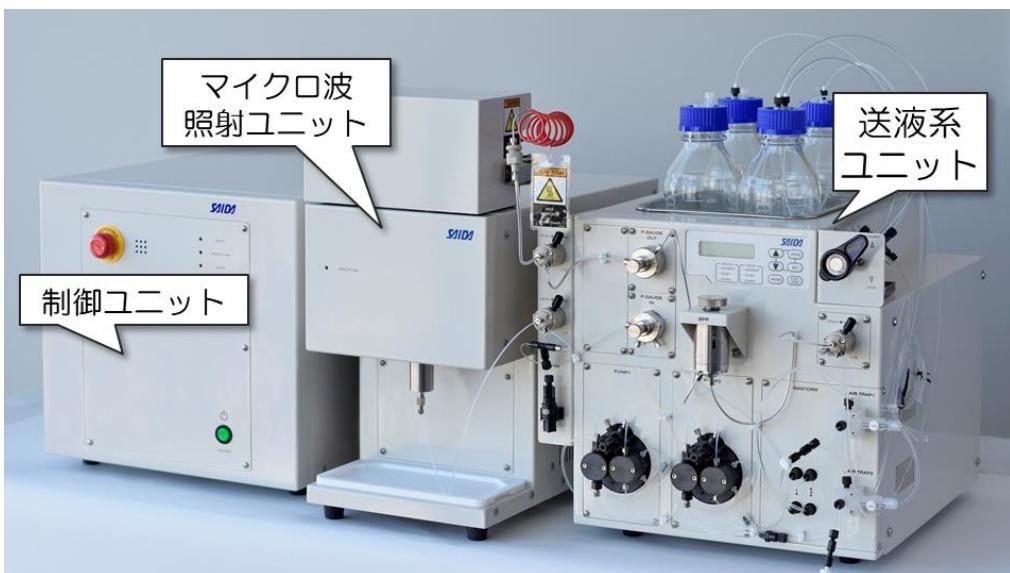
近年、チューブなどの流路に溶液を流しながら連続的に化学反応を起こすフロー合成が注目を集めています。また、有機合成の新たな技術として、特定の物質を選択的かつ急速に加熱できるマイクロ波加熱が注目されています。しかしこれまで反応液の状態に応じた適切なマイクロ波照射が困難であったため、小さな反応容器を用いたバッチ反応での利用が主流でした。そこで、温度で変化する照射対象の反応溶液の誘電特性や温度などの状態に対応して、マイクロ波のエネルギーを適切に制御でき、効率的な連続合成が行えるフロー型のマイクロ波合成装置を開発しました。

研究内容

各種の有機合成反応に対応できるように装置を改良し、共振周波数をISM周波数帯域内に保ったまま、従来の有機合成で広く利用されているトルエンやキシレンなどの低極性溶媒の加熱が可能になりました。また、合成の実証試験として有機半導体材料として知られるフラレン誘導体の連続合成に取り組み、1時間の運転で0.74 gの連続生産ができました。



フラレン誘導体連続合成の模式図



フロー型マイクロ波合成装置

方法	溶媒	温度 (°C)	収率 (%)		生産性 (g/h)	流速 (mL/min)	
			ICMA	ICBA			
従来法A	バッチ・マイクロ波加熱	o-DCB	180	35	62	0.04	-
従来法B	フロー・ヒーター加熱	o-DCB	200	ND	54	0.07	0.1
本研究条件①	フロー・マイクロ波加熱	トルエン	190	ほぼ一定 57	19	0.01	0.9
本研究条件②	フロー・マイクロ波加熱	o-キシレン	190	52	24	0.13	0.9
本研究条件③	フロー・マイクロ波加熱	o-キシレン	270	57	17	0.74 生産性up!	4.8

フラレン誘導体の従来の報告例と今回の結果