

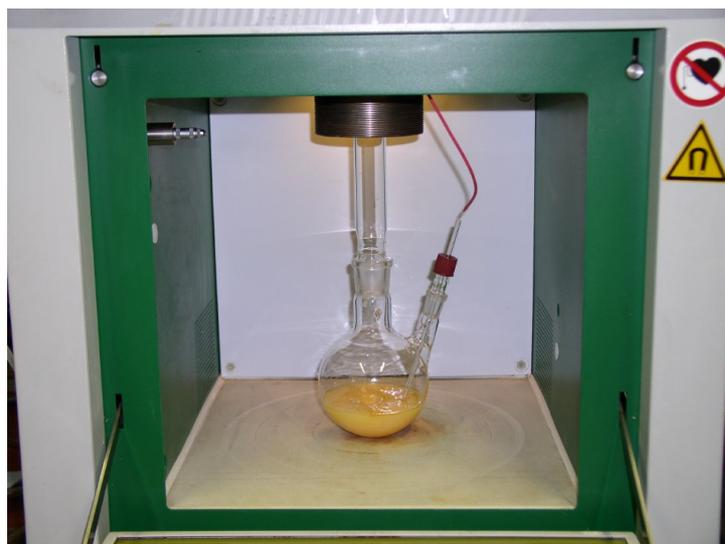


Technische Anleitung

Standarddruckfluss-Apparatur im Mikrowellensystem

Die Versuchsbedingungen eines Mikrowellenexperiments hängen von den technischen Daten des Mikrowellengeräts ab. Um exakte Anleitungen für erfolgreiche und sichere Mikrowellenreaktionen im organisch-chemischen Praktikum erstellen zu können, musste für die Ausarbeitung der NOP Laborexperimente ein Gerät ausgewählt werden. Alle Versuche wurden mit dem Gerät ETHOS 1600 bzw. ETHOS MR der Firma MLS GmbH, Leutkirch, durchgeführt. Das Gerät erfüllt alle an die Sicherheit und Technik gestellten Ansprüche für Laborexperimente. Die folgende technische Anleitung zur Benutzung einer Standarddruckfluss-Apparatur (SRA) im Mikrowellensystem bezieht sich nur auf dieses Gerät und passendes Zubehör. Prinzipiell sind alle im NOP beschriebenen Mikrowellenversuche aber natürlich auch mit anderen Mikrowellengeräten anderer Hersteller durchführbar. Leistungs- und Versuchsparameter, technische Anleitungen und Sicherheitshinweise müssen dann überprüft und entsprechend angepasst werden.

Bild 1: SRA mit 500 mL-Zweihalskolben im Mikrowellensystem ETHOS MR



Die eingesetzten Mikrowellensysteme gestatten die Nutzung von Glasapparaturen, welche in Analogie zu den klassischen Laborapparaturen aufgebaut sind und prinzipiell die gleiche Variationsbreite zulassen.



Bei Einsatz von Mikrowellen als Energiequelle ist die Verwendung von **Metallgegenständen** (Spatel, Klammern, Folien, Quecksilberthermometer usw.) im Mikrowellenraum während des Energieeintrages strikt zu vermeiden. Ausnahmen sind Magnetührstäbe mit Abmessungen von weniger als 30 mm, da diese dimensionsbedingt keine Mikrowellenenergie aufnehmen und auch kein Potential aufbauen.

Die **Temperaturmessung** erfolgt bei allen Reaktionen mit faseroptischen Sensoren, welche für die hier diskutierten Reaktionen eine genügend hohe Genauigkeit zeigen und auch im Mikrowellenfeld einwandfrei funktionieren. Die Anwendung von Quecksilberthermometern ist verboten.

Die Reaktionsgemische können **mit Magnetührern oder mit üblichen KPG-Rührern** gerührt werden. Die hier beschriebenen Reaktionen werden mit Magnetührern durchgeführt.

Die Mikrowellensysteme sind mit **Öffnungen** ausgestattet, welche die Durchführung von Glasrohren aber auch von Messleitungen (faseroptische Sensoren, Drucksensoren) und Kunststoffschläuchen (bevorzugt Teflon) ermöglichen. Die Zentralöffnung (Durchmesser 30 mm) ist mit einem Edelstahlschutzrohr versehen, welches sicher den Austritt von Mikrowellenstrahlung verhindert und gleichzeitig durch die am Ende des Rohres angebrachte Verschraubung die Fixierung von Glasapparaturen ermöglicht.

Der Aufbau der Apparatur und der Einbau in das Mikrowellensystem ist in der folgenden Bildfolge in 5 Schritten dargestellt.



1. Schritt:

Die Teflonschale **2** wird zentral in den Mikrowellenraum eingestellt und das Glasübergangsröhr **3a** wird in die Zentralöffnung eingeführt und mit der Verschraubung **3b** locker fixiert. Üblicherweise sind die Glasübergangsröhre mit je einem NS 29 Kern (im Mikrowellenraum) und einer NS 29 Hülse versehen. Die Verwendung von Verzweigungen (ähnlich einem Claisen-Aufsatz) außerhalb des Mikrowellenraumes ist möglich und gestattet die breite Variation der Glasapparaturen analog den klassischen Glasapparaturen.

Bild 2: Teflonschale zur Aufnahme des Reaktionskolbens

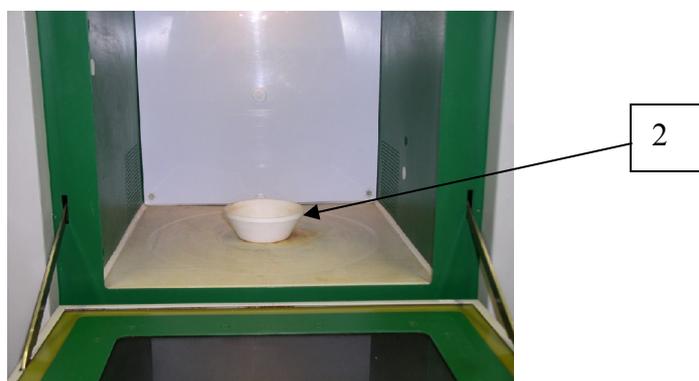
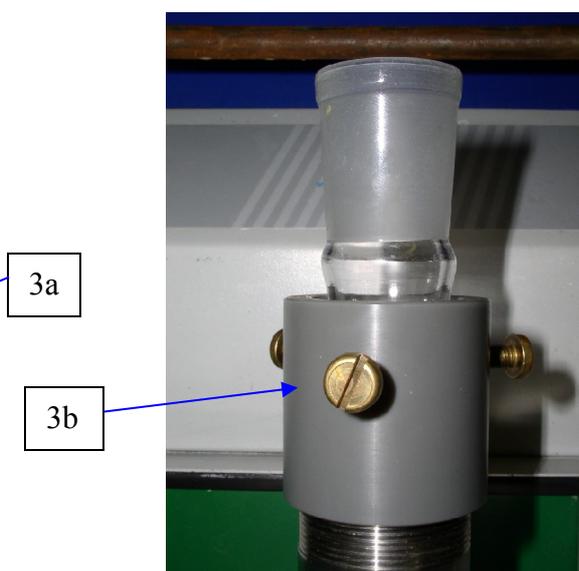


Bild 3a: Glasübergangsröhr zwischen Mikrowellenraum und Außenraum



Bild 3b: Detailaufnahme der Verschraubung am Ende des Edelstahlrohres



2. Schritt:

Der Reaktionskolben **4** (üblicherweise ein Zweihalskolben) wird in die Teflonschale gestellt und mit dem Glasübergangrohr verbunden (Bild 4a). In den von uns verwendeten ETHOS-Systemen können Kolben von 50 mL bis 2,5 L Norminhalt problemlos installiert werden. Der zweite Kolbenhals (NS 14,5) wird mit einem Gewinderohr **4a** (Kern NS 14/23 □ GL 14) versehen. Dieses enthält ein an der Gewindeseite mit einer Teflondichtung verschraubtes, am inneren Ende abgeschmolzenes Glasrohr (ID 2 mm) (Bild 4c) zur Aufnahme des Temperatursensors **4b**.

Bild 4a: SRA mit 250 mL-Zweihals-Kolben im Mikrowellenraum

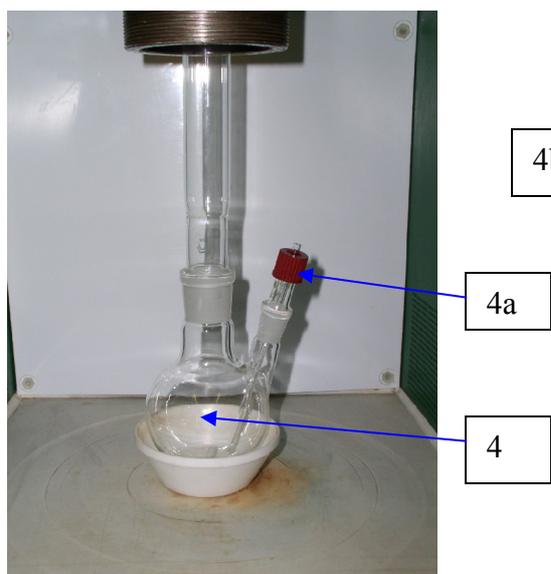


Bild 4b: Einbau des faseroptischen Sensors

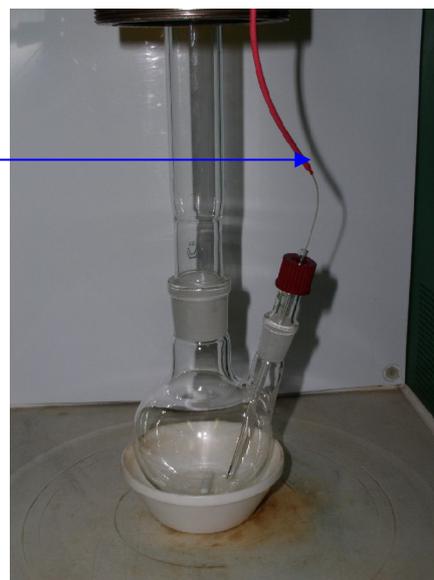


Bild 4c: Gewinderohr mit Glasschutzrohr





Es bietet sich an, das Reaktionsgemisch bereits an dieser Stelle im Kolben vorzulegen. Die Zugabe weiterer Substanzen über Tropftrichter von außen (Claisen-Aufsatz) ist problemlos möglich.

3. Schritt:

ACHTUNG, die Handhabung des faseroptischen Sensors verlangt große Vorsicht – nicht knicken, nicht über scharfe Kanten ziehen!

Der Temperatursensor wird in das Glasrohr eingefädelt und bis zum unteren Ende des Glasrohres vorgeschoben. Es ist darauf zu achten, dass das Glasrohr mit Sensor in das Reaktionsgemisch eintaucht und dass der Magnetrührer nicht gegen das Glasrohr schlägt. Die Tür des Mikrowellenraumes wird verschlossen.

Bild 5: Aufsetzen des Rückflusskühlers



4. Schritt:

Der Rückflusskühler wird auf dem äußeren Ende des Glasübergangrohres installiert, mit einer handelsüblichen Kühlerklemme am Stativ gehalten und die gesamte Apparatur ausgerichtet und fixiert.



5. Schritt:

Zum Starten der Reaktion wird das Gerät eingeschaltet, am PC, der die Mikrowelle steuert, wird das Programm „easywave“ geöffnet und im Fenster „MW-Programm“ der Ablauf des Temperaturprogramms der Reaktion festgelegt.

Die entsprechenden Daten sind beispielhaft für die Kondensation von Harnstoff mit Benzoin in Tabelle 1 zusammengestellt:

Tabelle 1:

Programmschritt	Zeit	Leistung	Temperatur 1	Temperatur 2	Druck
1	5 min	900 W	220 °C	0 °C	0 bar
2	5 min	900 W	220 °C	0 °C	0 bar
Ventilation	10 min	0 W	Raumtemperatur	0 °C	0 bar

Bei nicht vorhandenem Sensor (Druck) oder ausgeschalteter Messung (Temperatur 2) wird der Wert im Programm auf 0 gesetzt. Mit oben genannten Programmdateien wird in einem 1. Programmschritt der Leistungseintrag so gesteuert, dass innerhalb von 5 min 220 °C erreicht werden. Im 2. Schritt werden die 220 °C für 5 min gehalten. Die Ventilationszeit dient der Abkühlung des Reaktionsgemisches.

Die Einstellung der Starttemperatur vor Programmstart auf die aktuelle vom Sensor gemessene Temperatur erfolgt durch Doppelklicken (linke Maustaste) des Icons „Starttemperatur“.

Zum Starten des Programmes wird das Fenster „System“ geöffnet, die Felder „Twist CTRL“ und „T1 CTRL“ aktiviert, durch Betätigen des „Start“-Icons das System aktiviert und der Rührerantrieb (wenn vorhanden und wenn Magnetrührer benutzt werden) auf 80 % der Maximalleistung eingestellt. Das MW-Programm läuft ab.

In Abbildung 1 ist beispielhaft ein Programmablauf der Reaktion von Benzoin mit Harnstoff dargestellt. Die zeitliche Entwicklung von Temperatur und Leistungseintrag ist im Fenster „Graphic“ zu verfolgen. Am Programmende (hier nach 21 min) schaltet das Gesamtsystem



ab. Das Programm und die graphische Darstellung der Programmablauf kann unter dem Fenster „File“ gespeichert und/oder gedruckt werden.

Nach Ende des eingestellten Temperaturprogramms, einschließlich Ventilationszeit, wird der Mikrowellenraum geöffnet, die Schritte 4 bis 2 werden in umgekehrter Reihenfolge durchgeführt und der Reaktionskolben wird entnommen. Die Reaktionsgemische werden wie unter den detaillierten Vorschriften angegeben aufgearbeitet.

Abbildung 1: Programmablauf der mikrowellen-assistierte Reaktion von Benzoin mit Harnstoff (0,1 mol Benzoin, 0,15 mol Harnstoff)

