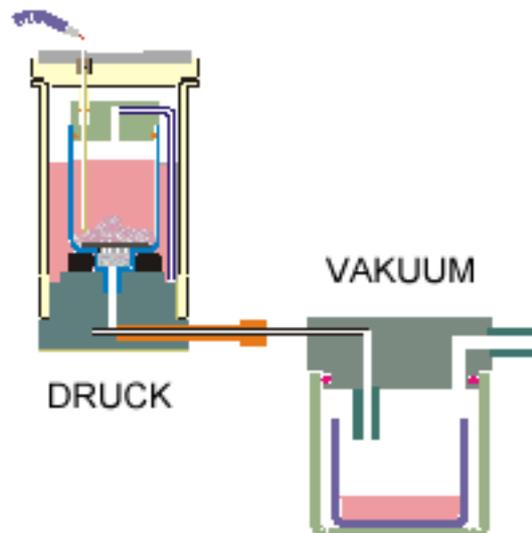


Technische Anleitung

Heiß-Extraktions-Filtrations-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 Verwendung einer speziellen Heiß-Extraktions-Filtrations-Apparatur im Mikrowellensystem bezieht sich auf das Zusatzgerät HEF 270. 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.

Abb. 1: Prinzipskizze des Heiß-Extraktions-Filtrations-Systems HEF 270



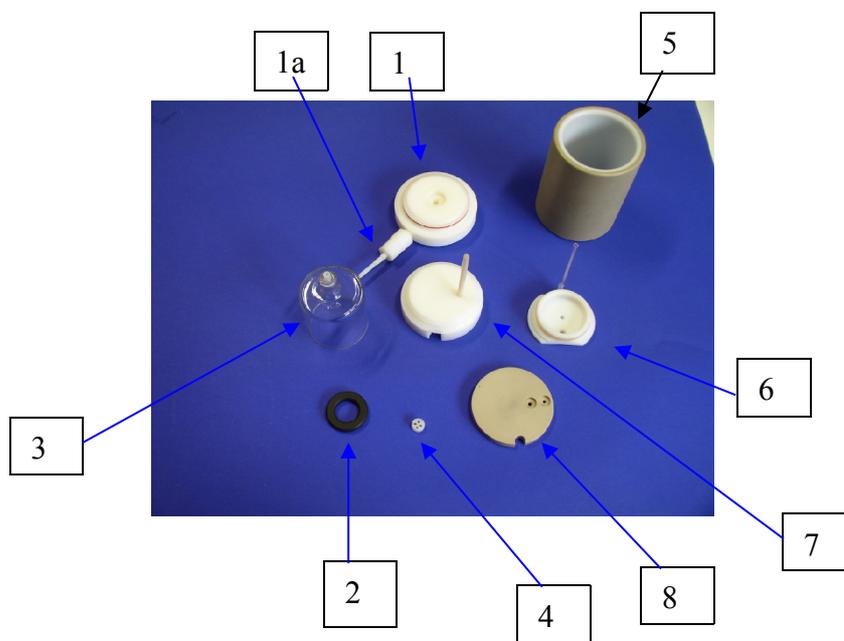
Bei der Heiß-Extraktions-Filtrations-Apparatur HEF 270 besteht das Rotorsystem aus maximal 6 Einzelreaktoren mit einem Fassungsvermögen von je max. 15 g Extraktionsgut und bis zu 150 ml Extraktionsmittel. Das Innengefäß steckt mit seiner Bodenöffnung in einer Grundplatte und ist dabei lediglich über ein Heberrohr mit dem Außengefäß verbunden. Der heiße

Extrakt kann über ein Schraubventil in der Bodenplatte durch Eigendruck (Extraktionstemperatur über dem Siedepunkt des Extraktionsmittels bei Normaldruck) oder durch Anlegen eines leichten Vakuums entnommen und in das Auffangsystem überführt werden.

Nach Einbau des Filters wird das Extraktionsgut im Innengefäß eingewogen, Innen- und Außengefäß werden mit der Grundplatte verbunden und das Extraktionsmittel in beide Gefäße eingefüllt. Das Material im Außengefäß dient dabei zum Spülen bzw. Nachwaschen des Extraktionsgutes bei Entleerung am Ende des Prozesses. Der Reaktor wird mit einem Tellerfedermechanismus verschlossen, im Rotor druckfest eingebaut und im Mikrowellenfeld behandelt. Der Einsatz eines Magnetrührers in jedem Einzelreaktor ist möglich. Zur Unterstützung der Energieverteilung und als Wärmeüberträger bei Nutzung unpolarer Extraktionsmittel können ein Ring oder mehrere Ringe aus Weflon® (mit Kohlenstoff gefülltes Teflon) in jeden Reaktor eingebaut werden.

Der Aufbau der Apparatur und der Einbau in das Mikrowellensystem ist in der folgenden Bildfolge in 12 Schritten dargestellt.

Bild 1: Einzelteile des Extraktionsreaktors



- Legende:
- 1 ... Grundplatte mit Schraubventil **1a**
 - 2 ... Weflonring
 - 3 ... Glasinnengefäß
 - 4 ... Filterhalter



- 5 ... Reaktoraußenwand – Druckmantel
- 6 ... Deckel für Glasinnengefäß mit Heberrohr und Bohrung für Faseroptikmantel
- 7 ... Außengefäßdeckel mit Faseroptikmantel
- 8 ... Druckdeckel mit Einbauanpassungen

Bild 2: Innengefäß mit Weflonring auf Grundplatte gesteckt



1. Schritt:

Der Weflonring 2 wird zentriert auf die Grundplatte 1 gelegt und das Glasinnengefäß 3 durch die Bohrung des Weflonrings in die Mittelbohrung der Grundplatte gesteckt. Es ist darauf zu achten, dass das Schraubventil 1a in der Grundplatte geschlossen ist.

Bild 3:
Einbau des Filters (Ansicht von oben)



Bild 3a:
Detailaufnahme des Glaswollepfropfens



2. Schritt:

Eine der Größe der Aussparung am Boden des Glasinnengefäßes angemessene Menge Glaswolle wird mit Hilfe eines Glasstabes vorsichtig in die Aussparung gedrückt, zu einem Pfropfen geformt und mit dem Filterhalter **4** fixiert. Dazu wird der Filterhalter auf den Glaswollepfropfen aufgesetzt und per Hand nach unten gedrückt. Dabei soll ein merkliches Einrasten in der Aussparung zu merken sein.

Bild 4: Extraktionsgut im Glasinnengefäß



Das zu extrahierende Material (in Bild 4 Muskatnusspulver) wird abgewogen und mit 40 ml Extraktionsmittel (hier Ethanol) in das Glasinnengefäß gegeben. Zur besseren Vermischung ist der Einsatz eines Magnetrührers im Extraktionsgefäß möglich, welcher in das Glasinnengefäß gegeben wird.

Bild 5: Aufsetzen des Glasinnengefäßdeckels mit Heberrohr

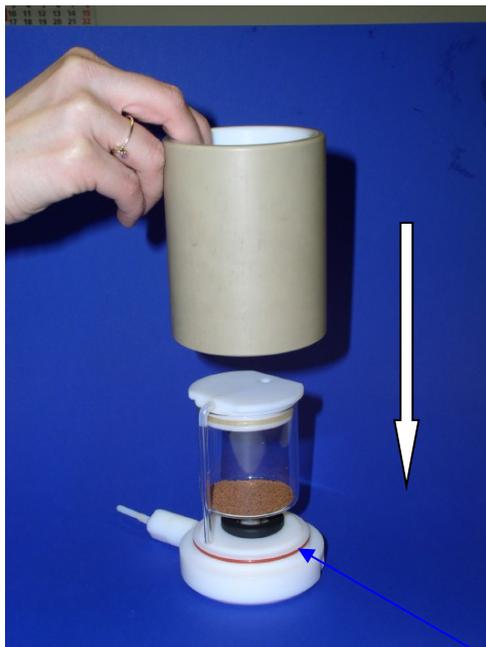


6a

3. Schritt:

Das Glasinnengefäß wird mit dem Deckel **6** verschlossen. Dabei ist darauf zu achten, dass das Heberrohr **6a** nicht beschädigt wird und knapp über dem Boden endet.

Bild 6: Aufsetzen der Reaktoraußenwand



1b

Bild 6a: Reaktoransicht von oben nach Aufsetzen der Außenwand



4. Schritt:

Die Reaktoraußenwand wird aufgesetzt. Auf eine unbeschädigte Bodendichtung **1b** ist zu achten. Zwischen Reaktorinnengefäß und Außenwand werden weitere 40 – 60 ml Extraktionsmittel (Ethanol bei Extraktion von Muskatnusspulver) eingefüllt. Diese Menge dient zum Waschen des Extraktionsgutes bei Entleerung des Reaktors.



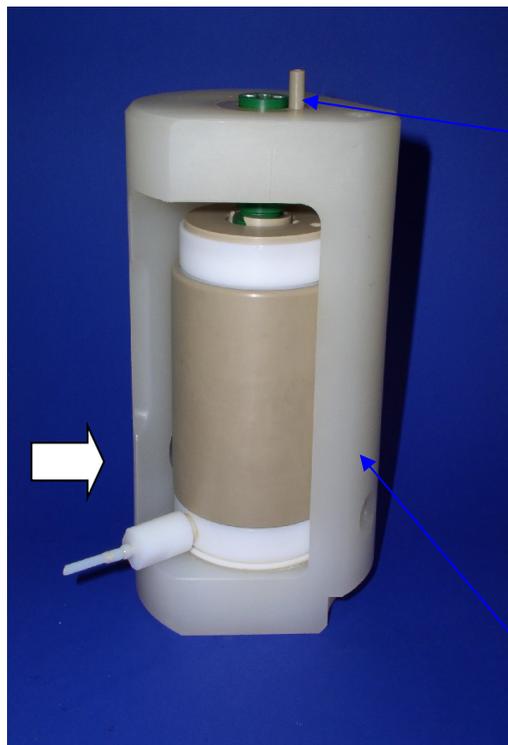
Bild 7: HEF-Reaktor, komplett

5. Schritt:

Durch Aufsetzen des Außengefäßdeckels 7 und des Druckdeckels mit Einbauanpassungen 8 wird der Reaktor komplettiert. Zu beachten ist, dass in einem Reaktor eine faseroptische Temperaturmessung installiert wird, für die das druckfeste Keramikschutzrohr vorgesehen ist, welches sich an einem der Außengefäßdeckel befindet.

Bild 8: Einbau des Reaktors in das Rotorsegment

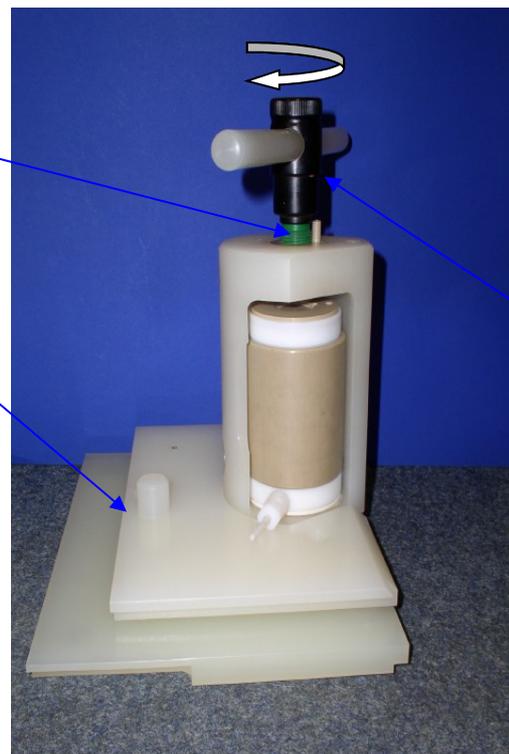
Bild 8a: Verschrauben des Reaktors mit dem Rotorsegment



10

11

9



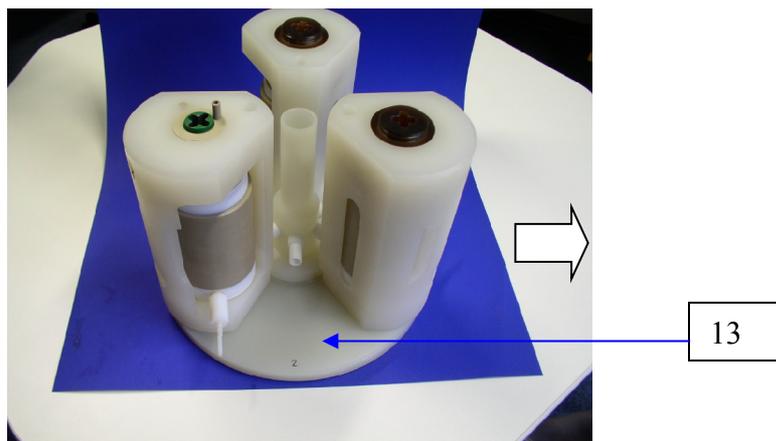
12



6. Schritt:

Der Reaktor wird in das druckfeste Rotorsegment **9** eingeschoben, bis die am Reaktor vorhandenen Aussparungen in die am Rotorsegment befindlichen Zapfen einrasten. Durch Anziehen der Kopfschraube **10** mit Hand wird der Reaktor im Rotorsegment fixiert, anschließend in die zweiteilige Segmentplatte **11** eingestellt und mit dem Verschlusswerkzeug **12** druckdicht verschlossen. Dabei ist das Gleiten der Segmentplatte beim Anziehen der Kopfschraube auf üblichen Labortischen ein Zeichen für druckdichten Verschluss.

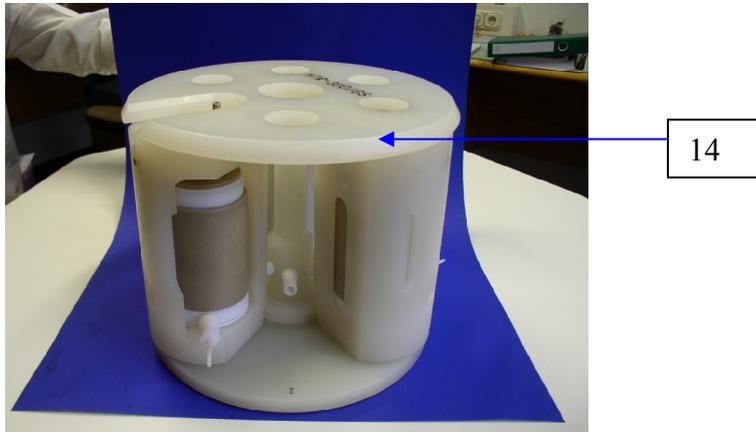
Bild 9: Montage dreier Rotorsegmente auf der Grundplatte



7. Schritt:

Die nach Schritt 1 bis 5 vorbereiteten Segmente werden auf die Grundplatte **13** so aufgestellt, dass die Teflonverbindungsrohre der Zentralsäule in den vorgesehenen Bohrungen der Segmente stecken. Das Gefäß mit der Führung für den faseroptischen Sensor (grüne Kopfschraube, vorn links in Bild 9) erhält stets die Position 1. Je nachdem mit wie vielen Segmenten gearbeitet wird (max. 6), werden die weiteren Positionen möglichst symmetrisch besetzt.

Bild 10: Aufsetzen der Deckplatte



Der Rotor wird durch das Aufsetzen der Deckplatte **14** komplettiert. Auch hier sind die Zapfen der Deckplatte mit den Löchern der Rotorsegmente in Deckung zu bringen.

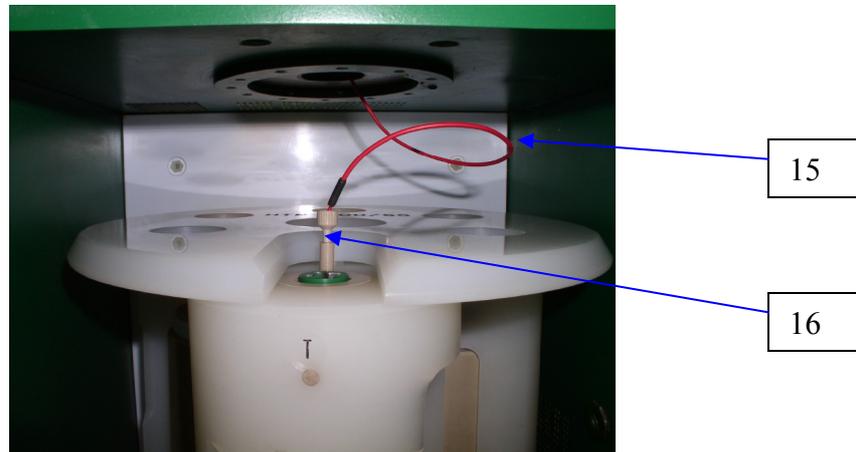
Bild 11: Einbau des Rotors in das Mikrowellensystem ETHOS 1600



8. Schritt:

Der komplett montierte Rotor wird in das Mikrowellensystem ETHOS 1600 eingebaut. Dabei wird die Aussparung an der Unterseite der Grundplatte auf den Antriebszapfen des Rotorantriebes gestellt und vorsichtig solange gedreht, bis der Rotor hörbar einrastet.

Bild 12: Einbau des faseroptischen Temperatursensors



9. Schritt:

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

Der faseroptische Sensor **15** wird am Verbindungsstecker zum Messgerät angeschlossen und durch eine dafür vorgesehene Bohrung in den Mikrowellenraum eingeführt. Dort wird der Sensor in den dafür vorgesehenen Keramikschutzmantel (siehe. Bild 1) gefädelt und mit dem Klemmring **16** fixiert.

Bild 13: Heiß-Extraktion-Filtration-System HEF 270 im Mikrowellensystem ETHOS 1600 fertig vorbereitet zum Start der Extraktion





10. Schritt:

Zum Start der Extraktion wird die Tür zum Mikrowellenraum verschlossen, das Gerät eingeschaltet, am die Mikrowelle steuernden PC das Programm „easywave“ geöffnet und im Fenster „MW-Programm“ der Ablauf der Extraktion festgelegt.

Die entsprechenden Daten sind beispielhaft für die Extraktion von Muskatnusspulver in Tabelle 1 zusammengestellt:

Tabelle 1:

Programmschritt	Zeit	Leistung	Temperatur 1	Temperatur 2	Druck
1	5 min	500 W	120 °C	0 °C	0 bar
2	16 min	500 W	120 °C	0 °C	0 bar

Bei nicht vorhandenem Sensor (Druck) oder ausgeschalteter Messung (Temperatur 2) wird der Wert im Programm auf 0 gesetzt. Mit o. g. Programmdatei wird in einem 1. Programmschritt der Leistungseintrag so gesteuert, dass innerhalb von 5 min 120 °C erreicht werden. Im 2. Schritt werden die 120 °C für 16 min gehalten.

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

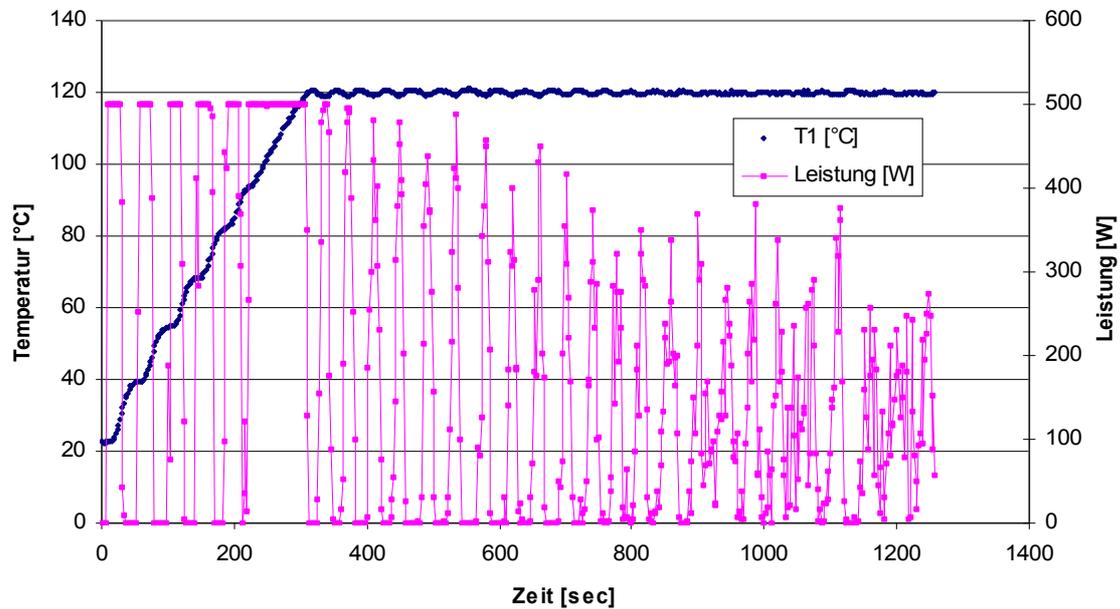
Zum Start des Programmes wird das Fenster „System“ geöffnet, die Felder „Twist CTRL“ und „T1 CTRL“ aktiviert, durch Betätigen des „Start“-Icons das System aktiviert und der Rührerantrieb (wenn vorhanden und wenn Magnetrührer genutzt) auf 80 % der Maximalleistung eingestellt. Das MW-Programm läuft ab.

Im Verlauf des Programms wird im Reaktor ein geringer Druck aufgebaut, welcher allerdings weit unter der Belastungsgrenze des Systems liegt.

In Abbildung 2 ist beispielhaft ein Programmablauf einer Muskatnusspulver-Extraktion 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.



Abbildung 2: Programmablauf einer mikrowellen-assistierten Extraktion von Muskatnusspulver mit Ethanol, Dreifachextraktion, je Reaktor 3,3 g Muskatnusspulver und 80 ml Ethanol



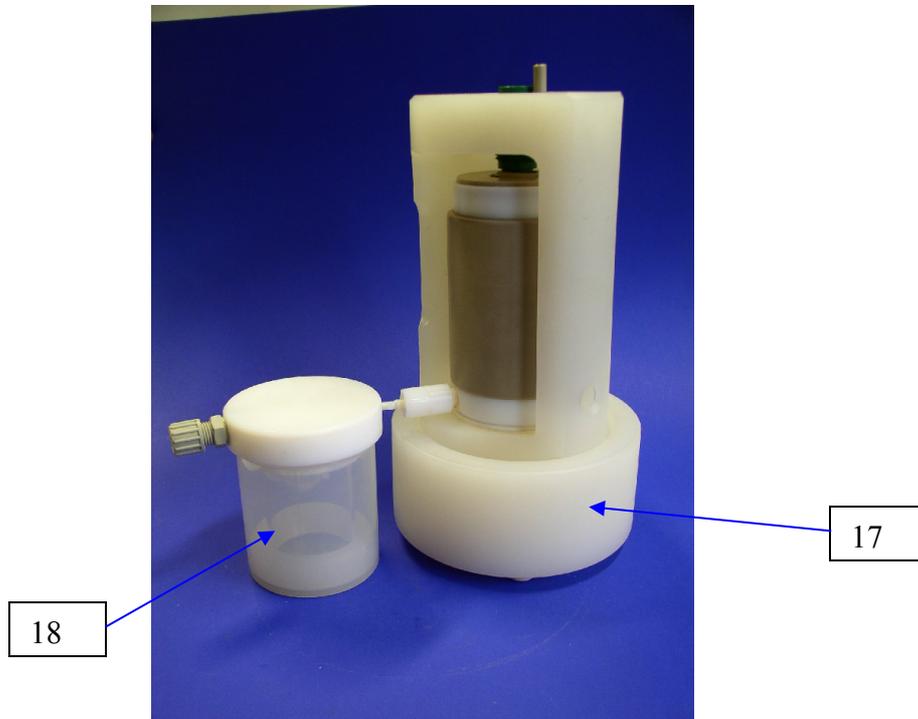
11. Schritt:

Die Tür zum Mikrowellenraum wird geöffnet und die Schritte 9 bis 7 in umgekehrter Reihenfolge durchgeführt.

12. Schritt:

Die Rotorsegmente werden von der Grundplatte entnommen und auf das Entnahmepodest **17** gestellt (Bild 14). Die Teflonverlängerung des Schraubventils **1a** wird in die kleine Bohrung des Auffanggefäßes mit Glaseinsatz **18** gesteckt und das Schraubventil mit dem Öffnungswerkzeug vorsichtig geöffnet. Der filtrierte Extrakt tritt aus und wird im Glaseinsatz des Auffanggefäßes gesammelt. Genügt der Überdruck im Reaktor nicht zur vollständigen Entleerung, so kann am Schraubanschluss des Auffanggefäßes vorsichtig Vakuum angelegt werden, um den Extrakt komplett im Glaseinsatz zu sammeln.

Bild 14: Rotorsegment auf Entnahmeplattform mit Auffanggefäß



Analog werden alle Rotorsegmente behandelt. Nach Ablassen der Extrakte können die Reaktoren geöffnet und entleert werden.

Die Extrakte werden weiter nach der entsprechenden Vorschrift behandelt. Die getrockneten Extraktionsrückstände werden zur Ausbeutebestimmung gewogen und weiteren Reaktionen oder Prozessen zugeführt bzw. entsorgt. Im Fall der Extraktion von Naturstoffen (Kräuter, Gewürze etc.) kann die Entsorgung über den Hausmüll erfolgen.