

CO₂ aus der Mikrowelle

Cyclische Carbonate mittels Backpulver in der Mikrowelle

Im Labormaßstab wird die Verwendung von Gasflaschen zur Synthese organischer Verbindungen möglichst vermieden. Mikrowelleninduzierte Zersetzungsreaktionen von Feststoffen zu den entsprechenden Synthesegasen stellen eine interessante Alternative dar. NILS RETZMANN, FLORIAN SZILLAT UND HELMUT RITTER*

Bilder: Universität Düsseldorf



1 Laborapparatur zur Synthese von Cyclocarbonaten im offenen Mikrowellensystem: Reaktionsgefäß mit 1,4-Butandiol diglycidylether (links), offenes Mikrowellensystem bestückt mit Rückflusskühler und Schlauchsystem (rechts).

Die Synthese von cyclischen organischen Carbonaten aus diversen mono- und multifunktionalen Epoxy-Derivaten ist in der Literatur hinreichend diskutiert. Diese Verbindungen sind besonders in der Polymerchemie von großer Bedeutung, da sie aufgrund ihrer chemischen Eigenschaften leicht mit multifunktionalen Aminen zu linearen thermoplastischen oder vernetzten Poly(hydroxy)-urethanen umgesetzt werden können und somit einen Zugang zu isocyanatfreien Polyurethanen bieten.

tischen oder vernetzten Poly(hydroxy)-urethanen umgesetzt werden können und somit einen Zugang zu isocyanatfreien Polyurethanen bieten.

LABOR
PRAXIS

PLUS

DIGITAL: Mehr rund um das Thema Mikrowellenlaborsysteme finden Sie auf laborpraxis.de über InfoClick **3768891**.

EVENTS: Am 10. April 2013 veranstaltet CEM in Berlin ein Seminar zum Thema „Neue Techniken in der chemischen Synthese“. Infos unter www.cem.de (Seminare & Kurse)

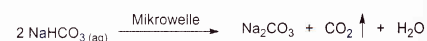
*N. RETZMANN, F. SZILLAT UND
PROF. DR. DR. H. C. H. RITTER:
Institut für Organische Chemie und Makromolekulare Chemie der Heinrich-Heine-Universität
Düsseldorf, 40225 Düsseldorf,
Tel. +49-211-81-14760

Bei der Synthese von cyclischen organischen Carbonaten wird das Gemisch, bestehend aus dem jeweiligen Epoxid-Derivat, Lösungsmittel und heterogenem Katalysatorsystem, zumeist mehrere Tage unter CO₂-Atmosphäre, bei milden Temperaturen, gerührt. Die konstante Versorgung mit Kohlenstoffdioxid ist dabei nicht nur kostspielig, sondern erfordert im Labormaßstab durch Verwendung entsprechender Druckflaschen einen hohen praktischen Aufwand.

Backpulver als Kohlenstoffdioxid-Quelle

Am Beispiel der Synthese eines organischen Cyclocarbonats aus 1,4-Butandiol diglycidylether unter Verwendung von gewöhnlichem Backpulver kann gezeigt werden, wie Mikrowellenstrahlung zur effizienten Syntheseführung im Labor eingesetzt werden kann.

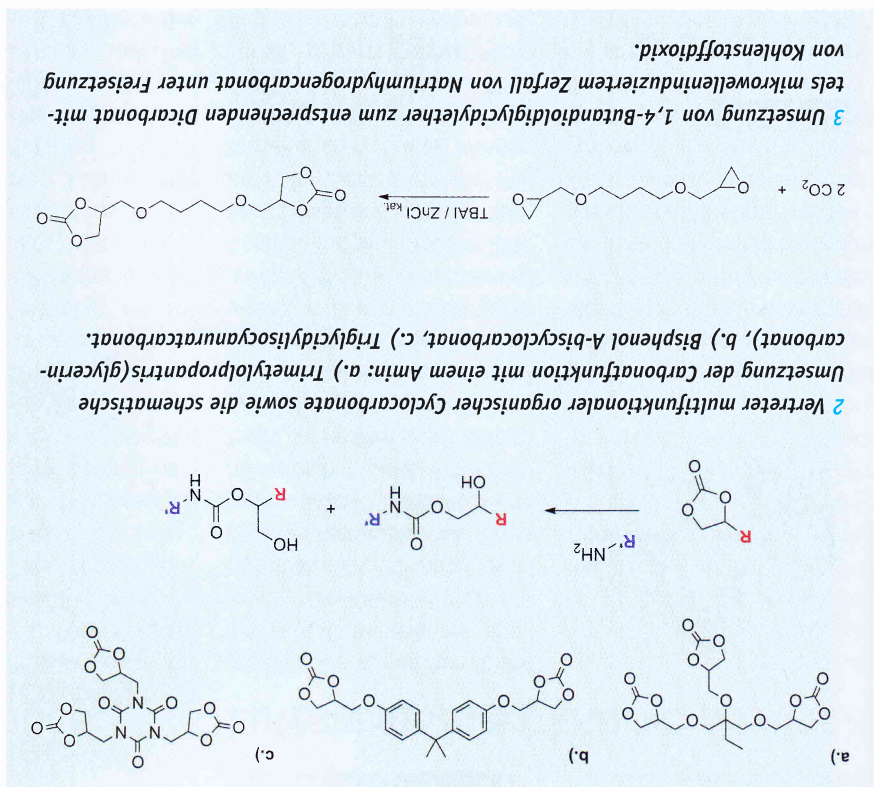
Die Erzeugung des Synthesegases Kohlenstoffdioxid (CO₂) durch den mikrowelleninduzierten Zerfall von Natriumhydrogencarbonat (Backpulver) in Lösung stellt eine zeitsparende, sichere, praktische und zudem kostengünstige Alternative zu Druckflaschen dar:



Der temperaturbedingte Zerfall kann hierbei durch die Einstrahlleistung der Mikrowelle am Computer verfolgt und kontrolliert werden.

Gegenüber der „spontanen“ Zersetzung eines Feststoffes unter konventionellen Laborbedingungen bietet die Verwendung moderner Mikrowellensysteme somit eine neue Möglichkeit der Kontrolle von Zersetzungsreaktionen.

Ein weiterer Vorteil bei der Verwendung von Mikrowellenstrahlung zur Erzeugung von Synthesegasen besteht in den vielseitigen Möglichkeiten, die geschlossene



oder geöffnete Mikrowellenreaktorsysteme bieten.

Wahlweise mit geschlossenem oder offenem System

Während im geschlossenem System die Daten des Druck-, Temperatur- und Einstrahlleistungssensors zur Reaktionskontrolle genutzt werden können, bietet das offene System eine einfache Möglichkeit, Gase außerhalb des Reaktionsgemisches erzeugen zu können. Verunreinigungen, sei es durch die unvollständige Zersetzung des Feststoffes, oder gar thermisch induzierte Produktzerfallsreaktionen, wie beispielsweise der Zerfall des gebildeten Cyclocarbonats sind somit ausgeschlossen.

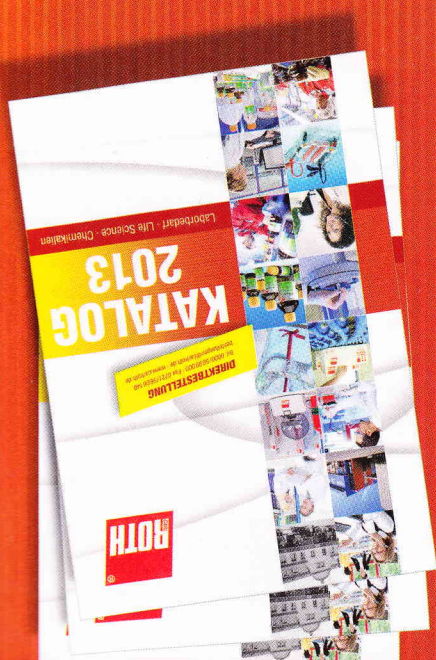
LP-TIPP ■ Synthesegase aus der Mikrowelle

- [1] Dean C. Webster: Cyclic carbonate functional polymers and their applications. Progress in Organic Coatings 47 (2003) 77-86
- [2] Horst Kisch, Roberto Millini und Ing-Jing Wang: Bifunktionelle Katalysatoren zur Synthese cyclischer Carbonate aus Oxiranen und Kohlendioxid. Chem. Ber. 119, 1090 – 1094 (1986)
- [3] Bungo Ochiai, Shoko Inoue, Takeshi Endo: Salt Effect on Polyaddition of Bifunctional Cyclic Carbonate and Diamine. Journal of Polymer Science: Part A: Polymer Chemistry, Vol. 43, 6282 – 6286 (2005)
- [4] Nils Retzmann, Florian Szilant und Helmut Ritter: Gase aus der Mikrowelle – Mikrowelleninduzierter Zerfall von Harnstoff zu Ammoniak. LABORPRACTIS, Vogel Business Media, März 2012, S. 64-65

Für den praktisch arbeitenden Chemiker bieten mikrowelleninduzierte Zersetzungsreaktionen von Feststoffen zu den entsprechenden Synthesegasen eine neue Möglichkeit der Syntheseführung. Am Beispiel der Umwandlung von 1,4-Butandiolglycidylether zum entsprechenden Cyclocarbonat kann gezeigt werden, wie durch moderne Mikrowellenreaktoren klassische Synthesemethoden effizienter, sicherer und kostengünstiger gestaltet werden können. Die Erzeugung des notwendigen CO_2 kann dabei einfach durch den mikrowelleninduzierten Zerfall von Natriumhydrogencarbonat (Backpulver) in Lösung erfolgen.

Der NEUE
ROTH-Katalog
ist da!

SPECIAL

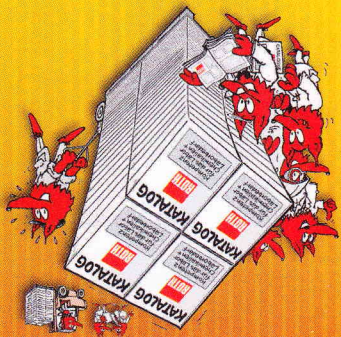


1872 Seiten mit allem,
was Sie täglich brauchen!

Gleich anfordern!

0800/5699 000 gebührenfrei

www.carlroth.de
mit Neuheiten & Sonderangeboten



Carl Roth GmbH + Co. KG
Laborbedarf - Life Science - Chemikalien
Schoemperlenstraße 3-5 · 76185 Karlsruhe
Tel: 0721/5606 0 · Fax: 0721/5606 149
info@carlroth.de · www.carlroth.de