

Mikrowellentechnik im Labor

Destillation von Dicyclopentadien in der Mikrowelle

Die zeitraubende Aufreinigung von Edukten und Lösungsmitteln mittels Destillation gehört für den praktisch arbeitenden Chemiker zum Alltag. Eine interessante Alternative bietet die Anwendung moderner Mikrowellenstrahlung, bei der zeitintensive Aufheizphasen verkürzt und optimale Destillationsgeschwindigkeiten erreicht werden können. Am Beispiel der Retro-Diels-Alder Reaktion von Dicyclopentadien zu Pentadien (Abb. 2) kann gezeigt werden, wie Mikrowellentechnik hilft den Laboralltag effizienter zu gestalten und industriell interessante Monomere einfach und schnell zu destillieren.

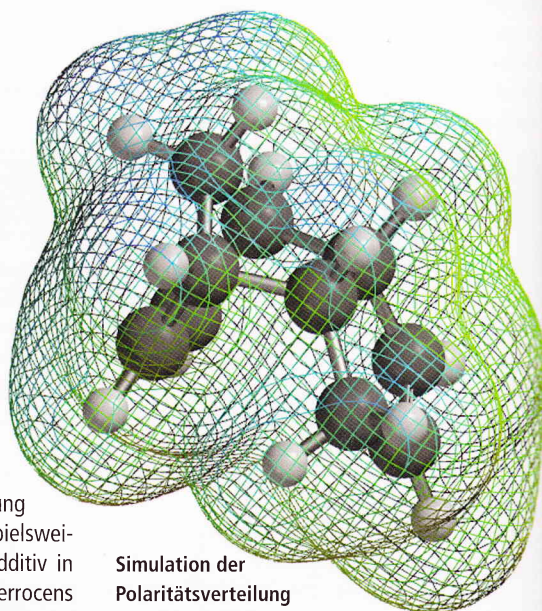
Metall-Cyclopentadien Sandwichverbindungen finden aufgrund ihrer vielseitigen Eigenschaften großes wissenschaftliches und wirtschaftliches Interesse. Der bekannteste Vertreter dieser Verbindungsklasse ist Ferrocen, eine Eisen-Cyclopentadien Sandwichverbindung, die aufgrund der thermischen Beständigkeit, des elektrochemischen Verhaltens, der Modifizierbarkeit und der niederen Toxizität seit über 60 Jahren Gegenstand vielfältigster Anwendung und Forschung ist. Berühmt ist beispielsweise die Anwendung von Ferrocen als Additiv in Kraftstoffen. Das zur Synthese des Ferrocens notwendige Cyclopentadien ist aufgrund seines hohen Bestrebens zu Dimerisieren jedoch nicht lagerstabil und muss frisch aus Dicyclopentadien destilliert werden.

Eine neue, besonders zeitsparende Methode zur Destillation bietet hierbei die Anwendung moderner Mikrowellengeräte, die mit geöffneten Reaktorsystemen betrieben werden können. Die geringe Polarität des Dicyclopentadiens, die es eigentlich ungeeignet zum Heizen mittels Mikrowellenstrahlung macht, kann umgangen werden, indem kleinste Mengen Aktivkohle mit in die Destillationsvorlage gegeben werden.

Die hierdurch entstehenden lokalen Hotspots sorgen für einen kontinuierlichen Destillationsfluss und eine schnelle Aufheizrate innerhalb des Vorlagekolbens. Zur Destillationsüberwachung und zur genauen Kontrolle der Übergangstemperatur dienen die Werte des Einstrahlleistungs- und Temperatursensors, wodurch eine kontinuierliche Destillation bei definierter Kopftemperatur innerhalb weniger Minuten möglich ist.

Zusammenfassung

Aufgrund seines hohen Bestrebens zur Dimerisierung sind Cyclopentadien Synthesen häufig relativ aufwendig. Am Beispiel der Retro-Diels-Alder Reaktion von Dicyclopentadien zu Cyclopentadien durch Destillation in der Mikrowelle konnte gezeigt werden wie schnelle Aufheizraten und eine exakte Steuerung der Einstrahlleistung zur Reaktionsoptimierung genutzt werden können. Die geringe Polarität des Dicyclopentadiens, die es eigentlich ungeeignet für die Verwendung von Mikrowellenstrahlung macht, kann durch kleinste Mengen an Aktivkohle im Vorlagekolben umgangen werden, wodurch hohe Destillationsgeschwindigkeiten mit definierten Kopftemperaturen erreicht werden können.



Simulation der Polaritätsverteilung von Dicyclopentadien

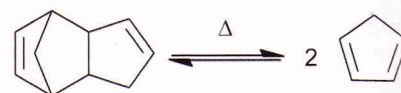


Abb. 2: thermisch induzierte Retro-Diels-Alder Reaktion von Dicyclopentadien zu Pentadien.

Literatur

- [1] Werner H.: Angewandte Chemie Int. Ed. 51, 6052-6058 (2012)
- [2] Hoz A. d. I., Loupy A. (Hrsg.): Microwaves in Organic Synthesis, Wiley-VCH, Weinheim, 2012
- [3] Garrigues P. und Garrigues B.: Comptes Rendus de l'Academie des Sciences Serie II Fascicule C-Chimie 1, 545-550 (1998)
- [4] Menendez J. A. et al.: Fuel Processing Technology 91, 1-8 (2010)
- [5] Togni A. und Hayashi T. (Hrsg.): Ferrocenes, Wiley-VCH, Weinheim, 1995

KONTAKT

Nils Retzmann

Florian Szillat

Helmut Ritter

Institut für Organische Chemie und
Makromolekulare Chemie
Heinrich-Heine-Universität Düsseldorf
Tel.: 0211/81-14760
Fax: 0211/81-15840
H.Ritter@uni-duesseldorf.de

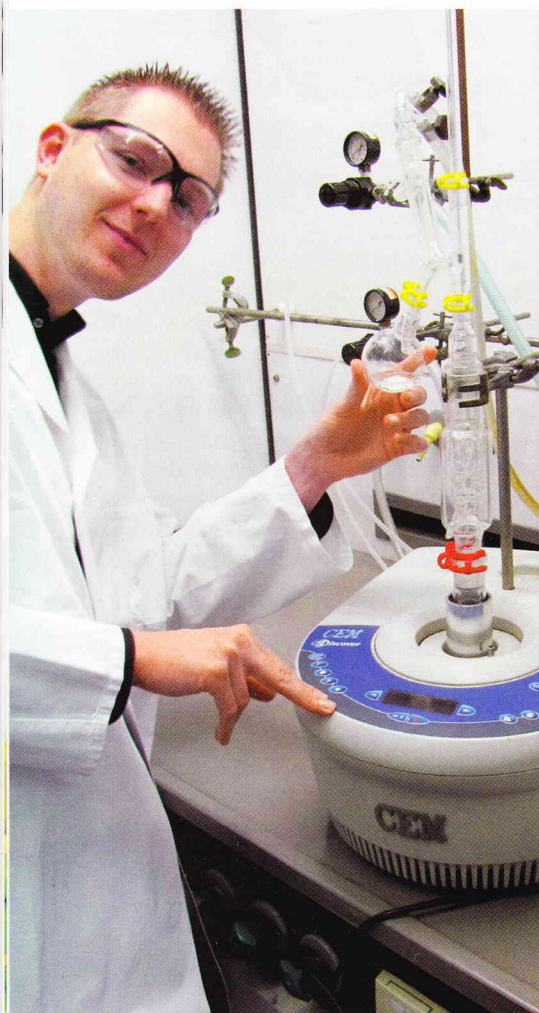


Abb. 1: Destillationsapparat im geöffneten Mikrowellenreaktor.