

Gase aus der Mikrowelle

Mikrowelleninduzierter Zerfall von Harnstoff zu Ammoniak

Die Verwendung von Gasen zu Synthesezwecken im Labormaßstab ist häufig eher unbeliebt. Eine Alternative bietet die Zersetzung eines Feststoffes unter Freisetzung des gewünschten Gases. Hier kann die Mikrowellentechnik wichtige Unterstützung leisten.

NILS RETZMANN*, FLORIAN SZILLAT* UND HELMUT RITTER*

Der Umgang mit Gasen wie Ammoniak bedingt im Labormaßstab, durch die Verwendung entsprechender Druckflaschen, häufig umständliche und zeitaufwändige Synthesetechniken. Ein Ausweg bietet die Zersetzung eines Feststoffes unter Freisetzung des gewünschten Gases. So bietet sich als alternative Route zur Synthese hochreiner Phthalimide aus den entsprechenden Anhydriden der mikrowelleninduzierte Zerfall von Harnstoff zu Ammoniak an.

Aufgrund ihrer strukturellen Beschaffenheit und den damit verbundenen Eigenschaften findet die Stoffgruppe der Phthalimide vielseitige Anwendung in den Produkten der chemischen Industrie. Ob als Komponente in der Farbstoffherstellung, oder als Bestandteil hochwiderstandsfähiger Membranen, Phthalimide leisten in jeder Umgebung einen bedeutenden Beitrag zur Erfüllung vielseitiger materieller Ansprüche.

Während die industrielle Herstellung direkt durch die Umsetzung von Phthalsäureanhydrid mit Ammoniak verläuft, findet im Labormaßstab die Umwandlung durch Harnstoff in der Glovebox oder mittels Schlenktechnik statt. Beide Methoden bedeuten jedoch einen hohen präparativen Aufwand und sind durch die Komplexität des Versuchsaufbaus besonders zeitraubend.

Sichere Derivatisierung in der Mikrowelle

Eine neue, zeitsparende und besonders sichere Methode bietet der Einsatz von modernen Mikrowellengeräten. Dabei ste-

* N. RETZMANN, F. SZILLAT UND
PROF. DR. DR. H.-C. H. RITTER:
Heinrich-Heine-Universität Düsseldorf, Institut
für Organische Chemie und Makromolekulare Chemie,
40225 Düsseldorf,
Tel. +49 (0)211/81-14760



1 Nils Retzmann verwendet bei der Imidsynthese im Labor moderne Mikrowellentechnik.

Bilder: Uni Düsseldorf

hen neben den literaturbekannten Reaktionscharakteristika, wie die Verkürzung der Reaktionszeit und die Optimierung von Reinheit und Ausbeute, besonders auch präparative Vorteile im Fokus. Sicheres Arbeiten auch unter hohen Drücken, sowie der flexible Einsatz programmierbarer Autosampler optimieren den Tagesablauf und sorgen gleichzeitig für reproduzierbares, sicheres und wissenschaftliches Arbeiten.

Die „traditionellen“ Einsatzgebiete von Mikrowellenstrahlung für Synthesezwecke

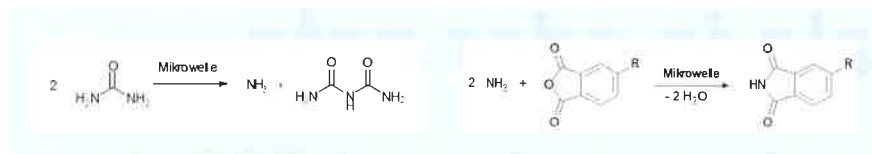
beschränken sich jedoch häufig auf flüssige oder lösemittelbasierende Systeme. Eine Erweiterung stellt hingegen die Um-

LABOR
PRAXIS

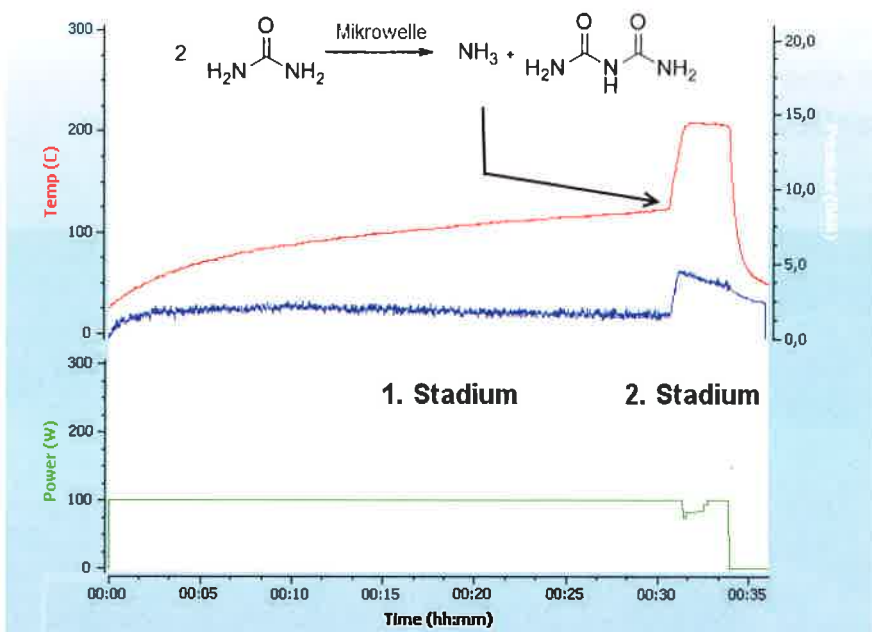
PLUS

ONLINE: Mehr Mikrowellensysteme und Applikationen zum Thema finden Sie auf laborpraxis.de über InfoClick **3173561**.

EVENTS: Besuchen Sie CEM auf der Analytica 2012 vom 17. bis 20. April in München: Halle A1, Stand 210.



2 Synthese der Imidierungsreagenzien aus Harnstoff unter Mikrowellenstrahlung



3 Reaktionsverlauf der Imidsynthese in der Mikrowelle anhand der Daten aus Druck, Temperatur und Einstrahlungsleistung

wandlung von Derivaten des Phthalsäureanhydrids zu Derivaten des Phthalimids in Schmelze in der Mikrowelle dar. Der dabei intermediär aus Harnstoff gebildete Ammoniak wandelt das Anhydrid innerhalb weniger Minuten zum Imid um. Der besondere Vorteil, den keine der traditionellen Synthesetechniken leistet, ist hierbei die Echtzeitkontrolle des zweigeteilten Reaktionsverlaufs anhand der sensorischen Daten des Drucks- und des Infrarot-Temperatursensors.

Im ersten Stadium der Reaktion wird das Stoffgemisch bis in den Schmelzbereich des Harnstoffes erhitzt. Das Einsetzen der Reaktion, wobei vorerst Harnstoff unter Mikrowellenstrahlung Ammoniak

abspaltet und zu Biuret dimerisiert, entspricht dem Übergang in das zweite Stadium. Hier kommt es zu einem deutlichen Druck- und Temperatursprung. Der Verbrauch des Ammoniaks, der durch die Abnahme des Drucks verfolgt werden kann, entspricht direkt der Umwandlungsrate vom Anhydrid zum Imid und ist somit ein Maß für den Fortschritt der Reaktion. ■

Literatur

- [1] S. E. Süleyman Köytepe, Turgay Seckin, Journal of Hazardous Materials 2009, 162, 695.
- [2] S. K. Upadhyay, S. R. K. Pingali, B. S. Jursic, Tetrahedron Letters 2010, 51, 2215.
- [3] T. Vidal, A. Petit, A. Loupy, R. N. Gedy, Tetrahedron 2000, 56, 5473.

LP-TIPP ■ Imidsynthese in der Mikrowelle

Eine sichere und bequeme Alternative im Umgang mit Ammoniak zu Synthesezwecken im Labormaßstab bietet die Anwendung moderner Mikrowellentechnik. Am Beispiel der Synthese hochreiner Imide aus Derivaten des Phthalsäureanhydrids liegen die Vorteile einer direkten Synthese unter Zersetzung von Harnstoff neben den reinen präparativen Vereinfachungen in der raschen Reaktionsoptimierung und der Echtzeitkontrolle des Reaktionsverlaufs. Dadurch können die Gefahren etwaiger Expositionen durch den intermediär gebildeten Ammoniak schnell erkannt werden.



Axel Semrau®



Chromatographie Automatisierung Software

Besuchen Sie uns auf der **analytica**

Halle A2
Stand 312

17.-20.4. 2012
in München



info@axel-semrau.de

Mit uns stimmt die Chemie ...