

EFEKTIVITA OHŘEVU V MIKROVLNNÉM REAKTORU MONOWAVE™ 300

VILIMOVSKÁ M., VOLDŘICH K., STADLER A.

Anton Paar GmbH, organizační složka, Praha, martina.vilimovska@anton-paar.com

Nový reaktor pro mikrovlnnou syntézu Monowave™ 300 je komerčně dodávaný systém s nejsilnějším výkonem v monomód režimu. Instalovaný mikrovlnný výkon 850 W produkovaný jediným magnetronem v bezpulzním režimu v celém rozsahu společně se sofistikovaně designovanou reakční komůrkou zajišťují nejvyšší možnou hustotu mikrovlnného pole. Díky širokému rozsahu provozních podmínek (300 °C, 30 bar) lze ve zcela novém pojetí vyvíjet a optimalizovat metody.

K měření teploty reakcí do 300 °C se používá přesný IČ teploměr a navíc, za účelem měření přímo v reakční směsi, ponorný rubínový teploměr. Neinvasivní hydraulický píst uložený ve vysouvacím krytu reakční komůrky je určen k regulaci tlaku do 30 bar.

Díky pracovnímu rozsahu teploty a tlaku je možné používat rozpouštědla při vyšších teplotách než umožňovaly dosud dostupné porovnatelné systémy a lze tak dosáhnout vysoce efektivního ohřevu dokonce i v případě nízko – absorpčních rozpouštědel.

Tento experiment znázorňuje účinnost ohřevu přístroje v kombinaci s několika typy rozpouštědel běžně používanými v mikrovlnné syntéze.

Obr. 1 – Monowave™ 300



Experiment

Ohřev rozpouštědel byl proveden v mikrovlnném reaktoru Anton Paar Monowave™ 300 za použití 10 ml i 30 ml reakční nádoby s ponorným rubínovým teploměrem a v režimu rychlého ohřevu (as-fast-as-possible).

Všechna rozpouštědla byla naplněna v objemu 5 ml, případně 10 ml, resp. 20 ml, případně 30 ml reakční nádoby. Před schlazením reakční směsi stlačeným vzduchem byla rozpouštědla ponechána při maximální teplotě po dobu 2 minut. Po celou dobu procesu bylo aktivní míchání při otáčkách 600 rpm.

Použitá rozpouštědla: Etylenglykol, Etanol, Acetonitril, THF, Toluén.

Diskuse

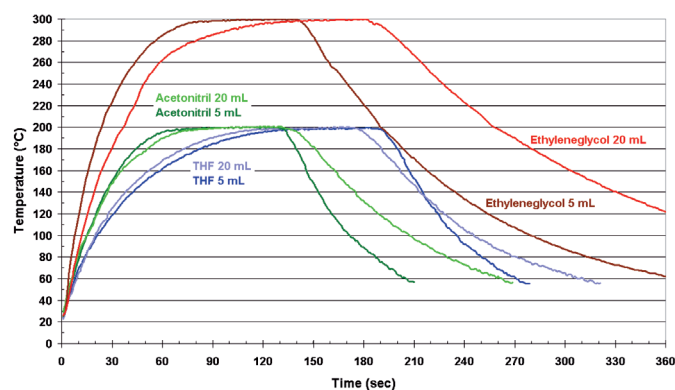
Bez ohledu na polaritu a objem odpovídajícího rozpouštědla bylo možné dosáhnout excelentních rychlostí ohřevu.

Výkon mikrovlnného systému 850 W se jeví jako prokazatelně dostatečný pro ohřev a to dokonce i v případě nízko absorpčních rozpouštědel. Ohřev jednotlivých objemů stejného rozpouštědla probíhal téměř identicky (viz obr. 2), protože automaticky se nastavující reakční komůrka poskytuje požadovaný výkon tak, aby byl zajištěn buď naprogramovaný profil nebo maximální rychlost ohřevu.

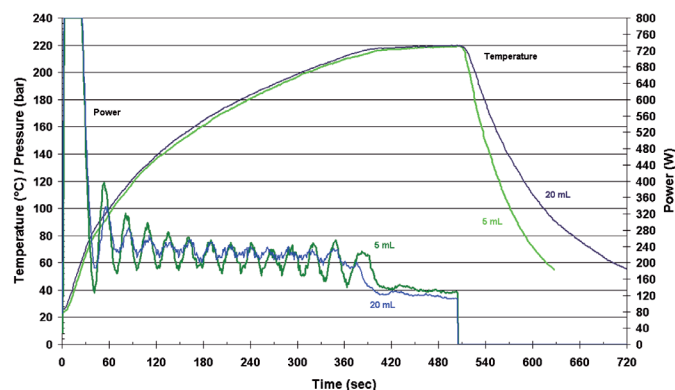
Zvláštní pozornost si zaslouží efektivita ohřevu toluenu, protože takovéto téměř velmi nízko-absorpční rozpouštědla lze za běžných

okolností jen velmi obtížně ohřívat v mikrovlnném poli. V Monowave™ 300 lze ohřát 20 ml toluenu na teplotu 200 °C a více v průběhu 5 minut (viz obr. 3) a to bez použití pasivních ohřevných tělísek.

Obr. 2 – Profily ohřevu jednotlivých rozpouštědel vykazují téměř identický progres při různých objemech



Obr. 3 – Identický progres při ohřevu různých objemů toluenu

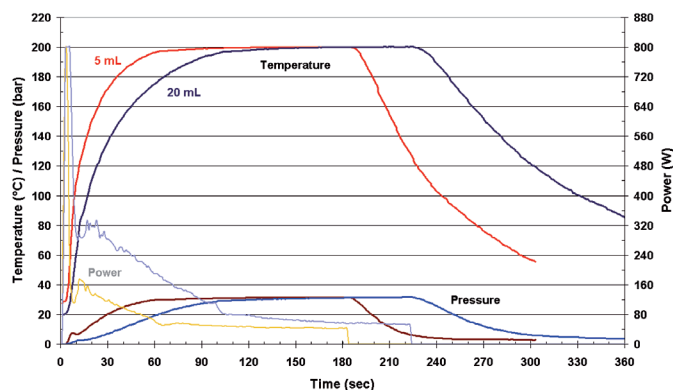


Na příkladu ohřevu etanolu lze prezentovat další z výhod mikrovlnného reaktoru Monowave™ 300. Na rozdíl od monomód reaktorů s tlakovým limitem do 20 bar, kde mohou být reakce v etanolu prováděny pouze při maximální teplotě 180 °C, lze v případě Monowave™ 300 a jeho tlakového limitu 30 bar používat etanol při teplotách až do 200 °C a současně aplikovat režim co nejrychlejšího ohřevu, při kterém se objem 20 ml etanolu ohřeje na teplotu 200 °C v průběhu 90 sekund. Například na teplotu 200 °C se ohřeje 5 ml etanolu již v průběhu 1 minuty (viz obr. 4).

Pomocí možnosti programování individuálních profilů ohřevu v uživatelském softwaru Monowave™ 300 lze velmi jednoduše uskutečnit ohřev požadovaných objemů ve stejném časovém rámci.

Další důležitým faktorem kvality průběhu reakce je přesnost řízení a kontroly teploty. Dobře definované softwarové řízení Monowave™ 300 zajišťuje prevenci překmitnutí teploty při přesně dosahované požadované hodnotě teploty. Maximální výkon je zapotřebí a využívá se pouze na několik sekund v inicializační fázi. Jakmile je výkon reakční komůrky nastavený na použité rozpouštědlo, probíhá ohřev ve střední hladině výkonu. Tímto způsobem

Obr. 4 – Profil ohřevu ukazující maximální pracovní limity etanolu. Průběh zobrazuje efektivitu softwarové kontroly při dosahování nastavené teploty, která s naprostou přesností eliminuje teplotní překmity



se tedy zamezí přehřátí a současně se eliminuje tvorba vedlejších produktů, čímž lze dosáhnout čistějšího průběhu reakce a získání čistějších produktů.

Uvedené příklady, které zdůrazňují klíčové charakteristiky nového mikrovlnného reaktoru, zřetelně demonstrují, že Monowave™ 300 posouvá syntézu v mikrovlnném poli na vyšší úroveň a jako výkonný mikrovlnný systém tak nabízí nepředvídatelné možnosti reakcí.

Abstract:

HEATING EFFICIENCY OF MONOWAVE™ 300

Summary: The new Monowave 300 microwave synthesis reactor is the most powerful one among the commercially available monomode instruments. 850 W installed microwave power together with a sophisticatedly designed cavity provide the highest available field density. In combination with the extended operation limits completely new concepts in method development and optimization can be investigated.

Key words: microwave synthesis, monomode system, method optimization, reaction development