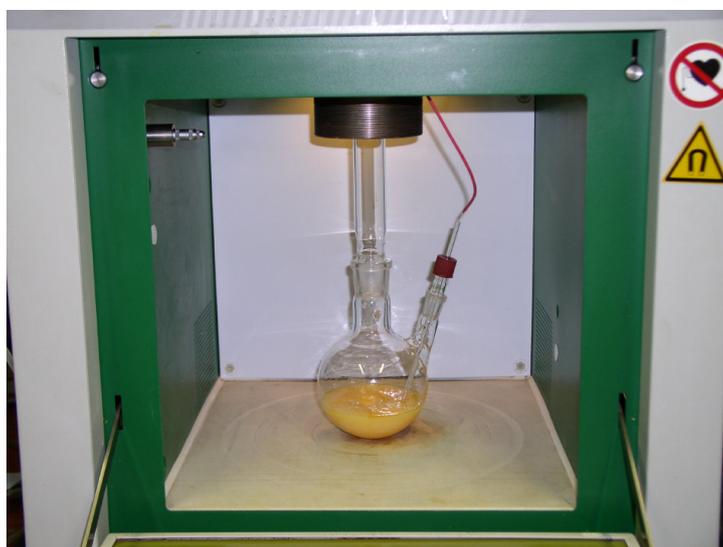


Istruzioni tecniche

Apparato di riflusso standard nei forni a micro-onde

Le condizioni sperimentali di un processo condotto con l'uso delle micro-onde dipendono dalle caratteristiche tecniche del dispositivo impiegato. La stesura di istruzioni dettagliate (da usare nei laboratori didattici) degli esperimenti NOP condotti con l'uso delle micro-onde ha richiesto la scelta di un apparecchio ben preciso; tutte le esperienze sono quindi state realizzate con un forno ETHOS 1600 o ETHOS MR di MLS GmbH, Leutkirch, Germany. Questo dispositivo rispetta tutti gli standard tecnici e di sicurezza necessari per condurre le esperienze di laboratorio. Le indicazioni riportate di seguito circa l'utilizzo di un apparato di riflusso standard (SRA) per forni a micro-onde si avvalgono di questo dispositivo e di alcuni accessori in dotazione. In linea di principio, tutti gli esperimenti NOP possono essere realizzati anche con strumenti micro-onde diversi da quello descritto in queste pagine: tutti i dati forniti (potenza, parametri sperimentali, istruzioni tecniche e di sicurezza), tuttavia, andrebbero rivisti e adattati conseguentemente.

Fig. 1: SRA con un pallone a due colli da 500 mL nel forno a micro-onde ETHOS MR



Lo strumento micro-onde impiegato permette l'utilizzo della normale vetreria presente in laboratorio, che può essere assemblata in maniera analoga a quanto richiesto dalle procedure normali e che consente quindi lo stesso tipo di flessibilità.

Tutte le volte che si utilizzano le micro-onde come sorgente di energia, è necessario eliminare dalla cavità qualsiasi oggetto in **metallo** (spatole, morsetti, carta stagnola, termometri con mercurio, ecc.) durante l'irraggiamento; unica eccezione sono le ancorette magnetiche, a patto che siano più corte di 30 mm, in quanto esse non assorbono l'energia delle micro-onde, né danno luogo ad un potenziale elettrico.

La **misura della temperatura** viene realizzata tramite sensori in fibra ottica, i quali consentono un'accuratezza adeguata alle esigenze e non hanno controindicazioni nell'utilizzo in presenza di micro-onde; l'impiego del termometro con mercurio è assolutamente vietato.

L'agitazione delle miscele di reazione può essere effettuata tramite **ancorette magnetiche** oppure tramite i normali **agitatori meccanici**; le reazioni descritte sono state eseguite ricorrendo alla prima delle due soluzioni proposte.

Tutti i dispositivi micro-onde presentano delle **aperture** attraverso le quali è possibile far passare dei tubi di vetro, le connessioni dei vari strumenti (sensori in fibra ottica, sensori di pressione) oppure dei tubi di plastica (preferibilmente Teflon). L'apertura principale (diametro: 30 mm) è dotata di un tubo in acciaio che impedisce alla radiazione micro-onde di uscire dalla cavità e, allo stesso tempo, di fissare la vetreria tramite una vite posta sulla sua sommità.

La preparazione dell'apparato e il suo montaggio nel dispositivo micro-onde sono descritti dettagliatamente nella seguente sequenza (5 passaggi).

PASSAGGIO 1:

Posizionare il piatto di Teflon **2** al centro della cavità micro-onde e introdurre il tubo connettore di vetro **3a** nell'apertura principale, fissandolo tramite la vite **3b**: normalmente entrambi gli smerigli hanno dimensione NS 29/32. Se necessario, è possibile ricorrere a raccordi a "T" (tipo testa di Claisen) all'esterno del forno: in questo modo si possono montare tutti i pezzi di vetreria necessari per la procedura.

Fig. 2: Piatto di Teflon per accogliere un recipiente di vetro

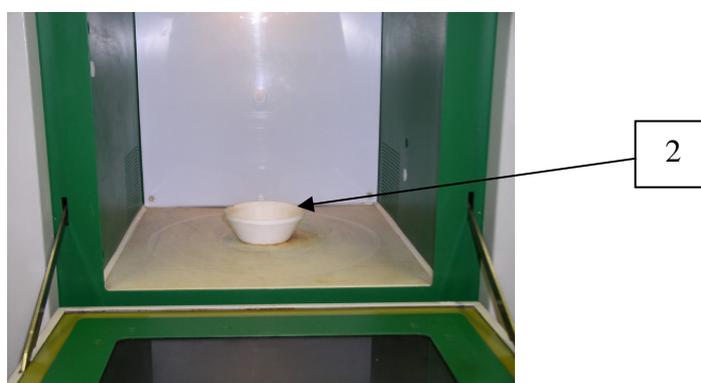


Fig. 3a: Tubo connettore di vetro che mette in comunicazione l'interno e l'esterno della cavità

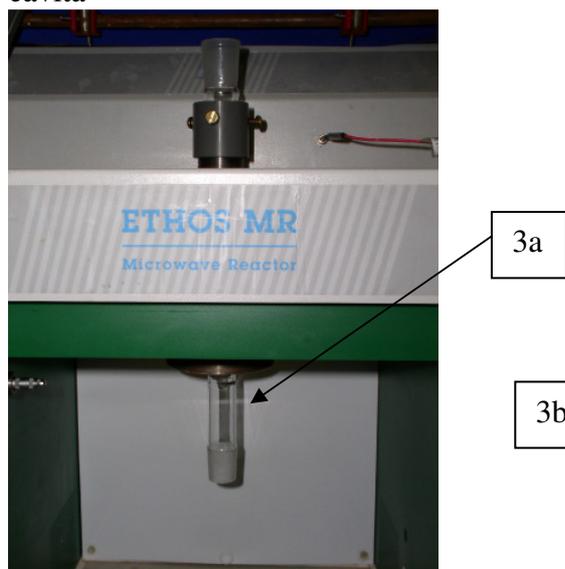


Fig. 3b: Immagine dettagliata della vite di fissaggio sulla sommità del tubo in acciaio



PASSAGGIO 2:

Posizionare il recipiente di reazione **4** (normalmente un pallone a due colli) nel piatto di Teflon e collegarlo al tubo connettore di vetro (Fig. 4a); nei forni ETHOS che vengono descritti in questo articolo, è possibile installare senza problemi palloni da un minimo di 50 mL fino ad un massimo di 2,5 L. Dotare la seconda apertura del pallone (NS 14/23) di un porta-termometro **4a** (smeriglio NS 14/23 → GL 14). Servendosi di una guarnizione (diametro interno: 2 mm), inserire nel porta-termometro un piccolo tubo di vetro, chiuso sulla base, che alloggerà il sensore di temperatura **4b** (Fig. 4c).

Fig. 4a: SRA con un pallone da 250 mL nella cavità micro-onde

Fig. 4b: Introduzione del sensore in fibra ottica

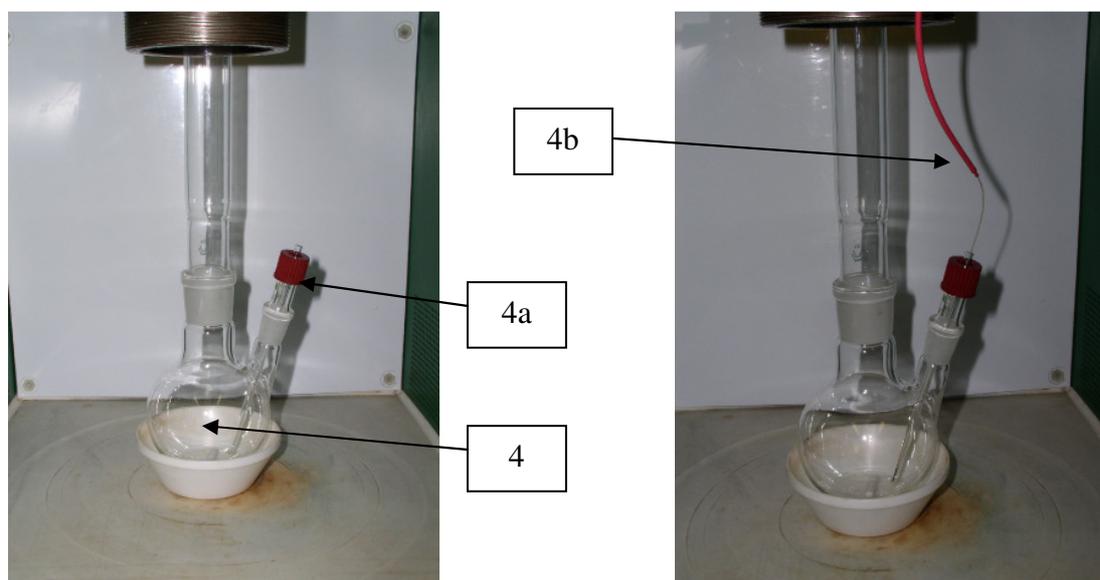


Fig. 4c: Porta-termometro con tubo di protezione in vetro



Si consiglia di introdurre la miscela di reazione nel pallone prima di procedere oltre; sarà comunque possibile aggiungere altre sostanze tramite un imbuto (con testa di Claisen).

PASSAGGIO 3:

ATTENZIONE! Maneggiare con estrema cura il sensore in fibra ottica: è assolutamente necessario evitare di piegare o stratonare il dispositivo!

Infilare il sensore nel tubo di vetro predisposto fino a raggiungerne il fondo; verificare che il tubo sia effettivamente immerso nella miscela di reazione e che non entri in contatto con l'ancoretta magnetica. Per finire, chiudere la porta del forno a micro-onde.

Fig. 5: Montaggio del condensatore a riflusso



PASSAGGIO 4:

Installare un condensatore a riflusso sopra il tubo connettore di vetro e fissarlo ad una rastrelliera tramite un morsetto (controllare il corretto innesto degli smerigli).

PASSAGGIO 5:

Accendere il forno a micro-onde tramite il computer, quindi lanciare il programma "Easywave". Definire quindi la sequenza di irraggiamento all'interno della finestra "MW-program".

Dati tipici per la condensazione dell'urea con benzoino sono riportati in tabella 1:

Tab. 1:

Ciclo del programma	Tempo	Potenza	Temperatura 1	Temperatura 2	Pressione
1	5 min	900 W	220 °C	0 °C	0 bar
2	5 min	900 W	220 °C	0 °C	0 bar
Ventilazione	10 min	0 W	Temperatura ambiente	0 °C	0 bar

Nel caso non fossero presenti sensori di temperatura secondari o di pressione, settare i rispettivi valori a zero. Con le istruzioni fornite, il programma eroga la potenza necessaria per far salire la temperatura fino a 220 °C in 5 minuti durante il primo ciclo; nel secondo, invece, il valore fissato viene mantenuto per 5 minuti. Il tempo di ventilazione, infine, consente il raffreddamento della miscela di reazione.

Per fare in modo che la temperatura iniziale corrisponda a quella misurata in quel momento dal sensore, è sufficiente cliccare 2 volte (tasto sinistro del mouse) sul tasto “start temperature”.

Lanciare il programma aprendo la finestra “system”, attivando i campi “Twist CTRL” e “T1 CTRL” e schiacciando sull'icona “start”. Regolare l'agitatore magnetico all' 80% della sua potenza massima (a patto che l'ancoretta sia presente e venga utilizzata). Il programma svolge automaticamente tutti i cicli impostati.

La Fig. 6 riporta i dati relativi alla reazione tra il benzoino e l'urea. L'andamento della temperatura e la potenza somministrata possono essere monitorati nella finestra “graphic”. Al termine della procedura (in questo caso dopo 20 minuti), l'intero sistema viene spento: i dati e i grafici relativi al programma possono essere salvati (cliccando sulla finestra “file”), oppure stampati.

Una volta concluso il programma impostato (dopo la ventilazione), aprire il forno a microonde. Ripetere i passaggi dal 4 al 2 in senso inverso e prelevare il recipiente di reazione. Eseguire il work up della miscela secondo le istruzioni specifiche dell'esperienza.

Fig. 6: Avanzamento del programma relativo alla reazione assistita da micro-onde tra benzoino (0,1 mol) e urea (0,15 mol)

