

Reprodutibilidade em reações assistidas por Microondas

Leandro S. M. Miranda ^{1*} (PQ), Marcella Flores ² (IC), Louise Ferreira de Matos ² (IC), Carla Diederichs ² (IC), Paola Fernandes Couto ² (IC), Rodrigo O. M. A. de Souza ² (PQ).

1-Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia, Campus Rio de Janeiro- Rua Senador Furtado, 121, Maracanã - Rio de Janeiro – RJ CEP:20270-021.

2-Grupo de Biotransformação e Síntese Orgânica, Instituto de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Centro de Tecnologia, Rio de Janeiro, CEP:22941-909

Palavras Chave: irradiação de microondas, síntese orgânica, efeito de temperatura

Introdução

A irradiação de microondas aplicada a Química Orgânica vem ganhando cada vez mais espaço entre os químicos orgânicos sintéticos.

Em geral, durante um experimento realizado sob aquecimento convencional, o monitoramento da temperatura normalmente é feito no banho de aquecimento (óleo, água, manta, etc) através de um Thermo-Par ou Termômetro de Mercúrio, porém, esta temperatura não reflete o panorama da temperatura no meio reacional que facilmente pode chegar a 20°C de diferença, dependendo do volume e dos componentes do meio reacional.

Aqueles que acham que sob a irradiação de microondas em equipamentos dedicados este problema está contornado, muito cuidado. Os equipamentos hoje disponíveis no mercado oferecem diferentes configurações para aferição da temperatura reacional, como sensor de infravermelho e a fibra ótica. Cada um destes dispositivos fornece informações de temperatura em tempo real ao usuário através da utilização de um software. Entretanto cada fornecedor utiliza um algoritmo para o processo de irradiação de microondas, o que faz com que a resposta do magnetron à informação de temperatura enviada pelo sensor seja diferente. Como isso, as rampas de aquecimento podem ser difíceis de serem reproduzidas em diferentes equipamentos.

No intuito de demonstrar estas diferenças, vários solventes foram aquecidos em 2 diferentes equipamentos dedicados a irradiação de microondas. Ambos equipados com sensores de fibra óptica/rubi e infravermelho. A rampa de aquecimento escolhida foi aquela disponibilizada pelos softwares na qual o aquecimento é realizado utilizando potência máxima ("as fast as possible").

Resultados e Discussão

Foram utilizados vasos de 10 mL com 3 mL de solvente; a temperatura escolhida foi de 150°C e um período de aquecimento de 5 minutos. Na tabela 1 está o tempo necessário (em segundos) para o aquecimento de diferentes solventes até a temperatura estudada em um reator A (800W) e reator B (300W).

34^a Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

Solvente	Reator A		Reator B	
	IV	FO	IV	FO
Água	42	46	380	420
DMSO	45	39	177	88
Etanol	43	40	422	114
DMF	47	35	339	128
THF	67	104	340	431
Tolueno	92	164	431	430
Acetato de Etila	67	95	340	421

Solventes com alta tangente de perda ($\delta > 0,5$) são aquecidos rapidamente pelas microondas. Nestes casos, um aquecimento mais rápido é esperado através da mensuração da temperatura com sensor de Rubi quando comparado ao infravermelho.

Ainda relacionado à tabela 1, fica evidente a dificuldade de reprodutibilidade das rampas de aquecimento quando não operando à potência constante.

Ainda no que se refere ao equipamento utilizado, de especial importância está a homogeneidade do campo elétrico na cavidade. Enquanto em solução de baixa tangente de perda esta questão seja de menor relevância, a utilização de soluções com alta absorvidade em microondas pode conduzir a "hot spots" pois nestes casos há uma menor homogeneidade do campo e em consequência da temperatura. Trabalhos demonstram que estes "hot spots" localizam-se próximos da barra magnética, em função de uma maior concentração do campo elétrico neste ponto onde a temperatura não pode ser medida.

Conclusões

Esperamos ter chamado a atenção que reproduzir um experimento de microondas pode ser uma tarefa difícil se alguns pontos não forem observados. O máximo de informações deve ser relatado especialmente o tempo decorrido para atingir a temperatura do experimento, e não apenas a temperatura final. Este parâmetro é dos mais importantes em um experimento de microondas..

Agradecimentos

CNPq – FINEP – FAPERJ - CAPES

¹ Kappe, C. O.; Dallinger, D.; *Mol. Diversity* **2009**, *13*, 71.

² Kappe, C. O.; *Chem. Soc. Rev.* **2008**, *37*, 1127.