

УДК 54.057:547-326:54-732

АКТИВАЦИЯ СИНТЕЗА N-ПЕНТИЛБУТАНОАТА МИКРОВОЛНОВЫМ ОБЛУЧЕНИЕМ

¹Жаппарбергенев Р.У., ²Атабаев М.К., ²Доскеев Ж.М., ¹Аппазов Н.О.

¹Кызылординский государственный университет имени Коркыт Ата, Кызылорда,
e-mail: ulagat-91@mail.ru, nurasar.82@mail.ru;

²Назарбаев Интеллектуальная школа химико-биологического направления,
Кызылорда, e-mail: atamaken@mail.ru, chimic78@mail.ru

Показана возможность применения бытовой СВЧ-печи для синтеза амилового эфира бутановой кислоты в присутствии кислотного катализатора. Известно, что сверхвысокочастотная активация органических реакций позволяет сократить продолжительность реакций в несколько десятков, сотен, а в некоторых случаях тысяч раз. Нами найдены оптимальные условия проведения процесса: мощность микроволнового облучения, продолжительность процесса, соотношение катализатора от общей массы реагирующих веществ, соотношение реагирующих веществ. Установлено, что оптимальным условием проведения процесса является: мощность микроволнового облучения – 450 Вт, продолжительность процесса – 5 мин, молярное соотношение бутановой кислоты и 1-пентанола – 1:1,1, соотношение катализатора от общей массы реагирующих веществ – 1%. Выход целевого продукта при этих условиях составляет практически 100%. Предлагаемый нами способ получения амилового эфира бутановой кислоты по сравнению с известными методами позволяет повысить выход целевого продукта, сократить продолжительность процесса в сотни раз. Результаты могут найти применение для получения сложных эфиров низших и средних карбоновых кислот, которые находят широкое практическое применение в качестве растворителей, пищевых ароматизаторов, душистых веществ и т.д.

Ключевые слова: микроволновой синтез, n-пентилбутаноат, масляная кислота, серная кислота, сложные эфиры, мощность облучения, хромато-масс-спектрометрия

ACTIVATION OF SYNTHESIS OF N-PENTYL BUTANOATE MICROWAVE IRRADIATION

¹Zhapparbergenov R.U., ²Atabaev M.K., ²Doskeev Z.M., ¹Appazov N.O.

¹Korkyt Ata Kyzylorda State University, Kyzylorda, e-mail: ulagat-91@mail.ru, nurasar.82@mail.ru;

²Nazarbaev Intellectual School of Chemistry and Biology in Kyzylorda,
Kyzylorda, e-mail: atamaken@mail.ru, chimic78@mail.ru

The possibility of using household microwave ovens for the synthesis of ethyl butanoate in the presence of an acid catalyst. It is known that the microwave activation reactions of organic reactions can reduce the duration of a few tens, hundreds, and in some cases thousands of times. We optimum process conditions are found: the power of microwave irradiation, the duration of the process, the ratio of the catalyst to the total weight of the reactants, the ratio of the reactants. Established that the optimum condition of the process is: the power of the microwave exposure – 450 W, the process time – 5 minutes, the molar ratio of butanoic acid and 1-pentanol – 1: 1.1, the ratio of the total weight of the catalyst reactants – 1%. Yield of the desired product under these conditions is almost 100%. Our proposed method of producing amyl butanoate compared to the known methods can improve the yield, reduce the process time to hundreds of times. The results can be applied to produce esters of lower carboxylic acids and medium, which find wide application as solvents, flavorings, aromatic substances, etc.

Keywords: microwave synthesis, n-pentyl butanoate, butanoic acid, sulfuric acid, esters, irradiation power, gas chromatography-mass spectrometry

В последние годы во многих развитых странах мира применяют методы воздействия акустических, электрических, магнитных полей на физико-химические процессы в органической химии. В последние 15–20 лет к числу новых перспективных направлений современной химии присоединилась и микроволновая химия.

Микроволновая химия возникла на стыке физики и химии. Она включает химические превращения с участием твёрдых диэлектриков и жидкостей, связанные с использованием энергии микроволнового поля или, как принято было говорить ранее, сверхвысокочастотного поля, то есть СВЧ-излучения [1].

Нами ранее было исследовано влияние микроволнового облучения на прямую этерификацию бутановой кислоты этанолом в условиях сверхвысокочастотного облучения в присутствии серной кислоты и установлено, что активация микроволнами позволяет в десятки раз сократить продолжительность реакции, а также повысить выход продукта [8, 9].

По сравнению с традиционными способами нагрева при использовании микроволнового облучения значительно уменьшается продолжительность процесса, увеличивается скорость реакции, при этом чистота целевого продукта выше и без побочных продуктов [2].

Сложные эфиры входят в состав эфирных масел, обуславливая их приятный запах, применяются в пищевой и парфюмерной промышленности. К сложным эфирам относятся многие биологически важные вещества – жиры, фосфатиды, а также лекарственные препараты – уретан, эфир салициловой и пара-аминобензойной кислот (анестезин, новокаин) и др. [4].

н-Пентилбуаноат имеет запах груш, а также служит растворителем в лаках для ногтей, так же как и другие сложные эфиры низших и средних карбоновых кислот, является составной частью эфирных масел многих растений, содержится в плодах пастиернака [3, 6, 7].

Физико-химические свойства н-пентилбуаноата: плотность – 0,8713 г/см³ при 15°C; температура кипения 186,4°C; теплота образования – 617,9 кДж/моль; теплота сгорания – 5099 кДж/моль; нерастворим в воде [5].

Цель исследования – найти оптимальные условия получения н-пентилбуаноата применением бытовой СВЧ-печи для синтеза и сравнить результаты с известными методами получения целевого продукта.

Материалы и методы исследования

Для проведения эксперимента использовали бутановую кислоту, амиловый спирт и серную кислоту (в качестве катализатора). Эксперименты проводили на бытовой СВЧ-печи SAMSUNG Smart Oven (модель MC32F604TCT).

Выход продукта определяли хроматографированием на хромато-масс-спектрометре Agilent 7890A/5975C (США).

Условия хроматографирования: подвижная фаза (газ-носитель) – гелий; температура испарителя 200°C, сброс потока (Split) 500:1; температура термостата колонки, начало 40°C (1 мин), подъем температуры 5°C в минуту, конец 210°C, при этой температуре удерживается 1 мин, общее время анализа 34 мин; режим ионизации масс-детектора методом электронного удара. Капиллярная хроматографическая колонка HP-FFAP, длина колонки 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм, неподвижная фаза – нитротерефталевая кислота, модифицированная полиэтиленгликолем. Время удержания н-пентилбуаноата составляет 9,95 мин (рис. 1).

Результаты исследования и их обсуждение

Для получения и определения оптимальных условий синтеза н-пентилбуаноата была проведена серия экспериментов, т.е. влияние на выход продукта продолжительности процесса, воздействия мощности облучения на выход продукта, соотношения реагирующих веществ и катализатора от общей массы реагирующих веществ.



Рис. 1. Хроматограмма н-пентилбуаноата, полученного сверхвысокочастотным облучением

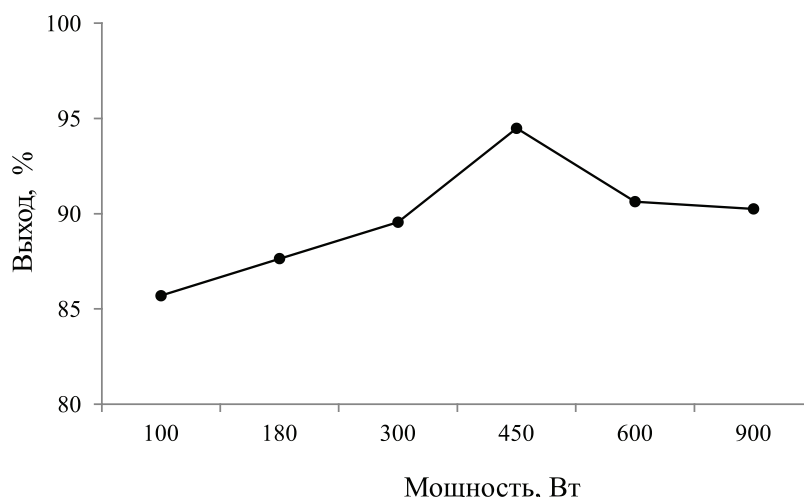


Рис. 2. Влияние мощности МВ-облучения на выход целевого продукта ([бутановая кислота]:[амиловый спирт] = 1:1, t = 4 мин)

В целях нахождения оптимального условия в стеклянную емкость в молярном соотношении 1:0,8–1,2 помещали бутановую кислоту и амиловый спирт соответственно, с добавлением концентрированной серной кислоты соотношением от общей массы реагирующих веществ 1%. Реакционную смесь облучали микроволнами мощностью 100–900 Вт в течение времени 1–7 мин.

Из сравнения экспериментов видно (рис. 2), что при мощности 450 Вт выход целевого продукта является высоким.

Дальнейшие эксперименты проводились в оптимальном значении мощности использованной нами СВЧ-печи (450 Вт) на влияние продолжительности реакции на выход целевого продукта.

Если сравнить результаты экспериментов, видно (рис. 3), что при продолжительности 5 мин выход целевого продукта выше, чем в остальных.

Чтобы определить влияние мольного соотношения исходных реагентов на выход целевого продукта в следующих экспериментах изменяли соотношение исходных реагентов ([бутановая кислота]:[амиловый спирт]).

Согласно представленным данным (рис. 4), при увеличении мольного соотношения амилового спирта к бутановой кислоте можно увидеть, что выход целевого продукта достигает практически 100%.

Чтобы найти эффективное условие получения н-пентилбутаноата, дальнейшие эксперименты проводили на влияние соотношения катализатора на выход целевого продукта.

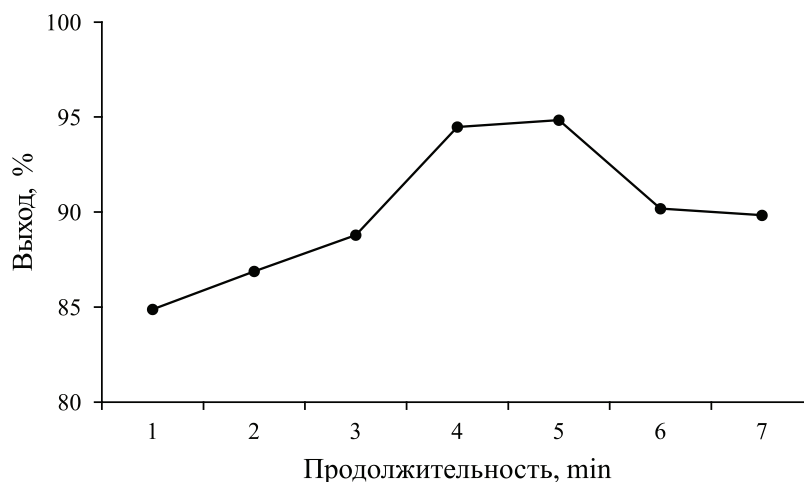


Рис. 3. Влияние продолжительности реакции на выход целевого продукта ([бутановая кислота]:[амиловый спирт] = 1:1, мощность облучения = 450 Вт)

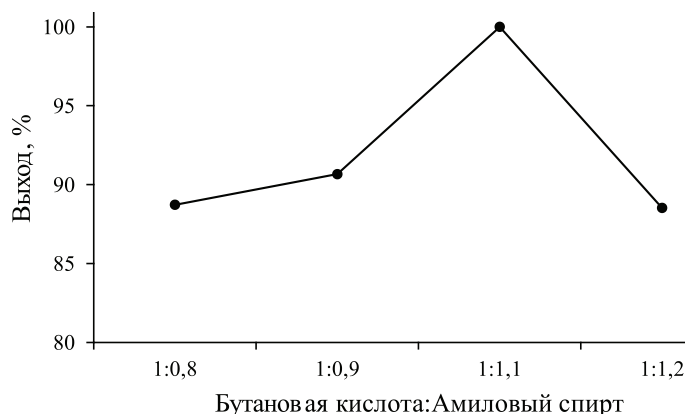


Рис. 4. Влияние мольного соотношения исходных реагентов на выход целевого продукта (мощность облучения = 600 Вт, $t = 4$ мин, катализатор = 1% от общей массы реагирующих веществ)

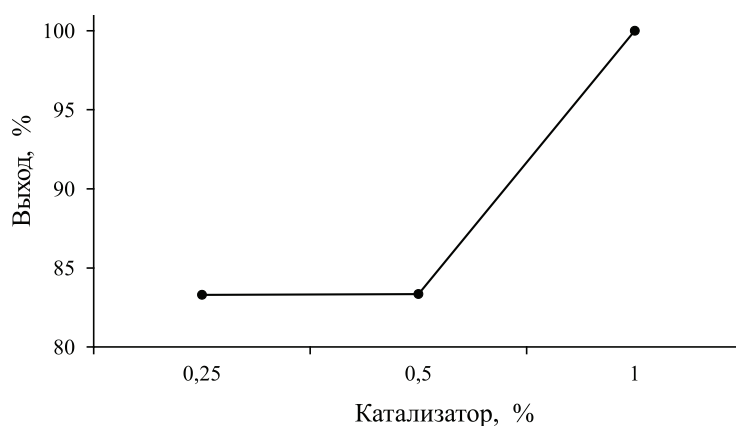


Рис. 5. Влияние соотношения катализатора на выход *n*-пентилбуаноата (мощность облучения = 600 Вт, $t = 4$ мин, [бутановая кислота]:[амиловый спирт] = 1:1,1)

Из экспериментов (рис. 5), видно что при мольном соотношении катализатора 0,25% и 0,5% от общей массы реагирующих веществ выход целевого продукта значительно уменьшается.

Заключение

Таким образом, нами был проведен синтез *n*-пентилбуаноата на бытовой СВЧ-печи прямой этерификацией бутановой кислоты амиловым спиртом в условиях сверхвысокочастотного облучения в присутствии серной кислоты. Полученный продукт идентифицирован с помощью газового хроматографа с масс-селективным детектором. Оптимальным условием проведения процесса являются: молярное соотношение реагирующих веществ [бутановая кислота]:[амиловый спирт] = 1:1,1, катализатор от общего соотношения реагирующих веществ 1%, мощность микроволнового облучения 450 Вт, продолжительность 5 мин. При этом максимальный выход продукта составляет практически 100%.

Предлагаемый нами способ получения *n*-пентилбуаноата по сравнению с известными способами позволяет существенно сократить продолжительность процесса.

Список литературы

1. Бердонос, С.С. Микроволновая химия // Сорский образовательный журнал. – 2001. – Т.7, № 1. – С. 32–38.
2. Ванецев А.С. Микроволновый синтез индивидуальных и многокомпонентных оксидов / Ванецев А.С., Третьяков Ю.Д. // Успехи химии. – 2007. – Т. 76, № 5. – С. 435–452.
3. Каталог химических реактивов в высокочистых химических веществ. – М.: Химия, 1971. – 648 с.
4. Ким А.М. Органическая химия. – Новосибирск: Сибирское университетское издательство, 2002. – 972 с.
5. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов и средства их тушения. – М.: Химия, 1990. – 496 с.
6. Химический энциклопедический словарь. – М.: Советская энциклопедия, 1983. – 717 с.
7. Цитович И.К. Химия с сельскохозяйственным анализом. – М.: Колос, 1974. – 527 с.
8. Жаппарбергенов Р.У. Синтез этилбуаноата в условиях сверхвысокочастотного облучения / Жаппарбергенов Р.У., Аппазов Н.О. // Вестник технологического университета. – 2015. – Т.18, № 22. – С. 34–36.
9. Abilbek ZH.A. Synthesis of propyl acetate under microwave irradiation / Abilbek ZH.A., Muratkyzy L., Zhunissov A.T., Appazov N.O. // Химический журнал Казахстана. – 2015. – № 4. – С. 172–177.