

Назарбаев Интеллектуальная школа

**СИНТЕЗ ЭТИЛАЦЕТАТА В УСЛОВИЯХ
СВЕРХВЫСОКОЧАСТОТНОГО ОБЛУЧЕНИЯ**

Ученики 11 Е класса АОО «Назарбаев Интеллектуальная школа»

г. Кызылорда:

**Даркулов Нариман Сапарбекович
Сим Александра Олеговна**

**Научный руководитель:
к.х.н., Аппазов Нурбол Орынбасарулы**

Кызылорда 2014 г.

Цель исследования: Получение этилацетата реакцией прямой этерификации в условиях сверхвысокочастотного облучения в присутствии кислотного катализатора.

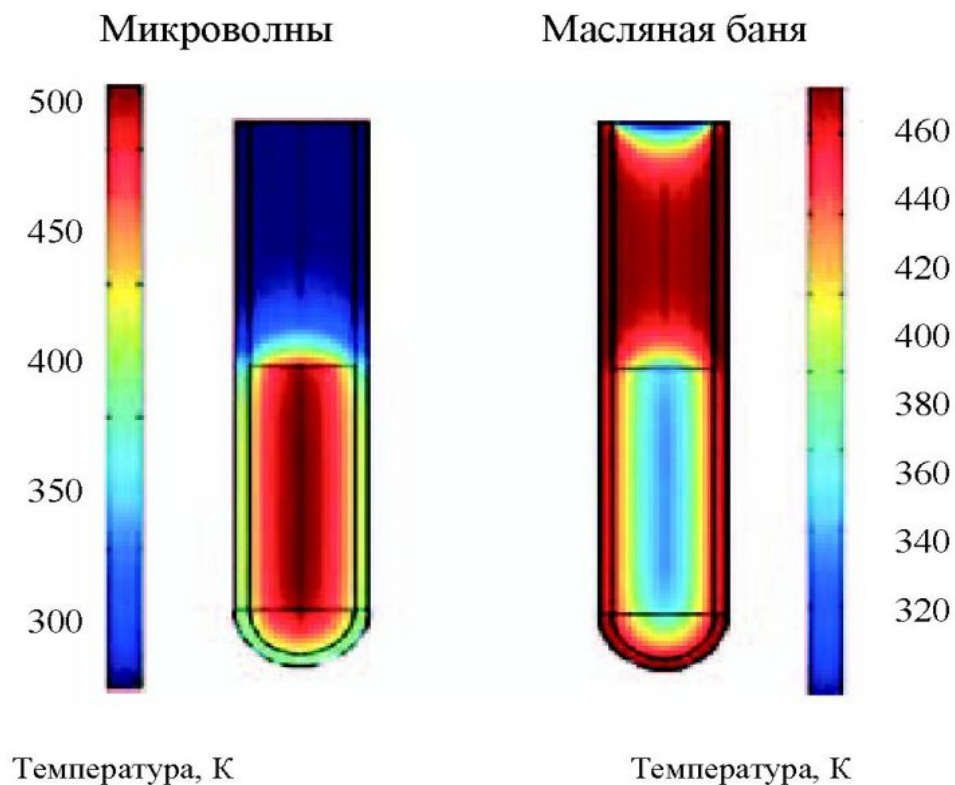
Задачи исследования: В соответствии с намеченной целью поставлены следующие основные задачи:

- выявить возможность синтеза этилацетата прямой этерификацией уксусной кислоты этиловым спиртом в условиях сверхвысокочастотного облучения;
- нахождение оптимальных условий проведения процесса (соотношение реагирующих веществ, соотношение катализатора к реагирующим веществам, продолжительности процесса и мощности облучения);
- анализ полученного продукта современными методами физико-химического анализа, такими как, газовая хроматография с масс-селективным детектором, ИК-спектрометрия.

Гипотеза исследования: Предпосылкой для проведения данных исследований является интерес исследователей-химиков-синтетиков в последнее время к применению сверхвысокочастотного облучения для синтеза органических и неорганических веществ. Причина этому, многократное сокращение (сотни и тысячи раз) времени химических реакций по сравнению с обычным нагреванием. Такое сокращение продолжительности процессов предоставляет огромный экономический и экологический эффект за счет энергосбережения.

Методы исследования:

- анализ литератур по данной тематике;
- реакция прямой этерификации в условиях сверхвысокочастотного облучения;
- атмосферная перегонка;
- хроматографический и ИК-спектрометрический методы анализа.



Температурный профиль процесса нагревания пробирки в микроволновом реакторе (левый) и на масляной бане (правый)

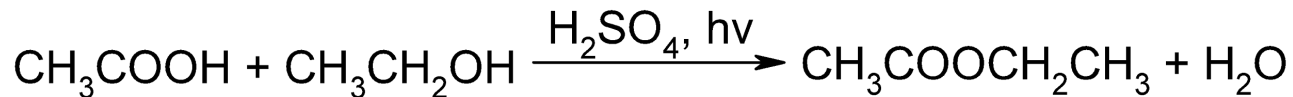
Mahmoud E.E., Dostlov J., Pokorn J., Lukešov D., Doležal M.. Oxidation of Olive Oils during Microwave and Conventional Heating for Fast Food Preparation // Czech J. Food Sci.- 2009. – Vol. 27. -P. 173-177.

Электромагнитная область, выделенная для промышленного, научного и медицинского использования

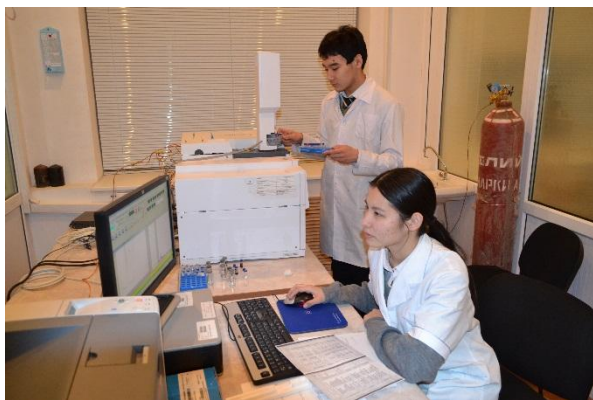
Частота (МГц)	Длина волны (см)
433,92±0,2	69,14
915±13	32,75
2450±75	12,24
5800±75	5,17
24125±125	1,36

Nüchter M., Ondruschka B., Bonrath W., Gum A. Microwave assisted synthesis –a critical technology overview // Green Chem. – 2004.- №6. –P. 128 – 141.

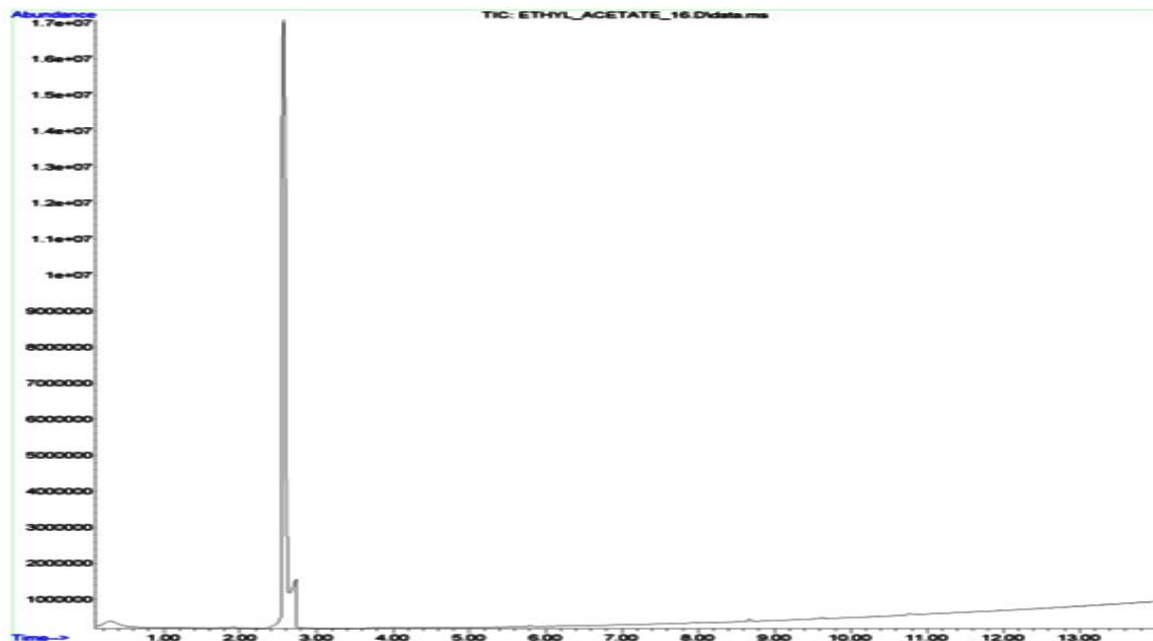
Этерификация уксусной кислоты этанолом в условиях микроволнового облучения



Хроматографический анализ полученного продукта



Хроматографический анализ полученного продукта



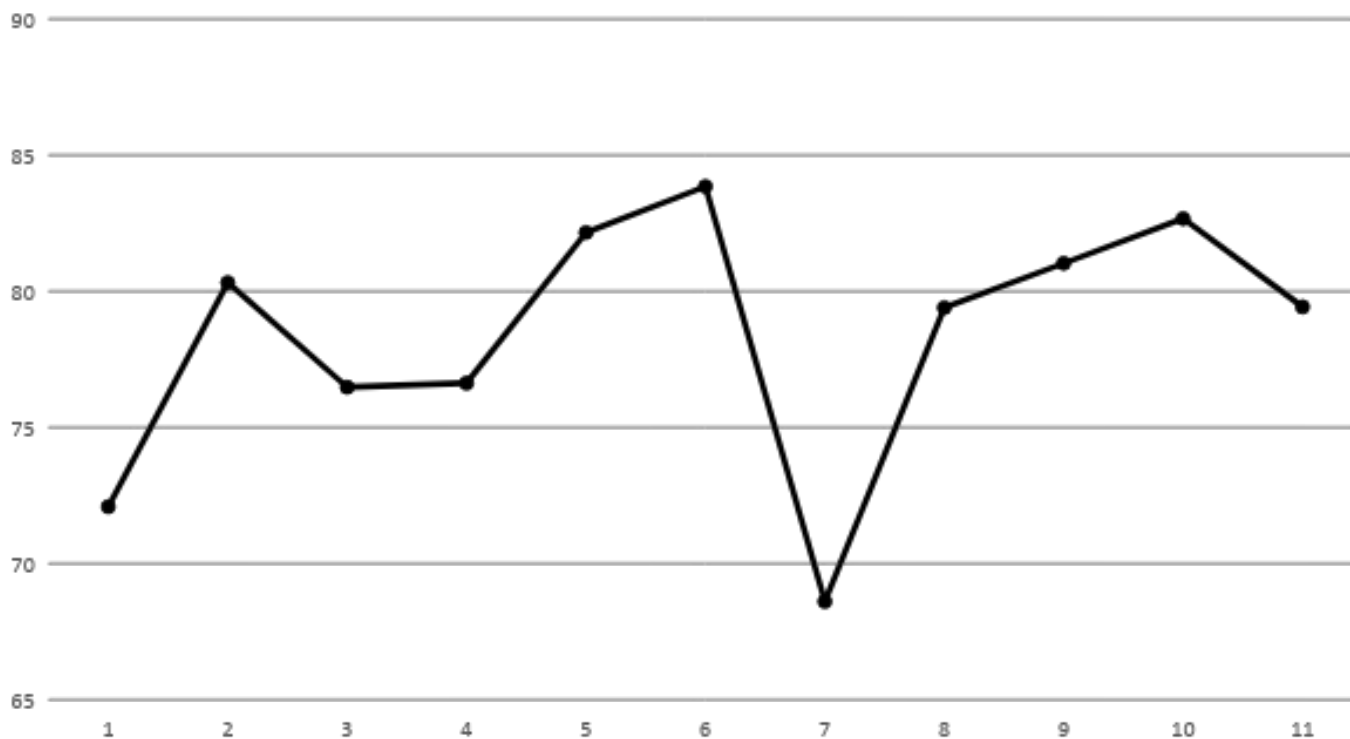
Хроматограмма этилацетата полученного сверхвысокочастотным облучением (время удержания этилацетата 2,5 мин)

Хромато-масс спектрометр Agilent 7890A/5975C

Нахождение оптимальных условий проведения процесса

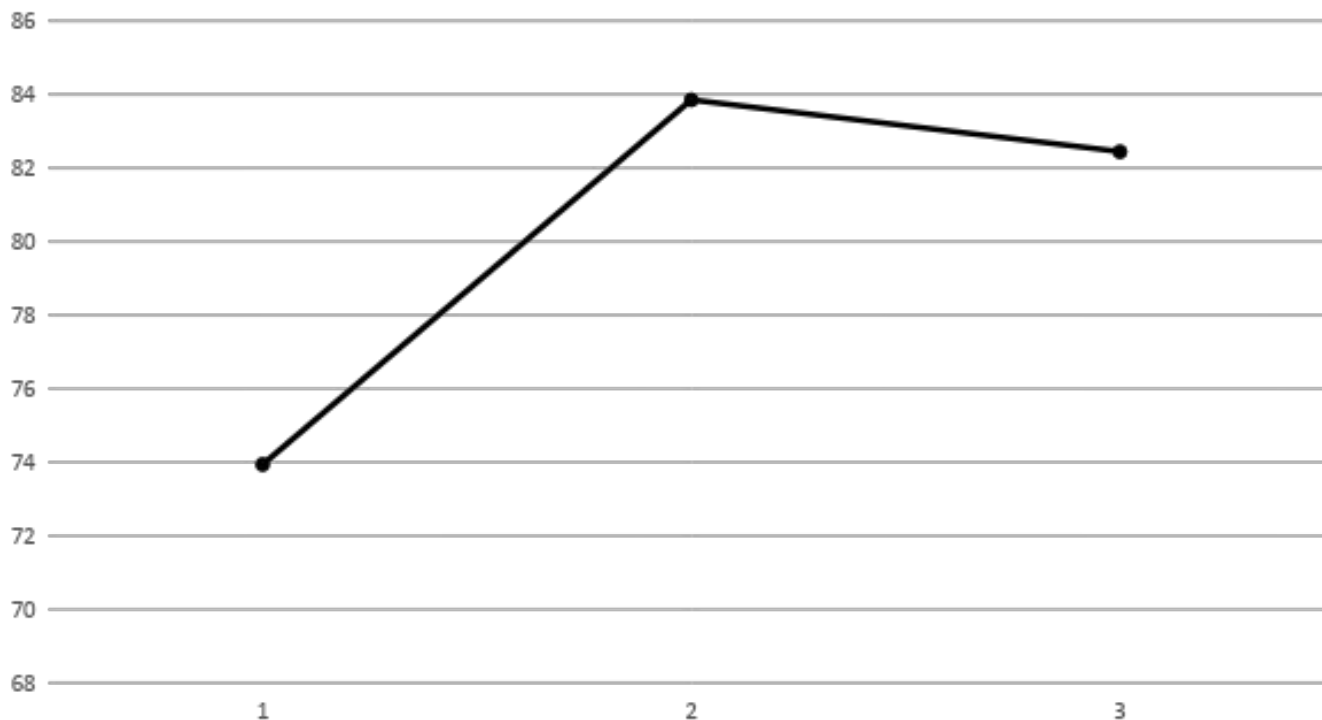
№	Мольное соотношение реагирующих веществ		Продолжительность, мин	Мощность облучения	Катализатор, % от общ. массы реагирующих веществ	Выход продукта, %
	Уксусная кислота	Этанол				
1	1	1	1	480	1	72,09
2	1	1,1	1	480	1	80,32
3	1	1,2	1	480	1	76,48
4	1	1,3	1	480	1	76,63
5	1	1,4	1	480	1	82,16
6	1	1,5	1	480	1	83,85
7	1	1,6	1	480	1	68,61
8	1	1,7	1	480	1	79,40
9	1	1,8	1	480	1	81,03
10	1	1,9	1	480	1	82,67
11	1	2	1	480	1	79,43
12	1	1,5	1	480	0,5	73,94
13	1	1,5	1	480	1,5	82,44
14	1	1,5	0,5	480	1	82,45
15	1	1,5	1,5	480	1	94,86
16	1	1,5	2	480	1	96,98
17	1	1,5	2,5	480	1	92,90
18	1	1,5	3	480	1	90,44
19	1	1,5	3,5	480	1	94,39
20	1	1,5	4	480	1	92,70
21	1	1,5	2	100	1	91,55
22	1	1,5	2	140	1	74,67
23	1	1,5	2	160	1	91,34
24	1	1,5	2	180	1	87,89
25	1	1,5	2	280	1	83,46
26	1	1,5	2	300	1	86,99
27	1	1,5	2	320	1	92,75
28	1	1,5	2	420	1	78,36
29	1	1,5	2	450	1	90,05
30	1	1,5	2	560	1	87,49
31	1	1,5	2	600	1	91,25
32	1	1,5	2	640	1	82,63
33	1	1,5	2	700	1	79,76
34	1	1,5	2	800	1	91,80
35	1	1,5	2	900	1	88,36

Влияние соотношения реагирующих веществ на выход продукта



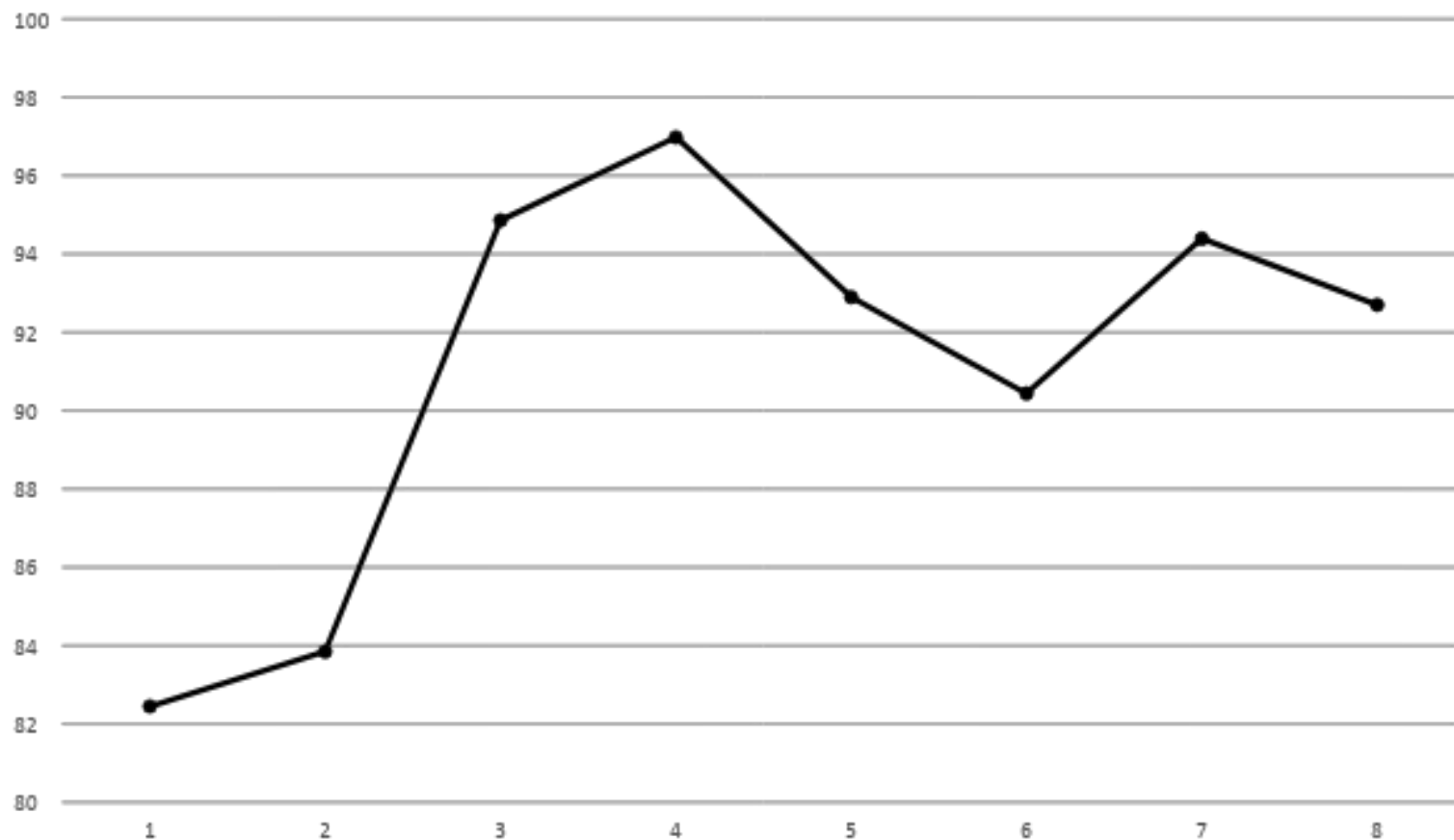
Молярное соотношение уксусная кислота:этанол:
1 – 1:1; 2 – 1:1,1; 3 – 1:1,2; 4 – 1:1,3; 5 – 1:1,4; **6 – 1:1,5;**
6 – 1:1,6; 7 – 1:1,7; 8 – 1:1,8; 9 – 1:1,8; 10 – 1:1,9; 1:2.

Влияние соотношения катализатора от общей массы реагирующих веществ на выход продукта



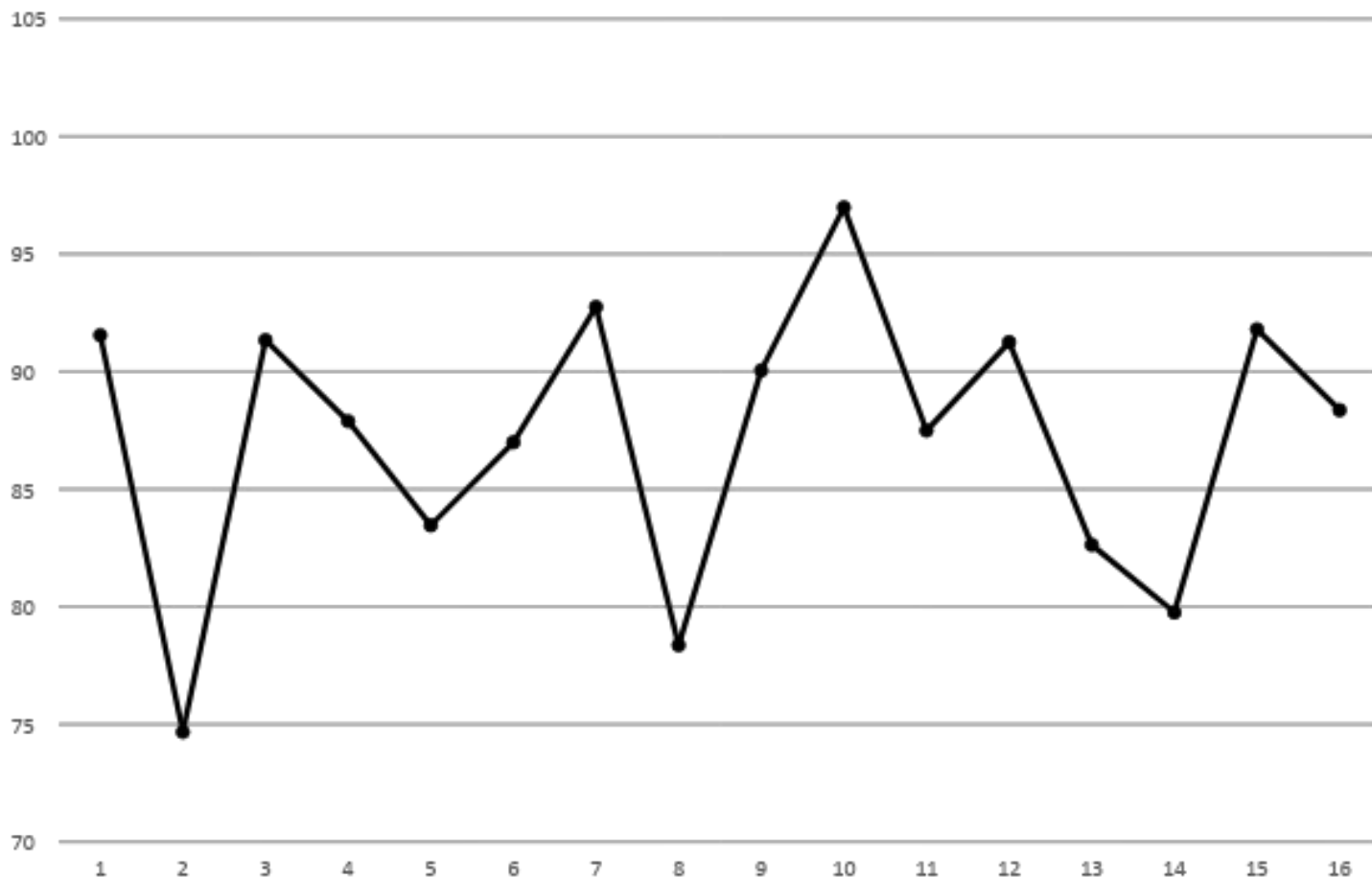
Массовая доля серной кислоты от общей массы реагирующих веществ:
1 – 0,5%; 2 – 1%; 3 – 1,5%

Влияние продолжительности процесса на выход продукта



Продолжительность: 1 – 0,5 мин; 2 – 1 мин; 3 – 1,5 мин; 4 – 2 мин; 5 – 2,5 мин;
6 – 3 мин; 7 – 3,5 мин;

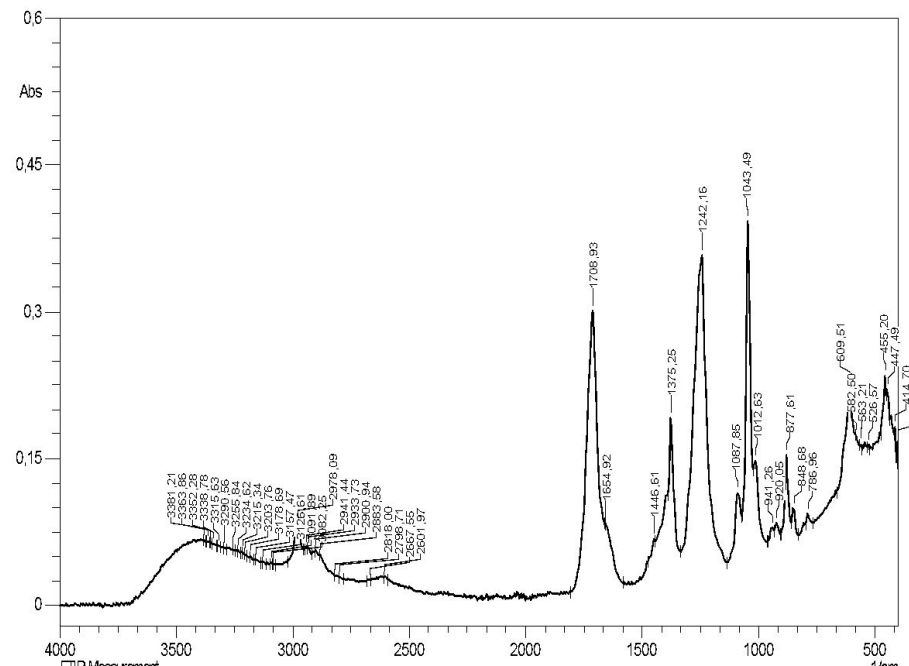
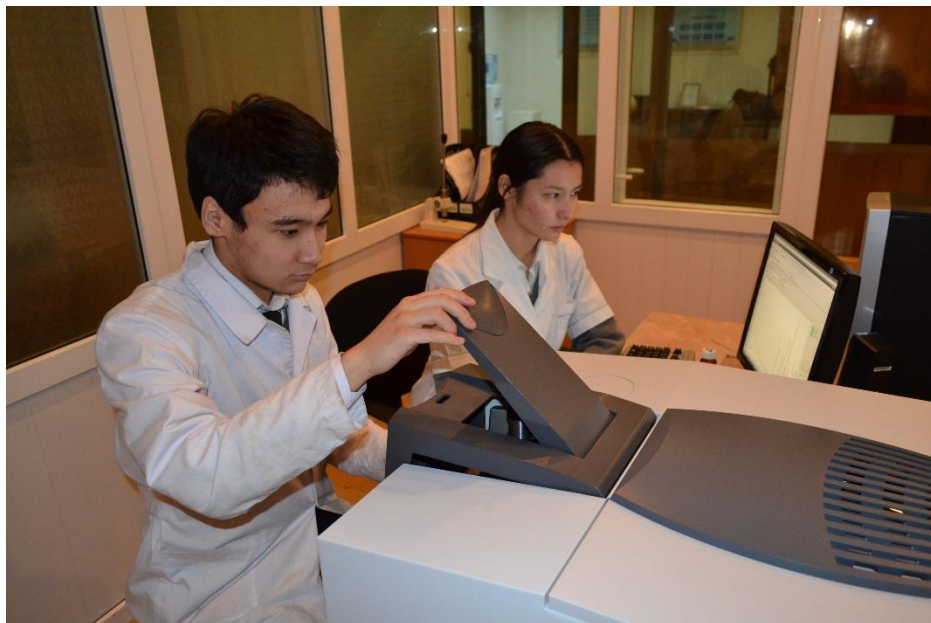
Влияние мощности облучения на выход продукта



Мощность сверхвысокочастотного облучения: 1 – 100 Вт; 2 – 140 Вт; 3 – 160 Вт; 4 – 180 Вт; 5 – 280 Вт; 6 – 300 Вт; 7 – 320 Вт; 8 – 420 Вт; 9 – 450Вт; **10 – 480 Вт**; 11 – 560 Вт; 12 – 600 Вт; 13 – 640 Вт; 14 – 700 Вт; 15 – 800 Вт; 16 – 900 Вт.

ИК-спектрометрический анализ полученного продукта

ИК-спектр этилацетата полученного сверхвысокочастотным облучением



ИК-Фурье спектрометр Shimadzu IR Prestige 21 (Япония)

Заключение

- предлагается синтез этилацетата реакцией прямой этерификации уксусной кислоты этиловым спиртом в условиях сверхвысокочастотного облучения в присутствии серной кислоты;
- найдено, что оптимальными условиями проведения процесса, являются соотношение исходных реагентов 1:1,5, продолжительность 2 мин, катализатор от общей массы реагирующих веществ 1%, мощность облучения 480 Вт;
- полученные продукты идентифицированы с помощью хромато-масс и инфракрасной спектromетрии;
- предлагаемый способ по сравнению с промышленным позволяет сократить продолжительность процесса в 60 раз.

Спасибо за внимание!