

УДК 667, 661.77

Петров С.О.

РОЗРОБКА ТЕХНОЛОГІЇ ОТРИМАННЯ ПОХІДНИХ ОКСАЗОЛ-5-ОНІВ

Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут»

Харків, Фрунзе 21, 61002

UDC 667, 661.77

Petrov S.O.

DEVELOPMENT OF OBTAINING TECHNOLOGY OXAZOL-5-ONE DERIVATIVES

National technical university "Kharkiv polytechnic institute"

Kharkiv, Frunze str. 21, 61002

Анотація. В роботі розглядається технологія отримання люмінесцентних барвників, похідних оксазол-5-онів. Надведено запропоновану технологічну схему пілотної установки для отримання цільових продуктів. Приводяться дані розрахунку залежності виходу продукту від температури та терміну перебігу реакції.

Ключові слова: оксазол-5-они, люмінесцентні барвники, технологічна схема, пілотна установка, оптимізація, рівняння реакції.

Abstract. This paper reports the obtaining technology of luminescent dyes, notably derivatives of oxazol-5-ones. A process flowsheet of pilot aggregate for receiving base products is provided below. The account data of correlation between product yield, temperature and reaction time are presented.

Key words: oxazol-5-ones, luminescent dyes, process flowsheet, pilot aggregate, optimization, chemical equation.

Завдяки своїм властивостям похідні моно- та бісоксазол-5-ону знайшли застосування в якості люмінесцентні барвники для синтетичних і полімерних матеріалів [1]. За експериментальними даними була запропонована принципова

технологічна схема отримання люмінесцентних барвників, похідних моно- та бісоксазол-5-ону [2].

В процесі впровадження в виробництво нових продуктів органічного синтезу на основі прогресивних технологічних методів малотоннажних виробництв виникає необхідність апробації методів на пілотних установках.

З цією метою ми запропонували пілотну технологічну схему, що являє собою модернізаційний варіант принципової технологічної схеми шляхом застосування пристроїв перенаправлення гідравлічних потоків та застосування багатofункціональності однотипних реакторів і зменшення їх кількості (Рис. 1).

Ця схема являє собою результат масштабування лабораторної установки, в якій проводився синтез даних продуктів.

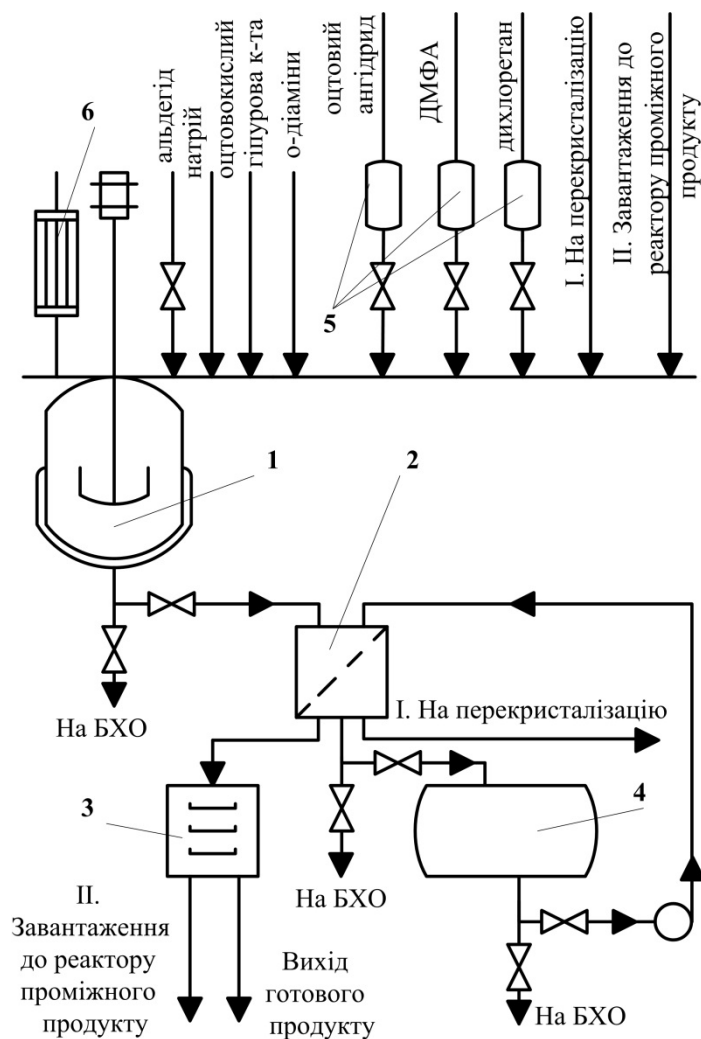


Рис. 1. Пілотна технологічна схема отримання біс-2-феніл-10-[(Е)-2-фенілетеніл]-9Н-оксазоло[5,4-в][1,5]-бензодіазепіну.

Де, 1 – реактор; 2 – фільтр; 3 – сушила; 4 – ємність; 5 – мірник; 6 – трубчастий теплообмінник.

Для вирішення питання оптимізації процесу був розглянутий механізм реакції, під час проходження якої утворюється кінцевий продукт біс-2-феніл-10-[(E)-2-фенілетенил]-9H-оксазоло[5,4-b][1,5]-бензодіазепін.

Синтез похідних оксазол-5-ону здійснювався за реакцією ароматичних ненасичених кетонів з о-діаминами, яка характеризується різноманітним напрямком формування нового гетероциклу, що призводить до різних, часом несподіваних, структур. Відомо, що на механізм цієї реакції значний вплив оказує температурний режим. У зв'язку з цим нами був досліджений вплив температурного режиму та час перебігу реакції на вихід кінцевих продуктів.

З метою вивчення залежності виходу продукту від умов синтезу, було поставлено серію експериментів в яких ми змінювали температуру та час перебігу реакції отримання біс-2-феніл-10-[(E)-2-фенілетенил]-9H-оксазоло[5,4-b][1,5]-бензодіазепіну схема синтезу якого наведена на Рис. 2. Спочатку було обрано тривалість реакції: 2, 4, 7 та 9 годин. Потім для кожної тривалості перебігу реакції ми задавали температурний режим: 65, 90, 110, 130 та 150° С. Тривалість та температурний режим реакції обиралися враховуючи данні, що містяться в літературних джерелах та ті, що були отримані раніше під час виконання цієї роботи [5-6].

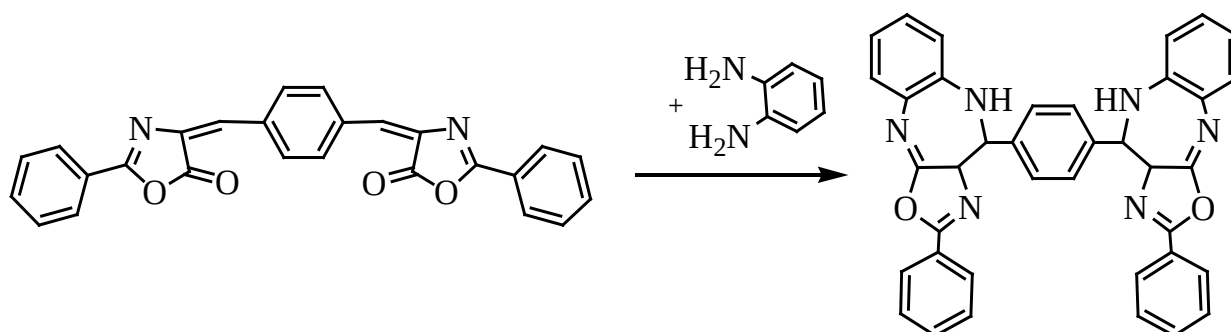


Рис. 2. Схема синтезу біс-2-феніл-10-[(E)-2-фенілетенил]-9H-оксазоло[5,4-b][1,5]-бензодіазепіну

Отримані експериментальні дані досліджень залежності виходу кінцевого продукту від температури та терміну перебігу реакції були оброблені та зведені в таблицю 1.

Таблиця 1

Дані дослідження залежності виходу біс-2-феніл-10-[(Е)-2-фенілетенил]-9Н-оксазоло[5,4-*b*][1,5]-бензодіазепіну від температури та терміну перебігу реакції

Термін перебігу реакції, ч	Температура(Т), °С	Вихід кінцевого продукту
2	65	2,64
2	90	25,51
2	110	39,49
2	130	49,64
2	150	55,94
4	65	20,23
4	90	44,40
4	110	59,41
4	130	70,58
4	150	77,91
7	65	30,88
7	90	56,97
7	110	73,52
7	130	86,23
7	150	86,29
9	65	27,48
9	90	54,85
9	110	72,43
9	130	86,17
9	150	86,34

На основі отриманих даних, за допомогою спеціалізованого статистичного пакету «Statistica» були розраховані рівняння реакції (1) та побудований графік (Рис. 3), що описують залежність виходу біс-2-феніл-10-[(Е)-2-фенілетенил]-9Н-оксазоло[5,4-*b*][1,5]-бензодіазепіну від температури та часу перебігу реакції:

$$y = -107,5835 + 13,4286 \cdot x_1 + 1,6077 \cdot x_2 - 1,05 \cdot x_1 \cdot x_1 + 0,0257 \cdot x_1 \cdot x_2 - 0,0048 \cdot x_2 \cdot x_2 \quad (1)$$

де y – вихід продукту; x_1 – температура; x_2 – термін перебігу реакції.

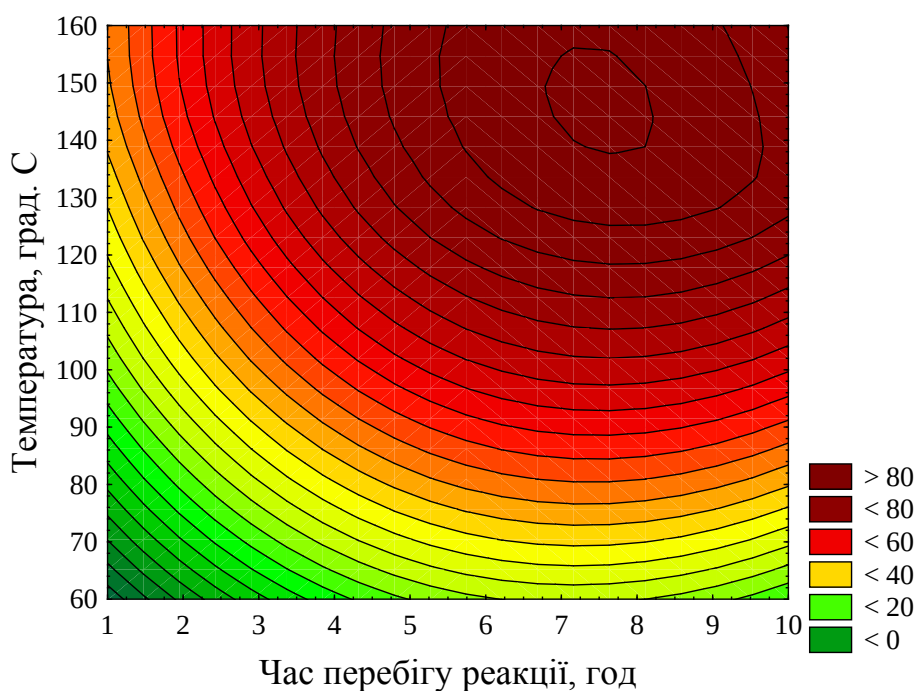


Рис. 3. Графік залежності виходу біс-2-феніл-10-[(Е)-2-фенілетенил]-9Н-оксазоло[5,4-в][1,5]-бензодіазепіну від температури та терміну перебігу реакції.

Як видно з рисунку 3, на поверхні відгуку область максимуму відповідає значенню температури (T) 150 °С та часу перебігу реакції 7,5 години. Отже, нами встановлено кількісну залежність виходу біс-2-феніл-10-[(Е)-2-фенілетенил]-9Н-оксазоло[5,4-в][1,5]-бензодіазепіну від температури та часу перебігу реакції.

Висновки:

- Запропоновано пілотну технологічну схему отримання похідних 2-феніл-4-циннамоліденоксазол-5-ону та біс-2-феніл-4-циннамоліденоксазол-5-ону.
- Досліджено вплив температури та терміну перебігу реакції на вихід кінцевих продуктів, у результаті чого встановлено залежність виходу кінцевого продукту від температури та часу реакції. Таким чином, область максимального

виходу продукту відповідає значенню температури 150 °С та терміну перебігу реакції 7,5 години

- Проведені дослідження дозволили розрахувати рівняння, яке описує залежність виходу біс-2-феніл-10-[(Е)-2-фенілетенил]-9Н-оксазоло[5,4-*b*][1,5]-бензодіазепіну від температури та терміну перебігу реакції.

- Отримані математичні залежності доцільно використовувати при розрахунках матеріального та теплового балансів синтезу біс-2-феніл-10-[(Е)-2-фенілетенил]-9Н-оксазоло[5,4-*b*][1,5]-бензодіазепіну.

Література:

1. Патент UA 74309 U, дата публікації 25.10.2012.
2. Петров С.О., Дістанов В.Б., Белобров А.Г. Технологія отримання люмінесцентних барвників на основі моно- та бісоксазолонів – Харків, Вісник Національного технічного університету «ХПІ», 2012, №27 – с. 32-39.
3. Петров С.О., Дістанов В.Б., Белобров А.Г. Синтез та дослідження люмінофорів, похідних 2-феніл-4-циннамоїліденоксазол-5-ону – Харків, Вісник Національного технічного університету «ХПІ», 2011, №31 – с. 44-53.
4. Красовицкий Б.М., Болотин Б.М. Органические люминофоры. М.: Химия, 1984. 336 с.
5. Патент UA 67547 A, дата публікації 15.06.2004.
6. Десенко С.М., Орлов В.Д. Азагетероциклы на основе ароматических непредельных кетонов. Харьков: Фолио. – 148 с.

Стаття відправлена: 09.12.2013г.

© Петров С.О.