

UNIVERZITA HRADEC KRÁLOVÉ

Přírodovědecká fakulta

Katedra chemie

**Zpráva o řešení projektu pro využití prostředků na institucionální podporu
výzkumu a vývoje Pedagogické fakulty UHK - Specifický výzkum 2010/2126**

**Vliv reakčních podmínek na syntézu N -
alkylbenzamidů v přítomnosti mikrovln**

**Prof. Ing. Karel Kolář, CSc.,
Andrea Barešová**

HRADEC KRÁLOVÉ

2010

1. Úvod

Metodika organické syntézy směřuje k minimalizaci reakční doby a zvýšení výtěžku reakce. Postupy syntézy směřují ke zjednodušení přípravy požadovaných sloučenin po stránce technické (jednoduchost aparatur, snížení počtu laboratorních operací apod.), ekonomické a ekologické (např. snížení množství použitých chemikálií, snížení spotřeby energie, zmenšení objemu odpadů, recyklace odpadů). Tyto postupy souvisí s trendy *green chemistry*, které se promítají např. v reakcích bez použití rozpouštědel realizované s mikrovlnným ohřevem.

Grantový projekt navazuje na projekt SV Vliv mikroporézních materiálů a mikrovln na reakce karboxylových kyselin s aminy, který byl řešen v roce 2009. V tomto projektu byly testovány podmínky syntézy N - alkylbenzamidů (množství reaktantů, reakční doba) bez rozpouštědla a v přítomnosti mikrovln. Zároveň byl zkoumán vliv struktury alkylaminů (délka alifatického řetězce) na průběh reakce a její výtěžek.

Cílem tohoto projektu je optimalizace podmínek reakce kyseliny benzoové a jejích derivátů s různými alifatickými aminy bez rozpouštědla v přítomnosti mikrovln. Pozornost bude orientována především na vliv poměru reagujících sloučenin pokud jde o průběh reakce a na maximální zkrácení reakční doby.

2. Cíle projektu

Projekt je zaměřen obzvláště na výzkum podmínek reakcí kyseliny benzoové s alifatickými aminy, které se liší délkou řetězce. Pozornost bude věnována době ohřevu reakční směsi, poměru reaktantů, vlivu sušidla a vlivu způsobu ohřevu na průběh reakce. Optimalizace reakčních podmínek syntézy je doplněna i odpovídajícími výukovými aplikacemi.

3. Způsob řešení projektu

Záměrem projektu je optimalizace podmínek reakce kyseliny benzoové a s alifatickými aminy bez rozpouštědla v přítomnosti mikrovln. Pozornost byla věnována především podílu jednotlivých reaktantů při syntéze a minimalizaci reakční doby ve vztahu k výtěžku produktu a jeho kvalitě.

Při vlastním řešení projektu byly zkoumány reakce kyseliny benzoové s alifatickými aminy, které se liší délkou řetězce. Uvedené reakce byly, jak již bylo zmíněno, uskutečňovány jako reakce bez rozpouštědla v přítomnosti mikrovln. Hlavním cílem projektu je nalezení vhodného poměru množství kyseliny a aminu ve vztahu k výtěžku reakce pro vybrané typy reagujících látek a minimalizace reakční doby ve vztahu k výtěžku a kvalitě produktu. Jako součást řešení projektu, ve shodě s propozicemi, byla zpracována diplomová práce, která bezprostředně souvisí s uvedenou problematikou zaměřené na uvedenou problematiku (A. Barešová).

4. Výsledky řešení projektu

V rámci řešení projektu, zaměřeného na reakci kyseliny benzoové s alifatickými aminy *bez rozpouštědla a v přítomnosti mikrovln* byl studován: vliv doby zahřívání reakční směsi, vliv poměru reaktantů, vliv délky řetězce alifatického aminu, vliv přítomnosti bezvodého síranu sodného a vliv způsobu ohřevu reakční směsi na průběh syntézy N-alkylbenzamidů. Bylo též provedeno srovnání průběhu reakce kyseliny benzoové s okatylaminem a oktylalkoholem. Výsledky výzkumu byly prezentovány na konferencích a seminářích, jsou k dispozici ve sbornících či CD. Další výstupy jsou připravovány pro tisk.

5. Prezentace výsledků řešení projektu

Výsledky řešení projektu byly prezentovány formou přednášky a posterů na konferencích:

- 1) DidSci – The 4th International Conference Research in Didactics of the Science, Kraków, 4. 7. – 9. 7. 2010
- 2) Aktuální aspekty pregraduální přípravy a postgraduálního vzdělávání učitelů chemie, Trojanovice, 29. 9. – 1. 10. 2010
- 3) Central European Conference ECOpole'10, Piechowice, 13. 10. – 16. 10. 2010

Príspevky byly publikovány ve sbornících konferencí a na CD. Mezi výstupy řešení projektu náleží diplomová práce A. Barešové, jejíž obhajoba proběhne v únoru 2011. Publikace v dalších časopisech (EChE, Proc.ECO aj.) byla projednána s vedoucí redaktorkou dr. M. Rajfur.

Přehled výstupů:

- 1) Čermák, J., Barešová, A., Myška, K., Nodzyńska, M., Kolář, K.: Microwave – assisted synthesis of amides in the presence microporous materials, International Conference DidSci 2010 Kraków (Book of Abstracts) , UP im. KEN, Kraków 2010, p. 29, P35
- 2) Čermák, J., Raková, J., Barešová, A., Dostál, H., Myška, K., Kolář, K.: Reakce kyseliny benzoové s alkoholy a aminy jako green chemistry experiment, Aktuální aspekty pregraduální přípravy a postgraduálního vzdělávání učitelů chemie, OU, Ostrava 2010, s.38

3) Čermák, J., Barešová, A., Lyčka, A., Radvan, R., Myška, K., Kolář, K: Microporous materials in the preparation of N-alkylbenzamides, Central European Conference ECOpole'10 Piechowice, Orals and Posters, PTCH – TChIE, Opole 2010, p. 64, P 145

4) Čermák, J., Barešová, A., Myška, K., Nodzyńska, M., Kolář, K.: Syntéza amidů v přítomnosti mikrovln a mikroporézních materiálů, Badania w dydktykach przedmiotów przyrodniczych, UP im. KEN, Kraków 2010, s. 71

5) Barešová, A.: Mikrovlny a organická chemie, (Diplomová práce), PdF UHK, Hradec Králové 20

6. Řešitelský tým

Prof. Ing. Karel Kolář, CSc., řešitel

Andrea Barešová, diplomant PdF UHK v Hradci Králové (vedoucí DP: K. Kolář)

Studentka Katedry chemie A. Barešová se aktivně zapojila do řešení projektu v rámci diplomové práce, v této souvislosti se zabývala syntézou amidů, separačními operacemi a TLC analýzou produktů.

7. Výkaz o hospodaření:

Projektu byla přidělena finanční částka 85 000,- Kč. Z částky byly uhrazeny následující položky:

1) Chemikálie pro syntézu	35 961,60 Kč
2) Materiál pro TLC	35 806,80 Kč
3) Rozpouštědla	2 920,00 Kč
4) Chromatografické kolony	4 530,24 Kč
5) Mikrovlnné trouby	2 246,00 Kč
6) Lékárenské potřeby	197,00 Kč
7) Kancelářské potřeby	2 389,00 Kč
8) Postery	1 296,00 Kč
9) Mimořádné stipendium (A. Barešová)	2 000,00 Kč
Celkem	87 346,64 Kč

8. Závěr

V rámci řešení projektu byla dokončena optimalizace podmínek syntézy N-alkylbenzamidů. Bylo navázáno na studie reakce kyseliny benzoové s lineárními alkylaminy s různou délkou řetězce, sledován vliv vzájemného poměru reaktantů a přítomnost sušidla v reakční směsi na průběh reakce a její výtěžek. Dále byl zkoumán vliv doby a způsobu zahřívání reakční směsi na průběh reakce a její výtěžek. Výtěžek reakce se zvyšoval s rostoucí délkou řetězce alifatického aminu a rostoucí dobou zahřívání reakční směsi. Přebytek kyseliny v reakční směsi pozitivně ovlivňoval rychlost reakce a její výtěžek, přebytek aminu naopak působil inhibiči reakce (zpomalení reakce a snížení výtěžku). Přítomnost sušidla – bezvodého síranu sodného se neprojevila pozitivně (snížení výtěžku). Způsob zahřívání (mikrovlnná trouba, vzduchová lázeň, lázeň z Woodova kovu aj.) bude třeba dále zkoumat, oba způsoby mají své přednosti a nevýhody. Byly prezentovány rozdíly v průběhu reakce kyseliny benzoové s oktylaminem a oktylalkoholem (výuková aplikace). Studentka, pracující na projektu v rámci své diplomové práce, bude tuto obhajovat v únoru 2011.

Přílohy

- 1) Publikační výstupy
- 2) Výsledovka po účtech s pohyby v rozmezí 01-12/2010