

Олігомеризація фракції С<sub>9</sub> з використанням N-заміщених амінопероксидів // *Вопросы химии и химической технологии*. – 2004. – № 1. – С. 92–95. б. Курташ Ю.А., Субтельний Р.О., Проник Ю.О., Дзіняк Б.О. Коолігомеризація ненасичених вуглеводнів фракції С<sub>9</sub> в присутності олігопероксиду // *Вісник Нац. у-ту “Львівська політехніка”*. – 2007. – № 590. – С. 173–176.

УДК 542.951.3 : 547.39

І.Я. Почапська, Ю.Я. Хлібишин\*

Національний університет “Львівська політехніка”,

кафедра охорони праці,

\*кафедра технології органічних продуктів

## ВПЛИВ ТЕМПЕРАТУРИ І КОНЦЕНТРАЦІЇ КАТАЛІЗАТОРА НА ВИХІД 3-МЕТИЛ-β-БУТИРОЛАКТОНУ

© Почапська І.Я., Хлібишин Ю.Я., 2008

Досліджено вплив температури та концентрації каталізатора на вихід 3-метил-β-бутиролактону і конверсію кетену, визначено оптимальні умови проходження реакції.

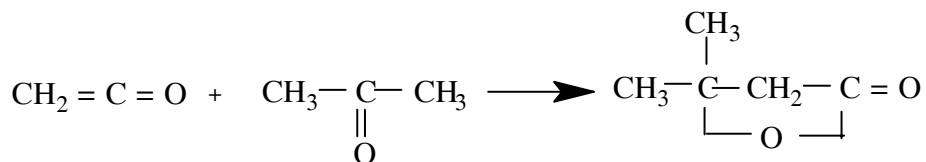
**The influence temperature and concentration of catalyst on the process of synthesis 3-methyl-β-butyrolactone is investigated. The optimal conditions of the process of synthesis 3-methyl-β-butyrolactone are determined.**

**Постановка проблеми.** Аналіз способів [1–3] одержання β-лактонів конденсацією кетену з карбонільними сполуками показав, що найефективнішим каталізатором отримання β-лактонів (зокрема 3-метил-β-бутиролактону) є ефірат трифтористого бору, композиція хлорид алюмінію-хлорид цинку та композиція хлорид цинку-хлорид алюмінію-хлорид заліза (III), бо зростає вихід цільового продукту. Можна припустити тенденцію зниження виходу цільового продукту, якщо процес не здійснювати у діапазоні температур -10–30 °С, оскільки зниження або ж підвищення температури поза зазначеними межами сприяє перебігу небажаних реакцій.

Отже, для підвищення ефективності одержання β-лактонів необхідно дослідити закономірності перебігу цієї реакції з метою встановлення оптимальних параметрів процесу та підвищення чистоти та виходу кінцевого продукту.

Аналіз досліджень і публікацій показав, що для реакції конденсації кетену з кетонами потрібні активніші каталізатори, ніж для реакції конденсації кетену з альдегідами [4].

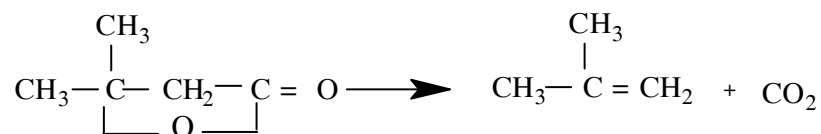
Метою цього дослідження було встановлення оптимальної температури реакції та концентрації каталізатора при одержанні 3-метил-β-бутиролактону у реакції конденсації кетену з ацетоном.



Реакцію конденсації кетену з кетонами здійснювали в скляному реакторі, обладнаному пропелерною мішалкою, трубою для подавання кетену і термометром. В реактор, куди попередньо поміщали розчин ацетону з каталізатором (ефірат трифтористого бору) та гідрокінон, при температурі -5...+5 °С подавали кетен. Після закінчення реакції реакційна маса відстоювалася упродовж 13 годин, після чого її профільтрували.

Для виділення β-лактону з реакційної маси спочатку під вакуумом водоструменевого насоса (0.66 кПа) та водяній бані 60–70 °С відганяли ацетон, а рештки інших речовин відсмоктували при глибокому вакуумі при температурі 20 °С, після чого виділяли цільовий продукт.

Зазначимо, що 3-метил-β-бутиролактон виділяли під вакуумом 0.7 кПа, обов'язково з азотним або вуглекисневим вловлювачем. Необхідність останнього зумовлена тим, що за підвищених температур відбувається розривання лактонового кільця з утворенням вуглекислого газу і вуглеводню:



Крім цього, проходить часткова полімеризація β-лактону. Вихід 3-метил-β-бутиролактону 86 %. Результати експериментів наведено у таблиці.

### Вплив концентрації ефірату трифтористого бору, температури на вихід 3-метил-β-бутиролактону

Початкова концентрація каталізатора, моль/дм <sup>3</sup>	Температура, °С	Кінцева концентрація каталізатора, моль/дм <sup>3</sup>	Конверсія кетену, %	Лужний агент для нейтралізації каталізатора	Вихід 3-метил-β-бутиролактону
0.028	- 10±0	0.025	55.1	безводний CH <sub>3</sub> COONa	53.8
0.056		0.050	64.3		77.4
0.084		-12± - 2	0.075		70.8
	0.064		75.0		84.3
	0±+10	0.073	66.8	82.7	
		0.069	65.3	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	80.9
		0.071	64.5	NaHCO <sub>3</sub>	75.4*
		0.070	—	без нейтралізації	73.1

\* Відгон складається з 50 % 3-метил-β-бутиролактону і 50 % 3-метилкротонової кислоти, яка викристалізовується в колбі.

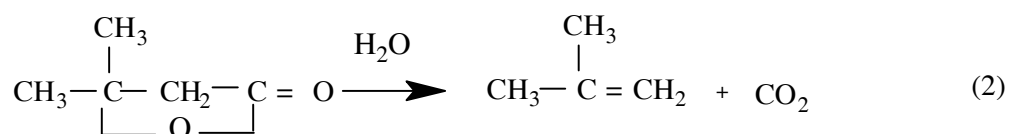
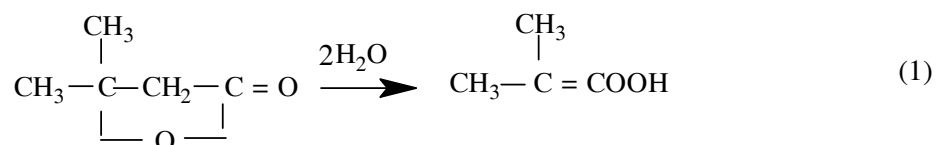
У ході синтезу 3-метил-β-бутиролактону об'єм реакційної маси збільшується (процес проходить у газовій фазі), за рахунок чого концентрація каталізатора зменшується. У результаті досліджень встановлено, що для нормального проходження процесу концентрація каталізатора (ефірату трифтористого бору) повинна бути 0.064±0.084 моль/дм<sup>3</sup>. При концентрації каталізатора менше ніж 0.064 моля/дм<sup>3</sup> реакційна маса темніє, очевидно, в результаті утворення дикетену, який значно ускладнює виділення β-лактону з реакційної маси і забруднює його. Як наслідок вихід 3-метил-β-бутиролактону знижується до 55 %.

Встановлено, що температура істотно не впливає на вихід 3-метил-β-бутиролактону, але бажано підтримувати температурний режим реакції 263–273 К. За вищих температур з реакційної маси виноситься ацетон та ефірат трифтористого бору, внаслідок чого вихід 3-метил-β-бутиролактону значно знижується (≈ 50 %).

Істотнішим моментом синтезу 3-метил-β-бутиролактону є нейтралізація каталізатора. Якщо після закінчення реакції каталізатор не нейтралізувати, то під час відгонки ацетону та виділення 3-метил-β-бутиролактону відбувається утворення в'язких полімерів і часткова ізомеризація 3-метил-β-бутиролактону до 3-МКК.

Очищали одержаний 3-метил-β-бутиролактон ректифікацією під вакуумом 0.7 кПа, чистоту отриманого продукту перевіряли хроматографічним аналізом.

Ефірат трифтористого бору нейтралізували слабколужними реагентами, такими, як: карбонат натрію чи ацетат натрію (в еквімолярних співвідношеннях), при цьому застосовували їх зневодненими, оскільки водні розчини цих речовин викликають не лише нейтралізацію каталізатора, а й перебіг небажаних побічних реакцій, таких, як ізомеризація 3-метил- $\beta$ -бутиролактону до кислоти та розклад 3-метил- $\beta$ -бутиролактону:



**Висновки.** На основі досліджень було визначено оптимальні умови здійснення реакції конденсації кетену з ацетоном. Встановлено оптимальні умови здійснення процесу, каталізатор та реагент для його нейтралізації та визначено фізико-хімічні характеристики 3-метил- $\beta$ -бутиролактону. Отже, реакцію одержання 3-метил- $\beta$ -бутиролактону найкраще вести за температури  $-5 \dots +5^\circ\text{C}$  у присутності ефірату трифтористого бору як каталізатора.

1. Fayet M.T., Petermann H., Fontaine J., Terre S., Kounmantzeff M. *Ann. de l'Institut Pasteur.* – 1967. – Vol. 112. – P. 65. 2. Заугг Г.Э. *Органические реакции.* Т. 8. – М.: Иностранная лит., 1956. – 394 с. 3. Пат. 98105580 України, МКИ С 10 G 31/114. Спосіб одержання бета-пропіолактону / Х.З. Котович, І.Я. Почапська, Є.М. Мокрий (Україна). – Заявл. 23.10.1998 р., – Опубл. 15.02.2001 р.; Бюл. № 1. – 2001. 4. Почапська І.Я., Котович Х.З. Синтез, властивості, реакційна здатність  $\beta$ -пропіолактону та деяких його  $\beta$ -заміщених гомологів // Тез. доп. наук. конф. “Проблеми органічного синтезу”. – Львів. – 1994. – С. 33.