

Проведение реакции гидрирования нитрогруппы в мягких условиях на примере гидрирования нитробензола с использованием катализатора Pd/MN100

Шарапова М.Д.

Научный руководитель: Никошвили Л.Ж.

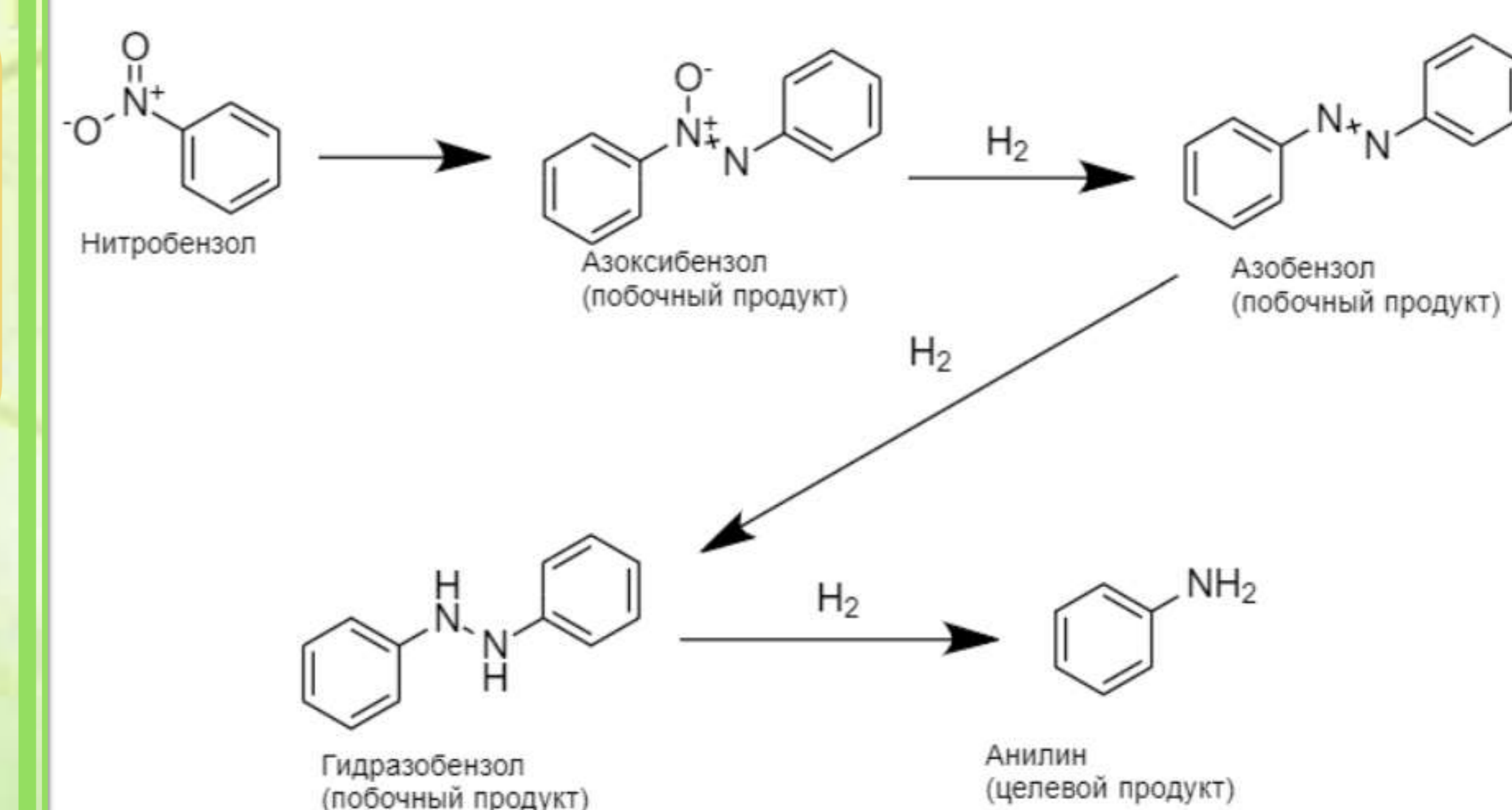
Тверской государственной технической университет
Кафедра биотехнологии, химии и стандартизации



Гидрирование нитросоединений очень важный производственный процесс получения аминов.

Высокие реакционные свойства нитроаренов благодаря наличию нитрогрупп в сопряжении с электронной системой ароматического кольца обуславливает их широкое применение при синтезе огромного ассортимента различных соединений.

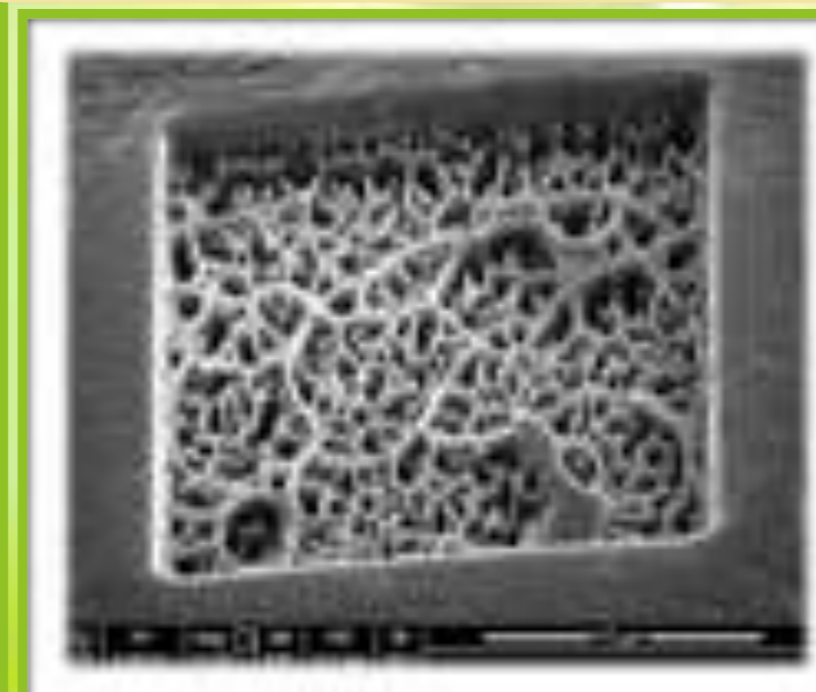
Очень важно осуществлять гидрирование в мягких условиях, так как амины являются термически нестабильными веществами, а также для экономии энергии. Поэтому разработка оптимальных условий является одной из актуальных исследовательских проблем.



Эксперимент

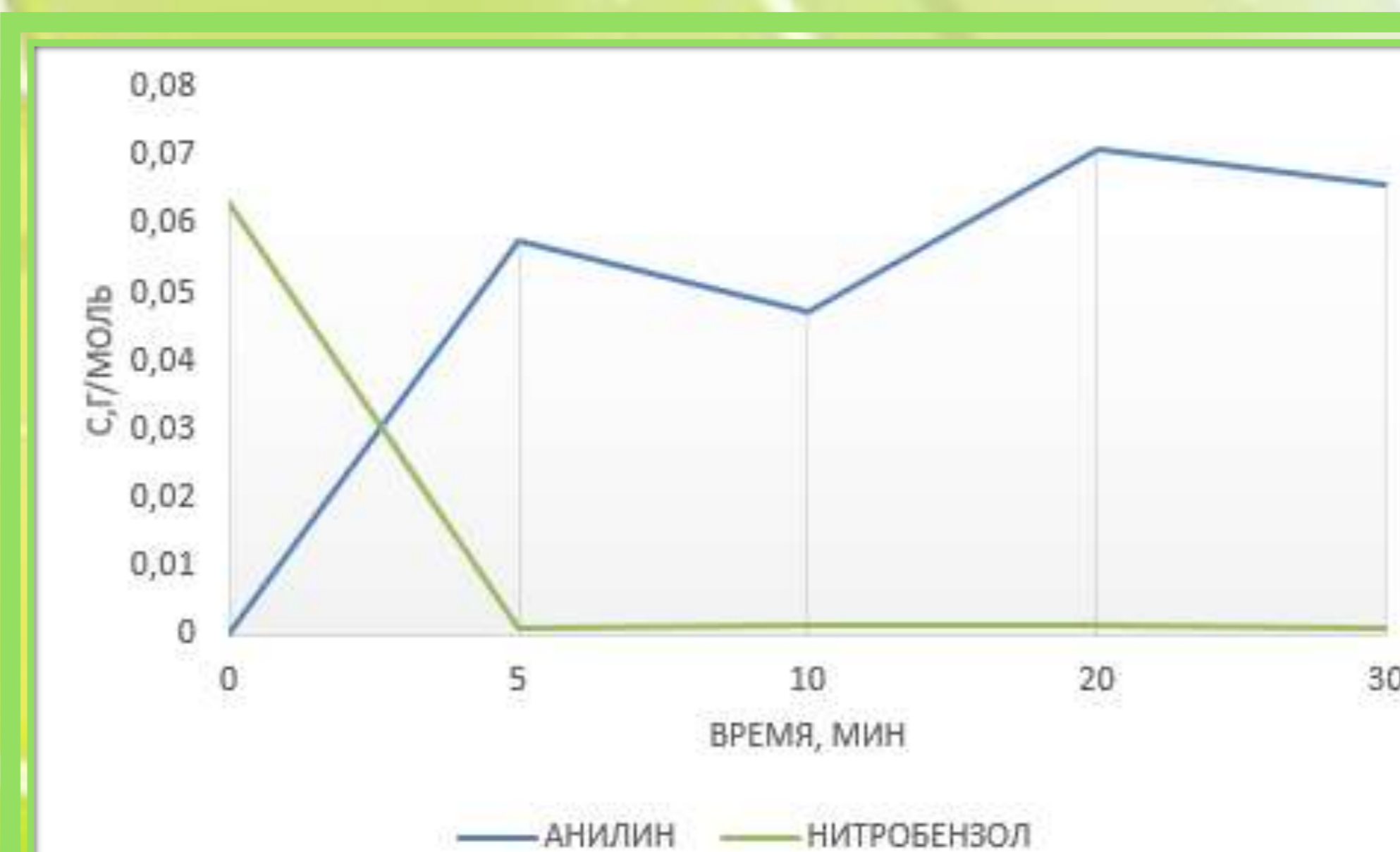
Условия	
Борогидрид натрия	3 ммоль
Нитробензол	1 ммоль
Этанол	20 мл
Температура	40 °C
Скорость перемешивания	1000 об/мин
Pd/MN100	0,05 г

Катализатор, с расчетным содержанием палладия 1%(масс.) был синтезирован методом пропитки носителя раствором ацетата палладия в тетрагидрофуране.

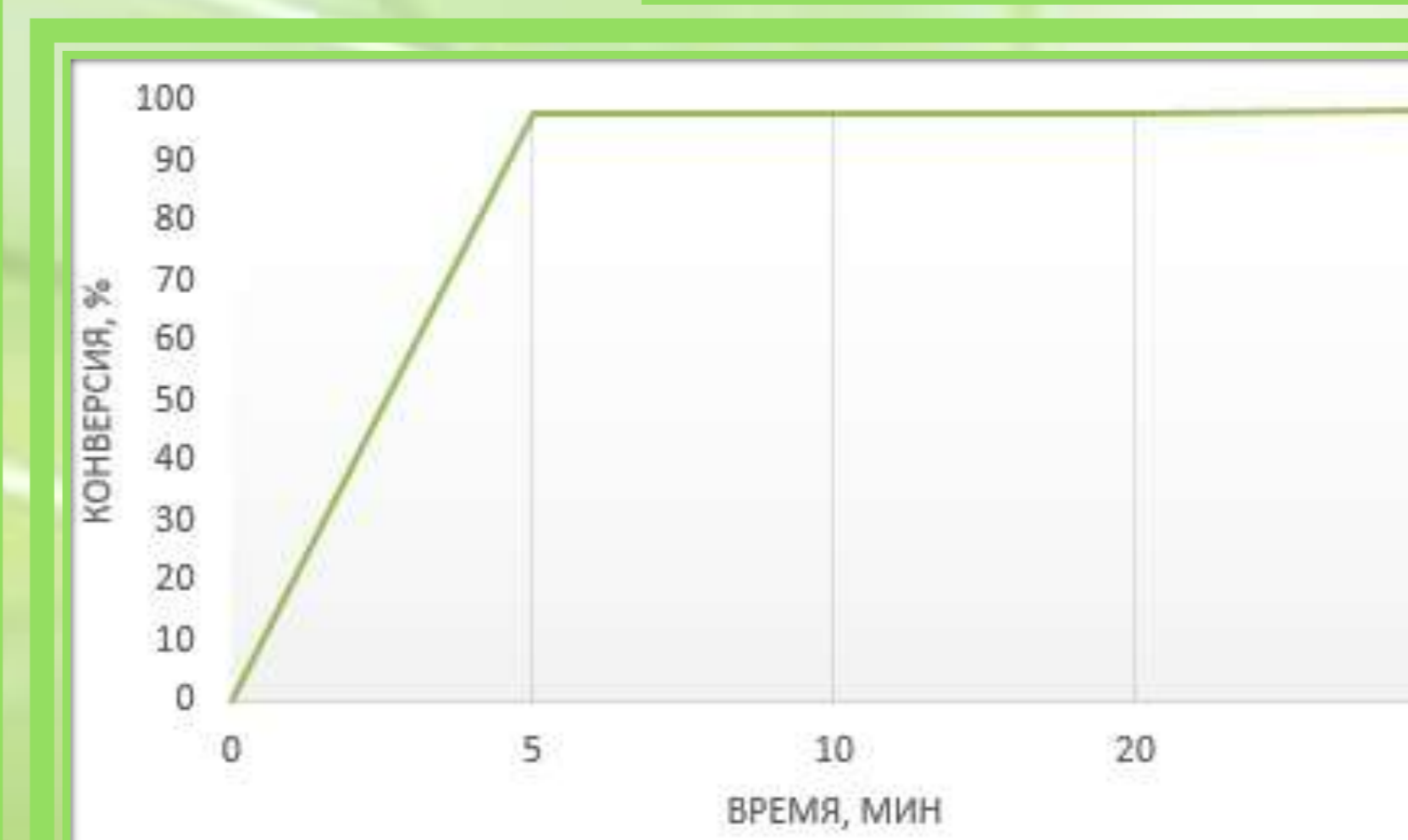


Электронная микрофотография СПС марки MN100 (сканирующая электронная микроскопия)

Результаты



Зависимость концентраций нитробензола (NB) и анилина (AN) от времени



Зависимость конверсии нитробензола от времени для катализатора Pd/MN100

На основании данных, полученных при анализе катализата, были рассчитаны селективность и конверсия проводимой реакции. Реакция завершилась за 5 минут, селективность и конверсия составили 96% и 91% соответственно.



Установка для проведения процесса гидрирования нитрогруппы при атмосферном давлении

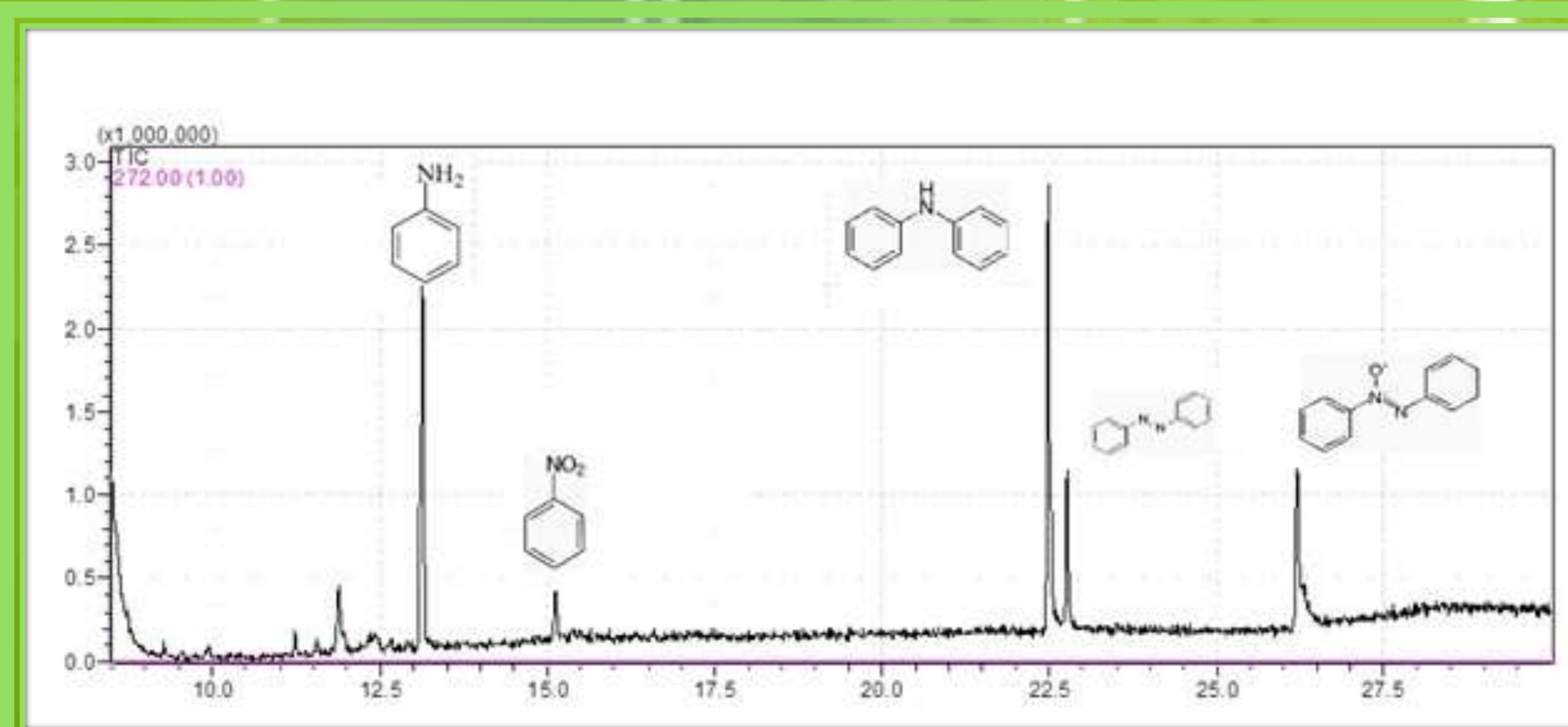
1 – магнитная мешалка; 2 –реактор; 3 – холодильник; 4 – гидрозатвор

Анализ катализата

При анализе катализата было обнаружено два побочных продукта при проведении гидрирования нитробензола - азобензол и азоксибензол



GC-210 хроматограф и GCMS-QP2010S масс-спектрометр



Хроматограмма по ионному току катализата, полученного в ходе гидрирования нитробензола

Выводы

- Палладиевый полимерный катализатор показал высокую эффективность в жидкофазном гидрировании нитробензола.
- В результате проведенных исследований были обнаружены условия, при которых реакция гидрирования нитробензола завершается за 5 минут, а селективность и конверсия составляют 96% и 91% соответственно: NB 1 ммоль, NaBH₄ 3 ммоль, температура - 40 °C, скорость перемешивания 1000 об/мин.