

В.А. СЕДАКОВА, Т.А. НЕСТЕРОВИЧ

Беларусь, Могилев, МГУ имени А.А. Кулешова

**ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ГИДРОЛИЗА
СЛОЖНЫХ ЭФИРОВ УКСУСНОЙ КИСЛОТЫ**

Процессы гидролиза, гидратации, дегидратации, этерификации и амидирования имеют очень важное значение в промышленности основного органического и нефтехимического синтеза [1]. В области органического синтеза рассматриваемые процессы используют главным образом для производства спиртов C_2 - C_5 , фенолов, простых эфиров, карбоновых кислот и их производных (сложных эфиров, ангидридов, нитрилов, амидов) [2, 3].

В настоящее время экспериментальное обнаружение существования промежуточных комплексов или продуктов в результате быстрых реакций и изучение природы их образования и распада являются актуальной задачей физической и химической кинетики. Кислотный гидролиз сложных эфиров уксусной кислоты, участвующий во многих процессах, протекающих в живом организме, при полимеризации различных веществ является одним из примеров медленной реакции, протекающей через сверхбыстрые стадии [4].

Одна из важных задач современной химии – надежный и точный анализ органических веществ, часто близких по строению и свойствам. Без этого невозможно проведение химических, биохимических и медицинских исследований, на этом в значительной степени базируются экологические методы анализа окружающей среды, криминалистическая экспертиза, а также химическая, нефтяная, газовая, пищевая, медицинская отрасли промышленности и многие другие отрасли народного хозяйства [5]. Один из наиболее чувствительных методов, позволяющий проводить точные анализы, – хроматографический [6]. Поскольку многие методики подготовки проб перед анализом включают введение неорганических кислот, то

необходимо исследовать, будет ли в условиях эксперимента протекать кислотный гидролиз эфиров. В связи с этим целью настоящей работы было исследование реакций кислотного гидролиза некоторых сложных эфиров уксусной кислоты.

Для анализа использовали как индивидуальные вещества (уксусная кислота, этилацетат, бутанол, этанол, бутилацетат маркировки х.ч. и ч.д.а), так и анализируемые системы, которые готовили путем смешивания 1 мл соляной кислоты (х.ч.) и такого же количества эфира. Смесь тщательно встряхивали на протяжении 10 минут, после чего отбирали 1 мкл из верхнего органического слоя для хроматографирования.

Исследуемые системы анализировали на газовом хроматографе «Хроматэк Кристалл – 5000» с использованием кварцевой капиллярной колонки CR FFAP длиной 50 м и внутренним диаметром 0,32 мм, неподвижная фаза – пленка сополимера полиэтиленгликоля с 2-нитротерефталевой кислотой; толщина пленки 0,5 мкм (производитель «Хроматэк», Россия). Регистрацию хроматограмм проводили в режиме с программируемой температурой, с пламенно-ионизационным детектированием.

Полученные хроматограммы обрабатывали с помощью компьютерной программы «Хроматэк Аналитик». Идентификацию компонентов на хроматограммах осуществляли, сравнивая время удерживания компонентов смеси со временем удерживания индивидуальных чистых веществ в стандартных растворах. Объем вводимой пробы составлял 1 мкл.

На рисунке 1 представлена хроматограмма бутилацетата маркировки ч.д.а.

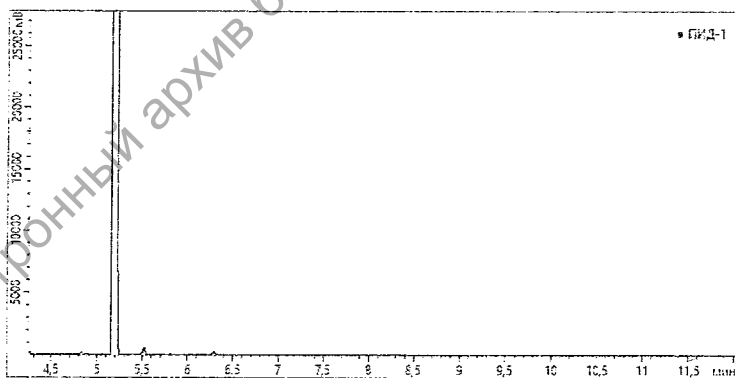


Рисунок 1 – Хроматограмма бутилацетата (ч.д.а.)

Основные хроматографические параметры для индивидуальных веществ представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Результаты хроматографического анализа индивидуальных веществ

Раствор	Время удерживания	Площадь пика	Высота пика
Бутилацетат	5,194	508 729,974	229 608,031
Бутанол-1	5,446	537 900,374	144 832,233
Уксусная кислота	9,976	316 381,076	10 739,974
Этилацетат	4,511	386 645,695	126 987,169
Этанол	4,562	362 706,420	88 182,250

Хроматограмма бутилацетата после смешивания с соляной кислотой представлена на рисунке 2.

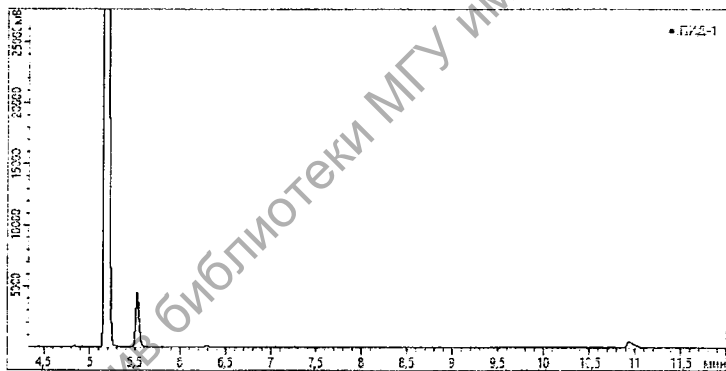


Рисунок 2 – Хроматограмма бутилацетата после гидролиза

Из представленной хроматограммы видно, что, помимо пика бутилацетата, появились еще 2 пика с большой площадью. Основные хроматографические параметры полученных пиков представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Результаты исследования гидролизованного бутилацетата

№ пика п/п	Время удерживания	Площадь пика	Высота пика
1	5,161	413 046,294	172 314,419
2	5,523	12 133,437	4 379,151
3	10,931	3 037,927	565,380

Сопоставляя данные таблиц 1 и 2, видим, что пик № 1 по времени удерживания соответствует бутилацетату, пик № 2 – бутанолу-1, пик № 3 – уксусной кислоте.

Аналогичную картину получили при исследовании этилацетата: после смешивания эфира с соляной кислотой на хроматограмме идентифицировали дополнительные пики, характерные для этанола и уксусной кислоты.

В результате проведенного исследования гидролиза бутилацетата и этилацетата на хроматограммах качественно определены пики, характерные для продуктов гидролиза – бутанола-1 и уксусной кислоты и этанола и уксусной кислоты соответственно. Исследование гидролиза сложных эфиров планируется продолжить и с помощью количественной хроматографии определить степени превращения эфиров.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Терней, А. Современная органическая химия : в 2 т. / А. Терней. – М. : Мир, 1981. – Т. 1. – 670 с. ; Т. 2. – 615 с.
2. Травень, В. Ф. Органическая химия : в 2 т. / В. Ф. Травень. – М. : Академкнига, 2004. – Т. 1. – 708 с.
3. Шабаров, Ю. С. Органическая химия : в 2 кн. / Ю. С. Шабаров. – М. : Химия, 1994. – 848 с.
4. Практикум по физической химии. Кинетика и катализ. Электрохимия : учеб. пособие для студентов учреждений высш. проф. образования / А. В. Абраменков [и др.] ; под ред. В. В. Лунина, Е. П. Агеева. – М. : Академия, 2012. – 304 с.
5. Основы аналитической химии : учеб. для вузов : в 2 кн. / Ю. А. Золотов [и др.] ; под ред. Ю. А. Золотова. – М. : Высш. шк., 2002. – Кн. 1 : Общие вопросы. Методы разделения. – 351 с.
6. Царев, Н. И. Практическая газовая хроматография : учеб. пособие / Н. И. Царев, В. И. Царев, И. Б. Катраков. – Барнаул : Изд-во АГУ, 2000. – 120 с.