

Studentská vědecká konference

25.11.2005

Sekce: organická technologie
Počet sekcí: 2

Komise v sekci 1 počet účastníku: 11	Komise v sekci 2 počet účastníků: 8
předseda : Doc. Ing. B. Dvořák, CSc. členové: Doc. Ing. V. Tukač, CSc. Ing. L. Kurc, CSc. Ing. E. Leitmannová tajemník: Ing. P. Zámotný, PhD	předseda: Doc. Ing. Z. Bělohav, CSc. členové: Doc. Dr. Ing. P. Klusoň Ing. L. Bartek Ing. L. Příbylová tajemník: Ing. Pavel Čapek, CSc.
datum a místo konání: 25.11.2005 v 9.00 hodin posluchárna A01	datum a místo konání: 25.11.2005 v 9.00 hodin místnost 81a
Seznam přihlášených studentů: 5.ročník Cakl Zdeněk Hrádel Martin Chytil Lukáš Kalčíková Jana Kment Štěpán Sazanov Zdeněk Strašák Tomáš Šiklová Helena Uhlíř David Vitvarová Dana Žabová Hana	Seznam přihlášených studentů: 4. ročník Eliášová Hana Floriš Tomáš Katreniaková Soňa Malá Radka Švrček Jiří 3.r. ročník Matoušek Václav Luštická Ivana Syslová Kamila

V Praze dne 24.10.2005

Prof. Ing. L. Červený, DrSc.
vedoucí ústavu

Hydrogenace a hydrodeoxygenace aldehydů

Autor: Dana Vitvarová
Ročník: 5.
Ústav: Ústav organické technologie
Školitel: Ing. Martina Bejblová

Karbonylové sloučeniny bývají v hydrogenačním prostředí nejčastěji redukovány na příslušné alkoholy, při vhodných reakčních podmínkách mohou být redukovány až na odpovídající uhlovodíky. Reakce, při kterých je v prostředí vodíku redukována karbonylová skupina na methylenovou, bývají označovány jako hydrodeoxygenace. Katalytická hydrodeoxygenace karbonylové skupiny může probíhat třemi mechanismy – hydrogenačně - dehydratačním, hydrogenačně - hydrogenolytickým nebo může docházet k přímé hydrogenolýze vazby C=O. Aromatické jádro benzaldehydu aktivuje karbonylovou skupinu aldehydu, tím je umožněna snadná hydrogenace a/nebo hydrogenolýza.

Cílem práce bylo sledovat přeměnu karbonylové skupiny benzaldehydu na methylovou skupinu. Pro reakce byly využívány Pd nosičové katalyzátory. Jako nosiče byly používány zeolity a aktivní uhlí. Sledovány byly následující parametry: vliv rozpouštědla, vliv nosiče a jeho kyselosti, teplota a tlak.

Na základě provedených kinetických měření bylo navrženo reakční schéma a dále byl diskutován vliv studovaných parametrů na průběh reakce.

Fentonova oxidace ve zkrápěném reaktoru za kontinuálního a periodického nástřiku

Autor: David Uhlíř
Ročník: 5.
Ústav: Ústav organická technologie
Školitel: Doc. Ing. Vratislav Tukač, CSc.

Procesní a odpadní vody v chemickém a farmaceutickém průmyslu často obsahují látky, které jsou obtížně biologicky rozložitelné nebo i toxické pro aktivní kaly biologických čistíren.

Tato práce se věnuje Fentonově tzv. mokré oxidaci peroxidem vodíku ve zkrápěném reaktoru za teploty a tlaku okolí. 0,5% roztok fenolu, který byl zvolen za modelový polutant, je oxidován na katalyticky účinném extrudovaném aktivním uhlí s nasorbovanými ionty železa. Zkrápěný reaktor byl provozován jako pseudokontinuální s recyklem reakční směsi. Míra oxidace byla sledována při kontinuálním i periodickém nástřiku kapaliny v závislosti na průtoku plynu a době prodlení. Byl též sledován přídavek benzochinonu na průběh reakce.

Byla stanovena doba prodlení pomocí stopovací látky a porovnány střední rychlosti oxidace při ustáleném i modulovaném nástřiku kapaliny.

Homogenizace práškových směsí při výrobě pevných lékových forem

Autor: Hana Eliášová
Ročník: 4.
Ústav: Ústav organické technologie
Školitel: Ing. Lucie Břenková

Jednou z nejdynamičtější se rozvíjející možností výroby léků je přímé tabletování (lisování). Zahrnuje zpracování směsi účinných a pomocných látek bez předchozí granulace. Hlavním požadavkem při výrobě léků přímým tabletováním je dosažení vysokého stupně homogenity v tabletě a přenos dat z poloprovozního měřítka do praxe při zachování jakostních kritérií. Správné homogenizování směsi je závislé např. na počtu otáček, rychlosti míchání, délce procesu a stupni zaplnění. Experimenty směřující k optimalizaci parametrů procesu homogenizace v poloprovozním měřítku byly prováděny v zařízení Turbula T10B v akciové společnosti Zentiva v Praze. Ke stanovení obsahu účinné látky byla použita kapalinová chromatografie a jako alternativní metoda UV spektrofotometrie. Z výsledků měření vyplynulo, že některé pomocné látky mají sklon k segregaci. Byla zjištěna nehomogenita nejen mezi tabletovinou a tabletami, ale také v samotné tabletovině.

Fotokatalytická oxidace acetonu

Autor: Hana Žabová
Ročník: 5.
Ústav: Ústav organické technologie
Školitel: Doc. Ing. Bohumír Dvořák, CSc

Výsledky a zkušenosti získané při úspěšné preparaci vrstev fotoaktivního oxidačního katalyzátoru na bázi TiO_2 a připravovaná výroba čedičových pletenin, jako potencionálního nosiče katalyzátoru, iniciovaly tuto úvodní studii, zaměřenou na přípravu technicky využitelného katalyzátoru pro fotokatalytickou oxidaci VOC. Selektivní oxidace acetonu na H_2O a CO_2 byla modelovou reakcí pro testování efektivní aktivity připravovaných katalyzátorů. Účinnost fotoaktivních vrstev TiO_2 byla testována v reaktoru s axiálně umístěnou UV lampou s výkonem 8 W. Vrstvy TiO_2 byly preparovány metodou sol-gel, nebo z jeho vodné suspenze, na povrch křemenných válečků 29x70 mm, nebo na povrch čedičové pleteniny, fixované ve formě rukávu na drátové válcové konstrukci. Byla změřena závislost konverze acetonu na zatížení reaktoru a na teplotě. Při obj. zatížení reaktoru $V= 0,53 \text{ l/h}$ s $c_{\text{Ac}}= 1,6 \text{ obj.}\%$ a teplotě 70°C byla změřena efektivní aktivita vrstev preparovaných různými postupy na obou nosičích. Efektivní aktivita katalyzátoru, s čedičovou pleteninou jako nosičem, byla o 30 % vyšší, v porovnání se standardem s účinnou složkou na povrchu křemenných válečků. Preparace TiO_2 na čedičovou pleteninu je doprovázena značným snížením její mechanické pevnosti.

Asymetrická transfer hydrogenace 5 – methoxylaudanositinu jodidu

Autor: Helena Šiklová
Ročník: 5. ročník
Ústav: Ústav organické technologie
Školitel: Ing. Petr Kačer, PhD., Prof. Ing. Libor Červený, DrSc.

Příprava chirálně čistých aminů z příslušných iminů je významným syntetickým krokem, jenž je často využíván při přípravě chemických specialit a to zejména farmak a agrochemikálií. Požadavky na přípravu opticky čistých aminů jako biologicky aktivních látek jsou kladeny z důvodů různých interakcí jednotlivých enantiomerů s živým organismem nejen kvantitativně, ale nezdědka kdy i kvalitativně. Redukci cyklického iminu na příslušný opticky čistý amin je v zásadě možné řešit dvěma způsoby. Příprava racemické směsi a následná separace obou enantiomerů je sice méně náročná na katalytický systém, ale výtěžek požadovaného produktu je nejvýše 50 %. Druhá cesta spočívající v použití stereoselektivního katalytického systému v sobě zahrnuje sice možnost vysokých výtěžků (až 100 %), ale klade vysoké nároky na katalytický systém. Většina dosud vyvinutých asymetrických katalyzátorů jsou komplexy kovů s chirálními organickými ligandy, které modifikují reaktivitu a selektivitu kovových center. Mezi tyto typy katalyzátorů patří zatím nejperspektivnější katalyzátory „Noyoriho typu“. V předkládané práci je popsána syntéza a využití Ru(II) – komplexů „Noyoriho typu“, s kterými je možné úspěšně katalyzovat asymetrickou redukci 5 – methoxylaudanositinu jodidu směsí kyseliny mravenčí a triethylaminu jako zdroje vodíku, která probíhá za mírných podmínek a je při ní dosaženo vysokých enantioselektivit a výtěžků.

Hydrogenace hexa-2,4-dien-1-olu pomocí Ru imobilizovaného katalyzátoru

Autor: Ivana Luštická
Ročník: 3.
Ústav: Ústav organické technologie
Školitel: Ing. Eliška Leitmannová

Homogenní a heterogenní katalýza se liší v mnoha aspektech. Nejznámější rozdíly jsou selektivita katalyzátoru a regenerace katalyzátoru. Slibnou cestou využití katalyzátorů je kombinace obou. Jako příklad může sloužit hydrogenace sorbového alkoholu (hexa-2,4-dien-1-olu). Tato reakce představuje složitý problém kvůli velkému množství různých produktů (nenasycených alkoholů) při použití kovových nosičových katalyzátorů. Byl nalezen velmi selektivní katalyzátor pro hydrogenaci sorbového alkoholu na *cis*-hex-3-en-1-ol – rutheniový „nahý“ pentamethylcyklopentadienylový polosendvičový komplex, kde druhým ligandem je hydrogenovaný alkohol. Tento komplex byl imobilizován pomocí vodíkových vazeb na siliku a byl sledován vliv reakčních podmínek na aktivitu a selektivitu reakce. Bylo zjištěno, že selektivita i aktivita rostou s rostoucí teplotou i tlakem a katalyzátor je po imobilizaci stabilnější.

Využití empirických modelů při optimalizaci procesu mokré granule léčiv

Autor: Jana Kalčíková
Ročník: 5.
Ústav: Ústav organické technologie
Školitel: Doc. Ing. Zdeněk Bělohlav, CSc.

Mokrá granulace léčiv je důležitým krokem při výrobě pevných lékových forem s vysokým obsahem účinné látky. Cílem této práce bylo otestovat různé typy empirických modelů využitelných k optimalizaci řízení procesu granulace. Byly hodnoceny 4 typy empirických modelů: neuronová síť, fuzzy model, neurofuzzy model a model založený na genetických algoritmech. Data pro optimalizaci modelů byla získána během provozních experimentů ve společnosti Zentiva, a.s. Jako vstupní veličiny byly zvoleny velikost a tvar krystalů účinné látky, výstup modelů tvořilo optimální množství přidávaného vlhčiva. Při nedostatku experimentálních dat se osvědčil fuzzy model, který je založen na znalosti procesu a zkušenosti obsluhy. Naopak při dostatečném množství dat je možné využít sebezlepšovacího a sebeorganizačního mechanismu zabudovaném v neurofuzzy modelech a genetických algoritmech.

Vliv velikosti částic na stabilitu adsorbovaného komplexu **metodou „dvojí zpětné vazby“**

Autor: Jiří Švrček
Ročník: 4
Ústav: Ústav organická technologie
Školitel: Ing. Petr Kačer Ph.D., Prof. Ing. Libor Červený, DrSc.

Práce se zabývá problematikou molekulárních strukturních vlivů v heterogenní katalýze. Cílem práce bylo detailní studium vlivu molekulární struktury alkenického alkoholu – vzájemné polohy C=C terminální vazby a OH skupiny – na stabilitu adsorbovaného komplexu jako klíčové struktury při hydrogenační přeměně těchto substrátů na platinových nosičových katalyzátorech. Stabilita adsorbovaných komplexů byla experimentálně zjištěna na řadě katalyzátorů lišících se velikostí elementárních krystalitů aktivního kovu. K interpretaci získaných výsledků byla použita jednak experimentální data získaná z experimentů s vhodnými homogenními katalyzátory, jednak data získaná teoretickými výpočty na bázi molekulárního modelování a to jak, vlastních adsorbovaných komplexů na heterogenních katalyzátorech, tak jejich vhodných teoretických aproximací (modelů). Získané výsledky umožnily nejen interpretovat uvedený molekulární strukturní vliv, ale především navrhnout model pro predikci chování dalších alkenických hydroxysloučenin na platinových nosičových katalyzátorech.

Diagnostika bronchiálního astmatu za použití HPLC/MS analýzy

Autor: Kamila Syslová
Ročník: 3.
Ústav: Ústav organické technologie
Školitel: Ing. Petr Kačer Ph.D.

Leukotrieny jsou skupina látek významně se uplatňující v patogenezi bronchiálního astmatu. Působením leukotrienů dochází k bronchokonstrikci, jejíž následkem dochází ke stavům dušnosti, zvýšené sekreci hlenu a edému plicní tkáně. Ve vydechovaném vzduchu se odráží složení bronchoalveolární extracelulární plicní tekutiny, která koresponduje s ději odehrávajícími se v plicích. Cílem předkládané práce bylo nalezení korelace mezi hladinami leukotrienů – jako potenciálních markerů astmatického onemocnění a patogenezi uvedeného onemocnění. S ohledem na velmi nízké koncentrace leukotrienů 1 – 100 pg/ml v kondenzátu vydechovaného vzduchu a komplexnost uvedené matrice byla pro jejich stanovení zvolena kombinace imunoseparační metody s vysoce citlivou analytickou metodou stanovení – HPLC/MS. Zvolená metodika hmotnostně spektrometrické analýzy označovaná jako „selective reaction monitoring“ zajistila velmi dobrou selektivitu a citlivost stanovení. Vyhodnocením široké skupiny pacientů s diagnostikovaným astmatickým onemocněním stejně jako pacientů s dalšími zánětlivými plicními onemocněními a porovnáním těchto výsledků s kontrolní skupinou bylo možné stanovit, že vyvinutá metoda je vhodná pro diagnostiku *asthma bronchiale*.

Monitoring koncentrace 8-isoprostanu jako markeru oxidativního stresu v kondenzátu vydechaného vzduchu

Autor: Lukáš Chytil
Ročník: 5.
Ústav: Ústav organické technologie
Školitel: Ing. Petr Kačer Ph.D.

Oxidativní stres je proces vedoucí ke vzniku velkého množství volných kyslíkových radikálů, které mohou oxidovat biomolekuly, což v konečném důsledku vede k poškození, případně zničení buněčných struktur organismu. 8-isoprostan vzniká v organismu neenzymatickou oxidací membránové kyseliny arachidonové volnými radikály, a je tedy možné jej považovat za marker oxidativního stresu, specifický pro oxidaci membránových lipidů. Předkládaná práce se zabývá jak vývojem HPLC/MS metody pro měření koncentrace 8-isoprostanu v kondenzátu vydechaného vzduchu, tak i vypracováním standardního postupu zpracování vzorku od jeho odebrání až po jeho analytické vyhodnocení. Součástí práce je rovněž diskuze výsledků získaných na spolupracujícím klinickém pracovišti, kde byly monitorovány hladiny tohoto markeru u několika širokých skupin vhodně vybraných lidských objektů – pacientů s prokázanou dlouhodobou expozicí alergenů vyvolávajících oxidativní stres (pacienti s diagnostikovanou azbestózou či silikózou) a skupiny dobrovolníků bez dlouhodobé expozice alergenům. Rovněž byla sledována souvislost mezi hladinami 8-isoprostanu a výskytem rakovinného onemocnění plic.

Tvorba uhlíkatých produktů při pyrolýze uhlovodíků

Autor: Martin Hrádel
Ročník: 5.
Ústav: Ústav organické technologie
Školitel: Doc. Ing. Zdeněk Bělohav, CSc.

Při průmyslové pyrolýze uhlovodíků dochází ke vzniku uhlíkatých produktů ve formě úsad, prachových částic a oxidů uhlíku. Na jejich vzniku se podílí reakce uhlovodíků katalyzované kovovými stěnami reaktorů a chladičů, reakce úsad s uhlovodíkovými radikály, kondenzace uhlovodíků v plynné fázi a reakce uhlíkatých úsad s ředící vodní parou. Na základě analýzy provozních dat v Chemopetrolu Litvínov byly hodnoceny potenciální indikátory tvorby uhlíkatých produktů – nárůst tlakové ztráty a pokles konverze pyrolyzované směsi v reaktorových vlásenkách, nárůst teploty vnějšího povrchu vlásenek, snižování účinnosti chlazení reakční směsi a změny v produkci oxidu uhelnatého během pracovní periody pyrolýzní pece. V laboratorních podmínkách byla současně testována možnost hodnocení sklonu různých typů surovin k tvorbě uhlíkatých produktů podle distribuce pyrolýzních produktů v experimentech na pyrolýzním plynovém chromatografu.

Selektivní dvoufázová hydrogenace kyseliny sorbové

Autor: Radka Malá
Ročník: 4.
Ústav: Ústav organické technologie
Školitel: Ing. Eliška Leitmannová

Kyselina sorbová (hexa-2,4-dienová) představuje jednu z možných výchozích látek pro přípravu tzv. listových alkoholů, vonných látek využívaných v parfumářském průmyslu, a to hydrogenační cestou. Hydrogenace by mohla být výhodnější než dosud používaná přímá syntéza.

Práce shrnuje vliv reakčních podmínek (teplota, tlak, rozpouštědlo, množství katalyzátoru) na aktivitu a selektivitu katalyzátoru při hydrogenaci kyseliny sorbové na kyselinu *cis*-hex-3-enovou. Bylo zvoleno dvoufázové uspořádání (ethylenglykol – katalyzátorová fáze/MTBE – produktová fáze) z důvodu snadné separace katalyzátoru a jeho možné recyklace. Použitým katalyzátorem byl $[\text{Cp}^*\text{Ru}(\text{CH}_3\text{CH}=\text{CHCH}=\text{CHCOOH})]\text{CF}_3\text{SO}_3$. Bylo zjištěno, že aktivita katalyzátoru roste se stoupající teplotou i tlakem. Selektivita nebyla příliš ovlivněna změnou podmínek.

Dále byla zkoumána možnost opakovaného použití katalyzátoru. Bylo prokázáno, že recyklace katalyzátoru je sice možná, ovšem na úkor aktivity a selektivity. Pravděpodobnou příčinou byla degradace katalyzátoru působením rozpouštědla.

Distribuce primárních produktů pyrolýzy n-alkanů

Autor: Soňa Katreniaková
Ročník: 4.
Ústav: Ústav organické technologie
Školitel: Ing. Lucie Starkbaumová

K analýze chování uhlovodíků z hlediska distribuce primárních produktů pyrolýzy (první generace produktů) byla využita pyrolýzní plynová chromatografie. Cílem bylo navrhnout optimální metodiku stanovení primární distribuce a ověřit obecně rozšířenou představu o velmi malé citlivosti primární distribuce na reakční teplotu. K testování byly zvoleni zástupci n-alkanů v benzinových a středněvroucích surovinách – oktan, dodekan a hexadekan. Uhlovodíky byly pyrolyzovány při různých teplotách (od 650 do 750 °C) a při různých dobách zdržení v reaktoru. Bylo zjištěno, že pro spolehlivé určení distribuce primárních produktů je vhodnější použít výsledky několika experimentů s různou, i vysokou konverzí (přibližně od 5 do 90 %) testovaného uhlovodíku s následnou extrapolací do nulové konverze (eliminace vlivu sekundárních přeměn) než vycházet pouze z experimentů při velmi nízkých konverzích. Zároveň byl prokázán velmi malý vliv teploty na distribuci všech významných primárních produktů. Výjimkou je však poměr ethylenu a ethanu, který je silně ovlivněn teplotou z důvodu posunu rovnováhy dehydrogenace ethanu na ethylen.

Plazmová depozice tenkých vrstev oxidu zinečnatého – bariérový pochodňový výboj

Autor: Štěpán Kment
Ročník: 5.
Ústav: Ústav organická technologie
Školitel: Doc. Dr. Ing. Petr Klusoň, Mgr. Zdeněk Hubička Ph.D.

Plazmochemické metody nanášení tenkých vrstev se staly moderním trendem posledního desetiletí. Zatímco mnoho nízkotlakých metod bylo již úspěšně aplikováno v průmyslu, k intenzivnímu zkoumání plazmových zařízení pracujících za atmosferického tlaku dochází až nyní. Tématem této práce je využití metody PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) k depozici nanostrukturovaných tenkých vrstev oxidu zinečnatého, jako předního zástupce tzv. TCO (Transparent Conductive Oxides) vrstev. TCO vrstvy jsou nedílnou součástí solárních článků nové generace nebo senzorů pro detekci plynů. Depozice byla prováděna prostřednictvím nízkoteplotního plazmového systému pracujícího za atmosferického tlaku, nazývaného RF (radiofrekvenční) bariérový pochodňový výboj. Toto zařízení pracuje v pulsním režimu, což umožňuje nanášení vrstev i na substráty s nízkou tepelnou odolností. Vrstvy byly v této fázi však nanášeny na křemenné sklo a jako prekurzor sloužil tetraisopropoxid zinečnatý. Jedním z hlavních kritérií charakterizující kvalitu připravené vrstvy je hodnota její vodivosti. Byly tedy zkoumány možnosti zvýšení vodivosti vrstev jejich dopováním hliníkem. K charakterizaci vrstev byly použity tyto metody: XRD, elipsometrie, UV-VIS spektroskopie a profilometrické stanovení tloušťky vrstvy.

Voltmetrické stanovení koncentrace H_2O_2 v reakčních směsích při Baeyer-Villigerových oxidacích

Autor: Tomáš Floriš
Ročník: 4.
Ústav: Ústav organické technologie
Školitel: Ing Ladislav Kurc, CSc.

Ve vodo-dioxanovém prostředí s elektrolytem NaOH o koncentraci 0,1 mol/l lze voltmetricky stanovit koncentraci H_2O_2 v širokém intervalu. Dioxan jako složku rozpouštědla, která zvyšuje rozpustnost organických látek, lze používat až do koncentrace 80% obj. S jeho rostoucí koncentrací klesá směrnice kalibrační přímky (závislost difúzního proudu na koncentraci H_2O_2). Kalibrační závislost lze pozorovat také ve vzorcích reakčních směsí obsahujících cyklohexanon a 6-kaprolakton. Tyto složky jsou však elektroaktivní v oblasti redukce H_2O_2 , jejich individuální působení je však odlišné. Intenzita difúzního proudu je tedy závislá na stupni přeměny ketonu na lakton, ten však v okamžiku analýzy není znám. Proto byla pro stanovení koncentrace H_2O_2 použita metoda standardního přídávku, kterou se uvedené problémy eliminují.

Stanovení koncentrace peroxidu vodíku v reakčních směsích obsahujících δ -dodekalakton a heptylcyklopentanon je limitováno malou rozpustností těchto složek ve vodo-dioxanovém rozpouštědle. Proto byla proměřena směsná rozpouštědla tvořená dimethylformamidem (DMF), dioxanem, vodou a n-propanolem. Pro uvedenou reakční směs se jeví jako nejvhodnější směsné rozpouštědlo o objemovém složení: 25% dioxan, 5% DMF, 30% H_2O a 40% n-propanol.

Fotooxidační vlastnosti ftalocyaninů

Autor: Tomáš Strašák
Ročník: 5.
Ústav: Ústav organické technologie
Školitel: Doc. Dr. Ing. Petr Klusoň

Ftalocyaniny jsou především známy jako pigmenty a barviva s vynikající krycí schopností, dobrými rheologickými vlastnostmi a zanedbatelnou mírou škodlivosti pro lidský organismus. V posledních letech jsou však využívány v mnoha dalších oblastech, např. jako chemické senzory, fotodynamická léčiva, součásti fotovoltaiických článků nebo účinné katalyzátory a fotokatalyzátory při oxidačních reakcích. Ftalocyaniny vykazují charakteristická absorpční spektra s maximy okolo 350 a 650 nm s odchylkami v závislosti na typu centrálního atomu. Molekula přechází po absorpci světla do prvního singletového excitovaného stavu a intramolekulární konverzí do tripletového stavu. Výhodná postavení energetických hladin molekulových orbitalů umožňují molekule kyslíku být tzv. zhášečem těchto tripletových stavů a přecházet tak na singletový kyslík. Tato vysoce reaktivní forma je schopna oxidovat řadu sloučenin. Práce je zaměřena na studium fotokatalytických vlastností skupiny chemicky modifikovaných ftalocyaninů s odlišnými centrálními atomy. Jako modelová reakce byla zvolena oxidace 4-chlorfenolu. Experimenty byly vedeny v kapalně fázi ve vsádkovém reaktoru za iluminace zdrojem viditelného nebo UV záření.

Enantioselektivní transfer hydrogenace cyklických iminů

Autor: Václav Matoušek
Ročník: 3.
Ústav: Ústav organické technologie
Školitel: Ing. Petr Kačer, PhD., Prof. Ing. Libor Červený, DrSc.

Obrovský význam chirálních aminů v celé škále průmyslových odvětví, zejména ve farmaceutickém průmyslu si vyžaduje vývoj účinných technik asymetrické redukce iminů. Předkládaná práce se zabývá asymetrickými transfer hydrogenacemi cyklických iminů a to jak v jejich volné formě, tak ve formě příslušných kvartérních solí. Uvedená problematika byla řešena v několika na sebe navazujících rovinách jako optimalizace přípravy modelových iminů, příprava homogenního katalyzátoru - (R)-RuCl[(1S,2S)-*p*-TsNCH(C₆H₅)CH-(C₆H₅)NH₂] (η^6 -*p*-cymene) a jeho charakterizace, optimalizace reakčních parametrů vlastní transfer hydrogenace (typ použitého rozpouštědla, poměr katalyzátor : substrát, poměr donor vodíku : katalyzátor, koncentrace substrátu, reakční teplota). Značná pozornost byla rovněž věnována studiu reakčního mechanismu prostřednictvím NMR experimentů – kdy byla detailně charakterizována hybridová forma vlastního katalytického komplexu zodpovědná za přenos vodíku na hydrogenovaný substrát. Třetí fáze práce byla zaměřena na studium separace homogenního katalyzátoru z výsledné reakční směsi, kdy byly experimentálně testovány možnosti redukce katalyzátoru s následnou separací kovového ruthenia, adsorpční separace na řadu různých sorbetů a odstranění katalyzátoru technologií SMOPEX. Prezentována je rovněž řada experimentů realizovaných ve snaze o ověření možnosti heterogenizace chirálního katalyzátoru.

Selektivní dehydrogenace 2-sec-butylcyklohexanolu na 2-sec-butylcyklohexanon

Autor: Zdeněk Cakl
Ročník: 5.
Ústav: Ústav organické technologie
Školitel: Ing. Petr Kačer, Ph.D., Prof. Ing. Libor Červený, DrSc.

o-Alkylsubstituované cyklohexanony patří mezi vonné látky a slouží rovněž jako prekurzory pro výrobu dalších chemických specialit. Průmyslově užívaná metoda přípravy o-substituovaných cyklohexanonů spočívá převážně v dehydrogenaci příslušných alkoholů a to většinou v plynné fázi na kovových nebo oxidických katalyzátorech. Tento syntetický krok má ovšem řadu nedostatků, ze kterých je třeba především zdůraznit nedostatečně vysokou selektivnost procesu.

Předkládaná práce se zabývá dehydrogenací 2-sec-butylcyklohexanolu na 2-sec-butylcyklohexanon v plynné fázi na Adkinsově katalyzátoru $\text{CuO-Cr}_2\text{O}_3$ (G22R), s cílem posoudit jeho použitelnost a optimalizovat reakční podmínky pro průmyslovou realizaci uvedené syntézy. Cílem provedených experimentů bylo nejen nalezení optimálních reakčních podmínek, ale rovněž návrh reaktoru, který by umožnil spojení reakčního kroku s následnou purifikační operací - rektifikací do jediného reakčního stupně. Nalezené řešení v podobě reaktivní rektifikace se speciálně uloženým katalyzátorem bylo komplikováno malými rozdíly v hodnotách výparných entalpií reaktantů (izomerů 2-sec-butylcyklohexanolu) a produktu, což bylo následně řešeno provozováním reakce za sníženého tlaku. Bylo sestaveno zařízení, na kterém je možné provozovat reakci v polokontinuálním uspořádání, kdy je požadovaný produkt získáván ve vysoké kvalitě a vysokém výtěžku.

Vliv vnitřní difúze na hydrogenaci styrenu

Autor: Zdeněk Sazanov
Ročník: 5.
Ústav: Ústav organické technologie
Školitel: Doc. Ing. Vratislav Tukač, CSc.

Hydrogenace styrenu je modelem selektivní hydrogenace olefinů přítomných v pyrolyzním benzínu, které způsobují problémy při jeho dalším zpracování.

Hydrogenace styrenu se prováděla v toluenu, který je použit jako rozpouštědlo a je také přítomen v pyrolyzním benzínu, při teplotě 40°C a tlaku vodíku 2- 5 bar. Použit byl paladiový katalyzátor Degussa Noblyst 1505 o různém zrnění (0.2- 0.18 mm, 0.063- 0.045 mm a menší než 0.045 mm). Z počátečních rychlostí se vypočítal stupeň využití vnitřního povrchu katalyzátoru pro příslušné zrnění katalyzátoru a Thieleho modul jehož hodnota vypovídá o tom zda je ještě patrný vliv vnitřní difúze.

Na počáteční rychlost hydrogenace vztažené na 1 g katalyzátoru při stejném zrnění, měla také vliv přítomnost stabilizátoru styrenu a probíhající aktivace katalyzátoru. Tyto dva faktory se podařilo identifikovat a odstranit.