

GYÜRŰS FOSZFINÁTOK ALKOHOLÍZISÉNEK VIZSGÁLATA MIKROHULLÁMŰ (MW) KÖRÜLMÉNYEK KÖZÖTT

HARSÁGI Nikoletta¹, HENYECZ Réka¹, DOMBORÓCZKI Anna¹, KISS Nóra Zsuzsa¹, KEGLEVICH György¹

Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Szerves Kémia és Technológia Tanszék, 1521, Budapest, Magyarország
harsagi.nikoletta@mail.bme.hu

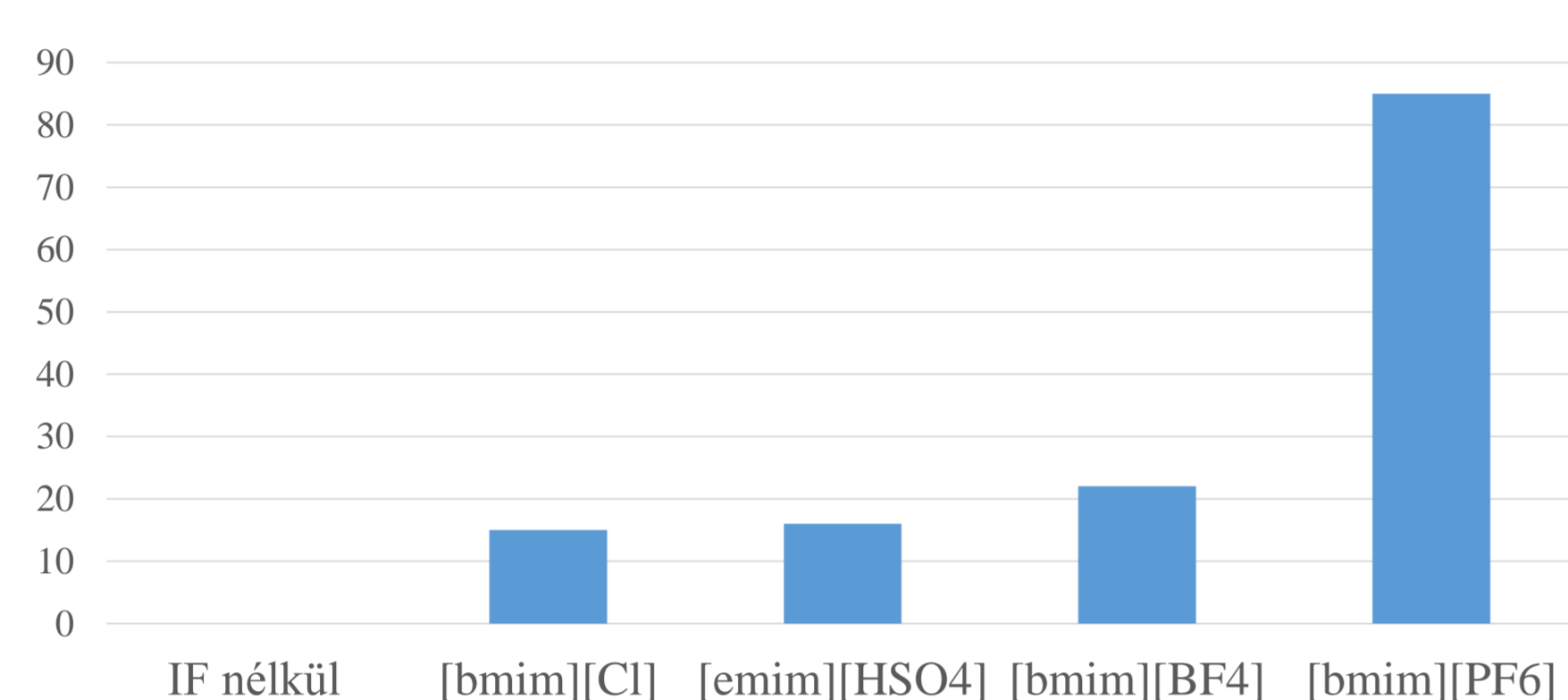
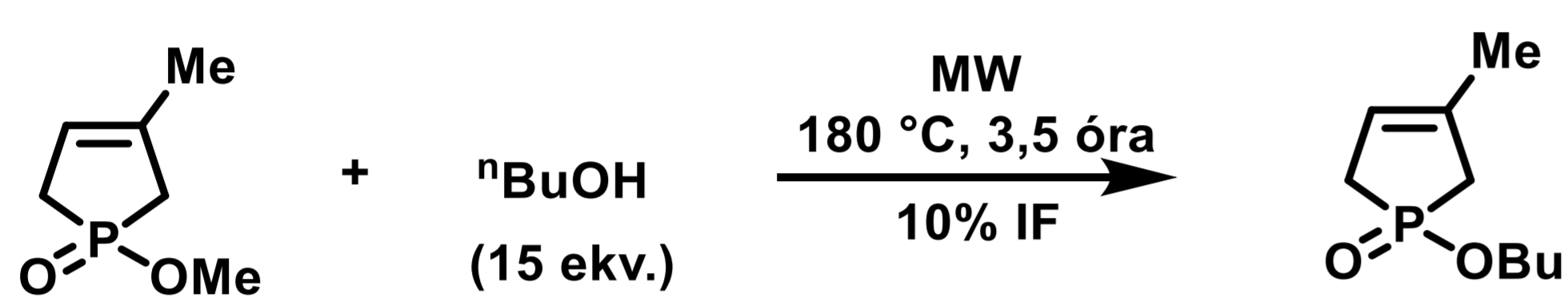
BEVEZETÉS

A foszfinsav-észterek hasznos építőkövek lehetnek a szerves szintetikus kémiában, emellett potenciális biológiai aktivitással rendelkező származékok lévén, másféle hasznosításuk is szóba jöhet. Előállításukat savakból már széles körben tanulmányozták az irodalomban [1-2]. Emellett fontos módszer lehet az alkoholízis abban az esetben, amikor az észter könnyebben hozzáférhető. A foszforkémiai alkoholízisekről fellelhető irodalom túlnyomó többsége dialkil-foszfitek (*H*-foszfonátok) előállításával foglalkozik [3-4]. Kutatócsoportunk tagjai más foszfinátok (pl. etil-fenilfoszfinát) alkoholíziséről is beszámoltak [5].

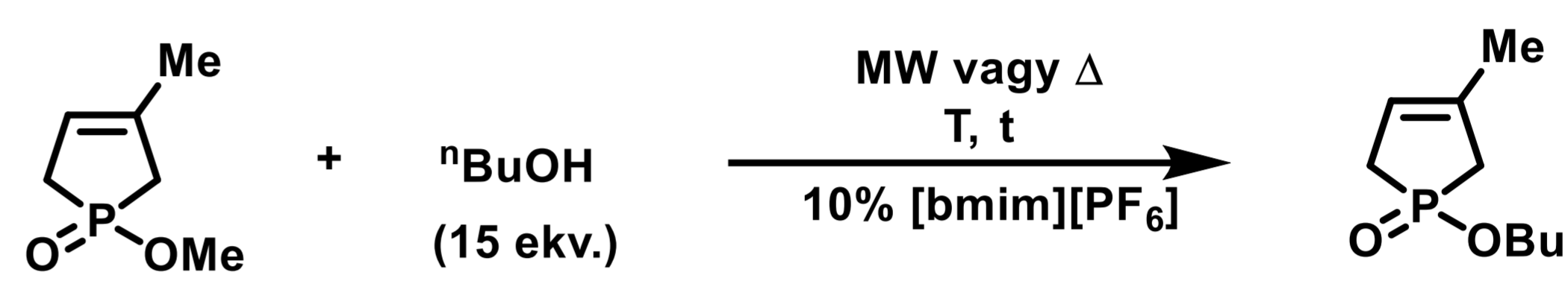
Munkánk során célul tűztük ki gyűrűs foszfinátok alkoholízisének tanulmányozását MW körülmények között. Először különféle adalékok hatását vizsgáltuk, majd megtalálva a megfelelőt, igyekeztünk optimalizálni a körülményeket, kezdve a hőmérséklettel és reakcióidővel.

1-ALKOXI-3-METIL-3-FOSZFOLÉN-1-OXIDOK ALKOHOLÍZISE MW KÖRÜLMÉNYEK KÖZÖTT

1. Ionos oldószer kiválasztása

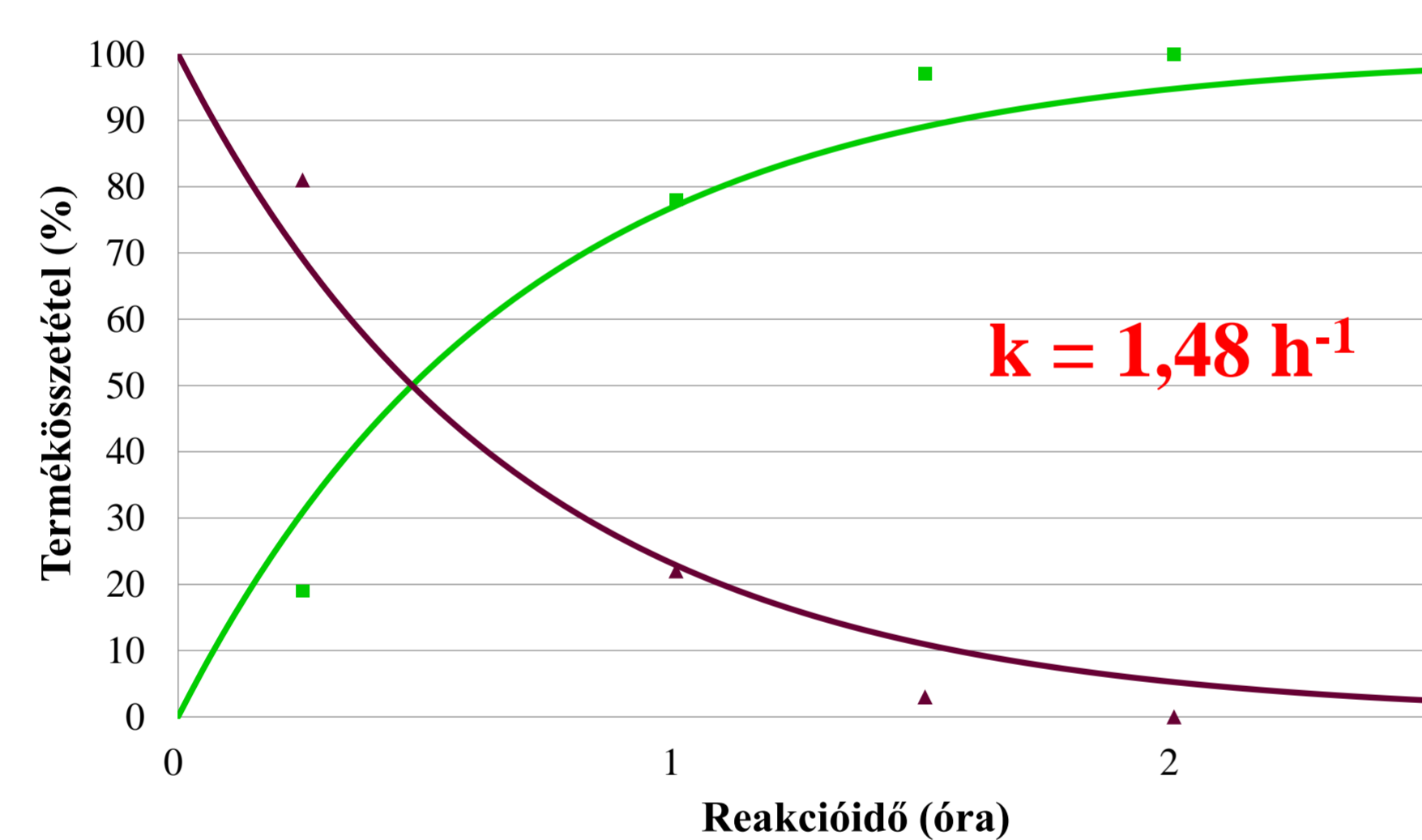
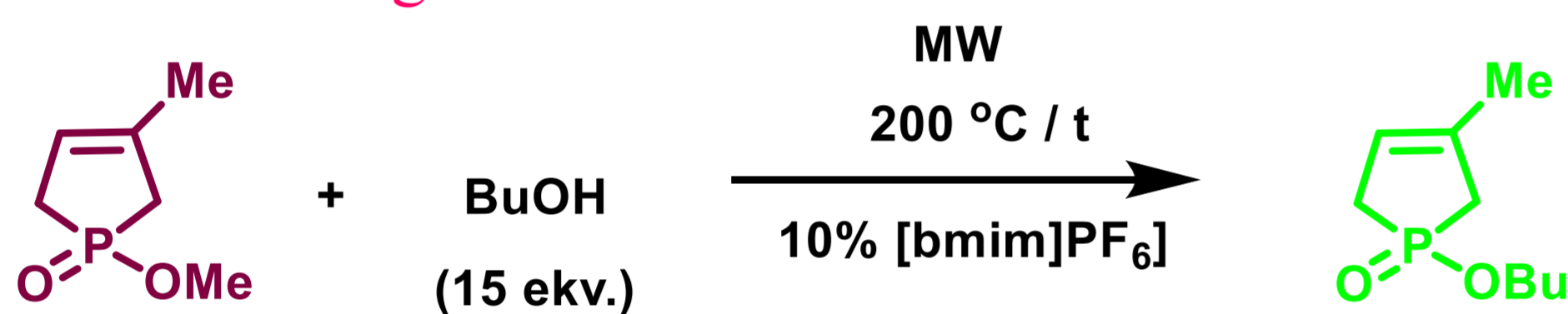


2. Optimalizálás

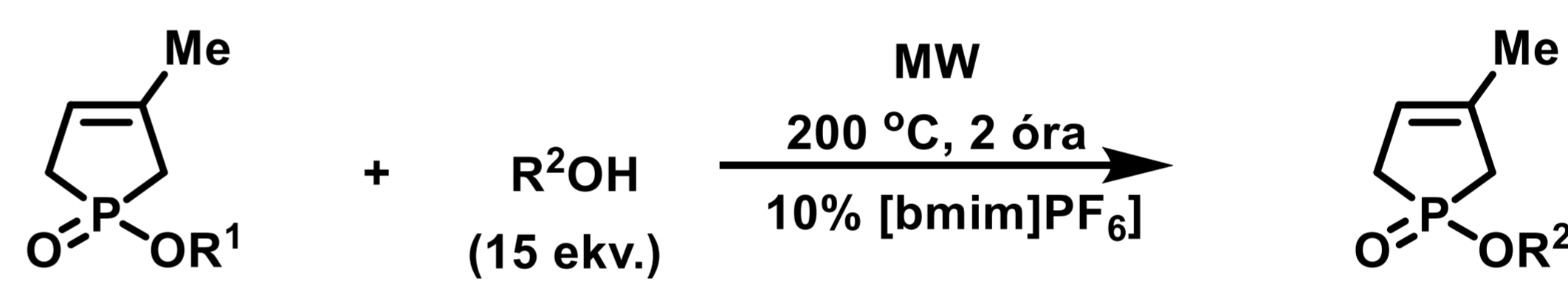


Sorszám	Hőközlés	Hőmérséklet (°C)	Idő (óra)	Konverzió (%)
1	MW	180	1,5	59
2	MW	180	3,5	85
3	MW	180	4	100
4	MW	200	1	78
5	MW	200	1,5	97
6	MW	200	1,67	100
7	Δ	180	3,5	12
8	Δ	200	1,5	21

3. Kinetika vizsgálata

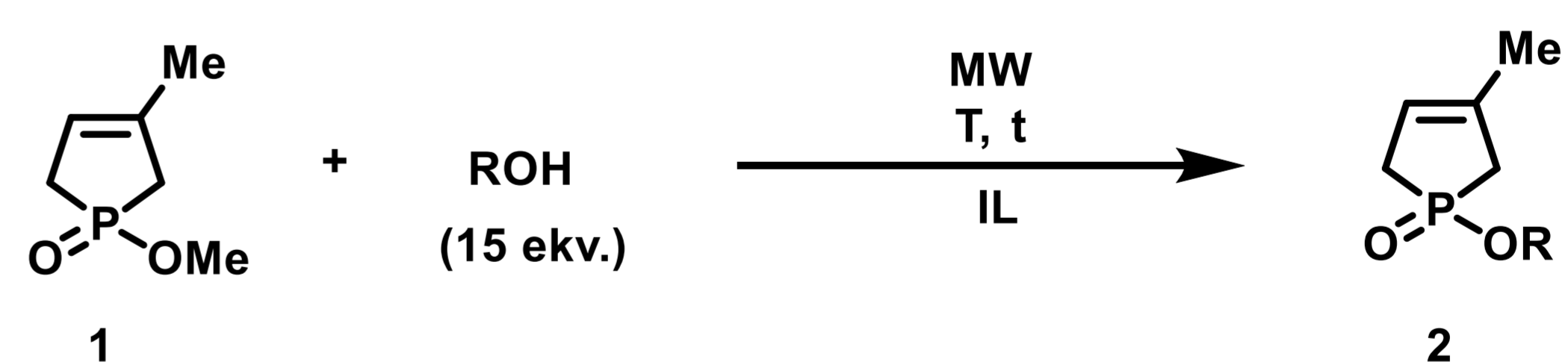
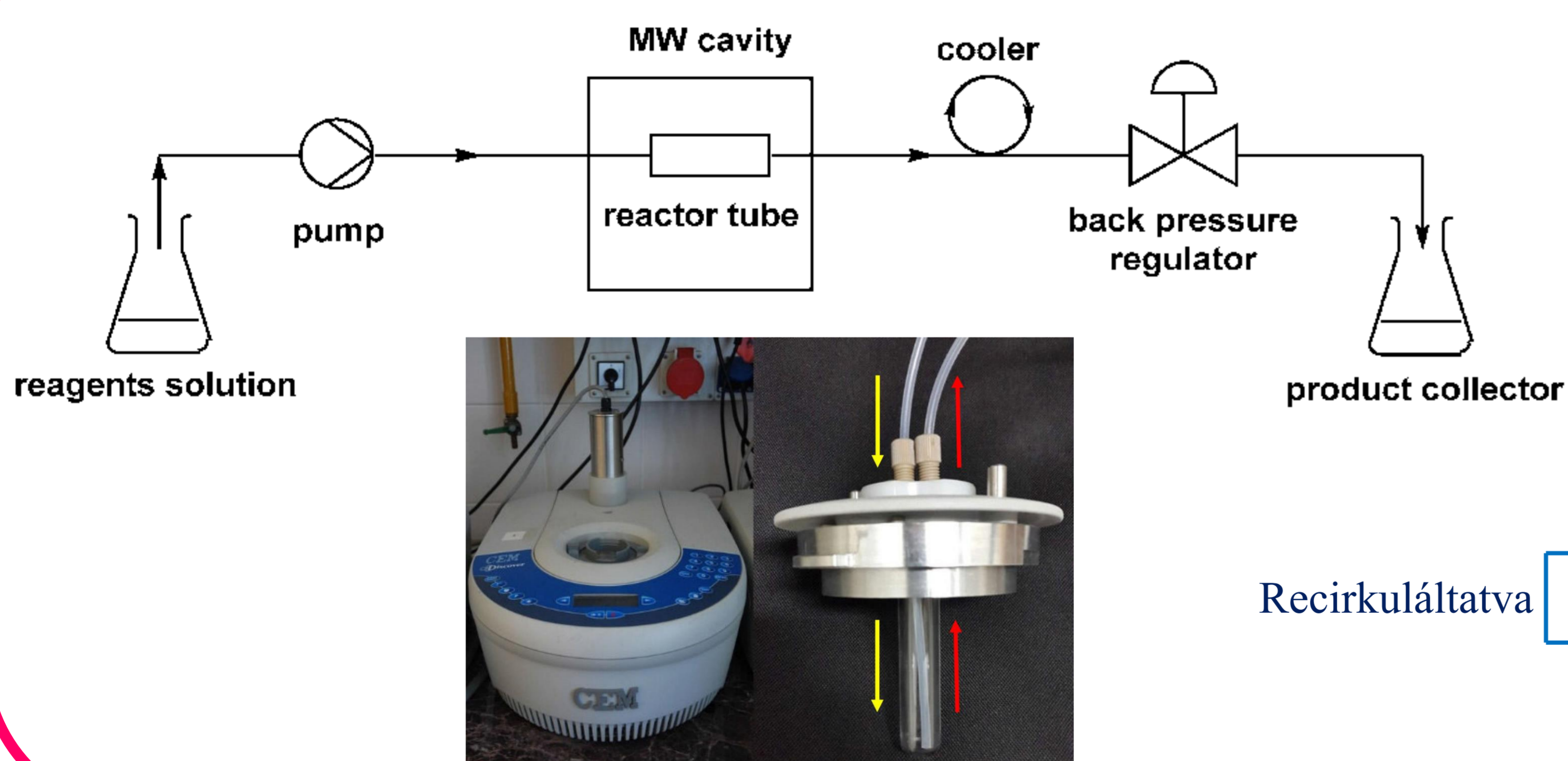


4. Reakció kiterjesztése



Sorszám	R¹	R²	Konverzió (%)
1	Me	ⁿ Pr	97 (2b)
2	Me	ⁿ Bu	100 (2a)
3	Me	ⁱ Bu	97 (2c)
4	Me	Pent	100 (2d)
6	Et	ⁿ Bu	98 (2a)
9	Et	Pent	100 (2d)
10	Et	^o Hex	44 (2e)

AZ 1-METOXI-3-METIL-3-FOSZFOLÉN-1-OXID ALKOHOLÍZISE FOLYAMATOS MIKROHULLÁMŰ RENDSZERBEN



R	IL	Hőmérséklet (°C)	V (ml/perc)	Konverzió (%)
Bu	-	200	0,15	8
Bu	10% bmim[PF ₆]	200	0,15	47
Pent	10% bmim[PF ₆]	200	0,15	38
Bu	10% bmim[PF ₆]	200	0,15	65
Bu	5% bmim[PF ₆]	200	0,25	20

KONKLÚZIÓ

A foszforkémiai alkoholízisekkel egyelőre kevés helyen találkozhatunk az irodalomban, így igyekszünk ezt a területet is minél alaposabban körüljárni. Az alkoholízis a foszfinátok előállításának egy lehetséges módszere lehet, amennyiben az észter könnyebben hozzáférhető származék. Szakaszos MW készülékben metilészterrel 200 °C-on, 2 óra alatt 10% [bmim][PF₆] adalékként való alkalmazása mellett már elég jó eredményeket (97-100%) sikerült elérnünk. Etilészter esetén szintén kitűnő eredményeket értünk el a hosszú, egyenes szénláncú alkoholokkal. A folyamatos technológiával az előkísérletekig jutottunk, ami még további finomhangolást igényel.

REFERENCIÁK

- [1] Kiss, N.Z.; Keglevich, G. *Curr. Org. Chem.*, **2014**, *18*, 2673-2690.
- [2] Kiss, N. Z.; Keglevich, G. *Organophosphorus Chemistry: Novel developments*, **2018**, 35-52.
- [3] Bálint, E.; Tajti, Á.; Drahos, L.; Iliá, G.; Keglevich, G. *Curr. Org. Chem.* **2013**, *17*, 555-562.
- [4] Bálint, E.; Tajti, Á.; Tóth, N.; Keglevich, G. *Molecules* **2018**, *23*, 1618.
- [5] Kiss, N.Z.; Henyecz, R.; Keglevich, G. *Molecules*, **2020**, *25*, 719-734.