

Univerzita Hradec Králové

Pedagogická fakulta

Katedra chemie

Mikroporézní materiály v organické chemii

(Vliv mikroporézních katalyzátorů a mikrovln na syntézu
N-alkylbenzamidů)

Diplomová práce

Autor:	Jan Čermák
Studijní program:	M7504 Učitelství pro střední školy
Studijní obor:	Učitelství pro střední školy - chemie Učitelství pro střední školy - výtvarná výchova
Vedoucí práce:	prof. Ing. Karel Kolář, CSc.
Konzultant:	Dr. Ing. Vladimír Církva

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracoval samostatně, pod odborným vedením prof. Ing. Karla Koláře, CSc., na základě literárních pramenů uvedených v seznamu literatury.

V Hradci Králové dne 25. 7. 2009

.....

Poděkování

Poděkování patří především mému vedoucímu diplomové práce prof. Ing. Karlu Kolářovi, CSc. a konzultantovi Dr. Ing. Vladimíru Církvovi za jejich cenné rady, čas a odborné vedení v průběhu diplomové práce.

Dále bych rád poděkoval zaměstnancům Ústavu chemických procesů AV ČR za ochotu a technickou pomoc při plnění praktické části diplomové práce. Děkuji také prof. Ing. Antonínu Lyčkovi, DrSc. za provedení konstituční analýzy vzorků.

Svým rodičům děkuji za poskytnutí zázemí a všestrannou podporu po celou dobu studia.

Anotace

ČERMÁK, Jan. *Mikroporézní materiály v organické chemii (Vliv mikroporézních katalyzátorů a mikrovln na syntézu N-alkylbenzamidů)*. Hradec Králové: Pedagogická fakulta Univerzity Hradec Králové, 2009. 58 s. Diplomová práce.

Předkládaná diplomová práce se zabývá syntézou N-alkylbenzamidů z kyseliny benzoové a primárních alifatických aminů. Aminy reagují s kyselinou primárně za vzniku amoniové soli, která zahříváním dehydratuje za vzniku amidu. Syntéza byla prováděna bez použití rozpouštědla v mikrovlnném poli.

Především byl zkoumán vliv mikroporézních katalyzátorů na reakci kyseliny benzoové s hexylaminem. Kladný vliv na studovanou reakci mělo použití kyselých katalyzátorů $\text{SiO}_2/\text{H}_3\text{PO}_4$ a montmorillonitu KSF.

Klíčová slova: mikroporézní materiály, mikrovlny, alifatické benzamidy

Annotation

ČERMÁK, Jan. *Microporous materials in organic chemistry (The influence of microporous catalyzers on the synthesis of N-alkylbenzamides)*. Hradec Králové : Pedagogical Faculty, University of Hradec Králové, 2009, 58 pp. Diploma thesis.

The following diploma thesis deals the theme of synthesis of N-alkylbenzamides from benzoic acid and primary aliphatic amines. Amines react with benzoic acid , it leads to formation of quaternary ammonium salt, which dehydrates by heating up with formation of amide. Synthesis was made under the solvent free conditions in the microwave field.

Above all there was tested the influence of microporous catalyzers on the reaction of benzoic acid with hexylamine. Use of acid catalysers SiO₂/H₃PO₄ and montmorillonite KSF had the positive force on the studied reaction.

Keywords: microporous materials, microwaves, aliphatic benzamides

OBSAH

1. Úvod	6
2. Teoretická část	7
2.1 Syntéza amidů	7
2.1.1 Amidy - funkční deriváty karboxylových kyselin	7
2.1.2 Struktura a vlastnosti amidů	8
2.1.3 Klasické metody syntézy amidů	10
2.1.4 Moderní metody syntézy amidů	13
2.2 Mikrovlnná chemie	16
2.2.1 Charakteristika mikrovlnného záření a jeho využití v chemii	16
2.2.2 Mikrovlnné efekty	17
2.3 Mikroporézní materiály	18
2.3.1 Struktura zeolitů	19
2.3.2 Katalytické vlastnosti zeolitů	21
2.3.3 Struktura montmorillonitu a jeho využití	25
3. Cíle diplomové práce	28
4. Experimentální část	29
4.1 Použité chemikálie	29
4.2 Metodika TLC analýzy	30
4.3 Syntéza N-oktylbenzamidů	30
4.4 Příprava standardů vybrané řady amidů	31
4.4.1 Postup přípravy vzorků amidů	31
4.4.2 N-propylbenzamid	32
4.4.3 N-butylbenzamid	33
4.4.4 N-pentylbenzamid	34
4.4.5 N-hexylbenzamid	34

4.4.6 N-heptylbenzamid	35
4.4.7 N-oktylbenzamid	36
4.4.8 N-nonylbenzamid	36
4.4.9 N-decylbenzamid	37
4.4.10 Konstituční analýza vzorků jednotlivých standardů	38
4.5 Studium reakce hexylaminu s kyselinou benzoovou v mikrovlnném poli	39
4.5.1 Mikrovlnný reaktor	39
4.5.2 Analýza reakční směsi	39
4.5.3 Vliv množství reaktantů na teplotu dosaženou během mikrovlnného zahřívání	42
4.5.4 Vliv teploty na průběh reakce kys. benzoové s hexylaminem	43
4.6 Vliv mikroporézních katalyzátorů na syntézu amidů	44
4.6.1 Studium vlivu různých mikroporézních katalyzátorů na syntézu N-hexylbenzamidů	44
4.6.2 Působení vybraných katalyzátorů na syntézu N-alkylbenzamidů	46
5. Diskuze	50
6. Závěr	55
7. Literatura	56
8. Příloha	59

1. ÚVOD

Hlavním cílem syntézy chemických látek je získat látku požadované struktury a vlastností. Mezi další požadavky, kladené na syntetické postupy patří získání požadované látky s maximálním výtěžkem za pokud možno co nejkratší dobu. Jiným důležitým požadavkem je minimalizace materiálních nákladů syntézy (spotřeba chemikálií, spotřeba energie). V posledních desetiletích se objevují požadavky na ekologický aspekt syntézy (vznik odpadů a jejich likvidace).

S uvedenými požadavky souvisí i některé nové metody používané v organické syntéze. Jedná se například o reakce v přítomnosti ultrazvuku a reakce v přítomnosti mikrovln. Ze syntetického hlediska jde o významný posun. Obě jmenované metody umožňují zvýšení výtěžku reakce i často významné zkrácení reakční doby. Pomocí ultrazvuku a mikrovln lze uskutečnit i reakce tradičními postupy nerealizovatelné.

V organické syntéze nacházejí uplatnění i tzv. makroporézní, mezoporézní a mikroporézní (zeolity, montmorillonity, bentonity aj.), které mohou ovlivnit výtěžek reakce, reakční dobu, selektivitu reakce apod. K ekologickým požadavkům na syntetické postupy náleží i reakce prováděné bez použití rozpouštědla (solvent-free), které nejsou spojeny s manipulací s rozpouštědlem (regenerace rozpouštědel apod.).

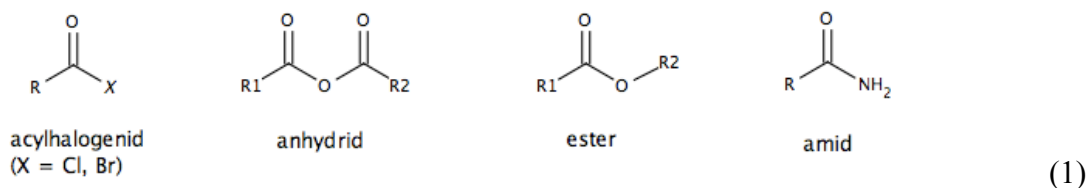
Zaměření této diplomové práce zohledňuje některé z uvedených postupů. Syntéza amidů je realizována bez rozpouštědla, v přítomnosti mikrovln a mikroporézních materiálů. Těžištěm práce je studium vlivu různých typů mikroporézních materiálů v přítomnosti mikrovln na průběh syntézy N-alkylbenzamidů.

2. TEORETICKÁ ČÁST

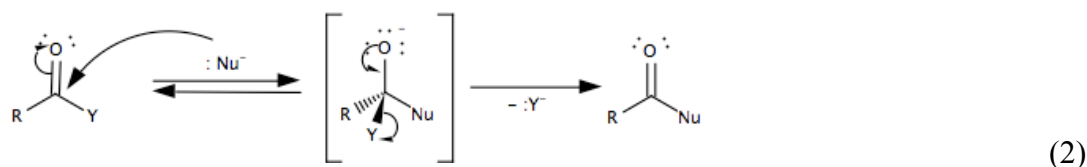
2.1 Syntéza amidů

2.1.1 Amidy - funkční deriváty karboxylových kyselin

Existuje mnoho funkčních derivátů karboxylových kyselin. Jsou to látky, ve kterých je acylová skupina vázána na elektronegativní atom, nebo substituent, který může v substitučních reakcích vystupovat jako odstupující skupina [1]. Z širokého spektra látek se nejčastěji setkáváme s halogenidy, anhydridy, estery a amidy karboxylových kyselin (1).



Nejvýznamnější reakcí funkčních derivátů karboxylových kyselin je nukleofilní acylová substituce [1], která probíhá jako adičně-eliminací reakce. Podobně jako u aldehydů nebo ketonů, v polární vazbě $\text{C}=\text{O}$ se atom uhlíku, ochuzený kyslíkem o část svých elektronů, stává cílem ataku nukleofilu. Na rozdíl od aldehydů a ketonů, funkční deriváty karboxylových kyselin i samotné karboxylové kyseliny, mají na atomu uhlíku acylu skupinu, která může odstoupit jako stabilní anion. Reakce (2) probíhá za vzniku tetraedrického intermediátu. Poté se posunem elektronového páru na záporně nabitým atomu kyslíku odštěpí odstupující skupina za vzniku nového typu sloučeniny [1], obsahující též karbonylovou skupinu, jako výchozí látka.



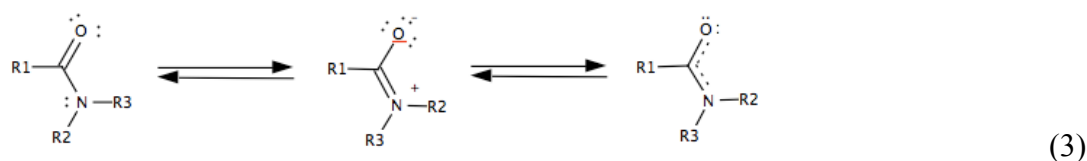
Rychlost nukleofilní acylové substituce je primárně ovlivňována rychlostí vzniku tetraedrického intermediátu. Na reaktivitu karbonylové skupiny má vliv efekt sterický a elektronový [1]. Sterické bránění karbonylové skupiny snižuje možnosti nukleofilu úspěšně atakovat atom uhlíku. Elektronový efekt se projevuje polarizací karbonylové skupiny. Silně polarizovaná karbonylová skupina reaguje snáze, neboť

substituent sníží elektronovou hustotu na atomu uhlíku karbonylové skupiny. Ten je při reakci snáze napadnutelný nukleofilem. Například chloridy karboxylových kyselin jsou velmi reaktivní, protože silně elektronegativní atom chloru výrazně sníží elektronovou hustotu na atomu uhlíku karbonylové skupiny. Naopak amidy jsou málo reaktivní, neboť volný elektronový pár na atomu dusíku stabilizuje atom uhlíku karbonylu [2].

Rozdílná reaktivita funkčních derivátů karboxylových kyselin způsobuje, že halogenidy a anhydridy kyselin, které snadno reagují s vodou, nemohou existovat v živých organismech. Estery a amidy se díky své stabilitě v živých organizmech běžně vyskytují (lipidy, bílkoviny aj.)

2.1.2 Struktura a vlastnosti amidů

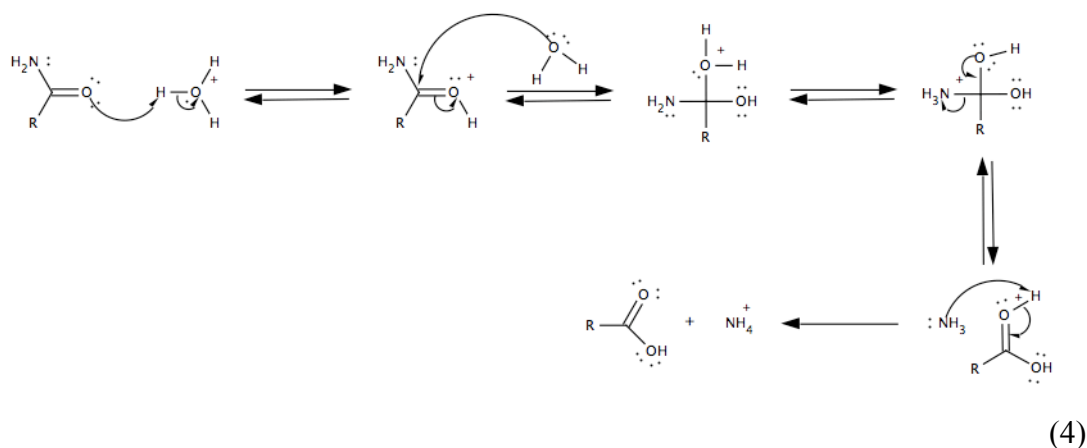
Charakteristická skupina amidů (- CO - NH₂) může na atomu dusíku vázat jeden nebo dva substituenty, nejčastěji alkyly nebo arylly. V důsledku toho se rozlišují amidy, N-alkyl(aryl)amidy a N,N-dialkyl(diaryl)amidy. Pro amidy je typická významná interakce volného (n) elektronového páru na atomu dusíku s π - vazbou karbonylové skupiny, což lze vyjádřit pomocí rezonančních struktur (3). U amidů nacházíme dvě rezonanční struktury, třetí struktura je hybridem dvou předchozích.



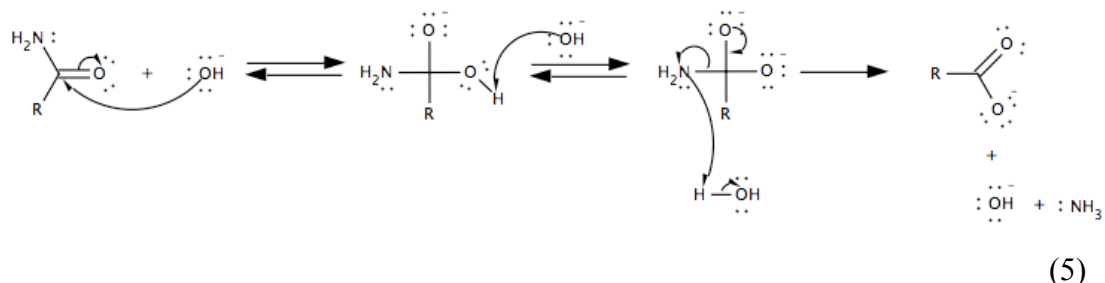
V porovnání s aminy jsou amidy mnohem méně zásadité. Menší zásaditost amidů způsobuje již zmíněná interakce, jejímž výsledkem je snížení elektronové hustoty na atomu dusíku a tedy zmenšení bazicity. Záporný logaritmus konstanty kyselosti (pK_a) typického amidu je blízký nule. Amidy je možné protonovat pouze v silných kyselinách v bezvodém prostředí, protonován je však karbonylový kyslík, ne atom dusíku [2,3]. Pokud atom dusíku nese jeden nebo dva atomy vodíku, je molekula schopna tvořit vodíkové vazby. Proto jsou amidy za laboratorní teploty většinou v pevném skupenství. Výjimku tvoří N,N-disubstituované amidy [2] s nižší molekulovou hmotností, které jsou za stejných podmínek kapalné.

Amidy podléhají hydrolýze [1,4] ve vodných roztocích kyselin nebo zásad. Mechanismus kyselé hydrolýzy (4) lze popsat jako nukleofilní adici vody na

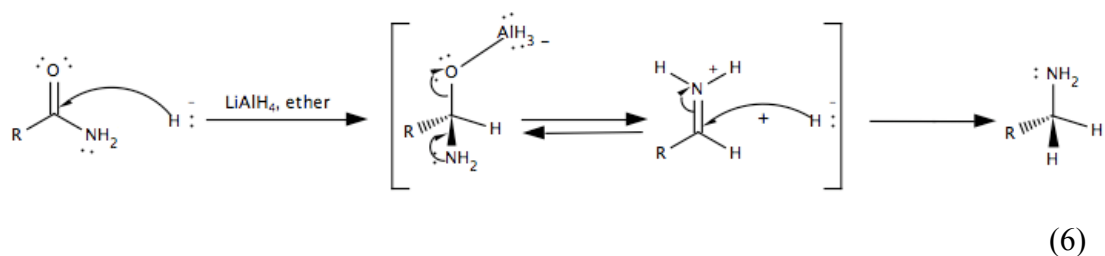
protonovaný amid, která je ukončena odštěpením amoniaku (aminu). Tato odstupující molekula amoniaku (aminu) interaguje s kyselinou za vzniku amoniové soli.



Při zásadité hydrolyze (5) se chová hydroxidový iont jako nukleofil, i jako zásada. Nejdříve atakuje karbonylový uhlík a v dalším kroku odštěpuje proton za vzniku dianiontu [4].

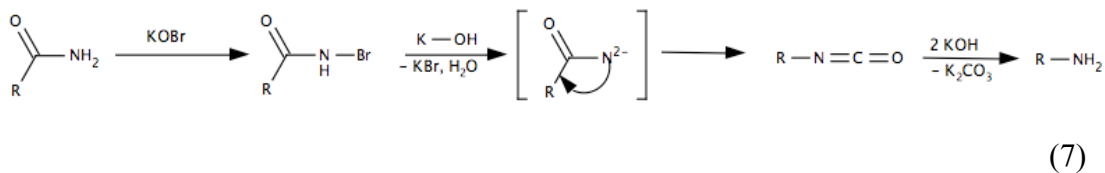


Působením tetrahydridohlinitanu lithného (LiAlH_4) je možné v amidech redukovat karbonylovou skupinu na methylenovou skupinu (6). Redukce je v prvním kroku zahájena nukleofilní adicí hydridového aniontu na uhlík karbonylové skupiny. Dojde k odštěpení atomu kyslíku za vzniku iminiového [1] iontu, jehož další redukci vznikne amin.

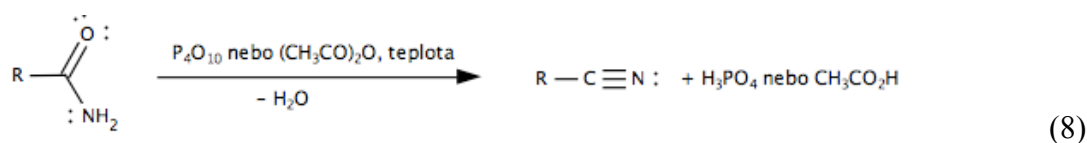


Ke vzniku aminů vede také Hofmannovo odbourávání amidů [3]. Amin vzniklý tímto způsobem je však o jeden atom uhlíku kratší než výchozí amid. Působení alkalických bromnanů nebo chlornanů na nesubstituovaný amid vede ke

vzniku reaktivního meziprodktu, u kterého dojde k přesmyku na isokyanatan, ten se alkalickou hydrolyzou štěpí za vzniku aminu (7).



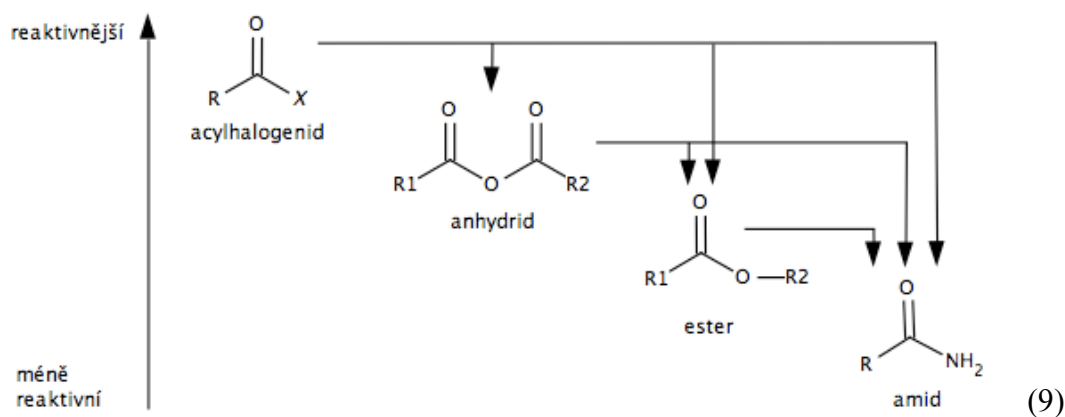
Poslední z přehledu vybraných reakcí je dehydratace amidů za vzniku nitrilů [4]. Vhodné dehydratační činidlo je například oxid fosforečný (P₄O₁₀). Reakce (8) však za dostatečného zahřívání probíhá i s acetanhydridem. Úspěšná je též reakce s chloridem fosforečným (PCl₅), ze kterého se při dehydrataci tvoří chlorid kyseliny trihydrogenfosforečné (POCl₃) a chlorovodík (HCl).



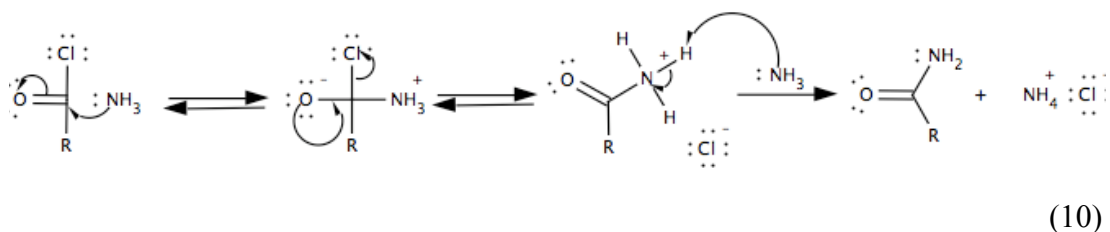
Tato reakce je výhodná pro syntézu nitrilů, které není možné připravit reakcí alkyhalogenidů s CN⁻.

2.1.3 Klasické metody syntézy amidů

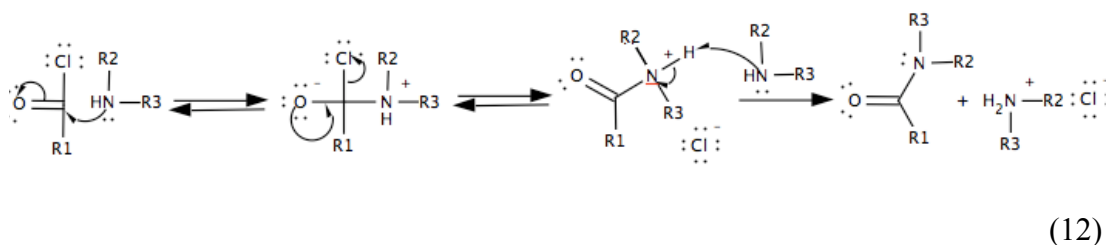
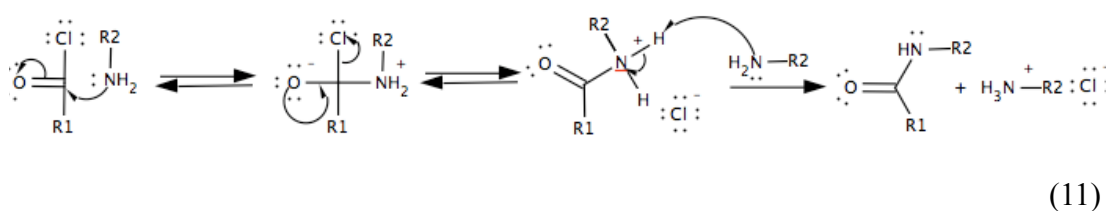
Tradičně jsou amidy připravovány reakcí amoniaku nebo aminu s některým z funkčních derivátů karboxylových kyselin. Již byla zmíněna nukleofilní acylová substituce (2.1.1) jako výchozí reakce pro přípravu funkčních derivátů karboxylových kyselin. Díky rozdílům v reaktivitě je obvykle možné transformovat reaktivnější deriváty kyselin na méně reaktivní. Posloupnost reaktivity (9) je jasně patrná z následujícího schématu [1].



Halogenderiváty karboxylových kyselin reagují s amoniakem (10) nebo aminy velmi ochotně. Reakce většinou probíhá při pokojové teplotě ve vysokém výtěžku [1].

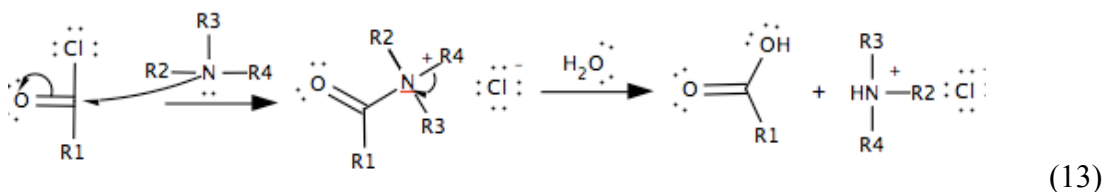


Obdobně probíhá příprava *N*- a *N,N*- substituovaných amidů z primárních (11) a sekundárních (12) aminů [4].

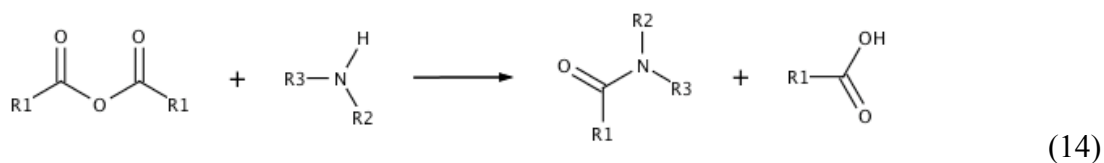


Reakce se provádějí s přebytkem amoniaku (aminu) z důvodu neutralizace chlorovodíku. V případě vzácných aminů je možné nahradit jednu molekulu aminu anorganickou zásadou [5].

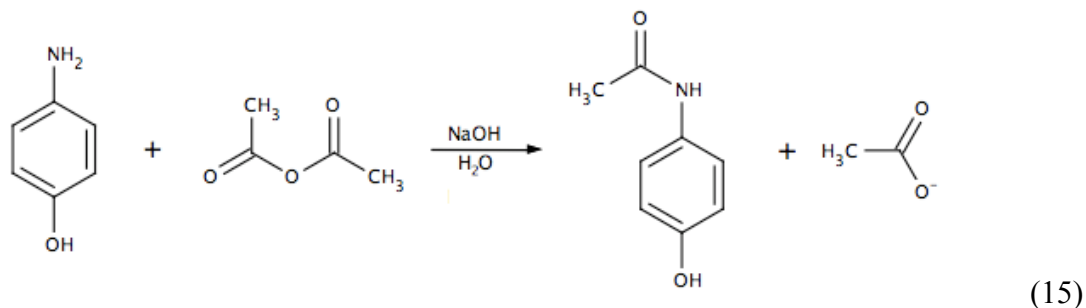
S halogenderiváty karboxylových kyselin reagují i terciální aminy (13). Jedná se o nukleofilní adičně-eliminaci reakci. Vzniklá iontová sloučenina není stabilní a rozkládá se v přítomnosti vody.



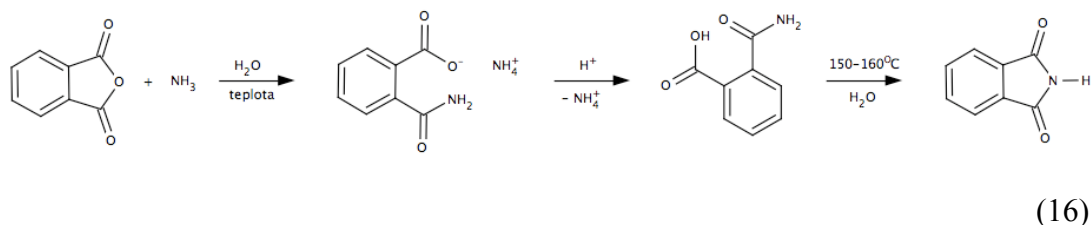
Obdobně reagují s amoniakem nebo aminy anhydridy kyselin. V následující reakci (14) je znázorněno schéma pro reakci anhydridu se sekundárním aminem [2].



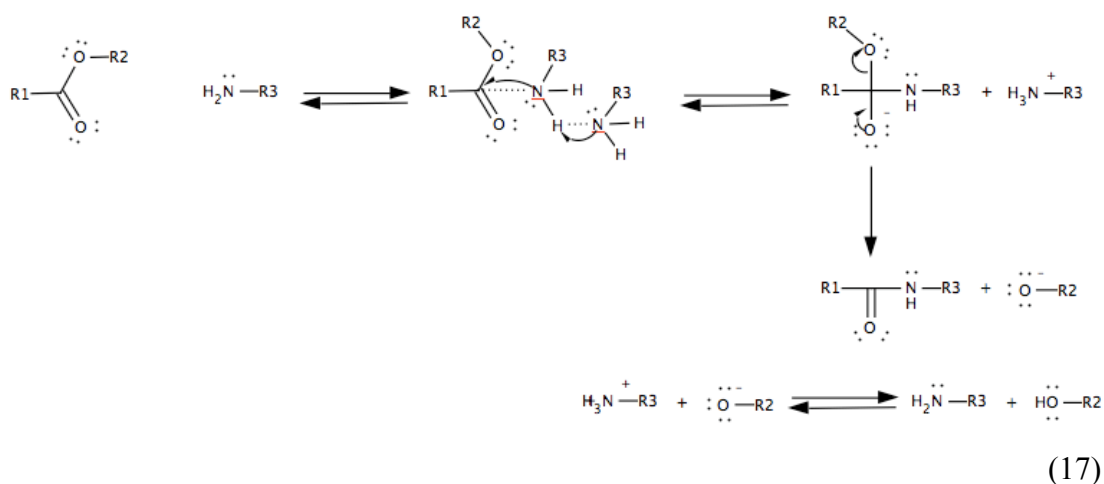
Nevýhodou této reakce je využití jen „poloviny“ molekuly anhydridu. Proto nejsou anhydridy pro průmyslové využití materiálově výhodné. Výjimku tvoří acetanhydrid, běžně využívaný při výrobě paracetamolu (15), který je základem léku Panadol (široce používané analgetikum a antipyretikum [1]).



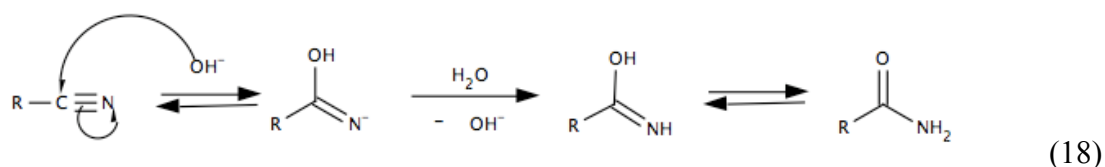
Cyklické anhydridy reagují s amoniakem (aminy) za vzniku amidu a amoniové soli. Jejím okyselením vznikne molekula nesoucí amid a karboxylovou kyselinu. Teprve zahřátí vede k dehydrataci za vzniku imidu (16).



Aminolýza esterů na amidy (17) je zásaditě katalyzována [6] a pravděpodobně se jí účastní dvě molekuly aminu [7], případně může být jedna molekula aminu nahrazena jinou zásadou [8]. Reakce probíhá pomaleji než reakce s acylhalogenidy a anhydridy.



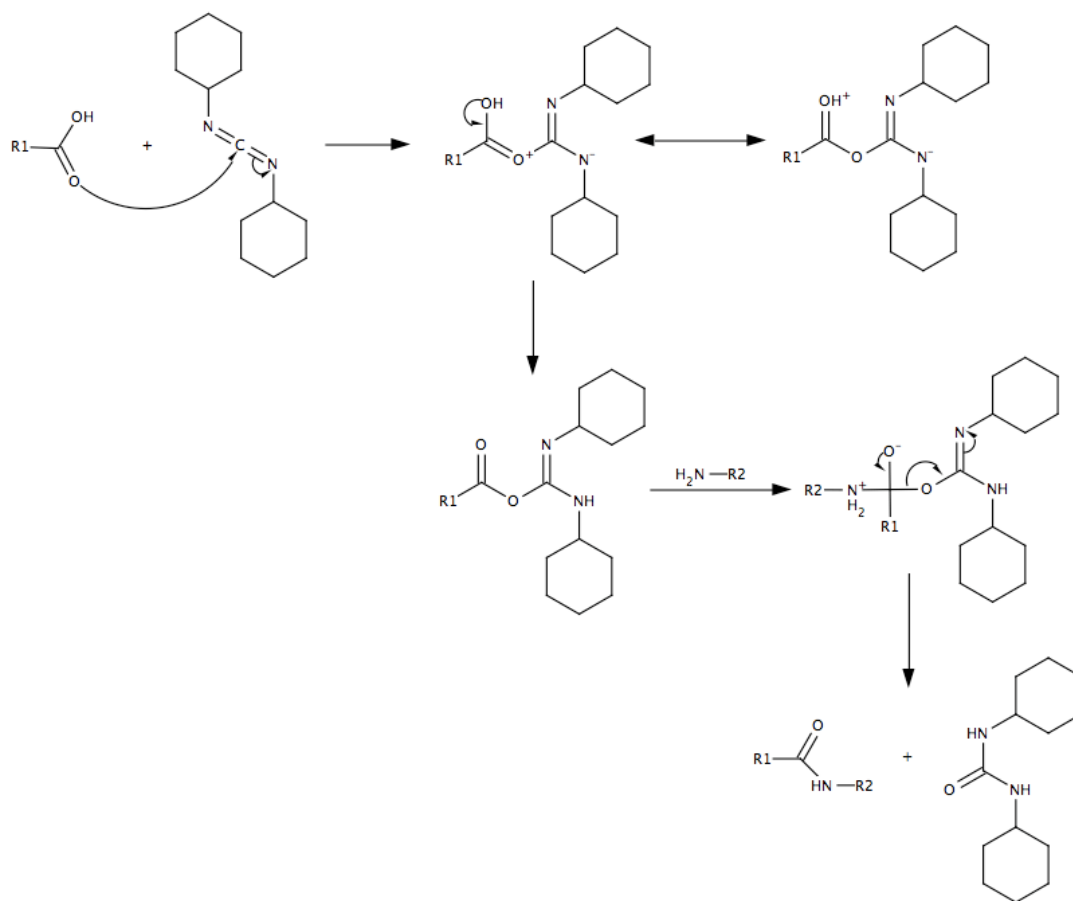
Netradiční cesta vedoucí ke vzniku amidů je kyselá [3] nebo zásaditě [1] katalyzovaná hydrolýza nitrilů (18). V obou případech musí reakce probíhat za mírných podmínek, aby nedošlo k další hydrolýze amidů (viz 2.1.2). Při zásaditě katalyzované hydrolýze dochází k adici hydroxidového iontu za vzniku iminiového aniontu a jeho protonaci vodou a následnému přesmyku na amid.



Obdobně je možné na nitril navázat organickou kyselinu nebo anhydrid za vzniku diacylaminu případně triacyaminu [3].

2.1.4 Moderní metody syntézy amidů

V biochemii mají amidy velký význam. Mezi amidy patří například peptidy, které se v řadě případů vyznačují zajímavými biologickými vlastnostmi. Z tohoto důvodu byla syntéza amidů předmětem zájmu biochemiků a byla vyvinuta celá řada metod efektivní syntézy amidů. Především je nutné zmínit reakci podporovanou *N,N*-dicyklohexylkarbodiimidem (DCC) [9,10]. Funkce DCC spočívá v převedení karboxylové funkční skupiny na reaktivní acylační činidlo, které snáze podlehe nukleofilní acylové substituci s aminem (19).

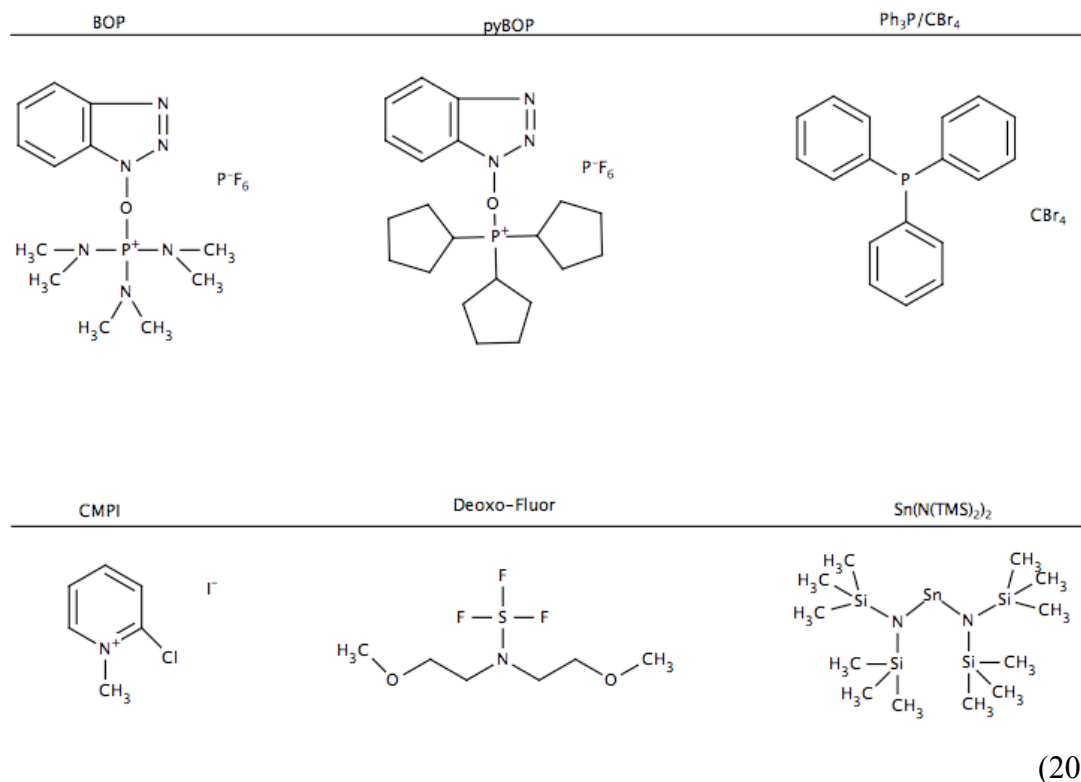


(19)

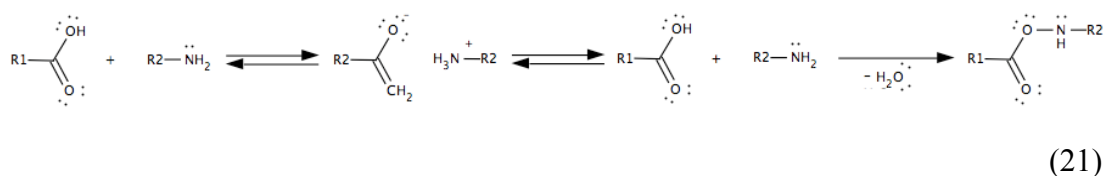
Při syntéze peptidu je nutné chránit aminoskupinu jedné aminokyseliny (např. *tert*-butylkarbonylem (BOC) [11]) a karboxylovou skupinu druhé aminokyseliny (např. převedením na methylester [11]). Poté je možné provést spojení obou nechráněných funkčních skupin aminokyselin pomocí DCC. V posledním kroku je možné odstranit chránící skupiny.

Syntézu velmi složitých peptidů ovlivnil zásadním způsobem objev R. B. Merrifielda [12]. Jeho metoda syntézy na pevné fázi pracuje s polymerním polystyrenovým nosičem, který má na některých svých benzenových jádrech chlormethylovou skupinu, na tuto se váže aminokyselina svým karboxylem. Syntéza probíhá v popsáných krocích chráněním aminoskupiny pomocí BOC a reakce s DCC. Technika syntézy je nyní automatizována a umožňuje vysoké výtěžky složitých polypeptidů.

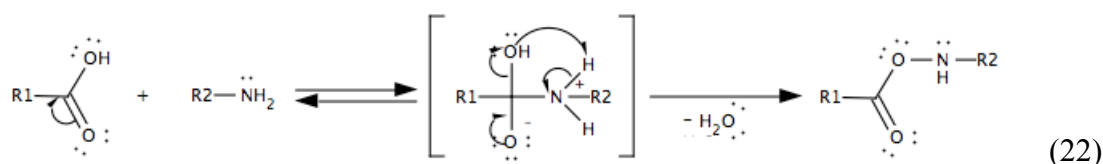
K aktivaci karboxylové kyseliny se využívají i další látky (20), jako například BOP [13], pyBOP [14], $\text{Ph}_3\text{P}/\text{CBr}_4$ [15], CMPI nebo BMPI [16], Deoxo-Fluor [17] a $\text{Sn}(\text{N}(\text{TMS})_2)_2$ [18].



Nevýhodou takto aktivovaných reakcí je často náročná a nákladná předběžná příprava reakčních činidel. Přímá syntéza z karboxylových kyselin a odpovídajících aminů (příp. amoniaku) proto tvoří jednu z významných metod přípravy amidů. Aminy, stejně jako amoniak, jsou Lewisovy báze, proto při styku s kyselinou tvoří amoniovou sůl. Teprve zahřívání této soli vede k příznivému průběhu reakce. Tato metoda je známa již řadu let [3], v současnosti prožívá znovuoobjevení v souvislosti s rozvojem mikrovlnné chemie. Teploty nad 150°C způsobují opětovný rozklad soli a následnou dehydrataci za vzniku amidu (21).



Samotný vznik amidu (22) je nukleofilní substitucí, OH skupina karboxylu se odštěpuje poměrně obtížně, protože stabilita odstupující skupiny je nepřímo úměrná bazicitě odstupujícího aniontu [1].



Při konvenčním zahřívání konverze amidu často nepřesahuje ani 20% [19]. Pokud je však reakce prováděna v mikrovlnném poli, bývá dosahováno excelentních výtěžků [19, 20, 21, 22, 23, 24, 25]. Příprava amidů v mikrovlnném poli splňuje požadavky moderní společnosti na snížení ekologické zátěže, která je spojena s tradiční syntézou amidů z halogenidů karboxylových kyselin.

2.2 Mikrovlnná chemie

2.2.1 Charakteristika mikrovlnného záření a jeho využití v chemii

Mikrovlnné záření je elektromagnetické záření s frekvencí v rozmezí 0,3 - 30 GHz. To odpovídá vlnové délce 0,01 - 1 m. V elektromagnetickém spektru leží mikrovlnné záření mezi infračerveným zářením s vyšší energií a rádiovými vlnami s nižší energií. Energie mikrovlnného fotonu je velmi nízká (0,155 kJ/mol) v porovnání s běžnou energií potřebnou k zániku chemické vazby (335 - 505 kJ/mol). Excitace molekuly mikrovlnným zářením nemůže ovlivnit strukturu organických molekul [26]. Frekvence používaná u domácích i většiny průmyslových zařízení je mezinárodně stanovena na 2,45 GHz [27]. To odpovídá vlnové délce 12,24 cm.

Pro interakci mikrovln s hmotou existují tři možnosti [28].

- látka je pro mikrovlny transparentní (např. sklo, nepolární látky)
- látka mikrovlny absorbuje (např. voda, polární organická rozpouštědla)
- látka mikrovlny odráží (např. kovy)

Pro chemika je nejzajímavější případ absorpce mikrovln. Polární molekuly mají náboje rozloženy tak, že jako celek vykazují vlastnosti elektrického dipólu. Při jejich vystavení elektrickému poli dojde k orientaci molekul podle polarit. Pokud jsou však vystaveny vysokofrekvenčnímu elektromagnetickému poli (jehož polarita se v případě mikrovln mění více než 10⁹krát za sekundu) částice se snaží zorientovat ve směru neustále se měnícího pole, což vede k její rotaci. Pohyb částic je zpomalen například mezimolekulární interakcí nebo elektrickým odporem, to způsobuje tření,

kteře se následně projeví ve formě tepla. Základní rozdíl mezi mikrovlnným ohřevem a ohřevem klasickým je v tom, že při klasickém ohřevu dochází k přenosu tepla zevně, kdežto při mikrovlnném ohřevu vzniká teplo uvnitř média. Rychlejší a účinnější ohřev mikrovlnným polem znamená značnou úsporu energie. Využití mikrovln v chemii má tedy kladný ekologický dopad. Při syntéze látek je například možné dosáhnout vyšších výtěžků během kratší doby reakce.

2.2.2 Mikrovlnné efekty

Mikrovlnný ohřev má některé vlastnosti, které u klasického ohřevu neexistují. Tyto vlastnosti je možné primárně rozdělit na teplotní a neteplotní [26] (jejichž existence nebyla dosud plně vědecky prokázána). Neteplotní efekty jsou vyvolány přímým účinkem mikrovlny na chemickou vazbu. Mezi teplotní efekty patří:

Přehřátí

Je známo, že body varu některých polárních rozpouštědel jsou v mikrovlnném poli vyšší, než body varu při klasickém ohřevu. Jev je anglicky nazýván „superheating effect“ [29] a je možné jej vysvětlit tím, že energie dodávaná mikrovlnným polem je mnohem vyšší, než energie reprezentovaná výparným teplem.

Selektivní ohřev

Pokud jsou mikrovlnnému záření vystaveny vícesložkové směsi, každá složka reaguje rozdílně. Pokud zároveň se jedná o polární a nepolární látku, dochází k selektivnímu ohřevu polární složky. Neabsorbující složka se neohřívá, nebo jen vedením tepla od složky absorbující.

Objemový ohřev

Během klasického zahřívání, například v olejové lázni, se stěny lázně zahřívají jako první. Teprve následně se směrem do středu zahřívá reakční směs. Mikrovlnné záření poskytuje zahřátí celé reakční směsi, nezávislé na tepelné vodivosti materiálu.

Objemový ohřev je však spojen i s hloubkou prostupu záření, tzv. penetrační hloubkou. Absorpcí mikrovln (způsobující zahřívání látky) dochází ke slábnutí intenzity mikrovlnného záření ve směru od povrchu reakční směsi.

Horké zóny

Pokud je lokální produkce tepla vyšší než jeho přenos, dochází k přehřátí a tvorbě tzv. „hot spots“. Horká místa jsou následkem nehomogenity mikrovlnného pole. (V domácích mikrovlnných troubách se tento jev potlačuje rotačním talířem.)

Teplotní úlet

Ve výjimečných případech dochází se zvyšující se teplotou k prudkému nárůstu schopnosti absorpce mikrovlnného záření (např. u práškových kovů).

2.3 Mikroporézní materiály

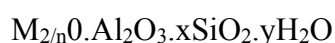
Podle platné nomenklatury IUPAC lze porézní látky rozdělit podle průměru pórů na látky [30]:

- a) > 50 nm makroporézní
- b) 2 - 50 nm mezoporézní
- c) < 2 nm mikroporézní

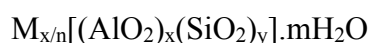
Nejvýznamnější skupinou mikroporézních materiálů jsou zeolity s jejich třídímní strukturou. Mezi mikroporézní materiály lze však zahrnout mnoho dalších látek. Kromě zeolitů a jim podobných, přírodních i syntetických, materiálů, je možné zmínit některé fylosilikáty (skupiny kaolinitu a smektitu). Mikroporézní strukturu mohou mít i organické látky (polyurethany aj.), oxidy kovů a některé soli. Problematické je zařazení klathrátů, které nemají své póry přístupné. Stejně tak i zeolity po určitých úpravách (pilířovité, delaminované zeolity) již nespádají do skupiny mikroporézních látek.

2.3.1 Struktura zeolitů

Přírodní zeolity jsou krystalické hydratované hlinitokřemičitany (aluminosilikáty). V mineralogickém systému patří společně s živci a foidy mezi tektosilikáty. Základní stavební jednotkou jsou tetraedry SiO_4 a AlO_4 . V případě tektosilikátů tyto tetraedry tvoří trojrozměrný skelet, vázaný sdílením vrcholových atomů kyslíku. Chemické složení zeolitů je možné charakterizovat souhrnným vzorcem [31]:

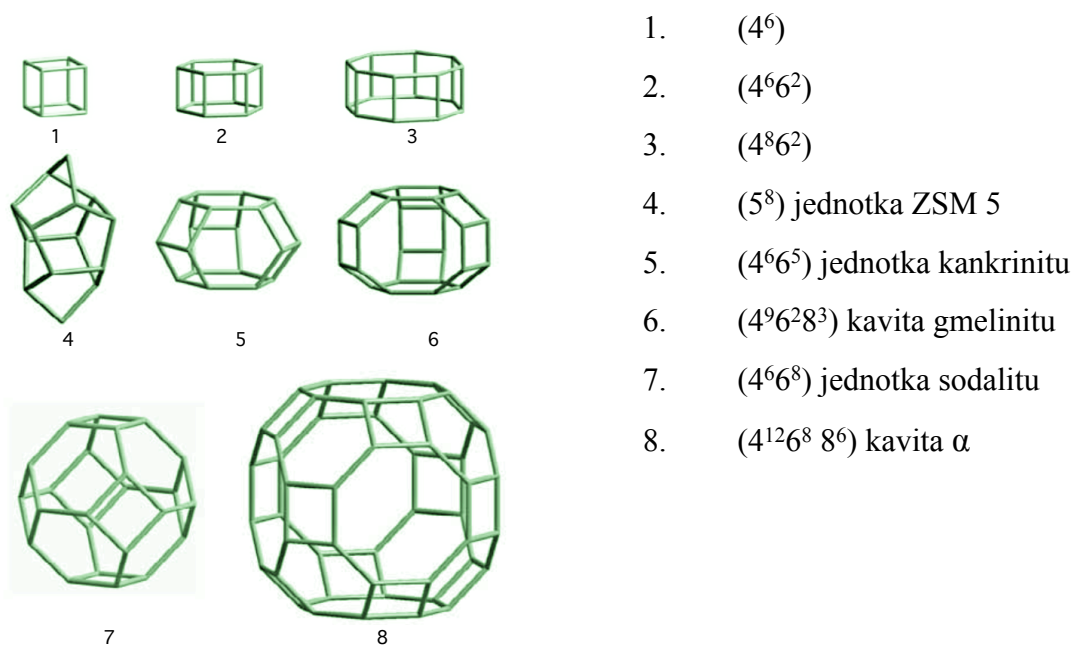


kde n je oxidační stupeň kationtu M^{n+} . Často se používá i přehlednější zápis složení elementární buňky zeolitu:



Tetraedry SiO_4 jsou elektricky neutrální, zatímco tetraedry AlO_4 jsou nositeli záporného náboje. Tento záporný náboj je kompenzován kationty n -mocného kovu. Poměr tetraedrů SiO_4 a AlO_4 má tedy přímý vliv na množství kationtů uložených ve struktuře zeolitu (extrémním případem je silikalit, ve kterém je poměr $\text{SiO}_4 / \text{AlO}_4$ minimálně 200 [32]). Spojováním tetraedrů SiO_4 a AlO_4 do větších celků vzniká sekundární struktura. Sekundární strukturu tvoří v nejjednodušší podobě kruhy 4, 5, 6, 8 tetraedrů SiO_4 a AlO_4 . Příklady některých složitějších sekundárních struktur jsou uvedeny na obr. 1.

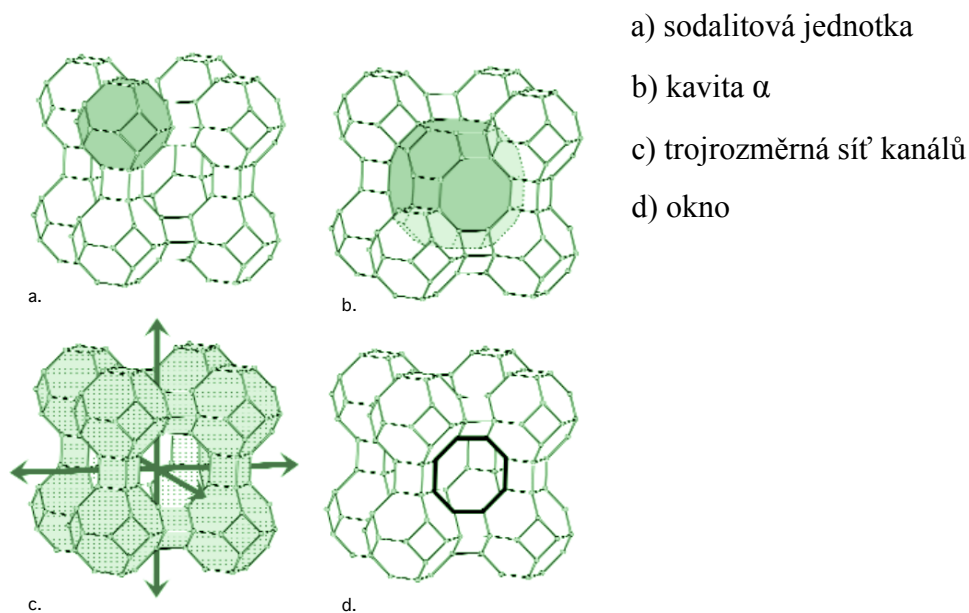
Obr. 2.1 Sekundární struktury zeolitů [30]



(Pro jednoduchost je použito mnohostěnných modelů, v jejichž vrcholech se nacházejí tetraedry SiO_4 nebo AlO_4 . Hrany představují kyslíkový atom společně sdílený dvěma sousedními tetraedry.)

Ve struktuře některých zeolitů se vyskytují dutiny (kavity). Ty jsou propojeny okny 4 - 12členných kruhů. V zeolitové struktuře tak vzniká trojrozměrná síť kanálů [33].

Obr. 2.2 Prvky struktury zeolitu A [30]



Struktura zeolitů je přímo ovlivněna poměrem Si / Al . Atom hliníku klade větší sterické nároky a neumožňuje těsné tetraedrání uložení atomů kyslíku (platí Lôwensteinovo pravidlo [33] - v zeolitech nemohou být spojeny dva AlO_4 tetraedry). Zeolity s vyšším poměrem Si / Al jsou vystaveny z těsněji uspořádaných tetraedrů, které jsou stabilnější. Nevyskytují se u nich kavity a struktura je tvořena jen kanály.

V roce 2007 bylo známo 176 typů struktur zeolitů, z toho více než 40 strukturních typů přírodních zeolitů [34]. Přírodní zeolity jsou podstatnou složkou vulkanických sedimentů, nejčastěji vznikají reakcí vulkanických skel a vody v sedimentačních bazénech (klinoptilolit, chabazit, mordenit, phillipsit) [35]. V Českém masivu se nejvýznamnější lokality výskytu zeolitů nacházejí v Českém středohoří a Doupovských horách [36].

2.3.2 Katalytické vlastnosti zeolitů

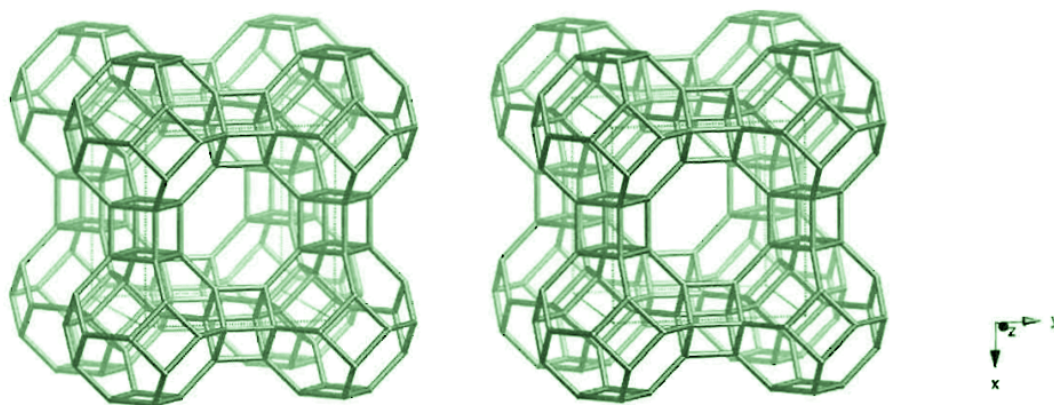
Převážná část aktivních center zeolitů je umístěna uvnitř zeolitové struktury. Aby byl zeolit maximálně katalyticky účinný, je nutný transport reaktantů póry. Velikost pórů zeolitů je srovnatelná s velikostí molekul, často nevelké změny ve velikosti molekuly vedou k dramatické změně difuze molekul do pórů.

Průměr pórů zeolitů závisí na počtu tetraedrů v kruhu. Skutečný průměr dále souvisí s druhem přítomného kationtu (například nahrazení jednomocných kationtů dvojmocnými zvětší průchodnost pórů [37]).

a) zeolity s malými póry

Zeolity patřící do této skupiny mají průměr pórů určený 8člennými kruhy. Průměr takového kruhu SiO_4 a AlO_4 tetraedrů je 0,41 nm [38]. Síť kanálů tohoto systému je přístupná pro lineární molekuly alifatických uhlovodíků nebo primárních alkoholů [38]. Typickým zástupcem této skupiny je zeolit A (Linde A) (obr.3).

Obr. 2.3 Strukturní mřížka zeolitu A [34]

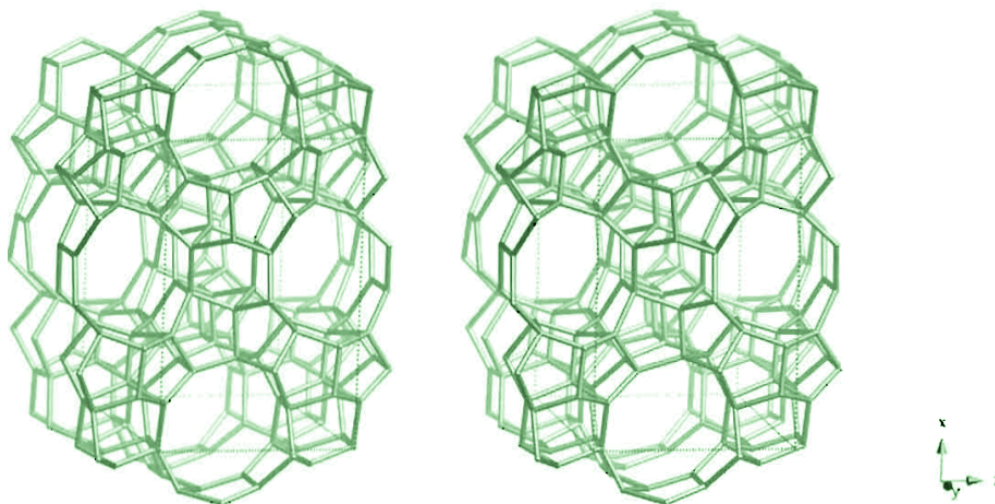


Průměr α kavit zeolitu A je 1,14 nm. Často je nutné pro zpřístupnění struktury tohoto zeolitu širšímu spektru lineárních organických molekul, provést iontovou výměnu sodných iontů za vápenaté. Zajímavostí zeolitu A je poměr $\text{Si} / \text{Al} = 1$ [38].

b) zeolity se středními póry

Do této skupiny patří zeolity, jejichž póry jsou tvořeny desetičlennými kruhy tetraedrů SiO_4 a AlO_4 . Nejznámějším zástupcem této skupiny zeolitů je ZSM 5 (obr. 4).

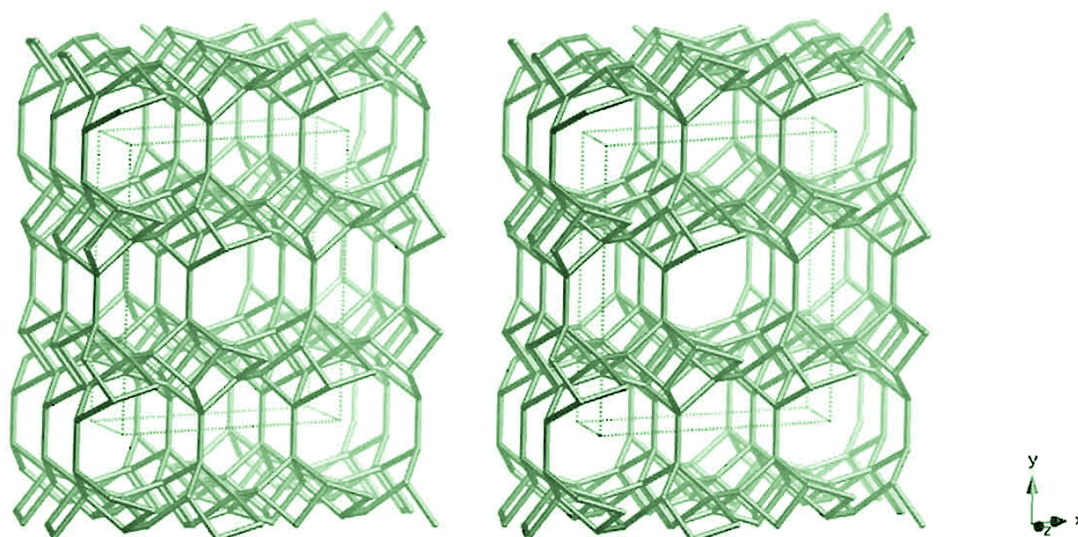
Obr. 2.4 Strukturní mřížka ZSM 5 [34]



Zeolit ZSM5 ve své struktuře neobsahuje žádné kavity (což je způsobeno vysokým obsahem SiO_4 tetraedrů), ale dva typy pórů. Jeden kruhový s průměrem 0,56 nm a druhý eliptický s průměrem 0,51 x 0,56 nm. Rozdílných průměrů pórů lze využít pro jednosměrnou difuzi za vzniku přesně definovaného produktu [37].

Do stejné skupiny patří i přírodní zeolit klinopteliotit (obr. 5). Největší póry tohoto zeolitu mají tvar elipsy a jsou tvořeny deseti tetraedry SiO_4 nebo AlO_4 . Průměr těchto pórů je 0,31 x 0,75 nm. Ve struktuře klinopteliotitu se také nacházejí menší póry tvořené osmičlennými kruhy [34].

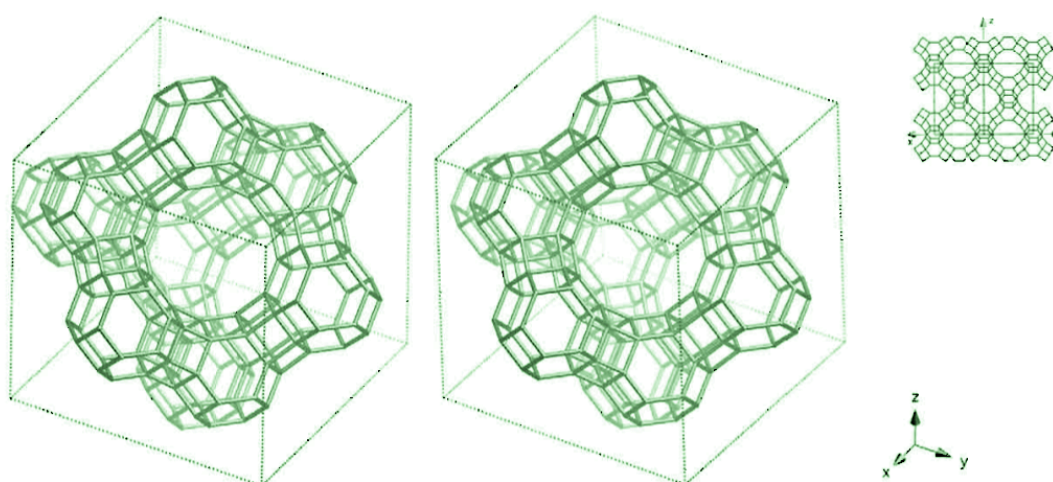
Obr. 2.5 Strukturní mřížka klinoptiolitu [34]



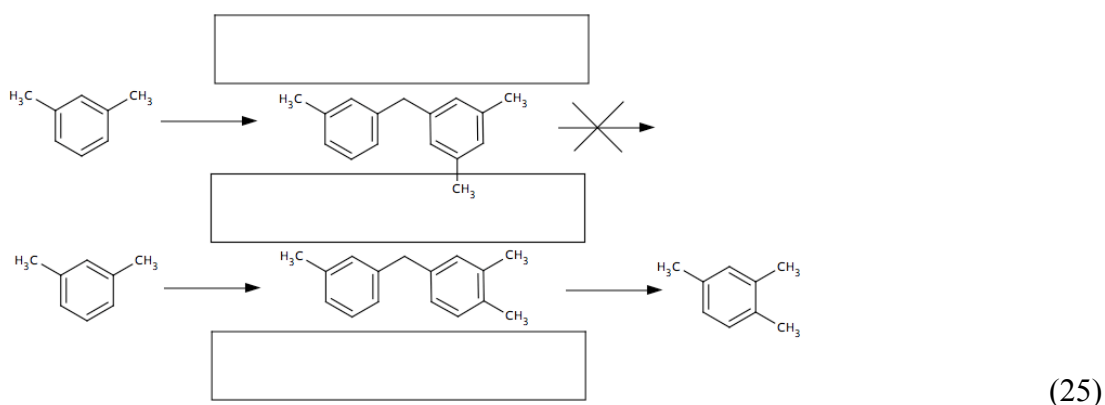
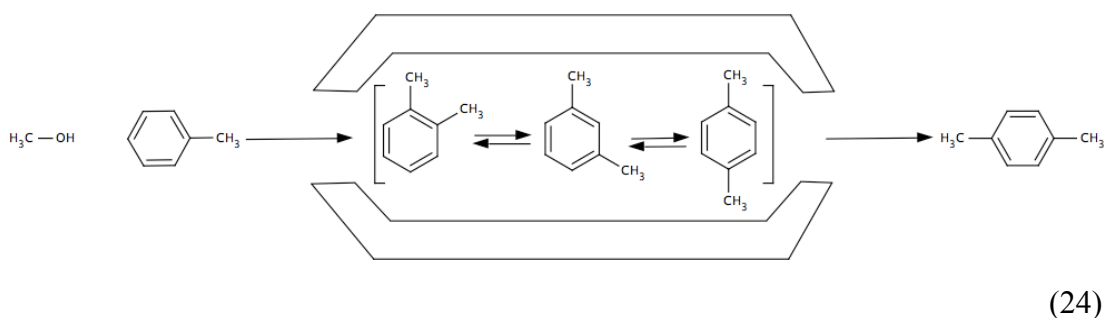
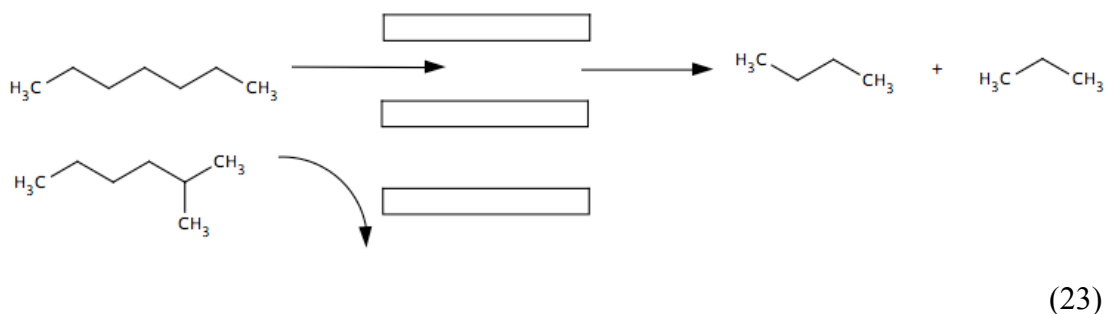
c) zeolity s velkými póry

Pro tyto zeolity je typická přítomnost 12členných kruhů tetraedrů SiO_4 a AlO_4 . Do této skupiny patří přírodní mordenit i synteticky připravené zeolity Y a X. Zeolit X (obr. 6) ve své struktuře obsahuje kromě pórů o průměru 0,74 nm [34] i velké kavity. Zároveň obsahuje jemný systém sodalitových jednotek přístupných vodě, amoniaku a některým iontům [38].

Obr. 2.6 Strukturní mřížka zeolitu X



Různých průměrů pórů lze využít při katalýze k selektivnímu výběru určitých reaktantů z reakční směsi (23), tvarové selektivitě produktů (24), nebo ke znemožnění stericky náročného přechodového stavu (25) [37].



Katalytická aktivita zeolitů v celé řadě reakcí souvisí s přítomností Brønstedových a Lewisových kyselých aktivních center. Brønstedova centra vznikají například termickým zpracováním amonných forem zeolitů, dehydratací zeolitů obsahujících vícemocné kationty, nebo působením minerálních kyselin, kdy je kationt přímo vyměňován za proton. Lewisova aprotická kyselá centra vznikají dehydratací sousedních hydroxylových skupin při teplotě vyšší než 500°C [37].

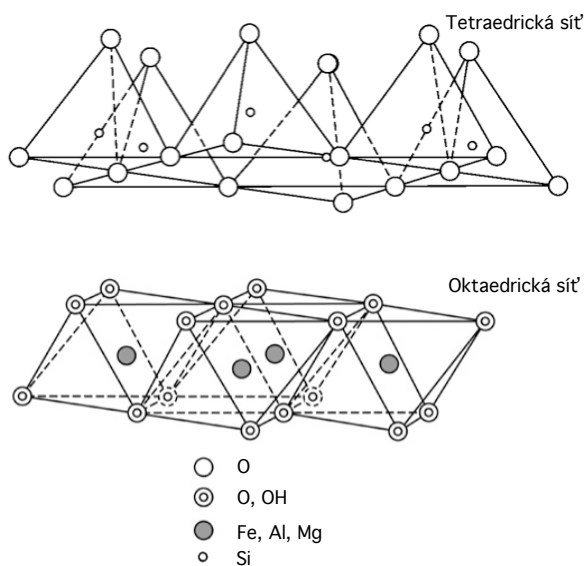
Zeolity jsou využívány v mnoha odvětvích (zemědělství, stavebnictví i zdravotnictví) [36]. Významný přínos pro společnost znamenalo využití zeolitů při katalytickém krakování ropy [39].

2.3.3 Struktura montmorillonitu a jeho využití

Montmorillonit patří společně se saponity do skupiny smektitů a stejně jako slídy nebo kaolin náleží mezi fylosilikáty. Jsou to minerály, které jsou hlavní složkou jílu a vyznačují se vrstevnatou strukturou, jejíž základní stavební jednotku tvoří tetraedry SiO_4 nebo AlO_4 . Ty se spojují do nekonečných sítí (obr. 7) s hexagonální symetrií [40], ve kterých jsou tetraedry propojeny třemi vrcholy a čtvrtý vrchol směřuje kolmo nad rovinu sítě.

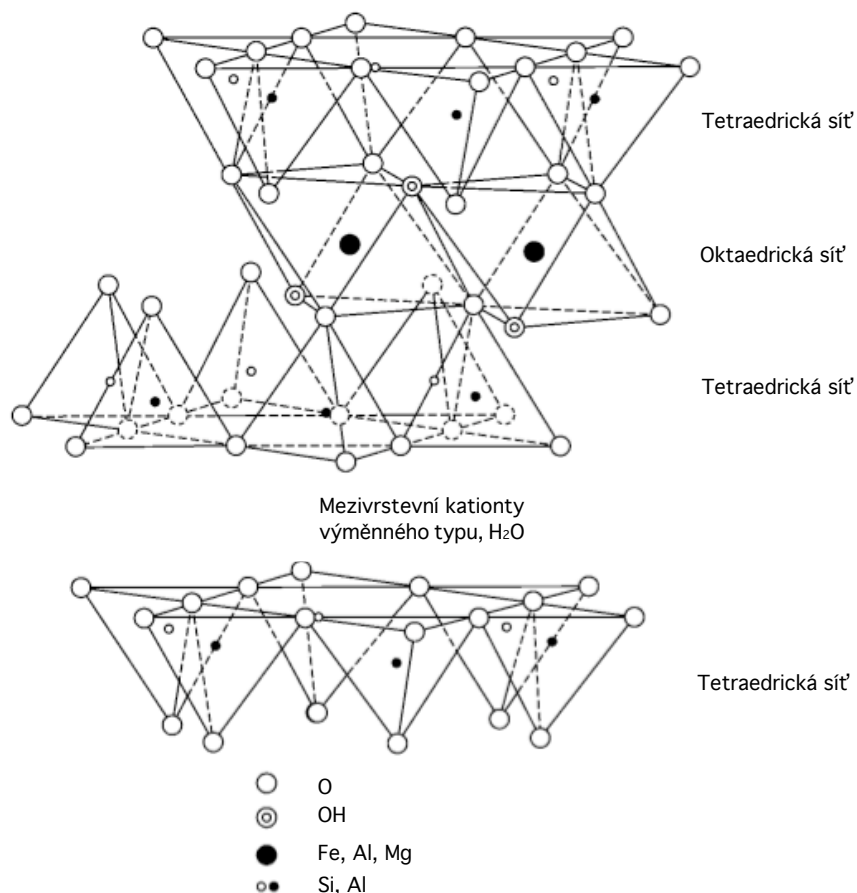
U smektitů se vyskytuje i oktaedrická stavební jednotka $\text{M}(\text{O},\text{OH})_6$, kde M jsou nejčastěji kationty Fe, Al, a Mg. Tyto stavební jednotky se spojují navzájem nejen vrcholy, ale i polovinou hran za vzniku oktaedrické sítě (obr. 7).

Obr. 2.7 Tetraedrická a oktaedrická síť fylosilikátů [41]

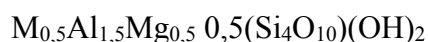


Vrstvy montmorillonitu se skládají ze dvou tetraedrických sítí s opačnou polaritou. Mezi nimi se nachází jedna oktaedrická síť, která je s tetraedrickými sítěmi propojena sdílením apikálních kyslíků (obr. 8).

Obr. 2.8 Struktura montmorillonitu [41]



Chemické složení montmorillonitu lze vyjádřit vzorcem [42]:



kde M označuje možné mezivrstevní kationty výměnného typu (K, Na, Ca). Nejběžnější je vápenatý montmorillonit [41]. Vápenaté mezivrstevní ionty vyrovnávají náboj tetraedrických sítí, ve kterých je až 15 % elektroneutrálních tetraedrů SiO₄ substituováno tetraedry AlO₄, nesoucích záporný náboj. Bazální vzdálenost dvou vrstev vápenatého montmorillonitu je 1,42 nm, bazální vzdálenost vrstev sodného montmorillonitu je 1,22 nm [41]. Rozdíl je způsoben tím, že vápenatý montmorillonit má v prostoru mezi vrstvami dvě vrstvy molekul vody, zatímco sodný pouze jednu. Pokud je jíl vysušen, kationty zaujmou prostory v otevřených hexagonálních kavitách vzniklých po přiblížení vrstev [43]. Schopnost vázat vodu, spojená se zvětšováním objemu horniny (bobtnání) má zásadní význam pro stavební inženýrství.

Montmorillonity nacházejí široké využití jako katalyzátory díky výskytu Brønstedových nebo Lewisových kyselých center. Acidita montmorillonitu je závislá na typu mezivrstevních kationtů ($\text{H}_3\text{O}^+ > \text{Al}^{3+} > \text{Ca}^{2+} > \text{Na}^+$) [42]. Lewisova kyselá centra tvoří ionty Al^{3+} a Fe^{3+} na okrajích krystalové mřížky. Množství Lewisových kyselých center lze zvýšit výměnou mezivrstevních kationtů Na^+ a Ca^{2+} za Al^{3+} kationty [44]. Vyšší acidita vede obecně k vyšší katalytické aktivitě, zpravidla na úkor selektivity produktů [42].

Celou řadu reakcí katalyzovaných Brønstedovými kyselinami (H_2SO_4 , HCl , HNO_3 atd.) nebo Lewisovými kyselinami (AlCl_3 , TiCl_4 , FeCl_3 atd.) je možné úspěšně provádět s použitím jílových katalyzátorů, navíc tyto umožňují dosahovat vyšších výtěžků během kratších reakčních časů. Výhodné je i možné využití selektivity průběhu reakce [44]. Použití pevného katalyzátoru vede často k heterogenní katalýze, umožňující jednoduché odstranění tohoto katalyzátoru z reakční směsi.

Od 30. let byly montmorillonity široce používány v ropném průmyslu (později byly nahrazeny teplotně stabilnějšími zeolity). V organické chemii našly uplatnění při adičních [45], substitučních [46], oxidačně - redukčních [47] a dalších reakcích. Úspěšně jsou používány v kombinaci s mikrovlnným zářením [48].

3. CÍLE DIPLOMOVÉ PRÁCE

Cílem předložené diplomové práce bylo studium mikrovlnami podporované syntézy N-alkylbenzamidů z karboxylových kyselin (konkrétně kyseliny benzoové) a primárních alifatických aminů. Studie je především zaměřena na vliv mikroporézních materiálů na tuto reakci.

Pro analýzu vlivu mikroporézních katalyzátorů bylo nutné detailně prostudovat průběh reakce v mikrovlnném poli bez katalyzátoru. Cílem syntéz prováděných bez katalyzátoru není dosažení maximální konverze amidů, ale nalezení takových reakčních podmínek, při kterých by se maximálně projevil vliv použitých katalyzátorů. Veškeré poznatky by měly být aplikovatelné při optimalizaci syntézy amidů v mikrovlnném poli.

Dále je zkoumán vliv alifatického řetězce aminů na syntézu amidů, potažmo účinnost vybraných katalyzátorů na syntézu amidů lišících se délkou alifatického řetězce výchozího aminu.

4. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

4.1 Použité chemikálie

V průběhu experimentálních prací byly použity následující reaktanty, rozpouštědla a katalyzátory:

kyselina benzoová, 99 %	ACROS ORGANICS, NL
fenylbenzamid, 98+ %	ACROS ORGANICS, NL
propylamin, 99+ %	ACROS ORGANICS, NL
butylamin, 99,5 %	ACROS ORGANICS, NL
pentylamin, 99 %	ACROS ORGANICS, NL
hexylamin, 99+ %	ACROS ORGANICS, NL
heptylamin, 99+ %	ALDRICH, D
oktylamin, 99+ %	ACROS ORGANICS, NL
nonylamin, 98 %	ACROS ORGANICS, NL
decylamin, 99 %	ACROS ORGANICS, NL
chloroform, 98 %	PENTA, ČR
silikagel CH, 40-100 mikr.	LACHEMA, ČR
kyselina chlorovodíková	PENTA, ČR
hydrogenuhličitan sodný, p.a	PENTA, ČR
hydroxid sodný, p.a	PENTA, ČR
síran sodný, p.a	PENTA, ČR
zeolit ZSM 5	ACROS ORGANICS, NL
zeolit X	ALDRICH, D
montmorilonit K10	ALDRICH, D
montmorilonit KSF	ALDRICH, D
klinoptelolit	ALDRICH, D
aktivní uhlík	LACHEMA, ČR
oxid hořečnatý, p.a	ALDRICH, D
silikagel okyselený H ₃ PO ₄	připraveno v laboratoři
karbid křemíku	LACHEMA, ČR

4.2 Metodika TLC analýzy

Smíšením ekvimolárních množství primárního aminu a kyseliny benzoové dochází k neutralizační reakci za vzniku kvarterní amoniové soli. Tato reakce probíhá exotermicky za vzniku krystalické nebo kapalné látky. Těkavé aminy s krátkým řetězcem jsou vznikem soli stabilizovány. Vzniklá sůl je v rovnováze s nezreagovanými reaktanty. Zahříváním dochází k opětovnému rozkladu amoniové soli. S dalším nárůstem teploty probíhá dehydratační reakce karboxylové kyseliny s aminem (viz. 2.1.4). Z uvedeného vyplývá, že reakční směs může obsahovat výchozí látky (kyselina benzoová, alkylamin), reakční produkty (N-alkylbenzamidy), meziproducty (alkylamonium-benzoáty) i další doposud neidentifikované látky.

Pro orientační analýzu reakční směsi byla použita chromatografie na tenké vrstvě (TLC). Stacionární fázi představovala hliníková fólie pokrytá tenkou vrstvou silikagelu s luminiscenčním indikátorem (Macherey-Nagel Alugram Sil G/UV₂₅₄), jako eluční činidlo byl na základě několika pokusů zvolen chloroform. Detekce chromatogramu byla prováděna v UV komoře (CAMAG) při vlnové délce $\lambda = 254$ nm. Kyselina benzoová a N-alkylbenzamidy zhasíjí luminiscenci a tvoří tmavé skvrny na žlutozeleném pozadí. Analogicky lze detekovat i alkylaminium-benzoáty. Alifatické aminy použité při reakcích nejsou detekovatelné tímto způsobem. Identifikována byla skvrna kyseliny benzoové s retardačním faktorem $R_F = 0,15$. Sůl vzniklá smícháním kyseliny benzoové a alkylaminu nemigrovala a její skvrna zůstala na startu. Skvrna N-oktylbenzamidů byla detekována, a její retardační faktor $R_F = 0,33$. Také ostatní N-alkylbenzamidy, lišící se pouze délkou alifatického řetězce výchozího aminu, bylo možné takto detekovat. Obecně lze říci, že retardační faktory N-alkylbenzamidů byly vyšší než retardační faktory kyseliny benzoové, nabývaly hodnoty přibližně 0,3.

4.3 Syntéza N-oktylbenzamidů

V mikrovlnném poli byl N-oktylbenzamid připravován následujícím způsobem. Do porcelánového kelímku bylo odváženo 0,003 molu (0,36636 g) kyseliny benzoové a 0,003 molu (0,3877 g) oktylaminu. Směs byla důkladně

promíchána za vzniku homogenní pevné látky, kvarterní amoniové soli. Obsah kelímku byl přikryt hodinovým sklíčkem a zahříván v nemodifikované kuchyňské mikrovlnné troubě (Profesor, výkon 700W, 2450 MHz). Během zahřívání docházelo k masivnímu úniku plynného aminu z reakční nádoby. Dále během zahřívání docházelo ke vzniku vedlejších produktů zřejmě oxidací vzdušným kyslíkem. Opticky se toto znečištění projevovalo ztmavnutím reakční směsi a TLC prokázala vznik neznámých látek nacházejících se na startu chromatogramu, často vykazujících i modrou luminiscenci.

Obsah kelímku byl zahříván v kuchyňské mikrovlnné troubě po dobu 2, 6, 10, 20 a 30 min. Po 6min směs obsahovala detekovatelné množství N-oktylbenamidu. Vzorky vystavené mikrovlnnému záření 30 min vykazovaly vyšší konverzi (TLC prokázala úbytek benzoové kyseliny z reakční směsi a nárůst koncentrace amidu), zároveň však nejvyšší znečištění vedlejšími produkty.

Vznik N-oktylbenzamidů byl potvrzen pomocí infračervené spektroskopie (FTIR RX1, Perkin - Elmer, suspenze v nujolu, KBr kyveta). Vlnočeta $\nu_{C=O}$ amidu ve spektru je $1663,3 \text{ cm}^{-1}$ (tabelární údaj pro amid je $1680 - 1630 \text{ cm}^{-1}$).

U produktu byla po vyčištění (viz. 4.3.1) měřena teplota tání a získané údaje ($38,5 - 40,0 \text{ }^\circ\text{C}$; $39,0 - 40,5 \text{ }^\circ\text{C}$; $39,0 - 41,0 \text{ }^\circ\text{C}$) odpovídají údajům uvedeným v literatuře [19] pro N-oktylbenzamid ($39 - 41 \text{ }^\circ\text{C}$).

4.4 Příprava standardů vybrané řady amidů

4.4.1 Postup přípravy vzorků amidů

Pro analýzu vlivu mikroporézních katalyzátorů na syntézu amidů bylo nutné připravit standardní vzorky dostatečné čistoty, které sloužily především pro vytvoření kalibračních křivek při analýze. Metodika přípravy N-alkylbenzamidů byla vypracována na syntéze N-oktylbenzamidů.

Příprava standardních vzorků na základě výsledků testu (syntéza N-oktylbenzamidů) se uskutečnila v kuchyňské mikrovlnné troubě zahříváním ekvimolárních množství aminu a kyseliny benzoové v porcelánovém kelímku pod hodinovým sklem.

Čištění reakční směsi bylo provedeno podle Loupyho [19] nejprve rozpuštěním produktů v 25 cm^3 chloroformu. Roztok byl následně protřepávám

v 50cm³ 2M HCl (připraveno z 8,828 cm³ 35% HCl, $\rho = 1,18 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$, $M_r = 36,46$). Tím byl z roztoku odstraněn případný nezreagovaný amin. Po oddělení kyseliny chlorovodíkové v dělicí nálevce byl roztok protřepáván v 50cm³ 5% NaHCO₃. Tím bylo zajištěno odstranění nezreagované kyseliny benzoové i zbytků kyseliny chlorovodíkové. Úspěšné odstranění kyseliny benzoové bylo prokázáno chromatografií na tenké vrstvě. Vyčištěný roztok byl poté sušen pomocí bezvodého síranu sodného (Na₂SO₄). Vzniklá nerozpustná složka byla odfiltrována.

Po odstranění nezreagovaných reaktantů a vody bylo nutné ze směsi produktů odstranit neidentifikované produkty, pravděpodobně oxidačních reakcí. Spolehlivou metodou se ukázala být separace pomocí sloupce silikagelu na jemné fritě. Na fritu o průměru 5 cm byla nanášena vrstva silikagelu (cca 4 cm) nalitím suspenze silikagelu na fritu. Roztok s produkty byl zakoncentrován odpařením (oddestilováním) přibližně 20cm³ chloroformu a nanášen na fritu se silikagelem. Promýváním chloroformem došlo k oddělení jednotlivých frakcí. Pomocí TLC byly detegovány čisté frakce, které byly slity a destilací z nich byl odstraněn chloroform.

4.4.2 N-propylbenzamid

Pro přípravu N-propylbenzamidů byly použity 4 vzorky s 15 mmol kyseliny benzoové a 15 mmol propylaminu. Každý vzorek obsahoval 1,8318 g kyseliny benzoové a 0,8867 g propylaminu. Okamžitě po smíchání navážek došlo k neutralizační reakci za vzniku amoniové soli karboxylové kyseliny. Ta byla poté zahřívána po dobu 30min v mikrovlnné troubě.

Tab. 4.1 Příprava N-propylbenzamidů

Vzorek	Kyselina benzoová [g]	Propylamin [g]	Vzniklá sůl [g]	Produkt po 20min zahřívání [g]
I.	1.831	0.892	2.561	0.719
II.	1.832	0.888	2.564	1.154
III.	1.832	0.889	2.540	1.467
IV.	1.833	0.895	2.603	1.132

K syntéze bylo celkem použito 60 mmol kyseliny benzoové a 60 mmol propylaminu. Z celkového množství soli (10,268 g) po zahřívání zůstalo 4,472 g

znečištěného produktu. Produkt byl vyčištěn (viz. 4.4.1) na vrstvě silikagelu bylo odděleno 36 frakcí. Pomocí tenkovrstvé chromatografie bylo možné identifikovat znečištěné frakce.

Znečištěny byly frakce 8, 9, 10 a také všechny frakce nad 25. Detekovatelné množství N-propylbenzamidů se vyskytovalo ve frakcích 9 - 31. Čisté frakce byly smíchány a pomocí destilace z nich byl odstraněn chloroform. Výtěžek syntézy činil 0,900 g tj. 9,19 %.

4.4.3 N-butylbenzamid

N-butylbenzamid byl připraven z ekvimolárních množství kyseliny benzoové a butylaminu zahříváním v mikrovlnné troubě 30, respektive 20 min.

Tab. 4.2 Příprava N-butylbenzamidů

Vzorek	Kyselina benzoová [g]	Butylamin [g]	Vzniklá sůl [g]	Produkt po 20min zahřívání [g]
I.	1.830	1.100	2.860	0.177
II.	1.833	1.099	2.876	0.054
III.	1.831	1.098	2.865	1.102
IV.	1.830	1.097	2.877	0.325
				Produkt po 20min zahřívání [g]
V.	1.830	1.098	2.867	0.147
VI.	1.831	1.102	2.858	0.729
VII.	3.660	2.196	5.645	0.273
VIII.	3.664	2.201	5.717	1.401
IX.	3.666	2.196	5.609	0.849
X.	3.667	2.197	5.676	0.646

Syntéza proběhla za značných ztrát. Z 210mmol kyseliny benzoové a 210mmol butylaminu bylo získáno 39,85 g soli. Délka zahřívání v mikrovlnné troubě byla z důvodu vysokých ztrát zkrácena z 30 na 20min. Po ukončení reakcí byla celková hmotnost všech produktů 5,703 g.

Po vyčištění produktu (viz. 4.4.1) byla provedena separace jednotlivých složek směsi. Odděleno bylo 36 frakcí. N-butylbenzamid obsahovaly frakce 7 - 29. Frakce 7, 8 a 26 až 32 obsahovaly znečištění. Frakce 33 - 36 již neobsahovaly detekovatelná množství produktů. Všechny čisté frakce (9 - 25) byly smíchány a

odpařením na vzduchové lázni z nich byl odstraněn chloroform. Čistý produkt vážil 1,076 g, výtěžek syntézy činil pouze 2,89 %.

4.4.4 N-pentylbenzamid

K přípravě N-pentylbenzamidů bylo použito 60 mmol kyseliny benzoové a 60 mmol pentylaminu. Celkem vzniklo 12,297 g soli, která byla zahřívána v mikrovlnné troubě po dobu 20min.

Tab. 4.3 Příprava N-pentylbenzamidů

Vzorek	Kyselina benzoová [g]	Pentylamin [g]	Vzniklá sůl [g]	Produkt po 20min zahřívání [g]
I.	1.831	1.304	3.060	1.752
II.	1.832	1.301	3.076	1.780
III.	1.832	1.301	3.078	1.285
IV.	1.830	1.306	3.083	1.389

Znečištěný produkt zahřívání vážil 6,206 g. Po vyčištění (viz. 4.4.1) bylo při separaci odděleno 36 frakcí.

Detekovatelná množství amidů obsahovaly frakce 5 - 33. Frakce 5, 6 a 26 - 34 byly znečištěné. Čisté frakce po oddestilování chloroformu obsahovaly 1,049 g N-pentylbenzamidů. Výtěžek syntézy činil 9,14 %.

4.4.5 N-hexylbenzamid

Pro přípravu N-hexylbenzamidů bylo použito 60 mmol kyseliny benzoové a 60 mmol hexylaminu. Odděleně ve čtyřech kelímcích bylo zahříváno 13,242 g amoniové soli vzniklé neutralizací výchozích látek.

Tab. 4.4 Příprava N-hexylbenzamidů

Vzorek	Kyselina benzoová [g]	Hexylamin [g]	Vzniklá sůl [g]	Produkt po 20min zahřívání [g]
I.	1.833	1.515	3.302	1.277
II.	1.832	1.519	3.300	1.551
III.	1.833	1.516	3.315	1.236
IV.	1.835	1.515	3.325	1.285

Po ukončení mikrovlnného ohřevu produkt vážil 5,349 g. Proběhlo vyčištění produktu (podle 4.4.1) a separace jednotlivých složek směsi. Odděleno bylo 34 frakcí. N-hexylbenzamid obsahovaly frakce 5 - 29. Frakce 6 a 24 až 33 obsahovaly znečištění. Všechny čisté frakce (9 - 25) byly smíseny a destilací na vzduchové lázni z nich byl odstraněn chloroform. Čistý produkt vážil 1,389 g, výtěžek syntézy činil 11,27 %.

4.4.6 N-heptylbenzamid

Pro přípravu N-heptylbenzamidů byly použity 4 vzorky s 15mmol kyseliny benzoové a 15mmol propylaminu. Každý vzorek obsahoval 1,8318 g kyseliny benzoové a 1,7282 g heptylaminu. Směs byla zahřívána po dobu 20min v mikrovlnné troubě.

Tab. 4.5 Příprava N-heptylbenzamidů

Vzorek	Kyselina benzoová [g]	Heptylamin [g]	Vzniklá sůl [g]	Produkt po 20min zahřívání [g]
I.	1.835	1.732	3.539	1.332
II.	1.833	1.727	3.530	1.296
III.	1.833	1.748	3.567	1.453
IV.	1.834	1.730	3.559	1.491

K syntéze bylo celkem použito 60 mmol kyseliny benzoové a 60 mmol heptylaminu. Z celkového množství soli (14,195 g) po zahřívání zůstalo 5,572 g znečištěného produktu. Produkt byl vyčištěn (viz. 4.4.1) a vrstvou silikagelu bylo odděleno 27 frakcí. Pomocí tenkovrstvé chromatografie bylo možné identifikovat znečištěné frakce. Jednalo se o frakce 5 - 9 a 24 - 27. Čisté frakce byly smíseny a pomocí destilace z nich byl odstraněn chloroform. Výtěžek syntézy činil 1,436 g. Syntéza proběhla s výtěžkem 10,91 %.

4.4.7 N-oktylbenzamid

Pro syntézu N-oktylbenzamidu bylo použito 30 mmol kyseliny benzoové a 30 mmol oktylaminu. Reakce probíhala po dobu 20min v mikrovlnné troubě. Přípravovány byly odděleně dva vzorky s 15mmol kyseliny benzoové (1,832 g) a 15mmol oktylaminu (1,939 g).

Tab. 4.6 Příprava N-oktylbenzamidu

Vzorek	Kyselina benzoová [g]	Oktylamin [g]	Vzniklá sůl [g]	Produkt po 20min zahřívání [g]
I.	1.832	1.941	3.583	1.802
II.	1.833	1.938	3.620	1.775

Produkt obou syntéz (z 7,203 g soli) byl 3,577g. Znečištěný produkt byl vyčištěn podle 4.4.1 a jednotlivé složky produktu mikrovlnného ohřevu byly separovány pomocí sloupce cca 5cm silikagelu na široké fritě. Bylo odděleno 35 frakcí. Pomocí tenkovrstvé chromatografie byly určeny znečištěné frakce. Produkt obsahovaly frakce 5 - 35, znečištěny byly frakce 5 - 9, 15 a 16. Frakce obsahující čistý N-oktylbenzamid byly slity a destilací a vakua byl odstraněn chloroform. Výtěžek činil 0,796 g tzn. 11,38 %

4.4.8 N-nonylbenzamid

Pro přípravu N-nonylbenzamidu bylo použito 45 mmol kyseliny benzoové a 45 mmol nonylaminu. Odděleně ve čtyřech kelímcích bylo zahříváno 11,942 g amoniové soli vzniklé neutralizací výchozích látek po dobu 20min.

Tab. 4.7 Příprava N-nonylbenzamidů

Vzorek	Kyselina benzoová [g]	Nonylamin [g]	Vzniklá sůl [g]	Produkt po 20min zahřívání [g]
I.	1.832	2.153	3.981	2.712
II.	1.834	2.153	3.982	2.684
III.	1.834	2.149	3.979	2.562

Po ukončení ohřevu a slití jednotlivých vzorků produkt vážil 7,958 g. Proběhlo vyčištění produktu (podle 4.4.1) a separace jednotlivých složek směsi. Odděleno bylo 26 frakcí. N-nonylbenzamid obsahovaly frakce 5 - 26. Frakce 2 a 7 - 10, 13, 15, 24 - 26 obsahovaly znečištění. Všechny čisté frakce byly smíseny a destilací na vzduchové lázni z nich byl odstraněn chloroform. Čistý produkt vážil 1,672 g, výtěžek syntézy činil 15,01 %.

4.4.9 N-decylbenzamid

Pro přípravu N-decylbenzamidů byly použity 2 vzorky s 15mmol kyseliny benzoové a 15mmol decylaminu. Každý vzorek obsahoval navážku s 1,8318g kyseliny benzoové a 2,3595 g decylaminu. Směs byla poté zahřívána po dobu 20minut v mikrovlnné troubě.

Tab. 4.8 Příprava N-decylbenzamidů

Vzorek	Kyselina benzoová [g]	Heptylamin [g]	Vzniklá sůl [g]	Produkt po 20min zahřívání [g]
I.	1.834	2.362	4.201	3.118
II.	1.832	2.358	4.195	2.452

Po zahřívání zůstalo 5,570 g znečištěného produktu. Produkt byl vyčištěn (viz. 4.4.1), na sloupci silikagelu bylo odděleno 29 frakcí. Pomocí tenkovrstvé chromatografie bylo možné identifikovat znečištěné frakce.

Znečištěny byly frakce 4, 5 a 26 - 29. Čisté frakce byly smíseny a pomocí destilace z nich byl odstraněn chloroform. Výtěžek syntézy činil 1,849 g. Syntéza proběhla s výtěžkem 23,58 %.

4.4.10 Konstituční analýza vzorků jednotlivých standardů

Pro potvrzení struktury a čistoty připravených standardních vzorků byla provedena konstituční analýza pomocí nukleární magnetické rezonance (NMR). ^1H , ^{13}C a APT NMR spektra byla měřena na spektrometru Bruker AVANCE II 400 při 400,13 MHz pro protony a 100,62 MHz pro uhlíky. Vzorky (40 – 60 mg) byly rozpuštěny v 0,7 ml hexadeuteriodimethylsulfoxidu, zfiltrvány, umístěny do 5mm NMR zkumavky a změřeny. Měření byla provedena standardním způsobem při laboratorní teplotě. ^1H a ^{13}C chemické posuny byly vztaženy vůči signálu rozpouštědla ($\delta = 2,55$ (^1H), $\delta = 39,6$ (^{13}C)).

Tab. 4.9 Chemické posuny ^1H a ^{13}C

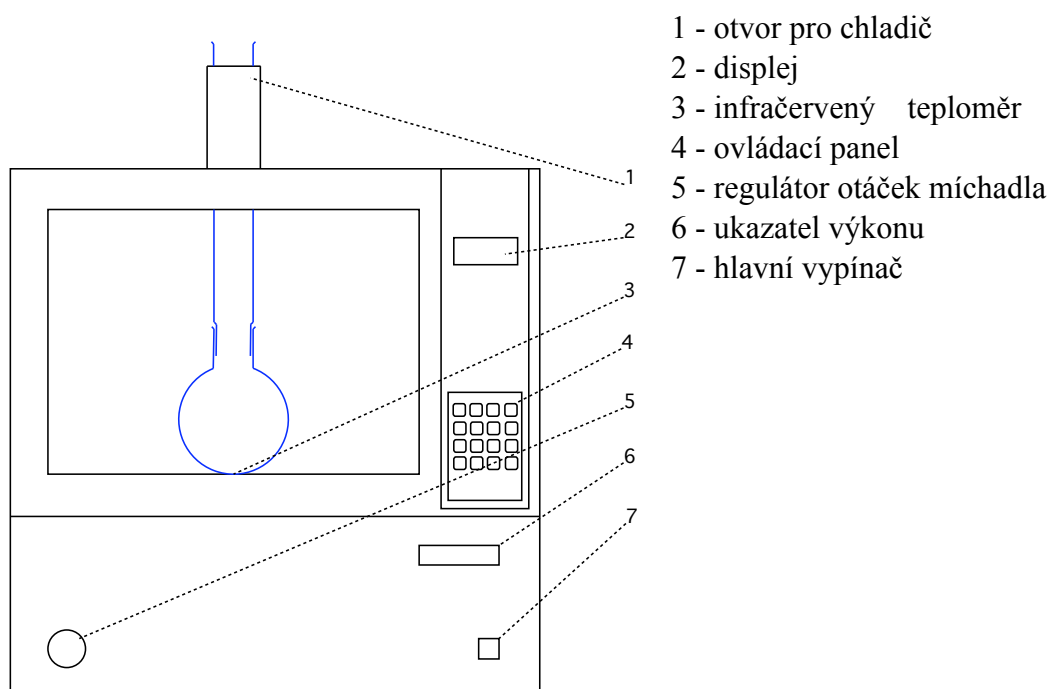
R	(CH ₂) ₂ CH ₃	(CH ₂) ₃ CH ₃	(CH ₂) ₄ CH ₃	(CH ₂) ₅ CH ₃	(CH ₂) ₆ CH ₃	(CH ₂) ₇ CH ₃	(CH ₂) ₈ CH ₃	(CH ₂) ₉ CH ₃
C-1	- / 134,9	- / 135,0	- / 134,9	- / 134,8	- / 134,8	- / 134,8	- / 134,8	- / 134,8
C-2	7,90 / 127,2	7,98 / 127,3	7,93 / 127,2	7,92 / 127,2	7,89 / 127,2	7,89 / 127,2	7,89 / 127,2	7,89 / 127,2
C-3	7,49 / 128,3	7,48 / 128,2	7,48 / 128,2	7,48 / 128,2	7,49 / 128,2	7,49 / 128,2	7,48 / 128,2	7,48 / 128,2
C-4	7,55 / 131,0	7,53 / 131,0	7,54 / 130,9	7,54 / 130,9	7,55 / 131,0	7,55 / 131,0	7,54 / 131,0	7,54 / 130,9
CON	- / 166,3	- / 166,5	- / 166,2	- / 166,2	- / 166,1	- / 166,1	- / 166,1	- / 166,1
NH	8,52 / -	8,58 / -	8,52 / -	8,51 / -	8,48 / -	8,49 / -	8,48 / -	8,48 / -
NCH ₂	3,28 / 41,1	3,37 / 39,1	3,32 / 39,3	3,31 / 39,3	3,29 / 39,3	3,30 / 39,3	3,29 / 39,3	3,29 / 39,3
(CH ₂) _{n-1}	1,58	1,32-1,62	1,29-1,63	1,23-1,61	1,25-1,62	1,22-1,61	1,21-1,61	1,20-1,61
	22,5	31,5	29,0	31,2	31,3	31,3	31,4	31,4
	-	19,9	28,8	29,2	29,2	29,2	29,2	29,2
	-	-	22,0	26,3	28,5	28,9	29,1	29,1
	-	-	-	22,1	26,5	28,8	28,9	29,0
	-	-	-	-	22,1	26,6	28,8	28,9
	-	-	-	-	-	22,2	26,6	28,8
	-	-	-	-	-	-	22,2	26,6
								22,2
CH ₃	0,93 / 11,5	0,93 / 13,8	0,90 / 13,9	0,89 / 13,9	0,90 / 14,0	0,89 / 14,0	0,88 / 14,0	0,88 / 14,0

4.5 Studium reakce hexylaminu s kyselinou benzoovou v mikrovlnném poli

4.5.1 Mikrovlnný reaktor

Pro studium reakce probíhající v mikrovlnném poli byl využit mikrovlnný reaktor značky Plazmatronica (700 W, 2450 MHz). Výhodou tohoto přístroje je možnost nastavení výkonu v rozmezí 1 - 100 %. Dále je možné nastavit maximální teplotu, po jejíž dosažení je teplota udržována na požadované úrovni automatickým upravením výkonu. Pracovní prostor má uprostřed dna umístěn infračervený teploměr a v horní části reaktoru otvor umožňující použití chladicího zařízení.

Obr. 4.1 Mikrovlnný reaktor



Reakce byly prováděny v 50cm³ baňce s kulatým dnem, na kterou byla nasazena skleněná trubice odvádějící páry do prostoru digestoře.

4.5.2 Analýza reakční směsi

K analýzám vzorků byla použita metoda plynové chromatografie. K analýzám byl použit chromatograf HP 5890 ($p(\text{N}_2) = 0,4 \text{ MPa}$, $p(\text{H}_2) = 0,1 \text{ MPa}$) s kapilární kolonou THERMO TR-5MS.

Pro analýzu byl nastaven teplotní program, kdy vstupní výchozí teplota kolony ($120 \text{ }^\circ\text{C}$) zůstávala po dobu 2min konstantní a poté stoupala rychlostí $20 \text{ }^\circ\text{C}$ za minutu po dobu 8min. Teplota injektoru a detektoru zůstávala konstantní ($250 \text{ }^\circ\text{C}$). Nástřik vzorků byl prováděn ručně, s využitím mikrostřikačky. Ta byla před nástřikem vždy 15x promyta acetonem a 5x analyzovaným vzorkem. Objem nástřiků se pohyboval v intervalu $0,1 - 0,2 \text{ } \mu\text{l}$. Analyzované vzorky byly rozpuštěny v chloroformu v poměru 1 mmol analyzované látky na 40 cm^3 chloroformu.

S využitím čistých chemikálií a standardních vzorků (4.4) byly nalezeny retenční časy všech potřebných látek.

Tab. 4.8 Retenční časy

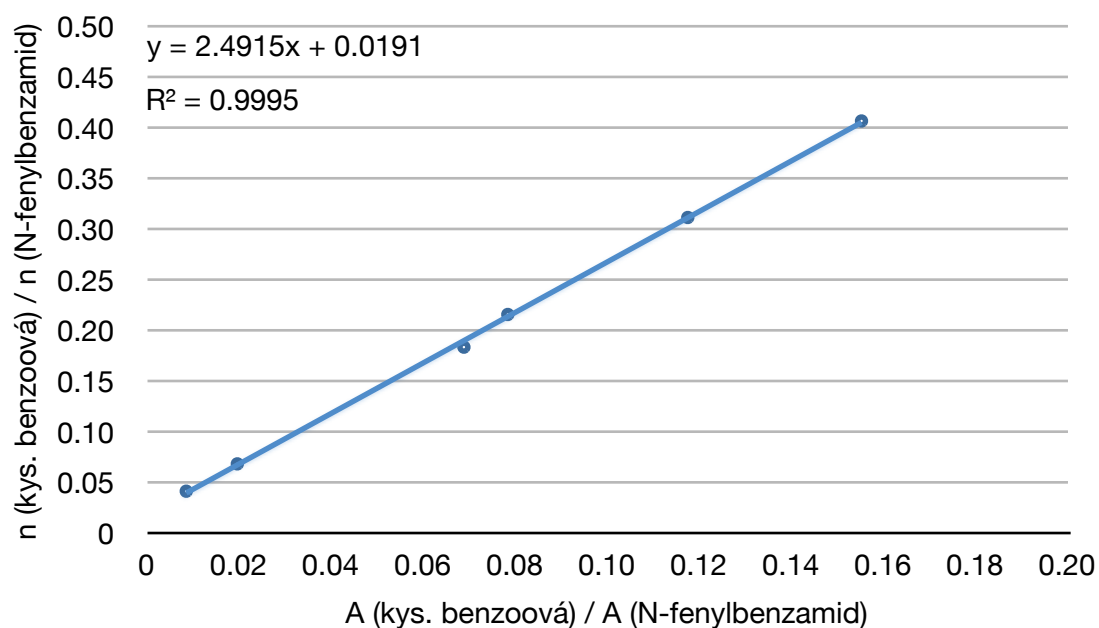
Chemikálie	Retenční čas [min]	Chemikálie	Retenční čas [min]
Choroform	0.884	N-hexylbenzamid	7.573
N-fenylbenzamid	8.477	Oktylamin	1.523
Kyselina benzoová	2.720	N-oktylbenzamid	8.680
N-butylbenzamid	6.203	Decylamin	2.997
Hexylamin	1.027	N-decylbenzamid	9.680

Bylo zjištěno, že koncentraci látek ve vzorku není možné určit prostým porovnáním relativních ploch píků. (Při použití ekvimolárních množství kyseliny benzoové a hexylaminu nebyly získané plochy píků ekvivalentní). Využití píku aminu nebylo možné z důvodu jeho odpařování během zahřívání v mikrovlnné troubě. Pokud by docházelo k vedlejším reakcím, plocha píku amidu vztažená (např. pomocí kalibrační křivky) k ploše píku kyseliny benzoové by stejně nevyovídala o množství vzniklého amidu.

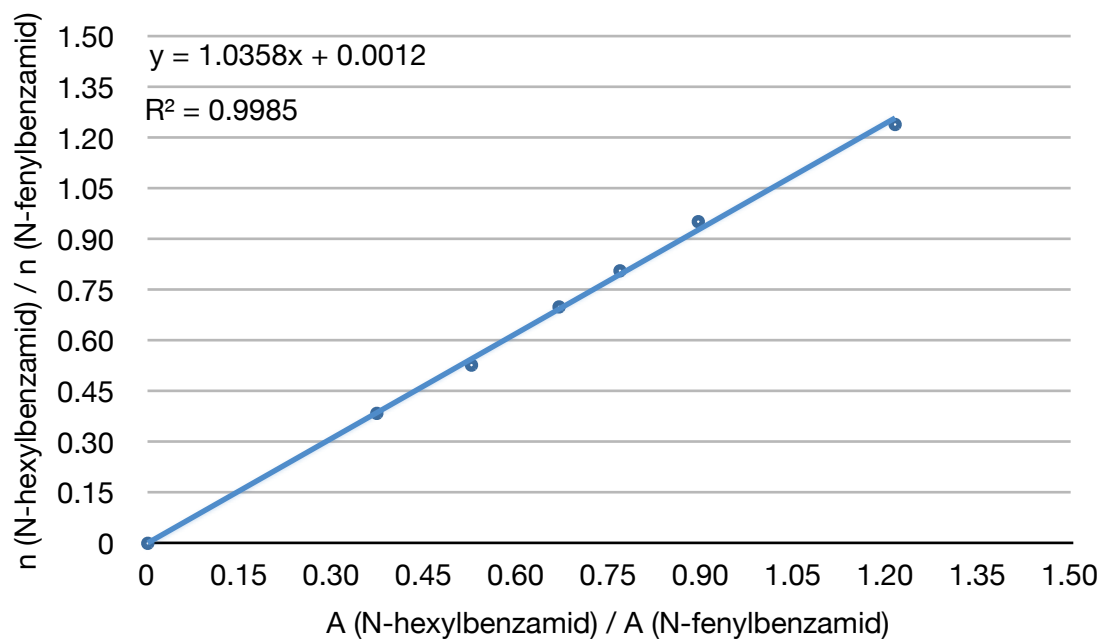
Procento konverze kyseliny benzoové na amid bylo nutné určit pomocí přidání vnějšího standardu. Byly sestaveny kalibrační křivky, na kterých je na osu y nanesena hodnota poměrů molárních množství zkoumané látky a vnějšího standardu (N-fenylbenzamid). Osa x nese hodnoty poměrů ploch píků (A), získané při analýze.

Pro získání kalibrační křivky amidů byly využity standardní vzorky připravené v 4.4. Výchozí údaje pro sestavení kalibračních křivek jsou uvedeny v příloze (Příloha 3).

Obr. 4.2 Kalibrační křivka kyseliny benzoové



Obr. 4.3 Kalibrační křivka N-hexylbenzamidů



Pomocí kalibračních křivek je možné jednoduše určit ze známého vzájemného poměru ploch píků, získaného při analýze, poměr látkových množství. Z tohoto poměru lze zjistit látkové množství hledané látky ve vzorku.

příklad: výpočet hmotnostní koncentrace N-hexylbenzamidů ve vzorku

$$m_{\text{vzorku}} = 0,1020 \text{ g}$$

$$M_r \text{ N-hexylbenzamid} = 205,146 \text{ kg}\cdot\text{mol}^{-1}$$

$$m_{\text{N-fenylbenzamid}} = 0,0972 \text{ g}$$

$$M_r \text{ N-fenylbenzamid} = 197,24 \text{ kg}\cdot\text{mol}^{-1}$$

$$A_{\text{N-hexylbenzamid}} = 4887,768 \text{ mV}\cdot\text{s}$$

$$A_{\text{N-fenylbenzamid}} = 6093,729 \text{ mV}\cdot\text{s}$$

$$\text{rovnice popisující průběh kalibrační křivky: } y = 1,0358x + 0,0028$$

Osa x

$$A_{\text{N-hexylbenzamid}} / A_{\text{N-fenylbenzamid}} = 0,8021$$

Osa y

$$n_{\text{N-hexylbenzamid}} / n_{\text{N-fenylbenzamid}} = y = 1,0358 \times 0,8021 + 0,0028 = 0,8336$$

$$n_{\text{N-fenylbenzamid}} = m_{\text{N-fenylbenzamid}} / M_r \text{ N-fenylbenzamid} = 0,00004298 \text{ mol}$$

$$n_{\text{N-hexylbenzamid}} = y \times n_{\text{N-fenylbenzamid}} = 0,00004107 \text{ mol}$$

$$m_{\text{N-hexylbenzamid}} = n_{\text{N-hexylbenzamid}} \times M_r \text{ N-hexylbenzamid} = 0,0843 \text{ g}$$

$$c = m_{\text{N-hexylbenzamid}} / m_{\text{vzorku}} \times 100 = 82,60 \%$$

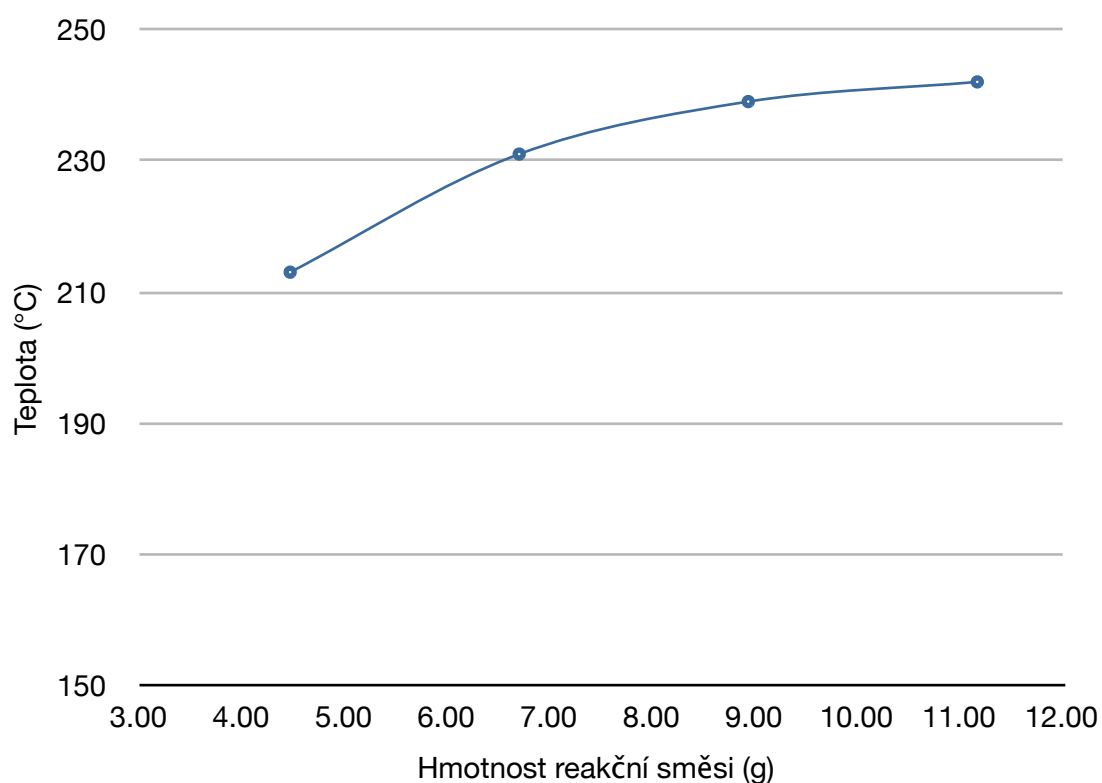
4.5.3 Vliv množství reaktantů na teplotu dosaženou během mikrovlnného zahřívání

Pro studium vlivu katalyzátorů na tuto reakci bylo nutné zvolit podmínky vhodné pro sledování změn teploty během mikrovlnného zahřívání způsobené vlivem katalyzátoru. Materiál použitých baněk byl limitován 250°C. Reakce byly provedeny v mikrovlnné troubě Plazmatronika (viz 4.5.1) zahříváním po dobu 10min při 50% výkonu (350 W).

Tab. 4.9 Vliv látkového množství reaktantů na dosaženou teplotu

Látkové množství jednotlivých složek [mol]	Celková hmotnost směsi [g]	Teplota dosažená po 10min. zahřívání [°C]
0.02	4.47	213
0.03	6.70	231
0.04	8.93	239
0.05	11.17	242

Obr. 4.4 Závislost dosažené teploty na hmotnosti vzorku



4.5.4 Vliv teploty na průběh reakce kys. benzoové s hexylaminem

Lze předpokládat, že dehydratační reakce aminů s karboxylovými kyselinami je primárně ovlivňována teplotou. Pro potvrzení této hypotézy byla provedena série pokusů, při kterých byl v mikrovlnném reaktoru (4.5.1) nastaven vysoký výkon (75 %, 525 W) a určitá maximální teplota. Reakce probíhala po dobu 10min a díky

vyššímu výkonu bylo velmi rychle (během prvních 4min) dosaženo požadované teploty. Ve zbylém čase se výkon automaticky snížil a udržoval dosaženou teplotu.

Pro reakce bylo použito 0,06 mol hexylaminu a 0,06 mol kyseliny benzoové. Analýza byla provedena podle 4.5.2, každý vzorek byl analyzován dvakrát, v tabulce je uvedena průměrná hodnota. Podrobné informace o analýze jsou uvedeny v příloze (Příloha 4).

Tab 4.10 Vliv teploty na průběh reakce I

Teplota během reakce [°C]	Obsah kyseliny benzoové [%]	Obsah N-hexylbenzamidů [%]
150	47.23	17.43
200	40.67	35.18
250	19.87	80.54

O vlivu teploty na průběh této reakce vypovídají i další provedené pokusy. Tyto pokusy byly prováděny s použitím různých hmotností reaktantů (0,02 - 0,06 mol. každého z reaktantů) v mikrovlnném poli (350 W, 50 %).

Tab 4.11 Vliv teploty na průběh reakce II

Teplota po 10min zahřívání (°C)	Obsah kyseliny benzoové [%]	Obsah N-hexylbenzamidů [%]
205	28.16	47.23
213	21.72	65.91
239	12.42	81.08

4.6 Vliv mikroporézních katalyzátorů na syntézu amidů

4.6.1 Studium vlivu různých mikroporézních katalyzátorů na syntézu N-hexylbenzamidů

Pro studium vlivu mikroporézních materiálů na syntézu N-hexylbenzamidů bylo zvoleno několik katalyzátorů. Primárně byly použity mikroporézní silikáty. Dále bylo aplikováno několik dalších katalyzátorů, které mohou odhalit princip katalýzy studované reakce.

Silikáty byly před použitím aktivovány termickou dehydratací při 200°C po dobu 6 hodin. Granulované látky (zeolit X, klinopteliotit), byly na třecí misce rozmělněny na jemný prášek.

Při jednotlivých reakcích byl kladen důraz na reprodukovatelnost reakčních podmínek. Reakce probíhaly v 50ml baňce s kulatým dnem. Reakční směs tvořilo 0,03 mol kyseliny benzoové (3,6636 g) a 0,03 mol hexylaminu (3,0357 g). Ve všech případech bylo použito 0,3 g katalyzátoru. V případě, kdy byl studován průběh reakce s nadbytkem zásaditého hexylaminu, byl použit poměr kyseliny k aminu 1 : 1,5, pracovalo se tedy s 0,45 mol hexylaminu (4,5535 g).

Po smísení aminu a kyseliny byl přidán katalyzátor a reakční směs byla temperována ve vodní lázni po dobu 5min. Poté byla baňka umístěna do mikrovlnného reaktoru (4.5.1) a vystavena mikrovlnnému záření po dobu 10min. (výkon 50 %, 350 W).

Za mírného míchání byl ze zahřáté směsi odebrán vzorek pro analýzu. Pracovalo se s tekutým produktem. Množství odebraného, těžšího, katalyzátoru bylo minimální, přesto byl vzorek před analýzou (po zředění chloroformem) přefiltrován.

Pro analýzu bylo naváženo 0,1029 g (0,0005 mol teoretických 100 % N-hexylbenzamidů) a k navážce bylo přidáno 0,0986 g N-fenylbenzamidů (0,0005 mol), který sloužil jako vnější standart. Analýza byla provedena podle 4.5.2.

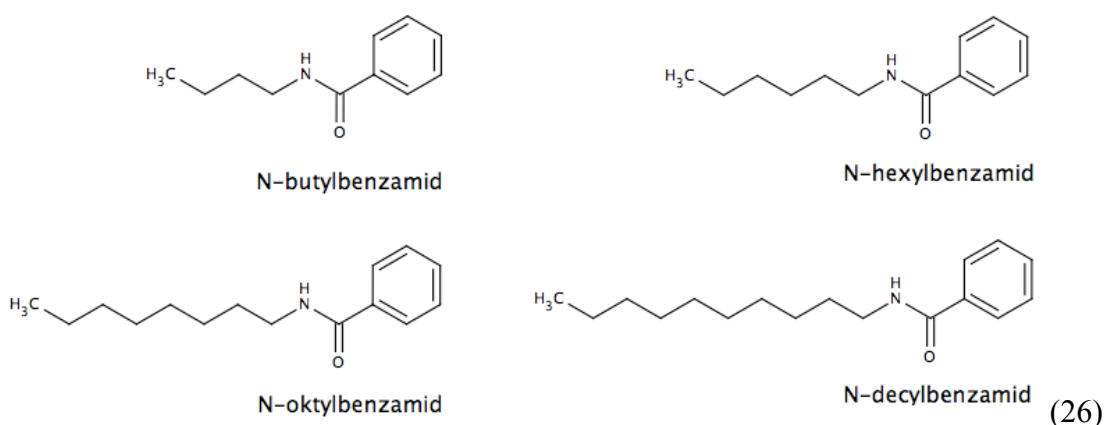
Každý vzorek byl analyzován 2x a každý pokus 2x opakován. Pokud se získané údaje lišily o více než 10 % obsahu amidu ve vzorku, pokus byl opakován a odlišný údaj vyloučen. V následující tabulce (4.12) jsou uvedeny průměrné hodnoty. Přesné údaje jsou v příloze 5.

Tab. 4.12 Vliv katalyzátorů na syntézu N-hexylbenzamidů

Použitý katalyzátor	Teplota po 7. minutě zahřívání [°C]	Teplota po 10. minutě zahřívání [°C]	Obsah kyseliny benzoové [%]	Obsah N-hexylbenzamidů [%]
-	217	231	12.58	82.92
SiC	250	250	20.62	68.83
C*	250	250	21.58	67.77
MgO	195	218	15.54	32.62
SiO ₂ /H ₃ PO ₄	245	250	12.82	86.75
ZSM 5	226	242	15.42	80.13
Zeolit X	250	250	20.22	75.81
Klinoptilolit	241	250	17.68	76.78
Mont. K10	229	241	14.18	79.30
Mont. KSF	228	245	12.60	88.44
nadbytek aminu	209	224	13.91	74.59

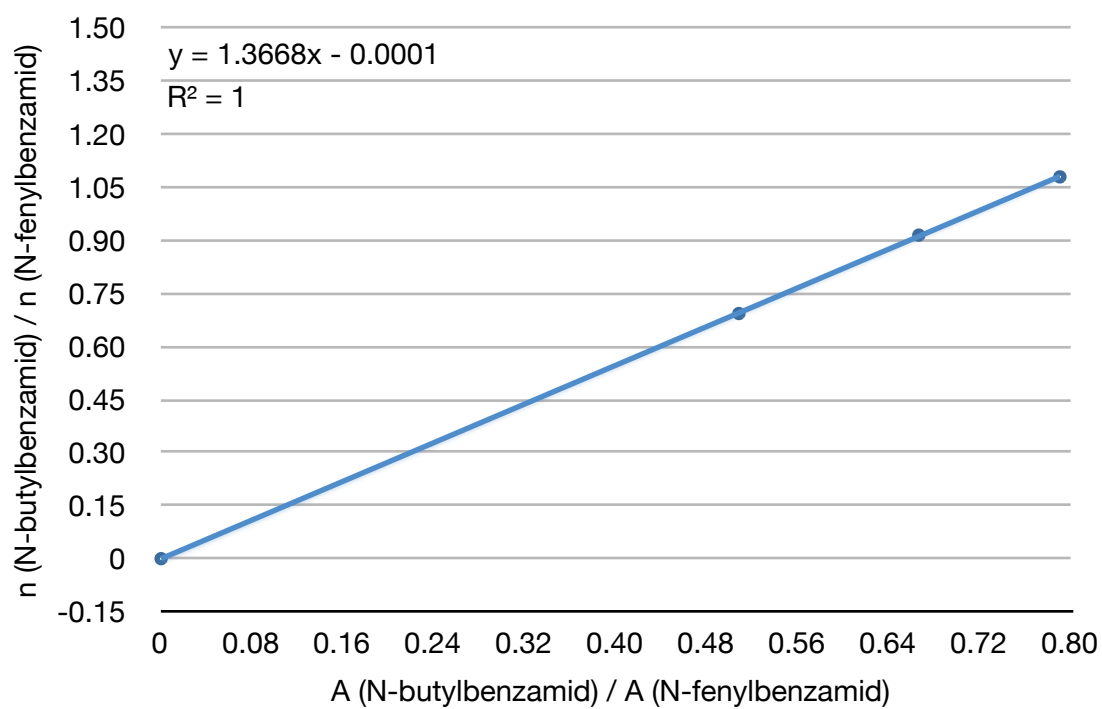
4.6.2 Působení vybraných katalyzátorů na syntézu N-alkylbenzamidů

Při dodržení stejných reakčních podmínek jako v 4.6.1 (0,03 mol aminu, 0,03 mol kyseliny benzoové; temperování směsi ve vodní lázni 5 min; 10 min zahřívání (Plazmatronica, 50%, 350W)) byla provedena řada pokusů zkoumajících vliv délky alifatického řetězce aminu na syntézu N-alkylbenzylamidů (26).

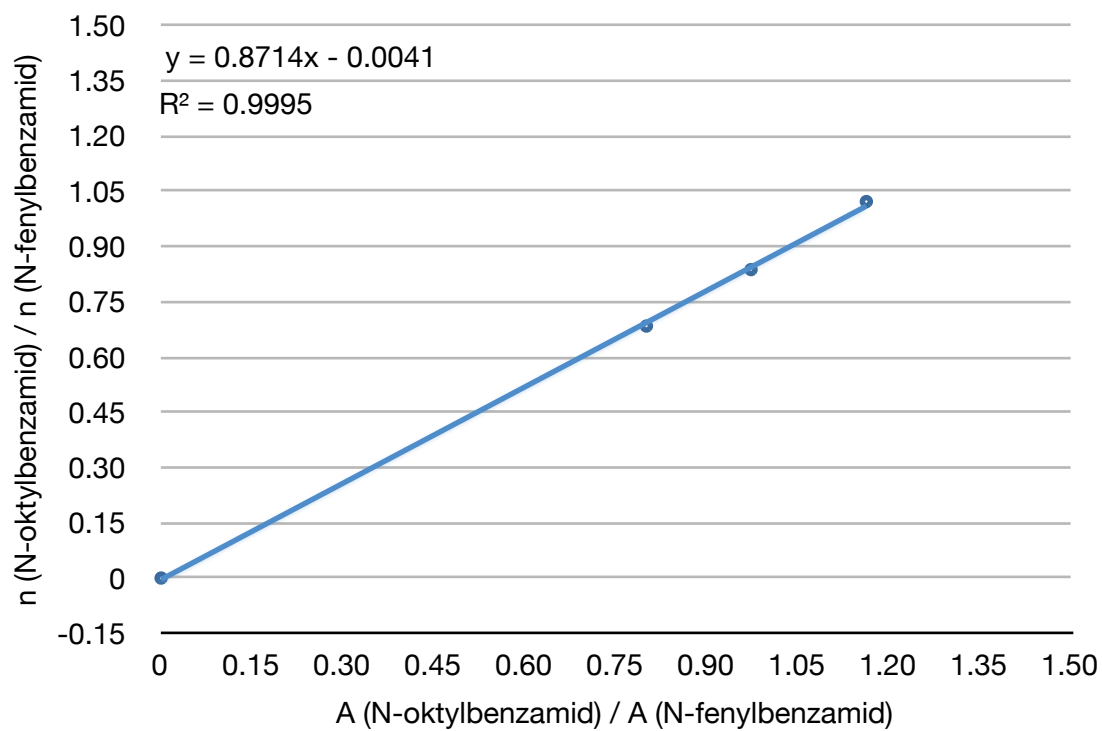


Pro analýzu N-alkylbenzamidů byly sestaveny kalibrační křivky podle 4.5.2. Podrobné výchozí údaje pro sestavení kalibračních křivek jsou uvedeny v příloze 7.

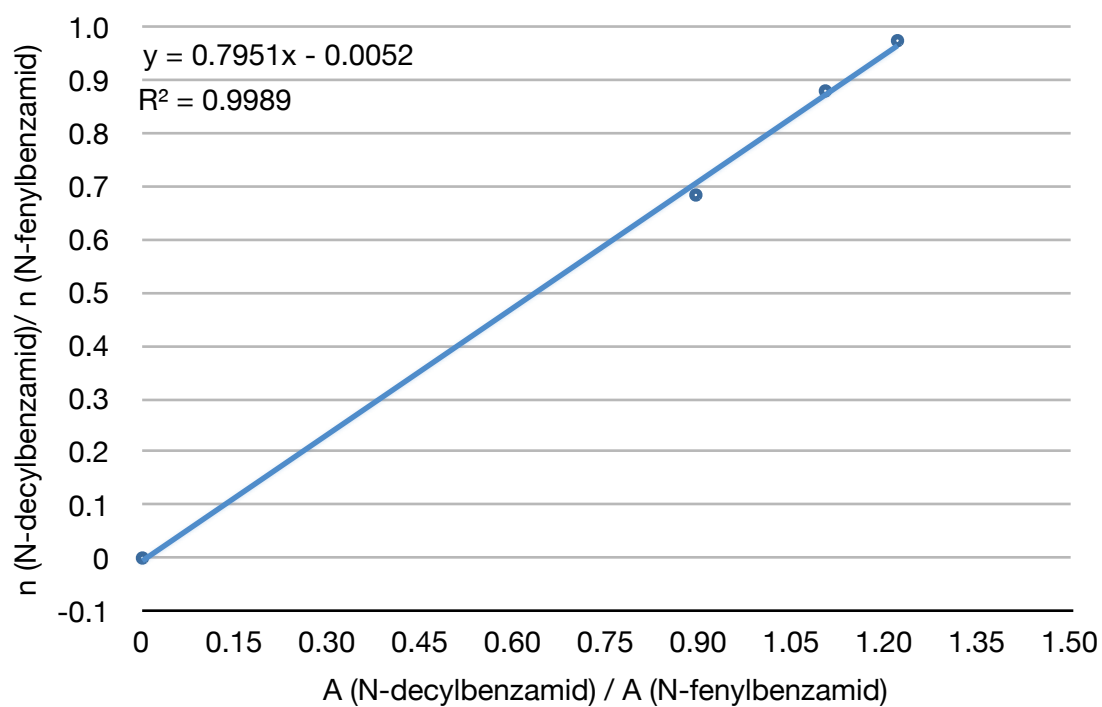
Obr. 4.5 Kalibrační křivka N-butylbenzamidů



Obr. 4.6 Kalibrační křivka N-oktylbenzamidů



Obr. 4.7 Kalibrační křivka N-decylbenzamidů



V následujících přehledech jsou uvedeny průměrné hodnoty, kdy každá reakce byla provedena 2x a každý produkt 2x analyzován. Pokud se získané údaje lišily o více než 10 % obsahu amidu ve vzorku, pokus byl opakován a odlišný údaj vyloučen. Podrobné údaje jsou uvedeny v příloze 8.

Tab. 4.13 Vliv katalyzátorů na syntézu N-butylbenzamidů

Použitý katalyzátor	Teplota po 7. minutě zahřívání [°C]	Teplota po 10. minutě zahřívání [°C]	Obsah kyseliny benzoové [%]	Obsah N-butylbenzamidů [%]
-	216	220	36.65	68.18
Zeolit X	227	227	44.94	53.45
Mont. KSF	226	221	38.59	60.80

Tab. 4.14 Vliv montmorillonitu KSF na syntézu N-oktylbenzamidů

Použitý katalyzátor	Teplota po 7. minutě zahřívání [°C]	Teplota po 10. minutě zahřívání [°C]	Obsah kyseliny benzoové ve vzorku [%]	Obsah N-oktylbenzamidů ve vzorku [%]
-	221	250	4.50	89.77
Mont. KSF	226	248	3.22	93.21

Tab. 4.15 Vliv montmorillonitu KSF na syntézu N-decylbenzamidů

Použitý katalyzátor	Teplota po 7. minutě zahřívání [°C]	Teplota po 10. minutě zahřívání [°C]	Obsah kyseliny benzoové ve vzorku [%]	Obsah N-decylbenzamidů ve vzorku [%]
-	178	205	13.46	61.04
Mont. KSF	172	202	16.56	38.37

5. DISKUZE

Příprava standardů amidů byla prováděna v nemodifikované domácí mikrovlnné troubě. Výhodou použité metody přípravy N-alkylbenzamidů je její nenáročnost z hlediska vybavení laboratorní technikou. Popsaná metoda purifikace umožnila přípravu vzorků o vysoké čistotě. Separace jednotlivých frakcí reakční směsi probíhala úspěšně na sloupci silikagelu. S použitím chloroformu jako elučního činidla se podařilo produkt rozdělit nejjednodušší frakce během 2 hodin.

Problémem při práci s nemodifikovanou mikrovlnnou troubou byly velké ztráty aminů (především těkavějších s kratším řetězcem) během zahřívání. Reakce prováděné v porcelánovém kelímku překrytém hodinovým sklíčkem vedly ke ztrátám téměř 60% hmotnosti reakční směsi (N-hexylbenzamid).

Dalším problémem při syntéze N-alkylbenzamidů v komerční mikrovlnné troubě bylo značné znečištění produktů. Neměnný vysoký výkon (700 W) použité mikrovlnné trouby vedl k „připalování“ reakční směsi (obr 5.1). Vznikaly vedlejší produkty, které bylo nutné oddělit od amidu pomocí zmiňované separace na sloupci silikagelu. Během reakcí prováděných v mikrovlnné troubě s nižším výkonem a nastavitelnou maximální teplotou reakční směsi (250° C) ke vzniku vedlejších produktů nedocházelo.

Obr. 5.1 Produkty po zahřívání (700W)



Obr. 5.2 Produkty po zahřívání (350 W, 250°C)



Pravděpodobnou příčinou vzniku vedlejších produktů v komerční mikrovlnné troubě je dosažení vysoké teploty reakční směsi v důsledku vysokého výkonu mikrovlnné trouby (při výkonu trouby 525 W byla teplota 250°C dosažena během 4,5 min zahřívání).

Bylo prokázáno, že syntéza N-alkylbenzamidů v přítomnosti mikrovln úspěšně probíhá a pomocí nemodifikované mikrovlnné trouby byly připraveny vzorky dostatečné kvality pro použití jako standardy.

V laboratorní mikrovlnné troubě byla reakce prováděna v baňce a pomocí skleněné trubice byly odvedeny unikající páry mimo prostor mikrovlnné trouby. Trubice zároveň soužila jako vzdušný chladič, díky tomu docházelo k menšímu úniku par z reakční směsi (svou roli sehrálo i zkrácení reakční doby a nastavení maximální dosažitelné teploty). Ztráty hmotnosti reakční směsi činily 18 % (N-hexylbenzamid), z čehož 8 % hmotnosti tvořila pravděpodobně vznikající voda.

Měření teploty v průběhu zahřívání bylo prováděno infračerveným teploměrem, který je součástí použité laboratorní mikrovlnné trouby. Údaje měřené tímto teploměrem mohou být nepřesné, neboť je měřena pouze teplota povrchu reakční nádoby. Teplota reaktantů v průběhu měření může být i o 20 °C vyšší. Veškeré reakce byly prováděny ve stejné baňce, díky tomu je možné vzájemně porovnávat získané teploty, které jsou zatíženy stejnou chybou.

Bylo provedeno několik pokusů zkoumajících vliv hmotnosti reaktantů na teplotu dosaženou při zahřívání. Potvrdilo se, že teplota stoupá s hmotností reaktantů. Vyšší množství polárních látek absorbuje více mikrovlnného záření a dosahuje vyšších teplot. Při určitém objemu reaktantů však pravděpodobně již mikrovlny neprostoupí celým objemem, výsledná teplota bude závislá i na tepelné vodivosti materiálu.

Pro studium vlivu katalyzátorů na syntézu N-hexylbenzamidů bylo zvoleno několik katalyzátorů s odlišnými vlastnostmi. Reakční podmínky byly nastaveny tak, že konverze kyseliny benzoové a hexylaminu na N-hexylbenzamid bez použití katalyzátoru proběhla z 83 %. Ostatní reakce byly prováděny za stejných podmínek, díky tomu je možné porovnat účinek katalyzátorů.

Katalýza reakce SiC a C* vedla ke zvýšení teploty reakční směsi. Obě látky jsou silnými absorbenty mikrovlnného záření, využívají se jako senzibilizátory [48] pro zefektivnění mikrovlnného ohřevu málo polárních látek. Navíc uhlík aktivovaný

v mikrovlnné troubě (zahříváním po dobu 5 min) má významnou povrchovou katalytickou aktivitu. SiC ani C* nevykazují kyselé nebo zásadité vlastnosti. Obsah N-hexylbenzamidů ve vzorcích s SiC dosahoval 69% a ve vzorcích s C* 68%, tedy o více než 10 % méně než při reakci bez katalyzátoru. Přesto, že dehydratace reakční směsi je primárně funkcí teploty, příliš rychlé zahřívání reakční směsi pravděpodobně vede k rychlému úniku těkavějšího aminu, přičemž reakce neproběhne s maximální konverzí. To bylo potvrzeno zahříváním reakční směsi při vyšším výkonu mikrovlnné trouby (4.5.4), kdy při rychlému zahřátí reakční směsi bez katalyzátoru bylo dosaženo nižší konverze než při pomalejším zahřívání.

Oxid hořečnatý je alkalický katalyzátor. Jeho přidání k reakční směsi nevedlo ke zefektivnění reakce. Obsah N-hexylbenzamidů ve vzorcích dosahoval pouze necelých 33 %. Nízký byl však i obsah kyseliny benzoové (15,5 %). Pravděpodobně mohlo dojít ke vzniku hořečnaté soli, která byla pozorována jako sraženina na dně reakční baňky.

Katalýza $\text{SiO}_2/\text{H}_3\text{PO}_4$, tedy silně kyselým katalyzátorem s velkým povrchem, probíhala úspěšně. Konverze dosahovala 87%. Lze předpokládat kladný vliv kyselých katalýz, neboť i při reakci ekvimolárních množství dochází k úniku části aminu a reakce probíhá v bazickém prostředí nadbytku kyseliny benzoové. Naopak při reakci prováděné v nadbytku hexylaminu (alkalická katalýza) bylo dosaženo konverze pouze necelých 75 %.

Zeolity použité při katalýze reakce kyseliny benzoové s alifatickými aminy patřily do skupiny mikroporézních látek se středními (ZSM-5, klinoptiolit) a velkými (zeolit X) póry. Největší průměr pórů má zeolit X (0,74 nm). Velikost molekuly N-hexylbenzamidů je 0,78 nm (ChemAxon). Pokud požadovaný produkt vzniká, dochází k tomu pouze v prostorných kavitách zeolitu X, velikost pórů však nedovolí difuzi produktu z krystalové mřížky zeolitu. Katalyzátor může průběh reakce podpořit jen pomocí povrchových kyselých Brønstedových center. Zeolit ZSM-5, nejkyselejší z použitých zeolitů, vykazoval nejvyšší katalytickou účinnost (koncentrace produktu přesahovala 80 %), přesto nedosahoval účinnosti velmi kyselého $\text{SiO}_2/\text{H}_3\text{PO}_4$.

S úspěchem bylo ke katalýze použito montmorillonitů. Montmorillonit KSF (kyselejší než montmorillonit K10 [49]) použitý v katalytickém množství vedl ke

zvýšení koncentrace N-hexylamidu o 5 % (obsah N-hexylbenzamidů = 87 %) oproti reakci prováděné za stejných podmínek bez použití katalyzátoru.

Vliv katalyzátoru na syntézu N-alkylbenzamidů byl zkoumán u butyl, hexyl, oktyl a decylaminů. Butylamin, nejtěkavější z vybraných aminů, po přidání kyseliny benzoové velmi rychle vytvořil stabilní sůl. Během zahřívání se sůl rozložila a docházelo k úniku aminu z reakční směsi. Produkty zahřívání neobsahovaly žádný nezreagovaný butylamin. Koncentrace N-butylamidu dosahovaly při reakcích prováděných bez katalyzátoru 68%. Katalytické množství montmorillonitu KSF nevedlo ke zvýšení konverze.

Syntéza N-butylbenzamidů byla prováděna i s katalytickým množstvím zeolitu X. Menší molekula N-butylbenzamidů (0,658 nm, ChemAxon) již pravděpodobně mohla prostupovat póry tohoto katalyzátoru. Přesto katalýza nevedla ke zvýšení koncentrace N-butylamidu ve vzorku. Nižší konverze při použití katalyzátorů mohou být způsobeny těkavostí butylaminu. Přidání katalyzátoru vedlo ke zvýšení teploty v reakční směsi (po 4. min tento rozdíl činil přibližně 14 °C, viz příloha 7). Vyšší teplota pravděpodobně způsobila vyšší ztráty butylaminu a tím i nižší konverzi.

Oktylamin tvořil pevnou kvarterní amoniiovou sůl s kyselinou benzoovou až během temperování vzorku ve vodní lázni. Při zahřívání v mikrovlnné troubě bylo dosaženo po 10min vyšší teploty (250°C). Reakce bez katalyzátoru vedla ke vzniku N-oktylbenzamidů o koncentraci téměř 90 %. Katalytické množství montmorillonitu KSF vedlo ke zvýšení obsahu N-oktylbenzamidů ve vzorku (93,21 %).

Nonylamin a decylamin po smíchání s kyselinou benzoovou netvoří pevnou látku ani po 5min temperování směsi ve vodní lázni s pokojovou teplotou. Křivka, představující změnu teploty v průběhu zahřívání, má v případě reakce decylaminu s kyselinou benzoovou téměř lineární průběh (viz. příloha 7). Tím se značně odlišuje od křivek, charakterizujících teplotu průběhu reakce oktyl, hexyl a butylaminu (tyto křivky v prvních minutách strmě stoupají, patrně díky přítomnosti silně absorbující kvarterní amoniiové soli, při teplotě nad 200 °C se růst teploty zpomalí nebo zastaví, patrně proto, že došlo k rozložení této soli a probíhala reakce za vzniku amidů). Lineární křivka změny teploty při zahřívání může svědčit o absenci silně polární kvarterní amoniiové soli v reakční směsi.

Během syntézy N-decylbenzamidů v mikrovlnném poli nebylo dosaženo konverze, odpovídající vzrůstající stabilitě aminů s délkou alifatického řetězce. Vliv montmorillonitu KSF se neprojevil kladně. Během syntézy standardů amidů byla příprava N-decylbenzamidů provedena s nejvyšším výtěžkem z celé řady N-alkylbenzamidů. To svědčí o vysoké konverzi při syntéze s použitím vyššího výkonu mikrovlnné trouby a delšího reakčního času.

6. ZÁVĚR

Použití mikroporézních materiálů pro katalýzu syntézy N-alkylbenzamidů v přítomnosti mikrovln obecně nevedlo k významnému zvýšení konverze reakční směsi. Reakce kyseliny benzoové s alifatickými aminy je primárně závislá na teplotě, kdy již teploty nad 150°C vedou v mikrovlnném poli ke vzniku N-alkylbenzamidů.

Zatímco amidy podléhají jak kyselé tak zásadité hydrolýze, při syntéze amidů se ukázala jako účinná pouze katalýza kyselými katalyzátory. Katalýza pomocí $\text{SiO}_2/\text{H}_3\text{PO}_4$ i montmorillonitu KSF vedla k pětiprocentnímu zvýšení obsahu N-hexylbenzamidů v reakční směsi. Kladný vliv montmorillonitu KSF se projevil i při syntéze N-oktylbenzamidů. Použité zeolity pravděpodobně nepůsobily na studovanou reakci svou mikroporézní strukturou a při reakcích se projevovala pouze aktivita jejich povrchových kyselých Brønstedových center, ta však nestačila k dosažení účinnosti velmi kyselého $\text{SiO}_2/\text{H}_3\text{PO}_4$.

Syntéza N-alkylbenzamidů z vybraných alifatických aminů a kyseliny benzoové probíhala v přítomnosti mikrovln velmi úspěšně. Samotné mikrovlnné záření, po nalezení vhodných reakčních podmínek, vedlo k vysoké konverzi reakční směsi.

7. LITERATURA

- [1] McMURRY, J. *Organická chemie*. 1. vyd. Brno, Praha: VUTIUM, VŠCHT, 2007. ISBN 978-80-214-3291-8
- [2] NECKERS, D. C.; DOYLE, M. P. *Organic chemistry*. 1. vyd. New York: John Wiley, 1977. ISBN 0-471-63091-8
- [3] LUKEŠ, R. *Organická chemie I*. 1. vyd. Praha: NČSAV, 1954.
- [4] SOLOMONS, T. W. G.; FRYHLE, C. B. *Organic chemistry*. 7th ed. New York: John Wiley, 2002. ISBN 0-471-41803-X
- [5] HALLMAN, F. *Chemische Berichte*. 1876, 9, 846
- [6] BRUNETT, D. J.; *Journal of the American Chemical Society*. 1960, 82, 665
- [7] BRUICE, F. J.; *Journal of the American Chemical Society*. 1969, 91, 2799
- [8] MARCH, J. *Advanced Organic Chemistry, Reactions, Mechanisms and Structure*. 4th ed. New York: John Wiley, 2002. ISBN 0-471-60180-2
- [9] SHEEHAN, J. C.; Hess, G. P. *Journal of the American Chemical Society*. 1955, 77, 1067
- [10] LAWRENCE, R. H.; BILLER, S. A.; FRYSZMAN, O. M.; POSS, M. A. *Synthesis*. 1997, 533
- [11] GREEN, T. W.; WUTS, P. G. M. *Protective Groups in Organic Synthesis*. 3th ed. New York: Wiley-Interscience, 1999, ISBN 0-471-16019-9
- [12] MERRIFIELD, R. B. *Journal of the American Chemical Society*. 1963, 85, 2149
- [13] SHREDER, K.; ZHANG, L.; GOODMAN, M. *Tetrahedron Letters*. 1998, 39, 221
- [14] COSTE, J.; Le-NGUYEN, D.; CASTRO B. *Tetrahedron Letters*. 1990, 31, 205
- [15] EINHORN, J.; EINHORN, C.; LUCHE, J. *Synthetic Communications*. 1990, 20, 1105
- [16] SIBI, M. P.; STESSMAN, C. C.; SCHULZ, J. A.; CHRISTIENSEN, J. W.; LU, J.; MARVIN, M. *Synthetic Communications*. 1995, 25, 1255-1264
- [17] TUNOORI, A. R.; WHITE, J. M.; GEORG, G. I. *Organic Letters*. 2000, 2, 4091

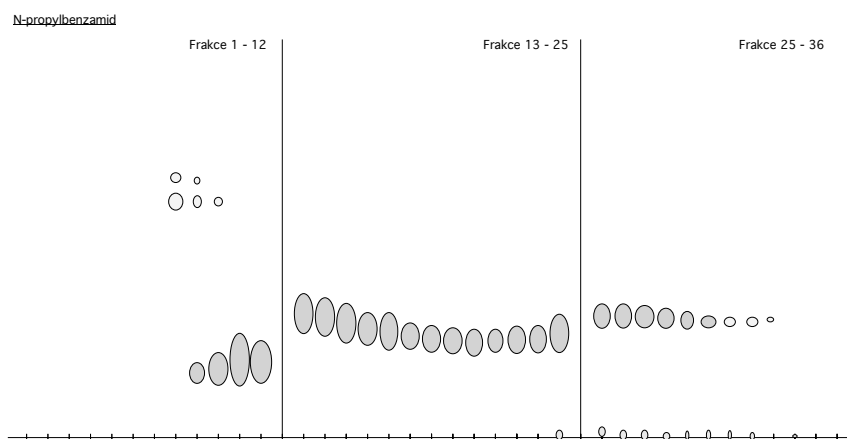
- [18] BURNELL-CURTY, C.; ROSKAMP, E. J. *Tetrahedron Letters*. 1993, 34, 5193
- [19] PERREUX, L.; LOUPY, A.; VOLATRON, F. *Tetrahedron*. 2002, 58, 2155
- [20] GELENS, E.; SMEETS, L.; SLIEDREGT, L. *Tetrahedron Letters*. 2005, 46, 3751
- [21] GORETZKI, Ch.; KRLEJ, A.; STEFFENS, Ch.; RITTER, H. *Macromolecular Rapid Communications*. 2004, 25, 513
- [22] LI, X.; WANG, Y.; WANG, J. *Russian Journal of Organic Chemistry*. 2008, 44, 358
- [23] HAJIPOUR, A. R.; GHASEMI, M. *Indian Journal of Chemistry*. 2001, 40B, 504
- [24] VÁZQUEZ-TATO, P. M. *Synthetic Letters*. 1993, 7, 506
- [25] MASSICOT, F.; PLANTIER-ROYON, R. *Synthesis*. 2001, 16, 2441
- [26] ŽABOVÁ, H. *Fotokatalytické reakce v mikrovlnném poli: Disertační práce*. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická, 2009.
- [27] WILL, H.; SCHOLZ, P.; ONDRUSCHKA, B. *Chemical Engineering and Technology*. 2004, 27, 113
- [28] HÁJEK, M. *Mikrovlny v akci*. [online] Praha: Ústav chemických procesů AV ČR, 2008, Přístup z: <http://www.otevrena-veda.cz/ov/users/Image/default/C2Seminare/MultiObSem/112.pdf>
- [29] BOURGIN, K.; LOUPY, A.; SOUFIAOUI, M. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry reviews*. 2005, 6, 139
- [30] McCUSKER, L. B.; LIEBAU, F.; ENGELHARDT, G. *Pure and Applied Chemistry*. 2001, 73, No.2, 381
- [31] JACOBS, P. A. *Carboniogenic Activity of Zeolites*. 1st Ed. New York: Elsevier Scientific, 1977. ISBN 0-44-41556 XVI
- [32] KOLENA, J.; MORÁVEK, P.; BORTNOVSKY, O. *Chemické listy*. 2006, 100, 742
- [33] KONINGSVELD, H. *Compendium of zeolite frameworks types*. 1st Ed. New York: Elsevier, 2007. ISBN 0-444-530959
- [34] BAERLOCHER, Ch.; McCUSKER, L. B.; OLSON, D. H. *Atlas of zeolite framework types*. 6th Ed. New York: Elsevier, 2007. ISBN 0-444-530649

- [35] KALLÓ, D.; SHERRY, H. S. *Occurrence, Properties and Utilization of Natural Zeolites*. 1st Ed. Budapest: Académiai Kiadó, 1988. ISBN 963-05-4862-3
- [36] RYCHLÝ, R.; KUSÁ, H. *Zeolity a jejich aplikace*. Hradec Králové: Česká zeolitová skupina, 1999
- [37] KOUBEK, J. *Průmyslové katalytické procesy*. Praha: VŠCHT, 1999
- [38] VENUTO, P. B. *Microporous materials*. 1994, 2. 297
- [39] BORESKOV, G. K.; MINACHEV, M. K. *Application of zeolites in catalysis*. 1st Ed. Budapest: Académiai Kiadó, 1979. ISBN 963-05-1848-1
- [40] BERGAYA, F.; THENG, B. K. G.; LAGALY, G. *Handbook of Clay Science, vol. 1*. 1st Ed. New York: Elsevier, 2006
- [41] MURRAY, H. H. *Applied Clay Mineralogy*. 1st Ed. Amsterdam: Elsevier, 2007. ISBN 978-0-444-51701-2
- [42] VARNA, R. S. *Tetrahedron*. 2002, 58, 1235
- [43] VERDE, B. *Clay Minerals, A Physico-Chemical Explanation of their Occurrence, (Developments in Sedimentology, vol. 40)*. Amsterdam: Elsevier, 1985. ISBN 0-444-42423-7
- [44] NAGENDRAPPA, G. *Resonance*. 2002, 1, 64
- [45] ADAMS, J. M.; BALLANTINE, J. A.; GRAHAM, S. H. *Journal of Catalysis*. 1979, 58, 238
- [46] CLARK, J. H.; KYBETT, A. P.; MACQUARRIE, D. J. *Journal of the American Chemical Society*. 1989, 1353
- [47] VARNA, R. S.; DAHIYA, R. *Tetrahedron Letters*. 1997, 38, 2043
- [48] LOUPY, A. *Microwaves in Organic Synthesis*, 2nd Ed. Weinheim: Wiley - VCH, 2006. ISBN 3-527-31452-0
- [49] HABIBI, D.; MARVI, O. *Archive for Organic Chemistry*. 2006, 13, 8

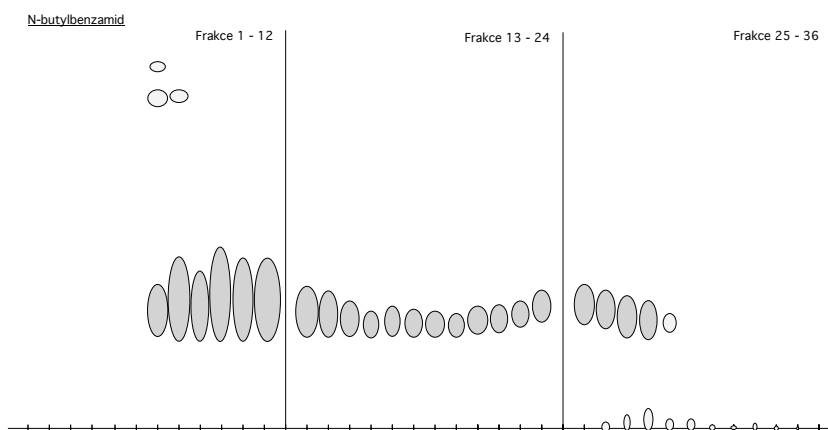
8. PŘÍLOHA

- Příloha 1. a** TLC chromatogram frakcí N-propylbenzamidů
Příloha 1. b TLC chromatogram frakcí N-butylbenzamidů
Příloha 1. c TLC chromatogram frakcí N-pentylbenzamidů
Příloha 1. d TLC chromatogram frakcí N-hexylbenzamidů
Příloha 1. e TLC chromatogram frakcí N-heptylbenzamidů
Příloha 1. f TLC chromatogram frakcí N-oktylbenzamidů
Příloha 1. g TLC chromatogram frakcí N-nonylbenzamidů
Příloha 1. h TLC chromatogram frakcí N-decylbenzamidů
Příloha 2. a ¹H NMR spektrum N-oktylbenzamidů
Příloha 2. b ¹³C NMR spektrum N-oktylbenzamidů
Příloha 2. c APT spektrum N-oktylbenzamidů
Příloha 3. a Výchozí údaje pro sestavení kalibrační křivky N-hexylbenzamidů
Příloha 3. b Výchozí údaje pro sestavení kalibrační křivky kyseliny benzoové
Příloha 4. a Syntéza N-hexylbenzamidů (bez kat.)
Příloha 4. b Syntéza N-hexylbenzamidů (kat. SiC)
Příloha 4. a Syntéza N-hexylbenzamidů (bez kat.)
Příloha 4. b Syntéza N-hexylbenzamidů (kat. SiC)
Příloha 5. c Syntéza N-hexylbenzamidů (kat. C*)
Příloha 5. d Syntéza N-hexylbenzamidů (kat. MgO)
Příloha 5. e Syntéza N-hexylbenzamidů (kat. SiO₂ / H₃PO₄)
Příloha 5. f Syntéza N-hexylbenzamidů (kat. ZSM 5)
Příloha 5. g Syntéza N-hexylbenzamidů (kat. zeolit X)
Příloha 5. h Syntéza N-hexylbenzamidů (kat. klinoptiolit)
Příloha 5. i Syntéza N-hexylbenzamidů (kat. montmorillonit K10)
Příloha 5. j Syntéza N-hexylbenzamidů (kat. montmorillonit KSF)
Příloha 5. k Syntéza N-hexylbenzamidů (kat. nadbytek hexylaminu)
Příloha 6. a Analýza syntézy N-hexylbenzamidů (bez kat.)
Příloha 6. b Analýza syntézy N-hexylbenzamidů (kat. SiC)
Příloha 6. c Analýza syntézy N-butylbenzamidů (bez kat.)
Příloha 6. d Analýza syntézy N-oktylbenzamidů (bez kat.)
Příloha 7. a Výchozí údaje pro sestavení kalibrační křivky N-hexylbenzamidů
Příloha 7. b Výchozí údaje pro sestavení kalibrační křivky N-hexylbenzamidů
Příloha 7. c Výchozí údaje pro sestavení kalibrační křivky N-hexylbenzamidů
Příloha 8. a Syntéza N-butylbenzamidů (bez kat.)
Příloha 8. b Syntéza N-butylbenzamidů (kat. montmorillonit KSF)
Příloha 8. c Syntéza N-butylbenzamidů (kat. zeolit X)
Příloha 8. d Syntéza N-oktylbenzamidů (bez kat.)
Příloha 8. e Syntéza N-oktylbenzamidů (kat. montmorillonit KSF)
Příloha 8. f Syntéza N-decylbenzamidů (bez kat.; kat. montmorillonit KSF)

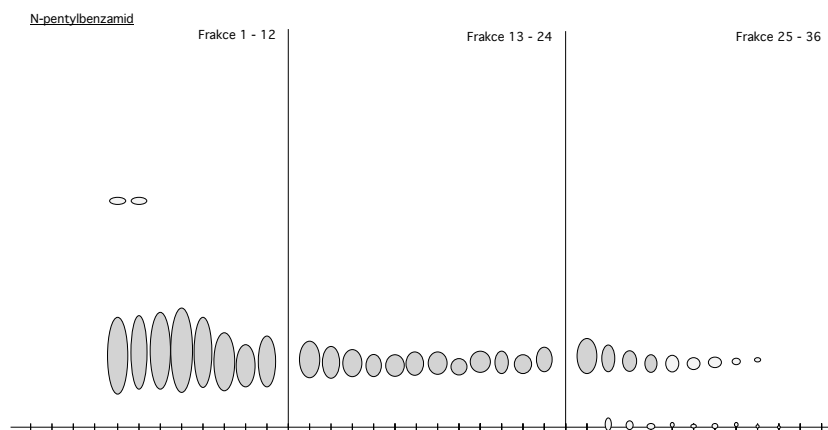
Příloha 1. a TLC chromatogram frakcí N-propylbenzamidů



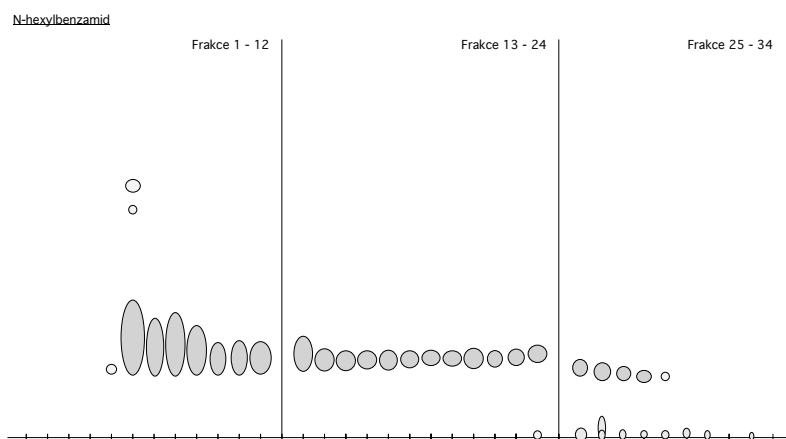
Příloha 1. b TLC chromatogram frakcí N-butylbenzamidů



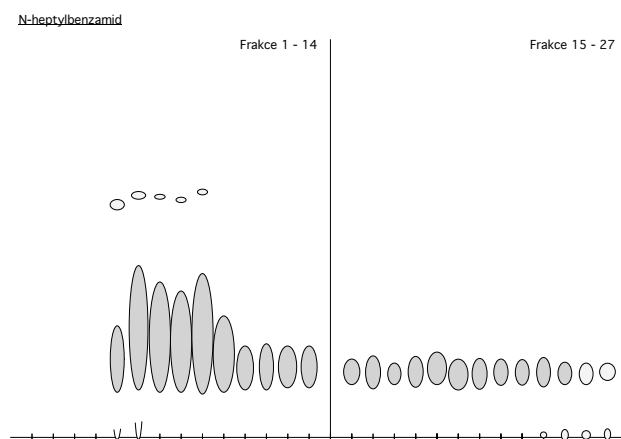
Příloha 1. c TLC chromatogram frakcí N-pentylbenzamidů



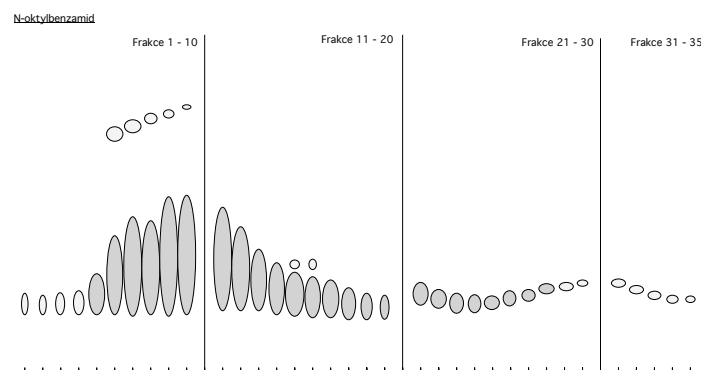
Příloha 1. d TLC chromatogram frakcí N-hexylbenzamidů



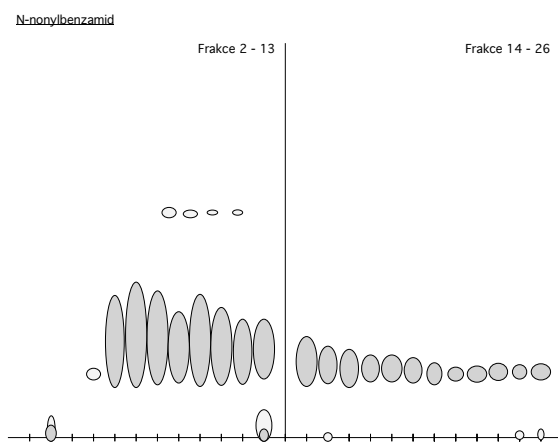
Příloha 1. e TLC chromatogram frakcí N-heptylbenzamidů



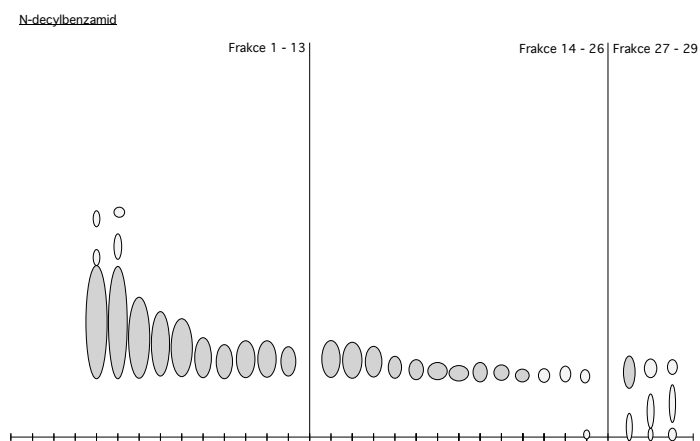
Příloha 1. f TLC chromatogram frakcí N-oktylbenzamidů



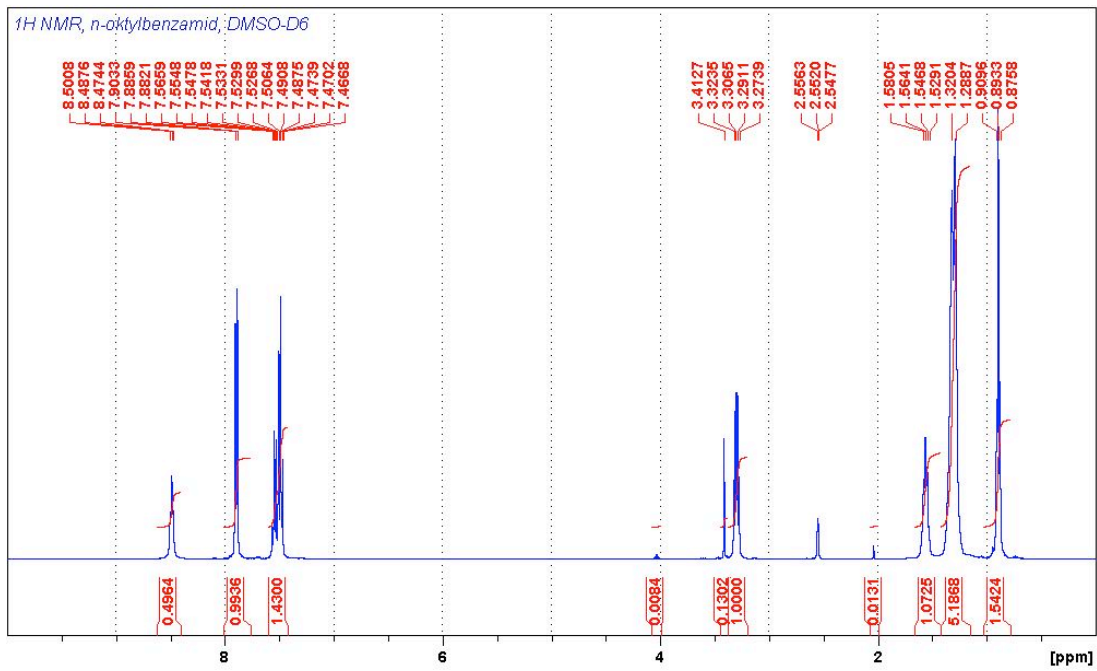
Příloha 1. g TLC chromatogram frakcí N-nonylbenzamidů



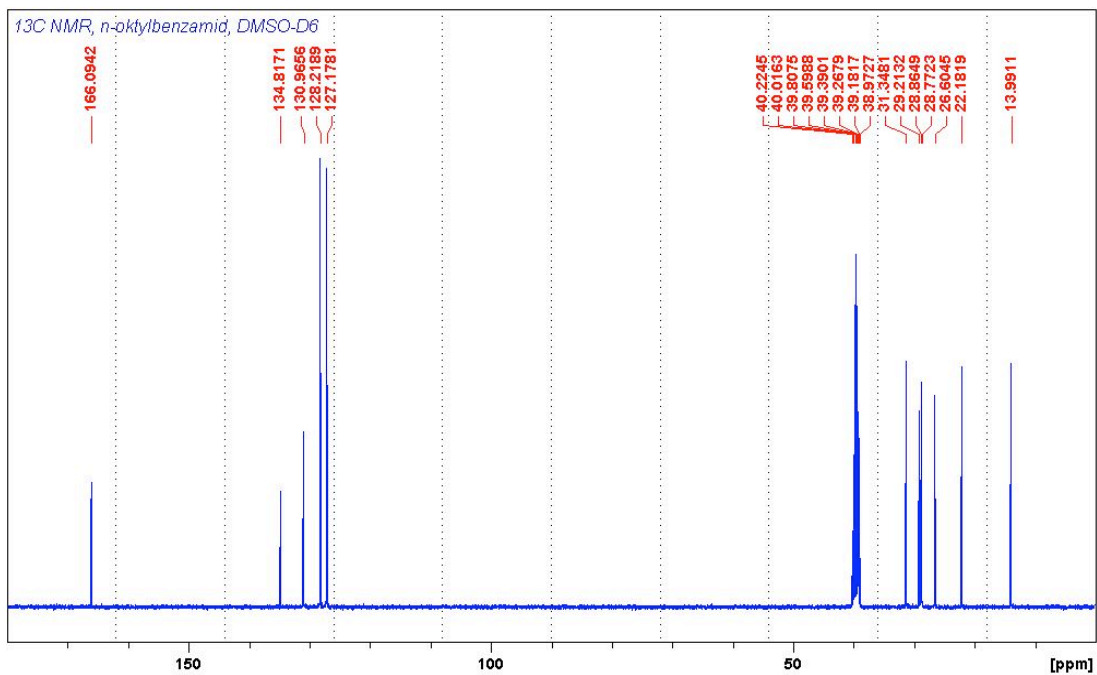
Příloha 1. h TLC chromatogram frakcí N-decylbenzamidů



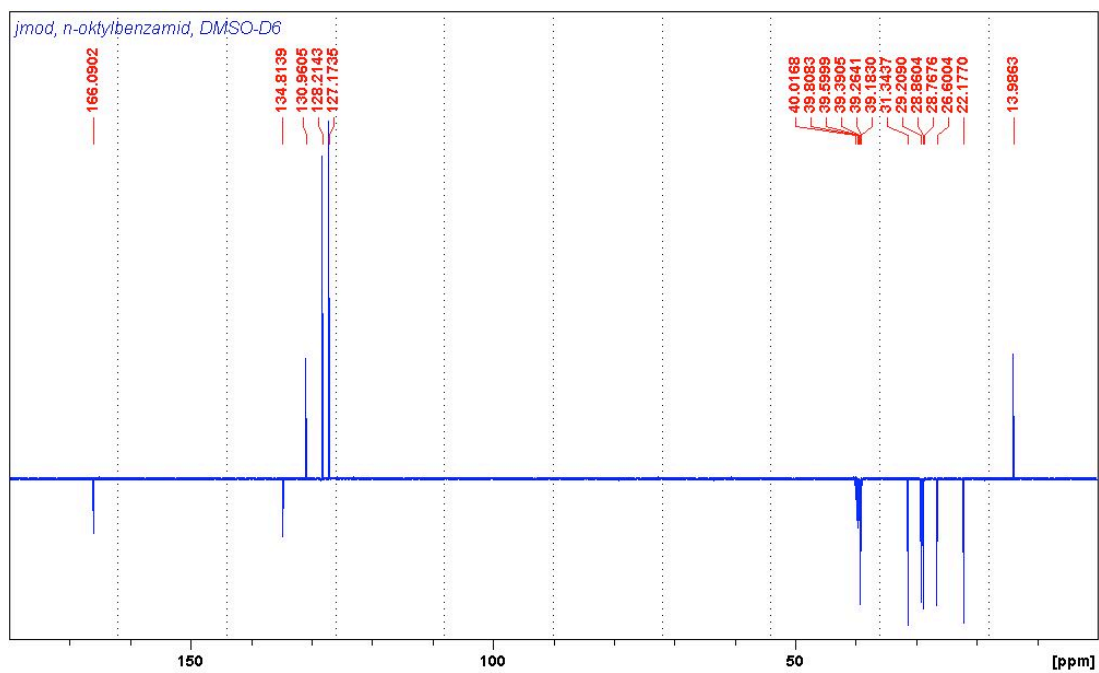
Příloha 2. a ^1H NMR spektrum N-oktylbenzamidu



Příloha 2. b ^{13}C NMR spektrum N-oktylbenzamidu



Příloha 2. c APT spektrum N-oktylbenzamid



Příloha 3. a Výchozí údaje pro sestavení kalibrační křivky N-hexylbenzamidu

Příloha 3. b Výchozí údaje pro sestavení kalibrační křivky kyseliny benzoové

3. a

Vzorek	A (plocha piket) [mV.s]	A (plocha piket) [mV.s]	m [g]	m [g]	M _r	M _r	n [mol]	n [mol]	A _{hexylbenzamid/ Anfenbenzamid} osa x	M _{hexylbenzamid/ Anfenbenzamid} osa y
I	N-hexylbenzamid 2393,599	N-fenylbenzamid 6431,678	0,0076	0,0190	205,146	197,24	0,0370467861912979	0,09663293449605	0,372157779043043	0,384584637282716
II	6093,229	11584,131	0,0113	0,0206	205,146	197,24	0,0550827215739035	0,1044412897992	0,525997936314774	0,527403689477511
III	6136,793	9182,949	0,0147	0,0202	205,146	197,24	0,0716562838173788	0,1024133035895	0,668281289594443	0,699677496046525
IV	5003,536	5593,339	0,0201	0,0203	205,146	197,24	0,09797900032177221	0,102920300142	0,894552609809632	0,9519890651949
V	4808,671	3959,823	0,0254	0,0197	205,146	197,24	0,123814259113022	0,0998783208274	1,21436513702759	1,23965098819556
VI	5458,753	7114,345	0,0807	0,0962	205,146	197,24	0,39353783744426019	0,4877306834314	0,767288204325205	0,806548342742078

3. b

Vzorek	A (plocha piket) [mV.s]	A (plocha piket) [mV.s]	m [g]	m [g]	M _r	M _r	n [mol]	n [mol]	A _{kyseliny benzoové/ Anfenbenzamid} osa x	M _{kyseliny benzoové/ Anfenbenzamid} osa y
I	kys. benzoová 60,477	N-fenylbenzamid 7235,168	0,0051	0,1975	122,12	197,24	0,0417622011136587	1,0013181910363	0,00835875545668048	0,0417072220261167
II	136,085	6994,581	0,0084	0,1976	122,12	197,24	0,0687848018342614	1,0018251875887	0,0194557788356076	0,0686594859396726
III	544,659	4642,064	0,0381	0,1974	122,12	197,24	0,311988208319686	1,0008111944839	0,117331213012143	0,311173530339285
IV	468,636	6822,266	0,0108	0,0949	122,12	197,24	0,0884376023583361	0,4811397282498	0,0686921324967394	0,183808563637073
V	611,897	7822,041	0,0143	0,1069	122,12	197,24	0,117097936455945	0,5419793145407	0,0782272810894241	0,216056099032466
VI	784,888	5061,251	0,0256	0,1016	122,12	197,24	0,209629872256797	0,5151084972622	0,155077865136505	0,406962559093805

Příloha 4. Vliv teploty na průběh syntézy N-hexylbenzamidů

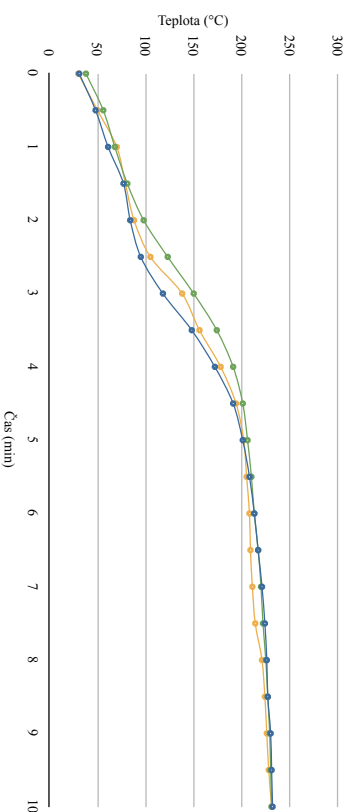
Teplota během reakce	množství [g]	Obsah N-hexylbenzamidů											
		A-methylbenzamid [mV.s]	A-ethylbenzamid [mV.s]	A-hexylbenzamid/A-ethylbenzamid	n-hexylbenzamid/n-ethylbenzamid	m-n-hexylbenzamid	n-hexylbenzamid [mol]	n-hexylbenzamid [mol]	m-hexylbenzamid [g]	Obsah N-hexylbenzamidů [%]			
150°C	0,1051	1327,808	7497,180	0,177107659146506	0,185893898025658	0,0954	0,000483674711012	0,0000899121177	0,0184451235462231	17,55			
200°C	0,0996	1291,528	7394,984	0,174649194643288	0,183352337422231	0,0987	0,0005004055972419	0,000169353074	0,0181929399090607	17,31			
250°C	0,1030	2243,735	6911,069	0,32465816793321	0,338431614009352	0,0987	0,0005004055972419	0,000172210013	0,0347421057052445	34,88			
		1588,562	4811,189	0,330180751577209	0,344140860980819	0,1167	0,0005916649766782	0,000397384304	0,0353281953421427	35,47			
		3460,358	5348,562	0,646969783635999	0,671637362341504	0,0005916649766782	0,000441382409	0,0815218000952546	0,0845945457613275	79,15			
		3102,669	4631,851	0,66985509680687	0,695296199078943					81,94			

Teplota během reakce	množství [g]	Obsah kyseliny benzoové											
		A-methylbenzamid [mV.s]	A-ethylbenzamid [mV.s]	A-methylbenzamid/A-ethylbenzamid	m-hexylbenzamid/n-hexylbenzamid	m-n-hexylbenzamid	n-hexylbenzamid [mol]	n-hexylbenzamid [mol]	m-hexylbenzamid [g]	Obsah kyseliny benzoové [%]			
150°C	0,1051	2488,065	7497,180	0,331866781909998	0,8459468712876	0,0954	0,000483674711012	0,000409162729	0,049966952427989	47,54			
200°C	0,0996	2421,598	7394,984	0,327464941100616	0,834978900752186	0,0987	0,0005004055972419	0,000330997224	0,0493191607611557	46,93			
250°C	0,1030	1781,810	6911,069	0,25781973816207	0,661457877630798	0,1167	0,0005916649766782	0,000166648698	0,0404213810322762	40,58			
		1245,718	4811,189	0,258921027629553	0,664201740339031	0,0005916649766782	0,000166648698	0,0405890571969731	0,0203511389887534	19,76			
		563,645	5348,562	0,10538253085957	0,281660575627617	0,0005916649766782	0,000168929929	0,0206297228820433		20,03			

Příloha 5. a Syntéza N-hexylbenzamidu (bez kat.)

Syntéza N-hexylbenzamidu
 Kyselina benzoová 0,03 mol
 Hexylamin 0,03 mol
 Katalyzátor -

Graf závislosti teploty na času zahřívání



Čas (min)	Teplota (°C)
0	31
0,5	48
1	61
1,5	77
2	84
2,5	95
3	118
3,5	148
4	172
4,5	191
5	201
5,5	208
6	213
6,5	217
7	221
7,5	224
8	226
8,5	227
9	230
9,5	231
10	232

Čas (min)	Teplota (°C)
0	38
0,5	56
1	68
1,5	81
2	98
2,5	123
3	150
3,5	174
4	191
4,5	201
5	206
5,5	210
6	213
6,5	217
7	220
7,5	222
8	225
8,5	227
9	229
9,5	230
10	231

Obsah N-hexylbenzamidů

hmotnost	AN-hexylbenzamid / [mV.s]	AN-octylbenzamid / [mV.s]	AN-decylbenzamid / [mV.s]	AN-dodecylbenzamid / [mV.s]	AN-tetradecylbenzamid / [mV.s]	AN-hexylbenzamid / [mV.s]	AN-octylbenzamid / [mV.s]	AN-decylbenzamid / [mV.s]	AN-dodecylbenzamid / [mV.s]	AN-tetradecylbenzamid / [mV.s]	AN-hexylbenzamid / [mV.s]	AN-octylbenzamid / [mV.s]	AN-decylbenzamid / [mV.s]	AN-dodecylbenzamid / [mV.s]	AN-tetradecylbenzamid / [mV.s]	AN-hexylbenzamid / [mV.s]	AN-octylbenzamid / [mV.s]	AN-decylbenzamid / [mV.s]	AN-dodecylbenzamid / [mV.s]	AN-tetradecylbenzamid / [mV.s]
[1]	4671,745	5365,237	0,870743454576	0,90297483340866	0,0948	0,0004806327316974	0,000433999141	0,089031877066493	0,090596986696554	0,084121893712511	0,0851610733379495	0,0863435998083391	0,086404238821828	82,29	83,73	79,66	80,64	85,57	85,63	
[2]	6013,109	6786,154	0,88608496642	0,91888463231616	0,1034	0,0005242344352058	0,000410058659	0,084121893712511	0,0851610733379495	0,0863435998083391	0,086404238821828	82,29	83,73	79,66	80,64	85,57	85,63			
[3]	2390,712	3132,201	0,76356902923	0,791867316931385	0,1026	0,0005201784627868	0,0004230888577	0,0851610733379495	0,0863435998083391	0,086404238821828	82,29	83,73	79,66	80,64	85,57	85,63				

Obsah Kyseliny benzoové

hmotnost	AN-hexylbenzamid / [mV.s]	AN-octylbenzamid / [mV.s]	AN-decylbenzamid / [mV.s]	AN-dodecylbenzamid / [mV.s]	AN-tetradecylbenzamid / [mV.s]	AN-hexylbenzamid / [mV.s]	AN-octylbenzamid / [mV.s]	AN-decylbenzamid / [mV.s]	AN-dodecylbenzamid / [mV.s]	AN-tetradecylbenzamid / [mV.s]	AN-hexylbenzamid / [mV.s]	AN-octylbenzamid / [mV.s]	AN-decylbenzamid / [mV.s]	AN-dodecylbenzamid / [mV.s]	AN-tetradecylbenzamid / [mV.s]	AN-hexylbenzamid / [mV.s]	AN-octylbenzamid / [mV.s]	AN-decylbenzamid / [mV.s]	AN-dodecylbenzamid / [mV.s]	AN-tetradecylbenzamid / [mV.s]
[1]	463,889	5365,237	0,86840661838	0,23430703970526	0,0948	0,0004806327316974	0,000112651038	0,0137569447085308	0,0119213180863591	0,0147064857472613	0,013927224380513	0,01238915868039701	0,0118302068525255	12,71	11,02	13,93	13,19	12,87	11,74	
[2]	501,183	6786,154	0,87853787645	0,20316664737687	0,1034	0,0005242344352058	0,000120413179	0,0147064857472613	0,013927224380513	0,014445385	0,013927224380513	0,01238915868039701	0,0118302068525255	12,71	11,02	13,93	13,19	12,87	11,74	
[3]	249,478	3132,201	0,79946422243	0,21754635519272	0,1026	0,0005201784627868	0,000106363878	0,013927224380513	0,01238915868039701	0,013927224380513	0,01238915868039701	0,0118302068525255	12,71	11,02	13,93	13,19	12,87	11,74		

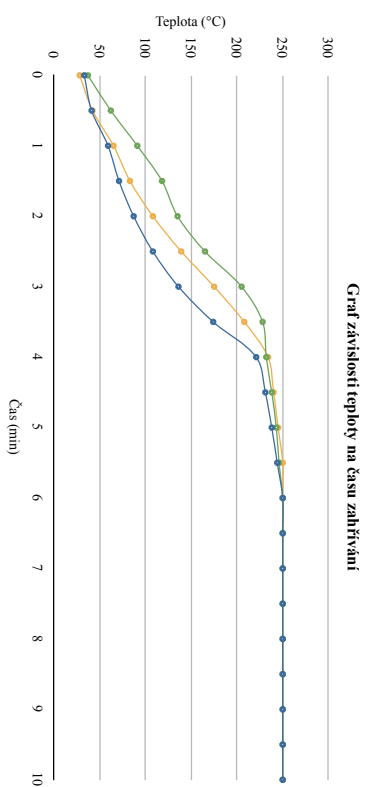
Čas (min)	Teplota (°C)
0	30
0,5	50
1	70
1,5	79
2	88
2,5	105
3	138
3,5	156
4	178
4,5	194
5	202
5,5	205
6	208
6,5	209
7	211
7,5	214
8	221
8,5	224
9	226
9,5	228
10	231

Príloha 5. b Syntéza N-hexylbenzamidu (kat. SiC)

Syntéza N-hexylbenzamidu
 Kyselina benzoová 0,03 mol
 Hexylamin 0,03 mol
 Katalyzátor SiC

Čas [min]	Teplota [°C]
0	33
0,5	41
1	59
1,5	71
2	87
2,5	108
3	136
3,5	174
4	221
4,5	238
5	238
5,5	244
6	250
6,5	250
7	250
7,5	250
8	250
8,5	250
9	250
9,5	250
10	250

Čas [min]	Teplota [°C]
0	37
0,5	62
1	91
1,5	118
2	135
2,5	165
3	205
3,5	228
4	232
4,5	238
5	243
5,5	246
6	250
6,5	250
7	250
7,5	250
8	250
8,5	250
9	250
9,5	250
10	250



Obsah N-hexylbenzamidu

Množstvo	AsAcetylbenzamid	Acetylbenzamid	Acetylbenzamid/ AsAcetylbenzamid oslu x	HN-hexylbenzamid/ N-hexylbenzamid	HN-hexylbenzamid/ HN-ethylbenzamid	HN-hexylbenzamid [mol]	HN-hexylbenzamid [mol]	HN-hexylbenzamid [g]	Čistota benzamid [%]
[1] 0,1040	2768,470	4556,823	0,607543896263	0,630878879956496	0,1115	0,0005653011539521	0,00035663656	0,073162563759341	70,35
1,3	2661,962	4393,874	0,605834850977	0,629112076893619	0,1102	0,0005653011539521	0,00035663778	0,072957669773869	70,15
2	2604,338	6428,929	0,405095156596	0,42158732889015	0,1012	0,0005130805110525	0,000216308265	0,044574752773647	47,97
2,5	139	3941,190	0,409651148974	0,426297534707588	0,1020	0,0005130805110525	0,000218724865	0,0448706310760439	48,51
3	2664,698	4446,882	0,599228403182	0,62228232309836	0,1020	0,0005171364834719	0,000321804892	0,046016984646339	67,36
3,5	208	4818,175	0,6020209207843	0,62329627906832	0,1020	0,0005171364834719	0,000322329246	0,046124554833904	67,47
4	234								
4,5	240								
5	245								
5,5	250								
6	250								
6,5	250								
7	250								
7,5	250								
8	250								
8,5	250								
9	250								
9,5	250								
10	250								

Obsah kyseliny benzoové

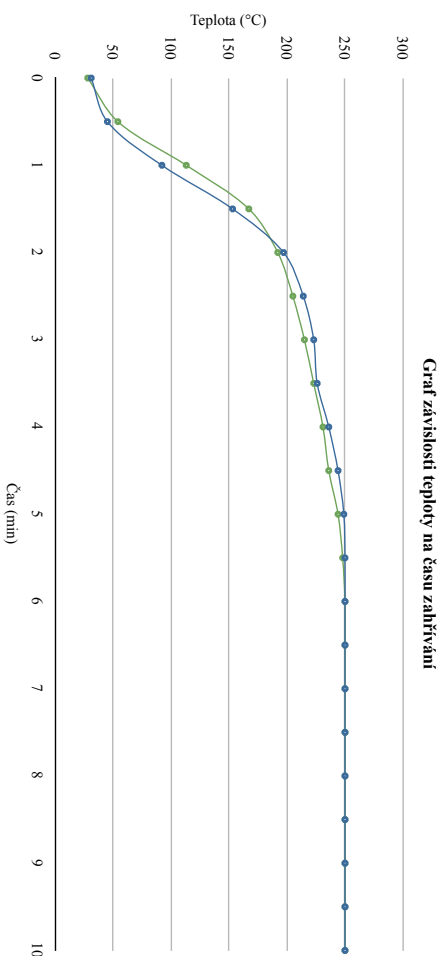
Množstvo	AsAcetylbenzamid	Acetylbenzamid	Acetylbenzamid/ AsAcetylbenzamid oslu x	HN-hexylbenzamid/ N-hexylbenzamid	HN-hexylbenzamid/ HN-ethylbenzamid	HN-hexylbenzamid [mol]	HN-hexylbenzamid/ y*HN-hexylbenzamid	HN-hexylbenzamid [mol]	HN-hexylbenzamid/ Mg-hexylbenzamid	Čistota benzamid [%]
[1] 0,1040	4922,625	4556,823	0,0108107117612	0,283484883531355	0,1115	0,0005653011539521	0,0001650604487	0,019912946708275	19,15	
1,3	4444,412	4393,874	0,101143546674	0,27109914639022	0,1102	0,0005653011539521	0,000153252661	0,01871531085108	18,00	
2	1158,419	6428,929	0,18018888627	0,4608029619414058	0,1012	0,0005130805110525	0,000240142007	0,0293241491907135	31,70	
2,5	670,051	3941,190	0,170012356674	0,43428578665327	0,1020	0,0005130805110525	0,00022175345	0,0273735388119135	29,99	
3	608,276	4446,882	0,13678709126	0,35990507043538	0,1020	0,0005171364834719	0,00015612001	0,0227289756256844	23,19	
3,5	627,632	4818,175	0,130262429618	0,343651314893398	0,1020	0,0005171364834719	0,00017714643	0,0217025121869425	22,15	

Příloha 5. c Syntéza N-hexylbenzamidů (kat. C*)

III

Čas [min]	Teplota [°C]
0	31
0,5	45
1	92
1,5	153
2	197
2,5	214
3	223
3,5	226
4	236
4,5	244
5	249
5,5	250
6	250
6,5	250
7	250
7,5	250
8	250
8,5	250
9	250
9,5	250
10	250

Syntéza N-hexylbenzamidů
 Kyselina benzoová 0,03 mol
 Hexylamin 0,03 mol
 Katalyzátor C* (0,3 g)



II

Čas [min]	Teplota [°C]
0	28
0,5	54
1	113
1,5	167
2	192
2,5	205
3	215
3,5	223
4	231
4,5	236
5	244
5,5	248
6	250
6,5	250
7	250
7,5	250
8	250
8,5	250
9	250
10	250

Obsah N-hexylbenzamidů

Množství [g]	Absorbance	Teplota [°C]	Čas [min]	Obsah [g]	M _{rel} [mol]	M _{rel} [mol]	M _{rel} [mol]	M _{rel} [g]	Čistota [%]
[1] 0,0971	4802,679	7078,253	0,678511915299	0,704245618015976	0,0917	0,0004649158385723	0,000352414942	0,0671678657059049	69,17
[2] 0,1039	5097,017	7515,957	0,678159414696	0,703881202912683	0,0988	0,0004649158385723	0,00032724652	0,0671331093858999	69,14
	1472,844	2291,442	0,64275857735	0,647283817264413		0,0005009125937944	0,000354250868	0,0685702283057852	66,75
	1607,306	2472,111	0,650175497783	0,674051429698137		0,0005009125937944	0,000358091671	0,0695581539985044	66,75

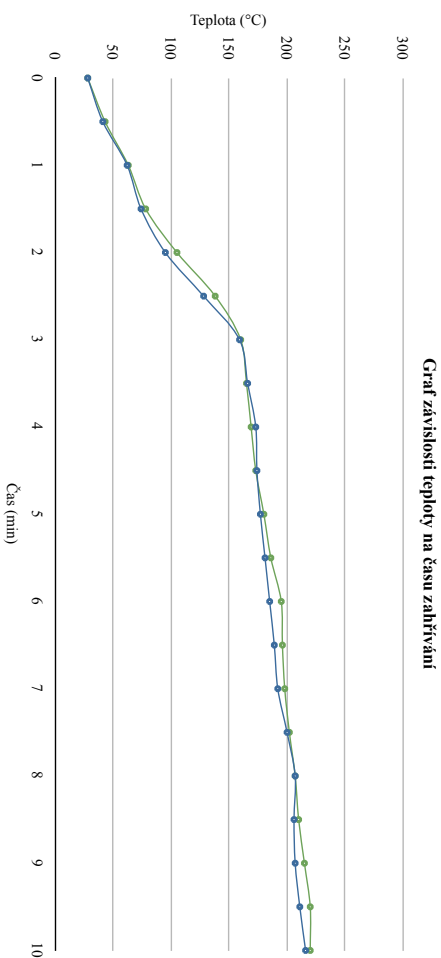
Obsah kyseliny benzoové

Množství [g]	Absorbance	Teplota [°C]	Čas [min]	Obsah [g]	M _{rel} [mol]	M _{rel} [mol]	M _{rel} [mol]	M _{rel} [g]	Čistota [%]
[1] 0,0971	1022,118	7078,253	0,144402580693	0,3788790259797324	0,0917	0,0004649158385723	0,000176146862	0,0215110547698158	22,15
[2] 0,1039	1183,169	7515,957	0,157420937879	0,411134266726113	0,0988	0,0004649158385723	0,000191226517	0,0233525822843377	24,05
	297,945	2291,442	0,130025110825	0,34305756362151		0,0005009125937944	0,000171841854	0,0209853272122416	20,20
	316,450	2472,111	0,12808006113	0,338031947230625		0,0005009125937944	0,000169324459	0,020657902907941	19,90

Příloha 5. d Syntéza N-hexylbenzamidů (kat. MgO)

Čas [min]	Teplota [°C]
0	28
0,5	41
1	62
1,5	74
2	95
2,5	128
3	159
3,5	166
4	173
4,5	174
5	177
5,5	181
6	185
6,5	189
7	192
7,5	200
8	207
8,5	206
9	207
9,5	211
10	216

Syntéza N-hexylbenzamidů
 Kyselina benzoová 0,03 mol
 Hexylamin 0,03 mol
 Katalyzátor MgO (0,3 g)



Čas [min]	Teplota [°C]
0	28
0,5	43
1	63
1,5	78
2	105
2,5	138
3	160
3,5	165
4	169
4,5	173
5	180
5,5	186
6	195
6,5	196
7	198
7,5	202
8	207
8,5	210
9	215
9,5	220
10	220

Množství [g]	Obsah N-hexylbenzamidů									
	Akrylnitrilbenzamid	Acrylnitrilbenzamid	Acrylnitrilbenzamid/ Acrylnitrilbenzamid	Acrylnitrilbenzamid/ Acrylnitrilbenzamid	Acrylnitrilbenzamid/ Acrylnitrilbenzamid	Množství benzamidů/ Množství benzamidů	Množství benzamidů/ Množství benzamidů	Množství benzamidů/ Množství benzamidů	Množství benzamidů/ Množství benzamidů	Množství benzamidů/ Množství benzamidů
[1] 0,1074	860,207	3012,669	0,2855298724009	0,297980783750223	0,0953	0,0004831677144595	0,000143974694	0,002953583326240376	0,02981836934295	27,50
[2] 0,1050	1100,724	3818,152	0,288287108528	0,300831212796138	0,1025	0,0004831677144595	0,00014535193	0,0395928838042305	0,0395928838042305	37,71
	2462,291	6906,172	0,3585348392026	0,371385728215283		0,000519671466234	0,000192998566	0,0395928838042305		
	1709,325	4819,070	0,35470018074	0,369489046849288		0,000519671466234	0,000192912915	0,0395928838042305		37,51

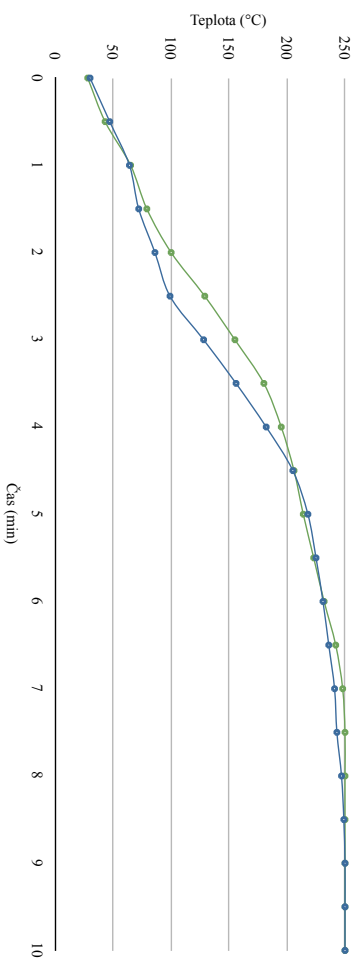
Množství [g]	Obsah kyseliny benzoové									
	Acrylnitrilbenzamid	Acrylnitrilbenzamid	Acrylnitrilbenzamid/ Acrylnitrilbenzamid	Acrylnitrilbenzamid/ Acrylnitrilbenzamid	Acrylnitrilbenzamid/ Acrylnitrilbenzamid	Množství benzamidů/ Množství benzamidů	Množství benzamidů/ Množství benzamidů	Množství benzamidů/ Množství benzamidů	Množství benzamidů/ Množství benzamidů	Množství benzamidů/ Množství benzamidů
[1] 0,1074	319,160	3012,669	0,105939285066	0,2833047728741525	0,0953	0,0004831677144595	0,000136759524	0,0167010730927403	0,0178371255973587	15,55
[2] 0,1050	433,998	3818,152	0,113667030543	0,302301406596699	0,1025	0,0004831677144595	0,00014606228	0,016667153436454	0,016667153436454	16,61
	666,306	6906,172	0,0964797848487	0,25947938031459		0,000519671466234	0,000134844034			15,68
	420,755	4819,070	0,087210414665	0,236633898138022		0,000519671466234	0,00012291885	0,0150172365725161		14,30

Příloha 5. e Syntéza N-hexylbenzamidů (kat. SiO₂ / H₃PO₄)

Čas [min]	Teplota [°C]
0	30
0,5	47
1	64
1,5	72
2	86
2,5	99
3	128
3,5	156
4	182
4,5	205
5	218
5,5	225
6	231
6,5	236
7	241
7,5	243
8	247
8,5	249
9	250
9,5	250
10	250

Syntéza N-hexylbenzamidů
 Kyselina benzoová 0,03 mol
 Hexylamin 0,03 mol
 Katalyzátor SiO₂/H₃PO₄ (0,3 g)

Graf závislosti teploty na času zahřívání



Čas [min]	Teplota [°C]
0	28
0,5	43
1	65
1,5	79
2	100
2,5	129
3	155
3,5	180
4	195
4,5	206
5	214
5,5	223
6	232
6,5	242
7	248
7,5	250
8	250
8,5	250
9	250
9,5	250
10	250

Množství [g]	Obsah N-hexylbenzamidů										
	Akrylný benzoát	Akrylný benzoát	Akrylný benzoát / Akrylný benzoát	Akrylný benzoát / OSR x	Mn. N-hexylbenzoát / Mn. N-hexylbenzoát	Mn. N-hexylbenzoát / OSR x	Mn. N-hexylbenzoát / Mn. N-hexylbenzoát	Mn. N-hexylbenzoát / y ⁷⁹ H ₃ N-hexylbenzoát	Mn. N-hexylbenzoát / Mn. N-hexylbenzoát	Mn. N-hexylbenzoát / Mn. N-hexylbenzoát	Čistota [%]
[1] 0,1027	4277,245	5082,508	0,84135618832441	0,84135618832441	0,872806674067213	0,872806674067213	0,0984	0,0004988846075847	0,000435429815	0,00893266848463097	86,98
	5487,821	6531,982	0,840146375174	0,840146375174	0,871343325654594	0,871343325654594		0,0004988846075847	0,000434699772	0,00891769193434347	86,83
[2] 0,1028	6687,897	8373,429	0,7987046883466	0,828500906852792	0,1028	0,1028		0,0005211924558913	0,000431808422	0,00885837706094339	86,17
	4419,569	5478,516	0,806709152625	0,836792921983253				0,0005211924558913	0,000436121298	0,00894685397603576	87,03

Obsah kyseliny benzoové

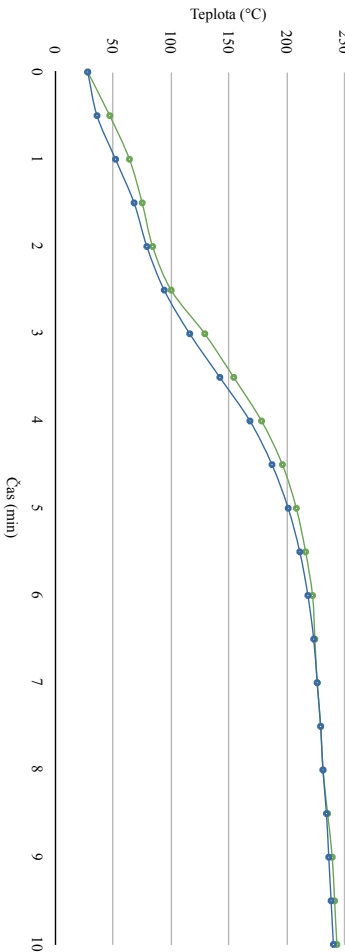
Množství [g]	Obsah kyseliny benzoové										
	Akrylný benzoát	Akrylný benzoát	Akrylný benzoát / Akrylný benzoát	OSR x	Mn. N-hexylbenzoát / Mn. N-hexylbenzoát	Mn. N-hexylbenzoát / OSR x	Mn. N-hexylbenzoát / Mn. N-hexylbenzoát	Mn. N-hexylbenzoát / y ⁷⁹ H ₃ N-hexylbenzoát	Mn. N-hexylbenzoát / Mn. N-hexylbenzoát	Mn. N-hexylbenzoát / Mn. N-hexylbenzoát	Čistota [%]
[1] 0,1027	338,899	5082,508	0,06679481862	0,06679481862	0,1852319259059433	0,1852319259059433	0,0984	0,0004988846075847	0,000092409358	0,0112830308283868	10,99%
	520,418	6531,982	0,079672925484	0,079672925484	0,217603524198321	0,217603524198321		0,0004988846075847	0,000108559049	0,0132572310368573	12,91%
[2] 0,1028	732,816	8373,429	0,087516834501	0,087516834501	0,237148193159577	0,237148193159577	0,1028	0,0005211924558913	0,000123599849	0,015094013584673	14,68%
	408,574	5478,516	0,074577495073	0,074577495073	0,204909828975384	0,204909828975384		0,0005211924558913	0,000106797457	0,0130421054488462	12,69%

Příloha 5. f Syntéza N-hexylbenzamidů (kat. ZSM 5)

Čas [min]	Teplota [°C]
0	28
0,5	56
1	52
1,5	68
2	79
2,5	94
3	116
3,5	142
4	168
4,5	187
5	201
5,5	211
6	218
6,5	223
7	226
7,5	229
8	231
8,5	234
9	236
9,5	238
10	240

Syntéza N-hexylbenzamidů
 Kyselina benzoová 0,03 mol
 Hexylamin 0,03 mol
 Katalyzátor ZSM 5 (0,3 g)

Graf závislosti teploty na času zahřívání



Čas [min]	Teplota [°C]
0	28
0,5	47
1	64
1,5	75
2	84
2,5	100
3	129
3,5	154
4	178
4,5	196
5	208
5,5	216
6	222
6,5	224
7	226
7,5	229
8	231
8,5	235
9	239
9,5	241
10	243

Množství [g]	Obsah N-hexylbenzamidů									
	Akrylnitril	Acrylnitril	Acrylnitril	Acrylnitril	Acrylnitril	Acrylnitril	Acrylnitril	Acrylnitril	Acrylnitril	Acrylnitril
[1] 0,0998	4301,268	6015,382	0,71504486319	0,74201337968912	0,0986	0,0004928006489556	0,00037093145	0,076095103236286	76,25	
[2] 0,1000	4329,864	6277,322	0,721623647791	0,748814537086551	0,0972	0,0004928006489556	0,00037431334	0,076792575899452	76,95	
	4887,768	6095,729	0,802098025692	0,83300838960036			0,000410014545	0,084112843860131	84,11	
	3740,962	4715,202	0,793383189098	0,822999540889234			0,0004928006489556	0,000405574708	0,08320202090146195	83,20

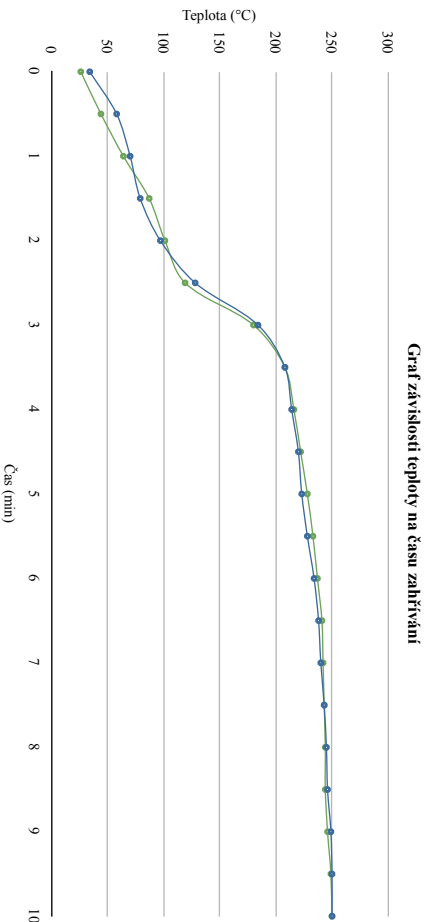
Obsah kyselin benzoové

Množství [g]	Obsah kyselin benzoové									
	Acrylnitril	Acrylnitril	Acrylnitril	Acrylnitril	Acrylnitril	Acrylnitril	Acrylnitril	Acrylnitril	Acrylnitril	Acrylnitril
[1] 0,0998	524,619	6015,382	0,087212915157	0,236390978112446	0,0986	0,0004928006489556	0,000118171519	0,0144311039215335	14,46	
[2] 0,1000	603,391	6277,322	0,096122339184	0,238588837907878	0,0972	0,0004928006489556	0,000129268208	0,0157862333880765	15,82	
	533,053	6095,729	0,087803871816	0,23786334663061			0,000410014545	0,014314810118432	14,31	
	501,065	4715,202	0,106265860932	0,238361392512982			0,0004928006489556	0,000139887078	0,0170830100195611	17,08

Příloha 5. h Syntéza N-hexylbenzamidů (kat. klinoptiolit)

Čas [min]	Teplota [°C]
0	34
0,5	58
1	70
1,5	79
2	97
2,5	128
3	184
3,5	208
4	214
4,5	220
5	223
5,5	228
6	234
6,5	238
7	240
7,5	243
8	245
8,5	246
9	249
9,5	250
10	250

Syntéza N-hexylbenzamidů
 Kyselina benzoová 0,03 mol
 Hexylamin 0,03 mol
 Katalyzátor Klinoptiolit (0,3 g)



Čas [min]	Teplota [°C]
0	26
0,5	44
1	64
1,5	87
2	101
2,5	119
3	180
3,5	208
4	216
4,5	222
5	228
5,5	233
6	237
6,5	241
7	242
7,5	243
8	244
8,5	244
9	246
9,5	249
10	250

Obsah N-hexylbenzamidů										
m_{vorku}	$m_{\text{N-hexylbenzamid}}$	$m_{\text{Acetylbenzamid}}$	$m_{\text{Acetylbenzamid}}$	$m_{\text{Acetylbenzamid}}$	$m_{\text{Acetylbenzamid}}$	$m_{\text{N-hexylbenzamid}}$	$m_{\text{N-hexylbenzamid}}$	$m_{\text{N-hexylbenzamid}}$	$m_{\text{N-hexylbenzamid}}$	$m_{\text{N-hexylbenzamid}}$
[g]	[mV.s]	[mV.s]	[mV.s]	[mV.s]	[mV.s]	[g]	[g]	[mol]	[mol]	[g]
0,11	5181,541	7540,919	0,6871232380332	0,713148047207509	0,722639801539101	0,1057	0,0005358953559116	0,000382172727	0,0784012061661429	75,53
	3864,849	5550,514	0,696504702592	0,722639801539101	0,708801954072334		0,0005358953559116	0,0003798481675	0,079444699156334	76,54
	3372,392	4938,200	0,68291928233	0,708801954072334	0,708801954072334	0,0960	0,0005358953559116	0,000399565626	0,0779234106435409	75,07
0,1	3870,697	4891,024	0,791387856612	0,82093676616594	0,82093676616594		0,0004867166903265	0,000399565626	0,0819688795774705	76,32
	3793,078	4546,157	0,834348219826	0,865349189656231	0,865349189656231		0,0004867166903265	0,000421179894	0,086403370445325	80,45

Obsah kyseliny benzoové										
m_{vorku}	$m_{\text{Acetidin benzoa}}$	$m_{\text{Acetylbenzamid}}$	$m_{\text{Acetylbenzamid}}$	$m_{\text{Acetylbenzamid}}$	$m_{\text{Acetylbenzamid}}$	$m_{\text{N-hexylbenzamid}}$	$m_{\text{N-hexylbenzamid}}$	$m_{\text{N-hexylbenzamid}}$	$m_{\text{N-hexylbenzamid}}$	$m_{\text{N-hexylbenzamid}}$
[g]	[mV.s]	[mV.s]	[mV.s]	[mV.s]	[mV.s]	[g]	[g]	[mol]	[mol]	[g]
[1]	821,696	7540,919	0,108964968328	0,290586218389338	0,290586218389338	0,1057	0,0005358953559116	0,000155723805	0,019016991070757	18,32
	602,887	5550,514	0,1083624322	0,289767204946162	0,289767204946162		0,0005358953559116	0,000155284899	0,01896339191621	18,27
[2]	522,659	4938,200	0,1058998218	0,282800315600826	0,282800315600826	0,0960	0,0005358953559116	0,00015153176	0,018507454010327	17,83
0,1074	493,592	4891,024	0,1000917956389	0,270537013589788	0,270537013589788		0,0004867166903265	0,00013167488	0,0160801563296779	14,97
	592,654	4546,157	0,130363733589	0,343901242256025	0,343901242256025		0,0004867166903265	0,000167382474	0,02044077776206	19,03

Příloha 5. i Syntéza N-hexylbenzamidů (kat. montmorillonit K10)

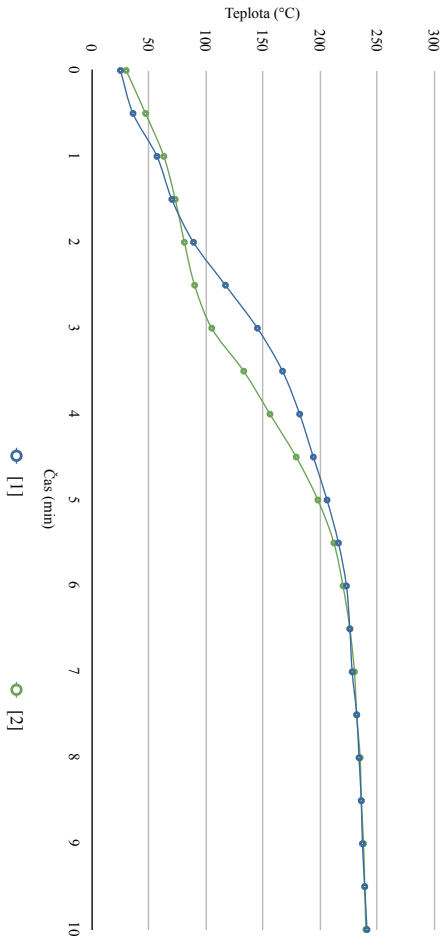
Syntéza N-hexylbenzamidů

Kyselina benzoová 0,03 mol
 Hexylamin 0,03 mol
 Katalyzátor Montmorillonit K10 (0,3 g)

Graf závislosti teploty na času zahřívání

Čas [min]	Teplota [°C]
0	25
0,5	36
1	57
1,5	70
2	89
2,5	117
3	145
3,5	167
4	182
4,5	194
5	206
5,5	216
6	223
6,5	226
7	228
7,5	232
8	234
8,5	236
9	237
9,5	239
10	241

Čas [min]	Teplota [°C]
0	30
0,5	47
1	63
1,5	73
2	81
2,5	90
3	105
3,5	133
4	156
4,5	179
5	198
5,5	212
6	220
6,5	226
7	230
7,5	232
8	235
8,5	236
9	238
9,5	239
10	240



Obshh N-hexylbenzamidů

Množství [g]	Acetylbenzamid [mV.s]	N-hexylbenzamid [mV.s]	Acetylbenzamid / N-hexylbenzamid	Obshh N-hexylbenzamidů [g]	M _n N-hexylbenzamid [mol]	M _w N-hexylbenzamid [mol]	M _w / M _n N-hexylbenzamid	Čas [min]	Teplota [°C]
[1] 0.1003	3694.448	4802.048	0.7692348411344	0.7981523876472937	0.0004396856621375	0.0003396567299	0.0813541950527759	8.1	111
[2] 0.1009	4149.554	5260.211	0.788856948894	0.818320313766881	0.0004396856621375	0.000406587866	0.0834098744201279	8.3	16
	4313.344	5715.187	0.754716162393	0.78302556868218	0.0004396856621375	0.000376547718	0.0773062287700897	76.52	
	5308.227	7041.660	0.753831766941	0.78211280669344	0.0004396856621375	0.000375908281	0.0771160802790322	76.43	

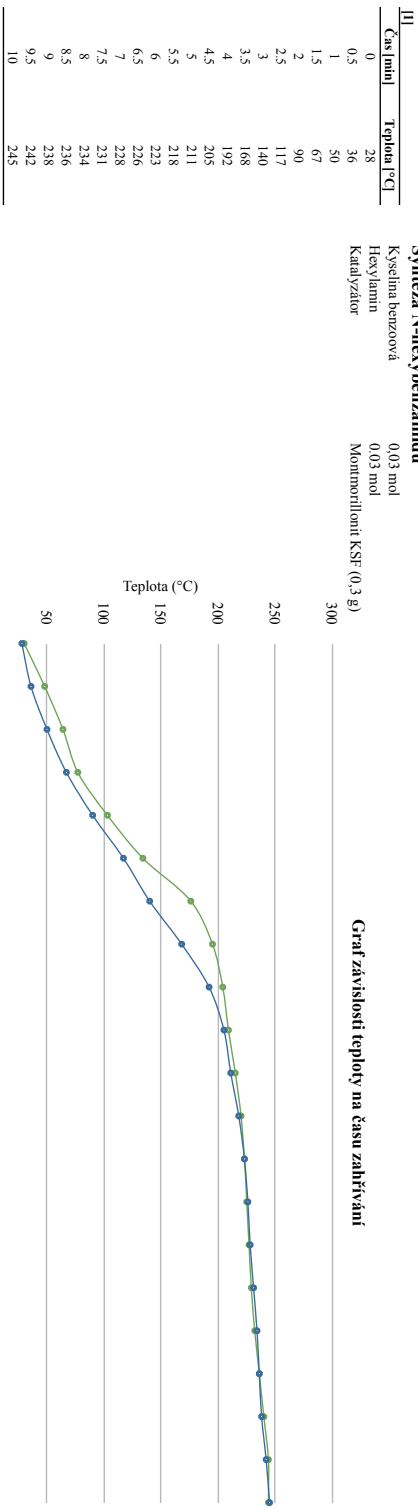
Obshh kyseliny benzoové

Množství [g]	Acetylbenzamid [mV.s]	N-hexylbenzamid [mV.s]	Acetylbenzamid / N-hexylbenzamid	Obshh kyseliny benzoové [g]	M _n kyseliny benzoové [mol]	M _w kyseliny benzoové [mol]	M _w / M _n kyseliny benzoové	Čas [min]	Teplota [°C]
[1] 0.1003	346.876	4802.048	0.072233013061	0.199073535041716	0.0004396856621375	0.000098911004	0.012079011811655	12.04	
[2] 0.1009	432.041	5260.211	0.082133777523	0.22373636699484	0.0004396856621375	0.000111164865	0.0135754533657768	13.53	
	574.547	5715.187	0.100529868926	0.269570168480184	0.0004396856621375	0.000129564246	0.015822388774854	15.68	
	697.636	7041.660	0.0998072661844	0.265939516984177	0.0004396856621375	0.0001278192346	0.0156092863370357	15.47	

Příloha 5. j Syntéza N-hexylbenzamidu (kat. montmorillonit KSF)

Syntéza N-hexylbenzamidu
 Kyselina benzoová 0,03 mol
 Hexylamin 0,03 mol
 Katalyzátor Montmorillonit KSF (0,3 g)

Graf závislosti teploty na času zahřívání



Čas [min]	Teplota [°C]
0	30
0.5	48
1	64
1.5	77
2	103
2.5	134
3	176
3.5	195
4	204
4.5	209
5	215
5.5	220
6	223
6.5	225
7	227
7.5	229
8	232
8.5	236
9	240
9.5	244
10	244

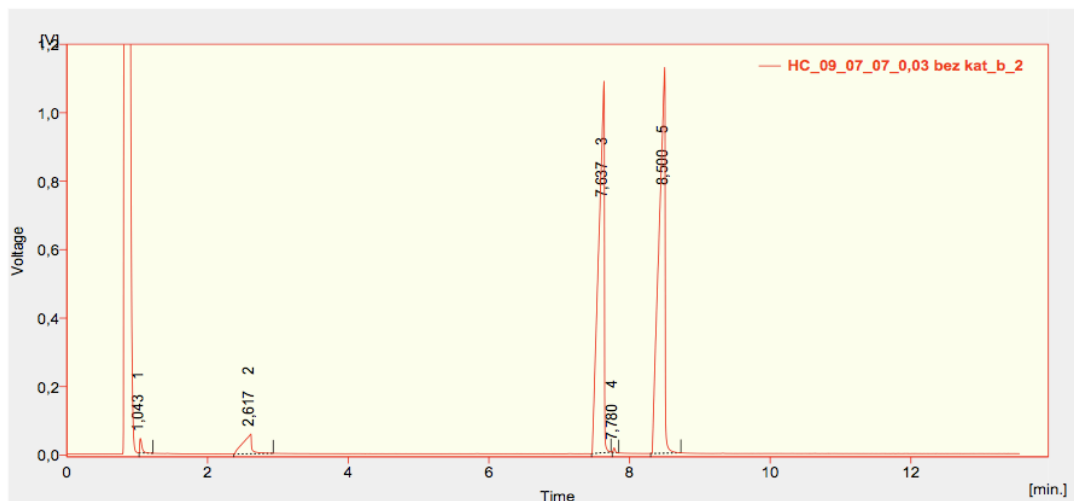
Obshh N-hexylbenzamidů

hνzorku	hνs-hexylbenzamid	hνs-hexylbenzamid	hνs-hexylbenzamid / hνs-hexylbenzamid	hνs-hexylbenzamid / hνs-hexylbenzamid	hνs-hexylbenzamid / hνs-hexylbenzamid	hνs-hexylbenzamid / hνs-hexylbenzamid	hνs-hexylbenzamid / hνs-hexylbenzamid	hνs-hexylbenzamid / hνs-hexylbenzamid	hνs-hexylbenzamid / hνs-hexylbenzamid	hνs-hexylbenzamid / hνs-hexylbenzamid	hνs-hexylbenzamid / hνs-hexylbenzamid	hνs-hexylbenzamid / hνs-hexylbenzamid
[g]	[mV.s]	[mV.s]	osa X	osa X	[g]	[mol]	[mol]	[mol]	[mol]	[g]	[g]	[%]
[1] 0.0992	5518.221	6950.82	0.7938949649111	0.823528614724594	0.1025	0.0005196571466234	0.000427964323	0.0887951689445339	0.0897663041675219	0.0138038880962284	0.0139617258078781	13.92
[2] 0.1072	3713.233	4598.824	0.811779234607	0.842018086058523	0.0973	0.0005196571466234	0.000457527773	0.0897663041675219	0.0938438155667649	0.0116244648277445	0.0116244648277445	14.07
	4693.081	5247.871	0.894282843462	0.927309603570667		0.000493307645508	0.000457448917	0.0938438155667649	0.0938438155667649	0.0123885327965938	0.0123885327965938	11.56
	4296.621	4822.109	0.891025275455	0.923941929765886		0.000493307645508	0.00045787618	0.0938438155667649	0.0938438155667649			

Obshh kyselin benzoové

hνzorku	hνs-hexylbenzamid	hνs-hexylbenzamid	hνs-hexylbenzamid / hνs-hexylbenzamid	hνs-hexylbenzamid / hνs-hexylbenzamid	hνs-hexylbenzamid / hνs-hexylbenzamid	hνs-hexylbenzamid / hνs-hexylbenzamid	hνs-hexylbenzamid / hνs-hexylbenzamid	hνs-hexylbenzamid / hνs-hexylbenzamid	hνs-hexylbenzamid / hνs-hexylbenzamid	hνs-hexylbenzamid / hνs-hexylbenzamid	hνs-hexylbenzamid / hνs-hexylbenzamid	hνs-hexylbenzamid / hνs-hexylbenzamid
[g]	[mV.s]	[mV.s]	osa X	osa X	[g]	[mol]	[mol]	[mol]	[mol]	[g]	[g]	[%]
[1] 0.0992	553.536	6950.82	0.0796368071715	0.217513272678619	0.1025	0.0005196571466234	0.000113035441	0.0138038880962284	0.0139617258078781	0.0116244648277445	0.0116244648277445	13.92
[2] 0.1072	370.823	4598.824	0.080634309989	0.22000038337131	0.0973	0.0005196571466234	0.000114327922	0.0139617258078781	0.0139617258078781	0.0116244648277445	0.0116244648277445	14.07
	366.204	5247.871	0.069781448093	0.19296045998463		0.000493307645508	0.00009518887	0.0123885327965938	0.0123885327965938	0.0123885327965938	0.0123885327965938	11.56
	361.041	4822.109	0.074872011396	0.205643616392744		0.000493307645508	0.000101445568	0.0123885327965938	0.0123885327965938			

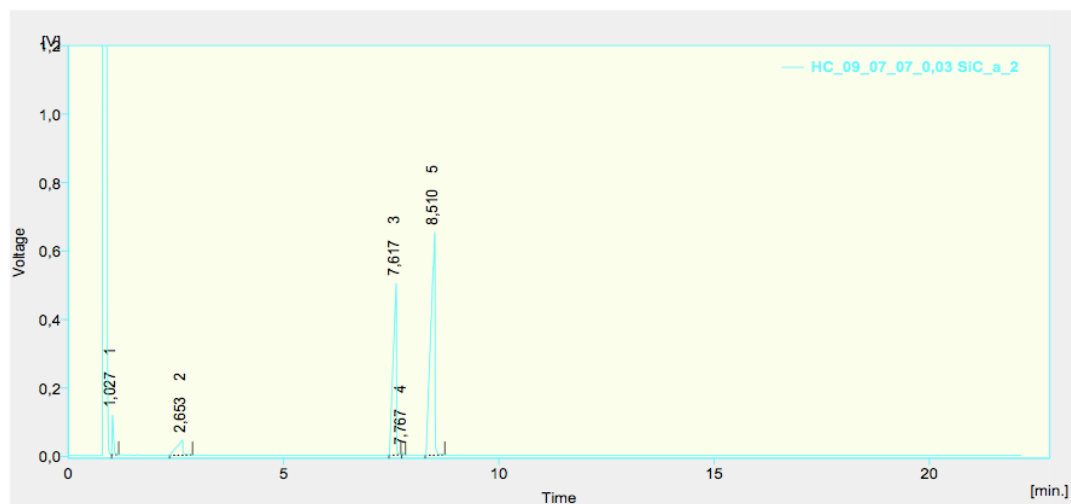
Příloha 6. a Analýza syntézy N-hexylbenzamidů (bez kat.)



Result Table (Uncal - HC_09_07_07_0,03 bez kat_b_2)

	Reten. Time [min]	Area [mV.s]	Height [mV]	Area [%]	Height [%]	W05 [min]
1	1,043	94,466	42,287	0,7	1,8	0,03
2	2,617	501,183	57,450	3,7	2,5	0,13
3	7,637	6013,109	1085,160	44,8	46,7	0,10
4	7,780	23,519	13,664	0,2	0,6	0,03
5	8,500	6786,154	1126,972	50,6	48,5	0,10
Total		13418,429	2325,533	100,0	100,0	

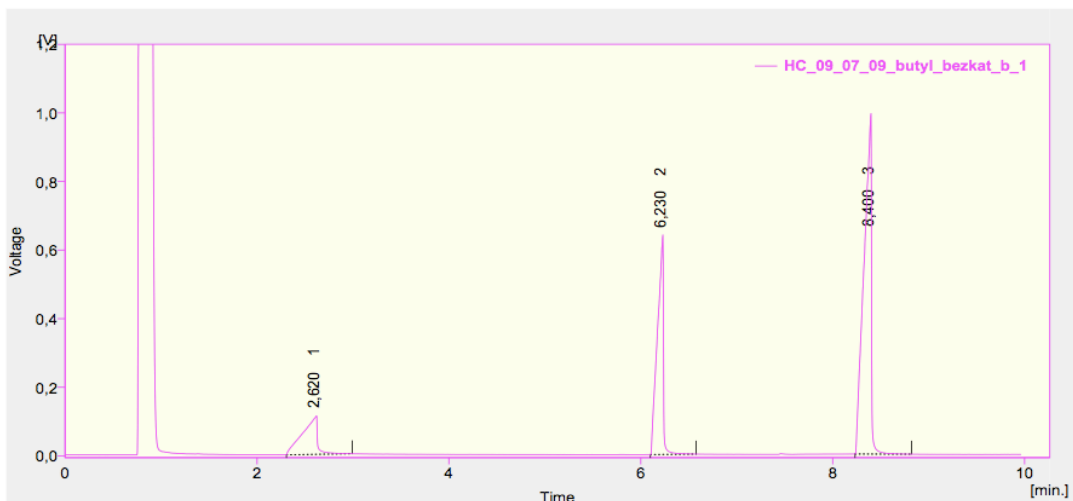
Příloha 6. b Analýza syntézy N-hexylbenzamidů (kat. SiC)



Result Table (Uncal - HC_09_07_07_0,03 SiC_a_2)

	Reten. Time [min]	Area [mV.s]	Height [mV]	Area [%]	Height [%]	W05 [min]
1	1,027	252,974	114,835	3,3	8,7	0,04
2	2,653	444,412	43,564	5,7	3,3	0,16
3	7,617	2661,962	501,438	34,3	38,1	0,09
4	7,767	11,247	6,439	0,1	0,5	0,03
5	8,510	4393,874	650,907	56,6	49,4	0,11
Total		7764,469	1317,183	100,0	100,0	

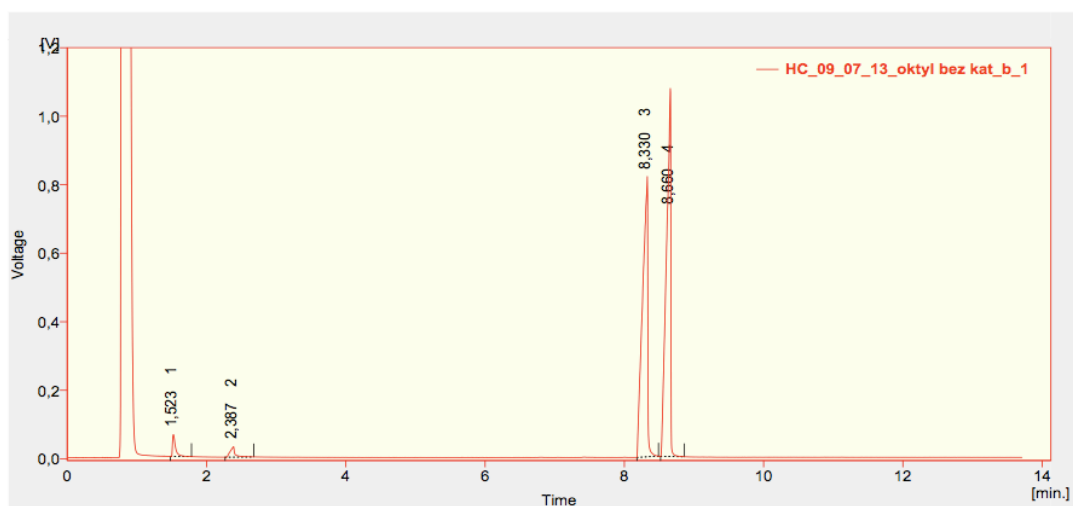
Příloha 6. c Analýza syntézy N-butylbenzamidů (bez kat.)



Result Table (Uncal - HC_09_07_09_butyl_bezkat_b_1)

	Reten. Time [min]	Area [mV.s]	Height [mV]	Area [%]	Height [%]	W05 [min]
1	2,620	1228,655	112,161	13,1	6,4	0,17
2	6,230	2772,739	640,235	29,7	36,7	0,07
3	8,400	5347,929	993,337	57,2	56,9	0,09
Total		9349,323	1745,733	100,0	100,0	

Příloha 6. d Analýza syntézy N-oktylbenzamidů (bez kat.)

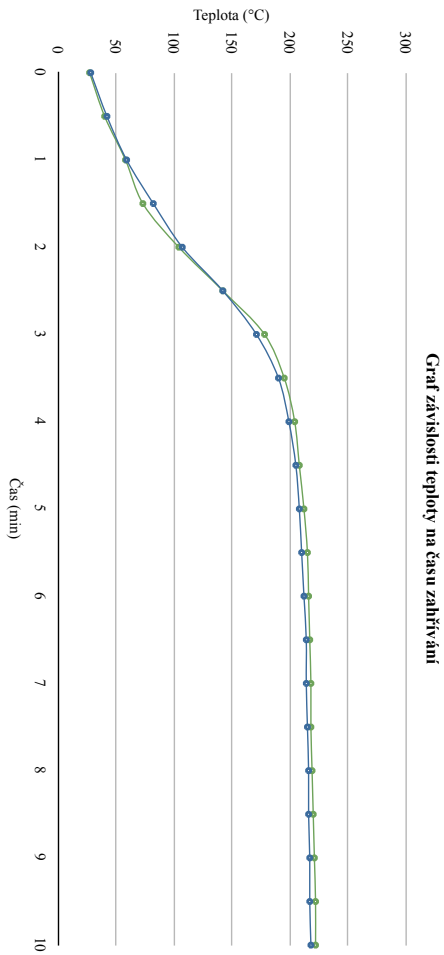


Result Table (Uncal - HC_09_07_13_oktyl bez kat_b_1)

	Reten. Time [min]	Area [mV.s]	Height [mV]	Area [%]	Height [%]	W05 [min]
1	1,523	195,462	64,222	2,1	3,2	0,04
2	2,387	147,451	30,568	1,6	1,5	0,07
3	8,330	4253,532	818,387	46,2	41,2	0,09
4	8,660	4604,087	1074,554	50,0	54,1	0,07
Total		9200,532	1987,731	100,0	100,0	

Příloha 8. a Syntéza N-butylbenzamidu (bez kat.)

Syntéza N-butylbenzamidu
 Kyselina benzoová 0,03 mol
 Butylamin 0,03 mol
 Katalyzátor -



Čas [min]	Teplota [°C]
0	27
0,5	40
1	58
1,5	73
2	104
2,5	142
3	178
3,5	195
4	204
4,5	208
5	212
5,5	215
6	216
6,5	217
7	218
7,5	218
8	219
8,5	220
9	221
9,5	222
10	222

Čas [min]	Teplota [°C]
0	27
0,5	40
1	58
1,5	73
2	104
2,5	142
3	178
3,5	195
4	204
4,5	208
5	212
5,5	215
6	216
6,5	217
7	218
7,5	218
8	219
8,5	220
9	221
9,5	222
10	222

Graf závislosti teploty na času zahřívání

○ [1]

○ [2]

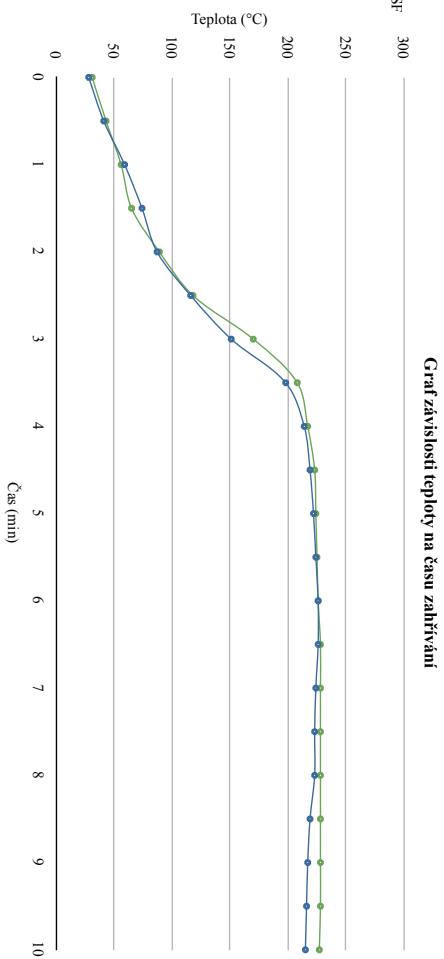
Obsah N-butylbenzamidů											
mzarka	Asobinbenzamid	Asobinbenzamid	Asobinbenzamid / Asobinbenzamid	Asobinbenzamid / Asobinbenzamid	Asobinbenzamid / Asobinbenzamid	Asobinbenzamid / Asobinbenzamid	Asobinbenzamid / Asobinbenzamid	Asobinbenzamid / Asobinbenzamid	Asobinbenzamid / Asobinbenzamid	Asobinbenzamid / Asobinbenzamid	Asobinbenzamid / Asobinbenzamid
[g]	[mV.s]	[mV.s]	osr. x	osr. x	osr. x	osr. x	osr. x	osr. x	osr. x	osr. x	osr. x
[1]	0,0905	2351,136	4621,416	0,510911807117	0,698414257967688	0,0969	0,0004912796592983	0,000343116719	0,0060815036573156	0,0297143783419958	32,83
[2]	0,0909	2351,073	4528,505	0,5191722000473	0,7097045290245898	0,0983	0,0004912796592983	0,000348663282	0,0617391260763821	0,0318643772604507	35,21
		2772,739	5347,929	0,518469673027	0,708744349028292		0,0004983776110322	0,000353222316	0,0626061828721075	0,0360003464693904	39,60
		2848,739	5534,547	0,514719452197	0,705618547263218		0,0004983776110322	0,000350667731	0,0621534405859059	0,0353983494975011	38,94

Obsah kyseliny benzoové											
mzarka	Asobinbenzamid	Asobinbenzamid	Asobinbenzamid / Asobinbenzamid	Asobinbenzamid / Asobinbenzamid	Asobinbenzamid / Asobinbenzamid	Asobinbenzamid / Asobinbenzamid	Asobinbenzamid / Asobinbenzamid	Asobinbenzamid / Asobinbenzamid	Asobinbenzamid / Asobinbenzamid	Asobinbenzamid / Asobinbenzamid	Asobinbenzamid / Asobinbenzamid
[g]	[mV.s]	[mV.s]	osr. x	osr. x	osr. x	osr. x	osr. x	osr. x	osr. x	osr. x	osr. x
[1]	0,0905	883,254	4621,416	0,191121941846	0,495280318110293	0,0969	0,0004912796592983	0,000243321146	0,0297143783419958	0,0318643772604507	35,21
[2]	0,0909	930,632	4528,505	0,205805348895	0,531116576773129	0,0983	0,0004912796592983	0,000260926771	0,0318643772604507	0,0360003464693904	39,60
		1228,655	5347,929	0,229744074762	0,591507362270516		0,0004983776110322	0,000294794026	0,0360003464693904	0,0360003464693904	39,60
		1249,561	5534,547	0,225774756272	0,58161780525127		0,0004983776110322	0,000289865292	0,0353983494975011	0,0353983494975011	38,94

Příloha 8. b Syntéza N-butylnbenzamidů (kat. montmorillonit KSF)

Čas [min]	Teplota [°C]
0	28
0,5	41
1	59
1,5	74
2	87
2,5	116
3	151
3,5	198
4	214
4,5	219
5	222
5,5	224
6	226
6,5	226
7	224
7,5	223
8	223
8,5	219
9	217
9,5	216
10	215

Syntéza N-butylnbenzamidů
 Kyselina benzoová 0,03 mol
 Butylamin 0,03 mol
 Montmorillonit KSF



Čas [min]	Teplota [°C]
0	31
0,5	43
1	56
1,5	65
2	89
2,5	118
3	170
3,5	208
4	217
4,5	223
5	224
5,5	225
6	226
6,5	228
7	228
7,5	228
8	228
8,5	228
9	228
9,5	228
10	227

Čas [min]	Teplota [°C]
0	31
0,5	43
1	56
1,5	65
2	89
2,5	118
3	170
3,5	208
4	217
4,5	223
5	224
5,5	225
6	226
6,5	228
7	228
7,5	228
8	228
8,5	228
9	228
9,5	228
10	227

Obsah N-butylnbenzamidů											
množství	Aktylnbenzamid	Aktylnbenzamid	Aktylnbenzamid	Aktylnbenzamid	Obsah x	Obsah x	Obsah x	Obsah x	Obsah x	Obsah x	Obsah x
[g]	[mV.s]	[mV.s]	[mV.s]	[mV.s]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
[1] 0,0879	1855,697	4378,181	0,423851138178	0,5790419735661911	0,1024	0,0005191644696816	0,000530081414	0,053132789692409	60,66		
[2] 0,0878	1790,577	4320,082	0,414477509269	0,566607914340515	0,0944	0,0004786047454877	0,000511668941	0,0552411381484288	59,32		
	1993,440	4184,642	0,426370499555	0,651203198792155		0,0004786047454877	0,0005298804403	0,0529669887482178	62,92		
	2098,700	4595,311	0,456704671349	0,624323944799384					60,32		
Obsah kyseliny benzoové											
množství	Aktylnbenzamid	Aktylnbenzamid	Aktylnbenzamid	Aktylnbenzamid	Obsah x	Obsah x	Obsah x	Obsah x	Obsah x	Obsah x	Obsah x
[g]	[mV.s]	[mV.s]	[mV.s]	[mV.s]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
[1] 0,0879	979,658	4378,181	0,2237591365	0,576595888889348	0,1024	0,0005191644696816	0,0005299348099	0,0365563898156966	41,59		
[2] 0,0878	846,204	4320,082	0,195876837523	0,507127140688533	0,0944	0,0005191644696816	0,0005263282393	0,0321520458400856	36,58		
	923,223	4184,642	0,220621740163	0,56877965616605		0,0004786047454877	0,000527222036	0,0332423535056511	37,86		
	1026,775	4595,311	0,223439719314	0,575800060667654		0,0004786047454877	0,0005275580641	0,0336363907938642	38,33		

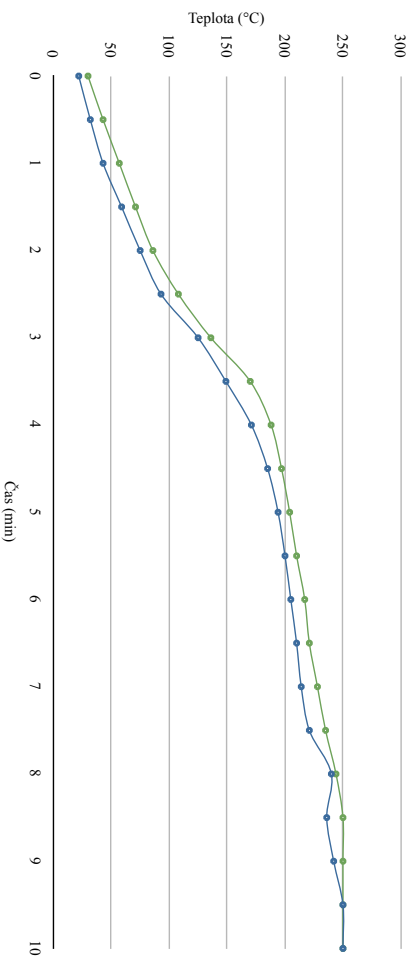
Příloha 8. d Syntéza N-oktylbenzamidů (bez kat.)

III

Čas [min]	Teplota [°C]
0	22
0,5	32
1	43
1,5	59
2	75
2,5	93
3	125
3,5	149
4	171
4,5	185
5	194
5,5	200
6	205
6,5	210
7	214
7,5	221
8	240
8,5	236
9	242
9,5	250
10	250

Syntéza N-oktylbenzamidů
 Kyselina benzoová 0,03 mol
 Oktylamín 0,03 mol
 Katalyzátor -

Graf závislosti teploty na času zahřívání



II

Čas [min]	Teplota [°C]
0	30
0,5	43
1	57
1,5	71
2	86
2,5	108
3	136
3,5	170
4	188
4,5	197
5	204
5,5	210
6	217
6,5	221
7	228
7,5	235
8	244
8,5	250
9	250
9,5	250
10	250

Obsah N-oktylbenzamidů

Množství [g]	Ano-benzamid [mV.s]	Ano-benzamid [mV.s]	Ano-benzamid/Ano-benzamid osn x	Mn-benzamid/ Mn-benzamid	Mn-benzamid [g]	Mn-benzamid/ Mn-benzamid osn x	Mn-benzamid [mol]	Mn-benzamid/ Mn-benzamid y ^{Mn}	Mn-benzamid [mol]	Mn-benzamid [g]	Mn-benzamid/ Mn-benzamid	Čistota-benzamid [%]
[1] 0,1097	5180,735	5510,49	0,940158679174	0,81515427301981	0,1024	0,0005191644696816	0,000423199136	0,09875318354646	0,09875318354646	90,02	0,00858573505528202	5,34
[2] 0,1166	3172,67	3371,035	0,941156054446	0,81602338584407	0,0961	0,0005191644696816	0,000423650348	0,098588808789726	0,098588808789726	90,12	0,004926777203767	4,49
	4604,087	4353,532	1,05752120899	0,9117450918151055		0,0004872236868789	0,000447003819	0,10436341133785	0,10436341133785	89,46	0,00627539187986593	5,38
	1248,918	1180,699	1,05778485457	0,917648172226291		0,0004872236868789	0,0004470999256	0,104339767669107	0,104339767669107	89,48	0,00324942445558023	2,79

Obsah kyseliny benzoové

Množství [g]	Absolutní benzoová [mV.s]	Absolutní benzoová [mV.s]	Absolutní benzoová/ Absolutní benzoová osn x	Mn-benzamid/ Mn-benzamid y = 2,4915x - 0,0191	Mn-benzamid [g]	Mn-benzamid/ Mn-benzamid	Mn-benzamid [mol]	Mn-benzamid/ Mn-benzamid y ^{Mn}	Mn-benzamid [mol]	Mn-benzamid [g]	Mn-benzamid/ Mn-benzamid	Čistota-benzová [%]
[1] 0,1097	162,033	5510,49	0,029404463124	0,0923612198733688	0,1024	0,0005191644696816	0,000423199136	0,09875318354646	0,09875318354646	90,02	0,00858573505528202	5,34
[2] 0,1166	79,299	3371,035	0,023523635916	0,0777091388846452	0,0961	0,0005191644696816	0,000423650348	0,098588808789726	0,098588808789726	89,46	0,004926777203767	4,49
	147,451	4353,532	0,03466543835	0,105469202465151		0,0004872236868789	0,000447003819	0,10436341133785	0,10436341133785	89,46	0,00627539187986593	5,38
	16,829	1180,699	0,014253421067	0,03546123985876163		0,0004872236868789	0,0004470999256	0,104339767669107	0,104339767669107	89,48	0,00324942445558023	2,79

Příloha 8. e Syntéza N-oktylbenzamidů (kat. montmorillonit KSF)

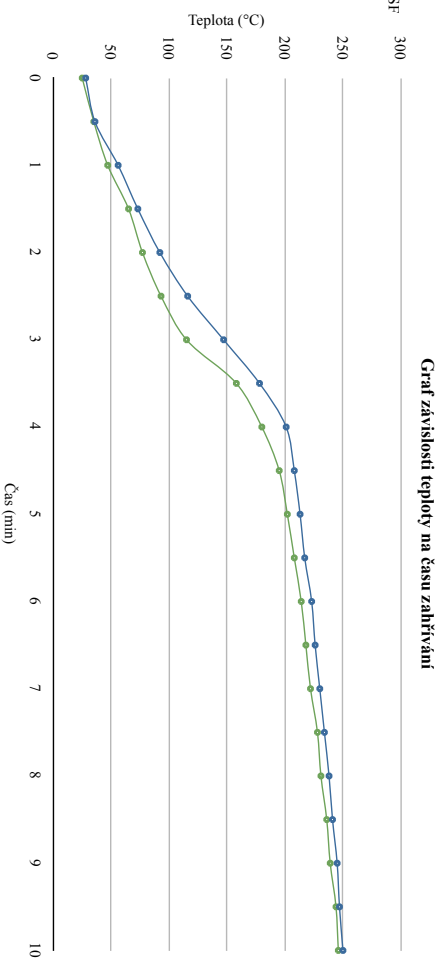
III

Čas [min]	Teplota [°C]
0	28
0,5	56
1	56
1,5	73
2	92
2,5	116
3	147
3,5	178
4	201
4,5	208
5	213
5,5	217
6	223
6,5	226
7	230
7,5	234
8	238
8,5	241
9	245
9,5	247
10	250

II

Čas [min]	Teplota [°C]
0	25
0,5	35
1	47
1,5	65
2	77
2,5	93
3	115
3,5	158
4	180
4,5	195
5	202
5,5	208
6	214
6,5	218
7	222
7,5	228
8	231
8,5	236
9	239
9,5	244
10	246

Syntéza N-oktylbenzamidů
 Kyselina benzoová 0,03 mol
 Oktylamín 0,03 mol
 Katalyzátor Montmorillonit KSF



Obsah N-oktylbenzamidů

Množství [g]	Analýza benzoátů [mV.s]	Analýza amidiů [mV.s]	Analýza benzoátů/ amidiů [mV.s]	Analýza benzoátů/ amidiů [mV.s]	Analýza benzoátů/ amidiů [mV.s]	Analýza benzoátů/ amidiů [mV.s]	Množství benzoátů [g]	Množství amidiů [g]	Množství benzoátů/ amidiů [mol]	Množství benzoátů/ amidiů [mol]	Množství benzoátů/ amidiů [mol]	Množství benzoátů/ amidiů [mol]	Množství benzoátů/ amidiů [g]	Čistota benzoátů [%]
[1] 0,1137	5077,044	4940,445	1,072649128773	0,8913945430812629	0,83134141340991	0,83134141340991	0,1015	0,0005146015007098	0,0004587123408	0,10724650292706	0,10724650292706	0,10724650292706	0,10724650292706	94,14
[2] 0,1173	2894,792	2811,442	1,029646707988	0,933030519888412	0,922966871065066	0,922966871065066	0,0985	0,0004993916041371	0,000460921906	0,10872885476929	0,10872885476929	0,10872885476929	0,10872885476929	92,69

Obsah kyseliny benzoové

Množství [g]	Analýza benzoátů [mV.s]	Analýza amidiů [mV.s]	Analýza benzoátů/ amidiů [mV.s]	Analýza benzoátů/ amidiů [mV.s]	Analýza benzoátů/ amidiů [mV.s]	Analýza benzoátů/ amidiů [mV.s]	Množství benzoátů [g]	Množství amidiů [g]	Množství benzoátů/ amidiů [mol]	Množství benzoátů/ amidiů [mol]	Množství benzoátů/ amidiů [mol]	Množství benzoátů/ amidiů [mol]	Množství benzoátů/ amidiů [g]	Čistota benzoátů [%]
[1] 0,1137	80,769	4940,445	0,016348527309	0,0589832357898125	0,03574141340991	0,03574141340991	0,1015	0,0005146015007098	0,0004587123408	0,10724650292706	0,10724650292706	0,10724650292706	0,10724650292706	3,31
[2] 0,1173	44,224 77,917 50,147	2811,442 4018,03 3480,818	0,015730006168 0,0674147253787859 0,014406671076	0,0582913103667086 0,253787859 0,0549942209848375	0,03574141340991 0,03574141340991 0,03574141340991	0,03574141340991 0,03574141340991 0,03574141340991	0,0985	0,0004993916041371	0,000460921906	0,10872885476929	0,10872885476929	0,10872885476929	0,10872885476929	3,22

