

Сведения о ходе выполнения проекта

«Разработка методов синтеза глиоксалевой кислоты и ванилина на её основе как основных компонентов для производства ряда фармацевтических препаратов и ценных химических продуктов»

Руководитель проекта д-р хим. наук Полещук О.Х.

В ходе выполнения проекта по Соглашению о предоставлении субсидии от 26 сентября 2017 г. № 14.575.21.0170 с Минобрнауки России в рамках ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014-2020 годы» на этапе № 2 в период с 01.01.2018 г. по 31.12.2018 г. выполнены следующие работы:

1. Разработана методика получения лабораторных образцов продуктов окисления глиоксаля.
2. Проведен синтез лабораторных образцов глиоксалевой кислоты методом окисления глиоксаля в растворе, в том числе с использованием микроволнового воздействия.
3. Разработана программа исследования процесса окисления глиоксаля с помощью квантово-химических расчетов и экспериментальных данных.
4. Проведено исследование процесса окисления глиоксаля с помощью квантово-химических расчетов и экспериментальных данных.
5. Разработана методика синтеза ванилилминдальной кислоты в растворе в реакторах периодического действия конденсацией гваякола и глиоксалевой кислоты в щелочной среде.
6. Проведен синтез ванилилминдальной кислоты в растворе в реакторах периодического действия конденсацией гваякола и глиоксалевой кислоты в щелочной среде.
7. Проведено исследование и анализ состава продуктов окисления глиоксаля, выбор оптимального состава окисляющей смеси.
8. Разработана методика определения полноты выделения глиоксалевой кислоты из продуктов окисления глиоксаля.
9. Проведено исследование полноты выделения глиоксалевой кислоты из продуктов окисления глиоксаля.
10. Разработана методика концентрирования разбавленных водных растворов глиоксалевой кислоты.
11. Проведен синтез экспериментальных образцов концентрированных растворов глиоксалевой кислоты по разработанной методике.
12. Разработана методика окисления ванилилминдальной кислоты в растворе с целью получения ванилина.
13. Проведен синтез ванилина путем каталитического окисления ванилилминдальной кислоты в растворе.
14. Разработана методика наиболее полного выделения глиоксалевой кислоты в виде осадков её солей.

15. Проведены исследования по выделению глиоксалевой кислоты в виде её осадков солей и определение полноты их выделения.
16. Разработана методика получения кристаллической глиоксалевой кислоты из её концентрированного водного раствора.
17. Проведены эксперименты по получению кристаллической глиоксалевой кислоты из её концентрированного водного раствора.
18. Разработаны методики анализа полупродуктов синтеза глиоксалевой кислоты.
19. Проведено исследование состава и идентификация полупродуктов синтеза глиоксалевой кислоты.
20. Разработана методика переработки осадков солей в разбавленные растворы глиоксалевой кислоты.
21. Апробированы методики переработки осадков солей глиоксалевой кислоты, полученных в процессе окисления глиоксаля, в её разбавленные растворы.
22. Разработана программа проведения исследований лабораторных образцов раствора и кристаллической глиоксалевой кислоты.
23. Проведено испытание полученных лабораторных образцов раствора и кристаллической глиоксалевой кислоты.
24. Разработана программа исследования и анализа состава продуктов окисления глиоксаля, выбора оптимального состава окисляющей смеси.
25. Разработаны варианты принципиальных технологических схем промышленно реализуемых процессов синтеза глиоксалевой кислоты и ванилина.
26. Разработана предварительная ТЭО процесса синтеза глиоксалевой кислоты и ванилина. Проведен выбор технологического решения по синтезу глиоксалевой кислоты и ванилина с положительной экономической составляющей процесса. Выполнена детализация принципиальной технологической схемы.
27. Разработаны рекомендации по совершенствованию процесса синтеза экспериментальных образцов концентрированных растворов глиоксалевой кислоты.
28. Разработаны рекомендации по совершенствованию процесса синтеза экспериментальных образцов кристаллической глиоксалевой кислоты в форме её моногидрата.

Основные результаты проекта:

В рамках выполнения работ второго этапа была разработана лабораторная методика синтеза глиоксалевой кислоты, включающая эффективный способ выделения кислоты из продуктов окисления глиоксаля в виде магниевой соли, её перевод в кальциевую соль, которую затем обрабатывают раствором плавиковой кислоты и концентрируют для получения 50 %-ного водного раствора целевого продукта. Кроме того, процесс окисления глиоксаля был исследован квантово-химическим методом и в условиях реальных экспериментов (УФ-спектроскопия). Были рассчитаны кинетические параметры реакции при различных соотношениях исходных реагентов. В совокупности, проведенные исследования позволили получить глиоксалевую кислоту с выходом около 80 % и чистотой не менее 98 %. Также были подобраны

условия кристаллизации глиоксалевой кислоты, что позволило получить ещё одну товарную форму кислоты – её кристаллический моногидрат.

Разработана методика получения ванилилминдальной кислоты конденсацией гваякола и глиоксалевой кислоты в щелочной среде. С использованием экспериментальных образцов ванилилминдальной кислоты разработана методика её окислительного декарбоксилирования с целью получения ванилина.

Для всех стадий синтезов глиоксалевой кислоты и ванилина разработаны методики аналитического контроля целевых и побочных продуктов, в том числе совместно с индустриальным партнером.

В рамках работ индустриального партнера разработаны варианты принципиальных технологических схем промышленно реализуемых процессов синтеза глиоксалевой кислоты и ванилина. Проведена предварительная ТЭО процесса синтеза глиоксалевой кислоты и ванилина. Проведен выбор технологического решения по синтезу глиоксалевой кислоты и ванилина с положительной экономической составляющей процесса. Выполнена детализация принципиальной технологической схемы. Подготовлены рекомендации по совершенствованию технологических аспектов процессов получения водного раствора и кристаллической глиоксалевой кислоты.

Результаты работ второго этапа были представлены на всероссийских и международных конференциях, таких как: Всероссийская молодёжная школа-конференция «Актуальные проблемы органической химии» (п. Шерегеш, РФ), 19th Tetrahedron Symposium (г. Рива-дель-Гарда, Италия), XV Международная конференция студентов и молодых ученых «Перспективы развития фундаментальных наук» (г. Томск, РФ), V Всероссийская конференция с международным участием по органической химии (г. Владикавказ, РФ) с количеством участников более 100 человека. По результатам исследований и разработок было подано 3 заявки на РИД (2 патентные заявки и 1 ноу-хау) при 2-х запланированных. Подготовлено 2 публикации по результатам проекта в научных журналах Известия Академии наук. Серия химическая (переводная версия Russian Chemical Bulletin) и Journal of Physics: Conference Series, индексируемых в базах данных Scopus и "Сеть науки" (WEB of Science), обеспечивающих продвижение результатов проекта и расширение круга заинтересованных в использовании результатов организаций.

Работы, предусмотренные Техническим заданием и План-графиком, в отчётном периоде выполнены в полном объёме.