

МИКРОВОЛНОВОЕ ИЗЛУЧЕНИЕ В ОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ

Липеева А.В., к.х.н., ООО "ЛабПро Медиа"

ВАК 1.4.3
УДК 54.057

Микроволновой нагрев в органическом синтезе позволяет увеличить выход целевых продуктов и сократить количество стадий реакции. Особенно широко этот подход используется при поиске новых биологически активных компонентов на основе производных гетероциклических соединений. Эффект микроволновой активации основан на действии электрического поля микроволнового излучения (МВИ) на полярные молекулы, при котором возникающие диэлектрические потери реагентов в реакционной системе преобразуют энергию МВИ в тепловую. Равномерный нагрев реакционной смеси в этом случае значительно снижает время реакции, увеличивает конверсию исходных соединений без разложения и приводит к целевым продуктам с более высокими выходами по сравнению с традиционными способами органического синтеза. Определяющая роль в этом процессе принадлежит выбору микроволнового реактора.

Гетероциклические соединения служат основой для получения множества фармакологически ценных агентов с антимикробной, противовирусной, противовоспалительной и противоопухолевой активностью [1-4]. Наибольшей биологической активностью обладают N, O и S-содержащие гетероциклы, они присутствуют во многих природных соединениях и широко распространены в природе. Традиционные методы синтеза производных этих соединений включают много стадий и отличаются высокой сложностью, часто требуют использования дорогостоящих катализаторов на основе палладия, никеля или золота, инертной атмосферы, трудоемкой очистки полученных соединений. Выходы продуктов также не всегда высоки: из-за частичного разложения продукта при длительном времени проведения реакции или вследствие потерь при выделении.

В последнее время в синтетической практике активно применяется МВИ [5-8]. Его использование упрощает синтетическую процедуру, сокращает количество стадий, увеличивает выход и упрощает выделение продуктов.

Достигнута высокая эффективность при синтезе гетероциклических соединений, в частности спирогетероциклов и полимакроциклических производных и в процессе извлечения фармакологически активных метаболитов из природного сырья [9, 10].

МЕХАНИЗМ ДЕЙСТВИЯ МИКРОВОЛН

Микроволны являются формой электромагнитного излучения с диапазоном частот от 300 МГц до 300 ГГц, что соответствует длинам волн от 1 м до 1 мм. Они находятся между радиоволнами и световыми волнами (рис.1).

Механизм преобразования микроволновой энергии в целом можно разделить на два основных процесса: диэлектрические и магнитные потери. Диэлектрические потери связаны с преобразованием электромагнитной энергии в тепло в переменном электрическом поле, в то время как магнитные потери относятся к явлению, при котором работа, совершаемая магнитными материалами при намагничивании или размагничивании, преобразуется в тепловую энергию (рис.2) [11].

Под действием постоянного электрического поля диполи внутри образца (полярные молекулы, интермедиаты) выстраиваются вдоль направления поля, но при переходе к высокочастотному электромагнитному полю, напряженность электрического поля меняется и диполи также меняют свое направление и перестраиваются. При движении диполей возникает трение и диэлектрические

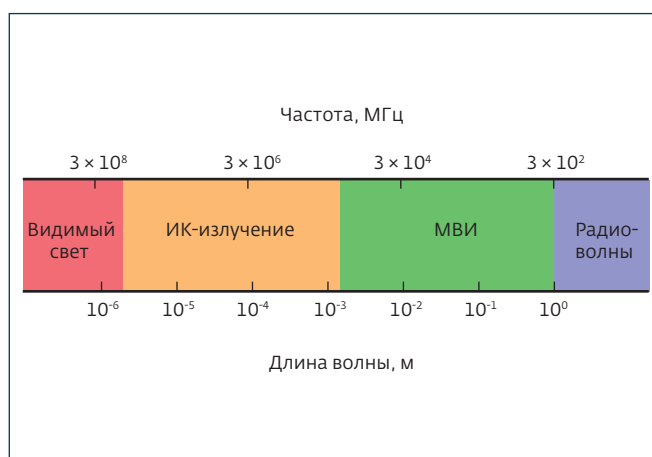


Рис.1. Положение МВИ в спектре электромагнитных колебаний

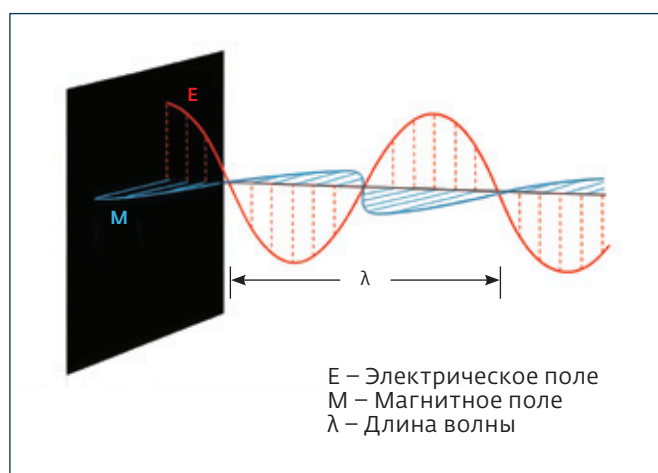


Рис.2. Общая схема микроволновой энергии

потери, которые преобразуются в тепловую энергию и способствуют быстрому нагреву образца [12-14].

Неравномерность нагрева традиционными методами вызвана теплопередачей через среду. Например, в масляной бане сначала нагреваются стенки реакционного сосуда, затем реагенты в слое, граничащем со стенками, и только после этого реакционная смесь в глубине, что приводит к значительному градиенту температуры (см. рис.2) [15].

При проведении МВ-реакций используют непоглощающий излучение сосуд (стекло), и МВИ воздействует непосредственно на сами реагенты, без необходимости теплопередачи через среду, что приводит к быстрому и равномерному по объему нагреву реакционной среды и существенному увеличению скорости реакции [16].

Сравнение традиционного и микроволнового нагрева реакционной смеси показало, что желаемая температура достигается за время t_1 (микроволновой нагрев), тогда как традиционным методом нагрева требуется время t_2 для достижения той же температуры, что и при t_1 , при этом t_1 намного меньше t_2 .

Скорость роста температуры среды для традиционного и микроволнового нагрева показаны на графике (рис.3). Для микроволнового нагрева характерен крутой подъем и быстрый выход на требуемую температуру, для традиционного – медленный рост, что приводит к неравномерному распределению температуры по объему.

Для растворов микроволновой нагрев позволяет проводить синтезы при повышенном давлении за счет создания температур намного выше температуры кипения растворителя. Иногда реакции ведут при непосредственном смешении реагентов в сухом виде вследствие плохой растворимости.

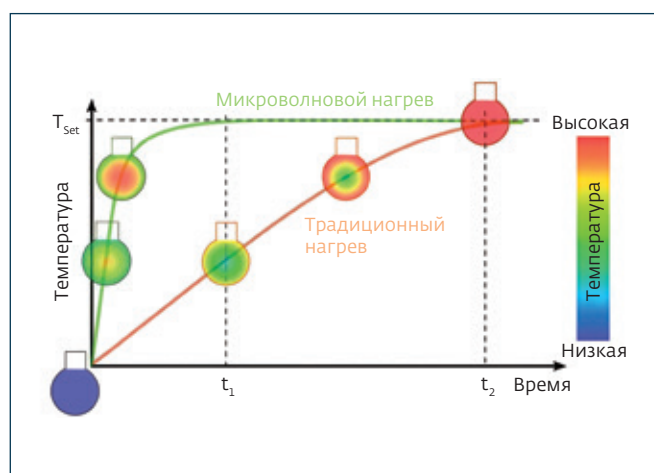


Рис.3. График зависимости между временем и температурой в реакционных сосудах с обычным и микроволновым нагревом, а также распределение температуры в реакционной смеси

Помимо синтеза новых производных, МВИ-системы применяются для экстракции низкомолекулярных соединений из природных растительных объектов как в индивидуальном состоянии, так и в виде композиций (например, эфирные масла), а также выделению высокомолекулярных биополимеров (целлюлоза, лигнин).

МИКРОВОЛНОВАЯ ЭКСТРАКЦИЯ

Первым шагом в процессе получения фармакологически ценных объектов из доступного растительного сырья для дальнейшего изучения либо модификаций всегда является выделение, обычно это экстракция, чаще всего используются мацерация и перколяция водой либо подходящим растворителем. Недостатки этих методов – длительное время экстракции, использование токсичных растворителей и низкие выходы целевых соединений [17, 18].

По сравнению с традиционными методами экстракции, МВЭ использует меньшие количества растворителей и позволяет повысить выходы и воспроизводимость [19]. Сравнительные эксперименты показали, что МВЭ была эффективнее экстракции с помощью аппарата Сокслета на примере полярных полифенолов. При низком энергопотреблении время МВЭ было значительно короче (15 с) по сравнению с Сокслетом (480 мин), расход растворителя при МВЭ также уменьшился примерно на 50%. [20].

МВЭ подходит для любого типа растительного сырья, позволяет выделять метаболиты различных классов: эфирные масла, флавоноиды, терпены, фенольные соединения, алкалоиды и глюкозиды [21-23].

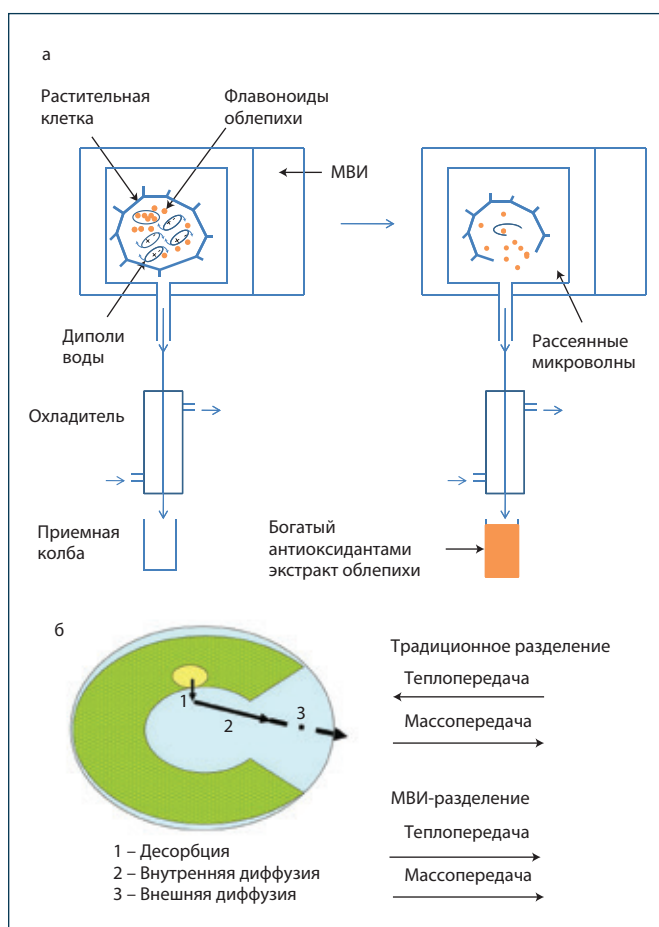


Рис.4. Механизм извлечения антиоксидантов из свежих пищевых продуктов с использованием микроволн (а), основные различия в механизмах тепло- и массопереноса при микроволновом и традиционном разделении (б)

В настоящее время используют два основных метода проведения МВЭ.

Первый метод предполагает контролируемые температуру и давление в герметичном контейнере. Второй метод – экстракция при кипении растворителя в открытом контейнере. В обоих случаях растительный образец подвергается диэлектрическому нагреву под действием электромагнитного излучения с частотой от 300 МГц до 300 ГГц, вызванного сопротивлением трения потоков ионов и непрерывным вращением диполя. Оба явления приводят к увеличению тепловой энергии, внутренняя температура растительного материала повышается, происходит перегрев, который приводит к разрыву плазматических мембран и клеточных стенок, позволяя в полном объеме извлечь целевые компоненты (рис.4) [24].

Еще одним преимуществом МВЭ является возможность полной автоматизации для непрерывного выделения метаболитов растительного сырья, что актуально

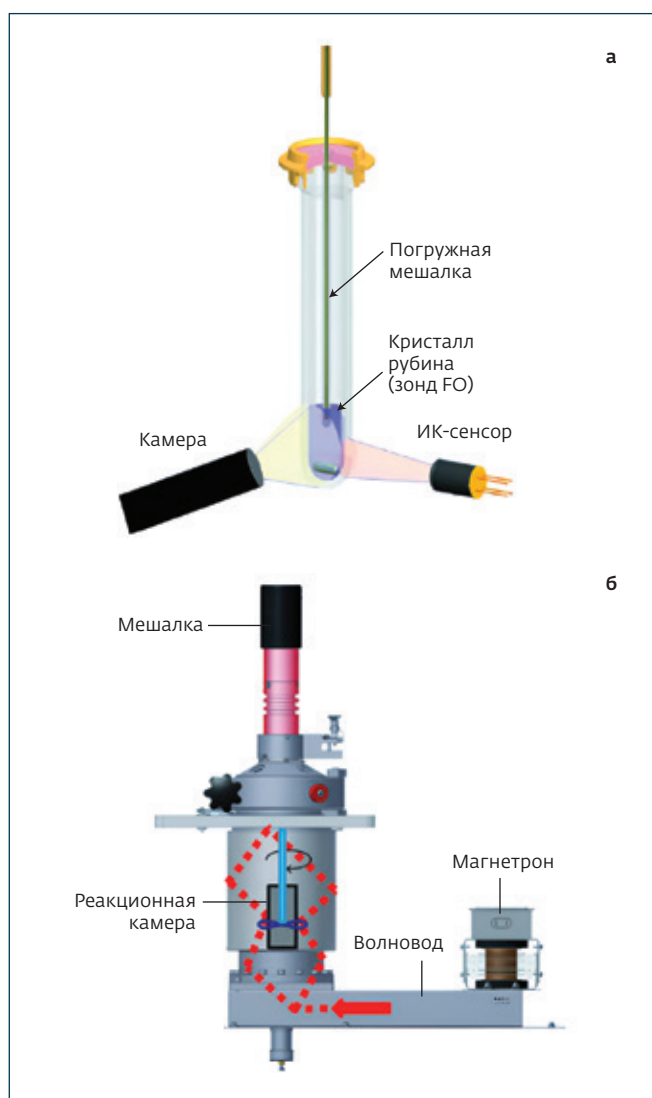


Рис.5. Схемы микроволновых реакторов: одномодового (а), многомодового (б)

для наработки фармакологически активных соединений [25].

УСТРОЙСТВО МИКРОВОЛНОВЫХ РЕАКТОРОВ

Стандартные микроволновые реакторы работают на частоте около 2,45 ГГц и обычно подразделяется на две категории: одномодовые (или мономодовые) и многомодовые [26].

В одномодовом аппарате реализуется стоячая волна, которая формируется специальной геометрией реакционной камеры и СВЧ-волновода, при которой реакционное пространство находится в интерференционном максимуме.

Электромагнитное излучение направляется через специальный прямоугольный или круглый волновод

на реакционный сосуд, установленный на фиксированном расстоянии от магнетрона [27]. Мономодовые реакторы специально разработаны для синтеза в малых масштабах, применяемого в научно-исследовательских лабораториях, и могут работать в условиях герметичных сосудов (объемы от 0,2 до 50 мл при температуре до 250 °С и давлении 20 бар) или в условиях открытого сосуда с обратным холодильником (объемы около 150 мл). В настоящее время они применяются в основном в реакциях без растворителей, разработке новых лекарственных препаратов и оптимизации методов (рис.5) [28].

Важнейшим преимуществом одномодовых аппаратов перед многомодовыми является высокая равномерность нагрева всей реакционной массы, но поскольку это достигается для определенной геометрии камеры, одновременно можно использовать только один сосуд.

Подвод сфокусированного излучения в мономодовом реакторе через волновод к основанию реакционного сосуда имеет наименьшие потери энергии, поэтому при меньшей мощности излучения в мономодовой системе выход конечного продукта выше, чем в мультимодовой.

Изначально мономодовые микроволновые реакторы были способны работать только с малыми количествами веществ (0,2–10 мл) и использовались для исследовательских целей. Однако сейчас разработаны проточные мономодовые реакторы, которые пригодны как для исследований, так и для масштабирования и наработки больших количеств вещества.

Многомодовые аппараты концептуально являются прямым развитием бытовых СВЧ-печей. Микроволны попадают в реакционное пространство (около 40 л) с относительно низкой плотностью поля и хаотично распределяются по нему, отражаясь от стенок и реагентов. В этом случае рассеивание излучения выше и плотность энергии поля меньше, чем у мономодовых аналогов, но эффективный нагреваемый объем – больше [29].

В результате многомодовый реактор может одновременно нагревать несколько образцов и, таким образом, является более предпочтительным для промышленного масштабирования процессов или для проведения скрининга условий реакции: запуская параллельные испытания и выбирая наилучший растворитель, катализатор и соотношение реагентов [30].

Для большей однородности распределения температуры и концентрации реагентов в реакционной массе реакторы оснащены мешалкой или используют реакционные площадки с поворотным столом. Некоторые модели содержат двойной магнетронный блок и оснащены вращающимся диффузором пирамидальной формы.

На текущий момент профессиональные микроволновые реакторы позволяют работать в широком диапазоне

температур (до 1500 °С) и давлений (до 200 бар) и имеет несколько входов для подачи газообразных реагентов.

СИСТЕМЫ МИКРОВОЛНОВОГО СИНТЕЗА ОТ XIANGHU TECHNOLOGIES

Компания Beijing Xianghu Science and Technology Development Co., Ltd (Beijing Xianghu Technology или Beijing Xianghu) – высокотехнологичное предприятие, расположенное в научно-технологическом парке Чжунгуаньцунь района Хайдянь города Пекин, Китай. С момента основания в 2002 году компания специализируется на исследованиях и разработках приборов и лабораторного оборудования для микроволновой химии.

В конце 2015 года компания Beijing Xianghu получила первую премию Китайской ассоциации содействия сотрудничеству между промышленностью, университетами и научными исследованиями, имеет большое количество патентов и права на регистрацию собственного программного обеспечения. Компания выпускает серии комбинированных приборов для проведения химических реакций в условиях МВИ, ультразвука и ультрафиолета, а также оборудование для проведения МВЭ.

Ниже будут рассмотрены некоторые модели одномодовых и многомодовых реакторов XiangHu Technologies, а также многофункциональные системы.

ОДНОМОДОВЫЙ МВ-РЕАКТОР ХН-EP20 UNICORN

Unicorn – одномодовый микроволновый синтезатор с цилиндрическим резонатором объемом 500 мл, прямоугольный волновод расположен снизу для удобства загрузки реакционного сосуда. Реактор обеспечивает проведение реакций с эффективным и равномерным нагревом реакционной среды и точным контролем параметров процесса (температура, давление, время, мощность). Он особенно подходит для синтеза сложных гетероциклических систем, скрининга лекарственных препаратов и синтеза чистых наноматериалов заданной морфологии (рис.6).

С ХН-EP20 Unicorn можно проводить синтезы в интервале температур от 60–350 °С и давлении 0–5 МПа. Операционная система реактора позволяет использовать стандартные синтетические протоколы для основных типов реакций либо разрабатывать новые. При многостадийных последовательностях возможно программирование до 20 синтетических стадий при непрерывном проведении реакции либо с возможностью остановки процесса для охлаждения реакционной смеси, отбора пробы, добавления необходимых реагентов и возобновления синтетической последовательности. Благо-



Рис.6. Одномодовый реактор для микроволнового синтеза XH-EP20 Unicorn

даря уникальной системе двойного измерения и контроля параметров ведется непрерывный мониторинг реакционной системы, включая мощность, температуру, давление, скорость перемешивания, время с отображением информации в виде графиков на встроенном дисплее (рис.7, табл.1). Для поддержания заданного пользователем режима система автоматически корректирует подаваемую мощность.

Встроенная электромагнитная мешалка с программированием скорости перемешивания позволяет вести более интенсивное перемешивание в начале реакционного процесса и автоматически уменьшать скорость при достижении необходимых параметров. Как дополнительный модуль для перемешивания вязких сред или больших объемов реакционной смеси предусмотрено подключение вертикальной лопастной мешалки.



Рис.7. Дисплей XH-EP20 Unicorn с программируемыми режимами

Табл.1. Основные технические характеристики синтезатора XH-EP20 Unicorn

Характеристика	Параметры
Резервуары для растворителя, мл	0,5, 5,10, 30,100
Частота микроволн, МГц	2450
Входная мощность реактора, Вт	1500
Выходная мощность реактора, Вт	900
Объем микроволновой резонансной полости, мл	500
Система контроля температуры	
Диапазон регулирования рабочей температуры, °С	60–350
Точность регулирования температуры, °С	±1
Система контроля давления	
Максимальное рабочее давление, МПа	5
Диапазон измерения давления, МПа	0–10
Точность измерения давления, МПа	0,01
Время отклика, мс	7
Система перемешивания и охлаждения	
Магнитное перемешивание с фиксированным положением, об/мин	1400
Дополнительное механическое перемешивание	опционально
Система охлаждения	Воздушное вихревое охлаждение (стандартно) + компрессор (опционально)

ЛАБОРАТОРНОЕ И УЧЕБНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ



ПРОИЗВОДСТВО И ПОСТАВКИ

ГОТОВЫЕ
РЕШЕНИЯ
Крисмас®



Система менеджмента качества предприятия
сертифицирована на соответствие требованиям
международного стандарта ISO 9001

christmas-plus.ru



Оборудование:

для газового анализа,
анализа воды (в том числе в котельных),
почвы, нефти и нефтепродуктов,
санитарно-пищевого контроля.

Лаборатории:

химического контроля и разведки,
судовые.

Лабораторное оборудование и приборы

Мебель:

лабораторная и кабинетная.

Нормативно-методические и справочные документы

Комплексное оснащение производственных и научных лабораторий

30-летний опыт оснащения
и проектирования лабораторий.



Отдел продаж ГК «Крисмас»:
191119 Санкт-Петербург, ул. К. Заслонова, д. 6
(812) 575-54-07; 575-55-43
8 (800) 302-92-25 (звонок по России бесплатный)
info@christmas-plus.ru

Эксклюзивный дилер в Москве:
127247 г. Москва,
Дмитровское шоссе, д. 96, корп. 2
n-chernyh@christmas-plus.ru
ecologlab.ru

ЛАБОРАТОРНОЕ И УЧЕБНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ



ПРОИЗВОДСТВО И ПОСТАВКИ

**ОТЕЧЕСТВЕННОЕ
ЭКОНОМИЧНОЕ
ОБОРУДОВАНИЕ
ОТ ПРОИЗВОДИТЕЛЯ
ДЛЯ ЭКСПРЕСС-
АНАЛИЗА КАЧЕСТВА
ВОЗДУШНОЙ
И ГАЗОВОЙ СРЕДЫ**

Крисмас

**ГОТОВЫЕ
РЕШЕНИЯ**



Система менеджмента качества предприятия
сертифицирована на соответствие требованиям
международного стандарта ISO 9001

Поставляем более **1000** наименований
индикаторных трубок

christmas-plus.ru

Индикаторные трубки производства ЗАО «Крисмас+»:

Сределяемый компонент	Диапазон измеряемой концентрации, мг/м³	Сределяемый компонент	Диапазон измеряемой концентрации, мг/м³
Аммиак	0,2-5,0	Озон	0,05-1,0 1,0-15,0
Аммиак	2-10	Оксид азота	1-10 5-50
Аммиак	10-100	Оксид азота	1-10 5-250
Аммиак	10-100	Пропанол, изопропанол	5-200
Аммиак	100-1000	Пропанол, изопропанол	5-300
Аммиак	10-100	Сероводород	0,2-5,0 0,5-20
Аммиак	100-2000	Сероводород	0,5-10 10-200
Ацетальдегид	1-50	Сероводород	2-30 10-120
Ацетальдегид	1-30	Сероводород	0,5-10 10-120
Ацетальдегид	5-100	Сероводород	10-100 100-1000
Ацетальдегид	100-2000	Сероводород	10-100 100-2000
Ацетилен	50-1200	Сумма оксидов азота (в пересчёте на диоксид азота)	1-10 5-50
Ацетилен	200-5000	Сумма оксидов азота (в пересчёте на диоксид азота)	1-10 10-250
Ацетон	100-1000	Стирол	5-200 200-3000
Ацетон	200-10000	Толуол	5-100 100-2000
Бензин (по гексану)	50-200	Толуол	20-200 200-2000
Бензин (по гексану)	200-4000	Трихлорэтилен	2-30 5-150
Бензин (по гексану)	100-500	Уайт-спирит2)	50-500 100-4000
Бензин (по гексану)	500-6000	Углеводороды нефти (в пересчёте на гексан) 2)3)	50-200 200-4000
Бензол	2-30	Углеводороды нефти (в пересчёте на гексан) 2)3)	50-200 200-4000
Бензол	5-200	Уксусная кислота	2-20 20-300
Бензол	100-1500	Уксусная кислота	2-50 50-2000
Бром	0,25-10	Фенол	0,3-30
Бром	0,5-10	Фенол	2-50 50-300
Бутанол, изобутанол	5-200	Формальдегид	0,2-5,0 1-10 10-100
Бутанол, изобутанол	5-300	Формальдегид	0,2-5,0 0,5-20,0
Генсан	10-120	Фтористый водород	2-20 20-500
Генсан	10-100	Хлор	0,5-10 10-200
Генсан	50-300	Хлористый водород	0,3-0,6 5-60
Диоксид азота	1-10 5-50	Хлористый водород	1-10 10-150
Диоксид азота	1-10 10-250	Хлороформ	2-200
Диоксид азота	1-10 10-130	Этанол	200-5000
Диоксид азота	2-20 20-130		
Диоксид азота	2-20 10-190		
Диоксид азота	10-200 100-2500		
Диоксид углерода	0,03-0,1% (об.) 0,1-2,0% (об.)		
Диоксид углерода	0,2-10,0% (об.)		
Диоксид углерода	0,2-5,0 % (об.) 5,0-30,0 % (об.)		
Диоксид углерода (в пересчёте на декан)2)	200-6000		
Диэтиловый эфир	100-500 500-3000		
Керосин (в пересчёте на декан)2)	50-500 100-4000		
Ксилол	5-100 100-1500		
Ксилол	20-200 100-1500		
Метанол	2-50 10-300		
Метанол	20-1000		
Озон	0,05-0,5 0,2-3,0		

Внесены в Госреестр средств измерений РФ, Беларуси, Казахстана.

Российский
производитель



Мини-экспресс-лаборатория «Плёнка-Р»



Индикаторные трубки



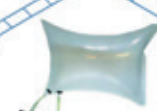
Насос-пробоотборник ручной НП-3М



Зонд пробоотборный модели ЗП-ГХХМ



Комплект галки для работы с индикаторными трубками в условиях пониженных температур



Емкость полистироловая газовая ЕПГ



Отдел продаж ГК «Крисмас»:
191119 Санкт-Петербург, ул. К. Заслонова, д. 6
(812) 575-54-07; 575-55-43
8 (800) 302-92-25 (звонок по России бесплатный)
info@christmas-plus.ru

Эксклюзивный дилер в Москве:
127247 г. Москва,
Дмитровское шоссе, д. 96, корп. 2
n-chernyh@christmas-plus.ru
ecologlab.ru





Рис.8. Подключение обратного холодильника и реакционные сосуды

Синтезатор оснащен кварцевыми реакционными сосудами различных форм объемами 0,5, 5, 10, 30, 100 мл с пробками с уплотнительным кольцом из политетрафторэтилена, которые способны выдерживать давление до 5 МПа (рис.8). Кроме того, возможно подключение обратного холодильника с водным или воздушным охлаждением (см.рис.8). Доступна индивидуальная модификация верхней крышки волновода реактора установкой с дополнительным входом и выходом для воды для создания второго контура охлаждения хладагента. Это позволяет вести контролируемый микроволновый нагрев на максимальной мощности и дополнительно настраивать параметры охлаждения реакционной смеси.

Для проведения реакции при повышенном давлении реакционный сосуд помещается в систему и закрывается герметичной металлической крышкой со встроенным датчиком, которая дополнительно фиксируется с двух сторон зажимами. Такая система гарантирует полную защиту пользователя от нештатных ситуаций (рис.9).

В зависимости от синтетических задач к ХН-EP20 Unicorn можно подключить специальные датчики

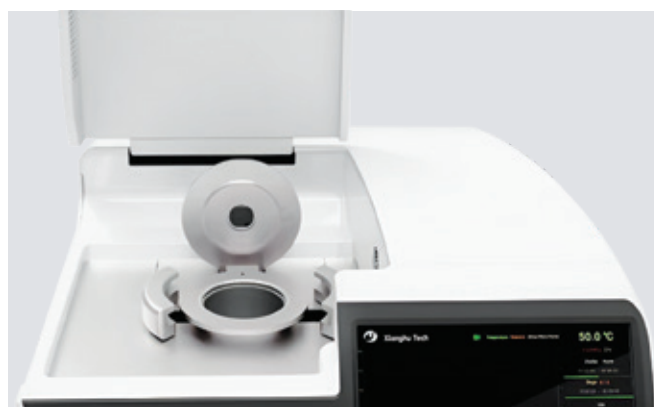


Рис.9. Двойная блокировка крышки реактора для синтезов при повышенном давлении

и модули. При проведении реакций без растворителя используется датчик с большим диапазоном для измерения температуры реагентов внутри реакционной смеси и специальный тигель для проведения твердофазных реакций. Дополнительный модуль дает возможность отрегулировать атмосферу перед началом реакции для проведения экспериментов по инъекции газа, откачке и газообмену. Модуль облучения позволяет вести синтез при заданной длине волны.

Базовая комплектация реактора ХН-EP20 Unicorn позволяет провести широкий круг разнообразных синтезов в исследовательских лабораториях. Широкие возможности для настройки параметров реакции под задачи исследования и их точное сохранение полностью решает проблему воспроизводимости методик и позволяет легко масштабировать синтез.

ОДНОМODOВАЯ МНОГОФУНКЦИОНАЛЬНАЯ МУФЕЛЬНАЯ ПЕЧЬ UNIFLAME ХН-EP30

Создание высоких температур за короткое время необходимо в процессах синтеза наночастиц, реакциях гидрирования, изучения явления термического удара или спекания частиц. Помимо сверхмощного нагревателя необходима теплоизоляция реакционной смеси, чтобы избежать потери тепла во внешнюю среду, и поддержание достигнутой температуры необходимое время. Многофункциональная муфельная печь Uniflame ХН-EP30 решает обе эти проблемы. За счет использования МВИ скорость нагрева печи составляет 100 °С в секунду (для макроскопических объектов, при переходе к микрочастицам скорость нагрева будет значительно выше), а максимальная температура до 1500 °С, поддерживать которую можно в течение 4 часов, позволяет проводить практически весь спектр высокотемпературных реакций (пиролиз, озоление, крекинг) (рис.10).

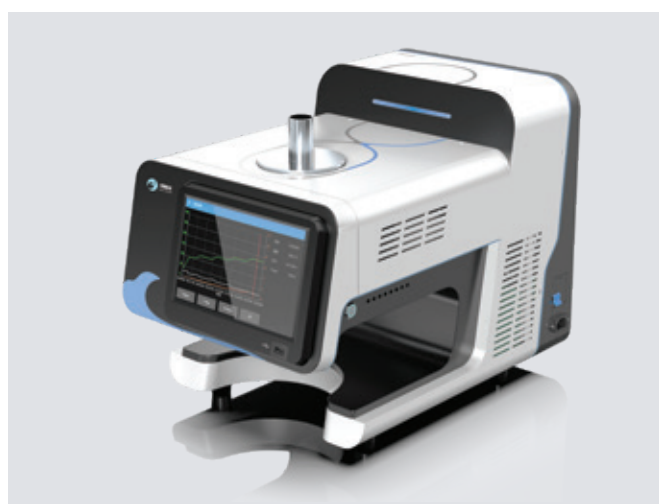


Рис.10. Одномодовая многофункциональная муфельная печь Uniflame XH-EP30 в вертикальном (сверху) и горизонтальном (снизу) положениях

Благодаря возможности изменения ориентации печь имеет 3 режима работы: микроволновая муфельная печь, микроволновая вакуумная трубчатая печь и микроволновая печь с неподвижным слоем, которые можно переключать по мере необходимости, проводя работы в том числе в инертных атмосферах. Стандартная комплектация системы – одномодовая микроволновая муфельная печь с камерой резонатора объемом 500 мл, другие режимы могут быть установлены опционально (табл.2).

Табл.2. Основные технические характеристики Uniflame XH-EP30

Характеристика	Параметры
Микроволновая система	
Частота микроволн, МГц	2450
Входная мощность реактора, Вт	1500
Выходная мощность реактора, Вт	900
Объем камеры резонатора, мл	500
Система контроля температуры	
Максимальная рабочая температура, °С	1600
Точность контроля температуры, °С	±1.5
Время отклика, мс	5
Максимальная скорость нагрева, °С/сек	100 (для материала, поглощающего МВ)
Режим муфельной печи	
Объем внутренней камеры загрузки, мм	30×50
Материал контейнера	кварц
Материал тигля	графит
Максимальная рабочая температура, °С	1400
Масса образца, г	0,1 – 40 (при вспомогательном нагреве спец.тигля или кварцевого контейнера – от 0,1 до 10)
Режим трубчатой печи	
Объем, мм	22×30
Материал	кварц
Максимальная рабочая температура, °С	1100
Масса образца,	0,1 – 10
Охлаждение	
Система охлаждения	водяное охлаждение

ЛАБОРАТОРИЯ И ПРОИЗВОДСТВО

Льготная подписка

До 31 декабря 2025 года

в издательстве открыта льготная годовая подписка на печатную версию журнала.

Стоимость – 6320 рублей за комплект.

Всем подписчикам журнала предоставляется 5% скидка на любые рекламные размещения.



О ЖУРНАЛЕ

ПЕРИОДИЧНОСТЬ: 6 номеров в год.

ТИРАЖ: 4500 экз.

ОБЪЕМ: 96 полос.

ГЛАВНАЯ ТЕМА: создание и исследование новых веществ и материалов – от фундаментальной науки до промышленных производств. Методы, решения, технологии, инструменты.

ГЛАВНЫЙ РЕДАКТОР: Алексей Константинович Буряк, член-корреспондент РАН, д.х.н., профессор, директор Института физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН.

КОНТАКТЫ

ЗАМ. ГЛАВНОГО РЕДАКТОРА: Наталья Василевич, к.х.н., nvasile2003@yahoo.com

НАУЧНЫЙ РЕДАКТОР: Алла Липеева, к.х.н., mond_05@list.ru

РЕКЛАМА, ПОДПИСКА: Ольга Шахнович, director@labpro-media.ru; rec-tech@mail.ru

ПОДПИСКА ПО КАТАЛОГАМ:

Каталог “Урал-Пресс”, подписной индекс: 013680.

ИЗДАНИЕ

ДЛЯ ПРОФЕССИОНАЛОВ

научное приборостроение, химия, материаловедение, науки о жизни





Рис.11. Отличительные особенности микроволнового гидротермального реактора XH-800SP Nanocube

Отличительной чертой Uniflame XH-EP30 является возможность проведения синтезов в режиме "плазма". Микроволновая плазма образуется при использовании МВИ для ионизации газов, в результате возникает плазменное состояние. Процесс включает в себя генерацию электромагнитных волн на микроволновых частотах (обычно 2,45 ГГц) для возбуждения молекул газа, что приводит к ионизации [31]. Такая плазма состоит из заряженных частиц, свободных электронов и нейтральных атомов, которые обладают высокой реакционной способностью и энергией. Благодаря специальным датчикам показатели плазмы поддаются точному контролю, что делает Uniflame XH-EP30 подходящим не только для отработки методик, но и для их быстрого внедрения в промышленность (модификация поверхностей, полупроводниковая промышленность, новые методы очистки воды).

МНОГОФУНКЦИОНАЛЬНЫЙ ГИДРОТЕРМАЛЬНЫЙ МИКРОВОЛНОВЫЙ СИНТЕЗАТОР XH-800SP NANOCUBE

Микроволновой гидротермальный реактор XH-800SP Nanocube представляет собой автоматизированную систему для проведения химических реакций в водных и неводных средах при контролируемых температуре,

давлением и МВ-нагреве, позволяющую параллельно синтезировать несколько образцов с возможностью масштабирования от лабораторных до пилотных объемов (рис.11).

Объем камеры резонатора составляет 45 л, она изготовлена из аустенитной, немагнитной нержавеющей стали, поверхность покрыта многослойным тефлоном с хорошей коррозионной стойкостью, высокой термостойкостью и отражающей способностью МВИ.

Использование многосекционного параллельного реактора с вращающимся в одном направлении диском и постоянной скоростью Nanocube XH-800SP позволяет проводить до 10 синтезов одновременно. Программируемая скорость вращения обеспечивает равномерный нагрев всех реакционных сосудов, а высокопрочная радиационно-непроницаемая крышка реактора снижает риск утечки МВИ и позволяет поддерживать заданную температуру, давление и мощность излучения. Nanocube XH-800SP оснащен автоматической функцией защиты при сбое системы контроля температуры и напряжения: прибор автоматически отключает МВИ и подает сигнал тревоги.

В стандартной комплектации реактор оснащен сосудами на 100, 250 и 500 мл и тремя независимыми микроволновыми гидротермальными отсеками для проведения синтезов согласно заданным методикам при экстремально высоких давлениях (до 6 МПа).

КОМБИНИРОВАННАЯ УЛЬТРАЗВУКОВАЯ МИКРОВОЛНОВАЯ УСТАНОВКА ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ XH-300PE MAGICUBE

XH-300PE Magicube – это комбинированный прибор, одновременно использующий электромагнитную энергию (МВИ) и механическую энергию (ультразвук, УЗ) в замкнутой реакционной системе высокого давления (рис.12).

Различные режимы УЗ (вибрация, диспергирование, кавитация, перемешивание) служат для лучшего распределения реагентов по объему и увеличения их растворимости. Благодаря дополнительному модулю реализована возможность применения как УФ, так и видимого спектра. XH-300PE Magicube решает разнообразные синтетические задачи – от тонкого органического синтеза до сложных каталитических превращений с участием металлов, давая целевые продукты высокой чистоты с практически количественными выходами (табл.3).

Для реактора также реализована возможность ведения параллельных синтезов в нескольких сосудах (рис.13). Перемешивание производится с помощью магнитной мешалки, как при работе с одним сосудом, так и при полной загрузке модуля (планетарное перемешивание).

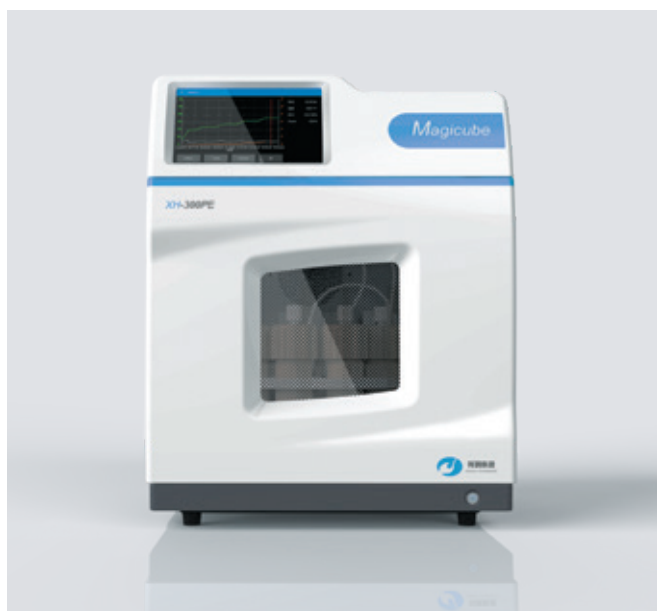


Рис.12. Комбинированная ультразвуковая микроволновая установка высокого давления XN-300PE Magicube

вание). Прибор совместим со стандартными колбами 50, 100, 250, 500, 1000 мл, что позволяет легко масштабировать синтезы при наработке целевых соединений.

Помимо синтетических задач XN-300PE Magicube подходит для экстракции даже труднорастворимых растительных объектов. УЗ способствует измельчению сырья и эффективному перемешиванию, ускоряющему выделение экстрагируемых веществ, а МВ-нагрев дополнительно увеличивает скорость экстракции, что в совокупности повышают степень извлечения соединений из образца до 90-95%.

Микроволновое разложение применяется в аналитической химии при пробоподготовке для анализов.



Рис.13. Для XN-300PE Magicube возможно проведение как одной, так и параллельных реакций

XN-300PE Magicube позволяет провести окисление, концентрирование, подготовку к определению форм нахождения элементов в смеси. Одинаковые условия для всех образцов повышают точность анализа и воспроизводимость результатов.

МВИ-системы компании XiangHu Technologies подходят для решения разнообразных синтетических задач. Высокая скорость и равномерность нагрева, контроль мощности для точности дозирования передаваемого тепла позволяют создать воспроизводимые и удобные протоколы синтеза широкого круга фармакологически ценных гетероциклических соединений, труднодоступных традиционными методами. Несмотря на создаваемые высокие температуры, синтезаторы отличаются компактными размерами, их легко разместить в любом лабораторном помещении. Возможность подключения дополнительных модулей и сочетание в одном приборе нескольких режимов работы, часто недостижимое при использовании традиционного оборудования, делает приборы компании XiangHu Technologies ценным

Табл.3. Основные характеристики эффектов XN-300PE Magicube

Описание	МВИ	УЗ	УФ
Основное действие	Равномерный нагрев реагентов изнутри	Режимы дисперсии, кавитации, интенсивного перемешивания	Фотовозбуждение реагентов
Область применения	Различные виды химических синтезов	Химические синтезы, экстракция, растворение	Различные каталитические процессы
Влияние на процесс	Быстрый контролируемый и селективный нагрев, быстрый отклик, отсутствие потерь во внешнюю среду	Короткое время, увеличение эффективности реакции	Возможность проведения УФ-катализируемых процессов

инструментом для исследовательских, аналитических лабораторий и даже небольших производств.

Официальным дистрибьютором компании XiangHu Technologies в России является компания ООО "ЭЛЕМЕНТ", которая создает современную и эффективную приборную базу различным исследовательским

и производственным компаниям. Недавно компания ООО "ЭЛЕМЕНТ" открыла демонстрационный зал, где все желающие могут познакомиться с работой оборудования, задать интересующие вопросы техническим специалистам компании и найти оптимальное инструментальное решение.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Henary M., Kananda C., Rotolo L.** et al. Benefits and applications of microwave-assisted synthesis of nitrogen containing heterocycles in medicinal chemistry // *RSC Ad.* 2020. Vol. 10. P. 14170.
2. **Taylor A.P., Robinson R.P., Fobian Y.M.** et al. Modern advances in heterocyclic chemistry in drug discovery // *Org. Biomol. Chem.* 2016. Vol. 14. P. 6611–6637.
3. **Tandon R., Singh I., Luxami V.** et al. Developments of in vitro evaluation of heterocyclic moieties on cancer cell lines // *Chem. Rec.* 2019. Vol. 19. P. 362.
4. **Garella D., Borretto E., Di Stilo A.** et al. Microwave-assisted synthesis of Nheterocycles in medicinal chemistry // *Med. Chem. Commun.* 2013. Vol. 4. P. 1323–1343.
5. **Gawande M.B., Shelke Sharad N., Zboril R., Varma R.S.** Microwave-assisted chemistry: synthetic applications for rapid assembly of nanomaterials and organics // *Acc. Chem. Res.* 2014. Vol. 47. P. 1338–1348.
6. **Feray A., Cigdem Y.** Clauson Kaas pyrrole synthesis catalyzed by acidic ionic liquid under microwave irradiation // *J. Chem.* 2013. P. 1–6.
7. **Mir N.A., Choudhary S.** Microwave assisted aminocatalyzed [3+2] annulation between α -iminonitriles and succinaldehyde: synthesis of pyrrole-3-methanols and related polycyclic ring systems // *RSC Ad.* 2016. Vol. 6. P. 39741–39749.
8. **Lee H., Yi Y., Jun C.** Copper(II)-promoted, one-pot conversion of 1-alkynes with anhydrides or primary amines to the respective 2,5-disubstituted furans or pyrroles under microwave irradiation conditions // *Adv. Synth. Catal.* 2015. Vol. 357. P. 3485–3490.
9. **Zhang X., Yang Z., Chen Z.** et al. Tandem copper-catalyzed propargylation/alkyne azacyclization/isomerization reaction under microwave irradiation: synthesis of fully substituted pyrroles // *J. Org. Chem.* 2016. Vol. 81. P. 1778–1785.
10. **Gao M., Zhao W., Zhao H.** An efficient and facile access to highly functionalized pyrrole derivatives // *Beilstein J. Org. Chem.* 2018. Vol. 14. P. 884–890.
11. **Sun J., Wang W., Yue Q.** Review on microwave-matter interaction fundamentals and efficient microwave-associated heating strategies // *Materials.* 2016. Vol. 9. P. 231.
12. **Du S.J., Liu S., Guan Lv H.** Electroactivate shape-memory polymer filled with nanocarbon particles and short carbon fibers // *Technol.* 2006. Vol. 21. P. 31–34.
13. **Ju Y., Liu R., Tan X.** et al. Mechanism for the elimination of pollutants from aqueous solutions adopting Ni_2O_4 ($r = \text{Fe, Cr and Al}$) with microwave energy // *Sep. Purif. Technol.* 2016. Vol. 170. P. 57–67.
14. **Kappe C.O.** Subtle microwave-induced overheating effects in an industrial demethylation reaction and their direct use in the development of an innovative microwave reactor // *Angew. Chem. Int. Ed.* 2013. Vol. 52. P. 7924–7928.
15. **Schanche J.** Microwave synthesis solutions from personal chemistry // *Mol. Divers.* 2003. Vol. 7. P. 291–298.
16. **Ranasinghe N., Jones G.B.** Extending the versatility of the Hemetsberger–Knittel indole synthesis through microwave and flow chemistry // *Bioorg. Med. Chem. Lett.* 2013. Vol. 23. P. 1740–1742.
17. **De Castro L., García-Ayuso L.E.** Extraction of solid materials: an outdated technique with a promising innovative future // *Analytica Chimica Acta.* 1998. Vol. 369. P. 1–10.
18. **Jadhav V.M.,** et al. Validation of cold chain products an essential need for global pharmaceutical supply chain // *Int. J. of PharmTech Res.* 2009. Vol. 2. P. 358–359.
19. **Mandal V., Mohan Y., Hemalatha S.** Microwave assisted extraction—an innovative and promising extraction tool for medicinal plant research // *Pharmacognosy Reviews.* 2007. Vol. 1. P. 7–18.
20. **Mustapa A.N., Martin A., Mato R.B., Cocero M.J.** Extraction of phytochemicals from the medicinal plant *Clinacanthus nutans* Lindau by microwave-assisted extraction and supercritical carbon dioxide extraction // *Industrial Crops and Products.* 2015. Vol. 74. P. 83–94.
21. **Abd El-Gaber A.S., El Gendy A.N G., Elkhateeb A.** et al. Microwave extraction of essential oil from *Anastatica hierochuntica* (L): Comparison with conventional hydro-distillation and steam distillation // *Journal of Essential Oil Bearing Plants.* 2018. Vol. 21. P. 1003–1010.
22. **Xu J., Wu J., Qi J.** et al. Microwave-assisted extraction of flavonoids from *Phyllostachys heterocycla* leaves: Optimization, mechanism, and antioxidant activity in vitro // *BioResources.* 2021. Vol. 16. P. 8060–8081.
23. **López-Salazar H., Camacho-Díaz B.H., Ávila-Reyes S.V.** Identification and quantification of β -Sitosterol β -d-Glucoside of an ethanolic extract obtained by microwave-assisted extraction from *Agave angustifolia* Haw // *Molecules.* 2019. Vol. 24. P. 3926.
24. **Veggi P.C., Martinez J., Meireles A.M.** Fundamentals of microwave extraction // *LASEFI/DEA/FEA (School of Food Eng.) University of Campinas.* 2008.
25. **Olalere O.A., Gan C.Y.** Microwave-assisted extraction of phenolic compounds from *Euphorbia hirta* leaf and characterization of its morphology and thermal stability // *Separation Science and Technology.* 2021. Vol. 56. P. 1853–1865.
26. **Cravotto G., Carnaroglio D.** *Microwave Chemistry* // De Gruyter, Berlin, Germany. 2017.
27. **Vants T., Mishra A.** Sustainable synthesis with microwave irradiation // *Encyclopedia of Inorganic and Bioinorganic Chemistry.* John Wiley & Sons. 2016. P. 333.
28. **Kappe C.O.** My twenty years in microwave chemistry: from kitchen ovens to microwaves that aren't microwaves // *Chem. Rec.* 2019. Vol. 19. P. 15.
29. **Khan N.R., Rathod V.K.** Microwave assisted enzymatic synthesis of specialty esters: a mini review // *Process Biochem.* 2018. Vol. 75. P. 89–98.
30. **De la Hoz A., Diaz-Ortiz A., Prieto P.** Chapter 1 "Microwave-assisted green organic synthesis // *Alternative Energy Sources for Green Chemistry.* 2016. Ciudad Real.
31. **Лебедев Ю.А.** СВЧ-плазма и ее применение. URL: main.isuct.ru/files/konf/ISTAPC2005/proc/5-10.pdf



Основные рубрики журнала:

- Химия и технология переработки нефти
- Нефтехимия: технология, процессы
- Аналитический контроль нефти и нефтепродуктов
- Химотология
- Смазочные материалы и масла
- Оборудование и приборы
- Промышленная безопасность и экология
- Автоматизация и оперативная эффективность

Темы номеров на 2025 год:

- Цифровизация и автоматизация
- Промышленная безопасность и экология
- Катализаторы
- Смазочные материалы и масла
- Инновационные решения в технологиях нефтепереработки
- Аналитический контроль нефти и нефтепродуктов

Мир нефтепродуктов - ведущий отраслевой научно-технический журнал по нефтехимии, нефтепереработке, аналитическому и экологическому контролю.

ISSN 2071-5951

Входит в перечень ВАК и Chemical Abstracts.

Периодичность - 6 номеров в год + спец. выпуски.

Объем - 64 полосы, полностью цветное издание.

Тираж - 2000 экз. (бумажная и электронная версии).

Главный редактор - Капустин В.М., д-р техн. наук, профессор РГУ нефти и газа (НИУ) им. И.М. Губкина.

Подписной индекс «Урал-Пресс»

на 6 месяцев - 013408 на 12 месяцев - 013393

10% скидка на годовую подписку в редакции от 4-х экз. при оформлении в 2025 году.

Подписка возможна с любого месяца.

Контакты

Учредитель:

Воскресенская Кристиана

chief@neftemir.ru

+7 (921) 449-66-00

Подписка:

info@neftemir.ru

+7 (812) 313-54-14

Приемная для авторов:

Безель Марина

editor@neftemir.ru

Отраслевые мероприятия:

Огай Анжелика

pr@neftemir.ru

+7 (965) 087-82-57

Почтовый адрес:

190031, г. Санкт-Петербург,

пер. Спасский, д. 2/44, кв. 16