

UOT 547.592.661.7

**FENOLUN 3-METİLSİKLOHEKSENƏ QARŞILIQLI TƏSİR REAKSİYASININ
BƏZİ XÜSUSİYYƏTLƏRİ****R.K.Əzimova**

AMEA Y.H.Məmmədəliyev ad. Neft-Kimya Prosesləri İnstitutu
AZ 1025 Bakı, Xocalı pr.,30; e-mail: rena3264@yahoo.com

Məqalədə fenolun 3-metilsikloheksenə orto-fosfat turşusu hopdurulmuş seolit-Y katalizatorunun iştirakı ilə fasiləsiz işləyən qurğuda tsikloalkilləşmə reaksiyasının tədqiqindən, müxtəlif amillərin məqsədli məhsulun çıxımına və seçiciliyinə təsirinin araşdırılmasından bəhs edilir.

Açar sözlər: fenol, 3-metilsikloheksen, fosfortərkibli seolit-Y, alkilləşmə, tsikloalkilfenol, çıxım, seçicilik

Bu gün istifadə olunan kimyəvi əlavələrin içərisində alkilfenol əsaslı antioksidantlar, stabilizatorlar, aşqarlar, plastifikatorlar və s. xüsusi yer tutur [1-5]. Bu tip kimyəvi əlavələrin ən mühüm üstünlüyü onların eyni zamanda obyektin bir neçə keyfiyyət göstəricilərinin yüksəldilməsini təmin etməsidir.

Alkilfenolların alınmasında müxtəlif turşu katalizatorlardan istifadə olunur [6-9]. Təqdim olunan məqalədə fenolun orto-fosfat turşusu hopdurulmuş seolit-Y katalizatorunun iştirakı ilə 3-metilsikloheksenə fasiləsiz işləyən qurğuda tsikloalkilləşmə reaksiyalarının tədqiqindən danışılır.

TƏCRÜBİ HİSSƏ

Tədqiqatların aparılması üçün xammal kimi fenol və 3-metilsikloheksen (3-MTSH) götürülmüşdür.

Fenol reaktiv təmiz maddə kimi götürülmüşdür; istifadədən qabaq təkrar qovulub təmizlənmişdir.

3-MTSH 98.6% təmizlikdə piperilenin etilenlə kondensasiyasından alınır və aşağıdakı fiziki-kimyəvi xassələrə malikdir: T_q 103-104°C, n_D^{20} -1.4530; ρ_4^{20} -0.8142; mol.kütlə 96.

Alkilləşmə reaksiyaları üçün katalizator kimi orto-fosfat turşusu hopdurulmuş seolit-Y katalizatorundan istifadə edilmişdir. Katalizator məlum üsul ilə alınmışdır [7].

Fenolun metilsiklenlərlə fasiləsiz işləyən qurğuda tsikloalkilləşmə reaksiyaları aşağıdakı üsul ilə aparılmışdır: fenol və metilsiklen müvafiq tutumlardan hesablanmış nisbətdə qarışdırıcıya verilir. Fenolun tutumunda temperatur 45 °C saxlanılır. Fenol və alkilsiklen qarışığı qarışdırıcıdan reaktorun

aşağı hissəsinə verilir. Komponentlər qarışığı katalizatorun üzərindən keçərək, soyuducuda yığılıb soyuduqdan sonra alkilat tutumunda toplanır və oradan rektifikasiyaya göndərilir. Rektifikasiya prosesində ilk növbədə reaksiyaya girməyən metilsiklen, daha sonra vakuumda (10 mm c.st.) fenol və məqsədli məhsullar ayrılır.

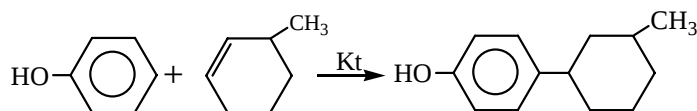
Reaksiya və rektifikasiya məhsullarının xromatoqrafik analizi LXM-72 xromatoqrafında həyata keçirilmişdir. Kalonun uzunluğu – 2 m, bərk daşıyıcı kimi turşu ilə yuyulub dimetilxlorosilanla silanlaşdırılmış 0.2±0.25 mm ölçüdə xromaton N-AW-JMC, hərəkətsiz faza kimi 5 %-li SE-30 metilsiloksan elastomeri götürülmüşdür. Kalonun ilkin temperaturu - 50 °C, son temperaturu - 280 °C, proqramlaşmanın sürəti - 10 °C/dəq., helium qazının sürəti - 50ml/dəq., buxarlandırıcının temperaturu - 355 °C, detektorun temperaturu - 300 °C, diaqram lentinin sürəti - 60 mm/saat.

Reaksiya və rektifikasiya məhsullarının İQ-spektrləri “UR-20” spektrometrində, NMR spektrləri iş tezliyi 300 MqH olan “Bruker-

300” (AFR) markalı spektrometrində otaq temperaturunda çəkilməmişdir. Həllədici kimi CCl₄ -dən istifadə olunmuşdur.

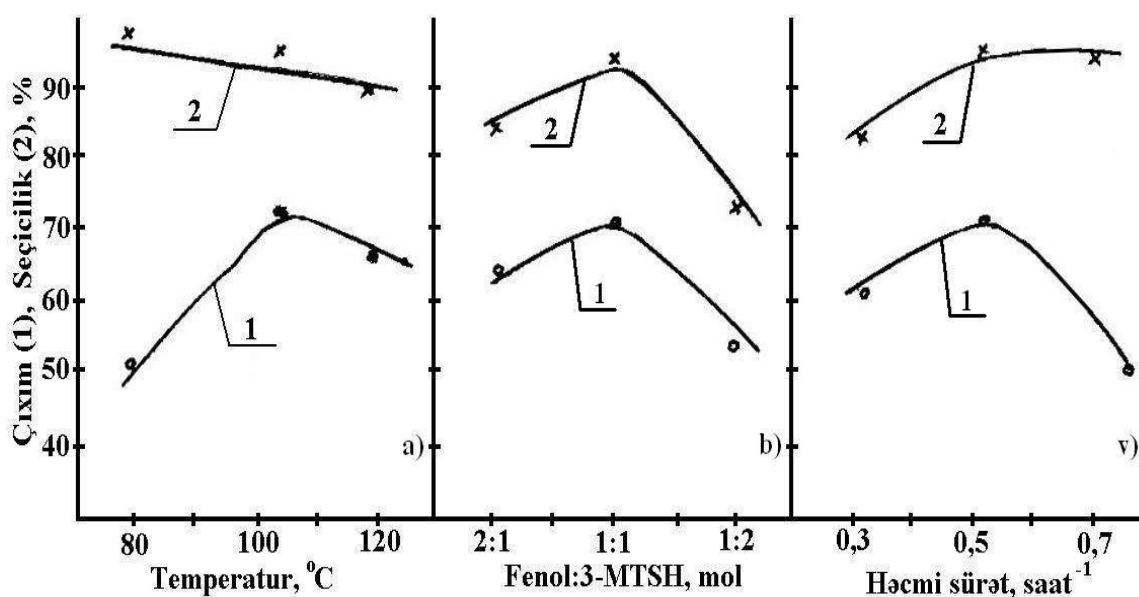
TƏCRÜBƏNİN NƏTİCƏLƏRİ

Fenolun 3-MTSH ilə tsikloalkilləşmə reaksiyası aşağıdakı tənlik üzrə həyata keçirilir:



Fosfat turşusu hopdurulmuş seolit-Y katalizatorunun iştirakı ilə fenolun 3-MTSH ilə fasiləsiz işləyən qurğuda katalitik tsikloalkilləşməsi prosesinin tədqiqinin nəticələri şəkildə verilir.

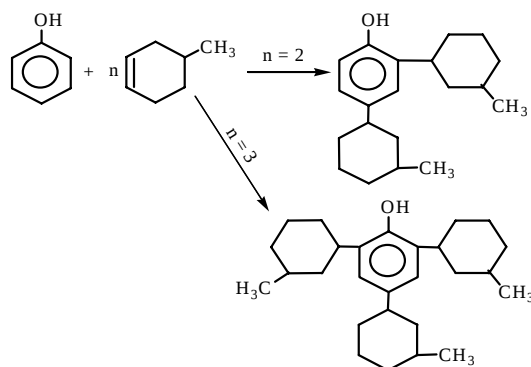
Məqsədli məhsulun – para-(3-metil-tsikloheksil)-fenolun çıxımına və seçiciliyinə temperaturun təsiri 80-120°C həddində, fenolun 3-MTSH-ə mol nisbəti 2:1-dən 1:2-dək, həcmi sürəti isə 0.3÷0.7 saat⁻¹ həddində öyrənilmişdir.



Şəkil. Fosfat turşusu hopdurulmuş Seolit-Y katalizatorunun iştirakı ilə fasiləsiz işləyən qurğuda alınmış para-(3-metiltsikloheksil)-fenolun çıxımının (1) və seçiciliyinin (2) temperaturdan (a), ilkin komponentlərin mol nisbətlərindən (b) və həcmi sürətdən asılılıq ayrılıqları

Şəkildən göründüyü kimi, məqsədli məhsulun çıxımının ən yüksək qiymətinə – götürülən fenola görə 71.2% - reaksiyanın temperaturu 105°C olduqda nail olmaq olur. Tsikloalkilləşmə reaksiyasının temperaturu 80 °C olduqda, məqsədli məhsulun çıxımı 51.3%, seçiciliyi isə 96.4% olur. Reaksiyanın

temperaturu artdıqca, çıxım maksimum həddi keçməklə, 120 °C-də 64.7% olur, seçicilik isə 89.3% olur. Bu zaman seçiciliyin xeyli aşağı düşməsinə yüksək temperaturda iki- və üç əvəz olunmuş tsikloalkilfenolların alınması ilə izah etmək olar.



Şəkildən məlum olur ki, fenolun 3-metiltsikloheksenə 2:1 mol nisbətində məqsədli məhsulun çıxımı 64.7%, seçiciliyi isə 86.2% olur. İlkin komponentlərin mol nisbətlərinin stexiometrik tənlik üzrə 1:1-ə miqdarında para-(3-metiltsikloheksil)-fenolun çıxımı 71.2%, seçiciliyi isə 93.7% təşkil edir. Ümumi qarışıqda 3-MTSH-in qatılığını 2 dəfə artırmaqla heç bir müsbət nəticəyə nail olmaq olmur. Belə ki, fenolun 3-MTSH-ə mol nisbəti 1:2 olduqda, məqsədli məhsulun götürülən fenola görə çıxımı 57.4%, seçiciliyi isə 75.6% olur.

Şəkildən göründüyü kimi, para-(3-metiltsikloheksil)-fenolun səmərəli çıxımı və seçiciliyi həcmi sürətin 0.5 saat⁻¹ qiymətində müşahidə olunur. Komponentlər qarışığının katalizator ilə görüşmə müddətinin bu həddən artıq və ya əskik olması qənaətbəxş nəticə vermir.

Müxtəlif amillərin məqsədli məhsulun çıxımına və seçiciliyinə təsiri araşdırılaraq konkret nəticəyə gəlmək olar: fenolun 3-MTSH-lə fosfat turşusu hopdurulmuş seolit-Y katalizatoru ilə fasiləsiz işləyən qurğuda para-(3-metiltsikloheksil)-fenolun yüksək çıxımına (götürülən fenola görə 71.2%) və seçiciliyinə (93.7%) nail olmaq üçün tsikloalkilləşmə reaksiyasının temperaturunu 105°C, ilkin komponentlərin mol nisbətlərini 1:1, həcmi sürətini isə 0.5 saat⁻¹ götürmək lazımdır.

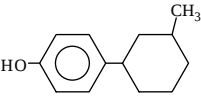
Məqsədli məhsul – para-(3-metiltsikloheksil)-fenol həlledici ilə yuyulduqdan sonra təmizliyi 99.6% (xromatoqrafik) olur.

1 sayılı cədvəldə para-(3-metiltsikloheksil)-fenolun alınması prosesinin material balansı, 2 sayılı cədvəldə isə onun fiziki-kimyəvi xassələri verilir.

Cədvəl 1. Para-(3-metiltsikloheksil)-fenolun alınması prosesinin material balansı

Sıra sayı	ADLARI	Çəki, q	Çəki, %-lə
	<i>Götürülmüşdür:</i>		
1.	Fenol	94.0	49.5
2.	3-MTSH	96.0	50.5
	<i>Cəmi:</i>	190.0	100.0
	<i>Alınmışdır:</i>		
1.	Qayıdan 3-MTSH	23.5	12.4
2.	Qayıdan fenol	20.1	10.6
3.	Para-(3-MTSH)-fenol	135.3	71.2
4.	2,4-əvəzli fenol	4.6	2.4
5.	2,4,6-əvəzli fenol	2.3	1.2
6.	Qalıq	2.2	1.2
7.	İtki	2.0	1.0
	<i>Cəmi:</i>	190.0	100.0

Cədvəl 2. Para-(3-metiltsikloheksil)-fenolun fiziki-kimyəvi xassələri

Struktur Formulu	Qaynama temp., °C, 10 mm c. st.	Ərimə temp., °C	Mol kütlə		Element tərkibi, %			
			Nəzəri	faktiki	Nəzəri		Faktiki	
					C	H	C	H
	158-160	91	190	188	82.1	9.5	82.4	9.2

Aldığımız nəticələrdən belə qənaətə gəlmək olur ki, fenolun orto-fosfat turşusu hopdurulmuş seolit-Y katalizatorunun iştirakı ilə 3-metiltsikloheksenlə tsikloalkilləşmə reak-

siyası mövcud katalizatorlar iştirakı ilə alkilləşmədən fərqli proses olaraq, daha yumşaq şəraitdə, yüksək çıxımla və seçiciliklə gedir.

ƏDƏBİYYAT

1. Пат. 2233262 РФ. Способ получения терпенофенолов. А.В.Кучин, И.Ю.Чукичева. 2003.
2. Корнев Д.К., Заворотный В.А., Келарев В.И. К поиску катализатора для алкилирования фенолов олефинами. // Химия и технология топлив и масел. 2003. № 1. С. 61-63.
3. Просенко А.Е., Марков А.Ф., Хомченко А.С. и др. Синтез и антиоксидантная активность алкил-3-(4-гидроксиарил)пропилсульфидов. // Нефтехимия. 2006. Т.46. №6. С.1-6.
4. Расулов Ч.К., Азизов А.Г., Зейналова Л.Б. и др. Синтез 2-гидрокси-(циклоалкил)-бензилфениламинов. // Процессы нефтехимии и нефтепереработки. 2007. №2. С.11-15.
5. Расулов Ч.К., Азизов А.Г., Набиев Ф.А. и др. Синтез N-[2-гидрокси-4(5)-метил- и 5-(метилциклогексил)-бензил]-морфолинов - антиоксидантов для трансформаторных масел. // ЖПХ.2010. Т. 83. вып.12. С. 2013-2016.
6. Азизов А.Г. Ионно-жидкостные процессы, разработанные в ИНХП НАНА. // Процессы нефтехимии и нефтепереработки. 2008. №3. С. 34-52.
7. Расулов Ч.К., Азизов А.Г., Азимова Р.К. и др. Взаимодействие фенола с 1-метилциклоалкенами в присутствии фосфорсодержащего цеолита. // Нефтехимия. 2007. Т.47. №6. С. 442-444.
8. Əzimova R.K., Əzizov A.H., Rəsulov Ç.Q. Fenolun fosfortərkibli seolit katalizatorundan istifadə etməklə izoprenin tsiklodimerləri ilə alkilləşmə reaksiyalarının bəzi xüsusiyyətləri. //Azərbaycan neft təsərrüfatı. 2012. №6.S.40-45.
9. Меджидов Э.А., Джафаров Р.П., Расулов Ч.К. и др. Оптимальные условия реакции каталитического алкилирования фенола фракцией 130-190°C жидкого продукта пиролиза бензина. // Химические проблемы. 2012. №2. С. 243-247.

**НЕКОТОРЫЕ ОСОБЕННОСТИ РЕАКЦИИ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ФЕНОЛА С
3-МЕТИЦИКЛОГЕКСЕНОМ****Р.К.Азимова**

В статье приводятся результаты реакции циклоалкилирования фенола 3-метициклогексеном в присутствии цеолита-Y, пропитанного орто-фосфорной кислотой, и исследований влияния различных факторов на выход и селективность продуктов. Установлено, что при оптимальном режиме (температуре – 105⁰С, мольном соотношении исходных компонентов 1:1, объемной скорости 0.5 час⁻¹) выход пара-(3-метилциклогексил)-фенола составляет 71.2% от теории на взятый фенол, а селективность – 93.7%.

Ключевые слова: фенол, 3-метилциклогексен, цеолит Y, алкилирование, циклоалкилирование, селективность.

**SOME FEATURES OF INTERACTION REACTION BETWEEN PHENOL AND
3-METHYLCYCLOHEXENE****R.K.Azimova**

Results of cycloalkylation of phenol in the presence of zeolite-Y, impregnated with ortho-phosphoric acid and the analysis of the influence of various factors on the outflow and the selectivity of products are shown in the article. It found that in the optimal mode (temperature - 105⁰C, molar ratio of source components - 1:1, space velocity - 0.5 hour⁻¹) the steam outflow-(3-methylcyclohexyl) is – 71.2% theoretically as per the phenol, and the selectivity makes up 3.7%.

Keywords: phenol, 3-methylcyclohexene, zeolite-Y, alkylolation, cycloalkylation of phenol, selectivity.

Redaksiyaya daxil olub 19.01.2013.