

1-METİL-1-XLOR, 2-ALKİL- VƏ ALKENİLOKSİMETİLTİKSİKLOHEKSANLAR ƏSASINDA DİFENİLKARBAZONUN YENİ TÖRƏMƏLƏRİNİN SİNTEZİ VƏ TƏDQIQI

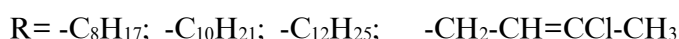
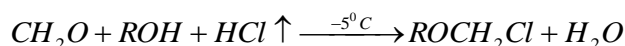
Q.İ.Bayramov

Bakı Dövlət Universiteti

1-metil-1-xlor, 2-alkil- və alkeniloksümetiltsikloheksan efirləri əsasında difenilkarbazonun ədəbiyyatda məlum olmayan 4 yeni birləşmələri sintez edilmiş və həmin birləşmələrin inhibitor effektivliyinin müəyyənəşdirilməsi üzrə tədqiqat işləri aparılmışdır. Müəyyən edilmişdir ki, həmin üzvi birləşmələr 25-50 mq/l qatılıqda ən güclü korroziya mühitində poladın korroziyadan mühafizə olunmasında ədəbiyyatda məlum olan inhibitorlara nisbətən 10-25%-dən çox yüksək inhibitor effektivliyinə malikdir. Məhz buna görə sintez edilmiş və şərti olaraq I-IV işarə edilmiş yeni üzvi birləşmələri iqtisadi və ekoloji cəhətdən böyük əhəmiyyətə malik olan yüksək effektiv inhibitorlar kimi neft sənayesində tətbiq edilməsi məqsədəuyğundur.

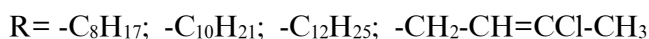
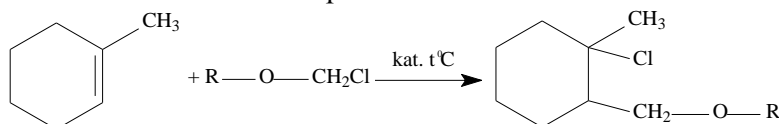
Tərkibində bir neçə funksional qruplar və azot atomları çox olan birləşmələrin sintez edilməsi və onların inhibitor maddələri kimi tədqiq edilməsi nəticəsində müəyyən edilmişdir ki, həmin birləşmələrin tərkibində H atomlarının azalması və bunun əvəzində ikiqat rabitənin artması və ya funksional qrupları ilə əvəz edilməsi nəticəsində inhibitor effektivliyi 5-25%-ə qədər və bəzi hallarda birləşmənin (əvəz edilən) funksional qrupun tərkibindən və onun elektron sıxlığının artıq olmasından asılı olaraq 25-50% artır.

Bu baxımdan tərəfimizdən əvvəllər



Sintez edilmiş α -xlor alkil və alkeniloksümetil efirlərinin quruluşları, fiziki kimyəvi sabitləri və element analizləri məlum üsullarla müəyyənəşdirilmişdir. Alınmış nəticələr ədəbiyyatda [3-4] göstərilən məlumatlara uyğun olmuşdur.

II pillədə 1-metiltsikloheksenin I pillədə



Sintez edilmiş α -xlor efirlərinin quruluşları, fiziki kimyəvi sabitləri və element analizləri məlum üsullar əsasında müəyyənəşdirilmişdir.

III pillədə difenilkarbazonla II pillədə sintez edilmiş 1-metil-1-xlor,2-oktoksimetiltsikloheksan; 1-metil-1-xlor, 2-desoksimetiltsik-

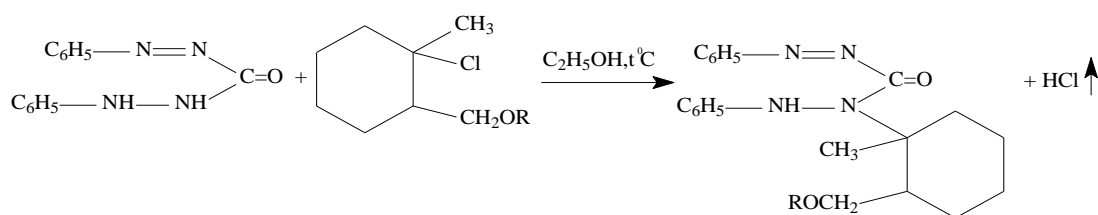
sintez edilmiş difenilkarbazidin törəmələrinin inhibitor effektivliyinin müəyyənəşdirilməsinin nəticələrinə əsaslanaraq difenilkarbazonun yeni törəmələri (I-IV birləşmələri) sintez edilmişdir.

1-metil-1-xlor, 2-alkil və alkeniloksümetiltsikloheksan efirləri əsasında difenilkarbazonun yeni törəmələrinin I-IV birləşmələrinin sintezi əsasən 3 pillədə aparılmışdır.

I pillədə α -xlor alkil və alkeniloksümetil efirlərinin sintezi ədəbiyyatda məlum olan üsullara [1-4] uyğun olaraq aşağıdakı sxem üzrə aparılmışdır:

sintez edilmiş α -xlor efirləri ilə alkil və alkeniloksümetil halogenləşdirilməsi aparılmışdır. Reaksiya əsasən ədəbiyyatda göstərilən üsullara [3-4] uyğun olaraq aşağıdakı sxem üzrə həyata keçirilmişdir:

loheksan; 1-metil-1-xlor, 2-undesoksimetiltsikloheksan və 1-metil-1-xlor, 2-(2-xlor-5-oksoheksen-2)tsikloheksan tərkibli efirlərin reaksiyaları aparılmış və şərti olaraq işarə edilmiş I-IV birləşmələri sintez edilmişdir. Reaksiya aşağıdakı sxem üzrə aparılmışdır:



R = -C₈H₁₇ (I); -C₁₀H₂₁ (II); -C₁₂H₂₅ (III); -CH₂-CH=CCl-CH₃ (IV)

Difenilkarbazonun sintez edilmiş I-IV birləşmələrinin quruluşlarının müəyyənəşdirmək üçün onların İQ və kütlə spektrləri çəkilmişdir. Həmin birləşmələrin müəyyənəşdirilmiş çıxım faizləri, fiziki-kimyəvi sabitləri və element analizlərinin nəticələri cədvəl 1-də verilmişdir.

Sintez edilmiş I-IV birləşmələrinin inhibitor effektivliyinin müəyyənəşdirilməsi üzrə aparılan tədqiqatın nəticələri cədvəl 2-də göstərilmişdir. Cədvəl 2-dən görüldüyü kimi sintez edilmiş I-IV birləşmələr 25;50 mq/l

qatılıqlarında inhibitor effektivlikləri ədəbiyyatda məlum olan şərti olaraq işarə etdiyimiz A [6] və B birləşmələrinin [7] inhibitorların effektivliklərinə nisbətən 10-25%-dən çoxdur.

Tədqiqat işlərinin nəticələrindən görüldüyü kimi, sintez edilmiş I-IV birləşmələrindən gələcəkdə neft sənayesində iqtisadi və ekoloji cəhətdən böyük əhəmiyyətə malik olan inhibitorlar kimi istifadə edilməsi mümkündür və buna əsaslanmaq olar.

TƏCRÜBİ HISSƏ

1-metil-1-difenilkarbazon,2-oktoksimetilsikloheksan (I) birləşməsinin sintezi

Sintez kolbasına 24.0 q (0.1 q-mol) difenilkarbazon yerləşdirilir və üzərinə 100 ml etil spirti əlavə edilir. Qarışıq difenilkarbazonun spirtə həll olunmasına qədər 70°C-də qarışdırılır. Sonra qarışığın üzərinə 13.33q (0.05 q-mol) 1-metil-1-xlor-2-oktoksimetilsikloheksan efiri damcı qıfından fasilələrlə əlavə edilir. Reaksiya qarışığı 6 saat müddətində 75°C-də qarışdırılır. Reaksiya dayandırıldıqdan sonra qarışıq bir gecə müddətində saxlanılır. Sonra reaksiya qarışığı 100 ml 10%-li NaOH məhlulu ilə neytrallaşdırılır, bir neçə dəfə 150 ml distillə suyu ilə yuyulur. Üzvi lay dietil efiri ilə ayrılır, həlledici qovulduqdan sonra CaCl₂ üstündə qurudulur. Sintez edilmiş 1-metil-1-difenilkarbazon,2-oktoksimetilsikloheksan (I) birləşməsinin vakuumda qovulması aparılır.

1-metil-1-difenilkarbazon,2-desoksimetil-

tsikloheksan (II) və 1-metil-1-difenilkarbazon,2-undesoksimetilsikloheksan (III) birləşmələrinin sintezi I birləşmənin sintezinə uyğun olaraq aparılmışdır.

Sintez edilmiş I-III birləşmələrinin quruluşlarını müəyyənəşdirmək üçün onların İQ və kütlə spektrləri çəkilmişdir.

Həmin birləşmələrin quruluşlarını İQ spektrlərində əks etdirən C-O-C sadə efir qrupu 1050, 1080 sm⁻¹; C-N rabitəsi 1310-1350 sm⁻¹; -CH₂ qrupu 2950 sm⁻¹; -NH qrupu 2910; 3113, 3360, 3400,3450 sm⁻¹; benzol nüvəsinə aid olan C=C rabitəsi 1440-1465, 1500-1510, 1590-1600 sm⁻¹; -C₆H₅ qrupu 700-780 sm⁻¹ sahələrdə çıxan intensiv zolaqlarla ifadə edilmişdir.

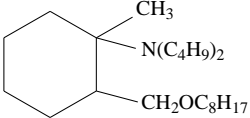
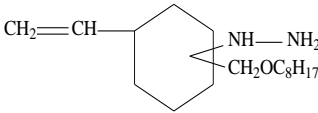
I-III birləşmələrin kütlə spektrlərində onların molekulyar kütlələrinə bərabər olan 477 m/e, 505 m/e və 533 m/e ion kütlələri müəyyənəşdirilmişdir.

1-metil-1-difenilkarbazon, 2-(2-xlor-5-oksoheksen-2) tsikloheksan (IV) birləşməsinin sintezi

Reaksiya kolbasına 24.0 q (0.1 q-mol) difenilkarbazon yerləşdirilib üzərinə 100 ml etil spirti əlavə edilir, 70°C-də qarışdırılma aparılır. Difenilkarbazonun spirtə tam həll olmasından sonra temperatur 60°C-yə salınır və qarışığın üzərinə damcı qıfından fasilələrlə 25.2 q 1-metil-1-xlor, 2-(2-xlor-5-oksoheksen-2)tsikloheksan

efiri əlavə edilir və həmin temperaturda qarışdırılmaqla reaksiya 8 saat davam etdirilir. Reaksiya qarışığı bir gecə müddətində saxlanılır. Qarışıq 150 ml 10%-li NaOH məhlulu ilə neytrallaşdırılır və bir saat müddətində 200 ml distillə suyu ilə qarışdırılaraq yuyulur.

Cədvəl 2. 1-metil-1-xlor,2-alkil- və alkeniloksimetiltsikloheksanlar əsasında karbazonun yeni I-IV üzvi birləşmələrinin inhibitor effektivliyinin müəyyənləşdirilməsinin nəticələri

Birləşmənin kimyəvi formulu və şərti №-si	İnhibitorun qatılığı, mq/l	3% NaCl+neft (10:1)+ 500 mq/l H ₂ S		0.3 N HCl+benzin (1:7) +1000 mq/l H ₂ S	
		Korroziyanın sürəti, q/sm ² .saat	İnhibitorun effektivliyi,%-lə	Korroziyanın sürəti, q/sm ² .saat	İnhibitorun effektivliyi,%-lə
İnhibitorsuz	-	2.56	-	3.65	-
I	5	0.135	94.73	0.321	91.21
	25	0.017	99.34	0.0069	99.81
	50	0.0004	99.98	0.0009	99.97
	100 200	-	-	-	-
II	5	0.054	97.89	0.202	94.47
	25	0.009	99.67	0.0021	99.94
	50	0.0001	100	0.0001	100
	100 200	-	-	-	-
III	5	0.025	99.02	0.098	97.32
	25	0.004	99.84	0.0009	99.97
	50	-	100	0.0001	100
	100 200				
IV	5	0.0009	99.96	0,012	99.67
	25	-	100	0,002	99.98
	50			-	100
	100 200				
 A	100	0.852	66.72	1.352	62.96
	200	0.513	79.96	0.925	74.65
 B	100	0.015	99.41	0.705	80.68
	200	0.0051	99.80	0.201	94.49

Üzvi lay dietil efiri ilə ayrılır, həlledicinin qovulmasından sonra CaCl₂ üstündə qurudulması aparılır. Sonra sintez məhlulu vakuumda qovulur.

Sintez edilmiş 1-metil-1-difenilkarbazon, 2-(2-xlor-5-oksoheksen-2)tsikloheksan (IV) birləşməsinin quruluşunu müəyyənləşdirmək üçün onun İQ və kütlə spektrləri çəkilmişdir.

İQ spektrində IV birləşmənin quruluşunu xarakterizə edən C-Cl rabitəsi 680 sm⁻¹; C-N rabitəsi 1310-1350 sm⁻¹; -CH₃ qrupu 1380,

1460, 2990, 3030 sm⁻¹; -CH₂ qrupu 2950 sm⁻¹; C=C rabitəsi 1640, 1680 sm⁻¹; -NH qrupu 2910, 3113, 3360, 3400, 3450 sm⁻¹; benzol nüvəsinə aid olan C=C rabitəsi 1440-1465, 1500-1510, 1590-1600 sm⁻¹; C₆H₅ qrupu, 700-780 sm⁻¹; sahələrində çıxan intensiv zolaqlarla ifadə edilmişdir.

Həmin birləşmənin kütlə spektrində onun molekulyar kütləsinə bərabər olan 454,5 m/e ion kütləsi müəyyənləşdirilmişdir.

ƏDƏBİYYAT

1. Поконова Ю.В. Галоиды эфиров М.: Химия. 1966. С.57.
2. Поконова Ю.В. Химия и технология галогенэфиров. Л.: ЛГУ. 1982. С. 249.
3. Байрамов Г.И. // Дисс... канд. хим. 6.
- наук. Баку. 1988. С.80, 82, 89,90.
4. Bayramov Q.I. // Kimya problemləri. 2008. № 1. s.96.
5. Жук Н.П. Курс коррозии и защиты металлов М.: Металлургия. 1968. С.316.
6. А.с. СССР № 1012570. 1982 г.
7. А.с. СССР № 1550881. 1989 г.

**СИНТЕЗ И ИССЛЕДОВАНИЕ НОВЫХ ОБРАЗОВАНИЙ
ДИФЕНИЛКАРБАЗОНА НА ОСНОВЕ 1-МЕТИЛ-1-ХЛОР, 2-АЛКИЛ-
И АЛКЕНИЛОКСИМЕТИЛЦИКЛОГЕКСАНОВ**

Г.И.Байрамов

На основе 1-метил-1-хлор, 2-алкил- и алкенилоксиметилциклогексановых эфиров синтезированы неизвестные в литературе четыре соединения дифенилкарбазона и проведено их исследование в качестве ингибиторов коррозии. В результате исследования выявлено, что по сравнению с известными в литературе ингибиторами эффективность синтезированных соединений на 10-25% больше, что дает основание для применения их в нефтяной промышленности в качестве эффективных ингибиторов.

**SYNTHESIS AND STUDY OF NEW FORMATIONS OF DYPHENYLCARBAZONE
ON THE BASIS OF 1-METHYL-1-CHLORINE, 2-ALKIL-
AND ALKENYLOXYMETHYLCYCLOHEXANE**

Q.I.Bayramov

On the basis of 1-methyl-1-chlorine, 2-alkil and alkenyloxymethylcyclohexane ethers, unknown in the literature 4 dyphenylcarbazones compounds have been synthesized and their research carried out as corrosion inhibitors. As a result of the research it has been revealed that the synthesized new compounds prove to be effective inhibitors. In comparison with other known in the literature inhibitors it found that their efficiency is up 10-25 %. Proceeding from the aforesaid it follows that the synthesized I-IV new compounds can be applied in the oil industry as effective inhibitors.