

УДК 541.128.3

КАТАЛИТИЧЕСКОЕ АЛКИЛИРОВАНИЕ 2-МЕТИЛФЕНОЛА ПРОПАНОЛОМ-2

Н.А.Агаева, К.М.Муталлимова, Д.Б.Тагиев

Сумгайытский государственный университет
AZ 5008, Сумгайыт, 43 квартал, e-mail: irapon.sdu@mail.ru

Исследована реакция алкилирования 2-метилфенола пропанолом-2 в присутствии кобальтферритового катализатора. Изучено влияние температуры, объемной скорости подачи сырья и мольного соотношения исходных компонентов на показатели реакции. Установлены основные и побочные превращения, имеющие место в условиях катализа. Найдены условия для высокоселективного и эффективного синтеза 2 изопропил-6-метилфенола.

Ключевые слова: 2-метилфенол, пропанол-2, алкилирование, 2 изопропил 6-метилфенол.

Пропил- и изопропил производные метилфенолов являются ценными полу-продуктами в получении полимерных материалов, антиоксидантов, противомикробных агентов, лекарственных препаратов, витаминов и химических ядов для сельского хозяйства [1,2].

В данной работе приводятся результаты исследования реакции алкилирования 2-метилфенола пропанолом-2 в присутствии кобальтферритового катализатора, модифицированного марганцем, состава $\text{Co}_{0,9}\text{Mn}_{0,1}\text{Fe}_2\text{O}_4 \cdot \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Эта каталитическая система проявляла высокие каталитические свойства и в реакции алкилировании крезолов пропанолом-1 [3].

Опыты проводили в реакторе с неподвижным слоем ферритового катализатора, объем которого составлял 10 см^3 . Полученные продукты реакции анализировали хроматографическим и спектральным методами. Хроматографический анализ проводился на приборе Хром-5 с пламенно-ионизационным детектором при программировании температуры в пределах $100\text{-}200^\circ\text{C}$ со скоростью $10^\circ\text{C}/\text{мин}$. В качестве жидкой фазы был использован апиэзон-М, нанесенный в количестве 12 мас. % на хромотон Н. Относительная погрешность при анализе не превышала 3.0%.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Алкилирование 2-метилфенола пропанолом-2 проводилось в широком интервале входных величин. Было изучено влияние температуры (Т), объемной скорости подачи сырья (v) и мольного соотношения 2-метилфенола и пропанола-2 (v) на показатели реакции. Установлены основные и побочные превращения в условиях катализа и условия для селективного и эффективного синтеза целевого продукта.

Полученные результаты реакции алкилирования 2-метилфенола пропанолом-2 в присутствии кобальтферритового катализатора, модифицированного марганцем, приведены в таблице на рисунках 1,2.

Как видно из этих данных, основными продуктами катализа являются 2-изопропил-6-метилфенол, 4-изопропил-2-метилфенол, 2,4-диизопропил-6-метилфенол. В алкилатах присутствует также в незначительном количестве 3-изопропил-6-метилфенол и другие алкилфенолы, в частности, ксиленолы и этилкрезолы (таблица).

Повышение температуры и уменьшение объемной скорости подачи сырья увеличивает конверсию 2-метилфенола и выход 2-изопропил-6-метилфенола на пропущенный 2-метилфенол. Одновременно снижается селективность образования 2-изопропил-6-метилфенола.

При указанном изменении этих факторов растет и скорость последовательного алкилирования полученного 2-изопропил-6-метилфенола до 2,4-диизопропил-6-

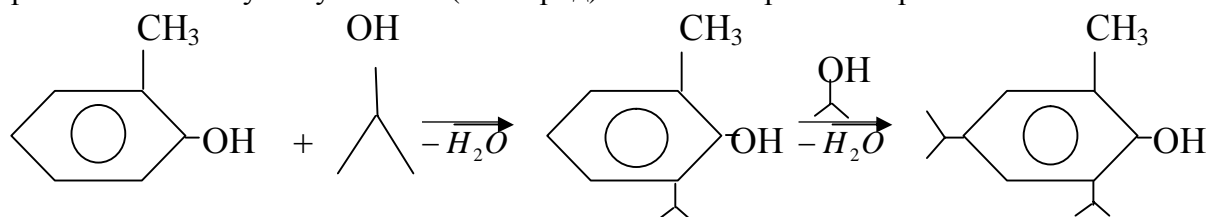
метилфенола, при этом селективность образования 2,4-диизопропил-6-метилфенола достигает 13.0% (при 380⁰С) и 8.0% (при 0.25ч⁻¹) (рис.1 и 2).

Влияние мольного соотношения исходных компонентов на реакцию алкилирования 2-метилфенола пропанолом-2. Условия: Т-340⁰С, ν – 0.75ч⁻¹

Наименование	Мольное соотношение 2-метилфенол : пропанол-2				
	2:1	1.5: 1	1:1	1:1.5	1:2
Получено в мас. %, в том числе					
2-метилфенол	66.7	57.7	43.9	32.5	24.7
Пропанол-2	7.3	9.5	15.3	21.1	26.0
2- изопропил-6-метилфенол	14.9	19.1	24.0	22.9	22.1
3-изопропил-6-метилфенол	-	0.3	0.7	1.6	2.1
4-изопропил-6-метилфенол	0.4	0.7	1.3	2.1	2.7
2,4-диизопропил-6-метилфенол	0.8	1.3	1.6	3.7	4.7
Другие алкилфенолы	0.1	0.3	0.8	0.9	1.2
Высококипящие продукты	-	-	-	0.2	0.4
Вода	6,7	7.7	8.8	9.9	10.7
Газ + потери	3.1	3.4	3.6	5.1	5.5
Конверсия 2-метилфенола, %	14.8	21.0	31.5	40.3	47.9
Конверсия пропанола-2, %	66.2	64.9	57.4	53.7	50.6
Выход основных продуктов реакции в расчете на прореагировавший 2-метилфенол, %					
2-изопропил-6-метилфенол	92.6	89.4	85.7	75.1	70.3
3-изопропил-6-метилфенол	-	1.3	2.4	5.2	6.8
4-изопропил-6-метилфенол	2.5	3.1	4.8	7.0	8.5
2,4-диизопропил-6-метилфенол	3.9	4.9	4.5	9.6	11.5

Интересно отметить, что при взаимодействии 2-метилфенола пропанолом-2 практически отсутствует 0-(кислород)

алкилирование 2-метилфенола и в условиях катализа имеет место исключительно С-алкилирование крезола:



Как видно из таблицы, мольное соотношение исходных компонентов оказывает существенное влияние на показатели реакции. Наилучшая селективность образования 2-изопропил-6-метилфенола (92.6%) достигается при двукратном мольном избытке 2-метилфенола в сырье. Однако в этом случае выход 2-изопропил-6-метилфенола на пропущенный 2-метилфенол составляет всего 13.7%. Наилучший выход целевого продукта (33,7%), а именно, 2-изопропил б-

метилфенола достигается при двукратном мольном избытке спирта в исходной смеси. Однако в этом случае селективность образования этого продукта равна 70.3%. Повышение парциального давления пропанола-2 в сырье повышает селективность образования других изомеров моноизопропилпроизводных 2-метилфенола, а именно 3-изопропил-6-метилфенола и особенно 4-изопропил-6-метилфенола.

Повышение парциального давления пропанола-2 в сырье повышает селективность образования других изомеров моноизопропилпроизводных 2-метилфенола, а именно 3-изопропил-6-метилфенола и особенно 4-изопропил-6-метилфенола. В алкилатах существенно повышается и концентрация 2,4-диизопрропил-6-метилфенола. Следовательно, увеличение концентрации спирта в сырье усиливает реакции последовательного алкилирования 2-изопропил-6-метилфенола и возможно его изомеризацию. При мольном соотношении 2-метилфенол : пропанол-2 = 1.5 : 1 селективность реакции по целевому

продукту составляет 89.4%, а конверсия исходного метилфенола всего 21.0%, а в случае $\nu=1: 1.5$, несмотря на достаточную конверсию 2-метилфенола (40.3%) селективность реакции по 2-изопропил-6-метилфенолу не превышает 75.1%. На основе проведенных исследований нами выбраны условия ($T=340^{\circ}\text{C}$, $\nu=0.75\text{ч}^{-1}$, $\nu=1:1$), которые позволяет получить наилучшие результаты. В найденных условиях процесса выход 2-изопропил-6-метилфенола на прореагировавший и пропущенный 2-метилфенол составляет соответственно 85.7 и 27.0%.

ЛИТЕРАТУРА

1. Харлампович Г.Д., Чуркин Ю.В. Фенолы М.: Химия, 1974, 376 с. (*Harlampovich G.D., Churkin Ju.V. Fenoly M.: Himija, 1974, 376 s.*)
2. Zvi Rappoport. *Patai Series: The Chemistry of Functional Groups. / The chemistry of phenols. part 2. Wiley An. inter. Science, 2003, 1629 p.*
3. Тагиев Д.Б., Агаева А.А., Назарова М.К. // Каталитическое алкилирование крезолов пропанолом-1 // ЖПХ. 2013, 86, № 8, с.1278-1281. (*Tagiev D.B., Agaeva A.A., Nazarova M.K. // Kataliticheskoe alkilirovanie krezolov propanolom-1. // ZhPH. 2013, 86, № 8, s.1278-1281.*)

2-METİLFENOLUN PROPANOL-2 İLƏ KATALİTİK ALKİLLƏŞMƏSİ

N.Ə.Ağayeva, K.M.Mütəllimova, D.B.Tağıyev

Sumqayıt Dövlət Universiteti
AZ 5008 Sumqayıt, 43-cü məhəllə; e-mail: irapon.sdu@mail.ru

Kobaltferrit katalizatorun iştirakı ilə 2-metilfenolun propanol-2 ilə alkilləşmə reaksiyası tədqiq edilmişdir. Temperatur, verilən xammalın həcmi sürəti və ilkin komponentlərin mol nisbətinin reaksiyanın göstəricilərinə təsiri öyrənilmişdir. Kataliz şəraitində baş verən əsas və yan çevrilmələr aşkarlanmış və 2-izopropil-6-metilfenolun yüksək selektiv və effektiv sintezi üçün şərait müəyyən edilmişdir.

Açar sözlər: 2-metilfenol, propanol-2, alkilləşmə, 2-izopropil-6-metilfenol.

CATALYTIC ALKYLATION OF METHYL-PHENOL WITH PROPANOL-2

N.A.Agayeva, K.M.Mutallimova, D.B.Tagiyev

Sumgayit State University
43 block, Sumgayit, Azerbaijan Republic, AZ 5008, e-mail: irapon.sdu@mail.ru

The alkylation reaction of 2-methyl-phenol with propanol-2 in the presence of cobalt-ferrite catalyst has been analysed. The impact of temperature, volumetric rate of raw material supply and mole ratio of components on reaction indices has been studied. Main and secondary conversions occurring in terms of catalysis revealed. Conditions for high selectivity and effective synthesis of 2 izopropyl-6 methylphenol identified.

Keywords: 2-methylphenol, propanol-2, alkylation, 2 izopropyl-6 methylphenol.

Поступила в редакцию 16.10.2014.