

AZƏRBAYCAN MİLLİ ELMLƏR AKADEMİYASI
akademik Y.H. MƏMMƏDƏLİYEV adına NEFT-KİMYA
PROSESLƏRİ İNSTİTUTU

Əlyazma hüququnda

MEHMET METE MUSTAFA OĞLU ÇALIŞKAN

2-HİDROKSİ-5-METİLTİKSİKLOALKİLASETO- VƏ
BENZOFENONLARIN AMİNOFENİL TÖRƏMƏLƏRİNİN
SİNTEZİ VƏ XASSƏLƏRİNİN TƏDQIQI

İxtisas: 2314.01 – Neft kimyası

Kimya üzrə fəlsəfə doktoru elmi dərəcəsi
almaq üçün təqdim olunan dissertasiyanın

A V T O R E F E R A T I

Bakı – 2015

İş Azərbaycan Milli Elmlər Akademiyası akademik Y.H. Məmməd-əliyev adına Neft-Kimya Prosesləri İnstitutunda yerinə yetirilmişdir.

Elmi rəhbər:

kimya elmləri doktoru, professor

Ç.Q. Rəsulov

Rəsmi opponetlər:

kimya elmləri doktoru, prof.

P.Ş.Məmmədova

kimya elmləri doktoru, prof.

E.H. Məmmədbəyli

Aparıcı təşkilat:

Bakı Dövlət Universiteti,
„Neft kimyası və kimya texnologiyası“
kafedrası

Dissertasiyanın müdafiəsi «29» yanvar 2016-cı il saat 12³⁰-da Azərbaycan Milli Elmlər Akademiyası Neft-Kimya Prosesləri İnstitutunun nəznində fəaliyyət göstərən D 01.031 Dissertasiya Şurasının iclasında olacaqdır.

Ünvan: AZ 1025, Bakı ş., Xocalı pr., 30

Dissertasiya ilə AMEA Neft-Kimya Prosesləri İnstitutunun kitabxanasında tanış olmaq olar.

Avtoreferat «16» dekabr 2015-ci ildə paylanmışdır.

**D 01.031 Dissertasiya Şurasının
elmi katibi, k. e. d., professor**

M.C. İbrahimova

İŞİN ÜMUMİ XARAKTERİSTİKASI

Mövzunun aktuallığı. Sənaye cəhətdən inkişaf etmiş ölkələrdə polimer materialların, kauçukların, yağların istehsalından daha çox onlara əlavə olunan antioksidantların, stabilizatorların, aşqarların, plastifikatorların istehsalına önəm verilir. Bu kimyəvi əlavələr içərisində alkilfenol əsaslı kimyəvi birləşmələr xüsusi yer tutur. Bu tip kimyəvi əlavələrin ən mühüm üstünlüyü onların polimerin rəngini dəyişməməsi, işığın, havanın oksigeninin, temperaturun təsirinə davamlılığıdır. Kimyəvi əlavələrin seçimindən asılı olaraq onlar ya fotostabilizator, ya da termostabilizator (və s.) funksiyasını yerinə yetirə bilər. Bu baxımdan, eyni bir kimyəvi əlavənin həm foto-, həm də termostabilizator rolunu oynaması maraqlıdır. Ədəbiyyət mənbələrindən məlumdur ki, tərkibində aseto- və benzofenon fraqmentləri olan birləşmələr fotostabilizator kimi, tərkibində aminometil fraqmentləri olan birləşmələr isə termostabilizator kimi geniş istifadə olunurlar.

Təqdim olunan dissertasiya işi aktual problemə - para-tsikloalkilfenolların müxtəlif katalizatorların ($ZnCl_2$ və KY-23) iştirakı ilə sirkə turşusu və benzoil xloridlə asilləşmə reaksiyaları nəticəsində tsikloalkilaseto- və benzofenonların, onların anilin ilə qarşılıqlı təsirindən Mannix əsaslarının alınmasına, tərkibində kombinə olunmuş polifunksional kimyəvi birləşmələrin sintez olunub istifadə sahələrinin tövsiyə olunmasına həsr olunmuşdur.

İşin məqsədi. İşin əsas məqsədi para-(1-metiltsiklopentil)-fenolun, para-[1(3)-metiltsikloheksil]-fenolların, izoprenin, piperilenin, divinilin tsiklodimerləri, pirolizin maye məhsullarının 130-190 °C fraksiyası (stirol fraksiyası) əsasında alınmış para-tsikloalkilfenolların sirkə turşusu və benzoil xloridlə asilləşmə reaksiyaları nəticəsində aseto- və benzofenonların, onların aminofenil törəmələrinin sintez olunub polistirol da fotostabilizator, M-8 mühərrik yağında yüksək temperatura davamlı antioksidant, olefinlərin oliqomerləşməsi prosesində istifadə olunan katalitik prekursorlara liqand kimi sınaqdan çıxarılmasından ibarətdir.

Məqsədə nail olmaq üçün aşağıdakı tədqiqat işləri yerinə yetirilmişdir:

- para-(1-metiltsiklopentil)-fenolun, para-[1(3)-metiltsikloheksil]-fenolların, izoprenin, piperilenin, divinilin tsiklodimerləri, pirolizin maye məhsullarının 130-190 °C fraksiyası əsasında alınmış para-

tsikloalkilfenolların $ZnCl_2$ və KY-23 katalizatorlarının iştirakında sirkə turşusu və benzoil xloridlə asilləşmə reaksiyalarının tədqiqi və müxtəlif amillərin məqsədli məhsulların çıxımına və seçiciliyinə təsirinin araşdırılması;

- alınmış tsikloalkilaseto- və benzofenonların formaldehid və anilin ilə aminometilləşmə reaksiyalarının tədqiqi və müxtəlif amillərin məqsədli məhsulların çıxımına və seçiciliyinə təsirinin öyrənilməsi;

- sintez olunmuş kimyəvi birləşmələrin fiziki-kimyəvi xassələrinin və kimyəvi quruluşlarının təyin edilməsi;

- sintez olunmuş metiltsikloalkilasetofenonların polistirola fotostabilizator kimi sınaqdan çıxarılması;

- aminometilləşmiş aseto- və benzofenonların M-8 mühərrik yağında yüksək temperatura davamlı antioksidant kimi yoxlanılması;

- sintez olunmuş aminometilləşmiş aseto- və benzofenonların olefinlərin oliqomerləşməsi prosesində istifadə olunan katalitik prekursorlara liqand kimi yoxlanılması.

Elmi yenilik. İlk dəfə olaraq para-tsikloalkilfenolların $ZnCl_2$ və KY-23 katalizatorlarının iştirakında sirkə turşusu və benzoil xloridlə asilləşmə reaksiyaları sistemli şəkildə tədqiq olunmuşdur.

Reaksiya üçün götürülmüş para-tsikloalkilfenolların quruluşlarının və rejim parametrlərinin məqsədli məhsulların çıxımına və reaksiyanın istiqamətinə təsiri öyrənilmişdir.

İlk dəfə olaraq, sintez olunmuş tsikloalkilaseto- və benzofenonların anilin ilə aminometilləşmə reaksiyaları aparılaraq Mannix əsasları alınmışdır. Nəticədə 36 yeni quruluşlu kimyəvi maddə sintez olunmuşdur.

İşin praktiki əhəmiyyəti. Tərkibində karbonil, OH, N fraqmentləri saxlayan sintez olunmuş birləşmələr polifunksional kompleks xassələrə malikdirlər.

2-Hidroksi-5-tsikloalkilasetofenonların polistirola fotostabilizator kimi müqayisəli sınaqları aparılmışdır. Təqdim olunan fotostabilizatorların əlavə olduğu polistirola 8 saat fotoşüalanmadan sonra heç bir dəyişiklik müşahidə olunmamışdır.

Aminometilləşmiş aseto- və benzofenonlar M-8 mühərrik yağında yüksək temperatura davamlı antioksidant və eyni zamanda olefinlərin oliqomerləşməsi prosesində istifadə olunan katalitik prekursorlara liqand kimi istifadə olunmuşdur.

Dərc edilmə. Dissertasiya işi üzrə 35 elmi əsər, o cümlədən 3 patent, 14 məqalə (5-i xaricdə) və 18 Beynəlxalq və respublika səviyyəli məruzələrin tezisləri çap olunmuşdur.

İşin aprobasiyası. Dissertasiya işinin nəticələri aşağıdakı konfranslarda məruzə edilmiş və müzakirə olunmuşdur: „Neft və qazın çıxarılması, hazırlanması və nəqli” mövzusunda Ümumi Rusiya elmi-praktiki konfransı (Tomsk ,2013); Akad. A.Əfəndiyevin anadan olmasının 75 illik yubileyinə həsr olunmuş konfrans (Bakı,2013); Akademik M.Nağıyevin anadan olmasının 105 illik yubi-leyinə həsr olunmuş resp. elmi konfransı (Bakı,2013); Gənc tədqiqat-çıların Beynəlxalq elmi konfransı (Bakı,2014,2015); Akad S.C. Mehdi-yevin 100 illik yubileyinə həsr olunmuş resp. elmi konfransı (Bakı, 2014); 1-ci Beynəlxalq elmi konfransı SOKAR (Bakı, 2014); Enerji, regional inteqrasiya və sosial-iqtisadi inkişafına dair 2-ci Beynəlxalq konfrans (Bakı,2014); Gənclər üçün elmi məktəbin elementləri ilə IV Beynəlxalq elmi-praktiki konfrans (Ufa,2014); 13 İbn Sina heterotsiklik birləşmələr konfransı (Misir, 2015), H. Əliyevin anadan olmasının 92-ci ildönümünə həsr olunmuş „Müasir biologiya və kimyanın aktual problemləri” IX resp. elmi konfransı (Bakı, 2015); Akademik T. Şahtaxtinskini anadan olmasının 90 illik yubileyinə həsr olunmuş respublika elmi konfransı (Bakı, 2015); „Monomerlər və polimerlər kimyasının müasir problemləri” mövzusunda III respublika elmi konfransı, (Sumqayıt DU, 2015); Akad. Ə.Quliyev adına Aşqarlar Kimyası İnstitutunun yaradılmasının 50 illiyinə həsr olunmuş „Sürtkü materialları, yanacaqlar, xüsusi mayelər, aşqar və reagentlər” mövzusunda resp. elmi konfransı (Bakı, 2015); 27. Ulusal kimya konfransı (Türkiyə, Çanakkala, 2015), I Beynəlxalq Türk Dünyası konfransı (Sarajevo,2015), Akademiyanın elm həftəliyi beynəlxalq multidissiplinar forumu (Bakı, 2015).

İşin həcmi və quruluşu. Dissertasiya işi 168 səhifə həcmində olub girişdən, 5 fəsildən, nəticələrdən, 188 ədəbiyyat mənbəyindən və əlavələrdən ibarətdir. Dissertasiya işində 7 cədvəl və 47 şəkil var.

İŞİN ƏSAS MƏZMUNU

Girişdə işin aktuallığı, məqsədi, elmi yeniliyi və praktiki əhəmiyyəti göstərilmiş və əsaslandırılmışdır.

I fəsildə ədəbiyyat icmalı verilmiş, burada fenolların sirkə turşusu və benzoil xloridlə müxtəlif katalizatorların iştirakında asilləşmə reaksiyaları nəticəsində aseto- və benzofenonların alınması üsulları, eyni zamanda, aminometilləşmə reaksiyaları haqqında ədəbiyyat mənbələri təhlil

olunmuşdur. Burada, həmçinin bu sahədə mövcud tədqiqatların tənqidi analizi verilmiş və dissertasiya işinin mövzusunun seçimi əsaslandırılmışdır.

II fəsildə təcrübi hissə verilir. Burada ilkin xammallar, onların fiziki-kimyəvi göstəriciləri, təcrübələrin gedişi, elmi tədqiqatlar nəticəsində alınan reaksiya məhsullarının analiz üsulları verilmişdir.

III fəsildə para-(1-metiltsiklopentil)-fenolun, para[1(3)-metiltsikloheksil]-fenolların, izoprenin, piperilenin, divinilin tsiklodimerləri, pirolizin maye məhsullarının 130-190°C fraksiyası əsasında alınmış para-alkilfenolların ZnCl₂, KY-23 katalizatorlarının iştirakında sirkə turşusu ilə asilləşmə reaksiyalarının tədqiqindən, müxtəlif parametrlərin məqsədli məhsulların-2-hidroksi-5-tsikloalkilasetofenonların çıxımına təsirinin araşdırılmasından bəhs edilir.

IV fəsil yuxarıda sadalanan para-tsikloalkilfenolların ZnCl₂ və KY-23 katalizatorlarının iştirakında benzoil xlorid ilə asilləşmə reaksiyaları nəticəsində 2-hidroksi-5-tsikloalkilbenzofenonların alınması reaksiyalarının tədqiqinə, reaksiyaların temperaturunun, vaxtının və ilkin komponentlərin mol nisbətlərinin məqsədli məhsulların çıxımlarına təsirinin öyrənilməsinə həsr olunmuşdur.

V fəsildə sintez olunmuş 2-hidroksi-5-metiltsikloalkilaseto-və benzofenonların aminometilləşmiş törəmələrinin alınmasından bəhs edilir. Bu fəsilə həmçinin sintez olunmuş kimyəvi birləşmələrin müxtəlif sahələrdə sınaqlarının nəticələri verilmişdir.

Dissertasiya, yerinə yetirilmiş elmi işin xülasəsi olaraq əsas nəticələr və istinad olunmuş ədəbiyyat mənbələrinin siyahısı ilə yekunlaşır.

Dissertasiya AMEA Y.H.Məmmədəliyev adına Neft-Kimyə Prosesləri İnstitutunun 0114Az2005 qeydiyyat nömrəli iş proqramı üzrə yerinə yetirilmişdir.

İlkin xammallar, katalizatorlar, təcrübələrin aparılma qaydaları və reaksiya məhsullarının analiz üsulları

Tədqiqatların aparılması üçün xammal kimi 1-metil-3-izopropenil-tsikloheksen-1-il (dipren), 1-metil-4-izopropeniltsikloheksen-1-il (dipenten), izoprenin tsiklodimerinin (dipren və dipenten) qarışığı (160-180°C fraksiyası), *p*-(1-metiltsiklopentil)-fenol, *p*-(1-metiltsikloheksil)-fenol, *p*-(3-metiltsikloheksil)-fenol, 2-hidroksi-5-(1-metiltsiklopentil)-benzilfenilamin, 2-hidroksi-5-(1-metiltsikloheksil)-benzilfenilamin, 2-hidroksi-5-(3-metiltsikloheksen-3-il)-benzilfenilamin, 2-hidroksi-5-(3-metiltsikloheksil)-benzilfenilamin, 2-hidroksi-5-(3-metiltsikloheksen-4-il)-

benzilfenilamin, 2-hidroksi-5-[3(4)-metiltsikloheksen-4-il]-benzilfenilamin, 2-hidroksi-5-(tsikloheksen-3-il-etil)-benzilfenilamin, 2-hidroksi-5-[1-(5-metiltsikloheksil-3-il)-izopropil]-benzilfenilamin, 2-hidroksi-5-aralkilbenzilfenilamin, sirkə turşusu, benzoil xlorid götürülmüşdür.

Asilləşmə reaksiyaları üçün KY-23, ZnCl₂ katalizatorlarından istifadə olunmuşdur.

Kationit KY-23, 10/60(ГОСТ 20298-74) asilləşmə üçün istifadədən qabaq 110°C-dək qızdırılıb tərkibindəki sudan azad olur.

Fenolun sirkə turşusu ilə (və benzoil xlorid) asilləşmə reaksiyaları laboratoriya şəraitində üçboğazlı kolbada aşağıdakı üsul ilə aparılmışdır: hesablanmış miqdarda para-tsikloalkilfenol və katalizator kolbaya doldurulub qızdırılır. Temperatur 60°C-yə çatdıqda qarışıqın üzərinə buzlu sirkə turşusu (benzoil xlorid) damla-damla əlavə olunur və temperatur 120-160 °C qaldırılır. Qarışma 20-60 dəqiqə (KY-23-də 8-10 saat) davam etdirilir. Sonra qarışıq xlorid turşusunun 10%-li sulu məhlulu ilə yuyulur və aşağı təzyiqdə qovulur. Məqsədli məhsul etil spirti ilə yuyulur və fiziki-kimyəvi xassələri təyin olunur.

Sintez olunmuş aseto- və benzofenonlar və onların aminometilləşmiş məhsulları yüksək temperaturda qaynayan maddələr olduğundan onların təmizlik dərəcələri nazik-təbəqə xromatoqrafiya üsulu ilə təyin olunmuşdur.

Alınmış birləşmələrin İQ-spektri «Perkin-Elmer» firmasının istehsal etdiyi «Spektrum BX» və «BRUKER» firmasının istehsalı olan «ALPHA İQ Fyrye» (Almaniya) spektrometrlərində çəkilmişdir.

Alınmış birləşmələrin NMR-spektri «BRUKER» firmasının istehsalı olan 300 mHr tezlikli NMR spektrometridə (Almaniya) çəkilmişdir.

Tsikloalkilfenolların sirkə turşusu ilə ZnCl₂ və KY-23 katalizatorları iştirakında asilləşmə reaksiyalarının tədqiqi

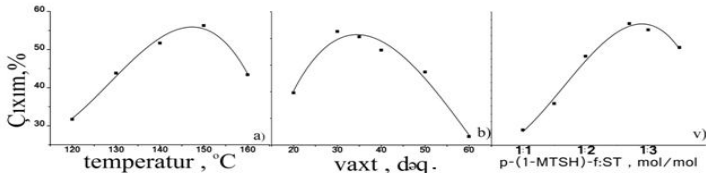
ZnCl₂ və KY-23 katalizatorları iştirakı ilə *p*-tsikloalkilfenolların sirkə turşusu ilə asilləşmə reaksiyalarının tədqiqi həyata keçirilmişdir.

2-Hidroksi-5-(tsikloalkil)-asetofenonların səmərəli çıxımını təmin edən optimal şəraitin tapılması məqsədi ilə temperaturun, təcrübənin müddətinin, *p*-tsikloalkilfenolların sirkə turşusuna mol nisbəti və katalizatorun miqdarının məqsədli məhsulun çıxımına təsiri öyrənilib.

ZnCl₂ iştirakında asilləşmə reaksiyasının temperaturu 120-160°C-də, təcrübənin müddəti 20-60 dəq., tsikloalkilfenolların sirkə turşusuna mol nisbəti 1:1+3 həddində tədqiq edilmişdir.

KY-23 iştirakında asilləşmə reaksiyasının temperaturu 120-160°C-də, təcrübənin müddəti 6-10 saat., tsikloalkilfenolların sirkə turşusuna mol nisbəti 1:1+3, katalizatorun miqdarı 5-15% həddində öyrənilmişdir.

Şəkil 1-də nümunə üçün ZnCl₂ katalizatorunun iştirakı ilə p-(1-metil-tsikloheksil)-fenolun sirkə turşusu ilə asilləşmə reaksiyasının nəticələri verilmişdir.



Şəkil 1. 2-Hidroksi-5-(1-metiltsikloheksil)-asetofenonun çıxımının temperaturdan (a), vaxtdan (b) və mol nisbətlərindən (v) asılılıq əyriyələri

Şəkildən göründüyü kimi, temperaturun aşağı hədlərində -120°C-də asetofenonun çıxımı xeyli aşağı olur -31.7% (götürülən tsikloalkilfenola görə). Temperaturu 120°C-dən 150°C-yə qaldırmaqla məqsədli məhsulun çıxımı 31.7-dən 56.3%-dək artmış olur. Temperaturun 150°C-dən yuxarı qaldırılması ilə, elə bir müsbət nəticəyə nail olmaq olmur; çıxım aşağı düşür. Bu, yüksək temperaturda arzu olunmaz məhsulların alınması ilə izah olunur.

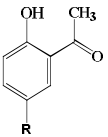









1 saylı şəkildən görünür ki, reaksiya üçün götürülən ilkin komponentlərin görüşmə müddəti 30 dəqiqə olduqda, 2-hidroksi-5-(1-metiltsikloheksil)-asetofenonun çıxımı götürülən para-(1-metiltsikloheksil)-fenola görə 56.3% təşkil edir. Reaksiya müddətinin artırılıb azalması ilə müsbət nəticə əldə etmək olmur.

1 saylı şəkilin göstəricilərinə fikir versək görürük ki, məqsədli məhsulun səmərəli çıxımı para-(1-metiltsikloheksil)-fenolun sirkə turşusuna olan 1:2 mol nisbətində əldə edilir. Reaksiya üçün götürülən ilkin komponentlərin digər nisbətlərində elə də səmərəli nəticə əldə etmək olmur.

Beləliklə, para-(1-metiltsikloheksil)-fenolun sirkə turşusu ilə ZnCl₂ katalizatorunun iştirakında asilləşmə reaksiyasının həyata keçirilməsi üçün aşağıda göstərilən şərait lazımdır: temperatur-150°C, reaksiya müddəti 30 dəqiqə, p-(1-MTSH)-f:ST nisbəti 1:2 mol olduqda məqsədli məhsulun- 2-hidroksi-5-(1-metiltsikloheksil)-asetofenonun götürülən para-(1-metiltsikloheksil)-fenola görə çıxımı 56.3% təşkil edir.

Cədvəl 1

2-Hidroksi-5-(tsikloalkil)-asetofenonların fiziki və kimyəvi xassələri

	Qayn. temp., °C/10 mm c.st.	Ərimə temp., °C	Mol. kütlə	Element tərkibi, %			
				Hesablanıb		Tapılıb	
				C	H	C	H
	166-168	114.8	232	78.0	8.6	77.4	8.3
	150-152	113.3	218	77.1	8.3	77.6	8.1
	161-163	123	232	78.0	8.6	77.6	8.3
	193-195	106-107	272	79.4	8.8	78.9	8.5
	198-202	108	272	79.4	8.8	79.2	8.3
	194-201	-	272	79.4	8.8	78.7	8.5
	171-173	77	244	78.7	8.2	78.3	7.9
	189-201	83	272	79.4	8.9	79.2	8.8
	166-168	114.8	232	78.0	8.6	77.4	8.3

Para-(1-metiltsikloheksil)-fenolun sirkə turşusu ilə KY-23 katalizatorunun iştirakında asilləşmə reaksiyasının həyata keçirilməsi üçün aşağıdakı şərait səmərəli sayıla bilər: temperatur 160°C, reaksiyanın müddəti 10 saat, para-tsikloalkilfenolun sirkə turşusuna mol nisbəti 1:2 mol, katalizatorun miqdarı 10% (götürülən para-tsikloalkilfenola görə). Bu zaman məqsədli məhsulun çıxımı 64.8% təşkil edir.

Analoji olaraq, ZnCl₂ və KY-23 katalizatoru iştirakı ilə, para-(1-metiltsiklopentil)-fenol, para-(3-metiltsikloheksil)-fenol, para-(4-metil-

tsikloheksenil-izopropil)-fenol, para-[3(4)-metiltsikloheksenil-izopropil]-fenol, para-(tsikloheksen-3-il-etil)-fenol, para-(arilalkil)-fenol, para-[1-(5-metiltsikloheksen-3-il)-izopropil]-fenolun sirkə turşusu ilə asilləşmə reaksiyalarının tədqiqi həyata keçirilmişdir.

Aldığımız nəticələr göstərir ki, para-tsikloalkilfenolların tərəfimizdən təqdim olunan KY-23 və ZnCl₂ katalizatorları ilə tsikloasilləşmə reaksiyaları mövcud katalizatorlardan fərqli olaraq daha yumşaq şəraitdə gedir.

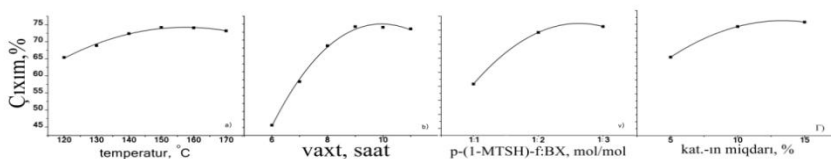
ZnCl₂ katalizatorunun iştirakı ilə para-(1-metiltsikloheksil)-fenolun asilləşmə reaksiyasının tədqiqi və reqresiya riyazi modeli işlənib hazırlanmışdır.

Tsikloalkilfenolların benzoil xlorid ilə ZnCl₂ və KY-23 katalizatorları iştirakında asilləşmə reaksiyalarının tədqiqi

ZnCl₂ və KY-23 katalizatorları iştirakı ilə *p*-tsikloalkilfenolların benzoil xlorid ilə asilləşmə reaksiyaları tədqiq edilmişdir.

Nümunə üçün götürdüyümüz, para-(1-metiltsikloheksil)-fenolun benzoil xlorid ilə ZnCl₂ katalizatorunun iştirakında asilləşmə reaksiyasının həyata keçirilməsi üçün aşağıda göstərilən şərait tapılmışdır: temperatur-150°C, reaksiya müddəti- 45-50 dəqiqə, *p*-(1-MTSH)-f:BX nisbəti 1:2 mol olduqda, məqsədli məhsulun-2-hidroksi-5-(1-metiltsikloheksil)-benzofenonun götürülən para-(1-metiltsikloheksil)-fenola görə çıxımı 58.4% təşkil edir.

Şəkil 3-də nümunə üçün KY-23 katalizatorunun iştirakı ilə *p*-(1-metiltsikloheksil)-fenolun benzoil xlorid ilə asilləşmə reaksiyasının nəticələri verilmişdir.



Şəkil 2. 2-Hidroksi-5-(1-metiltsikloheksil)-benzofenonun çıxımının temperaturdan (a), vaxtdan (b), mol nisbətlərindən (v) və katalizatorun miqdarından (q) asılılıq əyriləri

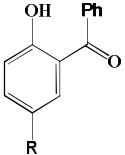









Para-(1-metiltsikloheksil)-fenolun benzoil xlorid ilə KY-23 katalizatorunun iştirakında asilləşmə reaksiyasının həyata keçirilməsi üçün aşağıdakı şərait səmərəli sayıla bilər: temperatur 140-160°C, reaksiyanın müddəti 8-10 saat, para-tsikloalkilfenolun benzoil xloridə mol nis-

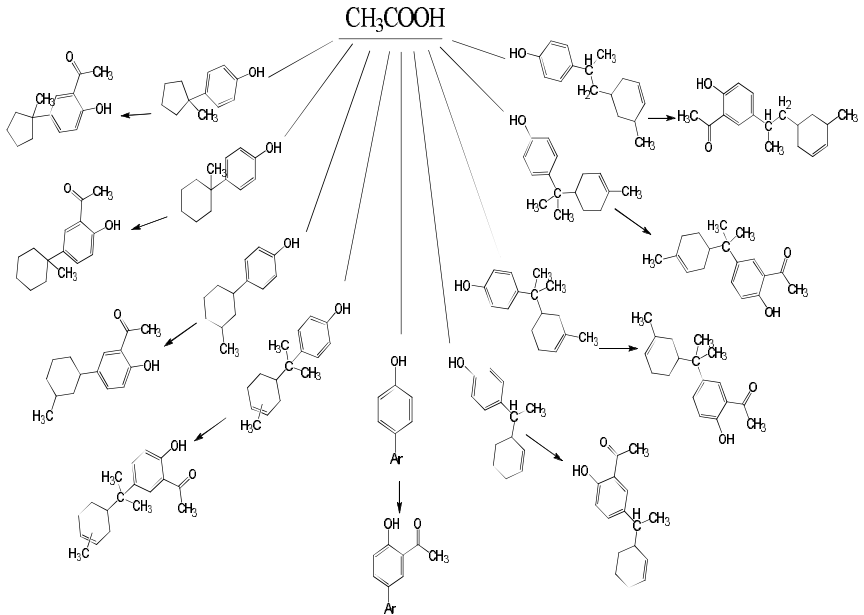
bəti 1:2 mol, katalizatorun miqdarı 10% (götürülən para-tsikloalkilfenolla görə). Bu zaman məqsədli məhsulun çıxımı 74.2 % təşkil edir.

Eyni ilə, $ZnCl_2$ və KY-23 katalizatoru iştirakında p-tsikloalkilfenolların benzoil xlorid ilə asilləşmə reaksiyaları öyrənilmişdir.

Cədvəl 2

2-Hidroksi-5-(tsikloalkil)-benzofenonların fiziki-kimyəvi xassələri

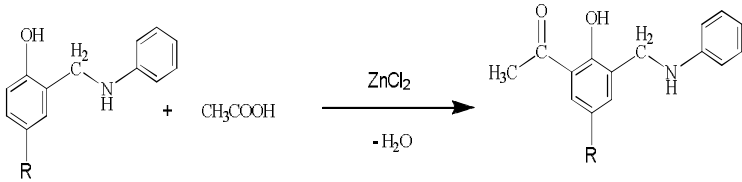
	Qayn. temp., °C/10 mm c.st.	Ərimə temp., °C	Mol. kütlə	Element tərkibi, %			
				Hesablanıb		Tapılıb	
				C	H	C	H
	176-177	104	294	78.0	8.6	77.4	8.7
	160-162	95	280	77.1	8.3	77.6	8.1
	172-174	76	294	78.0	8.6	77.6	8.3
	191-194	123	334	79.4	8.8	78.9	8.5
	201-203	129	334	79.4	8.8	79.7	9.3
	196-198	-	224	79.4	8.8	78.7	8.5
	184-186	77	306	78.7	8.2	78.3	8.6
	202-204	97	334	79.4	8.9	79.2	9.2
	188-191	95	302	80.0	6.7	79.5	6.9



Şəkil 3. Para-tsikloalkilfenolların sirkə turşusu ilə asilləşmə reaksiyalarının sxemi

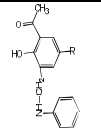




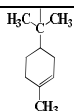




2-Hidroksi-5-(tsikloalkil)-benzilfenilaminlərin sirkə turşusu və benzoil xlorid ilə ZnCl_2 katalizatoru iştirakında asilləşmə reaksiyaları

Aminometilləşmiş asetofenonların sintezi aşağıdakı kimi həyata keçirilmişdir:

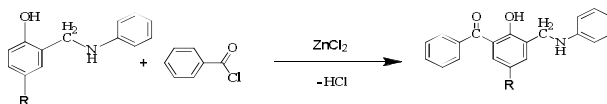


Asilləşmə reaksiyası nəticəsində 2-hidroksi-3-fenilaminometil-5-(tsikloalkil)-asetofenonların götürülən benzilfenilaminlərə görə çıxımları 66.8-74.1% olur.

2-Hidroksi-3-fenilaminometil-5-(tsikloalkil)-asetofenonların fiziki-kimyəvi xassələri

	Qayn. temp., °C/10 mm c.st.	Ərimə temp., °C	Mol. kütlə	Element tərkibi, %					
				Hesablanıb			Tapılıb		
				C	H	N	C	H	N
R = 	198-203	142	337	78.3	8.06	4.15	78.15	7.95	4.22
	175-178	123	323	77.98	7.79	4.33	77.36	7.83	4.52
	183-185	138	337	78.3	8.06	4.15	80.78	8.80	4.07
	197-201	151	377	78.77	7.51	4.18	78.45	7.28	4.43
	203-207	156	377	78.77	7.51	4.18	78.53	7.29	4.35
	197-207	-	377	78.77	7.51	4.18	78.86	7.59	4.26
	215-218	163	349	79.05	7.79	4.01	78.86	7.84	4.17
	236-241	179	377	79.54	8.28	3.71	79.38	7.95	3.93
	223-228	172	345	79.97	6.71	4.05	79.74	6.93	4.27

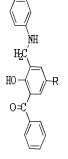









2-Hidroksi-5-(tsikloalkil)-benzilfenilaminlərin benzoil xlorid ilə ZnCl₂ katalizatoru iştirakında asilləşmə reaksiyalarının ümumi tənliyi aşağıdakı kimidir:



Asilləşmə reaksiyası nəticəsində 2-hidroksi-3-fenilaminometil-5-(tsikloalkil)-benzofenonlar götürülən benzilfenilaminlərə görə 68.4-76.2 % çıxımla alınmışdır.

Cədvəl 4

2-Hidroksi-3-fenilaminometil-5-(tsikloalkil)-benzofenonların fiziki-kimyəvi xassələri

	Qayn. temp., °C/10 mm c.st.	Ərimə temp., °C	Mol. kütlə	Element tərkibi, %					
				Hesablanıb			Tapılıb		
				C	H	N	C	H	N
	234-238	174	399	81.17	7.32	3.51	81,34	7.19	3.73
	207-211	157	385	81.01	7.06	3.63	80.88	7.21	3.48
	229-233	168	399	81.01	7.32	3.51	80.78	7.24	3.56
	236-239	181	397	81.58	6.85	3.52	81.34	6.67	3.76
	244-248	185	397	81.58	6.85	3.52	81,27	6.69	3.68
	236-248	-	397	81.58	6.85	3.52	81,42	6.59	3.74
	256-259	148	411	81.72	7.10	3.40	81.59	7.34	3.15
	287-291	198	439	81.97	7.57	3.19	81.73	7.84	3.53
	264-268	187	407	82.53	6.18	3.44	82.39	6.36	3.67

2-Hidroksi-5-(1-metiltsikloalkil)-asetofenonların polistirola stabilizator kimi sınaqları

2-Hidroksi-5-(1-metiltsikloheksil)-(TAAF-I) və 2-Hidroksi-5-(1-metiltsiklopentil)-(TAAF-II) asetofenonlar 0.5% kütlə miqdarında polistirola (PS) əlavə edilərək, məlum stabilizatorla (2,4,6-üçlübutilfenol) müqayisəli yoxlanılmışdır. PS və PS əlavə olunmuş nümunələr PRK-2 civə lampası ilə şüalandırılmış və 8 saat müddətində onların optiki sıxlıqlarının dəyişməsi tədqiq edilmişdir. Onların İQ-spektrləri vasitəsilə karbonil, $-CH_3$ və $-CH_2$ – qruplarının optiki sıxlıqlarının dəyişməsi ilə izlənilmişdir. Sintez olunmuş 2-hidroksi-5-(1-metiltsikloalkil)-asetofenonların məlim stabilizatorla müqayisəli sınaqlarının nəticələri cədvəl 5-də verilmişdir.

Cədvəl 5-dən görünür ki, 1 saatdan başlayaraq 1715 sm^{-1} sahəsində udulma zolağı müşahidə olunur, fotoşüalandırılma davam etdikcə, optiki sıxlığın qiyməti artır. Polistirola 0.5 küt. %-i stabilizator nümunələri əlavə edilmiş və polistirolun 8 saata qədər fotoşüalandırılmış spektrləri çəkilmişdir. Sınaqların nəticələri göstərir ki, sintez olunmuş nümunələr əlavə olunmuş PS-un optiki sıxlıqları sabit qalır və fotostabilizator kimi istifadə oluna bilərlər.

Cədvəl 5

2-Hidroksi-5-(1-metiltsikloalkil)-asetofenonların polistirola stabilizator kimi sınaqlarının nəticələri

	PS	PS + (Məlum)			PS + (Prototip)			PS + N-1			PS + N-2		
		sm^{-1}	$D_{1766} \text{ sm}^{-1}$	$D_{1373} \text{ sm}^{-1}$	$D_{1445} \text{ sm}^{-1}$	$D_{1763} \text{ sm}^{-1}$	$D_{1366} \text{ sm}^{-1}$	$D_{1445} \text{ sm}^{-1}$	$D_{1740} \text{ sm}^{-1}$	$D_{1369} \text{ sm}^{-1}$	$D_{1444} \text{ sm}^{-1}$	$D_{1766} \text{ sm}^{-1}$	$D_{1372} \text{ sm}^{-1}$
PS (f/ş əvvəl)	-	0.053	0.184	0.415	0.066	0.217	0.424	0.09	0.252	0.532	0.132	0.332	0.656
30 dəq. f/ş	-	0.052	0.184	0.415	0.067	0.217	0.424	0.087	0.251	0.531	0.131	0.332	0.654
60 dəq. f/ş	-	0.053	0.186	0.416	0.067	0.218	0.426	0.085	0.247	0.529	0.131	0.331	0.652
120 dəq. f/ş	0	0.055	0.193	0.427	0.071	0.267	0.457	0.085	0.247	0.53	0.131	0.33	0.652
240 dəq. f/ş	0	0.059	0.206	0.431	0.078	0.276	0.463	0.085	0.25	0.53	0.128	0.331	0.652
360 dəq. f/ş	0	0.063	0.217	0.435	0.083	0.31	0.484	0.084	0.249	0.529	0.13	0.331	0.651
480 dəq. f/ş	0	0.071	0.221	0.447	0.089	0.335	0.491	0.084	0.249	0.529	0.13	0.331	0.652

2-Hidroksi-3-fenilaminometil-5-metiltsikloalkilasetofenonların M-8 mühərrik yağında yüksək temperatura davamlı antioksidant kimi sınaqları

2-Hidroksi-3-fenilaminometil-5-metiltsikloalkilasetofenonlar yağlarda antioksidant kimi sınaqdan çıxarılmışdır. Sınaq üçün baza yağı kimi M-8 mühərrik yağından istifadə olunmuşdur.

Sintez olunmuş 2-hidroksi-3-fenilaminometil-5-(1-metiltsiklopentil)-asetofenon (AF-I), 2-hidroksi-3-fenilaminometil-5-(1-metiltsikloheksil)-asetofenon (AF-II) və 2-hidroksi-3-fenilaminometil-5-(3-metiltsikloheksil)-asetofenon (AF-III) M-8 mühərrik yağında yüksək temperaturda (200°C) antioksidant kimi sınaqdan çıxarılmışdır.

Antioksidantların miqdarı 0.5% götürülmüşdür. AF-I,AF-II,AF-III oksidləşməyə qarşı ГОСТ 11063-77 uyğun olaraq, ДК-НАМИ aparatında həyata keçirilmişdir. Oksidləşmə 200°C temperaturda 10 saat müddətində aparılmışdır. Sınaqlar АКІ-21 antioksidantı və digər məlum antioksidantlar ilə müqayisəli standart üzrə qoyulan tələbə uyğun – oksidləşmədən sonra çöküntünün və özlülük artımının miqdarına görə qiymətləndirilmişdir.

Sınaqlar nəticəsində M-8 baza yağının özlülük artımı 16.10%, çöküntünün miqdarı 4.47%, АКІ-21 aşqarı əlavə olunduqdan sonra, müvafiq olaraq 15.93%, 1.36% olduğu halda, AF-1-in özlülük artımı 13.53, çöküntünün miqdarı 0.63%, AF-2-də müvafiq olaraq 10.93-0.37%, AF-3-də 12.42-0.42% olur.

Beləliklə, 2-hidroksi-3-fenilaminometil-5-metiltsikloalkilasetofenonlar M-8 mühərrik yağına yüksək temperatura (200°C) davamlı antioksidant kimi istifadə oluna bilərlər.

NƏTİCƏLƏR

1. İlk dəfə olaraq, para-(1-metiltsiklopentil)-fenolun, para-[1(3)-metiltsikloheksil]-fenolların, izoprenin, piperilenin, divinilin tsiklodimerləri, pirolozin maye məhsullarının 130-190°C fraksiyası əsasında alınmış para-alkilfenolların $ZnCl_2$, KY-23 katalizatorlarının iştirakında sirkə turşusu və benzoil xlorid ilə asilləşmə reaksiyaları aparılmışdır. Reaksiya üçün götürülmüş para-tsikloalkilfenolların quruluşlarının, rejim parametrlərinin (temperatur, vaxt, ilkin komponentlərin mol nisbətləri, katalizatorun miqdarı) məqsədli məhsulların çıxımına və reaksiyanın istiqamətinə təsiri öyrənilmişdir. Tədqiqat nəticəsində müəyyən edil-

mişdir ki, tapılmış optimal şəraitdə məqsədli məhsulların çıxımı 50.9-80.3 % təşkil edir.

2. İlk dəfə olaraq 2-hidroksi-5-(metilsikloalkil)-aseto- və benzofenonların formaldehid və anilin ilə aminometilləşmə reaksiyaları tədqiq olunmuşdur. Məqsədli məhsulların-aminometilləşmiş 2-hidroksi-5-(metilsikloalkil)-aseto-və benzofenonların çıxımlarına təsir edən rejim parametrləri araşdırılaraq hər reaksiya üçün səmərəli şərait tapılmışdır. Nəticədə 36 yeni quruluşlu kimyəvi maddə sintez olunmuşdur.

3. Sintez olunmuş 2-hidroksi-5-tsikloalkilaseto- və benzofenonların, onların aminometilləşmiş törəmələrinin İQ, NMR ¹H, NMR ¹³C, xromatografik və s. üsullarla kimyəvi tərkibləri və quruluşları müəyyən edilmişdir.

4. 2-Hidroksi-5-metilsikloalkilasetofenonlar polistirolda fotostabilizator kimi sınaqdan çıxarılmışdır. Sınaqlar nəticəsində müəyyən edilmişdir ki, polistirola 0.5% tsikloalkilasetofenonlar əlavə edildikdə, məlum stabilizatorlardan fərqli 8 saat fotoşüalanmadan sonra polistirola xas fraqmentlərin optiki sıxlıqları sabit qalır və deməli, 2-hidroksi-5-metilsikloalkilasetofenonlar polistirolda fotostabilizator kimi istifadə oluna bilərlər.

5. Aminometilləşmiş 2-hidroksi-5-metilsikloalkilasetofenonlar M-8 mühərrik yağında yüksək temperatura davamlı antioksidant kimi sınaqdan çıxarılmışdır. Müəyyən edilmişdir ki, sintez olunmuş antioksidantlar M-8 mühərrik yağına 0.5% əlavə olunduqda, məlum antioksidantlarla müqayisədə 200°C-də, 10 saat oksidləşmədən sonra (ГОСТ 11083-77-ə uyğun) yağın keyfiyyət göstəriciləri xeyli yaxşılaşır: özlülük artımı 10.93-13.53 %, çöküntü cüzi 0.37-0.63 % olur.

6. Aminometilləşmiş 2-hidroksi-5-metilsikloalkilaseto- və benzofenonlar etilenin olıqomerləşməsi prosesində istifadə olunan katalitik prekursorlara liqand kimi istifadə olunmuşdur və nəticələr səmərəli olmuşdur.

DİSSERTASIYA MATERIALLARI ÜZRƏ AŞAĞIDAKİ ELMİ ƏSƏRLƏR ÇAP EDİLMİŞDİR:

1. Rəsulov Ç.Q., Əzimova R.K., Çalışkan M.M., Quliyev F.V. Para-[1(3)-metilsikloheksil]-fenollar əsasında aseto- və benzofenonların sintezi və xassələrinin tədqiqi /Akademik M.Nağıyevin anadan olmasının 105 illik yubileyinə hərs olunmuş resp. elmi konf. materialları, Bakı, 2013, s.21-23

2. Məcidov E.A., Çalışkan M.M., Rəsulov Ç.Q., Pirokondensatın stirool fraksiyası əsasında aseto-və benzofenonların alınması və xassə-

lərinin tədqiqi/Akad. A.Əfəndiyevin anadan olmasının 75 illik yubileyinə həsr olunmuş konf. materialları, Sumqayıt, 27-28 iyun, 2013, s.95-96

3. Çalışkan M.M., Əzizov A.H., Rəsulov Ç.Q., Para-(metiltsikloheksenil-izopropil)-fenolların sirkə turşusu ilə asilləşmə reaksiyalarının bəzi xüsusiyyətləri // Journal of Qafqaz University, 2013, vol.1, N.2, p.170-174

4. Чалышкан М.М., Расулов Ч.К., Азизов А.Г. Рациональные пути использования фракц. C_4, C_5 и C_8-C_9 пиролиза бензина для синтеза химические добавки / Материалы Всероссийской научно-технич. конференц., Добыча, подготовка, транспорт нефти и газа“, 24-26 сент., 2013, г. Томск, с. 302-304

5. Rəsulov Ç.Q., Çalışkan M.M., Salmanova Ç.Q., Əzizov A.H., Əhmədbəyova S.F., 2-Hidroksi-5-(1-metiltsikloalkil)-asetofenonlar polistirola stabilizator, Patent a 20140008, 2014

6. Rəsulov Ç.Q., Çalışkan M.M., Salmanova Ç.Q., Əliyev B.M., 2-Hidroksi-5-(3-metiltsikloheksil)-aseto- və benzofenonların sintezi // Azərbaycan kimya jurnalı, 2014, 3, s.63-66

7. Çalışkan M.M., Yusifov Y.H., Şaşkayeva, M.A., Rəsulov Ç.Q., Metiltsikloalkilasetofenonların aminlərlə qarşılıqlı təsir reaksiyalarının tədqiqi/ Akad S.C. Mehdiyevin anadan olmasının 100 illik yubileyinə həsr olunmuş resp. elmi konf. materialları, Bakı, 2014, s.90-91

8. Əzimova R.K., Məcidov E.A. , Çalışkan M.M., Salmanova Ç.Q., Rəsulov Ç.Q., Benzinin pirolizindən alınan C_5 və C_8-C_9 fraksiyalarının əsasında səmərəli stabilizatorların sintezi/ Akad. S.C. Mehdiyevin anadan olmasının 100 illik yubileyinə həsr olunmuş resp. elmi konf. materialları, Bakı, 2014, s.167-168

9. Çalışkan M.M., Məcidov E.A., Əzimova R.K., Rəsulov Ç.Q., Para-arilalkiltsikloalkilfenollar əsasında yeni quruluşlu asetofenonların və iminlərin sintezi / Prof. A. Ə. Verdizadənin anadan olmasının 100 illik yubileyinə həsr olunmuş II resp. elmi konf. materialları, Bakı, 2014, s.195-197

10. Məcidov E.A., Çalışkan M.M., Mirzəyev V.H., Rəsulov Ç.Q., Benzinin pirolizi prosesində alınan C_4 , C_5 və C_8-C_9 fraksiyalarının əsasında antioksidantların sintezi və xassələrinin tədqiqi/I.c. Beynəlxalq elmi konf. SOKAR, Bakı, 15-16.11.2014, s.355-356

11. Abbasov V.M., Rəsulov Ç.Q., Çalışkan M.M., Əliyev B.M. Məmmədov F.F., 2-Hidroksi-3-fenilaminometil-5-metiltsikloalkilaseto-

fenonlar M-8 mühərrik yağına yüksək temperatura davamlı antioksidant.
Patent a 20140117, 2014

12. Çalışkan M.M., Rəsulov Ç.Q., Para-(3-metilsikloheksen-3-il-izopropil)-fenolun KY-23 katalizatoru iştirakında asilləşmə reaksiyaları // Journal of Qafqaz University, 2014, vol.2, N 1, p.68-72

13. Меджидов Э.А., Чалышкан М.М., Расулов Ч.К., Получение новой светостабилизирующие добавки на основе фракции C₅ и C₈-C₉ пиролиза бензина / Материалы IV Международной научно-практической конференции с элементами научной школы для молодежи, Баки, 2014, с.66

14. Чалышкан М.М., Джафаров Р.П., Багирзаде Р.З., Расулов Ч.К., Математическое описание и оптимизация реакции ацилирования п-(1-метилциклогексил)-фенола с уксусной кислотой// Journal of Qafqaz University, 2014, v. 2, No:2, с.199-202

15. Chalishkan M.M., Retilova M.R., The synthesis of 2-hydroxy-5-(1-methylcycloalkyl)-acetophenones/II. International Scientific Conference of Young Researches, Qafqaz University, Baku, 2014, p.112

16. Abbasov V.M., Rasulov Ch.K., Mirzayev V.H., Chalishkan M.M., Yusifov Y.H., Shashkayeva M.A., Some properties of acylation reactions of para-(1-(cyclohex-3-ene-1-yl)-ethyl)-fenol with acetic acid// Process of petrochemistry and oil refining, 2014, v.13 No: 3 pg: 243-251

17. Chalishkan M.M., Synthesis of C₈-C₉ fraction basis of pyrocondensate stabilizers /2nd International Conference on Energy, Regional Integration and Socio-Economic Development, Bakı, 2014, p.37

18. Çalışkan M.M., Məcidov E.A., Şahmuradov S.T., Bağırzadə R.Z., Rəsulov Ç.Q., Tsikloalkilasetofenonlar əsasında iminlərin sintezi və xassələrinin tədqiqi// H. Əliyevin anadan olmasının 92-ci ildönümünə həsr olunmuş „Müasir biologiya və kimyanın aktual problemləri” mövzusunda IX respublika elmi konf. materialları, Bakı, 5-6.5.2015, s.195-197

19. Çalışkan M.M., Rəsulov Ç.Q., Para-tsikloalkilfenolların sirkə turşusu ilə katalitik asilləşmə reaksiyalarının mexanizmi// Akademik T. Şahtaxtinskiyin anadan olmasının 90 illik yubileyinə həsr olunmuş respublika elmi konfransının materialları, Bakı, 2015, s.45

20. Çalışkan M.M., Məcidov E.A., Mirzəyev V.H., Xanmetov Ə.Ə., Əzizov A.H., Rəsulov Ç.Q., 2-Hidroksi-5-tsikloalkil(arilalkil)-asetofenonlar əsasında iminlərin sintezi və xassələrinin tədqiqi /„Monomerlər və polimerlər kimyasının müasir problemləri” mövzusunda III respub-

lika elmi konfransının materialları, Sumqayıt DU, 2015, s.21-23

21. Mirzəyev V.H, Çalışkan M.M., Məmmədov F.F., Rəsulov Ç.Q., 2-Hidroksi-3-(fenilaminometil)-5-tsikloalkilasetofenonların sintezi /Akad. Ə.Quliyev adına Aşqarlar Kimyası İnstitutunun yaradılmasının 50 illiyinə həsr olunmuş „Sürtkü materialları, yanacaqlar, xüsusi mayelər, aşqar və reagentlər” mövzusunda respub. elmi. konfransının materialları, Bakı, 2015, s.47

22.Çalışkan M.M., Salmanova Ç.Q., Rəsulov Ç.Q., 2-Hidroksi-5-(1-metiltsikloalkil)-asetofenonların sintezi və xassələrinin tədqiqi / Akad. Ə.Quliyev adına Aşqarlar Kimyası İnstitutunun yaradılmasının 50 illiyi-nə həsr olunmuş „Sürtkü materialları, yanacaqlar, xüsusi mayelər, aşqar və reagentlər”mövzusunda respub. elmi. konfransının materialları,2015, Bakı, s.48

23. Расулов Ч.К., Азимова Р.К., Чалышкан М.М. Синтез 2-гидрокси-5-(1-метилциклоалкил)-ацетофеноны и исследование их действия в качестве стабилизирующей добавки к полистиролу //S.Dəmirəl adına Kazaxistan Univ. xəbərləri, 2015, №2(3), s.143-150

24. Чалышкан М.М., Багирзаде Р.З., Расулов Ч.К. Синтез 2-гидрокси-5-(3-метилциклогексил)-ацето- и бензофенонов в присутствии катализатора КУ-23 // Процессы нефтехимии и нефтепереработки, 2015, т.17, №2(62) с.114-119

25. Чалышкан М.М., Расулов Ч.К., Багирзаде Р.З., Синтез 2-гидрокси-3-фениламинметил-5-метилциклоалкилацетофенонов-антиоксидантов для моторных масел// Журнал прикладной химии, 2015, т.88 №6,с.855-858

26. Чалышкан М.М., Расулов Ч.К., Багирзаде Р.З., Реакции ацилирования циклоалкилфенолов с участием катализатора цеокар-2/ Материалы 7-ой Всероссийской цеолитной конф. с межд. участием. 2015, г. Звенигород, с.203

27. Чалышкан М.М., Расулов Ч.К., Багирзаде Р.З., Алиев Б.М. Исследование реакций взаимодействия п-(1- метилциклоалкил)-фенолов с уксусной кислотой // Наука и Мир , 2014, No:11(15), с.30-34

28. Çalışkan M.M., Rasulov Ch.,Mirzayev V.,Bağırzade R. 2-Hidroksi-3-(fenilaminometil)-5-sikloalkilasetofenonların sintezi/ 2015, Türkiye,Chanakkala, s.315

29. Abbasov V.M., Azizov A.H., Rasulov Ch. K., Chalishkan M.M., The synthesis of complex salts of 2-(morpholinomethyl)-4-cycloalkyl-

phenols and 2-hydroxy-5-cycloalkylacetophenones/13th Ibn Sina Heterocyclic Compounds Conference, 14-17.2.2015, s.192

30. Chalishkan M.M., Rasulov Ch. K., Cafarova S.A., Afandizade Y.I., Agazade O.H., The Research of the reaction of methylcycloalkylacetophenone with amines / III. International Scientific Conference of Young Researches, Qafqaz University, Baku, 17-18.5. 2015, p.266

31. Chalishkan M.M., Rasulov Ch. K., Synthesis of 2-hydroxy-5-(1-methylcycloalkyl)-acetophenone // Alatoo Academic Studies, 2015, No:2, p.207-209

32. Chalishkan M.M., Valiyev I.A., Hasanli R.Q., Yunusova A.S., Benzoylation of cycloalkylphenols/ ANAS council of young scientist and specialist, 2015, p.20

33. Çalışkan M.M., Mirzayev V., Bağırzade R., Mammadov F., Rasulov Ch., New cycloalkylphenol based antioksidant for M-8 engine oil/1st International Turkic world conference on chemical sciences and technologies, 2015, s.298

34. Шахмурадов С.Т., Чалышкан М.М., Мирзоев В.Г., Багирзаде Р.З., Расулов Ч.К. Использование фракции C₄ и C₅ - пиролиза бензина для синтеза антиоксидантов к моторным и трансформаторным маслам / Н.Əliyevin anadan olmasının 92 illik yubileyinə həsr olunmuş „Kimyanın aktual problemləri“ mövzusunda 9-cu resp.elmi konf. materialları, Bakı, BDU, 2015, s.154-155

35. Rəsulov Ç.Q., Əzizov A.H., Çalışkan M.M., Salmanova Ç.Q., Əhmədbəyova S.F., 2-Hidroksi-5-(1-metiltsikloalkil)-asetofenonlar polistirola stabilizator, Avrasiya ixtiraya aid sənəd 201401300/26, Avrasiya patent təşkilatı informasiya bülletenində 2015, N 8. dərc olunub

Мехмет Мете Мустафа оглу Чальшкан

Синтез аминифенильных превращений 2-гидрокси-5-метилциклоацето- и бензофенонов и исследование их свойств

РЕЗЮМЕ

Были проведены реакции ацилирования пара-(1-метилциклопентил), пара-[1(3)-метилциклогексил]-фенолов, пара-алкилфенолов полученных на основе циклодимеров дивинила, изопрена, пиперилена 130- 190°C фракции жидких продуктов пиролиза с бензоил хлоридом и уксусной кислотой в присутствии катализаторов $ZnCl_2$, КУ-23.

В результате исследования было выявлено, что выход целевых продуктов в найденных оптимальных условиях составляет 50,9-80,3%.

Были исследованы реакции аминотетирования 2-гидрокси-5-(метилциклоалкил)-ацето- и бензофенонов с анилином и формальдегидом. Получены благоприятные условия для каждой реакции за счет выявления параметров режима, влияющих на выход целевых продуктов аминотетированных 2-гидрокси-5-(метилциклоалкил)-ацето-и бензофенонов.

Было определено строение и химический состав синтезированных 2-гидрокси-5-(метилциклоалкил)-ацето- и бензофенонов, а также их аминотетированных производных.

2-гидрокси-5-(метилциклоалкил)-ацетофеноны прошли испытание как фотостабилизатор в полистироле. В результате проведенных испытаний было выявлено, что при добавлении в полистирол 0,5% циклоалкилацетофенонов, в отличии от известных стабилизаторов, оптическая плотность собственных полистиролу фрагментов остается постоянный после 8 часового фотооблучения.

Аминотетированные 2-гидрокси-5-(метилциклоалкил)-ацетофеноны прошли испытание в качестве термостойкого антиоксиданта в моторном масле М-8.

Установлено, что по сравнению с ранее известными антиоксидантами, при добавлении 0,5% синтезированных антиоксидантов в моторное масло М-8, при температуре 200°C, после 10-ти часового окисления, качественные показатели масла намного улучшаются: уменьшается нарастание вязкости (10.93-13.53%) и количество осадка (0.37-0.63%).

Mehmet Mete Mustafa Chalishkan

Synthesis of aminomethyl derivatives of 2-hydroxy-5-methylaceto- and benzophenones and study of their characteristics

SUMMARY

The acylation reactions of para-(1-methylcyclopentyl)-phenol, para-(1(3)-metilcyclohexyl)-phenols, para-cycloalkylphenol, which obtained from isoprene, piperylene, cyclodimers of divinyl and the liquid product of 130-190°C fraction of pyrolysis, with acetic acid and benzoyl chloride in the presence of $ZnCl_2$, KY-23 catalysts have been investigated. The effect of various parameters (temperature, duration of the reaction, mol ratio of reactants and amount of catalyst) to the yield of desired products was studied. It was determined that, in optimal conditions the percentage yield of desired products was 50.9-80.3 %.

The aminomethylation reactions of 2-hydroxy-5-(methylcycloalkyl)-aceto- and benzophenones with formaldehyde and aniline have been investigated. The effect of various parameters to the yield of desired products – aminomethylated 2-hydroxy-5-(methylcycloalkyl)-aceto- and benzophenones was studied and optimal conditions was found for each reactions.

The chemical structures of synthesized 2-hydroxy-5-(methylcycloalkyl)-aceto- and benzophenones were confirmed by spectrums.

The photo stabilization of 2-hydroxy-5-(methylcycloalkyl)-acetophenones were tested in polystyrene. According to the results of tests, it was found that optical densities of specific fragments of polystyrene remained stable after 8 hours photo irradiation when 0.5% of cycloalkyl-phenols were added to polystyrene that unlike known stabilizers and so they can be used as fotostabilizator into polystyrene.

Aminomethylated of 2-hydroxy-5-(methylcycloalkyl)-acetophenones were tested as antioxidant additives to M-8 motor oil at high temperature. It was found that the synthesized antioxidants was added 0.5 % to oil, after 10 h with oxygen fed at 200°C the quality indicators of oil were improved when the products were compared with known antioxidants: the increase in viscosity was 10.93–13.53%, and the precipitate was 0.37–0.63%.

**НАЦИОНАЛЬНАЯ АКАДЕМИЯ НАУК АЗЕРБАЙДЖАНА
ИНСТИТУТ НЕФТЕХИМИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ
им. АКАДЕМИКА Ю.Г. МАМЕДАЛИЕВА**

На правах рукописи

МЕХМЕТ МЕТЕ МУСТАФА оглу ЧАЛЫШКАН

**СИНТЕЗ АМИНОФЕНИЛЬНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ
2-ГИДРОКСИ-5-МЕТИЛЦИКЛОАКИЛАЦЕТО- И
БЕНЗОФЕНОНОВ И ИССЛЕДОВАНИЕ ИХ СВОЙСТВ**

Специальность: 2314.01 – Нефтехимия

А В Т О Р Е Ф Е Р А Т

диссертации на соискание ученой степени
доктора философии по химии

Баку – 2015