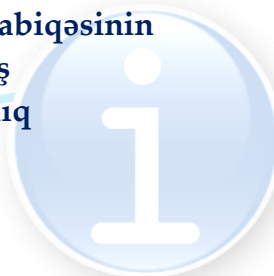




AZƏRBAYCAN RESPUBLİKASININ PREZİDENTİ YANINDA ELMİN İNKİŞAFI FONDU

Azərbaycan Respublikasının Prezidenti yanında Elmin İnkişafı Fondunun
Gənc Alim və Tədqiqatçıların 5-ci qrant müsabiqəsinin
(EIF-GAT-5-2020-3(37)) qalibi olmuş
layihənin yerinə yetirilməsi üzrə aralıq
(rüblük olaraq 1-ci mərhələ)



ELMİ-TEXNİKİ HESABAT

Layihənin adı: **Piroliz prosesinin C₄-C₅ fraksiyası əsasında dizel yanacağına foto və termostabilizatorların alınması**

Layihə rəhbərinin soyadı, adı və atasının adı: **Nağıyeva Mehriban Vidadi qızı**

Qrantın məbləği: **30 000 manat**

Layihənin nömrəsi: **EIF-GAT-5-2020-3(37)-12/03/4-M-03**

Müqavilənin imzalanma tarixi: **09 iyun 2021-ci il**

Qrant layihəsinin yerinə yetirilmə müddəti: **12 ay**

Layihənin icra müddəti (başlama və bitmə tarixi): **01 iyul 2021-ci il – 01 iyul 2022-ci il**

Layihənin I mərhələ üzrə (rüb) məbləği: **: 5041 AZN**

Hesabatda aşağıdakı məsələlər işıqlandırılmalıdır:

1 Layihənin həyata keçirilməsi üzrə cari rübdə yerinə yetirilmiş **elmi işlər**

Cari rübdə nəzərdə tutulmuş plan üzrə fenolun alifatik və tsiklik karbohidrogenlərlə katalitik alkillaşma reaksiyalarına aid məlum ədəbiyyat mənbələri araşdırılmış və onların tənqidi təhlili aparılmışdır.

Layihənin həyata keçirilməsi üçün fərdi şəkildə kimyəvi reagentlər əldə edilmişdir. Onların kimyəvi quruluşları, təmizlik dərəcələri dəqiqləşdirilmişdir.

Nəzərdə tutulan elmi-tədqiqatların həyata keçirilməsi üçün xammal kimi fenol, tsikloheksenkarbon turşusunun metil efiri, 4-metilsikloheksenkarbon turşusunun metil efiri, üçxlərli fosfor, həlledici kimi – benzol, heptan, heksan, toluol, izooktan götürülmüşdür.

Tsikloalkillaşma prosesi üçün götürülmüş fenol istifadədən qabaq təkrar qovulub təmizlənmişdir. Fenol təmizləndikdən sonra aşağıdakı fiziki-kimyəvi xassələrə malik olmuşdur: $T_q = 182^{\circ}\text{C}$; $T_{\text{ər}} = 43^{\circ}\text{C}$; $\eta_{\text{D}}^{45} = 1.5403$; $\rho_4^{25} = 1.0710$; molekül kütlə 94.

Tsikloheksenkarbon turşusunun metil efiri divinilin akril turşusunun metil efiri ilə qarşılıqlı təsirdən Dils-Alder reaksiyası ilə alınmışdır və aşağıdakı fiziki-kimyəvi xassələrə malikdir: $T_q = 182-183^{\circ}\text{C}$; $\eta_{\text{D}}^{20} = 1.4626$; $\rho_4^{20} = 1.0130$; molekül kütlə 140.

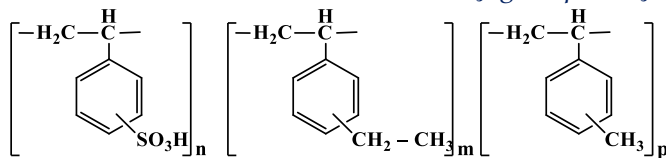
4- Metilsikloheksenkarbon turşusunun metil efiri izoprenin akril turşusunun metil efiri ilə qarşılıqlı təsirdən Dils-Alder reaksiyası ilə alınmışdır və aşağıdakı fiziki-kimyəvi xassələrə malikdir: $T_q = 197-198^\circ\text{C}$;

$\eta_D^{20} = 1.4620$; $\rho_4^{20} = 0.9865$; molekül kütlə 154.

Üçxlorlu fosfor – $T_q = 75.3^\circ\text{C}$; $\eta_D^{20} = 1.5160$; $\rho_4^{20} = 1.5700$; molekül kütlə 137.5.

Tsikloalkilləşmə reaksiyalarının aparılması üçün KY-23 katalizatorundan istifadə olunmuşdur.

KY-23 yüksək orta səmərəlilik radiuslu məsamələrə malikdir və aşağıda quruluşu verilir:



Kationit KY-23 (modifikasiya 10/60 (ГОСТ 20298)) məsamələrin radiusu – 250-600Å, məsamələrin bu ölçüləri reagentlərin (fenol və efir) yüksək diffuziya sürətini təmin edir, bu da öz növbəsində ilkin xammalların məqsədli məhsullara yüksək sürətlə çevrilməsinə imkan yaradır, tərkibində 55-70 %-dək su saxlayır, 170°C temperaturadək termiki stabildir. Ona görə KY-23 kationit istifadədən qabaq sudan azad olmaq üçün 110°C-dək qızdırılır. Tsikloalkilləşmə prosesində temperaturun və reaksiyanın müddətinin təsiri ilə katalizatorun sulfoqrupun ayrılması və onun üzərinə qatranabənzər maddələrin toplanması nəticəsində katalizatorun fəallığı zəifləyir. KY-23 katalizatoru KY-2 katalizatorundan fərqli olaraq 2-4 %-li xlorid turşusu ilə regenerasiya olunur və yenidən tsikloalkilləşmə reaksiyalarında istifadə olunur.

Alkilləşmə və fosfitləşmə reaksiyalarını aparmaq üçün qarışdırıcı qurğu, ayırıcı qıf və azot balonu əldə edilmişdir. Proseslərin aparılması üçün bütün hazırlıq işləri başa çatdırılmışdır.

2 Layihənin həyata keçirilməsi üzrə planda nəzərdə tutulmuş işlərin yerinə yetirilmə dərəcəsi (cari rüb üçün, faizlə qiymətləndirməli)

Layihənin həyata keçirilməsi üzrə planda nəzərdə tutulmuş bütün işlər yerinə yetirilmişdir. (100%)

3 Hesabat dövründə alınmış **elmi nəticələr**, onların yenilik dərəcəsi

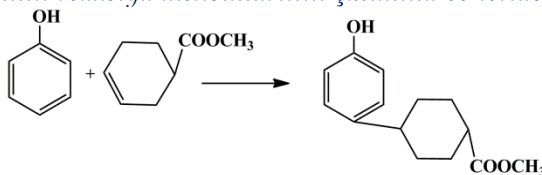
İlk dəfə fenolun tsikloheksenkarbon turşusunun metil efiri ilə tsikloalkilləşmə reaksiyaları KY-23 katalizatoru iştirakında tədqiq olunmuş, kinetik amillərin məqsədli məhsulların çıxımına və seçiciliyinə təsiri araşdırılmışdır. Müəyyən edilmişdir ki, tsikloalkilləşmə reaksiyalarının tapılmış optimal şəraitlərində (temperatur 120 °C, vaxt 5 saat, ilkin komponentlərin 1:1 mol nisbətləri, katalizatorun miqdarı 10%) çıxım götürülən fenola görə 68.4%, seçicilik isə məqsədli məhsula görə 89.5% olur.

4 Layihənin yerinə yetirilməsi zamanı istifadə olunan üsul və yanaşmalar

Tsikloalkilləşmə reaksiyaları

Fenolun tsikloheksenkarbon turşusunun metil efiri ilə tsikloalkilləşmə reaksiyaları laboratoriyaya şəraitində üçboğazlı kolbada aşağıdakı üsul ilə aparılmışdır: kolbaya hesablanmış miqdarda fenol və katalizator (KY-23) doldurulub qızdırılır. Temperatur 40°C-yə çatdıqda üzərinə damla-damla efir əlavə olunur. Komponentlər qarışığı katalizator iştirakı ilə reaksiya zonasında 80-140°C temperaturda, 2-6 saat müddətində qarışdırılaraq isti halda (45°C-də) katalizatorun süzülüb ayrılır və rektifikasiya olunur. Rektifikasiya nəticəsində əvvəl fenol və efirlər, sonra isə aşağı təzyiqdə reaksiya məhsulları qovulub ayrılır.

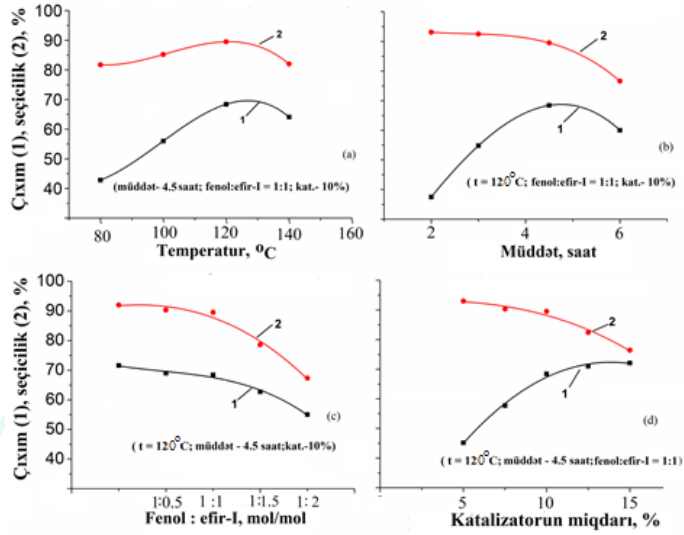
Məqsədli məhsulun çıxım və seçiciliyini artırmaq məqsədi ilə reaksiyanın optimal şəraiti öyrənilmişdir. Bu səbəbdən müxtəlif parametrlərin – reaksiyanın temperaturunun, müddətinin, ilkin komponentlərin mol nisbətlərinin və katalizatorun miqdarının reaksiya məhsullarının çıxımına və tərkibinə təsiri öyrənilmişdir.



Reaksiyaların temperaturu 80-140°C intervalında, təcrübələrin müddəti 2-6 saat, katalizatorun miqdarı

5-15% (götürülən fenola görə) və fenolun efirə mol nisbətləri 1:0.5=1:2 arasında tədqiq olunmuşdur.

Fenolun tsikloheksankarbon turşusunun metil efiri ilə KY-23 katalizatoru iştirakında tsikloalkilləşmə reaksiyasının nəticələri şəkil 1-də verilir.

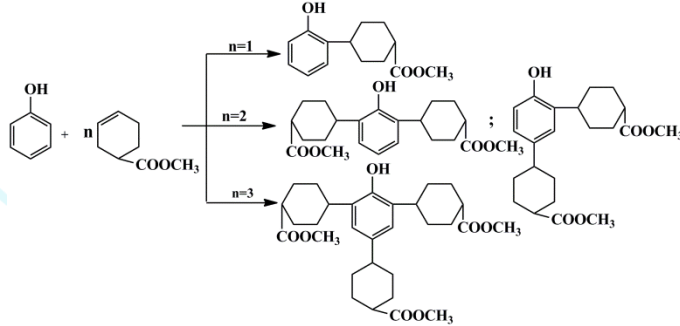


Şəkil 1. Fenolun tsikloheksankarbon turşusunun metil efiri ilə KY-23 katalizatoru iştirakında tsikloalkilləşmə reaksiyalarının nəticələri

Şəkil 1 (a)-dan görüldüyü kimi reaksiya temperaturunun 80-dən 120°C-yə kimi artması ilə məqsədli məhsulun çıxımı da artmış olur; 120°C temperaturda məqsədli məhsulun ən yüksək çıxımı – 68.4% (götürülən fenola görə), seçiciliyi – 89.5% (məqsədli məhsula görə) müşahidə olunur. Reaksiyanın temperaturunun 140°C-dək qaldırılması ilə çıxımın 64.8%, seçiciliyin isə 87.0%-dək aşağı düşməsinə səbəb olur. Bu da alınmış məqsədli məhsulla yanaşı digər arzuolunmaz məhsulların da alınması ilə izah olunur.

Reaksiyanın müddətinin (şəkil 1 (b)) 2-dən 4 saata qədər artması ilə məqsədli məhsulun çıxımı 37.5-dən 68.4%-dək artır, seçicilik isə cüzi miqdarda azalır. Reaksiya müddətinin sonrakı artırılması çıxımın azalmasına gətirir, bu xammal/katalizator görüşmə müddətinin artması nəticəsində yan məhsulların miqdarının artması ilə izah olunur.

Xammallar qarışığında efirin qatılığının artırılması (şəkil 1 (c)) məqsədli məhsulun çıxımının ~2-3% azalmasına səbəb olur, bu da alkilatda başqa izomerlərin əmələ gəlməsi ilə izah olunur.



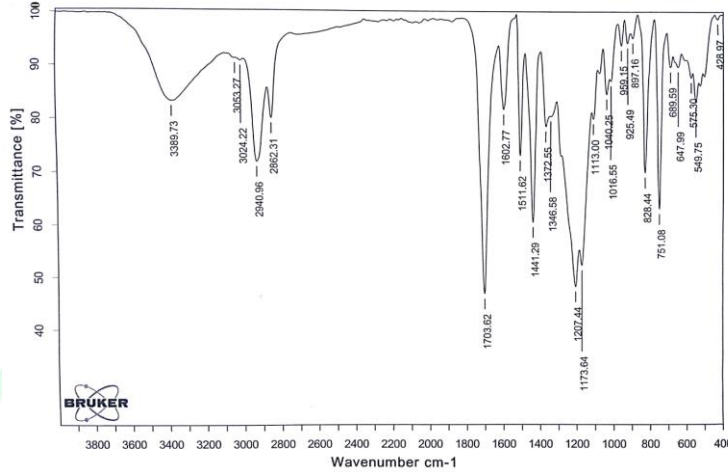
Fenolun tsikloheksankarbon turşusunun metil efiri ilə qarşılıqlı təsir reaksiyalarında, məqsədli məhsulun çıxımına və tərkibinə təsir edən əsas amillərdən biri də katalizatorun miqdarıdır. Şəkil 1 (d)-dən görüldüyü kimi, 4(4-hidroksifenil)tsikloheksankarbon turşusunun metil efirinin optimal çıxımına katalizatorun 10% miqdarında nail olmaq olur və bu zaman çıxım – 68.4%, seçicilik isə – 89.5% təşkil edir.

Beləliklə, fenolun tsikloheksankarbon turşusunun metil efiri ilə KY-23 katalizatoru iştirakında tsikloalkilləşmə reaksiyasının aparılmasının optimal şəraiti müəyyən edilmişdir: temperatur 120°C, reaksiya müddəti 4.5 saat, ilkin komponentlərin – fenolun efirə mol nisbəti 1:1 mol/mol, katalizatorun miqdarı – 10% (götürülən fenola görə). Bu şəraitdə alınan 4(4-hidroksifenil)tsikloheksankarbon turşusunun metil efirinin çıxımı

68.4% (götürülən fenola görə), seçiciliyi isə 89.5% (məqsədli məhsula görə) təşkil edir.

Sintez olunmuş 4(4-hidroksifenil)tsikloheksankarbon turşusunun metil efirinin təkrar qovulub təmizləndikdən sonra İQ və NMR spektrləri çakılmakla strukturları təsdiq olunmuş və fiziki-kimyəvi xassələri öyrənilmişdir.

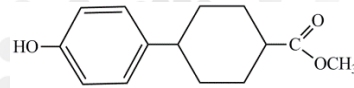
Şəkil 2-də 4(4-hidroksifenil)tsikloheksankarbon turşusunun metil efirinin İQ spektri verilir.



Şəkil 2. 4(4-Hidroksifenil)tsikloheksankarbon turşusunun metil efirinin İQ spektri

Efirin İQ-spektrinin nəticələri aşağıda verilir.

Efirin struktur formulu:



3389 sm^{-1} COH qrupunun O–H rabitəsinin valent rəqsi;

3024, 3053 sm^{-1} – HC=C-qrupunun C–H rabitəsinin valent rəqsi;

2862, 2940 sm^{-1} – CH₃ və –CH₂ qruplarının C–H rabitəsinin valent rəqsi;

1346, 1372, 1441 sm^{-1} – CH₃ və –CH₂ qruplarının C–H rabitəsinin deformasiya rəqsi;

1511 sm^{-1} – benzol həlqəsi;

1602 sm^{-1} – benzol həlqəsinin C=C əlaqəsi;

1703 sm^{-1} – –COO qrupunun C=O əlaqəsi;

1040 sm^{-1} – –COH qrupunun C–O əlaqəsi;

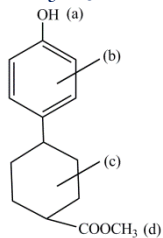
1113, 1173 sm^{-1} – –COO qrupunun C–O əlaqəsi;

1207 sm^{-1} – fenolun C–O əlaqəsi;

751 sm^{-1} – mono əvəzlənmiş benzol həlqəsi;

828 sm^{-1} – para əvəzlənmiş benzol həlqəsi.

3 sayılı şəkildə 4(4-hidroksifenil)-tsikloheksankarbon turşusunun metil efirinin ¹H NMR spektri verilir.

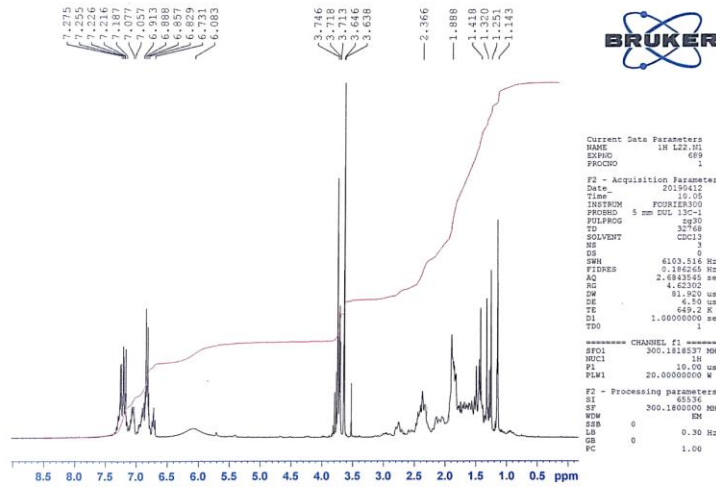


$\delta=1.32-1.42$ ppm (c) tsikloheksanın protonları

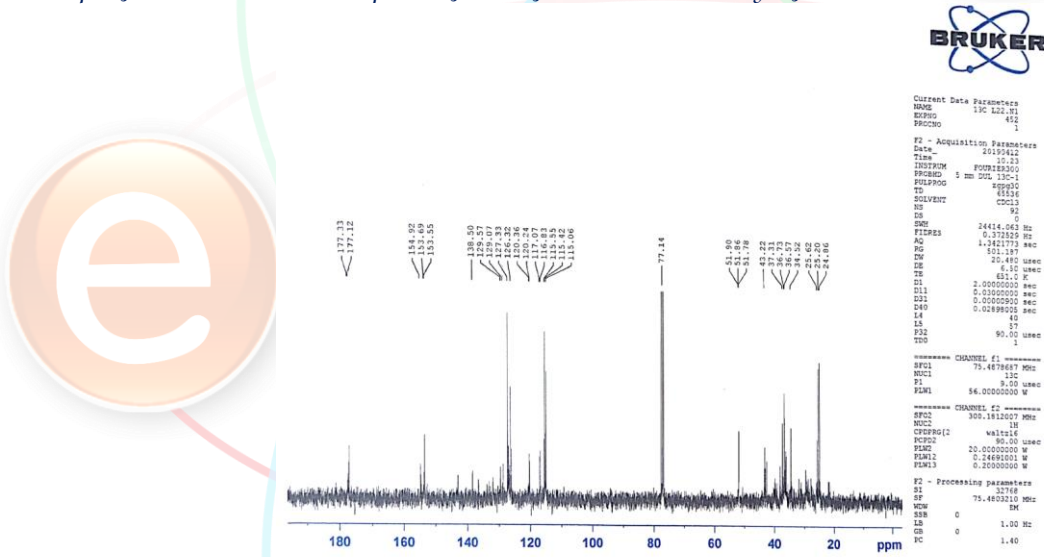
$\delta=3.6-3.7$ ppm (d) CH₃ efir sinqlet

$\delta=5.8-6.3$ ppm (a) hidroksil qrupunun protonu

$\delta=6.7-7.27$ ppm (b) aromatik həlqənin protonları



Şəkil 3. 4(4-Hidroksifenil)-tsikloheksankarbon turşusunun metil efirinin ¹H NMR spektri
4(4-Hidroksifenil)tsikloheksan karbon turşusunun metil efirinin kimyəvi quruluşunun dürüslüyünü bir daha təsdiqi üçün onun ¹³C NMR spektri çəkilmişdir. Nəticələr 4 sayılı şəkildə verilir.



Şəkil 4. 4(4-Hidroksifenil)tsikloheksankarbon turşusunun metil efirinin ¹³C NMR spektri
Beləliklə, 4(4-hidroksifenil)tsikloheksankarbon turşusunun metil efirinin İQ, ¹H və ¹³C NMR spektrlərinin inteqral əyriləri onun kimyəvi strukturundakı rabitələrin, qrupların, protonların və karbon atomlarının varlığını sübut edir.

4-Hidroksifeniltsikloheksan karbon turşularının metil efirinin fiziki-kimyəvi xassələri və element tərkibləri 1saylı cədvəldə verilir.

Cədvəl 1

4-Hidroksifeniltsikloheksan karbon turşusunun metil efirinin fiziki-kimyəvi xassələri

Struktur formulu	Tqayn. 5 mm c.st., °C	η_D^{20}	ρ_4^{40}	Molekul kütləsi	Hesablanıb, % Tapılıb, %	
					C	H
	166-168	1.4920	1.0040	234	71.7 71.3	7.6 7.4

5	Layihə üzrə elmi nəşrlər (məqalələr, monoqrafiyalar, icmallar, konfrans materialları, tezislər) (dərç olunmuş, çapa qəbul olunmuş və çapa göndərilmişləri ayrılıqda qeyd etməklə) (<i>surətlərini əlavə etməli!</i>) Topladığımız ədəbiyyat mənbələri əsasında yeni bir monoqrafiyanın tərtibatına başlanılıb və ilin sonuna kimi onun dərci nəzərdə tutulub. "Синтез 2[3(4)-метилциклогексен-3-ил-изопропил]-4-метил-фенолов и некоторые особенности реакций ацилирования их уксусной кислотой" adlı məqalə SCOPUS bazasında daxil olmuş yüksək indeksli " "Известия высших учебных заведений" серии "Химия и химическая технология" " jurnalında dərcə gəbul edilmişdir.
6	İxtira və patentlər, səmərələşdirici təkliflər Yoxdur
7	Layihə üzrə ezamiyyətlər Yoxdur
8	Layihə üzrə elmi ekspedisiyalarda iştirak İştirak etməmişik
9	Layihə üzrə digər tədbirlərdə iştirak İştirak etməmişik
10	Layihə mövzusu üzrə elmi məruzələr (seminarlar, konfranslar, dəyirmi masalar və s. çıxışlar) Layihə mövzusu üzrə "The Acylation Reactions of Cycloalkylphenols with Acetic Acid" adlı tezis Moldovada "Ecological and Environmental Chemistry" Beynəlxalq konfransının toplusunda dərc olunması üçün göndərilmişdir.
11	Layihə üzrə əldə olunmuş cihaz, avadanlıq və qurğular, mal və materiallar Hələlik heç bir cihaz, avadanlıq və qurğular, mal və materiallar əldə olunmayıb.
12	Yerli həmkarlarla əlaqələr Olmayıb
13	Xarici həmkarlarla əlaqələr Olmayıb
14	Layihə mövzusu üzrə kadr hazırlığı Olmayıb
15	Sərgilərdə iştirak Sərgilərdə iştirak etməmişik
16	Təcrübəartırmada iştirak və təcrübə mübadiləsi Təcrübəartırmada iştirak etməmişik və təcrübə mübadiləsində olmamışıq.
17	Layihə mövzusu ilə bağlı elmi-kütləvi nəşrlər, kütləvi informasiya vasitələrində çıxışlar, yeni yaradılmış internet səhifələri və s. Layihə mövzusu ilə bağlı ədəbiyyat mənbələri araşdırılıb, toplanılıb, tənqidi analiz olunmuşdur.

Layihə rəhbərinin imzası _____ Nağıyeva Mehriban Vidadi qızı

Tarix: 07.10.2021