



ОПТИМИЗАЦИЯ УСЛОВИЙ ВИНИЛИРОВАНИЯ МОРФОЛИНА МИРХАМИТОВА ДИЛРОМ ХУДАЙБЕРДИЕВНА

доктор химических наук,
профессор кафедры «Химическая технология», Алмалыкский филиал
Ташкентского Государственного технического университета, Республика
Узбекистан, г.Алмалык.

ЖАДИЛОВА ДИЛНАВОЗ АБДУЛАЗАРОВНА

Студент кафедры «Химическая технология», Алмалыкский
филиал Ташкентского Государственного технического университета,
Республика Узбекистан, г.Алмалык.

ARTICLE INFO

Received: 11th October 2023

Accepted: 12th October 2023

Online: 12th October 2023

Ключевые слова:

морфолин, гетерогенный
катализ, наноструктурный
катализ, получения
наноструктуры,
винилирования, кинетика
процесса, энергия активации.

АННОТАЦИЯ.

Разработан метод синтеза N-винилморфолина
винилированием морфолина в гомогенных и
гетерогенных условиях, а также в присутствии
наноструктурных катализаторов на основе
активированного угля и гидроксида калия.

В последние годы был достигнут значительный прогресс в создании и изучении свойств модифицированных наноструктурных гетерогенных катализаторов для винилирования органических соединений, имеющих в своем составе активные атомы водорода.

Поэтому нами оптимизированы условия винилирования морфолина и изучено влияние температуры на его протекание в гетерогенной системе, т.е. на выход образующегося при этом N-винилморфолина (табл.1.).

Установленные результаты показывают, что с увеличением температуры в интервале 100-255 °С выход образующегося N-винилморфолина повышается от 10% до 31,7% соответственно. Дальнейшее увеличение температуры приводит к резкому уменьшению выхода синтезируемого продукта, а при 280-285 °С он составляет 19% и 290-300 °С - 12%.

Влияние температуры на винилирование морфолина

| № п/п | Темпера-тура, °С | Выход N-винилморфо-лина, % | № п/п | Темпера-тура, °С | Выход N-винилморфо-лина, % |
|-------|------------------|----------------------------|-------|------------------|----------------------------|
| 1 | 65 – 70 | - | 6 | 210 – 215 | 23,2 |
| 2 | 100 – 105 | 10,6 | 7 | 225 – 230 | 25,0 |
| 3 | 120 – 125 | 18,4 | 8 | 250 – 255 | 31,7 |
| 4 | 140 – 160 | 19,8 | 9 | 280 – 285 | 19,0 |
| 5 | 180 – 190 | 21,5 | 10 | 290 – 300 | 12,0 |

Структура синтезированного N-винилморфолина доказана ИК-спектроскопическим методом.

В ИК-спектре N-винилморфолина (рис.1.) наблюдаются следующие полосы: 1520-1610 см^{-1} валентные колебания C=C связи винильной группы, 1050-1250 см^{-1} валентные колебания C-O-C фрагмента молекулы морфолина, 2950-2960 см^{-1} – симметричное и асимметричное колебания метиленовой группы.

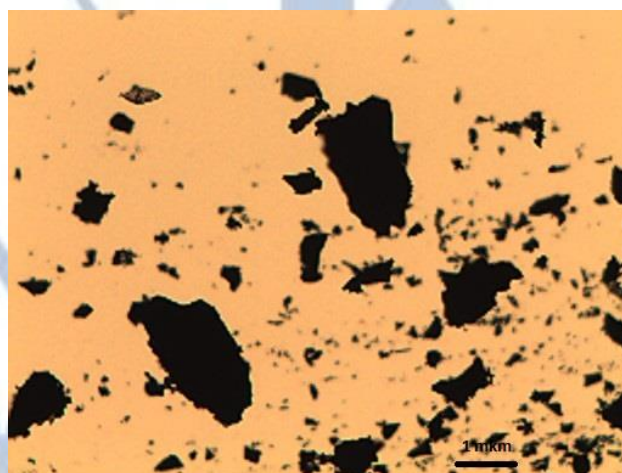


Рис.1. Микроскопический снимок исходного активированного угля.

Установленные экспериментальные результаты показали, что катализатор KOH/активированный уголь обладает достаточной активностью при синтезе N-винилморфолина гетерогенно-каталитическим винилированием морфолина ацетиленом.

Для разработки каталитических систем реакции ацетилена морфолином нами получены наноструктурные матрицы активированного угля. Было выявлены исходные размеры активированного угля, который использований как носитель катализатора для синтеза N-винилморфолина реакцией ацетилена с морфолином [1]. Размер частицы, основного количества активированного угля составляет 1-3 мкм (рис.1).

Проведен дисперсионный анализ методом микроскопии, с целью уменьшения размера частиц активированного угля до фракционирования образцов подвергали ультразвуковой обработке. Для этого готовили водную суспензию активированного угля (150 мл H_2O :5 г активированного угля) и подвергали ультразвуковой обработке в режиме 0,6 А, 38 кГц в течение 60 минут. В интервале каждый 3 минут останавливали и 30 секунд охлаждали стакан в ледяной воде. Фракцию в течение 10, 20, 30, 40, 60 минут отбирали пробы и определяли размеры частиц методом микроскопии [2,3].

На рис. 2. приведены микроскопические снимки образцов активированного угля обработанного ультразвуковым диспергатором с ценой деления 1 мкм.

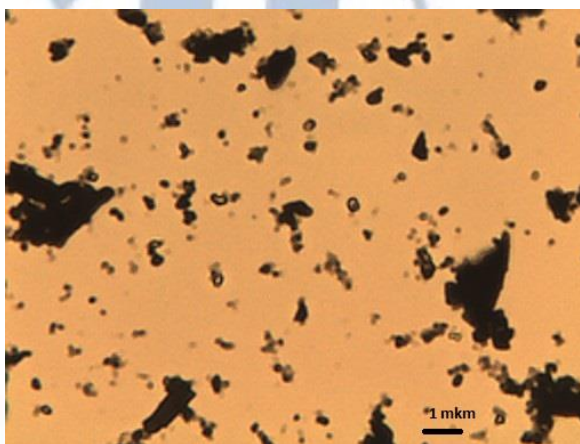


Рис.2. Микроскопический снимок ультразвуковой диспергированной частицы активированного угля в течение 10 минут.

Анализ полученных результатов показал, что при этом размер диспергированной частицы активированного угля составляет 700-900 нм. Определение седиментационного фракционирования частицы активированного угля в течение 20, 30, 40 и 60 минут показало, что в изучаемых интервалах времени существенно изменяются их размеры. Размер полученной фракции после 20 минутного диспергирования составляет 500-750 нм. Размер частицы фракции после 30, 40, 60 минутного диспергации соответственно составляет 300-550, 200-320, и 200-250 нм. Полученные данные приведены в таблице 2.

Таблица 2.

Влияние времени диспергации на размер частицы активированного угля

| № | Время диспергации, мин. | Размер частицы активированного угля |
|----|----------------------------|--|
| 1. | - | 1-3 мкм |
| 2. | 10 | 700-900 нм |
| 3. | 20 | 500-750 нм |
| 4. | 30 | 300-550 нм |
| 5. | 40 | 200-320 нм |
| 6. | 60 | 200-250 нм |

Таким образом, результаты дисперсионного анализа методом микроскопии показало, что в установке ультразвукового диспергатора УЗДН2Т. С диспергированием суспензии активированного угля с водой можно достичь размера частицы активированного угля до 200-250 нм в течении 60 минут. Увеличение времени диспергации не влияет на размеры частиц.

Было изучено гетерогенно каталитическая реакция ацетилена с морфолином с участием катализатора на основе нанострукторного активированного угля с размером частиц 200-250 нм. Условия проведения реакции придерживали как проведенных в присутствии катализатора активированного угля /КОН. Количество гидроксида калия в составе катализатора составляет 30 масс.%. Исследовано влияние температуры на реакцию ацетилена с морфолином в гетерогенных условиях в присутствии катализатора, приготовленного на основе активированного угля с размером частицы 200-250 нм. Выявлено, что в данном процессе также синтезируются N-винилморфолин и его выход при температурах 260 и 280⁰С соответственно составляет 25,6 и 20,4%.

Анализ полученных данных показывает, что для реакции ацетилена с морфолином в присутствии катализатора на основе монострукторного активированного угля с размером частиц 200-250 нм оптимально при температуре 240⁰С при этом выход N-винилморфолина составляет 38,2%.

Таким образом, исследованы гетерогенные каталитические реакции ацетилена с морфолином в присутствии катализаторов активированного угля АУ-Л/КОН и нанострукторного активированного угля /КОН. При этом показано, что в обоих случаях образуется N-винилморфолин. Активность катализатора на основе нанострукторного активированного угля больше чем катализатора на основе активированного угля АУ-Л. Выход N-винилморфолина в их присутствии соответственно составляет 38,2 и 31,7%.

ЛИТЕРАТУРА

1. J.D.Mackenzie, E.Bescher. Chemical Routes in the Synthesis of Nanomaterials Using the Sol–Gel Process. *Acc. Chem. Res.* 2007. №40. P. 810.
2. Olim Ruzimuradov, Suvonkul Nurmanov, Mirabbos Hojamberdiev, Alexander Gurlo, Joachim Broetz, Ralf Riedel., Preparation and characterization of macroporous $\text{TiO}_2\text{-SrTiO}_3$ heterostructured monolithic photocatalyst, *Journal Materials Letters* 116 , 2014, 353-355.
3. Olim Ruzimuradov, Suvonkul Nurmanov, Mirabbos Hojamberdiev, Alexander Gurlo, Joachim Broetz, Ralf Riedel., Fabrication of nitrogen-doped TiO_2 monolith with well-defined macroporous and bicrystalline framework and its photocatalytic performance under visible light, *Journal of the European Ceramic Society*, 34 , 2014, 809-816.

INNOVATIVE
WORLD