



Государственный комитет  
СССР  
по делам изобретений  
и открытий

# О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

## К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 05.07.79 (21) 2791834/23-04

с присоединением заявки № 2808063/23-04

(23) Приоритет -

Опубликовано 23.11.81. Бюллетень № 43

Дата опубликования описания 23.11.81

(11) 882995

(51) М. Кл.<sup>3</sup>

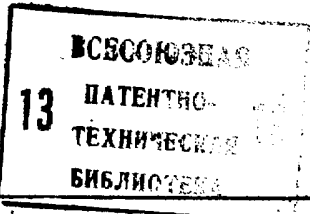
С 07 С 39/06  
С 07 С 37/14

(53) УДК 547.563.07  
(088.8)

(72) Авторы  
изобретения

Р.Е.Спивак, Р.Г.Мамедов, А.М.Бахши-заде,  
М.А.Бабаева и Г.С.Ованесова

(71) Заявитель



(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ C<sub>7</sub>-C<sub>10</sub> АЛКИЛФЕНОЛОВ

1

Изобретение относится к усовершенствованному способу получения C<sub>7</sub>-C<sub>10</sub> алкилфенолов, которые могут быть использованы в качестве антиоксидантов масел и полимеров.

Известен способ получения алкилфенолов путем алкилирования фенола олефином при 70-80°C и атмосферном давлении в присутствии в качестве катализатора катионита модифицированного 1-25 вес.% фтористого бора. Выход целевых продуктов 69-87% [1].

Недостатком способа является использование в качестве модификатора катализатора фтористого бора, что удорожает процесс вследствие высокой стоимости модификатора.

Наиболее близким по технической сущности к предлагаемому является способ получения C<sub>8</sub> алкилфенолов путем алкилирования фенола олефином при 80-125°C в присутствии в качестве катализатора катионита КУ-2, модифицированного 6-10 вес.% раствором соляной кислоты. Выход целевых продуктов 80-85% [2].

Недостатком способа является недостаточно высокий выход целевых продуктов (80-85%).

2

Цель изобретения - повышение выхода целевых продуктов.

Поставленная цель достигается способом получения C<sub>7</sub>-C<sub>10</sub> алкилфенолов путем алкилирования фенола C<sub>7</sub>-C<sub>10</sub> олефинами при 80-100°C в присутствии в качестве катализатора обработанного соляной кислотой сульфокатионита, содержащего хлорид марганца, состава, вес. %:

Сульфокатионит 99,0 - 99,8  
Хлорид марганца 0,2 - 1,0

Отличительными признаками способа является проведение процесса алкилирования в присутствии сульфокатионита, дополнительно содержащего хлорид марганца, состава, вес. %:

Сульфокатионит 99,0 - 99,8  
Хлорид марганца 0,1 - 1,0

Примеры 1-3. 100 мл сульфостирольного катионита КУ-2 заливают 100 мл водного раствора, содержащего 10 г HCl и 0,2 г MnCl<sub>2</sub> и оставляют на 10 ч. Раствор сливают и оставшийся катализатор промывают дистиллированной водой до исчезновения ионов хлора в промывной воде, затем

после воздушной сушки высушивают при 105-120°C в токе азота (образец 1). Аналогично получают образцы катализаторов II - III путем обработки КУ-2

раствором  $MnCl_2$  в количестве 0,5 и 0,1 соответственно.

Результаты процесса представлены в таблице.

Особенности получения катализатора	Образцы		
	I	II	III
Содержание $Mn^{++}$ в сульфокатионите, вес. %	0,082	0,196	0,384
Содержание $MnCl_2$ , вес. %	0,2	0,5	1,0
Температура сушки в токе азота	105	115	120
СОЕ	4,18	3,86	3,24
Индекс ТГА	0,0783	0,0644	0,0513

#### Примечания.

СОЕ - статическая обменная емкость по 0,1 N раствору  $NaOH$ , мг-экв/г;

ТГА -  $(\frac{h}{x})$ , мм/мг - отношение индекса высоты пика ТГА (дифференциальной термогравиметрической кривой к навеске вещества).

**Пример 4.** При взаимодействии 68 г фенола и 32 г гептена-1 на сульфостирольном катионите, содержащем 1 вес. %  $MnCl_2$ , при 80°C получено 97,5 г алкилата состава, г:

Возвратные: гептен-1	1,0
фенол	37,1
моногептилфенолы	58,3
дигептилфенолы	1,1

Из реакционной смеси отгоняют гептен-1 и фенол, остаток 58,5 г содержит по данным хроматографического анализа:

П - гептилфенол	36,6 г (63,2%)
О - гептилфенол	20,8 г (35,0%)
Дигептилфенолы	1,1 г (1,8%)

Селективность по моногептилфенолам 98,2%. Выход моногептилфенолов от теории 95,2%. Конверсия гептена 96,9%.

**Пример 5.** Процесс ведут аналогично примеру 4 при 90°C с применением в качестве катализатора сульфостирольного катионита, содержащего 0,5 вес. %  $MnCl_2$ . Получено 98,6 г алкилата состава, в г:

Возвратные: гептен-1	2,0
фенол	39,3
моногептилфенолы	54,2
дигептилфенолы	3,2

Состав выделенной алкилфенольной фракции 56,1 г:

П-гептилфенол	28 г (50,0%)
О-гептилфенол	25 г (44,4%)
Дигептилфенолы	3,1 г (5,6%)

Конверсия гептена-1 93,4%. Селективность по моногептилфенолам 94,4%. Выход моногептилфенолов от теории 88,1%.

**Пример 6.** Процесс проводят как описано в примере 4, при 90°C с применением сульфостирольного катионита, содержащего 0,2 вес. %  $MnCl_2$ . Получено 98,4 г алкилата состава, г:

Возвратные: гептен-1	2
фенол	39,3

Состав выделенной алкилфенольной фракции (55,9 г):

П-гептилфенол	25,4 г (45,5%)
О-гептилфенол	28,2 г (50,5%)
Дигептилфенолы	2,3 г (4,0%)

Конверсия гептена-1 93,7%. Селективность по моноалкилфенолам 96,0%. Выход моногептилфенолов от теории 89,0%.

**Пример 7.** При взаимодействии 57,3 г фенола с 42,7 г фракции d-олефинов  $C_8-C_{10}$  (состав фракции:  $C_8-2\%$ ,  $C_{10}-98\%$ ) при температуре 100°C на сульфостирольном катионите, содер-

жанием 1 вес.%  $MnCl_2$ , получают 99,2 г алкилата состава, в г:

Возвратная фракция:

$\alpha$ -олефинов  $C_8C_{10}$  3,0  
Фенол 30,0

Качественный состав выделенной алкилфенольной фракции (65,4 г):

П-децилфенолы (33,9 г 51,9%)  
О-децилфенолы (28,8 г 44,0%)  
Дидецилфенолы 1,4 г (2,1%)  
П-октилфенолы 0,7 г (1,1%)  
О-октилфенолы 0,6 г (0,9%)

Конверсия фракции  $\alpha$ -олефинов  $C_8C_{10}$  92,7%. Селективность по моноалкилфенолам 97,9%. Выход моноалкилфенолов от теории 90,8%.

Таким образом, предлагаемое изобретение позволяет повысить выход целевых продуктов до 88,1 - 95,8%.

Формула изобретения

Способ получения  $C_7 - C_{10}$  алкилфенолов путем алкилирования фенола

$C_7 - C_{10}$  олефинами при температуре 80-100°C в присутствии в качестве катализатора обработанной соляной кислотой сульфокатионита, отличающемся тем, что, с целью повышения выхода целевых продуктов, процесс ведут в присутствии сульфокатионита, дополнительно содержащего хлорид марганца, состава, вес. %:

Сульфокатионит 99,0 - 99,8  
Хлорид марганца 0,2 - 1,0

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе

1. Авторское свидетельство СССР № 326971, кл. В 01 J 31/08, 01.07.70.

2. Щеголь Ш.С. и др. Использование диизобутилена, выработанного из отходящих продуктов производства изобутилена, в синтезе п-трет-октилфенола. - Нефтепереработка и нефтехимия. Научно-реф. сб. 1978, № 10, с. 41-44 (прототип).

Составитель А. Евстигнеев

Редактор В. Данко Техред И. Гайду

Корректор Н. Стец

Заказ 10110/29

Тираж 446

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4