

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Уфимский государственный нефтяной технический университет»
(ФГБОУ ВО УГНТУ)
Филиал ФГБОУ ВО УГНТУ в г. Салавате
Кафедра «Химико-технологических процессов»

Общая химическая технология

Отчет по лабораторной работе №1
АЛКИЛИРОВАНИЕ ТОЛУОЛА ПРОПИЛЕНОМ
ХТП-18.03.01-03.01.000 ЛР

Исполнитель:

студент гр. БТП-19-21

В. А. Буланкин

А. Д. Кизимов

Д. А. Кувайцев

А. Н. Ухов

Руководитель:

ст. преподаватель

М. А. Маликова

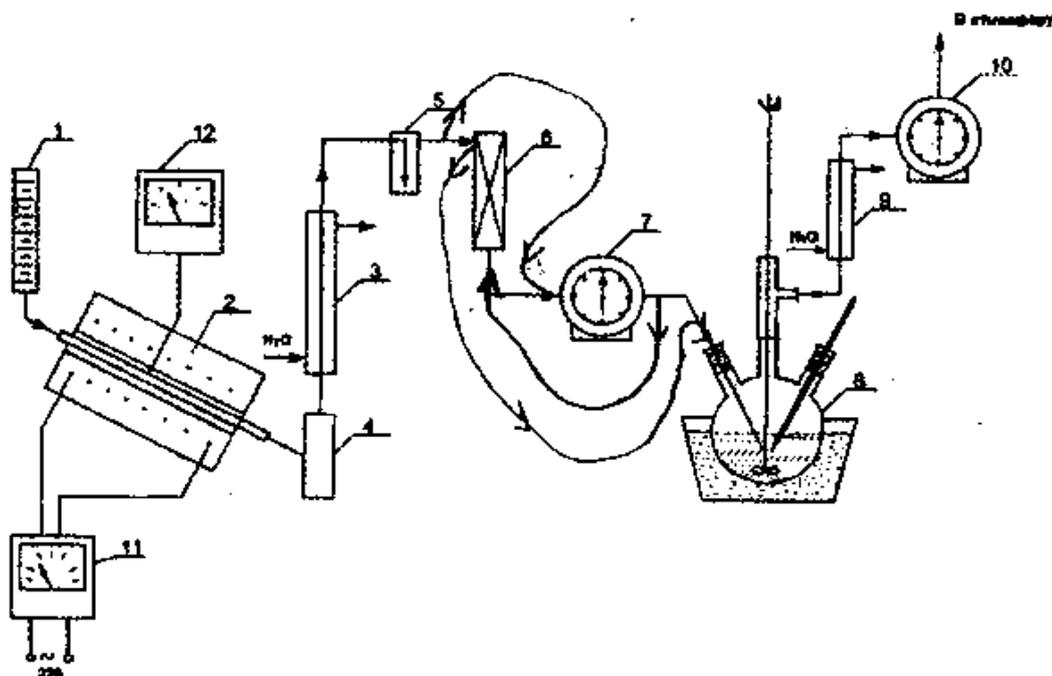
Салават

2022

Цель работы: изучить изменение состава алкилата в зависимости от продолжительности реакции, определение констант скоростей первой и второй стадий реакции, составление материального баланса опыта и определение конверсии пропилена, толуола, выхода целевого продукта, селективности процесса.

Принадлежности и приборы: Тoluол (90 г); $AlCl_3$ (9 г), изопропиловый спирт (45 мл); дистиллированная вода, 10-% раствор щелочи $NaOH$.

Схема процесса:



1-сырьевая бюретка; 2-реактор разложения изопропанола; 3,9-обратный холодильник; 4-приемник; 5-счетчик пузырьков; 6-осушитель с $CaCl_2$; 7,10-газометр; 8-реактор алкилирования; 12-потенциометр

Рисунок 1 – Схема лабораторной установки

Теоретические сведения

1) Назначение процесса алкилирования, продукция, получаемые в результате процесса, их свойства и область использования.

Реакции алкилирования имеют очень большое практическое значение для синтеза алкилароматических соединений, изопарафинов, меркаптанов, сульфидов, аминов, простых эфиров и т. д. Алкилирование ароматических соединений используют в промышленности для получения важных промежуточных продуктов нефтехимического синтеза, которые, в свою очередь, используются для получения мономеров, присадок к маслам, компонентов моторных топлив, поверхностно-активных веществ и т. д.

2) Алкилирующие агенты и катализаторы.

В основе процесса алкилирования лежит реакция электрофильного замещения протона водорода на алкильную группу. Такую реакцию можно провести, используя различные алкилирующие агенты, которые можно разделить на три группы:

- а) Непредельные углеводороды.
- б) Хлорпроизводные углеводородов,
- в) Спирты и эфиры.

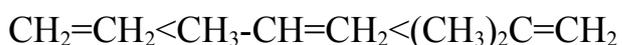
Олефины (этилен, пропилен и т. д.) имеют значение в качестве алкилирующих агентов. Ввиду относительной дешевизны ими стараются пользоваться во всех случаях, где это возможно. Главное применение они нашли для С-алкилирования парафинов и ароматических соединений.

3) Химизм и механизм процессов алкилирования.

Алкилирование олефинами в большинстве случаев протекает по ионному механизму через промежуточное образование карбокатионов и катализируется протонными и апротонными кислотами. Реакционная способность олефинов в реакциях такого типа определяется их способностью образовывать карбокатион:



Поэтому удлинение и разветвление цепи углеродных атомов в олефины значительно повышает его способность к алкилированию:



В ряде случаев алкилирование олефинами может протекать по радикальному механизму. Здесь промежуточными активными частицами являются свободные радикалы, образованию которых способствует присутствие инициаторов

радикально-цепных реакций: органические перекиси, динитрил азобисизомасляной кислоты, ультрафиолетовые лучи.

Хлорпроизводные углеводородов являются алкилирующими агентами наиболее широкого диапазона действия. Они пригодны для алкилирования по атомам углерода, кислорода, серы, азота, а также для синтеза большинства элементо- и металлоорганических соединений. Применение хлорпроизводных рационально для тех процессов, в которых их невозможно заменить или когда использование Хлорпроизводных — дешевле, чем использование — олефинов. Алкилирующее действие хлорпроизводных проявляется в трех различных типах взаимодействия: электрофильном замещении нуклеофильном замещении и в свободно-радикальных процессах. Механизм электрофильного замещения характерен главным образом для алкилирования по атому углерода, но, в отличие от олефинов реакции катализируются только апротонными кислотами: Реакционная способность алкилхлоридов зависит от поляризации связи C-Cl или от стабильности карбокатионов и повышается при удлинении и разветвлении алкильной группы:



Алкилирование спиртами и эфирами нашло менее широкое применение, Спирты могут использоваться для алкилирования по атомам кислорода и азота. Катализаторами в этом случае являются протонные кислоты.

4) Термодинамика и кинетика процессов алкилирования.

Реакция алкилирования с активным комплексом хлористого алюминия идет очень быстро, сильно ускоряется при механическом перемешивании или интенсивном барботировании газообразных олефинов через реакционную массу и протекает в диффузионной или близкой к ней области. Скорость реакции повышается с ростом давления, но мало зависит от температуры, имея низкую энергию активации. Вероятно, лимитирующей стадией является стадия диффузии олефина через пограничную пленку каталитического комплекса хлористого алюминия, в которой протекает реакция. В отличие от этого переалкилирование идет значительно медленнее и существенно ускоряется при повышении температуры, так как имеет энергию активации $E = 63$ кДж/моль. Обе реакции

замедляются при постепенном дезактивировании катализатора, но особенно сильно падает скорость реакции переалкилирования.

На дезактивирование катализатора влияет как наличие примесей в сырье, так и накопление некоторых побочных продуктов алкилирования, способных прочно связывать или образовывать стабильные комплексы, с трудом отдающие свой протон молекуле олефина. Такими веществами при низких температурах являются полиалкилароматические соединения, а при высоких температурах — полициклические ароматические соединения и смолы. В результате оказалось, что оптимальная температура, — обеспечивающая наибольшую производительность, лежит в пределах. 100°C.

5) Технологическое оформление процесса

В промышленности алкилирование бензола олефинами проводят по непрерывной схеме. Алкилирование газообразными олефинами проводят в барботажных колоннах, внутренняя поверхность которых защищена от коррозии кислотостойкими плитками. Колонна заполнена жидкой реакционной массой, которая состоит из каталитического комплекса (20...40 % об.) и не растворимой в нем смеси ароматических соединений. В нижнюю часть колонны подают сухой бензол и олефин, который барботирует через жидкость, активно перемешивая ее. Вверху колонны имеется боковой перелив для отвода продуктов. Тепло реакции отводится за счет нагревания реагентов и испарения бензола. Алкилат после реакции очищается от катализатора промывкой раствором щелочи и подвергается ректификации.

Ход работы

1) Ознакомились со схемой лабораторной установки и методикой проведения лабораторной работы. Собрали установку, как показано на рисунке 1, и проверили надежность всех соединений.

2) В реактор алкилирования загрузили толуол (90г) и $AlCl_3$ (9г), включили мешалку и подали воду в холодильники. Установили температуру в водяной бане 42...46 °C (по заданию преподавателя).

3) Загрузили изопропиловый спирт в сырьевую бюретку в количестве 45 мл. Включили электрообогрев реактора разложения спирта и постепенно поднимали температуру в нем до 290-300°C. Не допускали перегрева реактора, т. к. это может привести к быстрому закоксовыванию катализатора и потере его активности.

4) После вывода реакторов не заданный температурный режим медленно открыли кран капельной воронки и установили необходимый расход спирта.

5) Начали отсчет времени и через каждые 15 минут, в режимном листе записываем расход спирта, температуру в реакторах, расход газа в первом газометре.

6) Через каждые 30 минут после начала опыта из реактора пипеткой отбирали пробу 20-25 мл. К отобранной пробе для прекращения реакции добавляли 20 мл воды, а затем 20 мл 10%-ного раствора щелочи для отмывки от $AlCl_3$. После отделения водного слоя, углеводородный слой отбирается для анализа на рефрактометр.

7) Через 90 минут после начала опыта, после отбора 3-х проб, прекращаем подачу спирта, выключаем электрообогрев реактора разложения спирта. Реакционную массу обрабатывают, как указано выше, и взвешивают.

Обработка экспериментальных данных

Таблица 1 – Режимный лист

Время, м	Расход спирта, мл	Температура в Р-2, °С	Температура в Р-8, °С	Пропущено газа, л	Примечание
0	0	319,0	42	0	
15	45	296,4	46	0,7	
30	45	303,4	43	1,0	Отобрана 1-ая проба
45	45	303,7	42	1,07	
60	45	299,2	42	1,075	Отобрана 2 проба
75	45	302	42	1,075	

90	45	301	46	1,075	Отобрана 3 проба
----	----	-----	----	-------	------------------

Таблица 2 – Показатель преломления проб

Проба	Показатель преломления
1	1,3427
2	1,4890
3	1,4910

Вывод: В ходе данной лабораторной работы, было изучено изменение состава алкилата в зависимости от продолжительности реакции. Производился отбор проб с разным временным промежутком. В ходе опыта было установлено, что с ростом времени проведения эксперимента, показатель преломления каждой из проб возрастал, следовательно, время, которое затрачивается на реакцию влияет на качество и процентный выход того или иного продукта.