



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2011103626/04, 01.02.2011

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
01.02.2011

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 01.02.2011

(45) Опубликовано: 27.08.2012 Бюл. № 24

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2333193 C1, 10.09.2008. GB 373249 A,
17.05.1932. US 4009219 A, 22.02.1977.

Адрес для переписки:

634021, г.Томск, пр. Академический, 4,
Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения РАН (ИХН СО РАН),
В.А.Филимошкиной

(72) Автор(ы):

Сурков Владимир Григорьевич (RU),
Головко Анатолий Кузьмич (RU),
Певнева Галина Сергеевна (RU),
Попов Николай Валентинович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии
наук (RU)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЦИКЛОГЕКСАНА

(57) Реферат:

Изобретение относится к способу
получения циклогексана из неопределенных
углеводородов, характеризующемуся тем, что
смесь ацетилена и природного газа при
соотношении 46÷48:52÷54 мол.% подвергают
механохимической активации при

температуре 20°C в течение 3-10 мин в
присутствии кристаллического кварца. Данный
способ позволяет получать циклогексан в одну
стадию, без создания дополнительного
давления и при низких температурах. 1 з.п. ф-
лы, 4 пр.

RU 2 4 5 9 7 9 2 C 1

RU 2 4 5 9 7 9 2 C 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C07C 13/18 (2006.01)
C07C 2/74 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: **2011103626/04, 01.02.2011**

(24) Effective date for property rights:
01.02.2011

Priority:

(22) Date of filing: **01.02.2011**

(45) Date of publication: **27.08.2012 Bull. 24**

Mail address:

**634021, g.Tomsk, pr. Akademicheskij, 4,
Federal'noe gosudarstvennoe bjudzhetnoe
uchrezhdenie nauki Institut khimii nefiti
Sibirskogo otdelenija RAN (IKhN SO RAN),
V.A.Filimoshkinoy**

(72) Inventor(s):

**Surkov Vladimir Grigor'evich (RU),
Golovko Anatolij Kuz'mich (RU),
Pevneva Galina Sergeevna (RU),
Popov Nikolaj Valentinovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal'noe gosudarstvennoe bjudzhetnoe
uchrezhdenie nauki Institut khimii nefiti
Sibirskogo otdelenija Rossijskoj akademii nauk
(RU)**

(54) METHOD OF PRODUCING CYCLOHEXANE

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to a method of producing cyclohexane from unsaturated hydrocarbons, characterised by that a mixture of acetylene and natural gas in ratio of 46-48:52-54 mol % undergoes mechanical activation at temperature

20°C for 3-10 minutes in the presence of crystalline quartz.

EFFECT: present method enables to obtain cyclohexane in a single step, without additional pressure and at low temperatures.

2 cl, 4 ex

Изобретение относится к химической промышленности, в частности к способу получения циклогексана.

В основном циклогексан получают из бензола. Чаще всего применяется гидрирование бензола в циклогексан. Известны способы получения циклогексана жидкофазным гидрированием бензола (Пат. №5189233 США.; Пат. №2139843 РФ, Пат. 6750374 США, Заявка 2716190 Франция, Пат. №2196123 РФ, Пат. 6153805 США, Пат. 6187080 США, Пат. №2235086 РФ). Типичной проблемой при гидрировании бензола в циклогексан являются побочные реакции. В частности, нежелательной является изомеризация в метилциклопентан. Кроме того, при более высоких температурах происходит расщепление кольца, приводящее к нежелательным C5- и более легким продуктам. Недостатком этих способа является необходимость обессеривания сырья.

Наиболее близким предлагаемому способу является способ гидрирования бензола в адиабатическом реакторе полочного типа путем контактирования бензола с катализатором, при температуре 140-240°C, давлении 3-6 МПа, объемной скорости подачи сырья 0,5-2,0 ч⁻¹ в присутствии водородсодержащего газа (Пат. №2400463). Недостатками данного способа являются необходимость использования в процессе получения циклогексана высокой температуры и давления и сложное технологическое оформление процесса.

Задачей предлагаемого способа является получение циклогексана механохимическим способом из смеси ацетилена с природным газом, позволяющим проводить процесс в одну стадию, без создания дополнительного давления и при низких температурах.

Технический результат достигается за счет механохимической обработки смеси ацетилена с природным газом при соотношении 46÷48:52÷54 мол.%, температуре 20°C в течение 3-10 мин в присутствии кристаллического кварца с размером частиц 2-4 мм.

Процесс получения циклогексана проводят в механохимическом реакторе центробежно-планетарной шаровой мельницы типа АГО-2, при частоте вращения реакторов 1820 об/мин. В герметично закрываемый реактор мельницы помещают мелющие стальные шары и кристаллический кварц (размер частиц 2-4 мм). В реактор (предварительно удалив воздух) закачивают смесь ацетилена с природным газом под давлением 1 атм при соотношении 46÷48:52÷54 мол.%. В состав природного газа входят метан (97 мол.%), этан (2,3 мол.%), пропан (0,6 мол.%), иные газы (0,1 мол.%). В процессе механохимической активации в присутствии кварца ацетилен превращается в бензол. Часть образующегося бензола гидрируется водородом, выделяемым при механодеструкции углеводородов природного газа, с образованием циклогексана при температуре 20°C (за счет внешнего охлаждения реакторов) в течение 3-10 минут. Селективность предлагаемого способа по циклогексану достигает 25 мол.%.

Ацетилен и линейные углеводороды анализируют газохроматографическими методами, используя детектор по теплопроводности. Углеводороды C₁-C₆ разделяют с помощью газожидкостной хроматографии в колонке, заполненной сферохромом; стационарная жидкая фаза - триэтиленгликольбутират. Неуглеводородные компоненты газов определяют газо-адсорбционным методом в колонке, заполненной цеолитом СаА в качестве адсорбента. Газ-носитель - аргон. Бензол и циклогексан определяют на газожидкостном хроматографе "Кристалл-2000М" с пламенным детектором.

Примеры конкретного выполнения

Пример 1. Смесь состава ацетилен (46 мол.%) + природный газ (54 мол.%)

подвергают механической обработке в реакторе-активаторе мельницы АГО-2 в течение 3 минут, в описанных выше условиях.

Полученная газовая смесь содержит 13 мол.% циклогексана.

5 Пример 2. Смесь состава ацетилен (46 мол.%) + природный газ (54 мол.%) подвергали механической обработке в реакторе-активаторе мельницы АГО-2 в течение 5 минут, в описанных выше условиях.

Полученная газовая смесь содержит 25 мол.% циклогексана.

10 Пример 3. Смесь состава ацетилен (46 мол.%) + природный газ (54 мол.%) подвергали механической обработке в реакторе-активаторе мельницы АГО-2 в течение 10 минут, в описанных выше условиях.

Полученная газовая смесь содержит 5 мол.% циклогексана.

15 Пример 4. Смесь состава ацетилен (48 мол.%) + природный газ (52 мол.%) подвергали механической обработке в реакторе-активаторе мельницы АГО-2 в течение 5 минут, в описанных выше условиях.

Полученная газовая смесь содержит 23 мол.% циклогексана.

В газовой фазе после механической обработки приведенных в примерах смесей помимо циклогексана присутствуют ацетилен, бензол, водород, метан, этан.

20 Таким образом, предлагаемый способ позволяет получать циклогексан непосредственно из ацетилена и природного газа в одну стадию механохимическим способом при комнатной температуре и атмосферном давлении.

Формула изобретения

25 1. Способ получения циклогексана из непредельных углеводородов, отличающийся тем, что смесь ацетилена и природного газа при соотношении 46÷48 : 52÷54 мол.% подвергают механохимической активации при температуре 20°C в течение 3-10 мин в присутствии кристаллического кварца.

30 2. Способ по п.1, отличающийся тем, что используют кварц с размером частиц 2-4 мм.

35

40

45

50