

**POBOLJŠANJE TEHNOLOŠKOG POSTUPKA POLUINDUSTRIJKE
PROIZVOVODNJE KATOCENA KAO KATALIZATORA ZA
KOMPOZITNA RAKETNA GORIVA SA SMANJENOM KOLIČINOM
AGENASA I RASTVARAČA S PROCJENOM SMANJENJA RIZIKA PO
OLOLIŠ I UTICAJA NA LJUDSKO ZDRAVLJE / IMPROVEMENT OF
THE TECHNOLOGICAL PROCEDURE OF THE SEMI-INDUSTRIAL
PRODUCTION OF CATHOCENE AS A CATALYST FOR COMPOSITE
ROCKET FUELS WITH A REDUCED AMOUNT OF AGENTS AND
SOLVENTS WITH AN ASSESSMENT OF THE RISK TO THE
ENVIRONMENT AND THE IMPACT ON HUMAN HEALTH**

Dr.sc.Suad Obradović, IU Travnik, obradovićsuad@gmail.com

Stručni članak

Sažetak: Katocen, 2,2-bis (etilferocenil) propan tečan je derivat ferocena. Dobiva se postupkom koji obuhvata tri reakcije i to: a) acetilovanje ferocena, b) redukcija acetilferocena do etilferocena i c) kondenzacija dva molekula etilferocena sa acetonom. U toku rada razrađena su znatna poboljšanja postupka a naročito faze b), tj. redukcije acetilferocena do etilferocena. Nakon detaljnih laboratorijskih ispitivanja redukcije acetilferocena po Clemmensen-ovoj metodi uspjeli smo da definišemo dvije varijante redukcije sa prihvatljivim prinosom proizvoda. Ova poboljšanja stvorila su dosta preduslova da se realizuje poluindustrijska proizvodnja katocena.

Ključne riječi: ferocen, kondenzacija, acetilovanje, acetilferocen, etilferocen, redukcija .

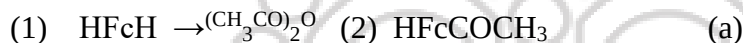
Abstract: Cathocene, 2,2 bis(ethylferrocenyl) propane tecane is a derivative of ferrocene. It is obtained by a process that includes three reactions: a) acetylation of ferrocene, b) reduction of acetylferrocene to ethylferrocene and c) condensation of two molecules of ethylferrocene with acetone. In the course of work, significant improvements were made to the procedure, especially phase b), of the reduction of acetylferrocene to ethylferrocene. After detailed laboratory tests of the reduction of acetylferrocene according to Clemmensen's method, we managed to define two variants of the reduction with an acceptable product yield. These improvements have created a lot of preconditions for the semi-industrial production of cathocene.

Key words: ferrocene, condensation, acetylation, acetylferrocene, ethylferrocene, reduction

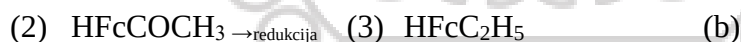
UVOD

Među katalizatorima koji se posljednjih godina koriste za postizanje velikih brzina kod kompozitnih raketnih goriva (2,2-bis(etilferocenil) propan, $\text{EtFc-C}(\text{CH}_3)_2\text{FcEt}$, $\text{Fc} = -[\text{C}_5\text{H}_4\text{-Fe-C}_5\text{H}_4-]$) zauzima vrlo značajno mjesto. Pregledom literature može se vidjeti da se ovo jedinjenje do sada proizvodilo samo u laboratorijskom obimu po postupku koji obuhvata tri reakcije i to:

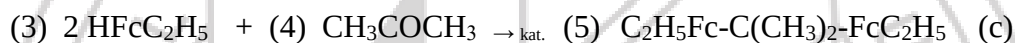
Acetilovanje /1/ ferocena (1) pri čemu se dobiva acetilferocen (2).



Redukcija /2/ acetilferocena (2) do etilferocena (3).



Kondenzacija /3/ etilferocena (3) sa acetonom (4) pri čemu se dobiva 2,2-bis (etilferocenil) propan (5).



1. SINTEZA 2,2-BIS (ETILFEROCENIL) PROPANA

Redukcija acetilferocena do etilferocena (faza b) predstavljala je najveći problem pri realizaciji i uspostavljanju poluindustrijske proizvodnje kao i realizaciju poluindustrijskih uslova proizvodnje 2,2 bis(etilferocenil) propa. Iz literature se može vidjeti da se eliferocen sintetizovao na dva načina: 1) alkilovanjem ferocena i 2) redukcijom acetilferocena /5/. Prvu metodu, alkilovanja ferocena nismo prihvatili kao dobru i perspektivnu jer se pri alkilaciji obično dobiva više proizvoda čije je razdvajanje otežano i vrlo složeno. Pored toga, mali prinos alkilovanih proizvoda bio je još jedan razlog da se odustane od alkilacije ferocena. Druga metoda, redukcija acetilferocena izgledala nam je više prihvatljivija sa stanovišta jednoznačnosti reakcije. Za ovu reakciju u literaturi se pominju Clemmensen-ova metoda redukcije amalgamisanim cinkom, katalitička hidrogenizacija i redukcija pomoću litijumaluminijum hidrida i aluminijumtihlorida. Od ove tri metode odabrali smo redukciju sa amalgamisanim cinkom jer smo procijenili da se može najlakše izvoditi u poluindustrijskim uslovima.

Nakon detaljnih laboratorijskih ispitivanja redukcije acetilferocena po Clemmensen-ovoj metodi uspjeli smo da definišemo dvije varijante redukcije sa prihvatljivim prinosom proizvoda. U prvoj varijanti korišten je dvofazni sistem benzol–sirćetna kiselina a ostvareni prinos etilferocena je bio 79%. U drugoj varijanti korišten je rastarač etanol-voda-hlorovodonična kiselina i prinos eliferocena je bio od 72,5%. U obe varijante proizvod je izolovan destilacijom pod smanjenim pritiskom, a kompletna sinteza i obrada reakcione mase (bez destilacije) može se završiti za

osam sati. Dobiveni proizvod je visoke čistoće čija je struktura potvrđena analizom IR i NMR spektara. Zadnja faza u postupku proizvodnje 2,2-bis(etilferocenil) propana (faza c) predstavlja reakciju kondenzacije dva molekula etilferocena sa acetonom. Reakcija se izvodi u prisustvu kiselih katalizatora kao što su sumporna kiselina, polifosforna kiselina, aluminijumtrihlorid i drugi. Mi smo se opredjelili za reakciju u prisustvu sumporne kiseline. Sama reakcija se izvodi u dva dijela. Pripremanje rastvora sumporne kiseline u metanolu i reakcija etilferocena sa acetonom. Reakcija se odvija na umjerenoj temperaturi. Proizvod koji se dobije navedenom reakcijom izoluje se ekstrakcijom sa organskim rastvaračem. Obradom rastvora i uparavanjem rastvarača dobiveno je gusto crveno ulje u prinosu od 71% računato na etilferocen. Struktura proizvoda dokazana je analizom IR i NMR spektara.

2. ZAKLJUČAK

2,2 bis-(etilferocenil) propan koristi se se kao katalizator sagorjevanja visoke efikasnosti za različite kompozitne čvrste pogonske materije. Odlikuje se izvrsnim sveobuhvatnim performansama i malom pokretljivošću. Kao dinuklearni derivat ferocena proizvodi efekte povećanja brzine gorenja i snižavanja pritiska kada se doda u kompozitni čvrsti pogon koristeći AP oksidans. Kako je već opisano 2,2-bis(etilferocenil) propan kao tečan derivat ferocena dobiva se postupkom koji obuhvata tri reakcije i to: a) acetilovanje ferocena, b) redukciju acetilferocena do etilferocena i c) kondenzaciju dva molekula etilferocena sa acetonom. U toku rada razrađena su znatna poboljšanja laboratorijskog postupka a posebno faze b), t.j. redukcije acetilferocena do etilferocena, što je rezultiralo zamjenom upotrebe organskih rastvarača i smanjena količine koja se ranije upotrebljavala, a samim tim imali negativan uticaj na okoliš i na ljudsko zdravlje djelatnika(učesnika) procesa. Novi zamjenski rastvarač je korišten etanol-voda-hlorovodonična kiselina, koji nije imao bilo kakave negativne uticaje i posljedice. Ova poboljšanja su stvorila dosta preduslova da se uradi i realizuje polindustrijska proizvodnja sa unapređenim tehnološkim postupkom proizvodnje i skraćenim vremenom trajanja reakcije od osam sati rada. To je doprinijelo uvećanju proizvodnje i dobivanju željene količine i kvalitete proizvoda.

3. LITERATURA

- [1] Arimoto, F., S., Haven, Journal of the Chemical Society, 77 (1955) 6295.
- [2] Bozak, R., E., Journal of Chemical Education, 43 (2) (1966) 73.
- [3] Goldberg, I., S., Loebel, W., D., Tidwall, T., T., Journal of Organic Chemistry, 32 (1967) 4070.
- [4] Haun-li, W., Sokolova, E., B., Izvanredna Akademija Nauke SSSR, OTD.Khim, (1962) 887.
- [5] Hauser, C., R., Lindssy, J., K., Journal of the Organic Chemistry, 22 (1957) 906.
- [6] Horspool, W., H., Sutherland, R., G., Sutton, J., K., Canadian Journal of Chemistry, 47 (1969) 3085
- [7] Lednicher, D., Hauser, C., R., Journal of the Organic Chemistry, 22 (1957) 906.
- [8] Talbot, M., L., Foster, T., T., US Pat. 3,673,232 (1972)