УДК 543.5

АНАЛИЗ ГРУППОВОГО СОСТАВА ВЫСОКОКИПЯЩИХ ПОБОЧНЫХ ПРОДУКТОВ ПРОИЗВОДСТВА ИЗОПРЕНА

THE ANALYSIS OF GROUP STRUCTURE OF THE HIGH-BOILING BY-PRODUCTS OF PRODUCTION OF THE ISOPRENE

Мрясова Екатерина Анатольевна
студент магистратуры кафедры
«Химическая технология органических веществ»,
Нижнекамский химико-технологическийо институт,
Казанский национальный исследовательский
технологический университет
mryasova1995@mail.ru

Новожилов Алексей Анатольевич
студент магистратуры кафедры
«Химическая технология органических веществ»,
Нижнекамский химико-технологическийо институт,
Казанский национальный исследовательский
технологический университет
Aleksej.novozhilov.84@mail.ru

Новожилова Алия Ильдусовна
кандидат технических наук, доцент кафедры
«Химическая технология органических веществ»,
Нижнекамский химико-технологическийо институт,
Казанский национальный исследовательский
технологический университет
Aliya.n-kamsk@mail.ru

Mryasova Ekaterina Anatolyevna
Student of a Magistracy of
chemical technology of organic substances,
Nizhnekamsk Chemico-Technological
Institute (Branch),
Kazan National Research
Technological University
mryasova1995@mail.ru

Novozhilov Alexey Anatolyevich
Student of a magistracy of chemical
technology of organic substances,
Nizhnekamsk Chemico-Technological
Institute (Branch),
Kazan National Research
Technological University
Aleksej.novozhilov.84@mail.ru

Novozhilova Aliya Ildusovna
Candidate of Technical Sciences,
Lecturer of the Department of
Chemical technology of organic substances,
Nizhnekamsk Chemico-Technological
Institute (Branch),
Kazan National Research
Technological University
Aliya.n-kamsk@mail.ru

Аннотация. В работе определен групповой состав высококипящих побочных продуктов производства изопрена с температурой кипения выше 92 °С методом ЯМР-спектроскопии, с целью определения области их последующей квалифицированной переработки.

Ключевые слова: переработка побочных продуктов, спектроскопия ЯМР.

Annotation. In work the group structure of the high-boiling by-products of production of an isoprene with a temperature of boiling over 92 °C by a nuclear magnetic resonance spectroscopy method, for the purpose of definition of area of their subsequent qualified processing is defined.

Keywords: processing of by-products, nuclear magnetic resonance spectroscopy.

Квалифицированная переработка отходов или побочных продуктов любого производства в настоящее время становится неотъемлемой частью современной промышленности, поскольку для современных предприятий одной из наиболее важных проблем является защита окружающей среды. Производство изопрена, в том числе, через диметилдиоксан, имеет большое значение, поскольку востребован при получении стереорегулярного изопренового каучука и год от года его объемом производства растет. При этом, совершенствование технологии и аппаратурного оформления происходит медленно и не поспевает за ужесточением со стороны экологических норм. Проблема эффективной переработки высококипящих побочных продуктов синтеза изопрена актуальна в настоящее время.

Важным этапом разработки технологии переработки некондиционных, побочных продуктов или отходов производства является определение их свойств и состава. В данной работе поставлена задача определения группового состава высококипящих побочных продуктов производства изопрена с температурой кипения выше 92 °С методом ЯМР-спектроскопии.

Метод количественной спектроскопии ЯМР относится к неразрушающим методам анализа, чем выгодно отличается от большинства химических, физико-химических аналитических методов. К достоинствам также можно отнести высокую чувствительность метода, автоматизацию, портативность и относительно низкую стоимость аппаратуры «PicoSpin-45» [1]

С помощью ЯМР можно получать разнообразную информацию о свойствах молекул – их ориентации, пространственной структуре, межмолекулярных взаимодействиях и т.д. Благодаря этому ЯМР превратился в очень мощный инструмент исследования веществ на молекулярном уровне, который широко применяется в химии и нефтехимии [2].

Таблица 1 – Параметры работы спектрометра picoSpin 45

Параметр	Значение	Параметр	Значение
Число сканов	80	Релаксационная задержка	7 с
Длительность импульса	35 us	Пропускная способность	4 kHz
Количество измеряемых точек	4096	Показатель затухания фильтра:	10
Задержка восстановления	500 ps	Нулевое заполнение	9000

Работа выполнялась на портативном спектрометре с постоянным магнитом «PicoSpin-45», имеющий частоту 45 МГц и температуру магнита 42 °С, разрешение не менее 0,1 ppm.

Несмотря на малый размер и вес данный спектрометр имеет разрешающую способность не ниже 10^{-7} , не требуют криожидкости, прост в настройках. Пониженная чувствительность и разрешающая способность таких приборов в случае ядер ^{1}H применительно к анализу нефтяных, многокомпонентных объектов, не является существенным препятствием [1].

Рабочие параметры прибора приведены в таблице 1.

Полученный спектр представлен на рисунке 1.

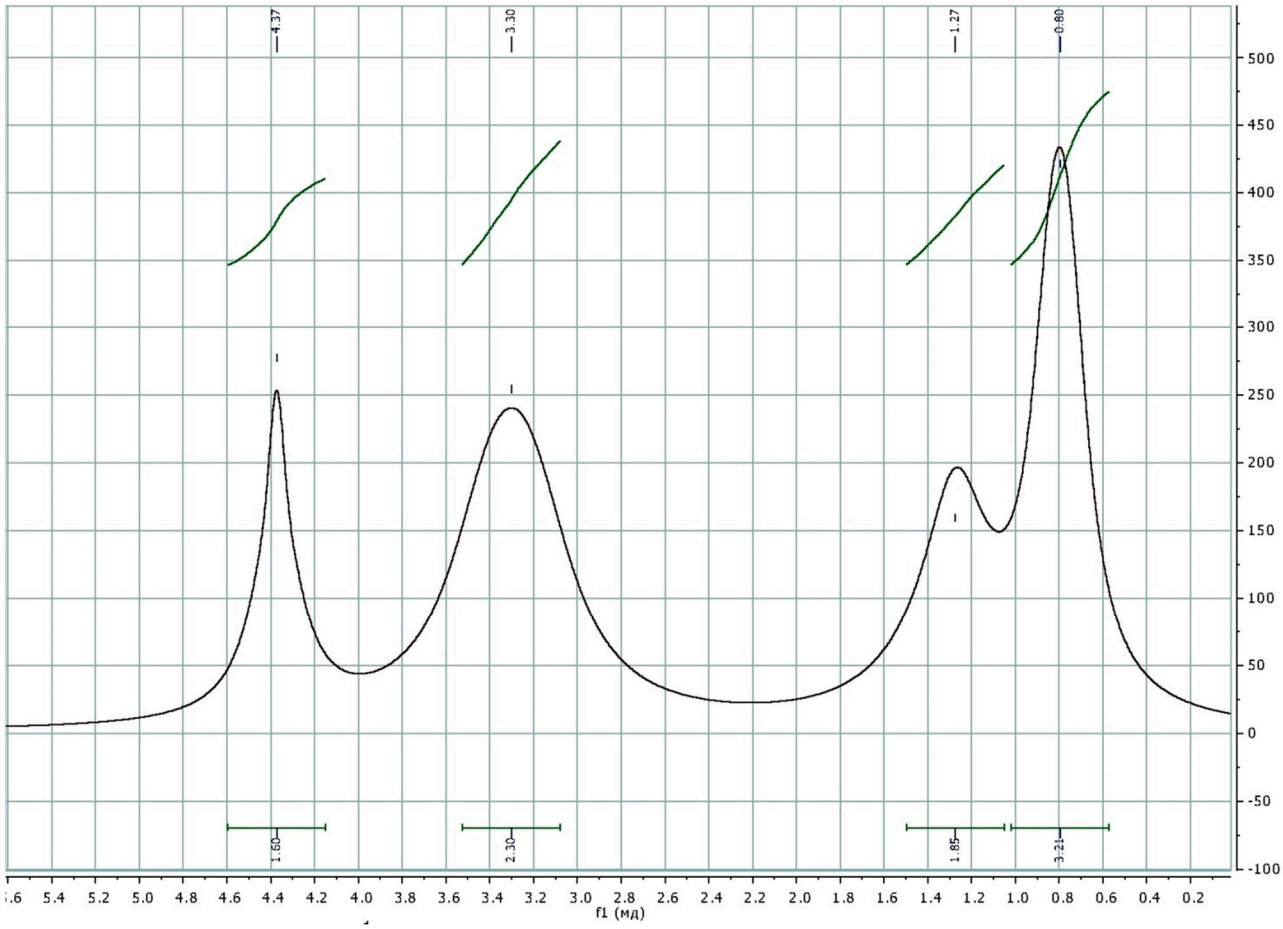

Рисунок 1 – ЯМР-спектр ^{1}H ВПП производства изопрена

На данном спектре можно выделить 4 области. Полученные области и результаты интегрирования представим в виде таблицы 2.

Таблица 2 – Результаты интегрирования

№	Область интегрирования, м.д.	Результат интегрирования, %
1	0,59–1	34,41
2	1–1,5	16,94
3	3,05–3,55	35,21
4	4,1–4,6	13,44

В области 0,59–1 мы видим сигналы протонов, принадлежащие группам C-CH_3 и C-CH_2-C. Например, в молекуле 4,4-диметил-1,3-диоксана такие протоны встречаются у 3 и 4 атомов углерода.

В области 1–1,5 можно выделить сигналы протонов следующих групп: C-CH_2-C, водорода у третичного атома углерода, а также водорода гидроксильной группы, что может показывать наличие спиртов в составе исследуемого образца.

Область 3,05–3,55 также показывает наличие протонов гидроксильной группы.

В области 4,1–4,6 можно выделить сигналы протонов гидроксильных групп, а также сигналы протонов -CH_2-O – группы, которая присутствует в диоксановых и пирановых кольцах, а также в эфирных группировках.

Данные анализа достаточно полно согласуются с литературными данными о составе высококипящих побочных продуктов производства изопрена.

Литература:

1. Калабин Г.А., Садыков Б.Р., Стариков В.П. Экологически чистые технологии анализа нефти и нефтепродуктов на основе методов спектроскопии ЯМР // Вестник РУДН. Серия Экология и безопасность жизнедеятельности. – 2008. – № 2.
2. Гюнтер Х. Введение в курс спектроскопии ЯМР / Х. Гюнтер; пер. с англ. – М. : Мир, 1984. – 478 с.

References:

1. Kalabin G.A., Sadykov B.R., Starikov V.P. Environmentally friendly technologies of the analysis of oil and oil products on the basis of nuclear magnetic resonance spectroscopy methods // RUDN bulletin. Ecology series and health and safety. – 2008. – № 2.
2. Günter H. Introduction to a nuclear magnetic resonance spectroscopy course / X. Günter; the lane with English. – M. : World, 1984. – 478 p.