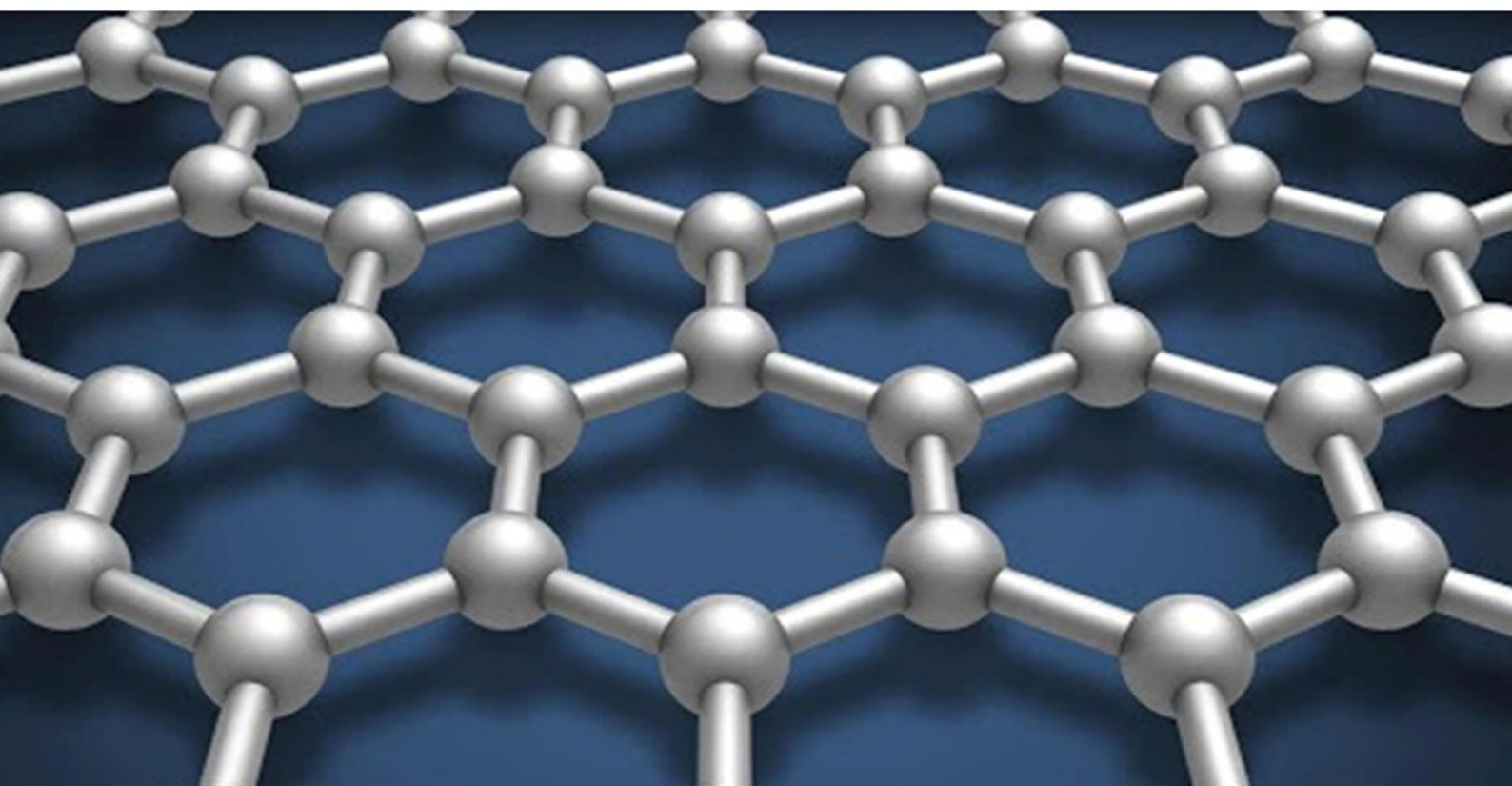


Ўзбекистон

# **K**ompozitsion **M**ateriallar

Ilmiy-texnikaviy va amaliy jurnali



Ўзбекский научно-технический и производственный журнал  
**Композиционные материалы**

УДК 547.53

## ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ФРАКЦИЙ ПИРОЛИЗНОГО ДИСТИЛЛЯТА, РАЗДЕЛЁННЫХ МЕТОДОМ СУХОЙ ЭКСТРАКЦИИ ПРИ РАЗЛИЧНЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ

Комолова Гулнора Комиловна, Юсупова Лола Азимовна

*Ташкентский химико-технологический институт*

**Аннотация.** В данной работе с целью получения фракции C<sub>9</sub> из пиролизного дистиллята сухую перегонку проводили при трех различных температурах (152, 159 и 170°C), и результаты оценивали на основе газовой хроматографии (GC). Сравнительный анализ показал, что разделение при 152°C является оптимальным, при этом выход фракции C<sub>9</sub> составил 11,11%, что дало наибольшее значение (159°C - 4,59%, 170°C - 4,72%). По составу фракция при 152°C богата ароматическими и функциональными (ОН) производными, из которых наибольшую долю составляют кислородсодержащие ароматические соединения, а также чистые C-H арены - стирол и индены (всего ≈13-14%). Такой профиль открывает перспективные направления использования в качестве сырья для лакокрасочных материалов, смол и специальных реагентов. Для получения фракции C<sub>9</sub> максимального и практически полезного состава оптимальным является разделение при 152°C, что обосновывает адаптируемую стратегию фракционирования в промышленных масштабах.

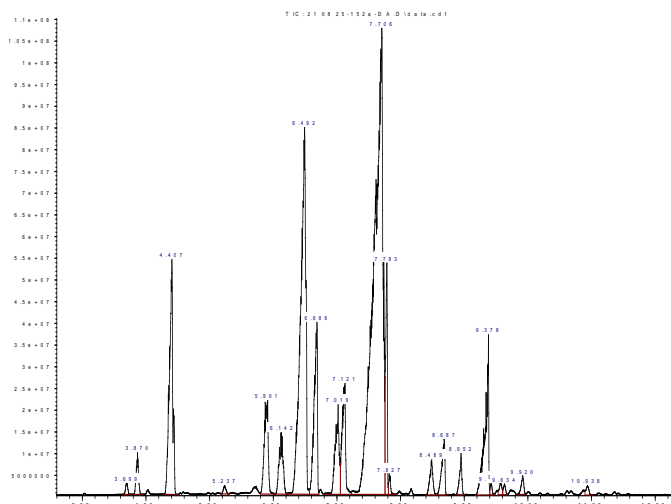
**Ключевые слова:** пиролизный дистиллят, фракция C<sub>9</sub>, газовая хроматография, ароматические углеводороды, сухая перегонка, структурный анализ, промышленное сырье.

**Введение.** Процесс пиролиза – один из основных методов термического разложения, широко применяемый для получения различных ценных продуктов из органического сырья, в частности, нефтяных фракций и газовых конденсатов [1]. Пиролизный дистиллят, образующийся в результате этого процесса, представляет собой сложную смесь, содержащую различные углеводороды, в том числе олефины в диапазоне C<sub>5</sub>–C<sub>9</sub> [2], ароматические и непредельные соединения [3]. Эти смеси имеют большое значение в химической и нефтехимической промышленности и используются в качестве сырья для производства полимеров, растворителей, пластификаторов и специальных химических реагентов [4, 5]. В частности, фракция C<sub>9</sub> характеризуется высокой молекулярной массой и наличием ценных ароматических компонентов [6]. Она широко используется в различных отраслях промышленности, производящих лакокрасочные материалы, смолы, пластмассы и резину [7].

**Объекты и методы исследований.** В качестве объекта исследования был выбран дистиллят пиролиза. Для отделения углеводородной фракции C<sub>9</sub> от дистиллята применялась сухая перегонка. Процесс перегонки осуществлялся в двухгорловой колбе, нагреваемой последовательно при трёх различных температурных режимах: 152°C, 159°C и 170°C [8]. На каждом температурном режиме проводился отдельный эксперимент, всего было проведено три серии испытаний. Процесс был организован следующим образом.

Пары пиролизного дистиллята, нагретые в двухгорловой колбе, пропускали через трёхгорловую колбу, через патрубки из нержавеющей стали и капельницу. Затем пары пропускали через холодильник, конденсировали и собирали в приёмной колбе. Перегонку продолжали до полной перегонки дистиллята. Этот процесс повторяли при трёх температурах (152, 159 и 170°C) для сравнения свойств полученных продуктов. В конце каждого эксперимента конденсат собирали и характеризовали отдельно. Методом газовой хроматографии изучены структурные свойства и качественные показатели выделенных C<sub>9</sub>-фракций. В ходе анализа определены относительное содержание олефиновых, ароматических и других углеводородов во фракциях, времена их выхода, а также оценены структурные различия фракций. Данный подход позволил определить оптимальную температуру экстракции C<sub>9</sub>-фракций, полученных из пиролизного дистиллята, и оценить их промышленную значимость.

**Результаты и их обсуждение.** В настоящем разделе представлены и обсуждаются результаты газохроматографического (ГХ) анализа фракций, выделенных из пиролизного дистиллята методом сухой перегонки. В ходе исследования сравнивались фракции, полученные при трёх температурных режимах: 152°C, 159°C и 170°C, и анализировалось соответствие данных по комплексной смеси фоновым данным. Первоначально были рассмотрены качественные показатели фракции, полученной при 152°C; хроматограмма этой фракции представлена на рис. 1.



**Рис. 1. Газохроматографический анализ фракции, полученной при 152°C**

На основании газохроматографического анализа фракции, полученной при 152°C, была составлена табл. 1. В ней указаны время элюирования (RT), название соединения и его количественное процентное содержание, соответствующее каждому пику.

**Таблица 1. Химический и количественный состав фракции, полученной при 152°C**

Время элюирования (мин)	Соединения	Количество %
7,706	Бензоуксусная кислота, 4-сиано - (C <sub>15</sub> H <sub>7</sub> C <sub>14</sub> NO <sub>2</sub> )	40,33
6,492	2- Пропеноидная кислота, 3-фенил-, 2- фенилэтиловый эфир, (C <sub>17</sub> H <sub>16</sub> O <sub>2</sub> )	18,56
4,407	5(4H)- Изоксазолон, 3- фенил - C <sub>9</sub> H <sub>7</sub> NO <sub>2</sub>	7,79
6,686	Бензол, этилен-C <sub>9</sub> H <sub>8</sub>	5,46
9,378	[1,2,4] Триазоло[4,3-b] [1,2,4] триазин,7-(4-бромфенил)- C <sub>13</sub> H <sub>13</sub> N <sub>5</sub> O	4,95
7,121	1H- Инден – C <sub>13</sub> H <sub>16</sub>	3,63
5,901	1H- Инден – C <sub>13</sub> H <sub>16</sub>	3,52
7,019	5(4H)- Изоксазолон, 3- фенил -C <sub>9</sub> H <sub>7</sub> NO <sub>2</sub>	3,12
6,142	Бисикло[4.1.0] гепта-1,3,5- труен- C <sub>7</sub> H <sub>6</sub>	2,14
8,687	4-Бromo-3-метилбензонитрил– C <sub>8</sub> H <sub>6</sub> BrN	1,68
8,489	Бензофуразан оксиди– C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	0,98
3,870	1(2H)- Нафталенон, 3,4-дигидро-C <sub>13</sub> H <sub>16</sub> O	0,90
8,952	1H-Инден– C <sub>13</sub> H <sub>16</sub>	0,86
9,920	1H-Индол– C <sub>8</sub> H <sub>7</sub> N	0,46
7,827	2- Пропеновая кислота, 1- метилундециловый эфир- C <sub>15</sub> H <sub>28</sub> O <sub>2</sub>	0,34
9,571	Пропан, 1,1'-тиобис-C <sub>8</sub> H <sub>18</sub> S	0,30
3,699	Бензофуразан - C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> N <sub>2</sub> O	0,24
9,634	3- Пиридин карбонитрил- C <sub>14</sub> H <sub>10</sub> C <sub>12</sub> N <sub>4</sub> O <sub>2</sub>	0,22
9,422	1H- Инден - C <sub>13</sub> H <sub>16</sub>	0,21
5,237	2-метил-3-(2'-нитробензолтио) PR-панель – C <sub>9</sub> H <sub>7</sub> NO <sub>4</sub>	0,20

*При фракционировании пиролизного дистиллята при 152°C общее содержание фракции углеводов C<sub>9</sub> составляет 11,11%.*

Согласно табл. 1, химический и количественный состав фракции, полученной из пиролизного дистиллята при 152°C, следующий: фракция представляет собой сложную органическую смесь, содержащую 20 идентифицированных соединений, общая количественная доля которых составляет около 95,89%. Оставшиеся 4,11%, вероятно, приходятся на неидентифицированные или минорные компоненты. Фракция образуется в процессе пиролиза и состоит в основном из ароматических углеводов, азотсодержащих гетероциклов, сложных эфиров и галогенированных соединений. Общий выход фракции C<sub>9</sub>, выделенной при 152°C, составил 11,11 %. Результаты ГХ показали, что фракция в основном состояла из компонентов,

элюирующихся в течение 7–9 мин. В составе преобладали ароматические соединения с ядром C<sub>9</sub> и их функциональные (O/N) производные: в частности, большую часть фракции составляли 4-цианофенилуксусная кислота (40,33 %) и фенилэтилциннамат (18,56 %). Основной представитель углеводов C<sub>9</sub>, инден, наблюдался в нескольких пиках, а общая фракция составила ≈8,22%. Кроме того, стабильно регистрировались сигналы стирола и других гетероароматических соединений. На следующем этапе исследования был проведён газохроматографический анализ фракции, полученной при 159°C. Полученные результаты представлены на рис. 2.

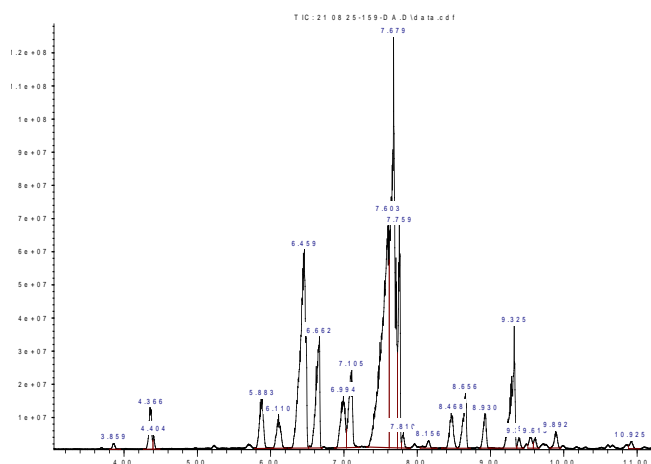


Рис. 2. Газохроматографический анализ фракции, полученной при 159°C

Для анализа рисунка 2 на основе данных газохроматографического анализа фракции, полученной при 152°C, была составлена табл. 2.

Таблица 2.

**Химический и количественный состав фракции, полученной при 159°C**

Время выдержки (мин)	Соединения	Количество %
7,679	1,2,5- Тиадиазол-3,4-диамин - C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> N <sub>4</sub> S	22,81
7,603	1,3- Бензолдиацетонитрил- C <sub>10</sub> H <sub>8</sub> N <sub>2</sub>	21,95
6,459	(5-Фенил L-тетразол-2)-уксусная кислота(3-нитро-бензилиден)- гидразид- C <sub>16</sub> H <sub>13</sub> N <sub>7</sub> O <sub>3</sub>	15,49
7,759	4- (6,7-Дигидро-5Н-бензо[1,2,5]оксид бензонитрила- C <sub>15</sub> H <sub>15</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	5,71
6,662	Бензол, этилен- (C <sub>8</sub> H <sub>8</sub> .C <sub>4</sub> H <sub>6</sub> )x	5,68
9,325	1,8-Нафтосултан - C <sub>10</sub> H <sub>6</sub> O <sub>3</sub> S	5,65
7,105	1Н-Инден- C <sub>13</sub> H <sub>16</sub>	3,99
6,994	Тетрацикло [3.3.0.0 (2,4).0 (3,6)] окта карбон кислота, – C <sub>9</sub> H <sub>8</sub> O	3,20
5,883	Бензонитрил, 4-метил – C <sub>9</sub> H <sub>7</sub> N	2,75
8,656	1Н- Инден C <sub>13</sub> H <sub>16</sub>	2,57
8,468	(I-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> ) <sub>2</sub> S	1,85
6,110	2-Нитрофенил изоцианат- C <sub>7</sub> H <sub>4</sub> N <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,72
4,366	Бензол, изоциано- C <sub>8</sub> H <sub>6</sub> N <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,63
8,930	1Н- Инден - C <sub>13</sub> H <sub>16</sub>	1,46
9,892	Бензол 1-пропенил- C <sub>9</sub> H <sub>10</sub>	0,68
9,551	Бензонитрил, 4-метаокси - C <sub>8</sub> H <sub>7</sub> NO	0,51
7,810	1-Октанол - CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> OH.	0,44
8,156	1Н- Инден, 3-метил- C <sub>10</sub> H <sub>10</sub>	0,39
9,391	1Н-Индол, 1-метил - C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> N	0,36
9,613	1Н- Инден -1, 2,3-дигидро- C <sub>9</sub> H <sub>8</sub> O	0,35
10,925	1Н-Индол- C <sub>8</sub> H <sub>7</sub> N	0,33
<i>При фракционировании пиролизного дистиллята при температуре 159°C в нем содержится в общей сложности 4,59% углеводов С<sub>9</sub>.</i>		

В табл. 2 представлен химический и количественный состав фракции, полученной при 159°C. Результаты хроматографии показывают, что основной вклад фракции обусловлен углеводородными соединениями выше С<sub>9</sub>. 1,2,5-тиадиазол-3,4-диамин (22,81%), 1,3-бензолдиацетонитрил (21,95%) и (5-фенилтетразол), (3-нитробензилиден) гидразид (15,49%) вместе составляют около 60% вклада. Также обнаружены сигналы нафтосультона (5,65%), стирола (5,68 %) и индена, зарегистрированные на нескольких основаниях (суммарно ≈8,02%). Сумма пяти крупнейших пиков составляет ≈71,64%, а сумма десяти самых высоких пиков ≈89,80%, что указывает на

концентрацию состава вокруг нескольких основных компонентов. Время элюирования в основном находилось в диапазоне 6,5-8,0 мин, что соответствует высокой вероятности элюирования. Выход фракции углеводов С<sub>9</sub> в этом сечении составил 4,59%, что свидетельствует об относительно низкой доле чистых углеводов С<sub>9</sub> во фракции при 159°C и более высокой доле функциональных компонентов.

На следующем этапе исследования был проведен газохроматографический анализ фракции, полученной при 170°C. Результаты представлены на рисунке 3.

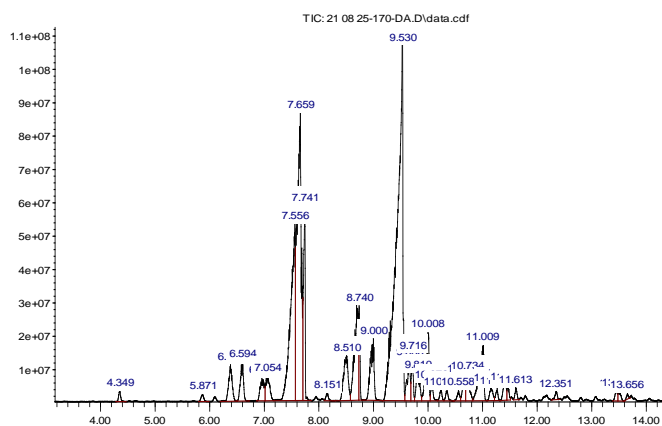


Рис. 3. Газохроматографический анализ фракции, полученной при 170°C

Для анализа результатов газовой хроматографии фракции 170°C были подготовлены три таблицы, представленные на рисунке 3.

Таблица 3.

Химический и количественный состав фракции, полученной при 170°C

Время выдержки (мин)	Соединения	Количество %
9,530	1-Нафтафенол- C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	30,25
7,659	2Н-[1,2,4] Триазин-3, 2-этил-6	17,52
7,556	4-метил, бензонитрил, -C <sub>8</sub> H <sub>7</sub> N	11,07
8,709	1Н-Инден- C <sub>13</sub> H <sub>16</sub>	5,19
7,741	4-[2-(4-Амино-фуразан-3-этил)-бензол- C <sub>11</sub> H <sub>9</sub> N <sub>5</sub> O <sub>3</sub>	4,62
11,009	4- (1'-Метилетил) спиро [2.4] гепта – C <sub>8</sub> H <sub>12</sub>	3,23
9,000	1Н- Инден - C <sub>13</sub> H <sub>16</sub>	3,16
10,008	Бензол, (1-метилетенил) -C <sub>9</sub> H <sub>10</sub>	2,91
8,510	Бензофуран - C <sub>8</sub> H <sub>6</sub> O	2,80
6,381	Бицикло[4.2.0] окта-1,3,5-труен – C <sub>32</sub> H <sub>32</sub>	1,72
9,656	1-Фенил-2-этилнитрил – C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> NO <sub>2</sub>	1,68
6,594	Изоксазол, 5-амино-3-р-толил - C <sub>9</sub> H <sub>7</sub> NO <sub>2</sub>	1,61
7,054	1,4-нафталендион, 2-метил -C <sub>11</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub>	1,33
9,834	1Н- Инден- C <sub>13</sub> H <sub>16</sub>	1,46
10,734	Бензол, 2- пропенил- C <sub>9</sub> H <sub>10</sub>	1,13
11,158	1Н-Индол, 1-метил-C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> N	0,59
10,665	2-Фенил ацетонитрил-C <sub>8</sub> H <sub>7</sub> N	0,84
10,351	1- Фенил-2-этилнитрил- C <sub>8</sub> H <sub>8</sub> NO <sub>2</sub>	0,34
10,558	р-Этилбензонитрил-C <sub>9</sub> H <sub>9</sub> N	0,33
10,107	Бензол, этил-C <sub>12</sub> H <sub>14</sub>	0,33
9,731	1Н-Инден, 3-метил-C <sub>10</sub> H <sub>10</sub>	0,39
8,851	1-Октанол-CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> OH.	0,44
-7,835	1,3-Изобензофурандион-C <sub>8</sub> H <sub>4</sub> O <sub>3</sub>	0,71
5,871	1-сиклогептан-2,4,6- триенокарбонат -C <sub>8</sub> H <sub>7</sub> N	0,26
4,349	Бензонитрил-C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> (CN)	0,30
11,267	2-Метил-1,4-нафталиндиол-C <sub>11</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>	0,34
11,412	1,4- Диоксаспиро[4.5] декан-8-ацетал-C <sub>8</sub> H <sub>12</sub> O <sub>3</sub>	0,36
11,742	2Н-1,4- Бензоксазин -3(4Н)-1, 6-хлоро-C <sub>17</sub> H <sub>16</sub> ClNO <sub>4</sub>	0,37
12,289	1Н- Инден, -1, 2,3-дигидро-C <sub>9</sub> H <sub>8</sub> O	0,31
12,772	1,4-Нафталиндион, 2-метил-C <sub>31</sub> H <sub>41</sub> NO <sub>3</sub>	0,28
13,034	3-(2-Гидроксофенил)- малеин ангидрид-C <sub>18</sub> H <sub>14</sub> O <sub>5</sub>	0,29
13,502	1,4-диоксаспиро [4,5] декан-8-ацетал-C <sub>9</sub> H <sub>13</sub> NO <sub>2</sub>	0,35

При фракционировании пиролизного дистиллята при 170°C в нем содержится в общей сложности 4,72% углеводов C<sub>9</sub>.

В табл. 3 представлен химический и количественный состав фракции, полученной при 170°C. По данным ГХ, основная масса смеси сосредоточена вокруг нескольких крупных компонентов, сумма пяти наибольших пиков составляет 68,65% (1-нафталинол-30,25%; 2Н-[1,2,4] триазин-3-17,52%; п-метилбензонитрил-11,07%; инден-5,19%; фуразан ароматический-4,62%), а сумма 10

верхних пиков составляет 82,47%. Времена элюирования в основном сосредоточены в диапазоне 7-11 мин, что свидетельствует о высокой вероятности элюирования в этом диапазоне. Выход углеводородной фракции C<sub>9</sub> в данном процессе составил 4,72%. Это означает, что фракция 170°C содержит относительно больше ароматических соединений с функциональными группами ОН и меньше

- Rasulov A.X., Abdulhaqova Sh.B.** Mahalliy xomashyolardan foydalanib mashinasozlik detallari uchun polimer kompozit materiallarni ishlab chiqarish texnologiyasini takomillashtirish ..... 67
- Panjiev O.X., Salimova S.A., Negmatov S.S., Talipov N.H.** Kompozitsion yengillashtirilgan tamponaj materiallari olish va ularning xususiyatlarini o'rganish ..... 71
- Абед Ф.Ж., Иногамов С.Е., Туреева Г.А.** Разработка оптимального состава фито-плёнок на основе жидкого экстракта Алоэ и метилурацила ..... 74
- Тухтаев Ф.С., Нурназарова Г.У., Маматова М.Х., Негматов С.С.** Получение композиционных активированных сорбентов на основе скорлупы арахиса и древесной щепы айланты и исследование их адсорбционных свойств ..... 78
- Хожамбергенов Б.Е., Бегдуллаев А.К., Шамуратов Ш.Т., Кошанова Б.Т., Эркаева Н.А., Туракулов Б.Б., Эркаев А.У.** Комплексная очистка Караумбетской рапы дистиллированной жидкостью и известковым молоком с оптимизацией технологических параметров процесса ..... 82
- Halikulov U., Ubaydullaev M., Ruklinskaya E., Musayev E, Muxametjanova Sh.A.** Morphology of phase constituents and their structural-functional implementation in chromium-molybdenum steel after various thermal treatments ..... 85
- Гафурова Д.А., Юсупова Н.М., Курбанов Х.Г., Шахидова Д.Н., Рустамов М.К., Гуломова И.Б.** Получение сорбента для сорбции Mo(VI) на основе модифицированного поливинилхлорида ..... 88
- Shodiyev A.N., Voxidov B.R., Saidaxmedov A.A., Turobov Sh.N., Abdullayev Z.O.** Mis kuporosi tashlandiq eritmasidan nikelni cho'ktirishni tadqiq qilish ..... 91
- 4. Прикладные, экономические и экологические аспекты применения композиционных материалов**
- Umirova Sh.Sh., Amonov M.R.** Mahalliy gil kukunlari asosida samarali sorbentlar olish va ularni tadqiq qilish.. 96
- Kodirov O.Sh., Mardiev U.K., Isakulova M.Sh., Sharifov A.X.** Chiroqchi tumani dala shpatlarining kimyoviy–minerologik tarkibi va ularning seolit sintezidagi qo'llanilishi ..... 99
- Yakubov M.M., Jumaeva X.Yu., Yoqubov O.M., Maksudxodjaeva M.S.** Yoshlik I karyerining mis-porfirli rudalarini qayta ishlashning kombinatsiyalangan flotatsiya sxemasi ..... 101
- Бозорова Г.Т., Икрамов А., Тураев Т.Б., Рахимов Х.Н.** Очистка растворов диэтанолamina от коррозионно-активных веществ методами ионного обмена и фильтрации ..... 104
- Негматова К.С., Мусабеков Д.Х., Негматов С.С., Раупова Д.Н., Рахимов Х.Ю.** Проведение опытно-лабораторных испытаний композиционного деэмульгатора, созданного на основе местного сырья, в объектах АО “Узметкомбинат” ..... 109
- Parpiyev M.M., Saydakhmedov R.Kh., Saidakhmedova G.R., Vinod S.** Improving operational efficiency through the robotization (automation) of the termoplast 1300T WIZ machine ..... 111
- Жумаева А.А., Амонов М.Р.** Модификацияланган базальт билан тўлдирилган ПВХ композицияларини қайта ишлашда уларнинг технологик хоссаларини тадқиқ қилиш ..... 114
- Ташбаева Ш.К., Курбанова Л.М.** Структурообразование в концентрированных суспензиях Навбахорских глин в присутствии высокогидролизованного полиакрилонитрила модифицированного глицерином (препарат РС -2 -3) ..... 116
- Бозоров Б., Мухамедбаева З.А., Эшмуратова Р.Р., Алиева Р.А.** Об эффективности использования твердых отходов промышленности в роли комплексной добавки к портландцементу ..... 119
- 5. Методы исследования, приборов и оборудования композиционных материалов**
- Негматов С.С., Мусабеков Д.Х., Негматова К.С., Раупова Д.Н., Рахимов Х.Ю.** Микроскопическое исследование механизма разрушения водомасляной эмульсии и коалесценции капель под действием композиционного деэмульгатора ..... 122
- Комолова Г.К., Юсупова Л.А.** Газохроматографическое исследование фракций пиролизного дистиллята, разделённых методом сухой экстракции при различных температурах ..... 125
- Munosibov Sh.M., Ixamov M.A., Matkarimov S.T., Karimjonov B.R., Maksudov Sh.A.** Po'lat eritish changlari tarkibidagi temir asosli birikmalarni vodorod yordamida tiklash jarayonining tadqiqoti ..... 129