

**ТОШКЕНТ КИМЁ-ТЕХНОЛОГИЯ ИЛМИЙ ТАДҚИҚОТ
ИНСТИТУТИ ҲУЗУРИДАГИ ИЛМИЙ ДАРАЖАЛАР БЕРУВЧИ
DSc.16/30.12.2019.Т.87.01 РАҚАМЛИ ИЛМИЙ КЕНГАШ АСОСИДАГИ
БИР МАРТАЛИК ИЛМИЙ КЕНГАШ**

**ТОШКЕНТ КИМЁ-ТЕХНОЛОГИЯ ИЛМИЙ ТАДҚИҚОТ
ИНСТИТУТИ**

ЭШМУРАТОВ БАХОДИР БЕШИМОВИЧ

**МАҲАЛЛИЙ ХОМАШЁЛАР АСОСИДА ЮҚОРИ САМАРАЛИ
ДЕЭМУЛЬГАТОРЛАР, ОДОРАНТЛАР ВА ЭТАНОЛАМИНЛАР
ОЛИШ ТЕХНОЛОГИЯСИНИ ИШЛАБ ЧИҚИШ**

**02.00.14 – Органик моддалар ва улар асосидаги
материаллар технологияси
02.00.03 – “Органик кимё”**

**ТЕХНИКА ФАНЛАРИ ДОКТОРИ (DSc)
ДИССЕРТАЦИЯСИ АВТОРЕФЕРАТИ**

Тошкент – 2020

Докторлик диссертацияси автореферати мундарижаси
Оглавлениеавторефератадокторскойдиссертации
Contents of the abstract of doctoral dissertation

Эшмуратов Баходир Бешимович

Маҳаллий хомашёлар асосида юқори самарали деэмульгаторлар, одорантлар ва этаноламинлар олиш технологиясини ишлаб чиқиш.....3

Эшмуратов Баходир Бешимович

Разработка технологии производства высокоэффективных деэмульгаторов, одорантов и этаноламинов на основе местного сырья.....29

Eshmuratov Bakhodir Beshimovich

Development of production technology of highly effective demulsifiers, odorants and ethanalamines based on local raw materials.....53

Эълон қилинган ишлар рўйхати

Список опубликованных работ

List of published works.....56

**ТОШКЕНТ КИМЁ-ТЕХНОЛОГИЯ ИЛМИЙ ТАДҚИҚОТ
ИНСТИТУТИ ҲУЗУРИДАГИ ИЛМИЙ ДАРАЖАЛАР БЕРУВЧИ
DSc.16/30.12.2019.Т.87.01 РАҚАМЛИ ИЛМИЙ КЕНГАШ АСОСИДАГИ
БИР МАРТАЛИК ИЛМИЙ КЕНГАШ**

**ТОШКЕНТ КИМЁ-ТЕХНОЛОГИЯ ИЛМИЙ ТАДҚИҚОТ
ИНСТИТУТИ**

ЭШМУРАТОВ БАХОДИР БЕШИМОВИЧ

**МАҲАЛЛИЙ ХОМАШЁЛАР АСОСИДА ЮҚОРИ САМАРАЛИ
ДЕЭМУЛЬГАТОРЛАР, ОДОРАНТЛАР ВА ЭТАНОЛАМИНЛАР
ОЛИШ ТЕХНОЛОГИЯСИНИ ИШЛАБ ЧИКИШ**

**02.00.14 – Органик моддалар ва улар асосидаги
материаллар технологияси
02.00.03 – “Органик кимё”**

**ТЕХНИКА ФАНЛАРИ ДОКТОРИ (DSc)
ДИССЕРТАЦИЯСИ АВТОРЕФЕРАТИ**

Тошкент – 2020

Фан доктори (DSc) диссертацияси мавзуси Ўзбекистон Республикаси Вазирлар Маҳкамаси ҳузуридаги Олий аттестация комиссиясида B2020.2.DSc/T205 рақам билан рўйхатга олинган.

Диссертация Тошкент кимё-технология илмий тадқиқот институтида бажарилган.

Диссертация автореферати уч тилда (ўзбек, рус, инглиз) илмий кенгаш веб саҳифаси (www.tktiti.uz) ва «ZiyoNet» таълим ахборот-таълим порталида (www.ziyo.net) жойлаштирилган.

Илмий маслаҳатчи:

Джалилов Абдулахат Турапович
кимё фанлари доктори, профессор, академик

Каримов Масъуд Убайдулла ўгли
техника фанлари доктори, катта илмий ходим

Расмий оппонентлар:

Ёдгоров Нормухаммад
кимё фанлари доктори

Акбаров Хамдам Икромович
кимё фанлари доктори, профессор

Фозилов Садриддин Файзуллаевич
техника фанлари доктори, профессор

Етакчи ташкилот:

ЎЗР ФА Умумий ва ноорганик кимё институти

Диссертация химояси Тошкент кимё-технология илмий тадқиқот институти ҳузуридаги илмий даражалар берувчи DSc.16/30.12.2019.T.87.01 рақамли илмий кенгаш асосидаги бир марталик илмий кенгашнинг 2020 йил «17» 11 соат 10⁰⁰ даги мажлисида бўлиб ўтади. (Манзил: 111116, Тошкент вилояти Тошкент тумани, Ибрат маҳалласи. Тел.: (99870)965-77-16, факс: (99870)965-77-16, e-mail: gup_tniixt@mail.ru)

Докторлик диссертацияси билан Тошкент кимё-технология илмий тадқиқот институти Ахборот ресурс марказида танишиш мумкин (5 рақами билан рўйхатга олинган). (Манзил: 111116, Тошкент вилояти Тошкент тумани, Ибрат маҳалласи. Тел.: (99870)965-77-16).

Диссертация автореферати 2020 йил «4» 11 куни тарқатилган.
(2020 йил «4» 11 даги №5 рақамли реестр баённомаси).



Махсумова А.С.
Илмий даражалар берувчи бир марталик илмий кенгаш раиси, к.ф.д., проф.

Ширинов Ш.Д.
Илмий даражалар берувчи бир марталик илмий кенгаш илмий котиби, т.ф. PhD

Бекназаров Х.С.
Илмий даражалар берувчи бир марталик илмий кенгаш қошидаги илмий семинар раиси, т.ф.д., катта илмий ходим

КИРИШ (фан доктори диссертациясининг аннотацияси)

Диссертация мавзусининг долзарблиги ва аҳамияти. Дунёда нефт-газ саноати соҳасида табиий газни хавфсиз ташишни таъминлайдиган янги самарали қўшимчалар, олтингугуртдан тозалаш компонентлари ва нефтни қайта ишлаш соҳасида нефтни ер ости йўлдош сувларидан ажратиш, нефть маҳсулотларини сифатини янада ошириш учун ишлатиладиган турли органик қўшимчалар ишлаб чиқариш технологияларини яратиш муҳим вазифалардан ҳисобланади.

Бугунги кунда жаҳонда азот, кислород ва олтингугурт сақлаган бирикмалар асосида нефть ва газни қайта ишлаш саноати учун янги самарали органик қўшимчалар олишнинг илмий асосини яратиш, уларнинг хомашёларини ўрганиш, олишнинг замонавий технологиялари ва машиналарини яратиш, уларни ишлатиш соҳаларини кенгайтириш, турли таркибли универсал қўшимчалар синтез қилиш, янги турдаги деэмульгаторлар, этаноламинлар, одорантлар олиш ва уларни олиш технологиясини ишлаб чиқиш зарур.

Республикамизда маҳаллий хомашёлар асосида деэмульгаторлар, этаноламинлар ва одорантлар олиш, шунингдек, кўп компонентли ва функцияли одорантларни яратиш бўйича маълум илмий ва амалий натижаларга эришилмоқда. Ушбу йўналишда амалга оширилган меъерий тадбирлар асосида маълум натижаларга эришилди, айниқса кўп компонентли одорантлар олишнинг илмий асосларини ишлаб чиқиш ва маҳаллий бозорни импорт ўрнини босувчи маҳсулотлар билан таъминлаш бўйича кенг кўламли чора-тадбирлар амалга оширилмоқда. Ўзбекистон Республикасини янада ривожлантириш бўйича Ҳаракатлар стратегиясида «Мутлақо янги турдаги маҳсулотлар ва технологияларни ишлаб чиқаришни ўзлаштириш, шу асосда ташқи ва ички бозорларда рақобатбардош маҳаллий маҳсулотларни ишлаб чиқаришни таъминлаш»¹га қаратилган муҳим вазифалар белгиланган. Бунда тақчил бўлган компонентларни маҳаллий хомашё ресурсларига - кимё саноатининг кўп тоннали иккиламчи маҳсулотларига алмаштиришда муҳим рол ўйнайди.

Ўзбекистон Республикаси Президентининг 2017 йил 7 февралдаги ПФ-4947-сон «Ўзбекистон Республикасини янада ривожлантириш бўйича Ҳаракатлар стратегияси тўғрисида»ги Фармони, 2018 йил 17 январдаги ПҚ-3479-сонли «Мамлакатимиз иқтисодиёти тармоқларини зарур маҳсулотлар ва хомашё турлари билан барқарор таъминлаш чора-тадбирлари тўғрисида»ги, 2018 йил 25 октябрдаги ПҚ-3983-сонли «Ўзбекистон Республикасида кимё саноатини жадал ривожлантириш чора-тадбирлари тўғрисида»ги ва 2019 йил 3 апрелдаги ПҚ-4265-сонли «Кимё саноатини янада ислоҳ қилиш ва унинг инвестициявий жозибдорлигини ошириш чора-тадбирлари тўғрисида»ги қарорлари, ҳамда мазкур фаолиятга тегишли бошқа меъерий-ҳуқуқий

¹Ўзбекистон Республикаси Президентининг 2017 йил 7 февралдаги ПФ-4947-сон «Ўзбекистон Республикасини янада ривожлантириш бўйича Ҳаракатлар стратегияси тўғрисида»ги Фармони.

хужжатларда белгиланган вазифаларни амалга оширишда муайян даражада хизмат қилади.

Тадқиқотнинг Республика фан ва технологиялар ривожланишининг устувор йўналишларига мослиги. Мазкур тадқиқот Республика фан ва технологиялар ривожланишининг VII «Кимё технологиялари ва нанотехнологиялар» устувор йўналишларига мувофиқ бажарилган.

Диссертация мавзуси бўйича хорижий илмий-тадқиқотлар шарҳи.

Деэмульгаторлар, этаноламиинлар ва одорантлар каби органик бирикмаларни олиш ва татбиқ этишга йўналтирилган илмий тадқиқотлар дунёдаги етакчи илмий марказлар ва олий ўқув юртларида, жумладан, University of Cincinnati, California Institute of technology (АҚШ), Chicago university, Colorado school of mines, Shell Global solution Inc. (АҚШ), Darmstadt Technical University, Fraunhofer Photocatalysis Alliance (Германия), Japan Petroleum Institute, Tokyo national university (Япония), Royal Military College of Canada (Канада), French Petroleum Institute (Франция), Institute of new Catalytic Materials Science (Хитой), University of Torino (Италия), Нижний Новгород давлат техника университети (Россия), ГОУ ВПО Урал давлат техника университети - УПИ (Россия), Татар нефть илмий-тадқиқот ва лойиҳалаш институти (Россия), Россия нефть ва газ институти (Россия), Россия нефть ва газ давлат университети (Россия), Тошкент кимё-технология институтида (Ўзбекистон) амалга оширилмоқда.

Жаҳонда нефть ва газ хомашёларини йўлдош қўшимчалардан чуқур тозалаш жараёнини жадаллаштириш ва нефть тозалаш қурилмаларини такомиллаштиришга оид олиб борилган тадқиқотлар натижасида қатор, жумладан, қуйидаги илмий натижалар олинган: ажратиш майдони ҳар ҳил бўлган гидроциклон конструкцияси ишлаб чиқилган (АҚШ, Massachusetts Institute of Technology); кириш қувуридаги босимни ўзгартириш йўли билан суспензияларни эритиш ҳисобига уларни реологик хусусиятларини ўзгартирилган (Россия, Губкина номидаги россия давлат нефть ва газ университети); сув-ёғ эмульсияси учун математик модель ишлаб чиқилган (Хитой, China University Of Petroleum); юқори босим остида газ-суюқлик эмульсияларини барқарорлаштириш учун қурилма ишлаб чиқилган (АҚШ, Columbia University).

Дунёда нефть ва газ хомашёсини йўлдош қўшимчалар ва сувдан тозалаш муаммоси устида бир қатор устувор йўналишларда тадқиқотлар олиб борилмоқда, шу жумладан: углеводородли хомашёларни тозалаш учун самарали органик қўшимчалар яратиш, хомашёни қайта ишлашнинг мавжуд технологияларини такомиллаштириш, янги турдаги кўп компонентли табиий газга махсус ҳид берувчи одорантлар олиш.

Муаммони ўрганганлик даражаси. Деэмульгаторлар, этаноламиинлар ва одорантлар каби органик бирикмаларни олиш бўйича илмий тадқиқотлари мавзусида К.В. Пенкин, С.Г. Сажин, Е.В. Дементиев, А.И. Матери, М.Г. Шишов, Т.Ф. Космачева, Р.З. Саҳобутдинов, Аҳмади Соруш, ФМ Хуторянский, Н.Н. Кисленко, Дж. Ронсеро, В.В. Стольников, Б.Д. Тринкер, А.Т. Джалилов ва бошқалар илмий тадқиқотлар олиб борган.

Деэмульгаторлар, этаноламиинлар ва одорантлар каби органик бирикмаларни ишлаб чиқариш технологиялари тадқиқотини ривожлантириш. Бундан ташқари, кимёвий модификацияни қўллаш орқали янги самарали деэмульгатор олиш технологик жараёни ишлаб чиқилган ва кўп компонентли одорантлар олиш технологияси тавсия этилган.

Шу билан бирга, деэмульгаторлар, этаноламиинлар ва одорантлар каби органик бирикмаларни олишнинг устувор йўналишлари бу комплекс таъсирга эга янги самарали деэмульгаторларни олиш бўйича тадқиқотлар олиб борилмоқда; этаноламинларни ишлаб чиқариш учун энергия тежовчи технологиялари яратиш бўйича илмий тадқиқот ишлари олиб борилмоқда.

Диссертация мавзусининг диссертация амалга оширилган олий ўқув юртининг илмий-тадқиқот ишлари билан алоқаси. Диссертация тадқиқоти Тошкент кимё-технология илмий тадқиқот институтининг амалий ва инновацион лойиҳаларнинг илмий тадқиқот ишлари режалари ПЗ-201709244 «Этаноламин ишлаб чиқариш технологиясини ишлаб чиқиш» (2018-2020 гг.) ва 2013 йил 26 апрелдаги 123-08/2013 сонли «Газ ёки ҳавога ўзига ҳос ҳидни бериш учун қўшиладиган одорантни ишлаб чиқариш технологияси» шартномаси; 2013 йил 26-апрелдаги №124-08/2013-сонли «Диэтиленгликол ишлаб чиқариш технологияси» хўжалик шартномалар идоирасида амалга оширилган.

Тадқиқотнинг мақсади маҳаллий хомашёлар асосида деэмульгаторлар, этаноламинлар ва одорантлар каби органик бирикмаларни олиш технологиясини ишлаб чиқиш ва улар асосидаги қўшимчаларни нефть ва газни қайта ишлаш жараёнида қўллашдан иборат.

Тадқиқотнинг вазифалари:

маҳаллий хомашё асосида деэмульгаторлар, этаноламиинлар ва одорантлар каби органик бирикмаларини олиш усулларини ишлаб чиқиш, уларнинг синтези учун оптимал шарт-шароитларни аниқлаш;

кўп компонентли одорантлар таркибини ва физик-кимёвий хусусиятларини аниқлаш;

демульгаторлар таркибини ва физик-кимёвий хусусиятларини аниқлаш;

олинган деэмульгаторлар нефт-сув эмулсиясининг физик-кимёвий хусусиятларига таъсирини аниқлаш;

маҳаллий хомашёлар асосида метилдиэтанолламин олиш учун оптимал шароитларни аниқлаш;

маҳаллий хомашёларга асосланган одорантларни синтез қилиш технологиясини ишлаб чиқиш ва жорий этиш.

Тадқиқотнинг объекти поликарбонатлар, этилен, этилен оксиди, этанол, водород сульфиди, тўйинмаган карбон кислоталар ва уларнинг эфирлари, аммоний хлорид, формалин, метиламинлар ҳисобланади.

Тадқиқотнинг предмети азот, кислород ва олтингугурт сақлаган реакцион-фаол органик бирикмалар асосида юқори самарали деэмульгаторлар, табиий газга махсус ҳид берувчи одорант ва этаноламинлар олишдан иборат.

Тадқиқотнинг усуллари. Деэмульгаторлар, этаноламинлар ва одорантлар каби органик бирикмаларнинг физик-кимёвий хусусиятлари ва кимёвий таркиби ИҚ, УБ ва Массспектроскопияси усуллари орқали ўрганилган.

Тадқиқотнинг илмий янгилиги қуйидагидан иборат:

маҳаллий хом ашёларга асосланган деэмульгаторлар, этаноламинлар ва одорантлар каби органик бирикмалар ишлаб чиқаришнинг янги усуллари ишлаб чиқилган, уларнинг синтези учун оптимал шароитлар аниқланган;

кўп компонентли одорантларнинг таркиби, физик-кимёвий ва эксплуатацион хоссалари аниқланган;

поликарбоксилатлар ва алкилбензосульфокислотаси асосида олинган деэмульгаторлар таркиби ва физик-кимёвий хусусиятлари аниқланган;

олинган деэмульгаторларни турли конлардан олинган нефть эмульсияларининг физик-кимёвий хоссаларига таъсири аниқланган;

метилдиэтанолламин олиш учун оптимал шароитлар аниқланган;

маҳаллий хом ашёларга асосланган одорантларни синтез қилиш технологияси ишлаб чиқилган.

Тадқиқотнинг амалий натижалари:

табiiй газга махсус хид бериши имкониятига эга, юқори интензив, янги кўп компонентли композицион таркибга эга одорантлар олиш технологияси ишлаб чиқилган;

нефт-сув эмульсияларини ажратиш имконини берадиган юқори самарали деэмульгаторлар олиш технологияси ишлаб чиқилган;

маҳаллий хомашёлар асосида метилдиэтанолламин олиш бўйича техник ва технологик тавсиялар ишлаб чиқилган.

Тадқиқот натижаларининг ишончлилиги. Синтезланган бирикмаларнинг таркиби ва тузилиши ИҚ-, УБ-ва Масс-спектроскопияси билан исботланган, олинган Масс спектроскопия натижалари халқаро базалардаги маълумотлар билан солиштирилган, ИҚ-, УБ- ва Масс-спектроскопия таҳлил натижалари катталаштирилган тажриба саноат синовларига мослиги билан изоҳланади.

Тадқиқот натижаларининг илмий ва амалий аҳамияти.

Тадқиқот натижаларининг илмий аҳамияти маҳаллий хомашёлар асосида полимерларнинг кимёвий алмашинуви, шунингдек поликарбоксилатлар асосида юқори самарали деэмульгатор олиш усулини аниқлаш, оптимал синтез шароитлари таклиф этиш, турли конлардаги нефть эмульсиясини бузиш учун самарадорликни оширишнинг қонуниятини аниқлаш билан изоҳланади.

Тадқиқотнинг амалий аҳамияти маҳаллий хомашёлар асосида табiiй газга ўзига ҳос хид бериш учун ишлатилиши мумкин бўлган одорантларни Тошкент МГБ да ва маҳаллий хомашёлар асосида олинган деэмульгаторларни “Муборакнефтгаз” МЧЖ амалиётга жорий қилинганлиги билан исботланади.

Тадқиқот натижаларини жорий қилиниши. Маҳаллий хомашёлар асосида деэмульгаторлар, этаноламинлар ва одорантлар каби органик

бирикмаларни олиш технологиясини ишлаб чиқиш бўйича олинган илмий натижалар асосида:

поликарбонатлар асосида олинган деэмульгаторлар “Муборакнефтегаз” МЧЖ тасарруфидаги турли нефть конларидан олинган нефть эмульсияларини парчалаш амалиётида жорий этилган. («Ўзкимёсаноат» АЖ нинг 2020 йил 12 июндаги 02-2733-сон маълумотномаси). Натижада сувсизлантириш даражаси 98% гача бўлган, юқори сифатли нефть эмульсияларини парчалашда фойдаланиладиган деэмульгаторлар ишлаб чиқариш имконини берган;

алкилбензолсульфокислотаси асосидаги деэмульгаторлар “Муборакнефтегаз” МЧЖ тасарруфидаги нефть конларидан олинган нефть эмульсияларини парчалаш амалиётида жорий этилган. («Ўзкимёсаноат» АЖ нинг 2020 йил 12 июндаги 02-2733-сон маълумотномаси). Натижада нефть эмульсияларини парчалашда фойдаланиладиган деэмульгаторлар импортини камайтириш имконини берган;

маҳаллий хомашёлар асосида кўп компонентли органик бирикмалардан табиий газга махсус ҳид берувчи одоратлар Тошкент магистрал газ қувурлар бошқармасида амалиётга жорий қилинган. («Ўзкимёсаноат» АЖ нинг 2020 йил 12 июндаги 02-2733-сон маълумотномаси). Натижада газни қайта ишлаш саноати учун импорт қилинаётган одорантларни маҳаллий хомашёлар асосида ишлаб чиқариш имконини берган.

Тадқиқот натижаларининг апробацияси. Мазкур тадқиқот натижалари 13 та, шундан 5 таси халқаро ва 8 таси республика илмий-амалий анжуманларида муҳокамадан ўтказилган.

Тадқиқот натижаларини эълон қилиниши. Диссертация мавзуси бўйича жами 29 та илмий ишлар чоп этилган, шулардан, Ўзбекистон Республикаси Олий аттестация комиссияси томонидан докторлик диссертациялари асосий илмий натижаларини нашр этиш учун тавсия этилган илмий нашрларида 12 та мақола, жумладан 9 таси республика ва 3 таси хорижий журналларда нашр этилган.

Диссертациянинг тузилиши ва ҳажми. Диссертация таркиби кириш, бешта боб, хулоса, фойдаланган адабиётлар рўйхати, иловалардан иборат. Диссертациянинг ҳажми 173 бетни ташкил этади.

ДИССЕРТАЦИЯНИНГ АСОСИЙ МАЗМУНИ

Кириш қисмида тадқиқотнинг долзарблиги ва талабга мувофиқлиги асосланган, тадқиқотнинг мақсад ва вазифалари, объект ва предмет тавсифи берилган, тадқиқотнинг республика илмий-техника тараққиётининг устувор йўналишлари билан уйғунлигини кўрсатиб берилган, тадқиқотнинг илмий янгилик ва амалий натижалари изоҳланган, тадқиқот натижаларининг илмий ва амалий аҳамияти, тадқиқот натижаларини амалиётга жорий этиш кўрсатилган, нашр қилинган ишлар ва диссертация тузилиши тўғрисидаги маълумотлар берилган.

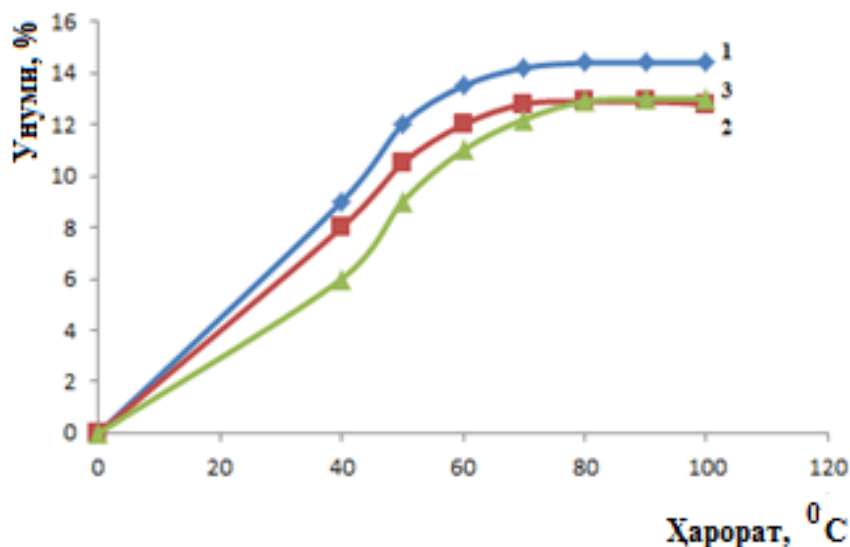
Диссертациянинг «**Деэмульгаторлар, этаноламинлар ва одорантлар синтези бўйича тадқиқотлар шарҳи**» деб номланган биринчи бобида

таркибида азот, кислород ва олтингугурт сақлаган бирикмалар синтезининг физик-кимёвий асослари таҳлилларининг қиёсий таърифи берилган, ҳамда нефт эмульсияларини бузиш учун этаноламин, одорант ва деэмульгаторларни ўрганиш бўйича илмий ишларни таҳлил қилиш амалга оширилган.

Диссертациянинг «Деэмульгаторлар, этаноламинлар ва одорантлар синтезини ўрганиш тадқиқ этиш» деб номланган иккинчи бобида, этаноламинлар, деэмульгаторлар ва одорантлар синтезини ўрганиш натижалари келтирилган.

ДЭ-2 синтези учун гидролизланган полиакрилонитрил ишлатилган. Анъанавий гидролизланган полиакрилонитридан фарқли ўларок, полиакрилонитрил -COONa гуруҳлари шакллантирилгунга қадар бутунлай гидролизланган, аммо олинган таркибда - CONH₂ мавжуд. Кейинчалик, олинган гидролизланган полиакрилонитрил хлорид кислота билан рН 8-9 га қадар нейтрализация қилинди. Бунда этилен оксиди билан енгил шароитларда осон реакцияга киришувчи COOH гуруҳлари шаклланади.

ДЭ-2 ни олиш жараёнида ҳарорат алоҳида ўрин тутади. Қуйидаги расмда ДЭ-2 чиқиш унумининг реакция ҳароратига боғлиқлиги кўрсатилган. Дастлабки маҳсулотларнинг учта нисбати танланган.



*Гидролизланган полиакрилонитрил ва этилен оксидининг мол нисбати;
1-1:8; 2-1:5; 3-1:2.*

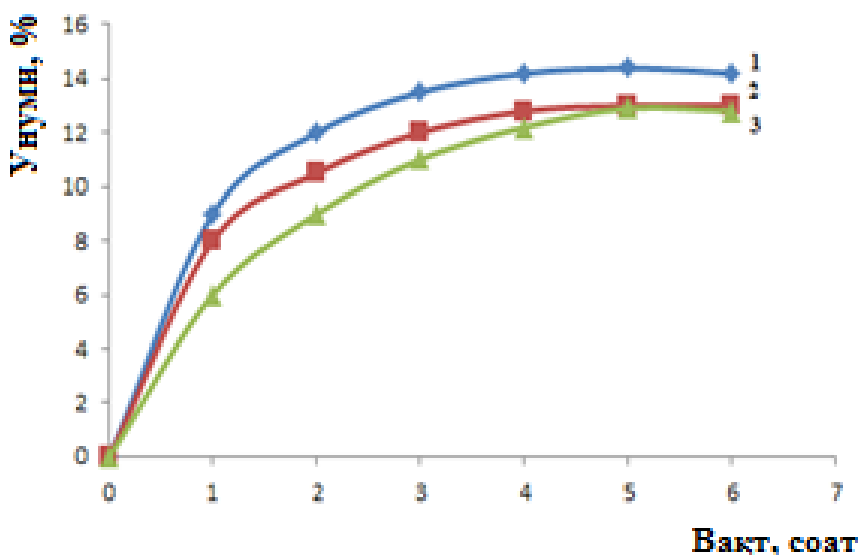
1-расм. ДЭ-2 чиқиш унумининг ҳароратга боғлиқлиги.

1-расмда кўрсатилганидек, ДЭ-2 олинганда компонентларнинг оптимал нисбати 1:8 га тенг, ҳарорат эса 80°C ни ташкил қилади. Реакторда ҳарорат ортиши билан босим ҳам ошади. Босимнинг кўтарилиши нафақат ҳароратга, балки этилен оксид миқдорига ҳам боғлиқ. Бундай шароитларда ДЭ-2 ҳосил бўлиш унуми 14,4 % ни ташкил қилади. Энг юқори қуруқ қолдиқ дастлабки маҳсулотларнинг нисбати 1:2 бўлганида чиқади. Аммо олинган ДЭ-2 нинг деэмульгаторлаш таъсири паст бўлади. Шу асосда ДЭ-2 олиш учун оптимал ҳарорат сифатида 80°C танланди.

Кимёвий маҳсулотларни ишлаб чиқаришда реакция вақти ҳам муҳим рол ўйнайди. Бу вазият учун ҳам дастлабки маҳсулотларнинг тўртта нисбати танланган. Қуйидаги расмда ДЭ-2 маҳсулотининг 80°C ҳароратда чиқиши реакция вақтига боғлиқлиги кўрсатилган.

2-расмда кўрсатилгандек, ДЭ-2 нинг 14,4 % ҳосил бўлиши, реакцияни 5 соат давомида оптимал шароитда амалга ошириш натижасида чиқади. Бундай шароитда реакциянинг давом этиши реакция унумининг пасайишига олиб келади. Бу олигомер деэмульгаторларнинг эмульсияни парчалаш таъсири камайишига олиб келадиган параллель реакцияларнинг (ўзаро боғланиш, ажралиш, интермолекуляр таъсир ўтказиш ва бошқалар) кучайиши билан боғлиқ.

Шундай қилиб, ДЭ-2 олиш учун оптимал шароит бу реакцияни дастлабки маҳсулотларнинг 1:8 нисбатида 5 соат давомида 80°C ҳароратда ўтказишдир. Ушбу шароитларда олинган маҳсулот жуда яхши эмульсияни парчалаш таъсирига эга. ДЭ-2 нинг нефт эмульсияси хусусиятларига таъсири бўйича кейинги тадқиқотлар юқорида кўрсатилган шароитларда олинган маҳсулот томонидан амалга оширилади.



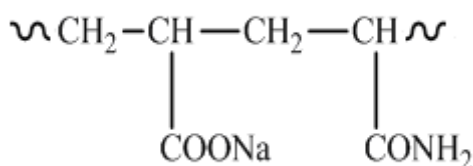
*Гидролизланган полиакрилонитрил ва этилен оксиднинг нисбати;
1-1:8; 2-1:5; 3-1:2.*

2-расм. ДЭ-2 чиқишининг вақтга боғлиқлиги.

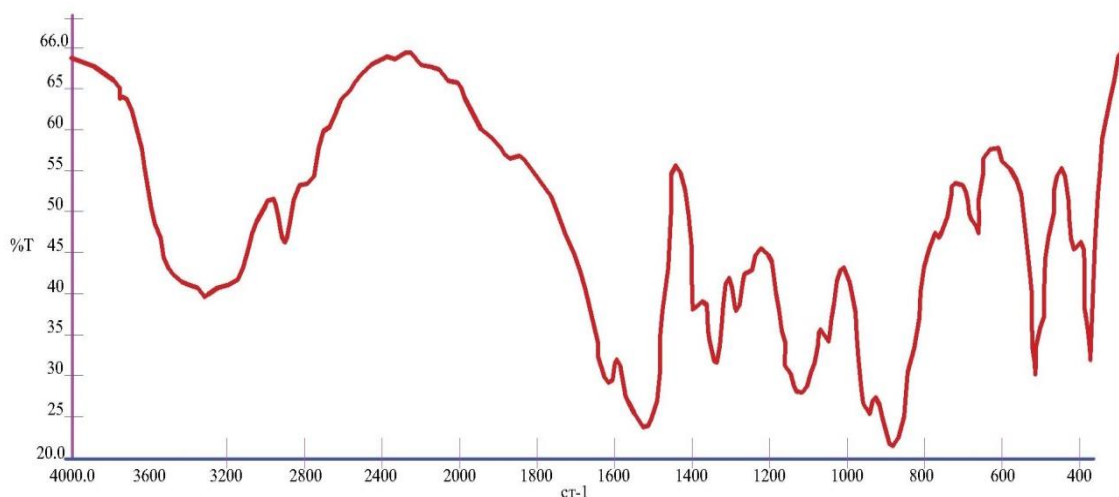
Адабиётлардан маълумки, ДЭ-2 нинг кимёвий таркибида (-COONa ва -COOH) иккита функционал гуруҳлари мавжуд. 3-расмда ҳосил бўлган гидролизланган полиакрилонитрил таркибида мавжуд функционал гуруҳларнинг ютилиш чизиқлари берилган.

3-расмнинг ИҚ спектрида ҳам кўришиб турганидек, 1550-1610 см⁻¹ соҳада намоён бўладиган ютилиш чизиқлар -COONa функционал гуруҳларининг ассиметрик валент тебранишларига хосдир. -COONa функционал гуруҳида - 1400 см⁻¹ ҳудудида симметрик валентли тебранишлар учун хос ютилиш чизиқларга эга. Бундан ташқари, 3000-3200 см⁻¹ соҳада

намоён бўлган сингдирувчи чизиклар хомашё таркибида CONH_2 функционал гуруҳлар мавжудлигини кўрсатади. 3-расмдаги ИҚ спектрини ҳисобга олган ҳолда, хом-ашё таркибида асосан қуйидаги функционал гуруҳлар мавжуд десак бўлади.



3-расмда кўриниб тургандек $1550\text{-}1610\text{ см}^{-1}$ ҳудудида ўзларини намоён қилувчи ютилиш чизиклар COONa функционал гуруҳларининг ассимметрик валентли тебранишга хосдир. Ушбу функционал гуруҳлар этилен оксиди билан реакцияга киришмайди.

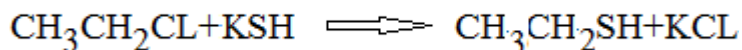
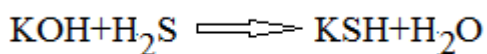


3-расм. Олинган ДЭ-2 нинг ИҚ спектри

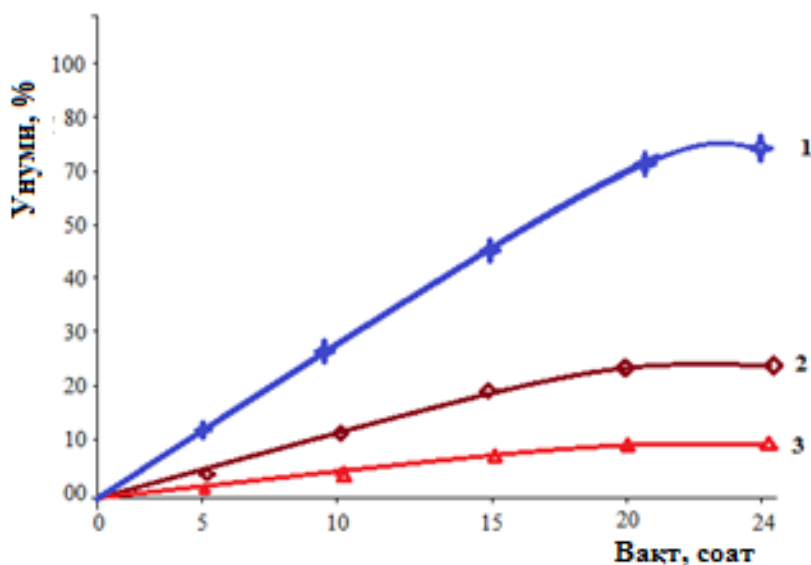
$1300\text{-}1200$ ва 1413 см^{-1} ҳудудидаги ютилиш чизиклар COOH функционал гуруҳларига хосдир. Ушбу функционал гуруҳлар этилен оксиди билан реакцияга киришсада бу реакция охиригача бормайди. 1243 см^{-1} гача бўлган ҳудуддаги ютилиш чизиклар гуруҳлар COOH функционал гуруҳларнинг этилен оксиди билан ўзаро таъсири натижасида ҳосил бўлган муракаб эфир гуруҳларига хосдир. $1150\text{-}1070\text{ см}^{-1}$ ҳудудидаги сингдирувчи чизиклар иккита этилен оксиди молекуласи ўзаро ҳосил қилган оддий эфир кимёвий боғларига хосдир.

Этилхлорид KSH нинг спиртли эритмасидан ўтказилади, бу жараён қуйидаги усулда амалга оширилади: водород сулфиди музли сув билан совутилган калий гидроксиднинг спиртли эритмасига тўйингунга қадар юттирилади. Бир суткадан сўнг эритма оғир металлларнинг чўкинди сульфидларидан филтрланади. 36 г KSH учун 33 г этилхлорид (50 мл спиртдан) олиш керак. Реакция аралашмаси, беш карра кўп ҳажмдаги сув

билан суюлтирилади, олинган этилмеркаптан ажратиш воронкаси билан ажратилади, сувсиз CaCl_2 устида қуритилади ва дистиллинади, натижада 71-74°C да қайнайдиган фракция йиғилади.



Олинган этилмеркаптаннинг чиқиш унумига ҳарорат, вақт ва таркибий қисмларнинг нисбати, шунингдек, катализатордан фойдаланиш таъсир қилади. Этилмеркаптани олиш учун оптимал шароитлар аниқланди. Меркаптаннинг энг юқори унумда чиқиши калий гидросульфиди ва этилхлорид компонентларнинг 1:1 нисбатида 24 соат ичида 22°C ҳароратда (4-расм) кузатилади.

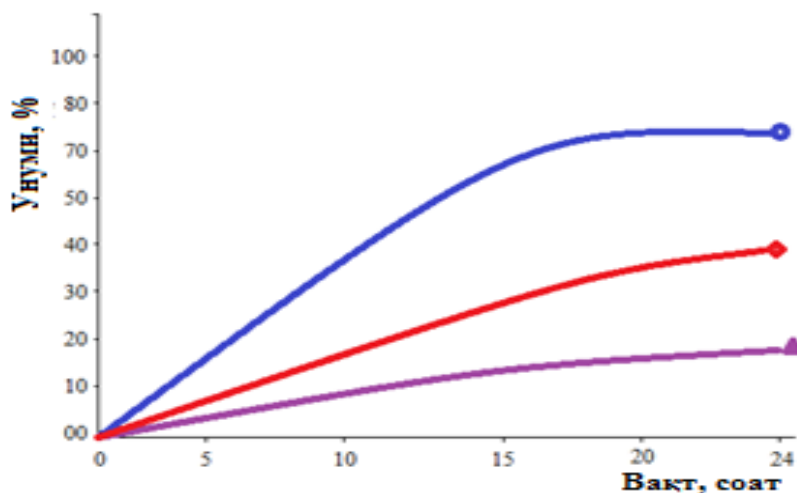


1). 1: 1 2). 2: 1. 3). 1: 2.

4-расм. Этилмеркаптаннинг унуми бошланғич моддалар нисбати ва вақтига боғлиқлиги, ҳарорат 22 °C

24 соат давомида 22°C да этилмеркаптаннинг синтези турли катализаторлар билан амалга оширилди. Реакция натижалари ўрганилди. Реакция самарадорлиги катализатор сифатида ион суяқлиги ишлатилганда энг юқори бўлган (5-расм).

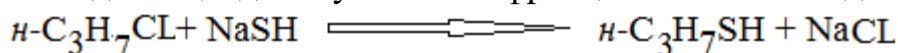
Пропил хлорид NaSH нинг спиртдаги эритмасидан ўтказилиб қуйидаги усул билан олинади: водород сулфиди музли сув билан совутилган калий гидроксидининг спиртли эритмасига тўйингунга қадар юборилади.



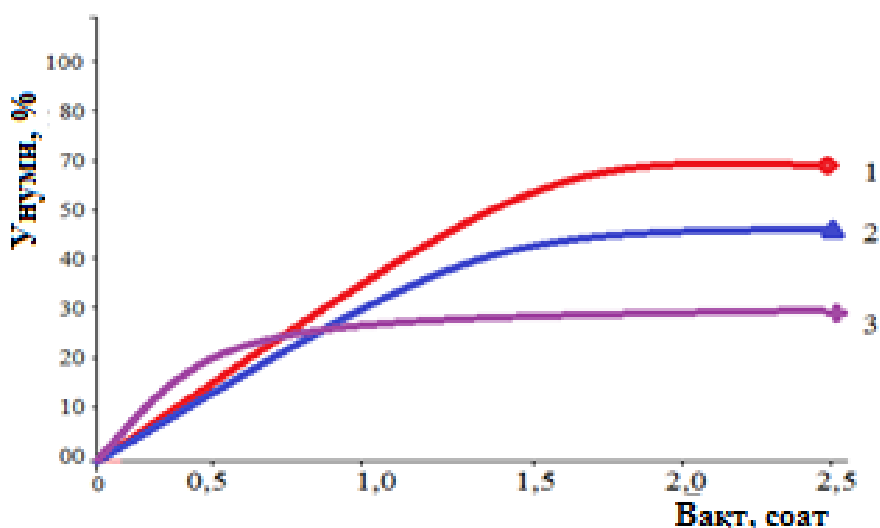
1- Ион суюқлиги; 2- алюминий оксиди; 3- рух оксиди.

5-расм. Катализаторнинг 22 °С да реакция унумига таъсири

Бир суткадан сўнг эритма оғир металлларнинг чўкинди сульфидларидан филтрланади. 36 г NaSH учун 33 г пропил хлорид олинади. Реакция аралашмаси беш маротабага сув билан суюлтирилади, олинган пропилмеркаптан ажратиш воронкаси билан ажратилади, сувсиз CaCl₂ устида қуритилади ва ҳайдаш йўли билан фракция йиғиб олинади.



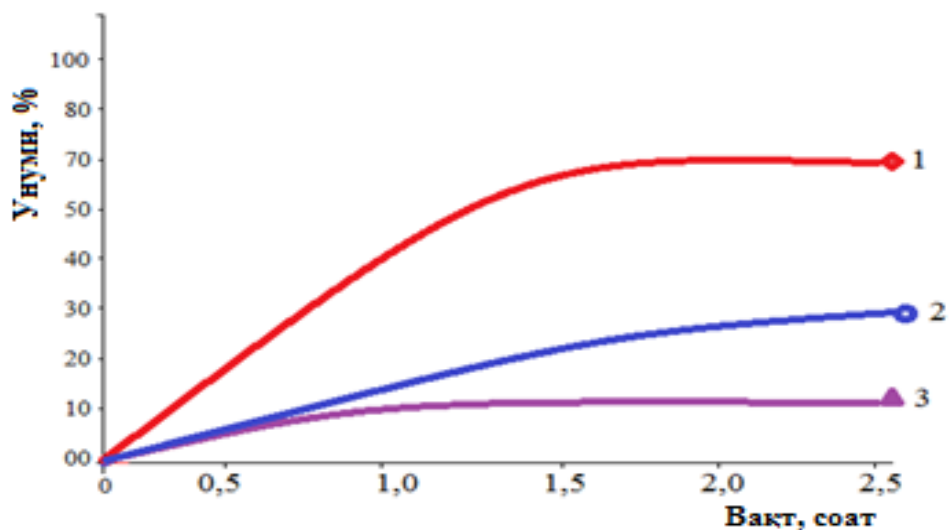
Пропилмеркаптаннинг чиқишига ҳарорат, вақт ва компонентларнинг нисбати, шунингдек, катализатор таъсир кўрсатади. Пропилмеркаптан ишлаб чиқариш учун оптимал шароитлар аниқланди.



1). 1: 1. 2). 2:1. 3). 1:2.

6-расм. Пропилмеркаптаннинг ҳосил бўлишининг бошланғич маҳсулотлар нисбатига ва вақтга боғлиқлиги, 45 °С ҳароратида

Меркаптаннинг энг юқори чиқиши калий гидросульфиди ва хлорли этил компонентларнинг 1:1 нисбатида 2,5 соат ичида 22°C ҳароратида (6-расм) содир бўлади.

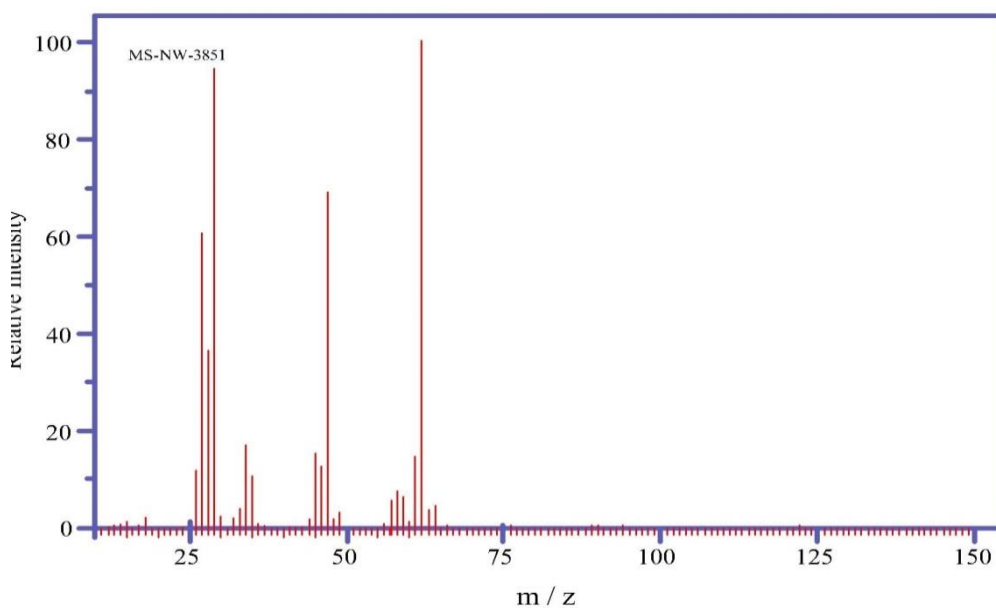


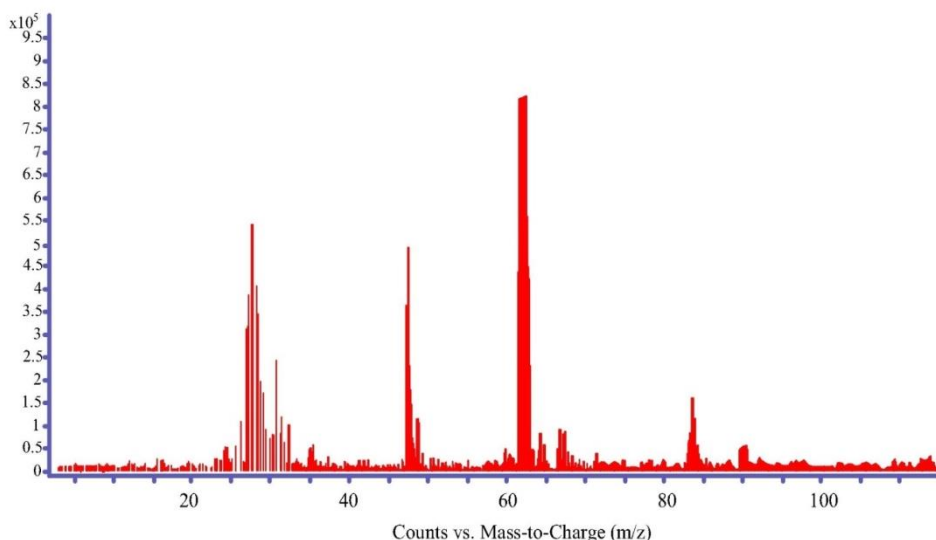
1- Ион суюқлиги; 2 - Алюминий оксиди; 3 - Рух оксиди.

7-расм. Катализаторнинг 45 °C да реакция самарадорлигига таъсири

Пропилмеркаптаннинг синтези 45°C ҳароратида 2,5 соат давомида турли катализаторлар билан амалга оширилди. Реакция натижалари ўрганилди. Катализатор сифатида ион суюқлиги ишлатилганида реакция унуми самараси юқори бўлиши аниқланди. (7-расм).

Моддаларни аниқлашнинг энг аниқ усулларида бири бу масс-спектрометрия. Масс-спектр дискретликка эга, чунки ҳар қандай молекуланинг массаси унинг барча атомлари массаларининг йиғиндисидир. Масс-спектрида таҳлил пайтида ионланишнинг ўзига хос хусусияти, модданинг табиати ва баъзи иккиламчи жараёнлар таъсир қилиши мумкин: масалан, эластик бўлмаган тарқалиш ва метастабил ионлар.



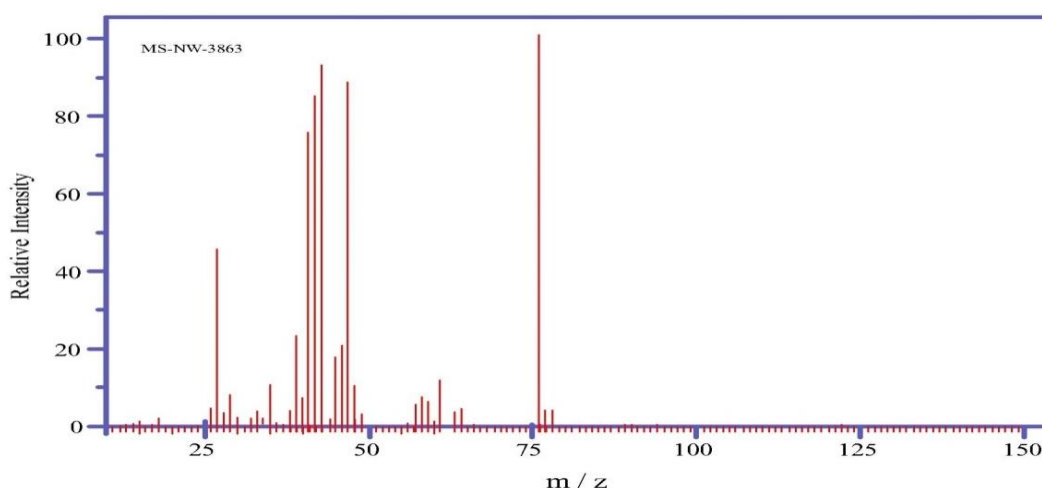


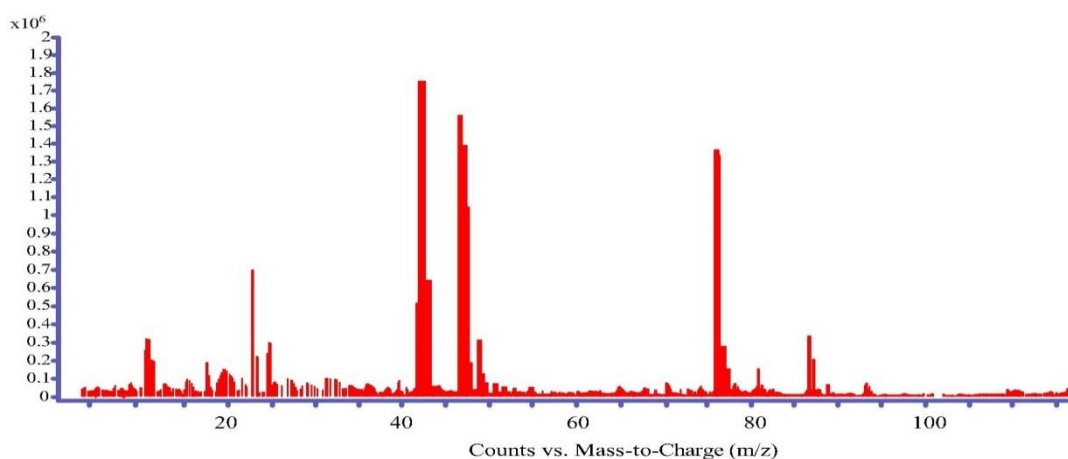
1. *Этилмеркаптан масс-спектори (базадаги маълумот <https://sdfs.db.aist.go.jp>); 2. Олинган этилмеркаптан масс-спектори*

8-расм. Масс-спекторини ўрганиш натижалари

Ионлаштирилганда кичик молекулалар одатда битта салбий ва битта мусбат зарядга эга бўлади. Олинган меркаптанлар масс-спектрометрия ёрдамида ўрганилди.

26-29, 34, 44-47, 58 ва 62 а.е.м. каби этил меркаптаннинг масс - спектрларида (8-расм) бир нечта юқори кўрсаткичларини кўриш мумкин. Юқорида этилмеркаптаннинг спектри таҳлили келтирилган бўлиб, унинг юқори кўрсаткичи 62 м.а.б. тенг - молекуляр ион ҳисобланиб, қолган чўққилар массаси 29 м.а.б. - бу асосий ион $\text{H}_3\text{C}-\text{CH}_2, \text{SH}$ гуруҳининг асосий молекуладан ажралиши натижасида ҳосил бўлган, 47 массадаги чўққиси бу H_3C гуруҳини асосий иондан ажратиш пайтида ҳосил бўлган бўлиб, бу гуруҳ 15 м.а.б. чўққисида пайдо бўлади. Молекуляр ионга тегишли бўлган 62 м.а.б. чўққиси жуда кучли ҳисобланади. Буни этилмеркаптан молекуласининг ионланиш имконияти билан изоҳлаш мумкин. Олинган маълумотлар Япония фундаментал технологиялар университетининг базаси билан таққосланганда, олинган масса спектрлари асосланган масс-спектрлари билан деярли бир хил эканлиги аниқланди.





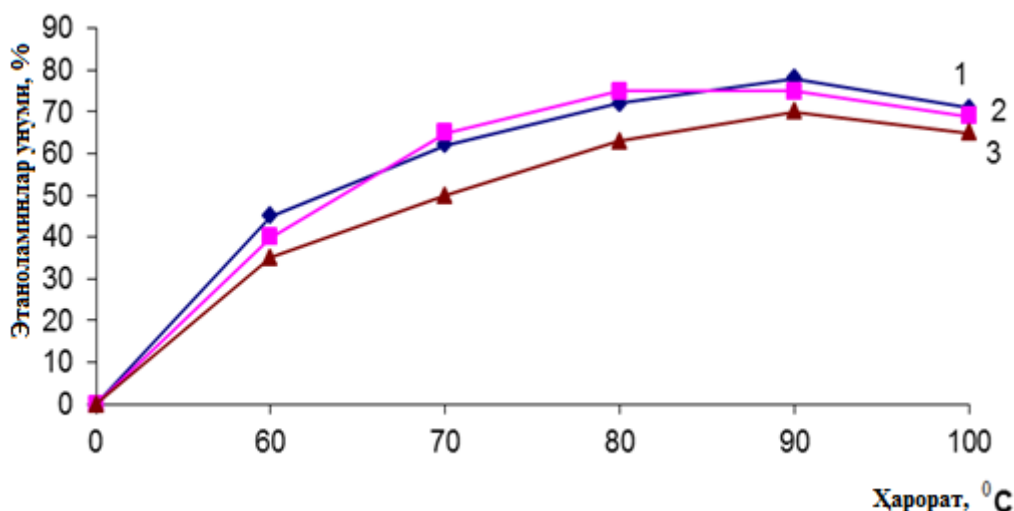
1. *Пропилмеркаптан масс-спектори (базадаги маълумот <https://sdfs.db.aist.go.jp>); 2. Олинган пропилмеркаптан масс-спектори*

9- расм. Масс-спекторни ўрганиш натижалари

Пропилмеркаптанинг масс-спектр (9-расм) юқори чўққиларини 13, 16, 27, 38-45, 47, 58, 61 ва 76 каби кўриш мумкин. Юқорида пропилмеркаптанинг спектр таҳлили келтирилган бўлиб, унинг юқори кўрсаткичи 76 а.е.м. тенг бўлиб – молекуляр ион ҳисобланиб, қолган чўққилари масса кўрсаткичлари 43 м.а.б. – бу асосий ион $\text{H}_3\text{C}-\text{CH}_2-\text{CH}_2$, SH гуруҳининг асосий молекуладан ажралиши натижасида ҳосил бўлган, 45 массадаги чўққиси бу H_3C гуруҳини асосий иондан ажратиш пайтида ҳосил бўлган бўлиб, бу гуруҳ 16 а.е.м. чўққисида пайдо бўлиб, $\text{C}=\text{O}$ қисми эҳтимоллик билан 28 а.е.м., 29 а.е.м.да эса молекуланинг $\text{O}=\text{C}-\text{OH}$ тўғри келади. Молекуляр ионга тегишли бўлган 76 м.а.б. чўққиси жуда кучли ҳисобланади. Буни пропилмеркаптан молекуласини ионланиш имконияти билан изоҳлаш мумкин.

Этаноламинларни этиленхлоргидридан олишни ўрганиш. Этиленхлоридгидрин ва аммиак эритмалари манометр ва электр иситгич билан жихозланган реакторга жойлаштирилади. Реактор қопқоғи махсус қистирма билан маҳкам ёпилган. Шундан сўнг реакторни 90°C ҳароратгача қиздирилиб, босим 6-7 атм кўтарилади. 1 соатдан кейин босим пасайишни бошлайди, бу вақтда ҳарорат 100°C га етказилади ва шу ҳолатда 2 соат сақланади. Олинган реакция аралашмаси жўнатилади. Этиленхлоргидридин ва аммиакнинг нисбати маълумотларига кўра, 1:2 дан 1:20 гача ўзгаради. Бунда этаноламин таркибли ўз ичига олган маҳсулотларни ишлаб чиқаради. Шунга асосан, керакли этаноламинларни олиш учун керакли нисбат танланади.

10-расмда этаноламинларнинг ҳосил бўлишининг ҳароратга боғлиқлиги этиленхлоргидридин ва аммиак нисбатига боғлиқлиги кўрсатилган: 1-1:10; 2- 1:5; 3- 1:2

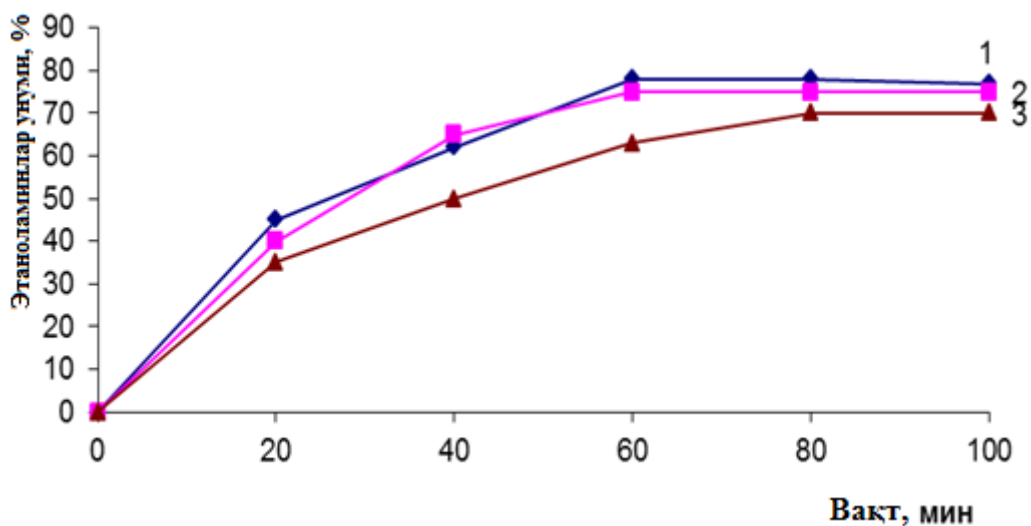


Этиленхлоргидридин ва аммиак нисбати 1-1:10; 2- 1:5; 3- 1:2.

10- расм. Этаноламинлар ҳосил бўлишининг этиленхлоргидрин ва аммиак нисбати ҳароратга боғлиқлиги.

10-расмда кўриниб турибдики, этиленхлоргидридан этаноламинларнинг ҳосил бўлиши учун оптимал ҳарорат 90⁰ С ни ташкил қилади. Ҳароратнинг кейинги кўтарилиши этаноламинлар ҳосил бўлишини пасайишига олиб келади.

Этиленхлоргидридан этаноламинлар ҳосил бўлишида ҳарорат муҳим параметрлардан бири ҳисобланади. 11 расмда 90⁰С ҳароратда этиленхлоргидрин ва аммиак нисбати этаноламинлар ҳосил бўлишини вақтга ҳам боғлиқлиги кўрсатилган: 1-1:10; 2- 1:5; 3- 1:2.



1-1:10; 2- 1:5; 3- 1:2.

11- расм. 90⁰С ҳароратда этаноламинлар ҳосил бўлишининг вақт ва этиленхлоргидрин - аммиак нисбатига боғлиқлиги.

11- расмда кўриниб турибдики, этаноламинларнинг юқори олиниш кўрсаткичи аммиак билан этиленхлоргидрин 1:10 нисбатида, 60 дақиқадан сўнг 90⁰С ҳароратда олинади.

90^oC ҳароратда 60 дақиқа давомида олинган маҳсулотлар таркибидаги этаноламинлар миқдори

Номланиши	Этиленхлоргидрин ва аммиак нисбати		
	1:2	1:5	1:10
	Олинган маҳсулотлар таркибидаги этаноламинлар миқдори,%		
Моноэтанолламин	40	40	60
Диэтанолламин	40	50	35
Триэтанолламин	20	10	5

Юқорида кўрсатилган расмларда этаноламинларнинг уч вакилидан иборат унуми кўрсатилган. Дастлабки компонентларнинг нисбатларини ўзгартириб, керакли этаноламинлар миқдорини ошириш мумкин. Агар керак бўлса, юқори даражадаги этаноламинлар хосил бўлишини ошириш учун этиленхлоргидринни этилен оксиди ёрдамида қайта оксиэтилланади.

1- жадвалдан кўриниб турибдики, триэтанолламин чиқиш нисбати барчасида пастдир. Этиленхлоргидрин ва аммиак 1:5 нисбатида диэтанолламин маҳсулоти чиқиши юқоридир. Этиленхлоргидрин ва аммиак 1:10 нисбатида моноэтанолламин чиқиши маҳсулдорлиги юқоридир. Диэтанолламин маҳсулдорлигини ошириш учун этиленхлоргидринни этилен оксиди билан оксиэтилланади.

«Деэмульгаторлар, этаноламинлар ва одорантлар эксплуатацион хусусиятлари таҳлили» деб номланган учинчи бобда олинган бирикмаларнинг асосий эксплуатацион хусусиятларини ўрганиш натижалари келтирилган.

Ўтказилган тажрибалар натижасида термохимёвий қайта ишлашнинг биринчи босқичида тайёрланган нефтнинг биринчи гуруҳига мос келадиган нефт олинди. Худди шу шароитларда такрорий термохимёвий қайта ишлашдан сўнг нефтни қайта ишлаш заводида қайта ишлашга тайёр нефт олинди.

“Тошли” конининг углеводород хомашёсини қазиб олиш, йиғиш, тайёрлаш ва ташиш майдончаларига жорий этиш учун мўлжалланган деэмульгаторлар лаборатория шароитида синовдан ўтказилди. Деэмульгаторлар жуда кўп турдаги, сув-нефт эмульсияларининг ҳар хил турларини бузиш учун лойиқ. Улар органик эритувчиларда эритилган сирт фаол моддаларга асосланган композицион таркиблардир.

Деэмульгатор таъсирининг самарадорлигини солиштириш.

Кўрсаткичлар	Нефт							
	Тайёрланган нефт “Ғарбий Тошли”		Ҳом нефт кони “Шар. Тошли”		Сув-нефт эмульсияси кони “Шим. Памук”		Тайёрланган нефт кони “Шим. Шўртан”	
Деэмульгатор	Кемеликс 3307X	Ишланган	Кемеликс 3307X	Ишланган	Кемеликс 3307X	Ишланган	Кемеликс 3307X	Ишланган
Ҳарорат, °С	80	80	80	80	60	60	80	80
Босим, атм	1	1	1	1	1	1	1	1
Чиқим нормаси, г/т	10	5	30	30	30	30	14	10
Сув қочириш даражаси, %	93	95,5	86	96	93,4	98	92	95
Суви қочирилган нефтда қолдиқ тузлар миқдори, мг/дм ³	<2	<2	67	51	39	20	<2	<2
Эмульсия бўлиш вақти, дақ	60	60	60	60	180	180	120	120

Синовдан ўтказилаётган деэмульгатор, этиленоксиди блок сополимерларига асосланган композицияли таркибдир ва қазиб чиқаришда нефт йиғиш ва тайёрлаш жараёнида нефт эмульсияларини сувсизлантириш ва тузсизлантириш учун мўлжалланган.

Углеводородлардан табиий газ учун одорант олиш газ саноатида коммунал-маиший ва саноат мақсадларда ишлатиладиган табиий ва суюлтирилган газни одорлаш учун ишлатилиши мумкин. Одорант олиш усули сувли ишқор эритмаси орқали углеводородлардан меркаптанлар ажратишни, олинган меркаптид ишқор эритмасини қайнатиш орқали меркаптан десорбциясини, буғ ва газ аралашмасини одорант чиқарувчи конденсация қилишни, уни кейинги қуриштиришни ва қуруқ одорантни икки босқичли ректификация орқали фракциялаш ва кейинги этилмеркаптан билан бойитилган одорант конденсациясини ўз ичига олади. Услубий прототип ёрдамида олинган одорант қуйидаги таркибдаги меркаптанларнинг аралашмаси бўлади, % масс.:

3-жадвал**Одорантлар таркиблари**

Компонент номи	1. Мисол нисбати	2. Мисол нисбати	3. Мисол нисбати
	мас.%	мас.%	мас.%
Метилмеркаптан	10	5	2
Этилмеркаптан	35	75	90
Пропилмеркаптан	25	10	4
Бутилмеркаптан	30	10	4
Жами:	100	100	100

Стандарт коммунал-маиший газ учун қўлланилади ва ҳиднинг интенсивлигини аниқлаш усулларини ўрнатади. Усулларнинг моҳияти камера хонада яратилган газ-ҳаво аралашмасининг ҳиди интенсивлигини баҳолашдан иборат.(4 жадвал.)

4-жадвал**Турли концентрациялардаги тавсия этилган ва маълум бўлган хидларнинг интенсивлиги балларда. ГОСТ 22387.5-77**

Одорант нома	Газда одорант концентрацияси, мг/м ³	Ҳид интенсивлиги балларда, дақ. Сўнг		
		0	1	2
Тавсия қилинган одорант Таркиби*				
- 1-мисолга мувофиқ	16	3,5	3,5	3,3
- 2-мисолга мувофиқ	16	3,7	3,3	3
- 3-мисолга мувофиқ	16	3,7	3	2,9

* - одорант таркиби 2-жадв. Қаранг

Табиий ёқилғи газларга сигнал ҳидини бериш учун фойдаланилган одорантларни газ саноати учун ишлатиш мумкин.

5-жадвал**Одорантлар такиблари**

Компонент номи	1. Мисол нисбати	2. Мисол нисбати	3. Мисол нисбати
	мас.%	мас.%	мас.%
Этилмеркаптан	25	35	20
Бутилмеркаптан	35	25	20
Этилакрилат	30	20	35
Метилакрилат	10	20	25
Жами:	100	100	100

Табиий газ учун одорант таркибига этилакрилат, метилакрилат, метилпиперазин, таркибида азот мавжуд бирикма сифатида эса пиридин компонентларнинг қуйидаги нисбати билан киради, мас. %:

Ҳиднинг интенсивлигини аниқлаш усули. Стандарт коммунал-маиший газ учун қўлланилади ва ҳиднинг интенсивлигини аниқлаш усуллари ўрнатади. Усулларнинг моҳияти камера хонада яратилган газ-ҳаво аралашмасининг ҳиди интенсивлигини баҳолашдан иборат. 6-жадвал.

Табиий ёқилғи газларга сигнал ҳидини бериш учун фойдаланилган одорантларни газ саноати учун ишлатиш мумкин. Табиий газ учун одорант таркибига этилакрилат, метилакрилат, метилпиперазин, таркибида азот мавжуд бирикма сифатида эса пиридин компонентларнинг қуйидаги нисбати билан киради, мас. %:

6-жадвал

Турли концентрациялардаги тавсия этилган ва маълум бўлган хидларнинг интенсивлиги балларда. ГОСТ 22387.5-77

Одорант нома	Газда одорант концентрацияси, мг/м ³	Ҳид интенсивлиги балларда, дақ. Сўнг		
		0	1	2
Тавсия қилинган одорант Таркиби*				
- 1-мисолга мувофиқ	16	3,3	3,3	3
- 2-мисолга мувофиқ	16	3,5	3	3
- 3-мисолга мувофиқ	16	3	3	2,8

* - одорант таркиби 4-жадв. Қаранг

Ҳиднинг интенсивлигини аниқлаш усули. Стандарт коммунал-маиший газ учун қўлланилади ва ҳиднинг интенсивлигини аниқлаш усуллари ўрнатади. Усулларнинг моҳияти камера хонада яратилган газ-ҳаво аралашмасининг ҳиди интенсивлигини баҳолашдан иборат.

7-жадвал

Одорантлар таркиблари

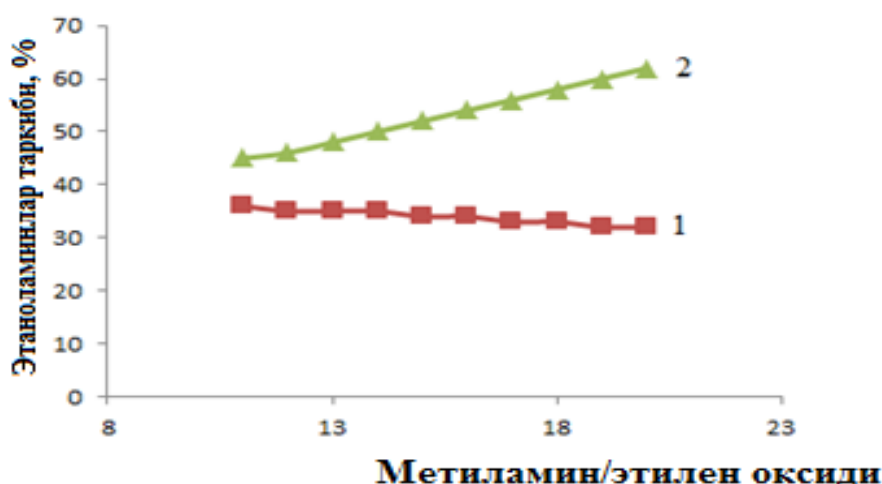
Компонентларнинг номланиши	1. Намуна нисбат	2. Намуна нисбат	3. Намуна Нисбат
	мас. %	мас. %	мас. %
Тиомочевина	4	5	5
Метилакрилат	35	45	50
Этилакрилат	50	40	40
Пиридин	11	10	5
Жами:	100	100	100

Турли концентрациялардаги тавсия этилган ва маълум бўлган хидларнинг интенсивлиги балларда. ГОСТ 22387.5-77

Одорант нома	Газда одорант концентрацияси, мг/м ³	Ҳид интенсивлиги балларда, дақ. Сўнг		
		0	1	2
Тавсия қилинган одорант таркиби*				
- 1-мисолга мувофиқ	16	3	3	2,8
- 2-мисолга мувофиқ	16	3	2,9	2,8
- 3-мисолга мувофиқ	16	3	2,8	2,5

** - одорант таркиби 6-жадв. Қаранг

Метиламин синтези. 50 г аммоний хлорид ва 100 г формалдегиднинг 40% сувли эритмаси, уч қисми суюқликка ботирилган термометр билан жиҳозланган дистиллаш колбасида аста-секин иситилади. Ҳарорат аста-секин 104 ° С га кўтарилади ва барча учувчан суюқлик ҳайдаб чиқарилгунча шу даражада сақланиб қолади, бу тахминан 4,5 соат давом этади. Колбадаги таркиб совутилади, аммоний хлориддан филтрланади. Аммоний хлоридни олиб ташлаш метиламин гидрохлориднинг концентрланган эритмасида жуда ёмон эрувчанлиги туфайли тўлиқ амалга оширилиши мумкин. Суюқлик иссиқ ҳолатда юзада кристалли плёнка ҳосил бўлгунча буғлатилади. Соф метиламин гидрохлориди совутилгандан кейин филтрланади. Унумдорлик тахминан 76% ни ташкил қилади. Метиламин газини метиламин гидрохлоридни натрий гидроксид билан реакцияси орқали тайёрлаш мумкин.

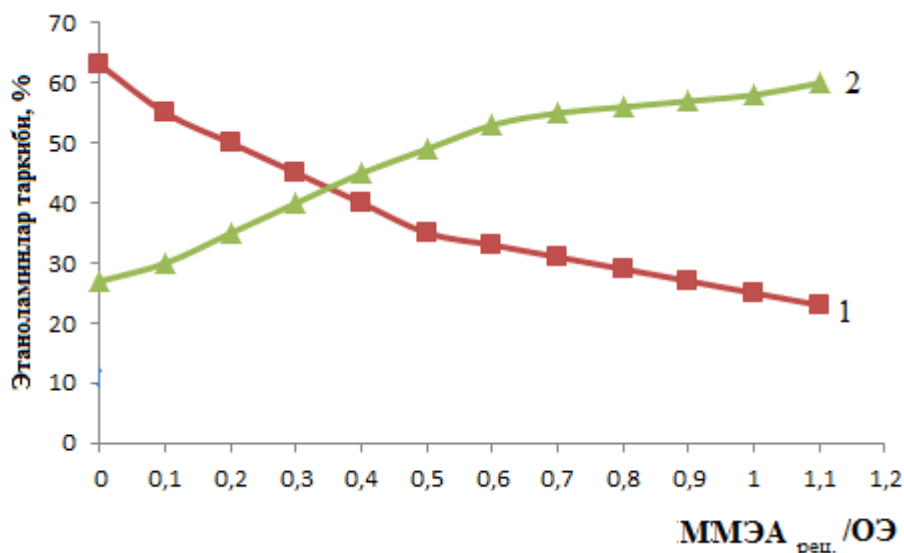


1-Метилдиэтанолламин; 2-метилмоноэтанолламин.

12- расм. Аралаштирувчи реактор таркибидаги этаноламинлар таркибининг метиламин ва этилен оксиди нисбатидан метилмоноэтанолламинни қайта ишлашнинг 70⁰С ҳароратда бўлмаганлигидан ҳисобланган боғлиқлиги.

Ҳозирги ишлаб чиқариш шароити ҳамда бозор иқтисодиётидан келиб чиққан ҳолда моноэтанолламинни қайта ишлаш даражаси 2 кг/кг тўғри келади. Метилмоноэтанолламинни шундай қайта ишланишда метилдиэтанолламиннинг таркибий оғирлиги тахминан 43 % ни ташкил этади.

Қайта ишланган метилмоноэтанолламинни тақсимлаш йўли билан метилдиэтанолламинни улушини ошириш мумкин.



1- Метилмоноэтанолламин; 2- Метилдиэтанолламин.

14-расм. ММЭ_{реци.}/ОЭ= 21 ва 70 °С ҳароратдаги метиламин ва этилен оксидининг нисбатидан аралаштириш реакторидаги этаноламинлар таркиби боғлиқлиги.

14-расмда реактордаги этаноламиннинг таркиби метиламин ва этиленоксидининг нисбатлари ММЭ_{реци.}/ОЭ= 21 кўрсатилган.

14- расмдан кўриниб турибдики, метилмоноэтанолламин миқдорининг кўпайиши метилдиэтанолламин миқдорининг кўпайишига олиб келмайди.

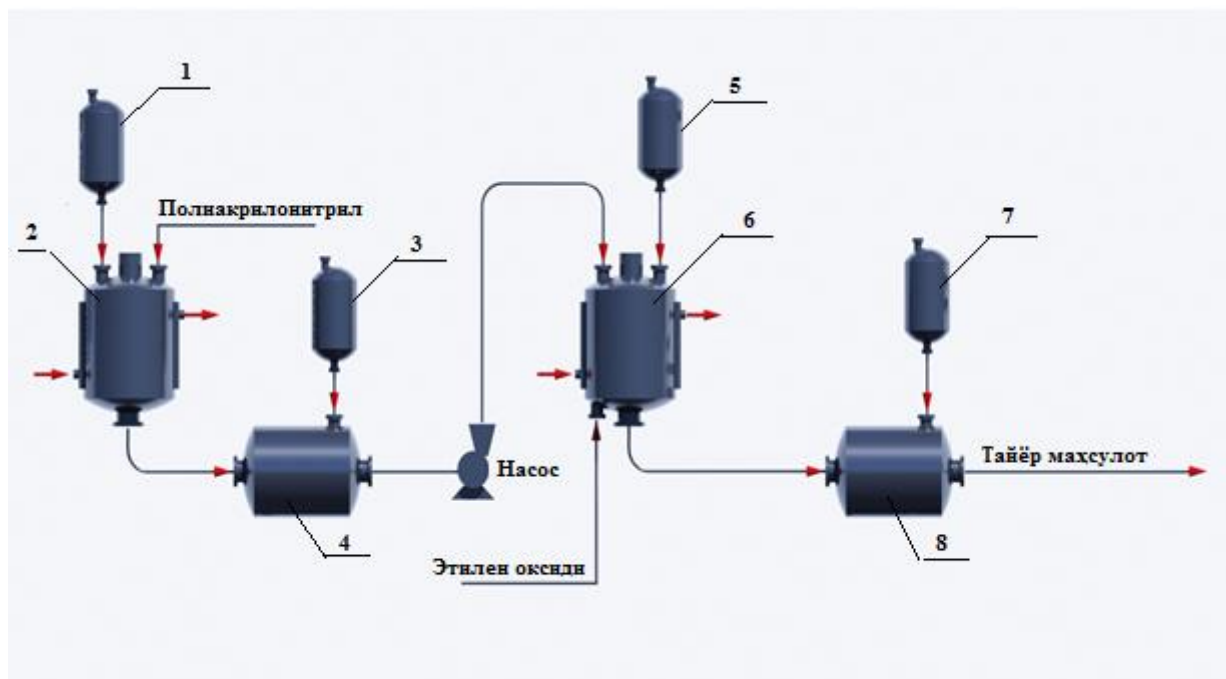
МДЭА таркибида юқори бўлган аралашмани олиш учун ММЭА аралаштириш ва сиқиб чиқариш реакторларга қайта киритилади.

Диссертациянинг «Дезмульгаторлар, этаноламинлар ва одорантлар ишлаб чиқариш технологияси ва уларни техник-иқтисодий асослаш, яшил технологиялар сифатидаги экологик нуқтаи назар» деб номланган тўртинчи бобида ишлаб чиқариш технологияси берилган ва ТКТТИТИ МЧЖ да дезмульгаторлар ишлаб чиқариш технологик жараёни ишлаб чиқилган.

Дезмульгаторни тавсия этилган усули билан олиш учун аввал полиакрилонитрил ва 30% натрий гидроксидининг сувли эритмаси 2-реакторга юборилади. 8 соат давомида 100°С ҳарорат ва атмосфера босимида гидролизланган полиакрилонитрил чиқади. 2-реактордан олинган полиакрилонитрил 4-реакторга киради.

4-реакторда тоза акрил кислотаси хлорид кислотаси билан чўктирилади. 4-реактордан олинган акрил кислотаси 6-реакторга киради. 6-

реакторда реакция аралашмасига сувли эритмасини ёки суяқ этиленоксиди қуямиз ва реакция аралашмасининг жами массасининг 1-2% миқдорида катализаторни қўшамиз.



1- натрий гидроксиди бункери; 2- гидролизланган полиакрилонитрил олиш реактори; 3- хлорид кислотаси бункери; 4- чўқтиргич; 5- катализатор бункери; 6-деэмульгатор олиш реактори; 7 – чумоли ёки сирка кислотаси бункери; 8- катализаторларни фаолсизлантириш идиши.

15-расм. Деэмульгатор олишнинг технологик схемаси.

Кейин автоклав қопқоғини маҳкам ёпиб, 80°C га қадар қиздирилади. Босим 6 дан 8 кг/см² га кўтарилади. Реакция аралашмаси шу ҳароратда 5 соат сақланади. Шундан сўнг реакция аралашмаси 8-реакторга киради. Бу ерда катализаторлар чумоли ёки сирка кислота билан фаолсизлантирилади.

9-жадвал

Материаллар баланси (1 т деэмульгатор)

КИРИМ, кг	% масс	ЧИҚИМ, кг	% масс
1. ГИПАН, 1200	43	1. 40 % деэмульгатор сув эритмаси - 0.2%-1000	36
2. Хлорид кислотаси 300	11	2. Буғланди 1600	58
3. Этилен оксиди 1200	43	Йўқотишлар 170	6
4. Катализатор 50	2		
5. Фаолсизлантиргич 20	1		
Жами: 2770	100	Жами: 2770	100

Ишлаб чиқарилган маҳсулотларнинг хусусиятлари. Ушбу ускунада ишлаб чиқарилган тайёр маҳсулот, гидролизланган полиакрилонитрил (ГИПАН) ва

этиленоксиди асосидаги дезмульгатор ҳисобланади.

Дезмульгатор қуйидаги талабларга мос равишда ишлаб чиқарилиши керак (10-жадвал).

10-жадвал

ДЭ-2 дезмульгаторнинг техник талаблари

Кўрсаткичлар номи	Эритма шаклидаги қўшимча учун кўрсаткичлар қийматлари	
	Меъёрсиз ҳаво аралашиши билан	Паст ҳаво аралашиши билан
	Ташқи кўриниш	Бир жинсли оқ суюқлик, чўкиндига рухсат бор
Зичлиги 20°C да, камида	1.09	
Сувнинг массали улуши, %	60.0	
Водород ионларининг фаоллиги кўрсаткичи (рН), 2,5% сувли эритмаси	7.0 ±1.0	
Қуруқ моддада хлор ионларининг масса улуши,	0.1	

ХУЛОСА

1. Этаноламин ишлаб чиқариш учун асосий хом ашё бўлган этилен оксидини ишлаб чиқаришда энг самарали катализатор сифатида кумуш карбонат асосида олинган катализатор эканлиги курсатиб берилди.

2. Этаноламинлар синтезининг босқичи ва фракцияларининг таркибини оптималлаштириш масалалари батафсил кўриб чиқилиб, ўзига хос хусусиятли маҳаллий хомашёлар асосида этаноламинлар ишлаб чиқариш учун экспериментал материаллар асосида этаноламинлар фракцияларининг таркибини тузатиш учун оптимал шароитлари ишлаб чиқаришга тавсия этилди.

3. Этаноламинларни этилен оксиди, этиленхлорогидрин ва аммиакдан синтез қилиш учун технология ишлаб чиқилди. Бу жараёндан сувни бутунлай йўқ қилиш имконини берди ва синтез 80°C дан ошмаган ҳароратда амалга ошириш имконини берди.

4. Ишлаб чиқариладиган МЭА, ДЭА, ТЭА маҳсулотларнинг нисбати билан ишлаб чиқариш мослашувчанлигини таъминлайдиган технологик жараёнлар тавсия этилди.

5. Этанолламин ишлаб чиқаришда оптимал шароитларни танлаш, аммиак ва моноэтанолламинни бошланғич ҳолатга қайтариш йўли билан ишлаб чиқариш усулига асосланди.

6. Амалдаги (Кемелих 3307X) ва тавсия қилинган деэмульгаторларнинг синовлари тўрт турдаги (Ғарбий тошли, Тошли, Шимолий Памук, Шимолий Шўртан) нефт қудуқларида амалга оширилди. Янги деэмульгатор қўлланилганда Ғарбий тошли ва Тошли қудуғи нефти сувсизланишининг даражаси 95,5 ва 96 фоизга, амалдаги деэмульгаторларда эса 93 ва 86 фоизга етиши аниқланди. Тошли нефтини тайёрлашнинг биринчи босқичида тавсия этилаётган ва мавжуд деэмульгаторлар учун сувсизланиш даражаси 98 ва 93,4% ташкил қилди, иккинчи босқичда эса 95 ва 93% га тўғри келади.

7. Ғарбий тошли ва тошли нефтини тайёрлаш жараёнида ишлаб чиқилган деэмульгаторнинг сарфланиш миқдори мавжуд деэмульгаторникидан 2-1,5 баробар камроқ эканлиги аниқланди ва сарфланиши 5 ва 10 г/тонна нефтни ташкил қилади. Янги деэмульгаторни қўллашда сув-нефт эмульсиясининг ажратиш даражаси анча юқорилиги кўрсатиб берилди.

8. Ишлаб чиқилган деэмульгатор ҳозирда ишлатилаётганларидан кўра самаралироқ эканлиги кўрсатилган. Янги деэмульгаторнинг синов-саноат намуналари ТКТИТИ да мавжуд технологик схема асосида ишлаб чиқаришга тавсия этилди.

9. Маҳаллий хом ашёдан янги кўп компонентли одорантнинг яхшиланган хусусиятлари билан ишлаб чиқариш технологияси таклиф қилинган бўлиб, уни Тошкент Магистрал Газқувурлар бошқармасида амалиётга тадбиқ қилиш тавсия этилади.

10. Янги кўп компонентли одорантни ишлаб чиқариш учун тавсия этилган ечимларнинг техник-иқтисодий таъсири одорантнинг солиштирма сарфи пасайиши орқали таъминланади.

**РАЗОВЫЙ УЧЕНЫЙ СОВЕТ НА ОСНОВЕ УЧЕНОГО СОВЕТА ПО
ПРИСУЖДЕНИЮ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ DSc.16/30.12.2019.Т.87.01 ПРИ
ТАШКЕНТСКОМ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОМ
ИНСТИТУТЕ ХИМИЧЕСКОЙ ТЕХНОЛОГИИ**

**ТАШКЕНТСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИНСТИТУТ ХИМИЧЕСКОЙ ТЕХНОЛОГИИ**

ЭШМУРАТОВ БАХОДИР БЕШИМОВИЧ

**РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПРОИЗВОДСТВА
ВЫСОКОЭФФЕКТИВНЫХ ДЕЭМУЛЬГАТОРОВ, ОДОРАНТОВ И
ЭТАНОЛАМИНОВ НА ОСНОВЕ МЕСТНЫХ СЫРЬЕВЫХ РЕСУРСОВ**

**02.00.14–Технология органических веществ и
материалы на их основе
02.00.03 – «Органическая химия»**

**АВТОРЕФЕРАТ ДИССЕРТАЦИИ
ДОКТОРА ТЕХНИЧЕСКИХ НАУК (DSc)**

Ташкент-2020 год

Тема докторской диссертации зарегистрирована под номером B2020.2.DSc/T205 в Высшей аттестационной комиссии при Кабинете Министров Республики Узбекистан.

Докторская диссертация выполнена в Ташкентском научно-исследовательском институте химических технологий.

Автореферат диссертации на трех языках (узбекский, русский, английский (резюме)) размещен на веб-странице по адресу www.tktiti.uz и информационно-образовательном портале Ziyonet по адресу www.ziyonet.uz

Научный консультант: Джалилов Абдулахат Турапович
доктор химических наук, профессор, академик

Каримов Масъуд Убайдулла ўгли
доктор технических наук, старший научный сотрудник

Официальные оппоненты: Ёдгоров Нормухаммад
доктор химических наук

Акбаров Хамдам Икромович
доктор химических наук, профессор

Фозилов Садриддин Файзуллаевич
доктор технических наук, профессор

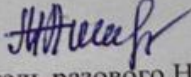
Ведущая организация: Институт общей и неорганической химии АН РУз

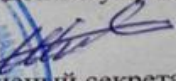
Защита диссертации состоится «17» 11 2020 г. в «10⁰⁰» часов на заседании Разового ученого совета на основе ученого совета DSc16/30.12.2019.T.87.01 при Ташкентском научно-исследовательском институте химической технологии по адресу: 111116, Ташкентская область, Ташкентский район, пос. Ибрат Тел.: (99870) 965-77-16; факс: (99870) 965-77-16; e-mail: gup_tniixt@mail.ru


Докторская диссертация зарегистрирована в Информационно-ресурсном центре Ташкентского научно-исследовательского института химикой технологии за № 5, с которой можно ознакомиться в ИРЦ (111116, Ташкентская область, Ташкентский район, пос. Ибрат Тел.: (99870) 965-77-16).

Автореферат диссертации разослан «4» 11 2020 года.
(протокол рассылки № 5 от «4» 11 2020 г.).




А.С. Махсумова
Председатель разового Научного совета по присуждению учёных степеней, д.х.н., профессор


Ш.Д. Ширинов
Ученый секретарь разового Научного совета по присуждению учёных степеней, техн. наук, PhD


Х.С. Бекназаров
Председатель научного семинара при разовом Научном совете по присуждению учёной степени, д.т.н., старший научный сотрудник

ВВЕДЕНИЕ (аннотация диссертации доктора наук)

Актуальность и востребованность темы диссертации. Создание новых эффективных присадок, обеспечивающих безопасную транспортировку природного газа, компонентов десульфурации и отделения нефти от грунтовых вод в нефтеперерабатывающей промышленности, в производстве различных органических присадок, используемых для дальнейшего повышения качества нефтепродуктов, является одной из важных задач мировой нефтегазовой отрасли.

Сегодня в мире необходимо создать научную основу для производства новых эффективных органических добавок для нефтегазоперерабатывающей промышленности на основе соединений азота, кислорода и серы, изучить их сырье, создать современные технологии и машины для их извлечения, расширить их применение, синтезировать универсальные добавки. Необходимо разработать новые виды деэмульгаторов, этаноламинов, одорантов и разработать технологии их производства.

В Республике достигаются определенные научные и практические результаты по производству деэмульгаторов, этаноламинов и одорантов на основе местного сырья, а также по созданию многокомпонентных и функциональных одорантов. На основе принятых в этом направлении нормативных мер достигнуты определенные результаты, в частности, принимаются масштабные меры по разработке научных основ получения многокомпонентных одорантов и обеспечения местного рынка импортозамещающей продукцией. В Стратегии действий по дальнейшему развитию Республики Узбекистан определены важные задачи, направленные на «Освоение производства совершенно новых видов продукции и технологий, на этой основе обеспечить производство конкурентоспособной отечественной продукции на внешнем и внутреннем рынках». Они играют важную роль в замене дефицитных компонентов местным сырьем - многотоннажными побочными продуктами химической промышленности.

Указ Президента Республики Узбекистан № ПФ-4947 от 7 февраля 2017 года «О Стратегии действий по дальнейшему развитию Республики Узбекистан», Постановление Президента Республика Узбекистана № ПП-3479 от 17 января 2018 года «О мерах по стабильному обеспечению отраслей экономики страны востребованными видами продукции и сырья», Постановления Президента Республика Узбекистана № ПП-3983 от 25 октября 2018 года «О мерах по ускоренному развитию химической промышленности в Республике Узбекистан» и Постановления Президента Республика Узбекистана № ПП-4265 от 3 апреля 2019 года «О мерах по дальнейшему реформированию и повышению инвестиционной привлекательности химической промышленности», а также в некоторой степени при выполнении задач, изложенных в других нормативных актах, связанных с этой деятельностью.

Соответствие исследования с приоритетными направлениями развития науки и технологий республики. Данное исследование

выполнено в соответствии с приоритетным направлением развития науки и технологии республики VII «Химическая технология и нанотехнология».

Обзор зарубежных научных исследований по теме диссертации.

Исследования, направленные на получение и применение органических соединений, таких как деэмульгаторы, этаноламины и одоранты, проводились в ведущих исследовательских центрах и университетах по всему миру, в том числе в таких университетах как University of Cincinnati, California Institute of technology (США), Chicago university, Colorado school of mines, Shell Global solution Inc. (США), Darmstadt Technical University, Fraunhofer Photocatalysis Alliance (Германия), Japan Petroleum Institute, Tokyo national university (Япония), Royal Military College of Canada (Канада), French Petroleum Institute (Франция), Institute of new Catalytic Materials Science (Хитой), Universit yof Torino (Италия), Нижний Новгород государственный технический университет (Россия), ГОУ ВПО Уральский государственный технический университет - УПИ (Россия), Татарский научно-исследовательский и проектный институт нефти (Россия), Российский институт нефти и газа (Россия), Российский государственный университет нефти и газа (Россия), Ташкентский химико-технологический институт (Узбекистан).

В результате проводимых во всем мире исследований по ускорению процесса глубокой очистки нефти и газа от вспомогательных присадок и совершенствованию нефтеперерабатывающего оборудования был получен ряд научных результатов: разработана конструкция гидроциклона с различными зонами разделения (США, Massachusetts Institute of Technology); изменили свои реологические свойства за счет плавления суспензии и за счет изменения давления во входном патрубке (Россия, нефтегазовый университет имени Губкина); разработана математическая модель водомасляной эмульсии (Китай, China University Of Petroleum); разработано устройство для (США, Columbia University) стабилизации газожидкостных эмульсий под высоким давлением.

В мире ведутся исследования по проблеме вспомогательных добавок и водоочистки нефти и газа по ряду приоритетных направлений, в том числе: создание эффективных органических добавок для переработки углеводородов, совершенствование существующих технологий переработки сырья, получение новых видов многокомпонентных одорантов природного газа.

Степень изученности проблемы. Научным исследованиям по получению органических соединений, таких как деэмульгаторы, этаноламины и одоранты, были посвящены работы К.В. Пенкина, С.Г. Сажина, Е.В. Дементьевой, А.И. Матери, М.Г. Шишова, Т.Ф. Космачевой, Р.З. Сахобутдинова, Ахмади Соруш, Ф.М. Хуторянского, Н.Н. Кисленко, Дж. Ронсеро, В.В. Стольников, Б.Д. Тринкера, А.Т. Джалилова.

Предложено развитие исследований технологий производства органических соединений, таких как деэмульгаторы, этаноламины и одоранты, а также разработка нового эффективного деэмульгатора с

использованием химической модификации и технологии получения многокомпонентных одорантов.

Однако изучаются приоритеты в производстве органических соединений, таких как деэмульгаторы, этаноламины и отдушки, чтобы получить новые эффективные деэмульгаторы с таким комплексным действием; ведутся научные исследования по разработке энергосберегающих технологий производства этаноламинов.

Связь темы диссертации с научно-исследовательскими работами высшего образовательного учреждения, где выполнена диссертация. Диссертационное исследование выполнено в рамках плана научно-исследовательских работ прикладных и инновационных проектов Ташкентского научно-исследовательского института химической технологии: договор №123-08/2013 от 26.04.2013г «Технология производства одоранта для добавки в газ или воздух для придания ему характерного запаха»; договор №124-08/2013 от 26.04.2013г. «Технология производства диэтиленгликоля» и ПЗ-201709244 «Разработка технологии производства этаноламинов» (2018-2020 гг.).

Целью исследования является разработка технологии органических соединений, таких как деэмульгаторы, этаноламины и одоранты на основе местного сырья, и применение присадок на их основе в нефтегазопереработке.

Задачи исследования:

разработка способов получения органических соединений, таких как деэмульгаторы, этаноламины и одоранты на основе местных сырьевых ресурсов, определение оптимальных условий их синтеза;

определение состава и физико-химических свойств многокомпонентных одорантов;

определение состава и физико-химических свойств деэмульгаторов;

определение влияния, полученных деэмульгаторов, на физико-химические свойства водо - нефтяной эмульсии;

определение оптимальных условий получения метилдиэтанолamina на основе местного сырья;

разработка и внедрение технологии синтеза одорантов на основе местных сырьевых ресурсов.

Объектом исследования являются поликарбоксилаты, этилен, оксид этилена, этанол, сероводород, ненасыщенные угольные кислоты и их сложные эфиры, хлорид аммония, формалин, метиламины.

Предметом исследования является получение высокоэффективных деэмульгаторов, на основе реакционно-активных азот, кислород и серосодержащих органических соединений, одорантов, придающих природному газу специфический запах, и этаноламинов.

Методы исследования. Физико-химические свойства и химический состав органических соединений, таких как деэмульгаторы, этаноламины и отдушки, были изучены методами ИК, УФ и масс-спектрологии.

Научная новизна исследования заключается в следующем:

разработаны новые методы производства органических соединений, таких как деэмульгаторы, этаноламины и одорантов на основе местного сырья, определены оптимальные условия их синтеза;

определен состав, физико-химические и эксплуатационные свойства многокомпонентных одорантов;

определены состав и физико-химические свойства деэмульгаторов на основе поликарбонатов и алкилбензолсульфоновой кислоты;

определено влияние полученных деэмульгаторов на физико-химические свойства нефтяных эмульсий из различных месторождений;

определены оптимальные условия для метилдиэтанолamina;

разработана и внедрена технология синтеза одорантов на основе местных сырьевых ресурсов.

Практические результаты исследования.

разработана технология получения одорантов с высокой интенсивностью, нового многокомпонентного состава, способного придавать особый запах природному газу;

разработана технология получения высокоэффективных деэмульгаторов, позволяющих разделять масляные и водные эмульсии;

предложены оптимальные условия получения метилдиэтанолamina на основе местного сырья.

Достоверность результатов исследований. Достоверность результатов исследования объясняется тем, что состав и структура синтезированных соединений подтверждены методами ИК-, УФ- и масс-спектрологии, полученные результаты масс-спектрологии сопоставлены с данными международных баз данных, результаты ИК-, УФ- и масс-спектрологических анализов согласуются с усиленными экспериментально-промышленными испытаниями.

Научная и практическая значимость результатов исследования.

Научная значимость результатов исследований объясняется химическим обменом полимеров на основе местного сырья, а также определением метода получения высокоэффективных деэмульгаторов на основе поликарбонатов, предлагающим оптимальные условия синтеза, определяющим правомерность эффективности разрушения нефтяных эмульсий.

Практическая значимость исследования подтверждается внедрением в Ташкентском МГБ одорантов, которые могут быть использованы для придания специфического запаха природному газу на основе местного сырья, и деэмульгаторов, полученных на основе местного сырья «Муборакнефтегаз».

Внедрение результатов исследования.

На основе научных результатов внедрены полученные при разработке технологии производства органических соединений, такие как деэмульгаторы, этаноламины и отдушки на основе местного сырья:

деэмульгаторы на основе поликарбонатов внедрены в процесс дробления нефтяных эмульсий с различных месторождений, принадлежащих

ООО «Муборакнефтегаз». (Справка АО «Узкимёсаноат» от 12.06.2020 № 02-2733). В результате удалось сократить импорт деэмульгаторов, используемых при разложении нефтяных эмульсий;

деэмульгаторы на основе алкилбензосульфоновой кислоты внедрены в процесс разрушения нефтяных эмульсий различных нефтяных месторождений ООО «Муборакнефтегаз». (Справочный номер АО «Узкимёсаноат» от 12.06.2020 № 02-2733). В результате можно производить деэмульгаторы, используемые при разложении высококачественных нефтяных эмульсий, со степенью дегидратации до 98%;

были получены и внедрены на практику в Ташкентском УМГ многокомпонентные органические соединения со специфическим запахом природного газа на основе местного сырья. (Справочный номер АО «Узкимёсаноат» от 12.06.2020 № 02-2733). Это позволило производить импортные одоранты для газоперерабатывающей промышленности на основе местного сырья.

Апробация результатов исследования. Результаты исследования были доложены и обсуждены на 5-ти международных и 8-ми республиканских научно-практических конференциях.

Опубликованность результатов исследования. По теме диссертации опубликовано всего 29 научных работ. Из них 12 научных статей, в том числе 9 в республиканских и 3 в зарубежных журналах, рекомендованных Высшей Аттестационной Комиссией Республики Узбекистан для публикации основных научных результатов докторских диссертаций.

Структура и объем диссертации. Структура диссертации состоит из введения, пяти глав, заключения, списка использованной литературы, приложений. Объем диссертации состоит из 173 страниц.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

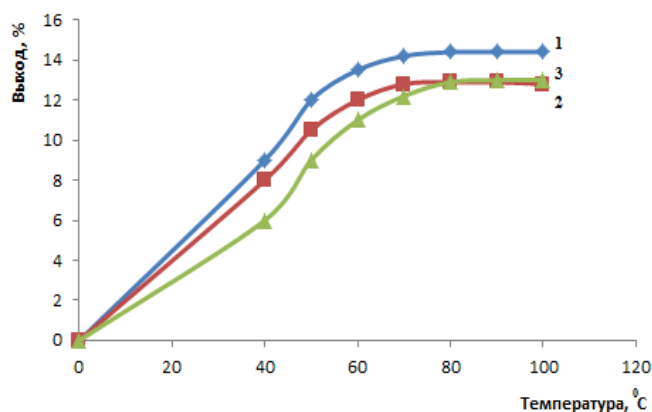
В введении обосновывается актуальность и востребованность проведенного исследования, цель и задачи исследования, характеризуются объект и предмет, показано соответствие исследования приоритетным направлениям развития науки и технологии республики, излагаются научная новизна и практические результаты исследований, раскрываются научная и практическая значимость полученных результатов, внедрение в практику результатов исследования, сведения по опубликованным работам и структуре диссертации.

В первой главе диссертации **«Обзор исследований в области синтеза деэмульгаторов, одорантов и этаноламинов»** проведена сравнительная характеристика анализов физико-химических основ синтеза N, O, S содержащих соединений, также приведены анализы литературных материалов по изучению этаноламинов, одорантов и деэмульгаторов для разрушения нефтяных эмульсий.

Во второй главе диссертации **«Исследование синтеза деэмульгаторов, одорантов и этаноламинов»** приведены результаты по исследованию синтеза этаноламинов, деэмульгаторов и одорантов.

Для синтеза деэмульгатора ДЭ-2 использован гидролизованный полиакрилонитрил. В отличие от традиционного гидролизованного полиакрилонитрила, был проведен гидролиз полиакрилонитрила полностью, до образования COONa групп, но в структуре полученного присутствует $-\text{CONH}_2$. Была проведена нейтрализация полученного гидролизованного полиакрилонитрила до pH 8-9 соляной кислотой. При этом образуются $-\text{COOH}$ группы, которые легко реагируют с окисью этилена.

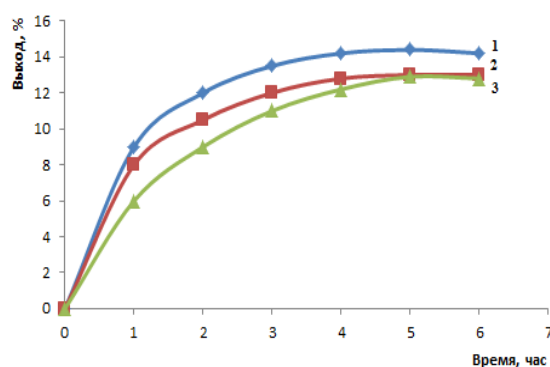
В процессе получения ДЭ-2, температура играет особую роль. Ниже на рисунке показана зависимость выхода ДЭ-2 от температуры реакции.



Мольное соотношение гидролизованного полиакрилонитрила и окиси этилена: 1-1:8; 2-1:5; 3-1:2.

Рис. 1. Зависимость выхода ДЭ-2 от температуры.

Как видно на рисунке 1, при получении ДЭ-2, оптимальное соотношение компонентов равно 1:8, а оптимальная температура 80 °С. С увеличением температуры в реакторе, давление увеличивается. Увеличение давления зависит не только от температуры, но и от количества окиси этилена.



Соотношение гидролизованного полиакрилонитрила и окиси этилена; 1-1:8; 2-1:5; 3-1:2.

Рис. 2. Зависимость выхода ДЭ-2 от времени.

При этих условиях выход ДЭ-2 составляет 14.4 %. Самый высокий сухой остаток получается при соотношении начальных продуктов 1:2, но деэмульгирующий эффект (или качество) полученных ДЭ-2 является низким. Была выбрана оптимальная температура для получения ДЭ-2 - 80 °С.

В производстве химических продуктов важную роль играет время проведения реакции. Для этого случая были выбраны четыре соотношения начальных продуктов. Ниже на рисунке показана зависимость выхода ДЭ-2 от времени реакции при температуре 80 °С.

На рисунке 2, 14.4 %-ный выход ДЭ-2 получается при проведении реакции при оптимальных условиях в течение 5 часов. Дальнейшее продолжение реакции при этих условиях приводит к уменьшению выхода. Это обуславливается усилением параллельных реакций (таких как сшивание, разложение, межмолекулярное взаимодействие и др.), которые приводят к снижению деэмульгирующего эффекта олигомерных деэмульгаторов.

Таким образом, оптимальными условиями получения ДЭ-2, является проведение реакции при температуре 80 °С в течение 5 часов при соотношении начальных продуктов 1:8. Продукт, полученный при этих условиях, имеет очень хороший деэмульгирующий эффект. Дальнейшие исследования влияния ДЭ-2, на свойства нефтяной эмульсии, проводятся продуктом, полученным при выше указанных условиях.

В химической структуре ДЭ-2 содержатся обе ($-\text{COONa}$ и $-\text{COOH}$) функциональные группы. На рисунке 3 отражены полосы поглощения функциональных групп, которые содержат в своей структуре полученный гидролизованный полиакрилонитрил.

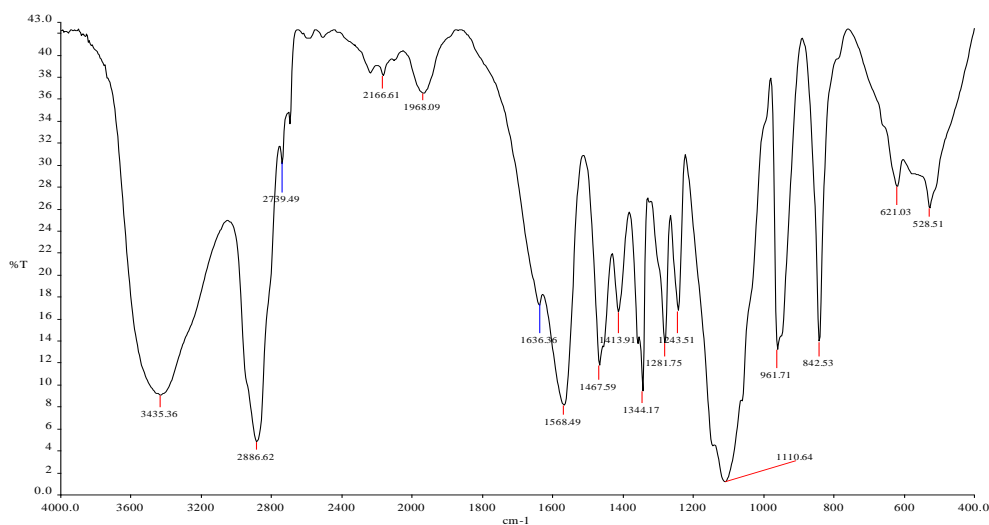
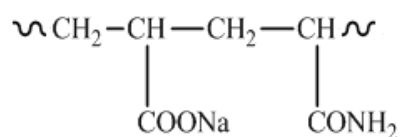


Рис. 3. ИК – спектр полученного ДЭ-2

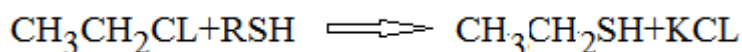
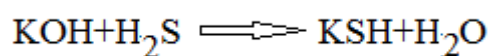
На ИК – спектре рисунка 3 видны полосы поглощения, проявляющиеся в области $1550 - 1610 \text{ см}^{-1}$, характерные для асимметрических валентных колебаний функциональных групп $-\text{COONa}$. У функциональной группы $-\text{COONa}$ имеются полосы поглощения, характерные для симметрических валентных колебаний в области 1400 см^{-1} . Кроме того, проявляющиеся полосы поглощения в области $3000 - 3200 \text{ см}^{-1}$ показывают, что в структуре сырья имеются функциональные группы $-\text{CONH}_2$. Исходя из ИК – спектра на рис. 3. можно сказать, что структура состоит, в основном, из следующих функциональных групп.



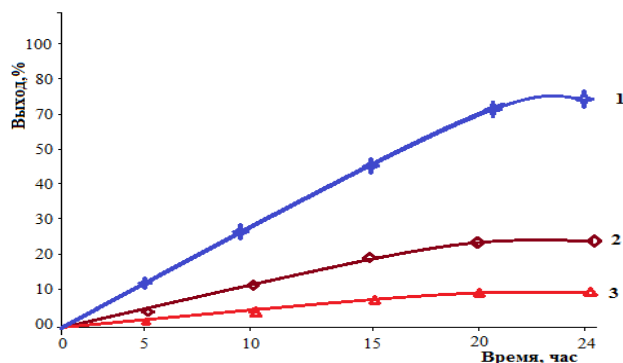
Эти функциональные группы не вступают в реакцию с окисью этилена.

Полосы поглощения в области 1300-1200 и 1413 см^{-1} , характерны для функциональных групп – COOH. Эти функциональные группы вступают в реакцию с окисью этилена, но не полностью. Полосы поглощения в области 1243 см^{-1} , характерны для сложных эфирных групп, которые образовались при взаимодействии функциональных групп – COOH с окисью этилена. Полосы поглощения в области 1150-1070 см^{-1} , характерны для простых эфирных связей, которые образовали между собой две молекулы окиси этилена.

Хлористый этил пропускают через спиртовой раствор KSH, который получают следующим методом: в спиртовой раствор едкого калия, охлаждаемый ледяной водой, пропускают сероводород до насыщения. Через 24 часа раствор отфильтровывают от выпавших сульфидов тяжелых металлов. На 36 г KSH следует взять 33 г хлористого этила (из 50 мл спирта). Реакционную смесь разбавляют пятикратным количеством воды, отделяют в делительной воронке выделившийся этилмеркаптан, сушат его над безводным CaCl_2 и перегоняют, собирая фракцию, кипящую при 71-74 $^{\circ}\text{C}$.



На выход полученного этилмеркаптана влияет температура, время, соотношение компонентов и использование катализатора. Наибольший выход меркаптана получился при соотношении компонентов гидросульфида калия и хлористого этила равным 1:1. в течение 24 часов при температуре 22 $^{\circ}\text{C}$ (рис.4).

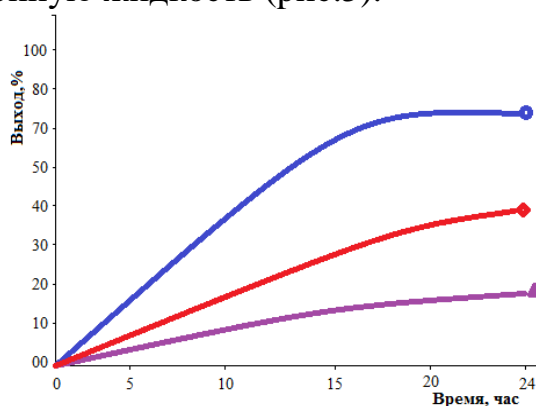


1). 1: 1. 2). 2:1. 3). 1:2.

Рис. 4. Зависимость выхода этилмеркаптана от соотношения исходных веществ и от времени при температуре 22 $^{\circ}\text{C}$.

Синтез этилмеркаптана при температуре 22°C в течение 24 часов проводили с различными катализаторами. Изучали производительность реакции.

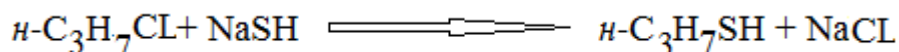
Высокоэффективным получился выход реакции при использовании в качестве катализатора ионную жидкость (рис.5).



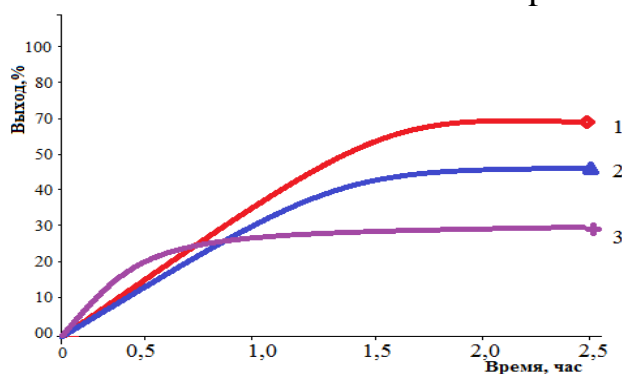
1- ионная жидкость; 2- оксид алюминия; 3-оксид цинка.

Рис. 5. Влияние катализатора на производительность реакции при 22°C.

Хлористый пропилен пропускают через спиртовой раствор NaSH, который получают следующим методом: в спиртовой раствор едкого натрия, охлаждаемого ледяной водой, пропускают сероводород до насыщения. Через 24 часа раствор отфильтровывают от выпавших сульфидов тяжелых металлов. На 36 г NaSH следует взять 33 г хлористого пропилена. Реакционную смесь разбавляют пятикратным количеством воды, отделяют в делительной воронке выделившийся пропиленмеркаптан, сушат его над безводным CaCl₂ и перегоняют, собирая фракцию.



На выход полученного пропиленмеркаптана влияет температура, время, соотношение компонентов и использование катализатора.

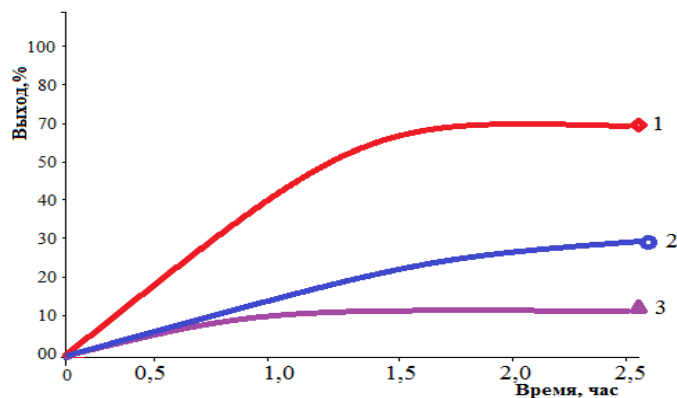


1). 1: 1. 2). 2:1. 3). 1:2.

Рис. 6. Зависимость выхода пропиленмеркаптана от соотношения исходных веществ и от времени, температура 45°C.

Наибольший выход меркаптана получился при соотношении компонентов гидросульфида натрия и хлористого пропила равным 1:1. в течение 2,5 часов при температуре 45°C (рис.6).

Синтез пропилмеркаптана при температуре 45°C в течение 2,5 часов проводили с различными катализаторами. Изучали производительность реакции. Высокоэффективным получился выход реакции при использовании в качестве катализатора ионную жидкость (рис.7).



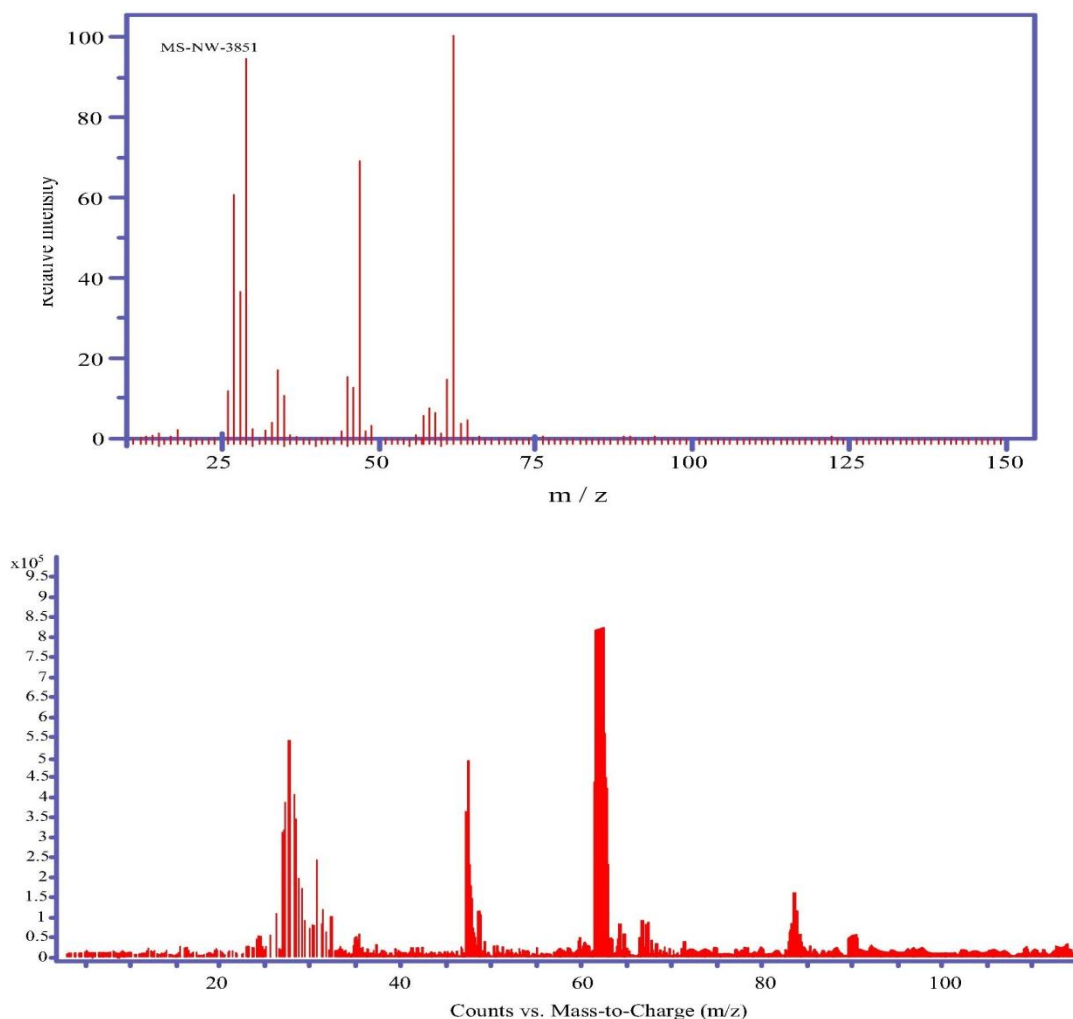
1- ионная жидкость; 2- оксид алюминия; 3-оксид цинка.

Рис. 7. Влияние катализатора на производительность реакции при 45°C.

Один из точнейших методов идентификации веществ является масс-спектрометрия. Масс-спектр дискретен, потому что масса любой молекулы — это сумма масс всех её атомов. На масс-спектр при анализе могут влиять особенность ионизации, сама природа вещества и некоторые вторичные процессы: например, неупругое рассеивание и метастабильные ионы. При ионизации маленькие молекулы, как правило, получают один отрицательный и один положительный заряд. Полученные меркаптаны были изучены с помощью масс-спектрометрии.

В масс-спектрах этилмеркаптана (рис.8) можно увидеть несколько пиков, таких как 26-29, 34, 44-47, 58 и 62 а.е.м. Выше приведен спектр этил меркаптана, в котором пик на массе 62 а.е.м. — это молекулярный ион, остальные пики на массе 29 а.е.м. — это основной ион $\text{H}_3\text{C}-\text{CH}_2$, который образовался при отрыве группы SH от основной молекулы, пик на массе 47 — это фрагмент, образовавшийся при отрыве группы H_3C от основного иона, сама эта группа образует пик на массе 15 а.е.м.

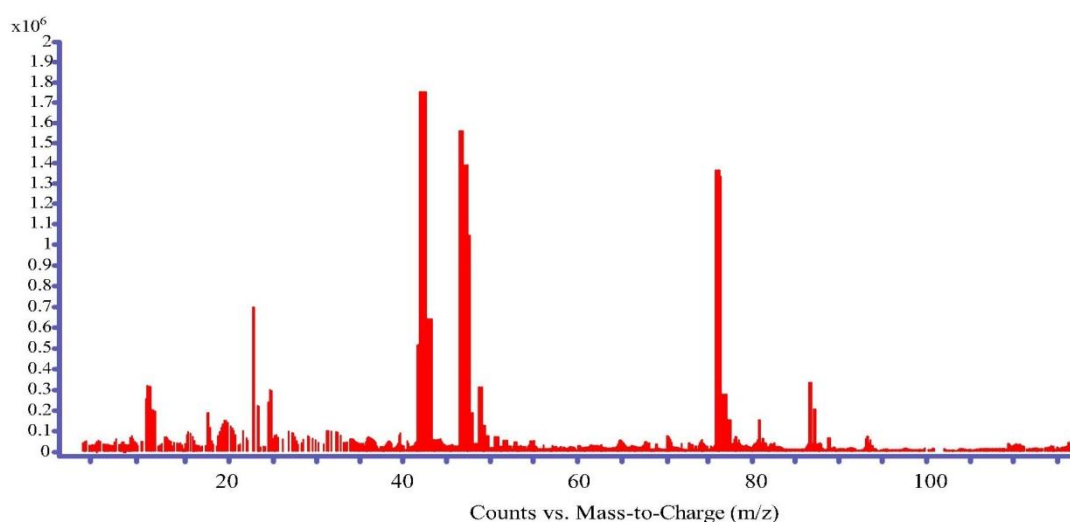
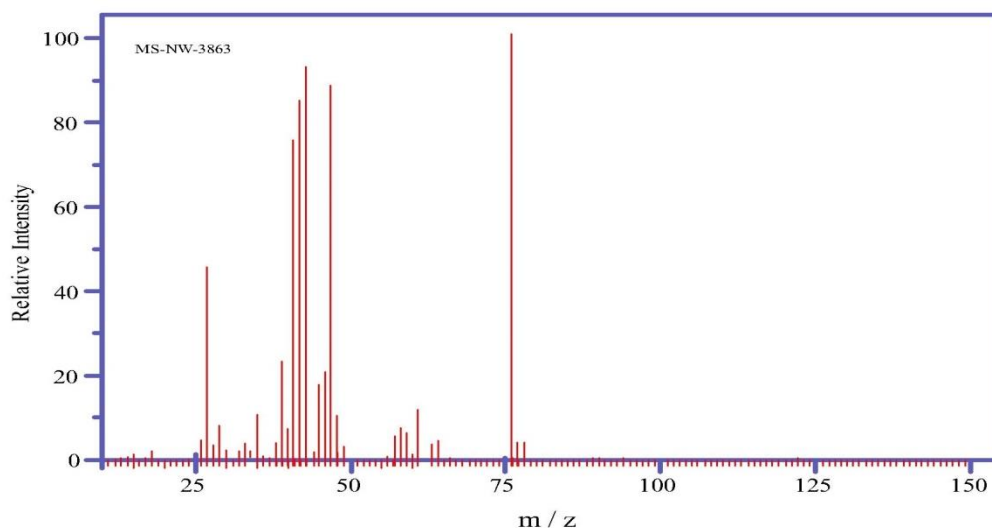
Пик на массе 62 а.е.м, который принадлежит молекулярному иону, достаточно интенсивный. Это можно объяснить возможностью ионизации молекулы этилмеркаптана.



1. Масс-спектры этилмеркаптана (из базы <https://sdb.sdb.aist.go.jp>);
2. Масс-спектры полученного этилмеркаптана

Рис. 8. Результаты исследования масс-спектрологии

В масс-спектрах пропилмеркаптана (рис. 9) можно увидеть несколько пиков, таких как 13, 16, 27, 38-45, 47, 58, 61 и 76. Выше приведен спектр пропил меркаптана, в котором пик на массе 76 а.е.м. – это молекулярный ион, остальные пики на массе 43 а.е.м. – это основной ион $\text{H}_3\text{C}-\text{CH}_2-\text{CH}_2$, который образовался при отрыве группы SH от основной молекулы, пик на массе 45 – это фрагмент, образовавшийся при отрыве группы H_3C от основного иона, сама эта группа образует пик на массе 16 а.е.м., пик на массе 28 а.е.м. скорее всего принадлежит фрагменту $\text{C}=\text{O}$, а на массе 29 а.е.м. – это с большой вероятностью фрагмент $\text{O}=\text{C}-\text{OH}$. Пик на массе 76 а.е.м, который принадлежит молекулярному иону, достаточно интенсивный. Это можно объяснить возможностью ионизации молекулы пропилмеркаптана. Полученные данные были сравнены с базой Японского национального университета фундаментальной технологии. В результате сравнения выяснилось, что полученные масс спектры почти идентичны с масс спектрами на базе (рисунок 9).

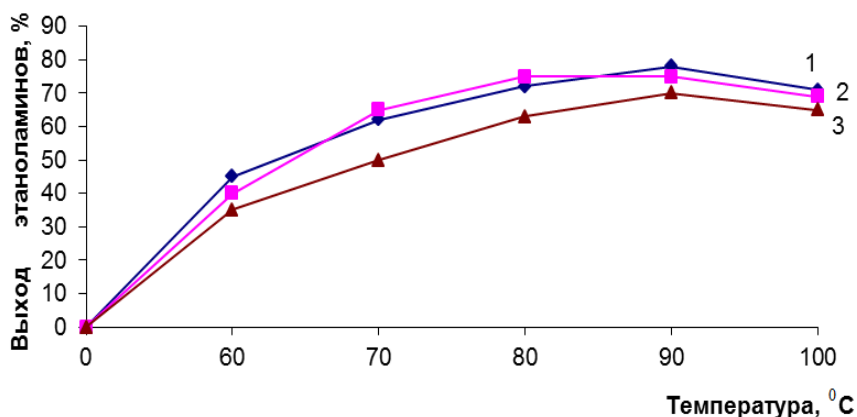


1. Масс-спектры пропилмеркаптана (из базы <https://sdfs.db.aist.go.jp>); 2. Масс-спектры полученного пропилмеркаптана

Рис. 9. Результаты исследования масс-спектропии

Изучение синтеза этаноламинов из этиленхлоргидрина. В реактор, снабженный манометром и электрическим нагревом, помещают водные растворы этиленхлоргидрина и аммиака. Крышка реактора плотно закрывается с помощью специальной прокладки. После этого начинаем нагревать реактор до температуры 90 °С, при этом давление поднимается до 6-7 атм. После 1 часа давление начинает снижаться, в это время температуру доводят до 100 °С и держат при этой температуре ещё 2 часа. Полученная реакционная смесь перегоняется. Соотношение этиленхлоргидрина с аммиаком, по литературным данным, изменяется от 1:2 до 1:20. При этом получают продукты, содержащие разные количества этаноламинов. Исходя из этого, выбирается нужное соотношение для получения требуемых этаноламинов.

На рисунке 10 показана зависимость выхода этаноламинов от температуры при соотношении этиленхлоргидрина с аммиаком: 1-1:10; 2- 1:5; 3- 1:2

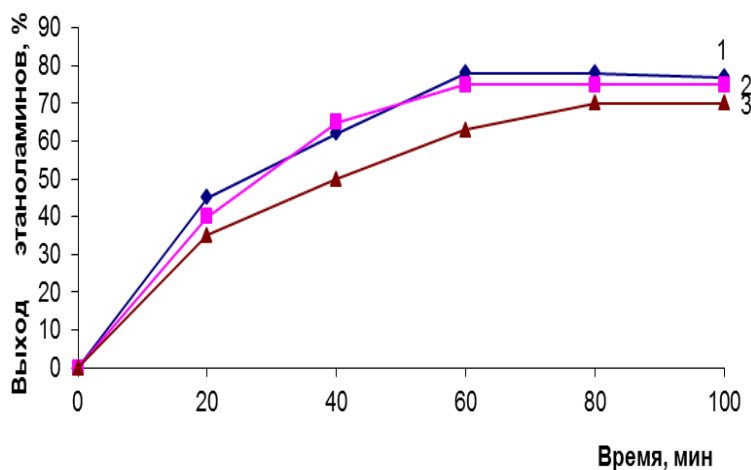


1-1:10; 2- 1:5; 3- 1:2.

Рис. 10. Зависимость выхода этаноламинов от температуры при соотношении этиленхлоргидрина с аммиаком

Как видно из рисунка 10, оптимальная температура для высокого выхода этаноламинов из этиленхлоргидрина является 90 °С. Последующее увеличение температуры приводит к уменьшению выхода этаноламинов.

Температура является одним из важных параметров для получения этаноламинов из этиленхлоргидрина. На рисунке 10 показана зависимость выхода этаноламинов от времени при температуре 90 °С и при соотношении этиленхлоргидрина с аммиаком: 1-1:10; 2- 1:5; 3- 1:2.



1-1:10; 2- 1:5; 3- 1:2.

Рис. 11. Зависимость выхода этаноламинов от времени при температуре 90 °С и при соотношении этиленхлоргидрина с аммиаком

Как видно из рисунка 11, высокий выход этаноламинов получается при всех соотношениях этиленхлоргидрина с аммиаком, через 60 мин при температуре 90 °С.

На представленных рисунках был показан выход этаноламинов, состоящий из трех представителей этаноламинов.

Таблица 1

Количество этаноламинов в составе продуктов, полученных при температуре 90⁰С в течение 60 мин

Наименование	Соотношение этиленхлоргидрина с аммиаком		
	1:2	1:5	1:10
	Количество этаноламинов в составе полученных продуктов, %		
Моноэтаноламин	40	40	60
Диэтаноламин	40	50	35
Триэтаноламин	20	10	5

С изменением соотношения начальных компонентов можно увеличить выход нужных этаноламинов. При необходимости, увеличить выход высших этаноламинов, проводится повторное оксиэтилирование с этиленхлоргидрином.

Как видно из таблицы 1, во всех соотношениях выход триэтаноламина самый низкий. Самый высокий выход диэтаноламина при соотношении этиленхлоргидрина и аммиака 1:5. Выход моноэтаноламина самый высокий при соотношении этиленхлоргидрина и аммиака 1:10. При необходимости увеличения выхода диэтаноламина, который имеет широкую область применения, полученный первичный продукт повторно оксиэтилируется этиленхлоргидрином.

В третьей главе «Анализ эксплуатационных свойств деэмульгаторов, одорантов и этаноламинов» приведены результаты изучения основных эксплуатационных свойств полученных соединений.

В результате проведенных экспериментов установлено, что на первой стадии термохимической обработки получена нефть, соответствующая первой группе подготовленной нефти. После повторной термохимической обработки при тех же условиях была получена нефть, готовая к дальнейшей переработке на НПЗ.

В табл. 2 также приведены условия обработки водонефтяных эмульсий и свойства обработанных нефтей при использовании деэмульгаторов, разработанных нами.

Приведённые в табл.2 данные показывают, что степень подготовки всех типов нефти при использовании разработанного нами деэмульгатора выше, чем известного.

Деэмульгаторы, предназначенные для внедрения на объектах добычи, сбора, подготовки и транспорта углеводородного сырья месторождения Тошли, были испытаны в лабораторных условиях. Деэмульгаторы являются многотипными, пригодными для разрушения различных типов водонефтяных эмульсий. Представляют собой композиционные составы на основе поверхностно-активных веществ, растворенных в органических растворителях.

Таблица 2

Сравнение эффективности действия деэмульгаторов

Показатели	Нефть							
	Подготовленная нефть Зап. Тошли		Сырая нефть месторождения Вос. Тошли		Водонефтяная эмульсия месторождения Сев. Памук		Подготовленная нефть месторождения Сев.Шуртан	
Деэмульгатор	Кемеликс 3307 Х	Разработанный	Кемеликс 3307 Х	Разработанный	Кемеликс 3307Х	Разработанный	Кемеликс 3307 Х	Разработанный
Температура, °С	80	80	80	80	60	60	80	80
Давление, атм	1	1	1	1	1	1	1	1
Расходная норма, г/т	10	5	30	30	30	30	14	10
Степень обезвоживания, %	93	95,5	86	96	93,4	98	92	95
Остаточное содержание солей в обезвоженной нефти, мг/дм ³	<2	<2	67	51	39	20	<2	<2
Время разделения эмульсии, мин	60	60	60	60	180	180	120	120

Испытуемый деэмульгатор представляет собой композиционный состав на основе блоксополимеров окиси этилена и предназначен для обезвоживания и обессоливания нефтяных эмульсий в процессе сбора и подготовки нефти на промыслах.

Получение одоранта для природного газа из углеводородов может найти применение в газовой промышленности для одоризации природных и сжиженных газов коммунально-бытового и промышленного назначения. Описывается способ получения одоранта, включающий экстракцию меркаптанов из углеводородов водным раствором щелочи, десорбцию меркаптанов кипячением полученного меркаптидного щелочного раствора, конденсацию парогазовой смеси с выделением одоранта, его последующую осушку и фракционирование осушенного одоранта двухступенчатой ректификацией с последующей конденсацией обогащенного этилмеркаптаном одоранта. Одорант, полученный по способу-прототипу, представляет собой смесь меркаптанов следующего состава, % масс.:

Таблица 3

Составы одорантов

Наименование компонента	Пример 1. Соотношение	Пример 2. Соотношение	Пример 3. Соотношение
	мас. %	мас. %	мас. %
Метилмеркаптан	10	5	2
Этилмеркаптан	35	75	90
Пропилмеркаптан	25	10	4
Бутилмеркаптан	30	10	4
Всего	100	100	100

Методы определения интенсивности запаха. Стандарт распространяется на газ для коммунально-бытового потребления и устанавливает методы определения интенсивности запаха. Сущность методов заключается в оценке интенсивности запаха газовой смеси, создаваемой в комнате-камере (таб.4).

Таблица 4

Интенсивность запаха предлагаемого и известного одорантов в баллах при различных концентрациях. ГОСТ 22387.5-77

Наименование одоранта	Концентрация одоранта в газе, мг/м ³	Интенсивность запаха в баллах через, мин		
		0	1	2
Предлагаемый одорант состав*				
- согласно примера 1	16	3,5	3,5	3,3
- согласно примера 2	16	3,7	3,3	3
- согласно примера 3	16	3,7	3	2,9

* - состав одоранта см. в табл.2

Одоранты, применяемые для придания сигнального запаха природным топливным газам, могут быть использованы в газовой промышленности. Одорант для природного газа включает этилакрилат, метилакрилат при следующем соотношении компонентов, мас. %:

Таблица 5

Составы одорантов

Наименование компонента	Пример 1. Соотношение	Пример 2. Соотношение	Пример 3. Соотношение
	мас. %	мас. %	мас. %
Этилмеркаптан	25	35	20
Бутилмеркаптан	35	25	20
Этилакрилат	30	20	35
Метилакрилат	10	20	25
Всего	100	100	100

Методы определения интенсивности запаха. Стандарт распространяется на газ для коммунально-бытового потребления и устанавливает методы определения интенсивности запаха. Сущность методов заключается в оценке интенсивности запаха газовоздушной смеси, создаваемой в комнате-камере таб.6.

Таблица 6

Интенсивность запаха предлагаемого и известного одорантов в баллах при различных концентрациях. ГОСТ 22387.5-77

Наименование одоранта	Концентрация одоранта в газе, мг/м ³	Интенсивность запаха в баллах через, мин		
		0	1	2
Предлагаемый одорант состав*				
- согласно примера 1	16	3,3	3,3	3
- согласно примера 2	16	3,5	3	3
- согласно примера 3	16	3	3	2,8

* - состав одоранта см. в табл.4

Одорант для природного газа включает этилакрилат, метилакрилат, метилпиперазин, а в качестве азотосодержащего соединения - пиридин, при следующем соотношении компонентов, мас. %:

Таблица 7

Составы одорантов

Наименование компонента	Пример 1.	Пример 2.	Пример 3.
	Соотношение мас. %	Соотношение мас. %	Соотношение мас. %
Тиомочевина	4	5	5
Метилакрилат	35	45	50
Этилакрилат	50	40	40
Пиридин	11	10	5
Всего	100	100	100

Таблица 8

Интенсивность запаха предлагаемого и известного одорантов в баллах при различных концентрациях. ГОСТ 22387.5-77

Наименование одоранта	Концентрация одоранта в газе, мг/м ³	Интенсивность запаха в баллах через, мин		
		0	1	2
Предлагаемый одорант Состав*				
- согласно примера 1	16	3	3	2,8
- согласно примера 2	16	3	2,9	2,8
- согласно примера 3	16	3	2,8	2,5

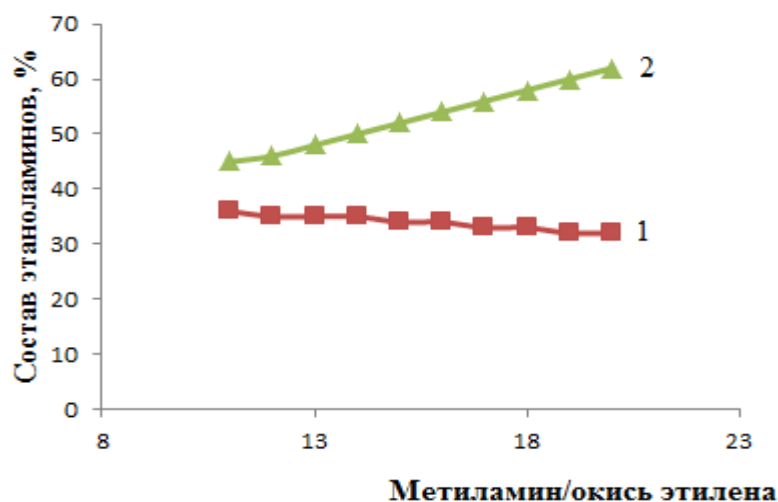
* - состав одоранта см. в табл.6

Методы определения интенсивности запаха. Стандарт распространяется

на газ для коммунально-бытового потребления и устанавливает методы определения интенсивности запаха. Сущность методов заключается в оценке интенсивности запаха газовой смеси, создаваемой в комнате-камере (таб.8.)

Синтез метиламина. 50 г хлористого аммония и 100 г 40 % -ного водного раствора формальдегида нагревают постепенно в дистилляционной колбе с термометром, шарик которого опущен в жидкость. Температура медленно поднимается до 104 °С и держится на этом уровне до тех пор, пока вся летучая жидкость не будет отогнана, на что требуется около 4,5 часов. Содержимое колбы охлаждают, отфильтровывают от хлористого аммония. Удаление хлористого аммония можно произвести полностью вследствие очень плохой его растворимости в концентрированном растворе хлоргидрата метиламина. Жидкость выпаривают дальше до тех пор, пока в горячем состоянии на поверхности не начнет образовываться кристаллическая пленка. Чистый хлоргидрат метиламина после охлаждения отфильтровывают. Выход около 76 %. Газообразный метиламин можно получить взаимодействием хлоргидрата метиламина с гидроксидом натрия.

В производстве метилэтанолamines имеет большое значение количественное содержание этаноламинов в полученном продукте. Исходя из этого, большинство производителей метилэтанолamines направили свои технологии на получение метилдиэтанолamines. Для увеличения выхода метилдиэтанолamines в реакционную смесь добавляется метилмоноэтаноламин.

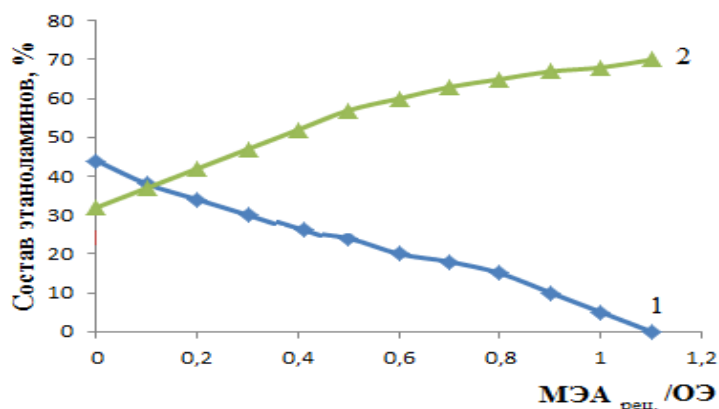


1-Метилдиэтаноламин; 2-метилмоноэтаноламин.

Рис. 12. - Расчетная зависимость состава этаноламинов в реакторе смешения от соотношения аммиака и оксида этилена в отсутствие рецикла ММЭА при температуре 70 °С

На рисунке 12 показана расчетная зависимость состава метилэтанолamines в реакторе смешения от соотношения метиламина и оксида этилена. Метиламин был получен на основе хлористого аммония и

формалина, а оксид этилен был получен на основе этилена. Реактор типа автоклава и выдерживает давление 10-15 атм.



1- Метилмоноэтаноламин; 2- Метилдиэтаноламин.

Рис. 13. - Расчетная зависимость состава этаноламинов в реакторе смешения от соотношения метиламина и оксида этилена при $ММЭА_{рец.}/ОЭ= 10$ и температуре $70\text{ }^{\circ}\text{C}$

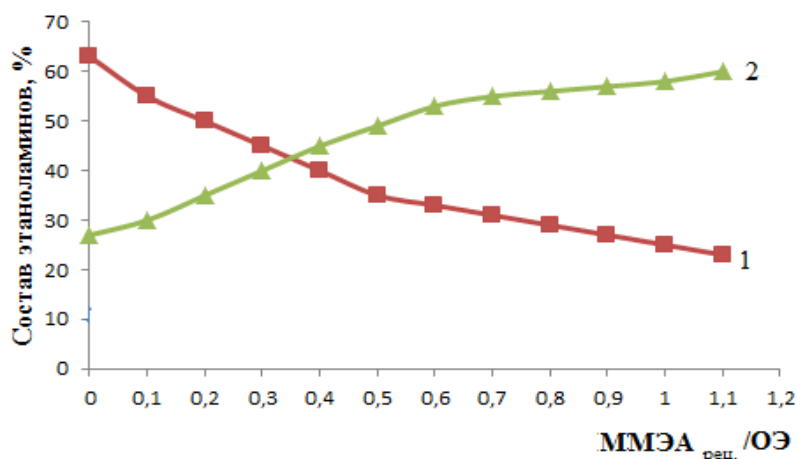
Как видно из рисунка 12, при отсутствии рецикла метилмоноэтаноламина (ММЭА) полученный продукт содержит большое количество ММЭА. На рисунке 3.17 показана расчетная зависимость состава этаноламинов в реакторе смешения от соотношения метиламина и оксида этилена.

Как видно из рисунка 13, с увеличением количества метилмоноэтаноламина в рецикле увеличивается выход метилдиэтаноламина, а выход метилмоноэтаноламина снижается, за счет повторного оксиэтилирования метилмоноэтаноламина.

Зависимость состава этаноламинов, для рассматриваемого варианта, от величины рецикла метилмоноэтаноламина в реакторе вытесняется одорант. При значении параметра, который соответствует 3,2 кг рециклируемого метилмоноэтаноламина на 1 кг исходного оксида этилена, получаются этаноламины состава ММЭА:МДЭА =42:58 % масс., что свидетельствует об очень ограниченной области применения такой схемы процесса.

Объективно, рецикл моноэтаноламина, приемлемый для сегодняшних производственных условий, отражающих рыночную стоимость индивидуальных этаноламинов и допустимые значения энергетических затрат, находится на уровне 2 кг/кг. При такой величине рецикла моноэтаноламина содержание диэтаноламина составляет около 43%масс. Увеличить долю метилдиэтаноламина можно, путем распределения ввода рециклируемого моноэтаноламина.

На рисунке 14 показано расчетная зависимость состава этаноламинов в реакторе смешения от соотношения метиламина и оксида этилена при $ММЭА_{рец.}/ОЭ= 21$.



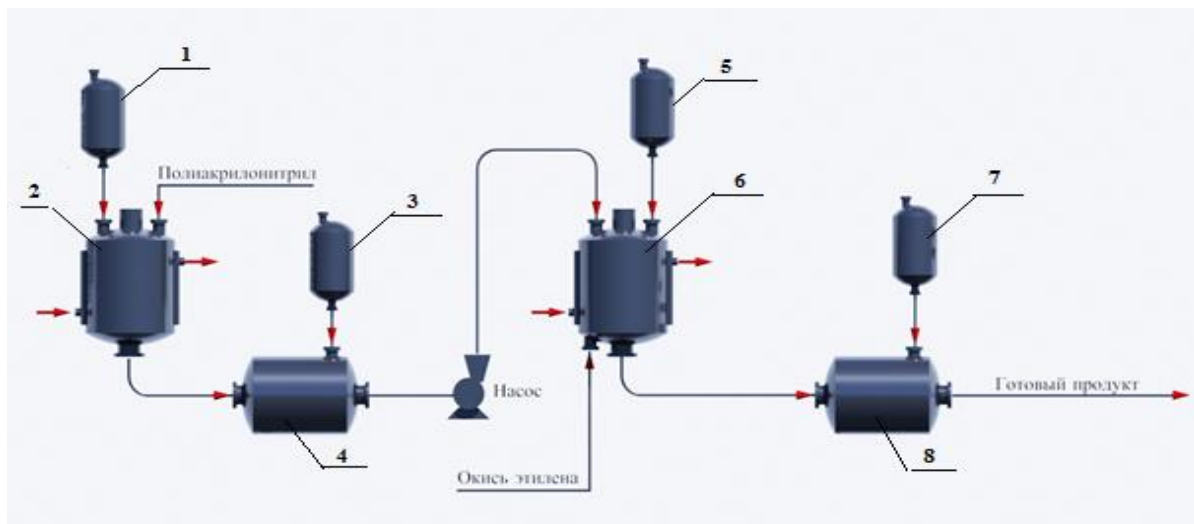
1- Метилмоноэтаноламин; 2- Метилдиэтаноламин.

Рис. 14. - Расчетная зависимость состава этаноламинов в реакторе смешения от соотношения метиламина и оксида этилена при $ММЭА_{рец.}/ОЭ= 21$ и температуре $70\text{ }^{\circ}\text{C}$

Как видно из рисунка 14, увеличение количества метилмоноэтаноламина в рецикле не приводит к увеличению количества метилдиэтаноламина.

Для получения смеси с большим содержанием МДЭА осуществляют возврат ММЭА в реакторы смешения и вытеснения.

В четвертой главе диссертации приведены «Технология производства деэмульгаторов, одорантов, этаноламинов и их технико – экономическое обоснование, экологическая точка зрения, как зеленая технология» и разработан технологический процесс производства деэмульгаторов в ООО ТНИИХТ.



1- бункер для едкого натра; 2- реактор для получения гидролизованного полиакрилонитрила; 3-бункер для соляной кислоты; 4- осадитель; 5-бункер для катализатора; 6-реактор для получения деэмульгатора; 7 – бункер для муравьиной или уксусной кислоты; 8- Емкость для дезактивации катализаторов.

Рис. 15. Технологическая схема получения деэмульгатора.

Для получения деэмульгатора предложенным методом (рис.15), сначала в реактор 2 подается полиакрилонитрил и 30 %-ный водный раствор

едкого натра. В течение 8 часов при температуре 100 °С и при атмосферном давлении получается гидролизованный полиакрилонитрил. Полученный гидролизованный полиакрилонитрил из реактора 2 поступает в реактор 4.

В реакторе 4 осаждается соляной кислотой чистая акриловая кислота. Полученная акриловая кислота из реактора 4 поступает в реактор 6. В реактор 6 в реакционную смесь наливаем водный раствор или жидкую окись этилена, и добавляем катализатор в количестве 1-2% от общей массы реакционной смеси.

Потом плотно закрываем крышку автоклава, нагреваем его до 80 °С. При этом давление повышается от 6 до 8 кгс/см². Реакционную смесь выдерживаем при этой температуре 5 часов. После этого реакционная смесь поступает в реактор 8. Здесь катализатор дезактивируется муравьиной или уксусной кислотой.

Таблица 9

Материальный баланс (1 т деэмульгатора)

ПРИХОД, кг		% масс	РАСХОД, кг		% масс
1. ГИПАН,	1200	43	1. 40% -ный водный раствор деэмульгатора - 0.2 % - 1000		36
2. Соляная кислота	300	11	2. Испарилось	1600	58
3. Окись этилена	1200	43	Потери	170	6
4. Катализатор	50	2			
5. Дезактиватор	20	1			
Итого:	2770	100	Итого:	2770	100

Характеристика производимой продукции. Готовым продуктом, производимым на данной установке, является деэмульгатор на основе гидролизованного полиакрилонитрила (ГИПАН) и окиси этилена.

Полученный деэмульгатор должен соответствовать следующим требованиям (Табл. 10.)

Таблица 10

Технические требования деэмульгатора ДЭ-2

Наименование показателей	Значения показателей для добавки	
	в форме раствора	
	с ненормируемым воздухововлечением	с пониженным воздухововлечением
Внешний вид	Однородная жидкость белого цвета, допускается осадок	
Плотность при 20°С, не менее	1.09	
Массовая доля воды, % не более	60.0	
Показатель активности водородных ионов (рН), 2,5%	7.0 ±1.0	
Массовая доля ионов хлора в сухом веществе, не более	0.1	

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Показано, самым эффективным катализатором в производстве окиси этилена, являющимся основным сырьём для производства этаноламинов, считается катализатор, полученный на основе карбоната серебра.

2. Подробно рассмотрена стадия синтеза этаноламинов и оптимизация состава фракций, рекомендованы оптимальные условия коррекции состава этаноламиновых фракций на основе экспериментальных материалов для производства этаноламинов на основе специфического местного сырья.

3. Разработанная технология синтеза этаноламинов из оксида этилена, этиленхлоргидрина и аммиака дает возможность полностью исключить из процесса воду и проводить синтез при температуре, не превышающей 80°C.

4. Рекомендованы технологические режимы, обеспечивающие гибкость производства по соотношению выпускаемых продуктов МЭА, ДЭА, ТЭА.

5. Обоснован выбор оптимальных условий для получения этаноламинов и получается наилучший выход диэтанолamina с помощью рециркуляции моноэтанолamina.

6. Проведены сравнительные лабораторные испытания известного (Кемеликс 3307X) и разработанного нами деэмульгаторов на четырёх различных типах нефти (Западно Тошли, Тошли, Северный Памук, Северный Шуртан). Показано, что степень обезвоживания Западнотошли и Тошли нефтей при использовании нового деэмульгатора достигает 95,5 и 96 %, а известного 93 и 86 %, соответственно. На первой стадии подготовки нефти Тошли степень обезвоживания для нового и известного деэмульгаторов составляет 98 и 93,4 %, а на второй 95 и 93 %, соответственно.

7. Показано, что при подготовке нефти месторождения Западной Тошли и Тошли расходная норма разработанного деэмульгатора в 2-1,5 раза меньше, чем для известного и составляет 5 и 10 г/т нефти, соответственно. Отмечено, что скорость разделения водонефтяной эмульсии при использовании нового деэмульгатора выше.

8. Показано, что разработанный деэмульгатор более эффективен, чем известный. Опытно-промышленные партии нового деэмульгатора рекомендуется производить в Таш НИИХТ по действующей технологической схеме.

9. Предложена технология производства нового многокомпонентного одоранта с улучшенными свойствами из местного сырья, который рекомендуется внедрить в Ташкентском МГБ.

10. Техничко-экономический эффект предлагаемых решений по производству нового многокомпонентного одоранта обеспечивается за счет снижения удельного расхода импортного одоранта.

**ONE SCIENTIFIC COUNCIL BASED ON THE SCIENTIFIC COUNCIL
FOR AWARDING THE DEGREE DSc.16 / 30.12.2019.T.87.01 AT THE
TASHKENT SCIENTIFIC RESEARCH INSTITUTE OF CHEMICAL
TECHNOLOGY**

**TASHKENT SCIENTIFIC RESEARCH INSTITUTE OF CHEMICAL
TECHNOLOGY**

ESHMURATOV BAKHODIR BESHIMOVICH

**DEVELOPMENT OF PRODUCTION TECHNOLOGY OF HIGHLY
EFFECTIVE DEMULSIFIERS, ODORANTS AND ETHANOLAMINES
BASED ON LOCAL RAW MATERIALS**

**02.00.14 – Technology of organic substances and materials based on them
02.00.03 - “Organic chemistry”**

**DISSERTATION ABSTRACT
OF THE DOCTOR OF SCIENCE (DSc) ON TECHNICAL SCIENCES**

Tashkent – 2020

The dissertation topic of the Doctor of Science (DSc) in technical sciences is registered in the Higher Attestation Commission under the Cabinet of Ministers of the Republic of Uzbekistan under the numbers of B2020.2.DSc/T205.

The dissertation has been prepared at the Tashkent scientific research institute of chemical technology.

The abstract of dissertation in three languages (Uzbek, Russian, English (resume)) is available online www.tktiti.uz and on the website of «ZiyoNet» information-educational portal www.ziyo.net.

Supervisor: **Djalilov Abdulakhat Turapovich**
Doctor of chemical sciences, professor, academic

Official opponents: **Karimov Masud Ubaydulla ugli**
Doctor of technical sciences, Senior Scientific Scientist

Yodgorov Normukhammad
Doctor of chemical sciences

Akbarov Hamdam Ikromovich
Doctor of chemical sciences, professor

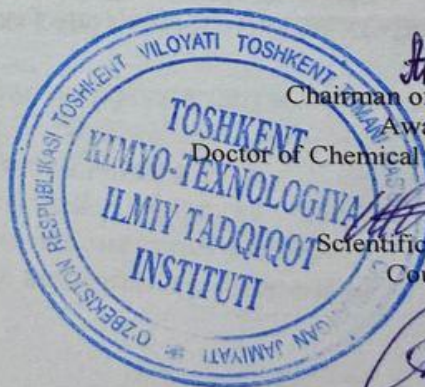
Fozilov Sadriddin Fayzullaevich
Doctor of technical sciences, professor

Leading Organization: **Institute of General and Inorganic Chemistry of the Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan**

The defense of the dissertation will take place on «19» 11 2020 at «1000» hours at a meeting one scientific council based on the scientific council for awarding the degree DSc.16 / 30.12.2019.t.87.01 at the tashkent scientific research institute of chemical technology at the address: 111116, Tashkent region, Tashkent district, pos. Ibrat n / a Shurabazar tel (+99871) 199-22-43, fax: (+99870) 965-77-16, e-mail: gup_tniixt@mail.ru.

The dissertation was registered at the Information Resource Center of the Tashkent Scientific Research Institute of Chemical Technology No. 5, which can be found in the IRC (111116, Tashkent region, Tashkent district, Shurabazar, tel.: (+99871) 199-22-43, fax : (+99870) 965-77-16, e-mail: gup_tniixt@mail.ru).

The abstract of the dissertation has been distributed on « 4 » 11 2020 year
Protocol at the register № 5 dated « 4 » 11 2020 year



Makhsuova A.S.
Chairman of the one-Scientific Council for Awarding of the scientific degrees,
Doctor of Chemical Sciences, Professor, Academic

Shirinov Sh.D.
Scientific Secretary of the one-Scientific Council for Awarding of scientific degrees, Phd tech

Beknazarov Kh.S.
Chair of the Scientific Seminar at the one-scientific council on awarding degrees Doctor of Technical Sciences, S.R.

INTRODUCTION (abstract of DSc dissertation)

The aim of research work is the development of technology for organic compounds, such as demulsifiers, ethanolamines and odorants based on local raw materials, and the use of additives based on them in oil and gas processing.

The objects of research work are polycarboxylates, ethylene, ethylene oxide, ethanol, hydrogen sulfide, unsaturated carbonic acids and their esters, ammonium chloride, formalin, methylamines.

Scientific novelty of the research work is as follows:

developed new methods for the production of organic compounds, such as demulsifiers, ethanolamines and odorants based on local raw materials, the optimal conditions for their synthesis have been determined;

determined the composition, physicochemical and operational properties of multicomponent odorants;

determined the composition and physicochemical properties of demulsifiers based on polycarboxylates and alkylbenzene sulfonic acid;

determined the effect of the obtained demulsifiers on the physicochemical properties of oil emulsions obtained from various fields;

determined the optimal conditions for methyldiethanolamine;

developed and implemented a technology for the synthesis of odorants based on local raw materials.

Implementation of the research results. On the basis of scientific results, the technologies for the production of organic compounds obtained during the development of the development, such as demulsifiers, ethanolamines and fragrances based on local raw materials, have been introduced:

demulsifiers based on polycarboxylates have been introduced into the process of crushing oil emulsions from various fields owned by «Muborakneftegaz» LLC. (Reference of JSC «Uzkimyosanoat» dated 12.06.2020 No. 02-2733). As a result, it is possible to produce demulsifiers, which are used in the development of high-quality oil emulsions, with a degree of dehydration of up to 98%;

demulsifiers based on alkylbenzenesulfonic acid have been introduced into the process of breaking oil emulsions of various oil fields of «Muborakneftegaz» LLC. (Reference number of JSC «Uzkimyosanoat» dated 12.06.2020 No. 02-2733). As a result, it was possible to reduce the import of demulsifiers used in the decomposition of oil emulsions.

multicomponent organic compounds with a specific smell of natural gas based on local raw materials were obtained and put into practice in the Tashkent UMG. (Reference number of JSC «Uzkimyosanoat» dated 12.06.2020 No. 02-2733). This allowed the production of imported odorants for the gas processing industry based on local raw materials.

Structure and volume of the dissertation. The dissertation consists of an introduction, four chapters, a conclusion, a list of used literature, an appendix, and is set out on 173 pages.

Эълон қилинган ишлар рўйхати
Список опубликованных работ
List of publications
I бўлим (I часть; I part)

1. А.Т. Джалилов, Б.Б. Эшмуратов, М.У. Каримов Исследование синтеза этаноламинов из этиленхлоргидрина // Журнал «Узбекский химический журнал» – Ташкент, 2016 г. № 4. -С. 46-52 (02.00.00; №6)
2. Б.Б. Эшмуратов, А.Т. Джалилов, М.У. Каримов Исследование синтеза этаноламинов из оксида этилена//Журнал «Узбекский химический журнал»– Ташкент, 2018 г. № 2. -С. 33-38 (02.00.00; №6)
3. Eshmuratov B.B., Karimov M.U., Djhalilov A.T. Study of optimization of synthesis methyl diethanolamine// Austrian Journal of Technical and Natural Sciences 2018 y. № 9-10 -P. 97-101 (02.00.00; №2)
4. Б.Б. Эшмуратов, А.Т. Джалилов, М.У. Каримов Изучение синтеза этаноламинов из оксида этилена и аммиака// Журнал «Композиционные материалы» 2019 г. № 4. -С.110-112 (02.00.00; №4)
5. Б.Б. Эшмуратов, А.Т. Джалилов, М.У. Каримов Исследование получения окиси этилена из этилена и этиленхлоргидрина//Журнал «Композиционные материалы» 2019 г. № 3. -С. 51-53 (02.00.00; №4)
6. Eshmuratov B.B., Karimov M.U., Djhalilov A.T. Synthesis and study of demulsifiers based on polycarboxylate ethers//Austrian Journal of Technical and Natural Sciences 2019 y. № 5-6. -P. 77-82 (02.00.00; №2)
7. Eshmuratov B.B., Karimov M.U., Djalilov A.T. Synthesis and study of Demulsifiers Based on hydrolyzed Polyacrylonitrile and Ethylene Oxide// International Journal of Advanced Research in Science, Engineering and Technology, Vol. 6, Issue 4, April 2019 y. -P. 8750-8753 (05.00.00; №8)
8. Б.Б. Эшмуратов, У.С. Назаров, А.Н. Мамедов, Г.А. Арипов, А.У. Назаров, А.А. Ким Комплексные технологии обеспечения эксплуатационной надежности нефтяных и газовых скважин//Узбекский журнал нефти и газа, № 3 2012 г. -С. 49-54 (02.00.00; №7)
9. Б.Б. Эшмуратов Единая технологическая система по транспортировке и реализации природного газа. Расширение инфраструктуры газотранспортной структуры Республики//Узбекский журнал нефти и газа, специальный выпуск, май 2012 г. -С. 92-95 (02.00.00; №7)
10. Б.Б. Эшмуратов, У.С. Назаров, А.У. Назаров, Ф.М. Махмудов Возможности доработки нижних этажей газоносности с оптимальным использованием наземных объектов хранения природного газа месторождения Газли//Узбекский журнал нефти и газа, № 4 2012 г. -С. 31-34 (02.00.00; №6)
11. Б.Б. Эшмуратов У.С. Назаров, А.У. Назаров, Ф.М. Махмудов К вопросу увеличения мощности Ходжабадского ПХГ //Узбекский журнал нефти и газа, № 4 2012 г. -С. 27-30 (02.00.00; №6)

12. Б.Б. Эшмуратов, А.Т. Джалилов, М.У. Каримов изучение синтеза этаноламинов из оксида этилена и аммиака// Научный вестник Нам.ГУ 2020 йил № 3, -С. 89-95 (02.00.00; №18)

II бўлим (II часть; II part)

13. Б.Б. Эшмуратов, А.Т. Джалилов, М.У. Каримов Исследование оптимизации синтеза метилэтанолamina// Журнал «Алхимик» 2019 г. № 1. - С. 8-12.

14. Б.Б. Эшмуратов, А.Т. Джалилов, М.У. Каримов Синтез и исследование деэмульгаторов на основе эфиров поликарбоксилатов// Журнал «Алхимик» 2019 г. № 1. С. 27-29

15. Б.Б. Эшмуратов, А.Т. Джалилов, М.У. Каримов Исследование синтеза этаноламинов из оксида этилена// Журнал «Алхимик» 2019 г. № 2. - С. 8-13.

16. Б.Б. Эшмуратов, А.Т. Джалилов, М.У. Каримов Исследование синтеза этаноламинов из этиленхлоргидрина// Журнал «Алхимик» 2019 г. № 2. -С. 17-23.

17. Eshmuratov B. B., Karimov Masud Ubaydulla ugli, Jalilov A. T. Synthesis and study of demulsifiers based on polycarboxylate//«PERSPECTIVES OF WORLD SCIENCE AND EDUCATION» Abstracts of XIII International Scientific and Practical Conference Osaka, Japan 9-11 September 2020, P.21-27

18. Eshmuratov B. B., Karimov Masud Ubaydulla ugli, Jalilov A. T. Study of the operational properties of the polycarboxylate demulsifiers //«PERSPECTIVES OF WORLD SCIENCE AND EDUCATION» Abstracts of XIII International Scientific and Practical Conference Osaka, Japan 9-11 September 2020, P.27-33

19. Б.Б. Эшмуратов, М.У. Каримов Исследование синтеза этаноламинов из этиленхлоргидрина// IV Всероссийская конференция «Химия и химическая технология: достижения и перспективы», г. Кемерово, 27-28 ноябрь 2018 г.

20. Джалилов А.Т., Хамидов А.А., Эшмуратов Б.Б., Каримов М.У. Исследование получения окиси этилена из этилена//VIII Международная научно-техническая конференция «Горно-металлургический комплекс: достижения, проблемы и современные тенденции развития», Навоийский государственный горный институт, г. Наваи., 19-21 ноябрь 2015 г. С. 370-371

21. Джалилов А.Т., Хамидов А.А., Эшмуратов Б.Б., Каримов М.У. Изучение синтеза этаноламинов из этиленхлоргидрина// VIII Международная научно-техническая конференция «Горно-металлургический комплекс: достижения, проблемы и современные тенденции развития», Навоийский государственный горный институт, г. Наваи., 19-21 ноябрь 2015г. -С. 392-393

22. Джалилов А.Т., Хамидов А.А., Эшмуратов Б.Б., Каримов М.У. Исследование синтеза этаноламинов//Республиканская научно-техническая конференция «Актуальные проблемы инновационных технологий химической, нефте - газовой и пищевой промышленности» Ташкент-2015., 18-20 ноябрь. –С.19-20.

23. Джалилов А.Т., Хамидов А.А., Эшмуратов Б.Б., Каримов М.У. Исследование получения окиси этилена // Республиканская научно-техническая конференция «Актуальные проблемы инновационных технологий химической, нефте - газовой и пищевой промышленности» Ташкент-2015., 18-20 ноябрь. –С. 17-18

24. Б.Б. Эшмуратов, А.Т. Джалилов, М.У. Каримов Исследование расчетной зависимости состава этаноламинов// Академик А.Ғ. Ғаниевнинг 85 йиллигига бағишланган «Аналитик кимё фанининг долзарб муаммолари» V республика илмий-амалий анжумани материаллари тўплами, 26-28 апрель 2017 йил, Термиз, С. 259-260

25. Б.Б. Эшмуратов, А.Т. Джалилов, М.У. Каримов Исследование синтеза этаноламинов// Академик А.Ғ. Ғаниевнинг 85 йиллигига бағишланган «Аналитик кимё фанининг долзарб муаммолари» V республика илмий-амалий анжумани материаллари тўплами, 26-28 апрель 2017 й. Термиз, -С. 260-261

26. Б.Б. Эшмуратов, А.Т. Джалилов, М.У. Каримов Изучение синтеза этаноламинов из оксида этилена и аммиака// «Турли физик-кимёвий усуллар ёрдамида нефть ва газни аралашмалардан тозалашнинг долзарб муаммолари» Республика илмий-амалий анжумани материаллари, Қарши-2019 й. 13-15 б.

27. Б.Б. Эшмуратов, А.Т. Джалилов, М.У. Каримов Исследование получения окиси этилена из этилена и этиленхлоргидрина// «Турли физик-кимёвий усуллар ёрдамида нефть ва газни аралашмалардан тозалашнинг долзарб муаммолари» Республика илмий-амалий анжумани материаллари, Қарши-2019 й. 15-18 б.

28. Б.Б. Эшмуратов, Ф.Н. Нуркулов, А.Т. Джалилов Синтез и физико-химические свойства этилмеркаптана и пропилмеркаптана на основе местного сырья// «Турли физик-кимёвий усуллар ёрдамида нефть ва газни аралашмалардан тозалашнинг долзарб муаммолари» Республика илмий-амалий анжумани материаллари, Қарши-2019 й. 18-19 б.

29. Б.Б. Эшмуратов, А.Т. Джалилов, М.У. Каримов Синтез и исследование дезмульгаторов на основе эфиров поликарбоксилатов// «Турли физик-кимёвий усуллар ёрдамида нефть ва газни аралашмалардан тозалашнинг долзарб муаммолари» Республика илмий-амалий анжумани материаллари, Қарши-2019 й. 19-20 б.

Автореферат “Kimyo va kimyo texnologiyasi” журнали тахририятида тахрир қилинди.

Босишга рухсат этилди 03.11.2020 й. Бичими 60x841/16.
Офис қоғози. Ризограф босма усули. Times гарнитураси.
Шартли босма табағи: 3.6. Адади 100 нусха. Буюртма № 08-11.
Тел.: (99) 832 99 79; (97) 815 44 54
«IMPRESS MEDIA» МЧЖ босмаҳонасида чоп этилди.
Манзил: Тошкент ш., Яккасарой тумани, Қушбеги кўчаси, 6 уй.