

Годом 4,
ул. Белинского, 53
Библиотека ТПИ

ИЗВЕСТИЯ

ТОМСКОГО ОРДЕНА ОКТЯБРЬСКОЙ РЕВОЛЮЦИИ И ОРДЕНА ТРУДОВОГО
КРАСНОГО ЗНАМЕНИ ПОЛИТЕХНИЧЕСКОГО ИНСТИТУТА ИМ. С. М. КИРОВА

Том 257

1973

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ХРОМАТОГРАФИИ И СПЕКТРОСКОПИИ ДЛЯ
ИССЛЕДОВАНИЯ ТОРФЯНЫХ СМОЛ

Г.И.Кравцова, К.К.Страмковская, С.И.Смольянинов

(Представлена научно-методическим семинаром орга-
нических кафедр ХТФ ТПИ)

Торфяная смола в отличие от смол пиролиза других твердых топлив наименее изучена. Имеющиеся работы [1-5] выполнены в основном с использованием химических методов анализа и в некоторых случаях - адсорбционной хроматографии.

В данной работе проведено исследование двух образцов торфяных смол - полученной при пиролизе торфо-рудных материалов (опытная смола) и смолы полукоксования торфа - с использованием методов хроматографии, инфракрасной и ультрафиолетовой спектроскопии.

Полученные смолы, выделенные из них фенолы и нейтральные масла, а также фракции этих продуктов характеризовались физико-химическими показателями, фракционным, групповым и элементарными составами. Легкие фракции нейтральных масел и фенолов исследованы методом газожидкостной хроматографии. Нейтральные масла, выделенные непосредственно из смол, изучены методами адсорбционной хроматографии, инфракрасной и ультрафиолетовой спектроскопии.

Для исследования индивидуального состава нейтральных масел (погоны до 135°C, 5-ти градусные фракции) были применены две методики. Первая основана на использовании в качестве жидкой фазы апневозна λ , нанесенного на инзенский кирпич марки ИНЗ-600 в количестве 15%. Анализ проводился на хроматографе ХЛ-4 с применением набивной колонки 7,2 м/6 мм, при температуре термостата - 220°C и расходе газа-носителя (гелия) 100 мл/мин. По второй методике в качестве жидкой фазы применяли вакуумное масло ВМ-4 (15% раствор в бензоле), предварительно термостатированное при 270°C в течение

6 часов, и медную капиллярную колонку 100 м/0,5 мм. Анализ проводился на хроматографе "Хром-2" при температуре колонки - 95⁰С и давлении газа-носителя (азота) на выходе в колонку - 5,88·10⁴ н/м² (0,6 кГс/см²).

Результаты этих исследований приведены в сводной таблице, из которой видно, что фракция нейтральных масел н.к. - I35⁰С имеет весьма сложный состав (42 компонента) и представлена в основном ароматическими соединениями бензольного ряда.

Таблица I

Содержание индивидуальных веществ в нейтральных маслах исследуемых смол, % вес.

Компоненты	Опытная смола			Смола н/к торфа		
	во фракции нейтральных масел н.к.-I35 ⁰ С	в дистилляте н.к. 300 ⁰ С	в смоле	во фракции нейтральных масел н.к.-I35 ⁰ С	в дистилляте н.к. 300 ⁰ С	в смоле
I	2	3	4	5	6	7
2-Метилпентан	0,72	0,05	0,04	1,36	0,19	0,16
Циклопентан	-	-	-	0,13	0,08	0,07
3-Метилпентан	0,34	0,02	0,01	0,67	0,08	0,07
н-Гексан	1,06	0,07	0,05	0,76	0,10	0,08
Неидентифицированные соединения	0,48	0,10	0,03	0,44	0,06	0,05
Метилциклопентан	0,60	0,03	0,02	0,45	0,06	0,05
Б е н з о л	0,43	0,03	0,02	1,97	0,28	0,23
Неидентифицированные соединения	0,34	0,02	0,01	1,63	0,23	0,19
Циклогексан	0,14	0,01	0,00	4,85	0,68	0,58
Неидентифицированные соединения	0,19	0,01	0,00	1,88	0,26	0,21
0,19	0,01	0,00	1,54	0,21	0,17	
н-Гексан	5,06	0,31	0,22	0,49	0,07	0,06
Т о л у о л	22,2	1,38	1,00	II,40	I,58	I,29
н-Октан	0,63	0,04	0,03	1,75	0,24	0,20
Неидентифицированные соединения	0,68	0,04	0,03	0,21	0,03	0,02
0,82	0,05	0,04	0,21	0,03	0,02	
Неидентифицированные соединения	0,82	0,05	0,04	0,18	0,03	0,02
1,06	0,07	0,05	0,49	0,06	0,05	
Этилбензол	2,45	0,15	0,11	5,75	0,80	0,66
н-Ксиол	0,99	0,01	следы	I,36	0,19	0,16

I	2	3	4	5	6	7
м-Ксиол	1,97	0,13	0,09	3,18	0,44	0,36
о-Ксиол	2,21	0,14	0,10	3,75	0,52	0,43
С т и р о л	1,68	0,11	0,08	2,51	0,35	0,29
Неидентифицирован- ные соединения	0,96	0,06	0,04	1,09	0,15	0,12
Изопропилбензол	2,50	0,15	0,11	3,18	0,44	0,36
н-Пропилбензол	4,28	0,27	0,19	4,76	0,66	0,54
Мезитилен	2,21	0,14	0,10	2,06	0,29	0,24
о-Этилбензол	4,25	0,27	0,19	4,06	0,57	0,47
Псевдокумол	4,28	0,27	0,19	3,75	0,53	0,44
И н д а н	4,48	0,28	0,20	3,94	0,54	0,44
1,2,3-Тримети- бензол	4,92	0,31	0,22	5,55	0,76	0,62
1-Метил-3-Пропил- бензол	3,90	0,23	0,17	6,85	0,95	0,78
Неидентифицирован- ные соединения	4,53 0,77	0,28 0,05	0,20 0,04	0,79 1,27	0,11 0,18	0,08 0,15
Д у р о л	4,87	0,30	0,22	2,88	0,40	0,33
Изодурол	6,07	0,38	0,27	4,03	0,56	0,46
Неидентифицирован- ные соединения	1,35	0,10	0,07	2,36	0,33	0,27
И н д е н	1,40	0,10	0,07	2,36	0,33	0,27
1,2,3,4-Тетраме- тилбензол	1,90	0,12	0,08	1,82	0,25	0,20
Тетралин	0,90	0,06	0,04	0,00	0,00	0,00
Нафталин	0,82	0,05	0,04	0,00	0,00	0,00
Неидентифицирован- ные соединения	1,49	0,07	0,05	3,97	0,55	0,45
Всего компонентов	100,00	6,48	4,63	100,00	14,05	11,60

Идентификация и количественное определение низкокипящих фенолов (до 230°C) проводились на хроматографе "Хром-2" с капиллярной колонкой 50 м/0,5 мм при температуре термостата - 152°C. В качестве фазы использовали трикрезилфосфат (10%) с добавкой фосфорной кислоты (5%). Отработанные условия обеспечили довольно четкое разделение исследуемых компонентов, при этом в данной фракции найдено 25 соединений.

Выделение нейтральных масел и их адсорбционное разделение проведено по следующей схеме. Принятая методика разделения позволила выделить метано-нафтеновые углеводороды, четыре группы ароматических и кислородсодержащие соединения, для которых определены физико-химические характеристики, вычислены эмпирические и гомологические формулы и сняты, как было указано выше, ИК и УФ-спектры.

Совместное использование вышеназванных методов анализа позволило установить, что парафино-нафтеновые углеводороды представлены парафинами и олефинами нормального строения с числом углеродных атомов от 6 до 26-31. Среди ароматических углеводородов первую группу составляют алкилированные одноядерные, вторую - преимущественно бициклические, в последующих группах преобладают три- и поликлинические ароматические углеводороды. Кислородсодержащие соединения представляют собой конденсированные ароматические структуры с наличием карбонильной и гидроксильной групп.

Выводы

1. Проведено исследование двух образцов торфяных смол с использованием методов хроматографии, инфракрасной и ультрафиолетовой спектроскопии.

2. Методом газо-жидкостной хроматографии исследованы легкие фракции нейтральных масел и фенолов. Показано, что они имеют сложный состав.

3. Методом адсорбционной хроматографии в сочетании с ИК и УФ спектроскопией изучены нейтральные масла, выделенные непосредственно из смол.

4. Показано, что в состав нейтральных масел входят парафино-нафтеновые углеводороды, ароматические и кислородсодержащие соединения.

Литература

1. В.Е.Раковский. Общая химическая технология торфа. М-Л., Госэнергоиздат, 1949.

2. С.В.Каширин, В.Е.Раковский. Изв. АН БССР, серия хим. наук, 3, 1965, 81-85.

3. К.В.Григорьева, Н.М.Караваева. Изв. АН СССР. Отдел техн. наук. Металлургия и топливо. 4, 1961, 166-170.

4. Л.П.Малащенко, Е.А.Шапатина, Н.Д.Эдемская, М.А.Орлова. Сб. "Энерготехнологическое использование топлива". М., изд-во АН СССР, вып. 4, 1963, 91-98.

5. Н.Ф.Будяк. Сб. "Энерготехнологическое использование топлива". М., изд-во АН СССР, вып. I, 1960, 139-149.