

УДК 669.337.111

**ИССЛЕДОВАНИЕ УГЛЕВОДОРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ
МЕТОДОМ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОГО АНАЛИЗА**

А.С. Тлеуов
ЮКГУ им. М.Ауезова, г. Шымкент

Одной из важнейших проблем производства фосфора является предварительная подготовка фосфатного сырья перед подачей в электротермическую печь. На действующем предприятии НДФЗ ТОО «Казфосфат», работающем на агломерате, полученном спеканием мелких

фракций фосфоритов, в качестве агломерационного топлива используют дорогостоящий кокс. В то же время на предприятиях нефтеперерабатывающей промышленности Казахстана накопилось огромное количество углеводородных отходов – нефтешламов и нефтебитуминозных пород (НБП), которые по своим физико-химическим свойствам могут рассматриваться как топливный компонент в смеси с коксом [1,2].

В данной статье приводятся результаты исследований углеводородных материалов методом масс-спектрометрии с целью уточнения их составов.

Изучение состава парогазовой фазы при термическом разложении пробы нефтяного шлама проводили на масс-спектрометре МСХ-3А. Испарение пробы проводили из кварцевой капсулы. Скорость разогрева ограничивалась предельным значением вакуума в системе – $1 \cdot 10^{-5}$ мм рт.ст. и соответствовала значению $\tau_{\text{ср}} = 0,5$ град/мин.

В масс-спектре последовательно рассматривались следующие ионные токи: при незначительном разогреве пробы регистрируются высокоинтенсивные ионные токи и незначительные по интенсивности ионные токи углеводородных соединений и алкильных радикалов.

На рисунке 1 представлены масс-спектры нефтяного шлама при нагреве пробы до 100°C .

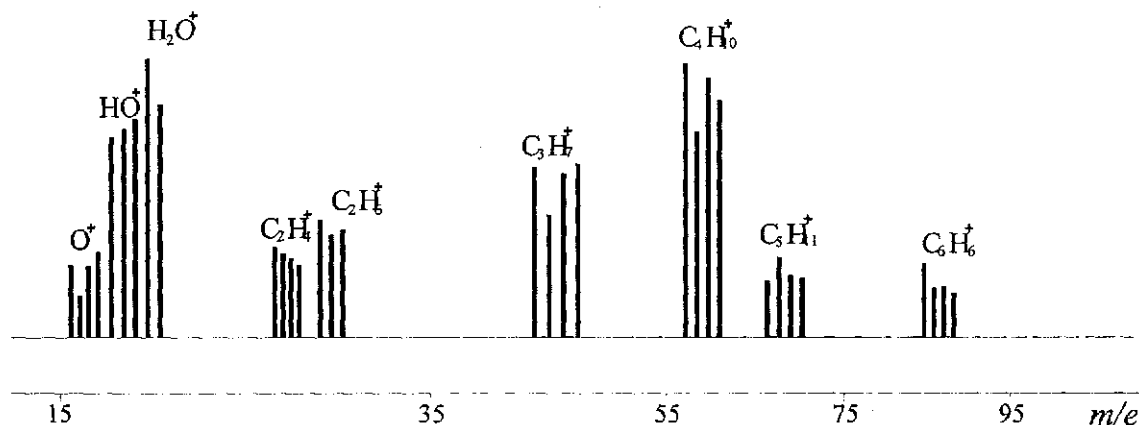


Рисунок 1 - Масс-спектры углеводородного сырья (нефтяной шлам) при температуре нагрева $\sim 100^\circ\text{C}$

Принадлежность ионных токов:

$m/\ell = 16$	O^+	– (1)	43	C_3H_7^+ – (15)
17	HO^+	– (22)	58	$\text{C}_4\text{H}_{10}^+$ – (20)
18	H_2O^+	– (100)	71	$\text{C}_5\text{H}_{11}^+$ – (6)
28	C_2H_4^+	– (1)	85	$\text{C}_6\text{H}_{13}^+$ – (3)
30	C_2H_6^+	– (13)		

Дальнейшее повышение температуры способствует уменьшению интенсивности ионных токов с $m/\ell = 15, 16, 27, 28, 30, 39, 40, 41, 43, 45, 58, 78$. Интенсивность перечисленных ионных токов является результатом положения различных ионных фрагментов. На рисунке 2 представлены масс-спектры нефтяного шлама при нагреве пробы до 200°C .

Принадлежность ионных токов:

$m/\ell = 15$	CH_3^+	— (20)	39	C_3H_3^+	— (35)
16	CH_4^+	— (15)	40	C_3H_4^+	— (25)
17	OH^+	— (22)	41	C_3H_5^+	— (70)
18	H_2O^+	— (100)	43	C_3H_7^+	— (80)
27	C_2H_3^+	— (50)	45	$\text{C}_2\text{H}_5^+\text{O}$	— (20)
28	C_2H_4^+	— (70)	58	$\text{C}_4\text{H}_{10}^+$	— (30)
30	C_2H_6^+	— (60)	78	C_6H_6^+	— (30)

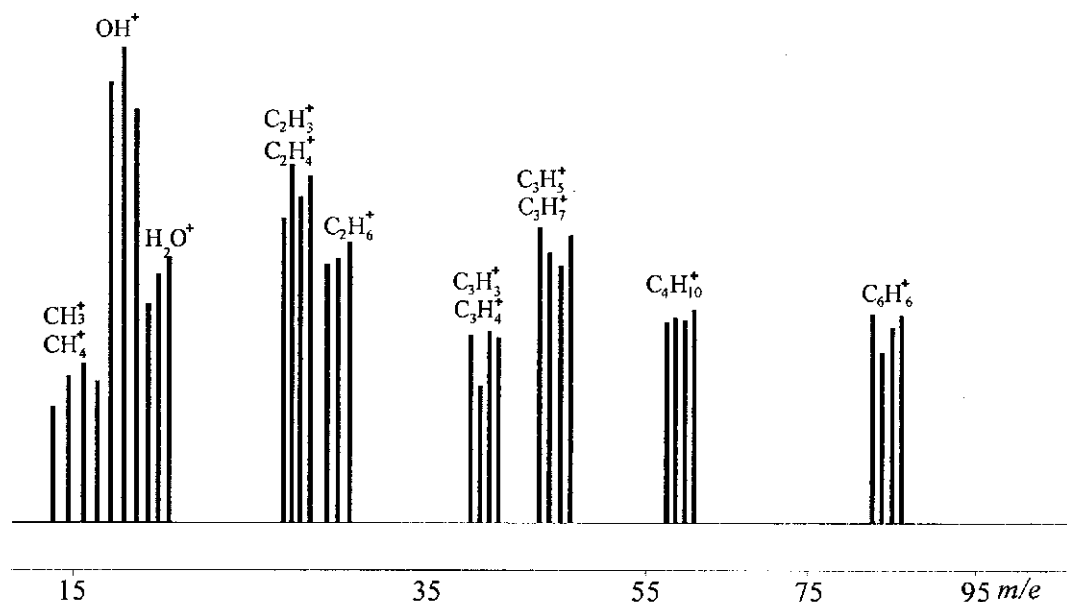


Рисунок 2 - Масс-спектры углеводородного сырья (нефтяной шлам) при нагреве до температуры $\sim 200^\circ\text{C}$

При достижении температуры нагрева пробы $\sim 300^\circ\text{C}$ (рисунок 3) регистрируются ионные токи с $m/\ell = 12$; 16; 28; 44. Остальные ионные токи находятся на уровне фона.

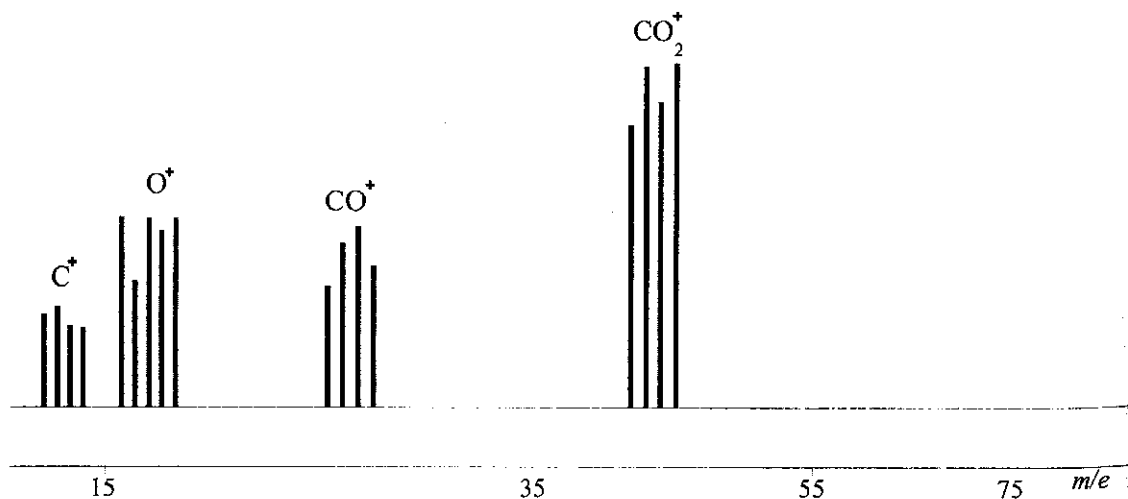


Рисунок 3 - Масс-спектры углеводородного сырья (нефтяной шлам) при нагреве до температуры $\sim 300^\circ\text{C}$

Принадлежность ионных токов:

$m/\ell = 12$	C^+	– (7)
16	O^+	– (20)
28	CO^+	– (8)
44	CO_2	– (100)

При температуре нагрева выше $400^\circ C$ регистрируются только фоновые ионные токи.

Изучение состава парогазовой фазы при термическом разложении пробы нефтеслановых пород (киры) проводили в тех же условиях, что при разложении нефтешламов.

При температуре нагрева пробы от 200 до $300^\circ C$ (рисунок 4) в масс-спектре последовательно регистрировались следующие ионные токи:

– при незначительном разогреве пробы регистрируются высокоинтенсивные ионные токи воды и незначительные по интенсивности ионные токи углеводородных соединений и алкильных радикалов.

Принадлежность ионных токов:

$m/\ell = 16$	O^+	– (1)	43	$C_3H_7^+$	– (15)
17	HO^+	– (22)	58	$C_4H_{10}^+$	– (20)
18	H_2O^+	– (100)	71	$C_5H_{11}^+$	– (6)
28	$C_2H_4^+$	– (1)	78	$C_6H_6^+$	– (3)
30	$C_2H_6^+$	– (13)			

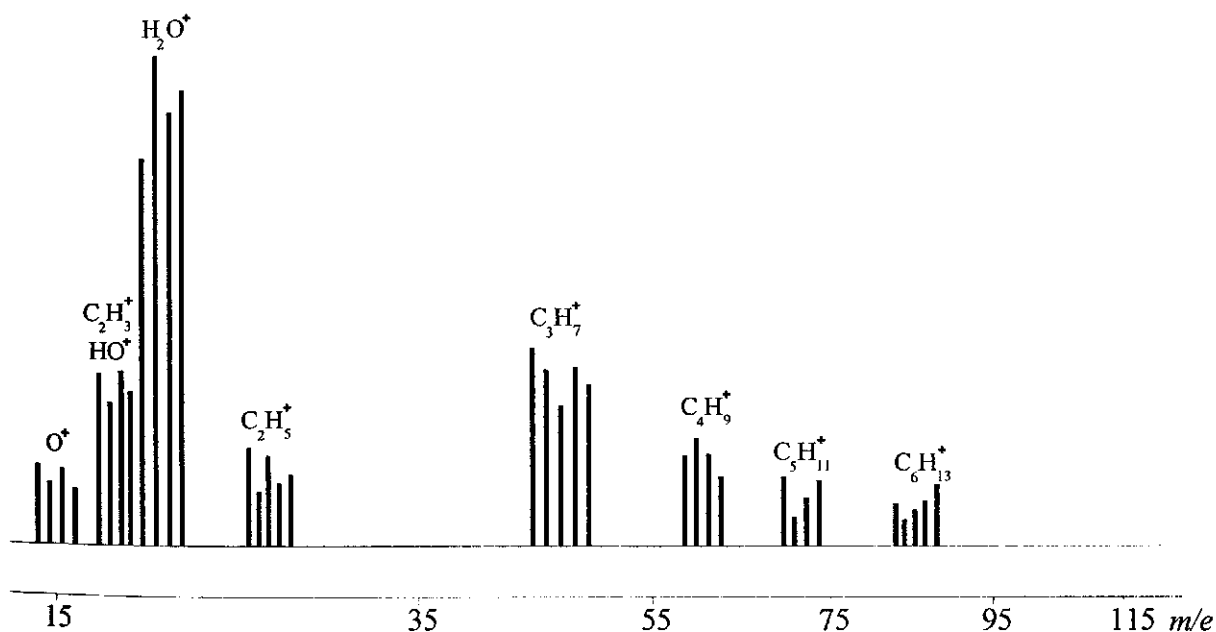


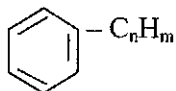
Рисунок 4 - Масс-спектры НБП (киры) при нагреве до температуры $\sim 300^\circ C$

При дальнейшем увеличении температуры наблюдается уменьшение интенсивности ионных токов H_2O и увеличение интенсивных ионных токов с $m/\ell = 15; 16; 17; 18; 27; 28; 30; 39; 40; 41; 43; 58; 78$. Интенсивность перечисленных ионных токов является результатом наложения различных ионных фрагментов (рисунок 5).

$m/\ell = 15$	CH_3^+	– (20)	$m/\ell = 40$	$C_3H_4^+$	– (25)
16	CH_4^+	– (15)	41	$C_3H_5^+$	– (70)
17	OH^+	– (22)	43	$C_3H_7^+$	– (80)
18	H_2O^+	– (100)	58	$C_4H_{10}^+$	– (20)
27	$C_2H_3^+$	– (50)	78	$C_6H_6^+$	– (30)

28	$C_2H_4^+$	– (70)
30	$C_2H_6^+$	– (60)
39	$C_3H_3^+$	– (35)

Как следует из результатов масс-спектрометрического анализа, органическая часть проб нефтешлама и НБП преимущественно состоит из высокополимерных соединений следующего строения:



При термическом разогреве проб происходит их фракционное разложение с последующим экзоэффектом в газовой фазе.

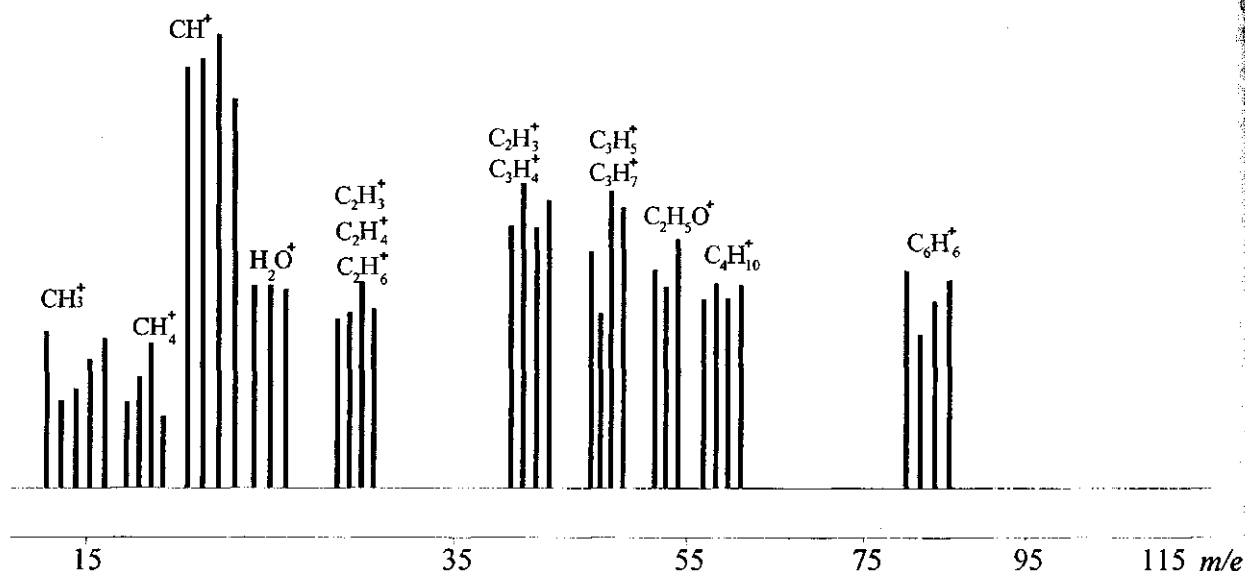


Рисунок 5 - Масс-спектры НБП (киры) при температуре нагрева $\sim 400^\circ\text{C}$

Результаты масс-спектрометрического анализа нефтешламов и НБП показали, что органическая часть этих материалов содержит преимущественно высокополимерные соединения и алкильные радикалы.

Литература

- 1 Тлеуов А.С., Шевко В.М. Исследование нестандартных видов углеводородного топлива в агломерации фосфоритов //Тр. научно-практ. семинара «Современное состояние и проблемы электротермии высокотемпературных процессов в химической технологии и металлургии». – Шымкент, 2004. – С.205-207.
- 2 Тлеуов А.С., Шевко В.М., Тлеуова С.Т. Использование отходов нефтехимических производств в агломерации фосфоритов //Мат. III Украинской научно-техн. конф. по ТНВ «Современные проблемы ТНВ». –Днепропетровск, 2006. –С.69-70.

Қорытынды

Көмірсутекті материалдардың масс-спектрометриялық талдау нәтижелері келтірілді. Зерттелінген үлгілердің органикалық бөлігі жоғарыполимерлі қосылыстардан тұратындығы анықталды.

Summary

The results of mass spectrometric analyses of hydrocarbon raw materials were received. It was found that an organic part of researched substances consist of highmolecular compounds.