

ния продукта заданного качества. Таким образом, обезмасливанию методом статической кристаллизации следует подвергать углеводородное сырье с содержанием масла до 10% мас. и не более 20% мас. углеводородов выше С35 нормального и изостроения. На процесс обезмасливания также влияет соотношение углеводородов нормального и изостроения – процесс протекает быстрее и с лучшим выходом целевого продукта при переработке сырья с большим содержанием углеводородов нормального строения.

Полученные результаты необходимы для определения условий, обеспечивающих эффективное ведение процесса выделения парафинов из нефтяного сырья методом статической кристаллизации, и решения проблем, обусловленных переработкой высоковязких гачей.

ЛИТЕРАТУРА

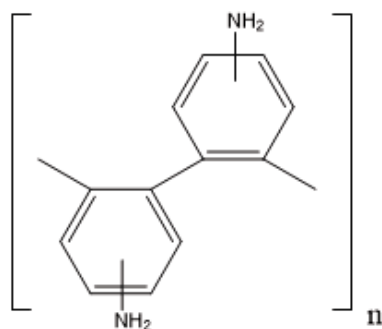
1. Казакова Л.П. Твердые углеводороды нефти. – М.: Химия, 1986. – 176 с.
2. Карпенко, О.В. Интенсификация процесса выделения твердого парафина из нефтяного сырья методом статической кристаллизации / О.В. Карпенко, Е.И. Грушова // Труды БГТУ. Химия, технология органических веществ и биотехнология. 2016. – №4 (186) – С. 54–58.

УДК 678.074

Э. Т. Крутько, проф., д-р. техн. наук;
Н. А. Коваленко, доц., канд. хим. наук;
Г. Н. Супиченко, ст. преп., канд. хим. наук;
В. В. Боброва, асп. (БГТУ, г. Минск);
Л. Б. Якимцова, доц., канд. хим. наук (БГУ, г. Минск)

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДА ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ АМИНОГРУПП В ПОЛИФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ОЛИГОМЕРАХ

Олигоаминофенилены синтезировали следующим образом: в колбу, снабженную мешалкой, термометром, обратным холодильником, загружали перекристаллизованный мета- или парафенилендиамин и катализатор (пара-толуолсульфокислота). Реакционную смесь нагревали при 250 °С в течение 8–10 часов в токе очищенного и осушенного азота. Полученный продукт очищали от мономера экстракцией изопропанолом в аппарате Сокслета. Получали олигомерный продукт с выходом 55–60 %, имеющий следующую структурную формулу:



Строение полученных продуктов доказывали методами элементного анализа, ИК-спектроскопии. В ИК-спектрах синтезированных олигомеров, наблюдаются полосы поглощения в области 3030, 1605, 1465 см^{-1} , которые относятся к валентным колебаниям С-Н и колебаниям связей углеродного скелета ароматических циклов, что полностью подтверждает ароматическую природу олигоаминофениленов [1]. Наличие полос поглощения в области 3330 и 3210 см^{-1} подтверждает присутствие в олигомерах первичных аминогрупп [2].

Количество аминогрупп определяли потенциометрическим титрованием раствора олигомер 0,1 нормальным раствором хлорной кислоты, а также по значениям кислотных чисел, соответствующих амидокислот, получаемых при взаимодействии олигоаминофенилена с ангидридами циклических ненасыщенных дикарбоновых кислот. Определение количества аминогрупп проводили по методу, применяемому для анализа мономерных, модельных и полимерных соединений ряда бензимидазола [3], и заключалось в титровании аминогрупп раствором хлорной кислоты в метилэтилкетоне. Выбор указанного растворителя обусловлен тем, что другие растворители (уксусная, муравьиная, пропионовая) кислоты оказывают нивелирующее действие на основания и не позволяют провести дифференцированное определение смесей основных соединений в их среде, в то время как раствор хлорной кислоты в метилэтилкетоне обеспечивает отдельное потенциометрическое титрование смесей органических оснований, в том числе смесей изомерных о-, м- и п-изомеров фенилендиаминов друг с другом и с моноаминами.

Экспериментально определение содержания аминогрупп в олигоаминофенилене проводили на лабораторном иономере И-130М со стеклянно-каломельной системой электродов. Титр раствора хлорной кислоты устанавливали визуально по бифталату калия в присутствии индикатора кристаллического фиолетового. В стаканчик емкостью 50 мл помещали навеску олигоаминофенилена около 0,025 г., приливали 12,5 мл ДМФА и перемешивали с помощью магнитной мешалки до полного растворения олигоаминофенилена, затем добавляли 12,5 мл

метилэтилкетона. Бюретку заполняли титрующим раствором и закрывали верхнее и боковое отверстия хлоркальциевыми трубками. Перед титрованием электроды омывали дистиллированной водой, ополаскивали этанолом, осушали фильтровальной бумагой и опускали в раствор олигоаминофенилена. Титрованный раствор хлорной кислоты добавляли при перемешивании в стаканчик с раствором по 0,1 мл, а вблизи точки эквивалентности по 0.02–0.05 мл. Титрование продолжали до установления постоянного потенциала. Параллельно проводили контрольный опыт. Погрешность определения содержания аминогрупп составляла 3 %. Полученная кривая титрования в проведенных нами экспериментах характеризовалась двумя перегибами, которые соответствуют отдельной нейтрализации двух типов аминогрупп в синтезированном олигомере. Второй перегиб был выражен менее отчетливо. Возможно, это связано с природой олигомера, представляющего собой смесь индивидуальных соединений. По расчету количества хлорной кислоты, пошедшей на титрование общего числа аминогрупп в синтезированных соединениях, при расчете их на молекулярную массу олигомера, полученную в результате криоскопических определений, количество аминогрупп соответствовало четырем в молекуле олиго-аминофенилена (в выше представленной формуле олигомера $n=2$).

ЛИТЕРАТУРА

1. Паушкин Я. М., Омаров О. Ю., Левашова В. И. О высокотемпературных превращениях ароматических диаминов в присутствии п-толуол-сульфо кислоты // Докл. АН БССР. – 1972. – Т.16. №2. – С.132–134.
2. Исследование распада и ресинтеза полиамидокислот в твердой фазе / М. И. Цаповецкий, Л. А. Лайус, Т. И. Жукова и др. // Высокомолек. соед. А. – 1988. –Т.30, №2. – С. 328–333.
3. Крешков А. П., Быкова Н. Л., Шемет Н. Ш. Потенциометрический метод определения дифференцированного титрования органических оснований в среде метилэтилкетона // Докл. АН СССР. – 1960. – Т.134, № 1. –С. 96–99.