

Products hydrogenolysis carbohydrates were investigated by gas-liquid and paper chromatography. Developed methods of chromatographic determination of polyols and carboxylic acids/

Keyword: carbohydrates, hydrogenolysis, chromatography, polyols.

Введение.

Промышленные процессы гидрогенолиза непищевого растительного сырья применяются для получения глицерина и гликолей. При этом образуется сложная смесь продуктов, главными компонентами которой, кроме глицерина и гликолей, являются одно- и многоатомные спирты, кислоты, сложные эфиры. [1, 3]

Оптимизация этих промышленных процессов для увеличения выхода целевых продуктов невозможна без надежных методов контроля за количественным и качественным составом реакционной смеси на всех стадиях производства.

Однако определение индивидуального состава таких многокомпонентных систем является весьма сложной задачей, так как их составляющие представляют собой гомологи или изомеры, близкие по физическим и химическим свойствам. Поэтому классические методы их определения, основанные на функциональном анализе, неприменимы без предварительного разделения анализируемой смеси на составляющие.

Нами поставлена задача идентификации и количественного определения продуктов гидрогенолиза углеводов хроматографическими методами. Используются методы газожидкостной и бумажной хроматографии.

Преимуществом газо-жидкостной хроматографии по сравнению с газодсорбционной хроматографией являются возможность простого изменения разделительной способности сорбента путем направленного подбора оптимальной НЖФ, получение симметричных зон разделяемых соединений и лучшая воспроизводимость свойств сорбента [6].

Количественное определение полиолов в пробах продуктов гидрогенолиза осуществляли методом газожидкостной хроматографии. Известно, что прямое их определение этим методом затруднительно из-за высоких температур кипения, поэтому многоатомные спирты предварительно превращали в сложные эфиры. [4,5].

Разработка метода определения проведена на модельной смеси этиленгликоля, пропандиола, глицерина, эритрита, ксилита и сорбита.

Полиолы анализировали в виде их ацетатов. Исследования проводили по хроматографии ЛХМ-7А-М с пламенно-ионизационным детектором в условиях линейного программирования температур с компьютерной обработкой результатов.

Нами исследован широкий ряд носителей и режимов хроматографирования. Оптимальные результаты разделения достигнуты при использовании 5 % SE – 30 на хроматоме N-AW-DMCS зернением 0,160-0,200 мм. Температурный режим 80-275° (при программировании 10 градусов / мин.). В качестве внутреннего отонданта при количественных расчетах применяли пентаэритрит.

Разработанный нами метод определения полиолов использован для анализа промышленных образцов кубовых остатков гидрогенолиза непищевого растительного сырья. В настоящее время эти кубовые остатки, составляющие существенную часть технологического процесса не находят эффективного применения; более того, стоит экономически затратная проблема их утилизации [2].

Изученные нами образцы представляют собой густую массу, плохо растворимую в органических растворителях и частично растворимую в воде. Нерастворимая в воде часть составляет 25-28%.

Предварительный анализ промышленных образцов методом ИК-спектроскопии раскрывает наличие большого числа гидроксилсодержащих соединений (3500-3100 см⁻¹), карбоксильных групп (3000-2500 см⁻¹ и 1700-1640 см⁻¹) и соединений неопределенного характера, общий вид ИК-спектров свидетельствует о полимерной природе кубовых остатков, что особенно характерно для их водонерастворимой части.

Наши исследования, проведенные методом ГЖХ, показали, что суммарное содержание полиолов в кубовых остатках составляет 50-59%, в том числе глицерина 15-18%.

Метод газожидкостной хроматографии, главным преимуществом которого является высокая точность определения, требует значительной затраты времени, включая предварительное ацилирование полиолов. Поэтому в ряде случаев представляется целесообразным использование хроматографии на бумаге. [6]

Нами проведена оптимизация определения карбоксилсодержащих соединений методом нисходящей хроматографии на бумаге. Наилучшие результаты разделения получены при использовании системы н-бутанол-муравьиная кислота-вода 9:1:4.

При анализе промышленных образцов кубовых остатков установлено наличие органических кислот, которые в указанных условиях ведут себя как малоновая, яблочная и янтарная кислоты. Количественное содержание этих кислот (7-12%) определяли методом титрования по фенолфталеину пятен и полос, вырезанных из бумажной хроматограммы и экстрагированных свежekiпяченой водой. Точность метода определенная для отдельных веществ, составляет 6 %.

Выводы.

Разработан комплексный метод хроматографического анализа кубового остатка продуктов промышленного гидрогенолиза углеводов, включающий определение полиолов методом ГЖХ и карбоксилсодержащих веществ – методом хроматографии на бумаге.

Определен состав кубового остатка, что открывает путь к его использованию для получения целевых продуктов.

Список литературы

1. Васютин Н.А., Баладин А.А., Слуцкий Р.Л. Гидрогенолиз моносахаридов и многоатомных спиртов в присутствии системы катализаторов / ДАН СССР. – 1966. – №169 (5). – С. 1077-1079.
2. Мирзальгедиева Ш.В., Кедельбаев Б.Ш. Отходы переработки растительного сырья – ценный источник получения ксилитозы / Вестник магистратуры. – 2012. – №2/ - С. 7-8.
3. Надилов Н.К., Слуцкий Р.Л. Каталитическое гидрирование и гидрогенолиз углеводов. – М.: Химия, 1976. – 192с.
4. Царев Н.К., Царев В.Н., Катраков И.Б. Практическая газовая хроматография. – Барнаул.: Изд-во Алт. Ун-та, 2000. – 156 с.
5. Шабаров Ю.С., Орещкая Т.С., Сергеев П.В. Моно- и дисахариды. – М.: МГУ, 2010. – 97с.
6. Шаповалова Е.Н., Пирогов А.В. Хроматографические методы анализа. – М.: МГУ, 2007. – 205с.

ОЦЕНКА СЕЗОННЫХ ВАРИАЦИЙ ОБЪЕМНОЙ АКТИВНОСТИ РАДОНА-222 В ПОМЕЩЕНИЯХ СЕЛЯ МУГУР-АКСЫ

Ховалыг А.А.

ФГБУ ВПО «Тувинский государственный университет»,
Кызыл, Россия

В районах России с обычным уровнем естественного радиационного фона содержание ²²²Rn в воздухе жилых помещений составляет в среднем 40 Бк/м³ зимой и 20 Бк/м³ летом, что объясняется изменением

режима вентиляции. Среднегодовая величина — 30 Бк/м близка к среднемировому значению — 40 Бк/м [1]. Для оценки уровней содержания радона в зданиях в Российской Федерации в настоящее время используются «Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009)». Целью данного исследования явилось исследование содержания радона-222 в жилых помещениях населенного пункта Мугур-Аксы. Жилая застройка с. Мугур-Аксы представлена преимущественно одноэтажными жилыми домами типовых и индивидуальных проектов. Измерения объемной активности (ОА) радона в помещениях проводились с помощью метода активной сорбции. Для измерения концентрации радона использовался прибор РРА-01М-03 с допустимой относительной погрешностью $\pm 30\%$ [2]. В каждой обследуемой жилой единице измерения проводились с максимальной длительностью нахождения людей, в спальне. Были произведены также замеры на улицах населенного пункта в количестве трех измерений радона-222 в атмосферном воздухе. Объемная активность радона и его продуктов распада в воздухе менее 20 Бк/м³. Четырехэтажное проведение измерений активности радона в Монгун-Тайгинском районе (в июле, в августе, в октябре, в ноябре) позволило выявить значительное (до 80 %) расхождение в значениях мгновенной активности. Максимальная объемная активность радона составляет 932+158 Бк/м³. Наибольшие значения ОА радона наблюдаются в летний период.

Список литературы

1. Жуковский М. В. Радоновая безопасность зданий. – Екатеринбург: УрО РАН, 2000.
2. Кендяван О.Д.-С., Ховалыг А.А. Процессы накопления радона-222 в помещениях, расположенных в сейсмоактивных зонах Тувы //Фундаментальные исследования. 2013, № 11 (часть 7). С. 1344-1346.

ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ УНИКАЛЬНОЙ БЕЛОЙ НЕФТИ

Черкесов А.Х., Коврига Е.В.

Армавирский механико-технологический институт (филиал) ФГБОУ ВПО «КубГТУ», Армавир, Россия

Промышленная нефтегазоносность Краснодарского края определяется существованием многочисленных преимущественно мелких и средних по размерам нефтяных, газонефтяных, конденсатных и газовых залежей, связанных с широким стратиграфическим диапазоном осадочного разреза от неогена до триаса. Залежи приурочены к разнообразным морфогенетическим типам ловушек (структурным, литологическим, стратиграфическим и комбинированным), располагающимся на глубинах от 700-1000 до 4500-5200 м.

На Армавири-Невинномысском валу установлены небольшие залежи нефти и газа в палеоцен-эоцене (Убеженское, Николаевское месторождения). На тер-

ритории Успенского района добывается уникальная белая нефть. Белая нефть отличается высочайшим качеством, химической чистотой и необычным составом в скважинах.

Исследованиями состава, свойств и перспектив использования нефти Успенского района мало кто занимался, поэтому мы сочли актуальным заняться этой темой.

Целью работы являлось исследование свойств и перспектив использования нефти Успенского района. Опытным путем были изучены физические свойства нефти Убеженского и Николаевского месторождений. Было определено, что в состав нефти входят «предельные» углеводороды, а также то, что образцы Николаевской и Убеженской нефти не содержат примеси серы.

На основании анализа разработки залежей нефти продуктивного горизонта коноковской свиты Николаевского и Успенского месторождений сделаны следующие выводы:

1. Обе залежи нефти вступили в завершающую стадию разработки, когда в условиях сокращающейся площади нефтеносности и нефтенасыщенной местности добычи нефти падает, при этом происходит и сокращение эксплуатационного фонда скважин.
2. Основным направлением в совершенствовании системы разработки обеих залежей является уплотнение сетки; что обеспечивает поддержание добычи нефти, сокращение срока разработки и сохранения эксплуатационного фонда скважин, необходимого для рациональной выработки остаточных запасов.
3. Для осуществления задач совершенствования системы разработки рекомендуется дополнительное бурение новых скважин.

В качестве рекомендаций, считаем, что столь качественную нефть было бы выгоднее перерабатывать вблизи с местом её добычи, без транспортировки, что снизит материальные расходы, но трудность заключается в отсутствии перерабатывающего завода. Ближайшие находятся в ст. Северской и г. Туапсе, куда и поступает «белое золото» Успенского района. Там часть нефти делится на фракции, одна часть экспортируется в Турцию, а оставшиеся перерабатываются, из них в дальнейшем получают лекарства. Развитие собственного завода будет способствовать повышению экономического статуса Успенского района, появлению новых рабочих мест и трудоустройству своих высококвалифицированных специалистов.

Список литературы

1. С.П. Обухов и др. Геолого-промысловое изучение Николаевского и Убеженского месторождений (свита Горячего ключа) с пересчетом запасов нефти и газа, 1974.
2. Я.Х. Ляхович и др. Обобщение геолого-съемочных и буровых работ в Армавири-Невинномысском районе и результаты колонкового бурения на Армавири-Убеженской площади, 1963.
3. Я.К. Ляхович и др. Отчет о результате колонкового бурения на Убеженско-Николаевской площади и подсчет запасов нефти и газа Убеженского месторождения на 1938г., 1968.