ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ПИРОЛИЗА АДИПИНАТА КАЛЬЦИЯ ПРИ РАЗНЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ

Кондратьева Алиса Алексеевна
бакалавр 4 курса ХФ

Руководитель проекта: **Голованов Александр Александрович**
д.х.н., заведующий лабораторией НИЛ-13

Научный руководитель: **Цветкова Ирина Васильевна**
к.х.н., доцент кафедры Химическая технология и ресурсосбережение
Тольяттинский Государственный университет, г. Тольятти, Россия

STUDY OF THE PROCESS OF PYROLYSIS OF CALCIUM ADIPATE AT DIFFERENT TEMPERATURES

Kondrateva Alisa Alekseevna
4th year Bachelor's student of CF

The Project Manager: **Golovanov Alexandr Alexandrovich**
Doctor of Chemical Sciences, head of the laboratory NIL-13

Scientific supervisor: **Tsvetkova Irina Vasilyevna**
Candidate of Chemical Sciences, Associate Professor of the Department
of Chemical technology and resource conservation
Togliatti State University, Togliatti, Russia

Аннотация. Рассмотрен способ получения циклопентанона и цикlopентена на основе водно-кислого стока производства капролактама в ходе пиролиза кальциевой соли адипиновой кислоты при разных температурах. Методом хроматографического анализа доказан состав полученного жидкого продукта и исследована зависимость выходов циклопентанона от температуры процесса. Произведен качественный анализ адипината кальция методом рентгенофлуоресцентной спектроскопии, и изучена возможность применения солей цинка в качестве катализаторов процесса.

Abstract. This article discusses a method for producing cyclopentanone and cyclopentene on the basis of water-acid effluents from caprolactam production during pyrolysis of the calcium salt of adipic acid at different temperatures. The compound of the obtained liquid product has proved by the method of chromatographic analysis and the dependence of the yields of cyclopentanone on the process temperature has investigated. A qualitative analysis of calcium adipate by X-ray fluorescence spectrometry has carried out, and the possibility of using zinc salts as process catalysts has studied.

Ключевые слова: капролактамы, адипиновая кислота, циклопентанон, пиролиз.

Keywords: caprolactam, adipic acid, cyclopentanone, pyrolysis.

В процессе производства капролактама в водно-кислых стоках образуется большое количество побочных кислородсодержащих продуктов, многие из которых не находят практического применения. Одним из таких продуктов является адипиновая кислота, которая является перспективным сырьем для получения циклопентанона и других ценных мономеров.

Ранее нами было показана возможность получения циклопентанона пиролизом кальциевых солей адипиновой кислоты. Дериватографическим методом, представленным в работе, было установлено, что температура разложения соли составляет 400 °C [1].

В представленной работе продолжено изучение процесса пиролиза адипиновой кислоты и ее солей при разных температурах. Процесс пиролиза проводился при одинаковой загрузке адипината кальция (1,5 г) в электрической печи с использованием кварцевого реактора в течение 2 часов при температурах 500 и 600 °C. В результате были получены два образца жидкости светло-желтого цвета с характерным запахом. Масса жидких продуктов в обоих экспериментах составила 0,1 г. При 400 °C скорость процесса очень низкая и получить продукты количественно не удалось.

Анализ состава полученных жидкостей проводился на хроматографе Кристаллюкс-4000М. Хроматограммы исследуемых образцов, полученных при 500 и 600 °C, представлены на рис.1 и 2 соответственно.

Пиролиз адипината кальция может протекать по двум направлениям – с образованием циклопентанона и циклопентена. Поэтому было предположено, что в состав полученного продукта входят эти соединения [2].

Для идентификации времен удерживания в хроматограф вводили чистые вещества, хроматограммы цикlopentanона и цикlopентена показаны на рис. 3 и 4 соответственно. Разница между временами удерживания чистых веществ и полученных образцов обусловлена наличием примесей в технических продуктах.

Цикlopентен был синтезирован в ходе кислотной дегидратации цикlopентанола, полученного восстановления цикlopentanона боргидридом натрия [3].

Рис. 1. Хроматограмма жидкого продукта, полученного при 500

Рис. 2. Хроматограмма жидкого продукта, полученного при 600 °С.

Рис. 3. Хроматограмма чистого циклопентанона.

Рис.4. Хроматограмма чистого циклопентена.

В ходе эксперимента был проведен качественный анализ адипината кальция методом рентгенофлуоресцентной спектроскопии. Результаты анализа показаны в таблице 1.

Таблица 1

Результат рентгенофлуоресцентного анализа адипината кальция

Analyte	Ca	Na	Mg	K	S	Zn	Cu	Cl
Result, %	46,559	8,106	0,195	0,096	0,079	0,053	0,023	0,001

Исходная кальциевая соль адипиновой кислоты содержит в своем составе цинк. Для изучения возможности применения солей цинка в качестве катализаторов процесса был проведен пиролиз с добавлением хлорида цинка (3 % масс.) при температуре 500 °С в течение 2 часов. Хроматограмма полученного продукта показана на рисунке 5.

Рис. 5. Хроматограмма жидкого продукта с добавлением хлорида цинка.

Выход цикlopentanона при пиролизе 500 °C составил 6,07 % от теоретического, при 600 °C - 10,18 % от теоретического. Увеличение температуры процесса приводит к увеличению выхода цикlopentanона. При добавлении хлорида цинка в качестве катализатора увеличивается выход цикlopентена. Цикlopентен используется в качестве мономера для синтеза пластмасс, а также при производстве медицинского препарата «кетамин».

Список использованной литературы

1. Obtaining cyclopentanone from acidic wastewater of caprolactam production. Tsvetkova I.V., Golovanov A.A., Reznikova N.S., Chirkunova N.V. *Chimica Techno Acta*. 2020. Vol. 7, no. 4. P.177–179.
2. H. Kwart, K. King, in *The Chemistry of Carboxylic Acids and Esters* (Ed.: Saul Patai), John Wiley & Sons, London, 1969, pp. 362–370.
3. Т.И. Когай, Н.Ю. Васильева. Синтез, очистка и идентификация органических соединений: методические указания/Краснояр.гос.ун-т; Красноярск, 2005. – 90с.

References

1. Obtaining cyclopentanone from acidic wastewater of caprolactam production. Tsvetkova I.V., Golovanov A.A., Reznikova N.S., Chirkunova N.V. *Chimica Techno Acta*. 2020. Vol. 7, no. 4. P.177–179.
2. H. Kwart, K. King, in *The Chemistry of Carboxylic Acids and Esters* (Ed.: Saul Patai), John Wiley & Sons, London, 1969, pp. 362–370.
3. T.I. Kogai, N.Yu. Vasilyeva. Synthesis, purification and identification of organic compounds: guidelines / Krasnoyarsk State University; Krasnoyarsk, 2005.- p.90. (in Russian).