

**AZƏRBAYCAN MİLLİ ELMLƏR AKADEMİYASI
AKADEMİK Y.H. MƏMMƏDƏLİYEV ADINA
NEFT-KİMYA PROSESLƏRİ İNSTİTUTU**

Əlyazma hüququnda

ARZU ELBRUS QIZI ƏLİZADƏ

**NAFTALAN NEFTİNİN SPEKTRAL ANALİTİK TƏDQIQI
VƏ ADSORBENTLƏ AŞAĞI TEMPERATURLU
TƏMİZLƏNMƏ TEXNOLOGİYASININ İŞLƏNİB
HAZIRLANMASI**

İxtisas: 2314.01 – Neft kimyası

Kimya üzrə fəlsəfə doktoru elmi dərəcəsi almaq üçün təqdim
edilmiş dissertasiyanın

A V T O R E F E R A T I

Bakı – 2016

Dissertasiya işi Azərbaycan Milli Elmlər Akademiyası akademik Y.H.Məmmədəliyev adına Neft-Kimya Prosesləri İnstitutunda yerinə yetirilmişdir.

Elmi rəhbər: akademik V.M.Abbasov

Rəsmi opponetlər: k.ü.e.d., prof. A.H.Həsənov
k.ü.e.d. S.Ə.Məmmədşanova

Aparıcı təşkilat: Bakı Dövlət Universiteti “Neft kimyası və kimya texnologiyası” kafedrası

Dissertasiyanın müdafiəsi “25” noyabr 2016-cı il saat 10⁰⁰-da Azərbaycan Milli Elmlər Akademiyasının Neft-Kimya Prosesləri İnstitutu nəzdində D 01.031 Dissertasiya Şurasının iclasında keçiriləcək.

Ünvan: AZ 1025, Bakı, Xocalı prospekti, 30
e-mail: nkpi@nkpi.az

Dissertasiya ilə Azərbaycan MEA NKPI-nin kitabxanasında tanış olmaq olar.

Avtoreferat 21 oktyabr 2016-cı ildə paylanmışdır.

**D 01.031 Dissertasiya Şurasının
Elmi katibi, k.ü.e.d., prof.**



M.C.İbrahimova

İŞİN ÜMUMİ XARAKTERİSTİKASI

Mövzunun aktuallığı. Hazırda dünyada təbii amillərlə müalicə üsulları geniş tətbiq olunmaqdadır. Bu müalicə üsulları təbii vasitələrdən istifadəni tələb edir. Bu baxımdan dünyada analoqu olmayan müalicəvi Naftalan neftinin istifadə perspektivləri böyükdür və ölkəmizin iqtisadi inkişafında müstəsna rol oynaya bilər. Müalicəvi Naftalan neftinin tədqiqi sahəsində bir sıra işlər aparılsa da onun daha dərin və müasir üsullar ilə kimyəvi tədqiqində öz həllini gözləyən problemlər çoxdur. Müalicəvi neftin kimyəvi tərkibi daha dəqiq araşdırılmalı, istilik-fiziki xassələri, biomarkerlərin miqdarı və fraksiyalar üzrə paylanması öyrənilməlidir. Digər tərəfdən elə müasir və iqtisadi əlverişli təmizləmə texnologiyası yaradılmalıdır ki, müalicəvi komponentin çıxımı yüksək olsun, enerji məsrəfləri az olsun. Bu baxımdan adsorbsiya üsulu ilə təmizləmə üsulunun işlənilib hazırlanması xüsusi əhəmiyyət kəsb edir. Belə ki, yüksək adsorbsiya qabiliyyətli adsorbentlərin, xüsusən də təbii adsorbentlərin seçilməsi və həmçinin yumşaq temperatur rejiminin müəyyənləşdirilməsi, az enerji məsrəfi tələb edən səmərəli təmizləmə prosesinin işlənməsi xüsusi aktuallıq kəsb edir.

Təqdim olunan dissertasiya işi bu aktual problemin həllinə yönəldilmişdir.

İşin məqsədi. İşin məqsədi ayrı-ayrı quyulardan çıxan neftlərin fiziki-kimyəvi xassələrini, struktur-qrup tərkibini müasir üsullarla tədqiq etməklə müalicəvi neftdə olan biomarkerlərin paylanma xarakterini müəyyən etmək, müalicəvi neftin sintetik və təbii adsorbentlər və maqnit sahəsinin təsiri ilə təmizləmə imkanlarının araşdırılmasıdır. Aparılan tədqiqatın nəticəsində yeni təmizləmə texnologiyasının optimal parametrlərinin müəyyənləşdirilməsi nəzərdə tutulur.

Elmi yeniliyi.

Müxtəlif quyulardan çıxarılan müalicəvi neftlərin fiziki-kimyəvi xassələri, o cümlədən mikroelement tərkibləri tədqiq olunmuşdur. Müxtəlif quyular neftlərində Ca, Cu, Fe, Na, Ti, Ni, Zn, Li, Mg, Mn elementlərinin miqdarı müəyyənləşdirilmişdir.

Müalicəvi neftin distilləsindən ayrılmış fraksiyaların təbii (γ - Al_2O_3 , maqnitləşə bilən təbii qum Az-4), sintetik (slikogel) və aktivləşmiş kömür adsorbent iştirakı ilə aromatikləşdirilmə imkanları tədqiq olunmuşdur. İlk dəfə olaraq adsorbent ilə aromatikləşdirmə prosesinə maqnit sahəsinin təsiri öyrənilmişdir.

БАУ-ЛВ, БАУ-А, БАУ-МФ, ДАК-5, ДАК markalı aktivləşdirilmiş kömür adsorbent kimi tədqiq olunaraq müəyyən edilmişdir ki, aktivləşdirilmiş kömür və aromatikləşdirilməsi nəzərdə tutulan distillat 1:1 kütlə nisbətində götürülərək otaq temperaturunda qarışdırıldıqda aromatik karbohidrogenlərin miqdarı maqnit sahəsinin təsiri olmadıqda 27%-dən 11%-ə, maqnit sahəsinin təsiri olduqda 8%-ə qədər azalır. Qismən aromatikləşən yağın çıxımı maqnit sahəsinin təsiri olmadıqda 73%, maqnit sahəsinin təsiri olduqda 70% olur.

Bentonit və slikogel istifadə edilməklə aromatikləşdirmə prosesinin parametrləri müəyyən edilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, temperatur istifadə etmədən üç pilləli adsorbsiyalı təmizləmə üsulu ilə neft distillatlarından aromatik karbohidrogenləri tam çıxartmaq olar. Belə ki, otaq temperaturunda distillat : bentonit nisbəti 3:1 olmaqla iki pilləli, kalonda təmizləndikdə birinci pillədə maqnit sahəsinin təsiri olmadıqda aromatik karbohidrogenlərin miqdarı 27%-dən 18%-ə, ikinci pillədə 10%-ə qədər azalır. Maqnit sahəsinin təsiri olduqda aromatik karbohidrogenlərin qalıq miqdarı uyğun olaraq 15 və 7% olur. Üçüncü pillə slikogel: yağ nisbəti 1:1 olmaqla aparılır və bu zaman aromatik karbohidrogenlərin miqdarı hər iki halda sifra bərabər olur, ağ Naftalan yağının çıxımı 70% təşkil edir.

Yeni təmizləmə texnologiyası aşağıdakı üstünlüklərə malikdir: iki pillədə ucuz və təbii bentonit istifadə olunduğundan proses daha ucuz başa gəlir. Temperatur istifadə edilmədiyindən enerji məsrəfləri azalır. Prosesdə faktiki olaraq naften karbohidrogenləri itkisi minimum həddə olur ($\approx 3\%$).

Müalicəvi neftdən alınan ağ Naftalan yağının istilik-fiziki xassələri öyrənilmişdir. İlk dəfə olaraq ağ Naftalan yağında və xam neftin özündə karbon izotopları tədqiq olunmuşdur.

İşin praktiki əhəmiyyəti. Alınan nəticələr göstərir ki,

müalicəvi neftin təklif olunan təmizləmə texnologiyası daha əlverişlidir və daha yüksək təmizliklə “ağ Naftalan” yağı almağa imkan verəcək. Adsorbent kimi təbii materiallardan istifadənin mümkünlüyü prosesin iqtisadi səmərəliliyini daha da artırır. Prosesin otaq temperaturunda aparılması enerji məsrəflərini azaltmağa imkan verir.

İşin nəşri və aprobasiyası. Dissertasiya işinin əsas nəticələri aşağıdakı elmi konfranslarda məruzələrlə təqdim olunmuşdur:

4th Rostoker international Symposium. Thermophysical properties for technical thermodynamics. Baku. Azerbaijan, 17-18 september 2015, s. 112; Ümumimilli lider Heydər Əliyevin anadan olmasının 92-ci ildönümünə həsr olunmuş “Müasir biologiya və kimyanın aktual problemləri elmi-praktiki konfrans. 05-06 may, 2015, II hissə, s. 248-251.

Dissertasiya işi üzrə 10 elmi əsər çap olunmuşdur, onlardan 8-i məqalə, 2-si məruzə tezisləridir.

Dissertasiya işinin həcmi və quruluşu. Dissertasiya işi 140 çap vərəqində tərtib olunub, giriş, beş fəsil, yekun nəticələrdən, 24 cədvəl, 53 şəkildən, 174 istinad olunmuş ədəbiyyat siyahısından və əlavələrdən ibarətdir.

Girişdə dissertasiya işinin aktuallığı əsaslandırılmış, işin məqsədi göstərilmiş, əldə olunmuş elmi yeniliklər verilmiş, işin praktiki əhəmiyyəti izah edilmişdir və dissertasiyanın aprobasiyası, quruluşu haqqında məlumatlar verilmişdir.

Birinci fəsildə müalicəvi neftin istifadə tarixi, neft kimi tədqiqi, struktur – qrup tərkibi, təmizləmə texnologiyalarına aid məlumatlar verilmişdir.

İkinci fəsildə neftin tədqiqinə dair üsullar, bu üsulların tətbiqi üçün istifadə edilən cihazlar haqqında məlumat verilmişdir.

İşığın dinamik paylanması (İDP) üsulu ilə Naftalan neftinin heptanda və toluolda məhlulunda hissəciklərin nanoölçülü strukturlarının, ölçülərinin məhlulun temperaturundan asılılığına aid tədqiqatların nəticələri verilmişdir. Eyni zamanda ayrı-ayrı quyulardan çıxarılan müalicəvi Naftalan neftinin mikroelement tərkibinin nəticələri də verilmişdir.

Ağ Naftalan yağının ilk dəfə olaraq həyata keçirilmiş istilik-fiziki xassələrinin tədqiqinin nəticələri də bu bölmədə verilir.

Müalicəvi neftin adsorbsiyalı, üç pilləli təmizlənməsi texnologiyası ilə alınan “ağ Naftalan yağının” NMR- və İQ-spektral analizi əsasında müəyyən edilib ki, təklif olunan texnoloji şəraitdə alınan ağ Naftalan yağında praktiki olaraq aromatik karbohidrogenlər yoxdur.

Üçüncü fəsildə müalicəvi Naftalan neftinin müxtəlif analitik metodlarla analizinin nəticələri verilmişdir. Bu üsullara qaz xromatografiyası, kütlə spektroskopiyası, termoqravimetrik sinqlofoton ionlaşdırıcı kütlə spektroskopu ilə analiz aiddir.

Dördüncü fəsildə Naftalan neftinin distillatının maqnit sahəsində aromatik karbohidrogenlərdən təmizlənməsinə aid tədqiqatların nəticələri verilmişdir.

Maqnit sahəsinin təsiri müxtəlif variantlarda, maqnit sahəsinin gücü tənzimlənərək geniş intervalda dəyişdirilməklə öyrənilmişdir.

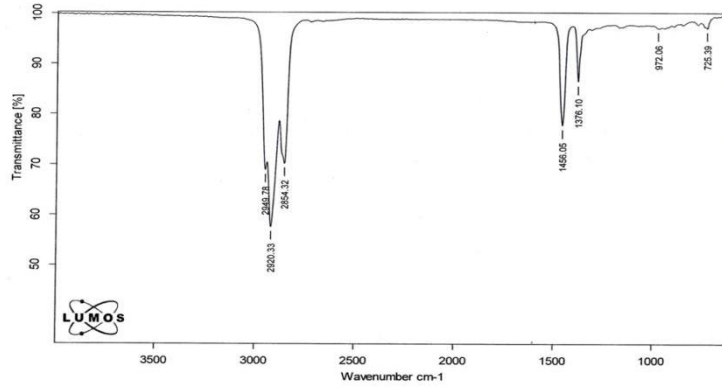
Adsorbent kimi müxtəlif markalı aktivləşdirilmiş kömürlər, Az-4 təbii qum, Alpoud bentoniti və silikagel götürməklə adsorbsiyalı təmisləmə proseslərinin nəticələri verilmişdir.

Beşinci fəsildə Naftalan nefti distillatının müxtəlif sorbentlər iştirakı ilə aromatsızlaşdırılması prosesinin tədqiqinin nəticələri verilmişdir.

İŞİN ƏSAS MƏZMUNU.

Dissertasiya işi üzrə aparılmış tədqiqatlar nəticəsində yaradılan təmizləmə texnologiyası əsasında alınan ağ Naftalan yağı NMR- və İQ- spektroskopiyasının köməyi ilə tədqiq olunmuşdur.

Ağ Naftalan yağının İQ-spektri Furiye Mikroskop Lumos (Bruker firması) spektrometrində çəkilmişdir. Alınmış spektr şəkil 1-də verilir.



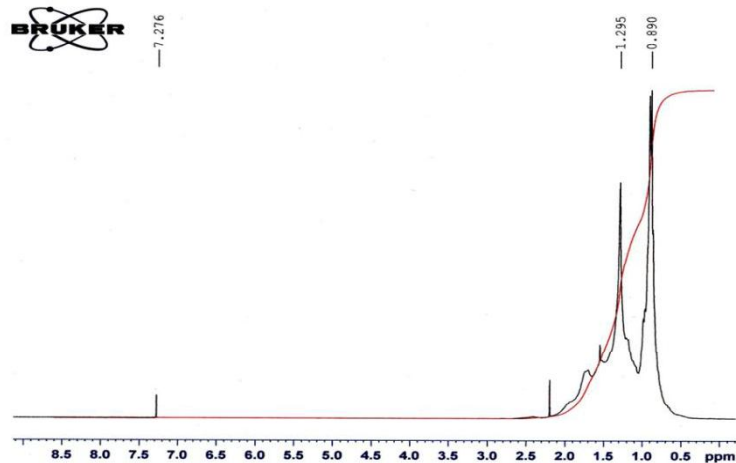
Şəkil 1. Ağ Naftalan yağının İQ-spektri.

Üç pilləli adsorbsiya üsulu ilə alınmış ağ Naftalan yağının İQ-spektrində aşağıdakı udulma zolaqları aşkar olunmuşdur:

- CH- əlaqəsi (CH₂ qrupunda) rəqqaslı titrəyiş (725 sm⁻¹);
- CH₂ qrupunda C-H əlaqəsinin deformasiya (1456 sm⁻¹) və valent (2920,2949sm⁻¹) titrəyişləri;
- CH₃ qrupunun deformasiya (1376 sm⁻¹) və valent (2854 sm⁻¹) titrəyişləri;
- naften karbohidrogenlərinin CH₂ qruplarının C-H əlaqəsinin deformasiya titrəyişləri (9728 sm⁻¹).

Spektrdən görüldüyü kimi ağ Naftalan yağının tərkibində aromatik karbohidrogenləri xarakterizə edən udulma zolaqları müşahidə edilmir.

Ağ Naftalan yağının NMR spektri Bruker (Almaniya) firmasının 300 MHs tezlikli spektrometrində çəkilmişdir. Spektr şəkil 2-də verilir.



Şəkil 2. Ağ Naftalan yağının NMR- spektri

Spektrdə alkil fraqmentlərinin CH_3 və CH_2 qruplarına məxsus rezonans siqnalları kimyəvi sürüşmənin (δ -şkala) 0,89 və 1,30 ppm qiymətlərində qeyd edilmişdir. Kondensləşmiş beş və altı üzvlü naften karbohidrogenlərinin siqnalları uyğun olaraq 1,55 və 1,7 ppm-də identifikasiya olunmuşdur.

Aromatik karbohidrogenlərə xas siqnallar (spektrin $\delta=6,0-8,5$ ppm sahəsi) spektrdə müşahidə olunmur. Başqa sözlə, təqdim olunan nümunənin (ağ Naftalan yağının) tərkibində aromatik karbohidrogenlər yoxdur.

Müalicəvi Naftalan neftinin müxtəlif quyulardan çıxarılan nümunələrində mikroelementlərin (Ca, Cu, Fe, Na, Ti, Ni, Zn, Li, Mg, Mn) miqdarları tədqiq olumuşdur. Aşağıdakılar müəyyən edilmişdir:

- Cu elementi 51, 47 və 68-ci quyulardan çıxarılan neftlərdə daha çoxdur;
- Fe elementi 32, 90, 92-ci quyuların neftlərində nisbətən çox miqdardadır;
- Na elementi 51 və 38-ci quyuların, Ti 92 və 73-cü quyuların, Ni 32 və 90-cı quyuların, Zn 41-ci quyunun neftində daha çoxdur.

Naftalan yağının istilik-fiziki xassələrinin tədqiqi

İlk dəfə olaraq Ağ Naftalan yağının istilik-fiziki xassələri təqdid olunmuşdur: sıxlığın temperaturdan asılılığı; xüsusi həcmnin temperaturdan asılılıq diferensialı; izobar genişlənmənin temperaturdan asılılığı; səsin sürəti; adiabatik sıxılmanın temperaturdan asılılığı.

Müəyyən edilmişdir ki, temperaturun 274,256 K-dən 373,148 K-ə qədər artması nəticəsində dinamik özüllük $19,245 \cdot 10^6 / \text{Pa} \cdot \text{s}$ -dən $1,4023 \cdot 10^6 / \text{Pa} \cdot \text{s}$ -yə qədər, kinematik özüllük isə $21,7903 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ -dən $1,7174 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ -ə qədər azalır.

Müəyyən edilmişdir ki, temperatur 278,15K-dən 338,15K-ə qədər artdıqda sıxlıq kəskin azalır.

Tədqiqatların nəticəsi göstərir ki, temperatur 274,15K-dən 468,65-ə qədər dəyişdikdə doymuş buxar təzyiqi 14Pa-dan 34059Pa qədər artır. Kəskin artım daha yüksək temperaturalarda ($\geq 423,15\text{K}$) müşahidə olunur.

Naftalan Neftinin müxtəlif analitik metodlarla analizi.

Müalicəvi nefdən alınan ağ Naftalan yağının struktur-qrup tərkibinin tədqiqi əvvəlcə Shimadzu GCMS-QP 2010 ultra qaz xromatoqrafiyası və kütlə spektroskopiyası detektoru ilə təchiz olunmuş cihazda aparılmışdır. BPX5 60X0,25mmX0,25 μm kapilyar kolonkadan istifadə olunmuşdur. Qaz xromatoqrafinin temperatur rejimi müxtəlif fraksiyalar üçün fərqli seçilmişdir. İnyeksiya temperaturu 250 °C; daşıyıcı qaz helium götürülmüşdür; axın sürəti 1ml/dəq.; split nisbəti 1:100; inyeksiya həcmi 1 μl . Kütlə spektroskopiyası skan rejimi və seçilmiş ion monitoring (SIM-Selected Ion Monitoring) rejimində, $m/z=191$ (hopanlar) və $m/z=217,218$ (steranlar) fəaliyyət göstərmişdir. SIM rejimi birləşmələrin xromatoqramda kənar küy və çirkərdən azad olmasına şərait yaradır. Hər iki rejimdə detektorun enerjisi 70eV, gücü 1,2kV, ion mənbəyinin temperaturu 270 °C-yə tənzimlənmişdir. Nümunənin tərkibindəki əsas komponentləri təyin etmək üçün 300-dən artıq analiz aparılmışdır. İki pilləli adsorbsiyalı təmizləmə üsulu ilə alınmış ağ Naftalan yağında C₁₀-C₂₆ karbohidrogenlərin komponent

tərkibi cədvəl 1-də verilir.

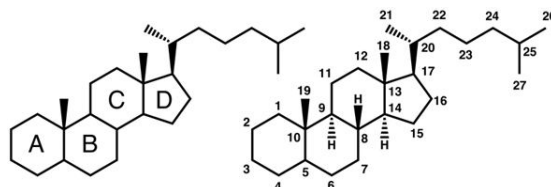
Cədvəl 1. Ağ Naftalan yağının tərkibinin göstəriciləri.

	Parafinlər	Naftenlər	Dinaftenlər	Politsiklik naftenlər	Alkil benzollar	İndan/Tetralin	
C<10	0,011%	0,053%	0,009%				
C10	0,029%	1,003%	0,190%	0,004%	0,001%		
C11	0,066%	1,584%	1,115%	0,064%	0,002%		
C12	0,164%	4,395%	2,862%	0,329%	0,040%		
C13	0,153%	10,364%	4,155%	0,715%	0,172%	0,001%	
C14	0,212%	9,999%	7,381%	1,197%	0,254%	0,003%	
C15	0,135%	8,228%	4,585%	0,938%	0,197%	0,001%	
C16	0,127%	7,968%	4,347%	0,873%	1,261%		
C17	0,099%	5,666%	2,446%	0,877%	0,502%		
C18	0,044%	4,129%	2,828%		0,082%		
C19	0,068%	1,372%	2,573%		0,184%		
C20	0,042%	1,310%	1,410%				
C21	0,048%	0,543%	0,152%				
C22	0,013%	0,215%	0,090%				
C23	0,017%	0,075%					
C24	0,013%						
C25	0,016%						
C26	0,003%						
	1,260%	56,903%	34,143%	4,996%	2,694%	0,005%	100,0%

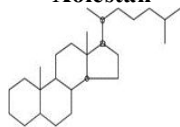
Cədvəldən göründüyü kimi iki pilləli təmizləmədən sonra ağ Naftalan yağında 2,694% alkil benzollar və 0,005% indan/tetralin var. Üç pilləli təmizləmədən sonra ağ Naftalan yağında aromatik karbohidrogenlər qalmır.

Ağ Naftalan yağında xolestanlar (1,450% küt.), norxolestanlar; erqostan, andostanlar (0,180% küt.); stəranlar (0,249% küt.); hopanlar (0,025% küt.) olduğu müəyyənləşdirilmişdir.

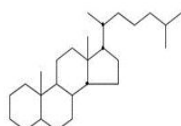
Stəranlar



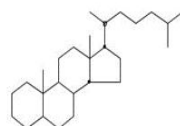
Xolestan



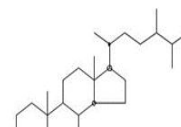
14 α (H)-17 α (H)-
xolestan 20S



14 β (H)-17 β (H)-
xolestan 20R

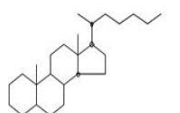


14 β (H)-17 β (H)-
xolestan 20S

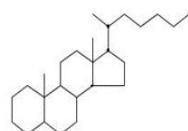


14 α (H)-17 α (H)-
xolestan 20R

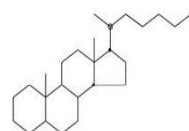
Norxolestan



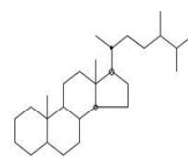
14 α (H)-17 α (H)-
27norxolestan 20S



14 β (H)-17 β (H)-
norxolestan 20R

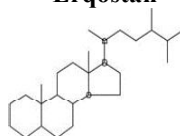


14 β (H)-17 β (H)-
norxolestan 20S

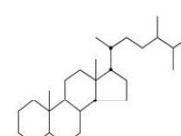


14 α (H)-17 α (H)-
norxolestan 20R

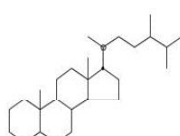
Ergostan



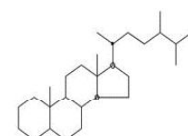
14 α (H)-17 α (H)-
ergostan 20S



14 β (H)-17 β (H)-
ergostan 20R

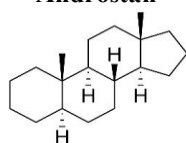


14 β (H)-17 β (H)-
ergostan 20S

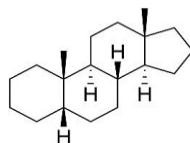


14 α (H)-17 α (H)-
ergostan 20R

Androstan

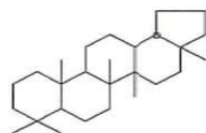


5 α -Androstane

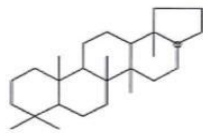


5 β -Androstane

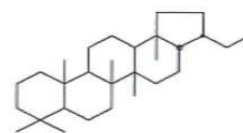
Hopan



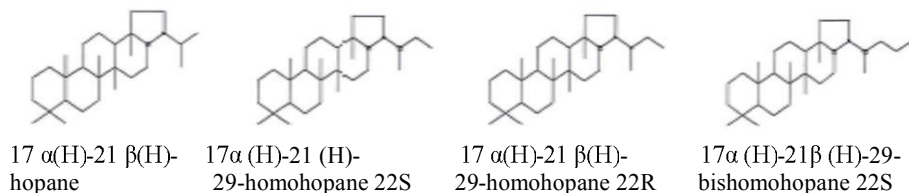
18 α (H)-22,29,30-
trisnorhomohopane



17 α (H)-22,29,30-
trisnorhomohopane

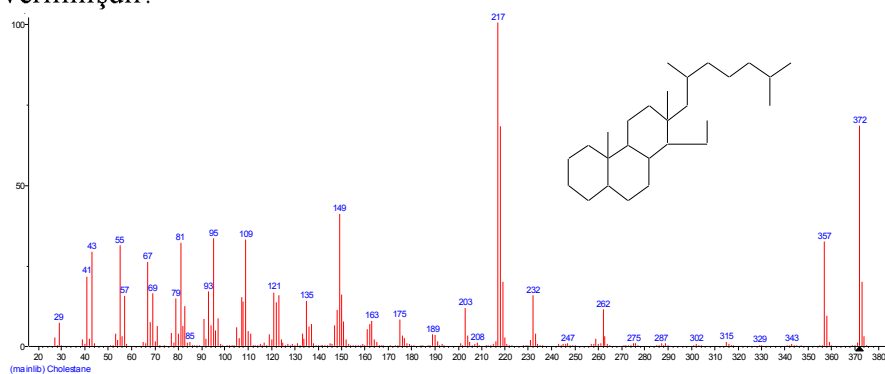


17 α (H)-21 β -
30-norhopane

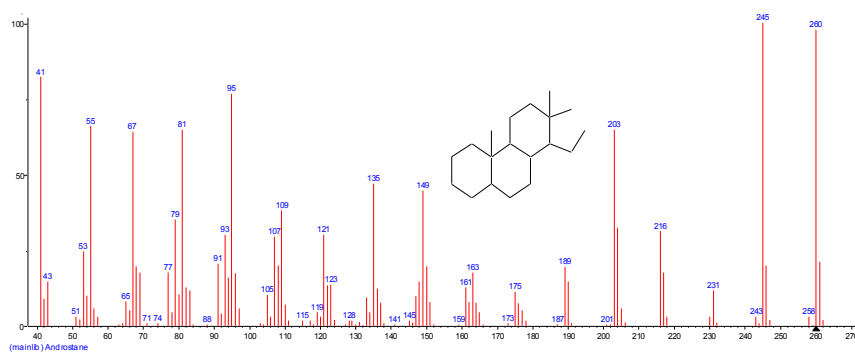


Analiz nəticələrinin dəqiq olması qaz xromatoqrafiyası-kütlə spektroskopiyası (GC-MS), ikiölçülü qaz xromatoqrafiyası -kütlə spektroskopiyası (GC x GC-MS) və termoqramimetrik singləfoton ionlaşdırıcı kütlə spektroskopiyasının (TG-SPI-MS) istifadəsi sayəsində mümkün olmuşdur.

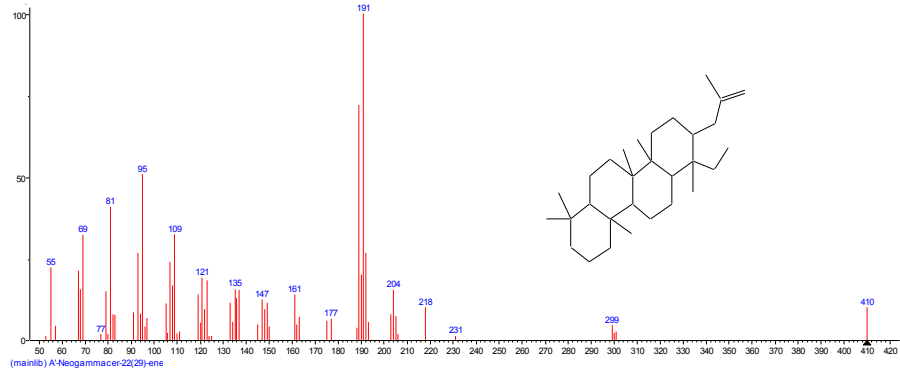
Şəkil 3, 4, 5-də xolestan, androstan və hopanın kütlə spektrləri verilmişdir.



Şəkil 3. Xolestan



Şəkil 4. Androstan



Şəkil 5. Hopan

Naftalan nefti distillatının aromatik karbohidrogenlərdən maqnit sahəsində təmizlənməsi.

Müalicəvi Naftalan neftinin distillatını aromatiksizləşdirərək ağı Naftalan yağının alınması böyük aktualıq kəsb edir. Aromatiksizləşdirmə üçün müxtəlif təbii və sintetik adsorbentlər istifadə olunmuş və aromatiksizləşdirməyə maqnit sahəsinin təsiri öyrənilmişdir. Sintetik adsorbent olaraq KCM, IICM, MCM sliqogelləri, БАУ-А, БАУ-ЛВ, БАУ-МФ, ДАК, ДАК-5 markalı aktivləşdirilmiş kömürlər, γ -Al₂O₃, təbii adsorbent kimi Az-4 alümoslikat istifadə olunmuşdur.

Az-4 təbii alümoslikatın tərkibi öyrənilərək aşağıdakı nəticələr alınmışdır: Al₂O₃ – 12,44%; SiO₂ – 63,21%; K₂O – 4,15%; CaO – 10,99%; TiO₂ – 0,97%; MnO – 0,15%; Na₂O – 0,85%; MgO – 1,02%; P₂O₅ – 0,057%; SO₃ – 0,013%; FeO₃ – 9,84%.

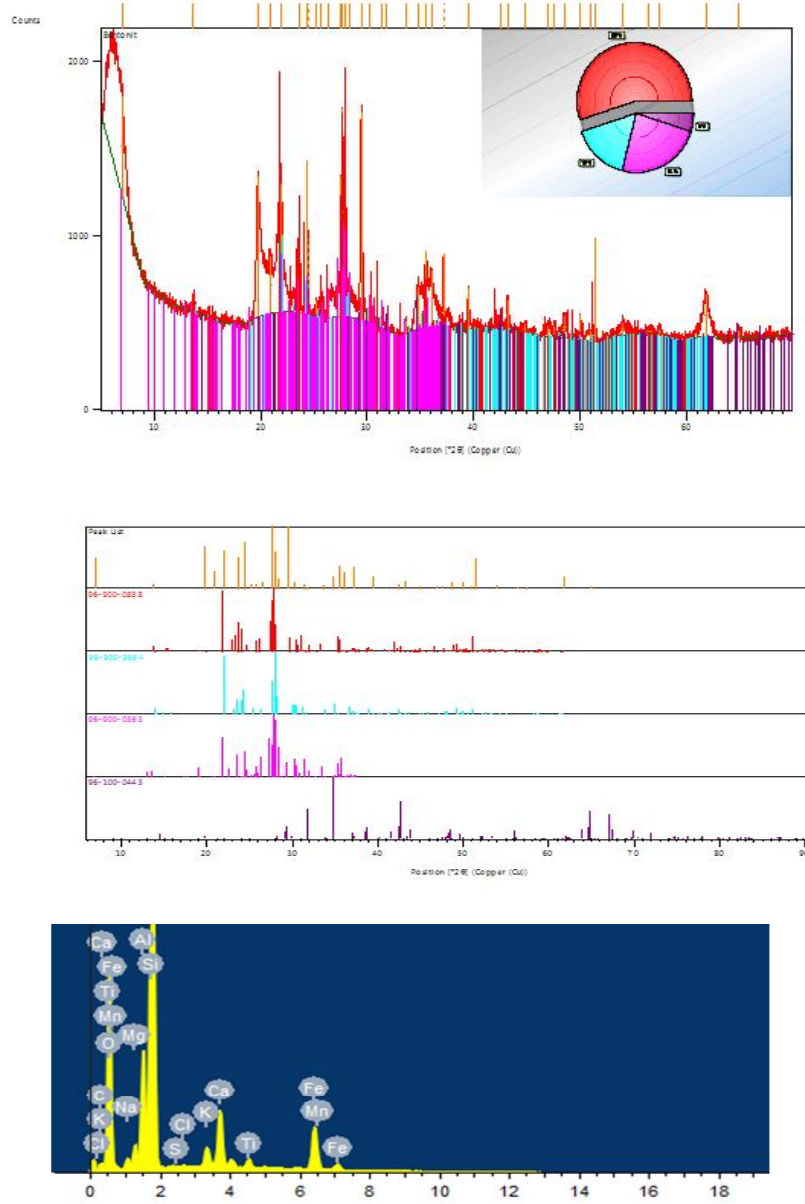
Təbii adsorbent kimi həm də Alpoud yatağının bentoniti istifadə olunmuşdur. Bu bentonitin tərkibi aşağıdakı kimidir:

SiO₂-62,0%; TiO₂-0,9%; Na₂O-2,2%; Al₂O₃-14%; MnO-0,02%; Fe₃O₄-4,5%; MgO-3,2%; P₂O₅-0,19%; FeO-0,6%; CaO-2,8%.

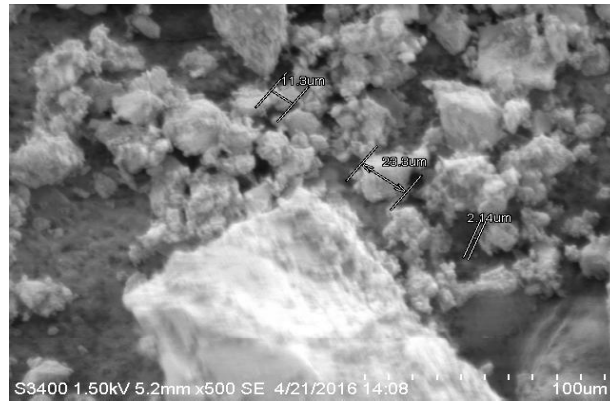
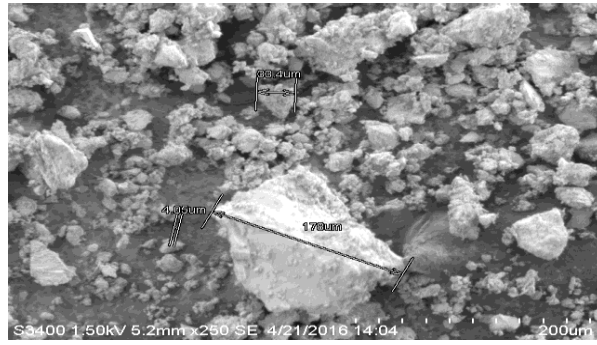
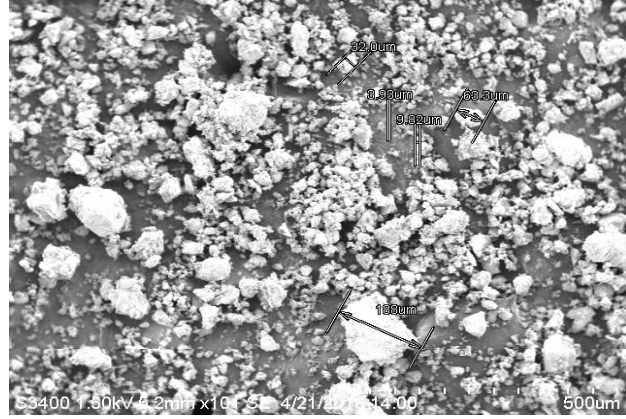
İstifadə olunan bentonitin rentgen-faza spektri və element analizi şəkil 6-da verilmişdir.

Həmçinin bentonitin elektron skanedici mikroskopda 100, 250 və 500 dəfə böyüdülməklə hissəciklərinin ölçüləri müəyyən

edilmiştir (şekil 7).



Şekil 6. İstifadə olunmuş bentonitin rentgen-faza spektri və element analizi



Şəkil 7. İstifadə olunmuş bentonitin elektron skanedici mikroskop vasitəsilə 100, 250 və 500 dəfə böyüdülməklə hissəciklərin ölçüləri

Maqnit sahəsinin təsiri iki variantda öyrənilmişdir. Birinci variantda, içərisində distillat və adsorbent olan kolba maqnit sahəsinə yerləşdirilir və müxtəlif gücə malik maqnit sahəsinin təsiri öyrənilmişdir. İkinci variantda, qurğuda naftalan distillatı əvvəlcədən maqnit sahəsinin təsirinə məruz qalır, sonra kolonda olan adsorbent üzərindən keçirilir.

Naftalan nefti distillatının müxtəlif sorbentlərdən istifadə etməklə aromatisizləşdirilməsi prosesinin nəticələri.

Aromatisizləşdirmə iki üsul ilə aparılır.

Birinci üsul üzrə naftalan nefti distillatı adsorbent kimi sliko-gel, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, bentonit, aktivləşdirilmiş kömür və təbii alümoslikat (Az-4) istifadə edilməklə distillat:adsorbent 1:3 nisbətində olmaqla maqnit sahəsində olan kolbaya yerləşdirilərək aromatisizləşdirmə prosesi tədqiq olunub. Təcrübələr otaq temperaturunda, 70 və 100 °C temperaturlarda, hər pillə 1 saat olmaqla 3 pillədə aparılıb.

İkinci üsulda distillat otaq temperaturunda maqnit sahəsində aktivləşdirilmiş və sonra maqnit sahəsinin təsiri olmadan müxtəlif adsorbentlər üzərindən (distillat:adsorbent 1:1 ÷ 1:3 nisbətində) keçirilərək aromatisizləşdirilmişdir.

Müəyyən edilmişdir ki, adsorbent kimi sliko-gel KCM götürüldükdə (distillat:sliko-gel nisbəti 1:1, otaq temperaturu) maqnit sahəsinin təsiri olduqda və olmadıqda distillat aromatik karbohidrogenlərdən tam təmizlənir, lakin bu zaman rafinatın çıxımı 35% kütlə təşkil edir. Bu o deməkdir ki, müalicəvi əhəmiyyətli naften karbohidrogenlərinin xeyli hissəsi sliko-gelə keçir.

Həmin sliko-geldən (KCM) istifadə etməklə qarışdırılma üsulu ilə təmizləmə aparıldıqda naften karbohidrogenlərinin çıxımı bir qədər artsa da (52,7 və 50% kütlə) aromatisizləşmə dərin getmir və aromatik karbohidrogenlərin qalıq miqdarı uyğun olaraq 20 və 17% kütlə olur.

$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ kolona doldurularaq distillatın : adsorbentə 1:1 kütlə nisbətində otaq temperaturunda, maqnit sahəsinin təsiri olmadan aromatisizləşdirmə aparıldıqda aromatik karbohidrogenlərin qalıq

miqdarı 20% kütlə olur. Maqnit sahəsinin təsiri olduqda aromatik karbohidrogenlərin qalıq miqdarı 18% kütlə təşkil edir. İkinci pillədə təmizləmədən sonra aromatik karbohidrogenlərin qalıq miqdarı uyğun olaraq 18 və 14% kütlə olur.

Təcrübələr temperatur şəraitində də (70 və 100 °C-də) aparılmış, lakin tam aromatikləşmə üzrə tələb olunan nəticə alınmamışdır.

Az-4 adsorbenti ilə aparılan təcrübələr də yaxşı nəticələr verməmişdir.

Səmərəlilik baxımından aktivləşdirilmiş kömür ilə təmizləmə daha yaxşı nəticə vermişdir. Kömür:distillat kütlə nisbəti 1:1 olduqda qarışdırma və kolonda aromatikləşdirmə zamanı aromatik karbohidrogenlərin qalıq miqdarı təmizləmədən sonra uyğun olaraq 11 və 8% kütlə olmuşdur.

Bentonit : distillat nisbəti 3:1 olduqda və bentonit əvvəldən yüngül benzin ilə işləndikdə birinci pillədən sonra aromatik karbohidrogenlərin qalıq miqdarı 27%-dən 18%-ə qədər, ikinci pillədən sonra 10%-ə qədər azalır.

Qeyd edək ki, bentonit ilə təmizləmə prosesinə ultrasəs təsiri də öyrənilmişdir. Belə ki, distillat : bentonit nisbəti 3:1 götürülməklə üç pilləli aromatikləşdirilmə aparılmışdır. Müəyyən edilmişdir ki, belə təmizləmədə üçüncü pillədən sonra aromatik karbohidrogenlərin miqdarı 7,0%-ə qədər azalır. Lakin üçüncü pillədən sonra təmizlənmiş distillatın çıxımı 42% olur. Bu o deməkdir ki, aromatik karbohidrogenlərin qalıq miqdarını çıxarmaq üçün 4-cü – sliqogel ilə təmizləmə pilləsi tələb olur. Digər tərəfdən də naften karbohidrogenlərinin 31%-i aromatik karbohidrogenlərlə birlikdə bentonit tərəfindən udulur. Bu da əsas məhsulun çıxımını kəskin azaldır.

Üçüncü pillədə adsorbent kimi sliqogeldən istifadə edildikdə ikinci pillənin məhsulu:sliqogel 1:1 kütlə nisbətində götürüldükdə otaq temperaturunda aromatik karbohidrogenlər tamamilə adsorbent tərəfindən udulur və alınan ağ Naftalan yağının çıxımı 70% olur. Bu, o deməkdir ki, aromatik karbohidrogenlər (27% kütlə) tam olaraq adsorbentlər tərəfindən udulur, naften karbohidrogenlərinin adsor-

bent tərəfindən tutulan miqdarı 3% kütlədən çox olmur.

NƏTİCƏLƏR

1. Müxtəlif quyulardan çıxarılan müalicəvi Naftalan neftinin mikroelement tərkibi öyrənilmişdir. Səkkiz quyunun neftində Ca, Cu, Fe, Na, Ti, Ni, Zn, Li, Mg, Mn elementlərinin miqdarı müəyyənləşdirilmişdir. Ca, Na, Mg, Fe elementlərinin miqdarının daha çox olduğu aşkar edilmişdir.

2. İlk dəfə olaraq müalicəvi Naftalan neftindən alınan ağ Naftalan yağının istilik-fiziki xassələri tədqiq olunmuşdur. Temperaturdan asılı olaraq kinematik özüllüyün dəyişməsi öyrənilmiş, dinamik özüllük $\mu \cdot 10^6/\text{Pa}\cdot\text{s}$ hesablanmışdır. Temperatur 244,256 K-dən 373,148 K-ə qədər dəyişdikdə dinamik özüllüyün $19,245 \cdot 10^6/\text{Pa}\cdot\text{s}$ -dən $1,4023 \cdot 10^6/\text{Pa}\cdot\text{s}$ -ə qədər dəyişdiyi müəyyən edilmişdir.

3. Shimadzu GCMS-QP 2010 Ultra qaz xromotoqrafiyası və kütlə spektroskopiyası detektoru ilə təchiz olunmuş cihazda ağ Naftalan yağının komponent tərkibi öyrənilmişdir. Ağ Naftalan yağında hopan, androstan, steran, xolestan kimi biomarkerlərin olduğu sübut olunmuşdur.

4. İlk dəfə olaraq müalicəvi Naftalan neftinin distillatının aromatisizləşdirilməsi üçün aktivləşmiş kömür, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, Az-4 markalı təbii alümosilikat, bentonit istifadə edilmiş, onların maqnit sahəsində, maqnit sahəsi olmadan, ultrasəs təsiri olduqda və olmadıqda adsorbent xassələri öyrənilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, BAY-A markalı aktivləşmiş kömür distillat ilə 1:1 kütlə nisbətində götürüldükdə, distillat otaq temperaturunda kolondan buraxıldıqda maqnit sahəsinin təsiri olmadıqda aromatik karbohidrogenlərin miqdarı 27%-dən 11%-ə, maqnit sahəsinin təsiri olduqda 8%-ə qədər azalır.

5. Müəyyən edilmişdir ki, slikogel : distillat 1:1 kütlə nisbətində götürülməklə kolonda aromatisizləşdirmə aparıldıqda (otaq temperaturunda) aromatisizləşmə tam getsə də ağ yağın çıxımı cəmi 35% olur. Bu onu göstərir ki, slikogel demək olar ki, naften

karbohidrogenlərinin yarısından çoxunu udaraq saxlayır.

6. Müalicəvi Naftalan neftinin tədqiqi tarixində ilk dəfə olaraq aktivləşmiş kömür və sliqogel istifadə etməklə distillatın müasir təmizlənmə texnologiyası yaradılmışdır. Proses iki mərhələdə həyata keçirilir: 1) aktivləşmiş kömür БАУ-А və distillat 1:1 kütlə nisbətində götürülməklə, otaq temperaturunda kolondan keçirməklə; 2) 1-ci mərhələdən alınan qismən təmizlənmiş distillat 1:1 kütlə nisbətində olmaqla kolona doldurulmuş sliqogel təbəqəsindən buraxılır. Bu halda aromatik karbohidrogenlərdən tam təmizlənmiş ağ Naftalan yağının çıxımı $\approx 70\%$ olur.

7. Azərbaycanın Alpoud yatağından çıxarılan bentonit və sliqogeldən adsorbent kimi istifadə etməklə müalicəvi Naftalan neftinin təmizlənməsi texnologiyası işlənilib hazırlanmışdır. Üç pilləli proses otaq temperaturunda aparıldığından az enerji tutumludur. Birinci iki pillədə təbii bentonitin istifadəsi prosesin maya dəyərini kəskin azaldır. Distillat: bentonit 3:1 kütlə nisbətində, sliqogel:distillat 1:1 kütlə nisbətində götürülür. Distillat tam aromatiksizləşir və ağ Naftalan yağının çıxımı $\approx 70\%$ olur.

Hər üç pillədə proses otaq temperaturunda aparılır.

Dissertasiyanın nəticələri aşağıdakı elmi əsərlərdə əks olunmuşdur:

1. Аббасов В.М., Ибрагимова М.Д., Нагиев В.А., Мовсумова П.А., Ализаде А.Э., Наджафова Г.А., Алиев Б.М. Селективная очистка Нафталанской нефти N-метилпирролидоном // г.Москва, Мир нефтепродуктов, 2014, №8, с.14-18

2. Abbasov V.M., Hacıyeva S.Y., Əlizadə A.E., Nəcəfova G.Ə., Əzizova P. Naftalan nefti fraksiyalarının qaz xromatoqrafiyası kütlə spektroskopiyası üsulu ilə analizi // Kimya problemləri jurnalı, 2014, №3, s.247-258

3. Аббасов В.М., Мамедов А.М., Джафарова Р.А., Ализаде А.Э., Ахмедбекова С.Ф., Мехтиева Г.Н., Наджафова Г.А. Образование радикалов и термохемилюминесценция липидов и ацеталей для модификации лечебной нафталанской нефти // Нефтепереработка и нефтехимия, 2014, №9, с.38-42

4. Аббасов В.М., Ибрагимова М.Д., Мамедов Р.Б., Алиева Л.И., Мовсумова П.А., Наджафова Г.А., Джафарова Р.А., Ализаде А.Э., Ахмедбекова С.Ф. Селективная очистка фракции 200-450°C нафталанской нефти ионными жидкостями на основе муравьиной кислоты и аминов // Процессы нефтехимии и нефтепереработки, 2014, том 15, №1, с.39-47.

5. Abbasov V.M., Tağıyeva A.M., Abbasova Z.V., Əlizadə A.E., Musayeva İ.S. Təbiət kimyasının möcuzələri və ondan istifadə qaydaları, Elm, 2014, 264 s.

6. Бабаев Ф.Р., Мартынова Г.С., Мамедова С.Г., Максакова О.П., Нанаджанова Р.Г., Ализаде А.Э. О составе уникальной нефти Месторождения Нафталан // г.Москва, ВНИИОЭНГ, 2015, №3, с.36-42

7. Раджабов М.А., Садыхова Ф.Э., Ализаде А.Э., Байрамова Ш.Ш., Бабаева Э.М. К проблеме микст-инфекций, включая некультивируемые формы патогенов, и современные подходы к лабораторной диагностике и лечению острых кишечных инфекций //Биомедицина, 2016, №1, с.34-44

8. Мовсумова П.А., Алиева Л.И., Аббасов В.М., Ализаде А.Э. Очистка уникальной Нафталанской нефти селективными растворителями / IX Бакинская Международная Мамедалиевская конференция по нефтехимии, Баку, 4-5 октября, 2016, с.203

9. Abbasov V.M., Hacıyeva S.Y., Nəcəfova G.Ə., Əlizadə A.E., Vəliyeva G.T., Abbasova X.A. Naftalan neftinin 175-500°C-də qaynayan distillatının adsorbciyalı aromatiksizləşdirilməsinə maqnit sahəsinin təsirinin tədqiqi / Müasir biologiya və kimyanın aktual problemləri mövzusunda elmi-praktiki konfrans, Gəncə Dövlət Universiteti, 5-6 may 2015, s.234-236

10. Abbasov V.M., Hacıyeva S.Y., Nəcəfova G.Ə., Əlizadə A.E., Vəliyeva G.T., Abbasova X.A. Naftalan nefti və onun 160-340°C-lik distillatların qaz xromatoqrafiyası-kütlə spektroskopiyası üsulu ilə tərkibinin analizi / Müasir biologiya və kimyanın aktual problemləri mövzusunda elmi-praktiki konfrans, Gəncə Dövlət Universiteti 5-6 may 2015, s.248-251

11. Abbasov V.M., Nadjafova G., Movsumova P., Alizade A.E., Influence of temperature and magnetic field on dearomatization of distillates of naphthalene oil / International Conference on thermophysical and mechanical properties of advanced materials, 17-18 september 2015, Baku, p. 12

Ализаде Арзу Элбрус кызы
Спектрально- аналитическое исследование Нафталанской
нефти и разработка технологии низкотемпературной
адсорбентной очистки

РЕЗЮМЕ

Исследованы нефти из различных скважин месторождения Нафталан, изучено содержание микроэлементов (Ca, Cu, Na, Ni, Zn, Li, Mg, Mn, Fe, P).

Использованы различные спектральные методы анализа и изучено структурно-групповой состав белого Нафталанского масла, полученного адсорбционным методом очистки. В составе белого Нафталанского масла выявлены биомаркеры – гопаны, андростаны, холестаны. Установлены их содержание.

Разработан адсорбционный метод очистки дистиллята Нафталанской нефти. Процесс является трехступенчатым, проводится в комнатной температуре. В первых двух ступенях в качестве адсорбента используется азербайджанский бентонит, месторождении Алпоуд, в третьей ступени используется силикогел КСМ. Выход белого Нафталанского масла составляет 70%. Полученное масло не содержит ароматические углеводороды.

Процесс отличается малой электроемкостью, дешевизной и большим выходом конечного продукта.

Впервые исследовано теплофизическое свойства белого Нафталанского масла, определено влияние температуры на различные параметры белого масла.

Alizada Arzu Elbrus gyzy

Spectral-analytical investigation of Naphthalan crude oil and developed of technology of low-temperature purification using adsorbent

ABSTRACT

There have been investigated crude oils from different wells of Naphtalan field. The contents of microelements (Ca, Na, Ni, Zn, Li, Mg, Mn, Fe, P) have been studied.

Various spectral methods of analysis were used and structural- group composition of white Naphthalan oil, obtained by adsorbent method of purification, was studied. Biomarkers- gopans, and rostans, cholestanes were found in the composition of white Naphthalan oil.

The adsorbent method of purification of Naphthalan oil distillate has been worked out. The process consists of three stages and is carried out at room temperature. In the first two stages, as an adsorbent the Azerbaijanian bentonite of Alpoud field is used. In the third stage the silica gel KCM is used. The yield of white Naphthalan oil is 70%. The obtained oil has no aromatic hydrocarbons.

The process is distinguished by small energy-capacity, cheapness and a large yield of the final product. For the first time, themophysical properties of the white Naphthalan oil have been investigated. All Influence of temperature on various parameters of the white oil has been determined.

**НАЦИОНАЛЬНАЯ АКАДЕМИЯ НАУК АЗЕРБАЙДЖАНА
ИНСТИТУТ НЕФТЕХИМИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ
имени акад. Ю.Г. МАМЕДАЛИЕВА**

На правах рукописи

АРЗУ ЭЛБРУС КЫЗЫ АЛИЗАДЕ

**СПЕКТРАЛЬНО - АНАЛИТИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ
НАФТАЛАНСКОЙ НЕФТИ И РАЗРАБОТКА
ТЕХНОЛОГИИ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ
АДСОРБЕНТНОЙ ОЧИСТКИ**

Специальность: 2314.01– Нефтехимия

А В Т О Р Е Ф Е Р А Т

диссертации на соискание ученой степени
доктора философии по химии

Баку - 2016