

AZƏRBAYCAN MİLLİ ELMLƏR AKADEMİYASI
akademik Y.H. MƏMMƏDƏLİYEV adına NEFT-KİMYA
PROSESLƏRİ İNSTİTUTU

Əlyazma hüququnda

ŞƏBNƏM ZÜLFƏLİ qızı SƏFƏROVA

YOL BİTUMLARI ÜÇÜN AZOTLU AŞQARLARIN SİNTEZİ
VƏ TƏDQIQI

3321.01–Neft-qaz daş kömür emalı texnologiyası

Kimya üzrə fəlsəfə doktoru elmi dərəcəsi
almaq üçün təqdim edilmiş dissertasiyanın

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

Bakı - 2018

Dissertasiya işi Azərbaycan Milli Elmlər Akademiyasının Neft-Kimya Prosesləri İnstitutunda yerinə yetirilmişdir.

Elmi məsləhətçi:

Akademik
Vaqif Məhərrəm oğlu Abbasov

Elmi rəhbər:

Kimya üzrə elmlər doktoru
Elmar Şahmar oğlu Abdullayev

Rəsmi opponentlər:

Kimya üzrə elmlər doktoru, prof.
Pərvin Şamxal qızı Məmmədova

Kimya üzrə fəlsəfə doktoru
Nizami İbrahim oğlu Mürsəlov

Aparıcı təşkilat:

Azərbaycan Dövlət Neft və Sənaye Universiteti “Neft-kimya texnologiyası və sənaye ekologiyası” kafedrası

Dissertasiyanın müdafiəsi «30» noyabr 2018-ci il, saat «10⁰⁰»-da Azərbaycan Milli Elmlər Akademiyası Neft-Kimya Prosesləri İnstitutu nəzdində

D 01.031 Dissertasiya Şurasının iclasında keçiriləcəkdir.

Ünvan: AZ 1025, Bakı, Xocalı prospekti, 30

e-mail: nkpi@nkpi.az

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

Avtoreferat «19» oktyabr 2018-ci ildə paylanmışdır.

**D 01.031 Dissertasiya
Şurasının elmi katibi**

Kimya üzrə elmlər doktoru, prof.
Minavər Cəfər qızı İbrahimova

İŞİN ÜMUMİ XARAKTERİSKASI

Mövzunun aktuallığı. Hazırda dünyanın inkişaf etmiş ölkələrində yol tikintisində bitumlar geniş istifadə olunur. Əsasən yol bitumları neftin distilləsindən alınan qudrunun oksidləşməsi ilə alınır. Bitumun hansı neftlərin qudronları əsasında alınmasından asılı olmayaraq onların əsas nəqliyyat yollarının tikintisində istifadəsi üçün modifikasiya olunması önəmlidir. Belə ki, modifikasiya olunmamış və ya xüsusi əlavələr qatılmamış bitum istifadəsi ilə tikilən yollarda köhnəlmə və dağılma prosesi sürətlə gedir. Bunun əsas səbəblərindən biri bitumun çınqıla və digər dolduruculara adgeziyasının çox zəif olmasıdır.

Digər tərəfdən asfalt beton yolların tikintisində istifadə olunan bitumların mənfi temperaturlarda kövrəkliyinə və dartılma xassəsinə böyük önəm verilir. Çünki soyuq şəraitlərdə bitum kövrəkləşdikdə və suyun donması nəticəsində daha geniş həcmə malik buzun əmələ gəlməsi səbəbindən asfalt beton örtüyün dağılması problemləri daha da ciddiləşir.

Onu da qeyd edək ki, bituma əlavələrin bitum istehsal edən zavodlarda əlavə edilməsi məqsədə uyğun deyil. Çünki bu halda bitumun doldurulması və boşaldılması ciddi olaraq çətinləşir.

Qeyd olunanlar göstərir ki, yol bitumları üçün modifikatorların və əlavələrin yaradılması, istehsalı və istifadəsi aktual olaraq qalır.

Bu problem Azərbaycan Respublikası üçün də aktualdır və onun həlli dünya standartlarına uyğun yolların tikintisinə imkan verəcəkdir.

İşin məqsədi. Dissertasiya işinin məqsədi ucuz və ehtiyatı kifayət qədər olan xammallar əsasında yüksək keyfiyyətli adgeziya aşqarları sintez etmək, onların bitumların keyfiyyət göstəricilərinə təsirini tədqiq etmək, optimal qatılıqları müəyyənləşdirmək və tətbiq üçün tövsiyələr hazırlamaqdır.

İşin elmi yeniliyi. Təbii neft turşuları (TNT), distillə olunmuş neft turşuları (DNT), TNT-nin qovulmasının kub qalığı əsasında polietilenpoliamin (PEPA), trietilentetraamin (TETA) və dietilentriamin (DETA) ilə müxtəlif mol nisbətlərində amidoaminləri sintez olunmuş, onların adgeziya aşqarı kimi xassələri tədqiq olunmuşdur.

– TNT-nin dietanolamin (DEA) və monoetanolamin (MEA) ilə amidospirtləri sintez olunmuş və adgeziya aşqarı kimi bitumun keyfiyyətinə təsiri öyrənilmişdir.

– TNT-nin Ni, Co, Zn, Ca, Cu, Mn, Ba duzları sintez olunmuş və onların bitumun adgeziyasına təsiri öyrənilmişdir.

– TNT və bitki yağının rafinəsi zamanı alınan sabstok və qırmızı şlam əsasında adgeziya aşqarı alınmış və müəyyən edilmişdir ki, bituma bu aşqar 0,4% əlavə edildikdə bitumun adgeziya xassəsi ən yüksək olub 1 bal ilə qiymətləndirilir və bitumun digər xassələri də yaxşılaşır.

– TNT-nin amidoaminləri və TNT-nin kub qalığının Ca duzunun kompozisiyasının adgeziya aşqarı kimi sinergetik effektə malik olduğu aşkar edilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, TNT-nin kub qalığının PEPA ilə 6:1 mol nisbətində alınmış amidoamindən 0,5% və TNT-nin Ca duzunun 0,5% əlavə edilməsi bitumun bütün keyfiyyət göstəricilərini standartlara uyğun edir və yüksək adgeziyanı təmin edir. Belə ki, yumşalma temperaturu 49,5°C, 25°C-də iynə batma dərinliyi 0,1-59 mm, 25°C-də dartılma 76 sm, kövrəklik temperaturu mənfi 20°C olur. Adgeziya isə 1 balla qiymətləndirilir.

İşin praktiki əhəmiyyəti. Tədqiqat işinin nəticəsində yaradılmış V-2 adgeziya aşqarı 2015-ci ildən təcrübə-sənaye miqyasında istehsal olunur və Azərbaycanın yol tikintisində istifadə edilir.

2015-ci ildən 2018-ci ilin oktyabrın 15-ə qədər 311,025 ton V-2 aşqarı istehsal olunaraq istifadə edilmişdir. Bu aşqar Bakı şəhərində

Heydər Əliyev prospektinin yenidən qurulması, Bakı dairəvi yolunun tikintisində istifadə edimişdir. Hazırda respublikanın əsas və yardımçı yollarının tikintisində V-2 aşqarı geniş istifadə olunur. Bu da yolların daha keyfiyyətli və uzun ömürlü olmasını təmin edir.

Təklif olunan digər tərkiblər də istifadə perspektivlidir və onların istifadəsi adgeziya aşqarının maya dəyərinin aşağı salınmasına, çeşidinin çoxalmasına, istehsalının artmasına imkan verəcəkdir.

İşin aprobasiyası. Dissertasiya işinin mövzusunə aid tədqiqatların nəticələri Ümummilli Lider Heydər Əliyevin ildönümünə həsr olunmuş doktorant, magistr və gənc tədqiqatçıların elmi konfranslarında (Gəncə, 12-13 may 2014-cü il), 05-06 may 2015-ci il, Qafqaz Universiteti 17-18 aprel 2015-ci il, Bakı Dövlət Universiteti 2015-ci il, akademik S.C.Mehdiyevin 100 illik yubileyinə həsr olunmuş elmi-praktiki konfransı (Bakı, 2014-cü il), Polimer Materialları İnstitutunun 50 illik yubileyinə həsr olunmuş konfransda (Sumqayıt, 20-21 oktyabr 2016) müzakirə olunmuşdur.

Dissertasiya işinə aid elmi nəşrlər. Dissertasiya işinə aid 13 elmi əsər çap olunmuşdur ki, onlardan 6-sı məruzə tezisləri, 6-sı məqalədir və Azərbaycan Respublikasının 1 patenti alınmışdır.

Dissertasiya işinin həcmi və quruluşu. Dissertasiya işi girişdən və 4 fəsildən, nəticələrdən və nəşrə istinadlı əhatə edən 127 ədəbiyyat siyahısından ibarətdir. Dissertasiyada 25 şəkil, 1 sxem, 30 cədvəl var və dissertasiyanın ümumi həcmi 140 səhifədir.

Birinci fəsildə yol bitumunun alınma texnologiyaları, bitumun modifikasiya üsulları, bitumlara əlavələr və onların alınma üsulları haqqında elmi tədqiqatların əhatə edildiyi elmi əsərlərin şərhı verilir. Bu fəsildə oksidləşmiş yol bitumlarının, kompaundlaşdırma ilə alınan bitumların və modifikasiya olunmuş bitumların alınma üsulları və keyfiyyətlərinin müqayisəli təhlili şərh olunur.

İkinci fəsildə bitumların və bituma əlavələrin əsas tədqiqat

üsulları və bu üsulların istifadə edildiyi cihazlar haqqında məlumat verilir. Eyni zamanda sintez olunmuş maddələrin və hazırlanmış kompozisiyaların sınaq üsulları, İQ –, NMR-spektroskopiya üsulları və sintez olunmuş maddələrin bu üsullarla tədqiqatının nəticələri verilmişdir.

Üçüncü fəsildə TNT, TNT-nin qovulmasının kub qalığı, DNT, PEPA, TETA, DETA, MEA, DEA əsasında amidoaminlərin, amidospirtlərin sintezi və bituma aşqar kimi tədqiqatlarının nəticələrinin təhlili verilmişdir.

Dördüncü fəsildə TNT-nin müxtəlif duzlarının sintezi və bituma aşqar kimi tədqiqatlarının nəticələrinin şərhə verilmişdir.

Bu bölmədə sintez olunmuş duzların azotlu birləşmələrlə kompozisiyalarının tədqiqinin müqayisəli təhlili də verilmişdir.

Mineral yağların alınması zamanı əlavə məhsul kimi alınmış turş qudron və yuyulmuş turş qudron əsasında da aşqarların sintezi imkanları araşdırılmışdır.

Bitki yağlarının rafinəsi zamanı əlavə məhsul kimi alınan sabstok və boksitdən Al_2O_3 alınarkən tullantı kimi alınan qırmızı şlam əsasında adgeziya aşqarının alınma imkanları araşdırılmış və alınan nəticələr sənaye miqyaslı istehsalın təşkilinin perspektivliyini göstərmişdir. TNT, sabstok və qırmızı şlam əsasında yüksək keyfiyyətli adgeziya aşqarının alınması üzrə nəticələr IV fəsildə verilmişdir.

Dissertasiyanın sonunda aparılmış tədqiqatların mahiyyətini özündə əks etdirən nəticələr, istinad olunmuş ədəbiyyatın siyahısı və əlavələr verilmişdir.

İŞİN ƏSAS MƏZMUNU

1. TNT-nin PEPA, DETA, TETA ilə amidoaminlərinin sintezi və bituma aşqar kimi tədqiqi

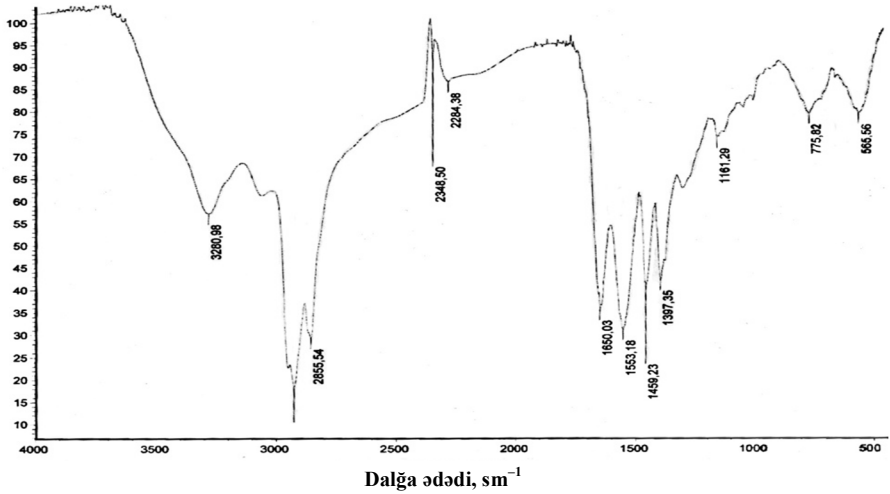
Bitumlar modifikasiya olunmadan istifadə olunduqda onların adgeziya xassələri zəif olur ki, bu da onların əsasında yaradılan yolların keyfiyyətini pisləşdirir, istismar müddətini azaldır. Odur ki, biz Bakı neftlərindən alınan yol bitumuna adgeziya aşqarı almaq üçün neft emalında əlavə məhsul kimi alınan TNT əsasında aşqarlar sintez etmişik. Xammal olaraq kerosin fraksiyasından ayrılmış TNT (ümumi fraksiya), onun 280-340, 340-390, 390-440°C-də qaynayan fraksiyaları və >300°C qaynama temperaturu olan kub qalıqından istifadə etmişik. Azotlu törəmə almaq üçün PEPA, DETA və TETA istifadə olunmuşdur.

Götürülən maddələr əsasında amidoaminlər sintez etmək üçün komponentlər 1:1–6:1 mol nisbətində götürülmüşdür. Alınan amidoaminlərin İQ- və NMR- spektrləri çəkilmiş, sıxlıqları və donma temperaturları, 100°C-də kinematik özüllükləri təyin edilmişdir.

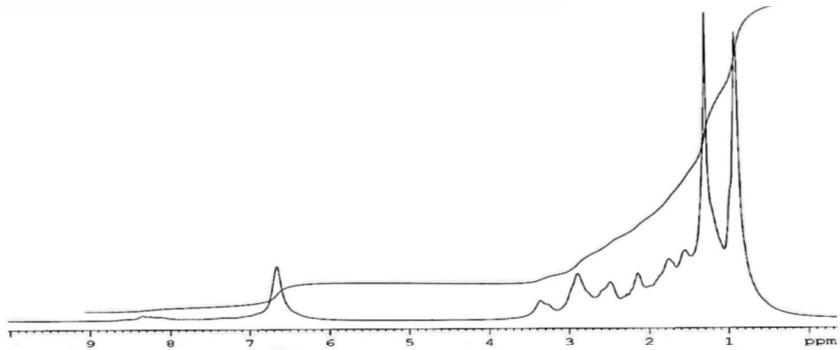
Şəkil 1-də 3:1 mol nisbətində alınmış amidoaminin İQ- spektri, şəkil 2 və 3-də NMR spektri verilmişdir.

TNT və PEPA əsasında müxtəlif mol nisbətlərində alınmış amidoaminlər Bakı neftlərindən alınmış bituma 0,5 və 1% əlavə olunmaqla bitumun xassələri yoxlanılmışdır. Nəticələr cədvəl 1-də verilir. Cədvəldən göründüyü kimi 4 və 5-ci kompozisiyalar ən yaxşı keyfiyyətə malikdirlər.

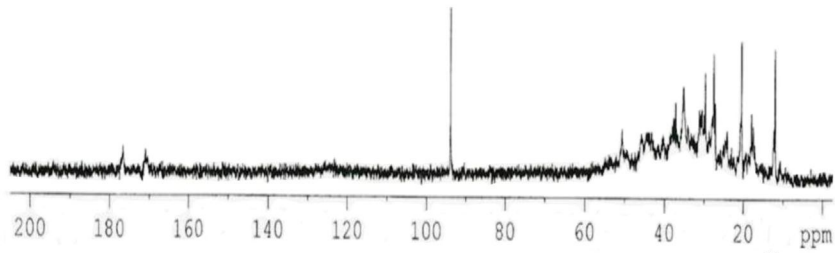
TNT-nin distilləsindən alınan >300°C fraksiyası əsasında da amidoaminlər sintez olunmuşdur. Turşu və amin 2:1÷7:1 mol nisbətlərində götürülmüşdür.



Şək.1. TNT-nin PEPA ilə 3:1 mol nisbətindən alınmış amidoaminin İQ spektri



Şək.2. TNT-nin PEPA ilə 3:1 mol nisbətindən alınmış amidoaminin NMR-¹H spektri



Şək.3. TNT-nin PEPA ilə 3:1 mol nisbətindən alınmış amidoaminin NMR-¹³C spektri

Cədvəl 1

TNT və PEPA ilə sintez olunmuş amidoaminlərin 1% və 0,5% miqdarında yol bitumuna əlavə olunması ilə alınan bitumların keyfiyyət göstəriciləri

Aşqarın adı	Yumşalma temp., °C		25°C-də iynə batma dərinliyi, 0,1·mm		0°C-də iynə batma dərinliyi, 0,1·mm		25°C-də dartılma, sm		13°C-də dartılma, sm		Kövrəklik temp., °C	
Yol bitumu	48,5		58		18		75		10		-18	
Aşqarlar,%	0,5	1	0,5	1	0,5	1	0,5	1	0,5	1	0,5	1
TNT:PEPA 1:1mol	50,5	50	55	56	13	15	45	48	7	9	-20	-18
TNT:PEPA 2:1mol	49	49,5	56	58	12	13	52	55	8	10	-20	-20
TNT:PEPA 3:1mol	47,5	49	57	57	14	13	57	59	8	9	-20	-20
TNT:PEPA 4:1mol	48	49,5	58	59	15	13	57	>100	12	13	-20	-25
TNT:PEPA 5:1mol	48,5	49,5	58	59	10	13	67	70	10	13	-20	-26
TNT:PEPA 6:1mol	49	49,5	53	61	13	15	62	71	10	11	-20	-22

Müəyyən edilmişdir ki, 6:1 və 7:1 mol nisbətlərində alınmış amidoaminlər daha yaxşı aşqar effektivə malikdirlər. Bu tərkiblərin bituma 0,5% əlavə olunduqda bitumun keyfiyyət göstəriciləri aşağıdakı kimi olmuşdur:

I. 6:1 mol nisbətində amidoamin əlavə edildikdə:

yumşalma temperaturu – 49°C; 25°C-də iynə batma dərinliyi, 0,1·53 mm; 25°C-də dartılma – 71 sm; kövrəklik temperaturu – mənfi 20°C.

II. 7:1 mol nisbətində alınmış amidoamin əlavə edildikdə:

yumşalma temperaturu – 49°C; 25°C-də iynə batma dərinliyi – 0,1·62 mm; 25°C-də dartılma – 79 sm; kövrəklik temperaturu – mənfi 18°C.

TNT-nin TETA ilə də 1:1÷4:1 mol nisbətində alınmış amidoaminlər bituma 0,5 və 1% miqdarında əlavə edilərək aşqar kimi yoxlanılmışdır. Müəyyən edilmişdir ki, yalnız 1% əlavə olunduqda 4:1 mol nisbətində alınan amidoamin bitumun bütün keyfiyyət göstəricilərini yaxşılaşdırır. Belə ki, yumşalma temperaturu 49,5°C; 25°C-də iynə batma dərinliyi 0,1·79 mm, 25°C-də dartılma 79 sm və kövrəklik temperaturu mənfi 27°C. TNT və >300°C-də qaynayan TNT-nin kub qalığı və DETA əsasında komponentlər müxtəlif nisbətlərdə götürülməklə amidoaminlər sintez olunmuşdur. Mol nisbətləri 1:1÷6:1 hədlərində götürülmüşdür. 1:1÷3:1 mol nisbətələrində götürüldükdə amidoaminlər və amidlər, 4:1÷6:1 mol nisbətində götürüldükdə amidlərin TNT ilə kompleksləri alınmışdır.

Ən yaxşı nəticə TNT-nin kub qalığı və DETA 6:1 mol nisbətində götürüldükdə alınan aşqar istifadə edildikdə əldə olunmuşdur:

0,5% əlavə edildikdə: yumşalma temperaturu – 48°C, 25°C-də iynə batma dərinliyi 0,1·58 mm, 25°C-də dartılma – 78 sm, kövrəklik temperaturu – mənfi 22°C;

1% əlavə edildikdə: yumşalma temperaturu – 49°C, 25°C-də iynə batma dərinliyi 0,1·61 mm, 25°C-də dartılma – 70 sm, kövrəklik temperaturu – mənfi 25°C.

TNT-nin PEPA ilə 6:1 mol nisbətində alınmış amidoamini əsasında kompozisiya hazırlamaq üçün TNT-nin MEA ilə etanolamidi sintez olunmuş, onların 1:1 kütlə nisbətələrində kompozisiyaları hazırlanmış və bituma 0,4 və 0,6% əlavə olunaraq bitumun keyfiyyət göstəriciləri yoxlanılmışdır. Müəyyən edilmişdir ki, etanolamid amidoaminə əlavə olunduqda iynə batma dərinliyi, dartılma və kövrəklik temperaturu yaxşılaşsa da, adgeziya cəmi 2 bal olur ki, bu da çox da yaxşı keyfiyyət göstəricisi deyil.

TNT-nin dietanolamin ilə etanolamidi sintez olunmuş və 6:1 mol

nisbətində alınmış amidoamin ilə 20:80; 30:70; 40:60; 50:50% nisbətlərində kompozisiyalar hazırlanmışdır. Bu kompozisiyalar bituma 0,4% əlavə edilmiş və bitumun xassələri yoxlanılmışdır. Bütün hallarda adgeziya 2 bal olmuşdur. 40:60% nisbətində hazırlanmış kompozisiya bituma aşqar kimi əlavə edildikdə göstəricilər daha yaxşı olmuşdur: yumşalma temperaturu ($49,2^{\circ}\text{C}$), 25°C -də iynə batma dərinliyi (0,1-50 mm), 25°C -də dartılma (85,5 sm), kövrəklik temperaturu (mənfi 20°C).

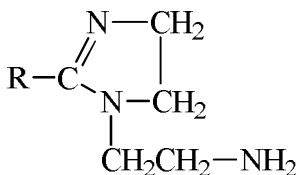
6:1 mol nisbətində alınmış amidoaminin aşqar xassəsinə AK-15 mineral yağının təsiri tədqiq olunmuşdur. Yağ amidoaminə 10 və 15% əlavə olunmuşdur. Müəyyən edilmişdir ki, AK-15 10% əlavə edilməklə alınan kompozisiya bituma 0,4% əlavə edildikdə yüksək keyfiyyətli modifikasiya olunmuş bitum alınır:

yumşalma temperaturu – 48°C ; 25°C -də iynə batma dərinliyi 49 mm; 25°C -də dartılma 79 sm, kövrəklik temperaturu – mənfi 19°C və adgeziya 1 bal. Eyni zamanda alınan kompozisiya tərkibli aşqarın maya dəyəri də azalır. Belə ki, AK-15 yağının amidoaminə nəzərən qiyməti bir neçə dəfə ucuzdur.

Kompozisiyaların xammal ehtiyatını artırmaq məqsədi ilə digər mineral yağlar – T-30, T-22, T-46 yağları da komponent kimi yoxlanılmışdır. Məlum olmuşdur ki, T-30 yağı 10% istifadə edildiyi halda da yaxşı keyfiyyətə malik modifikasiya olunmuş bitum almaq mümkündür.

Aşqarın maya dəyərini aşağı salmaq üçün mineral yağların distillatları da yoxlanılmışdır. Müəyyən edilmişdir ki, T-46 və T-30 yağlarının distillatları istifadə edildikdə daha yaxşı nəticə əldə olunur.

Həmçinin TNT-nin $280-340^{\circ}\text{C}$ -də qaynayan fraksiyasının DETA ilə imidazolini



sintez olunmuş

və bituma əlavə kimi yoxlanılmışdır. Müəyyən edilmişdir ki, aşqar 0,5% əlavə olunduqda yaxşı keyfiyyətli modifikasiya olunmuş bitum alınır. Amma bu halda məhsulun çıxımı xeyli azalır, enerji məsrəfləri artır, qurğunun məhsuldarlığı kəskin azalır.

2. TNT-nin müxtəlif metal duzlarının sintezi və adgeziya aşqarı kimi tədqiqi

TNT-nin Ni, Co, Zn, Ca, Cu, Mn duzları sintez edilərək bituma adgeziya aşqarı kimi yoxlanılmışdır. Duzlar bituma 0,4; 0,6 və 0,8% miqdarında əlavə edilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, bəzi duzlar bitumun digər keyfiyyətlərini yaxşılaşdırmış lakin adgeziya xassəsini yaxşılaşdırma bilməmişdir.

TNT-nin sintez olunmuş kalsium duzu və TNT-nin kub qalıqı ilə PEPA əsasında 6:1 mol nisbətində alınan amidoamin əsasında 25:75% nisbətində kompozisiya hazırlanaraq bituma 0,4% əlavə olunduqda daha yaxşı nəticələr alınmışdır: yumşalma temperaturu – 49,5°C, 25°C-də iynə batma dərinliyi – 0,1-59 mm, 25°C-də dartılma 76°C, kövrəklik temperaturu – mənfi 26°C.

TNT-nin Ba duzu da sintez olunmuş və ona 1-4% miqdarında 6:1 mol nisbətində alınmış amidoamin (TNT və PEPA əsasında) əlavə edilmiş və bu qarışıqlar katalitik krekinqin ağır fleqması ilə 70:30% nisbətində götürülməklə kompozisiyalar hazırlanmışdır.

TNT-nin sintez olunmuş Ba duzu, maye polietilen və ağır fleqma əsasında da kompozisiyalar hazırlanmışdır: Ba duzuna maye polietilen 1-4% əlavə edilərək hazırlanan qarışıq 70%, ağır fleqma

30% götürülməklə kompozisiyalar hazırlanaraq bituma 0,4% əlavə olunmuşdur. Bu halda adgeziya 2 bal olmuşdur ki, bu göstərici bitumun özünə nisbətən yaxşı olsa da keyfiyyətli bitum üçün tam yetərli deyil.

TNT-nin Ba duzu və TNT-nin PEPA ilə 1:1 mol nisbətində alınan imidazolini 1:1÷3:1 kütlə nisbətində götürüldükdə alınan kompozisiyaların adgeziya aşqarı kimi səmərəliliyi yoxlanılmışdır. Tədqiqatların nəticələri göstərmişdir ki, qarışıq 2:1 kütlə nisbətində hazırlandıqda aşqar kimi səmərəliliyi ən yüksək olmuşdur: yumşalma temperaturu – 51,5°C, 25°C-də iynə batma dərinliyi 0,1-56 mm, 25°C-də dartılma 86 sm, kövrəklik temperaturu – mənfi 22°C, adgeziya 1 bal.

Sintez olunmuş və hazırlanmış kompozisiyaların termogramları çəkilmişdir.

3. Yağ distillatlarının turşu-kontakt üsulu ilə təmizlənməsi zamanı alınan turş qudron əsasında aşqarların alınması

Hazırda mineral yağlar almaq üçün turşu-kontakt üsulu da istifadə olunur. Heydər Əliyev adına Bakı Neft Emalı Zavodunda da bu üsul istifadə olunur və təmizləmə prosesində əlavə məhsul kimi turş qudron alınır ki, bu da ciddi ekoloji problemlər yaradır. Biz turş qudronu yuyulmuş və yuyulmamış halda aşqar sintezində xammal kimi tədqiq etmişik.

Turş qudronun Ca duzu alınmış və bituma komponent və aşqar kimi yoxlanılmışdır. Ca duzu bitum ilə 0,5:1; 1:1; 1:0,5; 2:1; 3:1; 4:1 və 5:1 kütlə nisbətlərində qarışdırılaraq bitum kimi yoxlanılmışdır. Bu qarışıqların adgeziya xassəsi bituma nəzərən yaxşı (2 bal) olsa da bitumun digər xassələri kəskin pisləşmişdir.

4. Boksit emalının əlavə məhsulu olan qırmızı şlam və TNT əsasında duzların sintezi və aşqar kimi tədqiqi

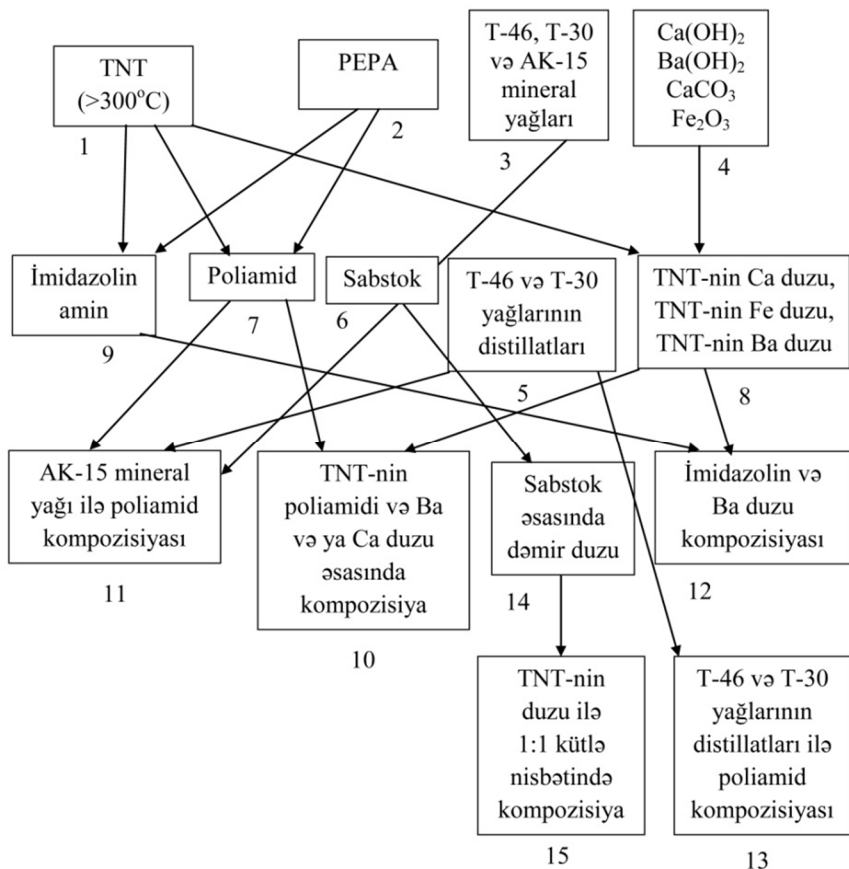
Adgeziya aşqarının ucuz olması, geniş xammal ehtiyatına malik olması onun istifadə imkanlarını artırır. Odur ki, boksit emalının əlavə məhsulu olan qırmızı şlam əsasında TNT-nin Fe duzu alınmışdır. Qeyd edək ki, qırmızı şlamda 45-55% Fe_2O_3 olur. Biz eyni zamanda bitki yağlarının rafinəsi zamanı əlavə məhsul kimi alınan və tərkibində doymamış turşular olan sapstokdan da istifadə etmişik. TNT və sapstok müxtəlif kütlə nisbətlərində götürülərək Fe duzu sintez olunmuş və bituma aşqar kimi yoxlanılmışdır. Müəyyən edilmişdir ki, alınan duz keyfiyyətli adgeziya aşqarı kimi istifadə oluna bilər.

5. Bituma adgeziya aşqarının alınmasının prinsipl sxemi

Aparılan tədqiqatlar göstərir ki, TNT-nin ümumi fraksiyası, dar fraksiyaları, PEPA, DETA, TETA, MeX, $\text{Me}(\text{OH})_2$ əsasında bituma effektiv aşqarlar almaq olar. Amma təklif olunan aşqarın effekti ilə yanaşı onun xammal ehtiyatı, istifadə olunan xammalların qiyməti də əsas amillərdən biridir. Digər tərəfdən TNT digər dəyərli maddələrin – boyaqlar üçün sikkativlərin, oksidləşmə katalizatorlarının, korroziya inhibitorların istehsalında və aviasiya yanacaqlarına sürtünmədən yeyilmənin qarşısını alan aşqar kimi istifadə olunur. Odur ki, hesab edirik ki, bituma aşqar almaq üçün TNT-nin distilləsindən alınan kub qalığının ($>300^\circ\text{C}$) xammal kimi istifadəsi daha məqsədəuyğundur. Bu halda TNT-nin qiyməti də aşağı düşəcək, çünki o, yan məhsul kimi alınacaq. PEPA, DETA və TETA müqayisə edildikdə daha məqsədə uyğun olan PEPA-dır. Belə ki, poliaminlərin alınması zamanı əsasən PEPA alınır və onun tərkibində az miqdarda DETA və TETA-da olur. DETA və TETA üzvi və neft

kimiya sintezi üçün qiymətli xammal olduğundan onların bitum üçün aşqarların sintezində istifadəsi məqsədə uyğun deyil. Duzlara gəldikdə iqtisadi və xammal ehtiyatının çox olması baxımından Ca və Ba duzları daha məqsədə uyğundur. Bunun bir səbəbi də odur ki, Ca və Ba duzlarını bir mərhələdə almaq mümkündür.

Qeyd olunanları nəzərə alaraq bituma adgeziya aşqarının alınmasının aşağıdakı prinsipial sxemini təklif edirik:



Sxemdə verilən 7, 10, 11, 12 və 15-ci maddələrin beşi də bituma səmərəli aşqar kimi istifadə oluna bilər. Seçim aşqarın istifadəsi üçün

qoyulan tələblərdən və xammalların ehtiyatından asılı olur.

Qeyd edək ki, hazırda bizim təklif etdiyimiz aşqarın təcrübə-sənaye istehsalı təşkil olunmuşdur və Azərbaycanın yol tikintisində adgeziya aşqarı kimi istifadə olunur. İstifadə olunan aşqar TNT-nin poliamididir.

Sxemə əsasən təklif oluna bilən adgeziya aşqarları aşağıdakılardır:

1) Bitki yağlarının rafinəsi zamanı alınan sabstok və TNT-nin qırmızı şlam əsasında alınmış dəmir duzlarının 1:1 kütlə nisbətində qarışığı;

2) TNT və PEPA-nın 6:1 mol nisbətində alınmış poliamid;

3) TNT-nin PEPA ilə imidazolini və TNT-nin Ba duzunun qarışığı;

4) TNT və PEPA-nın 6:1 mol nisbətində alınmış poliamidin T-46 və ya T-30 yağlarının distillatları ilə 90:10% nisbətində qarışığı;

5) TNT və PEPA-nın 6:1 mol nisbətində alınmış poliamidin AK-15, T-30, T-46 yağları ilə 90:10% nisbətlərində qarışığı (hər bir yağ ayrılıqda götürülə bilər);

6) TNT-nin Ba duzu və imidazolin qarışığı.

Yuxarıda verilmiş məlumatlara əsaslanaraq qeyd etmək lazımdır ki, ən əlverişli variantlar 1; 2; 4 və 5-ci variantlardır. Çünki bu variantlarda istifadə olunan xammallar daha ucuzdur, texnoloji sxem daha sadədir. 3 və 6-cı variantda Ba birləşmələrinin xammal kimi istifadəsi son məhsulun qiymətini kəskin artırır. Digər tərəfdən həmin variantlarda imidazolin alınması prosesi də nəzərdə tutulduğundan eyni miqdarda xammaldan alınan son məhsulun çıxımı xeyli azalır, texnoloji proses mürəkkəbləşir, enerji məsrəfləri artır, bundan əlavə (komponentlərin) qarışdırma mərhələsinə ehtiyac yaranır. Digər tərəfdən Ba birləşmələrinin ölkəmizdə istehsalı olmadığından onların xaricdən gətirilməsi tələb olunur.

NƏTİCƏLƏR

1. TNT-nin və onun dar fraksiyalarının PEPA, DETA və TETA ilə amidoaminləri və amidləri sintez olunmuş, fiziki-kimyəvi xassələri öyrənilmiş və yol bitumuna adgeziya aşqarı kimi tədqiq olunmuşdur. Müəyyən edilmişdir ki, TNT-nin PEPA ilə 1:1÷6:1 mol nisbətində alınan amidlərdən 6:1 nisbətində alınan tərkib yol bitumuna 0,5% kütlə əlavə edildikdə bitumun bütün keyfiyyət göstəriciləri yaxşılaşır (kövrəklik temperaturu mənfi 18°C-dən mənfi 22°C-ə, yumşalma temperaturu 48,5°C-dən 49,5°C-ə, iynə batma 0,158-dən, 0,161 mm-ə dəyişir). Adgeziya çox yüksək olub №1 nümunəsinə uyğundur.

2. TNT-nin >300°C-dək qaynayan fraksiyası və PEPA əsasında 1:1÷7:1 mol nisbətində amidlər alınmış və yol bitumuna 0,5 və 1,0% kütlə əlavə olunaraq bitumun keyfiyyət göstəricilərinə təsiri öyrənilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, 7:1 mol nisbətində alınan amid 0,5% kütlə miqdarında əlavə edildikdə yol bitumunun dartılması >100 sm, kövrəklik temperaturu mənfi 19°C, yumşalma temperaturu 49°C, iynə batma dərinliyi 0,1 · 54 mm, adgeziyası 2№-li nümunəyə uyğundur. Bu effektlə yanaşı digər bir iqtisadi səmərə də yaranır. Belə ki, TNT-nin vakuum distilləsi ilə alınan 300°C-ə qədər qaynayan fraksiya distillə olunmuş TNT kimi dünya bazarında yüksək qiymətə satıla bilər.

3. TNT-nin TETA ilə 1:1÷3:1 mol nisbətində alınmış amidoaminlərdən 1:1 mol nisbətində alınan amid bituma 0,5% kütlə əlavə edildikdə ən yaxşı nəticə alınmışdır, belə ki, iynə batma dərinliyi 25°C-də 0,160 mm, dartılma >100 sm, kövrəklik temperaturu mənfi 22°C olmuşdur, yalnız yumşalma temperaturu normadan 2 dərəcə az olmuşdur.

4. TNT-nin MEA ilə etanol amidi alınmış və onun bituma 0,4% əlavə edilməsi zamanı dartılma və kövrəklik temperaturu yaxşılaşsa

da digər parametrlər normadan aşağı olmuşdur. Lakin TNT-nin DEA ilə dietanolamidi bituma 0,6% əlavə edildikdə dartılma və kövrəklik temperaturu çox yüksək, adgeziya isə 1№-li nümunəyə uyğun gəlir.

5. TNT-nin PEPA ilə 6:1 mol nisbətində alınmış amidoaminə 10 və 15% olmaqla AK-15 mineral yağı əlavə olunmuş və adgeziya aşqarı kimi yoxlanılmışdır. Müəyyən edilmişdir ki, AK-15 10% əlavə edilməklə alınan kompozisiya bituma 0,4% əlavə edildikdə adgeziya çox yüksək (№1), dartılma 79 sm, kövrəklik mənfi 19°C olur. Bu nəticə maya dəyəri daha az olan adgeziya aşqarı almaq imkanını təsdiq edir.

6. TNT-nin və onun dar fraksiyalarının Ca, Cu, Mn, Zn, Co, Ni duzları sintez olunmuş, onlar yol bitumuna aşqar kimi yoxlanılmışdır. Müəyyən edilmişdir ki, bu duzlar 0,4% əlavə edildikdə yol bitumunun xassələri yaxşılaşsa da adgeziya effekti yaxşılaşmır. Yalnız TNT-nin PEPA ilə 6:1 mol nisbətində alınan amidoamini 75% və TNT-nin 300°C-dən yuxarı qaynayan fraksiyası əsasında alınmış Ca duzu 25% götürülməklə hazırlanmış kompozisiya yol bitumuna 0,4% əlavə olunduqda yüksək nəticə alınmışdır (yumşalma temperaturu 49,5°C, iynə batma dərinliyi 25°C-də 59·0,1 mm, dartılma 25°C-də 76 sm, kövrəklik temperaturu mənfi 26°C, adgeziya 1 nömrəli nümunəyə uyğundur).

7. TNT-nin Ba duzu sintez olunmuş, TNT-nin PEPA ilə 6:1 mol nisbətində alınan amidoamin 1-4% əlavə olunmaqla kompozisiyalar 70%, katalitik krekinin ağır fleqması 30% olmaqla kompozisiya hazırlanmış, adgeziya aşqarı kimi yol bitumuna 0,4% əlavə olunmuşdur. Müəyyən edilmişdir ki, adgeziya yaxşılaşsa da (№2-yə uyğun) digər parametrlər yaxşılaşmamışdır.

Dissertasiyanın nəticələri aşağıdakı elmi materiallarda əks olunmuşdur:

1. Abbasov V.M., İsmayılov T.A., Səmədova F.İ., Həsənov E.K.,

Babayeva B.Ə., Rzayeva S.Q., Süleymanova S.S. Yol bitumuna amidoaminlərin əlavə olunması ilə aşqar kimi tədqiqi / Ümummilli Lider Heydər Əliyevin anadan olmasının 91-ci ildönümünə həsr olunmuş doktorant, magistr və gənc tədqiqatçıların «Kimyanın aktual problemləri» VIII Respublika Elmi Konfransı, Bakı-2014, s.145-146

2. Аббасов В.М., Самедова Ф.И., Исмаилов Т.А., Гасанов Э.К., Бабаева Б.А., Ахмедов Н.С., Кулиева Г.М., Сулейманова С.С. Исследование амидоаминов и нафтената Са в качестве присадок к дорожному битуму // Мир нефтепродуктов, 2014, №10, с. 20-23

3. Аббасов В.М., Гасанов Э.К., Агазаде Е.Дж., Рзаева Н.Ш., Эфендиева Л.М., Мамедханова С.А., Гулиева Г.М., Ахмедов Н.С. Исследование консервационных жидкостей на основе композиций солей природных нефтяных кислот, амидоаминов и нитросодинений // Журнал «Процессы нефтехимии и нефтепереработки», 2014, №2, с.91-95

4. Abbasov V.M., Abdullayev E.Ş., Səmədova F.İ., İsmayılov T.A., Babayeva B.Ə., Həsənov E.K., Yusifov Y.H., Məmmədov F.F., Rzayeva S.Q., Qasımova L.X. Yol bitumlarına texniki neft turşularının polietilen-poliaminlə amidoamini və Ca duzunun aşqar kimi tədqiqi / Akademik S.C.Mehdiyevin 100 illik yubileyinə həsr olunmuş respublika elmi-praktiki konfransı tezisləri. Bakı, 2014, s.90-95

5. Abbasov V.M., Həsənov E.K. Ağazadə Y.C., Əhmədov N.S. Sintez olunmuş nitrobirləşmələrin amidoaminlərlə kompozisiyalarının konservasiya sürütküsü kimi tədqiqi / Akademik S.C.Mehdiyevin 100 illik yubileyinə həsr olunmuş respublika elmi-praktiki konfransı . Bakı, 2014, s.34-35

6. Abbasov V.M., Abdullayev E.Ş., İsmayılov T.A., Babayeva B.Ə., Süleymanova S.S. Təbii neft turşularının poliaminlərlə amidlərinin sintezi və bitumlara aşqar kimi tədqiqinin öyrənilməsi /

Akademik S.C.Mehdiyevin 100 illik yubileyinə həsr olunmuş respublika elmi-praktiki konfransının məruzələrinin tezisləri. Bakı-2014, s.36-37

7. Abbasov V.M., İsmayılov T.A., Həsənov E.K., B.Ə.Babayeva Amidoaminlərin yol bitumlarına aşqar kimi əlavə edilməsi və alınan kompozisiyanın tədqiqi / Ümummilli Lider Heydər Əliyevin anadan olmasının 91-ci ildönümünə həsr olunmuş doktorant, magistr və gənc tədqiqatçıların “Müasir biologiya və kimyanın aktual problemləri” Elmi Konfrans, 12-13 may 2014, Gəncə, s. 111-114

8. Abbasov V.M., Amiraslanova M.N., Hasanov E.K., Aliyeva L.İ., Aghazadeh Y.J. Conservation liquids on the bases of turbine oil of grade T-30 and corrosion inhibitor // Journal of Advances in Chemistry, 2015, №7, p. 3715-3722

9. Abbasov V.M., Abdullayev E.Ş., Amidoaminlərin və imidazolinlərin yol bitumlarına aşqar kimi əlavə olunması / Ümummilli Lider Heydər Əliyevin anadan olmasının 92-ci ildönümünə həsr olunmuş və gənc tədqiqatçıların “Kimyanın aktual problemləri” IX Beynəlxalq Elmi Konfransı, Bakı Dövlət Universiteti, 2015, Bakı, s.149

10. Abdullayev E.Ş. Yol bitumlarına yeni tərkibli aşqar əlavə edərək onun keyfiyyətinin yaxşılaşdırılması / Akademik Elm Həftəliyi-2015, Beynəlxalq Multidissiplinar Forumu. 02-04 noyabr 2015, Bakı, s.280-281

11. Abbasov V.M., İsmayılov T.A., Mamedov S.A., Gasanov E.K., Guliev A.D., Abdullayev E.Sh., Guseinova M.E., Guseinova M.B. Synthesis of reagent for giving hydrophobicity to asphalt concrete filler // Processes of petrochemistry and oil-refining, 2015, №4, p. 335-341

12. Abbasov V.M., Abdullayev E.Ş., Babayeva B.Ə. Amidoaminlərin yol bitumuna aşqar kimi əlavə edilməsi / Ümummilli Lider Heydər Əliyevin anadan olmasının 92-ci

ildönümünə həsr olunmuş və gənc tədqiqatçıların III Beynəlxalq Elmi Konfransı, Qafqaz Universiteti 17-18 aprel 2015, Bakı, s.230-231

13. Abbasov V.M., Abdullayev E.Ş., İsmayılov T.A., Babayeva B.Ə., Şaşkayeva M.A., Abbasova A.F. Texniki neft turşusu və trietilentetraamin əsasında alınan amidoaminlərin yol bitumlarına aşqar kimi tətqiqi / Ümummilli Lider Heydər Əliyevin anadan olmasının 92-cı ildönümünə həsr olunmuş doktorant, magistr və gənc tədqiqatçıların “Müasir biologiya və kimyanın aktual problemləri” Elmi Konfransı, 05-06 may 2015, Gəncə, s. 216-219

14. Abbasov V.M., Abdullayev E.Ş., Ağazadə Y.C., Həsənov E.K. Maye kauçuk və amidoaminlər əsasında hazırlanmış konservasiya mayelərinin tədqiqi / Polimer materialları institutunun yaradılmasının 50 illik yubleyinə həsr olunmuş “Makromolekullar kimyası,üzvi sintez və kompozit materiallar” mövzusunda respublika elmi konfransının materialları, Sumqayıt, 20-21 oktyabr, 2016, s.166-167

15. Səfərova Ş.Z. TNT(340-390°C) və DETA ilə amidoaminləri və imidazolini yol bitumuna aşqar kimi // Naxçıvan Dövlət Universiteti, 2017, №7(88), s.87-89

16. İ2016 0128. Təbii neft turşularının poliamidi yol bitumlarına çox funksiyalı aşqar kimi. V.M.Abbasov, F.N.Abdullayev, S.Ə.Məmmədov, T.A.İsmayılov, E.K.Həsənov, A.H.Talıbov, V.B.Abbasov, A.M.Ağayev, Y.C.Ağazadə, S.Z.Səfərova

Шабнам Зулфали кызы Сафарова

Синтез и исследования азотсодержащих присадок для дорожных битумов

РЕЗЮМЕ

Изучены возможности синтеза высококачественных присадок к битуму на основе природных нефтяных кислот, сабстока, полиэтиленполиамина, диэтилентриамина, триэтилентетраамина, моно- и диэтаноламина. Синтезированы амидоамины, полиамиды, имидазолинамины, этаноламиды, соли и исследованы в качестве присадок к битуму. Определена возможность получения высококачественных битумных присадок на основе полиамидов и природных нефтяных кислот. Изучена зависимость полученной присадки от мольного соотношения амина к кислоте (1:1 – 7:1).

Разработана технология получения присадок, организовано опытно-промышленное производство и осуществлено их внедрение.

Организация производства присадок на основе природных нефтяных кислот, являющихся дополнительным продуктом нефтепереработки и сабстока, полученного от рафинирования растительных масел, способствует защите окружающей среды. На новосозданную присадку V-2 получен патент Азербайджанской Республики.

Shabnam Zulfali kizi Safarova

**Synthesis and research of nitrogen-containing additives for
road bitumen**

SUMMARY

The possibilities of the synthesis of high-quality additives to bitumen based on natural petroleum acids, sabstock, polyethylene polyamine, diethylenetriamine, triethylenetetraamine, mono- and diethanolamine have been studied. Amidoamines, polyamides, imidazolinamines, ethanolamides and salts have been synthesized and studied as additives to bitumen. The possibility of the obtaining of high-quality bitumen additives based on polyamides and natural petroleum acids have been determined. Addiction of the obtained additives from mole ratio of amine to acid has been investigated (1:1 – 7:1).

A technology for obtaining additives has been developed, pilot-industrial production has been organized and their implementation has been implemented.

The organization of production of additives based on natural petroleum acids, which are an additional product of oil refining and sabstock, obtained from the refined vegetable oils, contributes to the protection of the environment. The newly created additive “V-2” got a patent of Azerbaijan Republic.

**НАЦИОНАЛЬНАЯ АКАДЕМИЯ НАУК АЗЕРБАЙДЖАНА
ИНСТИТУТ НЕФТЕХИМИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ
им. академика Ю.Г.МАМЕДАЛИЕВА**

На правах рукописи

ШАБНАМ ЗУЛФАЛИ КЫЗЫ САФАРОВА

**СИНТЕЗ И ИССЛЕДОВАНИЯ АЗОТСОДЕРЖАЩИХ
ПРИСАДОК ДЛЯ ДОРОЖНЫХ БИТУМОВ**

Специальность: 3321.01 – Технология переработки нефти,
газа и каменного угля

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
доктора философии по химическим наукам

Баку-2018