

2002-407

Национальная академия наук Кыргызской Республики
ИНСТИТУТ ХИМИИ И ХИМИЧЕСКОЙ ТЕХНОЛОГИИ
ОШСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ МОиК КР

На правах рукописи
УДК: 541.123.3+546.135(575.2)(043.3)

ОЗУБЕКОВА Раиса Акжсловна

**ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ
РАЗРАБОТКИ ДЕФОЛИАНТОВ
С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ХЛОРАТА НАТРИЯ,
КАРБАМИДА, ЭТАНОЛАМИНОВ И
2-ХЛОРЭТИЛФОСФОНАТЭТАНОЛАМИНОВ**

Специальность 02.00.01 — неорганическая химия

Автореферат
диссертации на соискание ученой степени
кандидата химических наук

БИШКЕК 2001

Работа выполнена на кафедре химии Ошского Государственного Университета МОиК КР и в лаборатории дефолиантов Института общей и неорганической химии АН РУз.

Научные руководители: академик НАН КР,
доктор химических наук,
профессор Мурзубраимов Б.М.
доктор технических наук Кучаров Х.

Официальные оппоненты: доктор химических наук
Токтоматов Т.А.

кандидат химических наук,
доцент Муксумова З.С.



Ведущая организация: Кыргызская Государственная
Медицинская Академия, кафедра
естественно-научных дисциплин

Защита состоится "4" января 2002 г. в 9.00 часов на заседании
Межведомственного диссертационного совета Д 02.01.131 при Институте
химии и химической технологии НАН Кыргызской Республики и ОшГУ
МОиК Кыргызской Республики по адресу: 720071, г. Бишкек, Чуйский
проспект, 267

С диссертацией можно ознакомиться в Центральной научной
библиотеке НАН КР (г. Бишкек, проспект Чуй, 265а).

Автореферат разослан «29» ноября 2001 г.

Ученый секретарь
Межведомственного
диссертационного совета,
кандидат химических наук

И.Ф. Стрельцова И.Ф.

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы. Хлопководство - одна из ведущих отраслей народного хозяйства среднеазиатских республик, в том числе Кыргызской Республики. Первостепенной задачей технического прогресса в хлопководстве является механизированная уборка урожая, в осуществлении которой исключительно важную роль играет обезлиствление хлопчатника с помощью химических препаратов, называемых дефолиантами.

Для искусственного удаления листьев хлопчатника необходимо, чтобы дефолианты были высокоэффективными при сравнительно низких нормах расхода и «мягко» действовали на растения, не влияя отрицательно на урожайность и качество хлопка-сырца. Однако, существующие в настоящее время хлоратсодержащие дефолианты (хлораты натрия, магния и др.) не соответствуют современным требованиям хлопководства.

В связи с этим повышение эффективности хлоратсодержащих препаратов и разработка на их основе более эффективных дефолиантов является актуальной задачей. В этом аспекте представляет интерес разработка комплекснодействующих дефолиантов на основе хлората натрия, карбамида, этиленпродуцирующих соединений – этианоламинов и их солей с 2-хлорэтилфосфоновой кислотой.

Благодаря наличию в молекулах нескольких этиленовых групп $-\text{CH}_2\text{CH}_2-$ этианоламины и их соли с 2-хлорэтилфосфоновой кислотой при совместном применении с хлоратом натрия приводят к увеличению количества экзогенного этилена в зоне опадения листьев. Это является основным фактором формирования отделительного слоя в листовых черешках, повышения эффективности дефолиации, снижения нормы расхода активных компонентов дефолианта, ускорения созревания урожая и предотвращения вторичного отрастания листьев.

Для физико-химического обоснования и разработки технологий получения новых комплекснодействующих дефолиантов на основе выше указанных соединений, прежде всего, необходимы знания по растворимости и взаимодействию их в сложных водно-солевых системах.

Цель и задачи исследований. Цель работы: физико-химическое обоснование и разработка технологии получения комплекснодействующих дефолиантов на основе хлората натрия, карбамида, моно-, ди-, триэтаноламинов и их солей с 2-хлорэтилфосфоновой кислотой.

Для достижения данной цели решались следующие задачи:

- изучение растворимости в системах, состоящих из воды, хлората натрия, карбамида, трикарбамидохлората натрия, моно-, ди-, триэтаноламина

и их солей с 2-хлорэтилфосфоновой кислотой в широком температурном и концентрационном интервалах;

-определение состава, температурных и концентрационных пределов существования, физико-химических свойств и идентификация образующихся в системах новых твердых фаз;

-определение оптимальных дефолиирующих составов и предложение их в качестве дефолиантов хлопчатника;

-разработка технологии и определение оптимальных технологических параметров получения комплекснодействующих дефолиантов на основе хлората натрия, карбамида, трикарбамидохлората натрия, этаноламинов и 2-хлорэтилфосфонатэтаноламинов, проведение укрупненных лабораторных испытаний;

-исследование физико-химических свойств полученных дефолиантов и оценка их агрехимической эффективности.

Научная новизна. Впервые получены сведения о растворимости и характере взаимодействия компонентов и образующихся твердых фаз в семи системах, включающих воду, хлорат натрия, карбамид, моно-, ди-, триэтаноламины и 2-хлорэтилфосфонатмоно-, ди-, триэтаноламины. Построены их полиграфические диаграммы растворимости в широком концентрационном и температурном интервалах. Установлено образование четырех соединений: $\text{NaClO}_3 \cdot 3\text{CO}(\text{NH}_2)_2$, $\text{CO}(\text{NH}_2)_2 \cdot \text{NH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$, $2\text{CO}(\text{NH}_2)_2 \cdot \text{NH}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2$, $3\text{CO}(\text{NH}_2)_2 \cdot \text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_3$, из них три последних выявлены впервые. Соединения идентифицированы методами химического, термогравиметрического, рентгенофазового анализа и ИК-спектроскопии.

Изучением плавления и взаимодействия хлората натрия и карбамида в присутствии этаноламинов в зависимости от соотношения компонентов, продолжительности плавления и затвердевания их расплавов установлены оптимальные условия получения твердых дефолиантов.

В результате изучения изменения физико-химических свойств (рН, температуры кристаллизации, вязкости, плотности и др.) раствора трикарбамидохлората натрия в зависимости от количества 2-хлорэтилфосфонатэтаноламинов, выявлены возможности получения комплекснодействующих жидких дефолиантов. А также установлены оптимальные условия аммонизации, соотношения компонентов, температурный режим ведения процесса и стабильность получаемого продукта в зависимости от рН среды и длительности хранения. Новизна работы подтверждена получением положительного решения на выдачу предварительного патента КР.

Практическая ценность и реализация результатов работы.

Изученные системы позволили установить оптимальные условия получения дефолиирующих составов, предложенных в качестве дефолиантов хлопчатника.

Установлены оптимальные технологические параметры получения твердых дефолиантов на основе хлората натрия, карбамида, моно-, ди- и триэтаноламинов. Разработаны нормы технологического режима и принципиальная технологическая схема получения данных дефолиантов, которые апробированы на укрупненной лабораторной установке с наработкой опытной партии дефолианта.

На основе полученных результатов по растворимости в водных системах, включающих трикарбамидохлорат натрия, 2-хлорэтилфосфонат моно(ди-, три-)этаноламина и проведенных технологических исследований выявлены оптимальные условия получения комплекснодействующих жидких дефолиантов. Разработаны нормы технологического режима производства и предложена принципиальная технологическая схема их получения. На укрупненной лабораторной установке выпущена опытная партия предложенного нового жидкого дефолианта.

Агрехимические испытания предложенных дефолиантов на средневолокнистых сортах хлопчатника показали высокую дефолиирующую активность и «мягкость» действия их на растения.

Основные положения, выносимые на защиту:

- результаты исследований растворимости в системах, состоящих из воды, хлората натрия, карбамида, трикарбамидохлората натрия, этаноламинов и 2-хлорэтилфосфонатэтаноламинов;

- идентификация синтезированных новых соединений с использованием методов дериватографии, ИК-спектроскопии, элементного и рентгенофазового анализа;

- оптимальные составы дефолиантов; практические рекомендации по технологии получения новых твердых и жидких дефолиантов на основе хлората натрия, карбамида, этаноламинов и 2-хлорэтилфосфонатэтаноламинов.

Методика исследования. Изучение растворимости фаз в системах проводилось визуально-полиграфическим методом. При количественном химическом анализе жидких и твердых фаз были использованы общизвестные методы аналитической химии. Рентгенофазовый анализ проводили на дифрактометре Дрон-3. ИК-спектры исследуемых соединений снимали на спектрометре UR-20. Термогравиметрический анализ проводили на дериватографе Паулик-Эрдей.

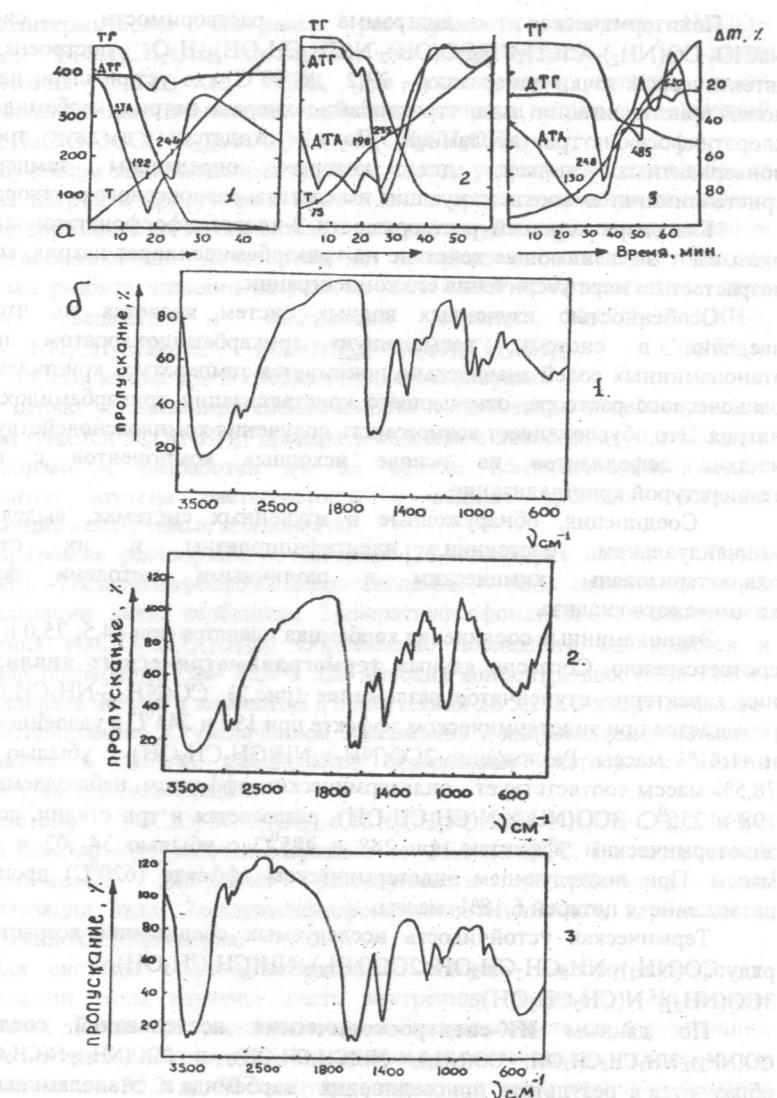


Рис. 2. Дериватограммы (а) и ИК-спектры соединений (б)
 $\text{CO}(\text{NH}_2)_2\text{-NH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ (1), $2\text{CO}(\text{NH}_2)_2\text{-NH}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2$ (2),
 $3\text{CO}(\text{NH}_2)_2\text{-N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_3$ (3).

помощью водородных связей за счет νCO , NH -групп карбамида и νOH , NH -групп этаноламинов. Об этом свидетельствует понижение частот NH_2CO , CN соответственно на 109-35, 22-17, 29-21 cm^{-1} по сравнению со свободной молекулой карбамида и OH , NH -групп этаноламинов на 24-12, 59-9 cm^{-1} .

Дифрактограммы $\text{CO}(\text{NH}_2)_2\text{-NH}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2$ и $3\text{CO}(\text{NH}_2)_2\text{-N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_3$ характеризуются индивидуальным набором межплоскостных расстояний, интенсивностью дифрактолиний и углов отражения. Следовательно, полученные соединения имеют свои присущие им кристаллические решетки.

Разработка дефолиантов на основе хлората натрия, карбамида,mono-, ди-, триэтаноламинов

На основе изученных систем, включающих хлорат натрия, карбамид, моно-, ди- и триэтаноламины, предложены новые дефолианты при следующих массовых соотношениях компонентов: трикарбамидохлорат натрия:моно(ди-, три-)этаноламин = (6,0-9,0) : (2,0-1,0).

По данным агрохимических испытаний этих составов было установлено, что из них наиболее высокую дефолиирующую активность на хлопчатнике проявляет дефолиант с соотношением трикарбамидохлорат натрия: моно(ди-, три-)этаноламин, равным 8,75: 1,25.

Диаграммы растворимости тройных систем с участием хлората натрия, карбамида и моно-, ди-, триэтаноламинов, а также образующегося в системах соединения $\text{NaClO}_3\text{-3CO}(\text{NH}_2)_2$ показывают целесообразность получения дефолиантов путем совместного сплавления исходных компонентов при 80°C .

На рис.3 представлена схема для обоснования процесса получения дефолианта, содержащего трикарбамидохлорат натрия и моноэтаноламин на основе диаграммы растворимости системы хлорат натрия-карбамид-моноэтаноламин.

При введении в плав карбамида кристаллического хлората натрия фигуративная точка системы изменяется по линии К-Н. Процесс сопровождается понижением температуры кристаллизации вновь образующихся расплавов (табл.1).

Также понижается температура кристаллизации расплава трикарбамидохлората натрия при введении в него моноэтаноламина. При этом состав вновь образующихся расплавов на диаграмме растворимости системы хлорат натрия-карбамид-моноэтаноламин определяется по линии С-Э и когда количество вводимого моноэтаноламина достигает 12,5% в

0,00	2,51	2,53	0,26
------	------	------	------

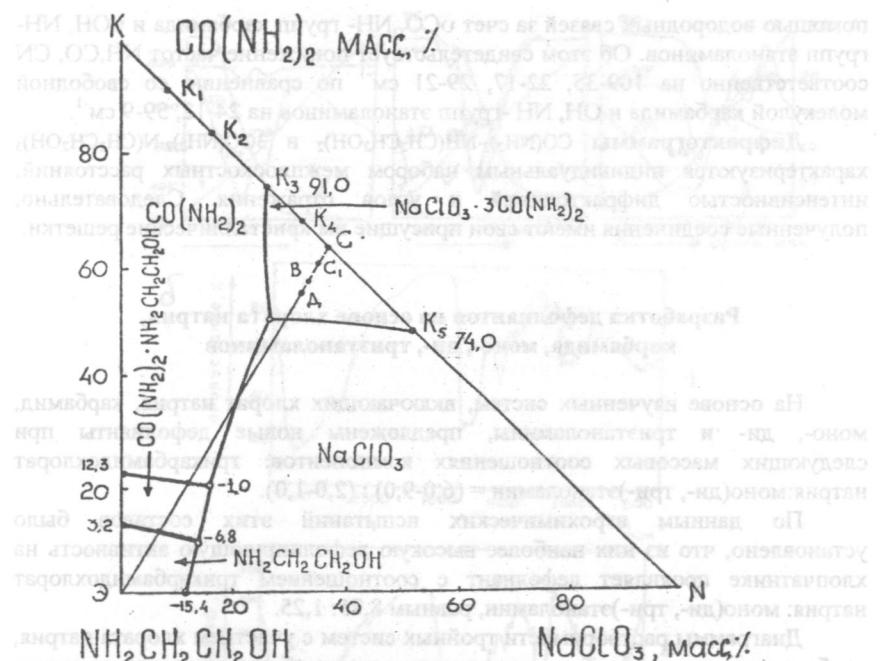


Рис.3. Диаграмма для обоснования процесса получения дефолианта на основе хлората натрия, карбамида и моноэтаноламина.

Таблица 1

Изменение температуры кристаллизации расплава карбамида с хлоратом натрия и моноэтаноламином в зависимости от содержания компонентов

Точки состава на рис.3.	Состав расплава, %			Температура кристаллизации расплава, °C
	$\text{CO}(\text{NH}_2)_2$	NaClO_3	$\text{NH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$	
K	100,0	-	-	132,5
K_1	92,0	8,0	-	119,2
K_2	84,0	16,0	-	104,5
K_3	75,4	24,6	-	91,0
K_4	68,0	32,0	-	88,2
K_5	45,6	54,4	-	74,0
C	62,8	37,2	-	86,0
C_1	60,0	35,5	4,5	81,0
B	56,6	33,4	10,0	75,3
D	55,0	32,5	12,5	70,6

образующемся составе массовое соотношение трикарбамидохлората натрия и моноэтаноламина становится равным 8,75:1,25. В этом соотношении состав полученного расплава с температурой кристаллизации 70,6°C на диаграмме определяется точкой «Д».

Добавление 12,5% моно-, ди- и триэтаноламина к смеси карбамида с хлоратом натрия оказывает положительное влияние на продолжительность образования гомогенного расплава. При этом удается осуществить процесс плавления компонентов при более низкой температуре, чем смеси карбамида с хлоратом натрия. В этом случае продолжительность процесса плавления при 80°C составляет 20-40 минут. Исследованием продолжительности кристаллизации плава карбамида с хлоратом натрия с мольным соотношением 3:1 в зависимости от содержания этаноламинов установлено, что плав дефолианта с содержанием 12,5% этаноламинов полностью затвердевает в течение 26-34 секунд при -12÷-15°C.

Из результатов проведенных исследований следует, что оптимальным условием получения дефолиантов из хлората натрия, карбамида и этаноламинов является совместное плавление хлората натрия и карбамида с массовым соотношением 1:1,69 в присутствии 12,5%-моно(ди-, три-)этаноламина при 80°C в течение 20-40 минут, с последующим получением целевого продукта, кристаллизующимся на вращающемся барабанном кристаллизаторе, охлаждаемом изнутри рассолом с температурой -12÷-15°C.

В соответствии с вышеизложенным предложена принципиальная технологическая схема получения дефолиантов на основе хлората натрия, карбамида и моно(ди-, три-)этаноламина, которая состоит из следующих основных стадий:

- загрузка хлората натрия, карбамида и моно(ди-, три-)этаноламина в реактор;
- плавление и перемешивание компонентов с получением гомогенного расплава дефолианта;
- кристаллизация, расфасовка и упаковка продукта.

Физико-химические показатели полученных дефолиантов должны соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл.2.

Таблица 2
Физико-химические показатели дефолианта, полученного на основе хлората натрия, карбамида иmono(ди- или три-)этаноламина

Наименование показателей	Нормы		
	Моноэтаноламин	Дизтаноламин	Триэтаноламин
1.Внешний вид	Пластины от белого до светло-Желтого цвета	Пластины от белого до светложелтого цвета	Пластины от белого до светложелтого цвета
2.Массовая доля трикарбамидохлората натрия, не ниже %	87,3	87,3	87,3
3.Массовая доля моно(ди- или три-)этаноламина, не ниже %	12,5	12,5	12,5
4.Температура, °C	70,6	73,8	74,6
5.Гигроскопическая точка	56,7	57,4	58,5

Предложенная технология проверена на укрупненной лабораторной установке, и в 2000 году была наработана опытная партия дефолианта на основе хлората натрия, карбамида иmonoэтаноламина в количестве 10 кг.

Получение комплекснодействующих дефолиантов на основе трикарбамидохлората натрия и 2-хлорэтилфосфонат моно-, ди- и тристаноламинов

На основе анализа политермической диаграммы растворимости водных систем, состоящих из трикарбамидохлората натрия и 2-хлорэтилfosfonатмоно-(ди-, три-)этаноламина и опытов агрохимических работ предложены дефолианты при следующих массовых соотношениях компонентов: трикарбамидохлорат натрия :2-хлорэтилfosfonатмоно(ди-три-)этаноламин= (6,0-9,0) : (0,6-1,0).

С целью выдачи практических рекомендаций для получения жидких дефолиантов изучен процесс получения 2-хлорэтилфосфонатмоно(ди-,три-)этаноламина аммонизацией 2-хлорэтилфосфоновой кислоты этаноламином в зависимости от температуры и скорости подачи этаноламинов. Установлена необходимость проведения аммонизации 50%-ного раствора 2-хлорэтилфосфоновой кислоты при 20°C со скоростью подачи этаноламинов $0,15\text{--}0,20 \text{ дм}^3/\text{с}$. В этих условиях относительная потеря 2-хлорэтилфосфоновой кислоты составляет $0,165\text{--}0,182\%$. При этом образуются 58,7-67%-ные растворы 2-этилфосфонатмоно(ди-,три-)этаноламина.

БИОТ Анализ диаграмм растворимости вышеуказанных водных систем показывает, что для получения жидких дефолиантов целесообразно смешивание 74%-ного раствора трикарбамидохлората натрия с 58,7-67%-ными растворами 2-хлорэтилфосфонатэтаноламинов при соотношении 1,0: (0,1224-0,1397). В полученном продукте соотношение безводных солей составляет 1,0:0,1108.

На диаграмме растворимости системы $\text{NaClO}_3 \cdot 3\text{CO}(\text{NH}_2)_2 \cdot \text{CICH}_2\text{CH}_2\text{PO}(\text{OH})_2 \cdot \text{NH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH} \cdot \text{H}_2\text{O}$ показано изменение состава раствора при смешивании 74%-ного раствора трикарбамидохлората натрия с 58,7%-ным раствором 2-хлорэтилфосфонатмоноэтаноламина (рис.4).

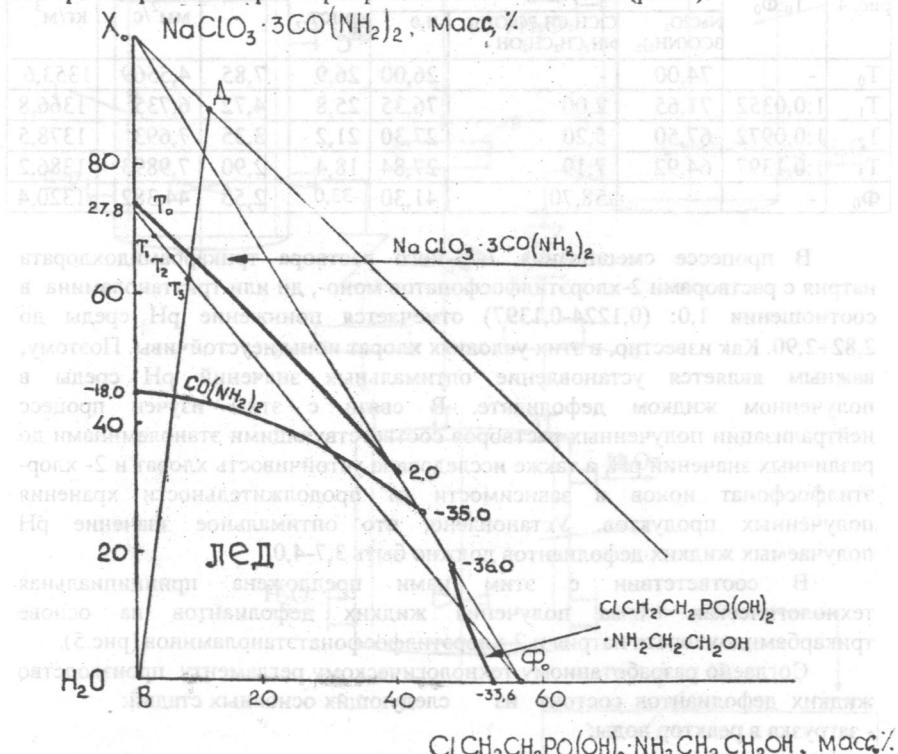


Рис.4. Диаграмма для обоснования процесса получения дефолианта на основе трикарбамидохлората натрия и 2-хлорэтилфосфонатмоноэтаноламина

При смешивании 74%-ного раствора трикарбамидохлората натрия (точка "T₀") с 58,7%-ным раствором 2-хлорэтилфосфонатмоноэтаноламином (точка "Ф₀") фигуративные точки системы изменяются по линии "T₀" - "Ф₀". Процесс сопровождается понижением температуры кристаллизации, pH среды и повышением вязкости и плотности раствора (табл.3).

Таблица 3
Физико-химические характеристики растворов трикарбамидохлората натрия и 2-хлорэтилфосфонатмоноэтаноламина

Точки на рис. 4	Масс. соотн. T ₀ :Ф ₀	Состав растворов, %		Темпера-тура крист., °C	рН	Вязкость, мм ² /с	Плот., кг/м ³
		NaClO ₃ 3CO(NH ₂) ₂	CICH ₂ CH ₂ PO(OH) ₂ NH ₂ CH ₂ CH ₂ OH				
T ₀	-	74,00	-	26,00	26,9	7,85	4,5569
T ₁	1:0,0352	71,65	2,00	76,35	25,8	4,72	6,735
T ₂	1:0,0972	67,50	5,20	27,30	21,2	3,35	7,693
T ₃	1:0,1397	64,92	7,19	27,84	18,4	2,90	7,9893
Ф ₀	-	-	58,70	41,30	-33,0	2,55	44,382
							1320,4

В процессе смешивания 74%-ного раствора трикарбамидохлората натрия с растворами 2-хлорэтилфосфонатов моно-, ди или триэтаноламина в соотношении 1,0: (0,1224-0,1397) отмечается понижение pH среды до 2,82±2,90. Как известно, в этих условиях хлорат ионы неустойчивы. Поэтому, важным является установление оптимальных значений pH среды в полученным жидким дефолианте. В связи с этим изучен процесс нейтрализации полученных растворов соответствующими этаноламинами до различных значений pH, а также исследована устойчивость хлорат и 2-хлорэтилфосфонат ионов в зависимости от продолжительности хранения полученных продуктов. Установлено, что оптимальное значение pH получаемых жидких дефолиантов должно быть 3,7-4,0.

В соответствии с этим нами предложена принципиальная технологическая схема получения жидких дефолиантов на основе трикарбамидохлората натрия и 2-хлорэтилфосфонатэтаноламинов (рис.5).

Согласно разработанному технологическому регламенту производство жидких дефолиантов состоит из следующих основных стадий:

- загрузка в реактор воды;
- загрузка и растворение хлората натрия в воде;
- загрузка и растворение карбамида в растворе хлората натрия с получением 74%-ного раствора трикарбамидохлората натрия;

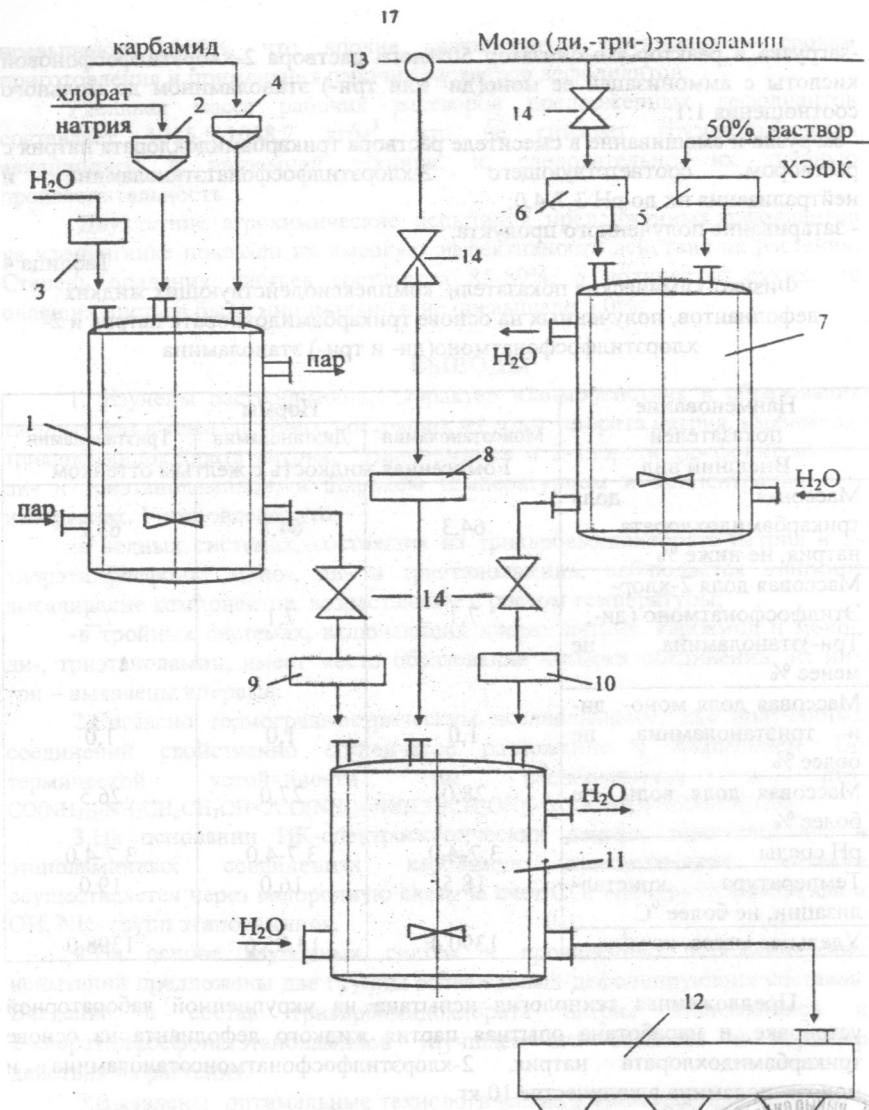


Рис.5.Принципиальная технологическая схема получения дефолианта на основе трикарбамидохлората натрия и 2-хлорэтилфосфонатмоно(ди- три-)этаноламина

1-реактор, 2,4- дозаторы, 3,5,6,8,9,10- расходомеры, 7- реактор-аммонизатор,
11-реактор-смеситель, 12- затаривающая установка, 13- центробежный насос, 14- клапаны

- загрузка в реактор-аммонизатор 50%ного раствора 2-хлорэтилфосфоновой кислоты с аммонизацией ее моно(ди- или три-) этаноламином до мольного соотношения 1:1;
- загрузка и смешивание в смесителе раствора трикарбамидохлората натрия с раствором соответствующего 2-хлорэтилфосфонатэтаноламина и нейтрализация их до pH 3,7-4,0;
- затаривание полученного продукта.

Таблица 4
Физико-химические показатели комплекснодействующих жидкых дефолиантов, полученных на основе трикарбамидохлората натрия и 2-хлорэтилфосфонатмоно(ди- и три-) этаноламина

Наименование показателей	Нормы		
	Монозтаноламин	Дизтаноламин	Триэтаноламин
Гомогенная жидкость с желтым оттенком			
Массовая доля трикарбамидохлората натрия, не ниже %	64,3	64,8	65,2
Массовая доля 2-хлор-Этилфосфонатмоно (ди-, Три-)этаноламина, не менее %	7,1	7,1	7,2
Массовая доля моно-, ди- и триэтаноламина, не более %	1,0	1,0	1,0
Массовая доля воды, не более %	28,0	27,0	26,5
pH среды	3,7-4,0	3,7-4,0	3,7-4,0
Температура кристаллизации, не более °C	18,5	16,0	19,0
Удельная масса, кг/м ³	1390,4	13,95,6	1398,0

Предложенная технология испытана на укрупненной лабораторной установке, и наработана опытная партия жидкого дефолианта на основе трикарбамидохлората натрия, 2-хлорэтилфосфонатэтаноламина и моноэтаноламина в количестве 10 кг.

Изучением физико-химических свойств предложенных дефолиантов установлено, что они относятся к хорошо растворимым в воде препаратам. Потери действующих веществ из рабочих растворов за 10 суток не

превышают 0,168%, что вполне соответствует оптимальным срокам приготовления и применения рабочих растворов дефолиантов.

Удельная масса рабочих растворов предложенных дефолиантов составляет 1015,5-1058,2 кг/м³, что не снижает грузоподъёмность авиационной и надземной техники, и, следовательно, их дневную производительность.

Двухлетние агрохимические испытания предложенных дефолиантов на хлопчатнике показали их высокую эффективность действия на растения. Степень опадения листьев составляла 85-89%, а количество сухих, не опавших листьев было минимально и не превышало 3,0%.

ВЫВОДЫ

1. Изучены растворимость, характер взаимодействия и образования твердых фаз в семи системах, состоящих из воды, хлората натрия, карбамида, трикарбамидохлората натрия, этаноламинов и 2-хлорэтилфосфонат моно-, ди- и триэтаноламинов, в широком температурном и концентрационном интервалах. Установлено, что:

-в водных системах, состоящих из трикарбамидохлората натрия и 2-хлорэтилфосфонат моно-, ди- и триэтаноламина, наблюдается взаимное высыпывание компонентов, возрастающее с ростом температуры;

-в тройных системах, включающих хлорат натрия, карбамид и моно-, ди-, триэтаноламин, имеет место образование четырех соединений, из них три - выявлены впервые.

2. Согласно термогравиметрическим исследованиям, для полученных соединений свойственно ступенчатое разложение с плавлением. По термической устойчивости они располагаются в ряд: $\text{CO}(\text{NH}_2)_2 \cdot \text{NH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH} < 2\text{CO}(\text{NH}_2)_2 \cdot \text{NH}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2 < 3\text{CO}(\text{NH}_2)_2 \cdot \text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_3$.

3. На основании ИК-спектроскопических данных выявлено, что в этаноламинных соединениях карбамида присоединение молекул осуществляется через водородную связь за счет CO, NH- групп карбамида и OH, NH- групп этаноламинов.

4. На основе изученных систем и проведенных агрохимических испытаний предложены две группы оптимальных дефолиирующих составов. Введение в состав трикарбамидохлората натрия этаноламинов и 2-хлорэтилфосфонатэтаноламинов улучшает его свойства и характер действия на растения.

5. Выявлены оптимальные технологические параметры производства и разработана принципиальная технологическая схема получения твердых дефолиантов на основе хлората натрия, карбамида и моно-, ди-, триэтаноламина.

6. Исследованием процесса получения комплекснодействующих дефолиантов на основе трикарбамидохлората натрия и 2-хлорэтилфосфонатэтаноламинов установлены условия аммонизации 2-хлорэтилфосфоновой кислоты моно-, ди- и триэтаноламином, оптимальные концентрации, соотношение и скорость смешивания растворов трикарбамидохлората натрия и 2-хлорэтилфосфонатэтаноламинов. Изучена стабильность продуктов в зависимости от pH среды и продолжительности хранения.

7. Агрохимические испытания предложенных дефолиантов на хлопчатнике показали высокую дефолиирующую активность и «мягкость» действия их на растения. Степень опадения листьев составила 85-89%, а количество сухих листьев-3,0%.

Основное содержание работы изложено в следующих публикациях:

1. Озубекова Р.А., Мурзубраимов Б.М. Политерма растворимости системы Трикарбамидохлорат натрия-2-хлорэтилфосфонатэтаноламин- вода //Сбор. науч. труд. аспирантов города Ош.-Ош. -2000. -№ 1. -С.6-11.
2. Озубекова Р.А. Растворимость в водных системах, включающих трикарбамидохлорат натрия и 2-хлорэтилфосфонаты моно-, триэтаноламинов//Там же, -С. 12-18.
3. Озубекова Р.А.. Кучаров Х., Тухтаев С. Политермическая диаграмма растворимости системы трикарбамидохлорат натрия -2-хлорэтилфосфонаттриэтаноламин – вода// Узб.хим.жур. – Ташкент. -2000.-№ 6, -С.3-5.
4. Озубекова Р.А., Кучаров Х., Мурзубраимов Б.М., Тухтаев С., Омарова С. Политерма растворимости системы хлорат натрия - карбамид- моноэтаноламин// Вестник ККО АН РУз.- Нукус. -2000. -№2. -С. 18.
5. Озубекова Р.А., Кучаров Х., Мурзубраимов Б.М., Тухтаев С. Растворимость тройных систем, состоящих из хлората натрия, карбамида и этаноламинов// Вестник ОшГУ.-Ош. -2001.-№ 2. -С.81-87.
6. Озубекова Р.А. Разработка новых дефолиантов хлопчатника //Там же, -С.208- 211.
7. Озубекова Р.А., Кучаров Х., Мурзубраимов Б.М., Тухтаев С. Политерма тройной системы NaClO_3 – $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ - $\text{NH}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2$ //Наука. Образование. Техника. -Ош. -2001. -№2. -С. 52-55.
8. Кучаров Б., Озубекова Р.А., Тухтаев С. Исследование водных систем из трикарбамидохлората натрия, моно-, трихлорацетата моно-, триэтаноламина //Вестник ОшГУ.-Ош. -2001. -№ 3. -Ч.1. -С.34-36.
9. Положительное решение на выдачу предварительного патента
Кыргызской Республики A01N 25/00.

АННОТАЦИЯ

Хлорат натрийди, карбамидди, этаноламиндерди жана 2-хлорэтилфосфонатэтаноламиндерди колдонуу менен дефолианттарды иштеп чыгууну физико-химиялык негиздери

Диссертациялык жумуш хлорат натрийдин, карбамиддин, этаноламиндердин жана 2-хлорэтилфосфонатэтаноламиндердин негизинде комплекстүү таасир этүүчү дефолианттарды алуунун физико-химиялык негизин жана принципиалдык технологиялык схемасын иштеп чыгууга арналган.

Хлорат натрийден, карбамидден жана этаноламиндерден турган үчтүк системалардын эригичтүүлүгү жана өз ара аракетенишүүсү биринчи жолу изилдени. Үч жаны кошулманын пайда болушу такталды жана алардын кристаллдашу талаалары, пайда болуусунун температуралык жана концентрациялык чектери аныкталды. Синтезелип алынган кошулмалар химиялык жана ИК-спектроскопиялык, дериватографиялык, рентгенофазалык усулдар менен идентификацияланды.

Этаноламиндердин катышуусунда хлорат натрийдин, карбамиддин эригичтүүлүгүнүн жана өз ара аракеттенүшүүсүнүн компоненттердин массалык катышынан көз карандылыгын, эрүүсүнүн жана балкыган эритмесинин катуулунуусунун узактыгын изилдөө менен катуу дефолианттарды алуунун ынгайлуу шарттары аныкталды.

Үч карбамиддуу хлорат натрийден жана 2-хлорэтилфосфонатэтаноламиндерден турган суулуу үчтүк системалар изилдени. Алынган жыйынтыктар үч карбамиддуу хлорат натрийдин жана 2-хлорэтилфосфонатэтаноламиндердин негизинде суюк дефолианттарды алуунун илимий негизи болду.

Системалардын эригичтүүлүгүн изилдөөдөн жана агрохимиялык синоолордон алынган маалыматтардын негизинде дефолианттардын сотовынын эки тобу сунуш кылышы. Ал дефолианттарды өндүрүүнүн технологиялык режиминин нормалары иштелип чыкты жана принципиалдуу технологиялык схемалары сунуш кылышы.

АННОТАЦИЯ

Диссертационная работа посвящена физико-химическому обоснованию и разработке принципиальной технологической схемы получения комплекснодействующих дефолиантов на основе хлората натрия, карбамида этианоламинов и 2-хлорэтилfosfonatэтаноламинов.

Впервые изучены растворимость и взаимодействие в тройных системах, состоящих из хлората натрия, карбамида и этаноламинов. Установлено образование трех новых соединений и определены их поля кристаллизации, температурные и концентрационные предельы существования. Синтезированные соединения идентифицированы химическими, ИК-спектроскопическими, дериватографическими и рентгенофазовыми методами физико-химического анализа.

Изучением плавления и взаимодействия хлората натрия и карбамида в присутствии этаноламинов в зависимости от соотношения компонентов, продолжительности плавления и затвердевания их расплавов установлены оптимальные условия получения твердых дефолиантов.

Изучены водные системы, включающие трикарбамидохлорат натрия и 2-хлорэтилфосфонатэтаноламины. Полученные результаты послужили научной основой для выбора оптимальных составов жидкых комплекснодействующих дефолиантов на основе трикарбамидохлората натрия и 2-хлорэтилфосфонатэтаноламинов.

На основе полученных результатов по растворимости в изученных системах, агрохимических испытаний предложены две группы оптимальных дефолиирующих составов, разработаны нормы технологического режима производства и предложены принципиальные технологические схемы их получения.

ANNOTATION

The physico-chemical foundations of defoliants development on the base of sodium chlorate, carbamide, ethanolamines and 2-chlorethylphosphonatethanolamines

The dissertation work is devoted to physico-chemical basis and development of technological scheme of principle of complex acting defoliants obtaining on the base of sodium chlorate, carbamide, ethanolamines and 2-chlorethylphosphonatethanolamines.

For the first time the solubility and interaction in triple systems consisting of sodium chloride, carbamide and ethanolamines were studied. The formation of three new compounds was established, their crystallization fields, temperature and concentration existence limits were determined. Synthesized compounds were identified by chemical, IR-spectroscopic, thermogravimetric and X-ray phase methods of physico-chemical analysis.

The optimal parameters of solid defoliants obtained were established by study of sodium chlorate and carbomide melting and interaction in the presence of ethanolamines in depending on components carelation, melting prolongation and their melts hardening.

The aqueous systems including sodium threecarbamide-chlorate and 2-chloorethylphosphonate ethanolamines were studied. Obtained results served as scientific base for choice of optimal compositions of liquid coplex acting defoliants on the base of sodium threecarbamidechlorate and 2-chloorethylphosphonatethanolamines.

On the base of obtained results on solubility in studied systems, agrochemical tests two groups of optimal defoliating composition were offered, the norms of technological manufacture regime were elaborated and technological schemes of principle of their obtaining were offered.

