



(12)

PATENTSCHRIFT

(21) Anmeldenummer: 576/91

(51) Int.Cl.⁵ : **C08L 95/00**
C10C 1/00, 3/00

(22) Anmeldetag: 14. 3.1991

(42) Beginn der Patentdauer: 15. 4.1992

(45) Ausgabetag: 25.11.1992

(56) Entgegenhaltungen:

EP-A1-346347 EP-A1-276711 EP-A1-215192 EP-A2- 84237
JP-A-59-152989 JP-A-54-13533

(73) Patentinhaber:

VOEST-ALPINE STAHL LINZ GESELLSCHAFT M.B.H.
A-4020 LINZ, OBERÖSTERREICH (AT).

(72) Erfinder:

KANDLER WILHELM DIPL.ING. DR.
LINZ, OBERÖSTERREICH (AT).
LAKATA WOLFGANG DIPL.ING. DR.
LINZ, OBERÖSTERREICH (AT).
HAAS JOSEF DR.
LINZ, OBERÖSTERREICH (AT).
WEGERER JOHANNES INC.
LINZ, OBERÖSTERREICH (AT).

(54) **STEINKOHLENTEERPECH**

(57) Steinkohlenteerpechprodukt, erhältlich durch Heißfiltration und Destillation von Steinkohlenteerpech und Vermischen mit einem vorzugsweise aromatische Kohlenwasserstoffe enthaltenden Fluxmittel, dessen Gehalt an Benzo-a-pyren weniger als 1000 ppm, vorzugsweise weniger als 100 ppm, beträgt, welches Steinkohlenteerpechprodukt

- a) einen Erweichungspunkt nach Krämer-Sarnow, im Bereich von 50 bis 150 °C, vorzugsweise 60 bis 100 °C, besitzt,
- b) einen Gehalt an in Chinolin unlöslichem Material von weniger als 5 % Masse aufweist,
- c) einen Gehalt an in Toluol unlöslichem Material zwischen 15 und 60 % Masse aufweist und
- d) einen Gehalt an Benzo-a-pyren von weniger als 1000 ppm aufweist.

Das erfindungsgemäße Steinkohlenteerpech kann vielseitig als Binde- und Imprägniermittel eingesetzt werden.

B

AT 395 316

Die Erfindung betrifft ein Steinkohlenteerpechprodukt, das als Bindepech und Imprägnierpech in der Kohlenstoffelektroden-Industrie und bei der Herstellung feuerfester Produkte universell verwendet werden kann, sowie ein Verfahren zu seiner Herstellung.

5 Teerpech wird üblicherweise aus Steinkohlenteer gewonnen, der seinerseits bei der Verkokung von Steinkohle anfällt. Das Steinkohlenteerpech wird danach zunächst einer Heißfiltration unterworfen, um vorhandene Feststoffe zu entfernen. Gemäß der EP-A1-276 711 kann mit Kerzenfiltern bei einer Temperatur von 250 °C unter Anwendung von Druck der aus der Verkokung mitgerissene, in Chinolin unlösliche Anteil an Kohle-, Koks- und Harzpartikeln auf unter 0,3 % Masse abgesenkt werden. Das auf diese Weise erhaltene Pech wird danach einer Hochleistungsdestillation, z. B. mittels Dünnschichtverdampfer, unterworfen, bei der unter Vakuum die leicht flüchtigen 10 Bestandteile entfernt werden. Dabei entsteht das sogenannte Hartpech, ein feststoffarmes Steinkohlenteerpech mit einem Erweichungspunkt zwischen 200 und 300 °C (nach Krämer-Sarnow).

Weitere Verfahren zur Herstellung von Bindemitteln aus Steinkohlenteer sind aus der EP-A1-215 192 und aus der WO-A1-88/05806 bekannt. Diese Bindemittel besitzen Erweichungspunkte zwischen 90 und 105 °C bzw. zwischen 200 und 300 °C.

15 Die meisten der heute bekannten Hartpeche sind aufgrund ihres hohen Erweichungspunktes nur beschränkt für Imprägnier- oder Bindezwecke in der Kohlenstoffelektrodenindustrie und in der Feuerfestindustrie verwendbar. Weiters wird ihr Einsatzbereich auch noch dadurch eingeschränkt, daß Hartpeche und auch alle anderen Peche aus Steinkohlenteer allgemein als gesundheitsschädlich angesehen werden, da sie polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe enthalten, die im Verdacht stehen, beim Menschen Krebs zu erzeugen. Üblicherweise weisen 20 Steinkohlenteerpeche einen Gehalt an Benzo-a-pyren von 1 bis 2 % Masse (10.000 bis 20.000 ppm) auf.

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren, das die Vermeidung dieser Nachteile und stellt sich insbesondere die Aufgabe, ein Steinkohlenteerpech zur Verfügung zu stellen, das vielfältig einsetzbar ist, da es sowohl mit Erweichungspunkten in einem weiten Bereich hergestellt werden kann, als auch einen niedrigen Gehalt an Benzo-a-pyren aufweist.

25 Das erfindungsgemäße Steinkohlenteerpechprodukt kann durch Heißfiltration und Destillation von Steinkohlenteerpech und Vermischen mit einem vorteilhaftweise aromatische Kohlenwasserstoffe enthaltenden Fluxmittel, dessen Gehalt an Benzo-a-pyren weniger als 1000 ppm, vorzugsweise weniger als 100 ppm, beträgt, erhalten werden und besitzt

- 30 a) einen Erweichungspunkt nach Krämer-Sarnow, im Bereich von 50 bis 150 °C, vorzugsweise 60 bis 100 °C,
b) einen Gehalt an in Chinolin unlöslichem Material von weniger als 5 % Masse,
c) einen Gehalt an in Toluol unlöslichem Material zwischen 15 und 60 % Masse und
d) einen Gehalt an Benzo-a-pyren von weniger als 1000 ppm.

35 Zur Herstellung des erfindungsgemäßen Steinkohlenteerpechproduktes kann das vorteilhaftweise aromatische Kohlenwasserstoffe enthaltende Fluxmittel auf eine Temperatur zwischen 70 und 100 °C erhitzt und einem aus Steinkohlenteerpech durch Heißfiltration mit anschließendem Abdestillieren flüchtiger Fraktionen hergestellten Hartpech unter Rühren zugemischt werden, wobei das Hartpech vor dem Mischen auf eine Temperatur von mindestens 50 °C über seiner Erweichungstemperatur erhitzt wurde.

40 Nach beendeter Zugabe wird so lange unter Rückfluß gerührt, bis eine vollständige Durchmischung des Hartpeches mit dem Fluxmittel erreicht ist. Die Temperatur sollte dabei nach Beendigung des Mischvorganges nicht über dem Siedebeginn des verwendeten Fluxmittels liegen.

45 Zur Herstellung des Benzo-a-pyren armen Hartpeches wird aus dem Rohteer zunächst der Ölanteil, der etwa 40 bis 45 % Masse ausmacht, abdestilliert. Aus dem verbleibenden Pechanteil kann bei weiterer Destillation eine Fraktion abgetrennt werden, welche praktisch das gesamte Benzo-a-pyren des eingesetzten Peches enthält. Die Hauptmenge des Benzo-a-pyrens im Pech destilliert somit bei der Vakuumdestillation im Dünnschichtverdampfer aus dem Steinkohlenteerpech ab, sodaß die verbleibende Hartpechfraktion arm an Benzo-a-pyren ist.

50 Eine weitere vorteilhafte Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens ist dadurch gekennzeichnet, daß als Fluxmittel eine Benzo-a-pyren-arme Fraktion des bei der Herstellung von Steinkohlenteerpech aus Steinkohlenteer anfallenden, im Bereich von 150 bis 370 °C siedenden Ölanteiles eingesetzt wird. Das erfindungsgemäß zum Mischen bevorzugt verwendete Fluxmittel ist durch folgende Siedeanalyse gekennzeichnet:

bis 355 °C: < 80 Vol.-%.
Benzo-a-pyren: < 400 ppm

55 Das Mischungsverhältnis Hartpech zu Fluxmittel kann sich zwischen 99 : 1 und 1 : 1 bewegen.

Das erfindungsgemäße Steinkohlenteerprodukt eignet sich sehr gut als Bindemittel, sofern es einen Erweichungspunkt zwischen 50 und 150 °C besitzt.

AT 395 316 B

Das erfundungsgemäße Steinkohlenteerprodukt eignet sich weiters sehr gut als Imprägniermittel, sofern es einen Erweichungspunkt zwischen 50 und 100 °C besitzt.

Mit nachfolgendem Beispiel wird die Erfindung noch näher beschrieben.

5 Beispiel

Ein Steinkohlenteerpech mit folgenden Kenndaten:

10	EKS (Erweichungspunkt nach Krämer-Sarnow)	72	°C
	Chinolin-Unlösliches	8,4	Gew.%
	Toluol-Unlösliches	27,1	Gew.%
	Koksrückstand n. Alcan	55,6	Gew.%
	Benzo-a-pyren	15.000	ppm

15 wurde durch eine Druckfiltration (Druck: 5 bar; Temperatur: 240 °C; Filter: Spaltfilterkerze mit einer Spaltweite von 150 µm) von Feststoffen gereinigt und wies folgende Kenndaten auf:

20	EKS	69,5	°C
	Chinolin-Unlösliches	0,24	Gew.%
	Toluol-Unlösliches	20,2	Gew.%
	Koksrückstand n. Alcan	48,1	Gew.%

Aus dem filtrierten Pech wurde anschließend in einer Hochleistungsdestillation mittels Dünnschichtverdampfer (Druck: 0,5 bar; Temperatur: 360 °C) ein Hartpech mit folgenden Kenndaten erhalten:

25	EKS	207	°C
	Chinolin-Unlösliches	0,77	Gew.%
	Toluol-Unlösliches	57,8	Gew.%
	Koksrückstand n. Alcan	81,8	Gew.%
30	Benzo-a-pyren	880	ppm

Das auf mindestens 50 °C über dem Erweichungspunkt erhitzte Hartpech wurde in einem geeigneten, heizbaren Mischaggregat, das mit einer Kondensatrückführung ausgerüstet war, mit der entsprechenden Fluxmittelmenge gemischt.

35 Dazu wurde das auf ca. 90 °C erwärmte Fluxmittel dem vorgelegten Pech kontinuierlich eingerührt, sodaß eine zu starke Abkühlung der resultierenden Mischung vermieden wurde.

Nach beendeter Zugabe des Fluxmittels wurde die Mischung so lange unter Rückfluß gerührt, bis eine vollständige Durchmischung des Peches mit der Ölkomponente erreicht war.

Nach diesem Verfahren konnten Steinkohlenteerpeche mit folgenden Eigenschaften hergestellt werden:

40	EKS	50 - 150	°C
	Chinolin-Unlösliches	< 5	Gew.-%
	Toluol-Unlösliches	15 - 60	Gew.-%
	Koksrückstand n. Alcan	40 - 80	Gew.-%
45	Benzo-a-pyren	< 1000	ppm

50 **PATENTANSPRÜCHE**

1. Steinkohlenteerpechprodukt, erhältlich durch Heißfiltration- und Destillation von Steinkohlenteerpech und Vermischen mit einem vorteilhafterweise aromatische Kohlenwasserstoffe enthaltenden Fluxmittel, dessen Gehalt an Benzo-a-pyren weniger als 1000 ppm, vorzugsweise weniger als 100 ppm, beträgt, welches Steinkohlenteerpechprodukt

AT 395 316 B

- 5 a) einen Erweichungspunkt nach Krämer-Sarnow im Bereich von 50 bis 150 °C, vorzugsweise 60 bis 100 °C, besitzt,
b) einen Gehalt an in Chinolin unlöslichem Material von weniger als 5 % Masse aufweist,
c) einen Gehalt an in Toluol unlöslichem Material zwischen 15 und 60 % Masse aufweist und
d) einen Gehalt an Benzo-a-pyren von weniger als 1000 ppm aufweist.

10 2. Verfahren zur Herstellung eines Steinkohlenteerpechproduktes nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß ein vorteilhafterweise aromatische Kohlenwasserstoffe enthaltendes Fluxmittel einem aus Steinkohlenteerpech durch Heißfiltration mit anschließendem Abdestillieren flüchtiger Fraktionen hergestellten Hartpech unter Röhren zugemischt wird, wobei das Hartpech vor dem Mischen auf eine Temperatur von mindestens 50 °C über seiner Erweichungstemperatur erhitzt wurde.

15 3. Verfahren nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Fluxmittel eine bei der Herstellung von Steinkohlenteerpech aus Steinkohlenteer anfallende, im Bereich von 150 bis 370 °C siedende, Benzo-a-pyren-arme Fraktion eingesetzt wird.

20 4. Verfahren nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Hartpech mit Fluxmittel im Verhältnis zwischen 99 : 1 und 1 : 1 vermischt wird.

5. Verwendung eines Steinkohlenteerpechproduktes nach Anspruch 1 mit einem Erweichungspunkt zwischen 50 °C und 150 °C als Bindemittel.

6. Verwendung eines Steinkohlenteerpechproduktes nach Anspruch 1 mit einem Erweichungspunkt zwischen 50 °C und 100 °C als Imprägniermittel.

25

30

35

40

45

50

55