



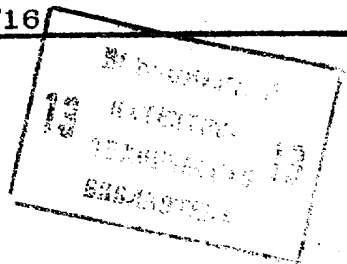
СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) **SU** (11) **1055337** A

3 (51) C 10 C 1/16

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ



- (21) 3329301/23-04
(22) 02.09.81
(31) P3033075.7.
(32) 03.09.80
(33) ФРГ
(46) 15.11.83. Бюл. № 42.
(72) Юрген Штадельхофер, Хейнц Герхард Франк, Хельмут Келер и Хейнрих Луис (ФРГ)
(71) Рютгерсверке АГ (ФРГ)
(53) 662.739 (088.8)
(56) 1. Заявка Японии № 53-24441, кл. 18 В 5, опублик. 1978.
2. Патент США № 4189373, кл. 208-8, опублик. 1980.
3. Заявка Франции № 2381093, кл. C 10 C 1/04, опублик. 1978 (прототип).

(54)(57) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ УГЛЕРОДИСТОГО СВЯЗУЮЩЕГО путем смешения угля с ароматическим растворителем с образованием суспензии и обработки ее при повышенной температуре и давлении, отличающийся тем, что, с целью получения высококачественного

углеродистого связующего для электродов, в качестве угля используют обеззолненный уголь, который смешивают с растворителем, состоящим из ароматических масел, полученных из угля, с температурой 50%-ного выкипания 416-465°C и остатка крекинга нефтяных фракций с температурой 50%-ного выкипания 350-435°C, при следующем соотношении компонентов в суспензии, мас. %:

Обеззолненный уголь	5-40
Ароматические масла с температурой 50%-ного выкипания 416-465°C	20-80
Остаток крекинга нефтяных фракций с температурой 50%-ного выкипания 350-435°C	15-50

и процесс обработки суспензии проводят при 300-420°C, давлении 5-50 бар в течение 1-4 ч с удалением низкокипящих фракций и при необходимости с последующим смешением полученной смеси с 30-60 мас. % пека с температурой размягчения 115-160°C, полученного из угля или минеральных масел.

(19) **SU** (11) **1055337** A

Изобретение относится к способу получения углеродистого связующего из угля обработкой обеззоленного угля при повышенных температуре и давлении с применением ароматических, получаемых из угля и минеральных масел, растворителей и может найти применение в нефтеперерабатывающей и коксохимической промышленности.

Известен способ получения углеродистого связующего путем смешения 1 вес.ч. порошкообразного угля с 1 вес.ч. и более тяжелого масла с последующим перемешиванием и нагревом при 330–400°C в течение 30–240 мин. Полученный пек для обеззоливания обрабатывают полярным органическим растворителем или ароматическим растворителем [1].

Известен также способ получения углеродистого связующего из угля и остаточного масла путем смешения тонкоизмельченного порошкообразного угля с нефтяными остатками и последующего растворения смеси при 400–450°C, согласно которому зола, содержащаяся в угле, коагулирует вместе с нерастворимыми микросферами, содержащимися в нефтяном остатке. Последний предварительно специально обрабатывают и удаляют таким образом из смеси [2].

Наиболее близким к изобретению является способ получения углеродистого связующего путем смешения угля с ароматическим растворителем с образованием суспензии и обработки ее при повышенной температуре и давлении [3].

К недостаткам способа относятся необходимость применения стадии отделения от экстракта нерастворимых твердых веществ и наличие в отделенном экстракте повышенного количества зольных частиц, что сказывается на качестве связующего.

Цель изобретения – получение высококачественного углеродистого связующего для производства электродов.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу получения углеродистого связующего путем смешения угля с ароматическим растворителем с образованием суспензии и обработки ее при повышенной температуре в качестве угля используют обеззоленный уголь, который смешивают с растворителем, состоящим из ароматических масел, полученных из угля, с температурой 50%-ного выкипания 416–465°C и остатка крекинга нефтяных фракций с температурой 50%-ного

выкипания 350–435°C, при следующем соотношении компонентов в суспензии, мас. %:

Обеззоленный уголь	5–40
Ароматические масла с температурой 50%-ного выкипания 416–465°C	20–80
Остаток крекинга нефтяных фракций с температурой 50%-ного выкипания 350–435°C	15–50

и процесс обработки суспензии проводят при 300–420°C, давлении 5–50 бар в течение 1–4 ч с удалением низкокипящих фракций и при необходимости с последующим смешением полученной смеси с 30–60 мас. % пека с температурой размягчения 115–160°C, полученного из угля или минеральных масел.

Согласно предлагаемому способу применяют уголь и в целях дезинтеграции последнего остатки от расщепления нефти или газойля в паровой фазе, остатки от каткрекинга, замедленного коксования, а также высококипящие ароматические дистилляты, получаемые в результате рафинирования каменноугольного пека, со средней точкой кипения выше 350°C. Кроме того, для окончательного установления текучести количества остатков от коксования применяют до 60%, считая на продукт, получаемый за счет дезинтеграции угля, например остатков от перегонки каменноугольного пека или предпочтительно от перегонки пиролизного масла с точкой размягчения 115–160°C (по Кремеру и Сарнову), причем сорт угля имеет только второстепенное значение. Однако предпочтение отдается углям с высоким содержанием углерода, причем зола по своей природе должна быть такой, чтобы возможно было отделить ее известным способом.

В целях обеспечения широкой применимости предлагаемого способа выбирают метод обеззоливания, согласно которому зольность угля снижается путем интенсивной химической обработки кислотами и основаниями.

Другие методы обеззоливания также являются пригодными, а при применении сверхчистых углей с зольностью ниже 1% отделение золы можно не производить.

Обеззоливание угля обычно предусматривает химические реакции в жестких условиях с применением кислот, оснований и окислителей, влияющих на растворение угля, в частности в случае окислительной обработки угля обычно пред-

попадает значительное понижение растворимости в ароматических соединениях.

Применяемые для дезинтеграции угля растворители должны иметь как можно более низкую зольность. Этому требованию удовлетворяют в частности пиролизные масла, получаемые в результате расщепления фракций минеральных масел в паровой фазе, дистилляты, получаемые в результате рафинации каменноугольного пека, и остаточные масла, получаемые в результате замедленного коксования, и выбранные каменноугольные пеки. При низкой зольности в качестве дополнительных растворителей можно также применить остатки от крекинга.

Предпочтительно использовать пиролизные масла, получаемые в результате расщепления фракций минеральных масел в паровой фазе, поскольку эти масла имеют ярко выраженную склонность к полимеризации, что выгодно для получения больших остатков от коксования.

Среди масел каменноугольной смолы предпочтение отдается дистиллятам, получаемым в результате обработки каменноугольного пека теплом и давлением со средней точкой кипения выше 350°C или аналогичные дистилляты, получаемые в результате переработки каменноугольной смолы путем перегонки.

Пример 1. Получение обеззоленного угля в соответствии с патентом США № 4134737: 1 вес.ч. высокодисперсного газопламенного угля типа Вестерхолта (Westerholt) зольностью 7,8% и содержанием летучих компонентов без воды и золы 38% 3 ч при 250°C обрабатывают 4 вес.ч. 10%-ного раствора едкого натра.

Промытый продукт реакции 30 мин при 80°C обрабатывают 2 вес.ч. 5%-ной серной кислоты и затем еще 1 ч при 75°C 1,5 вес.ч. 18%-ной азотной кислоты. Зольность обработанного таким образом угля составляет 0,9%. Выход количественен.

В целях получения связующих для электродов готовят смесь: 30 вес.ч. обеззоленного угля типа Вестерхолта; 30 вес.ч. пиролизного остатка расщепления нефти в паровой фазе (температура начала кипения 220°C , 50% при 360°C) и 40 вес.ч. пекового дистиллята, полученного обработкой каменноугольного пека теплом и давлением (температура начала кипения 305°C , 50% при 416°C , 80% при 455°C), и с хорошим перемеши-

ванием гомогенизируют 2 ч при 375°C . Максимальное давление реакции 24 бар. После отделения 3% легкокипящих компонентов получают пекообразный продукт переработки угля с выходом 95%. Этот продукт смешивают до гомогенности с 30% твердого пека, полученного в результате переработки каменноугольного пека и обычного пека. Точка размягчения этого твердого пека 160°C (по Кремеру и Сарнову). Показатели полученного связующего приведены в таблице.

Пример 2. 30 вес.ч. обеззоленного газопламенного угля типа Вестерхолта обрабатывают 3 ч при 400°C смесью 20 вес.ч. пекового дистиллята, полученного в результате обработки каменноугольного пека теплом и давлением, 40 вес.ч. пиролизного остатка, полученного по примеру 1 после расщепления нефти, и 10 вес.ч. остатков каткрекинга (температура начала кипения 260°C , 50% до 435°C). Максимальное давление реакции 40 бар.

После отделения 3% легкокипящих компонентов получают продукт переработки угля с выходом 95% с точкой размягчения 60°C (по Кремеру и Сарнову). Этот продукт смешивают до гомогенности с 50 вес.ч. твердого пека, полученного перегонкой остатков пиролиза сырого бензина. Точка размягчения твердого пека 135°C (по Кремеру и Сарнову).

Показатели полученного связующего приведены в таблице.

Пример 3. Осуществляют аналогично примеру 1. В качестве угля используют газовый уголь с содержанием летучих веществ 26,5% и зольностью 1,9%. Обеззоливание осуществляют по примеру 1. Остаточная зольность угля 0,8%.

30 вес.ч. обеззоленного газопламенного угля с хорошим перемешиванием 2 ч при 400°C подвергают реакции с 40 вес.ч. пекового дистиллята, полученного в результате обработки каменноугольного пека теплом и давлением, как в примере 1, и 30 вес.ч. пиролизного масла, полученного в результате расщепления сырого бензина в паровой фазе (температура начала кипения 220°C , 50% до 350°C). Максимальное давление реакции 18 бар.

Получают пекообразный продукт переработки угля с выходом 97% с точкой размягчения 80°C (по Кремеру и Сарнову).

От этого продукта отделяют легкокипящие компоненты (3%), после чего его

смешивают до гомогенности с 30% твердого пека с точкой размягчения 135°C (по Кремеру и Сарнову), полученного в результате перегонки пиролизного масла.

Показатели полученного связующего приведены в таблице.

Пример 4. 5 вес.ч. обеззоленного газопламенного угля типа Вестерхолта обрабатывают 1 ч при 420°C 80 вес.ч. пекового дистиллята, полученного в результате обработки каменноугольного пека теплом и давлением как в примере 1, и 15 вес.ч. остатка пиролиза нефти, как в примере 1. Максимальное давление 50 бар.

После отделения 30% легкокипящих компонентов получают продукт переработки угля с выходом 67% с точкой размягчения 89°C .

Показатели полученного связующего приведены в таблице.

Пример 5. 40 вес.ч. обеззоленного газового угля по примеру 3 обраба-

тывают 4 ч при 330°C 20 вес.ч. каменноугольного мягкого пека (точка размягчения 45°C по Кремеру и Сарнову, температура начала кипения 300°C , 50% до 465°C) и 40 вес.ч. пиролизного масла, полученного в результате расщепления сырого бензина в паровой фазе (температура начала кипения 220°C , 50% до 350°C).

Максимальное давление 5 бар.

Получают пекообразный продукт переработки угля с выходом 98% с точкой размягчения 65°C . После отделения 2% легкокипящих компонентов продукт смешивают до гомогенности с 60% твердого пека с точкой размягчения 115°C (по Кремеру и Сарнову), полученного в результате перегонки пиролизного масла.

Показатели полученного связующего приведены в таблице.

Пример	Компоненты, вес.ч.	Остаток после коксования (по Конрадсону)	Свойства продукта		Нерастворимые, %	
			Точка размягчения (по Кремеру и Сарнову), °C	Зольность, %	в кинопине	в толуоле
1	Углеродистый продукт: уголь типа Вестерхольмга 30; пироллизный остаток 30; пековый дистиллят 40; твердый пек 30	51	90	0,28	13	38
2	Углеродистый продукт: уголь типа Вестерхольмга 30; пековый дистиллят 20; пироллизный остаток 40; продукт каткрегинга 10; твердый пек 50	54	93	0,29	10	32
3	Углеродистый продукт: газовый уголь 30; пековый дистиллят 40; пироллизное масло 30; твердый пек 30	54	92	0,26	14,5	35
4	Углеродистый продукт: уголь типа Вестерхольмга 5; пековый дистиллят 80; пироллизный остаток без твердого пека, 15	52	90	0,25	15	38
5	Углеродистый продукт: газовый уголь 19; мягкий пек 20; пироллизное масло 40; твердый пек 60	54	91	0,29	10	36
6(сравнительный)	Обычное связующее для электродов из каменноугольного пека	54	90	0,27	13	35

Пример 6 (сравнительный). Для сравнения в таблице приведено обычное связующее, изготовленное на основе каменноугольного пека.

Таким образом, предложенный способ представляет собой простой способ полу-

чения высококачественных связующих для электродов, согласно которому в качестве компонентов можно пользоваться такими хорошо допустимыми материалами, как уголь и остатки минеральных масел.

5

Составитель Е. Горлов
Редактор М. Келемеш Техред С. Легеза Корректор А. Ильин
Заказ 9139/60 Тираж 503 Подписное
ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5
Филиал ИПИ "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4