

УДК 662.749.33 © Т.Г. Черкасова✉, А.В. Неведров, А.В. Папин, 2024

UDC 662.749.33 © T.G. Cherkasova✉, A.V. Nevedrov, A.V. Papin, 2024

Институт химических и нефтегазовых технологий
ФГБОУ ВО «Кузбасский государственный технический
университет им. Т.Ф. Горбачева», 650000, г. Кемерово, Россия
✉ e-mail: ctg.htnv@kuzstu.ru

Institute of Chemical and Oil and Gas Technologies,
T.F. Gorbachev Kuzbass State Technical University (KuzSTU),
Kemerovo, 650000, Russian Federation
✉ e-mail: ctg.htnv@kuzstu.ru

Каменноугольный пек атмосферно-вакуумной перегонки каменноугольной смолы*

Coal tar pitch from atmospheric-vacuum distillation of coal tar

DOI: <http://dx.doi.org/10.18796/0041-5790-2024-4-27-30>

В статье рассматривается процесс получения каменноугольного пека методом атмосферно-вакуумной перегонки каменноугольной смолы. В качестве исходного сырья применялась каменноугольная смола производства ПАО «Кокс». При проведении исследований конечная температура кубового остатка в колбе составляла 420°C. Полученные образцы каменноугольного пека подвергались исследованию по определению их качественных характеристик. Результаты исследований анализировались на соответствие качества полученного образца пека требованиям ГОСТ 10200-2017. На основании результатов сравнительного анализа сделан вывод о пригодности полученного пека для применения в электродном производстве.

Ключевые слова: каменноугольная смола, каменноугольный пек, атмосферно-вакуумная перегонка, электродное производство.

Для цитирования: Черкасова Т.Г., Неведров А.В., Папин А.В. Каменноугольный пек атмосферно-вакуумной перегонки каменноугольной смолы // Уголь. 2024;(4):27-30. DOI: 10.18796/0041-5790-2024-4-27-30.

Abstract

The article discusses the process of obtaining coal tar by atmospheric vacuum distillation of coal tar. Coal tar produced by PJSC "Koks" was used as a feedstock. During the research, the final temperature of the cubic residue in the flask was 420 °C. The obtained samples of coal tar were examined to determine their qualitative characteristics. The research results were analyzed for compliance of the quality of the obtained pitch sample with the requirements of GOST 10200-2017. Based on the results of the comparative analysis, a conclusion is made about the suitability of the resulting pitch for use in electrode production.

ЧЕРКАСОВА Т.Г.

Доктор химических наук, профессор,
директор Института химических
и нефтегазовых технологий
ФГБОУ ВО «Кузбасский
государственный технический
университет им. Т.Ф. Горбачева»,
650000, г. Кемерово, Россия,
e-mail: ctg.htnv@kuzstu.ru

НЕВЕДРОВ А.В.

Канд. техн. наук, доцент,
доцент Института химических
и нефтегазовых технологий
ФГБОУ ВО «Кузбасский
государственный технический
университет имени Т.Ф. Горбачева»,
650000, г. Кемерово, Россия,
e-mail: nevedrov@kuzstu.ru



**НОЦ
КУЗБАСС**

Научно-образовательный
центр «Кузбасс»

* Исследование выполнено за счет гранта Минобрнауки России (Соглашение № 075-15-2022-1193).

ПАПИН А.В.

Канд. техн. наук, доцент,
доцент Института химических
и нефтегазовых технологий
ФГБОУ ВО «Кузбасский
государственный технический
университет имени Т.Ф. Горбачева»,
650000, г. Кемерово, Россия,
e-mail: pav.httt@kuzstu.ru

Keywords

Coal tar, coal pitch, atmospheric vacuum distillation, electrode production.

For citation

Cherkasova T.G., Nevedrov A.V., Papin A.V. Coal tar pitch from atmospheric vacuum distillation of coal tar. *Ugol'*. 2024;(4):27-30. (In Russ.). DOI: 10.18796/0041-5790-2024-4-27-30.

Acknowledgements

The research was financially supported by a grant from the Russian Ministry of Education and Science (Agreement No. 075-15-2022-1193).

ВВЕДЕНИЕ

Пек является важнейшим сырьевым компонентом для целого ряда высокотехнологичных уникальных продуктов [1, 2, 3, 4, 5, 6]. Потребности в каменноугольном пеке непрерывно увеличиваются в различных отраслях промышленности. Основной потребитель – алюминиевая отрасль. В технологии электродного производства каменноугольный пек выполняет функцию связующего для твердых высокоуглеродистых материалов и должен обладать хорошей смачивающей способностью по отношению к ним. При термической обработке электродной массы (смеси твердых углеродных материалов и связующего пека) пек должен обладать хорошей спекающей способностью и обеспечивать высокий выход коксового остатка. Поэтому пек должен обладать низким содержанием низкомолекулярных углеводородов и иметь небольшое содержание веществ, не растворимых в хинолине (α_1 -фракции).

Основным источником получения пеков является каменноугольная смола [7]. Каменноугольная смола является побочным продуктом коксохимических производств, главным целевым продуктом которых является каменноугольный кокс. Ежегодное производство металлургического кокса в мире составляет 600 млн т. В процессе коксования углей образуется около 20 млн т каменноугольной смолы в год [8].

ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ

В России металлургический кокс производится на одиннадцати заводах, и при этом образуется 1,2 млн т в год каменноугольной смолы. Только на двух из всех российских заводов, не вырабатывают каменноугольный пек – остаток дистилляции каменноугольной смолы, являющийся сырьем для получения наиболее маргинальных продуктов из угля, которыми являются игольчатый кокс и высокомодульное углеродное волокно. Один из этих двух заводов расположен в Кузбассе (ПАО «Кокс»).

Каменноугольный пек получают путем разгонки каменноугольной смолы на фракции [9]. Данный процесс может осуществляться либо при атмосферном давлении, либо путем атмосферно-вакуумной перегонки. При протекании данных процессов из каменноугольной смолы удаляются низкомолекулярные углеводороды в составе отдельных фракций. Остатком дистилляции (перегонки) смолы является каменноугольный пек, в состав которого входят в основном тяжелые углеводороды. На большинстве заводов России используется схема фракционирования каменноугольной смолы в одноколонном агрегате при атмосферном давлении [10]. Однако данный метод переработки каменноугольной смолы характеризуется плохой управляемостью процесса ректификации и низкой четкостью разделения компонентов смолы по фракциям. В связи с этим большой интерес представляют исследование процесса атмосферно-вакуумной перегонки каменноугольной смолы и оценка качества получаемого при этом каменноугольного пека.

Были проведены исследования по получению образцов каменноугольного пека на лабораторной установке по атмосферно-вакуумной перегонке каменноугольной смолы (см. рисунок). В качестве исходного сырья использовалась каменноугольная смола производства ПАО «Кокс». Каче-

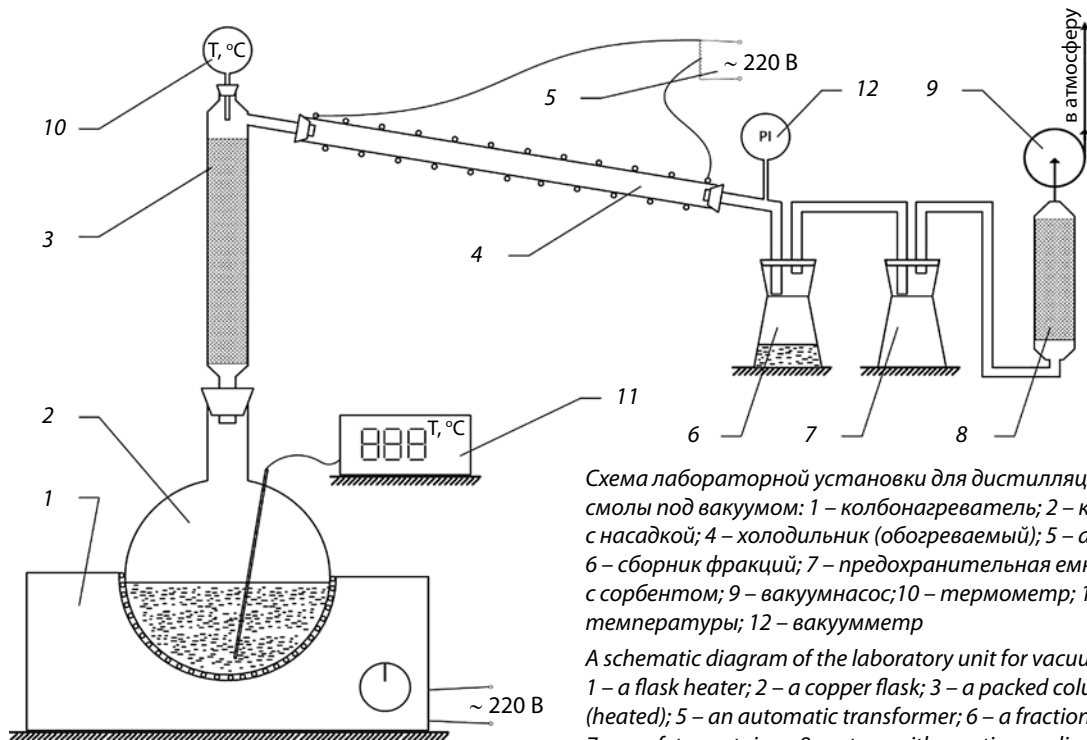


Схема лабораторной установки для дистилляции каменноугольной смолы под вакуумом: 1 – колба нагреватель; 2 – колба медная; 3 – колонна с насадкой; 4 – холодильник (обогреваемый); 5 – автотрансформатор; 6 – сборник фракций; 7 – предохранительная емкость; 8 – ловушка с сорбентом; 9 – вакуумнасос; 10 – термометр; 11 – измеритель температуры; 12 – вакуумметр

A schematic diagram of the laboratory unit for vacuum coal tar distillation: 1 – a flask heater; 2 – a copper flask; 3 – a packed column; 4 – a refrigerator (heated); 5 – an automatic transformer; 6 – a fraction collector; 7 – a safety container; 8 – a trap with sorptive medium; 9 – vacuum pump; 10 – a thermometer; 11 – a temperature gauge; 12 – a vacuum meter

ственные характеристики смолы представлены в табл. 1. Получение пека на лабораторной установке осуществлялось следующим образом.

В медную колбу для дистилляции помещается 500 г каменноугольной смолы. Затем колба устанавливается в колбонагреватель и присоединяется к дистилляционной колонне, на колбу и колонну крепится теплоизоляция. С помощью вакуумного насоса создается необходимое значение требуемого разряжения. После этого включается обогрев колбы со смолой. Перегонка каменноугольной смолы проводится на лабораторной установке путем ее нагревания до заданной температуры. По мере нагревания из смолы удаляются легкокипящие фракции, а пек накапливается в колбе. Конечная температура перегонки смолы (температура кубового остатка) составляла 420°C.

После получения всех фракций нагрев прекращается, и колба остывает естественным образом. После того, как колба остыла, установка разбирается, и извлекается колба. Для извлечения пека из колбы ее нагревают до температуры 150°C, колбу разбирают и пек выливают в приемную емкость.

Выход каменноугольного пека при атмосферно-вакуумной перегонке каменноугольной смолы ПАО «Кокс» составил 54,0 мас. %.

К основным показателям, регламентирующим качество каменноугольного пека для электродного производства, относятся температура размягчения, растворимость в толуоле и хинолине, зольность, выход летучих веществ, которые включены в ГОСТ 10200-2017.

Для полученного атмосферно-вакуумной перегонкой образца каменноугольного пека были определены данные показатели качества (представлены в табл. 2).

Определение этих показателей осуществлялось в соответствии со следующими ГОСТами:

- ГОСТ 10200-2017 Пек каменноугольный электродный. Технические условия;
- ГОСТ 9950-2020 Пек каменноугольный. Методы определения температуры размягчения;
- ГОСТ 7847-2020 Пек каменноугольный. Метод определения массовой доли веществ, не растворимых в толуоле;
- ГОСТ 9951-73 Пек каменноугольный. Метод определения выхода летучих веществ;

Таблица 1

Характеристики исходной каменноугольной смолы ПАО «Кокс»

Characteristics of the initial coal tar by the Koks Kemerovo Coking Coal Plant

Наименование показателя	Значения
Внешний вид	Черная, вязкая, тяжелая жидкость
Плотность при 20 °С, г/см ³	1,198
Массовая доля воды, %	2,0
Массовая доля веществ, не растворимых в толуоле, %	11,0
Массовая доля веществ, не растворимых в хинолине, %	6,7
Зольность, %	0,1

Качественная характеристика каменноугольного пека

Qualitative characteristics of the coal tar pitch

Наименование показателя	Значение	Значение показателя по ГОСТ 10200-2017
Температура размягчения (T_p), °C	74,1	65-95
Содержание веществ, не растворимых в толуоле (α -фракция), %	26,2	не менее 24
Содержание веществ, не растворимых в хинолине (α_1 -фракция), %	7,54	7-16
Зольность (A^d), %	0,14	не более 0,3
Выход летучих веществ (V^{daf}), %	59,97	не более 63

- ГОСТ 7846- 73 Пек каменноугольный. Метод определения зольности.

Согласно данным, представленным в табл. 2, качество каменноугольного пека, полученного при атмосферно-вакуумной перегонке каменноугольной смолы, по всем основным показателям соответствует требованиям, предъявляемым к пекам для электродного производства в соответствии с ГОСТ 10200-2017. Образец полученного пека в большей степени соответствует марке Б1 электродного пека.

ВЫВОДЫ

Результаты исследования образца каменноугольного пека, полученного при атмосферно-вакуумной перегонке каменноугольной смолы до достижения температуры кубового остатка, равной 420°C, показали, что данная технология позволяет получать каменноугольный пек, соответствующий марке Б1 электродного пека, который может применяться в алюминиевой промышленности.

Для получения электродного пека других марок необходимо подбирать оптимальные условия технологического режима процесса атмосферно-вакуумной перегонки каменноугольной смолы. Для этого требуется проведение дополнительных исследований влияния на качество каменноугольного пека скорости нагрева, конечной температуры процесса перегонки каменноугольной смолы и времени выдержки кубового остатка при конечной температуре.

Список литературы • References

1. Коротеева Л.И. Технология и оборудование для получения волокон и нитей специального назначения. М.: ИНФРА-М, 2019. 288 с.
2. Андрейков Е.И., Сафаров Л.Ф., Цаур А.Г. Получение нефтекаменноугольного пека совместной дистилляцией каменноугольной смолы и тяжелого газойля на смолоперерабатывающей установке АО «Губахинский кокс» // Кокс и химия. 2016. № 3. С. 59-64. Andreikov E.I., Safarov L.F., Tsaur A.G. Production of oil-coal pitch by joint distillation of coal tar and heavy gas oil at the resin processing plant of Gubakhinsky Coke JSC. *Coke and Chemistry*. 2016;(3):59-64. (In Russ.).
3. Wang D., Wang Y., Chen Y., Liu W., Wang H., Zhao P., Li Y., Zhang J., Dong Y., Hu S., Yang J. Coal tar pitch derived N-doped porous carbon nanosheets by the in-situ formed $g-C_3N_4$ as a template for supercapacitor electrodes // *Electrochimica Acta*. 2018;(283):132-140.
4. Blümer G.P. Tar and Pitch. *Industrial Carbon and Graphite Materials. Volume I: Raw Materials. Production and Applications*. 202;(11): 172-210.

5. Diez M.A., Garcia R. Coal tar: a by-product in cokemaking and an essential raw material in carbochemistry. *New trends in coal conversion*. Woodhead Publishing, 2019, pp. 439-487.
6. Zhu Y., Liu H., Xu Y., Hu C., Zhao C., Cheng J., Xingxing C., Zhao X. Preparation and characterization of coal-pitch-based needle coke (part III): the effects of quinoline insoluble in coal tar pitch. *Energy & Fuels*. 2020;34(7):8676-8684.
7. Gai H., Qiao L., Zhong C., Zhang X., Xiao M., Song H. A solvent based separation method for phenolic compounds from low-temperature coal tar. *Journal of Cleaner Production*. 2019;(223):1-11.
8. Kozlov A.P., Cherkasova T.G., Frolov S.V., Subbotin S.P., Solodov V.S. Innovative Coal-Tar Products at PAO Koks. *Coke and Chemistry*. 2020;63(7):344-350.
9. Семенова С.А., Гаврилюк О.М., Патраков Ю.Ф. Анализ компонентного состава групповых фракций каменноугольной коксохимической смолы // Вестник Кузбасского государственного технического университета. 2010. № 5135-139. Semenova S.A., Gavrilyuk O.M., Patrakov Yu.F. Analysis of the component composition of group fractions of coal coke chemical resin. *Vestnik Kuzbasskogo Gosudarstvennogo Technicheskogo Universiteta*. 2010;(5): 135-139. (In Russ.).
10. Павлович О.Н. Состав, свойства и перспективы переработки каменноугольной смолы: ГОУ ВПО УГТУ – УПИ, 2006. 41 с.

Authors Information

Cherkasova T.G. – Doctor of Chemistry Sciences, Professor, Director of Institute of Chemical and Oil and Gas Technologies, T.F. Gorbachev Kuzbass State Technical University (KuzSTU), Kemerovo, 650000, Russian Federation, e-mail: ctg.htnv@kuzstu.ru

Nevedrov A.V. – PhD (Engineering), Associate Professor, Associate Professor of the Institute of Chemical and Oil and Gas Technologies, T.F. Gorbachev Kuzbass State Technical University (KuzSTU), Kemerovo, 650000, Russian Federation, e-mail: nevedrov@kuzstu.ru

Papin A.V. – PhD (Engineering), Associate Professor, Associate Professor of the Institute of Chemical and Oil and Gas Technologies, T.F. Gorbachev Kuzbass State Technical University (KuzSTU), Kemerovo, 650000, Russian Federation, e-mail: pav.httt@kuzstu.ru

Информация о статье

Поступила в редакцию: 25.02.2024
 Поступила после рецензирования: 28.02.2024
 Принята к публикации: 26.03.2024

Paper info

Received February 25, 2024
 Reviewed February 28, 2024
 Accepted March 26, 2024