

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

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

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

T.F. Gorbachev Kuzbass State Technical University (KuzSTU),
Kemerovo, 650000, Russian Federation
✉ e-mail: ctg.htnv@kuzstu.ru

Влияние температуры процесса атмосферно-вакуумной перегонки каменноугольной смолы на качество каменноугольных пеков*

Effect of the process temperature of coal tar atmospheric vacuum distillation on the quality of coal tar pitches

DOI: <http://dx.doi.org/10.18796/0041-5790-2024-7-19-22>

В статье рассматриваются результаты исследований по изучению влияния температуры процесса атмосферно-вакуумной перегонки каменноугольной смолы на качество получаемых каменноугольных пеков. В качестве исходного сырья для получения пеков применялась каменноугольная смола производства ПАО «Кокс». При проведении исследований конечная температура кубового остатка в колбе варьировалась в интервале 420-440°C. Полученные образцы каменноугольного пека подвергались исследованию по определению их качественных характеристик и анализу на соответствие качества пека требованиям ГОСТ 10200-2017. Анализ результатов исследований показал соответствие качества полученных образцов каменноугольного пека требованиям, предъявляемым к электродному пеку по ГОСТ 10200-2017. Выявлено, что температура процесса атмосферно-вакуумной перегонки каменноугольной смолы оказывает значительное влияние на качество получаемых каменноугольных пеков.

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

Для цитирования: Неvedров А.В., Папин А.В., Черкасова Т.Г. Влияние температуры процесса атмосферно-вакуумной перегонки каменноугольной смолы на качество каменноугольных пеков // Уголь. 2024;(7):19-22 DOI: 10.18796/0041-5790-2024-7-19-22.

Abstract

The article discusses the results of research on the influence of the temperature of the atmospheric vacuum distillation of coal tar on the quality of the resulting coal pitches. Coal tar produced by PJSC "Koks" was used as a feedstock for the production of pitches. During the studies, the final temperature of the cubic residue in the flask

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

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.htnt@kuzstu.ru



Научно-образовательный
центр «Кузбасс»

* Исследование выполнено при финансовой поддержке Минобрнауки России (Соглашение № 075-15-2022-1193).

ЧЕРКАСОВА Т.Г.

Доктор химических наук, профессор,
научный руководитель
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

varied in the range of 420-440°C. The obtained samples of coal tar were studied to determine their qualitative characteristics and analyzed for compliance with the quality of pitch with the requirements of GOST 10200-2017. The analysis of the research results showed that the quality of the obtained coal pitch samples meets the requirements for electrode baking according to GOST 10200-2017. It was revealed that the temperature of the atmospheric vacuum distillation of coal tar has a significant effect on the quality of the resulting coal pitches.

Keywords

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

For citation

Nevedrov A.V., Papin A.V., Cherkasova T.G. Effect of the process temperature of coal tar atmospheric vacuum distillation on the quality of coal tar pitches. *Ugol*. 2024;(7):19-22. (In Russ.). DOI: 10.18796/0041-5790-2024-7-19-22.

Acknowledgements

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

ВВЕДЕНИЕ

Каменноугольный пек – это сложная смесь, состоящая в основном из конденсированных ароматических углеводородов и гетероциклических ароматических соединений с числом колец четыре и более [1]. Каменноугольный пек является важнейшим сырьевым компонентом в производстве большинства видов углеродной продукции, применяемой во многих областях [2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9]. Основной объем производимого каменноугольного пека потребляет цветная металлургия.

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. Способность каменноугольных пеков давать высокий коксовый остаток при карбонизации объясняется их полиароматической структурой, которая включает в себя более 10000 различных соединений [10]. Это свойство пеков является необходимым требованием, предъявляемым к связующим пекам.

К стандартным характеристикам пека относятся температура размягчения, выход летучих веществ, коксовое число, зольность, количество веществ, нерастворимых в хинолине и толуоле. Эти характеристики определяются стандартными анализами пригодности пеков для использования в различных областях.

Каменноугольные пеки, получаемые в смолоперерабатывающих цехах непрерывного действия при атмосферной дистилляции, не могут быть использованы в качестве электродного связующего без дополнительной подготовки, поскольку они имеют низкую температуру размягчения и недостаточное содержание в них α -фракции [11, 12, 13]. Для достижения требуемых стандартных показателей качества применяют различные методы термообработки пека.

В процессе вакуумной дистилляции происходит концентрирование высокомолекулярных фракций за счет испарения легколетучих веществ, с минимальным участием термолитических реакций уплотнения углеводородов. Вакуум-дистиллированные пеки получают путем непрерывной дистилляции либо смолы, либо среднетемпературного пека в условиях разряжения [14]. Такие пеки практически не содержат вторичной α_1 -фракции.

**АТМОСФЕРНО-ВАКУУМНАЯ ПЕРЕГОНКА
КАМЕННОУГОЛЬНОЙ СМОЛЫ**

В Институте химических и нефтегазовых технологий ФГБОУ ВО «Кузбасский государственный технический университет имени Т.Ф. Горбачева» были проведены исследования по получению каменноугольного пека атмосферно-вакуумной перегонкой каменноугольной смолы при различных конечных

температурах процесса с целью определения влияния температуры на качество получаемого пека.

Исследования по получению образцов каменноугольного пека проводились на лабораторной установке, представленной на *рисунке*. В качестве исходного сырья использовалась каменноугольная смола производства ПАО «Кокс». Качественные характеристики смолы представлены в *табл. 1*.

В медную колбу для перегонки помещалось 500 г каменноугольной смолы. Затем колба устанавливалась в колбонагреватель и присоединялась к дистилляционной колонне. С помощью блока управления задавались значения температурного режима и значения требуемого разряжения. В процессе дистилляции, опираясь на данные

информационных термометров, вручную регулировались поток теплоносителя и его температура путем управления насосом и вентиляторами. Этим достигалась необходимая температура в дефлегматоре и холодильнике.

По мере нагревания из смолы удалялись легкокипящие фракции, а пек накапливался в колбе. Конечная температура перегонки смолы (температура кубового остатка) составляла 420-440°C.

Выделенные фракции каменноугольной смолы собирались в колбе, установленной на весах для фиксации их количества. После получения всех фракций нагрев прекращался, и колба остывала естественным образом. После того, как колба остыла, установка разбиралась для извлечения колбы. Для извлечения пека из колбы ее нагревали до температуры 150°C, и пек выливали в приемную емкость.

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°C, г/см ³	1,198
Массовая доля воды, %	2,0
Массовая доля веществ, нерастворимых в толуоле, %	11,0
Массовая доля веществ, нерастворимых в хинолине, %	6,7
Зольность, %	0,1

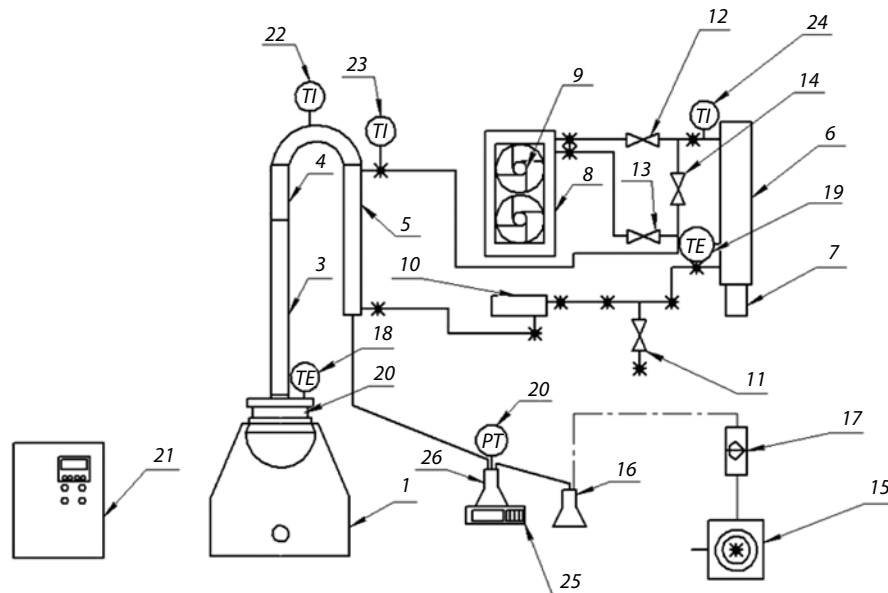


Схема лабораторной установки для атмосферно-вакуумной перегонки каменноугольной смолы: 1 – колбонагреватель; 2 – медная колба; 3 – насадочная колонна; 4 – дефлегматор; 5 – холодильник; 6 – расширительный бак; 7 – нагревательный элемент; 8 – радиатор; 9 – система воздушного охлаждения; 10 – циркуляционный насос; 11 – сливной кран; 12, 13, 14 – запорный кран; 15 – вакуумный насос; 16 – предохранительная емкость; 17 – защитный фильтр; 18, 19 – датчик температуры; 20 – датчик давления; 21 – блок управления; 22, 23, 24 – термометр; 25 – электронные весы; 26 – сборник жидких фракций

A schematic diagram of the laboratory unit for atmospheric vacuum distillation of coal tar: 1 – flask heater; 2 – copper flask; 3 – absorption chamber; 4 – fractional distilling tube; 5 – refrigerator; 6 – expansion tank; 7 – heating element; 8 – radiator; 9 – air cooling system; 10 – circulating pump; 11 – drain cock; 12, 13, 14 – stop cock; 15 – vacuum pump; 16 – safety vessel; 17 – protective filter; 18, 19 – temperature sensor; 20 – pressure sensor; 21 – control unit; 22, 23, 24 – thermometer; 25 – electronic scales; 26 – liquid fraction collector

для извлечения пека из колбы ее нагревали до температуры 150°C, и пек выливали в приемную емкость.

Полученные при разных температурах лабораторные образцы каменноугольного пека были исследованы на пригодность их использования в качестве сырья для электродного производства. Для этого были определены основные показатели качества электродного пека, которые включены в ГОСТ 10200-2017 «Пек каменноугольный электродный. Технические условия»¹: температура размягчения, растворимость в толуоле и хинолине, зольность, выход летучих веществ.

Результаты исследования качественных характеристик полученных образцов каменноугольного пека представлены в *табл. 2*.

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. На качество каменноугольного пека, полученного атмосферно-вакуумной разгонкой каменноугольной смолы, большое влияние оказывает конечная температура перегонки смолы (температура кубового остатка). При увеличении температуры перегонки смолы в получаемом каменноугольном пеке возрастают температура размягчения, содержание нерастворимых в толуоле веществ, но снижается выход летучих веществ.

¹ ГОСТ 10200-2017. Пек каменноугольный электродный. Технические условия. М.: Стандартинформ, 2018. 16 с.

Качественная характеристика каменноугольного пека

Qualitative characteristics of the coal tar pitch

Наименование показателя	Значение показателя			Значение показателя по ГОСТ 10200-2017
	При 420 °С	При 430 °С	При 440 °С	
Температура размягчения (T_p), °С	74,1	77,4	104,2	65-95
Содержание веществ, нерастворимых в толуоле (α -фракция), %	26,2	38,17	40,56	не менее 24
Содержание веществ, нерастворимых в хинолине (α_1 -фракция), %	7,54	12,73	10,63	7-16
Зольность (A^d), %	0,14	0,15	0,14	не более 0,3
Выход летучих веществ (V^{daf}), %	59,97	48,79	47,10	не более 63

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Атмосферно-вакуумная перегонка каменноугольной смолы позволяет получать каменноугольные пеки, пригодные для применения в электродной промышленности.

Конечная температура атмосферно-вакуумной перегонки смолы (температура кубового остатка) оказывает существенное влияние на температуру размягчения получаемого каменноугольного пека, содержание в нем нерастворимых в толуоле веществ и на выход летучих веществ.

Список литературы • References

- Zander M., Collin G. A review of the significance of polycyclic aromatic chemistry for pitch science. *Fuel*. 1993; (72):1281-1285.
- Kuznetsov P.N., Kuznetsova L.I., Buryukin F.A., Marakushina E.N., Frizorger V.K. Methods for the preparation of coal tar pitch. *Solid Fuel Chemistry*. 2015;49(4):213-225.
- Miloshenko T.P., Fetisova O.Y., Shchipko M.L., Kuznetsov B.N. Use of coal tar pitch and petroleum bitumen in the production of thermally expanded graphite (short communication). *Soil Fuel Chem*. 2008;42(3):163-164.
- Feng Wei, Han-fang Zhang, Xiao-jun He, Hao Ma, Shi-an Dong, Xiao-yu Xie. Synthesis of porous carbon carbons from coal tar pitch for high-performance supercapacitors. *New Carbon Materials*. 2019;34(2):132-139.
- Banerjee C., Chandaliya V.K., Dash P.S. Recent advancement in coal tar pitch-based carbon fiber precursor development and fiber manufacturing process. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*. 2021;(158):105272.
- Derbyshire F., Andrews R., Jacques D., Jagtoyen M., Kimber G., Rantell T. Synthesis of isotropic carbon fibers and activated carbon fibers from pitch precursors. *Fuel*. 2001;80(3):345-356.
- Li L., Lin X., Zhang Y., Dai J., Xu D., Wang Y. Characteristics of the mesophase and needle coke derived from the blended coal tar and biomass tar pitch. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*. 2020;(150):104889.
- Li L., Lin X., He J., Zhang Y., Wang Y. Preparation of mesocarbon microbeads from coal tar pitch with blending of biomass tar pitch. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*. 2021;(155):105039.
- Коротеева Л.И. Технология и оборудование для получения волокон и нитей специального назначения. М.: ИНФРА-М, 2019. 288 с.
- Крутский Ю.Л. Производство углеграфитовых материалов. Новосибирск: Изд-во НГТУ, 2012. 116 с.
- Сидоров О.Ф., Селезнев А.Н. Перспективы производства и совершенствования потребительских свойств каменноугольных

электродных пеков // Российский химический журнал. 2006. № 1. С. 16-24.

Sidorov O.F., Seleznev A.N. Prospects for the production and improvement of consumer properties of coal electrode pitches. *Rossiyskiy khimicheskij zhurnal*. 2006;(1):16-24. (In Russ.).

12. Куркин В.В., Андрейков В.В. О влиянии термоокисления и термовыдержки на качество электродного пека // Кокс и химия. 2006. № 11. С. 26-31.

Kurkin V.V., Andreikov V.V. On the effect of thermal oxidation and thermal support on the quality of electrode pitch. *Koks i khimiya*. 2006;(11):26-31. (In Russ.).

13. Неvedров А.В., Папин А.В., Черкасова Т.Г. Характеристика пека, полученного при атмосферной перегонке каменноугольной смолы // Уголь. 2023. № 512. С. 98-102.

Nevedrov A.V., Papin A.V., Cherkasova T.G. Characteristics of pitch produced by atmospheric distillation of coal tar. *Ugol*. 2023;(512): 98-102. (In Russ.). DOI: 10.18796/0041-5790-2023-512-98-102.

14. Черкасова Т.Г., Неvedров А.В., Папин А.В. Каменноугольный пек атмосферно-вакуумной перегонки каменноугольной смолы // Уголь. 2024. № 4. С. 27-30. DOI: 10.18796/0041-5790-2024-4-27-30.

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.

Authors Information

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

Cherkasova T.G. – Doctor of Chemical Sciences, Professor, Scientific supervisor of the Institute of Chemical and Oil and Gas Technologies of the T.F. Gorbachev State Technical University, Kemerovo, 650000, Russian Federation, e-mail: ctg.htnv@kuzstu.ru

Информация о статье

Поступила в редакцию: 6.06.2024

Поступила после рецензирования: 16.06.2024

Принята к публикации: 25.06.2024

Paper info

Received June 6, 2024

Reviewed June 16, 2024

Accepted June 25, 2024