



УКРАЇНА

(19) UA (11) 60968 (13) A

(51) 7 C08L95/00, C04B26/26

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІОПИС  
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ  
НА ВИНАХІДвидається під  
відповідальність  
власника  
патенту

(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ ДЬОГТЮ КОМПАУНДНОГО КАМ'ЯНОВУГІЛЬНОГО ДЛЯ ДОРОЖНЬОГО БУДІВНИЦТВА

1

2

(21) 2003087895

(22) 21 08 2003

(24) 15 10 2003

(46) 15 10 2003, Бюл. № 10, 2003 р.

(72) Голощанов Сергій Миколайович, Колесніков Ігор Володимирович

(73) ТОВАРИСТВО З ОБМЕЖЕНОЮ ВІДПОВІДАЛЬНІСТЮ "ВИРОБНИЧЕ КОМЕРЦІЙНЕ ПІДПРИЄМСТВО "АЛВЕМА"

(57) 1 Спосіб отримання дьогтю компаундного кам'яновугільного для дорожнього будівництва, компонентами котрого є кам'яновугільна смола, вуглецевмісні відходи та відходи фенольних відстійників, шляхом їх термовідстоювання, з'єднання, перемішування, який відрізняється тим, що компоненти дьогтю відстоюють роздільно один від одного при температурах 70-90°C, потім відходи фенольних відстійників та вуглецевмісні відходи завантажують в куб-реактор, де в процесі його розігріву до 120-140°C відганяються пари во-

ди та легкокиплячі дистилятні фракції, потім в куб-реактор завантажують кам'яновугільну смолу, суміш додатково ще підігрівають у кубі-реакторі до 120-180°C при постійному перемішуванні гострою водяною парою доти, поки умовна в'язкість суміші не досягне заданої величини у межах 35-120 секунд в діапазоні температур  $+(10 \pm 30)^\circ\text{C}$ , при діаметрі отвору витікання 10 мм

2 Спосіб за п. 1, який відрізняється тим, що воду, яка утворилася після конденсації парів, які виходять з куба-реактора, використовують в режимі циркуляції

3 Спосіб за п. 1, який відрізняється тим, що для уникнення залипання внутрішньої поверхні трубопроводів смолистими відкладеннями по трубопроводах спочатку пропускають відходи фенольних відстійників, потім кам'яновугільну смолу або відходи вуглецевмісних відстійників

Винахід відноситься до технології отримання матеріалів для дорожнього будівництва з матеріалів і відходів коксохімічного виробництва

Відомо, що кам'яновугільний дорожній дьоготь згідно з ГОСТ 4641-80 (В.И. Братчун, А.А. Кучеренко В.А. Кучеренко «Модифицированные каменноугольные дегти для дорожного строительства», Кокс и химия, №10, 1991г.) являє собою слабкоконтентровані суспензії  $\alpha$  і  $\beta$  — фракцій в суміші низькомолекулярних ароматичних вуглеводнів  $\gamma$  — фракції, характеризуються вони невисокими значеннями в'язкості, низькою когезією, відсутністю еластичних властивостей. Все це не дозволяє використовувати цей дьоготь в виробництві дьогтебетонних сумішей для поверхневого покриття шляхів. Якість кам'яновугільних дьогтів значно покращується при введенні в них модифікуючих добавок, в якості яких можуть використовуватись відходи коксохімічного виробництва такі як кислота смолка, полімери бензольного відділення, кубові залишки, полімери. При більш широкому розгляді

відходів коксохімічного виробництва (Л.С. Кузнецова, Н.И. Авилова, Ю.Б. Должанская, М.И. Близнюкова, Т.П. Григорьева, М.Я. Кудря «К решению проблемы ликвидации накопителей жидких химических отходов коксохимических предприятий», Кокс и химия, №4, 2002, с.39-44) звернули увагу на накопичувачі, куди направляли коксохімічні відходи двох видів органічні — в більшості своїй смолисті (кам'яновугільні фуси, кислі смолки сульфатних відділень, полімери бензольних відділень, смоли та масла від очистки промислових стічних вод), деякі заводи вивозили відходи цехів ректифікації сирого бензолу — кубові залишки, кислі смолку, відпрацьовані лужні води, відходи очистки нафталіну, кубові залишки отримання фталевого ангідриду, автоклавну грязь від отримання сірки. Коли відпрацьовані заполімеризовані відходи розріджували антраценовим маслом, кам'яновугільною смолою та дьогтем, отримували матеріал подібний до дьогтю Д-6 ГОСТ 4661-80. Дьогті відносяться до в'язких матеріалів для дорожнього будівництва

(13) A

(11) 60968

(19) UA

Відомий спосіб отримання модифікованого дьогтю шляхом змішування кам'яновугільного дьогтю з полівинілхлоридом чи полістиролом з різними наповнювачами при температурі 110-115°C (В.И. Братчун, А.А. Кучеренко, В.А. Кучеренко «Модифицированные каменноугольные дефты для дорожного строительства» – Кокс и химия, №10, 1991, с.23-24)

Відомий спосіб отримання в'язучого для дорожнього будівництва (А.с. SU «Вязущее для дорожного строительства», С08L 95/00, С04В26/26 07 07 89 Бюл. №25), в якому реалізуються такі технологічні операції: розігрів кам'яновугільної смоли до 110-120°C для видалення вологи та органічних домішок, додавання при перемішуванні розплаву кубових залишків виробництва 2-нафтола, розігрівання до 300°C, перемішування до однорідної маси

Майже всі відомі способи отримання в'язучого для дорожнього будівництва з декількох компонентів мають спільні технологічні операції — розігрів і перемішування, при цьому температура розігріву та час перемішування залежать від складових компонентів

Для дьогтю компаундного кам'яновугільного по ТУУ 24 1 00190443-082-2003 для дорожнього будівництва, коли компонентами дьогтю є кам'яновугільна смола, вуглецевмісні відходи та відходи фенольних відстійників розігріву та перемішування недостатньо для отримання в'язучого з заданими властивостями, особливо в'язкістю, бо і вуглецевмісні відходи і відходи фенольних відстійників відрізняються один від одного по вмісту різних речовин, особливо води і легкокиплячих дистилятів, вмісту смолистих речовин, ступені їх полімеризації, бо вони збирались не один десяток років. Це і потребує ввести контроль в'язкості дьогтю на останній технологічній операції шляхом відповідного випарювання води та легкокиплячих дистилятів, чого не має в вище згаданих способах

В основу винаходу поставлена задача у способі отримання дьогтю компаундного кам'яновугільного для дорожнього будівництва з кам'яновугільної смоли, вуглецевмісних відходів та відходів фенольних відстійників забезпечити випарювання вологи та легкокиплячих дистилятів зі смоли, вуглецевмісних відходів та відходів фенольних відстійників при відповідній температурі за деякий час при контролі в'язкості отриманого дьогтю з доведенням до заданої величини. До того ж зменшити кількість стічної води, яка випаровується в способі, зменшити налипання смолистих речовин в трубопроводах та збірниках при найменших затратах

Поставлена задача вирішується тим, що в способі отримання дьогтю компаундного кам'яновугільного для дорожнього будівництва, компонентами якого є кам'яновугільна смола, вуглецевмісні відходи та відходи фенольних відстійників, шляхом їх термовідстоювання, з'єднання, перемішування. Згідно з винаходом компоненти дьогтю відстоюють роздільно один від одного при температурах 70-90°C, потім відходи фенольних відстійників та вуглецевмісні відходи завантажують в куб-реактор, де в процесі його розігріву до 120-140°C відганяються пари води та легкокиплячі дистиляти

фракції, потім в куб-реактор завантажують кам'яновугільну смолу, суміш додатково ще підігрівають в кубі-реакторі до 120-180°C при постійному перемішуванні через спеціальний барботер гострою водяною парою до тих пір, поки умовна в'язкість суміші не досягне заданої величини в межах 35-120 секунд в діапазоні температур  $+(10 \pm 30)$  °C при діаметрі отвору витікання 10мм. До того ж, воду, що утворилася після конденсації парів, які виходять з куба-реактора, використовують в режимі циркуляції. Крім того, для уникнення залипання внутрішньої поверхні трубопроводів смолистими відкладами по трубопроводах спочатку пропускають відходи фенольних відстійників, потім кам'яновугільну смолу або відходи вуглецевмісних відстійників

Роздільне термовідстоювання сировинних компонентів дьогтю компаундного кам'яновугільного для дорожнього будівництва дозволяє підтримувати температуру компонентів таку, яка забезпечує їх перекачування, до того ж частково випаровуються низькокиплячі дистиляти, при витримці вуглецевмісних відходів та відходів фенольних стоків в підігріваних ємностях проходить їх розшарування з виділенням водяного шару, який періодично відводиться з ємності, що зменшує енергетичні затрати при послідовному випарюванні води, завантаження куба-реактора термовідстоюваними вуглецевмісними відходами та відходами фенольних стоків і розігрів їх до температур (120-140)°C за рахунок вогняного підігріву дозволяє більш якісно відвести водяну вологу та легкокиплячі дистиляти фракції, які різко погіршують якість дьогтю компаундного (знижується температура спалаху, погіршуються в'язучі властивості і т.д.)

При подачі останнього компонента дьогтю в куб-реактор кам'яновугільної смоли — температура в кубі-реакторі підвищується до (120-180)°C за рахунок додаткового підігріву, при цьому всі компоненти в кубі-реакторі перемішуються за допомогою гострої водяної пари, що подається через спеціальний барботер. Це дозволяє отримати однорідну суміш, з якої разом з водяною парою відводяться легкокиплячі дистиляти, залишки пари, що дозволяє покращити процеси полімеризації, які проходять в кубі-реакторі з компонентами дьогтю. Контроль в'язкості дьогтю, який утворюється в кубі-реакторі, дозволяє за рахунок температурного впливу та часу з перемішування видалити вологу та легкокиплячі дистиляти, покращити полімеризаційні процеси і, відповідно, збільшити в'язкість

Роздільне відстоювання компонентів майбутнього дьогтю уже на цій стадії дозволяє частково випаритись волозі та легкокиплячій фракції, розшаруватись відходам з виділенням водяного шару, який зливається зовні. Це покращує якість сировинних матеріалів, відведення ззовні водяного шару зменшує енергетичні затрати на їх випарювання

Випарювання вологи та легкокиплячих фракцій з вуглецевмісних відходів та відходів від фенольних стоків в кубі-реакторі з підігрівом покращує якість їх видалення за рахунок можливості варіювання температури (збільшення-зменшення)

Дозавантаження куба-реактора кам'яновугільною смолою, підвищення температури в кубі-реакторі при постійному перемішуванні компонентів майбутнього дьогтю гострою водяною парою дозволяє краще випарити вологу та легкокиплячі фракції, забезпечити однорідність перемішуваної маси при одночасній полімеризації компонентів дьогтю. При цьому періодично контролюється умовна в'язкість дьогтю до того часу, поки в'язкість не досягне заданої величини в межах 35-120 секунд при охолодженні до 10-30°C.

Така реалізація способу отримання дьогтю компаундного кам'яновугільного для дорожнього будівництва покращує його якості, а саме – покращуються в'язучі властивості, підвищується температура розм'якшення, знижується температура спалаху, зменшується хрупкість, підвищується водостійкість.

Продукти випаровування конденсуються і в сепараторі розділяються саме на воду та легкокиплячі фракції, вода використовується повторно в циркуляційному режимі, що значно зменшує кількість стічних вод, а це, в свою чергу, здешевлює спосіб, легкокиплячі фракції передаються для подальшого використання.

Прокачування по трубопроводах спочатку відходів фенольних відстійників змащує внутрішню поверхню маслянистими речовинами, які не допускають залипання їх смолою і т.п. – це зменшує час їх очищення та здешевлює процес за рахунок зменшення водяної пари, якою промивають трубопроводи, зменшує кількість стічних вод.

Заявлений спосіб здійснюється таким чином:

По всіх трубопроводах подачі сировинних матеріалів прокачуються відходи фенольних стоків для запобігання налипанню смолистих матеріалів.

В три сировинні ємності з паровими підігрівачами роздільно закачуються кам'яновугільна смола, вуглецевмісні відходи, відходи фенольних стоків. В ємностях підтримується температура 70-90°C, що дозволяє частково випаровуватися низькокиплячим дистилятам, а в ємностях з вуглецевмісними відходами та відходами фенольних стоків додатково проходить розшарування рідин з виділенням водяного шару, який періодично видаляється через зливні гребінки, котрими оснащені ємності.

Після термовідстоювання відходи фенольних стоків та вуглецевмісні відходи закачуються в куб-реактор з вогневим підігрівом, де підігріваються до 120-140°C, витримуються при цій температурі доки, поки не відведуться через шламову трубу куба-реактора водяна пара та легкокиплячі дистилятні фракції в конденсатор-холодильник, далі в сепаратор для розшарування відповідно густинам. При цьому сепараторна вода відводиться в спеціальну ємність, дистиляти відводяться в проміжну ємність.

Після цього в куб-реактор закачується кам'яновугільна смола, реакційна маса куба-реактора розігрівається ще до температур 120-180°C, при цьому вся маса в кубі-реакторі перемішується за допомогою гострої водяної пари, яка подається через спеціальний барботер, і випаровується з відведенням через шламову трубу куба-реактора в той же холодильник-конденсатор, далі в сепаратор.

Декілька разів з куба-реактора пробником беруть пробу дьогтю, охолоджують до 10-30°C і перевіряють умовну в'язкість, яка повинна бути в межах 35-120 секунд при діаметрі отвору витікання 10мм. Для збільшення умовної в'язкості дьогтю час перебування в кубі-реакторі подовжують. При досягненні заданої величини по в'язкості вогневий обігрів куба-реактора відключають, охолоджують до 120°C і відкачують у проміжну ємність готової продукції.

Кожний компонент дьогтю компаундного завантажується в куб-реактор в відповідному співвідношенні, % мас, так

кам'яновугільна смола	40-60
вуглецевмісні відходи	10-20
відходи фенольних відстійників	20-50

При цьому матеріальний баланс отримання дьогтю від завантаження і % мас

дьоготь компаундний кам'яновугільний	78-52
дистилятні продукти	18-22
в тому числі	
вода	11-16
дистиляти	2-11

Вода, яка утворилася в результаті конденсації водяної пари та зливу водяного прошарку, використовується в циркуляційному режимі.