

国外最新  
高炉冶炼工艺技术专利集  
第一集

1、冶金焦的生产	1
2、冶金焦的生产	6
3、煤焦油提纯	11
4、从重油中去除氮的化合物	16
5、用于从焦油砂中提取沥青的热水工艺	22
6、用于烃燃料油的氢化提纯催化剂	28
7、用于提高原油流动性的添加剂	34
8、重油的催化加氢裂化	40
9、具有预定强度的焦炭的生产	46
10、从非粘结性煤中生产冶金焦炭	52
11、高炉焦炭的生产	56
12、控制流到炼焦炉燃烧室的空气量	59
13、石油焦的制取	64
14、预测炼焦炉的熄灭时间	67
15、测定炼焦炉的熄灭	71
16、提高低品位煤的热值	75

17、从含沥青砂岩和油页岩中回收烃·····	86
18、从水解木质素中生产冶金碳素·····	94
19、炼焦炉中加料煤用的干燥工艺·····	98
20、可控制的炼焦炉加热程序·····	105
21、生产无裂缝的大尺寸焦炭块·····	108
22、用回归方程制造焦炭等·····	111
23、生产用于作电极的高质量焦炭·····	115

特許庁 (J.P.)

特許公開

公開特許公報 (A) 昭60-51781

出願番号

特許庁登録番号

特許庁登録番号

特許公開 昭和60年(1985)3月23日

C 10 B 57/04

C 10 B 45/02

8018-4H

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

発明の名称 冶金用コーキスの製造法

特許 昭58-157972

特許 昭58(1983)8月31日

発明者	根本 謙一	横浜市神奈川区浦島丘17
発明者	渋谷 悌二	横浜市鶴見区東寺尾中台20-10
発明者	加藤 友則	横浜市鶴見区馬場5-17-11
発明者	藤村 武生	横浜市鶴見区東寺尾中台21-11
発明者	佐野 秀夫	横浜市鶴見区万騎原17
発明者	斎藤 汎	東京都中野区冠の宮3-29-6
発出願人	日本钢管株式会社	東京都千代田区丸の内1丁目1番2号
発代理人	弁理士 白川 一一	

要 約

1. 発明の名称

冶金用コーキスの製造法

2. 特許請求の範囲

1. 原料石炭化灰および鉄粉を混合して還元反応を促進するに、鉄酸塩を添加して還元反応を促進し、還元反応を90~105とすることを特徴とする冶金用コーキスの製造法。

2. 3mm以下を80%以上とされた配合比を用いる特許請求の範囲第1項に記載の冶金用コーキスの製造法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は冶金用コーキスの製造法に係り、強度的に優れ、生産性の向上を図ることのできる冶金用コーキスの製造法を提供しようとするものである。高炉に投入される冶金用コーキスはその強度を安定に維持させるための鍵としての役割の外に還元剤としての役割および通気性維持材としての役割が

あり、これら3つの役割の中でも通気性維持材としての役割は重要である。然してこのような通気性維持材としての意味からコーキスに要求される特性として炉内強度、CO<sub>2</sub>反応後強度、炉内変形などが採用されているが、これらの中で最も重要視されるコーキス性状は炉内炉内強度であつて、このコーキス炉内強度を支配する因子としては配合比における原料炭の石炭化度、酸化還元性、活性グループとイナートグループ間の比率を原料炭性状と、コーキス炉内における真密度やフリー還元、貯留時間のような従属条件が挙げられる。ところで上記したような従来のコーキス炉内におけるコーキス強度支配因子はその時点でのコーキスバランス等から由来する経験則を多く決定されるのでコーキス強度として代表的なドラム強度を積極的に操作するようなことは困難であり、むしろ上記のような因子を常に一定に保ちながら従属条件を同一にすることによつて鋼との間に於けるコーキス品位

を安定化するものとして、即ち溶解度促進剤としての代表的な配合剤としては石炭を石炭化炭と流動性によって分類し、それら双方における相互関係でドラム強度を決定するものとして、石炭化炭についてのピトリニット反動率とギースラー炭素流動度によるM. O. F. 関係の加算が提案され、該関係にそれぞれ原料質をプロットし、配合すべき原料質とそれがこの関係上における1-10%程度のどのような位置に位置するかを考慮して配合を決定し所要のドラム強度を得ようとするものである。この方法は原料質を適切に管理し得る限り安定したコークスを得しめることは可能であるが配合設計を主眼とするもので、更にコークス製剤においてコークス強度などを積極的に向上し得る方法を研究することは最も重要であると思われる。今日まで好ましい技術が確立されるに至っていない。

本誌別誌に記したような実用技術の進行を

求めて用いられるものであって、平均石炭化炭および炭化後動度を通常に選んだ配合炭を乾留するに際し、該配合炭を加圧成形してコークス強度を0.90-1.05とすることを提案するものである。即ちこのような本発明については炭化処理するとこのようなコークスにおいて必要な強度を得るためには平均炭化炭および炭化後動度を所定値以上とすることが必要で、平均炭化率が1.10以下のような配合炭においては炭化後動度が所定値に高い場合においても所定のコークス強度を得ることが困難であり、又炭化率に關しても2000ppm以下であると仮りに平均炭化率がそれなりに高いとしてもD1<sub>1000</sub>が92以上のような好ましいコークス強度を得ない。然して漏れる原料質の乾燥に際して投入される原料配合炭の密度を高めるならば原料粒子間の空隙を短縮し粒子間の反応面をいし隙隙結合を容易かつ閉鎖化し得る結果として蒸気強度の向上をもたらすことができ、このため新法を投入原料の庄

重化に際してそれなりの設計ないし方法が提案されているが、単に石炭化の過程を如何に短縮するかについては設計されているに止まり、影響のある配合炭をコークス化過程で用いるの行程についてはほとんど解明されていない。そこで本発明の目的はどのような配合のコークス化過程との関係について検討を盛せた結果、投入すべき配合炭の密度を高める必要投入の割合(0.75T/噸 程度)より高くして0.8T/噸-0.9T/噸 のように改良を求めると、それによつて得られたコークス強度を向上し得るものとして、0.9T/噸を超過1.0T/噸を通過するような高炭化となるとおつて得られるコークス強度が低下することを認めた。即ち1噸として3mm以下が80%で水分9%のD10 Fグライブシステムにおいて好ましい配合炭濃度とされ炭質配合炭は0.75T/噸の通過割合の場合においてはD1<sub>1000</sub>が91.6であつて、この配合炭を抽出して1.0T/噸前後とすると前述ドラムイ

ンダクションを94%程度まで向上し得る。ところがこのような配合炭について1.0T/噸以上の高炭化した場合のコークス強度は第1に示す通りで、コークス強度が次第に低下し、1.1T/噸以下になるとD1<sub>1000</sub>が93程度となる。又コークス化後強度(strength after Reaction)以下CSRという)に關しても同様に1.0T/噸以上で低下傾向が認められることは別に第2圖において示す通りで、CSR値が1.0T/噸前後で50%を達していたものが1.07-1.08T/噸では35-40となり、割合によつては30以下とすらなる。

このように炭質変化が充分に得られた場合においてコークスが一般高強度化が認められるべきであるに拘わらず、却つて低下する理由についてはその仔細を充分に説明することが困難であるが、上記のように炭質高炭化された場合においてはコークス化時に発生するガス分により機械中に塵埃の発生を見るものと推

定され、 $105T/m$ を内径 $11T/m$ に近づけつて前記したようなコータス強炭化下がはたさることは第1、2図に示されたとおりである。

上記したように内径を縮径して高炭化することにより配位炭の最終炭化度やその石炭化炭に對しても充分な自由炭が得られる。即ちこの關係については第3圖に示して示す通りであつて、従つて炭において $D_{11}^{100}$ は $D_{11}^{100} \geq 92$ 程度を得るには石炭化率に對する平均収率が $R\bar{w} = 114$ 以上を必要とし、又最終炭化強度(MF)に對しても200以上たるものが不可欠であつて、 $R\bar{w} = 99$ 、MF 200以下では $D_{11}^{100}$ が82~84、 $R\bar{w} = 110$ でも $D_{11}^{100}$ が87~88程度であつて所望するやうな $D_{11}^{100} \geq 92$ 前後或以上のドラム強度を得得ることは明らかである。これに對し本発明に依り $10T/m$ の圧密化をなしたものが、 $R\bar{w} = 99$ 、MF=100の場合でもドラム強度が8.8倍まで向上し、 $D_{11}^{100}$

$R\bar{w}$ が $MF$ に比する従来のもの(ドラム強度82)に比し大幅の向上を得しめてあり、若し $MF$ が500以上のような場合にかいては $D_{11}^{100} \geq 92$ 以上を得しめるであらう様相は明らかである。又 $R\bar{w}$ が100以上のものを $10T/m$ 以上に圧密化するならば $MF$ 値が100以上である限り、 $D_{11}^{100}$ を92以上とすることが可能であり、例へば石炭化炭( $R\bar{w}$ )や最終炭化度(MF)による配合炭の調整を必要としないで目的のドラム強度を適切に得しめることは明らかである。

又本発明の実用面から見て配合炭の調整を適切に炭化することは勿論有効であるが、炭化の程度が充分でなくとも適切なドラム強度向上を得しめる。即ちこの關係は第4圖に示す通りで、従つて炭にかいては $D_{11}^{100}$ を92以上とするには少くとも配合炭強度-3mmを80%以上とすることが不可欠であり、水分に對してもそれなりに調整すべきであるのに對し本発明によるものはこの-3mmが70%

でも93%以上であり、この70%に含したときにおいても充分に $D_{11}^{100} \geq 92$ 以上を得しめることができ、併せてこの-3mmの割合が高くなるに従つて圧密化しないペースのものの土封付よりもコータス強度向上が顕著であり、-3mm90%では $D_{11}^{100}$ が95%程度すら得られ、一般に $D_{11}^{100} \geq 92$ を80%以上とすることがあり得る。

即ち上述のように配合炭が炭化されるとともによりコータスに對する吸入量の増大を図り、即ち炭化に對して20~40%程度の吸入量増大が得られるので、炭化時間をそれなりに長くすることによって生産性を適切に向上し得ることは明らかである。特にこの生産性に對しては前記したように高炭化することにより炭化時間を長くして生産性を可能にするもので、例えば $105T/m$ の従来の場合にかいては炭化度が350℃の場合の $D_{11}^{100}$ は91.1であるので $105T/m$ を $100T/m$ の本発明の場合にかゝるとおおよそ同じく950℃で

ると $D_{11}^{100}$ を93.8%に向上し、この生産性度を1000℃、1050℃と高めても $D_{11}^{100}$ が93又は92%程度であつて好ましいコータス強度を有し、このように生産性を高めるならばコータス化処理時間を制御して充分な生産性向上をもたらし得ることは明らかである。

本発明の方法によるものの具体的実用面に對つて、その圧密化はスチーブ作による圧密化、ロータリ法による圧密化、加圧機による場合ドラム法によるものなどを適宜に採用し得る。圧密化されたケーシングは即座に對して適宜に潤滑することができ、即座にケーシングとの間隙は圧密化ケーシング内に侵入するのに支障のない距離で小さくすることが好ましく、一般的に $10 \sim 20 \mu$ (例として $20 \sim 40 \mu$ )の距離内とすることが適切である。

本発明によるものの具体的実用面に對つて説明する以下の通りである。

最終炭化度MFを200.84とし石炭化炭(ペトリット平均収率:R $\bar{w}$ )を1.10とせば

れた15分間よりなる系系9.9T/m<sup>2</sup>が80%の配合比をプラスチック法によつては3.75mで高さ900mm、径900mmとした試験筒1.0T/m<sup>2</sup>のケーシングとし、このものを配合比が4.10mのコータス配合比に入れ、配合比は9.50T/m<sup>2</sup>で試験処理した。

即ちこのように処理して得られたコータスについてD<sub>10</sub><sup>+</sup>を測定した結果は9.36であり、上記配合比を圧密処理しない0.75T/m<sup>2</sup>の条件で試験に投入し試験した場合のベース値であるD<sub>10</sub><sup>+</sup>=9.11のものに比しそのコータス強度を充分に向上させていることが証明された。

次に上記配合比について圧密度を0.99T/m<sup>2</sup>としたものに対する他の条件においてすべて前記同様の配合比D<sub>10</sub><sup>+</sup>=9.4のコータス強度をとり、最高状態のコータス強度であり、それに圧密度を1.07T/m<sup>2</sup>としたものではD<sub>10</sub><sup>+</sup>=9.32であった。

又圧密度を1.0T/m<sup>2</sup>としたものについては圧

1000Tで試験した場合のD<sub>10</sub><sup>+</sup>は9.31であり、1.050Tの場合には9.29であつて、原形試験が高くなることによつて強度低下が認められるとしても、なお前記したベース強度(9.11)よりは相当に高いものであつた。

以上説明したような本発明によるものはこのコータス製造用配合比を0.90~1.05T/m<sup>2</sup>の特定範囲に圧密化して試験処理することにより得られるコータス強度を有効に向上せしめ、従つて所定配合比における最高強度や石炭化度による悪影響を適宜に低減して所定強度をもつたコータスを得しめ、又低コストに所定品質をもつた製品を提供し得るのであつて、工業的にその効果の大きい発明である。

#### 4. 図面の簡単な説明

図面は本発明の技術的内容を示すものであつて、第1図は配合比の圧密度とその乾留処理によつて得られたコータス強度D<sub>10</sub><sup>+</sup>との関係を表わして示した図表、第2図は同じく

配合比の圧密化とコータス強度D<sub>10</sub><sup>+</sup>との関係を示した図表、第3図は石炭化度を1\*に調整されたものについて前記ベースのものと1.0T/m<sup>2</sup>に圧密化したものとを比較して配合比試験とドラム試験との関係を示した図表、第4図は配合比に依りながらドラム試験をベースのものと同じく1.0T/m<sup>2</sup>の本発明法によるものとを比較して示した図表である。

特許出願人 日本ガイシ株式会社  
 発 明 者 坂 本 謙 一  
 同 加 藤 泰 助  
 同 森 村 武 生  
 同 佐 野 芳 夫  
 同 森 登 義  
 代理人 加藤 白 川 一

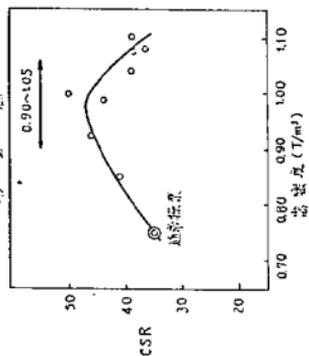
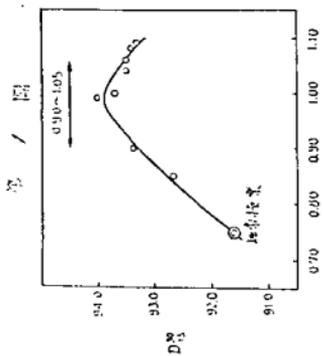


图 3

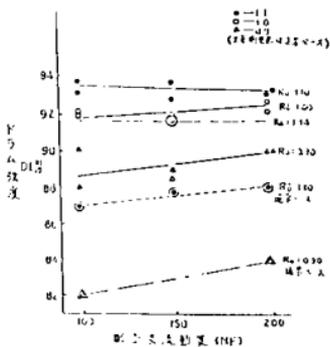
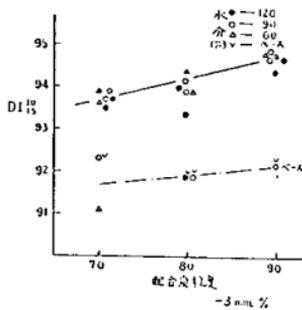


图 4



④ 日本国特許庁(J.P.)

⑥ 特許出願公開

④ 公開特許公報(A) 昭60-53590

Int.Cl.<sup>4</sup>

編別記号

庁内整理番号

④公開 昭和60年(1985)3月27日

C 10 B 57/04  
45/02

8018-411  
6561-411

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

発明の名称 冶金用コークスの製造方法

発 願 昭59-161837

発 出 昭58(1983)9月5日

発 明 者 桑 島 巖 千葉県川崎町1番地 川鉄化学株式会社内  
発 出 願 人 川鉄化学株式会社 千葉県川崎町1番地  
発 代 理 人 弁理士 杉村 稔 外1名

明 細 書

1 発明の名称 冶金用コークスの製造方法

2 発明の目的

1 加圧方向を保持させ炭素質金属原料を圧入し、その圧力を押し進めて冶金内で圧縮成形を成すとともに、さらに押し進めて加圧方向の反対側開口部から押し出す工程。

先行の圧縮させ炭素質成形を冶金出口部で成形させる工程。

炭素質成形と圧入との間断なく原料を圧入し、加圧方向に加えて押し、反発的に成形させる炭素質成形と炭素質成形とを併行させる工程。

全体させ炭素質成形に対して加圧を押し進めると炭素質成形を炭素質押し出す工程。からなる炭素質成形に対してエンドレスな加圧成形を行うことを特徴とする炭素質成形の連続工程により得られた炭素質成形を、その加圧方向と共にコークス型に投入

する粉粒状の炭入炭と混合して、乾留する冶金用コークスの製造方法。

3 発明の分野を説明

本発明は冶金用コークスの製造方法に関するものであり、特に炭素質成形を使用したコークスの製造方法に関するものである。

品質を原料炭質の乏しい我国では、大量に製造されている非・炭粘結炭を利用するコークス製造技術の門心部もなれている。非・炭粘結炭を原料として使用しコークス型に投入する場合、投入物の荷密度を増加させて乾留することにより、コークス強度を高めることができる。

従って投入物の荷密度とコークスの原形強度  $T_1^{400}$  との関係を示すグラフである。この関係を示すように、投入物の荷密度 (トン/㎡) が増加すると原形強度  $T_1^{400}$  が向上する。これは荷密度の増加によって荷炭粒子が互いに近接するため、コークス化に必要粘結成分がより有効に作用するからである。

6 投入物の荷密度を増加させる従来技術として成

製膜一部装入法がある。この方法によれば非・固結膜の多量使用を図ることができるが、成型のために高価なバインダーを使用する必要がある。さらに成膜バインダーの硬化強度減弱まで加熱しなればならないため、熱エネルギーを消費することと、その設備費が高くなる欠点がある。

本発明はこのような欠点を解消し、多量の非・固結膜を使用でき、コートスの品質を向上すると共に省エネルギーのすぐれたコートスを製造することを目的とする。

本発明は、特開第57-17280号に開示した圧縮成形法を製造装置によつて得られた非・固結膜を使用し、この圧縮成形膜を粉粒状の装入料と混合して転送することを特徴とする。

本発明に使用する圧縮成形膜の連続製造装置は、プロック装入するための圧縮成形膜を、金型出口部に既に圧縮成形を施している非・固結成形膜を送すことにより、これを新たに装入した原料を圧縮成形して得られた非・固結成形膜を混合させて装置出口部 $1.0 \times 10^3 \%$ 以上の圧縮成形膜とする一方、そ

れを順次に押し出すという操作の反復によつてエントレスを圧縮成形膜を連続的に製造する方法である。

この方法では、第1図に示すように、押出装置で金型1の出口部1.4に既に圧縮成形膜を押し、その非・固結原料の装入料を装入し、押出装置で打ち4の非・固結によつて装入料を非・固結先行生成の既に圧縮成形膜に、次に加工してできた新しい圧縮成形膜を「混合体」させ、次いで4の設備で既に圧縮成形膜および連続成形膜の非・固結膜を均一な力を施して押出を押し進めて既に圧縮成形膜を金型出口部出すことができ、連続的につづいて圧縮成形膜を製造することができる。

連続的につづいて圧縮成形膜は、第2図に示すように圧縮成形膜方向が初期の場合、受け台から受け台へ移動させると受け台から押し出す圧縮成形膜が自己重によつてせん断され分離する。圧縮成形膜方向が初期（非・固結）の場合、金型出口から押し出す非・固結成形膜は自己重によつて分離する。これらの場合、仕切り板を押しして

必要を長さで圧縮成形膜を分離することができる。この場合、仕切り板として紙、木板、合成樹脂板等を使用でき、またカッターを併せて切斷することもできる。

金型1の寸法、材質、形状に制限はなく、例えば円形、楕円形、矩形、正方形等の金型1を用いて圧縮成形膜を製造することができる。また、1本のシリンドラー1に1本の金型1の組合せで限定されず、1本のシリンドラーで複数の金型1を組合わせることができる。例えば第4図に示すように、3本の金型1を混合させて、各金型1に対応する3本の押出4を、1本のシリンドラー1に連続して動作させることができる。

次に本発明は、このようにして得られた非・固結膜を粉粒状の装入料と混合して転送する。

圧縮成形膜は露出度が高いため、装入料と混合すると、第3図に示すように、圧縮成形膜が混合割合が増加するに従つてコートス $1$ への装入物の露出度が増加する。例えば、露出度 $0.75 \times 10^3 \%$ の装入料に露出度 $1.15 \times 10^3 \%$ の圧縮成形膜を80

%混合すると、装入物の露出度は $0.81 \times 10^3 \%$ に増加する。

非・固結膜はコートス化する非・固結原料と非・固結原料が異なるが、圧縮成形膜の方が装入料よりも露出度が高いため、非・固結膜の小さい方が非・固結作用をより押し、非・固結膜では前者の露出度が大きく、且つ混合作用も生じるため均質なコートスを生成できる。

又、金型出口部に既に成形した非・固結膜を押し進め、この圧縮成形膜に混合される原料が非・固結作用をするため、圧縮成形時に非・固結原料の過剰を押し出されるので、過剰分によつて生ずる微粒子にもとづく原料の粘着性の低下を防止出来る。このように圧縮成形膜と装入料を混合した装入物を送付すると、コートス露出、粉粒露出 $1.0 \times 10^3 \%$ を向上させることができる。

圧縮成形設備の設置場所は特に制限されないが、圧縮成形膜が移送中に粉化しないように、できるだけコートス $1$ に近い位置にすることが望ましい。装入料の上に設置すると、装入料との混合が容易

である。

第8図において(1)は、装入炭の一部を圧縮成形炭に成型して、これを装入炭の隙間に混合したケースであり、(2)は圧縮成形炭に用いる装入炭Bが装入炭Aと異なるケースである。(3)は装入炭の全量を圧縮成形炭に成型するケースであり、このケースでは移送中に圧縮成形炭の一部が割れて粉粒化、小炭化することを想定している。

本発明の原料となる装入炭の種類、粒度、水分等の制限はなく、石炭のほか褐コークス、チャー等の炭素材料を使用することができ、必要に応じてターナル類、バインダー等を配合することができ、又、リグニン、殺菌、PVA等を添加することもできる。

以下、この発明の実施例について説明する。

矩形断面(40mm幅×100mm高さ)の積型金型を用いて、粒度1.15 $\frac{\text{mm}}{\text{kg}}$ の圧縮成形炭を成型し、金型出口から押し出す。この操作を繰り返して受け皿から外側に圧縮成形炭を移動させ、自重によるせん断力で分離した。

として、前記と同様に乾燥した。

装入物が圧縮成形炭80%と装入炭70%（ケースA）、装入炭のみ（ケースB）、および装入炭のみ（ケースC）の組合せについてコークス強度を算出結果を示す。

第2表

ケース	装入物	配合割合(%)	装入物 粒度 ( $\frac{\text{mm}}{\text{kg}}$ )	コークス強度	
				DI 80 16	DI 150 15
A	圧縮成形炭	80	0.87	93.1	82.8
	装入炭	70			
B	装入炭	100	0.75	92.5	81.5
C	圧縮炭	100	0.75	93.1	82.5

粒度1.15 $\frac{\text{mm}}{\text{kg}}$ を含まない高炉炭100%のケースCと炭粒総量を10%含む装入炭100%のケースBとを比較すると、ケースBではコークス強度が低下している。これに対して、圧縮成形炭80%混合して粒度を増加させたケースAでは、コークス

強度が向上し、高炉炭100%のケースCと遜色ないコークス強度が得られた。

このように、本発明は装入炭に高炉炭が入れられる圧縮成形炭を混入したことでコークス強度を向上させることができ、また高炉炭を多用することができるので経済的であり、高炉よりも炭化生成の低い炭素用のバインダーを使用する必要がないのでエネルギー、設備等の面でもコストを安くすることができる。

この実施例に使用した圧縮成形炭、装入炭および高炉炭の配合割合を第1表に示す。

第1表

	圧縮炭配合割合(%)							DI(%)
	米中	カサ	標準	多75%	多50%	多25%	少	
圧縮成形炭	18.5	18.5	18	18	18	9	10	29.7
装入炭	?	?	?	?	?	?	?	?
高炉炭	15	15	20	20	20	10	-	27.0

また装入炭のみについても粒度を0.75 $\frac{\text{mm}}{\text{kg}}$

とした。

第1図は装入炭の粒度(トン/㎡)とコークスの単位強度 $TI^{100}$ との関係を示すグラフ、第2図は本発明に使用する圧縮成形炭を詳細的に製造する圧縮成型過程を示す断面図であり、(1)は新しい原料炭を装入した状態を示し、(2)は先行生成の炭粒と原料炭とが接触して生成する炭粒と原料炭とが合体させられた状態を示し、(3)はさらに炭粒を加して金型出口から圧縮成形炭を押し出す状態を示し、(4)は原料炭が原料、(5)は成型時の状態を示し、(6)は

乾燥時の状態を示す。

第1図は装入炭の粒度(トン/㎡)とコークスの単位強度 $TI^{100}$ との関係を示すグラフ、

第2図は本発明に使用する圧縮成形炭を詳細的に製造する圧縮成型過程を示す断面図であり、(1)は新しい原料炭を装入した状態を示し、(2)は先行生成の炭粒と原料炭とが接触して生成する炭粒と原料炭とが合体させられた状態を示し、(3)はさらに炭粒を加して金型出口から圧縮成形炭を押し出す状態を示し、(4)は原料炭が原料、(5)は成型時の状態を示し、(6)は

乾燥時の状態を示す。

受け台の外側に巻動して分離した状態、例は正  
 規成膜機が自説で分離した状態を示す例、

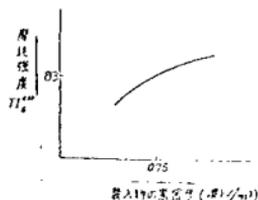
第4図は、8基の金型に対して1本のシリンダ  
 ーで動作させる状態を示す例、

第5図は正規格成機集合割合(%)と投入物成  
 膜(度トン/㎡)との関係を示す例、

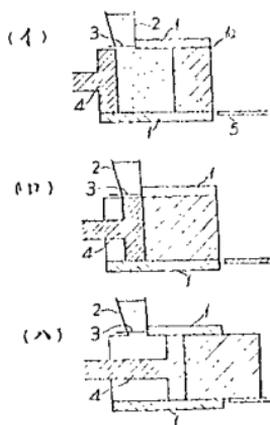
第6図は正規格成機をロータス型へ投入する形  
 式図であり、例は正規格成機の一部を投入、付  
 は金属投入法を示す例である。

- |                |             |
|----------------|-------------|
| 1...金型         | 12...金型の出口穴 |
| 2...ホッパー       | 3...ダートダンパー |
| 4...押板         | 5...受け台     |
| 6...正規格成機      |             |
| 6a...分離した正規格成機 |             |
| 7...シリンダー      |             |

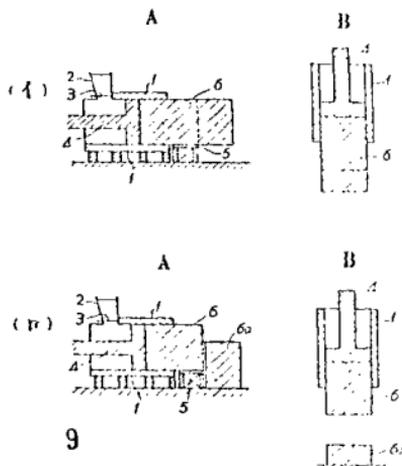
第1図



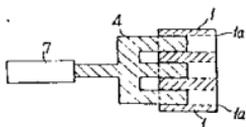
第2図



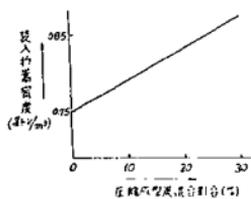
第3図



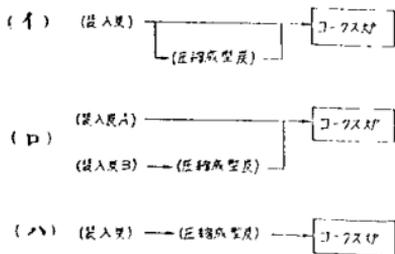
第4図



第5図



第6図





СОЮЗ СОВЕТСКИХ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ  
РЕСПУБЛИК

№ SU (11) 1117307 A

З СУ С 10 С 1/04; С 10 С 1/00

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР  
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

## ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

### К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3532098/23-04

(22) 06.01.83

(46) 07.10.84. Бюл. № 37

(72) И.Ф.Мивалки, О.П.Гинилоквас,  
А.Е.Фролов, В.В.Бочаров, В.Э.Алтергот  
и Е.Б.Ушаков

(71) Кузнецкий филиал Восточного ор-  
дена Трудового Красного Знамени на-  
учно-исследовательского углехимичес-  
кого института

(53) 665.637.6(088.8)

(56) 1. Авторское свидетельство СССР  
№ 295788, кл. С 10 С 1/18, 1968.

2. Авторское свидетельство СССР  
№ 228034, кл. С 10 С 1/06, 1966  
(прототип).

(54) (57) СПОСОБ ОЧИСТКИ КАМЕННОУГОЛЬ-  
НОЙ СМОЛИ путем обработки ее поверх-  
ностно-активным веществом с последую-  
щим отстаем, о т л и ч а ю щ и й с я  
тем, что, с целью повышения качества  
смоли, в качестве поверхностно-актив-  
ного вещества применяют смесь поли-  
этиленгликоля со средней молекуляр-  
ной массой 400 и моноолеата полиэти-  
ленгликоля - олеокс-5, взятую в ко-  
личестве 0,1-0,5 мас.% на смолу,  
при следующем соотношении компонен-  
тов смеси, мас. %:

Олеокс-5	10-20
Полиэтилен- гликоль	
средней молекулярности	
400	Остальное

№ SU (11) 1117307 A

Изобретение относится к способам очистки каменноугольной смолы и может быть использовано при очистке смолы высоко- и среднетемпературного скоростного пиролизом каменных и бурых углей от веществ, нерастворимых в хинолине ( $\alpha_1$ -фракция).

На качество смолы, получаемого из каменноугольной смолы, влияет ряд факторов, одним из которых является повышенное содержание высокомолекулярной  $\alpha_1$ -фракции. В связи с применением парониксации на коксовых печах и тонкого понола угольной шихты, а также с ведением жесткого температурного режима коксования в смоле возрастает содержание вещества, нерастворимых в хинолине, что не позволяет получить из нее изк требуемого количества. Для производства электродного пека содержание  $\alpha_1$ -фракции в смолы должно составлять не более 4 мас.%.  
10

Известен способ очистки каменноугольной смолы от золы путем ее отделения в присутствии смеси солей бензо-нафты и нафталинсодержащего масла, взятых в количестве 5-10% от массы смолы. Этот способ позволяет снизить содержание золы в смолы от 0,33 до 0,07 мас.%, но при этом нет данных о снижении  $\alpha_1$ -фракции [1].  
30

Наиболее близким к изобретению является способ обработки каменноугольной смолы при 60-70° С поперечно-активным веществом (ПAB) - неиницием оксидицированным алкилфенолом, взятым в количестве 0,1 - 0,1 мас.%, и разбавленного в 6 - 10 мас.% от количества смолы легкой каменноугольной смолы цикла конденсации с последующим отстоем. Исходная каменноугольная смола содержит влаги 4-6 мас.%, золы 0,12-0,15 мас.% вещества, нерастворимых в толуоле, 6-9 мас.% вещества, нерастворимых в хинолине, 5,6 мас.%. В лабораторных условиях известный способ позволяет снизить содержание влаги на 65-70%, золы на 26-30%, вещества, нерастворимых в хинолине, на 6-10% [2].  
45

Недостатком известного способа является низкое качество получаемой смолы, так как содержание  $\alpha_1$ -фракции снижается лишь на 6-10%.  
55

Целью изобретения является повышение качества смолы.

Поставленная цель достигается предлагаемым способом очистки каменноугольной смолы путем ее обработки поперечно-активным веществом - смесью полиэтиленгликоля со средней мол. массой 400 и моноолеата полиэтиленгликоля - олеокс-5, взятой в количестве 0,1-0,5 мас.% на смолу, при следующем соотношении компонен-  
10

Олеокс-5	10-20
Полиэтиленгликоль	
средней мол. массы 400	Остальное

Смесь ПAB получают путем простого смешения при нормальных условиях. Под действием смеси полиэтиленгликоля со средней мол. массой 400, выпускаемого по ТУ-6-01-911-74, и моноолеата полиэтиленгликоля - олеокс-5, выпускаемого по ТУ 6-14-314-75, разрушается водо-смоляная эмульсия каменноугольной смолы. Вода поднимается вверх, а освободившиеся тонкодисперсные твердые частицы ( $\alpha_1$ -фракция) осаждаются, увеличивая количество фусов (осадка).

П р и м е р 1. Испытаниям подвергают смолу со следующими характеристиками:

Плотность, при 20° С, г/м <sup>3</sup>	1197
Содержание влаги, мас.%	4,4
Содержание золы, мас.%	0,19
Содержание вещества, нерастворимых в толуоле, мас.%	9,4
Содержание вещества, нерастворимых в хинолине, мас.%	5,6

Смолу анализируют в соответствии с техническими условиями.

Указанную смолу нагревают до 85 ± 2° С в термостатированных стаканах емкостью 300 мл, и при этой температуре в статических условиях проводят отстой в течение 96 ч. После отстоя от смолы отделяют выпавший осадок и извлекают. Отстоявшуюся

3 смолу анализируют по показателям технических условий.

П р и м е р 2. К смоле состава, указанного в примере 1, добавляют 6,1% смеси, содержащей, мас.-%:

Оксидитинированный алкилфенол	10
Легкокипящие углеводороды	90

Смолу помещают в термостатированный стакан, нагревают до  $85 \pm 2^\circ \text{C}$ , тщательно перемешивают, после чего отстаивают при данной температуре в статических условиях в течение 96 ч.

После отстоя отделяют и взвешивают выпавший осадок. Смолу анализируют по техническим условиям.

Аналогично проводят отстой смолы при добавке в нее 10,3 мас.-% смеси, содержащей, мас.-%:

Оксидитинированный алкилфенол	10
Легкокипящие углеводороды	90

П р и м е р 3. (По известному способу). К смоле состава, указанного в примере 1, добавляют 6,1 мас.-% смеси, содержащей, мас.-%:

Оксидитинированный алкилфенол	20
Легкокипящие углеводороды	80

Испытания по определению количества выпавшего осадка и качества отстоявшейся смолы определяют по методике, описанной в примере 2.

Аналогично проводят отстой и определяют качество смолы, обработанной 10,3 мас.-% указанной смеси.

П р и м е р 4. К смоле состава, указанного в примере 1, добавляют 0,05 мас.-% смеси, содержащей, мас.-%:

Полиэтиленгликоль	90
Олеокс-5	10

По методике, описанной в примере 2, проводят отстой количественной смолы, определяют количество выпавшего осадка, качество смолы.

Аналогично проводят испытания по обработке смолы указанной смесью

1117107

при ее концентрации 0,1; 0,5 и 1,0 мас.-%.

П р и м е р 5. К смоле состава, указанного в примере 1, добавляется 0,05 мас.-% смеси, содержащей, мас.-%:

Полиэтиленгликоль	85
Олеокс-5	15

По методике, описанной в примере 2, проводят отстой смолы, определяют количество выпавшего осадка, качество смолы.

Аналогично проводят испытания по обработке смолы смесью ПАВ, указанного состава, при концентрациях 0,1; 0,5 и 1,0 мас.-%.

П р и м е р 6. К смоле состава, указанного в примере 1, добавляется 0,05 мас.-% смеси, содержащей, мас.-%:

Полиэтиленгликоль	80
Олеокс-5	20

По методике, описанной в примере 2, проводят отстой смолы, определяют количество выпавшего осадка, качество смолы.

Аналогично проводят испытания по обработке смолы смесью ПАВ, указанного состава при концентрациях 0,1; 0,5 и 1,0 мас.-%.

Результаты испытаний по примерам 1-6 приведены в табл. 1.

Как следует из табл. 1, значительный эффект получают при добавлении в смолу 0,1-0,5% от массы смолы смеси полиэтиленгликоля и олеокс-5. При этом добавление 0,05 и 1 мас.-% смеси этих ПАВ обуславливает незначительный эффект по сравнению с известным способом.

В табл. 2 представлена качественная характеристика смолы после ее отстоя с ПАВ при концентрациях, дающих максимальное снижение  $\eta_{sp}$ -фракции.

Полиэтиленгликоль со средней мол. массой 400 и моноолеат полиэтиленгликоля - олеокс-5 неизогенные ПАВ, их применяют для разрушения эмульсий и суспензий в нефтехимии. Эффект по снижению содержания  $\eta_{sp}$ -фракция в смоле при применении этих ПАВ каждого в отдельности незначителен ( $\sim 20\%$ ).

Однако эти ПАВ в смеси обладают синергетическим эффектом. Результаты исследований, представленные в табл. 3, показывают, что при обработке смолы смесью полиэтиленгликоля и олеокс-5 в соотношении,

мас. %: 80-20, 90:10 достигают максимального снижения содержания  $\alpha_1$ -фракции в смоле. При этом концентрация ПАВ составляет 0,5 мас. %.

Введение смеси ПАВ в указанных в табл. 1-3 соотношениях (в количестве 0,1-0,5 мас. %) обеспечивает снижение содержания  $\alpha_1$ -фракции в смоле по сравнению с необработанной ПАВ смолы с 7 до 55-58 мас. %, т.е. на 48-51% по сравнению с известным спо-

собом с 8-12 до 55-58 мас. %, т.е. на 42-46%.

Таким образом, применение предложенного способа позволяет довести качество смолы до требований действующих производств. Лек, полученный на основе такой смолы, может быть использован в качестве электроодного связующего. Кроме того, способ прост в аппаратурном оформлении и не требует дополнительных капитальных вложений.

Таблица 1

Способ очистки хлористоугольной смолы по примеру	Концентрация ПАВ, мас. %	Количество рыхлого осадка, мас. %	Снижение содержания $\alpha_1$ -фракции, мас. %
1 (без применения ПАВ)	-	1,5	7,0
2 (по известному способу)	6,1	1,6	8,0
	10,3	1,72	12,0
3 (по известному способу)	6,1	1,63	9,0
	10,3	1,70	10,0
4	0,05	1,54	25,0
	0,1	2,18	54,0
	0,5	1,92	50,0
	1,0	1,75	32,0
5	0,05	1,60	28,0
	0,1	2,46	58,0
	0,5	2,27	55,0
	1,0	1,7	30,0
6	0,05	1,63	22,0
	0,1	2,0	53,0
	0,5	1,92	50,0
	1,0	1,65	28,0