**Пітюлін Ігор Наркиссович. Науково-технологічні основи створення кам'яновугільних вуглецевих матеріалів для великогабаритних електродів : Дис... д-ра наук: 05.17.07 – 2007**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| |  |  |  |  |  |  | | --- | --- | --- | --- | --- | --- | | |  |  | | --- | --- | | |  | | --- | | **Пітюлін І. Н. Науково-технологічні основи створення кам’яновугільних вуглецевих матеріалів для великогабаритних електродів. - Монографія.**  Дисертація на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю 05.17.07 – хімічна технологія палива і паливно-мастильних матеріалів. – Український державний науково-дослідний вуглехімічний інститут (УХІН). Харків, 2006 р.  В сучасний період в Україні відчувається дефіцит якісної сировини для виробництва вуглеграфітових матеріалів (ВГМ), які характеризуються підвищеними експлуатаційними властивостями. До таких матеріалів, в першу чергу, слід віднести графітовані електроди ГЕ). Характеристики ГЕ визначаються, в першу чергу, властивостями початкових сировинних компонентів і процесами їх взаємодій на різних стадіях переробки.  В роботі вперше поставлено за мету й розглянуто теоретичні основи одержання вуглецевих сировинних матеріалів (пекового голчастого коксу, електродного й просочувального пеків) на основі кам’яновугільної смоли (КВС) для виробництва графітованих електродів на високу щільність струму. Ароматичний характер КВС і пеків, їх властивості роблять ці продукти в умовах України незамінними для виробництва цілої гами сировинних вуглецевих матеріалів.  При підготовці КВС щодо переробки основною задачею є зміна її стану для отримання неструктурованої системи, яка досягається за рахунок зміни технологічних факторів, а також введенням у систему різних домішок. Вивчено кінетику процесів глибокої очистки КВС з використанням центрифугування, фільтрування з додаванням висококиплячих фракцій КВС, а також екстракції. Встановлено, що оптимальним з точки зору апаратурного оформлення є процес центрифугування.  Вивчено міжфазні перетворення кам’яновугільного пеку та вплив його групових складових на структуру і властивості карбонізованого залишку. Встановлено, що для отримання вуглецевистого матеріалу анізотропної структури необхідне глибоке попереднє очищення сировини. Ця операція потрібна також для виробництва просочувального пеку.  Важливим етапом для розуміння механізму формування структури графітованого коксу являється процес мезофазних перетворень, який проходить в інтервалі температур 390-520 оС і представляє собою фазовий перехід у рідкому стані, внаслідок чого системи ароматичних молекул ізотропної пекової матриці утворюють рідкі анізотропні кристали.  Оптимальні умови отримання пекового коксу можуть бути реалізовані тільки у випадку використання уповільненого коксування сировини після її глибокий очистки від сполук первинної 1–фракції.  Вивчено залежність виходу й властивостей пекового голчастого коксу від технологічних параметрів уповільненого коксування й високотемпературного прожарювання „сирого” коксу. Виконано технологічну оцінку придатності прожарених пекових голчастих коксів у технології одержання графітованих електродів. Встановлено, що за основними експлуатаційними властивостями заготовки на дослідних пекових коксах поступаються графітам на основі імпортного голчастого коксу, що пояснюється позитивним впливом величини мас, які реагують (промислові установки). В той же час у порівнянні з графітами на рядовому нафтовому коксі графітовані заготовки на основі дослідних пекових коксах за всіма показниками якості їх перевершують.  Нами вперше доказано, що універсальним методом управління якістю електродного пеку є спосіб термічної обробки КВС під тиском власної пари. Вивчено вплив надлишкового тиску на процеси змін властивостей КВС. Показано, що отриманий із термообробленої КВС середньотемпературний пек, за груповим складом та іншими характеристиками практично наближається до пеків із підвищеними температурами розм’якшення, що дозволяє отримати електродне зв’язуючи безпосередньо на стадії однократного випарювання сировини без наступної додаткової обробки.  Виконано з позитивними результатами технологічні дослідження пеку-сполучнику, який одержано з термічно обробленої під тиском КВС, у технології ВГМ.  На промислових установках діючого коксохімічного підприємства випробувано основні технологічні прийоми глибокої очистки КВС і отримання на її основі просичувального пеку. Дослідно-промислові партії матеріалів, які були одержані, проходили технологічне випробування на ВАТ „Укрграфіт”.  Розроблено технологічні завдання на проектування установок (цехів) з виробництва прожареного пекового голчастого коксу, пеку-сполучнику на основі термічно обробленої під тиском КВС і просичувального пеку з глибоко очищеної КВС. | | | |  | | --- | | 1. Отримані теоретичні та експериментальні результати дозволили вирішити значну народногосподарську проблему – розробити технологічні процеси, що дозволяють отримати на основі КВС увесь комплекс сировинних матеріалів для графітованих електродів великого діаметра для високих струмових навантаженнь, які знайшли своє відображення у технологічних завданнях на проектування промислових установок що до виробництва прожареного пекового голчастого коксу (Запорізький КХЗ), пеку – зв’язуючого з термічно обробленої під тиском КВС (Дніпродзержинський КХЗ), просочувального пеку (Губахінський КХЗ, Росія). 2. Дослідження структурних і фізико-хімічних властивостей КВС, механізму карбонізації кам’яновугільного пеку і формування впорядкованої структури пекового голчастого коксу дозволили вперше встановити вплив окремих групових складових пеку на ці процеси. Доведена негативна роль сполук, що нерозчинні у хіноліні. Після їх вилучення карбонізація сировини в оптимальних температурних умовах дає можливість отримувати необхідний вуглецевий матеріал.   Ці положення підтверджені масштабними роботами на пілотних та дослідно-промислових установках, що дали можливість автору запропонувати технологічний процес отримання кам’яновугільного голчастого коксу.   1. Дослідження температурно-часових умов формування анізотропної структури коксу, які проходять через мезофазні перетворення, дозволили вперше встановить, що найбільш повно умовам формування анізотропного (голчастого) коксу відповідає процес (технологія) уповільненого коксування у поєднанні з високотемпературним прожарюванням з метою доведення властивостей коксу до вимог технології ВГМ. 2. Встановлено, що технологічні властивості електродного пеку залежать не стільки від властивостей КВС, скільки від способу його отримання. Вперше показано, що термічна обробка КВС під тиском та варіювання параметрів процесу дозволяє отримувати пек–зв’язуюче з високими спікливими та коксоутворюючими властивостями. Процеси, що відбуваються при цьому, забезпечують накопичення у вихідній сировині груп сполук, які при наступному однократному випарюванні переходять у пек і забезпечують поліпшення його властивостей. 3. Проведений комплекс лабораторних та дослідно-промислових робіт дозволив створити принципово нову для вітчизняної коксохімії технологію отримання електродного пеку, використання якого у поєднанні з голчастим коксом дає можливість організувати виробництво якісних графітованих електродів. 4. Вперше показано, що тільки спеціальна попередня підготовка сировини – КВС – забезпечує оптимальний груповий склад просочувального пеку, використання якого значно покращує експлуатаційні характеристики графітованих електродів. 5. Техніко-економічні розрахунки показали, що розроблені технологічні процеси дали позитивні результати і визначили їхню перспективність. Впровадження їх у промисловість дозволить ліквідувати дефіцит якісної сировини для виробництва графітованих електродів. | | |  | | |