



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ(21), (22) Заявка: **2005106622/04, 09.03.2005**(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
09.03.2005(45) Опубликовано: **27.04.2006 Бюл. № 12**(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: **SU 910723 A, 07.03.1982. RU 2162476
C1, 30.11.1991. RU 2244732 C2, 20.01.2005.
US 5288392 A, 22.02.1994. US 5573656 A,
12.11.1996.**Адрес для переписки:
**150023, г.Ярославль, Московский пр., 88,
ЯГТУ, руководителю**

(72) Автор(ы):

**Филиппова Ольга Павловна (RU),
Макаров Владимир Михайлович (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Ярославский государственный технический
университет (RU)****(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ БИТУМНОГО ВЯЖУЩЕГО ИЗ КИСЛОГО ГУДРОНА**

(57) Реферат:

Использование: нефтеперерабатывающая и
строительная отрасли промышленности. Сущность:
нейтрализованный кислый гудрон подвергают
термоокислению кислородом воздуха в
присутствии дополнительно вводимой

модифицирующей добавки - регенерата из
коагулюма, полученного автоклавным способом в
количестве 5-10% на 100% окисляемого сырья.
Технический результат: использование
полимерного отхода производства. 4 табл.

RUSSIAN FEDERATION



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 275 408** ⁽¹³⁾ **C1**

(51) Int. Cl.
C10C 3/04 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: **2005106622/04, 09.03.2005**

(24) Effective date for property rights: **09.03.2005**

(45) Date of publication: **27.04.2006 Bull. 12**

Mail address:

**150023, g. Jaroslavl', Moskovskij pr., 88,
JaGTU, rukovoditelju**

(72) Inventor(s):

**Filippova Ol'ga Pavlovna (RU),
Makarov Vladimir Mikhajlovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Jaroslavskij gosudarstvennyj tekhnicheskij
universitet (RU)**

(54) **PROCESS OF PRODUCING BITUMEN BINDER FROM ACID SLUDGE**

(57) Abstract:

FIELD: petroleum processing and disposal of waste.

SUBSTANCE: neutralized acid sludge is subjected to thermal oxidation with air oxygen in presence of additionally introduced modifying

additive, in particular regenerate from coagulum obtained by autoclaving in amount 5-10% based on the weight of raw material.

EFFECT: achieved utilization of polymeric production waste.

4 tbl, 4 ex

R U 2 2 7 5 4 0 8 C 1

R U 2 2 7 5 4 0 8 C 1

Изобретение относится к производству строительных материалов путем переработки отхода нефтемаслозаводов, образующихся при очистке дистиллятных масел концентрированной серной кислотой или олеумом. В настоящее время этот продукт, так называемый кислый гудрон (КГ), разной степени кислотности, сбрасывают в пруды-накопители, где с течением времени происходит вымывание кислоты атмосферными осадками, а также выделение SO_2 и SO_3 , в результате этого загрязняются водный и воздушный бассейны. Утилизация КГ решает важную задачу по созданию безотходного производства и охране окружающей среды.

Известен способ получения битума путем смешения кислых отходов нефтепереработки с нагретыми высококипящими нефтепродуктами, с получением реакционной массы и газобитумной пены, с последующим ее разрушением. Но данный способ не нашел применения из-за сложного и дорогостоящего аппаратного оформления (А.с. СССР №973589, кл. С 10 С 3/04, авт. А.Д.Рудковский и др., 1982 г.).

Наиболее близким по технической сущности к предлагаемому изобретению является способ получения битумного вяжущего путем обработки прудового кислого гудрона нейтрализующим агентом с последующим окислением продуктов нейтрализации и смешением их с асфальтами деасфальтизации нефтяного гудрона пропаном. Данный способ характеризуется возможностью получить битумное вяжущее, соответствующее требованиям ГОСТа на дорожный битум, но данным способом не представляется возможным перерабатывать кислый гудрон, так как асфальты деасфальтизации являются товарным продуктом и имеют высокую стоимость и в настоящее время их запасы исчерпаны (А.с. СССР №910723, кл. С 10 С 3/04, бюл. №9, авт. А.Ф.Фролов, А.Н.Аминов, Н.М.Майорова).

Задача изобретения - получение битумных вяжущих на основе КГ с использованием в качестве модифицирующей добавки отхода заводов синтетического каучука (каогулюм).

Поставленная задача решается путем термоокисления кислого гудрона с применением модифицирующей добавки - регенерата из отхода заводов синтетического каучука (каогулюма).

Каогулум - полимерный отход от производства бутадиен-стирольных латексов, образующихся в процессе коагуляции латексосодержащих сточных вод и зачистки оборудования.

Методика процесса получения пастообразного регенерата из каогулюма автоклавным способом.

1. Смешение каогулюма с агентом набухания в соотношениях 1:1 или 1:0,75.

Характеристика агентов набухания представлена в табл. 1, 2.

2. Введение в смесь активатора регенерации. Набухание смеси в агентах набухания при $110^{\circ}C$ в течение 3 часов в термостате.

3. Регенерирование каогулюма при прогреве автоклава в масляной рубашке в течение 6 часов, температура регенерирования - $185^{\circ}C$.

Полученный регенерат оценивался по хлороформенному экстракту, по количеству летучих компонентов, также определялась зольность.

Таблица 1. Характеристика отработанного масла - агент набухания.		
Показатель	Отработанное масло (ОАО "Автодизель")	ГОСТ 21046-86
Вязкость условная при $20^{\circ}C$	58	>40
Кинематическая при $50^{\circ}C$	47	>65
Температура вспышки в открытом тигле, $^{\circ}C$, не ниже	134	120
Содержание фракций, выкипающих до $340^{\circ}C$	10	10
Температура застывания фракций	-10	-10
Массовая доля механических примесей, %, не более	1,1	1,0
Массовая доля воды, %, не более	0,4	2,0

Таблица 2.
Характеристика нефтемаслошлама - агент набухания.

Наименование показателя	Содержание компонента, мас.%	
	нефтемаслошлам	
	пастообразный	жидкий
Содержание воды	5,60-13,00	16,10-42,00
Органические соединения (при экстракции)	28,60-38,40	22,10-40,00
Минеральный остаток	48,60-71,80	28,00-40,00
Состав минерального остатка		
Fe ₂ O ₃	7,60-14,40	8,00-16,10
CaO	18,20-42,40	20,00-42,00
CuO	0,02-0,05	0-0,035
ZnO	0,13-0,18	0-0,16
Cr общ.	не обнаружено	не обнаружено
Песок (SiO ₂)	остальное до 100%	остальное до 100%

В табл.3 приведены данные хлороформенного экстракта регенерата, полученного с данными агентами набухания. (Температура регенерации - 185°С, время - 6 часов).

Таблица 3.
Хлороформенный экстракт (%) пастообразного регенерата, полученного автоклавным (а/к) способом с применением данных агентов набухания.

№	Наименование мягчителя	Коагулюм (завод СК) (а/к)
1	Отработанное масло 1:1	25
2	Нефтемаслошлам 1:1	21
3	Отработанное масло 1:0,75	31
4	Нефтемаслошлам 1:0,75	27

ПРИМЕР 1. В качестве исходного сырья используют КГ с кислотным числом 30-70 мг КОН/г гудрона, в качестве нейтрализующего агента используем воздушную гашеную известь (гидроксид кальция), соответствующую ГОСТ 9179-77, модифицирующая добавка - 5% регенерата, (1:0,75), регенерат - коагулюм в маслоотработке, вводимого в начале процесса окисления. Окисление кислого гудрона в битум проводится кислородом воздуха в течение 1,5 часа, при постоянном перемешивании и температуре процесса 95°С.

ПРИМЕР 2. В качестве исходного сырья используют КГ с кислотным числом 30-70 мг КОН/г гудрона, в качестве нейтрализующего агента используем воздушную гашеную известь (гидроксид кальция), соответствующую ГОСТ 9179-77, модифицирующая добавка - 5% регенерата, (1:1), регенерат - коагулюм в нефтемаслошламе, вводимого в начале процесса окисления. Окисление кислого гудрона в битум проводится кислородом воздуха в течение 1,5 часа, при постоянном перемешивании и температуре процесса 95°С.

ПРИМЕР 3. В качестве исходного сырья используют КГ с кислотным числом 30-70 мг КОН/г гудрона, в качестве нейтрализующего агента используем воздушную гашеную известь (гидроксид кальция), соответствующую ГОСТ 9179-77, модифицирующая добавка - 5% регенерата (1:0,75), регенерат - коагулюм в нефтемаслошламе, вводимого в начале процесса окисления. Окисление кислого гудрона в битум проводится кислородом воздуха в течение 1,5 часа, при постоянном перемешивании и температуре процесса 95°С.

ПРИМЕР 4. В качестве исходного сырья используют КГ с кислотным числом 30-70 мг КОН/г гудрона, в качестве нейтрализующего агента используем воздушную гашеную известь (гидроксид кальция), соответствующую ГОСТ 9179-77, модифицирующая добавка - 10% регенерата (1:0,75), регенерат - коагулюм в нефтемаслошламе, вводимого в начале процесса окисления. Окисление кислого гудрона в битум проводится кислородом воздуха в течение 1,5 часа, при постоянном перемешивании и температуре процесса 95°С.

Результаты проведенных экспериментов представлены в табл.4.

Таблица 4.
Результаты эксперимента получения битума кровельного с различным содержанием модификаторов.

Наименование показателя	Регенерат - коагулюм в маслоотработке	Регенерат - коагулюм в нефтемаслошламе			Битум нефтяной кровельный БНК-45/190
	КГ+5% регенерата (1:0,75)	КГ+5% регенерата (1:1)	КГ+5% регенерата (1:0,75)	КГ+10% регенерата (1:0,75)	

1. Глубина проникания иглы, мм	170	160	172	183	160-220
2. Температура размягчения по кольцу и шару, °С	41	44	44	49	40-50
3. Масс. доля водорастворимых соед.	0,31	0,36	0,32	0,33	0,30
4. Массовая доля воды, %	0,35	0,29	0,26	0,22	Следы
5. Температура вспышки °С, не ниже	242	245	244	247	240

Таким образом, использование регенерата из коагулюма в качестве модифицирующей добавки позволяет получить битумное вяжущее, по своим показателям соответствующее кровельному битуму. (Битум нефтяной кровельный БНК-45/190).

Формула изобретения

Способ получения битумного вяжущего из кислого гудрона путем термоокисления нейтрализованного кислого гудрона кислородом воздуха, отличающийся тем, что дополнительно вводится модифицирующая добавка - регенерат из коагулюма, полученный автоклавным способом в количестве 5-10% на 100% окисляемого сырья.