

**AZƏRBAYCAN MİLLİ ELMLƏR AKADEMİYASI
AKADEMİK Y.H.MƏMMƏDƏLİYEV ADINA
NEFT-KİMYA PROSESLƏRİ İNSTİTUTU**

Əlyazma hüququnda

GÜLNAR FAZİL QIZI QASIMOVA

**AĞIR PİROLİZ QATRANI ƏSASINDA ELEKTROD
KOKSUNUN ALINMASI PROSESİNİN TƏDQIQI**

İxtisas: 3321.01 – Neft, qaz, daş kömür emal və texnologiyası

Kimya üzrə fəlsəfə doktoru elmi dərəcəsi almaq üçün təqdim edilmiş dissertasiyanın

AVTOREFERATI

Bakı – 2015

Dissertasiya işi Azərbaycan Milli Elmlər Akademiyası akademik Y.H.Məmmədəliyev adına Neft-Kimya Prosesləri İnstitutunda yerinə yetirilmişdir.

Elmi rəhbər:

Texnika elmləri doktoru

H.C. İbrahimov

Rəsmi opponentlər:

Kimya elmləri doktoru, professor

Q.Z. Hüseyinov

Kimya elmləri doktoru, professor

Ç.Q. Rəsulov

Aparıcı təşkilat: AMEA-nın akademik M.F.Nağıyev adına Kataliz və Qeyri-üzvi Kimya İnstitutu “Nanostrukturlaşdırılmış metal polimer katalizatorları” laboratoriyası

Dissertasiyanın müdafiəsi “4” dekabr 2015-ci il, saat 10⁰⁰-da Azərbaycan Milli Elmlər Akademiyası akademik Y.H.Məmmədəliyev adına Neft-Kimya Prosesləri İnstitutu nəzdində D 01.031 Dissertasiya Şurasının iclasında keçiriləcəkdir.

Ünvan: AZ 1025, Bakı, Xocalı prospekti, 30

e-mail: azmea_nkpi@box.az; anipcp@dcacs.science.az

Dissertasiya ilə Azərbaycan MEA NKPI-nin kitabxanasında tanış olmaq olar.

Avtoreferat “30” oktyabr 2015-ci ildə paylanmışdır.

D 01.031 Dissertasiya Şurasının

Elmi katibi, k.e.d., professor

M.C.İbrahimova

İŞİN ÜMUMİ XARAKTERİSTİKASI

İşin aktuallığı. Bu gün müasir insanın həyat fəaliyyətində, bölgələrin və bütövlükdə ölkənin inkişafında neft-qaz kompleksinin rolu əvəzəndirilməzdir. Neft-kimya və neft emalı zavodlarında birinci, ikinci emal məhsullarının, o cümlədən kimya və metalurgiya sənayesi üçün qiymətli xammal olan neft koksunun istehsalı gündü-gündən artmaqdadır. Neft koksunun əsas hissəsi əlvan metalurgiyada, alüminium, həmçinin polad istehsalında, qövs sobalarında qrafit elektrodlarının alınmasında, kimya sənayesində reduksiyaedici kimi, korroziyaya davamlı aparatların hazırlanmasında tikinti materialı kimi, qida sənayesində şəkər istehsalında və s. sahələrdə geniş istifadə olunur.

Hazırda müxtəlif markalı kokslara olan tələbatın artması ilə əlaqədar olaraq koks istehsalında çıxımın yüksəldilməsi, keyfiyyət göstəricilərinin yaxşılaşdırılması, həmçinin xammal bazasının səmərəli istifadəsi neft-kimya sənayesinin vacib məsələlərindən birinə çevrilmişdir. Neft koksunun və distillat məhsullarının alınması məqsədilə aparılan ağır neft qalıqlarının asta koklaşması neftin dərin emalını təmin edən ən effektiv və ucuz başa gələn texnoloji proseslərdəndir. Koksun alınması üçün xammal kimi ağır neft qalıqları, mazut və qudronların termiki krekinq qalıqları, katalitik krekinqin ağır qazoylu, yağ istehsalının qalıqlarından və digər yüksəkmolekullu karbohidrogenlərdən istifadə edilə bilər. Qeyd etmək lazımdır ki, neft kokslarının fiziki-kimyəvi və istismar xassələri xammalın tərkibindən və keyfiyyətindən asılı olaraq dəyişir. Aromatik karbohidrogenlərlə zəngin xammallar əsasında alınan koks yüksək termiki genişlənmə əmsalına, xüsusi elektromüqavimətə, aniozotropluğu və yüksək reaksiyagirmə qabiliyyətinə malikdir. Bu səbəbdən bi-, tri- və tetratsiklik kondensləşmiş aromatik karbohidrogenlərlə zəngin olan ağır piroliz qatranı (APQ) müxtəlif markalı koksun alınması üçün əhəmiyyətli xammal hesab olunur. Eyni zamanda, APQ-nin tərkibində zərif üzvi sintez üçün qiymətli xammal olan naftalin və onun törəmələri vardır. Lakin fraksiyanın tərkibinin doymamış karbohidrogenlərdən

təmizlənməsi üçün onu yüksək təzyiq və temperaturda hidrogenləşməyə yönəltmək lazım gəlir.

Təqdim olunan dissertasiya işi qalıqsız texnoloji sxem üzrə ölkəmizdə tətbiq sahəsi məhdud olan APQ-nın yeni katalitik kompleksin iştirakı ilə emalı və rektifikasiyasından yüksək təmizliklə naftalinin ayrılmasına, qalıq fraksiyanın ləngidilmiş kokslaşmasından yüksək keyfiyyətli elektrod koksunun sintezi prosesinin həyata keçirilməsinə həsr edilmişdir.

Dissertasiya işi Azərbaycan MEA NKPI-nin 2010-2014-cü illərdə aparılan elmi-tədqiqat işlərinin planına müvafiq olaraq (döv.qeyd. nömrəsi 0106 AZ 00010) «Katalitik krekinq və piroliz» laboratoriyasında yerinə yetirilmişdir.

İşin məqsədi və həll olunan məsələlər. Təqdim olunan işin məqsədi keyfiyyətli elektrod koksunun alınması üçün alüminium və 1,2-dixloretan əsaslı katalitik kompleksin iştirakı ilə APQ-nın emalını həyata keçirmək, fraksiyadan naftalini rektifikasiya yolu ilə ayırmaq, qalıq hissənin kokslaşdırılması və alınan məhsulların fiziki-kimyəvi xassələrini müasir fiziki metodlarla tədqiq etməkdən ibarətdir.

Qarşıya qoyulan məqsədə çatmaq üçün aşağıdakı məsələlər həll olunmuşdur:

- Ağır piroliz qatranının element, fraksiya və karbohidrogen tərkibinin öyrənilməsi;
- Katalitik kompleksin iştirakı ilə ağır piroliz qatranının tərkibindəki doymamış karbohidrogenlərin oliqomerləşdirilməsi, proses üçün optimal şəraitin müəyyən edilməsi;
- Katalitik emal olunmuş ağır piroliz qatranından naftalinin ayrılması və analizi;
- Qalıq hissənin ləngidilmiş kokslaşma prosesinə yönəldilməsi, proses üçün optimal şəraitin seçilməsi;
- Alınan koksun fiziki-kimyəvi və mexaniki xassələrinin tədqiqi;
- Sintez edilmiş nanokarbonun APQ-nın kokslaşması prosesində istifadəsi və onun alınmış koksun quruluşuna təsirinin müxtəlif fiziki metodlar vasitəsi ilə tədqiqi.

İşin elmi yeniliyi. İlk dəfə olaraq:

- Katalitik emal olunmuş APQ fraksiyası müxtəlif temperaturlarda ləngidilmiş koklaşmaya uğradılmış, proses üçün optimal şərait müəyyən edilmişdir;
- Sintez olunmuş koksların fiziki-kimyəvi göstəriciləri elektron və atom-güc mikroskopları vasitəsilə müqayisəli analiz olunmuş, ilkin APQ-dan qeyri-bircins sferolit əsaslı, katalitik emal olunmuş APQ-dan isə nanoölçülü iynəvari strukturlu quruluşa malik elektrod koksunun alınması;
- Koklaşma prosesinə nanokarbonun verilməsi nəticəsində alınan koksun nizamlanmış - anizotrop quruluşa malik olması müəyyənləşdirilmiş, prosesin qanunauyğunluqları öyrənilmişdir.

İşin praktiki əhəmiyyəti. APQ-dan ləngidilmiş koklaşma yolu ilə alınan, yüksək keyfiyyət göstəricilərinə malik olan iynəvari koksun polad istehsalında, metalurgiya sənayesində elektrodların hazırlanmasında, 99,8% təmizliyə malik naftalinin isə neftçixarma və zərif üzvi sintezdə müxtəlif təyinatlı reagentlərin sintezində istifadəsi tövsiyyə olunmuşdur.

İşin aprobasiyası. Dissertasiya işinin nəticələri aşağıdakı konfranslarda məruzə edilmişdir: Ümummilli Lider Heydər Əliyevin anadan olmasının 89-cu il dönümünə həsr olunmuş VI Respublika elmi konfransında (Bakı, 2012), II Российский конгресс по катализу «Роскатализ» (Самара, октябрь 2014 г.), Neft kimyası üzrə VIII Bakı Beynəlxalq Məmmədəliyev konfransında (Bakı, 2012), akademik Ə.M.Quliyevin 100 illik yubileyinə həsr olunmuş Respublika elmi konfransında (Bakı, 2012), 1st International Chemistry and Chemical Engineering Conference (Bakı 2013), Ümummilli Lider Heydər Əliyevin anadan olmasının 91-ci ildönümünə həsr olunmuş “Müasir biologiya və kimyanın aktual problemləri” elmi konfransında (Gəncə 2014).

Dissertasiya mövzusu üzrə 10 məqalə və 7 tezis olmaqla 17 elmi əsər çap olunmuşdur.

İşin həcmi və quruluşu. Dissertasiya işi girişdən, dörd fəsilədən, nəticələrdən, 165 istinad edilmiş elmi ədəbiyyat siyahısından ibarət olub, 42 cədvəl və 59 şəkil daxil olmaqla 155 səhifədən ibarətdir.

Dissertasiyanın giriş hissəsində işin aktuallığı, tədqiqatın məqsədi, qarşıda duran məsələlər, işin elmi yeniliyi, praktiki əhəmiyyəti, tətbiq sahələri təqdim edilmişdir.

Birinci fəsildə – kokslaşma prosesinin nəzəri əsasları, neft koksunun alınması, tərkibi və tətbiq sahələrinə aid məlumatlar şərh edilmiş, müxtəlif karbohidrogen xammallarının pirolizi prosesində alınan məhsulların keyfiyyət göstəriciləri, APQ-nın tərkibi, xassələri və emal istiqamətləri, naftalin və onun törəmələrinin alınma üsulları, sənaye əhəmiyyəti, haqda geniş araşdırmalar aparılmışdır.

İkinci fəsildə – istifadə olunan komponentlərin parametrləri, fiziki-kimyəvi xassələri göstərilmiş, oliqomerləşmə, kokslaşma və digər təcrübi proseslərin aparılma metodikası, istifadə olunan qurğuların təsviri və fiziki tədqiqat metodları haqqında məlumatlar verilmişdir.

Üçüncü fəsildə – APQ-nın katalitik emalı prosesinin qanunauyğunluqları, alınan məhsulların tərkibi və xassələri, katalitik emal olunmuş APQ-dən naftalinin ayrılması prosesi öyrənilmiş, eyni zamanda APQ-nın tərkibindəki alkilnaftalinlərin dealkilləşməsi yolu ilə naftalinə çevrilməsi prosesinin tədqiqinin nəticələri şərh edilmişdir.

Dördüncü fəsildə – APQ-nın ləngidilmiş kokslaşması və prosədə müxtəlif amillərin təsiri öyrənilmiş, kokslaşma məhsullarının xassələri müasir fiziki analiz metodları vasitəsilə tədqiq edilmişdir. Nanokarbonun iştirakı ilə APQ-nın kokslaşma prosesi aparılmış, onun kokslaşma məhsullarının tərkib və xassələrinə təsiri araşdırılmışdır.

İŞİN ƏSAS MƏZMUNU

APQ-nın səmərəli istifadəsini təmin etmək üçün yeni emal sxemi təklif edilmişdir. Bu üsulun məğzi APQ-nı katalitik kompleksin iştirakı ilə emal etməklə tərkibindəki doymamış karbohidrogenlərdən təmizlədikdən sonra 200-230°C fraksiyasından naftalini ayırmaqdan, >250°C fraksiyasını tədrici kokslaşma prosesinə yönəltməklə iynəvari koksun sintezini həyata keçirməkdən ibarətdir. APQ-nın emalında katalizator kimi metallik alüminium və 1,2-dixloretan əsasında sintez olunmuş katalitik kompleksdən (KTK)

istifadə edilmiş, optimal şəraitin təyin edilməsi məqsədilə oliqomerləşmə prosesi 30-90°C temperatur intervalında, katalizatorun 0,3-1,0% küt. miqdarında və 30-160 dəqiqə müddətində aparılmışdır.

Cədvəl 1

Oliqomerləşmə temperaturunun APQ-nın fraksiya tərkibinə təsiri (reaksiya müddəti - 2 saat, katalizatorun qatılığı - 0,7% küt.)

Temperatur, °C	Fraksiyaların çıxımı, % küt.	
	200-250°C	>250°C
İlkin APQ	55	45
30	51	49
50	46	54
70	35	65
80	25	75
90	24	76

Cədv.1-dən görüldüyü kimi, katalitik emal zamanı temperaturun yüksəldilməsi nəticəsində fraksiyaların kütlə payında kəskin dəyişiklik baş verir. Belə ki, 80°C temperaturda APQ-nın 200-250°C fraksiyasının çıxımında 25% küt.-yə qədər azalma və əksinə, >250°C fraksiyanın çıxımında 70% küt.-yə qədər artım müşahidə olunur. Ağır fraksiyanın miqdarının artması APQ-nın tərkibindəki doymamış karbohidrogenlərin oliqomerləşməsi hesabına yüksəkmolekullu birləşmələrin alınması ilə izah olunur. Bu temperaturda APQ-nın tərkibindəki reaksiyagirmə qabiliyyətli karbohidrogenlər, praktiki olaraq tam oliqomerləşməyə məruz qaldıqlarından, temperaturun sonrakı yüksəlişi prosesə, demək olar ki, təsir etmir.

Cədvəl 2-də optimal şəraitdə katalizatorun qatılığının APQ-nın müxtəlif fraksiyalarının oliqomerləşməsindən sonra çıxımlarına təsirinə nəticələri verilmişdir. Görüldüyü kimi, katalizatorun qatılığının 0,3% küt.-dən 1,0% küt.-yə qədər artırılması nəticəsində doymamış karbohidrogenlərin aktiv reaksiyaya girməsilə əlaqədar olaraq APQ-nın 200-250°C fraksiyasının çıxımında 24,7%küt.-dək azalma müşahidə olunur.

APQ-nın oliqomerləşməsi prosesinə reaksiya müddətinin təsiri üzrə aparılan tədqiqatlar göstərir ki, katalitik kompleksin

iştirakı ilə 2 saat müddətində doymamış karbohidrogenlərin böyük əksəriyyətinin reaksiyaya daxil olması ilə proses, praktiki olaraq başa çatır.

Cədvəl 2

Katalizatorun qatılığının APQ-nın fraksiya tərkibinə təsiri

Katalizatorun qatılığı, %	Fraksiyaların çıxımı, % küt.	
	200-250 C	>250 C
İlkin APQ	55,0	45,0
0,3	46,2	53,8
0,5	35,5	64,5
0,6	29,0	71,0
0,7	25,0	75,0
1,0	24,7	75,3

Beləliklə, aparılan tədqiqatlar nəticəsində KTK-nın iştirakı ilə APQ-nın tərkibində doymamışlığı minimuma endirmək üçün 80°C temperatur, 2 saat reaksiya müddəti, katalizatorun 0,7% küt. qatılığı optimal şərait təyin edilmişdir.

İlkin və katalitik emal olunmuş APQ fraksiyasının karbohidrogen tərkibi xromatoqrafik üsulla analiz edilmişdir (cədv.3).

Cədvəl 3

İlkin və katalitik emal olunmuş APQ-nın karbohidrogen tərkibi

Karbohidrogenlər	Emaldan əvvəl (% küt.)	Emaldan sonra (% küt.)
Naftalin	20,0	27,0
α,β-Metilnaftalin	8,28	11,19
α,β-Etilnaftalin	3,00	4,05
1,7-dimetilnaftalin	1,47	1,99
1,3-+1,6-dimetilnaftalin	4,72	6,38
2,3-dimetilnaftalin	1,24	1,68
1,4-dimetilnaftalin	0,59	0,80
1,5-dimetilnaftalin	0,70	0,95
Asenaften	6,13	8,28
Fluoren	0,80	1,08
Fenantren	4,09	5,53
Antrasen	1,42	1,92
Digər birləşmələr	4,78	20,34
ΣDoymamış birləşmələr	37,00	1,0

Cəd.3-dən göründüyü kimi, ilkin APQ fraksiyasının 40%-ni naftalin (faraksiyada naftalinin miqdarı 20%-dir) və onun törəmələri təşkil edir. KTK ilə emal edildikdən sonra fraksiyanın tərkibində olan doymamış birləşmələrin oliqomerləşməsi nəticəsində onların ağır fraksiyanın tərkibinə keçməsi hesabına bu göstərici 54,04%-ə qədər, o cümlədən naftalinin miqdarı 27%-dək yüksəlir.

Cəd.4-də APQ-nın KTK-nın iştirakı ilə oliqomerləşmə prosesinin material balansı verilmişdir.

Cədvəl 4

KTK-nın iştirakı ilə APQ-nın oliqomerləşmə prosesinin material balansı.

Götürülüb	% küt.	Alınıb	% küt.
APQ, o cümlədən:	99,3	APQ, o cümlədən:	99,3
Naftalin	19,9	naftalin (təmizlənmiş)	19,9
fr.q.b.-250°C	34,8	fr.q.b.-250°C (təmizlənmiş)	27,2
fr.>250°C	44,6	fr.>250°C	52,2
Katalitik kompleks	0,7	Katalitik kompleks	0,7
Cəmi	100	Cəmi	100

Beləliklə, təcrübi üsullarla sübut edilmişdir ki, KTK optimal şəraitdə seçici təsir göstərərək APQ-nın tərkibindəki doymamış karbohidrogenlərin oliqomerləşməsini və onların yüksəkmolekullu birləşmələrə çevrilməsini təmin edir.

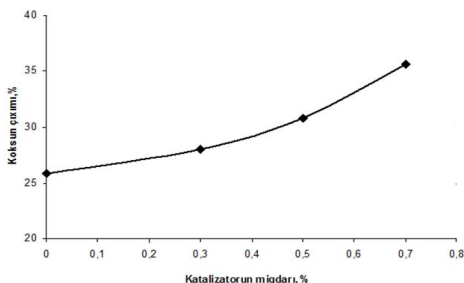
Emal olunmuş APQ katalizatorndan su vasitəsi ilə yuyulub təmizləndikdən sonra rektifikasiya olunaraq fraksiyalara ayrılmışdır. Müəyyən edilmişdir ki, katalitik emaldan sonra 200-230°C fraksiyasında naftalinin miqdarı 79,2% təşkil edir, lakin qarışıqın tərkibində digər tsiklik karbohidrogenlər – indan, dehidronaftalin, alkilnaftalinlər və s. vardır. Bu fraksiyadan naftalinin ayrılması üçün rektifikasiya üsulundan istifadə edilmiş, fraksiyalaşdırma nəticəsində təmizliyi 96,5% olan texniki naftalin alınmış, sublimə olunmaqla naftalinin təmizliyini 99,9%-ə çatdırmaq mümkün olmuşdur. Burada tionaftenlərin miqdarı 0,00001% həddindədir ki, bu da neftdən alınandan (0,00004%) xeyli aşağıdır.

Katalitik emal yolu ilə APQ-dan alınmış naftalinin təmizlik dərəcəsi, quruluş və xassələri NMR, İQ spektroskopik və kalorimetrik üsullar vasitəsilə öyrənilmişdir.

APQ-nin tərkibinə daxil olan və naftalinin alınması üçün əlavə xammal mənbəyi sayılan alkilnaftalinlərin dealkilləşməsi prosesi tədqiq olunmuş və katalitik emal nəticəsində 750°C-də birdəfəlik keçiddə xammala görə naftalinin çıxımı 39,84% təşkil etmişdir. Prosesin qanunauyğunluqları tədqiq olunmuş, optimal şərait seçilmişdir.

Katalitik emal olunmuş ağır piroliz qatranının kokslaşması prosesinin tədqiqi

Katalitik emal olunmuş APQ-dan naftalin fraksiyasını ayırıqdan sonra, qalan qalıq (>250°C) ləngidilmiş kokslaşma prosesinə uğradılmışdır. Kokslaşma prosesinə və alınan məhsulun keyfiyyət göstəricilərinə temperaturun və kokslaşma müddətinin təsiri araşdırılmışdır. Bu məqsədlə kokslaşma prosesi 410-510°C temperatur intervalında və 1-8 saat müddətində aparılmış, optimal şərait təyin edilmişdir.



Şəkil 1. Katalitik emal olunmuş APQ-dan alınan koksun çıxımının katalizatorun miqdarından asılılıq qrafiki.

Katalizatorun müxtəlif qatılıqlarında oliqomerləşdirilmiş APQ-nın kokslaşma prosesi aparılmış və alınan koksun çıxımının katalizatorun miqdarından asılılığı öyrənilmişdir. Təcrübələr göstərir ki, APQ-nın oliqomerləşmə prosesində istifadə olunan katalizatorun miqdarı doymamış karohidrogenlərin oliqomerləşmə dərəcəsi ilə yanaşı, kokslaşma prosesində alınan koksun çıxımına da təsir

göstərir (şək.1). Göründüyü kimi, ilkin APQ-nın koklaş-masından 25,84%küt. koks alındığı halda, katalizatorun 0,5% qatılı-ğında koksun çıxımı 30,8%, 0,7% qatılığında isə 35,6%-yə qədər artır. Katalizatorun aşağı qatılıqlarında (0,3-0,5%) oliqomerləşmə prosesində iştirak etməmiş doymamış birləşmələr koklaşma prosesində kimyəvi çevrilmələr nəticəsində parçalanaraq sistemdən xaric olur və nəticədə koksun çıxımı azalır.

Koklaşma müddətinin prosesə təsiri araşdırılmış (cə.d.5) və müəyyən edilmişdir ki, temperaturu 460°C-də sabit saxlamaqla, koklaşma müddətini 60 dəq.-dən 420 dəq.-yə qədər artırırdıqda, koksun çıxımı 20,1%-dən 35,6%.-ə qədər yüksəlir. Müddətin göstəri-lən intervalda uzadılması koksun tərkibindəki uçucu karbohidro-genlərin miqdarını 10,6%-dən 4,1%-dək azaldır, bu zaman koksun sıxlığı isə 687,5 kq/sm³-dən 938,0 kq/sm³-ə qədər yüksəlir. Koklaş-ma müddətinin sonrakı artımı koksun çıxımına və digər göstəricilə-rinə çox cüzi təsir göstərdiyindən, alınmış təcrübi nəticələrə əsasən, optimal koklaşma müddəti 420 dəqiqə götürülmüşdür.

Cədvəl 5

Koklaşma müddətinin koksun keyfiyyət göstəricilərinə təsiri

Göstəricilər	Koklaşma müddəti, dəq.						
	60	120	180	240	300	360	420
Kükürdün miqdarı,% küt.	0,25	0,25	0,27	0,26	0,28	0,31	0,31
Uçucu karbohidrogenlər, % küt.	10,6	9,8	7,2	5,5	4,8	4,6	4,1
Külün miqdarı, % küt.	0,25	0,25	0,23	0,22	0,22	0,21	0,20
Sıxlıq, kq/sm ³	687,5	700,0	735,9	908,5	924,6	930,8	938,0
1300°C-də közərdildikdən sonrakı sıxlıq, kq/sm ³	1890	1950	2008	2065	2089	2110	2112

Katalitik emal olunmuş APQ-dan alınan koksun çıxımına və keyfiyyət göstəricilərinə temperaturun təsiri öyrənilmişdir (cə.d.6). Cə.d.6-dan göründüyü kimi, temperatur 460°C saxlandıqda koksun çıxımı 35,6% küt. təşkil edir. 410°C-də bu göstərici 40,2% olsa da, onun tərkibində uçucu karbohidrogenlərin miqdarı, küllülük göstəricisi yüksəkdir, 1300°C-də közərdildikdən sonrakı sıxlığında

əksinə 1950 kq/cm³-dək azalma müşahidə olunmuş, APQ-nın katalitik emalından asılı olaraq, alınan koksun məsaməliliyində isə kəskin fərq qeydə alınmamışdır.

Cədvəl 6

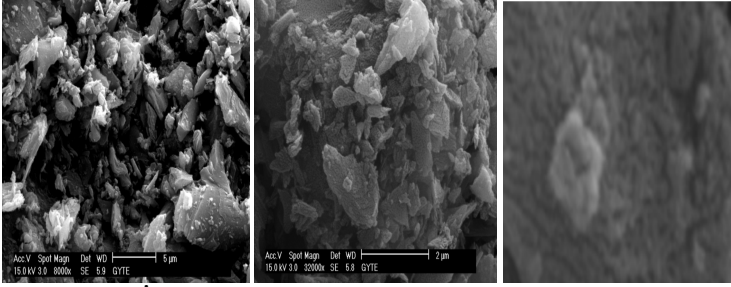
Koklaşma temperaturunun koksun keyfiyyət göstəricilərinə təsiri

Göstəricilər	Temperatur, °C		
	410	460	510
Koksun çıxımı, % küt.	40,2	35,6	34,2
Uçucu karbohidrogenlər, % küt.	10,6	4,1	4,0
Məsaməlilik, %	0,53	0,44	0,42
Külün miqdarı, % küt.	0,26	0,20	0,20
Sıxlıq, kq/sm ³	817,5	930,0	939,9
1300°C-də közərdildikdən sonrakı sıxlıq, kq/sm ³	1950	2112	2113
Kükürdün miqdarı, % küt.	0,28	0,31	0,31
Karbonun miqdarı, % küt.	88	94,2	94,7
Hidrogenin miqdarı, % küt.	7,8	5,21	4,99

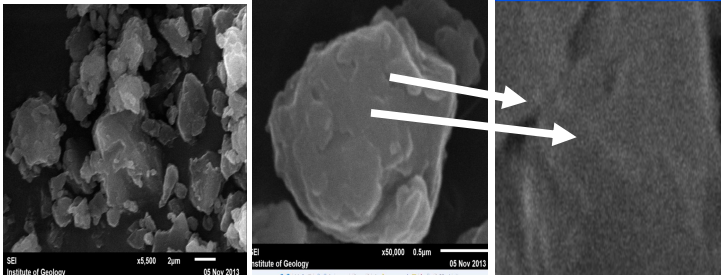
Koksun tərkib və quruluş parametrlərinin müasir fiziki üsullarla tədqiqi

İlkin və katalitik emal olunmuş APQ-nın ləngidilmiş koklaşma prosesindən alınan koksun tərkib və quruluşu müasir fiziki üsullarla tədqiq edilmişdir. Əldə edilən nəticələr göstərir ki, katalitik emal olunmaqla APQ-nın tərkibindəki kiçik molekuldu doymamış birləşmələrin uzun karbon zəncirli oliqomerlərə çevrilməsi koklaşma prosesində karbon hissəciklərinin çıxımını artırmaqla yanaşı, onda müəyyən nizamlanmış quruluşun formalaşmasına da müsbət təsir göstərir.

Koksun mikroqurluşunun atom-güc spektroskopik üsulla öyrənilməsi nəticəsində müəyyən olunmuşdur ki, emal olunmuş APQ-dən alınan koksun qranulometrik tərkibi daha bircinsdir. İlkin APQ-dən alınan koks nümunəsində karbon hissəciklərinin orta ölçüsü 81,19 nm olduğu halda, emal olunmuş APQ-dan alınan karbon hissəcikləri orta ölçüsü 17,86 nm olan məsaməli quruluşla və nisbətən kiçik ölçülü paylanma intervalı ilə xarakterizə olunur.



Şəkil 2. İlk APQ-dən alınan koksun SEM təsviri



Şəkil 3. Katalitik emal olunmuş APQ-dən alınan koksun SEM təsviri

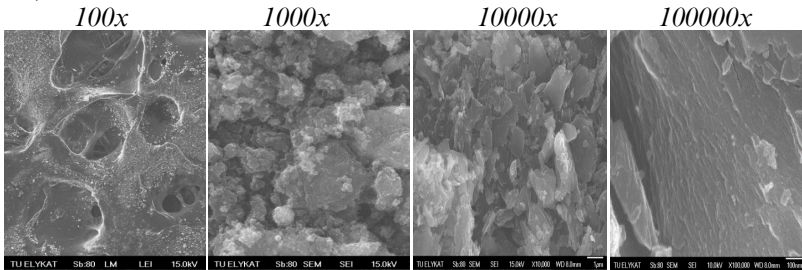
Skanedici elektron mikroskopu vasitəsilə müəyyən edilmişdir ki (şək.2 və 3), koklaşma zamanı ilkin APQ ilə müqayisədə katalitik emal olunmuş APQ-dən dənəvərləşmiş qurluşlu, hamar və bircins səthə malik karbon hissəcikləri əmələ gəlir.

Koklaşma məhsullarının istilik parametrləri kalorimetrik və termoqrammetrik (TQ), differensial termoqrammetrik (DTQ) üsullar vasitəsilə tədqiq olunmuş və göstərilmişdir ki, iki mərhələdə qeyd olunan kütlə itkisi ilkin APQ-nın koklaşma məhsulunda daha yüksəkdir (10,2%). Termoqramda katalitik emal olunmuş APQ-dən alınan koks nümunəsinin kütlə itkisinin ilkin APQ ilə müqayisədə aşağı olması, birinci halda parçalanma proseslərinə nisbətən kristallaşma və quruluş çevrilmələrinin daha yüksək olduğunu göstərir.

İlkin və katalitik emal olunmuş APQ-dan alınan koks nümunələrinin faza tərkibinin təyini üçün rentgen faza analizi (RFA) üsulundan istifadə edilmiş və nümunənin difraktoqramlarında 20-30° bucaq intervalında dispersləşmiş karbona aid enli piklər qeydə

alınmışdır. Katalitik emal olunmuş APQ-dən alınan koksun difraktoqramında digər nümunələrlə müqayisədə karbon hissəciklərinin kristallıq dərəcəsinin artması müşahidə edilmişdir.

Katalitik emal olunmuş APQ-dən alınan koks nümunəsi 1300°C temperaturda közərdildikdən sonra onun dənəvərliyi yüksəlmiş və laylı strukturun formalaşması müəyyən edilmişdir (şək.4).



Şəkil 4. 1300°C temperaturda közərdildikdən sonra koksun mikrofotəşəkilləri

Koksun element tərkibinin analizi göstərir ki, mikroelementlərin miqdarı tələb olunan normadan xeyli aşağıdır və nəzərə alsaq ki, bu metalların bir çoxu korroziya prosesində birbaşa iştirak edir, onda təklif edilən koksun, digər metodlarla alınan kokslardan üstün cəhətlərə malik olması aydın görünür.

Beləliklə, katalitik emal olunmuş APQ-nı kokslaşma prosesinə uğratmaqla dənəvərləşmiş quruluşa malik koksun sintezinin mümkünlüyü təcrübi olaraq sübut edilmişdir.

Kokslaşma zamanı alınan yan məhsulların xassələrinin tədqiqi

Məlumdur ki, kokslaşma zamanı koksla yanaşı müəyyən miqdarda qaz və maye məhsullar da əmələ gəlir. Müəyyən edilmişdir ki, müxtəlif temperaturlarda aparılan kokslaşma zamanı alınan qazların komponent tərkibi bir-birinə yaxın olsa da, miqdarca fərqlənirlər və temperaturu artırıdıda qaz komponentlərinin çıxımlarında cüzi artım müşahidə olunur. Belə ki, 430°C-də alınan qazların ümümi miqdarı 3,6%-dirsə, temperaturun 460°C-dək yüksəldilməsi nəticəsində qaz komponentlərinin miqdarı 4,1% küt.-

dək artır. Eyni zamanda, maye məhsulların, o cümlədən, ayrı-ayrı fraksiyaların çıxımlarında artım müşahidə edilmişdir.

Optimal şəraitdə ağır piroliz qatranının koklaşmasından alınan fraksiyaların çıxımı, karbohidrogen tərkibi və xassələri cəđ.7-də verilmişdir.

Cədvəl 7

Ağır piroliz qatranının koklaşmasından alınan fraksiyaların çıxımı, karbohidrogen tərkibi və xassələri

Fraksiya (qaynama başlanğıcı - 200°C)*	
Karbohidrogen tərkibi, % küt.	
Parafinlər	22,905
İzoparafinlər	20,567
Doymamış karbohidrogenlər	33,642
Naftenlər	19,267
Aromatik karbohidrogenlər	2,443
İdentifikasiya olunmamışlar	1,176
Çıxım, % küt.	21,5
Sıxlığı, q/sm ³	0,692
Oktan ədədi, t.ü. ilə	77,51
Karbonun miqdarı	85,042
Hidrogenin miqdarı	14,958
Brom ədədi, q Br ₂ /100q	63,131
Fraksiya (200 -350°C)	
Çıxım, % küt.	38,0
Sıxlığı, q/sm ³	0,875
Anilin ədədi, °C	56,0
Dizel indeksi	40,8
Yod ədədi, q I ₂ / 100q	68,2

*Koks benzini xromatoqrafik metodla tədqiq olunmuşdur

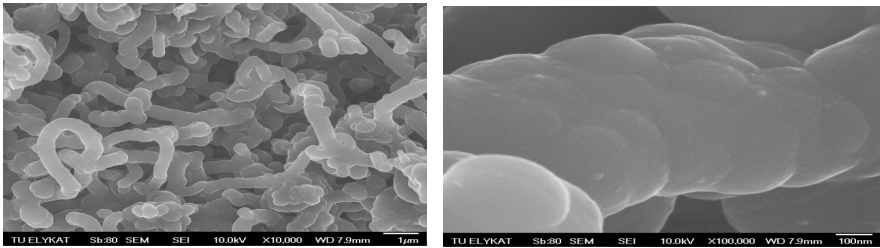
Cəđ.7-dən göründüyü kimi, benzin fraksiyasının çıxımı 21,5% və alınan benzinin oktan ədədi tədqiqat üsulu ilə 77,51 təşkil edir. Koklaşma prosesində alınan benzin fraksiyası izoparafinlər (20,567%) və naftenlərlə (19,267%) zəngindir. Orada olan aromatik karbohidrogenlərin miqdarı isə 2,443% təşkil edir. Lakin benzinin tərkibində olan qeyri-stabil doymamış karbohidrogenlər (33,642%) hava ilə təmasda olduqda, oksigenli birləşmələr əmələ gətirir ki,

onlar əvvəl benzinlərdə həll olur, zaman keçdikcə, kondensləşərək qatranlaşır və nəticədə qəhvəyi rəngli çöküntü şəklində sistemdən ayrılırlar. Bu səbəbdən koks benzinlərini əmtəə məhsuluna çevirmək məqsədilə, onları hidrogenləşmə prosesinə yönəltmək məqsədə-uyğundur.

200-350°C fraksiya aralığı məhsul olub, sıxlığı 0,875 q/sm³ bərabərdir. Bu fraksiya saxlandıqda qatran əmələ gəlməsi qeyd olunmuşdur. Distillatın 38%-ni təşkil edən dizel fraksiyası, hidrotəmizləmədən keçdikdən sonra qaz-turbin qurğularında yanacaq komponenti kimi istifadə oluna bilər.

Nanokarbonun iştirakı ilə APQ-dan koksun alınması

Çoxdivarlı nanokarbon hissəciklərinin sintezi və onların kokslaşma prosesinə təsirini müəyyənləşdirmək məqsədi ilə katalizator kimi Fe, Mn metallosen birləşmələrindən istifadə edilməklə CVD qurğusunda 920°C-də, arqon mühitində EP-300 kompleksində alınan C₅ fraksiyasının pirolizindən nanokarbon alınmış, skanedicci elektron mikroskopu ilə aparılan ölçmələr hissəciklərin uzunluğu 60-100 nm, diametri isə 3-10 nm olan borucuqlardan ibarət olmasını müəyyənləşdirmişdir (şəkl.5)

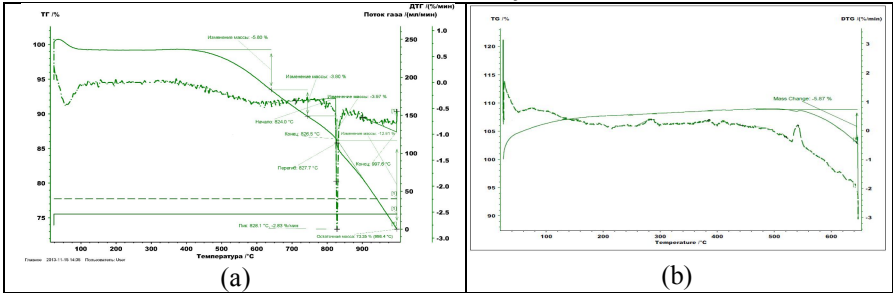


Şəkil 5. C₅ fraksiyasının T=920°C, katalizator–ferrosen iştirakı ilə pirolizindən alınan karbon nümunəsinin mikrofotografyası

Nanokarbonun istifadə edilməklə katalitik emal olunmuş APQ-nın kokslaşması prosesi aparılmış və müəyyən edilmişdir ki, APQ-ya nanokarbonun daxil edilməsi koksun çıxımına cüzi təsir göstərir. Belə ki, APQ-nın kokslaşmasından 35,6% koks alındığı halda, 0,3% nanokarbon iştirakında bu göstərici 36,0%, 0,5% nanokarbon iştirakında isə 36,7% təşkil edir. Bununla yanaşı, koksun xassələrində kəskin fərqlər özünü biruzə verməyə başlayır

və bu fərqlər müasir fiziki analiz üsulları ilə tədqiq edilmişdir. Müəyyən olunmuşdur ki, nanokarbonun miqdarı ilə koksun dispersliyi arasında xətti asılılıq mövcuddur. Nanokarbonun miqdarını xammala görə 0,3%-dən 0,5%-yə qədər artırıqda, alınan koksun dispersliyinin yüksəlməsi müşahidə edilmişdir. Bu faktı nanokarbonun koklaşma prosesində ilkin hissəciklərin yaranmasında böyük rol oynaması ilə izah etmək olar.

APQ-dən alınmış koks nümunələrinin termiki xüsusiyyətləri öyrənilmiş və müəyyənləşdirilmişdir ki, nanokarbon koksun termiki davamlılığını xeyli artırır (şək.5). Hər iki nümunədə yüksək temperaturda kütlə itkisi qeydə alınmışdır. Lakin APQ-da parçalanma 425°C-dən başlayır və intensiv xarakter daşıyarsa, 0,5% nanokarbonun iştirakı ilə alınan koksdə 545-700°C temperatur intervalında cəmi 5,87% kütlə itkisi müşahidə edilir.



APQ-nın koklaşmasından alınmış koksun TQ/DTQ ayrılışı
(a)-ilkın, (b)-0,5%küt. nanokarbonun iştirakı ilə

TQ/DTQ, SEM və RF analizlərinin nəticələrinə əsasən demək olar ki, 0,5% miqdarında nanokarbonun APQ-nın tərkibinə daxil edilməsi koksun disperslik dərəcəsini, kristallığını, termiki davamlılığını və bunlara müvafiq digər xassələrini yaxşılaşdırır.

Alınmış koks nümunələrinin mikroquruluşları ГОСТ 26132-84-a uyğun qiymətləndirilmişdir. Sistemə 0,3% nanokarbon daxil edildikdə alınan koksdə ilkin APQ-yə xas olmayan əlavə quruluş komponentlərinin yaranması baş verir və mikroquruluş 4-5 bala uyğun gəlir. Nanokarbonun miqdarının 0,5%-ə çatdırılması stabil formalaşmış quruluşun başa çatması ilə nəticələnir, orta mikroquruluş balı 9-a yüksəlir ki, bu göstərici anizotrop iynəvari koksa xas olan

xüsusiyyətdir. Emal olunmuş ağır piroliz qatranı və nanokarbonun iştirakı ilə alınan nümunələrin müqayisəsi göstərir ki, APQ-dan qarışıq – izotrop və anizotrop koksun xüsusiyyətlərini özündə cəmləşdirən, sferolit elementlərinə malik olan koks alındığı halda, 0,5% nanokarbonun sistemə verilməsi ilə axınları aydın görünən, anizotrop xüsusiyyətlərə və mikrotekstura malik olan iynəvari koksun alınması mümkündür.

Beləliklə, əldə olunan təcrübi nəticələrə əsasən demək olar ki, APQ azkükürlü elektrod koksunun alınması üçün bir xammal kimi yararlıdır, elektrod koku qarşısında qoyulan tələblərə cavab verir və neft emalı zavodunda istehsalını təşkil etməklə Respublikada elektrod koksuna olan tələbatı tam ödəmək mümkündür.

NƏTİCƏLƏR

1. Alüminium və 1,2-dixloretan əsaslı katalitik kompleks iştirakında oliqomerləşmə prosesi aparılaraq APQ-nın tərkibindən doymamış birləşmələr çıxardılmış, doymamış karbohidrogenlərin miqdarını 1,0%-ə endirmək mümkün olmuşdur. Prosesin optimal şəraiti müəyyən edilmişdir: katalizatorun miqdarı – 0,7% küt., temperatur – 80°C, reaksiya müddəti – 2 saat.
2. Müəyyən edilmişdir ki, katalitik emaldan sonra APQ-nı fraksiyalaşdırmaq (200-230°C), rektifikasiya yolu ilə qatılaşdırmaq (texniki naftalin – 96,5% küt.) və sonra sublimasiya etməklə 99,9% təmizliklə naftalin almaq mümkündür.
3. APQ-nın $\leq 250^\circ\text{C}$ fraksiyasının tərkibindəki alkilnaftalinlərin dealkilləşməsi yolu ilə naftalinə çevrilməsi prosesi tədqiq olunmuş və göstərilmişdir ki, 750°C-də birdəfəlik keçiddə xammala görə naftalinin çıxımı 39,84% təşkil edir.
4. APQ-nın $>250^\circ\text{C}$ fraksiyası (ilkin və emal olunmuş) ləngidilmiş kokslaşma prosesinə uğradılmış, prosesə müxtəlif amillərin təsiri müqayisəli tədqiq edilmiş və proses üçün optimal şərait (temperatur 460°C, reaksiya müddəti 420 dəq.) müəyyən edilmişdir.
5. APQ ləngidilmiş kokslaşma yolu ilə sferolit əsaslı mikroquruluşa malik koks alındığı halda, katalitik emal olunmuş APQ-dan bircins səthə malik dənəvərlənmiş koksun alınması fiziki analiz üsulları vasitəsilə sübuta yetirilmişdir.
6. Elektron mikroskop üsulu vasitəsilə müəyyən olunmuşdur ki, ilkin APQ-dan alınan koks nümunəsində hissəciklərin qeydə alınmış

orta ölçüsü 81,19 *nm-dirsə*, emal olunmuş APQ-dan alınan koks üçün bu göstərici 17,86 *nm-dir* və alınan koks məsaməli quruluşlu və nisbətən kiçik ölçülü paylanma intervalı ilə xarakterizə olunur.

7. Rentgenfluoresent analiz (RFA) üsulu ilə nümunələrin element tərkibi analiz edilmiş, APQ-dan (həm ilkin, həm də katalitik emaldan sonra) alınmış koksun tərkibindəki kükürd, azot və metalların miqdarının Bakı NEZ-da və daş kömür qatranından alınan kokslar ilə müqayisədə aşağı olması və bunun nəticəsində keyfiyyət göstəricilərinin (küllülük, nəzarət şkalasında ballığı və s.) yüksəlməsi müəyyən edilmişdir.

8. Katalitik emal olunmuş APQ fraksiyasının kokslaşması prosesinə 0,5% CVD üsulu ilə C₅-fraksiyasından sintez olunmuş nanokarbon hissəciklərinin daxil edilməsi nəticəsində axınları aydın görünən, anizotrop xüsusiyyətli, stabil və nizamlanmış quruluşa malik koksun alınması elektron mikroskop üsulu vasitəsilə təsdiqlənmişdir.

Dissertasiyanın nəticələri aşağıdakı elmi əsərlərdə əks olunmuşdur:

1. K.M.Qasimova, G.F.Qasimova, S.M.Ələsgərova, V.Ş.Ağayev. Alüminium və dixloretan əsasında alınmış nanostrukturulu katalizatorun iştirakı ilə elektrod koksunun alınması / Ümum-milli lider H.Əliyevin anadan olmasının 89-cu il dönümünə həsr olunmuş doktorant, magistr və gənc tədqiqatçıların “Kimyanın aktual problemləri” VI Respublika elmi konfransının materialları, Bakı-2012, s.89.
2. H.C.İbrahimov, G.F.Qasimova, İ.V.Kolçikova, Z.M.İbrahimova. Ağır piroliz qatranı əsasında elektrod koksunun alınması / akademik Ə.M.Quliyevin 100 illik yubileyinə həsr olunmuş Respublika elmi konfransı, Bakı-2012, s.95.
3. M.И.Рустамов, Х.Д.Ибрагимов, Г.Ф.Гасымова, З.М.Ибрагимова, И.В.Кольчикова. Изучение влияния каталитической переработки тяжелой смолы пиролиза на характер физико-химических показателей и ее молекулярно-массового распределения / VIII Бакинской международной Мамед-алиевской конференции по нефтехимии. 3-6 октября, Баку-2012, с.342-343.
4. H.C.İbrahimov, Z.M.İbrahimova, İ.V.Kolçikova, G.F.Qasimova, K.F.Qasimova. Ağır piroliz qatranından elektrod koksunun alınması haqqında / 1st International Chemistry and Chemical Engineering Conference, 2013, Baku Azerbaijan, p.154.

5. Х.Д.Ибрагимов, М.И.Рустамов, З.М.Ибрагимова, К.М.Касумова, Г.Ф.Касумова, И.В.Кольчикова. Переработка тяжелой смолы пиролиза производства ЭП-300 с целью получения высококачественного кокса / II Российский конгресс по катализу «РОСКАТАЛИЗ», Новосибирск, 2014, 2-5 октября 2014 г., с.301.
6. H.C.İbrahimov, Z.M.İbrahimova, G.F.Qasimova, K.F.Qasimova, A.V.Nəsənova. Ağır piroliz qatranı elektrod koksunun alınması prosesində xammal kimi / 1st International Scientific Conference of young scientists and specialists. The role of multidisciplinary approach in solution of actual problems of fundamental and applied sciences. Dedicated to the Oil Workers Day of Azerbaijan Republic and 20th anniversary of the Contract of the Century. Baku Azerbaijan. 15-16 October, 2014, p.443-445.
7. Х.Д.Ибрагимов, Н.М.Сеидов, З.М.Ибрагимова, Г.Ф.Гасымова, С.М.Алескерова, В.Ш.Агаев. Перспективы производства нефтяного кокса // Химические проблемы, 2012, №2, с.151-162.
8. Х.Д.Ибрагимов, З.М.Ибрагимов, Г.Ф.Гасымова, И.В.Кольчикова. Некоторые особенности получения кокса из тяжелой смолы пиролиза // Azərbaycan Respublikasının Gənclər və İdman Nazirliyi. Gənc alimlərin əsərləri, №7, 2013, s.76-84.
9. Х.Д.Ибрагимов, М.И.Рустамов, З.М.Ибрагимова, И.В.Кольчикова, К.М.Касумова, Г.Ф.Касумова. Новые каталитические системы переработки жидких продуктов пиролиза // Перспективные направления исследований в области нефтепереработки и нефтехимии (Сборник обзорных статей ИНХП НАНА). Баку-2013, с.27-60.
10. H.C.İbrahimov, Z.M.İbrahimova, K.M.Qasimova, İ.V.Kolçikova, G.F.Qasimova, Ş.A.Əlizadə, A.V.Nəsənova, S.M.Ələsgərova. Alüminium və keçid metallar əsasında yeni bimetalik katalitik komplekslərin sintezi / Gəncə Dövlət Universiteti. Ümummillî lider Heydər Əliyevin anadan olmasının 91-ci ildönümünə həsr olunmuş “Müasir biologiya və kimyanın aktual problemləri” elmi konfransı. 12-13 may 2014, Gəncə-2014, s.227-230.
11. Х.Д.Ибрагимов, З.М.Ибрагимова, Г.Ф. Касумова, К.М.Касумова, И.В.Кольчикова. Новый способ переработки отходов производства ЭП-300 с целью получения высококачественного кокса // Azərbaycan Milli Elmlər Akademiyası

- Y.H. Məmmədəliyev adına Neft-Kimya Prosesləri İnstitutu. Neft kimyası və neft emalı prosesləri, 15.2(58), 2014, s.124-133.
12. H.C.İbrahimov, Z.M.İbrahimova, G.F.Qasımova, İ.V.Kolçikova, K.M.Qasımova. Koksun alınmasında istifadə olunan ağır piroliz qatranının bəzi fiziki-kimyəvi xassələrinin tədqiqi // Qafqaz Universiteti jurnalı, 2013, v.1, №2, s.116-119.
 13. H.J.Ibragimov, Z.M.Ibragimova, K.M.Gasimova, G.F.Gasimova, I.V.Kolchikova, E.V. Kondrotenko. The new method of obtaining high quality coke from heavy pyrolysis resin // Journal of Advances in Chemistry, 2014, v.10, №4, p.2609-2616.
 14. H.C.İbrahimov, Z.M.İbrahimova, K.M.Qasımova, G.F.Qasımova, B.M.Əliyev, İ.V.Kolçikova, N.Q.Quliyev. Ağır piroliz qatranından katalitik emal yolu ilə elektrod koksunun alınması prosesinin tədqiqi / Akademik S.C.Mehdiyevin 100 illik yubileyinə həsr olunmuş Respublika Elmi-Praktiki Konfransı. 2-3 dekabr 2014-cü il, Bakı Azərbaycan, s.9-13.
 15. X.Д.Ибрагимов, К.М.Касумова, Г.Ф.Касумова, З.М.Ибрагимова, И.В.Кольчикова, А.Э.Алиева, Р.Г.Ахмедова. Эффективные способы переработки жидких продуктов пиролиза низкооктанового бензина // Azərbaycan Milli Elmlər Akademiyası Y.H.Məmmədəliyev adına Neft-Kimya Prosesləri İnstitutu. Neft kimyası və neft emalı prosesləri,15, 4(60), 2014, s.382-388.
 16. H.C.İbrahimov, Z.M.İbrahimova, G.F.Qasımova, İ.V.Kolçikova, K.M. Qasımova, A.B.Həsənova, S.M.Ələsgərova. Ağır piroliz qatranının koklaşması və alınan məhsulların fiziki xassələrinin tədqiqi haqqında / Gəncə Dövlət Universiteti. Ümummillə lider Heydər Əliyevin anadan olmasının 92-ci ildönümünə həsr olunmuş “Müasir biologiya və kimyanın aktual problemləri” elmi konfransı. 05-06 may 2015, Gəncə-2015, s.300-303.
 17. H.J.Ibragimov, Z.M.Ibragimova, G.F.Gasimova, A.B.Hasanova, S.A.Alizadeh, Gasimova K.M. Studying the process of getting electrode coke from the heavy pyrolysis resin by the catalytic processing way / akademik T.Şaxtaxtinskiyin 90 illik yubileyinə həsr olunmuş Respublika Elmi Konfransı, Bakı, 2015, s.48.

Исследование процесса получения электродного кокса из тяжелой смолы пиролиза

РЕЗЮМЕ

Известно, на основе тяжелой смолы пиролиза возможно получение нафталина, нефтяных пеков, нефтеполимерных смол, технического углерода, кокса, высокооктановых компонентов автобензина и т.д., что позволяет повысить рентабельность этиленовых производств с одновременным обеспечением сырьевых потребностей предприятий химической и нефтехимической промышленности. Цель представленной работы состоит в осуществлении каталитической переработки тяжелой смолы пиролиза (ТСП), отделении от нее путем ректификации нафталиновой фракции с дальнейшим выделением чистого нафталина, получении из остаточной части качественного кокса методом замедленного коксования и изучении физико-химических свойств полученных продуктов современными методами анализа. Для достижения поставленной цели осуществлен процесс олигомеризации непредельных углеводородов в составе ТСП с участием каталитического комплекса КТК, в результате которого удалось снизить содержание непредельных углеводородов до 1,0% масс. Проведена ректификация ТСП и сублимацией нафталина из нафталиновой фракции получен нафталин с чистотой 99,9%.

Фракция ТСП >250°C была подвержена процессу замедленного коксования, изучено влияние различных параметров на процесс. Физическими методами анализа установлено, что в то время как путем замедленного коксования исходной ТСП образуется кокс со сферолитической основой микроструктуры, из каталитически обработанной ТСП образуется гранулированный кокс с однородной поверхностью. Выявлено, что в сравнении с коксами, полученными из каменноугольной смолы, а также с Бакинского НПЗ, коксы, полученные из ТСП (как до так и после каталитической обработки) содержат в своем составе меньшее количество серы, азота и металлов, в результате чего наблюдается улучшение их качественных показателей (зольность, бальность по контрольной шкале и т.д.).

Результаты, полученные с помощью сканирующего электронного микроскопа доказывают, что при введении в состав сырья коксования (каталитически обработанной ТСП) 0,5% масс наночуглерода, полученного в лабораторных условиях из фракции C₅ методом CVD, образуется кокс стабильной и упорядоченной структуры с ясно видимыми потоками, обладающий анизотропными свойствами и микротекстурой.

G.F.Gasimova

Investigation of the process of obtaining electrode coke from heavy pyrolysis tar

SUMMARY

As it known, on the base of heavy pyrolysis resin, it is possible to obtain naphthalene, oil pitches, oil-polymer resins, carbon black, coke, high octane number components of gasoline and so on, which are allow to elevate the efficiency of ethylene production and also provide chemical and petrochemical plants with raw materials needs. Main aim of the presented work is consist of catalytic treatment of heavy pyrolysis tar (HTP), removing of naphthalene from fraction via rectification, synthesizing of qualitative electrode coke from residual via coking and investigation of physico-chemical characteristics of obtained products with modern analysis methods. For the achieving of these aims elemental, fraction and hydrocarbon content of heavy pyrolysis tar were studied and oligomerisation process of unsaturated hydrocarbons inside the HTP was done in the presence of catalytic complex (CTC), synthesized on the base of 1,2-dichlorethane, after treatment it was possible to decrease the amount of unsaturated hydrocarbons to 1,0% wt. Optimal conditions were determined for the process, 99,9% wt. pure naphthalene was obtained via fractionating, rectificating and sublimating of HTP, which was catalytically treated.

t>250°C fraction (initial and after treatment) of HTP was underwent to delayed coking process and influence of various parameters to the process was investigated. Via physical analysis methods it was established that after delayed coking of initial HTP-spherulite based microstructure coke, but from delayed coking of catalytic treated HTP- grained coke with homogeneous surface are being obtained. It was revealed that the amount of sulphur, nitrogen and metals inside the cokes which were obtained from HTP (both-initial and after catalytic treatment) are less in comparison to cokes from Baku Oil Refinery and from bituminous coal tar, in this reason qualitative datas (ash-content, point on control scale) of coke from HTP are more suitable. With the including of 0,5% wt. nanocarbon particles synthesized via CVD method from C₅ fraction to the coking process of catalytic treated HTP, obtaining of stable and regular –anisotropy structure coke was proved, experimentally.

**НАЦИОНАЛЬНАЯ АКАДЕМИЯ НАУК АЗЕРБАЙДЖАНА
ИНСТИТУТ НЕФТЕХИМИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ
ИМ. АКАДЕМИКА Ю. Г. МАМЕДАЛИЕВА**

На правах рукописи

ГЮЛЬНАР ФАЗИЛ кызы КАСУМОВА

**ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ
ЭЛЕКТРОДНОГО КОКСА ИЗ ТЯЖЕЛОЙ СМОЛЫ
ПИРОЛИЗА**

Специальность: 3321.01 – Технология переработки нефти,
газа и каменного угля

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
доктора философии по химическим наукам

Баку-2015