

XI

AK 11
A-2926

АКАДЕМИЯ НАУК ЭСТОНСКОЙ ССР
ИНСТИТУТ ХИМИИ

И. А. УСК

КАНДИДАТ ХИМИЧЕСКИХ НАУК

ОБ ИЗГОТОВЛЕНИИ БИТУМА ИЗ
ТЯЖЁЛОЙ СМОЛЫ ТУННЕЛЬНЫХ
ПЕЧЕЙ СЛАНЦЕПЕРЕГОННОГО
ЗАВОДА КИВИЫЛИ



ГИЗ „НАУЧНАЯ ЛИТЕРАТУРА“

XI A-2926

АКАДЕМИЯ НАУК ЭСТОНСКОЙ ССР
ИНСТИТУТ ХИМИИ

И. А. УСК

КАНДИДАТ ХИМИЧЕСКИХ НАУК

ОБ ИЗГОТОВЛЕНИИ БИТУМА ИЗ
ТЯЖЁЛОЙ СМОДЫ ТУННЕЛЬНЫХ
ПЕЧЕЙ СЛАНЦЕПЕРЕГОННОГО
ЗАВОДА КИВИЫЛИ

С ПРЕДИСЛОВИЕМ ДЕЙСТВИТЕЛЬНОГО ЧЛЕНА АН ЭССР

П. К. КОГЕРМАН



ГИЗ „НАУЧНАЯ ЛИТЕРАТУРА“

ТАРТУ, 1949

Предисловие.

Колоссальные темпы развития народного хозяйства и промышленности в СССР, в особенности в период послевоенной сталинской пятилетки, неразрывно связаны с развитием транспорта во всех его отраслях. Наряду с железными (рельсовыми) дорогами, не менее важную роль в жизни страны играют шоссейные и другие безрельсовые дороги. С увеличением тоннажа в автотранспорте повышаются требования к материалам и к строительству дорог.

Одним из важнейших материалов при строительстве современных безрельсовых дорог и городских улиц является природный и нефтяной асфальт или их заменители.

В условиях Советской Эстонии единственным местным битумным материалом является сланцевый битум, который применяется как вяжущий материал для обработки гравийных, щебёночных и грунтовых покрытий, а также в взамен асфальтобетона, как сланце-асфальтовый бетон.

Из жидких продуктов полукоксования сланцев до 30% можно использовать для производства сланцевого битума. До Великой Отечественной войны сланце-перегонными заводами Эстонии выпускались разные сорта т. н. сланцевых эстобитумов, которые нашли широкое применение в дорожном строительстве. Однако недостатком этих эстобитумов является их относительно лёгкая окисляемость даже при низких температурах. Создалось впечатление, будто из сланцевой смолы нельзя получить стабильных битумов, соответствующих нормам, предъявляемым для нефтяных асфальтов.

После установления советской власти в Эстонии открылись широкие перспективы и возможности для научно-исследовательской работы во всех областях науки, техники и народного хозяйства. Руководитель сектора горючих сланцев Института Химии Академии Наук Эстонской ССР, кандидат химических наук И. А. Уск, в течение нескольких лет исследовал методы получения стабильных битумов на базе сланцевой смолы.

В результате наших опытов выяснилось, что лёгкая окисляемость и

нестабильность сланцевых битумов не является каким-нибудь специфическим свойством эстонских сланцевых продуктов, но зависит от метода и технологического режима производства. Приведённые экспериментальные данные показывают, что из смолы Прибалтийских горючих сланцев можно получить относительно стабильные битумы и сланце-асфальтовый бетон, не уступающий по качеству нефтяным асфальтам. Народно-хозяйственное значение этого вывода вполне ясно: при применении высококачественного битумного материала в дорожном строительстве можно избавиться от частых ремонтов дорог, продлить во много раз период эксплуатации их и тем сберечь значительные суммы денег наших трудящихся.

Октябрь 1948 г.

П. К. КОГЕРМАН,

директор Института Химии АН ЭССР

I. Введение.

Если ещё в XIX веке натуральный асфальт занимал доминирующее место в продукции асфальтовых битумов, то в XX веке картина резко изменяется. По данным Н. Н. Файнгара¹⁾ мировая продукция нефтяных и натуральных асфальтовых битумов в 1929 г. была 5.744.500 т в том числе натурального асфальт-битума только 349.400 т или 6,6%. В 1930 г. общая продукция асфальтовых битумов была 5.438.600 т. причём, однако, доля натурального асфальта составляла всего лишь 299.600 т или 5,5%. Из этих данных видно, что относительное значение натурального асфальт-битума уменьшается вследствие непрерывно возрастающей продукции искусственных асфальтовых битумов. Так как потребляемое количество асфальтовых битумов, особенно для строительства дорог, превышает количество, которое можно получить из нефти, то возникает необходимость использовать для строительства дорог все битуминозные остатки²⁾.

В Эстонии вопрос о производстве сланцевых асфальт-битумов был поднят в связи с возникновением сланцеперегонной промышленности. Первые опыты изготовления сланцевых асфальт-битумов были направлены на то, чтобы превратить органическое вещество сланца, совместно с его минеральной частью, в асфальт. Например, по патенту химического завода „Р. Майер“ и Якоби³⁾ вырабатывался только асфальт. Сущность патента заключается в том, что сланец во время нагревания при температуре 100—360° Ц под давлением 5—12 атмосфер превращается в асфальт. Но, к сожалению, отсутствуют сведения о свойствах полученного асфальта. По следующему патенту завода „Р. Майер“ и Трампедаха⁴⁾ работали уже при атмосферном давлении, но к слан-

¹⁾ Файнгар Н. Н. — Обзор состояния асфальтового дела в СССР. Москва, 1934.

²⁾ Иголкин И.И. — Изыскивать заменители битума. Строительство дорог, 5 (1947), стр. 10.

³⁾ Р. Майер и Якоби — Эстонский патент 471, 1925.

⁴⁾ Р. Майер и Трампедах — Эстонский патент 570, 1925.

цу прибавляли тяжёлое масло, для лучшей теплопроводности и предохранения от пригорания асфальта к стенкам реторты. По этому способу старались получить, кроме асфальта, ещё различные масла.

Этой же цели, то есть получения асфальта непосредственно из горючего сланца, старается достичь и Клевер¹⁾.

Я. Копвиллем²⁾ предложил метод, при котором в качестве асфальта используется остаток от гидрирования горючего сланца. При этом из гидрированной массы горючего сначала отгоняют бензин, а затем более тяжёлые масла в вакууме. Остаток представляет собой асфальт.

М. Файнгар, А. Тишина, Л. Ефремова и Л. Урусов изучали получение битума из кашпирских сланцевых смол продуванием воздуха при 250° Ц³⁾.

Эти отдельные работы были проведены вне сланцеперегонной промышленности. Большую работу по изучению возможностей производства сланцевых асфальт-битумов провела сланцеперегонная промышленность. К сожалению, эти работы в полном объёме не стали известны.

Исследовательские работы по вопросам сланцевых асфальт-битумов и асфальтов, проведённые на первом эстонском предприятии в Кохтла-Ярве, изложены в труде К. Лутса⁴⁾ и в докторской диссертации А. Пуксова⁵⁾. А. Пуксов в своей работе изучает получение асфальта непосредственно из горючего сланца, и асфальт-битума из сланцевой смолы и рассматривает асфальт-битумы из дестилляционных остатков. Работа содержит аналитические данные, т. е. определения элементарного состава, молекулярных весов, иодных чисел и т. д. Но в работе отсутствует характеристика технических свойств полученных асфальт-битумов. В работах Пуксова, Лутса и других не обращено внимания на влияние температуры и количества продуваемого воздуха при процессе продувания на свойства асфальтовых битумов.

Проф. К. А. Хэпфнер⁶⁾ даёт технический анализ эстонских сланцевых асфальт-битумов (эстобитумов). Приводим для обзора характер-

1) Клевер Х. В. — Эстонский патент 617, 1927.

2) Kowwillem J. — Über die thermale Zersetzung von Estländischem Olschiefer-Kukersit. Acta et Commentationes Universitatis Tartuensis (Dorpatensis), A XVI, 6 (1929).

3) „Горючие сланцы“, № 1, 1932, стр. 35.

4) Luts K. — Der Estländische Brennschiefer-Kukersit, seine Chemie, Technologie und Analyse, Tartu 1934, стр. 238—252.

5) Пуксов А. — Асфальт из горючего сланца (на эстонском яз.), диссертация (1930), Тартуский Государственный Университет.

6) Hoepfner K. A. — Über die Untersuchung von estnischen Brennschiefer — Asphalten unter Anwendung einiger neuartiger Verfahren. Berlin, 1932.

ные данные о свойствах сланцевых асфальт-битумов по проф. Хэпфнеру в таблице 1.

Таблица 1.

Анализы тяжёлой смолы и асфальт-битума из эстонского горючего сланца по проф. Хэпфнеру.
(Температура в °Ц)

		Тяжёлые смолы		Эстобитумы			
		В	С	А	В	С	Д
1.	Удельный вес при 25°	1,066	1,070	1,076	1,076	1,097	1,102
2.	Температура вспышки	180	183	182	198	198	204
3.	Температура размягчения по Кремер-Сарнову	5,5	9,5	14,5	25	37	54
4.	Температура размягчения по кольцу и шару	15,5	20,5	24,5	35,5	49,5	66,5
	Потеря в весе при нагревании 50 г вещества в медной чашке Ø 128 мм, в продолжение 5 ч., при 163° в %	8,64	7,64	8,6	5,1	6,0	1,6
5.	Температура размягчения после нагревания (163°) по Кремер-Сарнову	29,5	31,5	40	44	62,5	71
	Температура размягчения после нагревания (163°) по кольцу и шару	42,5	44	52	57	77,5	84,5
6.	Повышение температуры размягчения при нагревании (163°) по Кремер-Сарнову	24,0	22,0	25,5	19,0	25,5	17
	Повышение температуры размягчения при нагревании (163°) по кольцу и шару	27,0	23,5	27,5	21,5	28,0	18,0
7.	Потеря в весе при нагревании 50 г вещества в медной чашке Ø 128 мм, в продолжение 5 ч., при 123°	3,9	3,3	3,2	1,5	1,7	0,4
8.	Температуры размягчения после нагревания (123°) по Кремер-Сарнову	15,5	18,5	24,5	31,5	45	58,5
	Точка размягчения после нагревания (123°) по кольцу и шару	26,5	30,5	36,5	44	56,5	70,5
9.	Повышение температуры размягчения после нагревания (123°) по Кремер-Сарнову	10,0	9,0	10,0	6,5	8	4,5
	Повышение точки размягчения после нагревания (123°) по кольцу и шару	11,0	10,0	12,5	8,5	7,0	4,0

Как видно из данных таблицы, потери в весе при нагревании до 163° Ц колебались у эстобитумов в пределах 1,6—8,6%, а повышение тем-

пературы размягчения после нагревания колебалось в пределах 18—28° Ц.

По действующим нормам на асфальтовые битумы потеря в весе при нагревании не должна превышать 2%, а повышение температуры размягчения после нагревания должно быть меньше 10° Ц.

Из данных анализа видно, что эстобитумы далеко отстают от норм на асфальтовые битумы из нефти. Сообразно этому, проф. Хэпфнер помещает эстобитумы в особый класс между асфальт-битумами из остатков нефти и каменноугольной смолой и рекомендует пользоваться эстобитумами в смеси с каменноугольной смолой. Этим он желает предохранить эстобитумы от сгущения и отвердения при действии кислорода воздуха. Далее, проф. Хэпфнер находит, что уменьшение вязкости при нагревании у эстобитумов происходит быстрее, чем у нефтяных асфальт-битумов, и поэтому эстобитумы при строительстве дорог, т. е. при смешении с минеральным материалом, не нуждаются в нагревании до такой высокой температуры, как нефтяные асфальтовые битумы. Вследствие этого проф. Хэпфнер предлагает провести у эстобитумов определение потери в весе при нагревании до 123° Ц, вместо предвиденных в нормах 163° Ц.

Как видно из данных таблицы 1, потери при нагревании у эстобитумов даже при 123° Ц составляют 0,4—3,2%, а повышение температуры размягчения, вызванное нагреванием, колеблется от 4,5 до 10° Ц.

На таком уровне осталось качество эстонских сланцевых асфальт-битумов по настоящее время, за исключением, может быть, отдельных случаев.

Если бы определение потери в весе при нагревании показывало нам только процент потери от испарения и повышение вязкости или температуры размягчения битума в зависимости от степени испарения или улетучивания, то можно было бы согласиться с проведением испытания при температуре 123° Ц. Потеря от испарения или улетучивания в размере 1% вызывает у асфальтовых битумов повышение температуры размягчения в среднем на 0,8° Ц (см. экспериментальная часть), независимо от того, проводится ли нагревание при 163° Ц или при 123° Ц. Но повышение температуры размягчения битума, вызываемое нагреванием, зависит не только от испарения, но и от полимеризации и окисления асфальт-битума. Повышение температуры размягчения в зависимости от окисления и полимеризации увеличивается с повышением температуры испытания. Значит, нагревание является также мерой неизменяемости или стабильности асфальтового битума в зависимости от темпе-

ратуры. Чем меньше повышение температуры размягчения при нагревании, тем стабильнее асфальт-битум.

Исходя из предыдущего, мы не вправе требовать для сланцевого асфальт-битума более лёгких условий испытания и в связи с этим помещать его по качеству в особый класс, ниже по сравнению с нефтяными асфальтовыми битумами. Наша задача должна заключаться в том, чтобы изготавливать сланцевые асфальт-битумы такого качества, которое позволило бы поместить их по их свойствам в общую номенклатуру асфальтовых битумов.

Количество тяжёлой смолы, получаемое при швелевании горючего сланца, которое следует переработать на асфальтовые битумы, составляет, в зависимости от системы швелевания, 20-35% от общей продукции сланцевой смолы. Таким образом, проблема производства асфальт-битумов из сланцевых тяжёлых смол охватывает $\frac{1}{3}$ общей продукции сланцевой смолы и является актуальной как для самой сланцевой промышленности, так и для народного хозяйства вообще.

Целью настоящей работы, исходя из тяжёлой смолы туннельных печей сланцеперегонного завода Кивиыли, является выяснение следующего:

1. Какими свойствами обладает остаток прямой гонки с точки зрения производства асфальтовых битумов?
 2. Какими свойствами обладает остаток вакуумной дистилляции с точки зрения производства асфальтовых битумов?
 3. Влияние температуры на свойства асфальт-битумов, полученных из тяжёлой смолы продуванием воздуха.
 4. Влияние количества продуваемого воздуха на свойства асфальтовых битумов.
 5. Анализ полученных экспериментальных данных и их оценка.
- В дальнейшем вместо выражения „сланцевые асфальтовые битумы“ применяется просто термин „битум“.

II. Анализ тяжёлой смолы туннельных печей сланцеперегонного завода Кивиыли.

Полученная для проведения настоящей работы проба тяжёлой смолы из сланцеперегонного завода Кивиыли обладала следующими свойствами:

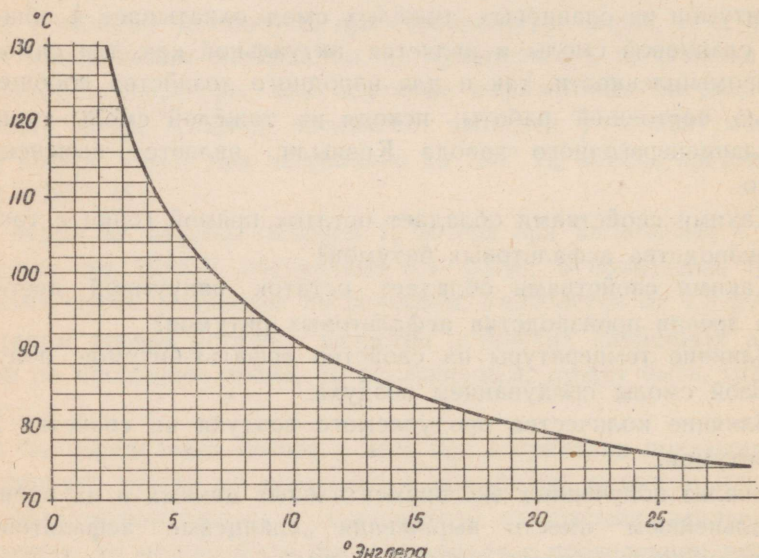


Рис. 1. Вязкость тяжёлой смолы туннельных печей сланцеперегонного завода Кивиыли.

1. Удельный вес при 20° Ц	1,061.
2. Вязкость: при 75° Ц	27,3° Энглера
" 85° "	14,6° "
" 95° "	8,2° "
" 100° "	6,5° "
" 110° "	4,3° "
" 120° "	3,1° "
" 130° "	2,4° "

На основании полученных данных вязкости составлена температурная кривая вязкости (см. рис. 1).

3. Температура размягчения по Кремер-Сарнову	1,2° Ц.
4. Содержание золы	0,06%.
5. Потеря при нагревании, 5 часов, 163° Ц, медная чашка Ø 128 мм	4,0%.
6. Температура размягчения по Кремер-Сарнову после нагревания	17,1° Ц.
7. Повышение температуры размягчения при нагревании	15,9° „.
8. Температура вспышки по Маркуссону	198,0° „.

4. Повышение температуры размягчения по Кремер-Сарнову, вызванное нагреванием	14,0° Ц.
5. Пенетрация после нагревания:	
при 25,0° Ц	12,0°
„ 30,0° „	19,2°
„ 35,0° „	34,5°
„ 37,5° „	47,1°
„ 40,0° „	62,1°
6. Остающаяся пенетрация после нагревания от первоначальной	21%.
Удельный вес дистиллята при 20° Ц	0,984.

2. Дистилляция № 2.

Дистилляцию провели, как и в предыдущем случае, в колбе Клайзена ёмкостью в 500 мл, но перегнали только 27,7% от исходной смолы.

Пересчитав на безводную исходную смолу, получили: дистиллята — 25,1%, остатка — 72,4%; потери при дистилляции составили 2,5%.

Удельный вес дистиллята при 20° Ц 0,988.

Свойства остатка:

1. Удельный вес при 20° Ц	1,094.
2. Температура размягчения по Кремер-Сарнову	25,5° Ц
„ „ „ кольцу и шару	36,5° „
3. Пенетрация: при 10° Ц	20,0°
„ 15° „	46,4°
„ 20° „	95,0°
„ 25° „	187,6°
4. Потеря в весе при нагревании (163° Ц, медная чашка Ø 128 мм)	1,22%.
5. Температура вспышки по Маркуссону	225,0° Ц.

Свойства остатка от перегонки после нагревания:

1. Температура размягчения по Кремер-Сарнову	38,3° Ц.
„ „ „ кольцу и шару	49,7° „
2. Повышение температуры размягчения по Кремер-Сарнову	12,8° „
Повышение температуры размягчения по кольцу и шару	13,2° „

при 35,0° Ц	52,1°
„ 40,0° „	95,0°

4. Процент остающейся после нагревания пенетрации — 22.

4. Дестилляция № 4.

Дестилляцию провели, как и в предыдущих опытах, в полулитровой колбе Клайзена; получили дестиллята с водой 15,1%.

Пересчитав на безводную исходную смолу, получили: дестиллята — 14,6%, остатка — 83,7%; потери при дестилляции составили 1,7%.

Удельный вес дестиллята при 20° Ц 0,966.

Свойства дестилляционного остатка:

1. Удельный вес при 20° Ц 1,084.
 2. Температура размягчения по Кремер-Сарнову 18,5° Ц.
 - „ „ „ кольцу и шару. 29,3° „
 3. Пенетрация: при 10° Ц 53,7
 - „ 15° „ 118,0
 - „ 20° „ 240,0
 4. Потеря в весе при нагревании (163° Ц, медная чашка
 Ø 128 мм) 1,74%.
 5. Температура вспышки по Маркуссону 217,0° Ц.
- Свойства остатка после нагревания:
1. Температура размягчения по Кремер-Сарнову 31,5° Ц.
 - „ „ „ кольцу и шару 42,0° „
 2. Повышение температуры размягчения по Кремер-Сар-
 нову 13,0° „
- Повышение температуры размягчения по кольцу и шару 12,7° „
3. Пенетрация после нагревания:

при 10° Ц	12,3°
„ 15° „	22,2°
„ 20° „	46,5°
„ 25° „	93,8°
„ 30° „	174,6°

4. Процент остающейся после нагревания пенетрации — 20.

5. Дестилляция № 5.

Дестилляцию провели в полулитровой колбе Клайзена. Отогнали дестиллята с водой 28,3%.

Пересчитав на безводную исходную смолу, получили: дестиллята — 27,7%, остатка — 69,1%; потери при дестилляции составили 3,1%.

Удельный вес дестиллята при 20° Ц 0,975.

Свойства дестилляционного остатка:

1. Удельный вес при 20° Ц 1,107.
2. Температура размягчения по Кремер-Сарнову 31,5° Ц.
- " " " кольцу и шару 42,5° "
3. Пенетрация: при 15,0° Ц 19,0°,
 " 20,0° " 39,0°,
 " 25,0° " 81,3°,
 " 30,0° " 156,9°,
 " 32,5° " 215,0°.

4. Потеря в весе при нагревании (163° Ц, медная чашка
 Ø 128 мм) 1,18%.

5. Температура вспышки по Маркуссону 221° Ц.

Свойства дестилляционного остатка после нагревания:

1. Температура размягчения по Кремер-Сарнову 43,8° Ц.
- " " " кольцу и шару 54,8° "

2. Повышение температуры размягчения по Кремер-Сар-
 нову 12,3° Ц

Повышение температуры размягчения по кольцу и шару 12,3° "

3. Пенетрация после нагревания:

- при 20,0° Ц 11,0°,
- " 25,0° " 19,0°,
- " 30,0° " 34,0°,
- " 32,5° " 45,0°,
- " 35,0° " 65,1°,
- " 40,0° " 119,3°.

4. Процент остающейся после нагревания пенетрации — 23.

Как видно из данных таблицы, температура размягчения дестилляционных остатков при атмосферном давлении по Кремер-Сарнову повысилась в среднем на $0,91^{\circ}\text{C}$ при отгонке 1% дестиллята, и в случае дестилляции с форсированной скоростью — на $0,82^{\circ}\text{C}$. При вакуумной дестилляции повысилась температура размягчения дестилляционных остатков на $0,66^{\circ}\text{C}$ при отгонке 1% дестиллята.

При определении потери в весе при нагревании, происходит также перегонка. Поэтому мы можем считаться с вышеуказанным повышением температуры размягчения и в случае определения потери в весе при нагревании.

Среднее повышение температуры размягчения (по Кремер-Сарнову) дестилляционных остатков, как вакуумных, так и полученных при атмосферном давлении, при перегонке 1% дестиллята составляет $(0,91 + 0,66) : 2 = 0,78$, или округлённо $0,8^{\circ}\text{C}$. Таким образом, можно считать, что потеря при нагревании в количестве 1% сопряжена с повышением температуры размягчения по Кремер-Сарнову на $0,8^{\circ}\text{C}$.

Потери от испарения вызывают лишь незначительное повышение температуры размягчения, тогда как в большей мере оно вызывается процессами окисления и полимеризации.

Чтобы подробнее изучить вопрос потерь в весе при нагревании и повышении температуры размягчения дестилляционных остатков, вызываемого испарением и полимеризацией, в таблице 3 приводим данные определения потери в весе при нагревании.

Таблица 3.
Зависимость между потерей при нагревании и температурой размягчения.

№ дестилляции	Потеря в весе при нагревании (5 ч, 163°C , медная чашка \varnothing 128 мм) %	Повышение температуры размягчения по Кр.—С. после определения потери в весе при нагревании	Повышение температуры размягчения по Кр.—С., вызываемое	
			потерей через испарение, $^{\circ}\text{C}$	окислением и полимеризацией, $^{\circ}\text{C}$
1	1.0	14	0.8	13.1
3	1.2	13.7	1.0	12.7
5	1.2	12.3	1.0	11.3
2	1.2	13.1	1.0	12.1
4	1.7	12.8	1.4	11.4
	Вакуумные остатки			
2	0.0	8.0	—	8.0
1	0.01	8.3	—	8.3

Таблица 4.
Зависимость между пенетрацией и нагреванием дистилляционных остатков.

№№ дистилляций	Дистилляционные остатки, полученные дистилляцией под обыкновенным давлением						Вакуумные остатки														
	35.8		32.6		31.5		25.5		18.5		31.5		27.7								
Температура размягчения по Кр. — Сарнову, °Ц.																					
Температура размягчения по кольцу и шару, °Ц.	46.7		43.9		42.5		36.5		29.3		42.2		37.8								
	Пенетрация до нагревания	Пенетрация после нагревания	Процент остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной	Пенетрация до нагревания	Пенетрация после нагревания	Процент остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной	Пенетрация до нагревания	Пенетрация после нагревания	Процент остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной	Пенетрация до нагревания	Пенетрация после нагревания	Процент остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной	Пенетрация до нагревания	Пенетрация после нагревания	Процент остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной						
Температура, °Ц.	10	—	—	9.2	—	—	10.5	—	—	20.0	—	—	53.7	12.3	22.9						
	15	12.2	—	16.0	—	—	19.0	—	—	46.4	12.0	29.2	118.0	22.2	18.0						
	20	23.0	—	32.0	—	—	39.0	11.0	27.2	95.0	19.0	20.0	240.0	46.5	19.4						
	25	46.5	12.0	25.8	65.7	17.0	25.9	81.3	19.0	23.3	187.6	36.3	19.4	93.8	87.5	40.0					
	30	96.4	19.2	19.9	131.0	28.8	22.1	156.9	34.0	21.7		74.8		176.4	58.7	33.3					
	32.5	—	—	175.3	34.5	19.7	215.0	45.0	20.7				174.6								
	35	181.0	34.5	19.1	243.1	52.1	21.4	65.1			133.7			236.9	82.4	34.6					
	37.5	238.0	47.1	19.8							177.0			111.1							
	40	—	62.1		95.0		119.3														
Средний процент остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной	21			22			23			23			20			34			33		

Как видно из данных таблицы, у дистилляционных остатков, полученных дистилляцией при атмосферном давлении, повышение температуры размягчения по Кремер-Сарнову, вызываемое процессами окисления и полимеризации при нагревании, составляет в среднем 12°C . У вакуумных дистилляционных остатков повышение температуры размягчения при аналогичных условиях составляет в среднем 8°C . Чем меньше повышение температуры размягчения, вызываемое окислением и полимеризацией, тем устойчивее по отношению к температуре или стабильнее дистилляционный остаток. Следовательно, у остатков вакуумной дистилляции влияние полимеризации и окисления при нагревании выражается в меньшей мере, чем у остатков, полученных дистилляцией при атмосферном давлении.

3. Пенетрация.

Для более наглядного обзора данных пенетрации составлена таблица 4 (стр. 24).

Как видно из таблицы, дистилляционные остатки тяжёлой смолы туннельных печей сланцеперегонного завода Кивиыли, полученные перегонкой при атмосферном давлении, чувствительнее в отношении температуры, чем вакуумные остатки. Эта чувствительность к температуре выражается процентом остающейся после нагревания пенетрации. Чем выше этот процент, тем остаток менее чувствителен к температурным влияниям. Так, процент остающейся пенетрации у дистилляционных остатков, полученных при атмосферном давлении из тяжёлой смолы туннельных печей сланцеперегонного завода Кивиыли, колеблется в пределах 20-23%, или в среднем составляет 22%. У вакуумных же остатков остающаяся после нагревания пенетрация составляет 33% от первоначальной, т. е. от пенетрации до нагревания.

V. Изготовление битума продуванием воздуха из тяжёлой смолы туннельных печей сланцеперегонного завода Кивиыли при разных температурах.

В предыдущей главе мы получили наглядное представление о свойствах как вакуумных дестилляционных остатков, так и остатков, полученных дестилляцией при атмосферном давлении. В этой главе мы рассмотрим, как происходит процесс продувания битума воздухом из тяжёлой смолы туннельных печей сланцеперегонного завода Кивиыли при разных температурах. Опыты продувания битума были проведены при температурах $100\text{--}284^\circ \text{C}$, причём расход воздуха составлял 6 литров в минуту на 1 кг смолы.

1. Описание аппаратуры для изготовления битума продуванием воздуха.

Продувание битума проводилось в железной реторте, которая представляла собою железную трубу с внутренним диаметром в 63,7 мм и высотой в 595 мм, с коническим сваренным дном. Медная крышка аппарата была снабжена трубкой (с внутренним диаметром в 3,6 мм) для впуска воздуха, с патрубком для термометра, с отверстием для взятия проб и с трубкой для отвода газов. Аппарат нагревался электрическим током. Отходящие газы пропускались через холодильник с приёмником для перегоняемых масел. Воздух для опытов брали из стальной бомбы, куда он накачивался компрессором. Воздух из бомбы, перед поступлением в аппарат, пропускался через регулятор давления и газовые часы. Схема аппаратуры дана на рис. 2.

2. Опыт № 35. Продувание битума воздухом при температуре 100°C .

В реторту ввели 1000 г тяжёлой смолы туннельных печей сланцеперегонного завода Кивиыли, нагревали её до 100°C и пропускали через смолу воздух с расходом 6 литров в минуту. Для наблюдения за ходом процесса продувания битума, через определённые промежутки времени

отбирались пробы из реторты, определялась температура размягчения проб по Кремер-Сарнову, а также высчитывалось количество воздуха, необходимое для получения битума с известной температурой размягчения.

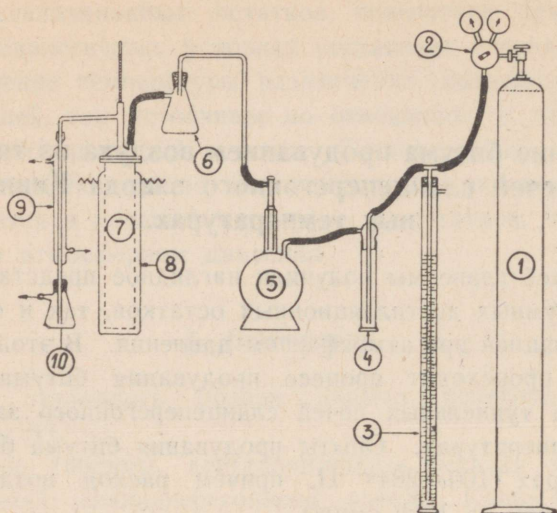


Рис. 2. Схема аппаратуры для продувания битума. Объяснение знаков:

1. стальная бомба для сжатого воздуха, 2. регулятор давления, 3. водяной манометр,
4. склянка для промывки воздуха, 5. газовые часы, 6. промежуточная склянка,
7. реторта для продувания, 8. электрический нагреватель, 9. холодильник, 10. приёмник.

Данные о ходе процесса продувания битума приведены в таблице 5.

Таблица 5.
Данные о ходе процесса продувания битума при 100° Ц.

№№ проб	Количество продутого воздуха в литрах		Температура размягчения по Кр.-С. °Ц.	Примечания
	в условиях опыта	при 0° Ц, 760 мм Hg		
I	—	—	5,5	Начало продувания После перерыва
II	373	361	7,3	
III	718	704	8,9	
IV	2 428	2 389	11,3	
V	2 838	3 789	12,7	
VI	6 388	6 329	16,1	
VII	8 321	8 259	19,0	
VIII	8 321	8 259	19,2	
IX	9 720	9 573	21,6	
X	12 969	12 743	26,5	
XI	15 339	15 063	29,1	
Конец	16 631	16 325	30,7	

Дутьё вводилось, когда температура смолы достигала 100°C , с одновременным взятием первой пробы. После седьмой пробы подача воздуха прекратилась. VIII проба отбиралась при вторичном подогреве смолы до 100°C , перед продувкой воздухом. Последняя проба отбиралась с целью установления изменения температуры размягчения битума во время перерыва и последующего нагрева до 100°C . Разница в температурах размягчения составляла $0,2^{\circ}\text{C}$. Следовательно, никакого изменения в битуме не произошло.

Таким образом продували воздухом при 100°C битум с температурой размягчения по Кремер-Сарнову $30,7^{\circ}\text{C}$, используя на продувание 16,325 литров воздуха. Процесс продувки представлен наглядно на рис. 3 кривой 35.

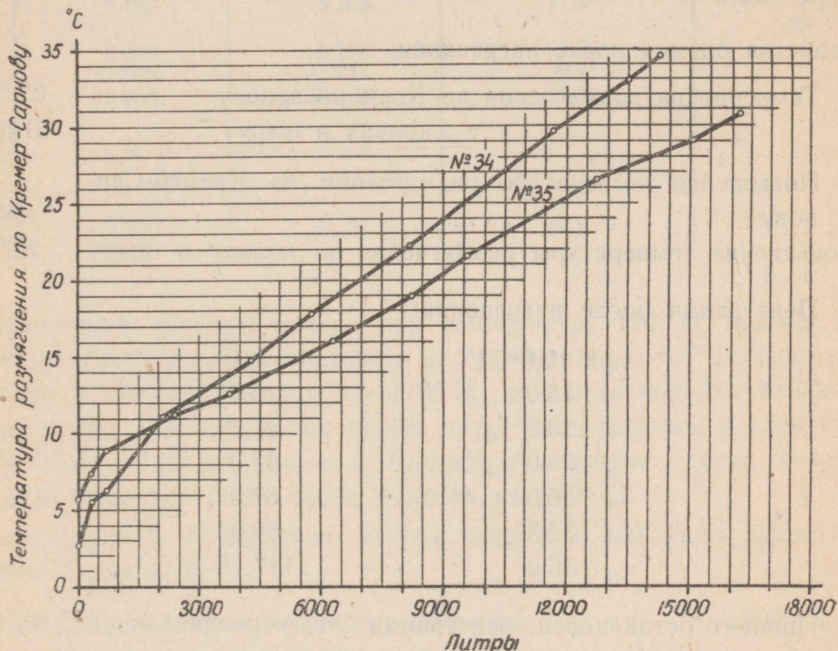


Рис. 3. Ход процесса продувания при опытах №№ 34 и 35.

В опыте с продувкой получили 946,7 г битума.

На промежуточные пробы использовали — 43,0 г.

Таким образом, продуктового битума получили 989,7 г или 99,0%, лёгкого дистиллята — 4,6 г, и потерь оказалось 5,7 г или 0,6%.

Свойства полученного битума:

1. Удельный вес при 20°C 1,086.
2. Температура вспышки по Маркуссону 208°C .

Таблица 6.

Данные о ходе процесса продувания битума при 110° Ц.

№№ проб	Количество продутого воздуха в литрах		Температура размягчения по Кр.-С., °Ц	Примечания
	в условиях опыта	при 0° Ц, 760 мм Hg		
I	—	—	2.7	После перерыва
II	328	325	5.5	
III	698	693	6.3	
IV	2 123	2 109	11.0	
V	4 278	4 258	14.8	
VI	5 783	5 763	17.8	
VII	5 783	5 763	17.8	
VIII	8 238	8 178	22.3	
IX	11 808	11 718	29.7	
X	13 608	13 506	33.0	
XI, т. е. конечный продукт	14 400	14 289	34.5	

Продувание воздуха начали при температуре 110° Ц, причём колебание температуры во время опыта не превышало $\pm 0,5^\circ$ Ц. Когда температура в смоле поднялась до 110° Ц, до ввода воздуха отбиралась первая проба. После седьмой пробы дутьё прекращалось и следующую пробу VIII отбирали, как и в предыдущем случае, после перерыва, когда температура была снова поднята на 110° Ц.

Ход процесса продувания битума воздухом наглядно представлен на рис. 3 кривой 34.

Битума вместе с пробами получили	1005 г
При продувании получили дестиллята	7 „
Потери при продувании	8 „
<hr/>	
Всего:	1020 г

Таким образом получили битума 98,5%, дестиллята — 0,7%, и потери составили 0,8%.

Свойства полученного битума:

1. Удельный вес при 20° Ц 1,090.
2. Температура вспышки по Маркуссону 208,0° Ц.

Таблица 7.

Данные о ходе процесса продувания битума при 120° Ц.

№№ проб	Количество продутого воздуха в литрах		Температура размягчения по Кр.-С., °Ц	Примечания
	в условиях опыта	при 0° Ц, 760 мм Hg		
I	758	814	9.3	
II	2 133	2 263	14.2	
III	3 944	4 168	18.8	
IV	5 628	5 942	23.9	
V	6 593	6 954	26.4	
VI	8 048	8 474	29.6	
Конец	8 398	8 837	30.1	

Ход процесса продувания характеризуется кривой 25 на рис. 4.

Продутого битума вместе с промежуточными пробами получили 799 г или 97,9%, дестиллята — 6 г или 0,6%, и потери составляли 1,5%.

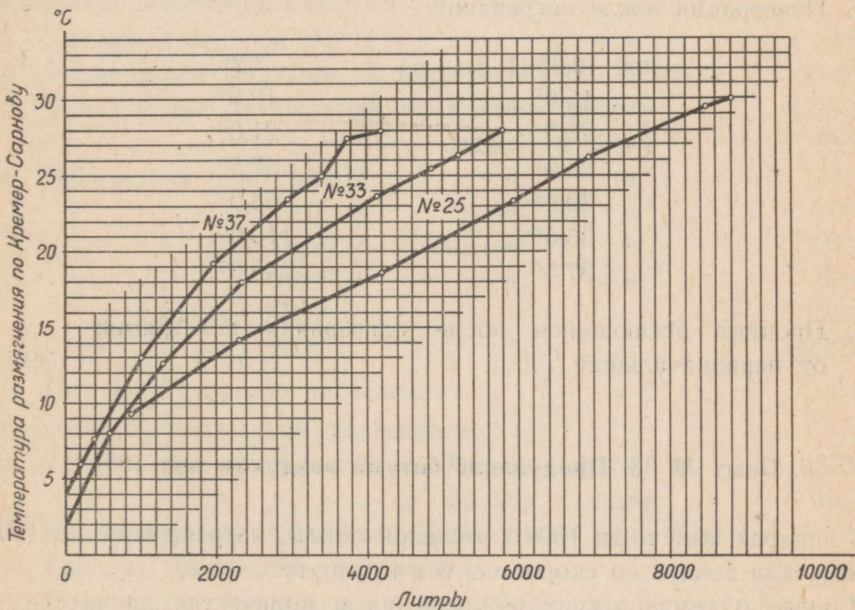


Рис. 4. Ход процесса продувания при опытах №№ 37, 33 и 25.

Свойства полученного битума:

1. Удельный вес при 20° Ц.	1,087.
2. Температура вспышки по Маркуссону	208° Ц.
3. Температура размягчения по Кремер-Сарнову	30,1° „
„ „ „ кольцо и шару	43,0° „
4. Пенетрация: при 10,0° Ц	15,8°
„ 15,0° „	28,5°
„ 20,0° „	55,0°
„ 25,0° „	100,0°
„ 30,0° „	180,0°
5. Потеря в весе при нагревании	2,1%.

Свойства битума после нагревания:

1. Температура размягчения по Кремер-Сарнову	39,1° Ц.
„ „ „ кольцо и шару	52,3° „
2. Повышение температуры размягчения по Кремер-Сарнову, вызванное нагреванием	9,0° „
Повышение температуры размягчения по кольцу и шару, вызванное нагреванием	9,3° „
3. Пенетрация после нагревания:	
при 10,0° Ц	7,2°
„ 15,0° „	12,0°
„ 20,0° „	21,0°
„ 25,0° „	37,5°
„ 30,0° „	63,0°
„ 35,0° „	110,0°
„ 37,5° „	145,0°
4. Процент остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной	39,1.

5. Опыт № 33. Продувание битума воздухом при 130° Ц.

В аппарат помещали 1000 г тяжёлой смолы, нагревали её до 130° Ц и продували воздух со скоростью 6 л в минуту.

Данные о температурах размягчения и количестве продутного воздуха приведены в таблице 8.

Таблица 8.
Данные о ходе процесса продувания битума при 130° Ц.

№№ проб	Количество продутого воздуха в литрах		Температура размягчения по Кр.-С., °Ц	Примечания
	в условиях опыта	при 0° Ц, 760 мм Hg		
I	—	—	2.0	Проба взята при 110°
II	241	239	6.0	
III	558	554	8.2	
IV	1 278	1 271	12.8	
V	2 343	2 349	18.0	
VI	4 118	4 129	23.6	
VII	4 828	4 842	25.6	
VIII	5 183	5 199	26.5	
Конец	5 800	5 814	28.2	

Ход процесса продувания показан кривой 33 на рис. 4.

Продутого битума вместе с промежуточными пробами получили 972 г или 97,2%, дестиллята — 8 г или 0,8%.

Свойства полученного битума:

1. Удельный вес при 20° Ц 1,086.
2. Температура вспышки по Маркуссону 210° Ц.
3. Температура размягчения по Кремер-Сарнову 28,2° „
- „ „ „ кольцу и шару 40,3° „
4. Пенетрация: при 5,0° Ц 11,3° „
- „ 10,0° „ 20,0° „
- „ 15,0° „ 36,2° „
- „ 20,0° „ 69,6° „
- „ 25,0° „ 129,3° „
- „ 30,0° „ 232,6° „
5. Потеря в весе при нагревании 2,0%.

Свойства битума после нагревания:

1. Температура размягчения по Кремер-Сарнову 37,0° Ц.
- „ „ „ кольцу и шару 49,0° „
2. Повышение температуры размягчения по Кремер-Сарнову, вызванное нагреванием 8,8° „
- Повышение температуры размягчения по кольцу и шару, вызванное нагреванием 8,7° „

3. Пенетрация после нагревания:

при 10,0° Ц	9,6°
„ 15,0° „	15,0°
„ 20,0° „	24,8°
„ 25,0° „	46,5°
„ 30,0° „	83,8°
„ 35,0° „	142,4°

4. Процент остающейся после нагревания пенетрации . 39,4.

6. Опыт № 37. Продувание битума воздухом при 140° Ц.

В аппарат помещали 1002 г тяжёлой смолы и нагревали её до 140° Ц, после чего вводили дутьё.

Данные о ходе процесса продувания приведены в таблице 9.

Таблица 9.
Данные о ходе процесса продувания битума при 140° Ц.

№№ проб	Количество продутого воздуха в литрах		Температура размягчения по Кр.-С., °Ц	Примечания
	в условиях опыта	при 0° Ц, 760 мм Hg		
I	—	—	4.1°	Проба взята при 100°
II	29	28	4.3	
III	211	203	6.0	
IV	384	367	7.7	
V	1 024	982	13.0	
VI	2 048	1 955	19.3	
VII	3 068	2 940	23.5	
VIII	3 578	3 430	25.2	
IX	3 915	3 751	27.5	
Конец	4 225	4 017	28.0	

Пробу I брали, когда температура в смоле поднялась на 100° Ц.

Ход процесса продувания показан кривой 37 на рис. 4.

Продутого битума вместе с промежуточными пробами получили 970 г или 97,0%, дистиллята — 8 г или 0,8%.

Таблица 10.
Данные о ходе процесса продувания битума при 150° Ц.

№№ проб	Количество продутого воздуха в литрах		Температура размягчения по Кр.-С., °Ц	Примечания
	в условиях опыта	при 0° Ц, 760 мм Hg		
I	754	771	15.1	
II	1 434	1 468	20.8	
III	1 794	1 837	23.2	
IV	2 129	2 176	25.5	
V	2 314	2 362	27.1	
VI	2 529	2 578	27.9	
Конец	2 652	2 702	28.9	

Ход процесса продувания представлен графически кривой 28 на рис. 5.

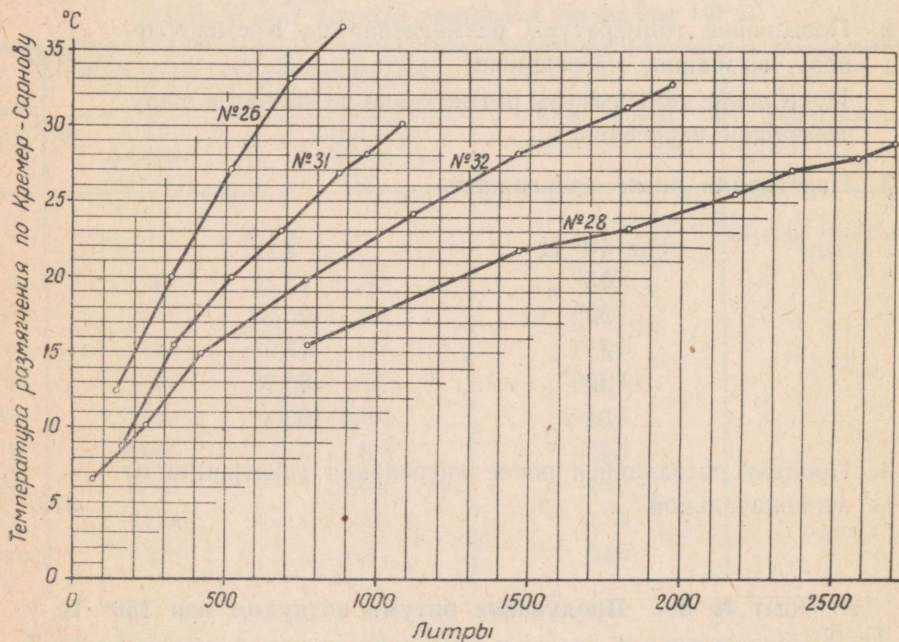


Рис. 5. Ход процесса продувания при опытах №№ 26, 31, 32 и 28.

Продутого битума вместе с промежуточными пробами получили 974,4 г или 97,4%, дестиллята — 6 г или 0,6%.

Свойства полученного битума:

1. Удельный вес при 20° Ц 1,083.
2. Температура вспышки по Маркуссону 210° Ц.
3. Температура размягчения по Кремер-Сарнову 28,9° ,,
" " ,, кольцо и шару 41,0° ,,
4. Пенетрация: при 5° Ц 10,0°,
" 10° ,, 18,0°,
" 15° ,, 32,1°,
" 20° ,, 60,9°,
" 25° ,, 115,0°,
" 30° ,, 205,1°,
5. Потеря в весе при нагревании 1,9%.

Свойства битума после нагревания:

1. Температура размягчения по Кремер-Сарнову 38,3° Ц.
" " ,, кольцо и шару 50,7° ,,
2. Повышение температуры размягчения по Кремер-Сарнову, вызванное нагреванием 9,4° ,,
Повышение температуры по кольцу и шару, вызванное нагреванием 9,7° ,,
3. Пенетрация после нагревания:
при 15° Ц 12,9°,
" 20° ,, 23,6°,
" 25° ,, 40,0°,
" 30° ,, 73,0°.
4. Процент остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной 37,4.

8. Опыт № 32. Продувание битума воздухом при 164° Ц.

В аппарат вводили 1000 г тяжёлой смолы и нагревали её до 164° Ц, после чего вводился воздух с расходом 6 л в минуту.

Данные характеристики процесса продувания приведены в таблице 11.

Таблица 11.
Данные о ходе процесса продувания битума при 160° Ц.

№№ проб	Количество продутого воздуха в литрах		Температура размягчения по Кр.-С., °Ц	Примечания
	в условиях опыта	при 0° Ц, 760 мм Hg		
I	59	58	6,5	
II	240	237	10,2	
III	420	415	14,9	
IV	780	770	19,8	
V	1 130	1 113	24,1	
VI	1 490	1 466	28,1	
VII	1 850	1 820	31,2	
Конец	2 012	1 980	32,7	

Ход процесса продувания изображён графически кривой 32 на рис. 5. Продутого битума вместе с промежуточными пробами получили 966 г или 96,6%, дестиллята 10 г или 1,0%.

Свойства полученного битума:

1. Удельный вес при 20° Ц 1,089.
2. Температура вспышки по Маркуссону 212° Ц.
3. Температура размягчения по Кремер-Сарнову 32,7° „
- „ „ „ кольцу и шару 44,7° „
4. Пенетрация: при 5° Ц 7,6°,
- „ 10° „ 13,2°,
- „ 15° „ 21,8°,
- „ 20° „ 38,6°,
- „ 25° „ 71,4°,
- „ 30° „ 131,6°,
- „ 35° „ 235,0°
5. Потеря в весе при нагревании 1,6%.

Свойства битума после нагревания:

1. Температура размягчения по Кремер-Сарнову 42,9° Ц.
- „ „ „ кольцу и шару 54,9° „
2. Повышение температуры размягчения по Кремер-Сарнову, вызванное нагреванием 10,2° „
- Повышение температуры размягчения по кольцу и шару, вызванное нагреванием 10,2° „

Таблица 14.

Данные о ходе процесса продувания битума при 202° Ц.

№№ проб	Количество продутого воздуха в литрах		Температура размягчения по Кр.-С., °Ц	Примечания
	в условиях опыта	при 0° Ц, 760 мм Hg		
I	82	82	9,9	
I	172	174	14,5	
III	262	266	19,3	
IV	352	358	23,7	
V	442	450	27,2	
Конец	532	542	30,7	

Ход процесса продувания показан графически кривой 29 на рис. 6.

Продутого битума вместе с промежуточными получили 980 г или 98,0%, дестиллята — 13 г или 1,3%.

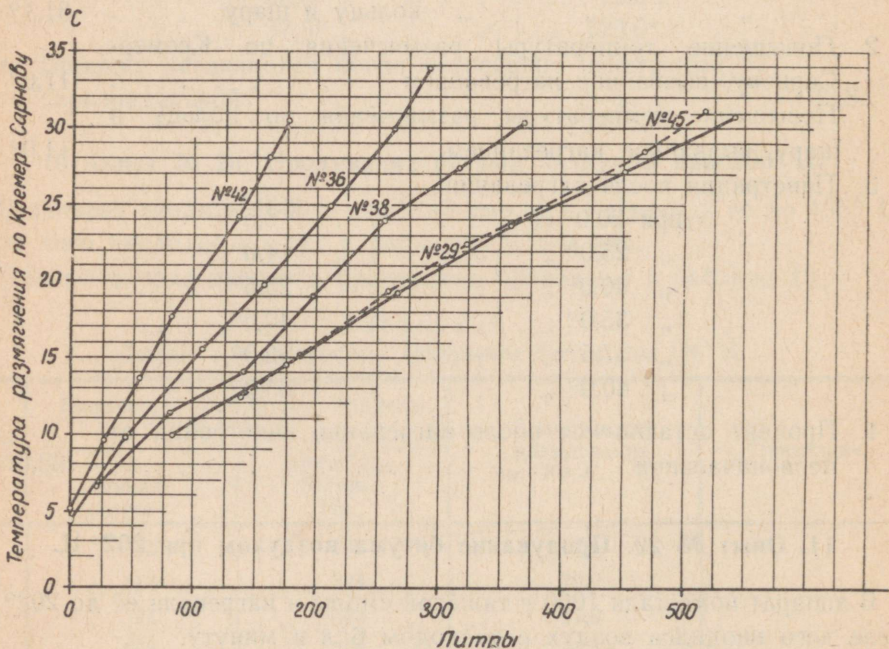


Рис. 6. Ход процесса продувания при опытах № № 42, 36, 38, 45 и 29.

Свойства полученного битума:

1. Удельный вес при 20° Ц	1,088.
2. Температура вспышки по Маркуссону	215,0° Ц.
3. Температура размягчения по Кремер-Сарнову	30,7° „
„ „ „ кольцу и шару	42,6° „
4. Пенетрация: при 5,0° Ц	8,2°,
„ 10,0° „	15,2°,
„ 15,0° „	26,0°,
„ 20,0° „	51,4°,
„ 25,0° „	94,2°,
„ 30,0° „	165,3°,
„ 35,0° „	290,0°.
5. Потеря в весе при нагревании	1,6%.

Свойства битума после нагревания:

1. Температура размягчения по Кремер-Сарнову	42,5° Ц.
„ „ „ кольцу и шару	55,2° „
2. Повышение температуры размягчения по Кремер-Сарнову, вызванное нагреванием	11,8° „
Повышение температуры размягчения по кольцу и шару, вызванное нагреванием	12,6° „
3. Пенетрация после нагревания:	
при 15,0° Ц	8,5°,
„ 20,0° „	16,0°,
„ 25,0° „	27,0°,
„ 30,0° „	48,0°,
„ 35,0° „	82,0°,
„ 37,5° „	110,9°,
„ 40,0° „	139,7°.
4. Процент остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной	30,3.

12. Опыт № 38. Продувание битума воздухом при 228° Ц.

В аппарат вводили 1000 г тяжелой смолы и нагревали её до 228° Ц, после чего продувался воздух со скоростью 6 л в минуту.

Данные о ходе процесса продувания приведены в таблице 15.

Таблица 15.

Данные о ходе процесса продувания битума при 228° Ц.

№№ проб	Количество продутого воздуха в литрах		Температура размягчения по Кр.-С., °Ц	Примечания
	в условиях опыта	при 0° Ц, 760 мм Hg		
I	—	—	1,5	Проба взята при 95°Ц
II	19	19	6,6	
III	82	79	11,4	
IV	145	140	14,0	
V	203	197	19,0	
VI	263	254	23,9	
VII	326	316	27,4	
Конец	380	368	30,4	

Ход процесса продувания изображён графически кривой 38 на рис. 6.

Продутого битума вместе с промежуточными пробами получили 948 г или 94,8%, дестиллята — 31 г или 3,1%.

Свойства полученного битума:

1. Удельный вес при 20° Ц 1,089.
2. Температура вспышки по Маркуссону 219,0° Ц.
3. Температура размягчения по Кремер-Сарнову 30,4° „
- „ „ „ кольцу и шару 42,4° „
4. Пенетрация: при 10,0° Ц 15,0°
- „ 15,0° „ 26,0°
- „ 20,0° „ 51,0°
- „ 25,0° „ 97,0°
- „ 30,0° „ 180,0°
- „ 35,0° „ 290,0°
5. Потеря в весе при нагревании 1,3%.

Свойства битума после нагревания:

1. Температура размягчения по Кремер-Сарнову 41,4° Ц.
- „ „ „ кольцу и шару 54,2° „
2. Повышение температуры размягчения по Кремер-Сарнову, вызванное нагреванием 11,0° „
- Повышение температуры размягчения по кольцу и шару, вызванное нагреванием 11,8° „

3. Пенетрация после нагревания:

при 15° Ц	9,0°,
„ 20° „	16,0°,
„ 25° „	26,0°,
„ 30° „	49,0°,
„ 35° „	84,2°,
„ 40° „	147,0°.

4. Процент остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной 30,0.

13. Опыт № 36. Продувание битума воздухом при 252° Ц.

В аппарат помещали 1000 г тяжёлой смолы и нагревали её до 242° Ц, после чего продували воздух с расходом 6 л в минуту. Во время продувания температура поднялась до 254° Ц. Средняя температура — 252° Ц.

Данные о ходе процесса продувания приводятся в таблице 16.

Таблица 16.

Данные о ходе процесса продувания битума при 252° Ц.

№№ проб	Количество продутого воздуха в литрах		Температура размягчения по Кр.-С., °Ц	Примечания
	в условиях опыта	при 0° Ц, 760 мм Hg		
I	—	—	4,2	Проба I взята, когда температура в масле поднялась на 78°Ц
II	43	41	9,8	
III	111	107	15,5	
IV	162	156	19,7	
V	219	210	24,9	
VI	276	265	30,5	
Конец	304	293	33,8	

Ход процесса продувания изображён графически кривой 36 на рис. 6.

Продутого битума вместе с промежуточными пробами получили 933 г или 93,3%, дистиллята — 54 г или 5,4%.

Таблица 17.

Данные о ходе процесса продувания битума при 284° Ц.

№, № проб	Количество продутого воздуха в литрах		Температура раз- мягчения по Кр.-С.	Примечания
	в условиях опыта	при 0° Ц, 760 мм Нг		
I			2,3	Пробу брали при 108° Ц
II			5,1	
III	27,5	26	9,6	Пробу брали при 283° Ц
IV	58,0	55	13,6	
V	86,0	81	17,6	
VI	143,0	135	24,2	
VII	171,0	162	28,0	
Конец	186,0	176	30,4	

До начала продувки отбирались две пробы: первая проба отбиралась, когда температура достигла 108° Ц, а вторая — до начала продувания воздуха, при температуре 283° Ц.

До взятия пробы перемешивали смолу в аппарате продуванием около 1 литра воздуха. Вследствие содержания воды в смоле, вначале продувания перешло 30 г смолы, таким образом в аппарате осталось 970 г смолы.

Ход процесса продувания изображён графически кривой 42 на рис.5.

Продутого битума вместе с промежуточными пробами получили 870 г или 89,7%, дестиллята — 84 г или 8,7%.

Свойства полученного битума:

1. Удельный вес при 20° Ц 1,089.
2. Температура вспышки по Маркуссону 231° Ц.
3. Температура размягчения по Кремер-Сарнову 30,4° „
- „ „ „ кольцо и шару 41,5° „
4. Пенетрация: при 10,0° Ц 13,2°
- „ 15,0° „ 25,0°
- „ 20,0° „ 51,0°
- „ 25,0° „ 99,3°
- „ 30,0° „ 198,0°
- „ 32,5° „ 260,0°
5. Потеря в весе при нагревании 0,7%.

видим, процесс битумизации совершается с различной скоростью и с различным количеством продутого воздуха, хотя при всех опытах расход воздуха составлял 6 л. в минуту.

Для лучшей оценки результатов опытов продувания, в таблице 18 сведены данные анализа полученных битумов.

Приведённые в таблице потери в весе при нагревании определялись следующим способом: 50 г битума нагревали при температуре 163°C , в течение 5 часов, в медной чашке с диаметром 128 мм¹).

Из результатов определения потери в весе при нагревании мы не видим значительных различий ни в потерях в весе, ни в повышении температуры размягчения. Но всё же можно заметить, что с повышением температуры продувания уменьшается потеря в весе при нагревании, и одновременно увеличивается повышение температуры размягчения, вызванное нагреванием.

Если подразделить повышение температуры размягчения при нагревании на 2 части так, как мы поступили в случае дестилляционных остатков, считаясь с тем, что при испарении одного процента смолы температура размягчения повышается на $0,8^{\circ}\text{C}$, то оказывается, что чем выше температура продувания битума, тем значительнее влияние процессов окисления и полимеризации на повышение температуры размягчения. Можно было бы предположить, что битум, продутый при более высокой температуре, стабильнее к температурным влияниям, но в действительности получается противоположное.

На основании вышесказанного приходим к выводу, что окислённый воздухом при более низкой температуре битум отличается по своим свойствам от битума, получаемого при высокой температуре, и что это различие выражается в стабильности битумов по отношению к температуре и к кислороду воздуха.

Для получения наглядного обзора данных пенетрации, включаем их в общую таблицу 19 с результатами определения пенетрации тех же битумов после нагревания. В эту же таблицу помещены данные о процентах остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной. Пенетрация определялась пенетрометром типа Ричардсона, при помощи стандартной иглы. Нагрузка была при всех определениях 100 г, а время определения 5 сек., что устанавливалось секундомером.²)

¹) Старицкий Н. Г. — Методы испытания битумных и дегтевых дорожно-строительных материалов, Москва, 1939.

²) Там же.

Сравнивая результаты определения пенетрации окислённых воздухом при различных температурах битумов, мы не можем установить никакого различия в зависимости от температуры продувания. Битумы с одинаковой температурой размягчения, несмотря на различные температуры продувания, имеют примерно равные пенетрации. Напр., нет

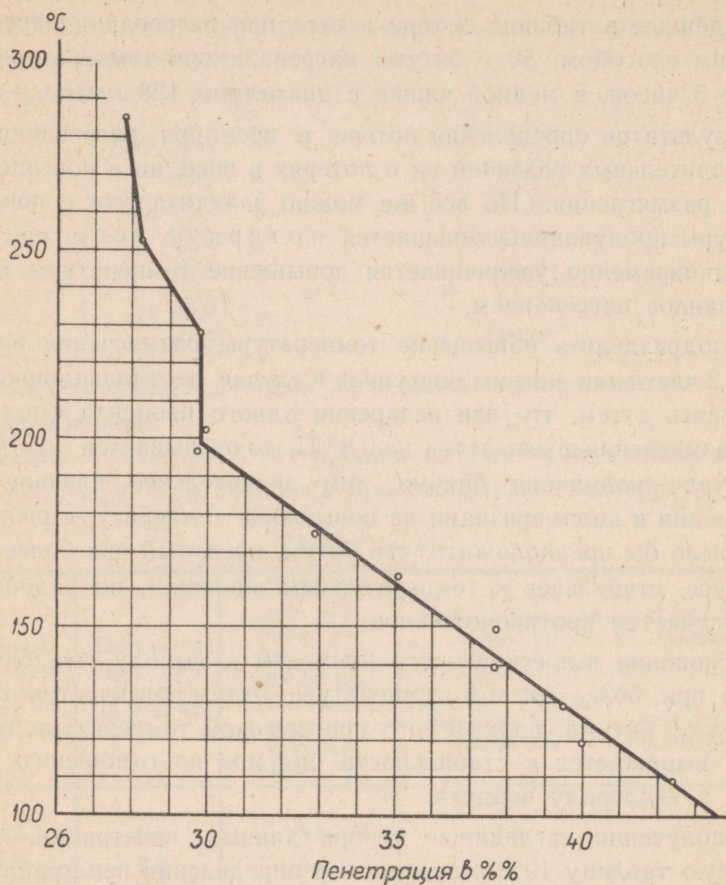


Рис. 7. Зависимость процента остающейся после определения потери в весе при нагревании пенетрации битума от температуры продувания.

разницы в пенетрации битумов, окислённых при 100 и 202° Ц. Однако, при сравнении данных пенетрации до и после определения потери в весе при нагревании замечаются очень большие различия. Ещё более рельефная картина открывается нам при сравнении процентов остающейся после нагревания пенетрации. В этом случае мы видим, что с повышением температуры продувания битума уменьшается процент

остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной: в случае битума, окислённого при 100°C , он составляет 43%, при 200°C —30% и при 284°C —28%. Здесь различие настолько велико, что можно было бы прийти к заключению, что мы имеем дело с битумами различного происхождения. Битумы, имеющие остающуюся пенетрацию выше 40%, отвечают всем нормам, установленным как на натуральные, так и на нефтяные битумы. Битум же, имеющий остающуюся пенетрацию 28% и ниже, представляет собою битум совершенно иного качества и должен быть помещён в особый класс, где установлены особые нормы.

На рис. 7 приводятся графически, на основании таблицы 19, данные о средних процентах остающихся пенетраций после нагревания от пенетраций тех же битумов до испытания.

Из диаграммы видно, что средние проценты остающихся после нагревания пенетраций у битумов, окислённых в температурном интервале от 100 до 196°C , постепенно уменьшаются. В интервале от 196 до 228°C замечается остановка, а у окислённых воздухом при 252°C и 284°C , уменьшение процента остающейся пенетрации опять-таки продолжается.

Сравнивая окислённые при различных температурах битумы с остатками вакуумной дистилляции, мы видим, что вакуумные остатки имели средний процент остающейся пенетрации после нагревания в пределах 33—34. Из диаграммы видно, что такой же процент имеют битумы, изготовленные при 170°C . Следовательно, мнение, будто бы битумы, изготовленные продуванием воздуха, по своему качеству лучше дистилляционных остатков¹⁾, не обосновано, ибо мы видим, что битумы, изготовленные при 170°C и выше, по своему качеству не лучше остатков вакуумной дистилляции.

Дистилляционные остатки, полученные после дистилляции при атмосферном давлении, дают средний процент остающейся пенетрации в пределах 20-23, и поэтому их нельзя ещё сравнивать с полученными окислением битумами. Даже битум, изготовленный при 284°C , имел средний процент остающейся пенетрации после нагревания в пределах 28, т. е. обладал лучшим качеством. Однако при продувании битума воздухом, кроме температуры, необходимо учитывать и скорость продувания воздуха. Напр., битум изготовленный при температуре 284°C со скоростью продувания воздуха 6 л в минуту на 1 кг смолы, обладает ещё лучшим качеством, чем дистилляционный остаток с такой же

1) Luts. K. — Der Estländische Brennschiefer-Kukersit, seine Chemie, Technologie und Analyse. Tartu, 1934, стр. 238—252.

температурой размягчения. При уменьшении же количества продуваемого воздуха в минуту на 1 кг смолы, получаем битум с худшим качеством. К этому вопросу мы ещё вернёмся в дальнейшем.

В приведённых опытах изготовления битума мы получали битумы с различными температурами размягчения. В некоторых случаях это были битумы с температурой размягчения ниже 30° Ц, в других же — выше 30° Ц (см. таблицу 19).

В целях сравнения количества воздуха, необходимого для продувания битума при различных температурах, необходимо, при всех указанных опытах продувания, количество воздуха редуцировать на битум

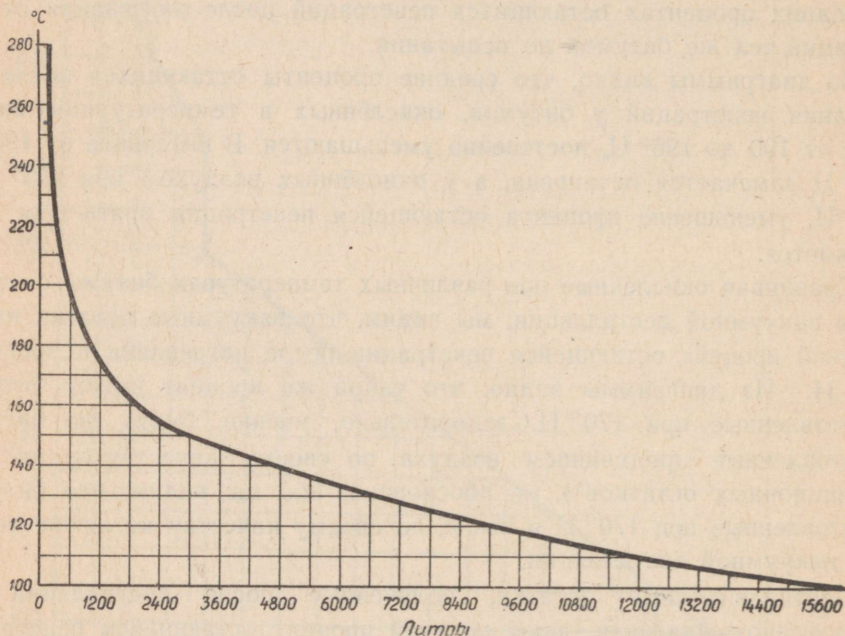


Рис. 8. Необходимые количества воздуха для продувания битума при температурах 100—284° Ц.

с температурой размягчения по Кремер-Сарнову 30° Ц. Эти данные мы получаем из приведённых таблиц и диаграмм. Для получения битумов с температурой размягчения в 30° Ц, в условиях проведённых опытов потребуются следующие количества воздуха, приведённые к 0° Ц и 760 мм Hg:

Опыт № 35, продувание при 100° Ц	16000	литров.
„ „ 34, „ „ 110° „	12000	„
„ „ 25, „ „ 120° „	8800	„

Опыт № 33, продувание при 130° Ц	6500	”
” ” 37, ” ” 140° ”	4760	”
” ” 38, ” ” 150° ”	2850	”
” ” 32, ” ” 164° ”	1700	”
” ” 31, ” ” 175° ”	1070	”
” ” 26, ” ” 196° ”	600	”
” ” 29, ” ” 202° ”	525	”
” ” 38, ” ” 228° ”	360	”
” ” 36, ” ” 252° ”	260	”
” ” 42, ” ” 284° ”	172	”

Нужные для продувания количества воздуха, при разных температурах битума, с температурой размягчения в 30° Ц, приведены графически на рис. 8. Из опытных данных следует, что на продувание битума потребуется воздуха при 100° Ц в 93 раза больше, чем при 284° Ц, при 150° Ц — в 17 раз, и при 200° Ц — в 3 раза больше.

Если известно количество воздуха, необходимое для изготовления битума из тяжёлой смолы продуванием при разных температурах со скоростью 6 л в минуту, то на основании этих данных нетрудно вычислить время, потребное для окисления битума.

Ex bibl. univ. Tart.

VI. Анализы нефтяных и выпущенных сланцеперегонной промышленностью асфальтовых битумов.

В предыдущем мы привели анализы сланцевых битумов, полученных из тяжёлой смолы продуванием воздуха, остатков вакуумной дистилляции и остатков, полученных от дистилляции при атмосферном давлении. Но все эти анализы не дают ясной картины тому, кто недостаточно знаком с вопросом о битумах. Чтобы иметь мерило к пониманию данных наших анализов, приведём анализ известного нефтяного асфальтового битума „Спрамекс 265“. Анализ названного битума проведён при тех же условиях, при которых производился анализ битумов, изготовленных из тяжёлой смолы продуванием воздуха, и анализы дистилляционных остатков.

1. Анализ битума „Спрамекс 265“.

1. Температура размягчения по Кремер-Сарнову — 25,7° Ц.
2. Потеря в весе при нагревании (50 г, медная чашка Ø 128 мм, 5 часов, 163° Ц) — 2,4%.
3. Температура размягчения по Кремер-Сарнову после нагревания 35,2° Ц.
4. Повышение температуры размягчения по Кремер-Сарнову, вызванное нагреванием 9,5° Ц.

Если мы подразделим повышение температуры размягчения, вызванное нагреванием, на две части, аналогично битумам, продутым воздухом из тяжёлой сланцевой смолы, и дистилляционным остаткам, то получим при битуме „Спрамекс 265“ на повышение температуры размягчения, благодаря испарению, $2,4 \times 0,8 = 1,9^\circ \text{Ц}$, и на повышение, вызванное процессами окисления и полимеризации: $9,5 - 1,9 = 7,6^\circ \text{Ц}$.

5. Пенетрация была определена до и после нагревания. Результаты определений приведены в таблице 20.

Таблица 20.

Пенетрация битума „Спрамекс 265“

	Пенетрация °		Процент остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной
	до нагревания	после нагревания	
5	28,0	14,0	50,0
10	42,0	20,0	47,6
15	66,0	30,0	45,4
20	107,0	46,5	43,5
25	166,2	66,1	39,8
30	238,0	92,3	38,8
35	—	134,0	—
40	—	209,5	—
Средний процент остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной			44,2

Сравнивая битумы из тяжёлой сланцевой смолы, продутые воздухом при разных температурах, и дистилляционные остатки со „Спрамекс 256“, мы видим, что продутые при низких температурах битумы по своим качественным показателям не отличаются от последнего. Но мы не можем сказать этого о битумах, окислённых воздухом при более высоких температурах, о дистилляционных остатках, полученных от дистилляции при атмосферном давлении, и о вакуумных остатках.

Мы получили наглядное представление о качестве дистилляционных остатков, полученных дистилляцией при атмосферном давлении и в вакууме, битумов, изготовленных продуванием воздуха, и нефтяного битума „Спрамекс 265“. Но мы не имели такого представления о качестве производимых в сланцеперегонной промышленности битумов на основании сравниваемых анализов, и потому была проанализирована проба битума, выпущенного сланцеперегонной промышленностью за предыдущие годы. При изготовлении битума в сланцеперегонной промышленности скорость продувания воздуха была 5 л в минуту на тонну или 0,15 м³ воздуха на 30 т. смолы.

2. Анализ битума, выпущенного сланцеперегонной промышленностью.

1. Температура вспышки по Маркуссону 176° Ц.
2. Температура размягчения по Кремер-Сарнову 17,3° „
- „ „ „ „ кольцу и шару 30,6° „

3. Потеря в весе при нагревании при 163° Ц (медная чашка Ø 128 мм) 5,9%.
 Потеря в весе при нагревании при 163° Ц (медная чашка Ø 55 мм) 2,1%.

Свойства битума после нагревания:

	Медная чашка Ø 128 мм	Медная чашка Ø 55 мм
1. Температура размягчения по Кремер-Сарнову, °Ц	35,2	23,3
2. Повышение температуры размягчения по Кремер-Сарнову, вызванное нагреванием °Ц	17,9	6,0
3. Повышение температуры размягчения по Кремер-Сарнову, вызванное потерей через испарение, °Ц	4,7	1,7
4. Повышение температуры размягчения по Кремер-Сарнову, вызванное процессами окисления и полимеризации, °Ц	13,2	4,3
5. Повышение температуры размягчения по кольцу и шару, вызванное нагреванием, °Ц	18,7	6,1

Пенетрация была определена у битума до и после нагревания как в чашке с диаметром в 128 мм, так и в чашке с диаметром в 55 мм.

Результаты определения пенетрации приведены в таблице 21.

Таблица 21.

Зависимость между пенетрациями до и после нагревания у произведённого в сланцевой промышленности битума.

Температура °Ц	Пенетрация °				Процент остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной	
	до нагревания	после нагревания при 163°		в чашке Ø 128 мм	в чашке Ø 55 мм	
		в чашке Ø 128 мм	в чашке Ø 55 мм			
0,3	20,2		10,7	—	52,9	
5,0	34,0		18,4	—	54,2	
10,0	73,2	10,4	33,2	14,2	45,3	
15,0	139,5	18,1	61,2	13,0	43,8	
20,0	246,7	29,0	110,9	11,8	44,8	
30,0	—	50,0	178,0	—	—	
35,0	—	150,0	—	—	—	
Средний процент остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной				13,0	48,2	

Как видно из данных анализа, этот битум значительно отличается от предыдущих. Высокая потеря в весе при нагревания вызвана тем, что для продувания битума пользовались более лёгкой смолой. Но эта большая потеря, благодаря испарению, одна не вызвала столь значительного уменьшения пенетрации после нагревания. Причиной этого является малая скорость продувания воздуха, вследствие чего продолжительность процесса продувания битума увеличилась во много раз и должна была длиться, при температуре в 200°C , по меньшей мере 5—7 дней. Последнее обстоятельство и вызвало значительное повышение температуры размягчения по Кремер-Сарнову при нагревании, вследствие процессов окисления и полимеризации.

Хотя качество этого битума оставляет ещё многого желать, всё же этот битум значительно лучше тех, анализы которых дает проф. Хэпфнер в своей работе (см. таблицу).

VII. Влияние количества воздуха на свойства окислённого битума.

Как мы видим из приведённых данных, остающаяся после нагревания пенетрация по отношению к первоначальной составляет у изготовленных при 100—284° Ц битумов в среднем 28—43%, у остатков вакуумной дистилляции — 33%, и у остатков дистилляции при атмосферном давлении — 20—23%.

У битумов же, выпущенных сланцеперегонной промышленностью, процент остающейся после нагревания пенетрации часто ниже 20. Возникает вопрос: чем это вызвано? Хотя в лабораторных опытах продувания битума воздухом мы дошли до 284° Ц, т. е. гораздо выше той температуры, которая обычно применяется в заводской практике, — во всех случаях процент остающейся пенетрации от первоначальной гораздо выше. Одной температурой продувания этого явления не объяснить. Причина должна заключаться в чём-нибудь другом.

Скорость продувания воздуха при проведённых нами лабораторных опытах была 6 л в минуту на 1 кг смолы. В сланцеперегонной промышленности скорость продувания воздуха составляла 189—750 л на 1 т смолы, а в отдельных случаях даже меньше, как и в вышеупомянутом случае.

Если бы мы проводили лабораторные опыты продувания битума с такой же скоростью, как это практиковалось в сланцеперегонной промышленности, т. е. 0,2—0,75 л воздуха в минуту на 1 кг смолы, то время продувания увеличивалось бы в 8—20 раз. Нам известно из ранее проведённых исследований¹⁾, что количество воздуха, идущего на продувание битума при известной температуре и одинаковых условиях, остаётся неизменным, независимо от того, продуваем ли мы воздух со скоростью 0,75 л или 20 л в минуту на 1 кг смолы. Чтобы получить в

¹⁾ Уск И. А. — Академия Наук ЭССР, Научная сессия 23—29 апреля 1947 г. Заседание Отделения физико-математических и технических наук. Тарту, 1948, стр. 221—247.

описанном аппарате из указанной выше сланцевой смолы при 150° Ц битум с температурой размягчения по Кремер-Сарнову в 30° Ц, потребуются при нормальных условиях (0°, 760 мм Нг.) 2850 л воздуха. Со скоростью продувания 1 л воздуха на 1 кг смолы продувание продолжалось бы 2850 мин. или 47,5 часов, а при скорости 10 л воздуха на 1 кг смолы процесс продувания закончился бы в 285 мин. или 4,75 часа.

Для получения данных о влиянии количества продутого в минуту воздуха на свойства и качество битума был проведён опыт продувания при температуре 284° Ц со скоростью 0,6 л воздуха в минуту, т. е. со скоростью в 10 раз меньшей, чем в опыте № 42.

1. Опыт № 44. Продувание битума при 284° Ц со скоростью 0,6 л воздуха в минуту на 1 кг смолы.

Опыт был проведён аналогично предыдущим. В аппарат помещали 1000 г тяжёлой смолы и нагревали её до 283° Ц, после чего продували воздух. Данные о ходе процесса окисления, с количествами продутого воздуха и температурами размягчения, приведены в таблице 22.

Таблица 22.

Данные о ходе процесса продувания битума при 284° Ц и скорости продувания 0,6 л воздуха в минуту.

№№ проб	Количество продутого воздуха в литрах		Температура размягчения по Кр.-С. °Ц	Примечания
	в условиях опыта	при 0° Ц, 760 мм Нг		
I	27,5	26	9,3	
II	58,0	54	13,5	
III	86,0	81	16,8	
IV	107,0	100	19,0	
V	144,0	135	22,6	
VI	171,0	161	25,6	
Конец	181,0	170	27,0	

Сравнивая данные таблицы с данными опыта № 42 (табл. 17), мы видим, что в первой половине продувания количественные показатели совпадают, т. е. одинаковым количествам продутого воздуха соответствуют, примерно, одинаковые температуры размягчения битума. Однако, начиная с 81 литра, температура размягчения битума в опыте № 44

При 15,0° Ц	остающаяся	пенетрация	составляла	25,2°
„ 20,0° „	„	„	„	21,7°
„ 25,0° „	„	„	„	22,6°
„ 27,5° „	„	„	„	22,3°

В опыте № 42 процент остающейся пенетрации после нагревания составлял 27,8, но в случае опыта № 44, который был проведён при такой же температуре, но с меньшей в 10 раз скоростью продувания воздуха в минуту на 1 кг смолы, остающаяся пенетрация составляла только 23,0%, т. е. меньше на 4,8%.

Если бы процент остающейся пенетрации от первоначальной колебался в пределах 1—2, то можно было бы это принять за ошибки опыта. Но 5-процентная разница выходит за пределы ошибок, и мы должны сделать вывод, что длительность продувания битума влияет на качество последнего. Чем скорее при определённой температуре мы проведём процесс окисления, т. е. чем больше количество продутого воздуха в 1 минуту на 1 кг смолы, тем лучшим качеством обладает полученный битум.

Полученный в опыте № 44 битум можно считать по качеству равным остаткам дистилляции при атмосферном давлении. Итак, мы не можем подтвердить выводов К. Лутса¹⁾, что все окислённые воздухом битумы по своему качеству лучше дистилляционных остатков. Не все продутые воздухом битумы лучше дистилляционных остатков, а только битумы, окислённые при более низких температурах и в известных условиях. В случае тяжёлой смолы сланцеперегонного завода Кивийыли таким температурным интервалом является температура 160-170° Ц и ниже.

Для исследования влияния малых количеств воздуха на продувание битума при температуре 200° Ц, был приведён опыт № 45.

2. Опыт № 45. Продувание битума воздухом при 200° Ц.

В аппарат для продувания помещали 1000 г тяжёлой смолы и нагревали её до 200° Ц, после чего вводили воздух со скоростью 0,2 л в минуту на 1 кг смолы.

Данные о ходе процесса продувания приведены в таблице 23.

¹⁾ Luts, K. — Der Estländische Brennschiefer-Kukersit, seine Chemie, Technologie und Analyse. Tartu, 1954, стр. 239.

Повышение температуры размягчения по Кремер-Сарнову при нагревании, вызванное процессами окисления и полимеризации 10,5° Ц.

3. Температура размягчения по кольцу и шару 54,7° „

4. Повышение температуры размягчения по кольцу и шару, вызванное испытанием на испаряемость 11,7° Ц.

Результаты определения пенетрации до и после нагревания приводятся в таблице 24.

Таблица 24.

Зависимость между пенетрациями до и после нагревания у битума, полученного при опыте № 45.

Температура °Ц	Пенетрация °		Остающаяся после нагревания пенетрация от первоначальной в %.
	до нагревания	после нагревания	
10,0	13,6		
15,0	24,0		
20,0	47,6	13,5	28,4
25,0	91,1	24,7	27,1
30,0	177,2	44,1	24,9
32,5	240,0	59,5	24,8
Средний процент остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной			26,3

При продувании воздуха со скоростью 6 литров в минуту на 1 кг смолы, при температурах 196 и 202° Ц, остающаяся пенетрация битумов после нагревания составляла 30% от первоначальной. В опыте же № 45, где скорость продувания была 0,2 литра воздуха в минуту на 1 кг смолы, остающаяся пенетрация составляла 26,3%, т. е. на 4% меньше, чем в предыдущих опытах, проведенных примерно при той же температуре. Таким образом и опыт № 45 подтверждает, что малая скорость продувания воздуха вызывает ухудшение качества битума.

Мы видели, насколько влияет количество продутого воздуха в единицу времени на 1 кг смолы на свойства битумов, изготовляемых при 284 и 200° Ц. В одной более ранней работе¹⁾ изучалось влияние скорости продувания битума при разных количествах воздуха.

¹⁾ Уск И. А. — Академия Наук ЭССР, Научная сессия 23—29 апреля 1947 г. Заседания Отделения физико-математических и технических наук. Тарту, 1948 г., стр. 221—247.

Опыты были проведены при температуре 150°C в том же аппарате и с той же пробой смолы. На 1 кг смолы продували 0,75, 1,5, 3,0, 4,5, 6,0, 7,5, 10, 15 и 20 литров воздуха в минуту. Полученные результаты опытов окисления и данные анализа битумов приводятся в таблице 25.

На основании данных таблицы 25 построена графически на рис. 9 кривая, изображающая соотношение между временем продувания и

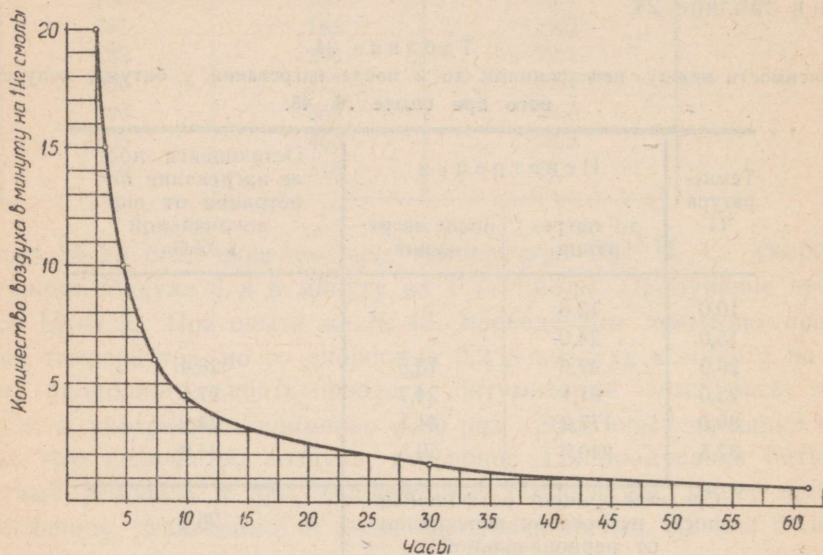


Рис. 9. Продолжительность процесса битумизации при 150°C с разными количествами продуваемого воздуха.

нужным количеством воздуха для окисления битума с температурой размягчения по Кремер-Сарнову 30°C .

Дальше определялись пенетрации у битумов, полученных в опытах 17 и 18. Пенетрации определялись, как и в предыдущих случаях. Но если на основании данных пенетрации мы хотим делать выводы о качестве битумов, как это сделано в настоящей работе, то недостаточно определения пенетрации только при одной температуре, каковой обычно служит температура в 25°C . Мы должны определить пенетрации в широком температурном интервале до и после нагревания. Если мы хотим при суждении о качестве битума считаться с процентом остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной, то мы можем принять в расчёт только пенетрации выше 10 градусов. Ниже

Таблица 25.

Данные о получении битума при 150° Ц с разной скоростью продувания воздуха.

№№ опытов	24	10	11	12	13	14	16	17	18
Количество продутого воздуха в минуту в литрах	0,75	1,5	3,0	4,5	6,0	7,5	10,0	15,0	20,0
Продолжительность процесса продувания	61 ч. 8 м.	30 ч. 8 м.	16 ч. 32 м.	10 ч. 22 м.	7 ч. 50 м.	5 ч. 50 м.	4 ч. 32 м.	3 ч. 4 м.	2 ч. 13 м.
Продолжительность процесса продувания при битуме с температурой размягчения по Кр.-С. в 30° Ц	61 ч. 8 м.	30 ч. 8 м.	14 ч. 22 м.	9 ч. 50 м.	7 ч. 22 м.	5 ч. 50 м.	4 ч. 51 м.	3 ч. 21 м.	2 ч. 34 м.
Выход битума, %	97,1	97,7	97,6	98,0	98,5	98,0	97,7	96,8	97,0
Свойства полученного битума:									
Температура вспышки по Маркуссону, °Ц	207	209	206	206	206	207	207	214	214
Температура размягчения по Кр.-С., °Ц	29,9	29,8	32,2	31,2	30,8	29,8	28,7	28,0	27,5
Температура размягчения по кольцу и шару, °Ц	42,8	42,9	44,9	43,8	43,2	42,6	41,4	40,0	39,1
Потеря в весе при нагревании, %	1,9	2,2	2,3	2,1	2,1	2,0	2,0	1,9	2,1
Температура размягчения по Кр.-С. после нагревания, °Ц	41,6	40,2	42,7	40,7	39,7	40,2	38,2	36,3	36,5
Повышение температуры размягчения по Кр.-С., вызванное нагреванием, °Ц	11,7	10,4	10,5	9,5	8,8	10,4	9,5	8,3	9,0
Повышение температуры размягчения по Кр.-С., вызванное потерей через испарение при нагревании, °Ц	1,5	1,8	1,8	1,7	1,7	1,6	1,6	1,5	1,7
Повышение температуры размягчения по Кр.-С., вызванное окислением и полимеризацией при нагревании, °Ц	10,2	8,6	8,7	7,8	7,1	8,8	7,9	6,8	7,3
Температура размягчения по кольцу и шару после нагревания, °Ц	54,3	54,3	56,6	53,8	53,2	53,2	51,0	48,5	48,0
Повышение температуры размягчения по кольцу и шару, вызванное нагреванием, °Ц	11,5	11,4	11,7	10,0	10,0	10,6	9,6	8,5	8,9

10° Ц влияние ошибки определения очень значительно. Например, в случае пенетрации ниже 10 градусов (1° = 0,1 мм) ошибка определения колеблется в пределах 0,1—0,2°, что при 1° составляет 10—20%, при 10°—1,2% и при 100° уже не влияет на результат. По вышеприведённым обстоятельствам мы не принимаем в расчёт пенетрации ниже 10 градусов для вычисления процента остающейся после нагревания пенетрации.

При определении пенетрации следует особенно иметь в виду, чтобы температура на поверхности битума перед вторжением иглы не отличалась от константной температуры водяной бани больше, чем на 0,1° Ц. Надлежащая константная температура достигается тем, что сосудик с битумом вкладывается в меньшую водяную баню с ёмкостью примерно в 1 литр и высотой в 5 см. Последнюю баню с сосудиками битума приводят к константной температуре в большой бане, и она подкладывается под пенетрометр для определения пенетрации так, что поверхность битума остаётся покрытой слоем воды примерно в 1,5 см. В маленькой бане имеется также термометр, посредством которого следят за тем, чтобы температура не отклонялась от необходимой больше, чем на $\pm 0,1^\circ$ Ц. Мы можем считаться только с такими данными пенетрации, которые получены при константных температурах.

Результаты определения пенетрации до и после нагревания приводятся в таблице 26.

Как мы видим из данных таблицы, процент пенетрации, остающейся после нагревания, от пенетрации до испытания постепенно повышается, начиная от 29,3% при продувании 0,75 л воздуха в минуту на 1 кг смолы до 37,2% при 20 литрах. Незначительные отклонения можно принять за ошибки опыта.

С уменьшением количества продуваемого воздуха в минуту на 1 кг смолы с 6 л до 0,6 л, при окислении битума при 284° Ц, продолжительность продувания увеличивается в 10—11 раз (с $\frac{1}{2}$ часа до $5\frac{1}{2}$ часов). При этом средний процент остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной уменьшается с 27,8 до 23,0, т. е. на 4,8%.

Получение битума при температуре 200° Ц, со скоростью продувания 0,2 л воздуха в минуту на 1 кг смолы, продолжалось 46 часов, т. е. в 30 раз дольше, чем в случае опыта № 29, проведённого при 202° Ц, но со скоростью 6 л воздуха в единицу времени. Если при опытах № 29 при 202° Ц и № 26 при 196° Ц остающаяся пенетрация после нагревания составляла 30,6% и 30,3% от первоначальной, то в случае опыта

Таблица 26.

Зависимость между пенетрациями до и после нагревания у битумов, полученных при 150° Ц с разной скоростью продувания воздуха.

№№ опытов	24			10			11			12			13			14			16			17			18		
	Температура, °Ц.	Пенетрация до нагревания	Пенетрация после нагревания	Процент остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной	Пенетрация до нагревания	Пенетрация после нагревания	Процент остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной	Пенетрация до нагревания	Пенетрация после нагревания	Процент остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной	Пенетрация до нагревания	Пенетрация после нагревания	Процент остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной	Пенетрация до нагревания	Пенетрация после нагревания	Процент остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной	Пенетрация до нагревания	Пенетрация после нагревания	Процент остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной	Пенетрация до нагревания	Пенетрация после нагревания	Процент остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной	Пенетрация до нагревания	Пенетрация после нагревания	Процент остающейся после нагревания пенетрации от первоначальной		
10,0	14,8			15,4			12,0			13,5			15,6			17,7			21,4			20,0					
15,0	30,0	9,5	31,7	32,5	11,2	34,7	24,0	8,8	36,6	27,0	10,3	38,2	29,8	11,6	38,9	30,4	11,6	38,2	34,6	13,7	39,7	40,0	16,2	40,5	37,0	16,1	43,5
20,0	56,0	17,2	31,7	59,5	17,9	30,0	47,2	14,3	30,3	50,7	18,0	35,7	54,6	20,0	36,7	60,2	20,5	34,1	68,2	23,6	34,6	77,2	27,3	35,4	74,0	26,2	35,4
25,0	106,0	29,0	27,4	114,0	31,3	27,5	87,2	26,5	30,4	95,9	30,6	31,9	103,4	35,8	34,6	113,3	35,1	31,0	129,1	42,0	32,5	142,0	49,0	34,5	139,6	47,2	33,8
28,0																185,5											
30,0	191,0	50,5	26,5	204,7	57,0	27,2	160,6	43,1	26,8	175,3	53,1	30,3	183,5	62,0	33,8	213,7	66,0	30,9		78,3		252,0	91,2	36,2	247,0	90,0	36,4
32,5							207,0			220,0																	
35,0		110,0						73,4			94,1			118,0					145,3				128,5			155,0	
37,5														148,5													
38,0					133,0			102,4			133,0											166,8					
Средний процент остающейся после нагревания пенетр. от первоначальной			29,3			29,4			31,0			34,0			36,0			33,6			35,6			36,6			37,2

№ 45, проведённого при 200°C , она составляла 26,3%, т.е. на 4% меньше.

Изготовление битума с температурой размягчения 30°C по Кремер-Сарнову при 150°C с разными скоростями продувания воздуха, начиная от 0,75 до 20 литров в минуту на 1 кг смолы, продолжалось в первом случае 61 час 8 мин., а в последнем случае — 2 часа 34 мин. Итак, время продувания уменьшилось в 24 раза. Одновременно с ускорением процесса падало повышение температуры размягчения по Кремер-Сарнову, вызванное нагреванием, с $11,7^{\circ}\text{C}$ на $8,6^{\circ}\text{C}$. Средний процент остающейся пенетрации составлял в первом случае 29,3, а в случае продувания воздуха со скоростью 20 л в минуу — 37,2. Таким образом, ускорение продувания битума в 24 раза при одинаковой температуре вызвало одновременно повышение процента остающейся после нагревания пенетрации на 7,9 от пенетрации до нагревания.

Из проведённых опытов следует, что, кроме температуры продувания, на свойства получаемых битумов влияет и продолжительность продувания воздуха. Для получения битумов с лучшими качествами следует провести процесс продувания с большими расходами воздуха в минуту на 1 кг смолы.

Как видно из результатов проведённых опытов, окисление битума с малой скоростью продувания воздуха не имеет никаких преимуществ. Количество воздуха, необходимое для продувания битума с известной температурой размягчения, при известных условиях продувания и известных свойствах смолы, остаётся константным, независимо от того, продуваем ли мы воздух со скоростью 0,2 л или 20 л в минуту на 1 кг смолы.

На основании проведённых опытов, мы приходим к заключению, что при окислении битума с малыми скоростями продуваемого воздуха продолжительность процесса продувания увеличивается, и, вследствие этого, ухудшается качество полученного битума. Этим и объясняется тот факт, что на производстве, при скорости продувания 5 литров в минуту на 1 т смолы, получали битум, остающаяся после нагревания пенетрация которого составляла лишь 14% и даже меньше от пенетрации до нагревания.

VIII. Выводы.

1. Результатом настоящего исследования является изготовление из тяжёлой смолы туннельных печей сланцеперегонного завода Кивиыли битума, который по показателям качества равноценен битуму „Спра-мекс“. Для достижения этого, при производстве битума не следует превышать температуру продувания в 150°C , и количество продуваемого воздуха в минуту должно быть, по меньшей мере, не ниже четырёхкратного объёма исходной смолы.

2. Опыты окисления битума были проведены при температурах от 100 до 284°C , причём выяснилось, что при 100°C для получения битума с температурой размягчения 30°C по Кремер-Сарнову потребовалось в условиях опыта 16000 л воздуха, а при 284°C только — 172 л, т. е. в 93 раза меньше. Значит, процесс окисления битума при 284°C совершается в 93 раза скорее, чем при температуре 100°C , при одинаковой скорости продувания воздуха.

3. С повышением температуры битума во время продувания увеличивается повышение температуры размягчения, вызванное нагреванием, и понижается процент остающейся пенетрации от первоначальной пенетрации до испытания. Итак, чем выше температура во время продувания битума, тем худшим качеством обладает окислённый битум.

4. Кроме температуры продувания, на качество полученного при определённой температуре битума влияет ещё продолжительность процесса продувания. Чем дольше он длится, тем больше ухудшается качество битума. Значит, процесс продувания следует проводить с возможно большими количествами воздуха.

5. Продувание битума не следует предпринимать с расчётом получения дутых битумов, превосходящих по своим качествам дистилляционные остатки. В результате настоящего исследования выяснилось, что только битумы, полученные при более низких температурах, лучше дистилляционных остатков. С переходом же известной температурной

границы получают битумы худшего качества, по сравнению с остаточными битумами вакуумной дистилляции. Этой границей является примерно температура в 170°C . Так, напр., битум, полученный при 200°C со скоростью продувания 6 л воздуха в минуту на 1 кг смолы, по качеству хуже вакуумного остатка с одинаковой температурой размягчения. В случае продувания при той же температуре только 0,1—0,005 л воздуха в минуту на 1 кг исходной смолы, окислённый битум по своему качеству может быть даже хуже остатка дистилляции при атмосферном давлении.

6. При производстве битума в сланцевой промышленности следует заботиться о том, чтобы для изготовления битума применялись самые тяжёлые смолы, во избежание у полученного битума низкой температуры вспышки и большой потери при нагревании. Следует также заботиться о том, чтобы продувание битума производилось большими количествами воздуха, для чего необходимы достаточно мощные компрессоры. Окисление битума с малой скоростью продувания воздуха не имеет никаких преимуществ, а наоборот, продолжительность процесса значительно увеличивается, и в результате этого получается битум худшего качества.

Процесс получения битума из сланцевой смолы продуванием воздуха был до сих пор недостаточно изучен. В настоящей работе доказано, что из сланцевой смолы можно изготавливать битум, который по показателям стабильности не уступает битумам нефтяного происхождения, а потому мнение, будто бы битумы из сланцевой смолы вообще не могут соответствовать нормам, установленным на нефтебитумы, не обосновано.

Если в сланцеперегонной промышленности при изготовлении битума будет соблюдаться выработанный в настоящей работе технологический режим, то получаемый битум сможет удовлетворять как строителей дорог, так и других потребителей несравненно лучше, чем производившийся до сего времени продукт.

Автор выражает свою благодарность директору Института Химии Академии Наук Эстонской ССР, действительному члену АН ЭССР, проф. П. К. Когерману за оказание помощи при проведении вышеизложенных исследований.

Литература.

1. Иголкин Н. И. — Изыскивать заменители битума. Строительство дорог, 5 (1947), стр. 10.
2. Клеввер Х. В. — Эстонский патент 617, 1925.
3. Корвиллем J. — Über die thermale Zersetzung von Estländischem Ölschiefer-Kokersit, Acta et Commentationes Universitatis Tartuensis (Dorpatensis) A XVI, 6 (1929).
4. Luts K. — Der Estländische Brennschiefer-Kokersit, seine Chemie, Technologie und Analyse, Tartu, 1934, стр. 238—252.
5. Майер Р. и Трампедях — Эстонский патент 570, 1925.
6. Майер Р. и Якоби — Эстонский патент 471, 1925.
7. Пуксов А. — Асфальт из горючего сланца (на эстонском языке), диссертация (1930), Тартуский Государственный Университет.
8. Старицкий Н. Г. — Методы испытания битумных и дегтевых дорожно-строительных материалов. Москва. 1939.
9. Уск И. А. — Академия Наук ЭССР, Научная сессия 23—29 апреля 1947 г., Заседания Отделения физико-математических и технических наук. Тарту, 1948, стр. 212—247.
10. Файнгар Н. Н. — Обзор состояния асфальтового дела в СССР. Москва, 1934.
11. Ноерфнер К. А. — Über die Untersuchung von estnischen Brennschiefer-Asphalten unter Anwendung einiger neuartiger Verfahren, Berlin, 1932.
12. Файнгар М., Тишина А., Ефремова Л. и Урусов Л. — Получение битумов из сланцевой смолы. Горючие сланцы I (1932), стр. 35.

Содержание.

	Стр.
Предисловие	3
I. Введение	5
II. Анализ тяжёлой смолы туннельных печей сланцеперегонного завода Кивиыли	10
III. Дестилляция при атмосферном давлении тяжёлой смолы туннельных печей сланцеперегонного завода Кивиыли	12
1. Дестилляция № 1	12
2. Дестилляция № 2	13
3. Дестилляция № 3	14
4. Дестилляция № 4	15
5. Дестилляция № 5	15
IV. Вакуумная дестилляция тяжёлой смолы туннельных печей сланцеперегонного завода Кивиыли	17
1. Вакуумная дестилляция № 1	17
2. Вакуумная дестилляция № 2	18
3. Пенетрация	22
V. Изготовление битума продуванием воздуха из тяжёлой смолы туннельных печей сланцеперегонного завода Кивиыли при разных температурах	23
1. Описание аппаратуры для изготовления битума продуванием воздуха	23
2. Опыт № 35. Продувание битума воздухом при температуре 100° Ц	23
3. Опыт № 34. Продувание битума воздухом при температуре 110° Ц	26
4. Опыт № 25. Продувание битума воздухом при 120° Ц	28
5. Опыт № 33. Продувание битума воздухом при 130° Ц	30
6. Опыт № 37. Продувание битума воздухом при 140° Ц	32
7. Опыт № 28. Продувание битума воздухом при 150° Ц	33
8. Опыт № 32. Продувание битума воздухом при 164° Ц	35
9. Опыт № 31. Продувание битума воздухом при 175° Ц	37
10. Опыт № 26. Продувание битума воздухом при 196° Ц	38
11. Опыт № 29. Продувание битума воздухом при 202° Ц	39
12. Опыт № 38. Продувание битума воздухом при 228° Ц	41
13. Опыт № 36. Продувание битума воздухом при 252° Ц	43
14. Опыт № 42. Продувание битума воздухом при 284° Ц	44

	Стр.
VI. Анализы нефтяных и выпущенных сланцеперегонной промышленностью асфальтовых битумов	52
1. Анализ битума «Спрамекс 265»	52
2. Анализ битума, выпущенного сланцеперегонной промышленностью	53
VII. Влияние количества воздуха на свойства окислённого битума	56
1. Опыт № 44. Продувание битума при 284° Ц со скоростью 0,6 л воздуха в минуту на 1 кг смолы	57
2. Опыт № 45. Продувание битума воздухом при 200° Ц	59
VIII. Выводы	66
Литература	68

Vastutav toimetaja P. Kogerman.

Tehniline toimetaja H. Seletus.

Ladumisele antud 7. II 1949. Trükkimisele antud 27. IV 1949. Faberi kaust 67×95, 1/16. Trükipoognaid 4³/₈ + lisad 5⁵/₈. Autoripoognaid 3,96. Arvestuspoognaid 4,25. MB 01685. Laotihedus trpg. 42 500. Tiraaž 1200. Trükikoja tellimus nr. 292. Trükikoda „Tartu Kommunist“, Tartu, Ülikooli 21/23.

Цена 6 руб.

TÜ RAAMATUKOGU



1 0300 00535952 8