



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101787298 B

(45) 授权公告日 2014. 05. 28

(21) 申请号 200910147687. 0

CN 101220284 A, 2008. 07. 16, 权利要求 1.

(22) 申请日 2009. 06. 12

JP 特开平 5-271665 A, 1993. 10. 19, 说明书第 17-23 段.

(66) 本国优先权数据

200910077570. X 2009. 01. 23 CN

CN 1912053 A, 2007. 02. 14, 说明书第 3-5 段.

(73) 专利权人 北京石油化工学院

地址 102617 北京市大兴区清源北路 19 号

审查员 李款

(72) 发明人 熊杰明 葛明兰 翟彦青 高俊斌

(74) 专利代理机构 小松专利事务所 11132

代理人 陈祚龄

(51) Int. Cl.

C10C 3/00 (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101289625 A, 2008. 10. 22, 说明书第 2 页第 4 段及第 3 页第 1-8 段.

CN 101289625 A, 2008. 10. 22, 说明书第 2 页第 4 段及第 3 页第 1-8 段.

CN 1793287 A, 2006. 06. 28, 权利要求 1.

CN 1793287 A, 2006. 06. 28, 权利要求 1.

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

一种煤沥青的净化方法

(57) 摘要

本发明涉及一种煤沥青的净化方法,其特征在于它以中温煤沥青或煤焦油软沥青作原料,用来自焦化的芳烃与来自石化的煤油或轻柴油所组成的混合溶剂,或用重柴油作溶剂,在一定温度下进行充分混合和溶解,经离心分离,尾弃残渣,将所得清液进行蒸馏,以去除并回收溶剂后,即可得到喹啉不溶物含量为 0.01 ~ 0.04% 的净化沥青。该方法具有工艺简单,生产成本低,分离效率高,QI 含量更低的优点及效果,净化之后的沥青完全满足制造针状焦、碳纤维等产品的需要。

1. 一种煤沥青的净化方法,其特征在于它按下述步骤进行:以中温煤沥青或煤焦油软沥青为原料,将煤沥青原料与溶剂在 80 ~ 95℃温度下充分搅拌和混合,使沥青充分溶解,然后在 4000rpm,离心分离 4min,沥青溶解后在 80 ~ 95℃温度下进行离心分离,尾弃残渣,所得清液进行蒸馏,去除并回收溶剂后,得到喹啉不溶物含量为 0.01 ~ 0.04%的净化沥青;所述溶剂是来自焦化的芳烃与煤油或轻柴油所组成的混合溶剂,或是重柴油;所述的来自焦化的芳烃是洗油、脱酚酚油;所述煤焦油软沥青的溶剂芳烃与煤油或轻柴油的质量比例为 0.2 ~ 1.0 : 1,溶剂与沥青的质量比为 0.9 ~ 1.5 : 1;所述中温煤沥青的溶剂芳烃与煤油或轻柴油的质量比例为 0.3 ~ 1.5 : 1,溶剂与沥青的质量比为 1.0 ~ 2.0 : 1;重柴油与软沥青的质量比为 0.9 ~ 1.5 : 1,重柴油与中温煤沥青的质量比为 1.0 ~ 2.0 : 1。

## 一种煤沥青的净化方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种煤沥青的净化方法,属煤沥青深加工领域。

### 背景技术

[0002] 我国煤沥青资源非常丰富,但目前主要作为中温煤沥青、改质沥青、燃料油等初级品利用,附加值低,资源浪费严重。实际上,中温煤沥青或煤焦油软沥青芳烃含量高,是针状焦、碳纤维等高附加值产品的重要原料。问题是,制备这类高附加值产品,必须首先彻底脱除其中的喹啉不溶物(QI)。目前,关于煤沥青中喹啉不溶物的脱除工艺很不成熟。如专利文献 CN101289625 公开了以中温煤沥青或煤焦油软沥青为原料,利用脂肪烃溶剂与芳香烃溶剂配制混合溶剂,在萃取塔内进行抽提分离,脱除沥青中的喹啉不溶物的方法。由于沥青中的 QI 颗粒非常细,富含 QI 残渣的重相与富含净化沥青的轻相之间的密度差小,靠重力沉降速度非常慢,效率低,必须采用较高的萃取塔、较大的塔径;或者采用较高的温度,以降低体系粘度才能达到足够的分离效果。总体说来,沉降法脱除 QI 的效果非常有限,QI 含量不能有效降低到 0.01%。此外,该专利中也未给出脂肪烃的具体名称或特点。事实上,自石油馏份或产品中,适合于作溶剂的纯脂肪烃很少,价格也非常贵。

[0003] 专利文献 CN101294090 公开了煤沥青的离心净化方法,但在常温下操作,温度太低,溶剂对沥青的溶解能力非常低,必须使用大量的溶剂,处理负荷高,设备庞大,溶剂回收能耗非常高;使用单一成分溶剂,对 QI 颗粒无絮凝作用,离心效果有限,必须借助 0.02 ~ 0.8  $\mu\text{m}$  的过滤器材进一步处理,过程非常复杂。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的正是为了克服现有技术中存在的缺点与不足,而提供一种煤沥青的净化方法,从而可得到喹啉不溶物含量为 0.01 ~ 0.04% 的净化沥青,满足制造针状焦、碳纤维产品的需要,同时简化了工艺过程、降低过程成本。

[0005] 本发明的目的是通过下列技术方案实现的:

[0006] 一种煤沥青的净化方法,它按下述步骤进行:

[0007] 以中温煤沥青或煤焦油软沥青为原料,将煤沥青原料分别与溶剂在 80 ~ 95 $^{\circ}\text{C}$  温度下充分搅拌和混合,使沥青充分溶解,溶剂与沥青的质量比为 0.9 ~ 2.0 : 1,沥青溶解后在 80 ~ 95 $^{\circ}\text{C}$  温度下进行离心分离,尾弃残渣,所得清液进行蒸馏,去除并回收溶剂后,即可得到喹啉不溶物含量为 0.01 ~ 0.04% 的净化沥青。

[0008] 所述溶剂可以是来自焦化的芳烃与煤油或轻柴油所组成的混合溶剂;也可以是重柴油;

[0009] 所述的来自焦化的芳烃可以是洗油、脱酚酚油;

[0010] 所述煤焦油软沥青的溶剂芳烃与煤油或轻柴油的质量比例为 0.2 ~ 1.0 : 1,溶剂与沥青的质量比为 0.9 ~ 1.5 : 1。

[0011] 所述中温煤沥青的溶剂芳烃与煤油或轻柴油的质量比例为 0.3 ~ 1.5 : 1,溶剂与

沥青的质量比为 1.0 ~ 2.0 : 1 ;

[0012] 所述溶剂也可以是重柴油,重柴油与软沥青的质量比为 0.9 ~ 1.5 : 1,重柴油与中温沥青的质量比为 1.0 ~ 2.0 : 1。

[0013] 本发明的方法是将中温煤沥青或煤焦油软沥青的原料与溶剂在 80 ~ 95℃温度下溶解后再进行离心分离。该温度为现有连续化工业离心的正常工作温度,由于提高了操作温度,大大提高了溶剂对沥青的溶解能力,再通过离心分离技术,使 QI 颗粒的沉降速度可以达到重力沉降的 3000 倍以上,分离时间可以大大缩短,分离效率显著提高,并且许多靠沉降技术无法去除的小颗粒,通过离心方法能很好的脱除,使沥青的净化效果上了一个档次,更进一步降低了 QI 含量;由于离心机的体积显著小于大型沉降或抽提设备,分离设备的体积也大幅缩小,即缩短了分离时间;采用混合溶剂,使原生 QI 颗粒之间相互絮凝成大颗粒,从而加速沉降过程,显著提高了分离效果,避免了其后使用繁琐的过滤过程;采用更广泛的溶剂,不必采用单纯的脂肪烃、苯、喹啉等昂贵的溶剂,而采用像煤油、轻柴油类以烷烃为主的溶剂与相应的芳烃组合,即可达到很好的效果,净化后喹啉不溶物含量为 0.01%。

[0014] 由于采取上述技术方案使本发明技术与已有技术相比具有工艺简单,生产成本低,分离效率高, QI 含量更低的优点及效果,净化之后的沥青完全满足制造针状焦、碳纤维等产品的需要。

### 具体实施方式

[0015] 下面实施例,对本发明加以进一步说明,但本发明不只限于这些实施例。

[0016] 实施例 1

[0017] 将煤焦油软沥青 150g 和洗油 56g、煤油 94g 在 80℃温度下充分搅拌和混合,使沥青充分溶解,然后在 4000rpm、80℃温度下离心分离 4min,尾弃残渣,所得滤液进行蒸馏,去除溶剂后,即可得到喹啉不溶物含量为 0.01%的净化沥青。

[0018] 实施例 2

[0019] 将煤焦油软沥青 150g 和洗油 56g、煤油 79g 在 85℃温度下充分搅拌和混合,使沥青充分溶解,然后在 4000rpm、85℃温度下离心分离 4min,尾弃残渣,所得滤液进行蒸馏,去除溶剂后,即可得到喹啉不溶物含量为 0.01%的净化沥青。

[0020] 实施例 3

[0021] 将焦油软沥青 150g 和洗油 107g、煤油 118g 在 90℃温度下充分搅拌和混合,使沥青充分溶解,然后在 4000rpm、90℃温度下离心分离 4min,尾弃残渣,所得滤液进行蒸馏,去除溶剂后,即可得到喹啉不溶物含量为 0.01%的净化沥青。

[0022] 实施例 4

[0023] 将焦油软沥青 150g 和脱酚酚油 112.5g、轻柴油 112.5g 在 85℃温度下充分搅拌和混合,使沥青充分溶解,然后在 4000rpm、85℃温度下离心分离 4min,尾弃残渣,所得滤液进行蒸馏,去除溶剂后,即可得到喹啉不溶物含量为 0.04%的净化沥青。

[0024] 实施例 5

[0025] 将中温煤沥青 150g 和洗油 75g、煤油 75g 在 85℃温度下充分搅拌和混合,使沥青充分溶解,然后在 4000rpm、85℃温度下离心分离 4min,尾弃残渣,所得滤液进行蒸馏,去除溶剂后,即可得到喹啉不溶物含量为 0.01%的净化沥青。

[0026] 实施例 6

[0027] 将中温煤沥青 150g 和洗油 135g、煤油 90g 在 80℃温度下充分搅拌和混合,使沥青充分溶解,然后在 4000rpm、80℃温度下离心分离 4min,尾弃残渣,所得滤液进行蒸馏,去除溶剂后,即可得到喹啉不溶物含量为 0.01%的净化沥青。

[0028] 实施例 7

[0029] 将中温煤沥青 100g 和洗油 89g、轻柴油 111g 在 90℃温度下充分搅拌和混合,使沥青充分溶解,然后在 4000rpm、90℃温度下离心分离 4min,尾弃残渣,所得滤液进行蒸馏,去除溶剂后,即可得到喹啉不溶物含量为 0.01%的净化沥青。

[0030] 实施例 8

[0031] 将中温煤沥青 200g 和脱酚酚油 135g、轻柴油 90g 在 90℃温度下充分搅拌和混合,使沥青充分溶解,然后在 4000rpm、90℃温度下离心分离 4min,尾弃残渣,所得滤液进行蒸馏,去除溶剂后,即可得到喹啉不溶物含量为 0.04%的净化沥青。

[0032] 实施例 9

[0033] 将焦油软沥青 150g 和洗油 25g、煤油 125g 在 95℃温度下充分搅拌和混合,使沥青充分溶解,然后在 4000rpm、95℃温度下离心分离 4min,尾弃残渣,所得滤液进行蒸馏,去除溶剂后,即可得到喹啉不溶物含量为 0.02%的净化沥青。

[0034] 实施例 10

[0035] 将中温煤沥青 150g 和洗油 35g、煤油 115g 在 95℃温度下充分搅拌和混合,使沥青充分溶解,然后在 4000rpm、95℃温度下离心分离 4min,尾弃残渣,所得滤液进行蒸馏,去除溶剂后,即可得到喹啉不溶物含量为 0.02%的净化沥青。

[0036] 实施例 11

[0037] 将焦油软沥青 150g 和重柴油 150g,在 85℃温度下充分搅拌和混合,使沥青充分溶解,然后在 4000rpm、85℃温度下离心分离 4min,尾弃残渣,所得滤液进行蒸馏,去除溶剂后,即可得到喹啉不溶物含量为 0.02%的净化沥青。

[0038] 实施例 12

[0039] 将中温煤沥青 150g 和重柴油 200g,在 85℃温度下充分搅拌和混合,使沥青充分溶解,然后在 4000rpm、85℃温度下离心分离 4min,尾弃残渣,所得滤液进行蒸馏,去除溶剂后,即可得到喹啉不溶物含量为 0.01%的净化沥青。