

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C10G 73/12 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200710019959.X

[43] 公开日 2007年9月5日

[11] 公开号 CN 101029255A

[22] 申请日 2007.2.1

[21] 申请号 200710019959.X

[71] 申请人 中国矿业大学

地址 221008 江苏省徐州市泉山区中国矿业大学科技处

[72] 发明人 胡光洲 张双全

[74] 专利代理机构 南京经纬专利商标代理有限公司
代理人 楼高潮

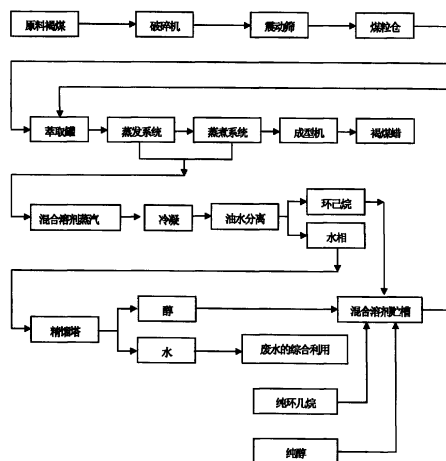
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

[54] 发明名称

褐煤蜡绿色萃取溶剂及生产工艺

[57] 摘要

本发明的褐煤蜡绿色萃取溶剂及生产工艺，采用环己烷和醇类的混合溶剂；对褐煤进行破碎、筛分，将褐煤煤粒放入萃取罐，按固液体积比为1:1~1:4的比例放入混合溶剂进行萃取，将萃取后的溶液进行闪蒸，回收溶剂；在通过蒸煮系统将残余混合溶剂蒸发，得到粗褐煤蜡；用换热器将蒸发的混合溶剂蒸汽冷凝，然后进行油水分离，将上层的环己烷送入溶剂贮槽；将下层液体中的叔丁醇与水通过精馏方法分离，分离的叔丁醇导入溶剂贮槽；检测溶剂贮槽中环己烷或叔丁醇的含量，补充纯环己烷和纯醇类溶剂，并使两种混合溶剂的比例符合要求，再继续使用。其萃取溶剂安全可靠，萃取工艺简单，产蜡率较高，经济环保，溶剂重复使用率高，成本低，具有广泛的实用性。



1. 褐煤蜡绿色萃取溶剂,其特征是:采用环己烷与醇类两种混合物,混合的质量百分比:环己烷为30~90%,醇类为70~10%。
2. 根据权利要求1所述的褐煤蜡绿色萃取溶剂,其特征是:所述的醇类可以是叔丁醇、甲醇或乙醇。
3. 根据权利要求1所述的褐煤蜡绿色萃取溶剂的生产工艺,其特征是:
 - a. 对褐煤进行破碎、筛分,取颗粒粒径为0.6~20mm的褐煤;
 - b. 将筛分得到的褐煤粒放入萃取罐,加入固液体积比为1:1~1:4的环己烷与醇类的混合溶剂,用饱和水蒸汽加热、常压或加压进行萃取;
 - c. 将萃取后的溶液通过蒸发系统进行闪蒸,回收混合溶剂,再通过蒸煮系统将残余混合溶剂蒸发,即得到产品褐煤蜡;
 - d. 用换热器将蒸发的混合溶剂蒸汽冷凝,然后进行油水分离,将上层的环己烷送入混合溶剂贮槽,下层水相通过精馏塔进行醇与水的分离,分离的醇导入混合溶剂贮槽;
 - e. 检测溶剂贮槽中环己烷或醇的含量,分别补充纯环己烷和醇类溶剂,使之符合比例后,再送到萃取罐中继续使用。

褐煤蜡绿色萃取溶剂及生产工艺

技术领域

本发明涉及一种萃取溶剂及生产工艺，尤其是褐煤蜡绿色萃取溶剂及生产工艺。

背景技术

褐煤蜡一般是指褐煤经有机溶剂萃取得到的一种复杂化合物的混合物。褐煤蜡及其加工制品是目前任何一种天然蜡或合成蜡所不能替代的，是目前国民经济中一种不可或缺的重要化工产品。对于褐煤蜡萃取用的溶剂，八十年代国际上采用甲苯，目前采用何种溶剂由于技术保密不得而知。国内褐煤蜡企业（主要有内蒙乌丹蜡厂、云南寻甸蜡厂）所使用的一直则是传统有机溶剂苯，该溶剂存在下述问题：

- (1) 苯属于易燃易爆有毒有害物质，萃取过程又是在接近其沸点的较高温度下操作，挥发量大，对操作人员身体和周围环境的危害很大；
- (2) 苯对蜡的选择性不太理想，所萃取出来的褐煤蜡中树脂和地沥青含量较高，提取的粗蜡质量较低；
- (3) 残留在褐煤蜡中的苯溶剂限制了产品的使用领域。

发明内容

本发明的目的是克服已有技术中的不足之处，提供一种减小对操作人员身体和周围环境的危害，萃取品位高，使用范围广的褐煤蜡绿色萃取溶剂及生产工艺。

本发明的褐煤蜡绿色萃取溶剂采用环己烷与醇类两种混合物，混合的质量百分比：环己烷为 30~90%，醇类为 70~10%。

所述的醇类可以是叔丁醇、甲醇或乙醇。

本发明的褐煤蜡绿色萃取生产工艺是：

- a. 对褐煤进行破碎、筛分，取颗粒粒径为 0.6~20mm 的褐煤；
- b. 将筛分得到的褐煤粒放入萃取罐，加入固液体积比为 1: 1~1: 4 的环己烷与醇类的混合溶剂，用饱和水蒸汽加热、常压或加压进行萃取；
- c. 将萃取后的溶液通过蒸发系统进行闪蒸，回收混合溶剂，再通过蒸煮系统将

残余混合溶剂蒸发，即得到产品褐煤蜡；

d. 用换热器将蒸发的混合溶剂蒸汽冷凝，然后进行油水分离，将上层的环己烷送入混合溶剂贮槽，下层水相通过精馏塔进行醇与水的分离，分离的醇导入混合溶剂贮槽；

e. 检测溶剂贮槽中环己烷或醇的含量，分别补充纯环己烷和醇类溶剂，使之符合比例后，再送到萃取罐中继续使用。

本发明的有益效果是：

- (1) 所采用的环己烷与醇混合溶剂的协同效应使得产蜡率较高；
- (2) 产品质量好，所提取蜡颜色比苯蜡要浅；树脂和地沥青含量明显较低；
- (3) 环己烷与醇混合溶剂毒性小，有利于操作环境和周围环境的改善；
- (4) 所得褐煤蜡中不含苯等有毒物质，是环保型产品，将会受到其下游产品厂家的欢迎，而且可能会拓宽褐煤蜡的应用领域；

(5) 环己烷与醇混合溶剂沸点比苯低，苯沸点为 82℃，环己烷与醇混合溶剂沸点为 62~74℃（与混合溶剂的配比有关），环己烷与醇混合溶剂需要的热能较少，耗能低，萃取时一般在接近沸点的温度下进行就能获得较大的提蜡率；

(6) 不增加成本。环己烷与醇混合溶剂重复使用率高，且价格与焦化苯价格相当。

采用同一均匀煤样，分别采用苯和本发明的混合溶剂萃取褐煤蜡，各项指标的平均试验结果对比如下：

表 1

种类 比较项目	苯蜡	新溶剂所得蜡
产蜡率，%	4.02	5.2
颜色	深棕色	棕黄色
树脂，%	27.69	20.13
地沥青，%	2.66	0.19

附图说明

附图是本发明褐煤蜡绿色萃取溶剂的生产工艺流程图。

具体实施方式

下面结合附图对本发明的实施例作进一步的描述：

实施一、采用叔丁醇和环己烷的混合溶剂萃取褐煤蜡，混合溶剂的质量百分比：环己烷为 60%，叔丁醇（甲醇或乙醇）为 40%。

生产工艺流程如附图所示，首先将原料褐煤用破碎机破碎、振动筛筛分进入煤粒仓，取颗粒粒径 1~10mm 的褐煤；将 1 吨褐煤放入夹套加热式萃取罐，按固液体积比为 1: 2.5 的比例放入 2.3m³ 已均匀混合的叔丁醇（甲醇或乙醇）和环己烷混合溶剂进行萃取，用 120℃ 饱和水蒸汽加热，控制操作压力在 3~4MPa 之间，压力超过即停止加热，压力过低则重新加热，萃取时间 2 小时；将萃取后的溶液用泵送入蒸发系统中闪蒸、回收叔丁醇（甲醇或乙醇）和环己烷混合溶剂，再经蒸煮系统将残余混合溶剂蒸发，即得到褐煤蜡，用成型机挤压成形。用列管式换热器换热，以水为冷凝剂，将蒸发系统和蒸煮系统中收集的混合溶剂蒸汽冷凝后，送入油水分离器中分离，在上层的环己烷液体进入混合溶剂贮槽，在下层液体中的叔丁醇（甲醇或乙醇）进入精馏塔与水分离后，分离出的水进入废水池进行综合利用；分离出的叔丁醇（甲醇或乙醇）进入混合溶剂贮槽，与进入环己烷一起可继续使用。回收的混合溶剂约为 1.8 m³，使用前先检测混合溶剂贮槽中环己烷或叔丁醇（甲醇或乙醇）的含量，分别补充两种纯溶剂到混合溶剂贮槽中，使环己烷与叔丁醇（甲醇或乙醇）质量比保持为 60%: 40%。

实施例二、混合溶剂配方：环己烷与叔丁醇（甲醇或乙醇）质量百分比为 80%: 20%。其生产工艺与实施例一基本相同，不同的是：采用罐组式萃取，以三个罐为一组，溶剂逆流操作。具体过程为：将新鲜的环己烷与叔丁醇（甲醇或乙醇）混合溶剂送入其中的褐煤已被萃取过两次的萃取罐中，以与实施例一相同的条件，萃取 1 小时后再送入其中的褐煤已被萃取过一次的萃取罐中，再对未萃取过的褐煤进行萃取。褐煤被萃取过三次后卸料换新煤，依次进行。

