



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 111925816 A

(43) 申请公布日 2020.11.13

(21) 申请号 202010713695.3

(22) 申请日 2020.07.22

(71) 申请人 山东益大新材料股份有限公司

地址 272404 山东省济宁市嘉祥县经济开发
区化工产业园益大路1号

(72) 发明人 徐金城 彭莉 廖虎 韩照宪
岳远会

(74) 专利代理机构 济南舜源专利事务所有限公
司 37205

代理人 于晓晓

(51) Int. Cl.

C10B 55/00 (2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种低CTE煤系针状焦的生产方法

(57) 摘要

本发明属于针状焦制备技术领域,具体涉及一种低CTE煤系针状焦的生产方法,包括如下步骤:煤焦油软沥青进入针状焦原料槽,由泵抽出经原料加热炉加热后进入分馏塔;载气经过载气加热炉加热后进入分馏塔;进入分馏塔的煤焦油软沥青与载气进行热交换,分馏塔的循环油再由泵从分馏塔底部抽出送至原料加热炉加热后,进入交替运行的焦化塔A或焦化塔B,产生的油气进入分馏塔,底部得到生焦;将生焦进入回转窑进行一次煅烧,煅烧后进行一次冷却;冷却后再进入回转窑进行二次煅烧,煅烧后进行二次冷却,得到成品针状焦。本发明的整个焦化生产更加稳定,相比于传统生产方法生产出来的煤系针状焦,本发明的煤系针状焦的CTE值降低了5-10%。

1. 一种低CTE煤系针状焦的生产方法,其特征在于,包括如下步骤:

a. 精制煤焦油软沥青进入针状焦原料槽,由泵抽出经原料加热炉上部对流段加热后,进入分馏塔底部;载气经过载气加热炉加热后进入分馏塔;

b. 进入分馏塔的精制煤焦油软沥青与进入分馏塔的载气进行热交换,分馏塔底部的循环油再由泵从分馏塔底部抽出送至原料加热炉,经原料加热炉的中部辐射段加热后,进入焦化塔A或焦化塔B,焦化塔A与焦化塔B交替运行,所产生的油气进入分馏塔,底部得到生焦;

c. 将生焦进入回转窑进行一次煅烧,煅烧后进行一次冷却;冷却后再次进入回转窑进行二次煅烧,煅烧后进行二次冷却,得到成品针状焦。

2. 如权利要求1所述的一种低CTE煤系针状焦的生产方法,其特征在于,所述载气为焦化干气、蒸汽、惰性气体其中一种。

3. 如权利要求1所述的一种低CTE煤系针状焦的生产方法,其特征在于,所述加热炉为燃气炉或电炉。

4. 如权利要求1所述的一种低CTE煤系针状焦的生产方法,其特征在于,所述一次冷却与二次冷却均采用内置水冷壁形式冷却。

5. 如权利要求1所述的一种低CTE煤系针状焦的生产方法,其特征在于,所述a步骤,原料加热炉的温度为450-550℃。

6. 如权利要求1所述的一种低CTE煤系针状焦的生产方法,其特征在于,所述b步骤,分馏塔塔顶温度为150-200℃,分馏塔塔顶压力为0.1-0.5MPa;焦化塔A或焦化塔B的塔顶温度为420-480℃,焦化塔A或焦化塔B的塔顶压力为0.2-1.0MPa。

7. 如权利要求1所述的一种低CTE煤系针状焦的生产方法,其特征在于,所述c步骤,回转窑一次煅烧时室内煅烧温度为750-850℃,室内压力为-20--50Pa;回转窑二次煅烧时室内煅烧温度为1350-1450℃,室内压力为-5--20Pa;二次冷却后排料温度小于80℃。

8. 如权利要求1生产方法所生产的低CTE煤系针状焦,其特征在于,该煤系针状焦的真密度 $>2.13\text{g}/\text{cm}^3$ 。

一种低CTE煤系针状焦的生产方法

技术领域

[0001] 本发明属于针状焦制备技术领域,具体涉及一种低CTE煤系针状焦的生产方法。

背景技术

[0002] 针状焦是炭素材料中大力发展的一个优质品种,具有光学上的各向异性,并有良好流线型针状结晶碳结构,破碎后其颗粒呈细长状,主要被用作生产超高功率电极、特种炭素材料、碳纤维及其复合材料等高端炭素制品的原料。根据生产针状焦的原料不同将针状焦分为煤系针状焦和油系针状焦,以石油二次加工产生的重质油为原料生产的针状焦称为石油系针状焦,以煤焦油重质馏分和煤沥青为原料生产的针状焦称为煤系针状焦。

[0003] 目前制取煤系针状焦的工艺现有技术中,多数是使用前塔的油气对焦化进行预热,而这些油气本来应该是进入分馏塔,并为分馏塔提供热量,但如果这些油气在焦化塔预热,必然导致进入分馏塔的油气量减少,从而破坏分馏塔的热平衡,造成分馏塔的运行波动。

[0004] 对于石油焦的煅烧,传统回转窑煅烧工艺如下:生焦由下料溜管从常温迅速进入到1200℃的窑体内,时间只需要几秒钟,然后随着窑体转动,到达煅烧带,继续转到窑头进入冷却窑,在冷却窑内喷水直接冷却。传统的回转窑煅烧存在针状焦收率较低如收率一般为70-75%、煅后焦粒度较差等问题。

[0005] 另外,目前各个厂家的煤系针状焦制备工艺均属于保密状态或受专利保护,而且其制备的成本相对偏高、成品率偏低,不利于目前激烈的市场竞争。

发明内容

[0006] 针对现有技术中分馏塔的压力和温度易受到波动、煤系针状焦收集率较低、煅后焦粒度较差问题,本发明提供了一种低CTE煤系针状焦的生产方法,以精制煤焦油软沥青为原料,利用两炉两塔,两级煅烧两次冷却,制造煤系针状焦,整个焦化生产趋于稳定,有利于针状焦的微观结构重排,所制得的煤系针状焦有更低的CTE(热膨胀系数),更加满足了制造高功率电极的技术要求。

[0007] 本发明提供了一种低CTE煤系针状焦的生产方法,包括如下步骤:

[0008] a.精制煤焦油软沥青进入针状焦原料槽,由泵抽出经原料加热炉上部对流段加热后,进入分馏塔底部;载气经过载气加热炉加热后进入分馏塔;

[0009] b.进入分馏塔的精制煤焦油软沥青与进入分馏塔的载气进行热交换,分馏塔底部的循环油再由泵从分馏塔底部抽出送至原料加热炉,经原料加热炉的中部辐射段加热后,进入焦化塔A或焦化塔B,焦化塔A与焦化塔B交替运行,所产生的油气进入分馏塔,底部得到生焦;

[0010] c.将生焦进入回转窑进行一次煅烧,煅烧后进行一次冷却;冷却后再次进入回转窑进行二次煅烧,煅烧后进行二次冷却,得到成品针状焦。

[0011] 进一步的,所述载气为焦化干气、蒸汽、惰性气体其中一种。

- [0012] 进一步的,所述加热炉为燃气炉或电炉。
- [0013] 进一步的,所述一次冷却与二次冷却均采用内置水冷壁形式冷却。
- [0014] 进一步的,所述a步骤,原料加热炉的温度为450-550℃。
- [0015] 进一步的,所述b步骤,分馏塔塔顶温度为150-200℃,分馏塔塔顶压力为0.1-0.5MPa;焦化塔A或焦化塔B的塔顶温度为420-480℃,焦化塔A或焦化塔B的塔顶压力为0.2-1.0MPa。
- [0016] 进一步的,所述c步骤,回转窑一次煅烧时室内煅烧温度为750-850℃,室内压力为-20--50Pa;回转窑二次煅烧时室内煅烧温度为1350-1450℃,室内压力为-5--20Pa;二次冷却后排料温度小于80℃。
- [0017] 由上述生产方法制成的一种低CTE煤系针状焦,其真密度 $>2.13\text{g}/\text{cm}^3$ 。
- [0018] 本发明的有益效果为:
- [0019] 本发明的煤系针状焦的生产方法与现有技术相比,增加了载气和载气加热炉,载气用于初期焦化塔预热及生焦后期的热处理控制,减少了分馏塔压力和温度的波动,也就减少了焦化塔所进原料的温度波动,稳定了焦化生产;相对于现有技术的一次煅烧,本发明对生焦进行两次煅烧,一级中温煅烧主要去除挥发成分,一级冷却有利于微晶基础结构的构建,二级高温煅烧主要去除部分杂原子,有利于焦炭层间结构的重排。
- [0020] 本发明所获得煤系针状焦的焦粒度较好,真密度 $>2.13\text{g}/\text{cm}^3$,CTE值为 $0.6\text{E}-6/^\circ\text{C}-1.1\text{E}-6/^\circ\text{C}$,相比于传统生产方法生产出来的煤系针状焦,本发明的煤系针状焦的CTE值降低了5-10%,满足了制造高功率电极的技术要求。

具体实施方式

- [0021] 为了使本技术领域的人员更好地理解本发明中的技术方案,下面将对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都应当属于本发明保护的范围。
- [0022] 实施例1
- [0023] 本发明实施例所述的低CTE煤系针状焦的生产方法,包括如下步骤:
- [0024] a.精制煤焦油软沥青进入针状焦原料槽,由泵抽出经原料加热炉上部对流段加热后,进入分馏塔底部;载气经过载气加热炉加热后进入分馏塔。其中,原料加热炉的温度为500℃;加热炉为电炉,载气为焦化干气。
- [0025] b.进入分馏塔的精制煤焦油软沥青与进入分馏塔的载气进行热交换,分馏塔底部的循环油再由泵从分馏塔底部抽出送至原料加热炉,经原料加热炉地中部辐射段加热后,进入焦化塔A或焦化塔B,焦化塔A与焦化塔B交替运行,所产生的油气进入分馏塔,底部得到生焦。其中,分馏塔塔顶温度为180℃,分馏塔塔顶压力为0.4MPa;焦化塔A或焦化塔B的塔顶温度为450℃,焦化塔A或焦化塔B的塔顶压力为0.7MPa。
- [0026] c.将生焦进入回转窑进行一次煅烧,煅烧后进行一次冷却;冷却后再次进入回转窑进行二次煅烧,煅烧后进行二次冷却,得到成品针状焦。其中,回转窑一次煅烧时室内煅烧温度为790℃,室内压力为-30Pa;回转窑二次煅烧时室内煅烧温度为1380℃,室内压力为-13Pa;一次冷却与二次冷却均采用内置水冷壁形式冷却,二次冷却后排料温度为75℃。

[0027] 由上述生产方法制成的一种低CTE煤系针状焦,经检测,其真密度为 $2.14\text{g}/\text{cm}^3$,CTE 值为 $0.8\text{E}-6/^\circ\text{C}$,符合优级煤系针状焦的技术指标,满足了制造高功率电极的技术要求。

[0028] 实施例2

[0029] 本发明实施例所述的低CTE煤系针状焦的生产方法,包括如下步骤:

[0030] a.精制煤焦油软沥青进入针状焦原料槽,由泵抽出经原料加热炉上部对流段加热后,进入分馏塔底部;载气经过载气加热炉加热后进入分馏塔。其中,原料加热炉的温度为 490°C ;加热炉为电炉,载气为蒸汽。

[0031] b.进入分馏塔的精制煤焦油软沥青与进入分馏塔的载气进行热交换,分馏塔底部的循环油再由泵从分馏塔底部抽出送至原料加热炉,经原料加热炉地中部辐射段加热后,进入焦化塔A或焦化塔B,焦化塔A与焦化塔B交替运行,所产生的油气进入分馏塔,底部得到生焦。其中,分馏塔塔顶温度为 200°C ,分馏塔塔顶压力为 0.3MPa ;焦化塔A或焦化塔B的塔顶温度为 460°C ,焦化塔A或焦化塔B的塔顶压力为 0.6MPa 。

[0032] c.将生焦进入回转窑进行一次煅烧,煅烧后进行一次冷却;冷却后再次进入回转窑进行二次煅烧,煅烧后进行二次冷却,得到成品针状焦。其中,回转窑一次煅烧时室内煅烧温度为 800°C ,室内压力为 -35Pa ;回转窑二次煅烧时室内煅烧温度为 1400°C ,室内压力为 -15Pa ;一次冷却与二次冷却均采用内置水冷壁形式冷却,二次冷却后排料温度为 78°C 。

[0033] 由上述生产方法制成的一种低CTE煤系针状焦,经检测,其真密度为 $2.14\text{g}/\text{cm}^3$,CTE 值为 $0.9\text{E}-6/^\circ\text{C}$,符合优级煤系针状焦的技术指标,满足了制造高功率电极的技术要求。

[0034] 尽管通过优选实施例的方式对本发明进行了详细描述,但本发明并不限于此。在不脱离本发明的精神和实质的前提下,本领域普通技术人员可以对本发明的实施例进行各种等效的修改或替换,而这些修改或替换都应在本发明的涵盖范围内/任何熟悉本技术领域的技术人员在本发明揭露的技术范围内,可轻易想到变化或替换,都应涵盖在本发明的保护范围之内。因此,本发明的保护范围应以权利要求所述的保护范围为准。