



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103113910 B

(45) 授权公告日 2014. 07. 02

(21) 申请号 201310034778. X

CN 1793287 A, 2006. 06. 28, 全文.

(22) 申请日 2013. 01. 30

CN 101302431 A, 2008. 11. 12, 对比文件 1 说明书第 1 页第 5 段至第 2 页第 2 段, 实施例 1 第 4 行.

(73) 专利权人 陕西煤业化工技术研究院有限责任公司

CN 101787298 A, 2010. 07. 28, 全文.

地址 710075 陕西省西安市高新区锦业一路 2 号陕西煤业化工集团公司

郭少青等. “煤系针状焦原料预处理技术进展”. 《炭素技术》. 2011, 第 30 卷 (第 3 期), 40-43.

(72) 发明人 杨阳 付东升 尚建选

审查员 张盼

(74) 专利代理机构 西安通大专利代理有限公司 61200

代理人 蔡和平

(51) Int. Cl.

C10C 1/00 (2006. 01)

C10C 3/00 (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101294090 A, 2008. 10. 29, 说明书第 2 页第 7-8 段.

US 4517072 A, 1985. 05. 14, 全文.

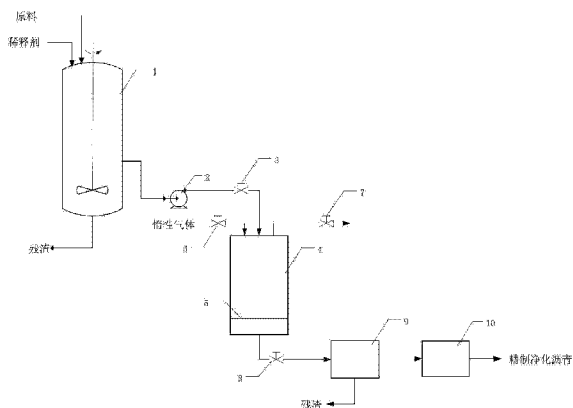
权利要求书 1 页 说明书 5 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种煤系针状焦的原料预处理方法

(57) 摘要

本发明公开了一种煤系针状焦的原料预处理方法,包括:1)将原料与稀释剂加入到搅拌釜中,分离出溶剂不溶物;2)将混合液泵入加热加压过滤釜中;3)混合液经加热加压过滤釜中滤材层过滤;4)向加热加压过滤釜注入惰性气体,加压,惰性气体保护下加热、热滤;5)滤离心过滤,得到离心液;6)离心液经过常压蒸馏回收稀释剂,最终得到用于生产煤系针状焦的精制净化沥青原料。此工艺制得的用于生产煤系针状焦的沥青原料的收率比其他方法提高了 10~20%,可获得焦化收率较高、光学各向异性纤维组织结构较好和热膨胀系数值小的针状焦,生产工艺简单,设备成本低,易于实现大规模生产。



CN 103113910 B

1. 一种煤系针状焦的原料预处理方法,其特征在于,该方法包括下述步骤:

1) 将原料与稀释剂按照质量比 1:1 ~ 10 比例加入到搅拌釜中,搅拌均匀后,分离出溶剂不溶物;

2) 将步骤 1) 中分离出溶剂不溶物后的混合液由原料泵抽出送入加热加压过滤釜中;

3) 混合液经加热加压过滤釜中铺设的滤材层过滤;

4) 经由进气阀门向加热加压过滤釜注入惰性气体,加压,在惰性气体保护下,将加热加压过滤釜中混合液加热,打开出料阀门,混合液进行热过滤;

5) 经步骤 4) 热过滤后的滤液,加入到三足式离心机内,离心过滤,得到离心液;

6) 将步骤 5) 得到的离心液在一定温度的条件下,在常压蒸馏塔内经过常压蒸馏回收稀释剂,最终得到用于生产煤系针状焦的精制净化沥青原料;

所述原料为煤焦油、煤沥青或回配软沥青;

所述稀释剂为煤焦油轻质组分轻油或洗油;

所述加热加压过滤釜内的滤材层由硅藻土、膨胀珍珠岩或硅藻土与膨胀珍珠岩的混合物和不锈钢滤网组合而成,硅藻土与膨胀珍珠岩颗粒的粒度为 70 ~ 400 目,不锈钢滤网目数为 300 ~ 700 目,过滤层厚度为 5 ~ 10 厘米;

所述向加热加压过滤釜注入惰性气体为 N_2 或 Ar;

所述步骤 4) 中向加热加压过滤釜加压至 0.2 ~ 2MPa,混合液加热到 100 ~ 200℃;

所述步骤 5) 中离心机的滤布目数为 800 ~ 1300 目,离心机转速为 1000 ~ 2000 转/分;

所述步骤 6) 中离心液在温度 260 ~ 300℃ 条件下常压蒸馏。

一种煤系针状焦的原料预处理方法

技术领域

[0001] 本发明涉及煤焦油、煤沥青、回配软沥青脱除喹啉不溶物(QI)的处理技术领域,具体地说,是一种生产煤系针状焦的原料预处理方法。

背景技术

[0002] 针状焦是生产高功率、超高功率石墨电极的主要原料,只有用经过特殊处理的合格的精制净化软沥青作原料,才能生产出针状焦,也只有合格的针状焦才能生产出超高功率石墨电极。针状焦按照原料的不同分为油系针状焦和煤系针状焦,由于石油价格居高不下以及石油加工的日趋轻质化,致使油系针状焦原料减少,从而促使了煤系针状焦生产技术的发展。

[0003] 煤焦油、煤沥青和回配软沥青中均含有一定量的喹啉不溶物(QI),喹啉不溶物(QI)主要为甲苯不溶物深度缩聚生成的无定形碳和从炼焦炉炭化室随煤气带来的煤粉和焦粉,在针状焦成焦过程中,喹啉不溶物(QI)会附着在已形成的中间相小球体周围,阻碍小球体的进一步长大和融合,从而不能生成纤维结构良好的针状焦。因此,为了生产合格的针状焦,必须对原料煤焦油、煤沥青和回配软沥青进行净化处理,除去阻碍中间相小球生长的喹啉不溶物(QI)等有害杂质。

[0004] 目前除去煤焦油、煤沥青和回配软沥青中喹啉不溶物(QI)的方法主要有闪蒸法、溶剂法、离心法和加氢法。但上述方法存在工艺复杂、投资成本高、净化效果达不到要求等缺点。

发明内容

[0005] 本发明的目的是提供一种用于生产煤系针状焦的原料预处理方法,以煤焦油、煤沥青或回配软沥青为原料,以煤焦油轻质组分轻油或洗油为稀释剂,充分混合后,经过加热加压热过滤和离心过滤,脱除煤焦油、煤沥青或回配软沥青中的喹啉不溶物(QI),再经常压蒸馏回收稀释剂,制取精制净化沥青,得到适合生产煤系针状焦的原料。

[0006] 本发明是通过以下技术方案加以实现的。

[0007] 一种煤系针状焦的原料预处理方法,包括下述步骤:

[0008] 1)将原料与稀释剂按照质量比 1:1 ~ 10 比例加入到搅拌釜中,搅拌均匀后,分离出溶剂不溶物;

[0009] 2)将步骤 1)中分离出溶剂不溶物后的混合液由原料泵抽出送入加热加压过滤釜中;

[0010] 3)混合液经加热加压过滤釜中铺设的滤材层过滤;

[0011] 4)经由进气阀门向加热加压过滤釜注入惰性气体,加压,在惰性气体保护下,将加热加压过滤釜中混合液加热,打开出料阀门,混合液进行热过滤;

[0012] 5)经步骤 4)热过滤后的滤液,加入到三足式离心机内,离心过滤,得到离心液;

[0013] 6)将步骤 5)得到的离心液在一定温度的条件下,在常压蒸馏塔内经过常压蒸馏回

收稀释剂,最终得到用于生产煤系针状焦的精制净化沥青原料。

[0014] 进一步地,本发明方法中:

[0015] 所述原料为煤焦油、煤沥青或回配软沥青。

[0016] 所述稀释剂为煤焦油轻质组分轻油或洗油。

[0017] 所述加热加压过滤釜内的滤材层由硅藻土、膨胀珍珠岩或硅藻土与膨胀珍珠岩的混合物和不锈钢滤网组合而成,硅藻土与膨胀珍珠岩颗粒的粒度为 70 ~ 400 目,不锈钢滤网目数为 300 ~ 700 目,过滤层厚度为 5 ~ 10 厘米。

[0018] 所述向加热加压过滤釜注入惰性气体为 N₂ 或 Ar。

[0019] 所述步骤 4) 中向加热加压过滤釜加压至 0.2 ~ 2MPa,混合液加热到 100 ~ 200℃。

[0020] 所述步骤 5) 中离心机的滤布目数为 800 ~ 1300 目,离心机转速为 1000 ~ 2000 转 / 分。

[0021] 所述步骤 6) 中离心液在温度 260 ~ 300℃ 条件下常压蒸馏。

[0022] 与现有技术相比,本发明具有以下优点:

[0023] (1) 此工艺制得的用于生产煤系针状焦的沥青原料的收率比其他方法提高了 10 ~ 20%。

[0024] (2) 可获得焦化收率较高、光学各向异性纤维组织结构较好和热膨胀系数值小的针状焦。

[0025] (3) 生产工艺简单,设备成本低,易于实现大规模生产。

附图说明

[0026] 图 1 是本发明所述煤系针状焦原料预处理的工艺所采取的装置结构示意图。

[0027] 图中:1- 搅拌釜 2- 原料泵 3- 进料阀门 4- 加热加压过滤釜 5- 滤材层 6- 进气阀门 7- 放气阀门 8- 出料阀门 9- 离心机 10- 常压蒸馏塔。

具体实施方式

[0028] 下面结合附图及实施例对本发明做进一步详细说明。

[0029] 本发明所述煤系针状焦原料预处理的工艺采取如图 1 所示的装置来实现,所述煤系针状焦原料预处理装置,包括搅拌釜 1、及通过原料泵 2 和管道与搅拌釜 1 相互连接的加热加压过滤釜 4,加热加压过滤釜 4 通过管道依次连接离心机 9 和常压蒸馏塔 10。其中,搅拌釜 1 为立式空釜,釜内设有轴向搅拌器,顶部设有稀释剂入口和原料入口,底部设有残渣出口,搅拌釜 1 中部的原料与稀释剂的混合液出口通过管道与原料泵 2 的入口相连。在加热加压过滤釜 4 的顶部设有惰性气体进气口和惰性气体放气口,在管道上靠近惰性气体进气口处设有进气阀门 6,惰性气体放气口通过管道排空,在管道上靠近惰性气体放气口处设有放气阀门 7。加热加压过滤釜 4 内部设有滤材层 5,滤材层 5 设在加热加压过滤釜 4 腔体内塔底至塔顶的 1/6 处,滤材层 5 由固体颗粒物和不锈钢滤网组合而成,固体颗粒物均匀的铺在不锈钢滤网上。加热加压过滤釜 4 的底部设有滤液出口,滤液出口通过管道与离心机 9 的进料口相连,管道上设有出料阀门 8,离心机 9 底部设有残渣排出口。常压蒸馏塔 10 为板式塔,塔板数为 30 ~ 120,回流比为 4 ~ 10。常压蒸馏塔 10 的顶部设有溶剂出口,溶剂出口依次与冷却器和凝结罐相连实现稀释剂的回收,常压蒸馏塔 10 的底部设有精制净化

沥青出口,最终,精制净化沥青由此出口采出用于后续的延迟焦化和煅烧工序。

[0030] 本发明是通过上述装置结构来实现煤系针状焦的原料预处理工艺方法,方法包括下述步骤:

[0031] 1) 将原料煤焦油、煤沥青或回配软沥青与稀释剂煤焦油轻质组分轻油或洗油,按照质量比 1:1 ~ 10 比例加入到搅拌釜 1 中,搅拌均匀后,分离出溶剂不溶物;

[0032] 2) 将步骤 1) 中分离出溶剂不溶物后的混合液由原料泵 2 抽出送入加热加压过滤釜 4 中;当混合液的注入量达到加热加压过滤釜 4 容积的 2/3 时,关闭进料阀门 3;

[0033] 3) 混合液经加热加压过滤釜 4 中铺设的滤材层过滤;加热加压过滤釜 4 内的滤材层由硅藻土、膨胀珍珠岩或硅藻土与膨胀珍珠岩的混合物和不锈钢滤网组合而成,硅藻土或膨胀珍珠岩或硅藻土与膨胀珍珠岩的混合物均匀的铺在不锈钢滤网上,硅藻土与膨胀珍珠岩颗粒的粒度为 70 ~ 400 目,不锈钢滤网目数为 300 ~ 700 目,过滤层厚度为 5 ~ 10 厘米;

[0034] 4) 经由进气阀门 6 向加热加压过滤釜 4 注入惰性气体(N_2 或 Ar),加压至 0.2 ~ 2MPa,在惰性气体保护下,将加热加压过滤釜 4 中混合液加热到 100 ~ 200 $^{\circ}C$,打开出料阀门 8,混合液进行热过滤,部分余气经放气阀门 7 排出;

[0035] 5) 经步骤 4) 热过滤后的滤液,加入到三足式离心机 9 内,离心机的滤布目数为 800 ~ 1300 目,以 1000 ~ 2000 转/分的转速离心过滤,得到离心液;

[0036] 6) 将步骤 5) 得到的离心液在 260 ~ 300 $^{\circ}C$ 温度的条件下,在常压蒸馏塔 10 内经过常压蒸馏回收稀释剂,最终得到用于生产煤系针状焦的精制净化沥青原料。

[0037] 下述实施例用于进一步说明本发明的不同实例。

[0038] 实施例 1:

[0039] 将原料煤焦油与稀释剂洗油按照质量比 1:1 加入到搅拌釜 1 中,充分混合;将混合液由原料泵 2 抽出送入到加热加压过滤釜 4 中,其中加热加压过滤釜 4 中铺设的滤材层由硅藻土和不锈钢滤网组合而成,硅藻土颗粒的粒度为 70 目,不锈钢滤网目数为 300 目,过滤层厚度为 5 厘米;然后向加热加压过滤釜 4 注入注入 N_2 ,加压至 0.2MPa,加热到 100 $^{\circ}C$,热过滤后的混合液加入到三足式离心机 9 内,离心机的滤布目数为 800 目,以 1000 转/分的转速离心过滤,得到的离心液在 260 $^{\circ}C$ 下常压蒸馏出稀释剂,得到用于生产煤系针状焦的沥青,喹啉不溶物的含量为 0.12%。

[0040] 实施例 2:

[0041] 将原料煤沥青与稀释剂轻油按照质量比 1:1 加入到搅拌釜 1 中,充分混合;将混合液由原料泵 2 抽出送入到加热加压过滤釜 4 中,其中加热加压过滤釜 4 中铺设的滤材层 5 由膨胀珍珠岩和不锈钢滤网组合而成,膨胀珍珠岩颗粒的粒度为 100 目,不锈钢滤网目数为 300 目,过滤层厚度为 5 厘米;然后向加热加压过滤釜 4 注入 N_2 ,加压至 0.8MPa,加热到 180 $^{\circ}C$,热过滤后的混合液加入到三足式离心机 9 内,离心机的滤布目数为 800 目,以 1000 转/分的转速离心过滤,得到的离心液在 260 $^{\circ}C$ 下常压蒸馏出稀释剂,得到用于生产煤系针状焦的沥青,喹啉不溶物的含量为 0.13%。

[0042] 实施例 3:

[0043] 将原料回配软沥青与稀释剂轻油按照质量比 1:5 加入到搅拌釜 1 中,充分混合;将混合液由原料泵 2 抽出送入到加热加压过滤釜 4 中,其中加热加压过滤釜 4 中铺设的滤

材层 5 由硅藻土和不锈钢滤网组合而成,硅藻土颗粒的粒度为 200 目,不锈钢滤网目数为 700 目,过滤层厚度为 7 厘米;然后向加热加压过滤釜 4 注入 N₂,加压至 1MPa,加热到 150℃,热过滤后的混合液加入到三足式离心机 9 内,离心机的滤布目数为 1000 目,以 1500 转/分的转速离心过滤,得到的离心液在 280℃下常压蒸馏出稀释剂,得到用于生产煤系针状焦的沥青,喹啉不溶物的含量为 0.11%。

[0044] 实施例 4:

[0045] 将原料煤沥青与稀释剂洗油按照质量比 1:5 加入到搅拌釜 1 中,充分混合;将混合液由原料泵 2 抽出送入到加热加压过滤釜 4 中,其中加热加压过滤釜 4 中铺设的滤材层 5 由硅藻土与膨胀珍珠岩的混合物和不锈钢滤网组合而成,粉碎至 150 目的硅藻土与粉碎至 150 目的膨胀珍珠岩按质量比 1:2 混合,不锈钢滤网目数为 500 目,过滤层厚度为 8 厘米;然后向加热加压过滤釜 4 注入 Ar,加压至 2MPa,加热到 170℃,热过滤后的混合液加入到三足式离心机 9 内,离心机的滤布目数为 1300 目,以 1500 转/分的转速离心过滤,得到的离心液在 290℃下常压蒸馏出稀释剂,得到用于生产煤系针状焦的沥青,喹啉不溶物的含量为 0.13%。

[0046] 实施例 5:

[0047] 将原料煤焦油与稀释剂轻油按照质量比 1:6 加入到搅拌釜 1 中,充分混合;将混合液由原料泵 2 抽出送入到加热加压过滤釜 4 中,其中加热加压过滤釜 4 中铺设的滤材层 5 由硅藻土和不锈钢滤网组合而成,硅藻土颗粒的粒度为 150 目,不锈钢滤网目数为 600 目,过滤层厚度为 7 厘米;然后向加热加压过滤釜 4 注入 Ar,加压至 1.2MPa,加热到 200℃,热过滤后的混合液加入到三足式离心机 9 内,离心机的滤布目数为 1300 目,以 2000 转/分的转速离心过滤,得到的离心液在 270℃下常压蒸馏出稀释剂,得到用于生产煤系针状焦的沥青,喹啉不溶物的含量为 0.10%。

[0048] 实施例 6:

[0049] 将原料回配软沥青与稀释剂洗油按照质量比 1:8 加入到搅拌釜 1 中,充分混合;将混合液由原料泵 2 抽出送入到加热加压过滤釜 4 中,其中加热加压过滤釜 4 中铺设的滤材层 5 由硅藻土和不锈钢滤网组合而成,硅藻土颗粒的粒度为 300 目,不锈钢滤网目数为 700 目,过滤层厚度为 10 厘米;然后向加热加压过滤釜 4 注入 N₂,加压至 1.5MPa,加热到 170℃,热过滤后的混合液加入到三足式离心机 9 内,离心机的滤布目数为 1000 目,以 2000 转/分的转速离心过滤,得到的离心液在 300℃下常压蒸馏出稀释剂,得到用于生产煤系针状焦的沥青,喹啉不溶物的含量为 0.11%。

[0050] 实施例 7:

[0051] 将原料煤焦油与稀释剂洗油按照质量比 1:5 加入到搅拌釜 1 中,充分混合;将混合液由原料泵 2 抽出送入到加热加压过滤釜 4 中,其中加热加压过滤釜 4 中铺设的滤材层 5 由膨胀珍珠岩和不锈钢滤网组合而成,膨胀珍珠岩颗粒的粒度为 200 目,不锈钢滤网目数为 500 目,过滤层厚度为 5 厘米;然后向加热加压过滤釜 4 注入 N₂,加压至 1.8MPa,加热到 200℃,热过滤后的混合液加入到三足式离心机 9 内,离心机的滤布目数为 1000 目,以 1000 转/分的转速离心过滤,得到的离心液在 260℃下常压蒸馏出稀释剂,得到用于生产煤系针状焦的沥青,喹啉不溶物的含量为 0.14%。

[0052] 实施例 8:

[0053] 将原料煤沥青与稀释剂轻油按照质量比 1 :10 加入到搅拌釜 1 中,充分混合 ;将混合液由原料泵 2 抽出送入到加热加压过滤釜 4 中,其中加热加压过滤釜 4 中铺设的滤材层 5 由膨胀珍珠岩和不锈钢滤网组合而成,膨胀珍珠岩颗粒的粒度为 150 目,不锈钢滤网目数为 700 目,过滤层厚度为 10 厘米 ;然后向加热加压过滤釜 4 注入 Ar,加压至 2MPa,加热到 150℃,热过滤后的混合液加入到三足式离心机 9 内,离心机的滤布目数为 1300 目,以 1500 转 / 分的转速离心过滤,得到的离心液在 300℃ 下常压蒸馏出稀释剂,得到用于生产煤系针状焦的沥青,喹啉不溶物的含量为 0.10%。

[0054] 实施例 9 :

[0055] 将原料煤焦油与稀释剂洗油按照质量比 1 :5 加入到搅拌釜 1 中,充分混合 ;将混合液由原料泵 2 抽出送入到加热加压过滤釜 4 中,其中加热加压过滤釜 4 中铺设的滤材层 5 由硅藻土与膨胀珍珠岩的混合物和不锈钢滤网组合而成,粉碎至 70 目的硅藻土与粉碎至 70 目的膨胀珍珠岩按质量比 1:1 混合,不锈钢滤网目数为 600 目,过滤层厚度为 6 厘米 ;然后向加热加压过滤釜 4 注入 N₂,加压至 1.6MPa,加热到 190℃,热过滤后的混合液加入到三足式离心机 9 内,离心机的滤布目数为 1000 目,以 1800 转 / 分的转速离心过滤,得到的离心液在 290℃ 下常压蒸馏出稀释剂,得到用于生产煤系针状焦的沥青,喹啉不溶物的含量为 0.12%。

[0056] 实施例 10 :

[0057] 将原料回配软沥青与稀释剂轻油按照质量比 1 :8 加入到搅拌釜 1 中,充分混合 ;将混合液由原料泵 2 抽出送入到加热加压过滤釜 4 中,其中加热加压过滤釜 4 中铺设的滤材层 5 由硅藻土与膨胀珍珠岩的混合物和不锈钢滤网组合而成,粉碎至 400 目的硅藻土与粉碎至 400 目的膨胀珍珠岩按质量比 1:1 混合,不锈钢滤网目数为 700 目,过滤层厚度为 10 厘米 ;然后向加热加压过滤釜 4 注入 Ar,加压至 2MPa,加热到 200℃,热过滤后的混合液加入到三足式离心机 9 内,离心机的滤布目数为 1300 目,以 2000 转 / 分的转速离心过滤,得到的离心液在 300℃ 下常压蒸馏出稀释剂,得到用于生产煤系针状焦的沥青,喹啉不溶物的含量为 0.09%。

[0058] 以上内容是结合具体的优选实施方式对本发明所作的进一步详细说明,不能认定本发明的具体实施方式仅限于此,对于本发明所属技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明构思的前提下,还可以做出若干简单的推演或替换,都应当视为属于本发明由所提交的权利要求书确定专利保护范围。

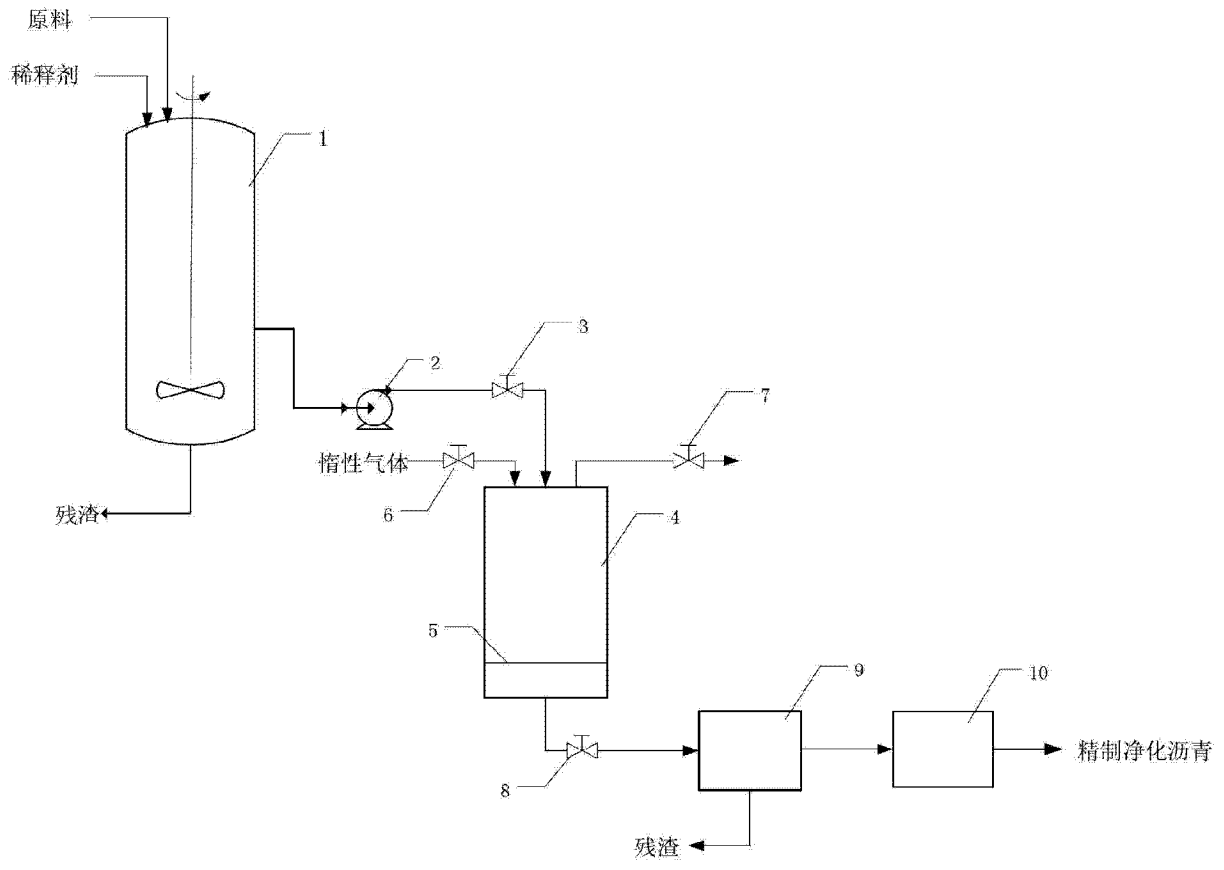


图 1