

(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103275744 A

(43) 申请公布日 2013. 09. 04

(21) 申请号 201310211244. X

(51) Int. Cl.

(22) 申请日 2013. 05. 30

C10C 3/08 (2006. 01)

C10C 3/00 (2006. 01)

(71) 申请人 神华集团有限责任公司

地址 100011 北京市东城区安定门西滨河路  
22 号神华大厦

申请人 中国神华煤制油化工有限公司  
中国神华煤制油化工有限公司上海  
研究院

(72) 发明人 程时富 李克健 章序文 常鸿雁  
王国栋

(74) 专利代理机构 北京康信知识产权代理有限  
责任公司 11240

代理人 吴贵明 张永明

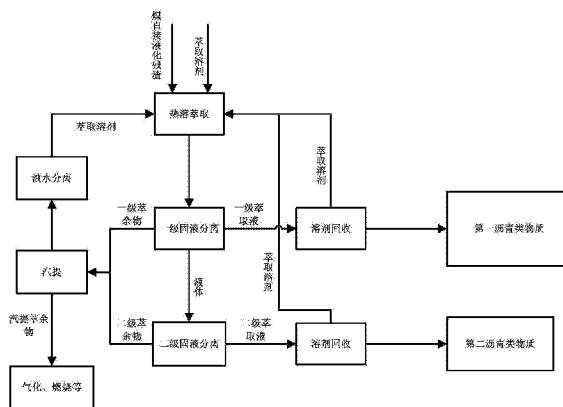
权利要求书1页 说明书7页 附图1页

(54) 发明名称

从煤直接液化残渣中分离出的沥青类物质及其方法和应用

(57) 摘要

本发明公开了一种从煤直接液化残渣中分离出的沥青类物质及其方法和应用。该方法包括以下步骤：S1、将煤直接液化残渣与萃取溶剂混合，热溶萃取，得到热溶萃取混合物；S2、将热溶萃取混合物进行一级固液分离，得到一级萃取液和一级萃余物；S3、将一级萃取液中的部分萃取液进行二级固液分离，得到二级萃取液和二级萃余物；以及 S4、将一级萃取液中的剩余萃取液进行溶剂回收，得到第一沥青类物质；将二级萃取液进行溶剂回收，得到第二沥青类物质；萃取溶剂为煤液化过程中产生的馏分油。沥青类物质混合物中灰分含量低、挥发分适中且软化点较高，无需将沥青类物质中液化重质油分离，可根据混合物性质不同作为不同级别碳素材料的原料合理利用。



1. 一种从煤直接液化残渣中分离沥青类物质的方法,其特征在于,包括以下步骤:
  - S1、将所述煤直接液化残渣与萃取溶剂混合,热溶萃取,得到热溶萃取混合物;
  - S2、将所述热溶萃取混合物进行一级固液分离,得到一级萃取液和一级萃余物;
  - S3、将所述一级萃取液中的部分萃取液进行二级固液分离,得到二级萃取液和二级萃余物;以及
  - S4、将所述一级萃取液中的剩余萃取液进行溶剂回收,得到第一沥青类物质;将所述二级萃取液进行溶剂回收,得到第二沥青类物质;其中,所述萃取溶剂为煤液化过程中产生的馏分油。
2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述煤液化过程中产生的馏分油的馏程为 $40^{\circ}\text{C} \sim 300^{\circ}\text{C}$ ,优选地,所述馏程为 $60^{\circ}\text{C} \sim 280^{\circ}\text{C}$ 。
3. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述步骤S1包括:
  - S11、将所述煤直接液化残渣与所述萃取溶剂按照质量比 $1:1 \sim 10$ 混合,得到混合液;以及
  - S12、向所述混合液中通入 $\text{N}_2$ 或 $\text{H}_2$ ,并在 $0.2 \sim 2.0\text{MPa}$ 下以 $5^{\circ}\text{C} \sim 30^{\circ}\text{C} / \text{h}$ 将所述混合液升温至 $60^{\circ}\text{C} \sim 300^{\circ}\text{C}$ ,恒温搅拌,热溶萃取,得到所述热溶萃取混合物;所述热溶萃取的时间为 $10 \sim 60\text{min}$ ,所述恒温搅拌的速率为 $50 \sim 300\text{r}/\text{min}$ 。
4. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述一级固液分离和所述二级固液分离采用热压过滤、真空抽滤、旋流分离、重力沉降分离或蒸馏分离。
5. 根据权利要求4所述的方法,其特征在于,所述一级固液分离和所述二级固液分离采用热压过滤,其中,
  - 所述热压过滤的温度为 $80^{\circ}\text{C} \sim 300^{\circ}\text{C}$ ,优选地,所述温度为 $150^{\circ}\text{C} \sim 200^{\circ}\text{C}$ ;
  - 所述热压过滤的压力为 $0.02\text{KPa} \sim 2.0\text{MPa}$ ,优选地,所述压力为 $0.2\text{MPa} \sim 1.0\text{MPa}$ 。
6. 根据权利要求4所述的方法,其特征在于,所述一级固液分离和所述二级固液分离采用旋流分离,其中,
  - 所述旋流分离的温度为 $100^{\circ}\text{C} \sim 250^{\circ}\text{C}$ ,旋流压力为 $0.3\text{MPa} \sim 0.6\text{MPa}$ 。
7. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,还包括对所述一级萃余物和所述二级萃余物进行汽提并回收所述萃取溶剂的步骤。
8. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述溶剂回收步骤中采用常压蒸馏、减压蒸馏或蒸发的方法。
9. 一种从煤直接液化残渣中分离出的沥青类物质,其特征在于,采用权利要求1至9中任一项所述的方法制备而成。
10. 一种权利要求9中所述沥青类物质的应用,所述沥青类物质包括第一沥青类物质和第二沥青类物质,其特征在于,
  - 所述第一沥青类物质在防水卷材、涂料、活性炭成型粘结剂、道路沥青改性剂或捣固炼焦中的应用;以及
  - 所述第二沥青类物质在针状焦、浸渍沥青或COPNA树脂中的应用。

## 从煤直接液化残渣中分离出的沥青类物质及其方法和应用

### 技术领域

[0001] 本发明涉及煤直接液化残渣深加工技术领域,具体而言,涉及从煤直接液化残渣中分离出的沥青类物质及其方法和应用。

### 背景技术

[0002] 随着国民经济的快速发展,现代化和社会发展进程不断加快,我国对石油产品的消费量不断增长,大大超过了同期原油生产的增长速度,导致我国石油进口量逐年俱增,且已经超过了自产量。而我国是个富煤贫油的国家,充分利用丰富的煤炭资源,发展煤炭直接液化等先进的清洁煤技术是减少对国外原油过度依赖,缓解我国石油资源短缺、石油产品供需紧张状况的重要途径之一,同时也是提高我们煤炭资源利用率,减轻燃煤污染,促进能源、经济、环境协调发展的重要举措。

[0003] 煤炭直接液化是将煤通过高温、高压,在催化剂作用下加氢直接转化成清洁的运输燃料(石脑油、柴油等)或化工原料的一种先进的洁净煤技术。煤液化的过程一般是将煤预先粉至 0.15mm 以下的粒度,再与溶剂配成煤浆,并在一定温度(约 450℃)和高压下加氢,使煤中的大分子裂解加氢成较小分子的过程。液化过程中除了得到需要的液化产品以外,还副产一些烃类分子、CO<sub>x</sub> 等气体、工艺水和固液分离过程产生的液化残留物(又称煤直接液化残渣)。液化残渣一般约占进煤量的 30% 左右。煤直接液化残渣的利用对液化过程的效率和整个液化厂的经济性和环境保护等均有不可低估的影响。研究煤直接液化残渣的高效、可行的综合利用方法,提取出有价值的产品对提高直接液化过程的经济效益具有重要的现实意义。

[0004] 煤直接液化残渣主要有无机质和有机质两部分组成,有机质包括液化重油、沥青类物质和未转化的煤,无机质(通常称为灰分)包括煤中的矿物质和外加的催化剂。有机质中的液化重油和沥青类物质约占残渣量的 50%,未转化煤约占残渣量的 30%,灰分占 20% 左右。因此,将液化残渣中约占 50% 的沥青类物质和重质油分离出来进行综合开发利用,从中提取或制备出更有价值的产品是可行的。

[0005] 当今对煤直接液化残渣的利用主要是采用燃烧、焦化制油以及气化制氢等传统方法。将煤直接液化残渣作为燃料直接在锅炉或窑炉中燃烧,无疑将影响煤液化的经济性,而且液化残渣中较高的硫含量将带来环境方面的问题。焦化制油虽然增加了煤液化工艺的液体油收率,但煤直接液化残渣并不能得到最合理的利用,半焦和焦炭的利用途径也不是十分明确。将煤直接液化残渣进行气化制氢是一种大规模利用的有效途径,但该方法未使煤直接液化残渣中的沥青类物质和重质油的高附加值的潜力得到充分利用和体现,并且煤直接液化残渣中的灰分高达 20% 以上,必将给气化炉的排渣带来很大影响。

[0006] 专利 CN101885976A 公开了一种从煤直接液化残渣中提取沥青类物质和液化重油的方法,采用煤液化过程中自产的馏分油作为萃取溶剂,将沥青类物质和液化重质油一起萃取分离出来,再采用高温干馏的方法,将沥青类物质和液化重质油分开,得到沥青中间相,液化重质油适度加氢后返回煤液化单元。液化重质油主要是大于 350℃ 的馏分组成,与

沥青类物质结合力比较强,采用高温干馏分离时,会导致其结焦,而难于作为煤液化的循环溶剂使用。

[0007] 专利 CN101962560A、CN101962561A 公开了一种利用两级萃取从煤直接液化残渣中提取液化重质油和沥青类物质的方法,该方法以煤液化过程自身产生的两个不同馏分段的油品为萃取溶剂,分别对液化残渣进行两级顺序萃取,得到液化重质油和沥青类物质。该方法虽然能得到液化重质油和沥青类物质,但是两级萃取加两次两级固液分离,其工艺流程复杂,原料萃取溶剂来源单一且价格较高,产品收率较低,成本较高,而且得到的沥青类物质软化点高,挥发分低,产品开发适用性不强,不适合作为活性炭和石墨电极成型粘结剂、防水卷材、防水涂料等的原料。

### 发明内容

[0008] 本发明旨在提供一种从煤直接液化残渣中分离出的沥青类物质及其方法和应用,该沥青类物质的产品开发性较好。

[0009] 为了实现上述目的,根据本发明的一个方面,提供了一种从煤直接液化残渣中分离沥青类物质的方法,包括以下步骤:S1、将煤直接液化残渣与萃取溶剂混合,热溶萃取,得到热溶萃取混合物;S2、将热溶萃取混合物进行一级固液分离,得到一级萃取液和一级萃余物;S3、将一级萃取液中的部分萃取液进行二级固液分离,得到二级萃取液和二级萃余物;以及S4、将一级萃取液中的剩余萃取液进行溶剂回收,得到第一沥青类物质;将二级萃取液进行溶剂回收,得到第二沥青类物质;其中,萃取溶剂为煤液化过程中产生的馏分油。

[0010] 进一步地,煤液化过程中产生的馏分油的馏程为  $40^{\circ}\text{C} \sim 300^{\circ}\text{C}$ ,优选地,馏程为  $60^{\circ}\text{C} \sim 280^{\circ}\text{C}$ 。

[0011] 进一步地,步骤S1包括:S11、将煤直接液化残渣与萃取溶剂按照质量比  $1:1 \sim 10$  混合,得到混合液;以及S12、向混合液中通入  $\text{N}_2$  或  $\text{H}_2$ ,并在  $0.2 \sim 2.0\text{MPa}$  下以  $5^{\circ}\text{C} \sim 30^{\circ}\text{C}/\text{h}$  将混合液升温至  $60^{\circ}\text{C} \sim 300^{\circ}\text{C}$ ,恒温搅拌,热溶萃取,得到热溶萃取混合物;热溶萃取的时间为  $10 \sim 60\text{min}$ ,恒温搅拌的速率为  $50 \sim 300\text{r}/\text{min}$ 。

[0012] 进一步地,一级固液分离和二级固液分离采用热压过滤、真空抽滤、旋流分离、重力沉降分离或蒸馏分离。

[0013] 进一步地,一级固液分离和二级固液分离采用热压过滤,其中,热压过滤的温度为  $80^{\circ}\text{C} \sim 300^{\circ}\text{C}$ ,优选地,温度为  $150^{\circ}\text{C} \sim 200^{\circ}\text{C}$ ;热压过滤的压力为  $0.02\text{KPa} \sim 2.0\text{MPa}$ ,优选地,压力为  $0.2\text{MPa} \sim 1.0\text{MPa}$ 。

[0014] 进一步地,一级固液分离和二级固液分离采用旋流分离,其中,旋流分离的温度为  $100^{\circ}\text{C} \sim 250^{\circ}\text{C}$ ,旋流压力为  $0.3\text{MPa} \sim 0.6\text{MPa}$ 。

[0015] 进一步地,还包括对一级萃余物和二级萃余物进行汽提并回收萃取溶剂的步骤。

[0016] 进一步地,溶剂回收步骤中采用常压蒸馏、减压蒸馏或蒸发的方法。

[0017] 进一步地,第一沥青类物质中灰分含量为  $0.5 \sim 10\text{wt}\%$ ,挥发分为  $30 \sim 60\text{wt}\%$ ;第二沥青类物质中灰分含量小于  $0.2\text{wt}\%$ 。

[0018] 根据本发明的另一方面,提供了一种从煤直接液化残渣中分离出的沥青类物质,该沥青类物质是采用上述任一种方法制备而成。

[0019] 根据本发明的又一方面,提供了上述沥青类物质在其他方面的应用,其中,沥青类

物质包括第一沥青类物质和第二沥青类物质,第一沥青类物质在防水卷材、涂料、活性炭成型粘结剂、道路沥青改性剂或捣固炼焦中的应用;以及第二沥青类物质在针状焦、浸渍沥青或 COPNA 树脂中的应用。

[0020] 应用本发明的技术方案,以煤液化过程中产生的馏分油作为萃取溶剂,通过一级热溶萃取和两级固液分离的工艺对煤直接液化残渣进行处理,得到了含有少量液化重质油的沥青类物质混合物。采用本发明的工艺得到的含有液化重质油和沥青类物质的混合物中由于灰分含量低、挥发分适中且软化点较高,因此无需将液化重质油和沥青类物质进行分离,可根据混合物性质不同将混合物作为不同级别碳素材料的原料合理利用,如可作为活性炭干法成型粘结剂或制备防水卷材的原料。此外,该制备工艺简单且成本低。

### 附图说明

[0021] 构成本申请的一部分的说明书附图用来提供对本发明的进一步理解,本发明的示意性实施例及其说明用于解释本发明,并不构成对本发明的不当限定。在附图中:

[0022] 图 1 示出了根据本发明一种典型实施例的从煤直接液化残渣中分离沥青类物质的流程结构示意图。

### 具体实施方式

[0023] 需要说明的是,在不冲突的情况下,本申请中的实施例及实施例中的特征可以相互组合。下面将参考附图并结合实施例来详细说明本发明。

[0024] 根据本发明的一种典型实施方式,提供了一种从煤直接液化残渣中分离沥青类物质的方法,包括以下步骤:S1、将煤直接液化残渣与萃取溶剂混合,热溶萃取,得到热溶萃取混合物;S2、将热溶萃取混合物进行一级固液分离,得到一级萃取液和一级萃余物;S3、将一级萃取液中的部分萃取液进行二级固液分离,得到二级萃取液和二级萃余物;以及 S4、将一级萃取液中的剩余萃取液和二级萃取液分别进行溶剂回收,得到第一沥青类物质和第二沥青类物质;其中,萃取溶剂为煤液化过程中产生的馏分油。

[0025] 以煤液化过程中产生的馏分油作为萃取溶剂,通过一级热溶萃取和两级固液分离的工艺对煤直接液化残渣进行处理,得到了含有少量液化重质油的沥青类物质混合物。采用本发明的工艺得到的含有液化重质油和沥青类物质的混合物中由于灰分含量低、挥发分适中且软化点较高,因此无需将液化重质油和沥青类物质进行分离,可根据混合物性质不同将混合物作为不同级别碳素材料的原料合理利用,如可作为活性炭干法成型粘结剂或制备防水卷材的原料。此外,该制备工艺简单且成本低。

[0026] 根据本发明的一种典型实施方式,煤液化过程中产生的馏分油的馏程为 40℃~300℃,优选地,馏分油的馏程为 40℃~300℃。选用上述温度范围内的馏分油作为萃取溶剂具有萃取效率高,萃取选择性强的优势。如果馏程温度低于 40℃或高于 280℃,则会导致萃取率下降,最终分离出的沥青类物质性能变差,同时也会给溶剂回收带来不便。

[0027] 根据本发明的一种典型实施方式,步骤 S1 包括:S11、将煤直接液化残渣与萃取溶剂按照质量比 1:1~10 混合,得到混合液;以及 S12、向混合液中通入 N<sub>2</sub> 或 H<sub>2</sub>,并在 0.2~2.0MPa 下以 5℃~30℃/h 将混合液升温至 60℃~300℃,恒温搅拌,热溶萃取,得到热溶萃取混合物;热溶萃取时间为 10~60min,恒温搅拌的速率为 50~300r/min。本发明将煤直

接液化残渣与萃取溶剂按照质量比 1:1 ~ 10 混合可以保证萃取的效果和溶剂回收率,如果质量比高于 1:1,则可能会出现萃取溶剂不能够完全将煤直接液化残渣溶解的情况,导致萃取不彻底;如果质量比低于 1:10,则会造成萃取溶剂的浪费,增加后续萃取溶剂的回收成本。向混合液中通入  $N_2$  或  $H_2$  的目的是首先排除反应器如搅拌釜中的空气,使得反应在无氧的条件下进行。

[0028] 其中,一级固液分离和二级固液分离采用热压过滤、真空抽滤、旋流分离、重力沉降分离或蒸馏分离,本发明优选但并不局限于上述固液分离方式,只要能够将固态和液态进行充分分离并达到所需效果即可。

[0029] 根据本发明的一种典型实施方式,当一级固液分离和二级固液分离采用热压过滤的方式进行固液分离时,热压过滤的温度为  $80^{\circ}C \sim 300^{\circ}C$ ,优选地,温度为  $150^{\circ}C \sim 200^{\circ}C$ ;热压过滤的压力为  $0.02KPa \sim 2.0MPa$ ,优选地,压力为  $0.2MPa \sim 1.0MPa$ 。采用上述温度和压力范围内进行热压过滤能够较大幅度地将固体和液体进行分离。

[0030] 根据本发明的另一种典型实施方式,一级固液分离和二级固液分离采用旋流分离,其中,旋流分离的温度为  $100^{\circ}C \sim 250^{\circ}C$ ,旋流压力为  $0.3MPa \sim 0.6MPa$ 。由于一级萃余物和二级萃余物中的固含量均为  $50 \sim 80wt\%$ ,溶剂含量均为  $20 \sim 50wt\%$ ,由于固体萃取物中的溶剂含量较高,为了对萃取溶剂进行充分循环利用以降低成本,根据本发明的一种典型实施方式,还包括对一级萃余物和二级萃余物进行汽提并回收萃取溶剂的步骤。经汽提后的汽提萃余物中的固含量  $>90wt\%$ ,萃取溶剂含量小于  $5wt\%$ 。其中溶剂回收步骤中采用常压蒸馏、减压蒸馏或蒸发的方法。

[0031] 本发明将一级萃取液中的剩余萃取液进行溶剂回收,得到了第一沥青类物质,其中含有一定的液化重质油,该第一沥青类物质的灰分含量为  $0.5 \sim 10wt\%$ ,挥发分为  $30 \sim 60wt\%$ ,软化点为  $80^{\circ}C \sim 150^{\circ}C$ ,由于其灰分含量低,挥发分适中,软化点较高,非常适合作为活性炭干法成型粘结剂或制备防水卷材的原料;将二级萃取液进行溶剂回收后得到的第二沥青类物质中灰分含量小于  $0.2wt\%$ ,并且含有少量的液化重质油,由于第二沥青类物质中的灰分和喹啉不溶物含量低,芳碳率高,因此第二沥青类物质是制备针状焦等高端碳素材料的理想原料。

[0032] 根据本发明的另一方面,提供了一种从煤直接液化残渣中分离出的沥青类物质,该沥青类物质是采用上述任一种方法制备而成。

[0033] 根据本发明的又一方面,提供了上述沥青类物质在其他方面的应用,其中,沥青类物质包括第一沥青类物质和第二沥青类物质,第一沥青类物质在防水卷材、涂料、活性炭成型粘结剂、道路沥青改性剂或捣固炼焦中的应用;以及第二沥青类物质在针状焦、浸渍沥青或 COPNA 树脂中的应用。

[0034] 下面结合具体实施例进一步说明本发明的有益效果:

[0035] 实施例 1

[0036] 1)将 250kg 煤直接液化残渣与 250kg 煤直接液化过程中产生的馏分油加入至搅拌釜中,以  $50r/min$  的速率搅拌,向搅拌釜中充  $N_2$  至搅拌釜内的压力至  $0.2MPa$ ,每小时以  $5^{\circ}C$  的速率升温至  $60^{\circ}C$  后,恒温搅拌,热溶萃取 10min,得到热溶萃取混合物。

[0037] 2)采用热压过滤方式对热溶萃取混合物固液分离。其中一级过滤温度为  $80^{\circ}C$ ,过滤压力为  $0.2MPa$ ,过滤器的滤芯孔径尺寸为  $50 \mu m$ 。经一级过滤后,收集到一级萃取液和一

级萃取物。将部分一级萃取液送入二级过滤器进行热压过滤,过滤温度为 300℃,过滤压力为 1.0MPa,过滤器的滤芯孔径尺寸为 2 μm。经二级过滤后,收集到二级萃取液和二级固体萃取物。

[0038] 3) 将一级萃取物和二级萃取物混合后送入汽提单元,液体部分经油水分离后,得到萃取溶剂,可循环利用;得到固体气提萃取物,可配煤燃烧或气化。

[0039] 4) 将剩余一级萃取液送入减压蒸馏塔进行溶剂回收,塔顶回收萃取溶剂,塔底收集到第一沥青类物质;将二级萃取液送入减压蒸馏塔进行溶剂回收,塔顶回收到萃取溶剂,塔底收集到第二沥青类物质。其中,萃取溶剂返回热溶萃取步骤循环利用,第一沥青类物质和第二沥青类物质可分别作为不同级别碳素材料的原料。

[0040] 实施例 2

[0041] 1) 将 250kg 煤直接液化残渣与 1250kg 煤直接液化过程中产生的馏分油加入搅拌釜中,以 300r/min 的速率搅拌,向搅拌釜中充 N<sub>2</sub> 至搅拌釜内的压力至 2.0MPa,每小时以 30℃ 的速率升温至 300℃ 后,恒温搅拌,热溶萃取 60min,得到热溶萃取混合物。

[0042] 2) 采用热压过滤方式对热溶萃取混合物固液分离。其中一级过滤温度为 150℃,过滤压力为 0.02MPa,过滤器的滤芯孔径尺寸为 40 μm。经一级过滤后,收集到一级萃取液和一级萃取物。将部分一级萃取液中送入二级过滤器进行热压过滤,过滤温度为 200℃,过滤压力为 101.3MPa,过滤器的滤芯孔径尺寸为 1 μm。经二级过滤后,收集到二级萃取液和二级萃取物。

[0043] 3) 将一级萃取物和二级萃取物混合后送入汽提单元,液体部分经油水分离后,得到萃取溶剂,可循环利用;得到固体气提萃取物,可配煤燃烧或气化。

[0044] 4) 将剩余一级萃取液送入减压蒸馏塔进行溶剂回收,塔顶回收萃取溶剂,塔底收集到第一沥青类物质;将二级萃取液送入减压蒸馏塔进行溶剂回收,塔顶回收到萃取溶剂,塔底收集到第二沥青类物质。其中,萃取溶剂返回热溶萃取步骤循环利用,第一沥青类物质和第二沥青类物质可分别作为不同级别碳素材料的原料。

[0045] 实施例 3

[0046] 1) 将 200kg 煤直接液化残渣与 2000kg 煤直接液化过程中产生的馏分油加入至搅拌釜中,以 85r/min 的速率搅拌,向搅拌釜中充 N<sub>2</sub> 至搅拌釜内的压力至 0.35MPa,每小时以 20℃ 的速率升温至 200℃ 后,恒温搅拌,热溶萃取 27min,得到热溶萃取混合物。

[0047] 2) 采用真空抽滤方式对热溶萃取混合物固液分离。其中一级过滤温度为 180℃,过滤压力为 2.9MPa,过滤器的滤芯孔径尺寸为 30 μm。经一级过滤后,收集到一级萃取液和一级萃取物。将部分一级萃取液送入二级过滤器进行热压过滤,过滤温度为 180℃,过滤压力为 1.7MPa,过滤器的滤芯孔径尺寸为 2 μm。经二级过滤后,收集到二级萃取液和二级萃取物。

[0048] 3) 将一级萃取物和二级萃取物混合后送入汽提单元,液体部分经油水分离后,得到萃取溶剂,可循环利用;得到固体气提萃取物,可配煤燃烧或气化。

[0049] 4) 将剩余一级萃取液送入减压蒸馏塔进行溶剂回收,塔顶回收萃取溶剂,塔底收集到第一沥青类物质;将二级萃取液送入减压蒸馏塔进行溶剂回收,塔顶回收到萃取溶剂,塔底收集到第二沥青类物质。其中,萃取溶剂返回热溶萃取步骤循环利用,第一沥青类物质和第二沥青类物质可分别作为不同级别碳素材料的原料。

[0050] 实施例 4

[0051] 1) 将 350kg 煤直接液化残渣与 1050kg 煤直接液化过程中产生的馏分油加入至搅拌釜中,以 55r/min 的速率搅拌,充 N<sub>2</sub> 至 0.15MPa,每小时以 20℃的速率升温至 180℃后,恒温搅拌,热溶萃取 50min。

[0052] 2)采用旋流分离方式对热溶萃取混合物固液分离。在 180℃和 0.35MPa 下进行一级旋流分离,收集到底流浓液和顶流清液,将顶流清液中的送入二级旋流分离进行二级固液分离,分离温度为 180℃,入口压力为 0.39MPa。经二级旋流分离后,收集到二级底流浓液和二级顶流清液。

[0053] 3)将一级旋流分离的旋流底流(即一级萃余物)和二级旋流分离的旋流底流(即二级萃余物)混合后送入汽提单元,液体部分经油水分离后,得到萃取溶剂,可返回热溶萃取步骤循环利用;得到的汽提萃余物固体,可配煤燃烧或气化。

[0054] 4)将剩余一级旋流顶流清液(即剩余一级萃取液)和二级旋流顶流清液(即二级萃取液)分别送入减压蒸馏塔,塔顶回收萃取溶剂循环利用,塔底分别收集到第一沥青类物质和第二沥青类物质,可分别作为不同级别碳素材料的原料。

[0055] 实施例 5 ~ 6

[0056] 实施例 5 的操作步骤同实施例 1 相同,不同之处在于煤直接液化残渣与煤直接液化过程中产生的馏分油的质量比为 1:0.7。

[0057] 实施例 6 的操作步骤同实施例 2 相同,不同之处在于煤直接液化残渣与煤直接液化过程中产生的馏分油的质量比为 1:13。

[0058] 实施例 1 ~ 6 中所采用的原料和数据详见表 1。其中原料均由中国神华煤制油化工有限公司提供。

[0059] 表 1

[0060]



		实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4	实施例 5	实施例 6
萃取溶剂		煤直接液化过程中产生的馏分油					
馏程		120~280℃	60~180℃	120~200℃	200~280℃	120~280℃	60~180℃
煤直接液化残渣与萃取溶剂质量比		1:1	1:5	1:10	1:3	1:0.7	1:13
萃取率 (%)		42.1	44.5	48.3	53.1	37.7	47.5
溶剂回收成本占总运行成本比例 (%)		8.5	18.6	29.7	18.2	6.7	37.8
第一沥青类物质	灰分(wt%)	2.7	0.7	0.5	9.8	4.1	1.0
	挥发分(wt%)	47	55	53	38	59	35
	软化点(℃)	125	90	140	150	82	151
第二沥青类物质	灰分(wt%)	0.16	0.07	0.05	0.35	0.15	0.4
	喹啉不溶物含量(wt%)	0.20	0.10	0.07	0.45	0.17	1.25
	挥发分(wt%)	48	56	55	39.5	60	37
	软化点(℃)	118	83	137	146	80	149
	芳碳率	0.83	0.82	0.83	0.83	0.82	0.83
	碳含量 (%)	91.05	91.3	91.42	91.5	90.5	91.7
	硫含量 (%)	0.03	0.02	0.02	0.03	0.03	0.05

[0061] 从表 1 中可以看出, 实施例 1~6 中在分离煤直接液化残渣制备沥青类物质的过程中均利用煤直接液化过程中产生的馏分油作为萃取溶剂, 并结合一级萃取和两级固液分离工艺, 得到的第一沥青类物质与第二沥青类物质中具有合适的灰分、挥发分以及软化点, 根据第一沥青类物质和第二沥青类物质的性质不同, 可作为不同级别的碳素材料原料, 如可作为活性炭干法成型粘结剂或制备防水卷材的原料。其中, 实施例 5~6 中所采用的煤直接液化残渣与萃取溶剂的质量比分别为 1:0.7 和 1:13, 与实施例 1~4 相比, 其中实施例 5 由于萃取溶剂与煤液化残渣的比例偏小, 导致煤液化残渣中的沥青类物质萃取不充分, 萃取率较低, 只有 37.7%; 实施例 6 由于萃取溶剂与液化残渣的比例偏大, 虽然其萃取率高达 47.5%, 但后续的溶剂回收成本占总运行成本的比例增大至 37.8%。

[0062] 从以上描述可以看出, 本申请具有以下优势:

[0063] 1. 以煤液化过程中产生的馏分油作为萃取溶剂, 通过一级热溶萃取和两级固液分离的工艺对煤直接液化残渣进行处理, 得到了含有少量液化重质油的沥青类物质混合物。

[0064] 2. 采用本发明的工艺得到的含有液化重质油和沥青类物质的混合物中由于灰分含量低、挥发分适中且软化点较高, 因此无需将液化重质油和沥青类物质进行分离, 可根据混合物性质不同将混合物作为不同级别碳素材料的原料合理利用, 如可作为活性炭干法成型粘结剂或制备防水卷材的原料。此外, 该制备工艺简单且成本低。

[0065] 以上所述仅为本发明的优选实施例而已, 并不用于限制本发明, 对于本领域的技术人员来说, 本发明可以有各种更改和变化。凡在本发明的精神和原则之内, 所作的任何修改、等同替换、改进等, 均应包含在本发明的保护范围之内。

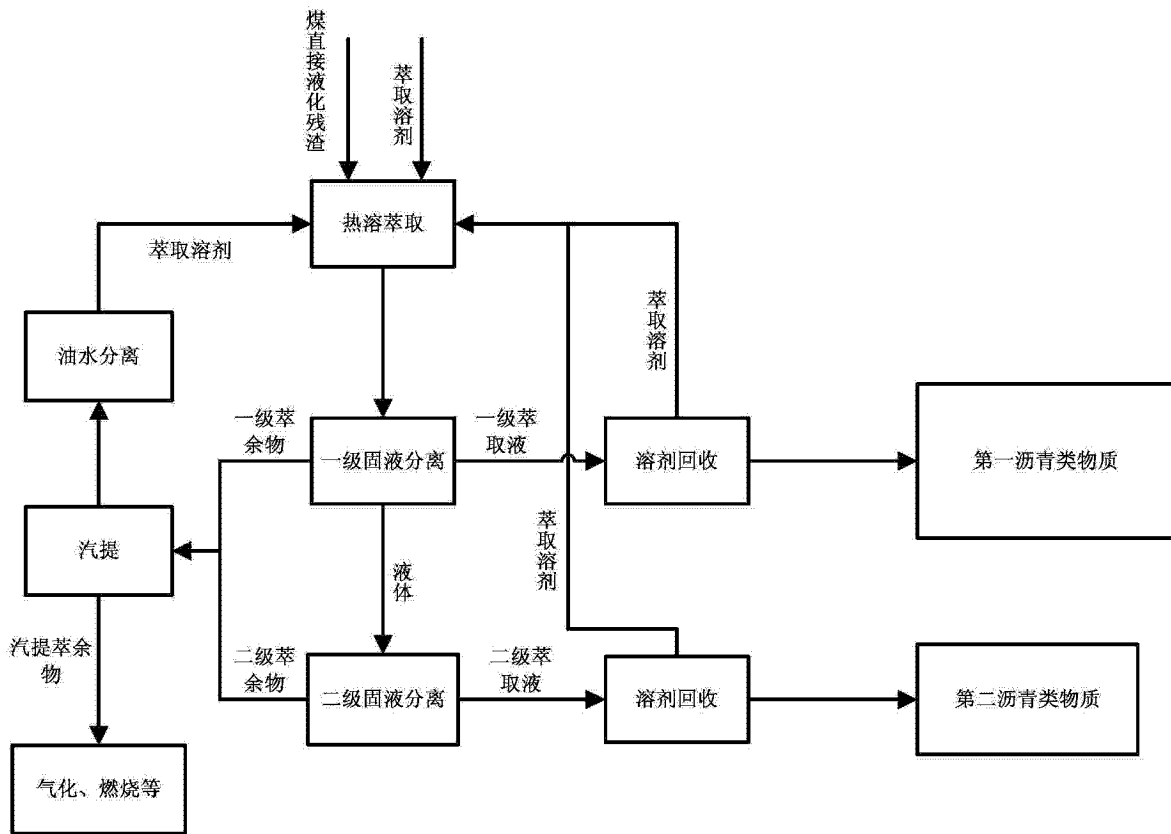


图 1