

文章编号: 1004-0609(2004)S1-0118-04

10 kg/次煤焦油溶剂萃取分离系统与工艺^①

伍 林¹, 曹淑超¹, 陈保军¹, 汪旋冰¹, 张 渊¹, 秦晓蓉¹, 魏贤勇², 陈清如²

(1. 武汉科技大学 应用化学研究所, 武汉 430081; 2. 中国矿业大学 化工学院, 徐州 221008)

摘 要: 介绍了 10 kg/次煤焦油溶剂萃取分离系统的流程及特点, 并在此萃取分离系统中研究了对煤焦油中 2~4 环芳香族化合物的分离效果。结果表明: 当工业酒精与焦油质量比约为 1:1, 转速为 150 r/min, 每次搅拌 30 min, 静置 30 min, 进行 5~6 次萃取分离时, 即可将煤焦油中的 1~4 环化合物完全萃取, 从而得到软化点达 110℃ 的沥青, 显示该系统具有较好的萃取分离效果; 各组分在萃取相和萃余相中的浓度有很高的相关系数($r > 0.95$), 符合 $y = a + b/x$ 型式的双曲线方程; 该萃取体系可能为扩散控制过程。

关键词: 煤焦油; 多环芳烃; 萃取; 分离系统

Technology of solvents extraction separation system of processing 10 kg coal tar per pot

WU Lin¹, CAO Shu-cao¹, CHEN Bao-jun¹, WANG Xuan-bing¹, ZHANG Yuan,
QIN Xiao-rong¹, WEI Xian-yong², CHEN Qing-ru²

(1. Institute of Applied Chemistry,

Wuhan University of Science and Technology, Wuhan 430081, China;

2. School of Chemical Engineering,

China University of Mining and Technology, Xuzhou 221008, China)

Abstract: The technological process and character of solvents extraction separation system of self-designed for coal tar, which can extract coal tar 10 kg per pot, were introduced. The separation effectiveness of 1~4 ring aromatic hydrocarbons from coal tar was examined. The tests show that 1~4 ring aromatics can be completely extracted from coal tar by 5~6 times operation using equivalent ethanol for industrial use as extraction solvent, obtaining coal tar pitch with soften point as high as 110℃. The extraction is inferred to be the diffusion controlling process. The correlation coefficient of the concentration of the main compounds in extraction phase and residua are accorded with the hyperbola equations of $y = a + b/x$.

Key words: coal tar; polycyclic aromatic hydrocarbons; extraction; separation system

我国高温煤焦油加工工艺需要解决的主要难题依然是如何提高焦油中各单组分的分离效率, 如何提高所得产品的纯度以及如何改善一系列配套的生产工艺和操作条件。在解决这些问题方面, 德国的多塔减压蒸馏工艺虽具有较多优势, 但仍存在着有待完善之处^[1-5]。本文作者简要介绍了自行设计的 10 kg/次煤焦油溶剂萃取分离系统的流程、特点及工艺条件试验结果。

1 10 kg/次煤焦油溶剂萃取分离系统及其特点

10 kg/次煤焦油溶剂萃取分离系统外观如图 1 所示。包括 9 个单元: 焦油溶剂萃取分离单元、溶剂循环单元、动力单元、冷却单元、尾气处理单元、温度控制显示单元、磁力搅拌调速控制单元、在线指示单元和通风安全单元。与传统的焦油蒸馏工艺

① 作者简介: 伍 林(1965-), 男, 副教授, 博士。

通讯作者: 伍 林, 博士; 电话: 027-86536154; E-mail: wulin65@126.com

相比, 该工艺具有以下特点: 操作条件温和。能耗低, 分离效果好, 第 5 次加热萃取时, 萃余相中的 2~4 环芳香族化合物被完全萃取, 5 次的累积萃取率达 100%。环境污染小, 操作系统具有广泛的适用性, 并且操作方便、简单、高效^[6-9]。



图 1 10 kg/次煤焦油溶剂萃取分离系统外观图

2 累积萃取率与搅拌速度之间的关系

为了考察搅拌速度与累积萃取率之间的关系, 试验选用搅拌速度分别为 50, 100, 150, 200, 300 r/min, 结果见图 2。

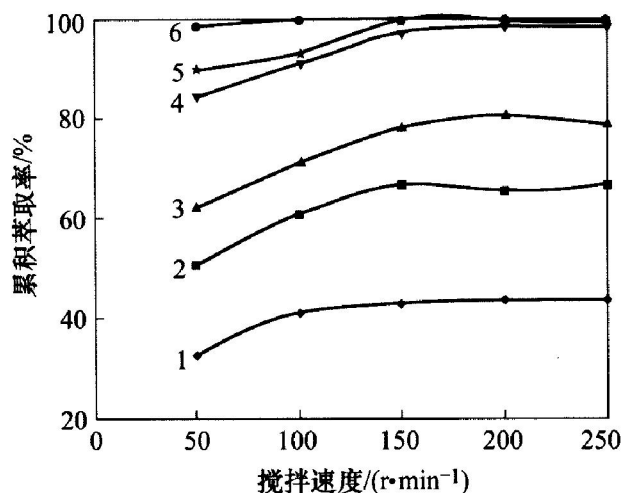


图 2 累积萃取率与搅拌速度的关系

1—1 次; 2—2 次; 3—3 次; 4—4 次; 5—5 次; 6—6 次

从图 2 可以看出, 每次萃取随着搅拌速度的增加, 1~4 环芳香族化合物的累积萃取率也提高, 当搅拌速度超过 150 r/min 时, 累积萃取率增加较小。这是因为在本萃取体系中, 萃取速率的大小主要是受焦油中 1~4 环芳香族化合物在乙醇中的扩散速度所控制, 随着搅拌速度的增加, 乙醇与焦油组分间的相对运动增加, 组分的分散度增大, 即增加了两相接触的表面积, 同时, 使扩散膜的厚度 δ 降低, 因此萃取速度随搅拌速度提高而升高。

而当搅拌速度达到 150 r/min 以上时, 虽然搅拌强度加强, 但累积萃取率变化不显著, 可能的原

因有: 1) 转速增加, 没有使液滴的分散度增大, 只不过是增大了体系中物料的整体运动速度, 因此表现出萃取速度变化较小的现象; 2) 可能是由于随着搅拌速度的提高, 液滴的运动速度增加的同时, 其聚合的程度也增加, 抵消了液滴分散度的增加, 结果使液滴的总表面积变得与搅拌速度的变化无关; 3) 可能是由于液滴内部循环不充分, 搅拌效率明显减小, 使液滴内部的传质受搅拌速度变化的影响较小; 4) 可能是此时萃取相和萃余相中的各组分的浓度已达到平衡, 再提高搅拌速度, 对萃取效率影响较小。

3 组分在萃取相和萃余相中的浓度分布

第一次萃取后各组分在萃取相和萃余相中浓度 ($C_s - C_t$) 关系见图 3。

由图中的 $C_s - C_t$ 回归方程可以看出, 各组分在萃取相和萃余相中的浓度有很高的相关系数 ($r > 0.95$), 符合 $y = a + b/x$ 型式的双曲线方程。这说明各个组分在一定的溶剂中的溶解度随着转速的增加而增加, 当达到一定的程度时, 各组分在萃取相中和萃余相中的浓度达到平衡, 再继续增加转速对萃取相和萃余相的浓度改变作用效果很小, 因此, 在萃取操作时, 选择合适的搅拌速度对提高萃取效率很重要。进一步证实煤焦油中 2~4 环芳香族化合物被工业酒精萃取的过程, 在转速 < 150 r/min 时属于动力学扩散控制过程, 而当转速高于 200 r/min 时, 则萃取效率与搅拌速度关系不大, 而只与各组分在萃取相和萃余相中的平衡浓度有关。由各组分的分配比 $D = C_s / C_t$ 值可以看出, 当转速低于 100 r/min 时, 各组分的分配比都较小 (< 0.6), 而当转速提高到 150 r/min 时, 甲基萘、蒽烯、蒽和蒽等组分的分配比值都大于 1, 而萘、二苯并呋喃、菲、萤蒽和芘等组分的分配比值小于 1, 这可能与这些组分在溶剂中的溶解性也有很大的关系^[10-15]。

4 结论

1) 通过研究转速与累积萃取率的关系, 发现该萃取体系可能为扩散控制过程。

2) 各组分在萃取相和萃余相中的浓度有很高的相关系数 ($r > 0.95$), 符合 $y = a + b/x$ 型式的双

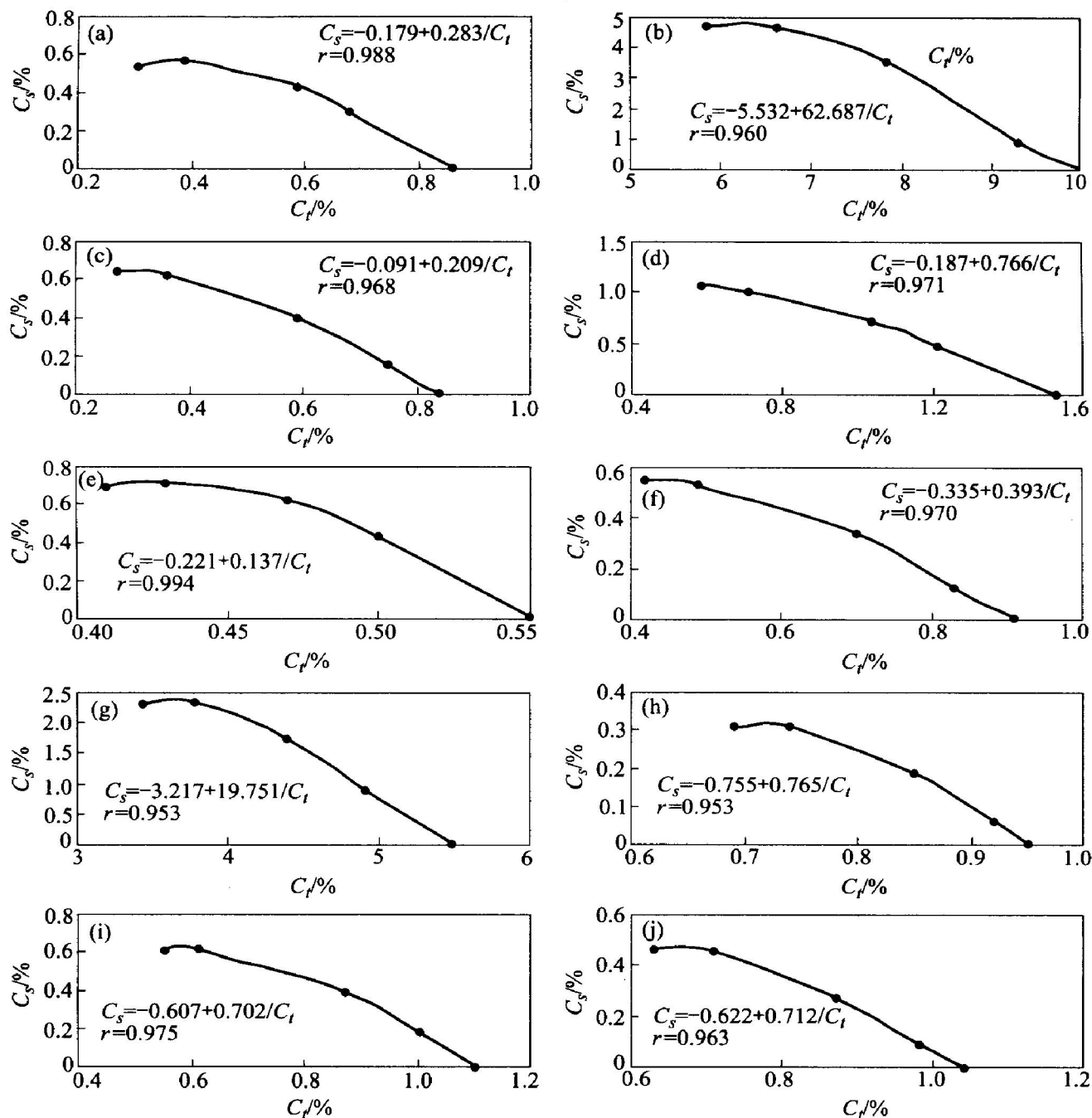


图3 各组分在萃取相和萃余相中的浓度($C_s - C_t$)关系

曲线方程。

参考文献

- [1] GAO Jing-sheng, ZHANG De-xiang, WAN Cheng. The development and propose of coal tar procession technique [J]. Coal Chemical Industry, 1999, 86(1): 3-6.
- [2] FANG De-we. The suggest of developing new generation natural gas and coal chemical industry technique for our country[J]. Coal Chemical Industry, 1997, 81(4): 3-11.
- [3] Manka H. Modern direction of coal tar processing[J]. KoKs Smola Gaz, 1984, 7: 156-161.
- [4] GAO Jing-sheng, Heek K H V. Foreground of coking industry and the exploitation of new coking technique of German[J]. Fuel & Chemical, 1995, 26(5): 217-221.
- [5] Luemer G. Modern coal tar distillation-producing technology of aromatics and heterocyclic aromatics[J]. Erdl and Kohl-Erdgas-Petrochemic, 1983(1): 22-27.
- [6] ZONG Zhi-ming. Study on the Effective Separation and Conversion of Aromatics from Coal Tar[D]. Xuzhou: China University of Mining & Technology, 1997.
- [7] WU Lin. Coal Tar Separation by Solvent Extraction and Directional Conversion of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons[D]. Xuzhou: China University of Mining & Technology, 2000.

- [8] WU Lin, ZONG Zhiming, WEI Xian-yong, et al. Survey of the separation technique of coal tar[J]. Coal Conversion, 2001, 24(2): 17 - 21.
- [9] WU Lin, ZONG Zhiming, WEI Xian-yong, et al. Solvents extraction separation system of coal tar[J]. Coal Conversion, 2001, 24(4): 13 - 15.
- [10] WANG Shu-dong, YAN Cheng-wei, DENG Yizhao, et al. Purification of naphthalene by crystallization[J]. Coal Conversion, 1995, 18(4): 90 - 95.
- [11] DUAN Zhan-ting, MAO Zong-qiang, ZHOU Rong-qi, et al. Utilization of coal tar in Chinese clean coal technology[J]. Coal Conversion, 1995, 18(3): 18 - 21.
- [12] GU Zheng-gui, ZHAO Weipeng, ZHENG Yirge, et al. Solvent extraction and recovery of thiophene from coal tar[J]. Coal Conversion, 1992, 15(2): 36 - 39.
- [13] SUN Hong. A review of abstraction pure anthracene and carbozle from tar[J]. Coal Conversion, 1998, 21(2): 29 - 32.
- [14] YE Huang. Application of crystallization separation technique on the coal tar far-processing[J]. 1998, 21(2): 90 - 92.
- [15] QU Sirjian, GUAN Beifeng, WANG Yanfang, et al. Properties and processing utilization status and development of mild gasification(pyrolysis) tar from coals in China[J]. Coal Conversion, 1998, 21(1): 15 - 20.
- (编辑 黄劲松)