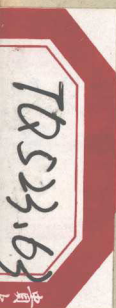


低溫煤焦油 簡易加工方法初步結果

石油工業部北京石油煉制研究所
籌 建 處 著



石油工業出版社

內 容 提 要

在貫徹党中央提出的全民办石油的方針中，各地紛紛將煤經成堆干餾提取煤焦油，然后从中制取石油产品。过去並沒有加工低温煤焦油的簡易方法，因此不能使这些煤焦油得到应有的应用。石油部北京煉制研究所籌建处為配合石油工业大躍進，在二个月內初步試驗成功了四種加工低温焦油的簡易方法，即：离心分离法、溶剂稀釋沉淀法、常減压蒸餾法和蒸餾焦化法。这些方法所用設備簡單，操作容易，能从煤焦油中制得目前工农业机械迫切需要的輕、重柴油。

我們出这本书的目的，是為你早滿足各地对煤焦油簡易加工方面的迫切需要，供各地在建小型厂时作参考。

統一書号：T15037·418

低 溫 煤 焦 油

簡 易 加 工 方 法 初 步 結 果

石油工业部北京石油煉制研究所籌建处

石油工业出版社出版（社址：北京六鋪炕石油工業部內）

北京市書刊出版業營業許可証出字第083号

石油工业出版社印刷厂印刷 內 部 資 料

787×1092 $\frac{1}{2}$ 开本 * 印張 1 * 22千字 * 印1—20,000册

1958年 8 月北京第 1 版第 1 次印刷

定价(9)0.13元

目 录

一、前言	1
二、加工途径的选择	1
三、自煤焦油制备柴油机燃料简易加工方法的探讨	2
四、离心分离试验	10
五、溶剂稀释沉淀试验	14
六、常减压蒸馏试验	16
七、蒸馏焦化试验	25
八、小结和今后的工作	31

一、前 言

我国煤藏遍佈各地，为了滿足工農業大躍進所需要的液体燃料，煤的低溫干餾是一條重要途徑。目前全國各地在建設社會主義的總路綫的光芒照耀下，縣縣鄉鄉大辦工業，中、小型煤煉油廠的興建已如風起雲湧，遍地開花的形勢已成，進展是飛速的。關於干餾所得低溫煤焦油的加工，雖然國外曾有高壓加氫方法，但由於成本高，技術複雜，不符合中、小型工廠的要求。所以，就有必要探尋比較簡單的加工方法。這本小冊子的內容就是我所最近進行的四種簡易加工方法試驗的初步結果。雖然還不夠成熟，但由於很多單位對這些資料需要甚急，所以在全部試驗工作完成以前，先將已有結果彙印成冊，以供參考，並希讀者提出批評和指正。

二、加工途徑的選擇

低溫煤焦油是以烟煤或褐煤經低溫干餾（溫度 $500-650^{\circ}\text{C}$ ），將煤內的揮發物質餾出冷凝後得到的。煤的干餾可以用成堆干餾法。這種干餾方法石油工業出版社已有定型設計出版。自一般烟煤約可得到 $8-10\%$ 的焦油。此外，還生產 70% 左右的半焦，可用作煤氣機和家庭的優質燃料。低溫煤焦油由於含有煤屑、水滴、灰塵、瀝青、焦油酸等雜質，直接用作動力燃料是不適宜的，所以需要進一步加工。

我所在进行加工試驗前，本着下列三条原則进行了加工途徑的选择：

1. 簡單易行，建設速度快；
2. 收油多，成本低；
3. 产品合用、不一定要完全合乎国家标准。

根据上述原則，考虑到农村中拖拉机、抽水机、耕耘机、小型發电机等最急需的燃料主要是柴油，全国各地农村分佈的低速柴油机为数也很多。煤焦油餾分較重，其性質与重柴油要求相去不远，如將煤焦油經簡單处理制备重柴油供給农村在低速柴油机上使用，是一有效途徑。如能提制一部分輕柴油，用以运轉高速柴油机，更能推广其使用范围，也应进行研究。

在試驗过程中与我所合作的單位有：北京石油学院；石油公司上海批發站；上海柴油机厂；上海抽水机站；农業科学院农業机械化研究所。給予我所协助的單位有：石油五厂；第一机械部拖拉机研究所；北京农業机械化学院；全国农具展覽会；北京上下水道管理局机械工程总队。

三、自煤焦油制备柴油机燃料 簡易加工方法的探討

1. 柴油机对燃料的一般要求

柴油机为压燃式發动机，其对燃料的要求和汽化器式發动机不同；而高速柴油机与低速柴油机对燃料的要求也有很大的区别。

一般說来，低速柴油机（轉速 > 600 轉/分）由於轉速

低，有足够時間来进行燃燒，因而对十六烷值的要求不高，可以用較重的油，即重柴油。對於重柴油的要求，除粘度不能过高外，主要是控制水份、机械雜質、炭渣、灰份的数值在一定限度以下。其原因如下：

(1) 水份 水常呈小球狀悬浮在油內，泵油时有时会噴出水滴，造成“失火”現象。此外，水份过高时，会加速进油系統的腐蝕。所以，重柴油含水不应超过 1%。

(2) 机械雜質 机械雜質包括悬浮的炭渣及灰塵等，会阻塞进油系統，加速气缸磨損。机械雜質含量应低於 0.1%。

(3) 灰份 灰份为油內不能燒尽的無机雜質，灰份有性質松軟者，少量存在尚無大害；也有性質堅硬者，会严重磨損汽缸及活塞环，縮短机器寿命，必須避免。一般說来，灰份最好低於 0.05%，最多不能超过 0.08%。

(4) 炭渣 炭渣之高低与瀝青質有关，如含量过高易致汽缸內部及噴油嘴內結焦，並使活塞不粘結。炭渣高的油不利於長期運轉。一般不应高於 3~4%。

高速柴油机(轉速 >1000 轉/分)由於工作循环的時間極為短暫，对水份、雜質含量和粘度的要求更为严格。此外，为保証柴油机容易起動和圓滑工作，对燃料的餉程和十六烷值的要求也較严格，必須採用較輕的和自燃点較低的輕柴油。

此外，为了适应气温条件，使燃料能在进油系統中流动，因而要求較低的凝固点和混濁点；为了不腐蝕机件，要求低的硫份及酸度；为了儲存时的安全，要求較高的閃点等。我国及苏联的柴油規格見下表(第 4、5 頁)。

2. 低温煤焦油的物理化学性质

低温煤焦油为烟煤或褐煤在500~700°C隔绝空气情况下干馏而得到的焦油，虽然其性质随干馏方法及煤源而异，但一般说来，低温煤焦油较高温煤焦油在性质上更接近于天然石油。

低温煤焦油有下列一些特点：

(1) 焦油酸(酚类，单羟基及二羟基)含量高，约10—40%。由于焦油酸的存在，油的热值较低。一般天然石油的热值约为10300—10900卡/克，低温煤焦油则为8600—9500卡/克。

(2) 热安定性差，受热后易于分解。

柴油机燃料技术标准

1. 低速柴油机燃料 重柴油

指 标		中 国		苏 联		
		1号页岩 重柴油	2号页岩 重柴油	ДТ-1 (M ₃)	ДТ-2 (M ₄)	ДТ-3 (M ₅)
1. 馏程 250°C 馏出量%	不大於	15	15	15	15	15
2. 粘度 50°C						
(1) 运动粘度，厘沱	不大於	16.2	16.2	36.0	55.3	66.6
(2) 恩氏粘度，°E	不大於	2.5	2.5	5.0	7.5	9.0
3. 炭渣，%	不大於	0.5	1.5	3.0	3.5	4.0
4. 灰份，%	不大於	0.05	0.08	0.04	0.08	0.08
5. 硫份，%	不大於	0.6	1.0	0.5	0.5	0.5
6. 水溶性酸及碱		無	無	無	無	無
7. 机械杂物，%	不大於	0.1	0.5	0.1	0.1	0.1
8. 水份，%	不大於	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
9. 閃点，°C	不低於	65	65	65	65	65
10. 凝固点，°C	不高於	10	10	-5	-5	+5

2. 高速柴油机燃料 輕柴油

指 标	中 国		苏 联	
	0号页岩 輕柴油	10号页岩 輕柴油	ДЛ	Л
1.十六烷值 不小於	45	50	45	43
2.餾程 50% 餾出溫度, °C 不高於	—	—	290	—
90% 餾出溫度, °C 不高於	—	—	350	—
290°C 餾出量, % 不小於	—	50	—	—
300°C 餾出量, % 不小於	50	—	—	50
350°C 餾出量, % 不小於	90	95	—	85
3.粘度 20°C (1)运动粘度, 厘沱	3.5—8.5	3.0—5.0	3.5—8.0	5.0—8.5
(1)恩氏粘度 °E	1.25—1.7	1.2—1.4	1.4—1.7	1.4—1.7
4.炭渣, % 不大於	0.1	0.1	—	0.1
5.10% 殘留物的炭渣, % 不大於	—	—	0.5	—
6.酸度, 毫克KOH/100毫升 不大於	5	5	5	10
7.灰份, % 不大於	0.025	0.025	0.02	0.025
8.硫份, % 不大於	0.5	0.5	0.2	0.2
9.硫化氫	—	—	—	無
10.腐蝕試驗	合格	合格	合格	—
11.閃点, °C 不低於	65	50	60	65
12.凝固点, °C 不高於	0	-10	-10	-10
13.混濁点, °C 不高於	—	—	- 5	—
14.水溶性酸及碱	無	無	無	無
15.机械杂物, %	無	無	無	無
16.水份	無	無	無	無

(3) 含蜡較多, 因而凝固点較高。

(4) 含自由炭較少, 約1—3%, 而高温焦油含量多至4—15%。

(5) 比重較小, 約为0.95—1.06, 而高温焦油約为1.1—1.2。

(6) 含有較多的烷烴及烷基环烴, 而高温焦油則以芳烴

为主。

本試驗採用了石油五厂魯奇爐所产的低溫煤焦油(以撫順楊柏矿烟煤为原料)为試样, 其物理化学性質如表所示。

五厂魯奇爐低溫煤焦油物理化学性質*

(干餾用煤: 撫順楊柏矿烟煤)

一、粗焦油(60°C 靜置脫水后)

水份	3.5%	苯不溶物	1.3%
----	------	------	------

二、脫水后焦油

比重:		凝固点	31°C
$d_4^{20}=1.0194$		炭渣	4.6%
$d_4^{30}=1.0067$		灰分	0.12%
$d_4^{40}=0.9967$		硫含量	0.29%
$d_4^{50}=0.9882$		氮含量	0.91%
恩氏粘度, °E:		石油瀝不溶物	16.9%
40°C 10.37		机械杂质	0.46%
50°C 5.7		石蜡:	
75°C 1.48		10°C	2.7%
恩氏蒸餾, °C:		0°C	4%
初餾点 180.5		-18°C	8.6%
10% 234		酚类(折光率法)	33.5%
20% 257			
30% 280.5		吡啶类(折光率法)	3.38%
40% 306.5			
50% 333.5			
59.5% 350			
总餾出 61.8%			

* 表中数据系由北京石油学院固体燃料加工研究室測定。

3. 低溫煤焦油用作柴油机燃料时可能存在的問題

为了收油多, 最好的办法是把煤焦油拿来直接作为重柴油在低速柴油机上使用, 考慮到低溫煤焦油的組成除含有較多的焦油酸外, 頗接近於天然石油, 根据文獻記載, 伊拉克

的天然原油直接用在原油运输管线的低速柴油机上有十余年的历史。將低温煤焦油直接使用的例子虽未見到，但可能性应是存在的。茲將五厂煤焦油的性質与苏联 M-3 号重柴油的规格要求比較如下：

指 标	煤 焦 油	苏联 M-3 号 重柴油
馏程，到 250°C 的馏出量，%	14.8	<15
粘度 °E, 50°C	4.2	< 5
灰份，%	0.12	<0.04
炭渣，%	4.6	< 3
硫份，%	0.29	<0.5
閃点(閉口法)，°C	86	>65
凝固点，°C	31	< -5
机械杂质，%	0.46	<0.1
水份，%	3.5	<1.0

(粘度值北京石油学院测定为 5.07)

从上表可以看出，煤焦油除因凝固点較高，在使用时需加預热設備而外，主要缺点是含有較高的水份，机械杂质，灰份和炭渣。至於十六烷值，對於重柴油並不重要，所以规格內沒有規定。由於煤焦油的自燃点較高，有时起動困难，需以輕柴油起動；至於大量焦油酸的存在，對於燃料的热值会有所降低，但对低速柴油机的燃燒來說估計影响不大。

根据以上考虑，將煤焦油用作重柴油的主要問題首先是研究如何降低水份、机械杂质、灰份及炭渣含量的問題。

4. 对煤焦油簡易加工流程的探討

根据文献，將鍋爐用燃料油預热后通过离心机，可以將

水份基本除去，灰份、硬瀝青質、機械雜質降低約 50%，离心后的油可作为低速柴油机燃料。假如煤焦油經离心处理后能降低水份及雜質含量至重柴油标准以內，則应可用於低速柴油机。

輪船上用来淨化燃料的离心机是 达拉瓦式 (De Laval) 离心机，上海船用輔机仪表厂已能自行制造，每小时可处理燃料 4800 公升，这种离心机就是用来淨化重油的，所以使用应無問題。

离心法的优点在於收率高，手續簡單，但其作用也有一定限度，这是由於：

(1) 生成炭渣的瀝青質能溶解於油內，不能被离心机分离，故离心法对降低炭渣的作用不大，若离心所得之油在汽缸內易致积炭，則应設法除去瀝青質。

(2) 煤焦油的凝固点为 31°C ，可能太高，离心並不能使油的凝固点变低，故应寻找降低凝固点的方法。

为弥补这些缺陷，乃採用了溶剂稀釋沉淀法。此法利用在煤焦油中加入輕的溶剂油后，由於瀝青質溶解度較小，乃沉淀而出，然後將油層分开，再蒸脫溶剂，即可得出凝固点及瀝青含量較低的重柴油。

由於加入溶剂后油的比重及粘度均大大降低，水份，機械雜質都容易下沉，与油分离开来。

此法所需要的溶剂(如汽油餾份)，可能在农村不易得到。为了达到同样目的。並进一步提高油的质量，可以採用了常減压蒸餾法及蒸餾焦化法，此二法因所得产品均系餾出油，其炭渣及灰份亦均能更为降低。

常減压蒸餾法是將煤焦油置入單獨釜中加熱脫水，在常

压下蒸至一定温度，待发现裂化现象较多时再在减压下蒸馏，馏出油作为重柴油。釜底所得沥青可设法制成铺路或建筑沥青使用，也可进行焦化得出一部份油併入重柴油，並得到焦炭。

焦化法乃將焦油置入单独釜中加热脱水，蒸至一定温度，然后加高温，得出焦化馏出油，与蒸馏所得馏份混合作为重柴油。焦炭可作燃料之用。

常减压蒸馏法的优点为油的质量较稳定，燃料消耗量较焦化法为低，但设备较复杂，需要一套真空系统，真空泵还需要耗电。

焦化法之优点在于设备简单，不需要真空泵，但燃料的消耗量较大些。产品的稳定性较差。

为了获得一部份高速柴油机燃料，还可以在常减压蒸馏法及焦化法中将轻馏份提出，经处理后作为轻柴油，重馏份作为重柴油。但油收率较低，约为原焦油的 12—32%，各地对轻柴油的需要很大，故亦应加以试验。

根据以上考虑，为了适应全国各地不同的情况，试验工作决定按照下列四个流程同时进行：

- | | |
|--------------|-------------|
| (1) 离心分离法； | (3) 常减压蒸馏法； |
| (2) 溶剂稀释沉淀法； | (4) 蒸馏焦化法。 |

在部领导的高度重视和支持以及各有关单位的合作及协助下，我所经过两个月的试验，在五月中石油部召开的地方工业会议上初步提出了这四个方法的初步结果，並进行了前三个方法的短期引擎试验，初步证明这些方法是可行的。由于数据尚不完备，会后又进行了一些补充。六月初，石油部与第一机械部联合召开了煤焦油加工与使用会议。会议上代表

們建議在已有工作基礎上，應進一步考慮提高產品質量，以 700 轉和 1200 轉的中速和高速柴油機為主要對象，於是在原有流程的基礎上作了一些改進試驗，並決定在上海、無錫、北京等地進行長期引擎試驗，以最後確定低溫焦油按這些流程所制柴油的使用性能，這些工作都已經開始進行。本文包括了六月底以前的工作結果。最後結果預計在九月作出。

由於低溫煤焦油的性質隨干餾條件及煤源而異，其他地區的焦油在加工時，與這些結果會有些不同，但一般情況下，不致相差很大。

四、離心分離試驗

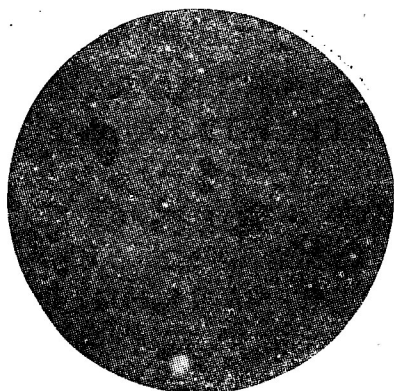
1. 方法概述

在實驗室先進行了小型離心試驗，離心前先將煤焦油加熱至 90°C ，在 2800 轉/分的轉速下離心 20 分鐘，減速 11 分鐘，靜止後取出，此時油溫降至 40°C 。

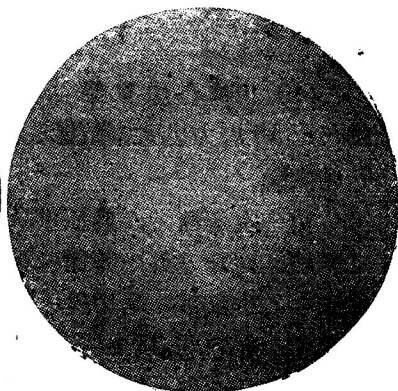
在顯微鏡中，觀察離心前後油樣的情況，如照片所示。離心前煤焦油內水滴、固體雜質均甚多。離心後，只能看到少數較小水滴及結晶的石蠟，雜質則很少見到。

2. 流 程

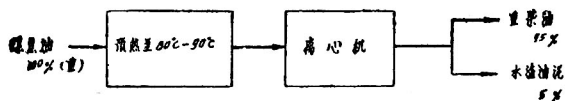
離心法的流程及物料平衡見下圖(11頁)，物料平衡系考慮工業連續離心機運轉情況而估計的。



离心前煤焦油
(放大 210 倍)



离心后煤焦油
(放大 210 倍)



3. 产品性質

經化驗証明，离心处理對於減低焦油中所含的水份、灰份、机械雜質都很有效，离心后水份、灰分均能合於重柴油規格要求，机械雜質也接近規格要求。离心對於炭渣值虽然也能減低，但效果不大，化驗結果見下表：

指 标	煤 焦 油	离心重柴油
水份, %	3.5	0.1—0.2
机械雜質, %	0.48	0.12—0.18
灰份, %	0.12	0.04—0.08
炭渣, %	4.6	3.3—4.7

4. 引擎試驗

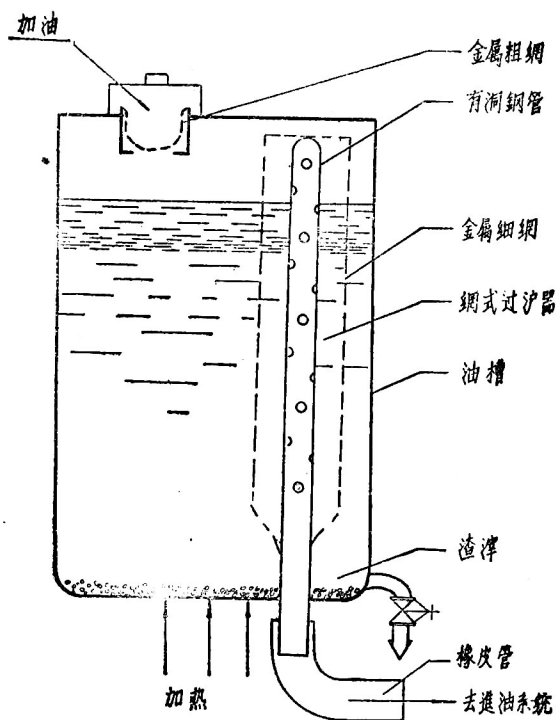
(1) 用离心法重柴油在石油学院热工試驗室的 330 轉/分、15 馬力臥式單缸低速柴油机上进行了兩次 68 小时的運轉試驗。

第一次運轉時，將油預熱至 60—70°C，經過濾后进入進油系統。試驗过程中除因机械故障短期停車兩次外，運轉一直正常，排烟好，馬力穩。在 80% 以下的負荷運轉時，機聲正常；在 80% 以上的負荷時有敲缸聲，此外，停車后觀察，活塞環有部分被積炭粘結現象，据估計可能是由於潤滑系統未用柴油機油而用車用機油之故。

第二次運轉時，將機油改用柴油機油試驗中除由於排氣閥漏氣，有一段時間烟色較重外，操作均屬正常。經鑑定后認為敲缸聲及烟色在允許範圍之內。停車后进行檢查，活塞環無粘結現象，噴油嘴及汽缸頂積炭均在允許範圍之內。从燃燒試驗來說，石油学院热工教研室結論認為此油可以使用。

(2) 离心油又在上海抽水機站 700 轉/分、25 馬力、36 型單缸預燃式柴油机上进行了抽水試驗，結果排氣良好，轉速穩定，唯稍有敲缸現象，乃將噴油角提前約 10°，聲音轉好。先进行了 10 小时運轉，因進油受阻乃停車，清洗后，又運轉了 15 小时，進油系統又被瀝青物粘住，被迫停車，噴油嘴及汽缸內均無積炭，燃燒正常。初步結論認為此油在運轉中的問題在於瀝青質較多，進油系統易被堵塞。根据石油学院热工試驗室經驗，在熱油箱內加一網式過濾器（見 13 頁），可避免進油系統被堵現象。

(3) 离心油的耗油率在 80% 負荷時約為 250—290 克/馬



網式過濾器

力小时。

5. 工業上的离心方法

为了使离心法能够在工業上使用，現正在上海进行以达拉瓦式連續离心机（上海船用輔机仪表厂制造，1360—4800公升/时，2.8 瓩）处理煤焦油的試驗，並將以所得重柴油在無錫 300 轉/分低速柴油机上進行較長期的運轉試驗，以得出最后結論。

五、溶剂稀释沉淀試驗

1. 方法概述

在試驗室內分別选用了玉門汽油 $<170^{\circ}\text{C}$ 餾分, 85— 125°C 餾分、五厂低温干餾輕質油 $<110^{\circ}\text{C}$ 餾分作为溶剂, 以 1:1 (重量) 的比例与煤油混合。經攪拌 10 分鐘后靜置过夜, 杂质、水分及瀝青質即沉淀下来, 慢慢將上部潔淨油層倒出, 潔淨油經常压蒸餾至 170°C 將溶剂回收重复使用。

中型生产採用了玉門汽油 $<170^{\circ}\text{C}$ 餾分为溶剂。生产的操作条件为在 40°C 下用泵攪拌 1 小时, 沉淀 16 小时。中型試驗重柴油的收率为 83.4%。

編 号	1	2	3
焦 油: 溶 剂 (重)	1:1	1:1	1:1
溶 剂	煤焦油輕質油 $<170^{\circ}\text{C}$	玉門輕汽油 $<170^{\circ}\text{C}$	玉門輕汽油 $80\sim125^{\circ}\text{C}$
处理条件: 攪拌(分鐘)	10	10	10
靜置	过夜	同	同
分离	傾倒	同	同
重柴油收率%(重)	87.3	80.9	62.8
重柴油性質:			
水份, %	0	0	0
机械杂质, %	—	0.045	無
灰份, %	0.03	0.01	0.01
炭渣, %	5.37	3.33	4.12