

263.26

446

目 录

緒言

| | |
|------------------------------|----|
| 第一章 原料 | 4 |
| 第一节 土法炼焦的焦油 | 4 |
| 第二节 成堆干馏的焦油 | 6 |
| 第二章 煤焦油加工的操作方法 | 9 |
| 第一节 粗馏 | 9 |
| 第二节 粗汽油、煤油、輕柴油和重柴油的洗滌 | 13 |
| 第三节 精馏 | 16 |
| 第三章 土法生产变压器油、錠子油、柴油和机油 | 17 |
| 第四章 土法試制潤滑油与石蜡 | 21 |
| 第五章 煤焦油加工过程中酸碱渣的回收和利用 | 24 |
| 第六章 高級酚轉化为低級酚 | 27 |



緒 言

在党的社会主义建設总路綫的光輝照耀下，在以鋼为綱全面跃进和两条腿走路的方針的指导下，我厂貫徹了党的自立更生、土法先上馬的指示，于1959年元月正式投入生产。建厂初期生产5种产品——汽油、煤油、輕柴油、重柴油和瀝青，現在已能生产20余种产品，已投入生产的有汽油、煤油、輕柴油、重柴油、瀝青、苯酚、邻甲酚、間甲酚、对甲酚、二甲酚、低級酚、高級酚、硫酸鈉、石腊、腊烛、酸性瀝青、变压器油、銓子油、柴油机油、車用机油等20种。試制成功將投入生产的有粗苯、萘、苯、甲苯、二甲苯、重苯、溶剂苯I、溶剂苯II、溶剂油、粘合剂等10种产品。

目前我厂已有蒸餾鍋(釜)3套(容量2.5吨、 $d1200 \times 3000$ 的2套，容量5吨、 $d1500 \times 4000$ 的一套)、石砌土洗滌缸一套(容量3吨)、碎砖砌的3室半成品油池一个、3室成品油池一个、原油罐两个(容量共60吨)、酸碱渣回收池一个、土蒸餾鍋数套和干餾堆两个，并已着手加工机油釜。現在我厂的年产量已达2500吨，生产能力仍在不断提高。

我厂生产的主要产品有下列几种：

1. 汽油：可做內燃机的燃料和溶剂。
2. 煤油：可供油灯照明。
3. 柴油：柴油机及柴油汽車的燃料。
4. 瀝青：瀝青是制造防腐剂(如油毛毡)的原料。

5. 粗苯：是制造各种染料、合成医药及人造香精的极重要的原料，也是发动机燃料。

6. 甲苯：是制造染料、合成医药、人造香料和炸药的原料，也可用来制糖精、人造麝香及发动机燃料。

7. 二甲苯：是制造染料、医药和合成化合物的原料，它也是发动机的燃料。

8. 溶剂油：是制造橡胶、防水布和雨衣的原料，也是橡胶的极好溶剂。

9. 苯酚：可做染料、医药、香料、炸药和塑料等。

10. 硫酸钠：是制药原料，也可做干燥剂。

11. 萘：是制防腐剂、杀虫剂、增鞣剂、塑料，合成纤维、涂料等的原料。

12. 葱：是制染料和炭黑的原料。

13. 变压器油：变压器、油开关及其它高电压设备的矿物绝缘油。

14. 锭子油：一般机械的润滑油。

15. 车用机油：用于汽车、拖拉机及机动自行车的润滑。

16. 柴油机油：一般内燃机的润滑油。

17. 石蜡：制蜡烛、蜡纸、医药及火柴等。

第一章 原 料

第一节 土法炼焦的焦油

从目前情况看来，土焦炉全有排放焦油的油沟。焦油的粘度一般都很大，不容易流动，可采取水冲法。把水从

爐子的一端引入，从另一端排出；水可以降低油沟的溫度，有利于瓦斯冷却成焦油。因为水冲油在爐內停留的时间短，焦油被烧掉的可能性较小。

爐底必須是傾斜的，保證油沟暢通就可以多出油。为了使油、水分离得干淨，須建一个油水分离池，油的出口最好加水封，以免跑瓦斯影响工人的操作。

在土法炼焦过程中回收焦油的方法有两种。

一、自然抽风：这种方法是利用焦爐旁的7~10米高的烟窗的抽力把瓦斯抽出，經過間接冷却，到油水分离池将油、水分离(图1)。

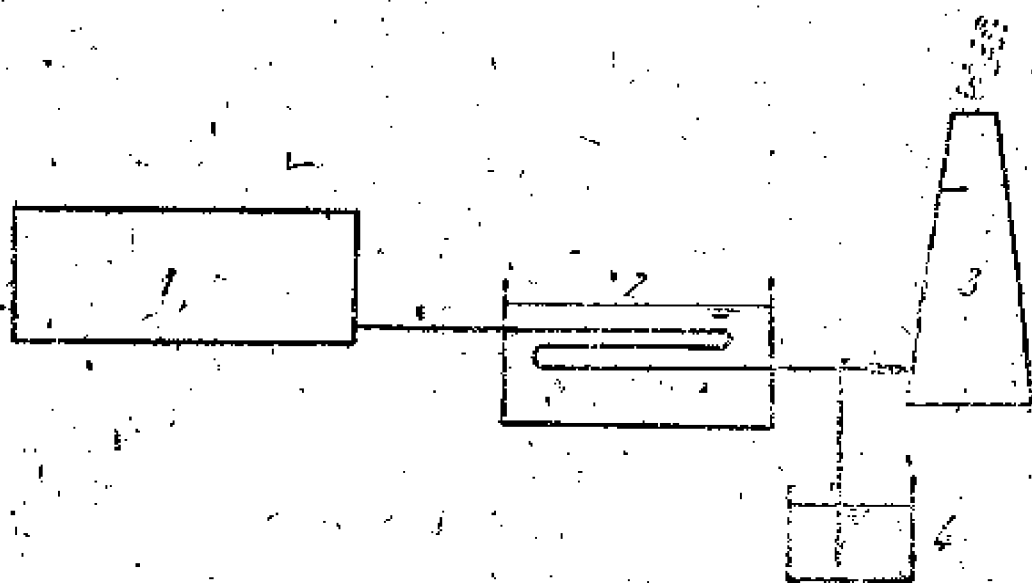


图1 炼焦爐的自然抽风系統

1—焦爐；2—冷却池；3—烟窗；4—油水分离池。

在沒有动力的地方自然抽风采用这种方法更有实际价值。自然抽风須与水冲密切結合在一起，才会更好的發揮效果。

二、动力抽风：将自然抽风的烟囱改成风机就是动力抽风。这种方法的收油率最高。

总之要达到多出油的目的必须贯彻“淹、浆、补、长”的方法。如淹爐，等出焦完毕后即将爐底油沟打扫干净，进行2~4小时的冷水淹爐，时间越长越好，使爐温降低、爐底浸透有利于取油。淹后疏通水道，将水放出。爐底坏了要及时修补。細水长流，烟囱大部分冒火后抽气4~8小时来輕油，在爐子发火后40小时左右，火焰为暗紅色时即由油沟的一端灌入細长流水，来降低爐底温度。

图2是动力抽风系統。

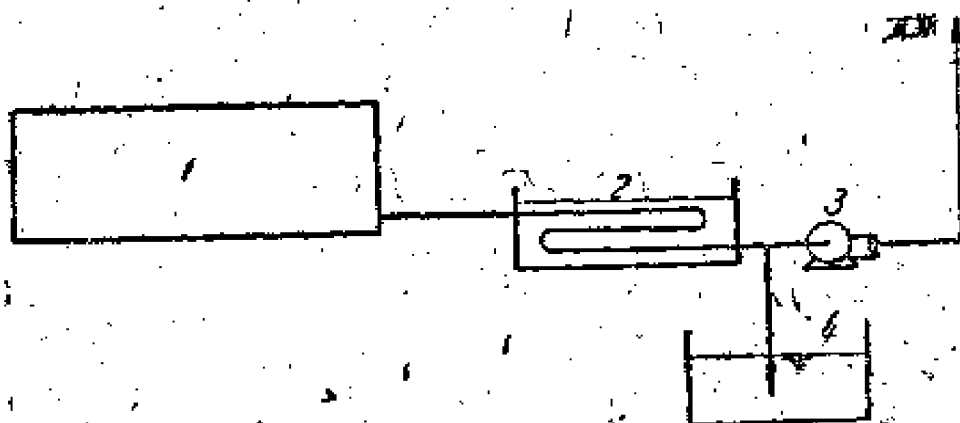


图2 炼焦爐的动力抽风系統

1—爐爐；2—冷却池；3—风机；4—油水分离池。

第二节 成堆干餾的焦油

使用块煤的成堆干餾已有經驗，这里不再介紹。

我厂利用炼焦厂的废物——河砂煤（二槽煤）进行成堆干餾成功，收油率高达7%（以河砂煤为基准），同时又炼成銀白色的半焦，灰分23.25%，完全可供高爐使用。

优点是原料成本低，从河里捞来，来源广，有洗煤厂的地方全有；出油多，设备简单，投资少，基建时间短，收效快。如果其它焦厂也利用这种方法，则焦厂的废物会得到充分利用。

在生产过程中我们缺乏经验，又没资料参考，完全依靠群众的智慧，发现问题及时采取措施，使生产顺利进行。现将生产情况介绍如下：

1. 河砂煤的颗粒很细小，使用5号风机感到风量不足，因此，采取了薄装800~1000毫米，在装堆时搭板子，以尽量减少人踏，留钢钎孔使火层下降。

2. 在操作过程中从始至终要少浇水或不浇水。浇水多会使半焦粉化，质量差，因河砂煤的砂多(占50~60%)，发热量低，温度过低不利于干馏。

3. 堆的四周要踏实，避免四周火层下降过快，形成火层不均。

4. 为了便于点火，在上面铺中块煤50厘米，这部分煤几乎全部灰化，用它进行封顶及控制火层下降的速度。

5. 尽可能少打钎眼，钎眼过多，半焦炭化严重。

目前，由于操作过程中的抽力小，点火比较困难，初期火层下降的较慢，以致在这期间无法测量火层，钎子烧不红。最初24小时下降150毫米左右，瓦斯的排送量也小。

在中期，上面已结焦并出现许多裂缝，这时抽风的情况好转，堆的四周形成的空隙要及时填死，避免四周下火过快，这时瓦斯排送量也大了。

后期，火层下降较快，最后24小时下降200~300毫

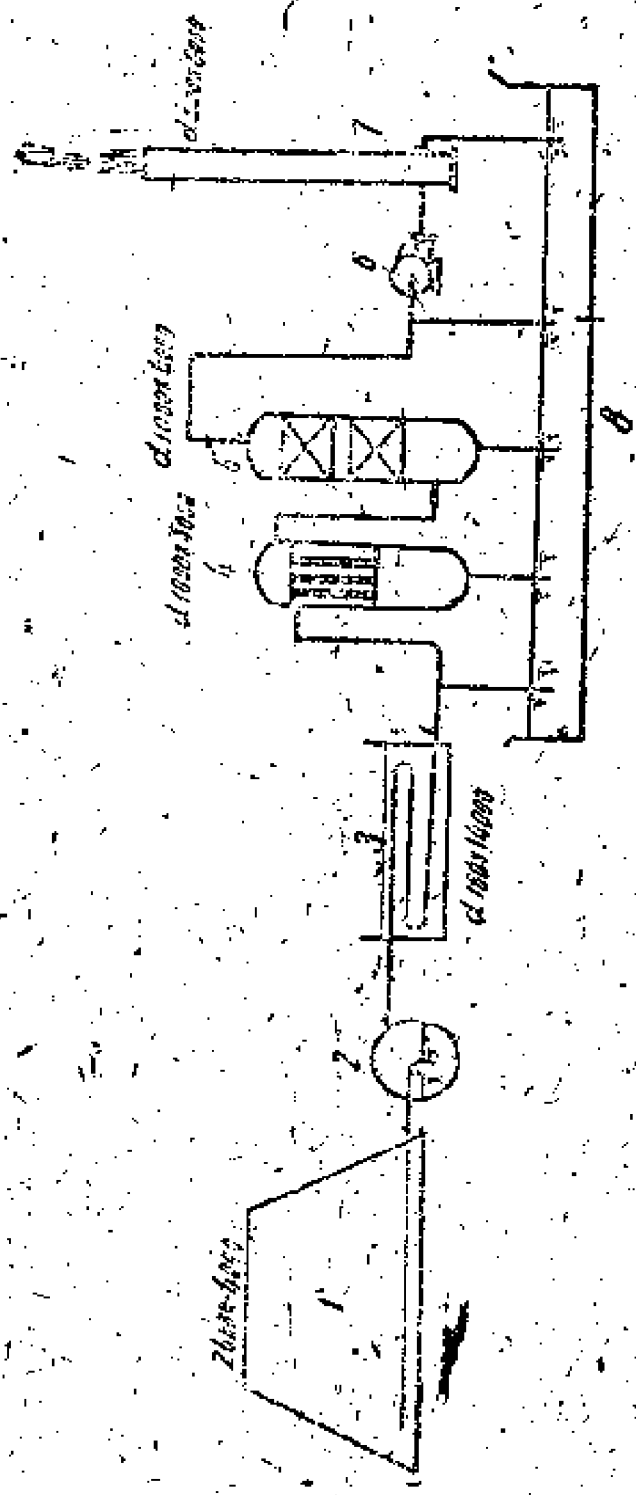


图 3 成堆干馏生产系统
 1—塔顶; 2—水封接管; 3—冷风管; 4—精馏塔(现用冷却塔); 5—防凝塔;
 6—风缸; 7—烟囱; 8—油水分离器。

米，瓦斯的排送量很大。这时要及时注意操作，火到底后2~4小时停风机，闷焦8小时以提高焦的质量。同时还应注意爆炸现象的发生。

我们的经验表明，河砂煤的块度小而均匀，对半焦的质量会有所提高，但阻力增加，火层下降得很慢。

图3是成堆干馏系统。图中的设备尺寸仅供参考，具体采用时，可根据当地条件进行修改。

第二章 煤焦油加工的操作方法

第一节 粗 馏

图4是粗(精)馏的生产系统。图中的设备尺寸仅供参考，具体采用时，可根据当地条件进行修改。

一、蒸馏前的准备：

1. 开启原油池最底下的阀门，将油池内沉积分离出来的水分及机械杂质放掉。

2. 检查输油管路是否漏油，接油桶是否接上等。

二、蒸馏锅的检查：

原油未灌进粗馏锅之前须进行一系列的检查：

1. 初次灌原油进锅时，须将锅上的压力表拆下，检查管路及压力表是否堵塞及灵活，在正常运转情况下每周检查一次。

2. 检查锅内有无残油渣及结焦现象。

3. 检查蒸馏锅的重油出口阀门是否关上，人孔螺丝是否拧紧。

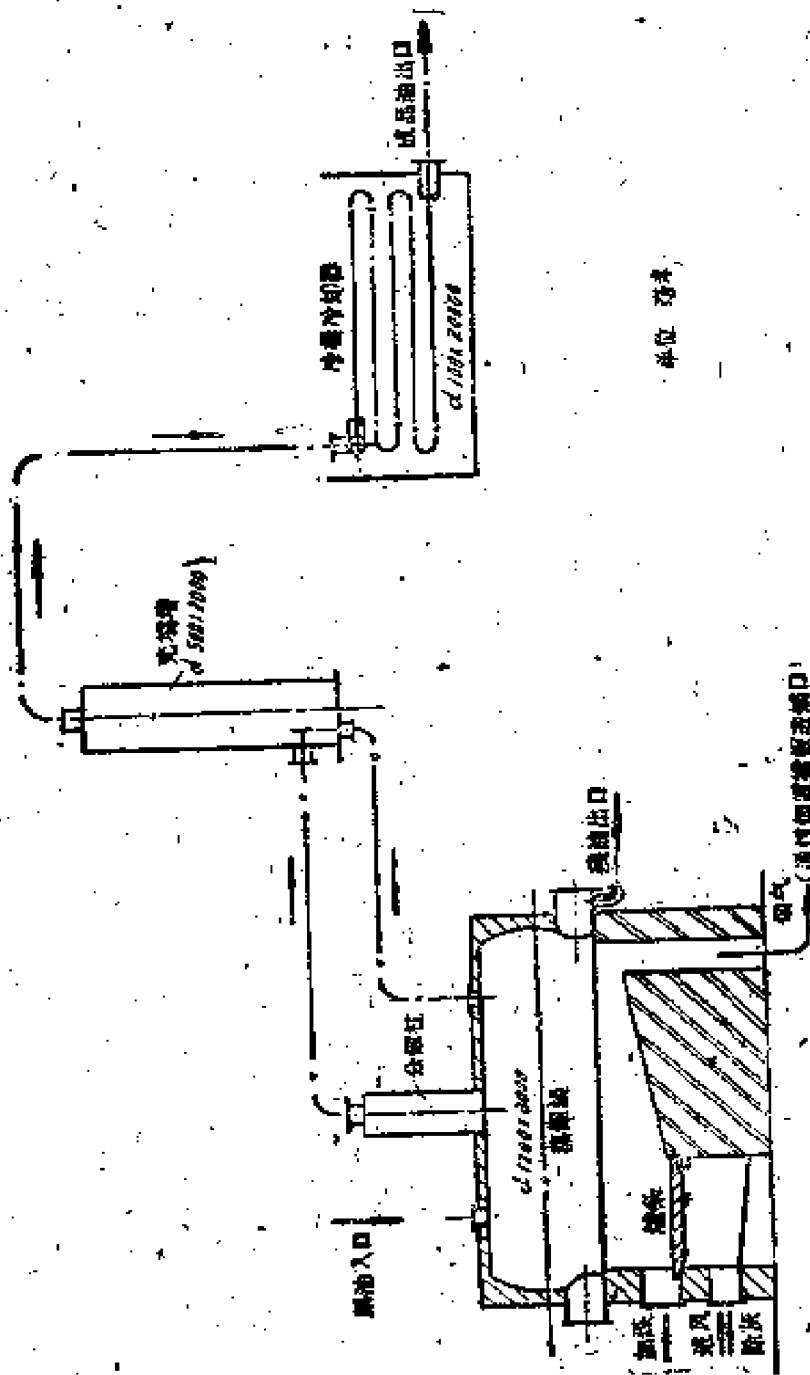


图 4 粗 (精) 油的生产系统

4. 检查出油管路是否有堵塞及漏油现象。

以上4项经检查认为正常后才能加油进锅，否则须马上修理，然后再装油入锅。

三、装油入锅：

原油装入蒸馏锅前应取样化验，测定原油水分。原油水分为0.5~1%时，才许可装入。严禁将未脱除水分和杂质的原油装入蒸馏锅，以免延长蒸馏时间，消耗多量燃料或造成事故损失。

开启原油油阀，用油泵将油灌入锅内。每次加油2.5~2.7吨，切勿多装，以免影响产品质量。装完后测定原油比重，记在记录簿中。

四、冷凝冷却器的检查：

检查冷却器中的冷却管有无跑气和漏油的地方，冷却水是否淹没了全部冷凝管。

五、接油处的检查：

检查接油阀和管路油桶是否接上，比重表是否准备好。

六、测温孔的检查：

釜上插温度计的测温孔清除干净后，方能插上温度计。

七、炉膛的检查：

点火时先将炉门敞开，检查火拱、炉壁、炉桥、炉门等有无破裂及折断现象，否则须立即修理。得到车间负责人的许可后才能点火，并将检查情况记在记录簿中。

八、烟道的检查：

检查烟道内是否有水，挡板是否完好。

九、鍋爐的檢查：

检查鍋爐和接油处周围有无油蹟和易燃物品，若有时立即清除。

以上項目准备完毕才能点火。

十、司爐注意事項：

1. 蒸餾鍋的操作：

1) 在脫水阶段应少量加煤，溫度保持在 $110^{\circ}\sim 130^{\circ}\text{C}$ ，不能加大火力，防止冲油事故。

2) 汽油产品餾出 ($130\sim 180^{\circ}\text{C}$) 应保持一定時間，在基本不餾出时，繼續把油温提高至煤油产品的餾出溫度 ($180\sim 230^{\circ}\text{C}$)。

3) 煤油餾出完萃后，可以升溫至柴油产品的餾出溫度， $230^{\circ}\sim 280^{\circ}\text{C}$ 为輕柴油， $280^{\circ}\sim 360^{\circ}\text{C}$ 为重柴油。

4) 各种产品的比重均按照方案規定来截取，誤差为 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

2. 經常检查压力表和溫度計等是否正常。

3. 严禁跑黑油。

4. 勤加煤勤除爐火，使空气流动，燃料充分燃燒。但在清除爐灰前必須將灰門关上避免冲黑油事故。

十一、接油：

接油时依照餾程規定的溫度范围进行操作，接滿一桶后須將時間、比重、油量等記錄下来，以便司爐同志易于掌握升溫情况，进行操作。

十二、餾程：

分餾煤焦油时应按照下列規定进行操作，并将各类半成品油分別儲存。

1. 粗汽油：始点到 180°C 比重，0.830；
2. 粗煤油： $180\sim 230^{\circ}\text{C}$ ，比重0.865；
3. 粗輕柴油： $230\sim 280^{\circ}\text{C}$ ，比重0.915；
4. 粗重柴油： $280\sim 360^{\circ}\text{C}$ ，比重0.947；
5. 防腐油（重油）：升温到 360°C 时停止蒸餾或按实际情况停爐灭火，使爐温降到 200°C 以下时放出。

十三、粗餾終点：

釜温达到 360°C 时停止蒸餾，做开爐門，关闭灰門和烟道，并立即将爐內的爐火掏出，等釜温降低到 200°C 后放出重油。

第二节 粗汽油、煤油、輕柴油和重柴油的洗滌

一、准备工作：

1. 洗滌前先将要用的洗滌缸、洗滌缸管路、閥門等用水冲洗干净，以便把上次洗滌后遺留下来的残渣冲洗掉。

2. 检查电动机馬达、皮带接口、輪軸、电开关以及攪拌器等是否有掉脫和漏電現象，如果发现有問題，应即时采取措施处理。

3. 用泵將油打入洗滌缸，測准油温和比重及換算重量，然后进行洗滌。

4. 將碱液、酸液按比重配好，准备使用。

二、洗滌过程中应注意事項：

1. 在操作中使用酸时，必須戴上手套和圍裙，小心操

作，严禁在設備內尚有酸液就进行检修工作。

2. 硫酸滴落在皮肤上会烧伤皮肤。如硫酸滴落在皮肤上，絕不能用水冲洗，必須用手絹或毛巾、棉花等物揩擦后，再在烧伤处用稀碱液洗滌，最后涂上凡士林并包扎好。

3. 浓碱液同样可以烧伤皮肤，因此使用时必須严格按照操作規程进行操作。

4. 用酸与水混合时，必須將酸傾入水中（絕不能將水倒在酸中，以免因硫酸噴濺而烧伤）并要求在封閉器中进行。

5. 每次沒用完的硫酸应加盖严密。

6. 应特別注意在酸洗时不要混杂有含水的油。

7. 严禁使用含有泥砂杂质及矿物质水洗滌油品。

8. 应该循环使用酸碱渣，凡放出的酸碱渣应回收备用。

三、半成品的洗滌：

1. 粗汽油的洗滌：

1) 碱洗：碱液浓度20%，用量15%，分两批下（第一次用5%，第二次用10%）。边下碱液边攪拌，將碱液緩慢下完后繼續攪拌20分鐘，沉淀60分鐘，然后放出碱渣。

2) 酸洗：酸液浓度80%，用量8%，分两批下（第一次用4%，第二次用4%）。边下酸边攪拌，將酸緩緩下完后繼續攪拌20分鐘，沉淀60分鐘（如果硫酸浓度在80%左右，用量不在此限）。將酸渣放淨后，即用50%的清水冲洗一次。

3) 中和碱洗: 浓度10%, 用量3%, 搅拌20分钟, 沉淀30分钟。

4) 水洗: 用量加一倍, 搅拌10分钟, 沉淀30分钟。在洗涤过程中, 油温不得超过30°C, 水洗到中性为止。

5) 洗好的半成品油, 装入精馏釜精馏。

6) 精馏后的处理:

精馏后的油取样送化验室化验。根据化验结果还不能合格时应采取下列措施:

A. 碱洗: 碱液浓度10%, 用量3%, 搅拌20分钟, 沉淀30分钟。

B. 水洗: 用量加一倍, 搅拌10分钟, 沉淀30分钟。在洗涤过程中油温不能超过30°C, 水洗到中性为止。

C. 白土处理: 白土须烘到130~150°C, 用量8%, 搅拌30分钟, 沉淀3小时。检查合格后将半成品放入成品油库。

2. 粗煤油的洗涤:

1) 碱洗: 与粗汽油的洗涤相同。

2) 酸洗: 与粗汽油的洗涤相同, 只用量为5% (第一次用2%, 第二次用3%)。

3) 中和碱洗: 与粗汽油的洗涤相同。

4) 水洗: 油温应保持40~50°C, 其余与粗汽油的洗涤相同。

5) 精馏后的处理: 与粗汽油同。

3. 轻柴油洗涤:

与粗煤油的洗涤相同, 只酸渣放出后用50%的70°C

温水冲洗一次。在水洗过程中油温应保持 $50\sim 60^{\circ}\text{C}$ 。

精餾后的处理与粗汽油相同。

4. 重柴油的洗滌:

与粗煤油的洗滌相同，只酸渣放出后用50%的 80°C 温水冲洗一次。在水洗过程中，油温应保持 $60\sim 70^{\circ}\text{C}$ 。

精餾后的处理与粗汽油相同。

第三节 精 餾

一、开爐前的准备工作:

精餾釜的检查与粗餾釜的各项检查相同。只多一项对分餾塔的检查。加油进釜后，在点火之前須詳細检查分餾塔の出油管路和回流管路等。

二、汽油、煤油、柴油的精餾:

1. 汽油、煤油、柴油(輕、重柴油)应单独精餾。

2. 餾程:

1) 汽油: 始点到 170°C 以前，比重 0.795 。

2) 煤油: $170^{\circ}\sim 230^{\circ}\text{C}$ ，比重 $0.795\sim 0.84$ 。

3) 輕柴油: $230^{\circ}\sim 318^{\circ}\text{C}$ ，比重 $0.84\sim 0.90$ 。

4) 重柴油: $318^{\circ}\sim 360^{\circ}\text{C}$ ，比重 0.90 以上。

3. 半成品的洗滌:

精餾各类半成品油时，操作方法与粗餾煤焦原油时相同。

三、操作的注意事項:

与粗餾相同。

四、白土接触精制:

1. 白土的烘干法与前面相同。
2. 焙烘白土的用量决定于油的重量。本法中的用量同前。

第三章 土法生产变压器油、 锭子油、柴油和机油

一、设备和原料

1. 设备:

图 5 是所用全套设备系统, 其中包括:

- 1) 洗滌缸: 洗滌缸用大酒罈改装。在罈底上打一个孔, 然后安装管路和閩門。洗滌缸共有 3 口。
- 2) 用木板制作的攪拌器 3 个。
- 3) 容量 340 公斤的大鍋一口。
- 4) 减压蒸餾鍋一个: 减压蒸餾鍋用生鉄鑄造。一般鑄造厂都可制造, 每个价值 70 元左右。
- 5) 木制手搖(脚踏)抽风机一台: 即小型煤矿的井下扇风机。

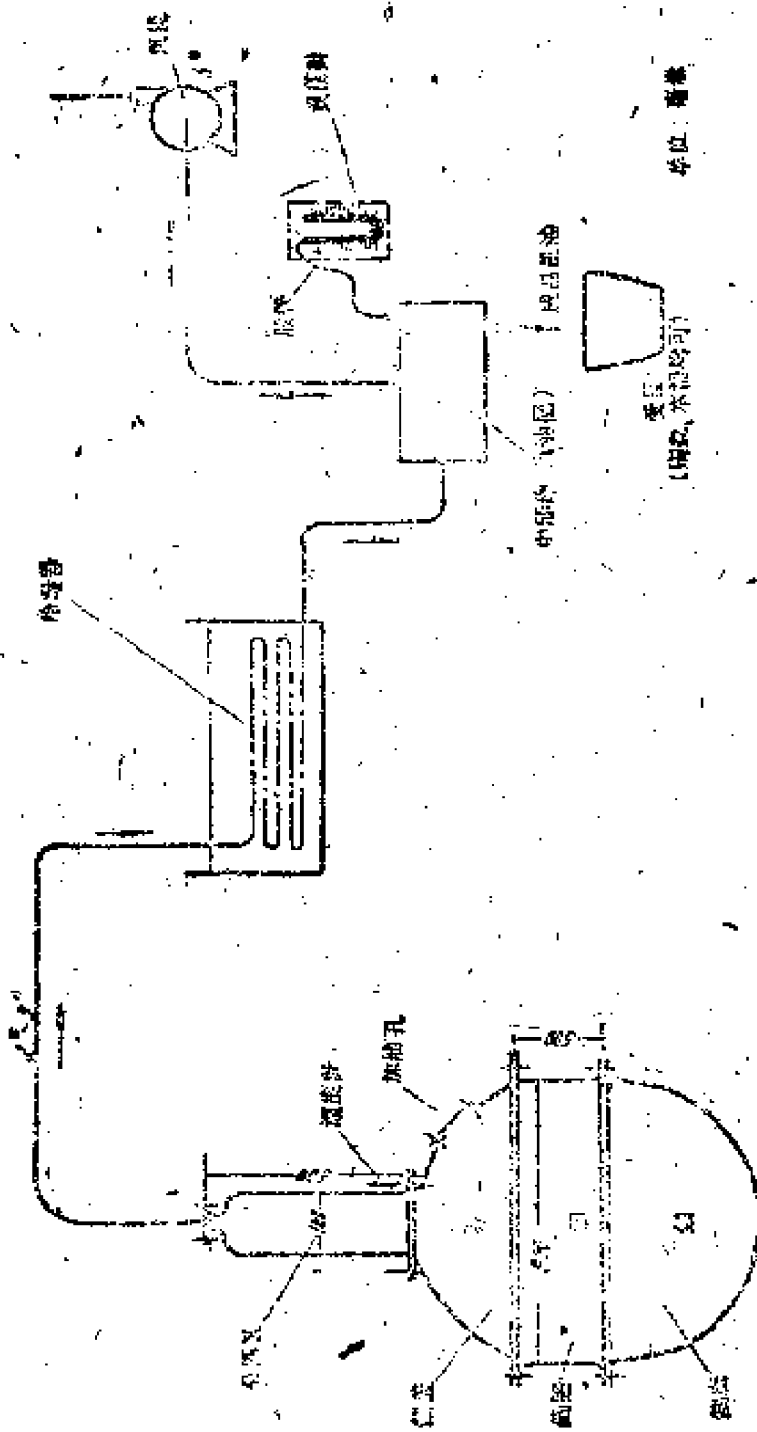
2. 原料:

所用原料是已脱蜡的重柴油(残留油)、硫酸、苛性鈉和天然白土。

二、操作方法

1. 原料油的脱蜡:

将脱过蜡的重柴油(残留油)倒入砖砌的婁子鍋内, 用



单位：毫米

零件：未记号可

图 5 机油生产的设备系统

直接火加热至 $70^{\circ}\sim 80^{\circ}\text{C}$ ，沉淀一昼夜，把由脱蜡油中的冰融化的水分离干净。然后，用碱洗两次，第一次浓度10%，用量10%，第二次浓度30%，用量20%，接触温度 $80^{\circ}\sim 90^{\circ}\text{C}$ ，接触时间20分钟。然后用水洗一次，温度 80°C 左右，得出脱蜡油。

2. 酸碱洗涤:

将脱蜡油移入洗涤缸内，用95%的浓度硫酸洗3次，用量为2%、3%、4%。然后，把油温提高到 80°C 。用浓度3%的碱液洗一次，用量10%，这样即可得到精制润滑油原料。洗涤回收率在54%左右。

3. 减压分馏:

将以上润滑油原料在减压下分馏，小于 340°C 者作为变压器油， $340\sim 390^{\circ}\text{C}$ 者为锭子油，留余在锅底者为残留油。

4. 白土处理:

变压器油用10%的白土分两次处理。接触温度 $50^{\circ}\sim 60^{\circ}\text{C}$ ，接触时间20分钟，沉淀3小时。之后即得成品变压器油。锭子油用15%的白土分两次处理，接触温度 $70^{\circ}\sim 80^{\circ}\text{C}$ ，接触时间20分钟，沉淀3小时。过滤后即可获得成品锭子油。残留油用20%的白土分两次处理，接触温度 $80^{\circ}\sim 90^{\circ}\text{C}$ ，接触时间20分钟，沉淀4小时。过滤后即得成品柴油、机油。

三、生产流程

图6是润滑油的生产流程。

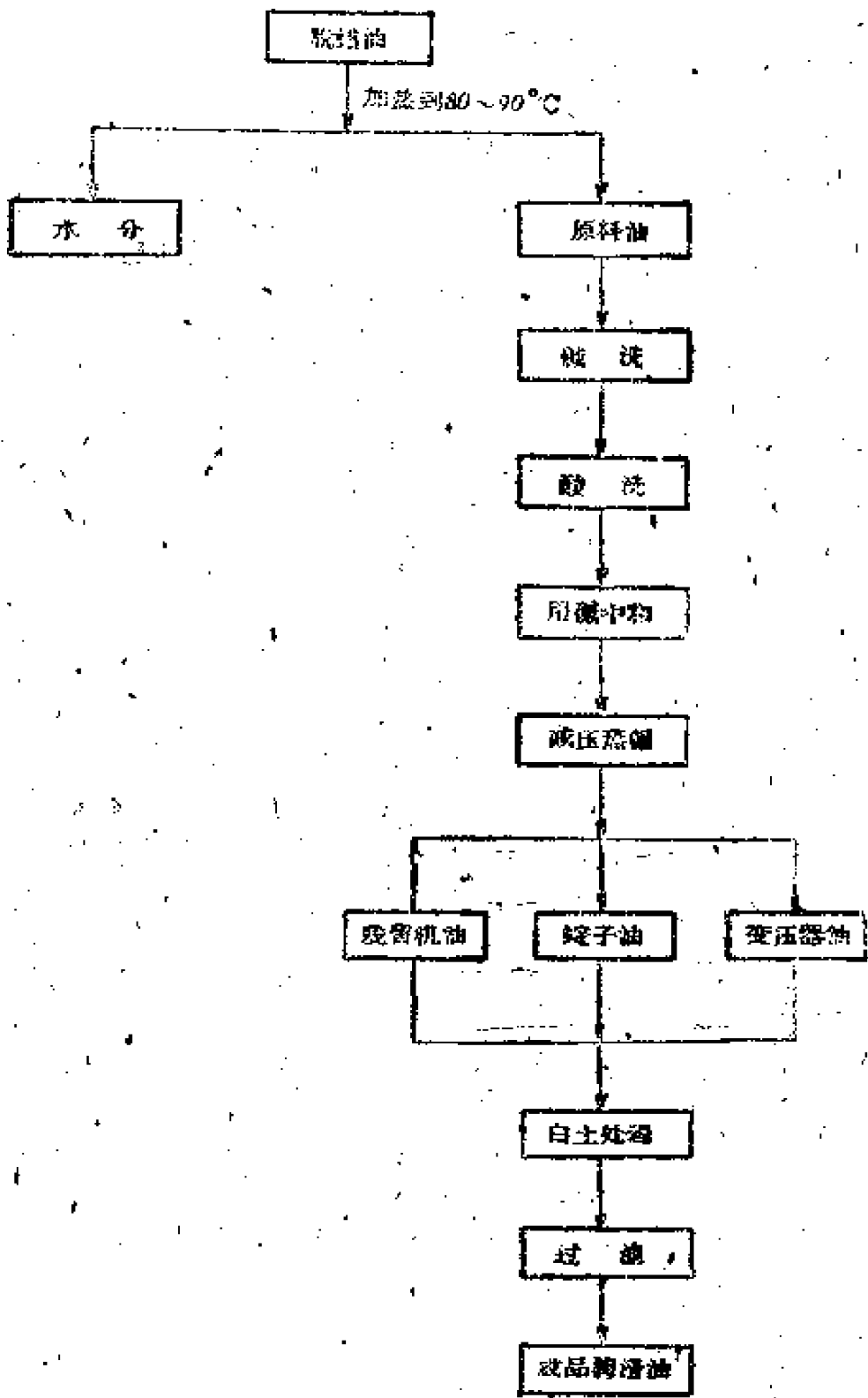


图 6 润滑油的生产流程

变压器油和錠子油的产品分析

表 1

| 项 目 | 变压器油 | 錠子油 |
|----------|--------|--------|
| 外 状 | 黄紅色透明 | 紅色透明 |
| D20/4 | 0.959 | 0.95 |
| 恩氏粘度50°C | 1.35 E | 1.88°C |
| 倾点开口式 | 152°C | 165°C |
| 腐蝕試驗(銅片) | 合 格 | 合 格 |
| 水溶性酸鹼 | 无 | 无 |
| 水 分 | 无 | 无 |
| 透明度 5°C | 透 明 | 透 明 |
| 灰 分 | | 0.0018 |

四、产品性質

表 1 是变压器油和錠子油的产品性質。

第四章 土法試制潤滑油与石蜡

我厂在生产汽油、煤油、輕柴油和重柴油的同时，还生产一部分殘留油。除輕油暢銷外，而重質油因用途不甚广而堆积的暈越来越多。但我厂坚决响应党的反右傾、鼓干劲、厉行增产節約的战斗号召，在党委的正确领导下，积极发动群众，坚持人人政治挂帅，发挥了敢想敢干的精神，大鬧技术革命，终于在 3 天之內把重柴油和殘留油制造成工业上不可缺少的原料——石蜡和各种潤滑油等。茲将几种制造方法簡略介紹于下：

一、土法脫蜡

1. 設備：

- 1) 陶缸 4 个。
- 2) 木制搅拌器 2 个。
- 3) 帆布袋或土布细麻袋 2 个。
- 4) 木制压滤机 2 台。
- 5) 提筒 4 个。
- 6) 大锅一口。
- 7) 铁勺或木瓢 4 把。
- 8) 温度计一只。
- 9) 凝蜡箱 2 个。

2. 原料:

所用原料包括: 重柴油、残留油、冰块和食盐。

3. 脱蜡方法:

先将重柴油或残留油装入陶缸内, 然后把冰打成碎块倾于油中, 用搅拌器搅拌。等重油冷却到 0°C 时, 即形成浓稠状态。这时, 将冰和浓稠重油全部盛在帆布袋内, 移在木制压滤机上轻轻加压, 等到冰水和重油快要从袋内流尽时, 才加较大的压力, 使蜡和油完全分离。这样反复进行两次, 即可脱出重油中的蜡。

二、土法制蜡

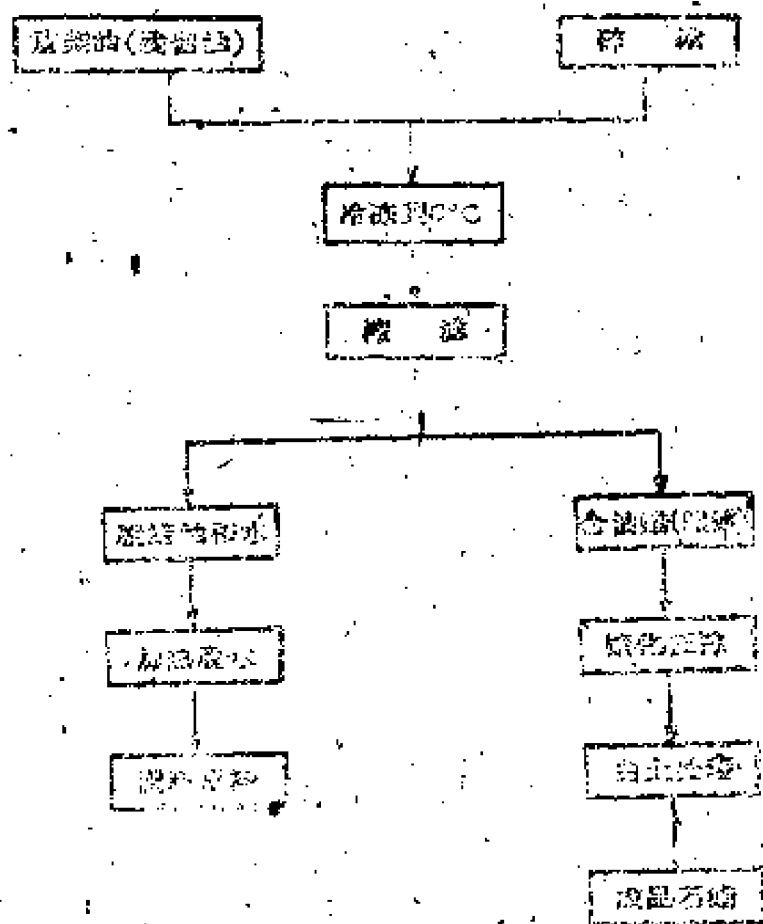
1. 制蜡的方法:

将从帆布袋内取出的粗蜡倾入缸或桶内, 放在水浴锅中加热到 80°C 左右, 然后立即由水浴锅中取出, 边冷却, 边搅拌。等蜡的温度冷却到 15°C 左右, 再倒入帆布袋, 并在压滤机上进行加压, 到蜡中所含油分渐渐减到 $2\sim 1\%$

时为止。要达到这个要求，必须遵照上面方法反复进行3~4次，才能得到比较好的纯蜡。

2. 石蜡的精制和氧化:

将粗蜡盛在铁桶内，放于水浴锅中加热。温度达到70°~80°C时，加入8%已烘干的天然白土(或活性白土)。边加白土边搅拌，接触时间20分钟，沉淀3小时。在加入白土的同时，还要用土风箱或利用喷雾器吹入空气氧化，这样就可提高石蜡质量，制出的蜡颜色白嫩而均匀。如要制成蜡砖，即将熔解的蜡液倒入木箱内，冷却后就得到



土法提煉和製蠟的生產流程

成型的蜡砖。

三、石蜡的性质和用途

石蜡是固体饱和烃的混合物，有清晰的晶体结构，如大片鳞状的结晶和带状结晶。精制石蜡可用来制作蜡烛、凡士林和润滑脂。造纸工业、纺织工业、化学工业、食品糖果工业、化妆品和医药工业都需用石蜡。

四、生产流程

图7是土法脱蜡和制蜡的生产流程。

第五章 煤焦油加工过程中酸碱渣的回收和利用

在炼制煤焦油的过程中，经过硫酸与烧碱洗涤后，附带产生酸渣和碱渣。过去对酸、碱渣很难处理，曾大量抛弃，非常可惜，我厂克服了种种困难，把回收的碱渣作过无数次研究和试验，终于找到了利用酸碱渣的简便方法，并从其中提出很多宝贵的化工原料。

一、多元酚的回收

将几次碱洗后回收的混合碱渣（烧碱含量约10%）盛在缸内；然后将量好的混合酸渣（酸渣含量约30~40%）30~40%缓慢加入约60~70%的碱渣内，边加边搅拌，直到酸化完毕呈现分层时即停止上层为黑褐色粘稠的酚液，

下层为淡黄色的硫酸钠。酸碱液处理的物料平衡如表 2 所示。

酸碱液处理的物料平衡表 表 2

| 原 料 | | 产 品 | |
|-----|-------|------|-------|
| 名 称 | % | 名 称 | % |
| 碱 渣 | 60~70 | 酚 液 | 30~35 |
| 酸 渣 | 30~40 | 硫酸钠液 | 65~70 |
| 合 计 | 100 | 合 计 | 100 |

酸化后沉淀6~8小时或更长的时间之后，放出下层硫酸钠溶液，盛在瓦缸内或池内冷却结晶。将母液放出后，结晶硫酸钠的回收量还可增加，如欲获得较纯的硫酸钠结晶，可过滤一次或两次，使母液呈显透明。冷却后就可获得质量较好的晶体硫酸钠产品。

将所得酚液装入减压蒸馏锅内，缓慢加热蒸馏，温度升到100°~110°C左右时，水分和中性油等馏分（其中尚含有部分多元酚可拼入下次蒸馏，但须先除去水分）先馏出，当温度升到178°C时才正式馏出多元酚馏分。178°~230°C为低级酚；230°~300°C则为高级酚。温度到达300°C以上时就停止蒸馏，锅内残余物就是酸性沥青。等锅温降到150°C左右时，打开放渣阀门趁热将沥青放出，储存销售。

表 3 是酚液蒸馏后的物料平衡。

酚液蒸餾后物料平衡表

表 3

| 原 料 | | 产 品 | |
|-----|-----|--------|-----|
| 名 称 | % | 名 称 | % |
| 酚 液 | 100 | 水分及中性油 | 20 |
| | | 低 級 酚 | 40 |
| | | 高 級 酚 | 20 |
| | | 酸性瀝青 | 20 |
| 合 計 | | 合 計 | 100 |

二、多元酚的精制及精餾

从碱渣中餾出的粗酚內，尚含有：中性油，含硫氮化合物及胶質、雜質等。必須將粗酚加以精制及精餾，才能獲得較純的多元酚或单体酚。

从粗酚中可制取苯酚、3种异构的甲酚及二甲酚餾分。最初在常压下脫水，然后在减压下蒸餾。分餾的餾程如下：

1. 178°C 以下为水分，中性油及一部分酚与甲酚。分层后，水中所含的酚-甲酚2~2.5%可加入酚鈉液中。

2. $178^{\circ}\sim 187^{\circ}\text{C}$ 为苯酚混合物。再次蒸餾后可得到結晶酚；結晶体再精餾可得到純酚。

3. $187^{\circ}\sim 198^{\circ}\text{C}$ 为隣甲酚餾分。其中尚含有3种甲酚及少量酚的混合物。

4. $198^{\circ}\sim 205^{\circ}\text{C}$ 为間甲酚餾分，内含3种甲酚。这种餾分是高級电木的原料。

5. $205^{\circ}\sim 230^{\circ}\text{C}$ 为二甲酚餾分。

6. 釜中残留物中还含酚80%左右，其余胶质要放出，与粗酚一起再蒸馏一次。这样，含酚量可降到25~65%，可用来制造石炭酸。

表14是多元酚精馏的物料平衡表。

多元酚精馏的物料平衡表

表 4

| 原 料 | | 产 品 | |
|-----|-----|-----|-----|
| 名 称 | % | 名 称 | % |
| 多元酚 | 100 | 水分 | 10 |
| | | 一甲酚 | 10 |
| | | 酚 | 20 |
| | | 二甲酚 | 30 |
| | | 三甲酚 | 25 |
| | | 二釜 | 5 |
| 合 计 | | | 100 |

第六章 高級酚轉化为低級酚

一、催化裂化法

采用天然白土（不能使用高活性的催化剂）进行循环裂化，可将280~300°C的高級酚轉化为-230°C的低級酚。含量可达50%以上。

二、多元酚的性質及其用途

酚是芳香族化合物，苯环中的一个氢为羟根所取代。酚有毒性，能引起烧伤。低級酚是合成纖維工业、合成酚醛树脂工业的主要原料，它也是医藥工业和化粧品工业的好原料。高級酚除可做合成染料和假漆外，还可做有色金

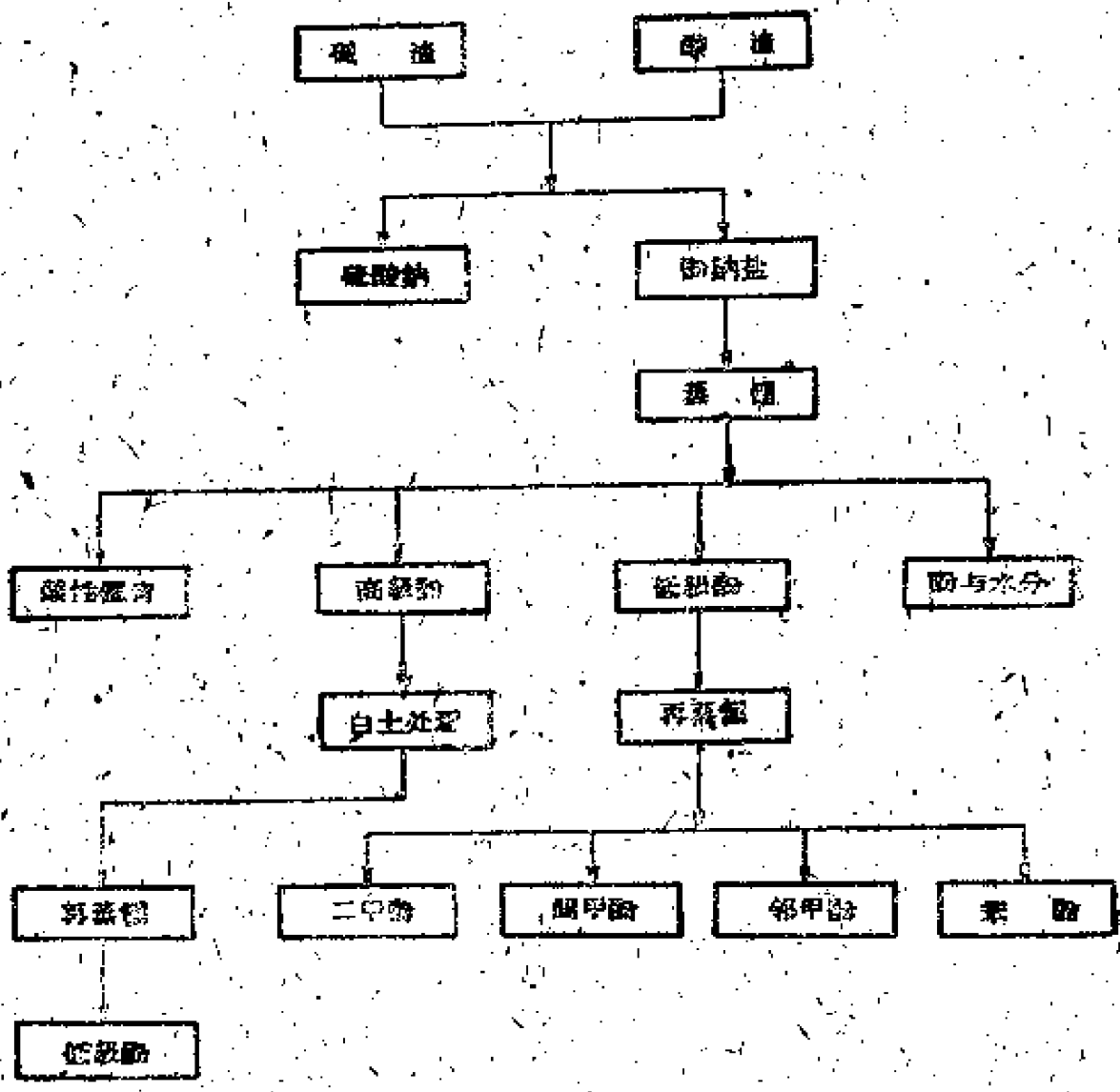


图 8 多元磷酸的生产流程

場矿石的浮选剂与防腐剂及杀虫剂等。

三、产品的性質

产品的性質如表 5 所示。

低級酚和高級酚的产品分析

表 5

| 品 名 | 比 重 | 酚 含 量 | 水 分 | 有机物杂质 |
|-----|-------|-------|------|-------|
| 低級酚 | 1.040 | 84% | 1.9% | 7% |
| 高級酚 | 1.050 | 85% | 1% | 8% |

四、生产流程

图 8 是多元酚的生产流程。

图 9 是酸碱处理的设备系統。在图中，洗滌缸用泡砂石砌成。其他各种池子是用我矿焦厂用过的砖头加石灰砌成，表面抹水泥。蒸餾鍋用生鉄鑄造。冷却器盘管和架空管綫都是 3/4" 白鉄管；地面管綫用木槽代替。

吳

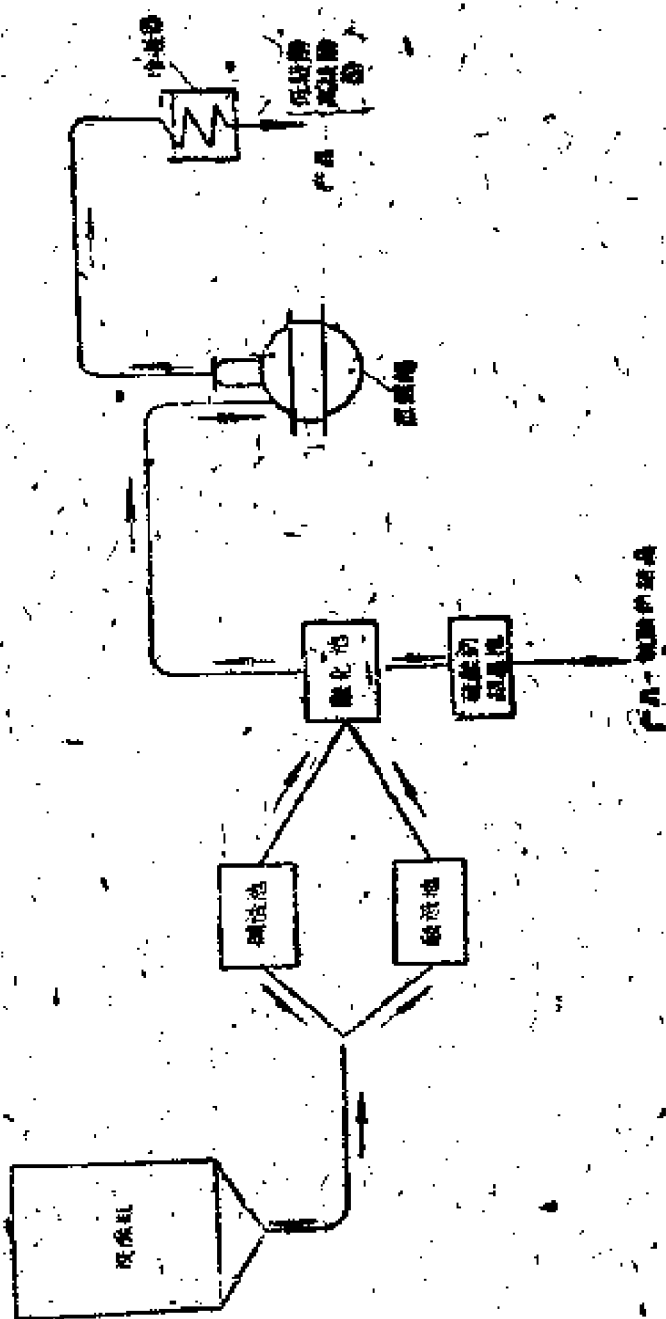


图 9 曝氣处理的设备系统

