

超声萃取中低温煤焦油轻质油中酚类化合物研究

高平强¹, 乔再立², 张 岩¹, 卢翠英¹

(1. 榆林学院 化学与化工学院, 陕西 榆林 719000; 2. 榆林市质量技术监督局, 陕西 榆林 719000)

摘 要:针对陕北榆林地区中低温煤焦油利用率低、环境污染严重等问题,以陕北榆林地区中低温煤焦油轻质油为原料,丙三醇水溶液为萃取剂,采用超声萃取法萃取中低温煤焦油轻质油中的酚类化合物,考察丙三醇添加量、丙三醇水溶液质量分数、超声温度等工艺条件对酚类化合物萃取率的影响。结果表明,丙三醇添加量对萃取结果影响最大,其次是丙三醇水溶液质量分数,超声温度对萃取结果的影响较小。最佳萃取条件为:丙三醇与轻质油质量比 3.5 : 1,丙三醇水溶液质量分数 25%,萃取温度 55 ℃,超声频率 25 kHz,酚类化合物萃取率高达 93.9%。

关键词:超声萃取;丙三醇;酚类化合物;中低温煤焦油

中图分类号:TQ52

文献标志码:A

文章编号:1006-6772(2016)02-0054-05

Ultrasonic extraction of phenolic compounds from light oil of medium and low temperature coal tar

GAO Pingqiang¹, QIAO Zaili², ZHANG Yan¹, LU Cuiying¹

(1. School of Chemistry and Chemical Engineering, Yulin University, Yulin 719000, China;

2. Yulin Bureau of Quality and Technical Supervision, Yulin 719000, China)

Abstract: In order to improve utilization rate of medium and low temperature coal tar and reduce environmental pollution, phenolic compounds extraction experiments were conducted. The light oil in medium and low temperature coal tar was adopted as raw material which were extracted by ultrasonic extraction technique, glycerin solution was selected as extractant. The operation condition, such as mass ratio of glycerin to feedstock, content of glycerin solution, and temperature were studied by orthogonal test (L934) when the ultrasonic frequency was 25 kHz. Glycerin addition was the greatest impact on extraction rate, followed by the content of glycerin solution and temperature. The optional extraction conditions were that, the mass ratio of glycerin to feedstock was 3.5 : 1, the water content of glycerin solution was 25%, the temperature was 55 ℃, the ultrasonic frequency was 25 kHz. Under the optional conditions, the extraction rate was 93.9%.

Key words: ultrasonic extraction technique; glycerin solution; phenolic compounds; medium and low temperature coal tar

0 引 言

陕北榆林地区煤炭资源丰富,目前已探明储量约 1 460 亿 t,占全国探明储量的 15%。该地区的煤种主要有侏罗纪煤田、石炭二叠纪煤田及三叠纪煤田。其中侏罗纪煤储量最大,煤质具有低灰、低硫、低磷、高发热量等特点,是优质低温干馏、工业气化、液化和动力用煤。2014 年榆林市煤炭销售达 3.87 亿 t,同比增长 17.18%。其中,兰炭产业已成为陕

北地区最大的煤化工产业,也是地方经济的重要支柱^[1-5]。中低温煤焦油是煤经低温干馏(兰炭产业)生产半焦和煤气过程中重要的副产品,其组成极为复杂,主要由长链烷烃、烯烃、多烷基芳烃、酚类化合物组成,其中酚类含量高达 20% ~ 30%^[6]。酚类化合物不仅是众多化工产品的原料,也是农药、颜料、抗氧化剂和香料等产品的中间体。目前,陕北榆林地区中低温煤焦油利用率和附加值均较低,对环境造成较大污染,因此开展针对焦油中酚类化合物分

收稿日期:2015-07-23;责任编辑:白娅娜 DOI:10.13226/j.issn.1006-6772.2016.02.012

基金项目:国家质量监督检验检疫总局科技计划资助项目(2014QK132)

作者简介:高平强(1982—),男,陕西榆林人,讲师,博士,从事煤焦油深加工的研究工作。E-mail:gpqzy2013@sina.com

引用格式:高平强,乔再立,张 岩,等.超声萃取中低温煤焦油轻质油中酚类化合物研究[J].洁净煤技术,2016,22(2):54-58,63.

GAO Pingqiang, QIAO Zaili, ZHANG Yan, et al. Ultrasonic extraction of phenolic compounds from light oil of medium and low temperature coal tar [J]. Clean Coal Technology, 2016, 22(2): 54-58, 63.

离与利用研究,不仅能够提高煤的清洁转化利用效率,而且对促进地方经济具有重要意义^[7-8]。国内外研究人员主要采用化学方法和溶剂萃取法分离萃取煤焦油中酚类化合物^[9-10]。其中,化学法以成熟的碱洗法为主^[11-12],但该方法存在脱酚率低、酸碱用量大、洗涤次数多、生产成本低、产率低、产渣不易处理及环境污染严重等缺点;而另一种常用的萃取方法是溶剂萃取法,主要以甲醇水溶液、乙酰胺水溶液、尿素水溶液和硫酸水溶液作为溶剂来萃取酚类化合物,同样存在溶剂对酚类化合物的选择性较差,导致分离效果不理想等问题^[13-14]。超声波萃取技术作为一种有效的萃取方法,因其简单、方便、快速和安全等优点而得到广泛应用^[15-18]。运用超声波多次效应,如机械振动、乳化、扩散、击碎、化学效应等,有利于溶剂与煤焦油的充分混合,加速目标成分进入溶剂,促进萃取过程,提高萃取效率。因此,本研究探索性地将超声萃取方法应用于萃取中低温煤焦油中酚类化合物,以提高酚类化合物的萃取效率。课题组前期研究以中低温煤焦油为原料,在间歇式高压反应釜中以甲醇为溶剂,在反应温度 200 ℃,压力 8.0 MPa 条件下,对中低温煤焦油进行轻质化处理得到轻质油。结果表明,中低温煤焦油中酚类化合物在轻质油中含量很高,且轻质油中无沥青质,为酚类化合物的萃取提供了便利条件。因此,研究采用实验室自制中低温煤焦油轻质油为萃取酚类化合物原料。由于丙三醇具有绿色环保、易于回收及沸点明显高于中低温煤焦油轻质油中大部分酚类化合物等优点,因此实验选用丙三醇为萃取酚类化合物的萃取剂。通过超声萃取法萃取陕北中低温煤焦油轻质油中酚类化合物,考察丙三醇添加量、丙三醇水溶液质量分数、超声温度等工艺条件对酚类化合物萃取率的影响,以期得到最佳酚类化合物萃取工艺条件。

1 实验部分

1.1 实验仪器设备、试剂和原料

实验仪器设备及试剂:上海新仪 UWave-1000 微波·紫外·超声波三位一体合成萃取反应仪,日本岛津公司生产的 2010 型 GC/MS。所用试剂丙三醇为市售分析纯试剂。

实验原料:以陕西天元化工有限公司生产的中低温煤焦油经超临界萃取的轻质化油为原料进行酚类化合物的萃取。为了提高酚类化合物的分离程

度,采用气相色谱-质谱 GC/MS 对超临界萃取得到的轻质油进行定性定量分析。

实验条件:CBP-m25-025 型毛细管柱(长 25 m,内径 0.25 mm,膜厚 0.5 μm);氦气为载气,流速 0.85 mL/min;分流比 100:1;进样口温度 300 ℃;EI 源,离子化电压 70 eV,离子源温度 200 ℃;质量扫描范围 40~350 amu。升温程序为:初始温度为 80 ℃,以 10 ℃/min 升温速率升至 180 ℃(1 min),5 ℃/min 升至 228 ℃(1 min),10 ℃/min 升至 238 ℃(5 min)。采用峰面积归一法计算各组分的质量分数。

1.2 酚类化合物的萃取

称取 10 g 中低温煤焦油轻质油和一定质量的丙三醇水溶液于三口平底烧瓶中,将烧瓶置于微波·紫外·超声波三位一体合成萃取反应仪上,设定加热温度为 40、45、55、60 ℃,超声频率 25 kHz,超声萃取 30 min。达到设定的混合时间后,将烧瓶中的料液倒入分液漏斗中,静置。待脱酚油和丙三醇溶液分层后,缓慢放出丙三醇层,分别称取脱酚油和丙三醇水溶液(包含萃取的酚类化合物)的质量。然后在脱酚油中加入一定量 20% 的 NaOH 溶液,搅拌 10 min,使馏分油与 NaOH 充分反应,静置分层后,直至加入 NaOH 后油层体积不再变化为止,记录 NaOH 总加入量,检测脱酚油中剩余酚类化合物的含量,最后由原料油中酚类化合物含量减去脱酚油中酚类化合物含量得到丙三醇水溶液的酚类化合物的萃取率。

1.3 丙三醇水溶液体系中酚类化合物的分离

称取 10 g 丙三醇水溶液(包含萃取的酚类化合物)于 200 mL 烧杯中,加入一定量 1.2 mol/L 的 BaCl₂ 溶液,搅拌 1 h,调节体系 pH 值为 10~11,此时有沉淀生成,待沉淀完全后,抽滤,再以适量的苯洗涤沉淀若干次以除去有机杂质,采用 10%~15% 的盐酸溶解,上层酚油用二氯甲烷萃取,最后蒸出二氯甲烷得到粗酚。粗酚中酚类化合物定性定量分析见表 1。

2 结果与讨论

2.1 原料 GC/MS 分析

中低温煤焦油轻质油总离子流如图 1 所示,中低温煤焦油轻质油组分分析见表 2。

由表 2 可知,低温煤焦油轻质油中共检出 22 种化合物,其中酚类化合物 10 种,总含量占 83.62%;

表1 粗酚中酚类化合物定性定量分析

Table 1 Qualitative and quantitative analysis of phenolic compounds extracted from the coal tar

组分	相对分子质量	分子式	质量分数/%
苯酚	94	C ₆ H ₆ O	15.32
2-甲酚	108	C ₇ H ₈ O	10.43
4-甲酚	108	C ₇ H ₈ O	23.18
2,3-二甲基苯酚	122	C ₈ H ₁₀ O	0.67
2-乙基苯酚	122	C ₈ H ₁₀ O	2.21
2,6-二甲基苯酚	122	C ₈ H ₁₀ O	8.12
4-乙基苯酚	122	C ₈ H ₁₀ O	5.63
2,5-二甲基苯酚	122	C ₈ H ₁₀ O	5.74
2,4-二甲基苯酚	122	C ₈ H ₁₀ O	2.46
1,2-二氢,2-萘酚	188	C ₁₂ H ₁₂ O ₂	2.79

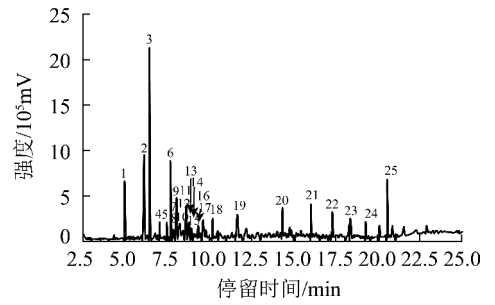


图1 中低温煤焦油轻质油总离子流

Fig. 1 Total ion current of the light weight fractions of the coal tar. 烷烃类化合物 7 种, 占 12.82%; 以及少量的烯烃类、酯类、萘类及二氢茚。说明中低温煤焦油轻质油中富集大量酚类化合物, 将其作为原料油研究萃取酚类化合物具有重要的实际意义, 因此, 本文以中低温煤焦油轻质油作为原料油萃取酚类化合物。

表2 中低温煤焦油轻质油组分分析

Table 2 Analysis of the light weight fractions of coal tar

组分	相对保留时间/min	相对分子质量	分子式	质量分数/%	酚类含量/%
苯酚	4.943	94	C ₆ H ₆ O	17.53	17.53
二氢茚	5.972	118	C ₉ H ₁₀	0.82	—
2-甲酚	6.119	108	C ₇ H ₈ O	13.10	13.10
4-甲酚	6.474	108	C ₇ H ₈ O	25.72	25.72
1-苯-1-丁烯	6.842	132	C ₁₀ H ₁₂	1.02	—
正十一烷	7.027	156	C ₁₁ H ₂₄	1.13	—
2,3-二甲基苯酚	7.182	122	C ₈ H ₁₀ O	1.65	1.65
2-乙基苯酚	7.708	122	C ₈ H ₁₀ O	1.63	1.63
2,6-二甲基苯酚	7.998	122	C ₈ H ₁₀ O	7.41	7.41
2,6-二甲基苯酚	8.048	122	C ₈ H ₁₀ O	3.55	3.55
4-乙基苯酚	8.408	122	C ₈ H ₁₀ O	2.53	2.53
4-乙基苯酚	8.456	122	C ₈ H ₁₀ O	2.73	2.73
2,5-二甲基苯酚	8.513	122	C ₈ H ₁₀ O	2.95	2.95
2,4-二甲基苯酚	9.175	122	C ₈ H ₁₀ O	1.75	1.75
1,2-二氢,2-萘酚	9.241	188	C ₁₂ H ₁₂ O ₂	3.07	3.07
正十二烷	9.515	170	C ₁₂ H ₂₆	2.87	—
1-甲基萘	12.831	142	C ₁₁ H ₁₀	1.72	—
正十三烷	12.894	184	C ₁₃ H ₂₈	2.70	—
正十四烷	15.31	198	C ₁₄ H ₃₀	2.21	—
正十五烷	17.185	212	C ₁₅ H ₃₂	1.85	—
正十六烷	18.754	226	C ₁₆ H ₃₄	1.25	—
正十七烷	20.133	240	C ₁₇ H ₃₆	0.81	—

2.2 单因素实验

2.2.1 丙三醇添加量对萃取率的影响

将 10 g 原料油加入 20% 的丙三醇水溶液体系中, 加热温度 50 ℃, 超声频率 25 kHz, 萃取时间 30 min 的条件下, 考察丙三醇添加量对萃取率的影响, 结果如图 2 所示。

丙三醇水溶液与原料的质量比为 1:1、1:2、1:2.5、1:3、1:4、1:5。

由图 2 可知, 随着丙三醇添加量的增加, 酚类化合物的萃取率随之增加。质量比为 3:1 时, 萃取率达到最大值, 继续增加丙三醇水溶液, 酚类化合物的

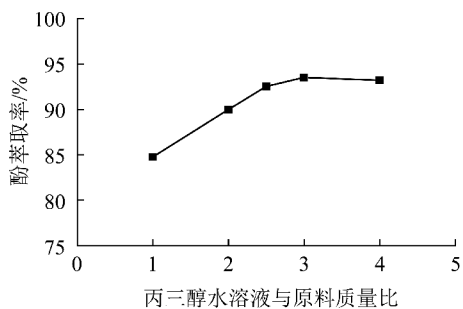


图2 丙三醇添加量对酚类化合物萃取率的影响
Fig. 2 Effect of glycerin ratio on extraction rate of phenolic compound

萃取率开始下降,主要原因在于,温度一定时,随着丙三醇水溶液的增加,分配系数呈现先增加后减小的趋势,酚类化合物萃取率随之发生变化。丙三醇水溶液量较少时,有利于萃取过程进行,使得酚类化合物萃取率增加。但过量的丙三醇水溶液会降低分配参数,使萃取达到饱和,无法从原料中萃取更多的酚类化合物。可见,适当添加丙三醇水溶液有利于提高酚类化合物的萃取率。丙三醇水溶液与原料油质量比为3:1时,酚类化合物萃取率为93.5%。

2.2.2 丙三醇水溶液质量分数对萃取率的影响

将10 g 原料油加入质量分数为20%的丙三醇水溶液体系中,丙三醇水溶液与原料油质量比为3:1,加热温度50℃,超声频率25 kHz,萃取时间30 min的条件下,考察丙三醇水溶液质量分数对萃取率的影响,结果如图3所示。

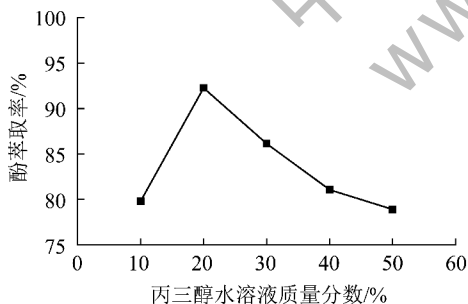


图3 丙三醇水溶液质量分数对酚类化合物萃取率的影响
Fig. 3 Effect of glycerin solution content on extraction rate of phenolic compound

由图3可知,丙三醇水溶液质量分数为10%时,酚类化合物萃取率随溶液浓度的增大而明显增加,当丙三醇水溶液质量分数为20%时,萃取率达到最大。丙三醇水溶液质量分数继续增大时,酚类化合物的萃取率呈下降趋势。原因可能是丙三醇水溶液质量分数较低时,可降低丙三醇的黏度,使其与原料油混合更加充分,所以萃取率较高。当丙三醇

水溶液质量分数较大时,丙三醇黏度增加,不利于与原料油充分混合,导致萃取效果下降,酚类化合物萃取率下降。丙三醇水溶液质量分数为20%时,酚类化合物萃取率为92.3%。

2.2.3 温度对萃取率的影响

丙三醇水溶液与原料油质量比为3:1,将10 g 原料油加入质量分数为20%的丙三醇水溶液体系中,超声频率25 kHz,萃取时间30 min的条件下,考察温度对酚类化合物萃取率的影响,结果如图4所示。

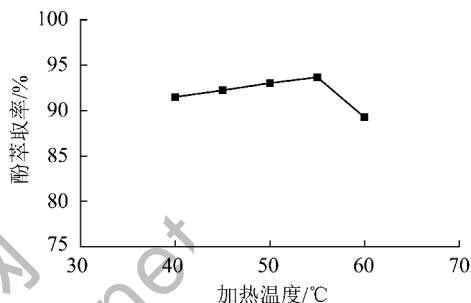


图4 加热温度对酚类化合物萃取率的影响
Fig. 4 Effect of the temperature on extraction rate of phenolic compound

由图4可知,加热温度为40℃时,酚类化合物的萃取率随温度的升高而明显增加,温度55℃时,萃取率达到最大,继续升高温度,萃取率呈下降趋势。主要原因是萃取过程中,温度不仅影响萃取物与溶剂的平衡和分配比例,还对萃取剂和萃取物间的结合方式产生影响^[19]。在一定温度范围内,随着温度的升高,溶剂与萃取物的分配比例得以增大,有利于萃取过程的进行;加热温度过高时,轻质化组分中沸点较低的酚类化合物易挥发而产生损失,导致萃取率降低。当加热温度为55℃时,酚类化合物萃取率为93.7%。

2.3 正交实验

经单因素实验结果可知,丙三醇添加量(A)、丙三醇水溶液质量分数(B)、温度(C)3个反应因素影响酚类化合物的萃取率。在超声频率25 kHz的条件下,选用 L_93^4 三因素三水平正交设计,重复试验4次的方法确定原料油中酚类化合物的最优萃取条件。试验因素及水平见表3,正交试验结果见表4。

由表3可知,丙三醇水溶液添加量对萃取结果影响最大,其次是丙三醇水溶液质量分数,超声温度对萃取结果的影响较小,最佳萃取条件为:丙三醇水溶液与原料油质量比3.5:1,丙三醇质量分数

25%, 超声温度 55 ℃。根据正交实验得到的最优化萃取条件进行萃取实验, 得到酚类化合物的萃取率高达 93.9%。

表3 试验因素及水平

Table 3 Experimental factors and levels

水平	A	B	C
	丙三醇水溶液添加量 (丙三醇与原料油质量比)	丙三醇水溶液 质量分数/%	超声温 度/℃
1	2.5 : 1	15	50
2	3 : 1	20	55
3	3.5 : 1	25	60

表4 正交试验结果

Table 4 Orthogonal experiment results

编号	A	B	C	空白列 D	萃取 率/%
1	1	1	1	1	90.9
2	1	2	2	2	91.9
3	1	3	3	3	93.6
4	2	1	2	3	92.5
5	2	2	3	1	90.3
6	2	3	1	2	92.1
7	3	1	3	2	93.5
8	3	2	1	3	92.5
9	3	3	2	1	93.4
均值1	92.133	92.300	91.833	91.533	
均值2	91.633	91.567	92.600	92.500	
均值3	93.133	93.033	92.467	92.867	
极差	1.500	1.466	0.767		
最优水平	A ₃	B ₃	C ₂		

3 结 论

1) 中低温煤焦油中的酚类化合物主要集中在轻质油中。以中低温煤焦油轻质油为原料油, 丙三醇水溶液为萃取剂, 通过超声萃取法萃取酚类化合物的方法绿色环保、切实可行。

2) 超声萃取法对中低温煤焦油轻质油中酚类化合物优化萃取条件为: 丙三醇水溶液与原料油质量比 3.5 : 1, 丙三醇水溶液质量分数 25%, 加热温度 55 ℃, 超声频率 25 kHz, 酚类化合物萃取率可达 93.9%。

参考文献:

[1] 吕京鹏, 曹祖宾, 李建华, 等. 中低温煤焦油馏分油的酚抽提精

制工艺研究[J]. 煤化工, 2007(1): 55-57.

Lyu Jingpeng, Cao Zubin, Li Jianhua, et al. Phenol extraction from fraction of medium and low temperature coal tar and phenol refining[J]. Coal Chemical Industry, 2007(1): 55-57.

[2] Gerald P K. Protest greets EPA 515 ppm sulfur rule for diesel oil [J]. Chemical Engineering, 2001, 108(1): 44-46.

[3] 贾永忠, 贾 丽. 煤焦油中酚的提取利用[J]. 当代化工, 2008, 37(2): 194-196.

Jia Yongzhong, Jia Li. The hydroxybenzene using and pick-up in coal tar [J]. Contemporary Chemical Industry, 2008, 37(2): 194-196.

[4] 水恒福, 张德祥, 张超群. 煤焦油分离与精制[M]. 北京: 化学工业出版社, 2007: 461-463.

Shui Hengfu, Zhang Dengxiang, Zhang Chaoqun. Separation and purification of coal tar [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2007: 461-463.

[5] 伍 林, 魏贤勇, 陈清如, 等. 煤焦油的溶剂萃取及其分离系统[J]. 煤炭转化, 2001, 24(2): 17-21.

Wu Lin, Wei Xianyong, Chen Qingru, et al. Solvents extraction separation system of coal tar [J]. Coal Conversion, 2001, 24(2): 17-21.

[6] 刘 利, 谢 懿. 煤焦油提酚工艺技术分析与应用[J]. 煤化工, 2014(2): 57-60.

Liu Li, Xie Yidao. Discussion on the technology of extracting phenolic compounds from coal tar [J]. Coal Chemical Industry, 2014(2): 57-60.

[7] 么秋香, 郑化安, 张生军, 等. 煤焦油加氢技术工业化现状[J]. 广州化工, 2015, 43(23): 12-14.

Yao Qiuxiang, Zheng Huaan, Zhang Shengjun, et al. Hydrogenation process of coal tar and its industrial application [J]. Guangzhou Chemical Industry, 2015, 43(23): 12-14.

[8] 任洪凯, 邓文安, 李 传, 等. 中/低温煤焦油酚类化合物的组成研究[J]. 煤炭转化, 2013, 36(2): 67-70.

Ren Hongkai, Deng Wen'an, Li Chuan, et al. Study on the composition of phenolic compounds in middle/low temperature coal tar [J]. Coal Conversion, 2013, 36(2): 67-70.

[9] 王汝成, 孙 鸣, 刘巧霞, 等. 陕北中低温煤焦油中酚类化合物的抽提研究[J]. 煤炭转化, 2011, 34(1): 34-38.

Wang Rucheng, Sun Ming, Liu Qiaoxia, et al. Study on extraction of phenols in low temperature coal tar from Shanbei [J]. Coal Conversion, 2011, 34(1): 34-38.

[10] 王利波, 翟志刚. 浅析煤焦油中酚的加工及应用[J]. 科技展望, 2014(5): 7-8.

Wang Libo, Zhai Zhigang. Analysis of the processing and application of phenol in coal tar [J]. Prospect of Science and Technology, 2014(5): 7-8.

[11] 孙会青. 中低温煤焦油脱水及酚类物提取的研究[D]. 北京: 煤炭科学研究总院北京煤化工研究分院, 2009: 15-17.

Sun Huiqing. Study on low temperature coal tar dehydration and extraction of phenolic compounds [D]. Beijing: China Coal Research Institute Beijing Research Institute of Coal Chemistry, 2009: 15-17.

(下转第 63 页)

- [6] 张 勋,蔡会武,杨正虎,等.新疆煤制备油水煤浆[J].煤炭转化,2012,35(4):41-43.
Zhang Xun, Cai Huiwu, Yang Zhenghu, *et al.* Study on the preparation of oil-coal slurry with Xinjiang coal [J]. Coal Conversion, 2012, 35(4): 41-43.
- [7] 李 艺,薛云鹏,朱伟平,等.煤浆性能及其稳定性影响因素研究述评[J].化学工业,2009,27(5):25-28.
Li Yi, Xue Yunpeng, Zhu Weiping, *et al.* A review of the influencing factors for the property and stability of coal slurry [J]. Chemical Industry, 2009, 27(5): 25-28.
- [8] 李伟东,李 明,李伟锋,等.污泥对水煤浆静态稳定性的影响研究[J].环境工程,2008,26(S1):267-271.
Li Weidong, Li Ming, Li Weifeng, *et al.* The effect of sewage sludge on the static stability of coal-water slurries [J]. Environmental Engineering, 2008, 26(S1): 267-271.
- [9] 尉迟唯,李保庆,李 文,等.煤质因素对水煤浆性质影响[J].燃料化学学报,2007,35(2):146-154.
Wei Chiwei, Li Baoqing, Li Wen, *et al.* Analysis of coal characteristics on the properties of coal water slurry preparation with different coal ranks [J]. Journal of Fuel Chemistry and Technology, 2007, 35(2): 146-154.
- [10] 王永刚,郝丽芳,熊楚安,等.常压低温条件下油煤浆粘度变化的研究[J].燃料化学学报,2007,35(5):513-517.
Wang Yonggang, Hao Lifang, Xiong Chu'an, *et al.* Apparent viscosity changes of oil-coal slurry during heating at atmosphere [J]. Journal of Fuel Chemistry and Technology, 2007, 35(5): 513-517.
- [11] 刘明华.水煤浆添加剂的制备及应用[M].北京:化学工业出版社,2006:12.
Liu Minghua. Preparation and application of coal-water slurry additives [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2006: 12.
- [12] 韩文煜,常鸿雁,张德祥,等.油煤浆粘温特性的初步研究[J].煤炭转化,2003,26(4):51-54.
Han Wenyu, Chang Hongyan, Zhang Dexiang, *et al.* Principium research on temperature properties of oil-coal slurry direct liquefaction [J]. Coal Conversion, 2003, 26(4): 51-54.
- [13] Mishra S K, Senapati P K, Panda D. Rheological behavior of coal-water slurry [J]. Energy Sources, 2002, 24(2): 159-167.
- [14] 郝临山.水煤浆制备与应用技术[M].北京:煤炭工业出版社,2003.
Hao Linshan. Coal-water slurry preparation and application technology [M]. Beijing: Coal Industry Publishing House, 2003.
- [15] Dincer H, Boylu F, Sirkeci A A, *et al.* The effect of chemicals on the viscosity and stability of coal water slurries [J]. International Journal of Mineral Processing, 2003, 70(1): 41-51.
- [16] 朱 红,赵 伟,闫学海,等.油水煤浆三元混合体系的制备及特征研究[J].中国矿业大学学报,2002,31(6):579-582.
Zhu Hong, Zhao Wei, Yan Xuehai, *et al.* Preparation and properties of triplex mixture system of oil-water-coal [J]. Journal of China University of Mining and Technology, 2002, 31(6): 579-582.
- [17] 陈业泉,朱 红,孙正贵,等.油基水煤浆的流变性质研究[J].中国矿业大学学报,2001,30(6):608-612.
Chen Yequan, Zhu Hong, Sun Zhenggui, *et al.* Study on rheological properties of oil-based water coal slurry [J]. Journal of China University of Mining and Technology, 2001, 30(6): 608-612.
- [18] 张荣曾.水煤浆制浆技术[M].北京:科学技术出版社,1996.
Zhang Rongzeng. Coal-water slurry pulping technology [M]. Beijing: Science and Technology Press, 1996.
- ~~~~~
- (上接第 58 页)
- [12] 赵 鹏,李文博,梁江朋,等.低阶煤提质技术现状及发展建议[J].洁净煤技术,2015,21(1):37-40.
Zhao Peng, Li Wenbo, Liang Jiangpeng, *et al.* Status and development suggestion of low rank coal upgrading technologies [J]. Clean Coal Technology, 2015, 21(1): 37-40.
- [13] 葛宜掌,金 红.沉淀法回收煤焦油和含酚废水中酚类的研究[J].煤炭学报,1995,20(5):545-549.
Ge Yizhang, Jin Hong. Recovery of phenols from coal tar and waste water by precipitation [J]. Journal of China Coal Society, 1995, 20(5): 545-549.
- [14] 瞿福真.煤焦油中酚类的抽出和利用[M].北京:石油工业出版社,1958:55-57.
Qu Fuzhen. Extraction and utilization of phenols in coal tar [M]. Beijing: Petroleum Industry Press, 1958: 55-57.
- [15] 张 斌,许莉勇.超声萃取技术研究与进展[J].浙江工业大学学报,2008,36(5):558-561.
Zhang Bin, Xu Liyong. Research and application advance of ultrasound extraction [J]. Journal of Zhejiang University of Technology, 2008, 36(5): 558-561.
- [16] 朱国辉,丘泰球,黄卓烈.超声波在萃取中的应用[J].声学技术,2001,20(4):188-190.
Zhu Guohui, Qiu Taiqiu, Huang Zhuolie. Application of ultrasound in extraction [J]. Technical Acoustics, 2001, 20(4): 188-190.
- [17] 孙 鸣,冯 光,王汝成,等.陕北中低温煤焦油的分离与GC-MS分析[J].石油化工,2011,40(6):667-672.
Sun Ming, Feng Guang, Wang Rucheng, *et al.* Separation and GC-MS analysis of Shanbei low temperature coal tar [J]. Petrochemical Technology, 2011, 40(6): 667-672.
- [18] 姚 婷,宗志敏,温 哲,等.宽矿高温煤焦油的分离及GC/MS分析[J].西安科技大学学报,2012,32(2):244-249.
Yao Ting, Zong Zhiming, Wen Zhe, *et al.* Separation and GC/MS analysis of high temperature coal tar collected from Yankuang group [J]. Journal of Xi'an University of Science and Technology, 2012, 32(2): 244-249.
- [19] Abraham M H. Scales of solute hydrogen-bonding: their construction and application to physicochemical and biochemical processes [J]. Chemical Society Reviews, 1993, 22(2): 73-83.