

Warszawa, 25 stycznia 1936 r.

URZĄD PATENTOWY



C 10 g 1/06 2

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 22469.

Kl. 12 o, 1/05.

International Hydrogenation Patents Company Limited
(Vaduz, Liechtenstein).

Sposób katalitycznego uwodorniania pod ciśnieniem stałych materiałów węglowych.

Zgłoszono 2 sierpnia 1934 r.

Udzielono 26 listopada 1935 r.

Pierwszeństwo: 29 sierpnia 1933 r. dla zastrz. 1, 4, 5 (Niemcy).

Wynalazek dotyczy katalitycznego uwodorniania pod ciśnieniem materiałów węglowych, zwłaszcza węgla, a mianowicie ulepszanego rozpraszania katalizatora w materiale wyjściowym. Proponowano przy uwodornianiu dokładne mieszanie rozdrobionego stałego materiału węglowego, np. sproszkowanego węgla, ze sproszkowanym katalizatorem albo spryskiwanie węgla wodnym roztworem lub zawiesiną katalizatora, gdyż katalizator jest naogół tem aktywniejszy, im bardziej jest rozdrobiony i im lepiej zmieszany z materiałem wyjściowym. Postępując w powyższy sposób, osiąga się jednakże dostateczne wyniki przy uwodornianiu stałych materiałów

węglowych, np. węgla, tylko przy użyciu stosunkowo dużych ilości katalizatora. Ponieważ jednakże bardzo aktywne katalizatory są zazwyczaj drogie, jest rzeczą ważną, aby je stosować w małych ilościach. Obecnie stwierdzono, iż można stosować mniejsze ilości katalizatora, niż dotychczas, lub osiąga się lepsze wyniki przy stosowaniu tych samych ilości, co dotychczas, jeśli rozproszenie katalizatora w materiale wyjściowym, poddawany uwodornianiu, uskutecznia się w obecności takiej ilości wody, iż można przy jej pomocy wytworzyć jednorodną pastę z węgla, i następnie usuwa się wodę przed uwodornianiem.

W ten sposób można uzyskać dobre wyniki ze stosunkowo małymi ilościami katalizatora, np. 1% lub 0.1% albo nawet jeszcze mniejszą ilością.

Jako materiały wyjściowe, używane w myśl niniejszego wynalazku, można wymienić: węgle wszelkiego rodzaju, jak węgiel brunatny, lignit, węgiel kamienny, drzewo, torf i t. d. Ponieważ wodę trzeba później usuwać, nie należy stosować zbyt wielkich ilości wody. Naogół dodaje się tyle wody, iż pasta zawiera 57 — 80% wody w stosunku do stałego materiału węglowego. Korzystnie jest stosować ciepłą wodę w celu ułatwienia rozproszenia katalizatora w materiale węglowym, przy czem stosuje się temperaturę 50°C i wyższą.

Usuwanie wody przed uwodornianiem skutecznia się przez odparowanie pod dowolnem ciśnieniem, najlepiej z dodatkiem oleju, zwłaszcza oleju ciężkiego, ewentualnie z zastosowaniem prądu gazów. Korzystnie jest pracować w taki sposób, iż do węgla dodaje się tyle oleju ciężkiego, otrzymanego w poprzednim okresie uwodorniania, w dowolnym okresie przed usunięciem wody, że po usunięciu wody pozostaje pasta węglowa o gęstości pożądanej do uwodorniania. Usunięcie wody z pasty węglowo-olejowej osiąga się np. przez ogrzewanie przy pomocy wężownicy parowej w kotle z miesadłem. Masę można również przerobić na brykiety i pozostałą wodę usunąć w stopniu pożądanym. Katalizatora dodaje się do materiału wyjściowego przed dodaniem wody lub po dodaniu jej w postaci mialkiego proszku, lecz lepiej jest dodawać go w stanie rozpuszczonym lub zawieszonym w wodzie. Zwłaszcza pracując z katalizatorem rozpuszczonym, można osiągnąć bardzo dokładne nasycenie katalizatorem materiału węglowego w całej masie. Katalizator zostaje zaadsorbowany przez cząsteczki materiału węglowego, który korzystnie stosuje się w

postaci doskonale rozdrobnionej, albo katalizator osadza się na wspomnianych cząstkach przy pomocy odpowiednich środków. Bardzo korzystnym sposobem rozpraszania katalizatora jest zetknięcie koloidalnego roztworu katalizatora z materiałem wyjściowym. Można również absorbować katalizator przez stałe cząsteczki i następnie traktować odpowiednimi odczynnikami w celu nadania katalizatorowi stanu koloidalnego. Można również stosować kilka powyższych sposobów.

Przykład. 100 kg doskonale rozdrobnionego węgla brunatnego miesza się z 32 kg wodnego roztworu, zawierającego 1100 kg kwasu siarkowego i 13,6 g molibdenianu amonu, na pastę. Powyższą pastę miele się następnie w młynku kulowym z 50 kg oleju ciężkiego i następnie ogrzewa do 140°C w naczyniu z miesadłem, ogrzewaniem wężownicą parową, dzięki czemu osiąga się całkowite usunięcie wody. Suchą pastę poddaje się następnie uwodornianiu.

W ten sposób osiąga się, iż 97% węgla, wolnego od popiołu i wilgoci, ulega przemianie. Tylko 4,2% uzyskanego oleju składa się z asfaltów.

Postępując dokładnie tak samo, jak wyżej przytoczono, lecz stosując zamiast 32 kg wodnego roztworu tylko 7 kg przy tej samej ilości kwasu siarkowego i molibdenianu amonu, osiąga się przemianę tylko 95%, a zawartość asfaltów w otrzymanych olejach wzrasta do 7,2%.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób katalitycznego uwodorniania pod ciśnieniem stałych materiałów węglowych, jak węgla, zwłaszcza węgla brunatnego, znamienny tem, że katalizator rozprasza się w materiale wyjściowym w obecności tak dużej ilości wody, iż można przy jej pomocy wytworzyć z węglem jednorodną pastę, a następnie usuwa wodę przed uwodornianiem.

2. Sposób według zastrz. 1, znamien-
ny tem, że dodaje się tyle wody, iż pasta
zawiera $57 \div 80\%$ wody w stosunku do
stałego materiału węglowego.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, zna-
mienny tem, że rozpraszanie katalizatora
w materiale wyjściowym uskutecznia się
w podwyższonej temperaturze, np. 50°C .

4. Sposób według zastrz. 1 $\div$ 3, zna-
mienny tem, że do materiału węglowego
dodaje się oleju, zwłaszcza oleju ciężkie-

go, w dowolnym okresie przed usuwaniem
wody.

5. Sposób według zastrz. 4, znamien-
ny tem, że wodę usuwa się przez ogrzewa-
nie.

International Hydrogenation
Patents Company Limited.

Zastępca: Inż. F. Winnicki,
rzecznik patentowy.