

POLSKA  
RZECZPOSPOLITA  
LUDOWA



URZĄD  
PATENTOWY  
PRL

# OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

110700

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego  
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Patent tymczasowy dodatkowy  
do patentu \_\_\_\_\_

Zgłoszono: 20.12.78 (P. 212010)

Pierwszeństwo: \_\_\_\_\_

Zgłoszenie ogłoszono: 03.12.79

Opis patentowy opublikowano: 31.07.1981

Int. Cl.<sup>2</sup> C10G 1/04

Twórcy wynalazku: Jan Bimer, Alojzy Rutkowski, Bogdan Słomka

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Wrocławska, Wrocław (Polska)

## Sposób rozdziału mieszaniny poekstrakcyjnej w procesie dezintegracyjnej ekstrakcji węgla

Przedmiotem wynalazku jest sposób rozdziału mieszaniny poekstrakcyjnej w procesie dezintegracyjnej ekstrakcji węgla, na węgiel resztkowy zawierający nierozpuszczoną organiczną substancję węglową i popiół oraz na roztwór ekstraktu węglowego w rozpuszczalniku, pozbawiony ciał stałych.

Znane sposoby rozdziału mieszaniny poekstrakcyjnej, stanowiącej produkt w procesie dezintegracyjnej ekstrakcji węgla, polegają na filtracji z zastosowaniem różnej konstrukcji urządzeń filtracyjnych lub na zastosowaniu metod separacji grawitacyjnej w takich urządzeniach jak sedymentatory grawitacyjne, wirówki lub hydrocyklony.

Żaden z wymienionych znanych sposobów separacji mieszaniny poekstrakcyjnej nie umożliwia uzyskania ekstraktu węglowego lub roztworu ekstraktu węglowego całkowicie pozbawionego ciał stałych. Uzyskiwane z zastosowaniem znanych sposobów separacji ekstrakty węglowe lub ich roztwory zawierają 0,1–20% wag. substancji stałych, co znacznie utrudnia ich dalszą przeróbkę np. w technologii otrzymywania paliw płynnych z węgla. Sposób separacji mieszaniny ekstrakcyjnej oparty na filtracji jest sposobem półciągłym i wymaga zastosowania złożonych urządzeń filtracyjnych, które sprawiają wiele trudności w czasie ich eksploatacji. Sposoby separacji mieszanin ekstrakcyjnych oparte na separacji grawitacyjnej są mało efektywne, uzyskiwane ekstrakty węglowe lub ich roztwory zawierają znaczne ilości ciał stałych, zaś uzyskane osady ciał stałych, to jest węgla resztkowego i popiołu, zawierają znaczne ilości ekstraktu węglowego. Sposoby separacji grawitacyjnej mieszanin ekstrakcyjnych uzyskiwanych w procesie ekstrakcji węgla, oparte na wirowaniu, są ponadto bardzo energochłonne.

Przedmiotem wynalazku jest sposób rozdziału mieszaniny poekstrakcyjnej w procesie dezintegracyjnej ekstrakcji węgla, w którym mieszaninę poekstrakcyjną poddaje się rozdziałowi na fazę parowo-gazową i fazę ciekłą zawierającą węgiel resztkowy i popiół. Istota wynalazku polega na tym, że wyżej wymienioną fazę ciekłą

poddaje się destylacji próżniowej pod ciśnieniem  $2 \times 10^{-3} - 4 \times 10^{-3}$  MPa, w temperaturze do  $500^{\circ}\text{C}$ , natomiast pozostałość z tej destylacji poddaje się ekstrakcji gazowej lekkimi węglowodorami aromatycznymi, takimi jak benzen, toluen, ksyleny lub ich mieszaniny w warunkach nadkrytycznych w stosunku do tych rozpuszczalników, najkorzystniej pod ciśnieniem 10–20 MPa, w temperaturze  $350-400^{\circ}\text{C}$ , a następnie fazę nadkrytyczną z ekstrakcji gazowej rozpręża się ekspansyjnie do ciśnienia 0,1–1 MPa w temperaturze niższej od krytycznej i zarazem wyższej od temperatury wrzenia rozpuszczalnika.

Uzyskiwany sposobem według wynalazku ekstrakt węglowy zawiera nie więcej niż setne części procenta wag. węgla resztkowego i popiołu, co jest śladowym zanieczyszczeniem i co nie mogło być osiągnięte znanymi sposobami, gdzie węgiel resztkowy i popiół stanowiły w ekstrakcie jeszcze około 0,1–1% wag. Tak uzyskany ekstrakt węglowy, praktycznie pozbawiony ciał stałych, stanowi dogodny surowiec dla dalszej przeróbki w celu otrzymywania paliw płynnych lub innych produktów węglopochodnych.

Przedmiot wynalazku jest przedstawiony w przykładzie wykonania.

100 kg węgla kamiennego o składzie elementarnym  $\text{H}^b - 5,93\%$  wag.,  $\text{C}^b - 80,89\%$  wag.,  $\text{N}^b - 0,68\%$  wag.,  $\text{O}^b - 12,44\%$  wag.,  $\text{S}^b - 0,6\%$  wag., o zawartości popiołu 4,87% wag. i o zawartości części lotnych 39,33% wag., rozdrobniony do ziarn poniżej 1 mm, miesza się z 250 kg uwodornionego oleju antracenowego i poddaje ekstrakcji w temperaturze  $400^{\circ}\text{C}$  pod ciśnieniem 10 MPa. Jako produkty ekstrakcji uzyskuje się 5,3 kg produktów gazowych oraz 344,7 kg mieszaniny poekstrakcyjnej. Głębokość ekstrakcji węgla wynosi około 75% to znaczy uzyskana mieszanina poekstrakcyjna poza rozpuszczalnikiem użytym w procesie ekstrakcji zawiera około 73 kg ekstraktu węglowego, czyli rozpuszczonej organicznej substancji węglowej oraz około 25 kg ciał stałych, to jest węgla resztkowego i popiołu. Fazę ciekłą zawierającą węgiel resztkowy i popiół wprowadza się następnie do kolumny destylacyjnej pracującej pod ciśnieniem  $2,5 \times 10^{-3}$  MPa. Z kolumny destylacyjnej odbiera się 220 kg frakcji olejowej wrzącej w zakresie  $200-400^{\circ}\text{C}$ , którą jest rozpuszczalnik czyli olej antracenowy oraz 30 kg ciężkiego oleju wrzącego w temperaturze do  $500^{\circ}\text{C}$ . Olej ten zawiera najcięższe składniki rozpuszczalnika użytego w procesie ekstrakcji oraz lotne w tej temperaturze składniki ekstraktu węglowego. Z dołu kolumny destylacyjnej odbiera się pozostałość w ilości 95 kg.

Pozostałość ta zawiera około 70 kg ekstraktu węglowego oraz 25 kg węgla resztkowego i popiołu. Pozostałość po destylacji po podgrzaniu do temperatury  $350^{\circ}\text{C}$  wprowadza się do zbiornika ciśnieniowego wraz z ogrzany do temperatury  $350^{\circ}\text{C}$  parami toluenu w ilości 5 części wagowych na jedną część wagową pozostałości poekstrakcyjnej. W zbiorniku ciśnieniowym prowadzi się proces ekstrakcji gazowej w warunkach nadkrytycznych w stosunku do toluenu, w temperaturze  $350^{\circ}\text{C}$  pod ciśnieniem 10 MPa. Parową fazę nadkrytyczną przez zawór ekspansyjny rozpręża się do ciśnienia atmosferycznego do separatora, w którym utrzymuje się temperaturę  $150^{\circ}\text{C}$ . Z górnej części separatora odbiera się pary toluenu, które po sprężeniu i ogrzaniu zawraca się do zbiornika ciśnieniowego. Z dolnej części separatora odbiera się ekstrakt węglowy w ilości około 65 kg. Z dolnej części zbiornika odbiera się pozostałość po ekstrakcji gazowej w warunkach nadkrytycznych w ilości około 30 kg. Uzyskany ekstrakt węglowy jest całkowicie rozpuszczalny w benzenie i zawiera 0,01% wag. popiołu.

#### Zastrzeżenie patentowe

Sposób rozdzielenia mieszaniny poekstrakcyjnej w procesie dezintegracyjnej ekstrakcji węgla, w którym mieszaninę poekstrakcyjną poddaje się rozdzieleniu na fazę parowo-gazową i fazę ciekłą zawierającą węgiel resztkowy i popiół, z n a m i e n n y t y m, że wyżej wymienioną fazę ciekłą poddaje się destylacji próżniowej pod ciśnieniem od  $2 \times 10^{-3}$  do  $4 \times 10^{-3}$  MPa w temperaturze do  $500^{\circ}\text{C}$ , natomiast pozostałość z tej destylacji poddaje się ekstrakcji gazowej lekkimi węglowodorami aromatycznymi w warunkach nadkrytycznych w stosunku do tych rozpuszczalników, najkorzystniej pod ciśnieniem 10–12 MPa w temperaturze  $350-400^{\circ}\text{C}$ , a następnie fazę nadkrytyczną z ekstrakcji gazowej rozpręża się ekspansyjnie do ciśnienia 0,1–1 MPa w temperaturze niższej od krytycznej i zarazem wyższej od temperatury wrzenia rozpuszczalnika.