

URZĄD PATENTOWY



C 108 21/28

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 27412.

Kl. 23 b, 2/01.

Texaco Development Corporation
(New York, N. Y., Stany Zjednoczone Ameryki).

**Sposób odzyskiwania rozpuszczalnika z oddzielonej papki parafinowej,
otrzymywanej przy odparafinowywaniu oleju mineralnego.**

Zgłoszono 9 listopada 1936 r.

Udzielono 13 października 1938 r.

Pierwszeństwo: 14 listopada 1935 r. (Stany Zjednoczone Ameryki).

Wynalazek niniejszy dotyczy procesu odparafinowywania oleju mineralnego za pomocą rozpuszczalnika selektywnego, a zwłaszcza odzyskiwania rozpuszczalnika z papki parafinowej, wydzielającej się w takim procesie odparafinowywania.

Podczas zwykłego odparafinowywania oleju mineralnego za pomocą rozpuszczalnika selektywnego olej przeznaczony do odparafinowania miesza się z rozpuszczalnikiem, a otrzymaną mieszaninę oziębia się w celu strącenia parafiny i wydzieloną parafinę oddziela się od odparafinowanego oleju przez sączenie, odwirowywanie lub osadzanie na zimno. Pewna ilość rozpuszczalnika, użytego w procesie, zostaje za-

trzymana w oddzielonej papce parafinowej, natomiast główna jego ilość pozostaje w odparafinowanym oleju. Woda zawarta w masach przerabianych wymarza i zostaje oddzielona wraz z papką parafinową. Zatrzymany rozpuszczalnik odzyskuje się zarówno z odparafinowanego oleju, jak i z papki parafinowej, przez destylację w celu ponownego zastosowania go w procesie.

Woda zawarta w papce parafinowej często powoduje trudności przy odzyskiwaniu rozpuszczalnika z tej papki, zwłaszcza w przypadkach użycia rozpuszczalnika rozpuszczalnego w wodzie. Ma to miejsce np. podczas odparafinowywania mieszaną rozpuszczalników, zawierającą aceton i

benzen albo aceton, benzen i toluen, gdyż we wszystkich tych przypadkach aceton jest rozpuszczalny w wodzie. Podczas oddestylowywania rozpuszczalnika bezpośrednio z papki parafinowej woda ulatnia się również i przechodzi razem z parami rozpuszczalnika.

Po skropleniu się tych par otrzymana ciecz rozdziela się na dwie warstwy, z których górna zawiera zasadniczo całą ilość benzenu, toluenu i część acetonu oraz wodę nasycającą tę warstwę górną, warstwa zaś dolna — wodę i rozpuszczoną w niej resztę acetonu. Jeżeli temperatura w oziębialniku wynosi 28 — 32°C, to rozpuszczalnik złożony np. z 35% acetonu, 52% benzenu i 13% toluenu rozpuszcza około 1,5% wody i wtedy otrzymuje się mieszaninę nasyconą wodą. W procesach przemysłowych istnieje zawsze ilość wilgoci dostateczna do nasycenia rozpuszczalnika i te 1,5% rozpuszczonej wody wpływają bardzo ujemnie na wydajności, szybkości sączenia oraz na jakość parafiny, jeżeli rozpuszczalnik stosuje się ponownie do przeróbki bez usunięcia wody. Trudno jest z górnej warstwy, zawierającej benzen, toluen i aceton, tak oddzielić rozpuszczoną wodę, żeby osiągnąć całkowite odzyskanie rozpuszczalnika, co jest pożądane w praktyce handlowej w celu obniżenia jego strat oraz ze względu na gospodarczość procesu. Z drugiej strony, jeżeli wody nie usunie się z mieszaniny rozpuszczalników, to będzie ona gromadziła się stopniowo i rozcieńczała rozpuszczalnik zmniejszając znacznie jego działanie selektywne.

Wynalazek niniejszy usuwa powyższe trudności i ułatwia zasadniczo całkowite odzyskiwanie rozpuszczalnika z papki parafinowej w procesie odparafinowania olejów za pomocą rozpuszczalnika mieszającego się z wodą.

Według wynalazku niniejszego papkę parafinową, zawierającą rozpuszczalnik i wydzieloną z oziębionej mieszaniny rozpu-

szczalnika z olejem, ogrzewa się do temperatury 25 — 65°C, w której mieszanina parafiny z rozpuszczalnikiem staje się tak rzadka, iż następuje osadzenie się wydzielonej wody. W temperaturze tej następuje rozpuszczenie strąconej parafiny w rozpuszczalniku. Przed osiągnięciem tej temperatury strącona parafina nadaje mieszaninie taką gęstość, iż wydzielone cząstki wody w postaci drobnych kuleczek są zawieszone w całej mieszaninie, lecz nie opadają na dno. Mieszaninę pozostawia się w tej temperaturze w spokoju, przy czym następuje rozwarstwienie się; dolna warstwa — wodna — zawiera bardzo małą ilość rozpuszczalnika, górna zaś warstwa (parafinowo - olejowa) zawiera większą część rozpuszczalnika. Obie warstwy rozdziela się przez dekantację. Następnie z górnej warstwy (parafinowo - olejowej) odzyskuje się rozpuszczalnik przez destylację. Drobna ilość rozpuszczalnika zawartego w dolnej warstwie (wodnej) można odzyskać za pomocą pary wodnej frakcjonując pary i odprowadzając u góry czysty rozpuszczalnik, wolny od wody. Jest to wykonalne, jeżeli w wodzie pozostaje zaledwie drobna ilość rozpuszczalnika. Rozpuszczalnik, odzyskany z obu warstw, można skroplić i zbierać do jednego zbiornika. Odzyskany rozpuszczalnik oziębia się następnie do niskiej temperatury, zbliżonej do temperatury odparafinowywania, aby wymrozić pozostałą w nim drobną ilość wody. Ochłodzony rozpuszczalnik, wolny od wody, miesza się wtedy korzystnie bezpośrednio z oziębioną mieszaniną, zawierającą parafinę i przechodzącą do filtrów lub innych przyrządów służących do oddzielania parafiny. Ciepło zawarte w parach rozpuszczalnika destylowanego i skraplanego wykazuje się do ogrzania papki parafinowej.

Na rysunku przedstawiono schematycznie urządzenie do wykonywania sposobu według wynalazku.

Oziębioną mieszaninę, zawierającą olej

i parafinę i przeznaczoną do przesączenia, prowadzi się przewodem 10 z oziębialników (nie przedstawionych na rysunku) do filtru 11. Zbiornik 12 służy do regulowania szybkości dopływu oraz sączenia. W zbiorniku regulującym 12 przez wprowadzenie gazu kominowego przewodem 13 wywiera się na ciecz pewne ciśnienie. Odparafinowany olej przechodzi z filtru 11 przewodem 14 do odpowiedniego zbiornika w celu odzyskania głównej części rozpuszczalnika zawartego w tym oleju. Papkę parafinową wyładowuje się z filtru 11 przewodem 15 do zbiornika 16.

Poniżej przykładowo opisano urządzenie zastosowane do odparafinowywania za pomocą znanej mieszanki acetonowo - benzenowej, w którym olej przeznaczony do odparafinowywania miesza się z 3 — 4 częściami objętościowymi rozpuszczalnika zawierającego około 35% acetonu i 65% benzenu. Można również stosować mieszaninę acetonu, benzenu i toluenu. Zamiast acetonu można stosować inne ketony, np. metylo - etylo - keton albo metylo - izo - butylo - keton, w mieszaninie z benzenem i jego homologami.

Papkę parafinową ze zbiornika 16 za pomocą pompy 18 pompuje się przewodem 19 do wymiennika ciepła 20, w którym papkę ogrzewa się za pomocą gorącego odzyskiwanego rozpuszczalnika wprowadzanego przewodem 21. Zabieg ten ma na celu ogrzanie papki parafinowej oraz jednocześnie oziębienie odzyskiwanego rozpuszczalnika. Podgrzana papka parafinowa przepływa następnie przewodem 22 do grzejnika parowego 23, w którym ogrzewa się ją do temperatury, w której z mieszaniny wydzielają się kropelki wody. Ogrzaną papkę parafinową prowadzi się następnie przewodem 24 do środkowej części osadnika 25. Tutaj pozostawia się mieszaninę w spokoju, dzięki czemu następuje rozdzielenie się mieszaniny na dwie warstwy, a mianowicie górną — parafinowo - olejową, za-

wierającą znaczną część rozpuszczalnika, oraz dolną — wodną, zawierającą bardzo małe ilości rozpuszczalnika. W procesie odparafinowywania za pomocą mieszaniny acetonu z benzenem okazało się, że jeżeli papkę parafinową ogrzeje się do temperatury 25 — 65°C i pozostawi ją w spokoju przez pewien czas w tej temperaturze, to wydzielająca się dolna warstwa — wodna — zawiera około 25% acetonu, główna zaś część acetonu i zasadniczo cała ilość benzenu pozostają w górnej warstwie — parafinowo - olejowej. Dolną warstwę — wodną — można usuwać w sposób ciągły albo okresowo przewodem 26 do zbiornika 27, zaopatrzonego w zawór 28.

Warstwa olejowo - parafinowa, oddzielona od większej części wody, ze zbiornika 25 przepływa przewodem 30, przez węzownicę 31 wymiennika ciepła 32 ogrzewanego parą, następnie przewodem 33 przez wymiennik ciepła 34 ogrzewany parą odlotową i wreszcie przewodem 35 dopływa do kotła destylacyjnego 36. Papkę parafinową uwolnioną od rozpuszczalnika usuwa się z dna kotła 36 za pomocą pompy 37 i prowadzi przewodem 38 przez węzownicę ogrzewającą 39 umieszczoną w piecu, a następnie zawraca się przewodem 40 do górnej parowej części kotła 36. W ten sposób większą część rozpuszczalnika odpędza się z parafiny. Część strumienia płynącego przewodem 38 odgałęzia się przewodem 42 do strefy ogrzewanej parą (nie przedstawionej na rysunku), w której pozostały rozpuszczalnik zostaje usunięty z papki parafinowej. Papkę parafinową, uwolnioną już od rozpuszczalnika, zbiera się w zbiorniku do przechowania lub do dalszej obróbki. Ponieważ ta część aparatu jest taka sama, jak zwykle, i nie jest objęta zakresem wynalazku niniejszego, więc dalsze opisywanie jej i przedstawianie na rysunku jest zbędne.

Pary rozpuszczalnika, ulatniające się z kotła 36, płyną przewodem 43 przez wy-

miennik ciepła 32, a następnie do oziębianej wodą chłodnicy 44, w której ulegają skropleniu, a po skropleniu płyną przewodem 45 do zbiornika 46 zaopatrzonego w zawór 47.

Dolną warstwę (wodną), zawierającą małą ilość acetonu, usuwa się ze zbiornika 27 i za pomocą pompy 50 przetłacza się przewodem 51 przez ogrzewacz parowy 52, a następnie przewodem 53 wprowadza do środkowej części kolumny rektyfikacyjnej 54. Kolumna ta jest umieszczona na kotle 55, do którego przewodem 56 wprowadza się parę wodną. Para wznosząca się poprzez ogrzaną wodę zawierającą aceton całkowicie usuwa z tej wody aceton, a porwane pary acetonu wraz z parą wodną wznoszą się w kolumnie 54 w przeciwnym kierunku do strumienia cieczy wypływającej ze zbiornika 59 przewodem 57. Ciecz ta skrapla przeważną część pary wodnej tak, iż do skraplacza 58 oziębianego wodą przechodzi głównie aceton i ulega skropleniu, a następnie spływa do zbiornika 59. Część skroplonej cieczy zawraca się przewodem 57 z dna zbiornika 59 do kolumny 54 jako odciek, reszta zaś przelewa się przewodem 60 ze środkowej części zbiornika 59 do zbiornika 46.

Rozpuszczalnik, wpływający do zbiornika 46 przewodami 60 i 45, usuwa się z niego za pomocą pompy 62 i przewodem 21 przetłacza do wymiennika ciepła 20, w którym rozpuszczalnik ten ulega oziębieniu. Następnie oziębiony rozpuszczalnik przepływa przewodem 64 do oziębialnika 65, w którym ulega oziębieniu do niskiej temperatury zbliżonej do temperatury odparafinowania. Na przykład oziębia się go w przybliżeniu do temperatury $-6,5$ do -12°C . Następnie oziębiony rozpuszczalnik przewodem 66 przepływa do zbiornika 67, w którym oddziela się pozostałą resztę wody wymrożonej w oziębialniku 65. Oziębiony rozpuszczalnik wolny od wody przepływa następnie przewodem 68 i wpły-

wa do przewodu 10, w którym łączy się z oziębioną mieszaniną oleju z parafiną. Te dwie ciecze zostają starannie zmieszane podczas przejścia przez odpowiedni mieszalnik wirowy 69, po czym otrzymaną mieszaninę wprowadza się do filtru 11 albo zbiornika 12. W ten sposób oziębiony rozpuszczalnik zostaje zawrócony do układu w miejscu, w którym temperatura układu jest zbliżona do temperatury rozpuszczalnika, dzięki czemu unika się strat ciepła albo zimna.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób odzyskiwania rozpuszczalnika z oddzielonej papki parafinowej, otrzymywanej przy odparafinowywaniu oleju mineralnego, według którego olej przeznaczony do odparafinowywania miesza się z rozpuszczalnikiem selektywnym, zawierającym składniki rozpuszczalne w wodzie w temperaturach zwykłych, a otrzymaną mieszaninę oziębia się aż do strącenia parafiny, po czym otrzymaną papkę parafinową oddziela się od oleju, znamienny tym, że papkę parafinową ogrzewa się do temperatury $25 - 65^{\circ}\text{C}$, w której parafina zostaje rozpuszczona w zatrzymanym rozpuszczalniku, następnie mieszaninę pozostawia się w spokoju w tej temperaturze w celu rozdzielenia jej na warstwy, przy czym otrzymuje się dolną warstwę — wodną —, zawierającą mniejszą część rozpuszczonego rozpuszczalnika rozpuszczalnego w wodzie, oraz górną warstwę — parafinowo - olejową —, zawierającą większą część rozpuszczalnika, po czym warstwy te rozdziela się i następnie odzyskuje rozpuszczalnik z oddzielonej warstwy olejowo-parafinowej.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że oddzieloną warstwę wodną destyluje się z parą wodną, przy czym otrzymane pary frakcjonuje się w celu wydzielienia z nich rozpuszczalnika.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że papkę parafinową ogrzewa się za pomocą ciepła zawartego w odzyskiwanym rozpuszczalniku.

4. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamienny tym, że rozpuszczalnik odzyskiwany oziębia się w celu wymrożenia i oddzielenia zawartej w nim wody, a następnie zwraca do układu.

5. Sposób według zastrz. 1 — 4, zna-

mienny tym, że rozpuszczalnik zawiera jako składnik keton, np. aceton, keton metylo - etylowy, keton metylo - izobutylo-
wy itd.

T e x a c o D e v e l o p m e n t
C o r p o r a t i o n .

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.

