

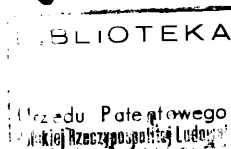
25 czerwca 1930 r.

2

URZĄD PATENTOWY



C 10g 1/00



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 11901.

Kl. 12 o 27.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).

Sposób oddzielania olejów z mieszanin z ciałami stałymi.

Zgłoszono 25 października 1928 r.

Udzielono 10 kwietnia 1930 r.

Pierwszeństwo: 25 października 1927 r. (Niemcy).

Przy wielu procesach technicznych, przede wszystkim przy rozkładzie i ekstrakcji minerałów, zawierających węgiel, przy uwodornianiu pod ciśnieniem różnych gatunków węgla, smoły olejów mineralnych i t. p. materiałów otrzymuje się między innymi w większej lub mniejszej ilości produkty, składające się z mieszanin olejów z ciałami stałymi, jak zwęglonemi pozostałościami, popiołem lub innymi zanieczyszczeniami, np. masami kontaktowymi. Zachodzi przytem często trudność oddzielenia części stałych od oleju.

Spostrzeżono, że znacznie łatwiej oddzielić wspomniane stałe składniki od olejowych, jeżeli wiruje się mieszaninę z do-

datkiem cieczy, które rozpuszczają dobrze olej. Jako takie wchodzi przede wszystkim w rachubę aromatyczne węglowodory, jak benzen, toluen, ksylen, albo hydroaromatyczne węglowodory, jak czterohydronaftalen, albo węglowodory zawierające chlor, jak chloroform, chlorek metylenu, albo też mieszaniny bogate w te składniki, jak oleje smołowe z węgla brunatnego lub kamiennego, lub też ich frakcje, względnie produkty uwodornienia. Jeżeli wiruje się np. jakiś produkt otrzymany przy uwodornieniu pod ciśnieniem pewnych węgla brunatnych sam dla siebie, to częstokroć nie następuje żadne oddzielenie. O ile dodano jednak około 30% jednego z wyżej wy-

mienionych produktów, to daje się już często osiągnąć oddzielenie na zimno łatwo przy pomocy zwykłych wirówek. W przeciwstawieniu do, zwykle stosowanych ekstrakcyj ten sposób pracy posiada tę specjalną przewagę, że zużywa się znacznie mniej rozpuszczalnika. Rozpuszczalnik pozostały w stałym materiale można otrzymać zpowrotem przez ogrzewanie lub traktowanie parą wodną. Przy daleko sięgającym odolejeniu pozostałości jest często celem wirować tenże kilkakrotnie z dodatkiem rozpuszczalników, przyczem można także stosować rozmaite rodzaje rozpuszczalników.

W wielu przypadkach może być wskazane, przede wszystkim przy przeróbce pozostałości z uwodornieniem pod ciśnieniem, np. pozostałości węgla kamiennych, bogatych w asfalt, dodawać rozpuszczalnik do materiału przerabianego tak długo, dopóki tenże jest gorący, np. przy 150° i powyżej, dlatego że oddzielenie stałych części łatwiej następuje w cieple niż w niższych temperaturach. Ten sposób pracy jest stosowany przy takich pozostałościach, które posiadają wysoki punkt zestalania.

Okazało się także, że przy niektórych na gorąco otrzymanych mieszaninach zachodzą przy oziębieniu pewne zmiany, które np. spowodowane są przez kondensację i że substancje, zawierające węglowodory otrzymane na gorąco, twardnieją po oziębieniu, są częstokroć trudniej rozpuszczalne, aniżeli takie, które traktuje się natychmiast na gorąco rozpuszczalnikiem bez oziębiania. Można także postępować w ten sposób, że rozpuszczalniki ogrzewa się przed zużyciem ich do mieszanin z substancjami, które mają być przerobione. Celem jest takie postępowanie, że przy przeróbce pozostałości pochodzących z uwodornienia pod ciśnieniem gorący produkt wychodzący z pieca, będący pod ciśnieniem, oziębia się przez wtrysknięcie zimnego lub nieco ogrzanego rozpuszczalnika

do temperatury, w której chce się przeprowadzić wyładowywanie. W tym przypadku osiąga się znaczną oszczędność ciepła. Do tego należy jeszcze dodać, że produkty rozcieńczone w ten sposób są więcej ruchome, np. dają się pompować, i że ma miejsce bardzo staranne przemieszanie produktu przerabianego z rozpuszczalnikiem.

Można i w ten sposób postępować, że z mieszaniny usuwa się przez wirowanie bez rozpuszczalnika część przyczepionego oleju, olej wydala się z wirówki przez wymycie wodą i następnie wiruje się dalej resztę pozostałości, która jeszcze zawiera dużo oleju, dodając benzenu lub t. p. węglowodorów. Można też wirować kilka razy z rozmaitymi rozpuszczalnikami.

Poza tem jest celem dodawać środki zwilżające, jak np. w rdzeniu alkiłowane kwasy sulfonowe aromatycznych węglowodorów, smołę (zellpech), nasycone i nienasycone kwasy tłuszczowe, ich sole i t. d. w roztworze wodnym, które obluzowują spójność pomiędzy ciałami stałymi i przyczepionymi olejami. W niektórych przypadkach, zależnych od natury olejów, pożądane jest przeprowadzenie procesu w środowisku alkalicznym.

Celem jest takie ukształtowanie wirówki, aby dodany rozpuszczalnik, względnie środek zwilżający, mógł dobrze przenikać pozostałość. W ten sposób otrzymuje się pozostałość prawie zupełnie wolną od oleju.

Przykład I. Jeżeli wirować określoną ilość odpadkowego szlamu, pochodzącego od uwodornienia pod ciśnieniem węgla brunatnego przy 100° bez jakiegokolwiek dodatku, to otrzymuje się, praktycznie biorąc, olej nie zawierający węgla, jednakże wyrzucona pozostałość zawiera około 40% oleju; jeżeli jednak szlam wymieszać z 0,5 do 0,6-krotną ilością wagową benzenu i wirować mieszaninę, to po ostudzeniu otrzymuje się również czysty olej, lecz taka pozostałość

zawiera tylko jeszcze 6% części rozpuszczalnych w benzenie. Benzen można otrzymać łatwo z oleju zpowrotem przez destylację z parą wodną lub bez niej tak samo, jak i ilość benzenu pozostałą w wyodrębnionej pozostałości wynoszącej 3—5%. Podobne rezultaty otrzymuje się przez dodanie chlorku metylenu, ksyleny i tym podobnych związków.

Przykład II. Miesza się pozostałość otrzymaną przy uwodornieniu pod ciśnieniem węgla brunatnego z 30% frakcją smoły węgla brunatnego o punkcie wrzenia 250—300°, poza tem z równą ilością wody zadaną nieco izopropylonaftalenosulfonianem sodu i następnie wiruje się mieszaninę przy 100°. Następuje łatwo rozdział na trzy warstwy, pozostałość, olej i woda.

Przykład III. Wiruje się szlam, opadający przy uwodornianiu pod ciśnieniem węgla brunatnego, bez jakiegokolwiek dodatku przy 130°. Otrzymuje się przytem jedną część oleju zawartą w szlamie, która się oddziela i pozostałość, która pozostaje w wirówce, zawierającą 40 — 45% części rozpuszczalnych w benzenie. Do niej dodaje się $\frac{1}{3}$ do $\frac{1}{2}$ jej ilości wagowej benzyny ciężkiej, otrzymanej także przy hydrowaniu pod ciśnieniem i wiruje się dalej. Tym sposobem daje się większą część zawartego w pozostałości oleju usunąć.

Przykład IV. Miesza się szlam opadający przy uwodornieniu pod ciśnieniem węgla brunatnego z połową ilości wagowej benzyny ciężkiej, dodając 0,25% oleiny i 0,25% amonjaku, wiruje mieszaninę przy 90—95° i przemywa małą ilością benzyny ciężkiej. Otrzymuje się, praktycznie biorąc, olej czysty i pozostałość zawierającą 18% części rozpuszczalnych w benzenie, które głównie składają z dodanej benzyny ciężkiej. Części te dają się, praktycznie biorąc, zupełnie usunąć z osadu, jeżeli przemywa się gorącym 25% roztworem wodnym oleiny z amonjakiem (lub czerwieni

tureckiej) tak długo, dopóki ciecz przemawająca przechodzi czysta i wolna od benzyny. Pozostałość zawiera wtedy tylko jeszcze 1,4% części rozpuszczalnych w benzenie. Z cieczy przemawającej strąca się część oleistą przez zubożenie lub słabe zakwaszenie i wyodrębnia wyciągiem; jeżeli oddzieloną ciecz, służącą do przemawiania, zadaje się ponownie odpowiednią ilością amonjaku, to można ją znowu z tym samym skutkiem użyć do przemawiania.

Przykład V. Pozostałość, otrzymaną przy uwodornianiu pod ciśnieniem węgla brunatnego, która obok popiołu i węgla bogatego w popiół zawiera jeszcze 50—60% części rozpuszczalnych w benzenie, wiruje się przy 180° nieprzerwanie. Uda się przytem otrzymać olej wolny od części stałych i pozostałość zawierającą około 30% części rozpuszczalnych w benzenie i trudno wrzających. Osad ten miesza się na gorąco z połową ilości lub równą ilością wagową benzyny ciężkiej, otrzymanej przy uwodornianiu pod ciśnieniem węgla brunatnego, i jeszcze raz wiruje, przyczem otrzymuje się, biorąc praktycznie, olej zawarty w osadzie prawie w zupełności. Pozostałość zawiera jeszcze benzynę ciężką, którą można łatwo otrzymać zpowrotem przez ogrzanie.

Ten sposób pracy ma w porównaniu z jednorazowem wirowaniem z rozpuszczalnikami bez poprzedzającego wirowania tę przewagę, że potrzeba mniej rozpuszczalnika.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób oddzielania olejów z mieszanin produktów stałych, praktycznie bezwodnych, zawierających węgiel, które otrzymuje się przy uwodornianiu pod ciśnieniem lub rozkładzie rozmaitych gatunków węgla, smoły olejów mineralnych i t. p., znamienny tem, że mieszaninę mającą być rozdzieloną wiruje się z dodatkiem

cieczy, które rozpuszczają oleje mające być oddzielone. dzieła się oleje z mokrych produktów zawierających węgiel.

2. Odmiana sposobu według zastr. 1, znamienna tem, że poza cieczami rozpuszczającymi dodaje się jeszcze środki zwilżające, przede wszystkim w roztworze wodnym obojętnym lub słabo zasadowym, przyczem również w tym przypadku od-

dziela się oleje z mokrych produktów zawierających węgiel.

**I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: Dr. inż. M. Kryzan,
rzecznik patentowy.**

Druk L. Bogusławskiego, Warszawa.

ПО ТЕКА,

Pole ptowego