

Warszawa, 5 maja 1939 r.

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 28133.

Kl. 12 o, 1/04.

N. V. Internationale Hydrogeneeringsoetooien Maatschappij
(International Hydrogenation Patents Company)
(Haga, Niderlandy).

**Sposób usuwania stałych składników nieorganicznych
względnie organicznych z zawierających je olejów.**

Zgłoszono 26 października 1935 r.

Udzielono 14 marca 1939 r.

Pierwszeństwo: 9 listopada 1934 r. (Niemcy).

Wynalazek niniejszy dotyczy sposobu usuwania stałych składników nieorganicznych względnie organicznych z zawierających je olejów.

Proponowano już wytrącanie stałych składników z olejów przez dodawanie węglowodorów bogatych w wodór, jak propanu, butanu lub podobnych. W ten sposób jednak wydziela się nie tylko stałe składniki nieorganiczne, lecz również duże ilości asfaltu. Jeśli wspomniane oleje mają być poddawane następnie uwodornianiu pod ciśnieniem w fazie ciekłej, pożądane jest zachowanie asfaltów w olejach, ponieważ w przeciwnym razie zmniejsza się wy-

dajność cennych produktów. W tych warunkach korzystnie jest usunąć tylko stałe składniki nieorganiczne oraz ewentualnie najtwardsze składniki asfaltowe oraz inne związki stałe, które trudno ulegają uwodornieniu.

Obecnie stwierdzono, że można uniknąć tej wady, jeśli oddzielanie części stałych od zawierających je olejów, jak np. smoł, pozostałości po uwodornianiu węgla, zwłaszcza węgla bitumicznego, surowych olejów mineralnych, zawierających asfalt i podobnych, przeprowadza się traktując wymienione materiały wyjściowe pod ciśnieniem nasyconymi węglowodorami alifa-

tycznymi o niskim punkcie wrzenia, ciekłymi w zwykłej temperaturze i zawierającymi 6 — 10 atomów węgla w cząsteczce, w granicach temperatur od 170°C do nie wyższej od temperatury krytycznej tych węglowodorów, najlepiej w granicach temperatury krytycznej wymienionych węglowodorów, i rozdzielając utworzone dwie warstwy, składające się ze stałych pozostałości, w wysokiej temperaturze, przy czym jedna część stanowi małą ilość asfaltu i trochę rozpuszczalnika, druga zaś część — olej asfaltowy i rozpuszczalnik.

Zwłaszcza korzystnie jest przeprowadzać traktowanie to w obecności rozpuszczalników asfaltów, żywic i olejów węglowodorowych o dużym ciężarze cząsteczkowym; np. ciężki olej ubogi w wodór nadaje się do tego celu. Olej pozbawiony składników stałych można następnie poddać, najlepiej po oddzieleniu użytego rozpuszczalnika, działaniu gazów uwodorniających, jak np. uwodornianiu rozszczipiającemu.

Odpowiednimi materiałami wyjściowymi są smoły, albo pozostałości po uwodornianiu węgla, smoły lub surowych olejów mineralnych zawierających asfalty. Powyższe materiały miesza się z co najmniej taką samą ilością albo też z ilością podwójną lub ewentualnie wielokrotną ilością heksanu, cykloheksanu, metylocyklopentanu, heptanu, oktanu lub mieszaninami tych rozpuszczalników i ogrzewa do wyższych temperatur, np. powyżej 170°C, w zamkniętym naczyniu. Korzystnie jest stosować ogrzewanie w temperaturze wynoszącej 10 — 50°C poniżej temperatury krytycznej użytego rozpuszczalnika. Można również przeprowadzać proces ten w temperaturze nieco wyższej od temperatury krytycznej rozpuszczalnika. Najlepiej jest jednak, gdy czas działania rozpuszczalnika na materiał wyjściowy wynosi powyżej 5 sekund. Przy postępowaniu ciągłym wprowadza się rozpuszczalnik w tym

samym kierunku albo w kierunku przeciwnym do przepływu materiału wyjściowego.

Traktowanie to można również przeprowadzać w kilku okresach. Na przykład materiał wyjściowy wprowadza się w zetknięcie z różnymi rozpuszczalnikami o właściwościach wyżej określonych. Ponadto temperatury oraz ciśnienia mogą się różnić w poszczególnych okresach, na przykład traktowanie w pierwszym okresie przeprowadza się w innej temperaturze niż w okresie następnym. Ciśnienie, stosowane w różnych okresach, może być takie, jakie samo się ustali, lecz można stosować również wyższe ciśnienie przez wprowadzanie gazu, jak np. azotu, metanu albo wodoru.

Sposób niniejszy posiada ponadto tę zaletę, iż oddzielanie stałych substancji można skutecznie przeprowadzać przez osadzanie, chociaż można również stosować i inne metody rozdzielania.

Pracując w myśl wynalazku niniejszego można rozdzielić materiał wyjściowy na olej, zawierający asfalt, o dużej czystości oraz na substancje stałe, zawierające tylko małą ilość składników rozpuszczalnych w benzenie, mianowicie mieszaninę popiołu, nie przemienionego węgla, o ile węgiel jest obecny w materiale wyjściowym, oraz małą ilość asfaltu i oleju.

W celu przeprowadzania procesu według wynalazku traktuje się olej względnie oleiste osady w naczyniu, wytrzymałym na ciśnienie, rozpuszczalnikiem, jak heksanem, cykloheksanem lub jednym z innych rozpuszczalników uprzednio wymienionych, a następnie roztwór oleju przeprowadza się za pomocą lewara albo pod zwiększonym ciśnieniem do drugiego naczynia wytrzymałego na ciśnienie, w którym odzyskuje się rozpuszczalnik przez zmniejszenie ciśnienia, podczas gdy pozostała ilość rozpuszczalnika odzyskuje się za pomocą pary wodnej przy zastosowaniu podwyższonej temperatury.

Stale składniki nie rozpuszczone, które

uwalnia się również od rozpuszczalnika za pomocą pary wodnej, usuwa się z naczynia mechanicznie.

Przykład. 150 części wagowych osadu, zawierającego olej, o zawartości 40% składników nierozpuszczalnych w benzenie, otrzymanego przez uwodornianie pod ciśnieniem węgla bitumicznego, miesza się z olejem ciężkim, wrzącym powyżej 325°C, pochodzącym z tego samego węgla, w stosunku 1 : 1. Do 1 części wagowej wspomnianej mieszaniny dodaje się następnie 0,75 części wagowej mieszaniny heptanu i heksanu, albo odpowiedniej frakcji benzyny parafinowej i ogrzewa się do 270°C, wskutek czego wytwarza się ciśnienie wynoszące 20 — 25 atm. W temperaturze tej miesza się wytworzoną mieszaninę przez pewien czas. Po pozostawieniu mieszaniny tej na godzinę w celu wydzielenia się osadu odprowadza się roztwór heptanoheksanowy i mieszaninę heptanu i heksanu oddziela się od oleju przez destylację, przy czym otrzymuje się 90 — 95% oleju z zawartością około 1% składników nierozpuszczalnych w benzenie. Nie rozpuszczoną część, pozostającą w naczyniu reakcyjnym, uwalnia się od rozpuszczalnika za pomocą pary i pozostałą stałą, kruchą masę usuwa się z naczynia bez trudności za pomocą ślimaka. Nie rozpuszczoną pozostałość zawiera tylko 20% składników rozpuszczalnych w benzenie.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób usuwania stałych składników nieorganicznych względnie organicznych z zawierających je olejów, jak smoł, pozostałości po uwodornianiu węgla, zwłaszcza węgla bitumicznego, surowych olejów mineralnych, zawierających asfalt, i materiałów podobnych, znamienny tym, że wymienione materiały wyjściowe traktuje się pod zwiększonym ciśnieniem węglowodorami alifatycznymi o niskim punkcie wrzenia, zawierającymi 6 — 10 atomów węgla w cząsteczce, które w zwykłej temperaturze są cieczami, w temperaturach 170°C lub nieco przewyższających temperaturę krytyczną tych węglowodorów, po czym utworzone dwie warstwy oddziela się od siebie w wyższych temperaturach.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że przeprowadza się go w obecności rozpuszczalników asfaltów, żywic i olejów węglowodorowych o dużym ciężarze cząsteczkowym.

N. V. Internationale
Hydrogeneeringsocctrooien
Maatschappij
(International Hydrogenation
Patents Company).
Zastępca: Inż. F. Winnicki,
rzecznik patentowy.