

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 136 740

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 83 01 11 /P. 240106/

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 84 08 13

Opis patentowy opublikowano: 1987 05 30

CZYTELNIA

Urzedu Patentowego
ul. ...
... 1-1204

Int. Cl.³ C10C 1/20

Twórcy wynalazku: Jerzy Polaczek, Tadeusz Żak, Zygmunt Lisicki,
Helmut Mańka, Elżbieta Adamczyk, Zbigniew Weigl,
Zygmunt Specjał

Uprawniony z patentu: Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa /Polska/

SPOSÓB OCZYSZCZANIA SMÓŁ WĘGLOWYCH

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania koksowniczych smół węglowych.

Smoly węglowe koksownicze zawierają zazwyczaj znaczne ilości wody oraz zanieczyszczeń takich jak pył węglowy i koksowy oraz sole mineralne. Zanieczyszczenia te poważnie utrudniają dalszy przerób smoły węglowej przez destylację ze względu na tworzenie się piany w kolumnach destylacyjnych, zatykanie pomp, rurociągów oraz otworów półek tych kolumn stałymi zanieczyszczeniami, a także silną erozją i korozją tworzyw konstrukcyjnych, z których wykonane są urządzenia do destylacji.

Te negatywne zjawiska w końcowym efekcie powodują znaczny spadek sprawności układów destylacyjnych, przejawiający się w nieostrości destylacyjnego podziału smoły na poszczególne frakcje destylacyjne. Ponadto stałe zanieczyszczenia smoły węglowej w trakcie jej destylacji gromadzą się w paku węglowym, obniżając jego jakość. Z tych też względów w procesach przemysłowych stosuje się powszechnie wstępne oczyszczanie smół węglowych przed ich dalszym przereobem destylacyjnym.

Najczęściej stosowanym sposobem wstępnego oczyszczania smoły węglowej jest wstępne odstawanie smoły prowadzone zazwyczaj w podwyższonych temperaturach do około 60°C, znane z publikacji H. G. Franck, G. Collin, Steihohlenteer, Springer, Berlin 1968. Sposób ten jest jednakże bardzo mało skuteczny ze względu na dużą lepkość smoły w temperaturach odstawania. Podwyższone temperatury do zakresu 100 - 200°C zwiększa wprawdzie szybkość odstawania zanieczyszczeń, jednakże na skutek zwiększenia lotności poszczególnych niskowrzących składników smoły takich, jak olej lekki konieczne jest stosowanie tu układów ciśnieniowych zhermetyzowanych.

Znane jest z publikacji J. Bogucki i inni, Koks, Smoła, Gaz, 24, 90/1979/ zastosowanie procesów wirowania do wstępnego oczyszczania smoły, jednakże wirowanie to musi być również prowadzone w podwyższonych powyżej 100°C temperaturach, w których następuje częściowe odparowanie lotnych składników smoły. Ponadto stosowanie wysokosprawnych wirówek procesu wstępnego oczyszczania smoły w sposób zasadniczy zwiększa koszty tego przerobu.

Z polskiego opisu patentowego nr 99935 znany jest sposób rozdziału smoły koksowniczej na składniki pakowe i olejowe na drodze rozcieńczenia surowej smoły rozpuszczalnikami organicznymi, stanowiącymi mieszaninę węglowodorów alifatycznych i aromatycznych, a następnie oddzielenia nierozpuszczalnej części smoły i odpędzenia fazy rafinowanej rozpuszczalnika i typowych olejów smołowych. Sposób ten nie pozwala jednak na całkowite usunięcie stałych zanieczyszczeń ze smół węglowych ze względu na nieostrość granicy podziału faz i powolną sedymentację stałych zanieczyszczeń w rozdrobnionej postaci.

Celem wynalazku jest udoskonalenie sposobu usuwania stałych zanieczyszczeń z koksowniczych smół węglowych przed ich dalszym przerobem destylacyjnym.

Nieoczekiwanie okazało się, że jeżeli przy oczyszczaniu smół węglowych przez ich rozcieńczanie rozpuszczalnikami organicznymi do rozcieńczenia surowej smoły zastosuje się benzol surowy w ilości 20 - 200% wagowych i po dokładnym wymieszaniu wprowadzi się substancje o właściwościach koagulacyjnych, a otrzymaną mieszaninę pozostawi na okres 2 - 48 godzin do odstawiania to uzyskuje się całkowite usunięcie obecnych w smole zanieczyszczeń. Rozcieńczanie można prowadzić w temperaturach od -20°C do 100°C , a odstawianie w temperaturach od 0°C do 100°C . Korzystnie jest jako substancje o właściwościach koagulacyjnych stosować nieorganiczne sole glinu i sodu, a w szczególności siarczany glinu lub alunu glinowo-potasowy oraz węglan sodu, siarczany sodu lub siarczyny sodu.

Sposób według wynalazku znacznie przewyższa znane sposoby wstępnego oczyszczania smoły. Okazało się bowiem, że zastosowanie benzolu surowego w połączeniu z substancjami o właściwościach koagulacyjnych powoduje, że w uzyskanej mieszaninie zachodzi szybka koagulacja zawieszonych w niej stałych zanieczyszczeń przy krótkich czasach odstawiania i możliwe staje się ich usunięcie przy zastosowaniu takich znanych sposobów jak dekantacja, filtracja lub wirowanie.

Dzięki temu istnieje możliwość praktycznie biorąc pełnego usunięcia stałych zanieczyszczeń smoły jeszcze w koksowni, gdzie możliwe jest zawrócenie ich do procesu koksowania, a także pozwala na uzyskanie roztworów smoły o niskiej lepkości, przydatnych do bezpośredniego transportowania rurociągami nawet na większe odległości. Stosowanie sposobu według wynalazku nie pociąga za sobą dodatkowego zwiększenia zużycia energii przy przerobie smoły i benzolu, gdyż benzol surowy i tak poddawany jest redestylacji przed jego dalszym przerobem.

Tak więc w sposobie według wynalazku smołę surową rozcieńcza się w temperaturach od -20 do 100°C benzolem surowym w ilości 20-200% wagowych w przeliczeniu na oczyszczoną smołę. Po dokładnym wymieszaniu wprowadza się koagulanty i otrzymaną mieszaninę pozostawia się na okres 2 - 48 godzin w temperaturach od 0 - 100°C . Następnie oddziela się stałe zanieczyszczenia przez dekantację, filtrację, wirowanie lub w inny znany sposób.

Sposób według wynalazku ilustrują następujące przykłady.

P r z y k ł a d I. Próbkę 750 g smoły surowej o zawartości 2% wagowych składników nierozpuszczalnych w benzenie miesza się z 750 g benzolu surowego w termostatowanym rozdzielaczu o pojemności 2 dm^3 przez okres 30 minut w temperaturze 30°C . Tak przygotowaną mieszaninę poddano odstawianiu przez 24 godziny. Składniki popiołowe i nierozpuszczalne w benzenie oddzielono przez filtrację uzyskując 110 g tych składników w postaci placka filtracyjnego oraz smołę oczyszczoną razem z benzolem w ilości 1390 g.

P r z y k ł a d II. Próbkę smoły z przykładu I w ilości 500 g mieszało z benzolem surowym w ilości 200% wagowych przez 15 minut w temperaturze 25°C i pozostawiono do odstania na 48 godzin. Po dekantacji uzyskano 235 g szlamu zawierającego zanieczyszczenia węglowe i popiołotwórcze oraz wodę, natomiast po odsączeniu smoły rozcieńczonej benzolem uzyskano 78 g placka /pozostałości/ o strukturze węzłkowatej i porowatej.

P r z y k ł a d III-IV. Postępując jak w przykładzie II i wprowadzając do układu koagulanty w ilości 0,05% wagowych w przeliczeniu na oczyszczaną smołę uzyskano wyniki podane w tabeli:

T a b e l a

Numer przykłądu	Koagulat	Ilość szlamu /g/	Ilość płacka filtracyjnego /g/
III	$Al_2/SO_4/3$	216	78
IV	akun glinowo-potasowy	195	62
V	Na_2CO_3	228	68
VI	Na_2SO_4	220	76
VII	Na_2SO_3	204	76

Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e

1. Sposób oczyszczania smół węglowych polegający na rozcieńczeniu surowej smoły rozpuszczalnikiem organicznym, odstawaniu ewentualnie w podwyższonej temperaturze i następnie oddzieleniu nierozpuszczalnych składników przez dekantację, filtrację lub w inny znany sposób, z n a m i e n n y t y m, że smołę surową rozcieńcza się benzolem surowym w ilości 20 - 200% wagowych, a następnie do otrzymanej mieszaniny wprowadza się substancje o właściwościach koagulacyjnych i pozostawia na okres 2 - 48 godzin.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że rozcieńczanie prowadzi się w temperaturach w zakresie od -20 do $100^{\circ}C$, a odstawanie prowadzi się w temperaturach od 0 do $100^{\circ}C$.

3. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że jako substancje o właściwościach koagulacyjnych stosuje się nieorganiczne sole glinu i sodu.