

20 lutego 1928 r.

URZĄD PATENTOWY



C10g 9/14

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIŚ PATENTOWY

Nr 6647.

Kl. 23 b 5.

Universal Oil Products Co.
(Chicago, Illinois, Stany Zjednoczone Ameryki).

Sposób przetwarzania ciężkich węglowodorów na lżejsze.

Zgłoszono 24 lipca 1925 r.

Udzielono 27 grudnia 1926 r.

Podług niniejszego sposobu przetwarzania ciężkich węglowodorów na lżejsze, unika się wytwarzania płynnej pozostałości we właściwej komorze rozdzielczej. W takiej komorze odbywa się zatem w szczególności całkowita przemiana ciężkich węglowodorów na parę, przyczem jako produkt uboczny powstaje gaz i pozostałość prawie stała.

Jeżeli ciężkie węglowodory zostają przy oznaczonym zgóry ciśnieniu i temperaturze zmieszane z kondensatem prądu zwrotnego oznaczonego składu i w stałym stosunku ilościowym, zachodzi w komorze reakcyjnej całkowity proces destylacji. Olej rozkłada się w tej komorze pod wpływem wewnętrznego ciepła na parę i stałe pozostałości. Ten rozkład, odbywający się prze-

ważnie bez powstawania pozostałości płynnych, tłómaczyć się daje tem, że do rozdzielczych rurek doprowadza się masę świeżego oleju, zmieszanego z większą ilością kondensatu prądu zwrotnego.

Mieszanina ta przepływa z rozdzielczych rurek do stosunkowo wielkiej komory rozdzielczej. Przytem jednak temperatura nie powinna być za wysoka, by w rurkach nie tworzyły się osady węgla, które mogą zatkać rurki lub je uszkodzić. Dokładny powód szczególnych właściwości rozkładu nie jest znany. Oczywiście jednak jest, że przy dokładnem zachowaniu określonego ciśnienia i temperatury i przy doprowadzeniu oznaczonej ilości kondensatu prądu zwrotnego do świeżego oleju prawie cała jego masa ulega destylacji bez

pozostawienia w rurkach większych ilości osadów węglowych. Taki osad powstaje w tej części przyrządu, w której płynna masa przechodzi w stan pary, gdyż płyn w obecności kondensatora odparowuje prawie natychmiast, tak iż pozostaje jako pozostałość koks.

Załączony rysunek przedstawia schematycznie urządzenie.

Piec rozdzielczy 1 posiada ogrzewalną węzownicę 2, której przekrój i długość tak są dobrane, że powierzchnia ogrzewalna węzownicy wynosi blisko 100 m². Świeży olej doprowadza się stale do węzownicy rurą 3 jednocześnie z kondensatem. Ta mieszanina przepływa przez węzownicę 2 przy temperaturze ogrzewania około 460°C i przepływa przy tej temperaturze przez przewód 5 i zawór 6 do reakcyjnej komory 7. Komora ta o średnicy 3 m i wysokości 5 m składa się z odpornego na ciepło materiału i oddaloną jest w dostatecznej mierze od pieca 1, by nie ulegać wpływom jego ciepła; na pokrywie i w dnie komory umieszczone są włazy 8 i 9.

W komorze tej odbywa się przeważnie zupełne odparowanie, tak iż na jej dnie powstają tylko stałe odpadki, możliwie jednak z pewną nieznaczną zawartością na ich powierzchni ciężkiego płynu, w każdym jednak razie tworzeniu się ciężkich płynnych pozostałości należy energicznie zapobiegać. Pary płyną przez przewód 10, zaopatrzony w zawór 11, do dolnej części deflegmatora 12, który zaopatrzony jest znany sposóbem w szereg płytek 13, wstrzymujących szybkość przebiegu pary, wobec czego zachodzi tu częściowe skraplanie się jej i pozostała po skropleniu para płynie przewodem 16 przez zawór 17, następnie przez właściwy skraplacz 18, umieszczony w skrzyni 19, skąd jako produkt ostateczny, w postaci destylatu przechodzi do zbiornika 20. Zbiornik ten może być zaopatrzony w wypust, odprowadzający nieskroplone gazy. Wypust ten posiada zawór 21. De-

stylat może być spuszczone z tego zbiornika przez przewód 23 lub 24, lub też przez oba razem.

Temperatura deflegmatora jest tak dobrana, by para nierozdzielona jeszcze mogła ponownie ulegać skropleniu, a mianowicie, gdy destylat z przewodu 24 przez pompę 26 i przewód 27 doprowadza się zgóry do deflegmatora. Do regulowania tego dopływu destylatu służą zawory 25 względnie 28. Zamiast doprowadzania destylatu, co obniża temperaturę w deflegmatorze, można dodawać świeży olej, którego lekkie lotne części są odciągane już w deflegmatorze, płyną z pompy 4 przez zawór 14' i przewód 13' do deflegmatora, podczas gdy z drugiej strony świeży olej z tej samej pompy przez zawór 15' i przewód 3 przepływa do węzownicy 2.

Spływające z deflegmatora produkty skraplania płyną przez pionowe rury 13^b do odgałęzienia 14, a stąd do miejsca oznaczonego przez x w przewodzie pieca 1, do którego jest przymocowany przewód 3. Część kondensatu prądu zwrotnego może być odciągnięta przez otwory zaworu 13^d z przewodu 13^c.

Wpobliżu dna rozdzielczej komory 7 są urządzone dwa przewody 29 i 30, które jednak podczas zwykłego ruchu urządzenia są zamknięte. Przy sposobie tym nie jest przewidziane stałe lub okresowe usuwanie pozostałości w postaci ciężkich olejów, i jeśli nawet na początku procesu zaleca się podobne usuwanie pozostałości tych przez przewody 29 i 30, to dalsze usuwanie, aż do czasu ukazania się ich ponad poziomem zwierciadła rurki 29, nie jest konieczne. Przeprowadzenie sposobu w wymienionym urządzeniu odbywa się przy zasilaniu węzownicy 2 mieszaniną świeżego oleju i kondensatu prądu zwrotnego pod ciśnieniem około 8,5 atm i przy temperaturze prawie 460°C. Mieszanina rozkłada się w komorze 7 na parę i stałe pozostałości, przyczem przetwarzają się w parę wszyst-

kie zawarte w obrabianym oleju lotne części. Zdążyła ona przez przewód 10 do deflegmatora 12, który przytem uzyskuje temperaturę blisko 275°C, przy której wytwarzają się dostateczne ilości kondensatu prądu zwrotnego.

Nieco oleju może ulec odparowaniu w węzownicy 2, lecz główna część rozkładu olejów na parę i stałe pozostałości zachodzi w komorze 7.

Kondensat prądu zwrotnego z małą domieszką świeżego oleju, powracający przewodem 13' do węzownicy 2, posiada temperaturę prawie 370°C, podczas gdy, jak już zaznaczono, sama para nagrzana jest tylko do 275°C. Godnem uwagi jest też, że temperatura ta zależy w znacznej mierze od właściwości oleju obrabianego, jak również pożądanego ostatecznego produktu.

Przy wprowadzeniu w ruch urządzenia rury 29 i 30 zostają otworzone, aż do osiągnięcia w całym układzie ciśnienia i temperatury, potrzebnych do przetworzenia oleju w parę i stałe pozostałości.

Jest pożądanem utrzymanie w różnych miejscach urządzenia różnych ciśnień i temperatur jak np. przy ciśnieniu w węzownicy 2, wynoszącym 8,5 atm, uzyskaniem przez odpowiednie ustawienie zaworu 6 w komorze 7, przez stosowne ustawienie zaworu 21 można w deflegmatorze 12 i skraplaczu 18 sprowadzić powyższe ciśnienie do 5,5 atm. Można jednak przez ustawienie zaworu 11 utrzymać w komorze 7 ciśnienie odmienne od ciśnienia w deflegmatorze i węzownicy. Godną uwagi jest możliwość przeprowadzania idącego z węzownicy 2 pod ciśnieniem płynnego oleju do wielu komór 7, z których każda byłaby połączona z oddzielnym deflegmatorem i kondensatorem.

Dla lepszego sprecyzowania sposobu podane jest poniżej porównanie go z drugim sposobem, przy którym nie miało miej-

sce zapobieżenie tworzeniu się płynnych pozostałości.

Przy sposobie tego rodzaju płynne pozostałości musiały być stale spuszczone z reakcyjnej komory 7.

Obróbka przedestylowanego oleju o ciężarze gatunkowym 17,7° Bé trwała do 13 godz. Objętość doprowadzonego oleju stanowiła prawie 70,000 l, ilość otrzymanego destylatu wynosiła blisko 38.000 l przy ciężarze gatunkowym 50° Bé. Mieszanina ta dała 32% płynnych pozostałości i 13% gazu i koksu, destylat wynosił prawie 55% obrabianego surowego oleju, temperatura pomiędzy węzownicą a reakcyjną komorą wynosiła 480°C, średnia temperatura odciąganej z deflegmatora pary dochodziła do 300°C, stosunek kondensatu prądu zwrotnego w mieszaninie był tak dobrany, że w węzownicy nie tworzyły się osady węgla.

Przy sposobie wykonanym według niniejszego wynalazku ten sam olej o ciężarze gatunkowym 17,7° Bé podlegał obróbce w ciągu 13 godz, przyczem przez urządzenie przepłynęło prawie 60,000 l.

Razem z tą ilością surowego oleju przepłynęła przez węzownicę znaczna ilość kondensatu prądu zwrotnego, pomiar jednak tej ilości był niemożliwy; była jednak zmierzona jego temperatura i okazało się, że wynosiła ona blisko 385°C. Nagrzewanie w węzownicy było tak energicznie prowadzone, że temperatura mieszaniny surowego oleju z pozostałościami prądu zwrotnego podczas przejścia do reakcyjnej komory 7 wykazywała 480°C, a ciśnienie w całym układzie wynosiło 8,4 atm. W komorze 7 mieszanina ulegała przetworzeniu się w parę, bez doprowadzania do niej dodatkowego ciepła; ilość tej pary wynosiła prawie 80% całej mieszaniny, pozostałości zaś przedstawiały stałe części skoksowane, wolne od płynnych pozostałości. Stałe pozostałości stanowiły 18% mieszaniny, pozos-

stałe 2% należy odnieść na poczet stałych gazów. Temperatura pary podczas przejścia do deflegmatora wynosiła 400°. Temperatura, odczytana przy górnym wylocie deflegmatora ujawniła, że wprowadzenie doń destylatu z przewodów 27 wywołało w nim spadek temperatury do 260°C. Taka zmiana temperatury zachodziła zawsze, gdy nie tworzyły się już pozostałości płynne ponad warstwą pozostałości stałych w komorze 7 to znaczy przy zmianie całego sposobu t. j. sposobu z wytwarzaniem płynnych pozostałości na sposób, przy którym tworzenie się tychże jest pominięte. W tym okresie czasu poszczególne części urządzenia, jak również podlegający obróbce olej, posiadały dostatecznie wysoką temperaturę.

Skutkiem tak niskiej temperatury u wylotu deflegmatora skraplała się znaczna ilość pary. Kondensat ten gromadził się w przewodach 13^b w temperaturze około 390°C. Z doprowadzonych 60,000 l oleju otrzymano prawie 48,000 l destylatu t. j. 80%. Gwałtowny spadek temperatury w deflegmatorze zwiększa ilość kondensatu prądu zwrotnego. Kondensat ten — olej o stosunkowo niskim punkcie wrzenia, wstępuje do komory 7 dla wytworzenia większej ilości pary, która podąża do deflegmatora, by znowu podnieść jego temperaturę, jeśli ilość pary nie zmieni świeży olej, wstępujący do górnej części deflegmatora.

Wobec tego przy niniejszym sposobie zachodzi prawie idealny przebieg destylacji. Przyczyny tego zjawiska jeszcze nie są znane, przypuszczalnie jednak polegają one na stosunkowo znacznym dodawaniu kondensatu prądu zwrotnego do świeżego oleju; ilości kondensatu otrzymywanego według niniejszego wynalazku są większe, niż według któregośkolwiek ze sposobów wytwarzania płynnych pozostałości.

Zestawienie obydwóch opisanych tu sposobów wykazuje, że przy znanych, dawnych sposobach doprowadzane były więk-

sze ilości mieszaniny, w której jednak było znacznie mniej kondensatów prądu zwrotnego. Temperatura pieców przy obydwóch sposobach była jednakowa, jak również temperatura przejściowa, jednak przy zalecanym sposobie temperatura deflegmatora została podniesiona prawie do 260°C, przez co oczywiście została zwiększona ta część kondensatu prądu zwrotnego, która była stale doprowadzana do mieszaniny.

Po dostatecznie długim ruchu układu, tak iż do węzownicy w piecu zostaje doprowadzana większa ilość kondensatu (większa niż przy zwykłym ruchu), przy wylocie deflegmatora powstają większe ilości pary, ponieważ mieszanina obfituje tam w większą ilość rozłożonego surowego oleju; wskutek tego temperatura deflegmatora znowu wzrasta z 270° do 280°C.

W praktyce okazało się, że przy przejściowej temperaturze, wynoszącej 480°C, temperatura w deflegmatorze spadła do 260°C. Przytem w rurze 13^b gromadzą się kondensaty prądu zwrotnego w ilości wystarczającej do przetworzenia ciężkich węglowodorów bez powstawania płynnych pozostałości.

Na początku procesu może coprawda zgromadzić się w komorze 7 nieco płynnych pozostałości, lecz mogą one być wydzielone przewodami 29 i 30, i następnie, gdy praca jest w pełnym biegu, przewody te zostają wyłączone; robi się to zawsze zanim temperatura deflegmatora nie spadnie do 260°C. Jeśli płynne pozostałości gromadzą się w dalszym ciągu w komorze 7, oznacza to, że ciepło nie jest doprowadzone w potrzebnej ilości, albo że olej nie posiada pożądanej przejściowej temperatury. Mała ilość płynnych pozostałości stopniowo wyparowuje w komorze 7, ponieważ wstępujące do komory masy oleju posiadają wyższą temperaturę od powstających w komorze płynnych pozostałości.

Powyżej przytoczone warunki należy uwzględnić przy stosowaniu sposobu, należy

jednak zaznaczyć, że różne oleje poddawane obróbce jednym sposobem wymagają różnych temperatur i oczywiście czasokres przebiegu obróbki jest różny w zależności od charakteru pożądanego ostatecznego produktu.

Głównym zaś warunkiem jest, aby kondensat prądu zwrotnego miał oznaczoną temperaturę, i żeby skład mieszaniny oleju i kondensatu był też ściśle oznaczony, ponieważ ilość kondensatu prądu zwrotnego z mieszanin ma być znacznie większą, niż to było możliwe w dotychczasowych sposobach.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób przetwarzania ciężkich węglowodorów na lżejsze, przez destylację pod ciśnieniem zwiększonym w rurach i przeprowadzenie mocno ogrzanego węglowodoru do stosunkowo obszernej komory, znamieny tem, że bez podniesienia temperatury w komorze reakcyjnej (7) odbywa się rozkład oleju na parę i stałe pozostałości, a do deflegmatora (12) przechodzi z komory (7) tylko para.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że rozkład mieszaniny w komorze (7) zachodzi na skutek utrzymywanego w tej mieszaninie ciepła.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny tem, że rozkład mieszaniny na jej składowe części, a mianowicie na parę i stałe pozostałości, zachodzi w komorze (7), gdy stosunek składników zostaje uregulowany w rozdzielczej węzownicy (2).

4. Sposób według zastrz. 1—3, znamieny tem, że obrabiana masa oleju składa się z mieszaniny węglowodorów o różnych punktach wrzenia.

5. Sposób według zastrz. 1—4, znamieny tem, że przez węzownicę (2) przepływa mieszanina kondensatu prądu zwrotnego ze świeżym olejem, w której stosunek wzajemny zawartości składników, jak również

ilość doprowadzonego do węzownicy ciepła są w drodze doświadczalnej tak uregulowane, że z oleju nie wydzielają się w komorze (7) pozostałości płynne.

6. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że dodawany do mieszaniny destylat wykazuje stosunki punktów wrzenia różniące się od innych mieszanin, przyczem stosunek destylatu do mieszaniny i doprowadzana do węzownicy (2) ilość ciepła są doświadczalnie tak dobrane, że węglowódor ulega w komorze (7) przetworzeniu się w parę nie zaś na pozostałości płynne.

7. Sposób według zastrz. 1—6, znamieny tem, że ogrzana mieszanina przepływa z ogrzewalnej węzownicy (2) do znacznie obszerniejszej komory (7) bez znacznego podwyższenia swej temperatury.

8. Sposób według zastrz. 1—6, znamieny tem, że świeży olej, który nie uległ jeszcze rozkładowi, miesza się z rozłożonym już destylatem tak, iż powstaje mieszanina, której punkt wrzenia różny jest od punktu wrzenia destylatu.

9. Sposób według zastrz. 1—4, znamieny tem, że ilość dodawanego do mieszaniny kondensatu prądu zwrotnego oznacza się doświadczalnie przy tworzeniu się pozostałości w komorze reakcyjnej, i kondensat ten bywa tak długo dodawany do świeżego oleju, aż w komorze tej pozostaną tylko para i stałe pozostałości.

10. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że ciśnienie wyższe od ciśnienia atmosferycznego utrzymuje się stale w węzownicy (2), komorze (7) i kondensatorze (18).

11. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że temperatura ogrzania mieszaniny w węzownicy (2) jest tak ustalona, by zachodzący w niej rozkład nie pozostawiał osadów na jej ściankach.

Universal Oil Products Co.

Zastępca: Dr. inż. M. Kryzan,
rzecznik patentowy.

