

10 lutego 1930 r.

C 10₈ 1/06

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIŚ PATENTOWY

Nr 11243.

Kl. 12 o 1.

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

Sposób otrzymywania wartościowych węglowodorów z zawiesin węgla, smoły, olejów mineralnych i podobnych materiałów.

Zgłoszono 25 października 1928 r.

Udzielono 8 listopada 1929 r.

Pierwszeństwo: 12 listopada 1927 r. (Niemcy).

Przy otrzymywaniu wartościowych płynnych węglowodorów z różnych rodzajów węgla, smoły, olejów mineralnych i podobnych substancji przez traktowanie tychże w stanie płynnym lub zawiesinie wodorem lub gazami, zawierającymi wodór w temperaturze podwyższonej i pod ciśnieniem, na stopień przemiany wpływa w dużej mierze to, że produkty ciężkie w rodzaju asfaltu, a jeżeli proces przeprowadza się z katalizatorami np. w postaci zawiesin, także i one opadają na dno naczynia reakcyjnego albo gromadzą się w jakimkolwiek innym miejscu i dlatego stracone są dla dalszego przebiegu reakcji. Tego rodzaju miejscowe zgrubienia prowa-

dzą też łatwo do tworzenia koksu albo innych niedogodności i muszą być dlatego usuwane w sposób połączony z trudnościami, np. przez zawory do odszlamowania, rury zanurzone i t. p. urządzenia. Używano już wprowadzie wirujących płyt, które zanurzały się w cieczy przerabiane, jednakże następowało przytem przemieszanie niewystarczające, gdyż wywołano wprowadzie ruchy w pewnych warstwach cieczy, lecz zasadniczych zmian nie osiągnęto. Poza tem przy dotychczas ogólnie używanych aparatach do wykręcania nie osiąga się szybkiego i ścisłego przemieszania nowo dopływającego materiału z częścią wy-czerpaną, tak że w jednej części masy

reagującej następuje nagromadzenie części ciekłych, skłonnych do tworzenia asfaltu i koksu.

Stwierdzono, że można z korzyścią pracować w ten sposób, że materiał do przetwarzania porusza się tak, że nie powstają żadne szkodliwe, miejscowe zgrubienia, przy równocześnie dobrem rozdzielaniu gazu uwodorniającego w produkcie przetwarzanym i celowo przy tałem doprowadzaniu i odprowadzaniu wszystkich ciał uczestniczących w reakcji.

Specjalna zaleta tego sposobu pracy polega na tem, że pomija się kłopotliwe usuwanie gęstych składników dlatego, że miesza się je stale i zupełnie z lżejszymi częściami i na nowo wprowadza do reakcji. Przez to samo powiększa się skuteczne stykanie pomiędzy produktami wysokowrzącymi i gazem uwodorniającym. Dalej sposób ten nadaje się znakomicie do używania katalizatorów przy pracy w fazie ciekłej, ponieważ wprowadza się je stale w ścisłą styczność z materiałem obrabiającym, przyczem nie mogą one osiadać z produktami zgęszczonemi na dnie i na ścianach naczynia reakcyjnego.

Najlepiej przeprowadza się ten sposób w piecach pionowo stojących i pracuje przy zwiększonym ciśnieniu, nieco wyższym aniżeli 30 atm.

Poruszanie produktów ciekłych, które ma powstrzymać tworzenie szkodliwych miejscowych zgrubień, spowodowane jest np. przez to, że gaz uwodorniający wprowadza się do ciekłej masy przez liczne małe otwory, jak przewiercone płyty lub sita, które nagromadzone są jedne na drugich w kilku warstwach, albo przez jedną lub więcej jako przetryskiwacze w kształcie dysz wobec dużego nadciśnienia, co powoduje stałe unoszenie i wirowanie cieczy, przyczem zachodzi dokładne przemieszanie z najdrobniejszymi bańkami gazu. Zamiast użycia dużego nadciśnienia można intensywnie mieszać, przyczem mieszało

może być zaopatrzone w otwory albo w dysze, służące do doprowadzania gazu uwodorniającego. Można także wstrzymać tworzenie się w ciekłych produktach szkodliwych miejscowych zgrubień przez to, że ciekłe ciała reagujące krążą w stanie gorącym. Krążenie to może być wywołane przez specjalne środki mechaniczne w obrębie pieca reakcyjnego, lub też w ten sposób, że ciała nikłe wyprowadza się z pieca i znów sprowadza, przyczem należy pamiętać o tem, żeby nie nastąpiło ochłodzenie, gdyż ono mogłoby spowodować szkodliwe miejscowe wydzielenie lub zgrubienie. Ruch okrężny może być spowodowany przez pompy różnego rodzaju, jak pompy tłokowe, pompy bezzaworowe, pompy zębate, pompy odśrodkowe i t. d. Ten sposób pracy pozwala spotęgować szybkość prądu. Można także wytworzyć równocześnie więcej krążeń cieczy. Niekiedy jest wskazane otrzymać gorący obieg gazu, tak jak opisano w patencie Nr 10743. W razie stosowania katalizatorów można je wprowadzać razem z ruchomą gorącą cieczą np. w stanie dobrze rozdrobnionym lub koloidalnym. Odpowiedniemi katalizatorami są molibden i wolfram oraz ich związki, a poza tem katalizatory wymienione w patentach Nr 8345 i 8802.

Z aparatów, w których reakcja przebiega, produkty reakcji wyprowadza się razem z gazem uwodorniającym pod postacią pary. Po przeprowadzonej kondensacji wartościowych, łatwo ulegających stężeniu węglowodorów i t. p., wprowadza się gazy i pary niestężone zpowrotem do aparatów, w których reakcja przebiega. Przy tym sposobie pracy staje się zbędnem usuwanie produktów reakcji w stanie ciekłym z aparatów, lecz można także razem z parami odprowadzać i ciekłe produkty, np. zapomocą lewara, z aparatu, w którym reakcja przebiega, lub same ciekłe ciała usuwać w odpowiednich miej-

scach podczas procesu. Ciekłe produkty odciągnięte przerabia się dalej na smary lub na inne wysokowartościowe wytwory.

Można także ciekłe produkty poruszać zapomocą drągów, skrobaków lub łopat i t. p. narzędzi w ten sposób, że następuje zupełne przemieszanie całej masy reagującej. Tutaj celowo jest dbać o to, żeby poddawane reakcji produkty ciekłe nie dostały się do przestrzeni gazowej, która znajduje się powyżej powierzchni cieczy, aby uniknąć skoksowania w tej przestrzeni. Przyrząd zatem umieszcza się najlepiej tak, że znajduje się zupełnie wewnątrz cieczy. Przy tym sposobie pracy unika się także nagromadzenia zgrubień na dnie lub na jakichkolwiek miejscach wewnątrz cieczy, gdyż przez przyrząd wyciągowy np. doprowadza się produkty z dolnych części pieca prędko do góry, przy równoczesnym ścisłym przemieszaniu, gdzie niebezpieczeństwo tworzenia zgrubień jest największe. I katalizatory stosowane nie mogą się przy tym sposobie pracy nigdzie gromadzić.

Dalsza wartościowa metoda służąca do wykonywania, polega na tem, że obrabiane produkty przeprowadza się z dużą szybkością przez sferę reakcji. Przy tym sposobie można pracować stosując lub bez zastosowania wyżej wymienionego krążenia gorących produktów ciekłych, wyprowadzając i wprowadzając je do pieca.

Odpowiedni podział gazu uwodorniającego w cieczy można przy tej metodzie przeprowadzić np. przez użycie mas porowatych, przez które gazy wprowadza się do przerabianych ciekłych produktów, albo przez wprowadzanie gazów uwodorniających pod miernym nadciśnieniem przez dysze lub liczne otwory, mieszając równocześnie i t. d., przyczem zbędne jest wysokie nadciśnienie, o ile porusza się odpowiednio wprowadzane gazy.

Można również przeprowadzać równocześnie powstające wyżej wrzące produk-

ty w postaci par przez działanie katalizatorów w wytwory o niższym punkcie wrzenia. Wyżej wymienione katalizatory wchodzi i tutaj w rachubę.

Jako produkty wyjściowe wchodzi w rachubę gatunki węgla w postaci zawieszin smoły i oleje mineralne i inne ciała zawierające żywicę lub smołę zimną, również ich produkty destylacji, ekstrakcji, przemiany i t. d. Przy materiałach wyjściowych w stanie stałym, jak np. przy gatunkach węgla i t. d., zaleca się przeprowadzić je najpierw zapomocą ekstrakcji lub uwodornienia pod ciśnieniem w produkty ciekłe, a następnie przerabiać podług niniejszego sposobu.

Kilka przykładów wykonania sposobu przedstawiają rysunki.

Według fig. 1 wprowadza się u góry przy *a* produkty, mające być przerabiane, np. smołę z węgla brunatnego, podczas gdy gaz uwodorniający wchodzi na dole przez dysze *b*, które celowo stosuje się w dużej ilości. Ciecz reagująca wypełnia przestrzeń *e*, w której się reakcja odbywa, aż do powierzchni *f*, prowadzi się ją w górę zapomocą pompy zębatej *c* w rurze nasadowej *d*, przyczem powstaje krążenie w kierunku strzałek. Szybkość krążenia wewnętrznego reguluje pompa zębata. Produkty końcowe uchodzą w postaci pary przy *g* razem z wodorem.

Według fig. 2 wprowadza się produkty mające być przerabiane przy *a* i gaz uwodorniający przez płytę porowatą *b'*. W piecu umocowane jest mieszadło *c'*. Gorącą ciekłą masę przepompowuje się przy współdziałaniu pompy *d'*, będącej poza przestrzenią reakcji, a pracującej w zwykłej temperaturze, do komory zaworowej *d'*, utrzymywanej w temperaturze reakcji. Naturalnie można to krążenie na gorąco prowadzić także w kierunku odwrotnym.

Lecz są też i inne możliwości dla wytworzenia krążenia, np. użycie dwóch ślimaków, które umieszczone są w piecu o

poziomie wagowym podług fig. 3 poniżej powierzchni cieczy i poruszają masę przeciw sobie, tak że powstają dwa obiegi wewnętrzne, których kierunek zaznaczają strzałki. Można także używać kolb z zaworami, które porusza się prędko w jednym kierunku, przyczem produkt ciekły dostaje się zapomocą rur nasadowych i t. p. do wyższych części pieca.

Przeprowadzenie sposobu zapomocą bagrów uwidocznia fig. 4. Przyrząd do bagrowania znajduje się poniżej powierzchni cieczy. Gaz uwodorniający wprowadza się przy *a*, a produkty reakcji w stanie pary odprowadza się przy *b*. Dopływ cieczy wykonuje się przy *c*.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania wartościowych węglowodorów z zawiesin węgla, smoły, olejów mineralnych i podobnych materiałów przez traktowanie w fazie płynnej wodorem lub gazami, zawierającymi wodór, w temperaturze podwyższonej i zwiększonym ciśnieniu w niektórych przypadkach w obecności mas kontaktowych, znamieny tem, że przy równoczesnym dobrym rozdzieleniu gazów uwodorniających w produkcie mającym być uwodornionym, ten ostatni jest tak poruszany, że nie zachodzą żadne miejscowe zgrubienia, przyczem ma miejsce ciągłe doprowadzanie i odprowadzanie wszystkich substancyj biorących udział w reakcji.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że gaz uwodorniający wprowadza się przez liczne małe otwory lub dysze przy dużym nadciśnieniu, względnie przy równoczesnym silnym mieszaniu.

3. Sposób według zastrz. 1—2, zna-

mienny tem, że produkt mający być uwodorniony wprowadza się do krążenia na gorąco.

4. Sposób według zastrz. 1—3, znamieny tem, że produkty mające być przetwarzane przeprowadza się z dużą szybkością prądu przez sferę reakcji.

5. Sposób według zastrz. 1—3, znamieny tem, że produkty mające być przetwarzane wprowadza się w ruch zapomocą drągów, skrobaczy, łopat i t. p. narzędzi w ten sposób, że następuje zupełne zmieszanie całej masy reagującej, przyczem ciekłe produkty poddane reakcji nie dostają się do przestrzeni gazów, znajdującej się ponad cieczą.

6. Sposób według zastrz. 1—5, znamieny tem, że w czasie przeróbki odciąga się produkty ciekłe z urządzenia i przetabia na smary i inne wysokowartościowe produkty.

7. Sposób według zastrz. 1—5, znamieny tem, że tylko produkty w postaci gazu lub pary wyprowadza się z instalacji.

8. Sposób według zastrz. 1—7, znamieny tem, że otrzymane produkty w stanie pary traktuje się w dalszym ciągu w obecności wodoru katalizatorami.

9. Sposób według zastrz. 1—8, znamieny tem, że przy użyciu ciał wyjściowych w stanie stałym przeprowadza się je przed przerobieniem zapomocą ekstrakcji, uwodorniania pod ciśnieniem lub destylacji w produkty ciekłe.

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

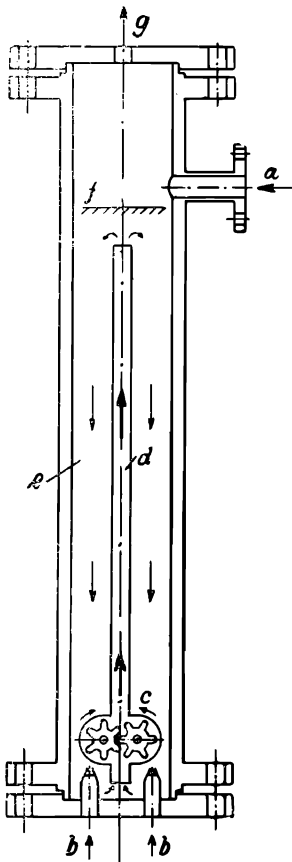


Fig. 1

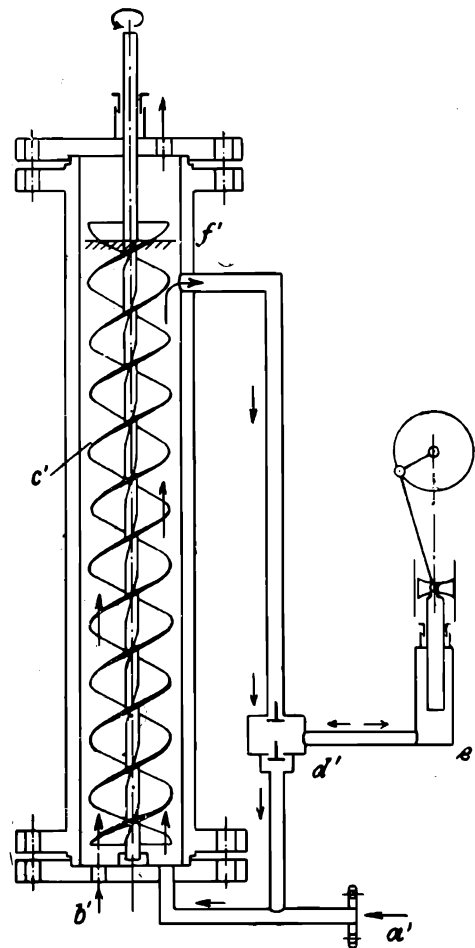


Fig. 2

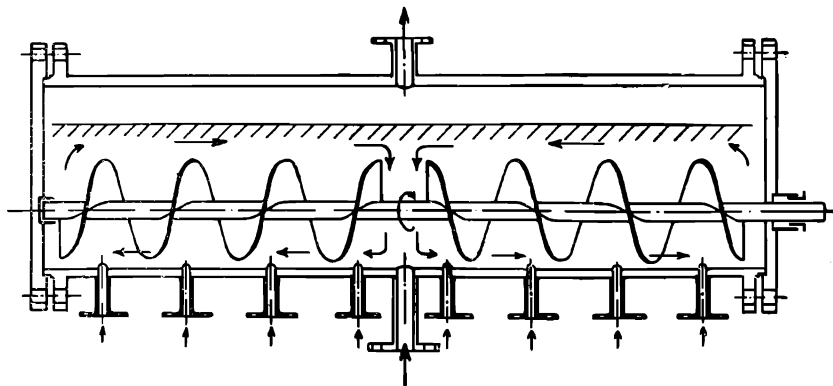


Fig. 3

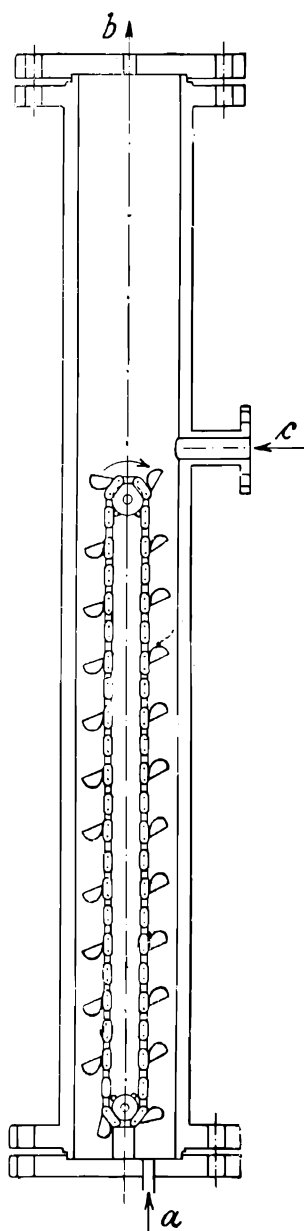


Fig. 4