

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

Eg. 1111 377
145268

Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 84 11 12 /P.250398/

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 86 05 20

Opis patentowy opublikowano: 88 12 31

Int. Cl.⁴
C10C 1/18

Twórcy wynalazku: Jacek Kwiatkowski, Zygmunt Lisicki, Wiesław
Majewski, Andrzej Dunalewicz, Jerzy Polaczek

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

SPOSÓB USUWANIA OSADÓW ZE SMÓŁ WĘGLOWYCH

Przedmiotem wynalazku jest sposób usuwania osadów ze smół węglowych. Smoła węglowa obok licznych związków organicznych, głównie aromatycznych, zawiera także wodę i substancje stałe takie jak pył węglowy, pył koksowy, sadze i związki nieorganiczne. Lepkość smoły jest duża, nawet w podwyższonej temperaturze. Znaczna lepkość i stosunkowo duża gęstość powoduje, że wydzielenie stałych osadów ze smoły jest utrudnione.

Smoła jest dość dobrze rozpuszczalna w mieszaninach węglowodorów aromatycznych, zwłaszcza cięższych, jak olej antracenowy. Rozpuszczalność smoły w węglowodorach parafinowych w normalnych warunkach jest mała. Znane są sposoby obniżenia lepkości smoły przez rozcieńczenie jej rozpuszczalnikami, głównie aromatycznymi lub mieszaninami węglowodorów aromatycznych z węglowodorami parafinowymi, zawierającymi powyżej pięciu cząstek węgla w łańcuchu o przeważającym udziale węglowodorów aromatycznych. Jednak aby uzyskać widoczny efekt zmniejszenia lepkości i pełną rozpuszczalność składników organicznych należy stosować znaczne ilości rozpuszczalnika, co wiąże się z dużym zużyciem energii w operacji regeneracji rozpuszczalnika.

Znane są sposoby oddzielania substancji stałych ze smół przez zmieszanie smoły z olejem antracenowym.

Osady oddzielane są z roztworu przez odstawanie. Dodatek mieszaniny węglowodorów aromatycznych i parafinowych jako rozpuszczalnika do smoły zastosowano w rozwiązaniu według patentu nr 115319. Osady stałe wydzielane są przez odstawanie z powstałego roztworu. W opisie patentowym nr 111205 zastosowano mieszaninę hydroaromatów i lekkich alkoholi jako rozcieńczalnika do smoły.

Znane są również sposoby, gdzie jako rozcieńczalnik zastosowano benzol koksochemiczny. Rozcieńczona smoła może być filtrowana lub wydzielenie osadów zachodzi przez odstawanie. We wszystkich znanych sposobach smoła rozcieńczona jest rozpuszczalnikami w podwyższonej temperaturze, ale poniżej krytycznej stosowanego rozpuszczalnika.

Nieoczekiwanie okazało się, że rozpuszczanie w smole niewielkich ilości rozpuszczalnika zawierającego węglowodory parafinowe i/lub olefinowe o ilości węgla w cząsteczce od C_1 do C_5 w ilości 0,5–20% wagowych w przeliczeniu na oczyszczoną smołę w temperaturze powyżej temperatury krytycznej stosowanego rozpuszczalnika i pod ciśnieniem powyżej 0,5 MPa powoduje, że lepkość i gęstość powstałego roztworu jest znacznie mniejsza niż wyjściowej smoły i procesy oddzielania osadów zachodzą szybko. Korzystne jest, aby ilość dodawanego do smoły rozpuszczalnika była taka, aby objętość powstającej po nasyceniu smoły rozpuszczalnikiem trzeciej fazy /fazy rozpuszczonej smoły w rozpuszczalniku/ była jak najmniejsza i nie przekraczała 5% łącznej objętości fazy osadów stałych i fazy smoły z rozpuszczonym w niej rozpuszczalnikiem.

Początkowo rozpuszczalnik nadkrytyczny rozpuszcza się w smole węglowej powodując znaczne obniżenie jej lepkości i gęstości. Następnie roztwór smoły i rozpuszczalnika nadkrytycznego osiąga stan nasycenia w danej temperaturze i pod danym ciśnieniem. Dalsze podawanie rozpuszczalnika powoduje powstawanie nowej fazy zawierającej nadmiar rozpuszczalnika oraz niżej wrzące składniki smoły. Objętość tej fazy rośnie ze wzrostem ilości podawanego rozpuszczalnika przy czym równocześnie rośnie lepkość fazy smołowej. Dlatego wskazane jest, aby nadmiar rozpuszczalnika był jak najmniejszy. Po usunięciu z tak powstałego roztworu osadów, jednym ze znanych sposobów np. przez filtrowanie, odstawanie, wirowanie, rozpuszczalnik wydzielany jest z tego roztworu przez ochłodzenie lub podgrzanie i rozprężenie. Możliwe jest zawracanie wydzielonego rozpuszczalnika ponownie do operacji nasycania smoły po uprzednim podgrzaniu lub ochłodzeniu i sprężaniu odpowiednio do temperatury i ciśnienia, w którym prowadzona jest operacja nasycenia. Sposób według wynalazku ilustrują następujące przykłady.

P r z y k ł a d I. Koksowniczą smołę węglową o zawartości popiołu 0,2% wagowych z osadów 2% wagowych umieszczono w autoklawie ciśnieniowym w ilości 970g. Autoklaw zaopatrzony był w manometr, grzanie oporowe, zagrzewacz, chłodnicę i zawór rozprężający. Smołę ogrzano do temperatury 460 K i następnie podawano do autoklawu pompą przez ogrzewacz, frakcję węglowodorów C_1 – C_5 w ilości około 48 Ndc³ zawierającą 1,1% wagowych etanu, 14,8% wagowych propanu, 48,1% wagowych propylenu, 19,0% wagowych butanu, 17,0% wagowych butylenów. Po uzyskaniu w autoklawie ciśnienia 15 MPa roztwór smoły przetłoczono do drugiego autoklawu przez ciśnieniowy filtr. Następnie roztwór zgromadzony w drugim autoklawie ochłodzono do temperatury 373 K i odprowadzono gaz przez gazomierz. Objętość gazu wynosiła 48 Ndc³. Na filtrze osadziło się 40 g osadu. W drugim autoklawie powstało 925 g smoły. Zawartość w niej popiołu wynosiła 0,01% wagowych, a zawartość osadów 0,01% wagowych.

P r z y k ł a d II. Wapaturze i warunkach jak w przykładzie I przefiltrowano 950g smoły o zawartości popiołu 0,5% wagowych uzyskanej z piroliny węgla brunatnego. Stosowano rozpuszczalnik o składzie jak w przykładzie I w ilości około 68 Ndc³. Uzyskano 58g osadu. Ilość gazu wydzielonego po rozprężeniu wynosiła 68 Ndc³. Masa oczyszczonej smoły wynosiła 885g, a zawartość w niej popiołu 0,02% wagowych.

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

1. Sposób usuwania osadów ze smół węglowych polegający na rozcieńczeniu smoły rozpuszczalnikiem organicznym, a następnie oddzieleniu osadów przez filtrację, odstawanie, wirowanie lub inną znaną metodę, z n a m i e n n y t y m, że jako rozpuszczalnik organiczny stosuje się węglowodory parafinowe i/lub olefinowe o ilości węgla w cząsteczce od C_1 do C_5 w ilości 0,5 – 20% wagowych w temperaturze powyżej temperatury krytycznej rozpuszczalnika i pod ciśnieniem powyżej 0,5 MPa.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że rozpuszczalnik dodaje się w ilości takiej, aby objętość fazy smoły rozpuszczonej w rozpuszczalniku nie przekraczała 5% łącznej objętości fazy osadów stałych i fazy smoły z rozpuszczonym w niej rozpuszczalnikiem.