



Patent dodatkowy
do patentu nr

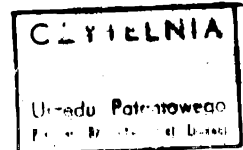
Zgłoszono: 06.05.80 (P. 224045)

Pierwszeństwo: 07.05.79 Stany Zjednoczone
Ameryki

Zgłoszenie ogłoszono: 13.02.81

Opis patentowy opublikowano: 20.02.1984

Int. Cl.⁸
B01D 37/00



Twórcy wynalazku: Norman L. Carr, Edgar L. McGinnis

Uprawniony z patentu: Gulf Research and Development Company,
Pittsburgh (Stany Zjednoczone Ameryki)

Sposób filtracji zawiesiny upłynnionego węgla

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób filtracji zawiesiny upłynnionego węgla.

Opracowano dotychczas szereg rozpuszczalnikowych procesów wytwarzania zarówno ciekłych, jak i stałych, zdemineralizowanych paliw węglowodorowych z węgla. Jeden z takich sposobów znany jest jako proces rozpuszczalnikowej rafinacji węgla (Solvent Refined Coal — SRC). Proces SRC jest rozpuszczalnikowym sposobem wytwarzania rozpuszczonych ciekłych i stałych paliw węglowodorowych z węgla.

Zgodnie z tym sposobem rozkruszony surowiec węglowy przeprowadza się w zawiesinę w rozpuszczalniku, po czym obejmuje on zawracanie frakcji ciekłej, zawierającej związki hydro-aromatyczne i przepuszczanie tej zawiesiny wraz z wodorem przez strefę wstępnego ogrzewania w podwyższonej temperaturze i pod podwyższonym ciśnieniem, w celu rozpuszczenia paliwa węglowodorowego z minerałów węglowych oraz w celu zabezpieczenia przed ponowną polimeryzacją rozpuszczonych węglowodorów przez przeniesienie wodoru z rozpuszczalnika hydro-aromatycznego do rozpuszczonego materiału wodorowęglowego.

Uzyskaną zawiesinę wprowadza się następnie do drugiej, egzotermicznej strefy rozpuszczania, w której przebiegają reakcje uwodornienia i hydrokrakowania.

W strefie rozpuszczania powstają związki hydro-aromatyczne, a frakcję, zawierającą te zwią-

2

zki, wydziela się ze strumienia zawiesiny, opuszczającego strefę rozpuszczania i zawraca się. Pozostałość strumienia zawiesiny ze strefy rozpuszczania zawiera cząstki minerałów węglowych i nierozpuszczony węgiel, zawieszony w normalnie ciekłym i normalnie stałym, upłynnionym węglu, tj. w upłynnionym węglu, który jest stały w temperaturze pokojowej.

Zawieszane cząstki są bardzo małe, przy czym niektóre z nich mają wymiar poniżej mikrometra, a większość lub prawie wszystkie mają średnicę mniejszą niż 10—20 mikrometra. Ze względu na mały wymiar tych cząstek ich sączenie lub, inaczej mówiąc, usuwanie z upłynnionego węgla jest bardzo trudne.

W opisach patentowych Stanów Zjednoczonych Nr 4 102 774 i 4 124 485 twórcy niniejszego wynalazku przedstawili obróbkę alkoholem strumienia zawiesiny z procesu upłynniania węgla, takiego jak proces SRC, w celu zaglomerowania lub wplynięcia w inny sposób na zawieszono lub zdyspergowane cząstki mineralne, w celu zwiększenia prędkości filtracji zawiesiny.

Obecnie stwierdzono, że niektóre polimery, a w tym kopolimery alkilometakrylanowe lub polialkilometakrylanowe, takie jak kopolimer etylenowopropylenowy metakrylanu, kopolimer octanu winylu i etylenu oraz poliizobutylen zwiększają prędkość filtracji zawiesin upłynnionego węgla. Dla niniejszego zgłoszenia specyficzny jest kopo-

limer izobutyfenu, podczas gdy kopolimer etylenowopropylenowy metakrylanu i kopolimer octanu winylu z etylenem są specyficznymi kopolimerami odpowiednio w równoległych zgłoszeniach. Te polimeryczne materiały skutecznie zwiększają 5 prędkość filtracji, gdy wprowadza się je bezpośrednio do zawiesiny upłynnionego węgla i homogenicznie w niej dyspergują w stężeniu, które zwiększa później prędkość filtracji.

W celu zmniejszenia lepkości korzystne jest 10 wcześniejsze rozpuszczenie polimeru w lekkim oleju.

Ponadto, nieoczekiwanie stwierdzono, że polimery te są tak samo lub nawet bardziej efektywne, 15 gdy zdysperguje się je lub rozpuści w oleju węglowym lub naftowym, w którym są rozpuszczalne, w celu zmniejszenia ich lepkości, a następnie przepuści się przez placek pomocniczego materiału filtracyjnego przed filtracją przez zawiesziny upłynnionego węgla.

Polepszenie prędkości filtracji przez obróbkę 20 placka materiału filtracyjnego jest szczególnie wyraźne w świetle odkrycia, że polimer nie ulega nieodwracalnej adsorpcji na tym filtrze pomocniczym w wyniku takiej obróbki wstępnej.

Zaletą tego wynalazku jest zatem możliwość 25 całkowitego w zasadzie wydzielenia polimeru lub odzyskanie go w ilości co najmniej przekraczającej 70, 80 a nawet 90% wagowych. Ekonomiczne wykorzystanie polimeru uzyskuje się jedynie w przypadku wstępnej obróbki placka sposobem według wynalazku, gdyż dodanie polimeru do samej zawiesiny węglowej prowadzi do jego strat w ciekłym filtracie węglowym.

I tak korzystniejsza jest jednak strata polimeru 30 poprzez adhezję do pomocniczego materiału filtracyjnego, gdzie nie może on wpływać na wartość opalową filtratu węglowego.

Fakt, że polimery te w istotny sposób poprawiają prędkość filtracji przez proste wykorzystanie 35 ich do przemywania wstępnego placka filtracyjnego oraz że na placku filtracyjnym nie pozostają większe ilości polimeru świadczy o tym, że polimery te wpływają na powierzchnię cząstek materiału na drodze fizycznej, a nie w sposób chemiczny.

Ponieważ sam polimer jest względnie lepki, 40 rozpuszcza się go w lekkim oleju, w celu uzyskania dającego się wylewać roztworu, który przepływa przez stałe cząstki pomocniczego materiału filtracyjnego.

Cząstki oleju pozostające na pomocniczym materiale filtracyjnym rozpuszczają się później w 45 ciekłym produkcie węglowym podczas filtracji. Filtrację przeprowadza się bezpośrednio po przemywaniu polimerem, lecz odstęp czasu pomiędzy tymi operacjami nie wpływa ujemnie. Przemywanie polimerem nie daje widzialnego efektu na wstępnie pokrytym placku filtracyjnym i prawdopodobnie wpływa on na powierzchnię międzyfazową pomiędzy osadzonymi cząstkami węgla i cząstkami pomocniczego materiału filtracyjnego w późniejszej filtracji.

Wstępna obróbka polimerem chroni zapewne lub 50 zmniejsza adhezję pomiędzy stałymi cząstkami wę-

gla i stałymi cząstkami materiału. Taki efekt jest 5 wyraźnie odmienny od widocznej aglomeracji zdyspergowanych cząstek stałych, jaka zachodzi w wyniku zastosowania alkoholu według wymienionych opisów patentowych. Ze względu na wyraźnie fizyczny, a nie chemiczny charakter tego efektu, do praktyczniej realizacji sposobu według wynalazku można stosować dowolny stały pomocniczy materiał filtracyjny.

10 Przykładami takich typowych pomocniczych materiałów filtracyjnych są: ziemia okrzemkowa, celuloza, azbest i wata żułłowa.

Stwierdzono ponadto, że synergistyczny wpływ 15 na prędkość filtracji osiąga się przez zastosowanie polimeru według wynalazku wraz z alkoholem opisanym w opisach patentowych Stanów Zjednoczonych Nr 4102 774 i 4124 485, które załącza się tu na zasadzie odsyłacza literaturowego.

20 W celu osiągnięcia takiego synergistycznego efektu, polimer można wprowadzać bezpośrednio do zawiesiny upłynnionego węgla wraz z alkoholem, lub polimer w olejowym roztworze można stosować do przemycia wstępnego placka z pomocniczego materiału, a wówczas tylko alkohol dodaje się bezpośrednio do zawiesiny upłynnionego węgla. Odkrycie tego synergistycznego efektu silnie 25 wskazuje na fakt, że polimer i alkohol spełniają niepodobne funkcje w układzie filtracyjnym.

30 Polimer według wynalazku można dodawać do zawiesiny upłynnionego węgla w dowolnej ilości, która zapewnia poprawę prędkości filtracji zawiesiny. Ogólnie, efektywna ilość polimeru w zawieszynie upłynnionego węgla wynosi 0,01—0,05 do 2% wagowych.

35 W szczególności ilość ta wynosi 0,1—0,25 do 1—1,5% wagowych. Polimer według wynalazku lub jego roztwór w oleju można dodawać do zawiesiny upłynnionego węgla nawet jeśli roztwór polimeru w oleju stosuje się również do przemycia wstępnego placka z pomocniczego materiału filtracyjnego.

40 Polimer można dodawać do zawiesiny upłynnionego węgla bezpośrednio lub wprowadzać go jako roztwór w oleju węglowym lub naftowym pozbawionym w zasadzie części stałych. Jeśli polimer stosuje się do wstępnej obróbki placka filtracyjnego, jego lepkość powinna być zmniejszona i dlatego przepuszcza się go przez placek 45 filtracyjny materiału pomocniczego w roztworze z olejem węglowodorowym. Roztwory polimeru w węglowodorowym oleju węglowym lub naftowym zawierają na ogół 0,1—7% wagowych polimeru, a w szczególności 0,5—2,5% wagowych polimeru.

50 W celu osiągnięcia wymienionego powyżej efektu synergistycznego można zastosować pierwszorzędowe, drugorzędowe lub trzeciorzędowe alkohole alifatyczne o 2—10 atomach węgla. Wprawdzie efektywne może być również zastosowanie alkoholi o dłuższych łańcuchach alifatycznych, jednak są one droższe i niepotrzebnie zwiększa to koszt 55 operacji.

Szczególnie efektywnymi alkoholami są alkohol izopropylowy oraz normalny, drugorzędowy i trzeciorzędowy butanol. Można stosować jeden lub 60 więcej alkoholi. Zawartość alkoholu w upłynnio-

nym węgla wynosi 0,05—15% wagowych. Alkohol działa skutecznie w stężeniach 0,1—15% wagowych albo 0,5—1,0 do 6% wagowych.

Stosowany alkohol nie spełnia jakiegokolwiek istotnej funkcji donora wodoru lub solwatacji węgla. Jeśli np. butanol jest zalecanym alkoholem dla celów filtracji, to nie jest on efektywnym alkoholem do celów solwatacji węgla. Zgodnie z niniejszym wynalazkiem alkohol dodaje się w procesie upłynniania węgla po zakończeniu etapu rozpuszczania węgla, tj. gdy co najmniej około 85—90% wagowych węgla ulegnie rozpuszczeniu. Nie ma potrzeby dodawania alkoholu zanim nie zakończy się rozpuszczanie i uwodornienie węgla.

Ponadto, alkohol w tym procesie nie wpływa w żadnej istotnej mierze na stosunek wodoru do węgla w upłynnionym węglu. Dlatego też większość alkoholu nie ulega zużyciu według niniejszego sposobu, ani też nie występuje znaczniejsza jego konwersja do jakiegokolwiek innej substancji, takiej jak keton, wskutek przeniesienia wodoru. Aby alkohol nie spełniał funkcji donora wodoru, upłynniony węgiel, do którego dodaje się alkohol, zawiera znaczną ilość wprowadzonych uprzednio odmiennych substancji, będących donorami wodoru, takich jak substancje hydroaromatyczne, jak np. tetralina i jej homologi, dodawane w ilości 2, 3 lub 5% wagowych. Materiał hydroaromatyczny chroni alkohol i dlatego w większości można go zwracać bez obróbki wodorem.

Ponieważ specyfika działania alkoholu ukierunkowana jest na usuwanie części stałych, to nie jest potrzebne wcześniejsze usuwanie części stałych z węgla i alkohol można wprowadzać do zawiesiny upłynnionego węgla, zawierającej na ogół co najmniej 3—4% wagowe części mineralnych.

Alkohol nie wymaga zastosowania zasady w celu realizacji przypisanej mu funkcji, tak jak miałyby to miejsce w przypadku poprawiania efektu działania alkoholu, stosowanego jako donor wodoru.

Zgodnie z niniejszym wynalazkiem alkohol działa w fazie ciekłej i dlatego można go stosować do rozdzielania części stałych i cieczy w temperaturze niższej od jego temperatury krytycznej.

Temperatura upłynnionego węgla powinna być podwyższona przed dodaniem alkoholu i powinna wynosić na ogół 38—371°C, korzystnie 66—316°C, a najkorzystniej 204—288°C. Po dodaniu alkoholu mieszaninę węglową należy wymieszać w celu utworzenia homogenicznej mieszaniny w obrębie fazy ciekłej. Po dodaniu alkoholu i przed usunięciem części stałych roztwór węglowy można pozostawić w temperaturze mieszania na okres na ogół 30 sekund do 3 godzin, korzystnie 1 minuty do 1 godziny lub 2—5 minut do 30 minut.

Dodatkowy korzystny efekt można osiągnąć, gdy dodawany alkohol zmiesza się z lekkim olejem. Jako lekki olej można stosować lekką frakcję upłynnionego węgla, pozbawioną w zasadzie części stałych, które usunięto przez filtrację lub innymi metodami, taką jak frakcja lekkiego oleju procesowego o zakresie wrzenia pokrywającym temperaturę wrzenia alkoholu. Mieszanę można wydzielić jako pojedynczą frakcję lub lekki olej

i alkohol można wydzielać oddzielnie, a następnie mieszać w pożądanym stosunku. Stosowanie mieszanek alkohol-olej daje bardziej korzystny efekt w czasie filtracji części stałych z upłynnionego węgla niż sam alkohol.

Korzyść wynikająca z dodawania samego alkoholu zmniejsza się wraz ze zwiększeniem ilości dodawanego alkoholu poza pewną wartość krytyczną. Większe ilości alkoholu można natomiast stosować z pożytkiem, wykorzystując mieszanę alkoholu i lekkiego oleju. Ponieważ alkohol zawraca się, to stosowaniu większej jego ilości towarzyszy niewielki wzrost kosztów operacyjnych. Występujący w ciekłych produktach węglowych fenol wpływa ujemnie na wydzielanie części stałych i wyraźnie działa jako ośrodek dyspergujący.

W celu uniknięcia zawracania fenolu, temperatura wrzenia lekkiej frakcji olejowej powinna być niższa od temperatury wrzenia fenolu, tj. 181°C. Można np. stosować frakcję upłynnionego węgla o temperaturze wrzenia nie wyższej niż 169°C. Zakres wrzenia frakcji upłynnionego węgla nie musi pokrywać zakresów wrzenia recykulowanego rozpuszczalnika procesowego.

Takie górne ograniczenie temperatury nie obowiązuje, jeśli lekki olej nie jest upłynnionym węglem i dlatego nie zawiera fenoli. Jeśli np. jako lekki olej stosuje się frakcję naftową, to można wykorzystywać lekką, średnią lub ciężką naftę o temperaturze wrzenia nie przekraczającej 260°C.

Zawartość alkoholu we frakcji lekkiego oleju może wynosić na ogół 1—75% wagowych, a korzystnie 10—25% wagowych. Pozbawioną części stałych mieszanę lekki olej—alkohol dodaje się do upłynnionego węgla, zawierającego części stałe w ilości na ogół 1—50% wagowych, korzystnie 1—15% wagowych, a najkorzystniej 2—5% wagowych.

Według wariantu sposobu postępowania alkohol można dodawać do gorącej, nieprzefiltrowanej zawiesiny rozpuszczonego węgla i mieszać ją oraz pozostawić do starzenia. Następnie przepuszcza się ją przez filtr, zawierający ziemię okrzemkową, który uprzednio przemyto roztworem polimeru w lekkim oleju.

Zawierający alkohol filtrat, który pozbawiony jest w zasadzie polimeru, poddaje się następnie frakcjonowaniu w celu wydzielenia niskowrzącej frakcji, zawierającej co najmniej część alkoholu. Frakcję tę zawraca się i miesza z zawiesiną podawaną na filtr wraz z alkoholem, doprowadzanym w niezbędnej ilości uzupełniającej. Taki sposób postępowania zapewnia osiągnięcie synergistycznego wpływu polimeru i alkoholu na prędkość filtracji i jednocześnie zapewnia maksymalną oszczędność w zużyciu polimeru i alkoholu.

Dane uzyskane z testów filtracji, przeprowadzonych w celu ilustracji niniejszego wynalazku, interpretowano zgodnie z następującym, dobrze znanym modelem matematycznym filtracji: $(T/W) = kW + C$, w którym T — czas filtracji w minutach, W — masa filtratu zebranego w czasie T w gramach, k — parametr opornościowy płacka filtracyjnego w minutach na gram², C — parametr opornościowy wstępnie pokrytego pomo-

czniczego materiału filtracyjnego w minutach na gram i (T/W) — (prędkość)⁻¹.

W opisanych poniżej testach filtracji ilość wydzielonego filtratu W rejestrowano automatycznie w funkcji czasu T. W i T reprezentują podstawowe dane, uzyskane w tych testach.

Na stałym poziomie, dla uzyskania pomiarów porównawczych, utrzymywano następujące zmienne: temperatura, spadek ciśnienia na filtrze, rodzaj wstępnego placka z pomocniczego materiału filtracyjnego i jego grubość oraz sposób nakładania i powierzchnia przekroju poprzecznego filtra.

Wartości W w funkcji T poddawano obróbce, zgodnie z powyższym modelem matematycznym, jak to zilustrowano na fig. 1 i 2.

Na figurze 1 i 2 przedstawiono po cztery krzywe, z których każda reprezentuje oddzielne serie testów filtracyjnych. Na osiach pionowych na tych rysunkach odłożono wartość T/W, która jest odwrotnością prędkości filtracji. Nachylenie każdej krzywej wynosi k, a odcięta przecięcia każdej krzywej z osią pionową wynosi C.

Na rys. figura 1 krzywa I przedstawia przebieg filtracji zawiesiny upłynnionego węgla bez obróbki placka z pomocniczego materiału filtracyjnego, krzywa II przedstawia przebieg filtracji zawiesiny upłynnionego węgla jedynie z obróbką placka z pomocniczego materiału filtracyjnego kopolimerem metakrylanu w lekkim oleju naftowym, krzywa III przedstawia przebieg filtracji zawiesiny upłynnionego węgla z obróbką placka z pomocniczego materiału filtracyjnego kopolimerem metakrylanu w lekkim oleju węglowym, krzywa IV przedstawia przebieg filtracji zawiesiny upłynnionego węgla zawierający dodatek mieszanki lekkiego oleju — izopropanol z obróbką placka z pomocniczego materiału filtracyjnego kopolimerem metakrylanu.

Na rys. figura 2 krzywa I przedstawia przebieg filtracji zawiesiny upłynnionego węgla bez obróbki placka z pomocniczego materiału filtracyjnego, krzywa II przedstawia przebieg filtracji zawiesiny upłynnionego węgla z dodatkiem mieszanki lekkiego oleju — izopropanol, krzywa III przedstawia przebieg filtracji zawiesiny upłynnionego węgla z obróbką poliizobutylenem placka z pomocniczego materiału filtracyjnego, krzywa IV przedstawia przebieg filtracji zawiesiny upłynnionego węgla z dodatkiem mieszanki lekkiego oleju — izopropanol z obróbką poliizobutylenem placka z pomocniczego materiału filtracyjnego.

W analizie każdej krzywej parametr C charakteryzuje przede wszystkim wstępny placek z pomocniczego materiału filtracyjnego, ponieważ jest odwrotnością prędkości filtracji na początku testu przed osadzeniem się znacznej ilości placka filtracyjnego na powierzchni pomocniczego materiału filtracyjnego. Z drugiej strony nachylenie k jest parametrem charakteryzującym placek filtracyjny, który osadza się podczas filtracji na pomocniczym materiale filtracyjnym i dlatego też reprezentuje on samą filtrację z wyłączeniem pomocniczego materiału filtracyjnego. Względnie małe nachylenie (względnie mała wartość k) ozna-

cza korzystnie mały opór placka filtracyjnego w trakcie filtracji.

Innymi słowy, jakiegokolwiek zmniejszenie wartości k oznacza pożądany wzrost szybkości filtracji.

Figura 1 i 2 wskazują, że krzywe reprezentujące test bazowy i test jedynie ze wstępnym plackiem z materiału filtracyjnego mają większe nachylenie (wyższe wartości k), podczas gdy krzywe reprezentujące testy z zastosowaniem dodatku alkoholu mają najmniejsze nachylenie (najmniejsza wartość k).

Interpretując to innym sposobem można stwierdzić, że choć każda krzywa wskazuje mniejszą prędkość filtracji (tj. większa wartość /prędkość⁻¹) przy końcu w porównaniu z początkiem testu, to mniejsze nachylenie krzywej wskazuje, że prędkość filtracji nie ulega znacznemu zmniejszeniu w czasie testu. Fig. 1 i 2 wskazują, że choć krzywe reprezentujące testy z zastosowaniem jedynie wstępnego placka z pomocniczego materiału filtracyjnego mają w przybliżeniu takie same nachylenie, jak krzywe reprezentujące odpowiedni test bazowy, to zmniejszenie parametru opornościowego pomocniczego materiału filtracyjnego C w przypadku testów z zastosowaniem wyłącznie obróbki polimerem, prowadziło do zwiększenia ilości filtratu po upływie 1 minuty w porównaniu z odpowiadającym testem bazowym.

Dlatego też widoczne jest, że efekt synergistyczny, wynikający z jednoczesnego stosowania wstępnego placka z pomocniczego materiału filtracyjnego i dodatku alkoholu, uzyskuje się dzięki zróżnicowanym, połączonym wpływom zmniejszenia zarówno parametru opornościowego placka filtracyjnego k oraz parametru opornościowego pomocniczego materiału filtracyjnego C.

Należy zwrócić uwagę, że każdy test filtracyjny przeprowadzono bez przemywania placka filtracyjnego rozpuszczalnikiem. Rozpuszczalnik przeznaczony jest do zmian właściwości placka filtracyjnego i dlatego mógłby wpływać na wartość k. Wiele filtrów przemysłowych działa na zasadzie ciągłego filtru obrotowego, w którym cykle o okresie trwania nie przekraczającym około 1 minuty są w sposób ciągły przemienne z cyklami przemywania, w trakcie których rozpuszczalnik przemywający rozpryskiwany jest przez placek filtracyjny w celu odmycia zaabsorbowanego upłynnionego węgla.

Dlatego też (o ile nie wskazano tego inaczej) wszystkie podane w tabelach prędkości filtracji, określone w testach według następujących przykładów, reprezentują czas filtracji w trakcie pierwszej minuty.

Do przeprowadzenia testów filtracji według następujących przykładów, w elemencie filtracyjnym umieszczono sito o wymiarze 90 mesh, pokryte warstwą ziemi okrzemkowej o grubości 1,27 cm. Średnica wewnętrzna elementu filtrującego wynosiła 1,9 cm, wysokość 3,5 cm, a powierzchnia 2,84 cm².

W celu zabezpieczenia przed deformacją sito było oparte na twardej kracie. Operację wstępnego pokrywania przeprowadzono przez przepuszczenie pod ciśnieniem 5% owej wagowo zawiesiny

materiału do wstępnego pokrycia w lekkim oleju procesowym przez sito i przy użyciu azotu pod ciśnieniem 274,6 kPa. Operację wstępnego pokrywania przeprowadzano w temperaturze zbliżonej do temperatury późniejszej filtracji.

Masa porowatego złoża materiału z wstępnego pokrywania wynosiła około 1,2 grama. Po osadzeniu materiału wstępnego pokrywania filtr przedmuchiwano w ciągu około 1 do 2 sekund azotem pod ciśnieniem około 34,3 kPa, w celu usunięcia śladów lekkiego oleju.

Lekki olej przedostawał się do pojemnika umieszczonego na wadze automatycznej. Lekki olej ważono w celu upewnienia się, że osadzono pożądaną ilość materiału do wstępnego pokrywania. Po zważeniu lekki olej usuwano. Waga połączona była z rejestratorem, wykorzystywanym później do ciągłego (okresach co 5 sekund) wydruku ilości zebranego filtratu w funkcji czasu.

Próbkę 750 g nieprzefiltrowanego oleju, bez jakiegokolwiek dodatku, wprowadzano następnie do oddzielnego autoklawu, pracującego jako zbiornik. Olej ten utrzymywano w temperaturze 38—54°C i mieszano w sposób ciągły. Mieszano za pomocą dwóch turbin o średnicy 5 cm. Prędkość wału wynosiła 200 obrotów/minutę. Filtrację rozpoczynano przez przyłożenie do autoklawu ciśnienia azotu 274,6—550 kPa. Olej z autoklawu przepuszczano przez węzownicę wstępnego grzejnika (przy czym czas przebywania regulowano zaworami), która zaopatrzona była w termopary na wlocie i wylocie, dzięki czemu dopływający do filtra olej był w jednolitej temperaturze.

Olej ze wstępnego grzejnika doprowadzano do filtra, gdzie powstał placek filtracyjny i uzyskiwano filtrat. Element filtrujący i grzejnik filtrujący również zaopatrzone były w termopary. Jak wskazano powyżej, filtrat wydzielano na wadze, a jego masę rejestrowano automatycznie w przedziałach co 5 sekund. Filtrat zbierano w czystym pojemniku.

Testy porównawcze, których celem było określenie wpływu dodatku, przeprowadzono przy użyciu takich samych partii wsadowych niefiltrowanego oleju, dla których zbierano dane dotyczące filtracji. Układ połączeń rurowych i filtra przepłukano najpierw niefiltrowanym olejem wraz z azotem pod ciśnieniem około 686 kPa. Dodatek przepompowano do autoklawu zawierającego niefiltrowany olej. Stosowano oddzielny filtr, wyposażony i wstępnie pokryty opisanym powyżej sposobem, a testy z zastosowaniem dodatku w niefiltrowanym oleju przeprowadzono tak samo, jak testy z olejem bez dodatku.

Pozostałość na materiale ze wstępnego pokrywania po każdej filtracji przepłukiwano na filtrze azotem i przemywano odpowiednią cieczą, w celu usunięcia mieszaniny niefiltrowanego oleju i dodatku.

Niżej przedstawiono wyniki analizy typowej, nieprzefiltrowanej zawiesiny upłynnionego węgla z procesu SRC, stosowanej w tych testach. Choć lekki olej wymywano z ciekłej zawiesiny węgla w stopniu obniżania ciśnienia i byłby on dostępny do przygotowania mieszanek polimeru i alkoholu

(w razie potrzeby), to z oleju zasilającego filtr nie usuwano jakichkolwiek części stałych przed filtracją.

5 Ciężar właściwy w temperaturze 15,6°C—1,15, lepkość kinematyczna w temperaturze 98,9°C—24,1 mm²/S, gęstość w temperaturze 15,6°C—1,092, zawartość popiołu — 4,49% wagowych, części nierozpuszczalne w pirydynie — 6,34% wagowych, destylacja — ASTM D1160:

%	Temperatura °C pod ciś. 980 hPa
5	270
10	285
20	297
30	317
40	341
50	368
60	409
70	487
71	— koniec destylacji w temperaturze 496°C

W opisanych niżej testach z zastosowaniem lekkiego oleju, do przygotowania mieszanek alkoholu lub polimeru stosowano lekki olej o następujących, typowych właściwościach: ciężar właściwy w temperaturze 15,6°C — 0,830, gęstość w temperaturze 15,6°C — 0,829, lepkość kinematyczna w temperaturze 37,8°C—0,861 mm²/S, destylacja — ASTM D-86 pod ciśnieniem 1017 hPa.

%	temperatura °C
5	72
95	228
koniec	256

45 Przykład I. Testy przeprowadzono w celu zilustrowania wpływu dodania rozmaitych polimerów do zawiesiny upłynnionego węgla na prędkość filtracji. Zawiesinę filtrowano w temperaturze 127°C przy spadku ciśnienia na filtrze 550 kPa, przy czym filtr posiadał wstępny placek z ziemi okrzemkowej jako pomocniczego materiału filtrującego, podobny do filtra w opisanym wyżej układzie testującym.

55 Jako polimery testowano kopolimer etylenowo-propylenowy metakrylamu, kopolimer octanu winylu z etylenem i poliizobutylen o małej i dużej lepkości. Każdy testowany polimer rozpuszczono w lekkim oleju w celu uzyskania roztworu w tym oleju, który mieszał się i tworzył homogeniczną dyspersję z zawiesiną upłynnionego węgla. Wyniki tych testów wskazano w tablicy I.

60 Każdy ze wskazanych w tablicy I dodawanych polimerów dawał poprawę prędkości filtracji upłynnionego węgla w porównaniu z doświadczeniem bazowym. W przypadku etylenowo-propyle-

Tablica I
Wpływ dodawanego polimeru na filtrację
zawiesiny węgla

Dodatek do zawiesiny i stężenie ²⁾	PPM	k (min/g ²)	C (min/g)	Prędkość ¹⁾ (g/min)
Doświadczenie bazowe (bez polimeru)	0	0,0271	0,23	3,2
Etylenowopropylenowy kopolimer metakrylanu	2,400	0,0232	0,16	3,8
Etylenowopropylenowy kopolimer metakrylanu	10,000	0,0139	0,08	6,2
Kopolimer octanu winylu i etylenu	2,500	0,0220	0,10	4,8
Kopolimer octanu winylu i etylenu	10,000	0,0142	0,13	5,0
Poliizobutylen ³⁾	2,500	0,0155	0,12	5,8
Poliizobutylen ³⁾	10,000	0,0172	0,23	3,5
Poliizobutylen ⁴⁾	2,500	0,0203	0,26	3,1
Poliizobutylen ⁴⁾	10,000	0,0181	0,12	5,4

¹⁾ dla pierwszej minuty frakcji

²⁾ doświadczenie bazowe przeprowadzono z zastosowaniem ciekłej zawiesiny węgla zawierającej 5% lekkiego oleju; każdy polimer wprowadzono jako roztwór w takiej samej ilości lekkiego oleju

³⁾ lepkość w temperaturze 100°C—2474 mm²/S

⁴⁾ lepkość w temperaturze 100°C—680 mm²/S

nowego kopolimeru metakrylanu, kopolimeru octanu winylu z etylenem i poliizobutylenem o lepkości 680 mm²/S w temperaturze 100°C, prędkość filtracji ulegała poprawie wraz ze wzrostem ilości dodawanego polimeru.

Jednakże w przypadku izobutylenem o lepkości 2474 mm²/S w temperaturze 100°C, mniejsza ilość polimeru zapewniała większą poprawę prędkości filtracji. Zgodnie z tymi danymi korzystnym polimerem jest izobutylen o takim ciężarze cząsteczkowym, aby jego lepkość wynosiła w temperaturze 99°C 604—690 mm²/S.

Przykład II. Testy te przeprowadzono w celu określenia, czy polimery, które poprawiają prędkość filtracji, zatrzymywane są na placku filtracyjnym, osadzającym się podczas filtracji nie zawierającej polimeru zawiesiny upłyniętego węgla lub na wstępnym placku z handlowej ziemi okrzemkowej podczas przemywania roztworem polimeru w lekkim oleju pozbawionym części stałych przed skontaktowaniem z ciekłą zawiesiną. Poszczególne próbki, zawierające polimer rozpuszczony w lekkim oleju, przepuszczano zgodnie z tym testem przez nie zawierający polimeru plack z minerałów węglowych, jak również przez nie zawierający polimerów plack z ziemi okrzemkowej. Wyniki tych testów podano w tablicy II.

Tablica II
Stężenie polimerów w lekkim oleju, % wagowy

	Na początku	Po skontaktowaniu z plackiem z minerałów węglowych	Po skontaktowaniu z plackiem ze wstępnego pokrywania
5			
10			
15	Poliizobutylen w lekkim oleju	0,70	0,70
	Etylenowopropylenowy kopolimer metakrylanu w lekkim oleju	0,70	0,68
20			
25			
30			
35			
40			
45			
50			
55			
60			
65			

Wyniki podane w tablicy II wskazują, że w ramach oczekiwanych błędów doświadczalnych, ani poliizobutylen, ani etylenowopropylenowy kopolimer metakrylanu nie są zatrzymywane ani na pozbawionym polimeru placku filtracyjnym z materiałów węglowych, ani na niezawierającym polimeru placku z ziemi okrzemkowej podczas przemywania roztworem polimeru w oleju.

Dlatego też korzystną poprawę prędkości filtracji, jaką wskazuje poniższy przykład III, uzyskuje się przez przemywanie placka pomocniczego materiału filtrującego z ziemi okrzemkowej roztworem polimeru w oleju daje się uzyskać przez zwilżenie placka filtracyjnego polimerem bez istotnego zatrzymywania na nim tego polimeru.

Takie zwilżanie wpływa oczywiście na powierzchni granicy faz pomiędzy cząstkami stałymi ze wstępnego pokrywania i cząstkami stałego węgla, gdy oba te materiały kontaktują się w późniejszej filtracji.

Zgodnie z jednym z wyjaśnień teoretycznych, wstępna obróbka polimerem pomocniczego materiału filtracyjnego zabezpiecza przed przyleganiem stałych cząstek węglowych do stałych cząstek wstępnego placka z pomocniczego materiału filtracyjnego. Taki efekt stoi w jawnej sprzeczności z aglomeracją cząstek, która jest prawdopodobnym mechanizmem w przypadku, gdy do poprawy prędkości filtracji dodaje się alkoholu.

Podane w tablicy II wyniki testów wskazują, że zalety tego wynalazku można osiągnąć przy całkowitym w zasadzie odzysku polimeru.

Zaleta ta występuje jedynie wówczas, gdy stosuje się sposób przemywania pomocniczego materiału filtracyjnego według wynalazku, gdyż dodanie polimeru do zawiesiny węglowej prowadzi do strat polimeru w ciekłym filtracie węglowym.

Przykład III. Testy te przeprowadzono w celu zilustrowania wpływu na prędkości filtracji, jaki ma przemywanie wstępnego placka filtracyjnego z ziemi okrzemkowej roztworem kopolimeru octanu winylu z etylenem lub poliizobutylenem w lekkim oleju. Lepkość poliizobutylenem, stosowanego w tym teście, była niższa od lepkości poliizobutylenem stosowanego w testach opisanych w tablicy I. Testy filtracji przy użyciu roztworu ko-

Tablica III

Wpływ obróbki polimerem pomocniczego materiału filtrującego na szybkość filtracji

Ciekła zawiesina węgla i dodatek (jeśli występuje)	Przemycie płacka filtrującego materiału pomocniczego	lk (min/g ²)	C (min/g)	Szybkość filtracji po pierwszej minucie (g/min)	Poprawa w stos. do testu bazowego %
1	2	3	4	5	6
Tylko ciekła zawiesina węgla	żaden	0,0247	0,42	2,1	—
Tylko ciekła zawiesina węgla	2% kopolimeru octanu winylu z etylenem w lekkim oleju węglowym	0,0293	0,08	4,6	110
Ciekła zawiesina węgla zawierająca 5% lekkiego oleju i 2% izopropanolu	2% kopolimeru octanu winylu z etylenem w lekkim oleju węglowym	0,0162	0,05	7,5	257
Tylko ciekła zawiesina węgla	żaden	0,0558	0,30	2,2	—
Tylko ciekła zawiesina węgla	7% poliizobutyleny o małej lepkości w lekkim oleju	0,0438	0,05	4,3	95
Ciekła zawiesina węglowa zawierająca 5% lekkiego oleju i 2% izopropanolu	żaden	0,0350	0,23	3,0	36
Ciekła zawiesina węglowa zawierająca 5% lekkiego oleju i 2% izopropanolu	7% poliizobutyleny o małej lepkości w lekkim oleju	0,0252	0,05	6,3	186

polimeru octanu winylu z etylenem w lekkim oleju przeprowadzono w temperaturze 232°C przy spadku ciśnienia na filtrze 550 kPa, testy filtracji z zastosowaniem roztworu poliizobutyleny o małej lepkości w lekkim oleju przeprowadzono w temperaturze 188°C przy spadku ciśnienia 550 kPa.

Wstępny płacek z materiału filtracyjnego, stosowany w teście bazowym i po przemyciu roztworem 25 g wskazanego polimeru w lekkim oleju, użyto w późniejszej filtracji zawiesiny upłynnionego węgla. W niektórych testach zawiesina upłynnionego węgla nie zawierała żadnego dodatku, a w innych testach zawiesina węgla zawierała dodatek, składający się z mieszanki izopropanolu w lekkim oleju we wskazanej ilości w przeliczeniu na zawiesinę upłynnionego węgla.

Jako lekki olej, stosowany do przygotowania mieszanki z izopropanolem stosowano lekki olej naftowy. Jako lekki olej do przygotowania roztworów polimeru stosowano lekki olej naftowy lub lekką frakcję upłynnionego węgla. Wyniki tych testów podano w tablicy III.

Porównanie danych z tablicy III z danymi z tablicy I wskazuje, że poprawa prędkości filtracji, osiągnięta sposobem polegającym na wstępnym pokrywaniu polimerem, jest nawet większa niż poprawa prędkości filtracji osiągnięta przez dodanie polimeru do zawiesiny węglowej. Jest to szczególnie istotne, gdyż, jak to wskazano powyżej, taki sposób wstępnego pokrywania umożli-

wia odzysk całego lub prawie w zasadzie całego polimeru, stosowanego do wstępnej obróbki, podczas gdy polimeru dodawanego do zawiesiny węglowej nie daje się wydzielić i ulega on ostatecznie zużyciu jako paliwo wraz z upłynnionym węglem.

Dane z tablicy III wskazują, że wstępne przemycanie pomocniczego materiału filtracyjnego roztworem poliizobutyleny w lekkim oleju zwiększa prędkość filtracji o 95%.

Dane z tablicy III wskazują również, że bez wstępnego przemycania pomocniczego materiału filtracyjnego polimerem lub dodatku polimeru do ciekłej zawiesiny węgla, dodanie izopropanolu do upłynnionego węgla zwiększa prędkość filtracji o 36% (dla takiej samej próbki upłynnionego węgla, jaka była stosowana w teście z poliizobutylenem). Sumaryczny efekt zwiększenia prędkości o 95% ze względu na przemycanie pomocniczego materiału filtracyjnego poliizobutylenem oraz poprawa o 36% z uwagi na niezależne dodanie roztworu izopropanolu do ciekłej zawiesiny węglowej mogłoby wskazywać na łączny efekt dający przyrost prędkości o 131%.

Jednakże dodanie roztworu izopropanolu do ciekłej zawiesiny węglowej, łącznie ze wstępnym przemycaniem pomocniczego materiału filtracyjnego poliizobutylenem, daje przyrost prędkości filtracji o 186%, co wskazuje na istotny efekt synergistyczny.

Dane z tablicy III wskazują, że wstępne przemywanie placka z ziemi okrzemkowej roztworem kopolimeru octanu winylu z etylenem w lekkim oleju, bez bezpośredniego dodawania kopolimeru do upłynnionego węgla zwiększa prędkość filtracji o 119% w porównaniu z testem bazowym. Jest to wzrost podobnego rzędu do analogicznego testu z poliizobutylenem.

Jednakże w przypadku dodania roztworu izopropanolu do upłynnionego węgla wraz ze wstępnym przemywaniem pomocniczego materiału filtracyjnego roztworem kopolimeru octanu winylu z etylenem w oleju, obserwuje się wzrost o 257% wynikający z połączonych efektów. Jest to zatem wzrost nawet większy niż w przypadku przyrostu prędkości filtracji w podobnym teście z zastosowaniem poliizobutylenem.

Dlatego też poważny efekt synergistyczny osiąga się również, gdy do wstępnego przemywania stosuje się roztwór kopolimeru octanu winylu z etylenem w lekkim oleju, o ile wstępne przemywanie pomocniczego materiału filtracyjnego przeprowadza się łącznie z zastosowaniem dodatku izopropanolu w zawieszynie węglowej.

Przykład IV. Testy te przeprowadzono w celu określenia wpływu stężenia polimeru w lekkim oleju stosowanym do wstępnego przemywania pomocniczego materiału filtracyjnego. W testach tych badano kilka różnych stężeń poliizobutylenem w lekkim oleju do przemywania placka z ziemi okrzemkowej przed filtracją ciekłej zawiesiny węgla, przeprowadzonej w temperaturze 204°C i przy spadku ciśnienia 593,8 kPa. Parametr opornościowy dla placka filtracyjnego oraz prędkość filtracji dla pierwszej minuty filtracji podano w tablicy IV.

W testach tych stosowano wskazane stężenia roztworu poliizobutylenem do zwilżania pomocniczego materiału filtracyjnego przed filtracją zawiesiny węgla, która jako taka nie zawierała żadnych dodatków poprawiających filtrację.

Tablica IV
Wpływ wstępnego przemywania roztworami poliizobutylenem w lekkim oleju

Stężenie poliizobutylenem w lekkim oleju, % wagowy	C (min/g)	Prędkość filtracji (g/min)
0	0,33	2,5
2	0,14	4,4
3,5	0,10	5,0
7	0,7	5,4

Wyniki z tablicy IV wskazują, że progresywny wzrost stężenia polimeru w lekkim oleju prowadził do progresywnego przyrostu prędkości filtracji. Występuje jednak ostre odchylenie wpływu przyrostu stężenia polimeru przy stężeniach powyżej około 2 lub 3% wagowych. Dane z tablicy IV wskazują, że prędkość filtracji jest podwojona, gdy stężenie polimeru stosowanego do wstępnego przemywania wynosi 3,5%, lecz podwo-

jenie tego stężenia polimeru do 7% daje jedynie względnie mały przyrost prędkości filtracji.

Przykład V. Figura 1 wskazuje graficznie, jak na prędkość filtracji wpływa wstępne zwilżanie roztworem kopolimeru etylenowopropylenowego metakrylanu w lekkim oleju, a fig. 2 ilustruje graficznie, jak na prędkość filtracji wpływa wstępne zwilżanie pomocniczego materiału filtracyjnego roztworem poliizobutylenem w lekkim oleju. Wpływ na późniejszą prędkość filtracji upłynnionego węgla wskazany jest na każdej figurze z dodatkiem i bez dodatku do ciekłej zawiesiny węgla, która zawiera 2% wagowych izopropanolu i 5% wagowych lekkiego oleju w przeliczeniu na masę ciekłej zawiesiny węgla.

Zarówno figura 1, jak i 2 przedstawiają doświadczenie bazowe bez dodatku do upłynnionego węgla i bez wstępnej obróbki pomocniczego materiału filtracyjnego. Figura 1 wskazuje, że testy z oddzielną wstępną obróbką pomocniczego materiału filtracyjnego przeprowadzono przy użyciu kopolimeru metakrylanowego, przy czym jeden test przeprowadzono z kopolimerem rozpuszczonym w lekkim oleju naftowym o zakresie wrzenia 162–340°C, a drugi test przeprowadzono z kopolimerem rozpuszczalnym w lekkim oleju węglowym o zakresie wrzenia 361–463°C.

Figury 1 i 2 wskazują prędkości filtracji po okresie 0,5, 1, 2, 3 i 4 minut. Testy przedstawione na fig. 1 przeprowadzono w temperaturze 230°C przy spadku ciśnienia 550 kPa. Testy wskazane na fig. 2 przeprowadzono w temperaturze 188°C przy spadku ciśnienia 593,82 kPa.

Pierwsza minuta filtracji ma szczególne znaczenie w przypadku stosowania obrotowych bębnow filtracyjnych, w których zewnętrzna powłoka placka filtracyjnego zeszkrobywana jest po każdym obrocie bębna przez nóż i gdy filtr obraca się na ogół w czasie poniżej 1 minuty przed dojściem nowoosadzonego placka filtracyjnego do krawędzi noża.

W ten sposób zapobiega się gromadzeniu na filtrze pozostałości w dłuższym okresie czasu i nie powstaje stały lub statyczny układ filtracyjny. Zeszkrobywanie powierzchni obrotowego filtra za pomocą noża w przedziałach czasowych poniżej 1, 2 lub 3 minuty pozwala na ciągłe utrzymanie świeżego układu filtracyjnego. Wystarcza na ogół odcięcie 0,0024 cm na jeden obrót.

Figura 2 ilustruje graficzne dane z tablicy III, które wskazują, że przy czasie filtracji 1 minuta wpływ dodania do upłynnionego węgla samego roztworu izopropanolu w lekkim oleju daje 36% przyrost prędkości filtracji, podczas gdy wpływ samej obróbki wstępnej polimerem daje przyrost prędkości filtracji o 95%. Arytmetyczne zsumowanie tych poszczególnych efektów daje wartość 131%.

Doświadczalny efekt łączny, wskazany w tablicy III, wynosi 186%, co wskazuje na efekt synergistyczny przy jednoczesnym przeprowadzeniu tych dwóch usprawnień filtracji.

Dane te wyraźnie wskazują, że każdy z tych efektów osiągnąć jest dzięki odmiennemu mechanizmowi, przy czym wpływ alkoholu polega za-

pewne na aglomeracji mineralnych cząstek węglowych w upłynnionym węglu, a polimer wpływa prawdopodobnie na powierzchnię granicy faz pomiędzy osadzonymi cząstkami węglowymi i cząstkami pomocniczego materiału filtracyjnego.

Figura 1 wskazuje, że po czasie filtracji 1 minuta wstępne przemycie pomocniczego materiału filtracyjnego roztworem kopolimeru etylenowo-propylenowego metakrylanu w lekkim oleju poprawia prędkość filtracji o 90 lub 119% w zależności od tego, który lekki olej jako rozpuszczalnik stosuje się dla polimeru.

Jednakże łączny efekt wstępnego przemywania pomocniczego materiału filtracyjnego i dodania izopropanolu do ciekłej zawiesiny węgla wynosi 257%, co podobnie wskazuje na współdziałanie i dostarcza silnego dowodu na to, że odmiennie działa dodanie izopropanolu do ciekłej zawiesiny węglowej i wstępne zwilżanie pomocniczego materiału filtracyjnego polimerem.

Przykład VI. Przeprowadzono testy klasyfikacyjne z handlowymi polimerami innymi niż stosowane w opisanych uprzednio przykładach. Polimery te dodawano do ciekłych zawiesin węgla w celu określenia ich wpływu na prędkość filtracji. Takie klasyfikacyjne testy filtracji przeprowadzono w temperaturze 250°C przy spadku ciśnienia na filtrze 1030 hPa w układzie filtracyjnym z pomocniczym materiałem filtracyjnym z ziemi okrzemkowej, zbliżonym do układu testowego opisanego w uprzednich przykładach.

W tabelicy V podano prędkość filtracji po upływie 12 minut dla każdego z tych dodatków. Filtrację prowadzono w dłuższym okresie czasu, gdyż testy te przeprowadzano jako testy klasyfikacyjne w celu wyeliminowania wyraźnie nieefektywnych dodatków.

Tabela V

Dodatek	Stężenie w ciekłej zawiesinie węglowej, % wag.	Prędkość filtracji g/min
Bez dodatku	0	0,88
Kopolimer akrylanowy	2	0,71
Handlowy, anionowy polimer rozpuszczalny w wodzie	2	0,88
Chlorowany polietylen o małym ciężarze cząsteczkowym	1	0,85
Kopolimer polioctanu winylu	1	0,47
Handlowy, kationowy polimer rozpuszczalny w wodzie	2	0,72

Dane z tabelicy V wskazują, że niektóre polimery nie nadają się do zwiększenia prędkości filtracji, nawet jeśli pochodzą one z monomerów tylko nieznacznie odmiennych od monomerów

stosowanych do przygotowania polimeru zwiększającego prędkość filtracji. Na przykład, jak wskazano powyżej, kopolimer metakrylanowy zwiększa szybkość filtracji upłynnionego węgla, a kopolimer akrylanowy nie podwyższa jej.

Również kopolimer octanu winylu z etylenem poprawia, jak wskazano powyżej, prędkość filtracji upłynnionego węgla, podczas gdy ani kopolimer octanu winylu z monomerem innym niż etylen ani chlorowany polietylen o małym ciężarze cząsteczkowym nie zwiększają szybkości filtracji upłynnionych węgla.

Wreszcie, ani handlowy, anionowy polimer rozpuszczalny w wodzie, ani handlowy, kationowy polimer rozpuszczalny w wodzie nie poprawiają prędkości filtracji upłynnionego węgla, który jest w zasadzie zawiesiną pozbawioną wody. Te rozpuszczalne w wodzie polimery zachowują się przeciwnie do nierozpuszczalnych w wodzie polimerów stosowanych według powyższych testów, a w tym poliizobutylen, kopolimeru etylenowo-propylenowego z metakrylanem oraz kopolimeru octanu winylu z etylenem. Każdy z tych polimerów sam lub w roztworze rozpuszczającego go oleju, takiego jak olej pochodzący z upłynnionego węgla, zdolny jest do homogenicznego zdyspergowania w zawierającej węgiel cieczy węglowodorowej.

Przykład VII. Przeprowadzono dalsze testy klasyfikacyjne, w których do ciekłych zawiesin węgla dodawano handlowych polimerów w celu określenia ich wpływu na prędkość filtracji. Te testy z filtracją przeprowadzono w temperaturze 550°C przy spadku ciśnienia na filtrze 1500 hPa w układzie filtracyjnym z zastosowaniem pomocniczego materiału filtracyjnego z ziemi okrzemkowej i podobnym do układu testowego opisanego w poprzednich przykładach.

Ponieważ były to testy klasyfikacyjne, prędkość filtracji mierzono po okresie 12 minut. Dla celów

Tabela VI

Dodatek	Stężenie w ciekłej zawiesinie węglowej, % wag.	Prędkość przepływu g/min
Bez dodatku	0	1,88
Handlowy, kationowy polimer rozpuszczalny w wodzie	1	1,11
Zywica składająca się z nasyconych związków cyklicznych i alkilowych	2	1,90
Mieszanka handlowego, kationowego polimeru rozpuszczalnego w wodzie z żywicami poliamidowymi	1	1,39
Poliizobutylen	1	2,90
Kopolimer octanu winylu z etylenem	2	3,64

porównawczych w podobnym okresie czasu zbadano dwa polimery będące promotorami prędkości filtracji, tj. poliizobutylen i kopolimer octanu winylu z etylenem. Wyniki tych testów podano w tablicy VI.

Dane z tablicy VI wskazują, że ani handlowe, rozpuszczalne w wodzie polimery, ani żywice, składające się z nasyconych związków cyklicznych i alkilowych nie mają istotnego wpływu na poprawę prędkości filtracji niezawierającej wody ciekłej zawiesiny węgla.

W przeciwieństwie do tego, nierozpuszczalne w wodzie polimery, poliizobutylen i kopolimer octanu winylu i etyleny, wskazują znaczny wpływ na prędkości filtracji w tych testach klasyfikacyjnych prowadzonych w czasie 12 minut.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób filtracji zawiesiny upłynnionego węgla z zawieszonymi w niej cząstkami materiałów węglowodorowych z węgla metodą wymywania rozpuszczalnikiem zawierającej ciecz węglowodorową z zawieszonymi w niej cząstkami minerałów węglowych, **znamienny tym**, że dodaje się do tej ciekłej zawiesiny węgla poliizobutylen w ilości zwiększającej prędkości filtracji, a następnie filtruje się tę zawiesinę.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że poliizobutylen dodaje się do zawiesiny upłynnionego węgla w mieszaninie z olejem węglowodorowym.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do tej zawiesiny dodaje się roztwór zawierający około 0,1—7% wagowych poliizobutylenu w oleju węglowodorowym.

4. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosuje się poliizobutylen o lepkości 604—691 mm²/S w temperaturze 99°C.

5. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**,

że do zawiesiny dodaje się 0,01—2% wagowych poliizobutylenu.

6. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do zawiesiny dodaje się 0,05—1,5% wagowych poliizobutylenu.

7. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosuje się poliizobutylen nierozpuszczalny w wodzie.

8. Sposób filtracji zawiesiny upłynnionego węgla wytwarzanej w procesie wytwarzania paliw węglowodorowych z węgla metodą wymywania rozpuszczalnikiem, zawierającej ciecz węglowodorową z zawieszonymi w niej cząstkami minerałów węglowych, **znamienny tym**, że osadza się wstępnie na filtrze placek z pomocniczego materiału filtracyjnego, przepuszcza się roztwór poliizobutylenu w oleju węglowodorowym przez ten wstępnie osadzony placek i następnie filtruje się ciekłą zawiesinę przez tak przygotowany placek filtracyjny.

9. Sposób według zastrz. 7, **znamienny tym**, że do zawiesiny dodaje się roztwór zawierający około 0,1—7% wagowych poliizobutylenu w oleju węglowodorowym.

10. Sposób według zastrz. 7, **znamienny tym**, że stosuje się poliizobutylen o lepkości 604—690 mm²/S w temperaturze 99°C.

11. Sposób według zastrz. 7, **znamienny tym**, że jako pomocniczy materiał filtracyjny stosuje się ziemię okrzemkową.

12. Sposób według zastrz. 8, **znamienny tym**, że stosuje się poliizobutylen nierozpuszczalny w wodzie.

13. Sposób według zastrz. 8, **znamienny tym**, że przez wstępnie osadzony placek z pomocniczego materiału filtracyjnego przepuszcza się co najmniej 70% stosowanego poliizobutylenu.

14. Sposób według zastrz. 8, **znamienny tym**, że przez wstępnie osadzony placek z pomocniczego materiału filtracyjnego przepuszcza się zasadniczo cały stosowany poliizobutylen.

FIG 1

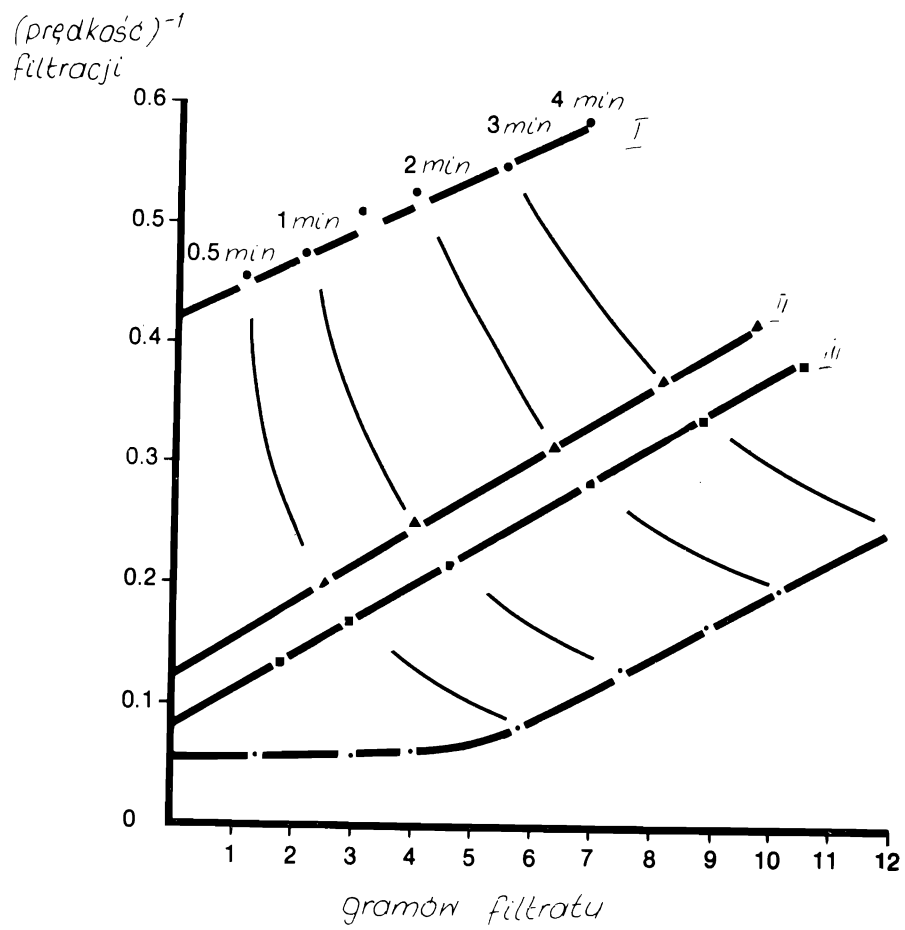


FIG. 2

