

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

109 204

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 04.09.78 (P. 209445)

Pierwszeństwo: _____

Int. Cl.⁸. C10G 1/04

Zgłoszenie ogłoszono: 13.08.79

Opis patentowy opublikowano: 31.01.1981

Twórcy wynalazku: Alojzy Rutkowski, Bogdan Słomka

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Wrocławska, Wrocław (Polska)

Sposób głębokiej ekstrakcji węgla

Przedmiotem wynalazku jest sposób głębokiej ekstrakcji węgla rozpuszczalnikiem donorowodorowym, w celu otrzymywania ekstraktu węglowego przeznaczonego zwłaszcza jako surowiec do dalszej przeróbki przy produkcji np. paliw silnikowych lub koksów elektrodowych.

Znane sposoby ekstrakcji węgla polegają na kontaktowaniu węgla z rozpuszczalnikiem w ekstraktorach rurowych lub kolumnowych. Jako rozpuszczalniki donorowodorowe stosuje się uwodorniony olej antracenowy lub frakcje olejowe wrzące w granicach 300–350°C, najczęściej pochodzące z dalszych etapów procesu przeróbki ekstraktu węglowego. We wszystkich znanych sposobach ekstrakcji węgla produkty opuszczające ekstraktor, którymi są gaz węglowodorowy, roztwór ekstraktu węglowego w rozpuszczalniku oraz węgiel reszkowy i popiół, najpierw chłodzi się a następnie rozdziela fazę gazową, stanowiącą mieszaninę węglowodorów C₁–C₄ oraz dwutlenek węgla, siarkowodor i amoniak od fazy ciekłej. Następnie fazę ciekłą poddaje się dalszemu rozdziałowi na węgiel reszkowy i popiół oraz ciekły roztwór ekstraktu węglowego w rozpuszczalniku, za pomocą urządzeń filtracyjnych wirówek lub hydrocyklonów. Z kolei roztwór ekstraktu węglowego w rozpuszczalniku poddaje się destylacji, uzyskując jako destylat rozpuszczalnik, który zawraca się do procesu ekstrakcji oraz pozostałość podestylacyjną, stanowiącą właściwy ekstrakt węglowy.

Znane sposoby umożliwiają uzyskanie ekstraktu węglowego z wydajnością od 50 do 80% wagowych w stosunku do węgla. Podstawową trudnością jest operacja rozdziału węgla reszkowego i popiołu od roztworu ekstraktu węglowego w rozpuszczalniku, ponieważ stosowane do tego celu urządzenia sprawiają wiele kłopotów w eksploatacji i są urządzeniami energochłonnymi oraz mało efektywnymi, wskutek czego uzyskane ekstrakty węglowe lub ich roztwory zawierają jeszcze znaczne ilości ciał stałych i popiołów, których obecność wpływa zdecydowanie niekorzystnie na właściwości ekstraktu węglowego, jako surowca dla dalszej przeróbki. Sposoby te realizowane są w złożonym systemie aparaturowym, przy czym w schemacie technologicznym tych ekstrakcji stosuje się kilkakrotne chłodzenie i ogrzewanie strumieni technologicznych, np. chłodzenie produktów ekstrakcji, podgrzewanie ciekłych produktów ekstrakcji przed rozdziałem ciał stałych, czy ogrzewanie roztworu

ekstraktu węglowego w rozpuszczalniku przed destylacją, co znacznie zwiększa energochłonność całego procesu ekstrakcji węgla.

Przedmiotem wynalazku jest sposób głębokiej ekstrakcji węgla rozpuszczalnikami donorowodorowymi, z rozdzieleniem na ekstrakt węglowy i węgiel reszkowy. Istota wynalazku polega na tym, że ekstrakcję prowadzi się w warunkach nadkrytycznych w stosunku do rozpuszczalnika przy ciśnieniu 10–15 MPa, stosując jako rozpuszczalnik frakcję hydroaromatyczną wrzącą w zakresie 190–230°C w ilości od 3 do 5 części wagowych w stosunku do węgla przy czym najpierw prowadzi się ekstrakcję w temperaturze 350–400°C aż do uzyskania głębokiej ekstrakcji węgla, a następnie w temperaturze 450–500°C, aż do uzyskania głębokiej depolimeryzacji ciężkich składników ekstraktu węglowego, po czym z produktu depolimeryzacji oddziela się na gorąco i pod ciśnieniem autogennym węgiel reszkowy, zaś fazę nadkrytyczną rozpręża się ekspansyjnie do ciśnienia 0,1 do 1 Ma w temperaturze niższej od krytycznej i zarazem wyższej od temperatury wrzenia rozpuszczalnika.

Sposób według wynalazku umożliwia uzyskanie ekstraktu węglowego z wydajnością powyżej 50%, w prostym układzie aparaturowym, bez konieczności stosowania urządzeń dla separacji ciał stałych oraz urządzeń destylacyjnych dla rozdzielenia rozpuszczalnika. W sposobie tym niezbędna dla procesu ekstrakcji węgla ilość ciepła dostarczana jest jedynie w czasie właściwej ekstrakcji węgla, bez konieczności międzyoperacyjnego podgrzewania strumieni technologicznych. Uzyskany tym sposobem ekstrakt węglowy zawiera poniżej 0,01% wag. popiołu i stanowi doskonały surowiec dla dalszej przeróbki, np. w celu otrzymywania paliw płynnych.

Przedmiot wynalazku jest przedstawiony w przykładzie wykonania.

100 kg węgla kamiennego o rozdrobnieniu do ziarn poniżej 0,1 mm i składzie elementarnym:

Wodór H^b – 5,93% wag.

Węgiel C^b – 80,85% wag.

Azot N^b – 0,68% wag.

Tlen O^b – 12,44% wag

Siarka S^b – 0,61% wag.

Popiół – 4,87% wag

Części lotne – 39,33% wag.

miesza się z 500 kg częściowo uwodornionego oleju naftalenowego o zakresie wrzenia 190–230°C i zawartości pochodnych czterohydronaftalenu 30% wag. Mieszaninę węgla i oleju wprowadza się do pierwszej sekcji ekstraktora rurowego, w której pod ciśnieniem autogennym par rozpuszczalnika, wynoszącym 15 MPa, w temperaturze 400°C, prowadzi się proces ekstrakcji węgla. Produkty ekstrakcji ogrzewa się następnie w drugiej sekcji ekstraktora rurowego do temperatury 490°C. Zdepolimeryzowane produkty ekstrakcji wprowadza się z kolei do gorącego rozdzielacza, który utrzymuje się pod ciśnieniem 12,0 MPa w temperaturze 490°C. Fazę nadkrytyczną z gorącego rozdzielacza rozpręża się ekspansyjnie przez zawór redukcyjny do zbiornika pośredniego, którego temperaturę redukuje się na 300°C, utrzymując ciśnienie 1 MPa. Ze zbiornika pośredniego odbiera się 62 kg ekstraktu węglowego o zawartości popiołu 0,007% wag. Fazę parowo-gazową ze zbiornika pośredniego przez chłodnicę wodną wprowadza się do zimnego rozdzielacza, z którego odbiera się 496 kg kondensatu rozpuszczalnika oraz 4,8 kg gazowych produktów ekstrakcji węgla. Z gorącego rozdzielacza odbiera się 30 kg produktu o wysokiej zawartości ciał stałych i popiołu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób głębokiej ekstrakcji węgla rozpuszczalnikami donorowodorowymi, z rozdzieleniem na ekstrakt węglowy i węgiel reszkowy, z n a m i e n n y t y m, że ekstrakcję prowadzi się w warunkach nadkrytycznych w stosunku do rozpuszczalnika, przy ciśnieniu 10–15 MPa, stosując jako rozpuszczalniki frakcję hydroaromatyczną wrzącą w zakresie 190–230°C w ilości 3 do 5 części wagowych w stosunku do węgla, przy czym najpierw prowadzi się ekstrakcję w temperaturze 350–400°C aż do uzyskania głębokiej ekstrakcji węgla, a następnie w temperaturze 450–500°C aż do uzyskania głębokiej depolimeryzacji ciężkich składników ekstraktu węglowego, po czym z produktu depolimeryzacji oddziela się na gorąco i pod ciśnieniem autogennym węgiel reszkowy, zaś fazę nadkrytyczną rozpręża się ekspansyjnie do ciśnienia 0,1–1 MPa w temperaturze niższej od krytycznej i zarazem wyższej od temperatury wrzenia rozpuszczalnika.