

URZĄD PATENTOWY



610g 1/06

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 22313.

Kl. 12 o, 1/05.

International Hydrogenation Patents Company Limited
(Vaduz, Liechtenstein).

Sposób oddzielania oleju od części stałych w pozostałości po uwodornianiu materiałów węglowych.

Zgłoszono 20 lutego 1934 r.

Udzielono 26 października 1935 r.

Pierwszeństwo: 24 marca 1933 r. dla zastrz. 6; 29 kwietnia 1933 r. dla zastrz. 1÷5 (Niemcy).

Niniejszy wynalazek dotyczy przeróbki olejów, otrzymywanych jako pozostałość przy rozkładowym uwodornianiu materiałów węglowych, zdolnych do destylacji. Znane jest, co prawda, oddzielanie przez odwirowywanie osadów, otrzymywanych przy uwodornianiu materiałów węglowych, jak np. węgla wszelkich gatunków, na oleje i składniki stałe. Trudno jest jednak uzyskać olej, całkowicie pozbawiony stałych składników, sposobem ciągłym, zwłaszcza przy przeróbce dużych ilości.

Obecnie stwierdzono, iż można uniknąć tych trudności, jeśli pozostałości, zawierające olej, tworzące się przy uwodornianiu materiałów węglowych, a zwłaszcza materiałów stałych, jak węgiel wszelkich gatunków, poddaje się stopnio-

wemu odwirowywaniu, ewentualnie z dodatkiem środka rozcieńczającego lub rafinującego w taki sposób, iż olej, wydzielony w pierwszym zabiegu, zawiera jeszcze małe ilości, najlepiej co najmniej 2% wagowych, składników stałych, które oddziela się w drugim zabiegu.

Do wykonywania sposobu stosuje się wirówki, pracujące sposobem ciągłym, np. talerzowe wirówki z bębniem stożkowym, w których cząsteczki stałe, rzucane na płaszczyznę zewnętrzną, są usuwane stale z wirówki zapomocą urządzenia ślimakowego. Jako przykład środka rozcieńczającego, mieszanego z pozostałościami po uwodornianiu, można wymienić olej ciężki, olej lekki lub węglowodory niskowrzące, które otrzymuje się przez uwodornianie lub od-

gazowanie w niskiej temperaturze węgla. najlepiej z tego samego procesu uwodorniania. Środek rozcieńczający można mieszać z pozostałościami w każdym stosunku, np. na jedną część wagową pozostałości dodaje się 0,2 do 0,5 części wagowych środka rozcieńczającego. W pierwszym zabiegu odwirowuje się pozostałości, zawierające 15 ÷ 25% składników stałych, zmieszane z podaną ilością środka rozcieńczającego, i otrzymuje się olej, zawierający tylko 3 ÷ 5% składników stałych.

Olej ten pozbawia się następnie całkowicie składników stałych w drugim zabiegu, również przerabiając duże ilości materiału. Oddzielanie w drugim zabiegu uskutecznia się w talerzowych wirówkach ze stożkowym bębnem, usuwając osad otworem przy dnie bębna.

Osad, otrzymany w drugim zabiegu, zawierający około 30% stałych składników, można poddać ponownie obróbce w pierwszym zabiegu, w celu dalszego oddzielenia oleju od osadu. Pozostałość, otrzymaną w dużych ilościach w pierwszym zabiegu, z zawartością 45 ÷ 55% składników stałych uwalnia się od pozostałego oleju, odgazowując w niskiej temperaturze z dodatkiem pary wodnej lub azotu, albo przez ekstrakcję.

Zaletę nowego sposobu stanowi to, że pozostałość po uwodornianiu węgla można rozdzielać sposobem ciągłym na składniki przy pomocy wirówek nawet przy dużej ilościowo przeróbce na jednostkę czasu.

Okazało się, iż uzyskuje się duże korzyści przy przeróbce pozostałości według niniejszego sposobu, jeśli stosuje się pozostałości, w których cząsteczki stałe posiadają przed odwirowywaniem zasadniczo jednakowe i niewielkie rozmiary. Najlepiej, gdy średnica cząsteczek jest mniejsza od 10 μ i różnice w średnicy poszczególnych cząsteczek nie przekraczają 7 μ .

Jeśli pozostałości po uwodornianiu wy-

chodzą z aparatu w stanie dostatecznie płynnym, tak iż można je z łatwością usunąć łącznie ze stałymi składnikami węgla w dolnej części naczynia, nie potrzeba dodawać dalszych ilości środka rozcieńczającego przed rozdzielaniem pozostałości na składniki przez wirowanie. Jeśli jednak osad jest zbyt lepki, można oczywiście dodać środka rozcieńczającego. Jeśli temperatura rozdzielania jest taka sama, jak w naczyniu reakcyjnym, trzeba dodać do osadu oleju rozcieńczającego. Jako środków rozcieńczających można również dodawać olejów mineralnych lub mieszaniny oleju średniego i benzyny.

Zanim pozostałości odwirowuje się, miesza się je ze stałymi substancjami, np. ciałami adsorbującymi, jak pyłem węglowym, dobrze zmielonym tłuczniem porcelanowym lub innymi oczyszczającymi środkami. Przy przeróbce pozostałości po uwodornianiu materiałów węglowych, zwłaszcza materiałów węglowych stałych, jak np. węgla wszelkich gatunków, przez wirowanie w kilku zabiegach okazało się korzystnym odwirowywać osad w temperaturze 60° ÷ 200°C, najlepiej 80° ÷ 180°C (zależnie od lepkości osadu). W praktyce osiąga się najlepsze wyniki w temperaturach od 130° do 150°C. Wyższe temperatury utrzymuje się w wirówkach, w których przerabia się osady o wyższej lepkości, a niższe temperatury w wirówkach, w których przerabia się osady o mniejszej lepkości. Pozostałości, pochodzące z rozdzielacza, nie pozwala się ostygnąć, jeśli posiada ona temperaturę odpowiednią, w przeciwnym razie ochładza się ją tylko do pożądanej temperatury. Jeśli pozostałości gromadzi się, dobrze jest również utrzymywać ich temperaturę na pożądanej wysokości w czasie przechowywania. Jeśli pozostałości już ostygły poniżej wymaganej temperatury, należy je ponownie ogrzać. W celu utrzymania pożądanej temperatury należy wirówkę dobrze odizolować od strat ciepła.

oraz zaopatrzyć ją w urządzenie do ogrzewania, np. elektryczne urządzenie ogrzewające albo płaszcze ogrzewające, przez które przechodzi środek ogrzewający, np. gorąca woda, woda pod ciśnieniem, para, przegrzana para, gorący olej lub tlenek dwufenylu. Zależnie od potrzeby prowadzi się środek ogrzewający sposobem ciągłym albo w ciągu pewnego czasu. Pracując w podanych temperaturach, osiąga się tę korzyść, iż wystarcza mniejsza ilość środka rozcieńczającego, niż zwykle, a w pewnych przypadkach nawet nie potrzeba wcale środka rozcieńczającego.

Oddzielanie oleju od stałych części lub asfaltu w pozostałościach po uwodornianiu węgla przy pomocy wyżej wspomnianych metod ułatwia się znacznie, jeśli pozostałości te zmiesza się w temperaturach poniżej 100°C, najlepiej 70° + 90°C, z rozcieńczonym kwasem, zwłaszcza kwasem siarkowym o mniejszym stężeniu, niż 30°Bé, lub roztworami kwaśnych soli w takich ilościach, aby usunąć odczyn zasadowy i pozostawić mały nadmiar kwasu aż nastąpi rozdzielenie na warstwy. Następnie usuwa się warstwę oleju. Przerabiany materiał można wlewać do rozcieńczonego kwasu albo kwasu można dodawać do mieszaniny, lub wreszcie można oba czynniki wprowadzać równocześnie do mieszalnika. Dobre wymieszanie materiałów z dodanym kwasem można osiągnąć różnymi sposobami. Mieszanie prowadzi się tak długo, aż warstwy rozdzielią się. Olej, uwolniony od stałych substancji, znajduje się ponad słabym wodnym roztworem kwasu z zawieszoną składników nieorganicznych, w którym substancje węglowe lub asfalty osadziły się w postaci substancji lepkich lub ciastowatych. Oddzielenie osiąga się przez odciążenie lewarem lub przez dekantację, jednak w pewnych przypadkach wchodzi w rachubę sączenie lub wirowanie.

Korzystnie pracuje się w mieszalniku, zaopatrzonym w mieszadło złożone. Dzięki

temu można mieszać w górnej i dolnej części mieszalnika łącznie, jako też oddzielnie. Podczas przeprowadzania procesu osiąga się przez jednoczesny ruch obu mieszadeł, ewentualnie w przeciwnych kierunkach, doskonałe wymieszanie składników. Po pewnym czasie zatrzymuje się górne mieszadło i słabo kwaśną mieszaninę wody, soli nieorganicznych, asfaltów i osadów węglowych, pozbawioną już w znacznej mierze oleju, miesza się jeszcze w dalszym ciągu w dolnej części mieszalnika.

Stosowanie rozcieńczonych kwasów lub wodnych roztworów kwaśnych soli jest konieczne do uniknięcia przemiany chemicznej materiałów traktowanych. Dolną granicę temperatury reguluje się zależnie od rodzaju traktowanych substancji na podstawie reakcji, którą poznaje się po wydzielaniu się dwutlenku węgla lub piany. Zaleca się również chronić materiał przerabiany przed środkami utleniającymi, jak tlenem lub gazami, zawierającymi tlen, powietrzem i t. d.; również należy unikać substancji, powodujących polimeryzację.

Najlepiej postępuje się w ten sposób, iż w stosunku do każdego materiału wyjściowego wyznacza się najkorzystniejsze warunki reakcji i następnie przez określenie stopnia alkaliczności wylicza się odpowiednią ilość kwasu. Przy przeróbce pozostałości po uwodornianiu, zawierających około 20% składników stałych, stosuje się 2 + 8% kwasu, licząc na ilość traktowanego materiału. Stężenie kwasu jest ograniczone wskutek możliwości reakcji chemicznych, jak sulfonowania, polimeryzacji, kondensacji i tak dalej. Zbyt rozcieńczonych kwasów nie należy również stosować, ponieważ wówczas przeprowadza się zbyt duże ilości wody przez urządzenie, przez co sprawność urządzenia zostaje zmniejszona (przez zwiększone zapotrzebowanie energii na ogrzanie wody i niepotrzebne zwiększenie rozmiarów urządzenia).

Zawartość asfaltów w otrzymanym ole-

ju jest tak mała, iż nadaje się on doskonale jako olej do zarabiania na pastę węgla w celu uwodorniania tegoż.

Proces można prowadzić pod zwykłym albo podwyższonym ciśnieniem.

Stałe osady, oddzielone według wyżej podanych sposobów, można w dalszym ciągu przerabiać różnymi sposobami, np. odgazowywać w niskiej temperaturze, koksować lub ekstrahować i w ten sposób dodatkowo otrzymywać inne cenne produkty. Osady można również stosować wprost albo po zmieszaniu z innymi substancjami jako materiał do budowy dróg.

Przykład. Pozostałość, otrzymaną po uwodornianiu węgla brunatnego, zawierającą 25% składników stałych, głównie składników popiołu, oraz 75% oleju ciężkiego, wrzącego powyżej 350°C, miesza się z 25% oleju ciężkiego, wrzącego powyżej 350°C, otrzymanego z tego samego węgla przez uwodornianie i odwirowanie w 140°C w wirowce talerzowej, z której odwirowany osad odprowadza się przez wyjście, umieszczone w płaszczu. Przy przeróbce 3000 litrów na godzinę otrzymuje się 1040 części osadu, zawierającego do 50% składników stałych, i 1960 części oleju odwirowanego, zawierającego 4,2% składników stałych. Odwirowany olej poddaje się wirowaniu w drugim zabiegu przy przeróbce 4000 litrów na godzinę, przyczem otrzymuje się 3400 części oleju czystego, całkowicie pozbawionego substancji stałych, oraz 600 części odwirowanego osadu, zawierającego 30% składników stałych. Osad skierowuje się ponownie do pierwszego zabiegu, podczas gdy osad, odwirowany w pierwszym zabiegu, poddaje się odgazowywaniu w niskiej temperaturze z parą wodną o temperaturze 500°C.

Otrzymuje się 95% oleju, zawartego w osadzie, odwirowanym w pierwszym zabiegu.

Jeżeli natomiast pozostałości po uwodornianiu odwirowuje się tylko raz, wów-

czas przeróbka nie może przekraczać 1500 litrów na godzinę, w celu uzyskania równocześnie czystego oleju i osadu, zawierającego większą ilość składników stałych, przyczem osad zawiera więcej oleju, niż w przypadku kilkakrotnego wirowania.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób oddzielania oleju od części stałych w pozostałości po uwodornianiu materiałów węglowych, zdolnych do destylacji, znamieny tem, że przerabianą pozostałość odwirowuje się kilkakrotnie tak, iż olej, otrzymany w pierwszym zabiegu odwirowywania, zawiera jeszcze małą ilość składników stałych, które oddziela się od oleju w drugim zabiegu odwirowywania.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że osady, otrzymywane w dalszym zabiegu, lub część tych osadów zawraca się do pierwszego zabiegu odwirowywania.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny tem, że osady, otrzymane w pierwszym zabiegu odwirowywania, poddaje się działaniu ciepła w celu odzyskania resztek zawartego w nich oleju, ewentualnie z przedmuchiwaniami gazami obojętnymi.

4. Sposób według zastrz. 1 ÷ 3, znamieny tem, że do pozostałości dodaje się przed odwirowywaniem środka rozcieńczającego lub rafinującego.

5. Sposób według zastrz. 1 ÷ 4, znamieny tem, że odwirowywanie uskutecznia się w temperaturach między 60° a 200°C, najlepiej od 80° do 180°C.

6. Sposób według zastrz. 1 ÷ 5, znamieny tem, że przerabianą pozostałość miesza się przed odwirowywaniem w podwyższonej temperaturze z rozcieńczonami kwasami lub kwaśnymi solami aż do uzyskania odczynu kwaśnego.

International Hydrogenation
Patents Company Limited.

Zastępca: Inż. F. Winnicki,
rzecznik patentowy.