



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 06.05.80 (P. 224048)

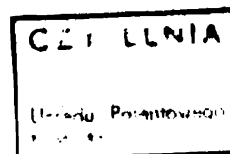
Pierwszeństwo: 07.05.79 Stany Zjednoczone
Ameryki

Zgłoszenie ogłoszono: 13.02.81

Opis patentowy opublikowano: 20.02.1984

Int. Cl⁸

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.

W ostatnim czasie rozwija się szereg metod solwacyjnych wytwarzania zarówno ciekłych, jak i stałych odmineralizowanych paliw węglowodorowych z węgla kamiennego. Jedną z takich metod znana jest pod nazwą metody rozpuszczalnikowej rafinacji węgla (SRC). Metoda SRC jest solwacyjną metodą wytwarzania rozpuszczalnych, ciekłych i stałych paliw węglowodorowych z węgla kamiennego.

W metodzie tej pokruszony węgiel kamienny dysperguje się w rozpuszczalniku stanowiącym zawracaną cieklą frakcję zawierającą związki hydroaromatyczne i przepuszcza się wraz z wodorem przez strefę podgrzewania w podwyższonej temperaturze pod ciśnieniem w celu rozpuszczenia paliwa węglowodorowego z minerałów węglowych, zapobiegając wtórnej polimeryzacji rozpuszczonych węglowodorów przez przeniesienie wodoru od związków hydroaromatycznych z rozpuszczalnika do rozpuszczonych materiałów węglowodorowych.

Uzyskaną zawiesinę przesyła się następnie do drugiej egzotermicznej strefy rozpuszczania, w której zachodzą reakcje uwodorniania i hydrokrakingu. W strefie rozpuszczania tworzą się związki hydroaromatyczne. Frakcję zawierającą te związki wydziela się z odcieku ze strefy rozpuszczania stanowiącego zawiesinę i zawraca się. Resztę za-

2

wiesiny stanowiącej odciek ze strefy rozpuszczania tworzą cząstki minerałów z węgla i nierozpuszczonego węgla zawieszony w zwykłej cieczy i zwykły stały rozpuszczalny węgiel, tzw. rozpuszczalny węgiel, który jest stały w temperaturze pokojowej.

Zawieszony cząstki są bardzo małe, zwykle o wielkości submikrometrowej i średnica większości z nich lub prawie wszystkich jest mniejsza od 10–20 mikrometrów.

Ze względu na małą wielkość cząstki te jest bardzo trudno odsączyć lub usunąć w inny sposób z rozpuszczonego węgla.

W opisach patentowych Stanów Zjednoczonych Ameryki nr nr 4 102 774 i 4 124 485 ujawniony jest sposób obróbki alkoholem odciekowej zawiesiny z procesu upłynniania węgla, takiego jak metoda SRC, mający na celu skupienie zawieszonych lub zdyspergowanych składników stałych zawierających minerały lub wpłynięcie na nie w inny sposób, aby zwiększyć szybkość filtracji zawiesiny.

Obecnie stwierdzono, że pewne polimery, obejmujące kopolimery metakrylanów alkilowych lub polimetakrylanów alkilowych, takie jak kopolimer etylen-propylen-metakrylan oraz kopolimer etylenu z octanem winylu i poliizobutylenem, nadają się do zwiększania szybkości filtracji ciekłych zawiesin węgla.

Niniejsze zgłoszenie dotyczy stosowania poliizobutyleny, podczas gdy dokonane równocześnie

zgłoszenia dotyczą kopolimeru metakrylanu alkilu i kopolimeru etylenu z octanem winylu. Te substancje polimeryczne skutecznie zwiększają szybkość filtracji, jeśli dodawane są bezpośrednio do ciekłej zawiesiny węgla i zostaną równomiernie w niej rozproszone w stężeniach, przy których występuje następnie wzrost szybkości filtracji. Polimer korzystnie najpierw rozpuszcza się w oleju lekkim w celu zmniejszenia lepkości.

Nieoczekiwanie stwierdzono ponadto, że polimery te są równie, a nawet bardziej skuteczne, jeśli zdysperguje się je lub rozpuści w oleju węglowym lub naftowym, w którym się rozpuszczają, w celu zmniejszenia lepkości i przepuści się je przez wstępnie pokryty placek pomocniczego materiału filtracyjnego przed przesączeniem przezeń zawiesiny węglowej.

Uzyskanie zwiększonej szybkości filtracji dzięki wstępnej obróbce powlekającej jest szczególnie godne uwagi, gdyż stwierdzono, że polimer nie ulega w wyniku wstępnej obróbki nieodwracalnej adsorpcji na pomocniczym materiale filtracyjnym.

Dzięki temu sposobem według wynalazku można korzystnie odzyskać zasadniczo cały polimer lub jego większość, albo też co najmniej 70, 80 lub 90% wagowych. Ekonomicznie korzystne zużycie polimeru następuje tylko w przypadku wariantu wynalazku ze wstępną obróbką powlekającą, gdyż w wyniku dodawania polimeru do samej zawiesiny węgla traci się go wraz z ciekłym przesączem węglowym.

Jednak nawet to jest korzystniejsze od strat polimeru w wyniku adhezji do pomocniczego materiału filtracyjnego, gdyż wówczas nie przyczynia się on nawet do zwiększenia wartości opałowej przesączu węglowego.

Fakt, że polimery te powodują znaczne zwiększenie szybkości filtracji przy prostym ich użyciu do płukania placka filtracyjnego z podkładu, przy czym na placku tym nie pozostają znaczne ich ilości, wskazuje, że polimery te oddziałują na powierzchnię cząstek wstępnie powleczonego materiału raczej w sposób fizyczny niż chemiczny.

Jakkolwiek sam polimer jest względnie lepki, po jego rozpuszczeniu w oleju lekkim uzyskuje się lejący się roztwór zdolny do przepłynięcia przez cząstki stałe pomocniczego materiału filtracyjnego. Jakkolwiek ilość oleju pozostająca na pomocniczym materiale filtracyjnym rozpuszcza się następnie w cieczy węglowej w czasie sączenia.

Przerwa w czasie przemywania roztworem polimeru, a przed etapem filtracji, na ustalenie się równowagi nie jest konieczna, ale z drugiej strony odstęp czasu nie wywiera szkodliwego wpływu.

Przemywanie polimerem nie wywiera widocznego wpływu na placek podkładowy, a prawdopodobnie oddziałuje na powierzchnię międzyfazową pomiędzy osadzonymi cząstkami stałego węgla i cząstkami pomocniczego materiału filtracyjnego w czasie następującego etapu filtracji. Być może, że wstępna obróbka polimerem zapobiega

lub osłabia przyczepność stałego węgla do placka podkładowego.

Działanie takie znacznie różni się od działania alkoholi stosowanych w wyżej wspomnianych znanych sposobach, polegającego na rzeczywistej aglomeracji zawieszonych cząstek stałych. Ze względu na raczej fizyczną niż chemiczną, rzeczywistą naturę efektu, w sposobie według wynalazku można stosować dowolne stałe pomocnicze materiały filtracyjne. Przykładowo wymienić można takie typowe materiały pomocnicze w filtracji, jak ziemia okrzemkowa, celuloza, azbest i wełna żuźlowa.

Stwierdzono ponadto, że synergistyczny wpływ na szybkość filtracji osiąga się przy stosowaniu polimeru według wynalazku i alkoholu według wyżej wspomnianych opisów patentowych Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 4 102 774 i 4 124 485 włączonych do tekstu jako odnośniki. Aby uzyskać efekt synergistyczny, można polimer dodać bezpośrednio do ciekłej zawiesiny węgla wraz z alkoholem, albo też polimer w roztworze olejowym można zastosować do przemycia placka podkładowego, tak że do ciekłej zawiesiny węgla dodaje się jedynie alkohol.

Odkrycie efektu synergistycznego wyraźnie wskazuje, że polimer i alkohol spełniają niejednakowe funkcje w układzie filtracyjnym.

Polimer stosowany w sposobie według wynalazku można dodawać do ciekłej zawiesiny węgla w dowolnej ilości, przy której uzyskuje się zwiększenie szybkości filtracji tej zawiesiny. Ogólnie skuteczna ilość polimeru w ciekłej zawieszynie węgla będzie wynosić od 0,01 lub 0,05 do 2% wagowych. Bardziej szczegółowo ilość ta będzie wynosić od 0,1 lub od 0,25 do 1 lub 1,5% wagowego. Polimer lub jego roztwór olejowy można dodawać do ciekłej zawiesiny węgla nawet wówczas, gdy olejowy roztwór polimeru stosuje się również do przemywania placka podkładowego z pomocniczego materiału filtracyjnego.

Polimer można dodawać do ciekłej zawiesiny węgla bezpośrednio lub w formie roztworu w oleju węglowym lub naftowym zasadniczo nie zawierającym węgla w postaci stałej. Jeśli polimer stosuje się do wstępnej obróbki placka filtracyjnego, jego lepkość trzeba obniżyć i dlatego przepuszcza się go przez placek podkładowy w postaci roztworu w oleju węglowodorowym. Roztwory polimeru w węglowodorowym oleju węglowym lub naftowym będą zazwyczaj zawierać od około 1,0—7% wagowych polimeru, a zwłaszcza od około 0,5—2,5% wagowych polimeru.

W celu uzyskania wspomnianego efektu synergistycznego stosować można pierwszo-, drugo- lub trzeciorzędowe alkohole alifatyczne zawierające 2—10 atomów węgla. Jakkolwiek alkohole o dłuższym łańcuchu alifatycznym mogą być skuteczne, jednak są droższe. Zastosowanie ich powoduje niepotrzebny wzrost kosztów operacji.

Szczególnie skuteczne są takie alkohole, jak izopropanol lub normalny, drugorzędowy i trzeciorzędowy butanol. Stosować można jeden lub więcej alkoholi. Ilość alkoholu w cieczy węglowej może wynosić od 0,05—15% wagowych. Skuteczne stę-

zenia alkoholu wynoszą 0,1—15% wagowych, albo od 0,5 lub 1,0 do 6% wagowych.

Stosowany alkohol nie spełnia roli znaczącego donora wodoru lub środka solwującego węgiel. Tak np., choć butanol jest dla celów filtracji alkoholem korzystnym, nie jest on skuteczny jako środek solwujący węgiel.

W sposobie według wynalazku alkohol dodaje się do procesu upłynnienia węgla po zakończeniu etapu rozpuszczania węgla, tzn. wówczas, gdy co najmniej około 85 lub 90% wagowych węgla uległo rozpuszczeniu. Nie ma potrzeby dodawania alkoholu do procesu przed zakończeniem etapu rozpuszczania i uwodorniania. Ponadto alkohol w procesie tym nie wpływa znacznie na zwiększenie stosunku wodoru do węgla w cieczy węglowej. Dlatego też większość alkoholu nie ulega zużyciu w procesie. Nie zachodzi też znaczna przemiana alkoholu w inny materiał, taki jak keton, w wyniku przeniesienia wodoru. Aby zapobiec działaniu alkoholu jako donora wodoru, ciecz węglowa, do której dodaje się alkohol, zawiera znaczną ilość uprzednio dodanego innego materiału stanowiącego donor, np. co najmniej 2, 3 lub 5% wagowych materiałów hydroaromatycznych, takich jak tetralina i jej homologi.

Materiał hydroaromatyczny chroni alkohol tak, że większość jego można zawrócić bez konieczności stosowania obróbki wodorem.

Ponieważ cel dodawania alkoholu ogranicza się do usuwania części stałych, nie ma potrzeby wcześniejszego usuwania stałych składników węgla i alkohol można dodawać do ciekłej zawiesiny węgla zawierającej zazwyczaj co najmniej 3 lub 4% wagowe minerałów.

Przy spełnieniu swojej roli alkohol nie wymaga stosowania zasady, która mogłaby zwiększyć jego działanie, gdyby spełniał on rolę donora wodoru. Ponadto alkohol działa w sposobie według wynalazku w fazie ciekłej i z tego względu można go stosować do oddzielania fazy stałej od ciekłej w temperaturze niższej od jego temperatury krytycznej.

Przed dodaniem alkoholu temperatura cieczy węglowej powinna być podwyższona i wynosi od około 38—371°C, korzystnie od około 66—316°C, a najkorzystniej od około 204—288°C. Po dodaniu alkoholu mieszaninę węglową powinno się wymieszać w celu uzyskania jednorodnego składu fazy ciekłej. Po dodaniu alkoholu, a przed etapem usuwania części stałych roztwórowęgla można odstawić w temperaturze mieszania na okres czasu od 30 sekund do 3 godzin, a jeszcze korzystniej od 1 minuty do 1 godziny, lub od 2 lub 5 minut do 30 minut.

Dodatkowy korzystny efekt można uzyskać, jeśli dodatek alkoholowy stosuje się w mieszanicy z olejem lekkim. Olejem lekkim może być zasadniczo nie zawierająca części stałych lekka cieka frakcja węglowa, z której części stałe usunięto przez filtrację lub w inny sposób, np. frakcja lekkiego oleju procesowego, którego zakres temperatur wrzenia obejmuje temperaturę wrzenia alkoholu. Mieszaną można odzyskiwać w procesie jako pojedynczą frakcję, lub też olej lekki i alkohol moż-

na wydzielać osobno i mieszać w dowolnym pożądanym stosunku. Mieszanka alkoholowo-olejowa wywiera korzystniejszy wpływ na odsączenie części stałych od ciekłego węgla, niż sam alkohol.

Jakkolwiek korzyści w wyniku dodawania alkoholu zmniejszają się w miarę, jak ilość dodanego alkoholu przekracza wielkość krytyczną, z powodzeniem stosować można zwiększone ilości alkoholu, jeśli wprowadzi się go w mieszanie z olejem lekkim.

Ponieważ alkohol zawraca się, istnieje bardzo małe prawdopodobieństwo wystąpienia dodatkowych kosztów produkcyjnych w wyniku stosowania zwiększonej jego ilości. Fenol obecny w cieczach węglowych wywiera ujemny wpływ na oddzielanie składników stałych, najwidoczniej dlatego, że działa jako ośrodek dyspergujący. Aby uniknąć zawracania fenolu, frakcja oleju lekkiego powinna mieć zakres temperatur wrzenia niższy od temperatury wrzenia fenolu, wynoszącej 181°C. Można np. stosować ciekłą frakcję węglową o temperaturze wrzenia nie wyższej od około 160°C.

Zakres temperatur wrzenia ciekłej frakcji węglowej nie musi pokrywać się z zakresem temperatur wrzenia obiegowego rozpuszczalnika procesowego. Górna granica temperatury nie obowiązuje, gdy olej lekki nie jest cieczą węglową i z tego względu nie zawiera fenoli. Tak np., jeśli olej lekki stanowi frakcję ropy naftowej, stosować można lekką, średnią lub ciekłą naftę o temperaturze wrzenia nie przewyższającej 260°C.

Ilość alkoholu w lekkiej frakcji olejowej może wynosić ogólnie od około 1—75% wagowych, a korzystnie od około 10—25% wagowych. Ilość mieszanki oleju lekkiego nie zawierającego części stałych z alkoholem dodawanej do płynnego węgla zawierającego części stałe może najogólniej wynosić od około 1—50% wagowych, korzystnie od około 1—15% wagowych, a najkorzystniej od około 2—5% wagowych.

Według jednego z rozwiązań alkohol można dodać do gorącej nieprzesączonej zawiesiny rozpuszczonego węgla, po czym mieszaninę miesza się i pozostawia do dojrzewania. Następnie przepuszcza się ją przez filtr zawierający podłoże z ziemi okrzemkowej, przemyte uprzednio roztworem polimeru w oleju lekkim. Przesąc zawierający alkohol, ale zasadniczo pozbawiony polimeru frakcjonuje się następnie w celu wydzielenia niskowrzącej frakcji zawierającej co najmniej część alkoholu.

Frakcję tę zawraca się następnie i miesza z zawiesiną podawaną na filtr, uzupełniając ją w razie potrzeby alkoholem. Przy takim sposobie prowadzenia procesu uzyskuje się synergistyczny efekt działania polimeru i alkoholu na szybkość filtracji, przy równoczesnej maksymalnej oszczędności w zużyciu polimeru i alkoholu.

Przy prowadzeniu prób filtracji ilustrujących sposób według wynalazku uzyskane wyniki interpretowano w oparciu o następujący powszechnie znany matematyczny model filtracji:

$$(T/W) = kW + C$$

gdzie:

T = czas filtracji w minutach

W = ciężar przesącza zebranego w czasie T w gramach

k = parametr oporności placka filtracyjnego (minuty/g²)

C = parametr oporności podłoża (minuty/gram) oraz $(T/W) = (\text{szybkość})^{-1}$

W próbach filtracji przedstawionych poniżej ilość zebranego przesącza W rejestrowano automatycznie w funkcji czasu T. W i T stanowią podstawowe dane uzyskane w próbach.

W celu otrzymania porównywalnych wyników następujące wielkości utrzymywano na ustalonym pożądanym poziomie: temperatura, spadek ciśnienia na filtrze, rodzaj podłoża i sposób jego nanoszenia, grubość podłoża oraz pole przekroju poprzecznego filtru.

Uzyskane wielkości W w funkcji T poddano obróbce zgodnie z powyższym modelem matematycznym, co przedstawiono na fig. 1 i 2.

Na każdej z fig. 1 i 2 znajdują się po cztery krzywe, z których każda przedstawia oddzielną serię prób filtracji. Na osi pionowej każdego z wykresów znajdują się wielkości T/W, stanowiące odwrotność szybkości filtracji. Nachylenie każdej krzywej równe jest k, a punkt przecięcia każdej krzywej z osią pionową wyznacza parametr C.

Na figurze 1 i figurze 2 cyfry nad wykresami oznaczają czas w minutach. Krzywe oznaczone na fig. 1 i fig. 2 literami oznaczają odpowiednio: A i E — filtracja ciekłej zawiesiny węgla bez obróbki podkładu, B — filtracja ciekłej zawiesiny węgla przez podkład poddany obróbce kopolimerem metakrylanu w lekkim oleju naftowym, C — filtracja ciekłej zawiesiny węgla przez podkład poddany obróbce kopolimerem metakrylanu w lekkim oleju węglowym, D — filtracja ciekłej zawiesiny węgla zawierającej dodatek oleju lekkiego i izopropanolu przez podkład poddany obróbce kopolimerem metakrylanu, F — filtracja ciekłej zawiesiny węgla zawierającej dodatek oleju lekkiego i izopropanolu, G — filtracja ciekłej zawiesiny węgla przez podkład poddany obróbce poliizobutylenem, H — filtracja ciekłej zawiesiny węgla z dodatkiem oleju lekkiego i izopropanolu przez podkład poddany obróbce poliizobutylenem.

Przy analizie krzywych parametr C w pierwszym rzędzie charakteryzuje podłożę, gdyż oznacza on odwrotność szybkości filtracji na początku próby, przed osadzeniem się na wierzchu podłoża jakiegokolwiek znaczącej ilości placka filtracyjnego. Z drugiej strony nachylenie k stanowi parametr charakteryzujący plackę filtracyjną osadzającą się na podłożu w czasie filtracji, i z tego względu charakteryzuje samą filtrację, z wyłączeniem podłoża.

Względnie niewielkie nachylenie (niska wydajność k) oznacza korzystnie niską oporność placka przy filtracji. Mówiąc innymi słowami, jakiegokolwiek obniżenie parametru k oznacza korzystny wzrost szybkości filtracji.

Z figury 1 i 2 wynika, że krzywe przedstawiające ślepa próbę i próbę z zastosowaniem jedynie obróbki podłoża mają największe nachylenie (najwyższe wielkości k), podczas gdy krzywe

przedstawiające próby z zastosowaniem dodatku alkoholowego mają najmniejsze nachylenie (najniższe wielkości k).

Patrząc z innego punktu widzenia można stwierdzić, że jakkolwiek każda krzywa wskazuje, iż na końcu próby szybkość filtracji jest mniejsza (tzn. większa jest $(\text{szybkość})^{-1}$), niż na początku, to nachylenie niższych krzywych wskazuje, że szybkości filtracji nie zmniejszają się tak bardzo w czasie próby.

Z figury 1 i 2 wynika ponadto, że jakkolwiek krzywe przedstawiające próby z zastosowaniem jedynie obróbki podłoża mają w przybliżeniu takie samo nachylenie, jak odpowiednie ślepe próby, to jednak w wyniku obniżenia parametru C oporności podłoża w przypadku prób z zastosowaniem samej tylko obróbki polimerem uzyskuje się większą ilość przesącza po jednej minucie w porównaniu z odpowiednią ślepa próbą.

W związku z tym oczywiste jest, że efekt synergistyczny wywołany łącznym stosowaniem zarówno wstępnej obróbki podłoża, jak i dodaniem alkoholu, spowodowany jest połączonym działaniem różnych efektów, a mianowicie obniżenia zarówno oporności placka filtracyjnego (parametr k), jak i parametru oporności podłoża C.

Należy zauważyć, że każdą próbę filtracji prowadzono bez przemywania placka filtracyjnego rozpuszczalnikiem.

Ponieważ uważa się, że przemywanie rozpuszczalnikiem wpływa na charakter placka filtracyjnego, powinno ono wpływać również na wielkość k. W przemyśle bardzo rozpowszechnione są filtry obrotowe o działaniu ciągłym, w których cykle filtracji trwające nie dłużej, niż około 1 minuty, występują przemiennie z cyklami płukania, w czasie których plackę filtracyjną spryskuje się rozpuszczalnikiem w celu wymycia zaabsorbowanego ciekłego węgla.

Dlatego też wszystkie zestawione szybkości w próbach opisanych w poniższych przykładach dotyczą operacji filtracji w czasie pierwszej minuty procesu, o ile nie zaznaczono tego inaczej.

Przy prowadzeniu prób filtracji w poniższych przykładach sito 90 mesh umieszczone wewnątrz elementu filtracyjnego pokrywano na grubość 1,27 cm ziemią okrzemkową.

Wewnętrzna średnica elementu filtracyjnego wynosiła 1,9 cm, jego wysokość 3,5 cm, a pole powierzchni 2,84 cm². Sito podtrzymywane było przez wytrzymały ruszt zapobiegający jego odkształceniom. Nanoszenie podłoża prowadzono przeciążając 5% wagowo zawiesziną materiału podłożowego w procesowym oleju lekkim przez sito z zastosowaniem azotu pod ciśnieniem 2,74·10² kPa.

Operację nanoszenia podłoża prowadzono w temperaturze zbliżonej do temperatury następującej potem operacji filtracji. Waga porowatego złoża z materiału podłożowego wynosiła około 1,2 g. Po naniesieniu materiału podłożowego filtr przedmuchiwano przez około 1—2 sekundy azotem pod ciśnieniem około 3,43·10 kPa w celu usunięcia śladów oleju lekkiego. Olej lekki spływał do pojemnika umieszczonego na wadze automatycznej. Olej lekki ważono, aby zapewnić osadzenie się

odpowiedniej ilości materiału podłożowego. Po tej operacji olej wylewano. Wagę łączono z rejestratorem, aby uzyskać ciągły (w odstępach czasu co 5 sekund) zapis ilości zebranego przesączu w funkcji czasu.

Następnie próbkę 750 g niesączonego oleju (UFO) bez żadnych dodatków wprowadzano do zbiornika ciśnieniowego służącego za zbiornik rezerwowy. UFO utrzymywano w temperaturze 38–54°C i mieszano w sposób ciągły, za pomocą dwóch 5 cm turbin. Wał obracał się z prędkością 2000 obrotów/minutę. Filtrację rozpoczynano wprowadzając do autoklawu azot pod ciśnieniem w zakresie 2,74–5,49·10² kPa. UFO wypływający z autoklawu przechodził przez spiralę podgrzewającą, w której czas jego przebywania był regulowany przez manipulowanie zaworami.

Na wlocie i wylocie spirali znajdowały się termopary, tak że UFO dopływający do filtru utrzymywany był w stałej temperaturze. UFO opuszczający podgrzewacz przepływał do filtru, na którym tworzył się stały placek i uzyskiwano przesącz.

Element filtracyjny i podgrzewacz filtru były również wyposażone w termopary. Jak to zaznaczono powyżej, przesącz zbierano na wadze i ilość jego rejestrowano automatycznie co 5 sekund. Przesącz zbierano w czystym pojemniku.

Próby porównawcze w celu oznaczenia wpływu dodatków prowadzono z tą samą partią UFO, dla której zebrano dane filtracyjne. Najpierw układ rur i filtr przedmuchiwno azotem pod ciśnieniem około 6,86·10² kPa w celu usunięcia UFO. Do autoklawu zawierającego UFO pompowano dodawaną substancję. Następnie montowano nowy element filtracyjny i pokrywano go podłożem w sposób analogiczny do opisanego powyżej, po czym prowadzono próby z zastosowaniem dodatku do UFO w ten sam sposób, w jaki wykonywano próby bez dodatku. Po każdej filtracji pozostałość na materiale podłożowym na filtrze przedmuchiwno azotem i przemywano odpowiednim rozpuszczalnikiem w celu pozbycia się mieszanek UFO i dodatku.

Analiza typowej ciekłej zawiesiny węgla z procesu SRC jest następująca. Jakkolwiek olej lekki odpędzono z ciekłej zawiesiny węgla w procesie stopniowego obniżania ciśnienia i można go używać do wytwarzania mieszanek z polimerem i alkoholem, w razie potrzeby, jednak z oleju wprowadzanego na filtr nie próbowano usuwać żadnych części stałych przed filtracją.

Ciężar właściwy w temperaturze 15,6°C—1,15

Lepkość kinematyczna w temperaturze 98,9°C—21,4 cSt

Gęstość w temperaturze 15,6°C—1,092

Popiół 4,49% wagowych

Części nierozpuszczalne w pirydynie 6,34% wagowych

Destylacja według normy ASTM D1160.

W próbach opisanych poniżej stosowano do wytwarzania mieszanek z alkoholem lub polimerem olej lekki o następujących typowych właściwościach:

Ciężar właściwy w temperaturze 15,6°C —0,830

Procent	Temperatura (°C) pod ciśnieniem 0,98·10 ² kPa
5	270
10	285
20	297
30	317
40	341
50	368
60	409
70	487

Całość składników ulegających destylacji, stanowiącą 71% odzyskano w temperaturze 496°C.

Gęstość w temperaturze 15,6°C—0,829

Lepkość kinematyczna w temperaturze 37,8°C—0,861 cSt

Destylacja według normy ASTM D-86 pod ciśnieniem 1,02·10² kPa.

Procent	Temperatura °C
5	72
95	228
punkt końcowy	256

Przykład I. Przeprowadzono próby w celu wykazania wpływu dodatku pewnych polimerów do ciekłej zawiesiny węgla na szybkość filtracji. Filtrację zawiesiny prowadzono w temperaturze 127°C przy spadku ciśnienia 5,49·10² kPa przez filtr zawierający placek podkładowy z pomocniczego materiału filtracyjnego, który stanowiła ziemia okrzemkowa, zbliżony do filtru stosowanego w układzie prób opisanych powyżej.

Zbadano następujące polimery: kopolimer etylen-propylen-metakrylan, kopolimer etylen-octan winylu oraz poliizobutylen o małej i dużej lepkości. Każdy polimer rozpuszczono w oleju lekkim uzyskując roztwór mieszający się z ciekłą zawiesiną węgla i zdolny do wytworzenia jednorodnej dyspersji. Wyniki tych prób przedstawiono w tabelicy 1.

Każdy z dodatków polimerycznych stosowanych w próbach przedstawionych w tabelicy 1 powoduje zwiększenie szybkości filtracji ciekłego węgla w porównaniu ze ślepą próbą.

W przypadku kopolimeru etylen-propylen-metakrylan, kopolimeru etylen-octan winylu oraz poliizobutyleny o lepkości 680 cSt w temperaturze 100°C szybkość filtracji zwiększa się ze wzrostem ilości polimeru. Natomiast w przypadku poliizobutyleny o lepkości 2474 cSt w temperaturze 100°C przy najmniejszej ilości polimeru uzyskuje się znaczniejsze zwiększenie szybkości filtracji.

Na podstawie tych danych stwierdzono, że korzystny polimer poliizobutylenowy posiada taki ciężar cząsteczkowy, że jego lepkość w temperaturze 99°C wynosi od około 604—690 cSt.

Tablica 1

Wpływ dodatków polimerycznych na filtrację zawiesiny węgla

Dodatek do zawiesiny i jego stężenie ²	ppm	k (minut/ /g ²)	C (minut/ /g)	Szybkość ¹ (g/mi- nutę)
Ślepa próba (bez polimeru)	0	0,0271	0,23	3,2
Kopolimer etylen-propylen-metakrylan	2400	0,0232	0,16	3,8
Kopolimer etylen-propylen-metakrylan	10000	0,0139	0,08	6,2
Kopolimer etylen-octan winylu	2500	0,0220	0,10	4,8
Kopolimer etylen-octan winylu	10000	0,0142	0,13	5,0
Poliizobutylen ³	2500	0,0155	0,12	5,8
Poliizobutylen ³	10000	0,0172	0,23	3,8
Poliizobutylen ⁴	2500	0,0203	0,26	3,1
Poliizobutylen ⁴	10000	0,0181	0,12	5,4

¹ W pierwszej minucie filtracji

² Ślepa próba wykonano z zastosowaniem ciekłej zawiesiny węgla zawierającej 5% oleju lekkiego. Każdy polimer dodawano jako roztwór w takiej samej ilości oleju lekkiego.

³ Lepkość w temperaturze 100°C 2474 cSt

⁴ Lepkość w temperaturze 100°C 680 cSt.

Przykład II. Przeprowadzono próby w celu sprawdzenia, czy polimery zwiększające szybkość filtracji zatrzymywane są przez placek filtracyjny osadzony w czasie filtracji ciekłej zawiesiny węgla nie zawierającej polimeru lub przez placek podłożowy z handlowego materiału podłożowego z ziemi okrzemkowej, przy przemywaniu roztworem polimeru w oleju lekkim nie zawierającym składników stałych, przed zetknięciem z ciekłą zawiesiną węgla.

W próbach tych poszczególne próbki zawierające polimer rozpuszczony w oleju lekkim przepuszczano przez placek minerałów węglowych nie zawierający polimeru oraz placek z ziemi okrzemkowej również nie zawierający polimeru. Wyniki tych prób przedstawiono w tablicy 2.

Z tablicy 2 wynika, że w granicach spodziewanego błędów doświadczalnego nie stwierdzono zatrzymywania znacznych ilości zarówno kopolime-

Tablica 2

	Stężenie polimeru w oleju lekkim (% wagowe)		
	Wyjściowe	Po zetknięciu z placekiem z minerałów węglowych	Po zetknięciu z placekiem podłoża
5			
10			
15	0,70	0,70	0,64
20	0,70	0,68	0,70

ru etylen-propylen-metakrylan, jak i poliizobutyleny ani przez placek filtracyjny z minerałów węglowych nie zawierający polimeru, ani przez placek podłożowy z ziemi okrzemkowej nie zawierający polimeru, przy przemywaniu ich roztworem polimeru w oleju.

Z tego względu zwiększenie szybkości filtracji zademonstrowane w przykładzie III, przy przemywaniu placka z podłoża filtracyjnego z ziemi okrzemkowej olejowym roztworem polimeru, osiąga się przez zwilżenie placka polimerem, przy czym placek ten nie zatrzymuje żadnych znacznych ilości polimeru.

Przemywanie takie powoduje prawdopodobnie wystąpienie efektu na granicy faz między stałym podłożem i stałym węglem, gdy materiały te stykają się ze sobą w czasie następującego etapu filtracji.

Istnieje teoria, że wstępna obróbka podłoża polimerem zapobiega przyklejaniu się cząstek stałego węgla do stałego podłoża. Efekt ten jest sprzeczny z aglomeracją cząstek, zgodną z prawdopodobnym mechanizmem w przypadku, gdy takie dodatki, jak alkohol zwiększają szybkość filtracji.

Próby przedstawione w tablicy 2 wskazują, że korzyści z zastosowania sposobu według wynalazku można uzyskać przy zasadniczo całkowitym odzyskaniu polimeru. Korzyść tę uzyskuje się jedynie w przypadku, gdy przemywa się podłożę, gdyż przy dodawaniu polimeru do zawiesiny węgla zostaje on stracony w ciekłym przesączu węglowym.

Przykład III. Przeprowadzono próby w celu wykazania wpływu przemywania placka podłożowego z ziemi okrzemkowej jako pomocniczego materiału filtracyjnego roztworem kopolimeru etylen-octan winylu lub poliizobutylenem w oleju lekkim. Stosowany poliizobutylen miał lepkość mniejszą od niższej lepkości poliizobutyleny stosowanego w próbach wykonanych w przykładzie I, tablica 1.

Próby filtracji z zastosowaniem roztworu kopolimeru etylen-octan winylu w oleju lekkim pro-

wadzone w temperaturze 232°C przy spadku ciśnienia na filtrze $5,49 \cdot 10^2$ kPa. Próby filtracji z zastosowaniem roztworu poliizobutyleno o małej lepkości w oleju lekkim prowadzono w temperaturze 188°C przy spadku ciśnienia $5,49 \cdot 10^2$ kPa. Materiał podłożowy w ślepej próbie lub po przemyciu roztworem wymienionego polimeru w oleju lekkim wziętym w ilości 25 g stosowano następnie do sączenia ciekłej zawiesiny węgla.

W pewnych próbach ciekle zawiesina węgla nie zawierała dodatków, w innych stosowano zawiesinę zawierającą jako dodatek mieszaninę izopropanolu i oleju lekkiego w podanej ilości w stosunku do ciekłej zawiesiny węgla. Olejem lekkim stosowanym do wytwarzania mieszanki z izopropanolem był lekki olej naftowy. Olejem lekkim stosowanym do wytwarzania roztworów polimeru był lekki olej naftowy lub olej stanowiący lekką ciekłą frakcją węglową. Wyniki tych prób przedstawiono w tablicy 3.

nie może być odzyskany, lecz zostaje w końcu zużyty jako paliwo wraz z cieczą węglową.

Z danych w tablicy 3 wynika, że wstępne przemywanie podłoża roztworem poliizobutyleno w oleju lekkim powoduje wzrost szybkości filtracji o 95%. Z danych w tablicy 3 wynika ponadto, że w przypadku, gdy nie przemywa się wstępnie podłoża polimerem, ani nie dodaje się polimeru do ciekłej zawiesiny węgla, dodatek roztworu izopropanolu do cieczy węglowej powoduje wzrost szybkości filtracji o 36%, przy zastosowaniu próbki tej samej cieczy węglowej, którą stosowano w próbie z poliizobutylenem.

Dodając wzrost szybkości o 95% spowodowany przemywaniem podłoża poliizobutylenem i wzrost o 36% spowodowany niezależnym dodaniem roztworu izopropanolu do ciekłej zawiesiny węgla, powinno się uzyskać łączny wzrost szybkości o 131%.

Jeśli jednak dodanie roztworu izopropanolu do

Tablica 3
Wpływ obróbki podkładu polimerem na szybkość filtracji

Ciekła zawiesina węgla i dodatek (jeśli występuje)	Przemywanie wstępne podkładu	k (minut/g ²)	C (minut/g)	Szybkość filtracji po pierwszej minucie (g/minutę)	Poprawa w stosunku do ślepej próby %
Sama ciekła zawiesina węgla	nie przemywany	0,0247	0,42	2,1	—
Sama ciekła zawiesina węgla	2% kopolimeru etylen-octan winylu w lekkim oleju węglowym	0,0293	0,08	4,6	119
Ciekła zawiesina węgla zawierająca 5% oleju lekkiego i 2% izopropanolu	2% kopolimeru etylen-octan winylu w lekkim oleju węglowym	0,0162	0,05	7,5	257
Sama ciekła zawiesina węgla	nie przemywany	0,0558	0,30	2,2	—
Sama ciekła zawiesina węgla	7% niskocząsteczkowego poliizobutyleno w oleju lekkim	0,0438	0,05	4,3	95
Ciekła zawiesina węgla zawierająca 5% oleju lekkiego i 2% izopropanolu	nie przemywany	0,0359	0,23	3,0	36
Ciekła zawiesina węgla zawierająca 5% oleju lekkiego i 2% izopropanolu	7% nieskocząsteczkowego poliizobutyleno w oleju lekkim	0,0252	0,05	6,3	186

Porównując dane z tablic 1 i 3 można stwierdzić, że wzrost szybkości filtracji uzyskiwany przez przemywanie podłoża polimerem jest nawet większy, niż przy dodawaniu go do zawiesiny węgla.

Jest to szczególnie cenne dlatego, gdyż jak stwierdzono metoda z przemywaniem podłoża umożliwia odzyskanie całego lub praktycznie całego polimeru stosowanego do obróbki wstępnej, podczas gdy polimer dodany do zawiesiny węgla

ciekłej zawiesiny węgla łączy się ze wstępnym przemywaniem podłoża polimerem izobutyleno, osiągnięto wzrost szybkości filtracji o 186%, co wskazuje na występowanie znacznego efektu synergistycznego.

Z danych w tablicy 3 wynika, że wstępne przemywanie płacka podłożowego z ziemi okrzemkowej roztworem kopolimeru etylen-octan winylu w oleju lekkim, bez dodawania kopolimeru bezpośrednio do cieczy węglowej powoduje wzrost szyb-

kości filtracji o 119% w stosunku do ślepej próby. Rząd wielkości tego wzrostu jest zbliżony do wzrostu uzyskanego w analogicznej próbie z zastosowaniem poliizobutyleny.

Jeśli jednak połączy się dodawanie izopropanolu w postaci roztworu do cieczy węglowej z przemycaniem podłoża roztworem kopolimeru etylen-octan winylu w oleju, uzyska się w wyniku łącznego działania wzrost o 257%, a więc znacznie większy, niż w analogicznej próbie z zastosowaniem poliizobutyleny.

Tak więc, efekt synergistyczny uzyskuje się również wówczas, gdy stosuje się do przemycania podłoża roztwór kopolimeru etylen-octan winylu w oleju lekkim, jeśli przemycanie podłoża połączy się z zastosowaniem dodatku izopropanolu do zawiesiny węgla.

Przykład IV. Przeprowadzono próby w celu zbadania wpływu stężenia polimeru w oleju lekkim stosowanego do wstępnej przemycania materiału podłożowego. W próbach tych szereg roztworów poliizobutyleny w oleju lekkim o różnych stężeniach zastosowano do przemycania placka z podłoża z ziemi okrzemkowej, przed operacją filtracji ciekłej zawiesiny węgla, prowadzoną w temperaturze 204°C przy spadku ciśnienia $6,18 \cdot 10^2$ kPa. Parametry oporności placka filtracyjnego i szybkości filtracji dla pierwszej minuty operacji zamieszczono w tabelicy 4.

W próbach tych roztwór poliizobutyleny o podanym stężeniu stosowano do zwilżenia materiału podłożowego przed filtracją zawiesiny węgla nie zawierającej żadnych dodatków ułatwiających filtrację.

Tablica 4
Wpływ przemycania podłoża roztworem poliizobutyleny w oleju lekkim

Stężenie poliizobutyleny w oleju lekkim, % wagowe	C (minuty/g)	Szybkość filtracji (g/minutę)
0	0,33	2,5
2	0,14	4,4
3,5	0,10	5,0
7	0,07	5,4

Z danych w tabelicy 4 wynika, że stopniowe zwiększanie stężenia polimeru w oleju lekkim powoduje stopniowy wzrost szybkości filtracji. Jednak powyżej stężeń polimeru 2 lub 3% wagowe następuje znaczne osłabienie tego efektu. Z danych w tabelicy 4 wynika, że przy zastosowaniu do przemycania podłoża 3,5% roztworu polimeru szybkość filtracji wzrasta dwukrotnie, natomiast podwojenie tego stężenia do 7% powoduje jedynie względnie niewielki dodatkowy wzrost szybkości filtracji.

Przykład V. Na rysunku fig. 1 przedstawia graficznie wpływ wstępnego zwilżenia podłoża roztworem kopolimeru etylen-propylen-metakrylan w oleju lekkim na szybkość filtracji, fig. 2 przedstawia graficznie wpływ wstępnego zwilżenia po-

dłoża roztworem poliizobutyleny w oleju lekkim na szybkość filtracji.

Na każdej z figury 1 i figury 2 przedstawiono również wpływ dodatku 2% wagowych izopropanolu i 5% wagowych oleju lekkiego, w stosunku do ciekłej zawiesiny węgla, na szybkość prowadzonej następnie filtracji cieczy węglowej, a także ślepe próby bez dodatków wprowadzanych do cieczy węglowej i wstępnej obróbki podłoża.

Na figurze 1 przedstawiono wyniki odrębnych prób wstępnej obróbki podłoża z zastosowaniem kopolimeru metakrylanu, przy czym jedną próbę przeprowadzono z zastosowaniem roztworu kopolimeru w lekkim oleju naftowym o zakresie temperatur wrzenia 162—340°C, a drugą z zastosowaniem roztworu kopolimeru w lekkim oleju węglowym o zakresie temperatur wrzenia 361—463°C. Na fig. 1 i fig. 2 zaznaczono szybkości filtracji po okresie 0,5, 1, 2, 3 i 4 minut. Próby przedstawione na fig. 1 prowadzono w temperaturze 230°C przy spadku ciśnienia $5,49 \cdot 10^2$ kPa, natomiast próby przedstawione na fig. 2 prowadzono w temperaturze 188°C przy spadku ciśnienia $6,18 \cdot 10^2$ kPa.

Pierwsza minuta filtracji ma szczególne znaczenie w przypadku bębnowych filtrów rotacyjnych, w których zewnętrzną warstwę placka filtracyjnego zdrapuje się przy każdym obrocie bębna za pomocą ostrza nożowego, po czym filtr obraca się zazwyczaj krócej, niż przez jedną minutę, zanim nowo osadzony placek filtracyjny osiągnie ostrze nożowe.

W ten sposób zapobiega się nagromadzeniu pozostałości na filtrze i nie następuje ustalony lub statyczny stan filtracji. Przez zdrapywanie powierzchni filtru obrotowego za pomocą ostrza nożowego w okresach czasu mniejszych, niż 1, 2 lub 3 minuty, w sposób ciągły utrzymuje się względnie świeży układ filtrujący. Zazwyczaj przy jednym obrocie ścina się warstwę o grubości 0,0024 cm. Na fig. 3 przedstawiono graficznie dane z tabelicy 3.

Wynika z nich, że w pierwszej minucie filtracji dodatek jedynie izopropanolu w roztworze w oleju lekkim do cieczy węglowej daje wzrost szybkości filtracji o 36%, podczas gdy przy samym podłożu z polimerem uzyskuje się wzrost szybkości filtracji o 95%. Choć suma arytmetyczna tych indywidualnych efektów wynosi 131%, z doświadczenia wynika, że łączny efekt podany w tabelicy 3 wynosi 186%, co wskazuje na występowanie efektu synergistycznego przy łącznym zastosowaniu obydwu modyfikacji filtracji.

Dane te wyraźnie wskazują, że mechanizm każdego z tych efektów jest zasadniczo inny, przy czym działanie alkoholu polega prawdopodobnie na aglomeracji cząstek minerałów węglowych w zawieszynie węgla, podczas gdy polimer wpływa prawdopodobnie na zjawiska na granicy faz między osadzającym się stałym węglem i cząstkami dodatku ułatwiającego filtrację.

Z figury 1 wynika, że przemycanie podłoża po okresie 1 minuty filtracji za pomocą roztworu kopolimeru etylen-propylen-metakrylan w oleju lekkim powoduje wzrost szybkości filtracji o 90 lub 119%, w zależności od tego, jaki olej lekki stosuje

się jako rozpuszczalnik polimeru. Łączny jednak efekt wstępnego przemywania podłoża i wprowadzenia izopropanolu jako dodatku do ciekłej zawiesiny węgla jest znaczny, gdyż powoduje wzrost 5 szybkości o 257%, co również wskazuje na występowanie synergizmu i potwierdza, że izopropanol dodawany do ciekłej zawiesiny węgla spełnia inną rolę, niż polimer zwilżający podłoże.

Przykład VI. Przeprowadzono próby porównawcze, w których do ciekłych zawiesin węgla 10 dodawano polimery inne, niż badane w poprzednich przykładach, w celu sprawdzenia wpływu tych produktów handlowych na szybkość filtracji. Takie porównawcze próby prowadzono w temperaturze 250°C przy spadku ciśnienia na filtrze $1,02 \cdot 10^2$ kPa w układzie filtracyjnym z zastosowaniem 15 podłoża z ziemi okrzemkowej, zbliżonym do układu stosowanego w próbach opisanych w poprzednich przykładach.

Szybkość filtracji dla każdego z tych dodatków 20 po 12 minutowej próbie przedstawiono w tablicy 5. Zastosowano dłuższy czas filtracji, ponieważ były to próby porównawcze wykonywane w celu wyeliminowania rzeczywiście nieskutecznych dodatków.

Tablica 5

Dodatek	Stężenie w ciekłej zawiesinie węgla, % wagowe	Szybkość wypływu g/minutę
Bez dodatku	0	0,88
Kopolimer akrylanowy	2	0,71
Handlowy anionowy polimer rozpuszczalny w wodzie	2	0,88
Chlorowany polietylen o niskim ciężarze cząsteczkowym	1	0,85
Kopolimer polioctanu winylu	1	0,47
Handlowy kationowy polimer rozpuszczalny w wodzie	2	0,72

Dane w tablicy 5 wskazują, że pewne polimery 35 nie są zdolne do zwiększania szybkości filtracji, nawet jeśli stanowią pochodne monomerów nieznacznie jedynie różniących się od monomerów stosowanych do wytwarzania polimerów zwiększających szybkość filtracji. Tak np., podczas gdy kopolimer metakrylanu zwiększa, jak to wykazano 40 wyżej, szybkość filtracji cieczy węglowych, to kopolimer akrylanowy nie zwiększa jej.

Podobnie, mimo iż kopolimer etylen-octan winylu zwiększa, jak to stwierdzono wyżej, szybkość 45 filtracji cieczy węglowych, okazało się, że ani kopolimer octanu winylu stanowiący pochodną innego monomeru, niż etylen, ani chlorowany polietylen o niskim ciężarze cząsteczkowym, nie są zdolne do 50 zwiększania szybkości tej filtracji.

Okazało się ponadto, że ani handlowy anionowy 55 polimer wodorozpuszczalny, ani handlowy polimer kationowy wodorozpuszczalny, nie są zdolne do zwiększania szybkości filtracji cieczy węglowych, które stanowią zawiesiny zasadniczo nie zawierające wody. Takim wodorozpuszczalnym polimerom można przeciwstawić nierozpuszczalne w wodzie polimery badane wyżej, do których należy poliizobutylen, kopolimer etylen-propylen-metakrylan 10 oraz kopolimer etylen-octan winylu, z których każdy jest do wytworzenia jednorodnej dyspersji w węglowodorowej cieczy węglowej albo sam, albo w roztworze w oleju rozpuszczającym, takim jak olej pochodzący z cieczy węglowej.

Przykład VII. Przeprowadzono dodatkowe 15 próby porównawcze, w których do ciekłych zawiesin węglowych dodawano inne polimery handlowe, w celu sprawdzenia ich wpływu na szybkość filtracji. Próby te prowadzono w temperaturze 550°C przy spadku ciśnienia na filtrze $1,51 \cdot 10^2$ kPa, w układzie filtracyjnym z zastosowaniem 20 podłoża z ziemi okrzemkowej, sposobem podobnym do opisanego w poprzednich przykładach.

Ponieważ były to próby porównawcze, szybkość 25 filtracji mierzono po 12 minutach próby. Dla celów porównawczych w analogicznych warunkach zbadano dwa polimery stanowiące dodatki zwiększające szybkość filtracji, poliizobutylen i kopolimer etylen-octan winylu. Wyniki tych prób przedsta- 30 wiono w tablicy 6.

Tablica 6

Dodatek	Stężenie w ciekłej zawiesinie węgla, % wagowe	Szybkość wypływu g/minutę
Bez dodatku	0	1,88
Handlowy kationowy polimer rozpuszczalny w wodzie	1	1,11
Żywica z nasyconych związków pierścieniowych i alkilowych	2	1,90
Handlowa mieszanina kationowych polimerów rozpuszczalnych w wodzie zawierająca 35 żywice poliamidowe	1	1,39
Poliizobutylen	1	2,90
Kopolimer etylen-octan winylu	2	3,64

Z danych zamieszczonych w tablicy 6 wynika, 40 że ani handlowe polimery rozpuszczalne w wodzie, ani żywica z nasyconych związków pierścieniowych i alkilowych, nie wywiera znacznego wpływu na zwiększenie szybkości filtracji ciekłej 45 zawiesiny węgla zasadniczo nie zawierającej wody.

W przeciwieństwie do nich każdy z polimerów 50 nierozpuszczalnych w wodzie, zarówno poliizobutylen, jak i kopolimer etylen-octan winylu, wywiera 55 znaczny wpływ na zwiększenie szybkości filtracji

w tych dwunastominutowych próbach porównawczych, w których prowadzono selekcję dodatków.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób filtracji zawiesiny upłynnionego węgla tworzącej się w procesie wytwarzania paliw węglowodorowych z węgla metodą wymywania rozpuszczalnikami i zawierającej ciecz węglowodorową z zawieszonymi w niej cząstkami minerałów węglowych, **znamienny tym**, że do zawiesiny upłynnionego węgla dodaje się poliizobutylen i alkohol zawierający w cząsteczce 2—10 atomów węgla, tworzące z tą zawiesiną węgla jednorodną kompozycję, po czym filtruje się zawiesinę.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako alkohol stosuje się izopropanol lub normalny, drugorzędowy albo trzeciorzędowy butanol.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że alkohol dodaje się do zawiesiny wówczas, gdy jej temperatura wynosi 38—371°C.

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

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

6. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosuje się poliizobutylen o lepkości od około 604—690 cSt w temperaturze 100°C.

7. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do zawiesiny dodaje się 0,01—2% wagowych poliizobutylen.

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

9. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że alkohol dodaje się do ciekłej zawiesiny węgla w mieszaninie z olejem lekkim o temperaturze wrzenia nie wyższej niż 288°C.

10. Sposób według zastrz. 9, **znamienny tym**, że jako olej lekki stosuje się ciekłą frakcję węglową, zasadniczo nie zawierającą części stałych, o temperaturze wrzenia nie wyższej od około 169°C.

11. Sposób według zastrz. 9, **znamienny tym**, że jako olej lekki stosuje się ciężką benzynę.

12. Sposób według zastrz. 9, **znamienny tym**, że alkohol dodaje się do mieszanki zawierającej 1—50% wagowych ciekłej zawiesiny węgla.

13. Sposób według zastrz. 9, **znamienny tym**, że stosuje się mieszaninę zawierającą 1—75% wagowych alkoholu.

14. Sposób według zastrz. 9, **znamienny tym**, że stosuje się mieszaninę zawierającą 10—25% wagowych alkoholu.

15. Sposób filtracji zawiesiny upłynnionego węgla tworzącej się w procesie wytwarzania paliw węglowodorowych z węgla metodą wymywania rozpuszczalnikami i zawierającej ciecz węglowodorową z zawieszonymi w niej cząstkami minerałów węglowych, **znamienny tym**, że na elemencie filtra-

cyjnym osadza się placek podkładowy z pomocniczego materiału filtracyjnego, przepuszcza się przez ten placek podkładowy roztwór poliizobutylen w oleju węglowodorowym, dodaje się do zawiesiny upłynnionego węgla alkohol zawierający w cząsteczce 2—10 atomów węgla, tworzący jednorodną kompozycję z ciekłą zawiesiną węgla i filtruje się tę zawiesinę przez otrzymany placek filtracyjny.

16. Sposób według zastrz. 15, **znamienny tym**, że jako alkohol stosuje się izopropanol albo normalny propanol, drugorzędowy albo trzeciorzędowy butanol.

17. Sposób według zastrz. 15, **znamienny tym**, że alkohol dodaje się do zawiesiny wówczas, gdy jej temperatura wynosi 38—371°C.

18. Sposób według zastrz. 15, **znamienny tym**, że do zawiesiny dodaje się również roztwór poliizobutylen w oleju węglowodorowym.

19. Sposób według zastrz. 15, **znamienny tym**, że do zawiesiny dodaje się roztwór zawierający 0,1—8% wagowych poliizobutylen w oleju węglowodorowym.

20. Sposób według zastrz. 15, **znamienny tym**, że stosuje się poliizobutylen o lepkości 604—690 cSt w temperaturze 100°C.

21. Sposób według zastrz. 15, **znamienny tym**, że jako pomocniczy materiał filtracyjny stosuje się ziemię okrzemkową.

22. Sposób według zastrz. 15, **znamienny tym**, że stosuje się roztwór poliizobutylen zawierający 0,5—2,5% wagowych poliizobutylen.

23. Sposób według zastrz. 15, **znamienny tym**, że alkohol dodaje się do zawiesiny upłynnionego węgla w mieszaninie z frakcją oleju lekkiego o temperaturze wrzenia nie wyższej od około 288°C.

24. Sposób według zastrz. 23, **znamienny tym**, że jako frakcję oleju lekkiego stosuje się ciekłą frakcję węglową zasadniczo nie zawierającą części stałych, o temperaturze wrzenia nie wyższej od około 169°C.

25. Sposób według zastrz. 23, **znamienny tym**, że jako frakcję oleju lekkiego stosuje się ciężką benzynę.

26. Sposób według zastrz. 23, **znamienny tym**, że alkohol dodaje się do mieszanki zawierającej 1—50% wagowych ciekłej zawiesiny węgla.

27. Sposób według zastrz. 23, **znamienny tym**, że stosuje się mieszaninę zawierającą 1—75% wagowych alkoholu.

28. Sposób według zastrz. 23, **znamienny tym**, że stosuje się mieszaninę zawierającą 10—25% wagowych alkoholu.

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

30. Sposób według zastrz. 15, **znamienny tym**, że stosuje się poliizobutylen nierozpuszczalny w wodzie.

31. Sposób według zastrz. 15, **znamienny tym**, że co najmniej 70% stosowanego poliizobutylen przepuszcza się przez placek podkładowy.

32. Sposób według zastrz. 15, **znamienny tym**, że zasadniczo cały stosowany poliizobutylen przepuszcza się przez placek podkładowy.

FIG. 1

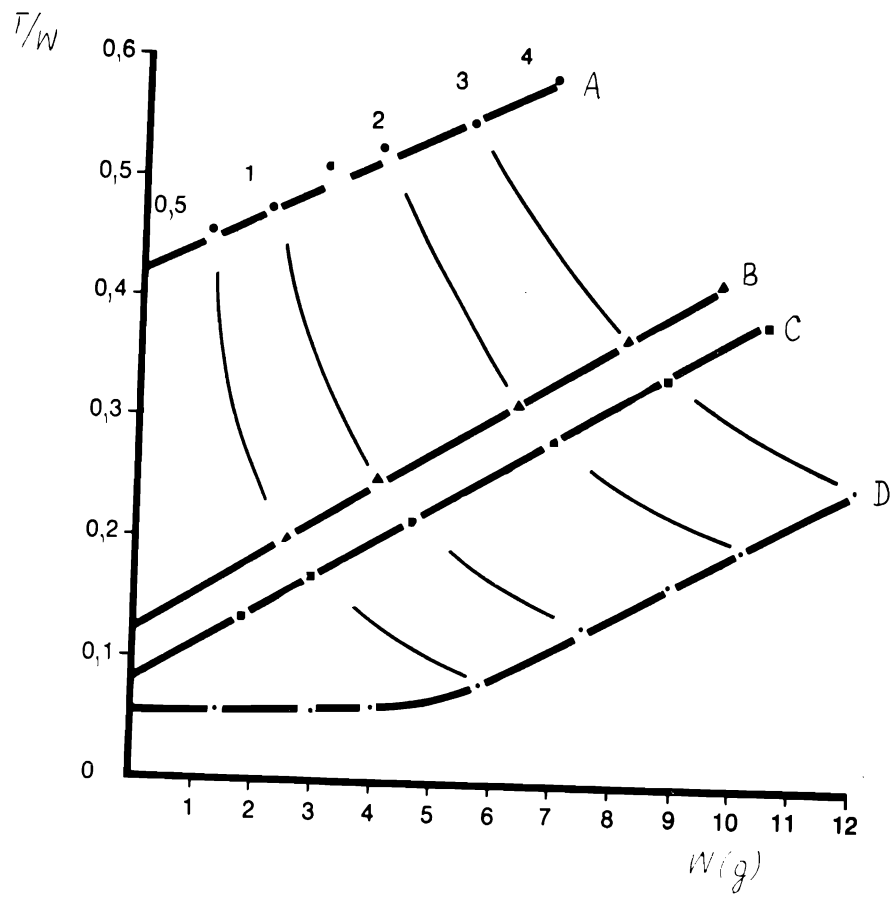


FIG. 2

