

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

## OPIS PATENTOWY

C10g 1/06

№ 739.

Kl. 12 o<sub>1</sub>.

Friedrich Bergius,  
Berlin (Niemcy).

**Sposób wytwarzania płynnych lub rozpuszczalnych połączeń organicznych z węgla kamiennego lub innych stałych materiałów palnych.**

Zgłoszono: 29 marca 1921 r.

Udzielono: 3 października 1924 r.

Pierwszeństwo: 8 sierpnia 1913 r. dla zastrz. 1 i 7; 2 kwietnia 1914 r.  
dla zastrz. 3; 24 grudnia 1914 r. dla zastrz. 4, 5 i 6; 22 sierpnia 1916 r.  
dla zastrz. 2 (Niemcy).

Otrzymywanie technicznie wartościowych połączeń organicznych z węgla odbywało się dotychczas wyłącznie przez destylację lub odgazowanie, przytem węgiel ogrzewało się do temperatur, przy których przeważna ilość połączeń węglowych była nietrwała i rozpadała się, wydzielając węgiel. Można było przeto uzyskać tylko kilka setnych części wagi węgla w postaci mazi, z której następnie izolowano organiczne połączenia, które albo przerabiano chemicznie albo używano na opał lub do napędu.

Niniejszy sposób wskazuje nową drogę do uzyskiwania płynnych organicznych połączeń z węgla bez koksowania i bez gazowania i to w daleko większej ilości.

Sposób polega na tem, że pod wysokim ciśnieniem i przy podwyższonej temperaturze węgiel zostaje poddany reakcji wodoru. Przytem większą część użytego węgla, a mianowicie już do 85 %, można przeprowadzić w pewnych warunkach roboczych na rozpuszczalne lub płynne połączenia, które obok węgla zawierają głównie wodór, częściowo także tlen. Wodór wprowadza się do reakcji pod wysokim ciśnieniem, np. 200 atm., przy temperaturze około 300° do 400°. Zamiast wodoru można użyć także zawierające wodór gazy lub substancje i mieszaniny, które oddają wodór.

Jako materiał wyjściowy służy obok węgla kamiennego i jego produktów destylacji

także węgiel brunatny, torf, drzewo i podobne materiały, które mogą być wprowadzone do reakcji z wodorem bądź jako takie przy równoczesnem zwęglaniu się, bądź też, które po poprzedniej przemianie na produkty pokrewne węgla zostają poddane uwodородnieniu.

Znamiennem dla rzeczywistego powstawania reakcji uwodородnienia jest to spostrzeżenie, że nie następuje stopienie się substancji węglowej, gdy zamiast wodoru użyje się innego gazu, np. azotu, przy tych samych warunkach ciśnienia i temperatury. Powstają wtedy tylko małe ilości produktów destylacji, które także można otrzymać p.zez zwyczajne ogrzanie węgla.

Zawarty w węglu azot występuje podczas procesu uwodородnienia w postaci amoniaku i połączeń amonowych i w tej formie może być prawie ilościowo uzyskiwany.

Niestopiona reszta jest ciemno barwną substancją, która istotnie składa się z węgla i wodoru i zmieszana jest ze składnikami popiołu.

Przebieg procesu można ułatwić, gdy doda się pewnej substancji, która przy temperaturze reakcji jest płynna i która jest w stanie rozdzielić poddane traktowaniu stałe materje od pierwotnie tworzonych się bardziej płynnych. Szczególnie korzystnie działają te ciecze, które rozpuszczają tworzące się produkty, np. benzyna ciężka, i takie ciecze, które uzyskiwane są przez uwodородnienie węgla.

#### Przykłady.

1. Wsypuje się 400 g sproszkowanego węgla do wytrzymałego na ciśnienie naczynia o pojemności około 400 l, łączy się naczynie ze zbiornikiem, w którym znajduje się wodór pod ciśnieniem 200 atm., i ogrzewa się do 400°. Po 15 godzinach zamyka się połączenie ze zbiornikiem i wypróżnia się naczynie. Zależnie od jakości użytego węgla zużywa się 10—15 kg wodoru. Z całej zawartości naczynia można oddzielić

jako ciecz wprost od stałych związków więcej niż połowę węgla. Resztę płynnych związków przylegających do stałych pozostałości zdobywa się p.zez ekstrakcję.

2. 150 kg sproszkowanego węgla z równą ilością benzyny ciężkiej wprowadza się do wytrzymałego na ciśnienie naczynia o pojemności około 400 l i łączy się ze zbiornikiem wodoru. W celu lepszego wymieszania wprawia się naczynie w obrót lub w ruch i ogrzewa się do 400°. Po 12 godzinach otwiera się i oddziela powstałą ciecz od stałej pozostałości. Pozostaje wtedy jeszcze tylko 15% wagi użytego węgla w stałej postaci. Reszta 85% rozpuściła się w benzynie. Zużycie wodoru wynosiło około 5 kg.

3. Wsypuje się 400 g sproszkowanego węgla kamiennego do wytrzymałego na ciśnienie naczynia o pojemności około 400 l, łączy się naczynie, jak poprzednio, ze zbiornikiem, zawierającym wodór pod ciśnieniem 200 atm. i ogrzewa się mniej więcej do 400°. Po 2 godzinach przerywa się operację i wybiera się materiał z naczynia. Zawiera on wtedy tylko małą ilość płynnej substancji, którą oddziela się od stałego materiału. Dalsza część substancji węglowej wprawdzie nie jest wprost w płynnej formie, jednak może być łatwo przeprowadzona w rozpuszczalną formę i w tym celu ekstrahuje się ją w aparacie do wyciągania zapomocą organicznego rozpuszcznika, jak benzyna. Po odciągnięciu benzyny można uzyskać rozpuszczone w benzynie uwodородnione produkty.

Przy uwodородnieniu węgla pod wysokim ciśnieniem i przy podwyższonej temperaturze rozmaite rodzaje węgla okazują rozmaite zachowanie, a mianowicie uwodородnienie przy niektórych węglach odbywa się łatwiej, niż przy innych. Okazało się, że zależy to od większej lub mniejszej zawartości węgla czystego w węglu. Węgłe, posiadające zawartość węgla czystego, która zależy od suchej bezpopiołowej substancji, wynosi więcej niż 85%, są wogóle trudne

do uwodnorodnienia. Wybiera się więc jako materiał do uwodnorodnienia taki węgiel, który posiada mniejszą zawartość węgla czystego niż 85%.

Próba: Użyto węgla o zawartości 74,48% czystego węgla (odnośnie do bezpopiołowej substancji). 5 kg tego węgla z 10 kg oleju dziegiowego umieszczono w wytrzymałym na ciśnienie naczyniu i wtłoczono wodór pod ciśnieniem około 100 atm. Naczynie reakcyjne ogrzewano przez 6 godzin do 400°. Po tem traktowaniu 87% użytego węgla przeszło w płynną lub rozpuszczalną formę.

Gdy natomiast umieszczono w naczyniu 5 kg węgla o zawartości 92,1% węgla czystego (odnośnie do bezpopiołowej substancji) z 10 kg oleju dziegiowego, potem wtłoczono wodór pod ciśnieniem około 100 atm., ogrzano naczynie reakcyjne przez 6 godzin do 400° C, to zaledwie 11% użytego węgla przeszło w płynną lub rozpuszczalną formę.

Wreszcie okazało się, że reakcję uwodnorodnienia można wykonać nie tylko z właściwym węglem, lecz także z pewnemi pozostałościami destylacji węgla, jak np. z mazią i smołą i przeprowadzić w destylaty. Udało się zamienić smołę przez ogrzanie ze zgęszczonym wodorem do temperatury około 400° na dosyć łatwopłynną masę, z której przez destylację można oddzielić węglowodory o istotnie niższym punkcie wrzenia, niż punkt wrzenia mazi i o podobnych własnościach, jak węglowodory oleju skalnego.

#### Przykład.

1 kg mazi ogrzewa się z wodorem pod ciśnieniem 100 atm. w zamkniętym naczyniu do temperatury 400°. Gdy proces po 4 godzinach zostanie przerwany, można uzyskać przez destylację produktów reakcji około 60% poddanej traktowaniu mazi jako

olej, który wrze niżej 250° C. Przechodzący do 250° produkt olejowy jest bogatszy w wodór niż maza użyta, jako materiał wyjściowy, jest w zwyczajnej temperaturze płynny i może być użyty, np. jako olej pędny.

#### Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania płynnych lub rozpuszczalnych połączeń organicznych z węgla kamiennego i podobnych stałych materiałów palnych, tem znamienny, że te materiały wyjściowe poddaje się reakcji z wodorem pod wysokim ciśnieniem i przy podwyższonej temperaturze.

2. Sposób według zastrzeżenia 1, tem znamienny, że jako materiał wyjściowy stosowany jest taki węgiel, którego zawartość węgla czystego, odnośnie do suchej, bezpopiołowej substancji, wynosi nie więcej jak 85%.

3. Sposób według zastrzeżenia 1, tem znamienny, że jako materiał, mający być poddany traktowaniu, stosuje się zamiast węgla lub innych stałych materiałów palnych ich płynne lub łatwo topliwe produkty destylacji.

4. Sposób według zastrzeżenia 1—3, tem znamienny, że reakcję przeprowadza się w obecności środka rozdzielczego, płynnego w warunkach roboczych.

5. Sposób według zastrzeżenia 4, tem znamienny, że jako środek rozdzielczy stosuje się materiał, rozpuszczający powstające połączenia organiczne.

6. Sposób według zastrzeżenia 4, tem znamienny, że jako środek rozdzielczy stosuje się związek, powstający przy uwodnorodnianiu węgla.

7. Sposób według zastrzeżenia 1, tem znamienny, że reakcję przeprowadza się pomiędzy 300 a 500° pod ciśnieniem większym niż 10 atm., zwykle powyżej 100 atm.

**Friedrich Bergius.**

Zastępca: M. Kryzan,  
rzecznik patentowy.