СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1209037 A

(51) 4 C 10 L 1/32

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

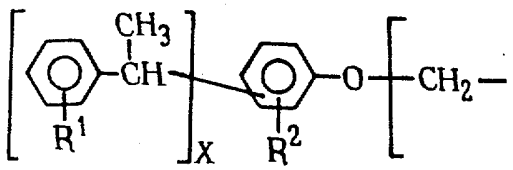
ВСЕСОЮЗНАЯ 13 13

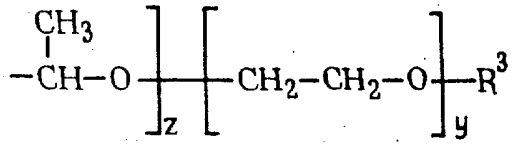
ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К ПАТЕНТУ

(21) 3643060/23-04
(22) 08.09.83
(31) P 3240309.7
(32) 30.10.82
(33) DE
(46) 30.01.86.Бюл. № 4
(71) Байер АГ (DE)
(72) Гюнтер Бемке, Ян Мацанек, Ганс-Юрген Ботш и Готтфрид Шнейдер (DE)
(53) 665.75(088.8)
(56) Патент США № 3762887, кл. 44-51, 1973.
Патент США № 4302212, кл. 44-51, 1981.

(54)(57) СУСПЕНЗИЯ УГЛЯ, содержащая измельченный уголь, воду и полиалкиленгликолевый эфир, о т л и ч а ю щ а я с я тем, что, с целью снижения вязкости и пенообразования суспензии, в качестве эфира она содержит соединение общей формулы (I)





где R^1 – водород, метил;
R^2 – водород, C_1-C_9-алкил;
R^3 – водород, группа $-SO_3NH_4$;
X – 1,8-2,7:
Y – 16-150;
Z – 0-20,

при следующем количественном соотношении компонентов, мас,%:

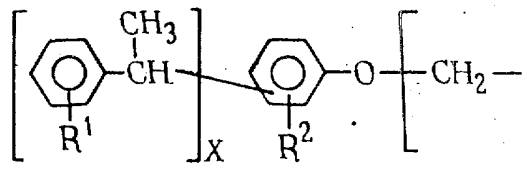
Измельченный уголь	30-76
Соединение формулы (I)	0,2-0,55
Вода	До 100

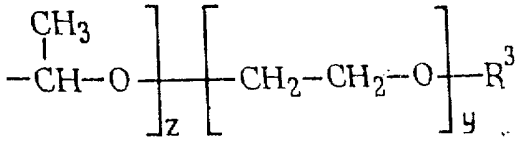
(19) SU (11) 1209037 A

Изобретение относится к суспензии угля, в частности к суспензии угля в воде.

Цель изобретения - снижение вязкости водной суспензии угля и пенообразования при ее приготовлении.

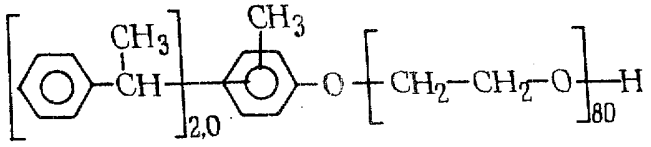
Приведенные примеры иллюстрируют получение полигликолевых эфиров формулы.



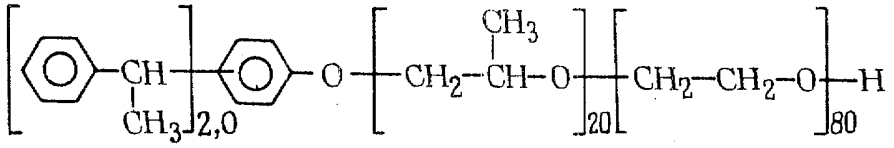


где R^1 - водород, метил;
R^2 - водород, C_1-C_9-алкил;
R^3 - водород, группа - SO_3NH_4;
x - 1,8-2,7;
y - 16-150;
z - 0-20.

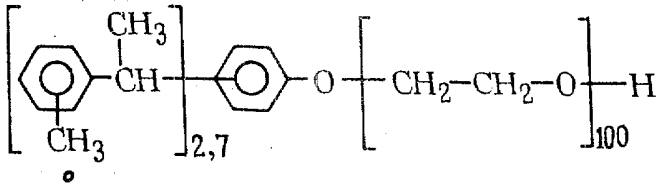
Пример 1. 94 г фенола подвергают взаимодействию с 208 г стирола при повышающейся от 130 до 160°С температуре в присутствии 1 г п-толуолсульфоновой кислоты. Затем смесь выдерживают еще при температуре 150-160°С в течение одного часа, после чего ее охлаждают до 120°С. После добавления 3 г порошкообразной гидроокиси калия смесь нагревают для высушивания и получения фенолята калия. В подвергаемый аэрации азотом реактор при температуре 130-160°С подают 3520 г окиси этилена. Продукт реакции представляет собой водорастворимый желтоватый воск с т.пл. 48-50°С. Продукт имеет следующую формулу:



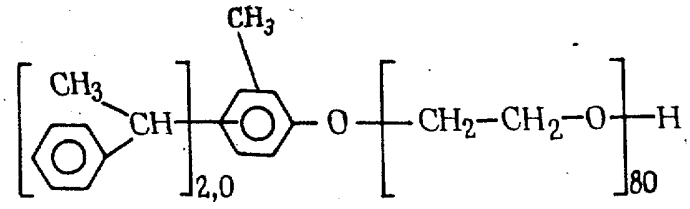
Пример 2. В условиях примера 1 к аралкилфенолу примера 1 присоединяют 1160 г окиси пропилена и затем 3520 г окиси этилена. Продукт реакции является водорастворимым и дает 30-40%-ный водный раствор без образования геля. Продукт имеет следующую формулу:



Пример 3. 94 г фенола подвергают взаимодействию с 318 г метилстирола при повышающейся от 130 до 160°С температуре в присутствии 1 г п-толуолсульфоновой кислоты. Затем смесь выдерживают еще при температуре 150-160°С в течение одного часа, после чего ее охлаждают до 120°С. После добавления 3 г порошкообразной гидроокиси калия смесь нагревают для высушивания и получения фенолята калия. В подвергаемый аерации азотом реактор при температуре 130-160°С подают 4400 г окиси этилена. Продукт является легкорастворимым в воде и при нормальной температуре имеет воскообразную консистенцию. Его т.пл. 58°С. Продукт имеет следующую формулу:

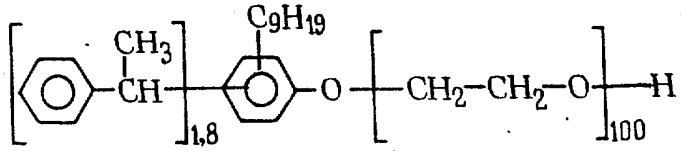


Пример 4. 108 г крезола (техническая смесь) подвергают взаимодействию с одинаковыми количествами стирола и окиси этилена в условиях примера 1. Получают водорастворимый воск с т.пл. 45-47°С, имеющий следующую формулу:

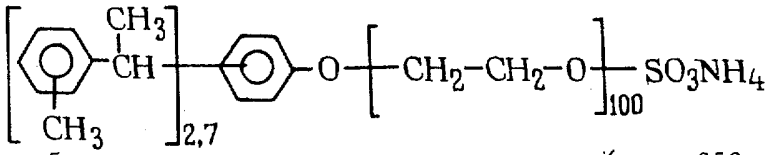


55 г этого соединения, 30 г воды и 15 г метанола дают готовый к употреблению раствор.

Пример 5. 220 г изононилфенола подвергают взаимодействию с 188 г стирола и 4400 г окиси этилена в условиях примера 1. Получаемый легкорастворимый в воде воск с т.пл. 43-46°С имеет следующую формулу:



Пример 6. 470 г продукта, полученного согласно примеру 3, высушивают в вакууме при 100°С. Затем при температуре 75°С добавляют смесь из 6 г мочевины и 10 г амидосульфоновой кислоты, и хорошо перемешивая в течение 60 мин нагревают до 90°С, а в течение 6 ч - до 100-105°С. Затем значение pH смеси добавлением 0,5-1 $см^3$ аммиачного раствора доводят до 7-8 (измеряется в 10%-ном водном растворе). Получаемый продукт имеет следующую формулу:



Этот продукт без растворителя дает 60%-ный водный раствор. Следующие примеры иллюстрируют приготовление предлагаемой суспензии угля и достижение цели изобретения.

Пример 7. Применяют каменный уголь, содержащий,%:

Углерод	82
Водород	4,5
Азот	1,1
Кислород	2,6
Сера	1,2

и имеющий следующие свойства:

Общая влажность,% 4,2

Ситовый анализ (остаток на сите),%

192 микм	0
96 - "-	9
64 -"-	17
48- " -	24
24- " -	47
10 - " -	59
8 - " -	78
2 - " -	93

Получение водной суспензии угля.

2,25 г аралкил-полиалкиленгликолевого эфира, полученного согласно примеру 3 (добавка) растворяют в 132,45 г воды. Размешивая добавляют 365,3 г указанного тонкоизмельченного угля (т.е. 350 г сухого угля). Образуется водная угольная суспензия с вязкостью 670 мПа/с. Вязкость определяют при помощи вискозиметра Хаака при температуре 20°С и при скорости среза 225 $с^{-1}$. Изменением концентрации угля или количества добавки получают суспензии со следующими свойствами (процент от веса суспензии) (табл.1).

Таблица 1

Суспензия Nr	Уголь	Добавка, %	Вязкость, мПа/с
А	30	0,20	4
Б	50	0,30	36
В	70	0,45	670
Г	72	0,45	960

При приготовлении суспензий А-Г пенообразования не наблюдается.

Сравнительный пример 1.

Аналогично примеру, 7, но в качестве добавки используют

0,45 вес.% полиэтиленгликолевого эфира стеалирового спирта (степень полиприсоединения 100) по прототипу. При этом получают 72%-ную угольную суспензию с вязкостью 1100 мПа/с. При приготовлении суспензии наблюдается пенообразование.

Сравнение данных по вязкости суспензии Г примера 7 и суспензии сравнительного примера 1 свидетельствует о достижении цели изобретения.

Пример 8. Применяют каменный уголь, содержащий,%:

Углерод	68,2
Водород	4,3
Азот	1,4
Кислород	9,2
Сера	0,9

и имеющий следующие свойства:

Общая влажность,%	7,9

Ситовый анализ (остаток на сите),%

192 микм	0
96 -"-	11
48- "-	31
24- "-	53
16- "-	63
8 - "-	78
2 - "-	94

Получение и измерение вязкости суспензии осуществляют способом описанным в примере 7. Применяют аралкил-полиалкиленгликолевый эфир согласно примеру 3 в количестве 0,5 вес.% (добавка). Получают суспензию с вязкостью 810 мПа/с.

Длина (у) цепи аддукта окиси этилена согласно примеру 3 изменяется (69 % угля, 0,5 % добавки). При этом получаются суспензии с указанными значениями вязкости (табл.2).

Таблица 2

Суспензия Nr	у	Вязкость, мПа/с
1	2	3
А	16	2000
Б	27	1120
В	50	840
Г	75	800

Продолжение табл.2

1	2	3
Д	100	810
Е	125	960
Ж	150	1090

При приготовлении суспензий А-Ж пенообразования не наблюдается.

Сравнительный пример II.

Аналогично примеру 8, но в качестве добавки используют 0,5 вес.% полиэтиленгликолевого эфира стеарилового спирта (у=50) согласно прототипу. Получают суспензию с вязкостью 980 мПа/с. При приготовлении суспензии наблюдается пенообразование.

Сравнение данных по вязкости суспензии В примера 8 и суспензии сравнительного примера II свидетельствует о достижении цели изобретения.

Пример 9. Применяют каменный уголь, содержащий,%:

Углерод	77,4
Водород	4,2
Азот	1,5
Кислород	4,1
Сера	0,9

и имеющий следующие свойства:

Ситовый анализ (остаток на сите),%

192 микм	6
128 -"-	21
96-"-	26
64-"-	41
48-"-	51
24-"-	76
8 -"-	95
2 -"-	100

Используют аралкил-полиалкиленгликолевый эфир согласно примеру 3 (добавка). Получение суспензии осуществляют способом описанным в примере 7.

Получают суспензии со следующими свойствами (0,5 % добавки) (табл.3).

Таблица 3

Уголь, %	Вязкость,мПа/с
1	2
30	5
50	42
68	390

Продолжение табл.3

1	2
70	620
72	950
74	1180
76	2200

Пример 10. Повторяют пример 7 с той разницей, что применяют 0,5 вес.% гликолевого эфира аралкил-полиалкилена согласно примеру 6. Получают суспензию угля со следующими свойствами (табл.4).

Таблица 4

Сорт угля	Уголь, %	Вязкость, мПа/с
Каменный уголь по примеру		
7	72	1020
8	69	910
9	72	1050

Пример 11. Для получения суспензии используют гликолевый эфир аралкил-полиалкилена согласно примеру 5 (добавка). В условиях примера 7 получают суспензию со следующими свойствами (табл.5).

Таблица 5

Уголь, %	Добавка, %	Вязкость, мПа/с
70	0,45	720
72	0,45	1020

Пример 12. Для получения суспензии используют гликолевый эфир аралкил-полиалкилена согласно примеру 1 (добавка). В условиях, описанных в примере 7, получают суспензии со следующими свойствами (табл.6).

Таблица 6

Уголь, %	Добавка, %	Вязкость, мПа/с
70	0,55	710
72	0,55	1010

Пример 13. Повторяют способ, описанный в примере 7 или 8 с той разницей, что часть воды заменяют метанолом. Получают суспензии со следующими свойствами (табл. 7).

Таблица 7

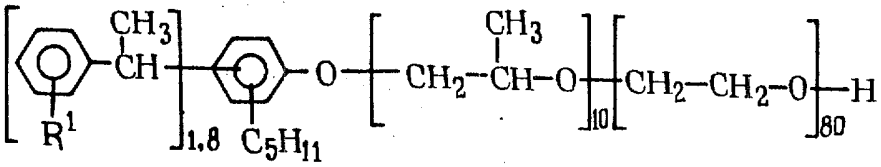
Сорт угля	Уголь, %	Добавка согласно примеру 3,%	Метанол, %	Вязкость мПа/с
Каменный уголь по примеру				
7	72	0,45	10	940
8	67	0,45	0	960
9	67	0,45	10	820
10	67	0,45	33	870

Пример 14. Для получения суспензии используют гликолевый эфир аралкил-полиалкилена согласно примеру 2 (добавка). В условиях, описанных в примере 9 получают суспензии со следующими свойствами (табл. 8).

Таблица 8

Уголь,%	Добавка,%	Вязкость, мПа/с
68	0,55	400
70	0,55	630
72	0,55	980

При приготовлении суспензий примеров 9-14 пенообразования не наблюдается.



при соотношении эфира, угля и воды 0,5 : 70 : 29,5. При этом получают суспензию с вязкостью 660 мПа/с, определенной при скорости среза 100 $с^{-1}$.

При приготовлении суспензии пенообразование не наблюдается.

Эфир приведенной формулы получают следующим образом.

164 г *м*-трет-амилфенола подвергают взаимодействию с 187 г стирола, добавляемого в течение 30 мин, при 120-140°С в присутствии 1,6 г *п*-толуолсульфокислоты с последующей выдержкой реакционной смеси в течение 5 ч. Затем при перемешивании добавляют 3,5 г порошковой гидроокиси калия и реакционную смесь сушат в вакууме при 120°С в течение одного часа, после чего порциями добавляют 580 г пропиламида и реакцию проводят при 140°С. После окончания конверсии пропиламида добавляют 1147 г окиси этилена и реакцию проводят под давлением 2 бар. После окончания реакции продукт выделяют в горячем состоянии. Горячему продукту дают затвердеться. Точка затвердевания составляет 53°С. Продукт является легко растворимым в воде.

П р и м е р 15. Повторяют пример 7 с той разницей, что в качестве добавки используют эфир формулы

Составитель Н.Богданова
Редактор М.Петрова Техред М.Надь Корректор А.Тяско

Заказ 312/62 Тираж 483 Подписное
ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4