

20 lutego 1931 r.

C10g 29/04

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIŚ PATENTOWY

Nr 12903.

Kl. 23 b 1.

The Roessler & Hasslacher Chemical Company
(New York, N. Y., Stany Zjednoczone Ameryki).

Sposób rafinowania węglowodorów.

Zgłoszono 24 listopada 1928 r.

Udzielono 13 stycznia 1931 r.

Pierwszeństwo: 25 listopada 1927 r. (Stany Zjednoczone Ameryki).

Wynalazek niniejszy dotyczy sposobu oczyszczania węglowodorów, otrzymywanych np. przy destylacji ropy naftowej, przy destylacji rozkładowej (krakowaniu) ciężkich węglowodorów, przy uwodornianiu węgla, przy destylacji łupków bitumicznych, przy otrzymywaniu ciekłych węglowodorów z gazów ziemnych i przy podobnych procesach. Sposób według niniejszego wynalazku nadaje się do rafinowania poszczególnych węglowodorów, oraz ich mieszanin.

Przeróbka nierafinowanych węglowodorów jest bardzo uciążliwa, gdyż wskutek zawartości niektórych związków siarki i nienasyconych węglowodorów, posiadają o-

ne przykrą woń, przy staniu żywicowacieją, oraz posiadają inne niepożądane własności. Dlatego też należy np. z gazoliny, służącej za paliwo do silników spalinowych usunąć zawartość tych składników.

Przy rafinowaniu surowej gazoliny lub innych węglowodorów albo ich mieszanin, powstają zwykle pewne stałe i płynne produkty uboczne: są to prawdopodobnie spolimeryzowane nienasycone związki, pochodzące z surowca, albo związki środka rafinującego z pewnymi składnikami surowca lub mieszaniny tych ciał. Te uboczne produkty są nader niepożądane, gdyż zanieczyszczają aparaturę oraz środek rafinujący, tak że często należy go regenero-

wać. Czynność ta wymaga jednak specjalnych zabiegów i powoduje znaczne trudności i koszty.

Przedmiotem niniejszego wynalazku jest sposób rafinowania węglowodorów, zapomocą którego unika się nadmiernego zanieczyszczenia środka rafinującego lub nagromadzania w tymże produktach ubocznych, powstających przy rafinacji. Wynalazek dotyczy dalej sposobu, który umożliwia stosowanie metali alkalicznych, jako środka rafinującego, w takich warunkach, że dana ilość alkalicznego metalu może służyć do rafinowania stosunkowo dużych ilości węglowodorów bez zbyt wielkich strat środka rafinującego.

Stwierdzono mianowicie, iż można zapobiec nadmiernemu zanieczyszczeniu środka rafinującego przez zawieszenie go w cieczy, która po dodaniu do podlegającego oczyszczeniu węglowodoru, rafinuje go a następnie daje się usunąć ze środka rafinującego w postaci pary. Jednocześnie dodaje się świeżą ciecz suspendującą: ewentualnie z dodatkiem środka rafinującego, w taki sposób, aby ta sama ciecz suspendująca z zawartością zanieczyszczających produktów ubocznych, zawieszonych lub rozpuszczonych w niej, mogła równocześnie odpływać. Taką cieczą suspendującą mogą być wyżej wrzące składniki rafinowanej gazoliny, jak również i inne cieczki suspendujące o odpowiednich właściwościach fizycznych i chemicznych, np. oleje ciężkie, posiadające o wiele wyższe temperatury wrzenia od rafinowanego węglowodoru. Można również używać poszczególnych frakcji węglowodorów o odpowiednim punkcie wrzenia.

Jako środki rafinujące stosuje się np. chlorek glinowy, sól, potas lub stopy albo mieszaniny tychże z innymi alkalicznymi metalami lub metalami ziem alkalicznych albo też z ciężkimi metalami, jak np. ołów, rtęć i podobne. Doskonałe wyniki otrzymano np. z chlorkiem glinowym, me-

talicznym sodem w stanie stałym lub ciekłym, amalgamatem sodowym lub stopem sodu z ołowiem.

Wskutek działania alkalicznych metali na wymienione wyżej węglowodory tworzą się mniej lub więcej złożone produkty, z których jedne są organicznymi związkami, inne związkami metali alkalicznych, niektóre zaś związkami siarki.

Przy wykonywaniu sposobu według niniejszego wynalazku styka się podlegające oczyszczeniu węglowodory ze środkiem rafinującym, który stanowi np. alkaliczny metal, zawieszony w ciekłym węglowodrze, przyczem usuwa się ciągle lub okresowo powstające przy rafinacji produkty uboczne, znajdujące się w stanie rozpuszczonym lub zawieszone, lub też jednocześnie w postaci roztworu i w postaci zawiesiny w tej frakcji węglowodoru poddanej rafinacji, która w stanie ciekłym opuszcza naczynie rafinacyjne. Środek rafinujący wprowadza się w zetknięcie z rafinowanym węglowodorem przez rozpylenie, przyczem sam węglowódor może mieć postać pary, mgły lub cieczy. Rafinacja może całkowicie zajść w fazie ciekłej i w tym przypadku miesza się zawieszinę środka rafinującego z rafinowanym węglowodorem, usuwa się z naczynia reakcyjnego produkty uboczne, powstające przy rafinacji, wraz z rafinowanym węglowodorem, zmieszanym z suspendującą cieczą i oddziela się wydzielone cieczki zapomocą frakcjonowania, względnie po uprzednim przesączeniu w celu usunięcia produktów ubocznych rafinacji.

W celu przeprowadzenia rafinowania węglowodorów w fazie gazowej, wprowadza się węglowodory w postaci pary do mieszaniny składającej się z sodu i ciekłych węglowodorów. Część wysokowrzących składników rafinowanej mieszaniny węglowodorów skrapla się, tworząc ciecz suspendującą, zaś resztę oczyszczonych węglowodorów po rafinacji usuwa się w po-

staci pary. Jednocześnie doprowadza się w sposób ciągły lub okresami ciecz suspendującą, zawierającą również uboczne produkty rafinacji, która stale się wytwarza przez skraplanie; doprowadzanie to odbywa się w takich ilościach i z taką szybkością, że zapobiega się zanieczyszczaniu naczynia reakcyjnego i węglowodorów oraz gromadzeniu się w cieczy suspendującej ubocznych produktów rafinacji.

Jeżeli pary rafinowanego węglowodoru wydzielają się w kolumnie destylacyjnej, to można skraplającą się przy rafinacji część rafinowanego węglowodoru, która opuszcza naczynie rafinacyjne wraz z ubocznymi produktami rafinacji, ewentualnie po uprzednim oddzieleniu tych ostatnich, doprowadzić do górnych oddziałów kolumny destylacyjnej, gdzie służy ona jako ciecz przemywająca. Oddzielanie ubocznych produktów rafinacji z tej frakcji węglowodorów, nie jest konieczne, gdyż można produkty te wprowadzać do kolumny destylacyjnej wraz z cieczą przemywającą, przyczem opadając na dno kolumny, wpływają one jednocześnie z tą częścią rafinowanych węglowodorów, która w roboczej temperaturze kolumny nie ulega wyparowaniu.

Rafinowanie węglowodorów można uskutecznić w górnej części kolumny, w kondensatorze, który zastępuje jednocześnie naczynie rafinacyjne, można również proces ten prowadzić bezpośrednio w kolumnie destylacyjnej, przyczem środek rafinujący dodaje się do górnych oddziałów kolumny w postaci stałej, stopionej lub zawieszanej w cieczach. Środek rafinujący rozdziela się wówczas w cieczy przemywającej, wskutek czego rafinuje, unoszące się w górę pary węglowodorów.

Na rysunku przedstawiono schematycznie w postaci przykładów szereg urządzeń, służących do wykonania sposobu według wynalazku.

Fig. 1 przedstawia urządzenie do rafi-

nowania według wynalazku fig. 2 — podobne urządzenie połączone z przyrządem do przerobu ciekłych odpływających części rafinowanych węglowodorów, zawierających uboczne produkty rafinacji, fig. 3 przedstawia urządzenie przedstawione na fig. 1 połączone z kolumną destylacyjną, fig. 4 — przedstawia górną część kolumny destylacyjnej z urządzeniem do rafinowania w kondensatorze, fig. 5 — kolumnę destylacyjną do bezpośredniego rafinowania.

Proces rafinowania w urządzeniu według fig. 1 i 2 przebiega w sposób następujący.

Przez rurę 1, posiadającą wylot 3 i zaopatrzoną w płaszcz 2 do ogrzewania lub chłodzenia, doprowadza się pary węglowodorów do środka rafinującego, składającego się z metalu alkalicznego, zawieszzonego w wyżej wrzących węglowodorach, który w zbiorniku reakcyjnym 6 sięga do poziomu 5. Zbiornik 6 posiada mieszałko 7, osadzone na wale 9 z kołem pasowym 8, przyczem mieszałko tego można nie używać, o ile wchodzące pary węglowodorów same dostatecznie się mieszają z środkiem rafinującym. Naczynie reakcyjne 6 zaopatrzone jest w płaszcz lub węzownicę 10, zapomocą których zostaje chłodzone, względnie ogrzewane. Lej 11 służy do doprowadzania świeżego alkalicznego metalu do środka rafinującego i w tym celu jest połączony z naczyniem reakcyjnym 6 zapomocą króćca 13, zaopatrzonej w kurek 12.

Frakcja pary rafinowanego węglowodoru, zależna od temperatury roboczej, skrapla się w naczyniu reakcyjnym 6, poczem opuszcza zbiornik 6 przez zaopatrzone w pochyle przegrody rozdzielnice 14, osadzony na końcu przewodu rurowego 15. Przewód 15 jest w części 16 wygięty w kształcie litery U, dzięki czemu ciecz w naczyniu reakcyjnym 6 utrzymuje się na stałym poziomie. Ciecz odciągnięta przez przewód rurowy 15, 16 płynie przez rurę 17,

Część rafinowanych węglowodorów w postaci pary opuszcza naczynie reakcyjne 6 przez przewód rurowy 18, zaopatrzony w chłodnicę 19 celem oddzielenia wyżej wrzających składników. Wyżej wrząca część rafinowanego węglowodoru, oddzielona w ten sposób w postaci cieczy, wraca znów do naczynia reakcyjnego 6 przez kurek 50 i przewód rurowy 51, albo też przez kurek 52 płynie przewodem rurowym 53. Część rafinowanego węglowodoru, która opuszcza chłodnicę 19 w postaci pary, zostaje wprowadzona do odpowiedniego urządzenia, nieprzedstawionego na rysunku, celem skroplenia.

Wyżej wrząca frakcja węglowodoru, która opuszcza naczynie reakcyjne 6 przez rozdzielacz 14 i przewód rurowy 15, unosi z sobą uboczne produkty rafinacji. Tę mieszaninę cieczy można przerobić w dowolny sposób. Można ją np., jak przedstawia fig. 2 wprowadzić do wyparnicy, do urządzenia do destylacji rozkładowej lub podobnego, przepuszczając przez przewód rurowy 43, zaopatrzony w kurek 42, albo przez przewód 37 z kurkiem 36. Również można przepuścić ją przewodem rurowym 45 z kurkiem 44 do rozdzielacza 25, w którym się ją rozdziela zapomocą odwirowania, cędzenia lub w jakikolwiek inny sposób. Produkty uboczne, otrzymane przy rafinowaniu, opuszczają rozdzielacz 25 w miejscu 26, a klarowna ciecz wypływa z rozdzielacza 25 przewodem rurowym 27 i płynie do naczynia 28, które służy jako zbiornik zapasowy, zasilający przewodem 29 pompę 30, napędzaną silnikiem 31. Zapomocą pompy 30 ciecz płynie dalej przez przewód 32 do dowolnego miejsca jej zużycowania. W ten sposób ciecz ta może np. przez kurki 33, 38, 40 z przewodów rurowych 32, 39 i 47 wrócić do naczynia rafinacyjnego 6, dzięki czemu przy ciągłym sposobie pracy i przy odpowiednim regulowaniu temperatur, można uzyskać praktycznie całą rafinowaną gazolinę.

Metal alkaliczny można doprowadzać do naczynia reakcyjnego 6 w dowolny sposób. Tak np. można go dodawać przez lej 11 po zawieszeniu go w ciekłych węglowodorach, lub też w postaci bloków (gasek), przyczem pod działaniem mieszadła ulega on w naczyniu reakcyjnym 6 rozdrobieniu podczas topienia. Można również dodawać metal ten w postaci płynnej, jako koloidalną zawiesinę. Sposób otrzymywania sodu koloidalnego, nadającego się jako środek rafinujący polega na tem, że pomiędzy dwiema sodowymi elektrodami, oddalonymi odpowiednio od siebie i umieszczonymi np. w eterze, ksylenie lub podobnej cieczy, przepuszcza się elektryczną iskrę z kondensatora.

Otrzymaną koloidalną zawiesinę doprowadza się do naczynia rafinacyjnego 6; można również takie zawiesiny wytwarzać bezpośrednio w naczyniu roboczym.

Ilość rafinowanych węglowodorów opuszczających naczynie rafinacyjne 6 w postaci cieczy jest dostosowana do ilości tworzących się produktów ubocznych. Należy więc w naczyniu rafinacyjnym 6 skraplać taką ilość cieczy, i tyle jej z niego odprowadzać, aby produkty uboczne usuwane były z dostatecznie dużą szybkością.

W niektórych przypadkach można otrzymać w postaci cieczy, praktycznie biorąc, całą ilość rafinowanych węglowodorów. Postępowanie takie nie byłoby celem przy rafinowaniu par gazoliny, jeśli jednak do naczynia rafinacyjnego 6 doprowadza się gazolinę ciekłą, wówczas bez trudności otrzymuje się w postaci cieczy prawie całą poddawaną rafinowaniu gazolinę, z wyjątkiem tylko bardzo nisko wrzających frakcyj, wynoszących np. do 15% materiału. Otrzymaną rafinowaną gazolinę destyluje się w celu otrzymania czystego produktu końcowego. Jeśli poddaje się oczyszczaniu cieczce wyżej wrzące np. frakcję olejów smarnych, wówczas można węglowodory te otrzymać całkowicie w postaci

cieczy, stosując jednocześnie w miarę potrzeby wyższą temperaturę roboczą. Odplywającą ciecz można destylować lub przerabiać w jakikolwiek inny sposób np. przez odwirowanie, wyklócanie z pochłaniaczami, cedzenie lub podobne zabiegi albo zapomocą połączonych wyżej wymienionych sposobów pracy.

W wielu przypadkach jakość węglowodorów, otrzymanych przez rafinowanie zależy od temperatury, w jakiej zachodzi proces rafinowania. Z tego względu zaleca się takie nastawienie temperatury roboczej, aby w zbiorniku rafinacyjnym 6 skraplała się dostateczna ilość rafinowanych węglowodorów, potrzebnych do utrzymania środka rafinującego w czynnym stanie. W pewnych razach może okazać się korzystnem prowadzenie pracy w wyższych temperaturach, w celu otrzymania lepszego produktu, jednakże przy takich temperaturach, zanieczyszczenie środka rafinującego na tę samą jednostkę rafinowanych węglowodorów zachodzi o wiele szybciej, a produkty uboczne mają znacznie gorsze właściwości, niż to ma miejsce przy rafinowaniu w niższych temperaturach.

Praca w wyższych temperaturach może się odbywać rozmaicie, conajmniej trzema różnemi sposobami. Można np. przerwać rafinowanie wówczas, gdy środek rafinujący silnie się zanieczyści. Ponieważ metale alkaliczne z wyjątkiem litu, o wiele prędzej osiadają od produktów ubocznych, zbiera się więc duża ilość alkalicznego metalu w dolnej części 20 stożkowego dna naczynia rafinującego 6, skąd odciąga się ją zapomocą kurka 21 przewodu rurowego 22. Ponieważ jednak główna ilość ubocznych produktów, zawartych w środku rafinującym, osiada nad metalem alkalicznym, można zamiast odciągania metalu spuścić przez rurę 23 z kurkiem 24 główną ilość ubocznych produktów wraz z węglowodorem, służącym do wytworzenia zawiesiny alkalicznego metalu, poczem naczynie

reakcyjne 6 jest znów gotowe do użytku.

Według innego sposobu pracy usuwa się produkty uboczne z środka rafinującego zapomocą płókania wysokowrzęciami węglowodorami. Tak np. do naczynia reakcyjnego 6, jak to przedstawia fig. 2 doprowadza się wysoko wrzące węglowodory ze zbiornika zapasowego 35 przez zaopatrzony w kurek 41 przewód rurowy 47, i odprowadza je przez przewód rurowy 15 wraz z zanieczyszczeniami do rozdzielacza 25, które następnie oddziela się od płynu przez osadzanie, wirowanie lub podobne zabiegi, poczem użytą ciecz przemywającą zapomocą pompy 30 wprowadza się przez przewód rurowy 34 z kurkiem 33 do zapasowego zbiornika 35, a stąd do zbiornika reakcyjnego 6. Stosowanie wysoko wrzącej cieczy przemywającej w obiegu kołowym nie jest konieczne, gdyż wskutek zetknięcia się ze środowiskiem rafinującym ulega ona już rafinowaniu; można przeto przerabiać ją, jako produkt już rafinowany. Część tej wysokowrzącej cieczy przemywającej opuszcza naczynie rafinacyjne wraz z parami węglowodorów i w razie potrzeby, może być ponownie otrzymana zapomocą frakcjonowanego skraplania rafinowanych par węglowodorów.

Trzeci sposób pracy polega na stosowaniu ciśnienia.

Sposób pracy według fig. 1 i 2 nie jest ograniczony wyłącznie do rafinowania par węglowodorów; opisane urządzenia mogą również służyć do rafinowania węglowodorów w fazie ciekłej. Tak np. można doprowadzać ciekłe węglowodory przez przewód rurowy 1, a wówczas węzownica 10 może służyć do ogrzewania. Dają się tu zastosować te same temperatury, jak przy rafinowaniu węglowodorów w stanie gazowym, przyczem większa część węglowodorów opuszcza naczynie reakcyjne przez przewód rurowy 18 pod postacią pary. Można również prowadzić rafinowanie i w niż-

szych temperaturach; wówczas praktycznie całkowita ilość rafinowanych węglowodorów opuszcza naczynie reakcyjne 6 przez rozdzielacz 14 i przewód rurowy 15 w stanie płynnym. Ta ciecz może np. przechodzić bezpośrednio do urządzenia destylacyjnego, w którym otrzymuje się czysty produkt końcowy.

Stopień metalu alkalicznego w środku rafinacyjnym może być najrozmaitsze. Tak np. rafinowano gazolinę z dobrym skutkiem zapomocą zawiesiny, zawierającej 2 g sodu w litrze cieczy suspendującej. Przy jednakowych warunkach pracy stopień rafinowania zależy od rozdrabniania lub powiększania środka rafinującego.

Przykład. 87,15 litra gazoliny, otrzymanej przez krakowanie wyżej wrzących frakcji ropy pensylwańskiej, doprowadzone w postaci pary do środka rafinującego, składającego się z zawiesiny, zawierającej 3,5 g sodu w 350 cm³ wyżej wrzących frakcji ropy naftowej. Gazolinę doprowadzano z szybkością przepływu 1 litra na godzinę, przy temperaturze środka rafinującego 150° do 155°C. Co 8 godzin doprowadzano do środowiska rafinującego 2 do

3 g świeżego metalicznego sodu w postaci śrutu. Po ukończonem rafinowaniu środek rafinujący posiadał jeszcze zdolność reakcyjną i nadawał się do dalszego rafinowania produktów.

Z wydzielonych par otrzymano 69,865 litra skroplonej rafinowanej gazoliny, a z odpływającej cieczy 15,07 litra frakcji, zawierającej produkty reakcji. Straty węglowodorów wynosiły 2,215 litra czyli około 2,54 objętościowych procentów użytego materiału wyjściowego. Odpływająca ciecz w ilości 15,07 litra zawierała 17,3% użytych węglowodorów, w tem około 90 objętościowych procentów oczyszczonej gazoliny o temperaturze wrzenia równej temperaturze wrzenia surowej gazoliny.

Ogółem użyto 39,5 g sodu. Po skończonem rafinowaniu w naczyniu rafinacyjnym pozostało 12,25 g sodu. Zużycie sodu wyniosło 27,25 g, a więc około 0,313 g na litr surowej gazoliny.

Tabela 1 zawiera dane dotyczące destylacji surowej gazoliny przed rafinacją oraz rafinowanej gazoliny i odpływającej frakcji ciekłej, po oddzieleniu zawieszonych produktów ubocznych.

T A B E L A I.

Surowa gazolina		Rafinowana gazolina		Część ciekła	
Destyluje %	Temp.° C.	Destyluje %	Temp.° C.	Destyluje %	Temp.° C.
Początek	37°	Początek	36°	Początek	32°
10	71°	10	69°	10	157°
20	100°	20	90°	20	175°
30	122°	30	106°	30	183°
40	139°	40	125°	40	189°
50	156°	50	40°	50	194°
60	171°	60	153°	60	199°
70	182°	70	169°	70	202°
80	194°	80	181°	80	206°
90	209°	90	196°	90	212
92	210°	95	209°		
Pozostałość	1%	Pozostałość	1,5%	Pozostałość	10%
Straty	7%	straty	3,5%		

Tabela II przedstawia własności surowej gazoliny i gazoliny rafinowanej. Skład procentowy rozmaitych węglowodorów określono znaną metodą Egloff'a i Morell'a

(„Industrial and Engineering Chemistry” z kwietnia 1926 r., str. 354—355). Numery barw podano według znanego sposobu Saybolt'a.

T A B E L A II.

	Surowa gazolina	Rafinowana gazolina
Węglowodory nienasycone	12,33 %	10,5 %
„ aromatyczne	24,3 %	24,9 %
„ naftenowe	31,1 %	32,8 %
„ parafinowe	32,27 %	31,8 %
Siarka (metoda lampowa)	0,0195 %	0,007 %
reakcja sodowo-ołownowa	Dodatnia	Ujemna
Określenie korozji miedzianych pasków	„	„
Zapach	SO ₂	Słodki
Barwa	około 18	Jasna

O doskonałej odporności rafinowanej gazoliny na światło świadczy fakt, że po 7-dniowym naświetlaniu gazoliny światłem słonecznym barwa zmieniała się tylko od 30 do 25; barwa innej próbki, która stała przez 7 dni w oknie zmieniała się od 30 do 28. Probka trzymana przez 7 dni w ciemności prawie nie zmieniała swej barwy.

Według fig. 3 niżej wrzące węglowodory, jak np. gazolinę i naftę, wprowadza się przez przewód rurowy 54 do miejsca 56 kolumny destylacyjnej 55. Kolumna 55 zaopatrzona jest w chłodnicę zwrotną 57 i wężownicę ogrzewającą 58.

Pary węglowodorów, wychodzące z kolumny destylacyjnej 55 przez przewód rurowy 1 płyną do urządzenia, przedstawionego na fig. 1, i ulegają dalszej przeróbce w sposób identyczny ze sposobem, dotyczącym fig. 1. Część par węglowodorów, płynących z kolumny destylacyjnej 55 opuszcza naczynie rafinacyjne 6 w postaci cieczy, obciążonej ubocznymi produktami rafinacji, ciecz tę doprowadza się przez zbiornik zapasowy 59 przewodem rurowym 60 do jednego z górnych oddziałów kolum-

ny destylacyjnej 55, gdzie służy jako ciecz przemylająca. Frakcje rafinowanych węglowodorów, które nie odparowały w temperaturach roboczych opuszczają kolumnę destylacyjną razem z ubocznymi produktami rafinacji przez wypływ 61.

Wyżej wrzące frakcje rafinowanych węglowodorów, opuszczające naczynie rafinacyjne w postaci cieczy wraz z ubocznymi produktami rafinacji przed powtórным ich wprowadzeniem do kolumny uwalnia się od zanieczyszczeń zapomocą odpowiednich zabiegów, np. przez sączenie, wirowanie lub w podobny sposób i następnie wprowadza do kolumny destylacyjnej. Po oddestylowaniu można je również dalej przerabiać. Oddzielanie ubocznych produktów rafinacji odbywa się w rozdzielaczu 59, umieszczonym pomiędzy przewodami rurowymi 17 i 60.

Zasadniczo w skraplaczu 57 kolumny destylacyjnej należy skraplać ciecz przemylającą. Przy prowadzeniu pracy w ten sposób ciecz przemylająca, wchodząca do kolumny 55 przez przewód 60, staje się zbyt ciężka; aby ją znów odpędzić w

postaci pary, należy do ogrzewającej węzownicy 59 doprowadzić więcej ciepła. Korzystnie jest zmniejszyć chłodzące działanie skraplacza 57 tak, aby skraplała się tylko część potrzebnej cieczy przemywającej zaś resztę jej należy doprowadzać przewodem 60. W tym przypadku naczynie rafinacyjne 6 działa do pewnego stopnia, jako chłodnica zwrotna. Zrozumiałem jest, że do wytwarzania potrzebnej cieczy do przemywania można stosować skraplacz 57 oraz naczynie rafinacyjne 6, przyczem ciecz przemywającą, dostarczaną z obu tych urządzeń, można dowolnie regulować. Można nawet zupełnie nie używać skraplacza 57 i wytwarzać całą ilość potrzebnej cieczy przemywającej w naczyniu rafinacyjnym 6. Taki rodzaj pracy posiada tę zaletę, że otrzymuje się większą ilość cieczy do usuwania ubocznych produktów rafinacji z naczynia rafinacyjnego.

Na fig. 3 naczynie rafinacyjne 6 umieszczone jest nad kolumną destylacyjną 55, a ciecz, wypływająca z naczynia rafinacyjnego 6, dopływa do kolumny 55 dzięki sile ciężkości. Można również naczynie rafinacyjne 6 umieścić głębiej i doprowadzać ciecz przemywającą do kolumny zapomocą odpowiedniego urządzenia np. zapomocą pompy.

Fig. 4 przedstawia inną postać urządzenia do przeprowadzenia sposobu według niniejszego wynalazku. W urządzeniu tem rafinowanie odbywa się w górnej części kolumny destylacyjnej, przyczem naczynie rafinacyjne 67 jest umieszczone bezpośrednio na kolumnie. W naczyniu tem proces rafinacji odbywa się w taki sam sposób, jak i w naczyniu rafinacyjnym 6 na fig. 3. Pary węglowodorów, płynące z kolumny destylacyjnej, przechodzą przez pierścieniową przestrzeń 62 kolumny i płyną ku górze, jak to wskazuje strzałka, przez rurę 63, którą opuszczają w miejscu 64, poczem stykają się ze środ-

kiem rafinującym 65, wypełniającym zbiornik 67 do poziomu 66. Węzownica 68 ochładza odpowiednio naczynie, dzięki czemu wytwarza się cała potrzebna ciecz przemywająca. Do środka rafinującego 65 w naczyniu rafinacyjnym 67 doprowadza się metal alkaliczny ze zbiornika 69 przez przewód rurowy 71, zaopatrzony w kurek 70. Płynne frakcje rafinujących się węglowodorów, które opuszczają naczynie rafinacyjne razem z ubocznymi produktami rafinacji, płyną przez zaopatrzony w pochylę przegrody rozdzielacz 72, oraz przez przewód rurowy 73 do kolumny destylacyjnej, skąd wypływają, jak to przedstawiono na rysunku poniżej najwyższego oddziału kolumny destylacyjnej. Następnie uboczne produkty rafinacji opuszczają się w kolumnie nadół, skąd zostają odprowadzone razem z wyżej wrzącymi częściami węglowodorów, które nie odparowały w temperaturach roboczych kolumny. Rafinowane i jednocześnie rektyfikowane węglowodory opuszczają kolumnę przez króciec 74, poczem zostają zbierane w dowolny sposób.

W urządzeniu, przedstawionem na fig. 5, frakcje gazoliny i nafty doprowadza się w stanie gazowym przez przewód 75 w 76 do kolumny destylacyjnej 77, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną 78 i węzownicę ogrzewającą 79.

Zbiornik 80, zawierający środek rafinujący, np. metal alkaliczny jest zaopatrzony w mieszałło 81 i nieprzedstawione na rysunku urządzenie ogrzewające. Łączy się on przewodem rurowym 85 z jednym z górnych oddziałów kolumny destylacyjnej 77. Doprowadzanie metalu alkalicznego do zbiornika zapasowego 80 odbywa się przez otwór w pokrywie 82, zaś dopływ ciepłego węglowodoru przez przewód rurowy 83 kończący się w pokrywie zbiornika 80. W przewodzie 85 pomiędzy zbiornikiem 80 i kolumną destylacyjną 77 znajduje się urządzenie miernicze 84 np. w postaci rurki

z podziałką do odmierzania ilości środka rafinującego, doprowadzanego do kolumny destylacyjnej 77.

Pary rafinowanej i destylowanej gazoliny opuszczają kolumnę 77 przez przewód 86; po skropleniu nadają się bezpośrednio do użytku. Wyżej wrzące frakcje rafinowanych węglowodorów spływają razem z ubocznymi produktami rafinacji w kolumnie destylacyjnej nadół i opuszczają ją przez przewód rurowy 87. Węglowodory te oddziela się za pomocą cedzidla lub wirówki, a po sklarowaniu poddaje się np. procesowi krakowania.

Doprowadzanie metalu alkalicznego do kolumny może się odbywać w różny sposób. Tak np. do kolumny można dodawać metal alkaliczny w postaci roztopionej lub w postaci koloidalnej zawiesiny, albo też w postaci drobno sproszkowanej lub jakiegokolwiek innej. Można również stosować koloidalne zawiesiny metalu alkalicznego w eterze, ksylenie i podobnych cieczach.

Szczególnie zaleca się sposób pracy, przy którym metal alkaliczny zostaje rozdrobniony w ciekłych węglowodorach na zewnątrz kolumny, poczem zawiesinę tę doprowadza się do kolumny. Taką zawiesinę można np. wytwarzać w zbiorniku 80 przez mieszanie przy temperaturze, leżącej powyżej punktu topnienia alkalicznego metalu. Odmierzoną ilość tej mieszaniny doprowadza się do jednego z górnych oddziałów, leżącego dostatecznie daleko od wlotu par węglowodorów. Metal alkaliczny rafinuje w jednym z górnych oddziałów kolumny destylacyjnej jednocześnie węglowodory rektyfikowane wskutek czego zostaje gruntownie wyczerpany.

W większości przypadków węglowodory winny w celu rafinowania stykać się z alkalicznym metalem tej części kolumny, w której znajdują się w stanie pary, a więc możliwie w górnej części kolumny, przy czem doprowadzanie alkalicznego metalu

musi być tak uregulowane, aby znajdował się on praktycznie tylko na górnych przegrodach kolumny. Należy w miarę możliwości unikać stosowania nadmiaru metalu alkalicznego, oraz zaleca się stosowanie metalu alkalicznego w stanie bardzo rozdrobnionym.

Przykłady powyższe dotyczą wyłącznie rafinowania gazoliny, jednakże wynalazek niniejszy nie ogranicza się do przerobu gazoliny, a daje się również zastosować do rafinowania wszelkich węglowodorów lub ich mieszanin, jak np. olej świetlny, smarowy lub podobne.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób rafinowania węglowodorów, znamienny tem, że węglowodory w stanie gazowym lub ciekłym poddaje się działaniu środków rafinujących, zwłaszcza metalu alkalicznego, np. sodu, lub stopów, zawierających metale alkaliczne albo też mieszaniny alkalicznych metali z innymi łatwotopnymi metalami, jak np. ołów, cyna, rtęć, które to ciała zawiesza się w cieczach mieszających się z rafinowanymi węglowodorami lub rozpuszczających takowe, o punkcie wrzenia wyższym od frakcyj rafinowanych węglowodorów, przy czem owe ciecze po skończonej rafinacji oddziela się w postaci pary lub cieczy.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że rafinowanie prowadzi się w takich temperaturach, aby tylko część rafinowanych węglowodorów została oddzielona od środka rafinującego w postaci pary, zaś nieodparowana część rafinowanych węglowodorów oddziela się razem z ubocznymi produktami rafinacji od rafinującego środka, np. przez wypływ z naczynia rafinacyjnego.

3. Sposób według zastrz. 2, znamienny tem, że część rafinowanych węglowodorów, opuszczających naczynie rafinacyjne w postaci cieczy, po oddzieleniu ubocz-

nych produktów rafinacji przepływa w obiegu kołowym przez naczynie rafinujące.

4. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamienny tem, że pary węglowodorów, napływające z kolumny destylacyjnej, rafinuje się, przyczem ciekłe frakcje rafinujących się węglowodorów, opuszczające naczynie rafinacyjne, po oddzieleniu ubocznych produktów rafinacji doprowadza się znów do górnej części kolumny, jako ciecz przemylwająca.

5. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tem, że pary węglowodorów stykają się w kolumnie destylacyjnej ze środkiem rafinującym, zawieszonym w płynnej

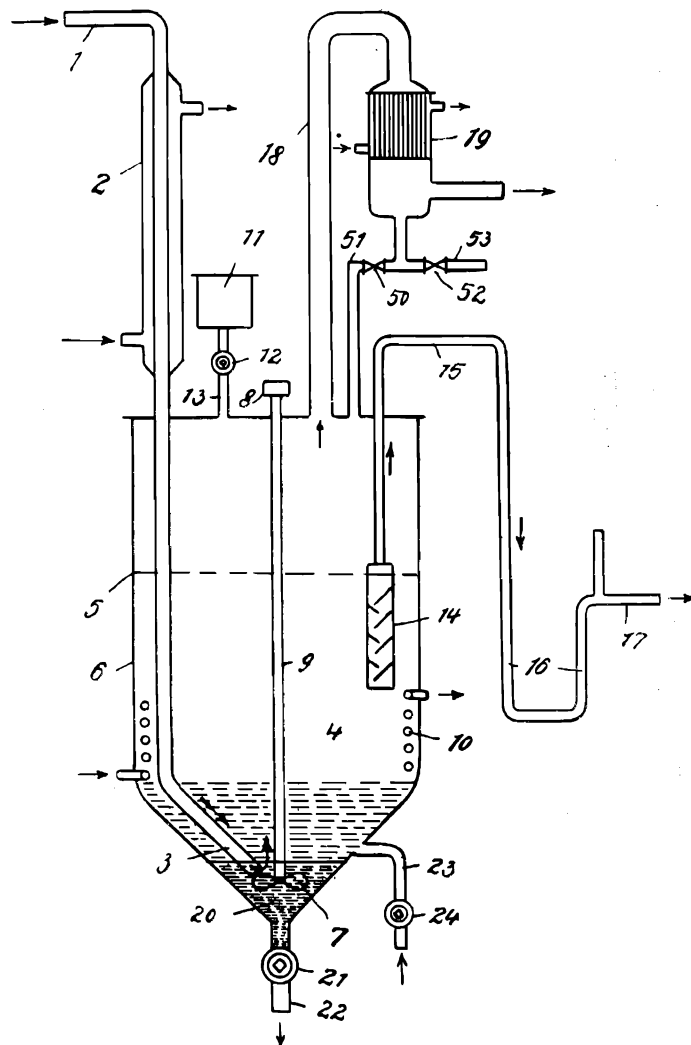
frakcji rafinujących się węglowodorów, służących do przemylwania i odpływających zpowrotem do urządzenia.

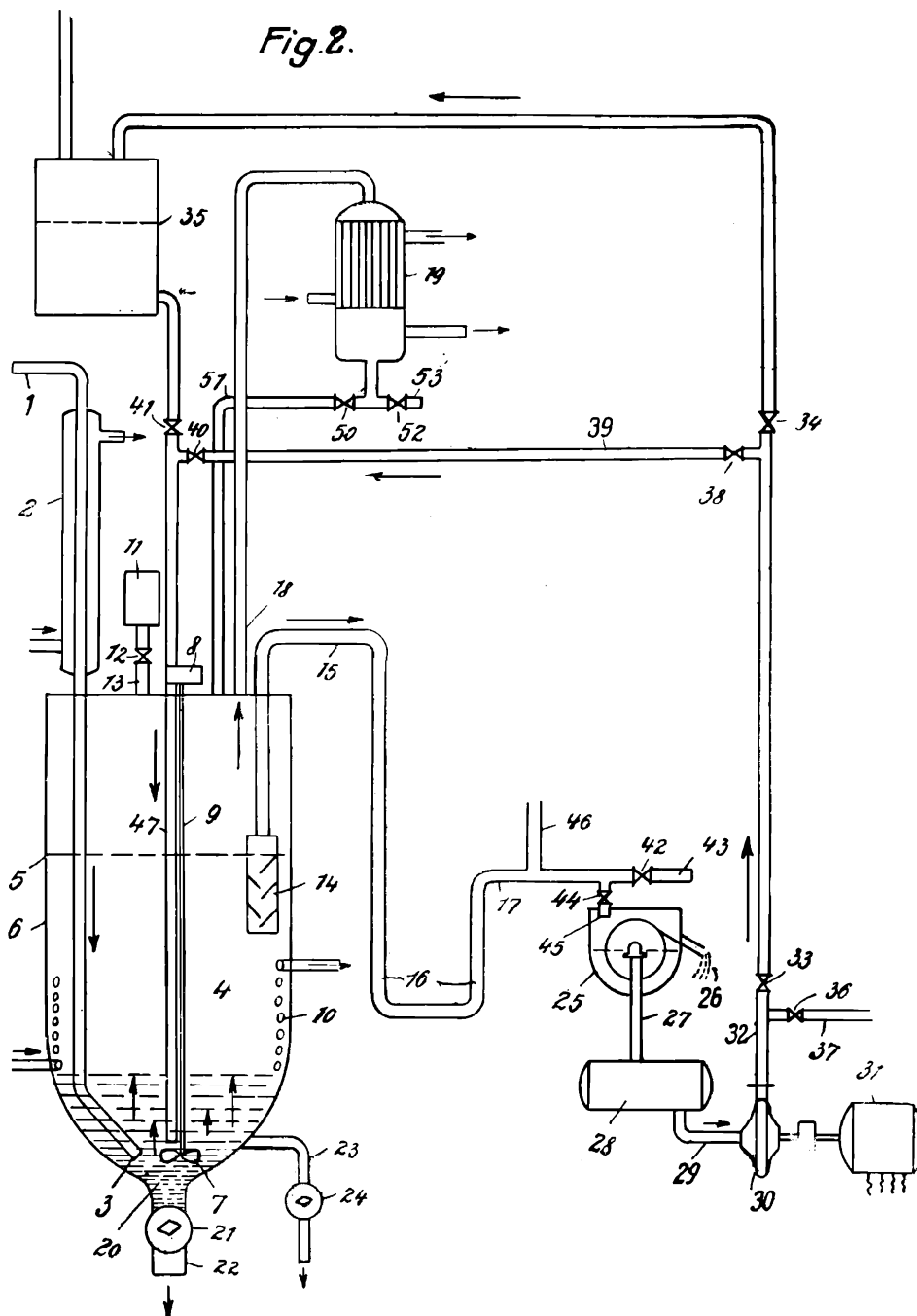
6. Sposób według zastrz. 5, znamienny tem, że do górnych oddziałów kolumny doprowadza się w sposób ciągły lub okresowo świeży ładunek środka rafinującego, rozdrobnionego w wysoko wrzających węglowodorach.

The Roessler & Hasslacher
Chemical Company.

Zastępca: Inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.

Fig.1.





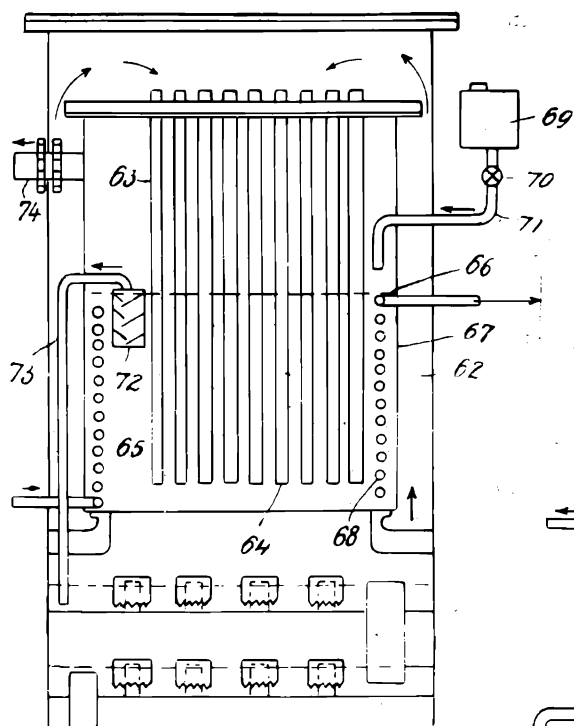


Fig. 4.

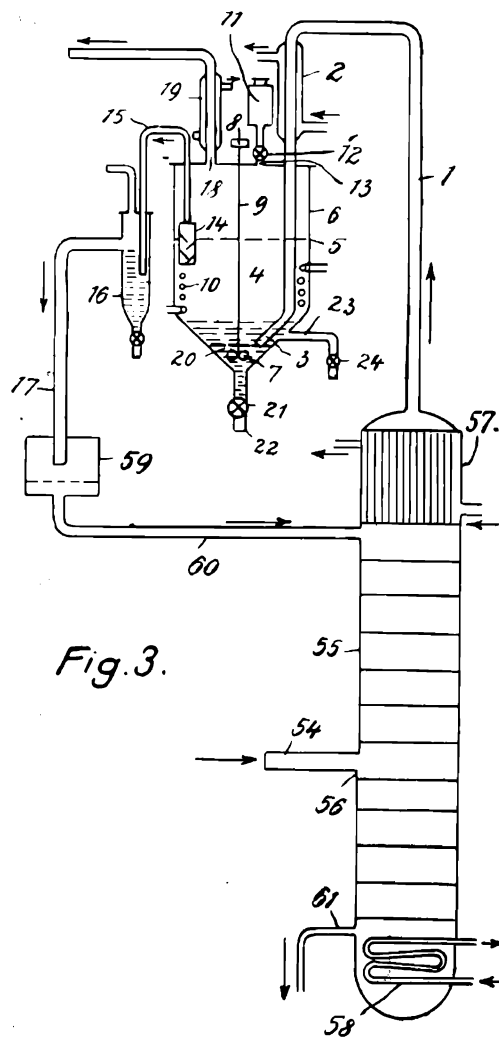


Fig. 3.

