

Warszawa, 7 marca 1938 r.

URZĄD PATENTOWY

B 03 d 1100



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 25988.

Kl. 1 c. 3.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).

Sposób wytwarzania ubogiej w popiół zawiesiny węgla w oleju.

Zgłoszono 23 maja 1936 r.

Udzielono 29 grudnia 1937 r.

Pierwszeństwo: 24 maja 1935 r. dla zastrz. 1 i 5—8; 13 czerwca 1935 r. dla zastrz. 4; 11 lipca 1935 r. dla zastrz. 2; 14 lutego 1936 r. dla zastrz. 3 (Niemcy).

Zawiesiny węgla kamiennego lub brunatnego w oleju, tak zwane węgle ciekłe, jakich się używa np. do palenisk okrętowych, wytwarzano dotychczas często w ten sposób, że węgiel mielono z olejem w odpowiednich młynach. Aby osiągnąć ciekły węgiel, wolny od popiołu lub ubogi w popiół, należy węgiel przed utarciem z olejem naprzód zemleć na sucho, poddać go wpływowi (flotacji) w celu usunięcia popiołu, odsączyć i następnie wysuszyć. Ten kilkustopniowy przebieg wytwarzania jest połączony ze znacznym nakładem siły i kosztownym zużyciem ciepła. Przemiana bardzo trudno dającego się sprzedać mułu węglowego na węgiel ciekły wymagała by

kilkakrotnego wpływania, ponieważ wiele gatunków mułu węglowego wykazują 20% popiołu i więcej.

Dalej znany jest sposób Trenta, według którego zmielony z wodą węgiel uciera się z olejem i nadmiarem wody, a po tym w urządzeniu do wpływania dodaje się stosunkowo małej ilości oleju. Przy tym zwilżone olejem cząstki węgla unoszą się w górę, a odciąga się je w postaci masy niespoistej. Sposób ten posiada tę wadę, że wymaga stosunkowo wielkich ilości wody, a przeto i wielkich urządzeń do wytwarzania tego węgla.

Obecnie stwierdzono, że można wytwarzać ubogie w popiół lub też wolne od po-

popiołu zawiesiny węgla w oleju w jednym zabiegu pracy w sposób następujący.

Węgiel, rozmielony w wodzie za pomocą dowolnego młyna np. za pomocą młyna rurowego lub młyna o ruchu wahliwym, ugniata się w postaci gęstej lepkiej masy w przyrządzie do ugniatacia z olejem na spoistą masę podatną. Podczas tego ugniatacia wydziela się wpierw prawie cała woda, zawarta w masie węglowej, która się odciąga; jednocześnie z wodą usuwa się także i znaczną część popiołu. Ten przebieg usuwania popiołu można jeszcze w znacznej mierze poprawić przez mycie dodatkowe małą ilością wody podczas ugniatacia. Przez stopniowe dodawanie oleju (w 2 — 3 dawkach) i jednocześnie wymywanie wodą można obniżyć zawartość popiołu w plastycznej masie węglowej do 0,5%. Podczas tego przebiegu utrzymuje się stan ugniatalności zawiesiny węgla w oleju.

Istota tego sposobu polega przede wszystkim na tym, że podczas mielenia z wodą zachodzi intensywne uwolnienie i zwilżanie złoża hydrofilowego. Następnie przy ugniataciu, wskutek sił ścinających ruchu zgniatającego w bardzo lepkiej masie plastycznej, następuje intensywne zmieszanie mieszaniny węgla surowego z wodą i olejem, a popiół razem z wodą wydziela się z zawiesiny węgla w oleju.

Szybkość wydzielania popiołu, jak również i stopień odwodnienia, można podwyższyć, zależnie od rodzaju węgla i olejów, przez dodatek małych ilości kwasów lub zasad. Tak np. pozbawienie popiołu i odwodnienie węgla brunatnego przez zastosowanie olejów ze smoły z węgla brunatnego można zwiększyć przez dodatek kwasów, np. kwasu solnego, siarkowego, octowego, olejowego lub fenoli. Z drugiej strony pozbawienie popiołu i odwodnienie węgla kamiennego za pomocą oleju ze smoły węgla kamiennego można znacznie zwiększyć wskutek obecności małych ilości zasad, np.

ługu sodowego, potasowego, aniliny. Kwasów lub zasad można dodawać bądź przed ugniataciem plastycznej masy wodnej albo też podczas ugniatacia czyli też do oleju.

Dalej stwierdzono, że z niektórych gatunków węgla brunatnego otrzymuje się tylko wtedy dobrze płynącą zawiesinę węgla w oleju, dającą się tłoczyć za pomocą zwykle stosowanych pomp, jeżeli stosuje się plastyczną masę z węgla i wody, wytworzoną z węgla, zawierającego nie więcej niż około 35% wody. Przy tym jest obojętne, czy stosuje się węgiel w stanie wilgotnym (w jakim został wydobyty z kopalni), nie zawierający ponad 35% wody, czy też węgiel suszony poprzednio do 35%-owej względnie niższej zawartości wody. Ciekłość pasty, wytworzonej z zastosowaniem takiego węgla, utrzymuje się i wtenczas, gdy węgiel, w celu osiągnięcia plastycznej masy, ugniata się znowu z wodą na ciasto o odpowiednio wyższej zawartości wody.

Zwłaszcza korzystne do przeprowadzenia tego sposobu może być stosowanie młynów walcowych jako przyrządów do ugniatacia. Podczas gdy w ogóle przy ugniataciu za pomocą młynów walcowych pigmenty lub substancje wypełniające zostają wcielone przez walcowanie do lepkich mas ugniatalnych, jak np. barwniki do pokostu z oleju lnianego lub sadze do kauczuku, stwierdzono, że w szczególnych przypadkach można wykonać za pomocą młynów walcowych również i efekty wydzielania. Można np. w układzie, otrzymanym przez intensywne mieszanie zawierającego popiół węgla z olejem i wodą, skutecznie wydzielanie popiołu i wody; przez ugniatacie mieszaniny przy pomocy młyna walcowego. Przy tym ugniataciu spostrzeżono, że przy przepuszczaniu przez walce mieszaniny z oleju, węgla i wody najpierw ukazuje się woda, a następnie wydzielają się składniki popiołu razem z wodą.

Korzyść stosowania młynów walcowych

w tym sposobie polega z jednej strony na tym, że można pracować bez przerwy ze znacznie mniejszym natężeniem siły, niż np. przy stosowaniu maszyny Werner-Pfleiderer'a. Z drugiej strony przez działanie ruchu ugniatającego na bardzo lepką masę osiąga się dalsze rozdrobienie cząstek węgla, tak iż mogą być uwolnione i wydzielone jeszcze dalsze cząstki popiołu. Wskutek tego z masy plastycznej, z której wskutek ugniatań z wodą w maszynie Werner-Pfleiderer'a popiół nie mógł być więcej usunięty, osiąga się dodatkowe wydzielanie popiołu.

Przez dodatki, podwyższające zdolność zwilżania węgla olejem i obniżające jego zdolność zwilżania wodą, np. przez dodanie czterohydronaftalenu, benzenu, aniliny i alkoholów wyższych, przebieg ugniatań, który zależnie od właściwości węgla trwa tylko kilka minut, można przyspieszyć jeszcze znacznie. Wydzielanie wody podczas ugniatań można jeszcze zwiększyć przez nagrzewanie (40° — 100°) jak również przez zastosowanie próżni.

Przeprowadzane przed ugniataciem mielenie w fazie wodnej daje możliwość wykonania równoczesnego chemicznego wydzielania, np. usunięcia siarki, żelaza itd.

Sposób ten może być stosowany do wytwarzania węgla ciekłego, dalej do wytwarzania uboższego w popiół miału węglowego, odparowując obecny w masie plastycznej niskowrzący olej. W ten sposób można też wytwarzać zawiesiny grafitu w olejach, jakich używa się do smarowania części maszyn. Do tego sposobu nadają się zarówno grafit jak i antracyt, węgiel kamienny, brunatny, koks, przede wszystkim jednak bogaty w popiół węgiel z odpadów, jaki otrzymuje się przy płukaniu węgla.

Sposób według wynalazku niniejszego wykazuje, pomijając dobroć wytworów, w porównaniu z dotychczasowymi sposobami wytwarzania ciekłego węgla tę wyższość, że do wytwarzania węgla ciekłych, wolnych

od popiołu względnie ubogich w popiół, można stosować mielenie mokre, przeto w porównaniu z mieleniem suchym osiąga się znaczną oszczędność energii obok większej sprawności.

W porównaniu ze znanymi sposobami wpływania odznacza się sposób niniejszy tym, że mieszanina w stanie ugniatalnym potrzebuje tylko nieznacznej części wody, którą należy zwykle stosować w sposobach znanych.

Przykład I. 100 części wagowych miazgi węglowej z odpadów z zawartością 22% popiołu miele się drobno w młynie rowym z dodatkiem 100 części wagowych wody. Następnie ugniatą się otrzymaną plastyczną masę wodną w znanych ugniatarkach, jak np. Werner-Pfleiderer'a lub w ugniatarkach ślimakowych, ze 100 częściami wagowymi oleju skalnego. Po upływie paru minut wydzieliła się woda razem z największą częścią popiołu. Powstaje zawiesina węgla w oleju, zawierająca tylko 1% popiołu.

Przykład II. Na węgiel kamienny z zawartością 8,3% popiołu oddziaływa się w sposób, wspomniany w przykładzie I. Powstaje zawiesina węgla w oleju, która zawiera tylko 1% popiołu.

Przykład III. 100 części wagowych koksu z węgla brunatnego (t. j. otrzymanego w temperaturze niskiej i pod ciśnieniem zmniejszonym) z zawartością 19,2% popiołu miele się drobno w przeciągu 15 godzin w obecności wody w znanym młynie o ruchu wahliwym. Następnie ugniatą się tak otrzymaną plastyczną masę wodną w ugniatarce Werner-Pfleiderer'a ze 100 częściami wagowymi oleju skalnego. Przy tym wydzieliła się razem z wodą również i największa część popiołu, który usuwa się przez wpływanie w wodzie. Otrzymuje się zawiesinę koksu z węgla brunatnego w oleju, zawierającą 4,1% popiołu.

Przykład IV. 100 części wagowych suchego węgla kamiennego z zawartością

14,4% popiołu ugniata się na plastyczną masę w znanych ugniataczkach z 50 częściami wagowymi wody. Po dodaniu 100 części wagowych oleju skalnego w przeciągu paru minut jednocześnie z największą częścią popiołu wydzielają się 40 części wagowych wody. Wydzielanie popiołu zakończy się następnie przez płukanie ze 150 — 200 częściami wagowymi wody i jednoczesnym ugniataniem stałym. Powstaje 210 części wagowych masy węglo-olejowej, zawierającej tylko 1% popiołu i 5% wody.

Przykład V. Węgiel brunatny z zawartością 12,8% popiołu miele się w odpowiednim młynie w stanie wilgotnym, w jakim został wydobyty z kopalni. Do tego węgla zmielonego dodaje się wpierw wody w znanych ugniataczkach np. Werner-Pfleiderer'a, ugniata się na ciasto, a następnie ugniata się z tą samą ilością wagową (w stosunku do węgla suchego) oleju ze smoły węgla brunatnego z dodatkiem 1% kwasu siarkowego. Po upływie paru minut woda wydziela się razem z największą częścią popiołu. Powstaje zawieszina węgla w oleju, zawierająca tylko 1% popiołu.

Przykład VI. Węgiel kamienny z zawartością 7,3% popiołu miele się drobno w młynie o ruchu wahliwym z tą samą ilością wody. Następnie ugniata się węgiel w postaci masy wodnej w ugniatarce Werner-Pfleiderer'a z tą samą ilością wagową (w stosunku do węgla suchego) oleju ze smoły węgla kamiennego z dodatkiem 0,5% ługu sodowego o 40°Bé. Po upływie paru minut woda wydziela się z największą częścią popiołu. Powstaje 50%-owa zawieszina węgla w oleju, która zawiera 0,9% popiołu.

Przykład VII. Węgiel kamienny z zawartością 11,8% popiołu miele się drobno w odpowiednim młynie z tą samą ilością wody. Następnie ugniata się węgiel w postaci wodnej masy plastycznej w ugniatarce Werner-Pfleiderer'a z $\frac{2}{3}$ ilości swej wagi (w obliczeniu na węgiel suchy) oleju ze smoły węgla kamiennego z dodatkiem

0,2% 100%-owego wodorotlenku sodu. W krótkim czasie oddziela się większa część wody razem z popiołem. Następnie ugniata się dalej otrzymaną zawieszinę węgla w oleju, pozbawioną już w wysokim stopniu popiołu, w ugniatarce Werner-Pfleiderer'a w obecności wody z 2% kwasu siarkowego w obliczeniu na ilość węgla. Wobec czego usuwa się razem z wodą dalsze ilości popiołu. Po zobojętnieniu pozostałego wolnego kwasu siarkowego za pomocą ługu sodowego, otrzymuje się zawieszinę węgla w oleju pozbawioną popiołu w stopniu bardzo wysokim.

Przykład VIII. 100 części wagowych mielonego węgla brunatnego w stanie wilgotnym, w jakim wydobywa się go z kopalni, z zawartością 55% wody i 12,7% popiołu, w obliczeniu na węgiel bezwodny, ugniata się na plastyczną masę z 18 częściami wagowymi wody. Przez dodanie 2% kwasu siarkowego, w stosunku do węgla suchego, i 45 części wagowych oleju ze smoły węgla brunatnego oddziela się 45 części wagowych wody razem z większą częścią popiołu. Do otrzymanej plastycznej masy węglo-olejowej dodaje się po kolei w 5 dawkach po 15 części wagowych wody. Przez ugniatanie z tą małą ilością wody wydziela się z tej plastycznej masy reszta popiołu, który można oddzielić razem z wodą. Po pięciokrotnej zmianie wody popioł usunięto do tego stopnia, że woda, znajdująca się nad masą, pozostaje przezroczysta. Powstała plastyczna masa węglo-olejowa zawiera tylko 1% popiołu i 20% wody, t. j. zawartość wody w węglu z kopalni została zmniejszona o 50%.

Przykład IX. 156 części wagowych węgla brunatnego w stanie wilgotnym, w jakim został wydobyty z kopalni, z zawartością 55% wody, co odpowiada 70 częściom wagowym suchego węgla brunatnego, ugniata się na plastyczną masę w odpowiedniej ugniatarce z 44 częściami wagowymi wody i 5,3 częściami wagowymi 100%-owego

kwasu solnego i ugniata z 63 częściami wagowymi smoły, otrzymanej z węgla brunatnego w temperaturze niskiej i pod ciśnieniem zmniejszonym. Po krótkim czasie wydzielają się 70 części wagowych wody razem z największą częścią popiołu. Wydzielanie popiołu zakończy się przez ugniatanie w obecności dalszych 100 — 150 części wagowych wody. Powstała zawieszina węgla brunatnego w oleju, zawierająca 1% popiołu, daje się łatwo wytłoczyć w cegielki za pomocą znanych urządzeń.

Przykład X. Węgiel kamienny, zawierający 11,5% popiołu, miele się drobno w młynie o ruchu wahliwym z tą samą ilością wody. Otrzymaną plastyczną węglową masę wodną miesza się w odpowiedniej mieszarce z tą samą ilością oleju ze smoły węgla kamiennego (w obliczeniu na węgiel suchy) z dodatkiem 0,5% ługu sodowego o 40°Bé (również w obliczeniu na węgiel suchy). Otrzymaną masę ugniata się po kolei 6 razy za pomocą młyna dwuwalcowego, przy czym wydziela się woda razem z największą częścią popiołu. Powstała 50%-owa zawieszina węgla w oleju zawiera tylko 1% popiołu.

Przykład XI. 150 części wagowych wodnej masy z węgla kamiennego, składającej z 60 części wagowych wody i 90 części wagowych zmielonego suchego węgla z zawartością popiołu 11,5%, zgniata się w młynie walcowym z 0,5% ługu sodowego (w stosunku do węgla bezwodnego) i 70 częściami wagowymi oleju ze smoły węgla kamiennego. Po kilkakrotnym przepuszczeniu przez walce wydzielają się z wodnej gąbkowatej masy plastycznej węgla i oleju 54 części wagowe wody razem z największą częścią popiołu. Wydzielanie popiołu zakończy się przez następne płukanie małą ilością wody. Aby otrzymać zawieszinę węgla w oleju, dającą się dobrze tłoczyć, do tej masy plastycznej przez ugniatanie dodaje się jeszcze 20 części wagowych oleju ze smoły węgla kamiennego. Otrzymuje

się zawieszinę węgla w oleju, zawierającą 1% popiołu i 3% wody.

Przykład XII. 128 części wagowych wodnej masy plastycznej z węgla brunatnego, składającej się ze 100 części wagowych mielonego brunatnego węgla wilgotnego w takiej postaci, w jakiej go wydobywa się z kopalni, z zawartością 55% wody; 28 części wagowych wody i 45 części wagowych suchego węgla z zawartością 15% popiołu zgniata się razem w młynie walcowym z 2 częściami wagowymi stężonego kwasu siarkowego i 45 częściami wagowymi oleju ze smoły węgla brunatnego w obliczeniu na węgiel suchy. Po kilkakrotnym przepuszczeniu przez walce wydziela się z gąbkowatej zawiesziny węglo-olejowej 75 części wagowych wody jednocześnie z największą częścią popiołu. Usunięcie popiołu zakończy się płukaniem małą ilością wody. Otrzymuje się masę węglo-olejową, zawierającą 8% wody i 1% popiołu.

Przykład XIII. 156 części wagowych zawierającego sól surowego węgla brunatnego z zawartością 50% wody, co odpowiada 78 częściom wagowym brunatnego węgla suchego, poddaje się wstępnemu suszeniu ciepłem tak, iż otrzymuje się 120 części wagowych węgla z zawartością 35% wody. Otrzymany węgiel ugniata się następnie na plastyczną masę za pomocą odpowiedniej ugniatarki z 47 częściami wagowymi wody i 5,85 częściami wagowymi 100%-owego kwasu solnego (7,5% w obliczeniu na węgiel suchy) i ugniata się z 44 częściami wagowymi oleju z uwodornionego węgla brunatnego. W krótkim czasie następuje odwrót faz, przy czym wydzielają się 45 części wagowych wody i największa część popiołu. Wydzielanie popiołu zakończy się przez ugniatanie w obecności dalszych 100 części wagowych wody. Następnie ugniata się otrzymaną plastyczną masę węglo-olejową z 51 częścią wagową oleju z uwodornionego węgla brunatnego. Powstaje plastyczna masa węglo-olejowa, zawierająca

10% wody i 1% popiołu, dająca się tłoczyć w temperaturze 70° — 100°C.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania ubogiej w popiół zawiesiny węgla w oleju przez kolejne ugniatanie tego węgla z wodą i olejem, znamienny tym, że plastyczną masę węglo-olejową, zmieloną uprzednio, ugniata się, utrzymując ją stale w stanie ugniatalności, z tą samą ilością wagową oleju, przy czym jednocześnie wydziela się popiół i woda.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że stosuje się węgiel, zmielony na plastyczną masę wodną oraz ugniata się z olejem w młynie walcowym.

3. Sposób według zastrz. 1, 2, znamienny tym, że stosuje się plastyczną masę węglo-olejową, otrzymaną z kopalnianego węgla wilgotnego z zawartością, nieprzewyższającą 35% wody, albo z węgla osuszonego przed tym do przynajmniej 35%-owej zawartości wody.

4. Sposób według zastrz. 1 — 3, zna-

mienny tym, że do węgla, ugniecionego na plastyczną masę wodną, dodaje się wedle jego rodzaju małych ilości kwasów względnie zasad.

5. Sposób według zastrz. 1 — 4, znamienny tym, że olej dodaje się stopniowo, a popiół z zawiesiny węglo-olejowej usuwa się przez mycie wodą podczas zabiegu ugniatania.

6. Sposób według zastrz. 1 — 5, znamienny tym, że podczas ugniatania dodaje się substancji, podwyższających zdolność zwilżania się węgla w oleju i obniżających tę zdolność węgla w wodzie.

7. Sposób według zastrz. 1 — 6, znamienny tym, że ugniatanie wykonywa się w cieple.

8. Sposób według zastrz. 1 — 7, znamienny tym, że ugniatanie wykonywa się w próżni.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.