

Warszawa, 29 stycznia 1938 r.

URZĄD PATENTOWY



C10g 1/04

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 25774.

Kl. 23 b, 4/01.

Gewerkschaft Mathias Stinnes
(Essen, Niemcy).

Sposób sączenia i dokładnego oczyszczania wyciągów węglowych.

Zgłoszono 31 sierpnia 1935 r.

Udzielono 22 listopada 1937 r.

Pierwszeństwo: 17 października 1934 r. dla zastrz. 1—4; 24 maja 1935 r. dla zastrz. 5—6 (Niemcy).

Wolne od popiołu, łatwo palne i wysoce reaktywne stałe względnie topliwe paliwa, nadające się do wielostronnego użytku, np. jako paliwo do pyłowo-węglowych silników Diesla, do palenisk olejowych, do palenisk pyłowo-węglowych, można wytwarzać w ten sposób, iż wszelkiego rodzaju węgle, np. węgiel kamienny, węgiel brunatny, torf, traktuje się pod ciśnieniem odpowiednimi mieszaninami rozpuszczalników, np. olejami uwodornionymi i olejami kwaśnymi lub tetraliną w mieszaninie z krezolem, ewentualnie z domieszką naftalenu, w temperaturach nie powodujących znacniejszego rozkładu materiału węglowego, znajdującego się w wyciągu. Jako szczegól-

nie korzystny sposób otrzymywania wyciągów o wysokiej i najwyższej wydajności wymienić należy sposób, w którym węgle z odpowiednimi mieszaninami rozpuszczalników, np. olejami uwodornionymi i olejami kwaśnymi, tetraliną, zmieszaną z krezolem, ewentualnie z dodatkiem naftalenu, są traktowane pod ciśnieniem w temperaturach, które w zasadzie odpowiadają wzrastającym do pewnego maksimum temperaturom rozkładu materiału węglowego, znajdującemu się w wyciągu. We wszystkich tych sposobach ekstrakcji pozostaje jako produkt reakcyjny roztwór, w którym pozostałe nierozpuszczone składniki bogate w popiół zatrzymują się w postaci bardzo miękkiej

zawiesiny. Aby z tego otrzymać żądane wyciągi wolne od popiołu, należy przed oddestylowaniem rozpuszczalników oddzielić popiół i węgiel zawieszony. Oddzielanie to jednak następuje znaczne trudności powodowane wielką miękkością węgla resztkowego, przeznaczonego do oddzielenia. Podczas zwykłego sączenia, nawet przy umiarkowanym ogrzaniu, przez placki sączkowe, sukna sączkowe, bibuły sączkowe i podobne materiały, zatykają się one bardzo szybko i w takim stopniu, iż sączenie ustaje. Takie same zasadniczo trudności napotyka się przy filtrowaniu wyciągów surowych, rozcieńczonych rozpuszczalnikiem w stosunku przekraczającym znacznie rozcieńczenie pierwotne, wynoszące 1 : 1,5. Obróbka świeżych wyciągów przez odwirowywanie okazała się również bezskuteczna, ponieważ z jednej strony nie następuje całkowite oczyszczenie roztworu od składników zawierających popiół, a z drugiej strony również wolne od popiołu, bardzo miękko rozproszone cząstki węgla, znajdujące się w roztworze lub w zawieszynie, zostają odwirowane razem z resztkami węgla zawierającymi popiół. Ponieważ poza tym osadzanie cząstek nierozpuszczonych nie zachodzi dostatecznie szybko ani też w stopniu dostatecznym, było więc dotychczas rzeczą uciążliwą dokładne oddzielanie rozpuszczonych składników węgla od nierozpuszczonych resztek węgla zawierających popiół.

Według wynalazku niniejszego trudności, uniemożliwiające w praktyce otrzymywanie wartościowych bezpopiołowych wyciągów węglowych, zostają usunięte dzięki temu, że surowe wyciągi węglowe poddaje się sączeniu pod dużym ciśnieniem w wysokich temperaturach.

Jest rzeczą pożądaną stosowanie placcka sączkowego, wytwarzanego z węgla resztkowego, oraz — jako odkładu do placcka — siatki drucianej, której wielkość oczek może nieco przewyższać wymiary

ziarn oddzielanego węgla resztkowego (wielkość oczek może wynosić np. około 0,1 mm — 0,2 mm).

W ten sposób udaje się w czasie bardzo krótkim osiągnąć łatwe i całkowite uwolnienie całego roztworu od węgla resztkowego, zawierającego popiół. Po odpędzeniu rozpuszczalników otrzymuje się wyciągi, w których zawartość popiołu dosięga zaledwie kilku dziesiątych części procentu, przeważnie jednak jest mniejsza od 0,1%. Za pomocą mieszaniny rozpuszczalników można przemyć placek sączkowy, dzięki czemu można odzyskać całkowitą ilość węgla, przeprowadzonego w stan rozpuszczalny. Czysty rozpuszczalnik, pozostały w węglu resztkowym lub placcku sączkowym, można z łatwością odzyskać np. przez destylację, wytłewanie, jak również przez ekstrakcję wtórną za pomocą łatwo wrzących substancji, np. benzenu; substancje te można równie łatwo odpędzić zarówno z węgla resztkowego, jak i z rozpuszczalników.

Zależnie od lepkości otrzymywanych roztworów można stosować temperatury wyższe lub niższe. Odpowiednimi do sączenia okazały się temperatury 150 — 170°C. Stosowane jednocześnie ciśnienie waha się w granicach 10 — 20 atm, jednakże w zależności od konsystencji wyciągu surowego może być wyższe lub niższe.

Eventualnie zaleca się wprowadzać do placcka sączkowego odpowiedni materiał w celu spulchnienia placcka, np. ziarnisty koks, pumeks lub węgiel resztkowy, pozostający z procesu filtrowania.

Zaleca się przy tym ustalenie największej wysokości placcka sączkowego na przykład w ten sposób, że placek sączkowy umieszcza się między siatkami drucianymi, a zbierające się podczas sączenia na placcku sączkowym nowe ilości węgla resztkowego usuwa się nie naruszając części placcka zawartej między siatkami.

Sposób według wynalazku może być z

korzyścią połączony z wymienionym na wstępie sposobem ekstrakcji węgla, a mianowicie gorące jeszcze lub odpowiednio ochłodzone surowe wyciągi wprowadza się od razu na filtr w naczyniu ekstrakcyjnym, w którym ciśnienie, potrzebne do ekstrakcji, sprzyja jednocześnie filtrowaniu.

W celu utrzymywania na filtrze pożądanej temperatury, naczynie filtracyjne jest otoczone nie tylko płaszczem grzejnym, lecz bezpośrednio pod plackiem sączkowym umieszczone są np. węzownice parowe lub komory grzejne.

Sposobem według wynalazku można również traktować inne produkty węglowe, a zwłaszcza pozostałości oleiste po uwodornieniu węgla.

Wartość i możliwości użytkowywania wyciągów węglowych są tym większe, im czystsze są te wyciągi oraz im mniej zawierają popiołu.

Przy zastosowaniu sposobu według wynalazku można otrzymywać paliwa pozbawione nierozpuszczalnych składników popiołowych, nie można natomiast usunąć składników popiołowych, znajdujących się w paliwie w postaci rozpuszczalnej, np. chlorków, fenolanów. Tak więc nie można było dotychczas wytwarzać w sposób prosty wyciągów, zupełnie wolnych od wszelkiego popiołu, albo wyciągów, w których zawartość popiołu wynosiłaby zaledwie kilka setnych procentu.

Podczas ekstrakcji węgla za pomocą środków ekstrakcyjnych, zawierających zwłaszcza fenole, krezole i związki podobne obok rozpuszczalnych soli, np. węglanów lub chlorków, do roztworu przechodzą pewne dalsze składniki popiołu albo nawet aparatury, a podczas odsączania wyciągów od resztek węglowych i popiołu te rozpuszczone składniki dostają się do przesączonych roztworów ekstrakcyjnych; podczas oddestylowywania rozpuszczalnika składniki nieorganiczne popiołu, które przeszły do roztworu, pozostają w wyciągach.

Według wynalazku niniejszego wyciągi węglowe można całkowicie uwolnić od rozpuszczalnych składników popiołowych i wytworzyć w ten sposób paliwa, zawierające zaledwie ślady popiołu (poniżej 0,01%) albo nawet zupełnie wolne od popiołu. Takie dokładne oczyszczanie wyciągów węglowych osiąga się przez traktowanie wyciągów węglowych kwasami. Przy tym można poddawać obróbce nie tylko samo paliwo, lecz okazało się zwłaszcza rzeczą korzystną przemycanie kwasem wyciągów rozpuszczonych w ich rozpuszczalnikach albo innych odpowiednich olejach i mieszaninach olejów. Na przykład, wyciąg rozpuszczony w środku ekstrakcyjnym miesza się energicznie na ciepło (np. w temperaturze od 50 do 60°C) z rozwodnionym kwasem solnym, o zawartości np. 30% HCl , i po rozwarstwieniu oddziela się kwas. Zabieg ten można ewentualnie powtórzyć kilkakrotnie i ewentualnie zakończyć przemycaniem wodą. Po odpędzeniu rozpuszczalnika otrzymuje się wyciąg zawierający zaledwie 0,02% popiołu, podczas gdy zawartość popiołu w wyciągu nie poddanym dokładnemu oczyszczeniu wynosi 0,08 do 0,1%.

Sposób oczyszczania według wynalazku okazał się zwłaszcza skuteczny przy traktowaniu kwasami wyciągów otrzymywanych z węgla przez ekstrakcję fenolami albo innymi środkami ekstrakcyjnymi zawierającymi fenole.

Takie dokładne oczyszczanie wyciągów węglowych ma duże znaczenie zwłaszcza wtedy, gdy przerabia się je przez skokowanie na węgiel elektrodowy, używany na przykład w przemyśle glinowym. Z wyciągów, oczyszczonych sposobem według wynalazku, otrzymuje się elektrody o zawartości popiołu od 0 do 0,1%. Ponieważ popiół, zawarty w elektrodach, przechodzi do glinu przy wytwarzaniu go, więc tylko wtedy można otrzymać glin o najwyższym stopniu czystości, aż do 99,9% i wyżej, gdy

stosuje się węgiel elektrodowy wolny od popiołu. Stosowane dotychczas węgle elektrodowe wykazują większą zawartość popiołu.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób sączenia wyciągów węglowych, otrzymywanych przez obróbkę węgla dowolnego rodzaju odpowiednimi mieszaninami rozpuszczalników w temperaturach nie powodujących zasadniczo wcale rozkładu materiału, podlegającego ekstrakcji, znamienny tym, że w celu oddzielenia nierozpuszczonego węgla reszkowego, zawierającego popiół, stosuje się sączenie pod ciśnieniem w wyższych temperaturach.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że sączenie wyciągów węglowych uskutecznia się na plackach sączkowych, umieszczonych na siatkach drucianych, których wielkość oczek może być nieco większa od wielkości ziarn węgla reszkowego, przeznaczonego do oddzielania.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że sączenie wykonywa się w

temperaturach około 150 — 170°C i pod ciśnieniem 10 — 20 atm.

4. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamienny tym, że surowe wyciągi węglowe bezpośrednio po ekstrakcji wprowadza się na filtry ciśnieniowe wyzyskując ciepło, zawarte w tych wyciągach, oraz ciśnienie ekstrakcyjne.

5. Sposób dokładnego oczyszczania wyciągów, otrzymanych według zastrz. 1, zwłaszcza otrzymanych przez ekstrakcję wszelkiego rodzaju fenolami, olejami zawierającymi fenole, mieszaniną krezoli z tetraliną i podobnymi rozpuszczalnikami, znamienny tym, że wyciągi węglowe poddaje się przemywaniu kwasem, ewentualnie rozcieńczonym wodą, w temperaturach zwykłych lub podwyższonych.

6. Sposób według zastrz. 5, znamienny tym, że wyciągi, rozpuszczone w ich pierwotnych środkach ekstrakcyjnych albo w innych odpowiednich rozpuszczalnikach, przemywa się kwasami.

Gewerkschaft
Mathias Stinnes.
Zastępca: I. Myszczyński,
rzecznik patentowy.