



(19) Országkód

HU



**MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG**

**MAGYAR
SZABADALMI
HIVATAL**

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

216 620 B

(21) A bejelentés ügyszáma: P 95 00922
(22) A bejelentés napja: 1993. 09. 28.
(30) Elsőbbségi adatok:
07/955,471 1992. 10. 02. US
(86) Nemzetközi bejelentési szám: PCT/CA 93/00390
(87) Nemzetközi közzétételi szám: WO 94/07604

(51) Int. Cl.⁶

B 03 D 1/02

B 03 D 1/004

B 03 B 1/04

(40) A közzététel napja: 1995. 11. 28.
(45) A megadás meghirdetésének a dátuma a Szabadalmi
Közlönyben: 1999. 07. 28.

(72) Feltalálók:

McKenny, Colin J., Calgary, Alberta (CA)
Raymond, Brian W., Calgary, Alberta (CA)

(73) Szabadalmaz:

Fording Coal Ltd., Calgary, Alberta (CA)

(74) Képvisező:

ADVOPATENT Szabadalmi Iroda, Budapest

(54)

Javított eljárás szén szelektív flotálására

KIVONAT

A találmány tárgya eljárás szénrészecskék flotálással való szelektív elválasztására szenet és meddőt tartalmazó zagyból a szén részecskéinek a meddőtől és a zagytól való elkülönítése végett.

A találmány szerint oly módon járnak el, hogy

- a) a zagyban egy felületaktív anyagot diszpergálnak,
- b) a zagyot egy első kondicionálásnak vetik alá, miáltal a szénrészecskék felületét szelektíven bevonják a felületaktív anyaggal, és aktivált szénrészecskéket képeznek,
- c) a zagyban egy olajat diszpergálnak,

d) a zagyot egy második kondicionálásnak vetik alá, miáltal az aktivált szénrészecskék felületét szelektíven bevonják az olajjal, és olajos szénrészecskéket képeznek, és

e) az olajos szénrészecskéket a zagy felszínére úsztatják a zagytól és a meddőtől való elválasztáshoz, és felületaktív anyagként olyan vegyületet használnak, amely szelektíven tapad a szénhez, de nem tapad a meddőhöz, és amely a szenet képessé teszi az olajbevonat felvételére.

A találmány tárgya javított eljárás szén szemcsék flotálással való szelektív elválasztására szenet és meddőt tartalmazó zagyból a szén szemcséinek a meddőtől és a zagytól való elkülönítése végett.

A szén finom szemcséinek szenet tartalmazó zagyból való elválasztására széles körben ismeretes a habflotálási eljárások alkalmazása. A habflotálási eljárás során levegőt vezetnek a szenet tartalmazó zagyba. A szén hidrofób szemcséi érintkeznek a finom eloszlású levegőbuborékokkal, és így a finom levegőbuborékok a hidrofób szén szemcsékhez tapadnak. A levegőbuborék olyan felületi feszültséggel rendelkezik, hogy a kis szemcsék, különösen a 0,6 milliméternél kisebb szemcsék könnyen tapadnak hozzá. A szemcséket hordozó buborékokat azután hagyják felemelkedni, mire azok habot képeznek a zagy felszínén. A hidrofób szén szemcséket tartalmazó habot lefölköz a zagy felszínéről és összegyűjtik, részecskéit, amely nem tapad a levegőbuborékokhoz, és amely így szuszpendálva marad a zagyban. Ezeknek az eljárásoknak az általános ismertetése megtalálható az alábbi szakirodalmi forrásokban: An Introduction to the Theory of Flotation, V. I. Klassen and V. A. Mokrousov, Butterworths, 1963 és Froth Flotation, 50th Anniversary Volume, D. Furstenau, AIME, 1962.

A finom szemcsés szén flotálása egyre jelentősebb az elválasztás és a tisztítás szempontjából, ahogy a bányászati műveletek során kitermelt szén szemcsemérete csökken és minősége gyengül. A finom szemcsés szénnek a szénmosó vízből és a dúsítási maradékokból való kitermelése előnyös már azért is, hogy ki lehessen nyerni a finom szemcsés szenet azokban az esetekben is, amikor az más szénkinyerési technológiával nem lehetséges.

A flotálási eljárás szelektivitásának és hozamának növelésére és a finom szemcsés szén flotálásának megkönnyítésére különféle reagenseket fejlesztettek ki, melyeket a zagyhoz adnak. A szén flotálásában általánosan használt reagensek két típusát alkotják a habképzők és kollektorok.

A habképzők célja az, hogy elősegítsék nagyobb stabilitású habok képződését, melyek jobban alkalmasak a szén szemcsék hordozására a felszínen, míg a habot eltávolítják. A stabilitás annak következtében nő meg, hogy a habképző fokozza a levegőbuborék tapadását a szén szemcséhez. A legtöbb jó minőségű szén önmagában is jól flotálható, minthogy felülete hidrofób, aminek következtében vonzódik a levegőbuborékokhoz. Ezért a jó minőségű szenek flotálása általában megoldható valamely szokásos habképző önmagában való használatával. Az oxidált bitumenes szenek és a gyenge minőségű szenek azonban természetüknél fogva egyre inkább hidrofílek és így flotálásuk nehéz vagy lehetetlen, mert a szén szemcsék kevésbé vonzódnak a levegőbuborékokhoz. Megkíséreltek kifejleszteni olyan habképzőket, amelyek jobban megfelelnek az ilyen típusú szenek flotálásához. Így például a 4,504,385 lajstromszámú amerikai szabadalmi leírás szerint egy tökéletesített alkoholos habképzőt használnak, a 4,308,133 lajstromszámú amerikai szabadalmi leírás szerint a habképzővel együtt egy hab-

képzési promotort adnak a zagyhoz, hogy fokozzák a hab képződését a zagy felszínén.

A kollektorokat a habképzőkkel együtt használják azal a céllal, hogy elősegítsék az olyan szenek flotálását, amelyek kevésbé hidrofób természetűek, és így kevésbé flotálhatók. A kollektor alapvető célja az, hogy a szén szemcsék felületének hidrofobitását növelje, hogy a szén szemcsék és a habképzővel bevont felszálló levegőbuborékok jobban érintkezzenek és jobban tapadjanak egymáshoz. A kollektor általában szelektív, minthogy szelektíven tapad a szén szemcsék felületére és preferenciálisan nedvesíti azokat, ugyanakkor nem nedvesíti a zagyban lévő szennyezések és más anyagok szemcséit. A kollektorok általában szénhidrogén olajok. Legelterjedtebben a dieselolajat, a fűtőolajat és a kerozint használják erre a célra. A kollektorok hatékonyságának növelésével is foglalkoztak. Tökéletesített kollektorokra vonatkozik például a 4,416,769, a 4,526,680 és a 4,532,032 lajstromszámú amerikai szabadalmi leírás.

A habképzők és a kollektorok használata sem vezet célra akkor, amikor a szén egyre inkább oxidálttá válik vagy minősége gyengül. Ekkor ugyanis a szén egyre inkább hidrofíll lesz, és egyre kevésbé flotálható. Ha tehát egy kollektort vagy egy habképzőt oxidált vagy gyenge minőségű szénhez használunk, akkor viszonylag nagy mennyiségre van szükség belőle a szén szemcsék flotálásához, és a flotálás nem a legelőnyösebb.

Az erősebben hidrofíll természetű szén szemcsék flotálásának javítására másfajta reagenseket fejlesztettek ki, amelyeket általában a kollektorokkal és a habképzőkkel együtt használnak. A 4,589,980, a 4,678,561 és a 4,678,562 lajstromszámú amerikai szabadalmi leírásokban olyan, promotoroknak nevezett reagensekről van szó, amelyeket a kollektorokkal vagy habképzőkkel együtt adnak a zagyhoz. A promotorok legalább 10 szénatomos alifás karbonsavak nemionos, hidrofób, nem emulgeált alifás észterei, amelyek nem tartalmaznak nitrogén- és kénatomokat, vagy maguk a karbonsavak. Amikor már beadagolták az összes reagenst, a zagyot erőteljes keveréssel vagy mozgatással kondicionálják a flotálás előtt.

Más eljárásokban az előbbiekhöz hasonlóan a kollektort és a habképzőt más reagensekkel kombinálják és az így képződő terméket adják azután a zagyhoz és dispergálják a zagyban egyetlen mozgatással járó vagy keverési műveletben. Ilyen eljárásokról olvashatunk például a 4,632,750, a 4,857,221, a 4,305,815, a 4,308,132, a 4,372,864, a 4,452,714 és a 4,474,619 lajstromszámú amerikai szabadalmi leírásokban.

A kifejlesztett eljárások azonban nem bizonyultak túlságosan szelektíveknek, amellet nem is gazdaságosak, ezért nem terjedtek el széles körben. Az iparban továbbá is szükség van olyan eljárásra, amely lehetővé teszi szénzagyokban levő oxidált bitumenes szenek és gyenge minőségű szenek szemcséinek gazdaságos flotálását a szokásos szénflotálási technikával.

A találmány eljárás szenet és meddőt tartalmazó zagyban levő, olyan szén szemcséinek szelektív flotálására, amely minőségét tekintve gyenge lignites vagy szubbitumenes vagy oxidált bitumenes szén, és így nehezen vagy egyáltalán nem flotálható az eddig haszná-

latos eljárásokkal. Az eljárás során a szénszemcsék felületét szelektíven bevonjuk egy felületaktív anyaggal, amely azt oleofilá teszi, és egy külön műveletben olajjal vonjuk be az aktivált szenet, hogy könnyebben flotálhatóvá tegyük.

A találmány különösen olyan – szenet és meddőt tartalmazó zagyban levő lignites szén, szubbitumenes szén vagy oxidált bitumenes szén szemcséinek szelektív flotálására használható – eljárásra vonatkozik, amelynek során a zagyban egy adott mennyiségű felületaktív anyagot diszpergálunk, a zagyot egy első kondicionálásnak vetjük alá, mialatt a felületaktív anyag szelektíven bevonja a szénszemcséket, és aktivált szénszemcsék képződnek, a zagyban egy adott mennyiségű olajat diszpergálunk, a zagyot egy második kondicionálásnak vetjük alá, mialatt az olaj szelektíven bevonja az aktivált szénszemcséket és olajos szénszemcsék képződnek, és az olajos szénszemcséket a zagy felületére úsztatjuk, hogy elválasszuk a zagytól és a meddőtől, és felületaktív anyagként olyan anyagot használunk, amely szelektíven tapad a szénhez, de nem tapad a meddőhöz, és amely képessé teszi a szenet az olajbevonat felvételére.

Adott esetben a zagy pH-ját mintegy 6 és 9 közötti értéken tartjuk az egész eljárás során. A felúsztatáshoz adott esetben egy habképzőt használhatunk, amelyet elosztatunk a zagyban, hogy fokozzuk az olajos szénszemcsék felúszását a zagy felszínére.

Felületaktív anyagként használhatunk poli-(dimetil-sziloxán)-okat, olajsavat, lignin-szulfonátokat, eukaliptuszolajat vagy 15-nél kevesebb szénatomot tartalmazó zsírsavakat, Shurcoal 168 márkanéven forgalmazott felületaktív anyagot (a Shurcoal 168 az O'Brien Industries terméke, amely propoxilezett C18 telítetlen zsírsavak és trimetil-pentándiol monoizobutirát, trimetil-pentándiol diizobutirát és trimetil-pentándiol keveréke), növényi olajokat, vagy pedig zsírsav-észtereket, zsírsav-észterek kondenzációs termékeit, zsírsavak kondenzációs termékeit, hidroxilezett éter-aminokat, egy szulfoborostyánkősavas só bisz(alkil)-észterét, zsírsavas szulfoszukcinátokat, kapronsavas metil-észter vagy etil-észter hidroxil-, klór- vagy szulfidiszarmazékait, nafténsavas sókat, krezilsavas sókat, gyantasavak sóit, legalább 10 szénatomos alifás karbonsavak alifás észtereit, zsírsavak oxidált származékait, valamint több, mint 14 szénatomot tartalmazó zsírsavakat. 1 tonna száraz szénre számítva mintegy 0,25 kilogrammig terjedő mennyiségű felületaktív anyagot használhatunk, kivéve azt az esetet, ha a felületaktív anyag olajsav; ekkor mintegy 3,0 kg-ig terjedő mennyiségű felületaktív anyagot használhatunk 1 tonna száraz szénre számítva. Olajként használhatunk nehézőlajat vagy könnyűolajat, különösen fáradt motorolajat, dieselolajat, kerozint vagy bunker-C fűtőolajat. Olajként használhatunk valamilyen keveréket is, amelyben van nehézőlaj. A zagyban a szén száraz tömegére számítva célszerűen mintegy 2%-nál kisebb mennyiségű olajat oszlatunk el. A felületaktív anyag diszpergálhatóságát megnövelhetjük, mielőtt azt elosztatjuk a zagyban. A felületaktív anyag diszpergálhatóságát annak felhígításával, melegítésével vagy mozgatásával fokozhatjuk. Hígítószerként könnyűolajat használhatunk. Az olaj diszpergálhatóságát

is növelhetjük, mielőtt azt a zagyban diszpergáljuk. Az olaj diszpergálhatóságát annak melegítésével, mozgatásával vagy emulgeálásával növelhetjük meg. A szén szemcséi célszerűen mintegy 0,6 milliméter határértéknél kisebb méretűek.

A találmányt részletesebben az alábbiakban ismertetjük.

A találmány szenet és meddőt tartalmazó zagyban levő olyan szén szemcséinek szelektív flotálására használható eljárásra vonatkozik, amelynek flotálására az eddig használatos eljárásokat csak nehezen vagy egyáltalán nem lehet alkalmazni. Noha a szén mint természetben előforduló anyag a legkülönbözőbb jellemzőkkel rendelkezhet, még azonos nagyobb osztályon belül is, azt találtuk, hogy minél gyengébb minőségű vagy minél nagyobb mértékben oxidált szenünk van, annál nehezebb azt flotálni a szokásos eljárásokkal. A találmány szerinti eljárás tehát legelőnyösebben gyenge minőségű lignites szénre, szubbitumenes szénre vagy oxidált bitumenes szénre alkalmazható, melyek flotálási sajátosságai kedvezőtlenek. Az ilyen szeneknek általában kicsi az úgynevezett szabad duzzadási indexük (Free Swelling Index, FSI). Az FSI a szén kokszosodási sajátosságainak mérőszáma, vagyis arra jellemző, hogy mennyire képes összetapadni hevítés közben. A körülbelül 3-nál nagyobb FSI értékkel rendelkező szenek, jellemzően a bitumenes szenek, általában könnyen flotálhatók, míg az olyan szenek, amelyek FSI-értéke mintegy 3-nál kisebb, csak több-kevesebb nehézséggel flotálhatók. Az előbbiekből következik, hogy a találmány szerinti eljárás előnyösen használható olyan szenek esetében is, amelyek FSI-értéke körülbelül 3-nál kisebb.

Mint fent említettük, a találmány szerinti eljárás célja a szénszemcsék szelektív flotálása, vagyis az, hogy a szénszemcséket elkülönítsük mind a zagytól, mind pedig a zagyban levő meddőtől. A találmány szempontjából meddőnek tekintünk a zagyban levő minden nemkívánatos, nem kinyerendő vagy a kinyerés gazdaságosságát rontó alkotórészt, amely lehet rossz minőségű (nagy hamutartalmú) szénjellegű anyag, valamint lehet agyagpala, agyag vagy más, szenet nem tartalmazó szennyezés. Azt, hogy mely alkotórész minősül szénnek és melyik meddőnek, végül is az eljárás kívánt szelektivitása dönti el, amelyet viszont a felületaktív anyag megválasztásával befolyásolhatunk.

A találmány szerinti eljárásban flotálással feldolgozandó szén szemcséinek mérete előnyösen nem haladja meg a mintegy 0,6 mm értéket. A nagyobb szemcséket ugyanis már nehezebben emelik fel a levegőbuborékok a felúsztatás során, és azok túl nagyok a más módon, így a hagyományosan szokásos elválasztási műveletekkel való elkülönítéshez is.

A szén és a meddő szemcséit elegendő mennyiségű folyadékkal kell kombinálni, hogy zagyot képezzünk belőlük. Folyadékként előnyösen vizet használunk, ilyen módon szénszemcséket és meddőt tartalmazó vizet zagyot képezzünk. E célra használhatunk tiszta vizet, hulladékvizet vagy előző eljárásokból visszavezetett vizet. A zagy 35 tömeg%-ig terjedő mennyiségű szilárd anyagot tartalmazhat, jellemzően azonban a zagy szilárdanyag-tartalma 2,5 tömeg% és 110 tömeg% között változik.

Az eljárás a következő lépésekből áll: a felületaktív anyagot diszpergáljuk a zagyban, a zagyot egy első kondicionálásnak vetjük alá aktivált szén szemcsék képzésére, a zagyban olajat diszpergálunk, a zagyot egy második kondicionálásnak vetjük alá olajos szén szemcsék képzésére, és az olajos szén szemcséket flotáljuk.

Az első lépésben adott mennyiségű felületaktív anyagot oszlatunk el a zagyban, hogy az szelektíven rátapadjon a szén szemcsékre. Az eljárás második lépése a zagy első kondicionálása, amelynek során a felületaktív anyag lényegében bevonja a szén szemcsék felületét, és így aktivált szén szemcsék jönnek létre.

Az eljárásnak alávetett szenek általában hidrofíli termésetűek. Ezeket éppen ezért nem lehet könnyen flotálni a szokásos technikai műveletekkel. Minthogy azonban az ilyen szenek egyúttal rendszerint oleofóbok is, nem lehet az olajat egyszerűen hozzáadni az ilyen anyagokhoz a szén hidrofóbabb tétele végett, mert az olajat eltaszítják a szén szemcsék. Ezért szükség van arra, hogy a felületaktív anyag aktivátorként működjen a szén felületén, amelyre az olaj könnyebben rátapad. A kívánt hatás leggazdaságosabb elérése érdekében a felületaktív anyagot és az olajat külön-külön kell a zagyban diszpergálni, illetve a zagyot azzal kondicionálni, mert különben az olaj abszorbeálja vagy adszorbeálja a felületaktív anyagot.

A felületaktív anyagot úgy választjuk meg, hogy szelektíven tapadjon a zagyban lévő szénhez, ne tapadjon a zagyban levő meddőhöz, és vonzza az eljárás során később hozzáadandó olajat. Következésképp a tárlalmány szempontjából a leírásban és az igénypontokban meghatározott értelemben minden olyan anyagot felületaktív anyagnak tekintünk, amely szelektíven kötődik a zagyban levő szénhez anélkül, hogy közben hozzátapadna a zagyban lévő meddőhöz, és amely alkalmassá teszi a szén szemcséket a később hozzáadandó olajbevonat felvételére. Minthogy a szén minden fajtája másképp viselkedik és más felületi kémiai sajátosságokkal rendelkezik, nincs olyan egyedileg meghatározható felületaktív anyag, amely kielégítően működne minden fajta szén esetében. Ezért minden egyes szénfajtahoz kísérletileg kell meghatározni a legalkalmasabb felületaktív anyagot. Azt találtuk, hogy a legelőnyösebb felületaktív anyagok a poli(dimetil-sziloxán)-ok, az olajsav, a lignin-szulfonátok, az eukaliptuszolaj, a 15-nél kevesebb szénatomot tartalmazó zsírsavak, a Shurcoal 168 márkanéven forgalmazott felületaktív készítmény és a növényi olajok. Választhatunk azonban felületaktív anyagot a zsírsavak észterei, a zsírsavészterek kondenzációs termékei, a zsírsavak kondenzációs termékei, a hidroxilezett éter-aminok, a szulfoborostyánkősavas sók bisz(alkil)-észterei, a zsírsavas szulfoszukcinátok, a kapronsav metil- vagy etil-észterének hidroxil-, klór- vagy szulfid származékai, a nafténsavak sói, a krezilsavak sói, a gyantasavak sói, a legalább 10 szénatomot tartalmazó alifás karbonsavak alifás észterei, a zsírsavak oxidált származékai és a 14-nél több láncszénatomot tartalmazó zsírsavak közül is.

Feltételezzük, hogy a felületaktív anyag úgy változtatja meg a szén szemcsék felületének kémiai sajátosságait,

hogy a szén szemcsék jobban oleofíliá válnak. A tárlalmány szerinti eljárásban a felületaktív anyagot legcélszerűbben olyan mennyiségben alkalmazzuk, hogy csupán vékony bevonat képződjen belőle a szén szemcséknek gyakorlatilag teljes felületén. Felvihetünk a felületaktív anyagból vastagabb réteget is, de ehhez több felületaktív anyagot kell az eljárásban felhasználni, ami rontja az eljárás gazdaságosságát. Azt találtuk, hogy ha olajsavtól eltérő felületaktív anyagot használunk, akkor 1 tonna száraz szénre számítva mindössze 0,075–0,125 kg felületaktív anyag elegendő mint minimálisan szükséges mennyiség, és a felületaktív anyag előnyös mennyisége is kevesebb, mint 0,25 kg 1 tonna száraz szénre számítva. Ha olajsavat használunk felületaktív anyagként, akkor annak minimálisan szükséges mennyisége 3 kg is lehet 1 tonna száraz szénre számítva. A zagyhoz a szén szemcsék gyakorlatilag teljes bevonásához szükséges mennyiségben hozzáadandó felületaktív anyag mindenképpen kevesebb, mint amennyi az ismert eljárásokban szükséges, ahol az összes reagens egyetlen lépésben adják a zagyhoz. Ezt megtehetjük valamely ismert diszperziós művelet alkalmazásával, például mechanikai keverők, agitátorok, keverősorok, folyadék–folyadék extraktorok használatával, gőz átfűtésével folyadék–gőz extraktoron vagy más szokásos módszerrel.

Amikor a felületaktív anyagot eloszlatuk a zagyban, a második lépésben a zagyot első kondicionálásnak vetjük alá. Az első kondicionálás során a zagyot keverjük vagy más módon mozgatjuk. A zagyot mechanikus keverőkkel vagy agitátorokkal, keverősorokkal vagy folyadék–folyadék extraktorokkal kondicionáljuk, vagy oly módon, hogy gőzt fűvünk át egy folyadék–gőz extraktoron, vagy valamely más szokásos keverési művelet alkalmazásával.

A zagy kondicionálását úgy végezzük, hogy a felületaktív anyag szelektíven és lényegében teljesen bevonja a szén szemcsék felületét. Fontos, hogy a felületaktív anyag jól el legyen oszlatva a zagyban, hogy a lehető legnagyobb hatása legyen a szénen, és hogy a lehető legkevesebb felületaktív anyag elegendő legyen. Mint említettük, a felületaktív anyagból csupán vékony réteget vagy bevonatot kell képezni a szén szemcsék aktiválásához, hogy aktivált szén szemcséket kapjunk. Az aktivált szén szemcsék a szén olyan szemcséi, amelyek felületaktív anyaggal vannak bevonva. A felületaktív anyagok, ha csak önmagukban használjuk őket, nem javítják feltétlenül a szén szemcsék felúszását, mert előfordulhat, hogy nem vonzódnak könnyen a habképzőkhöz, ha habképzőt használunk. Az aktivált szén szemcsék azonban rendszerint oleofíliék, és így vonzódnak az olajhoz, amelyet a következő lépésben adagolunk.

Minthogy az olaj általában vonzódik a levegőbuborékokhoz és a habképzőkhöz, és hozzátapad az aktivált szén szemcsékhez is, az eljárás harmadik lépésében egy adott mennyiségű olajat diszpergálunk a zagyban, hogy az szelektíven hozzátapadjon az aktivált szén szemcsékhez. Amikor az olajat eloszlatjuk a zagyban, az eljárás negyedik lépéseként végrehajtjuk a zagy második kondicionálását. Ennek során az aktivált szén szemcséket az olaj

lényegében bevonja, és így olajos szénszemcséket kapunk.

Az eljárás harmadik lépésében használt olaj lehet valamilyen nehézelaj vagy egy könnyűolaj, mint fáradt motorolaj, dieselolaj, kerozin vagy bunker-C fűtőolaj. Nehézelajnak a találmány szempontjából azt az olajat tekintjük, aminek API sűrűsége (az ASTM D 1298–67 számú szabvány szerint meghatározva) kisebb, mint 15. Könnyűolajnak a találmány szempontjából azt az olajat tekintjük, amelynek viszonylag nagy API sűrűsége és viszonylag kicsiny viszkozitása van. Számokban kifejezve a könnyűolaj API sűrűsége 21-nél nagyobb, előnyösen 35-nél nagyobb. Előnyösen úgy választjuk meg az eljáráshoz használt olajat, hogy az vagy teljes egészében nehézelajból áll, vagy pedig nehézelaj és könnyűolaj keveréke, így például nehézelaj és fáradt motorolaj 50/50 tömegarányú elegye. Célszerű egy adott mennyiségű nehézelajat használni, mert a nehézelaj nagy mennyiségben tartalmaz aszfalténeket és más aromás vegyületeket, amelyek feltehetően elősegítik az olajnak a szénszemcsékhez való szelektív vonzódását.

Előnyösen úgy választjuk meg a zagyban diszpergálható olaj mennyiségét, hogy az csupán egy vékony bevonatot képezzen az aktivált szénszemcsék lényegében teljes felületén. Vastagabb olajréteget is kialakíthatunk, ehhez azonban nagyobb mennyiségű olajat kell felhasználni az eljárásban, ami rontja az eljárás gazdaságosságát. A zagyhoz adott olaj mennyisége az aktivált szénszemcsék tömegére számítva mintegy 6% vagy annál több lehet, célszerűen azonban kevesebb, mint 2 tömeg% olajat használunk a szén száraz tömegére számítva. Az aktivált szénrészecskék lényegében teljes bevonásához szükséges olajmennyiség általában kisebb, mint az ismert eljárásokban szükséges mennyiség, ahol az összes reagenst egyetlen lépésben adagolják. Fontos, hogy az olaj alaposan el legyen oszlatva a zagyban. Ezt elérhetjük a technika állásából ismert bármely diszpergálási technikával, így például mechanikus keverők vagy agitátorok alkalmazásával, keverősorokkal, folyadék–folyadék extraktorokkal, gőz befúvásával folyadék–gőz extraktorba vagy valamilyen más szokásos eljárással.

Amikor az olajat eloszlattuk a zagyban, következik az eljárás negyedik lépése, a zagy második kondicionálása. A zagy második kondicionálását hasonló módon és hasonló berendezések alkalmazásával hajtjuk végre, mint a zagy első kondicionálását. A második kondicionálás során a zagyot olyan mértékig kell kondicionálni, hogy az olaj az aktivált szénszemcséknek lényegében a teljes felületét bevonja, hogy ekkor olajos szénszemcsék képződjenek. Mint említettük, az olajból csupán vékony rétegre vagy bevonatra van szükség. Lényeges, hogy az olaj jól el legyen oszlatva a zagyban, hogy a lehető legnagyobb hatást fejtsse ki az aktivált szénszemcséken, és hogy a lehető legkevesebb olaj elegendő legyen. Az olajos szénszemcsék könnyebben flotálhatóak, és általában jobban vonzódnak a habképzőkhöz, amikor habképzőt használunk.

Több okból is fontos a találmány szerinti eljárás szempontjából, hogy az eljárás első négy lépését külön-külön, egymást követő önálló lépésként hajtjuk végre. Ha

a felületaktív anyagot és az olajat egyidejűleg adnánk a zagyhoz, akkor mindegyikből rendszerint nagyobb mennyiségre lenne szükség. A különféle reagensek reagálhatnak egymással, rontva ezáltal mindegyik reagens hatékonyságát. A legnagyobb hatás elérése érdekében a reagensekből egyedi rétegeket vagy bevonatokat kell elhelyeznünk a szénszemcséken a megfelelő sorrendben, hogy ezzel biztosítsuk a felület kívánt kémiai sajátosságait. Ha ezeket a rétegeket nem elkülönítve visszük fel a szénszemcsékre, akkor egyik reagens sem képes a hatását teljesen kifejteni. Így például, ha a szénszemcséket nem vonjuk be megfelelően felületaktív anyaggal, mielőtt hozzáadnánk az olajat vagy habképzőt, akkor a felületaktív anyag adszorbeálódna vagy abszorbeálódna az olajban az olaj iránti nagy affinitása következtében. Emellett, ha a szénszemcséket először nem vonnánk be lényegében teljesen a felületaktív anyaggal, akkor a szén nem lenne aktiválva. Ha pedig a szén nem lenne aktiválva, akkor nem vonzódná az olajhoz, és fölösleges, fel nem tapadt olaj úszna a zagy felszínén. Végül, ha az összes reagenst egyszerre adagolnánk, akkor megnövekedne a zagy megfelelő kondicionálásához szükséges idő, míg kialakulnának a szénszemcséken a kívánt bevonatok.

A felületaktív anyagot és az olajat fontos diszpergálni a zagyban, hogy a zagyot megfelelően kondicionáljuk az első, illetve a második kondicionálás során. Ha nagy viszkozitású felületaktív anyagot vagy nagy viszkozitású olajat használunk, szükséges lehet azok diszpergálhatóságát megnövelni, mielőtt hozzáadjuk a zagyhoz. A felületaktív anyagot felhígíthatjuk könnyűolajjal, felmelegíthetjük vagy mozgásba hozhatjuk valamilyen, a technika állásából ismert eszközzel, hogy növeljük a diszpergálhatóságát. Az olajat – diszpergálhatóságának növelése végett – felhígítjuk, módosítva a nehézelaj és a könnyebb olajok keverékét, vagy felmelegíthetjük vagy mozgásba hozhatjuk valamilyen, a technika állásából ismert eszközzel. Az olajat emulgeálhatjuk is e célból valamilyen diszpergálószerrel, így oxigénmentesített nátrium-hidroxid 0,1 tömeg%-os oldatával, etoxilezett nonilfenollokkal vagy azok szulfátjaival vagy aminjaival, nátrium-lauril-szulfáttal, nátrium-dodecil-szulfáttal vagy huminsavakkal. Diszpergálószerként használható vegyületek ismeretese a technika állásából; részletesebb leírásuk megtalálható az 1,132,474, az 1,143,313, az 1,124,611, az 1,157,411 és az 1,156,902 lajstromszámú kanadai szabadalmi leírásban, valamint a 4,355,651 lajstromszámú amerikai szabadalmi leírásban.

A zagy második kondicionálása után az eljárás ötödik lépése az olajos szénszemcsék felúsztatása a zagy felszínére a meddőtől és a zagytól való elválasztás végett. Az olajos szénszemcsék felúsztatását a szokásos flotálási műveletekkel, berendezésekkel és flotálási körfolyamatokban végezzük. Az olajos szénszemcsék könnyebben vonzódnak a levegőbuborékokhoz, és hab alakjában a felszínre úsznak. A habot azután lefölozzük a zagyról, és megtisztítjuk.

Az olajos szénszemcséknek a zagy felszínére való felúsztatását elősegíthetjük azzal, hogy előnyösen egy habképzőt diszpergálunk a zagyban a flotálási lépés előtt. A habképző megkönnyíti a levegőbuborékoknak a szén-

szemcsékhez való tapadását. E célra használhatunk bármilyen, a technika állásából ismert habképzőt, amelyek leírása például a Froth Flotation, 50th Anniversary Volume, D. Furstenau, AIME, 1962 és az An Introduction to the Theory of Flotation, V. I. Klassen and V. A. Makrousov, Butterworths, 1963 irodalmi forrásokban olvasható. Előnyösen azonban metil-izobutil-karbanolt, fenyőolajat, 5–8 szénatomos alifás alkoholokat, heptanolokat, oktanolokat, kapril-alkohol-oktanol-2-t, kreozotot, krezi savakat, eukaliptuszolajat vagy Dowfroth 1012 márkanéven forgalmazott készítményt (amely a Dow Chemical Company terméke) használunk habképzőként.

A habképző mennyiségét a szokásos flotálási alapelvek határozzák meg. Általában 1 tonna olajos szén szemcsére számítva mintegy 0,15 kg-nál kevesebb habképzőre van szükség, de ez a mennyiség 1 tonna szénre számítva mintegy 0,25 kg-ig vagy annál nagyobbra is terjedhet. Ha a habképző diszpergálása nehézségekbe ütközik, akkor 8:1 tömegarányig felhígíthatjuk a habképzőt kerozinnal vagy diesel fűtőolajjal.

Végül előnyös, ha a zagy pH-ját mintegy 6 és 9 közötti értéken tartjuk az eljárás folyamán. A szén szemcsék felületének kémiai sajátságai a zagy pH-jától függően változnak, ami befolyásolja a reagensek, különösen a felületaktív anyag hatékonyságát. Úgy találtuk, hogy a felületaktív anyagot és a többi reagenst akkor használhatjuk a legeredményesebben, ha a pH-t mintegy 6 és 9 között tartjuk, biztosítva ezzel, hogy a zagy ne legyen se túlságosan savas, se túlságosan bázikus. Minél alacsonyabb a pH, annál pozitívabb a szénrészecskék töltése, és annál savasabb a zagy. Minél nagyobb a pH, annál negatívabb a szén szemcsék töltése, és annál bázikusabb a zagy. A pH-t beállíthatjuk, hogy értékét a kívánt tartományban tartsuk. A pH beállítására

használhatunk pH-beállító kompozíciót, mely lehet bázikus anyag, mint nátrium-hidroxid, vagy pedig savas kémhatású anyag, mint kénsav, egy karbonsav vagy egy ásványi sav.

5 Megjegyezzük, hogy a találmány szerinti eljárással kapcsolatos felületi kémiai sajátságok pontos természetét nem ismeretes teljes egészében. Ezért a találmány gyakorlati megvalósítását nem korlátozzák az itt kifejtett elméleti megállapítások.

10 A találmányt az alábbi példákkal szemléltetjük. Kísérleteink során a következő paramétereket tartottuk konstans értéken:

a zagy szilárdanyag-tartalma:	10 tömeg%
a felületaktív anyag bekeverési ideje:	1 perc
15 a kondicionálás ideje:	2 perc
a habképző (MIBC) adagolási aránya:	0,2 kg/tonna
a flotálási idő:	3 perc

20 Megjegyezzük, hogy a kísérleteket összefoglaló táblázatban feltüntetett "50/50" jel 50% Elk Point típusú nehézőlaj (Elk Point Heavy Oil, EPHO) és 50% fáradt motorolaj emulgeált elegyét jelenti, az arányokat tömegarányban értve.

25 Az adalékanyagok, nevezetesen a felületaktív anyagok, hígítószerrel relatív mennyiségét kg-ban adjuk meg 1 tonna száraz szénre számítva.

A beadagolt olaj viszonylagos mennyiségét százalékban adjuk meg a szén száraz tömegére vonatkoztatva.

A kísérletsorozat eredményeit az 1–7. példákkal kapcsolatban a következő táblázatokban foglaljuk össze:

30

1. példa

Genesee, Ardley formációjú szubbitumenes szenet flotálunk, amelynek hamutartalma 17,2 %, nedvességtartalma 20 t%, FSI értéke 0.

A kísérlet száma	Felületaktív anyag fajlagos mennyisége, kg/tonna	Olaj, tömeg%	A termék hamutartalma, tömeg%	Hozam, tömeg%
1	0,25 poli(dimetil-sziloxán) (PDS) + 3,75 kerozin	4 EPHO	10,1	91,7
2	0,25 PDS + 3,75 kerozin	4 EPHO 30 °C-on	9,6	81,5
3	0,25 PDS + 3,75 kerozin	2 EPHO 30 °C-on	10,4	83,0
5	0,25 PDS + 3,75 kerozin	–	10,7	14,6
4	semmit nem alkalmazunk	semmit nem alkalmazunk	–	0
7	0,6 eukaliptuszolaj	2 EPHO	11,1	83,1
10	0,25 eukaliptuszolaj	2 EPHO	9,8	72,2

2. példa

Fording River eredetű, oxidált közepes illótartalmú bitumenes szenet flotálunk, amelynek hamutartalma

18,0 tömeg%, nedvességtartalma 5 tömeg%, FSI értéke 3.

A kísérlet száma	Felületaktív anyag fajlagos mennyisége, kg/tonna	Olaj, tömeg%	A termék hamutartalma, tömeg%	Hozam, tömeg%
16	0,25 PDS + 3,75 kerozin	2 EPHO	8,0	65,0
17	0,25 PDS + 3,75 kerozin	2 EPHO	8,6	66,6

Táblázat (folytatás)

A kísérlet száma	Felületaktív anyag fajlagos mennyisége, kg/tonna	Olaj, tömeg%	A termék hamutartalma, tömeg%	Hozam, tömeg%
48	0,45 C14 zsírsav	2 50/50	11,9	77,0
49	0,18 C14 zsírsav	2 EPHO	10,7	75,0
50	0,18 C14 zsírsav	2 50/50	10,5	73,3
69	0,25 eukaliptuszolaj	2 50/50	9,6	61,0
19	semmit sem használunk	semmit sem használunk	–	0
45	0,25 PDS + 3,75 kerozin	2 diesel	7,2	38,0

3. példa

15

LP dúsítási maradéktárolóból származó nedves Fording River szenet flotálunk, amelynek hamutartalma 23,3 tömeg%, FSI értéke 3.

A kísérlet száma	Felületaktív anyag fajlagos mennyisége, kg/tonna	Olaj, tömeg%	A termék hamutartalma, tömeg%	Hozam, tömeg%
15	0,25 PDS + 3,75 kerozin	2 EPHO	9,7	55,5
25	0,25 PDS + 3,75 kerozin	2 EPHO	10,7	59,6
20	semmit sem használunk	semmit sem használunk	–	0
27	0,25 PDS + 3,75 kerozin	2 EPHO	13,6	93,8
43	0,25 PDS + 3,75 kerozin	2 50/50	15,2	95
52	0,25 C14 zsírsav	2 50/50	15,5	95
53	0,25 C14 zsírsav	1 50/50	14,9	94
63	0,1 C14 zsírsav	1 50/50	15,8	87,2
73	0,18 C14 zsírsav	1 50/50	12,5	80,4
93	0,25 eukaliptuszolaj	1 50/50	12,6	73,9

4. példa

NP dúsítási maradéktárolóból származó nedves, közepes illótartalmú bitumenes Fording River szenet

40 flotálunk, amelynek hamutartalma 41,5 tömeg%, FSI értéke 3.

A kísérlet száma	Felületaktív anyag fajlagos mennyisége, kg/tonna	Olaj, tömeg%	A termék hamutartalma, tömeg%	Hozam, tömeg%
14	0,25 PDS + 3,75 kerozin	2 EPHO	17,2	55,8
39	0,25 PDS + 3,75 kerozin (frissen őrölt szénnel)	2 EPHO	17,8	65,2
24	0,25 eukaliptuszolaj	2 EPHO	16,3	48,9
92	0,25 eukaliptuszolaj + 2,8 kerozin	2 50/50	20,8	66,9
119	0,1 eukaliptuszolaj	0,4 50/50	19,4	56,8
104	0,25 Na-ligninszulfonát	2 50/50	21,0	63,8
136	0,1 Shurcoal 136	0,4 50/50	19,1	56,3
20	semmit sem használunk	semmit sem használunk	–	0

5. példa

Közepes illótartalmú bitumenes Fording River szenet flotálunk, amelynek hamutartalma 17,7 tömeg%, nedvességtartalma 5 t%, FSI értéke 3.

A kísérlet száma	Felületaktív anyag fajlagos mennyisége, kg/tonna	Olaj, tömeg%	A termék hamutartalma, tömeg%	Hozam, tömeg%
16	0,25 PDS + 3,75 kerozin	2 EPHO	8,0	65,0
17	0,25 PDS + 3,75 kerozin	2 EPHO	8,6	66,6
69	0,25 eukaliptuszolaj	2 50/50	9,6	61,0
71	0,1 C14 zsírsav	2 50/50	11,3	72,6
18	0,25 PDS + 3,75 kerozin	4 motorolaj	7,4	51,2
23	0,25 PDS + 3,75 kerozin	2 motorolaj	11,2	28
108	0,25 C14 zsírsav (a felületaktív anyag és az olaj egyidejű adagolásával)	2 50/50	7,3	29
45	0,25 PDS (az olaj és a felületaktív anyag egyidejű adagolásával)	2 diesel	7,2	38

6. példa

Erősen oxidált bitumenes Fording szenet flotálunk, amelynek hamutartalma 18 tömeg%, FSI értéke 0. 25

A kísérlet száma	Felületaktív anyag fajlagos mennyisége, kg/tonna	Olaj, tömeg%	A termék hamutartalma, tömeg%	Hozam, tömeg%
111	0,25 Shurcoal 168	2 50/50	7,6	85
112	3,0 olajsav	2 50/50	6,5	64
125	0,25 Shurcoal 168 + 2,8 kerozin	2 50/50	7,3	79
142	0,25 Shurcoal 168 + 2,8 kerozin	2 50/50	7,1	69,7
143	0,25 Shurcoal 168 + 2,8 kerozin	2 50/50	7,7	75,5
144	0,56 Shurcoal 168 + 2,8 kerozin	2 50/50	10,9	65

7. példa

40

114. kísérlet	
Felületaktív anyag:	2,5 g napraforgóolaj
Első kondicionálás időtartama:	2 perc
Olaj:	5 g, EPHO és fáradt motorolaj 1 : 1 tömegarányú keveréke
Második kondicionálás időtartama:	2 perc
Flotálási időtartam:	1 perc
Eredmények:	fej hamutartalom, tömeg%: 23,4 hab hamutartalom, tömeg%: 15,1 meddő hamutartalom, tömeg%: 66,3 hozam, tömeg%: 83,9
120. kísérlet	
Felületaktív anyag:	2 g eukaliptuszolaj
Első kondicionálás időtartama:	1 perc
Olaj:	1 g, EPHO és fáradt motorolaj 1 : 1 tömegarányú keveréke

Táblázat (folytatás)

Második kondicionálás időtartama:	2 perc
Flotálási időtartam:	1 perc
Eredmények:	fej hamutartalom, tömeg%: 41,1 hab hamutartalom, tömeg%: 19,6 meddő hamutartalom, tömeg%: 68,7 hozam, tömeg%: 59,6

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás szenet és meddőt tartalmazó zagyban lévő lignites szén, szubbitumenes szén vagy oxidált bitumenes szén szemcséinek szelektív flotálására *azzal jellemezve*, hogy

(1) a zagyban felületaktív anyagot diszpergálunk;

(2) a zagyot egy első kondicionálásnak vetjük alá, miközben a szén szemcséinek felületét a felületaktív anyaggal szelektíven bevonjuk, és aktivált szénszemcséket képzünk;

(3) a zagyban olajat diszpergálunk, ahol az olaj nehézőlaj, bunker C fűtőolaj vagy ezek keveréke;

(4) a zagyot egy második kondicionálásnak vetjük alá, miközben a szén aktivált szemcséinek felületét az olajjal szelektíven bevonjuk, és olajos szénszemcséket képzünk; és

(5) az olajos szénszemcséket a zagy felszínére úsztatjuk és a zagytól és a meddőtől elválasztjuk.

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás *azzal jellemezve*, hogy az olajat összekeverjük valamely, a bunker C fűtőolajtól eltérő könnyűolajjal, kevert olajat képezve az első kondicionálás utáni zagy diszpergálása előtt a zagy diszpergálásának fokozása érdekében.

3. A 2. igénypont szerinti eljárás *azzal jellemezve*, hogy könnyűolajként fáradt motorolajat, dieselolajat, kerozint vagy ezeknek keverékeit keverjük össze az olajjal.

4. Az 1. igénypont szerinti eljárás *azzal jellemezve*, hogy a zagy pH-ját az egész eljárás alatt 6 és 9 közötti értéken tartjuk.

5. A 4. igénypont szerinti eljárás *azzal jellemezve*, hogy az olaj össze van keverve valamely bunker C fűtőolajtól eltérő könnyűolajjal kevert olajjal képezve az első kondicionálás utáni zagy diszpergálása előtt.

6. Az 5. igénypont szerinti eljárás *azzal jellemezve*, hogy a könnyűolaj, amely az olajjal össze van keverve, fáradt motorolaj, dieselolaj, kerozin, vagy ezek keveréke.

7. Az 1–6. igénypontok bármelyike szerinti eljárás *azzal jellemezve*, hogy a felúsztatási lépés során egy, a zagyban diszpergált habképzővel segítjük az olajos szénszemcséknek a zagy felszínére való felúszását.

8. Az 1–6. igénypontok bármelyike szerinti eljárás *azzal jellemezve*, hogy felületaktív anyagként poli(dimetil-sziloxán)-t, olajsavat, valamely lignin-szulfátot, eukaliptuszolajat, valamely 15-nél kevesebb szénatomot tartalmazó zsírsavat, Shurcoal 168 márkanevű készítményt, vagy valamely növényi olajat használunk, vagy ezek keverékeit használjuk.

9. Az 1–6. igénypontok bármelyike szerinti eljárás *azzal jellemezve*, hogy felületaktív anyagként valamely

10 zsírsavészter, zsírsavészter kondenzációs termékét, zsírsav kondenzációs termékét, hidroxilezett éter-amint, valamely szulfoborostyánkősavas só bisz(alkil)-észterét, valamely zsír szulfoszukcinátot, kapronsav metil- vagy etil-észternek valamely hidroxil-, klór- vagy szulfid származékát, nafténsav valamely sóját, krezol valamely sóját, gyantasav valamely sóját, legalább 10 szénatomos alifás karbonsavak valamely alifás észterét, zsírsavak valamely oxidált származékát vagy valamely 14-nél több szénatomot tartalmazó zsírsavat használunk, vagy ezek keverékeit használjuk.

10. A 8. igénypont szerinti eljárás *azzal jellemezve*, hogy 1 tonna száraz szénre számítva poli(dimetil-sziloxán)-ból, lignin-szulfátokból, eukaliptuszolajból, 15-nél kevesebb szénatomot tartalmazó zsírsavakból, Shurcoal 168 márkanevű készítményből vagy ezek keverékeiből 0,25 kg-nál kisebb mennyiséget használunk.

11. A 8. igénypont szerinti eljárás *azzal jellemezve*, hogy 1 tonna száraz szénre számítva kevesebb mint 3,0 kg olajsavat használunk.

12. A 9. igénypont szerinti eljárás *azzal jellemezve*, hogy 1 tonna száraz szénre számítva 0,25 kg-nál kisebb mennyiségű felületaktív anyagot használunk.

13. Az 1. vagy 4. igénypont szerinti eljárás *azzal jellemezve*, hogy a zagyban a száraz szénre számítva 2 tömeg%-nál kisebb mennyiségű olajat diszpergálunk a zagyban.

14. A 2., 3., 4. vagy 6. igénypontok bármelyike szerinti eljárás *azzal jellemezve*, hogy a száraz szénre számítva 2 tömeg%-nál kisebb mennyiségű kevert olajat diszpergálunk a zagyban.

15. Az 1–6. igénypontok bármelyike szerinti eljárás *azzal jellemezve*, hogy a felületaktív anyag diszpergálóképességét a zagyban való diszpergálás előtt megnöveljük.

16. A 15. igénypont szerinti eljárás *azzal jellemezve*, hogy az olaj diszpergálóképességét annak hígításával, melegítésével vagy mozgatásával növeljük meg.

17. A 16. igénypont szerinti eljárás *azzal jellemezve*, hogy a felületaktív anyag valamely könnyűolaj hozzáadásával van hígítva.

18. Az 1–6. igénypontok bármelyike szerinti eljárás *azzal jellemezve*, hogy az olaj diszpergálóképességét a zagyban való diszpergálás előtt megnöveljük.

19. A 18. igénypont szerinti eljárás *azzal jellemezve*, hogy az olaj diszpergálóképességét annak melegítésével, mozgatásával vagy emulgeálásával növeljük meg.

20. Az 1–6. igénypontok bármelyike szerinti eljárás *azzal jellemezve*, hogy szénszemcsékként 0,600 milliméternél kisebb méretű szénszemcséket alkalmazunk.