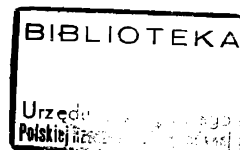


2g. 23. 10. 1.

28 grudnia 1928 r.

2

URZĄD PATENTOWY



C10g 1/60

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 9377.

Kl. 12 o 26.

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

Sposób wytwarzania cennych produktów organicznych.

Zgłoszono 20 grudnia 1927 r.

Udzielono 19 września 1928 r.

Pierwszeństwo: 22 grudnia 1926 r. (Niemcy).

Przy zwykłej suchej destylacji stałych, zawierających węgiel, związków większa część tychże przechodzi kosztem smoły w trudnoskroplające się gazy.

Wykryto, że można osiągnąć bardzo dobrą wydajność ciekłych i przechodzących na gorąco w ciecz produktów, a jednocześnie uniknąć w stopniu znacznym tworzenia się gazów, szczególnie trudnoskroplających się gazów, skoro materiał w stanie stałym obrobić wysokowrzącymi, względnie posiadającymi znaczny ciężar cząsteczkowy, węglowodorami lub ich pochodniami, prawie niezawierającymi składników wrzących poniżej 300°C, w komorze, stosując ewentualnie gazy z wyjątkiem

znacznych ilości wodoru i dodając ewentualnie ciał, które mogą działać również katalitycznie, w temperaturze niższej od temperatury koksovania węglowodorów względnie ich pochodnych, dodanych pod ciśnieniem, najkorzystniej wysokiem dopóty, dopóki nie otrzyma się wielokrotnie większą wydajność cennych węglowodorów w porównaniu do wydajności, otrzymywanej przy zwykłej destylacji.

W sposobie rzeczonym można stosować najrozmaitsze stałe, zawierające węgiel, materiały wyjściowe, np. węgiel dowolnego rodzaju, jako to: węgiel kamienny, brunatny rozmaitego pochodzenia i o rozmaitych własnościach, nawet i taki, z któ-

rego odciągnięto bitum, ponadto łupki bitumiczne, torf, drewno i materiały podobne.

Jako dodatek stosuje się węglowodory wysokowrzące względnie o znacznym ciężarze cząsteczkowym lub ich pochodne najrozmaitszego pochodzenia i rodzaju. I tak nadaje się różnego rodzaju węgiel, smoła, olej skalny i t. d., ich produkty destylacji, i ekstrakcji, i pozostałości, np. ciekłe lub przechodzące w ciecz na gorąco węglowodory lub ich pochodne, otrzymywane przy rozszczepianiu i uwodornianiu pod ciśnieniem, niezawierające prawie składników wrzących poniżej 300°C. Można np. stosować również wysokowrzące produkty, otrzymywane syntetycznie z tlenku węgla i wodoru i t. d. Można również stosować różnego rodzaju oleje jeden po drugim lub jeden obok drugiego.

Obok tych, posiadających znaczny ciężar cząsteczkowy, olejów, można również stosować ponadto, jako domieszkę, gazy, jak np. azot, amonjak, kwas węglowy, parę wodną, nieznaczne ilości wodoru i t. d. Można też stosować w sposobie tym jeszcze inne domieszki, działające dodatnio pod względem chemicznym lub fizycznym, np. działające rozszczepiająco, przenoszące ciepło lub działające katalitycznie.

Temperaturę należy dostosować do ciała użytego, i dla rozmaitych materiałów może ona być różna. Stosując temperaturę podwyższoną, nie należy jednak przekraczać temperatury, w jakiej w danych warunkach pracy oleje domieszane ulegają koksowaniu. Najkorzystniej jest pracować powyżej 250°C. Zaleca się również pracę prowadzić początkowo w temperaturach niższych, a dopiero później — w wyższych.

Wybór olejów dodatkowych zależy od użytej temperatury. Można również jeden i ten sam materiał wyjściowy obrabiać w rozmaitych temperaturach i rozmaitemi olejami dodatkowymi. Należy przytem ba-

czyć, aby oleje użyte w temperaturach wyższych były odpowiednio trwalsze.

Pracę prowadzi się pod ciśnieniem wysokim, najlepiej pod bardzo wysokim (np. powyżej 60 atm), korzystniej powyżej 100 atm.

Można jednak stosować również ciśnienia jeszcze wyższe, np. 1000 atm i wyżej. Również można korzystnie pracę prowadzić pod rozmaitemi ciśnieniami, np. początkowo pod ciśnieniem niższym, a następnie — pod wyższym. Wybór ciśnienia zależy między innymi również od wybranej temperatury, tę zaś dostosowuje się do własności materiału wyjściowego i olejów dodatkowych.

Przy tych metodach pracy, unika się tworzenia się gazów, zwłaszcza gazów trudnoskroplających się i osiąga kilkakrotnie większą wydajność ciekłych lub przechodzących w cieple w ciecz produktów, niż przy destylacji zwykłej. Nieznaczne ilości gazów pochodzą w znacznej części z gazów, okładowanych przedtem w materiale.

Używając jako produktu wyjściowego np. bitumicznego węgla brunatnego, otrzymuje się kilkakrotnie większą ilość ciekłych lub przechodzących w ciecz w cieple produktów, niż to odpowiada zawartości bitumu w materiale wyjściowym, ekstrahowanej zapomocą benzolu. Nawet z węgla ubogiego w bitum można otrzymać np. do 65% cennych, płynnych produktów i np. drzewo olchowe przeprowadzić w obecności oleju antracenowego prawie całkowicie w produkty ciekłe.

Sposób niniejszy można stosować bez przerwy przepuszczając np. zapomocą pomp materiał wyjściowy, traktowany olejem dodatkowym, przez zaopatrzone w mieszała naczynie wysokoprężne, i dając następnie produktom otrzymanym możność rozprężania się. Do mieszania można stosować również gazy. Można również i w inny sposób postarać się o zwiększenie ru-

chu względnego materiału wyjściowego i oleju dodanego, wytwarzając np. zapomocą mechanicznego rozdrabniania, ugniatań i podobnych zabiegów nowe powierzchnie oddziaływania. Można również produkt wtryskiwać w stanie bardzo rozdrobnionym.

Można również materiał wyjściowy w postaci gąszczu prowadzić przez naczynie wysokoprężne ze znaczną szybkością, zachowując wystarczający do przekształcenia czas. Pracę w sposób ciągły można jednak prowadzić tak, że pewna ilość połączonych i umieszczonych jedno za drugim lub jedno obok drugiego naczyń, przez które przepływa olej dodatkowy, nie będzie w ruchu. Wyłączone naczynia napełnia się substancją stałą i następnie włącza w szereg; olej dodany, ewentualnie zapomocą mieszania, zostaje pobudzony do działania. W końcu szeregu włącza się naczynia ze świeżym materiałem w miarę wyłączania zbiorników w końcu przeciwnym.

Podczas gdy w uprzednio opisanych przypadkach pracę prowadzi się zapomocą prądu jednokierunkowego, w danym przypadku zaleca się pracować zapomocą przeciwaprądu. W ten sposób osiąga się tę korzyść, iż z materiałem wyjściowym, obrobionym w znacznym stopniu, styka się świeży olej.

Rozumie się, że ciepło zawarte w produktach otrzymanych można zapomocą przenoszenia go na masę doprowadzaną wykorzystać w sposób jaknajodpowiedniejszy. Również można stosować i zawierające wodę produkty wyjściowe lub produkty z dodatkiem wody, przyczem suszenie węgla może być połączone z otrzymywaniem oleju.

Masę obrobioną usuwa się z naczyń wysokoprężnych, przyczem w pewnych warunkach pozwala się szybko rozprężyć i ochłodzić. Następnie zawarte w masie produkty ciekłe oddziela się, ewentualnie po u-

przedniej mechanicznej obróbce, jako to po odwirowaniu i t. d., od stałej pozostałości w sposób dowolny, np. zapomocą destylacji, ewentualnie w obecności pary wodnej lub innych gazów i par, lub zapomocą ekstrakowania, lub też zapomocą obu tych lub innych środków z zastosowaniem lub bez stosowania ciśnienia.

Masę obrobioną lub jej składniki można poddać rozszczepianiu lub obróbce wodorem, lub zawierającymi ten ostatni gazami, stosując lub nie stosując ciśnienia, ewentualnie zapomocą katalizatorów. Otrzymuje się przytem produkty w rodzaju olejów ciężkich, średnich, lekkich lub benzyny. Pozostały węgiel posiada budowę bardzo porowatą. Zapala się łatwo i pochłania gazy. Można go zapomocą obróbki wodorem pod ciśnieniem przeprowadzić w produkty ciekłe.

Otrzymane według niniejszego sposobu produkty nadają się bądź jako takie lub po dalszej obróbce jako oleje do zarabiania różnego rodzaju węgla przy uwodornianiu pod ciśnieniem, jako smary, oleje Diesla lub jako materiał pędny do silników bądź same, bądź zmieszane z innymi ciałami.

Przy przeprowadzaniu niniejszego sposobu, zaleca się przestrzegać, aby materiał aparatury był pozbawiony ciał powodujących tworzenie się koksu i gęstych mas, przeszkadzających pracy. Naprzykład drobnosproszkowane lub porowate żelazo i nikiel należy usunąć z gorących, zwłaszcza powyżej 300°C ogrzanych części aparatury, stykających się z ciałami, podlegającymi obróbce.

Przykład I. Rozdrobniony węgiel brunatny, zawierający 4%, dającego się wyciągnąć zapomocą benzenu, bitumu, zarabia się na pastę w stosunku 1 : 1 olejem antracenowym, którego tylko nieznaczna część wrze poniżej 300°C, i zapomocą pompy przetłacza w sposób ciągły w temperaturze około 325°, z odpowiednią szybko-

ścią przepływu, pod ciśnieniem 200 atm, przez zaopatrzony w miesządlą piec wysokoprężny, którego części wewnętrzne wykonane są ze stali V₂A. Po rozprężeniu obrobionego gąszczu węglowego tenże obrabia się rzadszym olejem lub benzenem lub ciałem podobnym, przyczem wytworzone produkty oddziela się od stałej pozostałości. 65% i więcej % węgla, licząc na pozbawiony popiołu i wody materiał wyjściowy, przekształca się, praktycznie bez wytwarzania się gazu, w wysokowrzące, płynne w temperaturze zwykłej lub w cieple, oleje. Stosując ciśnienie jeszcze wyższe, np. do 1000 atm, można zwiększyć wydajność jeszcze bardziej, podczas gdy ta ostatnia przy ciśnieniu znacznie niższym, np. przy 20 atm, jest nieznaczna. Zamiast węgla brunatnego można z tym samym wynikiem stosować podsuszony węgiel brunatny, zawierający np. 10% wody, lub węgiel brunatny o znacznie wyższej zawartości bitumu.

Otrzymane produkty mogą służyć bądź same, bądź wraz z olejem antracenowym jako środki do zarabiania nowego materiału wyjściowego lub można je przerabiać dalej, np. na smary, olej Diesla lub paliwo pędne do silników.

Materiał wyjściowy można wprowadzać do komory wysokoprężnej również zapomocą wpustu.

Przykład II. Zasobny w gaz węgiel kamienny, zarobiony wrzającami powyżej 300°C składnikami ropy naftowej, pompuje się pod ciśnieniem 200 atm przez ogrzane do około 320°C wysokoprężne urządzenie ze stali specjalnej.

Masę reakcyjną rozpręża się w osadnikach, w których w temperaturze około 200°C następuje przedwstępne oddzielenie się stałych składników od oleju. Znajdujący się nad osadem olej można np. zapomocą wirowania oddzielić prawie całkowicie od stałych składników. Resztki oleju, oblepiające węgiel, można otrzymać np.

zapomocą ekstrakcji benzenem i t. d. lub zapomocą destylacji z parą wodną. Więcej niż 55% węgla przechodzi w ciecz, nie wytwarzając godnej uwagi ilości gazu.

Przykład III. Łupek oleisty obrabia się w sposób ciągły pod ciśnieniem 200 atm i w temperaturze około 320°C; otrzymuje się w postaci oleju 90% i więcej całej, zawierającej węgiel substancji, bez popiołu i wody.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania cennych produktów organicznych ze stałych, zawierających węgiel związków, jako to. różnych gatunków węgla, torfu, drzewa, łupków bitumicznych i ciał podobnych, znamienny tem, że materiał wyjściowy obrabia się dopóty wysokowrzącami, względnie o znacznym ciężarze cząsteczkowym węglowodorami lub ich pochodniami, niezawierającymi większych ilości wrzających poniżej 300°C składników, w komorze wysokoprężnej, przy współdziale gazów z wyjątkiem znaczniejszych ilości wodoru, dodając ewentualnie ciał działających katalitycznie, w temperaturach poniżej temperatury koksowania węglowodorów dodanych, względnie ich pochodnych, pod ciśnieniem wysokim, najkorzystniej bardzo wysokim, dopóki nie otrzyma się kilkakrotnie większej niż przy zwykłej suchej destylacji wydajności ciekłych lub w cieple przechodzących w ciecz produktów.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że produkty ciekłe, zawarte w masie obrobionej, ewentualnie po jej uprzedniej obróbce mechanicznej, jak to odwirowaniu i obróbce podobnej, oddziela się od stałej pozostałości zapomocą destylacji, ewentualnie w obecności pary wodnej, lub innych gazów lub par, lub zapomocą ekstrakcji lub zapomocą obu tych lub innych środków.

3. Sposób według zastrz. 1, 2, zna-

mienny tem, że otrzymane produkty lub ich składniki poddaje się rozszczepianiu, w obecności lub bez pary wodnej, kwasu węglowego lub innych gazów, lub obróbce wodorem lub zawierającymi tenże gazami, stosując lub nie stosując ciśnienia i katalizatorów.

4. Zastosowanie otrzymanych według zastrz. 1—3 produktów przy sposobie samym jako takich lub po dalszej obróbce

samych lub zmieszanych z innemi ciałami, lub zastosowanie tych produktów jako smarów, oleju Diesla lub paliwa pędnego do silników.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.