



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

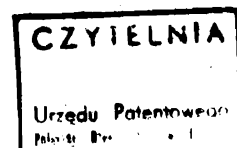
Zgłoszono: 06.05.80 (P. 224047)

Pierwszeństwo: 07.05.79 Stany Zjednoczone
Ameryki

Zgłoszenie ogłoszono: 13.02.81

Opis patentowy opublikowano: 20.02.1984

Int. Cl.⁸
B01D 37/00



Twórcy wynalazku: Norman L. Carr, Edgar L. McGinnis

Uprawniony z patentu: Gulf Research and Development Company,
Pittsburgh (Stany Zjednoczone Ameryki)

Sposób filtracji zawiesiny upłynnionego węgla

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób filtracji zawiesiny upłynnionego węgla.

Dotychczas opracowano kilka sposobów solwatacji przy wytwarzaniu zarówno ciekłych jak i stałych demineralizowanych paliw węglowodorowych z węgla. Jednym z takich sposobów jest sposób rafinacji węgla rozpuszczalnikami (SRC). Sposób ten polega na procesie solwatacji w celu wytworzenia z węgla rozpuszczonych ciekłych i stałych paliw węglowodorowych.

W sposobie tym rozdrobniony, surowy węgiel przeprowadza się w zawiesinę z rozpuszczalnikiem, stanowiącym zawracaną frakcję ciekłą, zawierającą związki wodoroaromatyczne i przepuszcza wraz z wodorem przez strefę ogrzewania wstępnego w podwyższonej temperaturze i przy podwyższonym ciśnieniu w celu rozpuszczenia paliwa węglowodorowego od minerałów zawartych w węglu i zapobieżenia repolimeryzacji rozpuszczonych węglowodorów poprzez przejście wodoru ze związków rozpuszczalnika wodoroaromatycznego do rozpuszczonej substancji węglowodorowej. Otrzymaną zawiesinę wprowadza się następnie do drugiej, egzotermicznej strefy rozpuszczania, w której zachodzą reakcje uwodorniania i hydrokrakingu.

Związki wodoroaromatyczne tworzą się w strefie rozpuszczania, a frakcję zawierającą te związki odzyskuje się z odcieku ze strefy rozpuszczania w postaci zawiesiny, i zawraca do obiegu. Pozostały odciek ze strefy rozpuszczania w postaci

2

zawiesiny, zawiera cząstki minerałów z węgla i węgiel nierozpuszczony, zawieszony w normalnie ciekłym i normalnie stałym rozpuszczonym węglu, to znaczy rozpuszczonym węglu, który jest stały w temperaturze pokojowej.

Zawieszone cząstki są bardzo małe, niektóre mają wielkości submikronowe, przy czym najwięcej z nich lub prawie wszystkie mają średnicę mniejszą od 10 lub 20 mikronów.

Z powodu ich małej wielkości, cząstki te jest bardzo trudno odfiltrować lub w inny sposób usunąć z rozpuszczonego węgla.

W opisach patentowych Stanów Zjedn. Am. nr 4 102 774 i 4 124 485 ujawniono sposób obróbki odcieku w postaci zawiesiny w procesie upłynniania węgla takim jak sposób SRC, za pomocą alkoholu po to, aby skupić lub w inny sposób spowodować w zawierającej zawieszony lub rozdyspergowany minerał substancji stałej podwyższenie szybkości filtracji zawiesiny.

Obecnie stwierdzono, że pewne polimery takie jak kopolimer metakrylanu alkilu lub polimetakrylan alkilu, na przykład kopolimer metakrylanu propylenu z etylenem, kopolimer octanu winylu z etylenem i poliizobutylen zdolne są do podwyższenia szybkości filtracji zawiesin upłynnionego węgla.

Według wynalazku sposób filtracji zawiesiny upłynnionego węgla, wytworzonej w procesie rozpuszczania paliw węglowodorowych z węgla za

pomocą rozpuszczalnika, zawierającej ciekły materiał węglowodorowy oraz zawieszone minerały węgla polega na tym, że do zawiesiny dodaje się kopolimer metakrylanu alkilu w ilości zwiększającej szybkość filtracji, po czym zawiesinę filtruje się.

W sposobie według wynalazku można stosować dowolny znany kopolimer metakrylanu alkilu. Kopolimery takie są łatwo dostępne w handlu.

Stosowanie izobutyleny względnie kopolimeru octanu winylu z etylenem jest przedmiotem zgłoszeń równoległych. Powyższe spolimeryzowane substancje skutecznie podwyższają szybkość filtracji, gdy dodaje się je bezpośrednio do zawiesiny upłynnionego węgla i homogenicznie zdysperguje w niej w stężeniu, które zwiększa następnie szybkość filtracji. Korzystnie w celu zmniejszenia lepkości polimer rozpuszcza się najpierw w lekkim oleju.

Ponadto, nieoczekiwanie stwierdzono, że polimery te są tak samo a nawet bardziej skuteczne, jeśli się je zdysperguje lub rozpuści w oleju pochodzącym z ropy naftowej lub węgla, w których są one rozpuszczalne, co zmniejsza ich lepkość, a następnie jeśli przepuści się je przez placek wstępnej powłoki utworzonej z pomocniczego materiału filtracyjnego przed przefiltrowaniem przez niego zawiesiny upłynnionego węgla. Osiągnięcie poprawy szybkości filtracji za pomocą obróbki powłoki wstępnej jest szczególnie godne uwagi, ponieważ stwierdzono, że na skutek obróbki wstępnej polimer nie absorbuje się w sposób nieodwracalny na pomocniczym materiale filtracyjnym. Osiąga się zatem korzyści ze stosowania wynalazku, polegające na zasadniczo całkowitym odzysku polimeru względnie odzysku jego większości, przynajmniej 70, 80 względnie 90%.

Korzyść, jaką jest oszczędność polimeru, występuje tylko w przypadku obróbki przy użyciu powłoki wstępnej według wynalazku, ponieważ dodanie polimeru do samej zawiesiny węgla powoduje stratę polimeru w przesączu upłynnionego węgla.

Jednakże, strata polimeru wskutek adhezji do pomocniczego materiału filtracyjnego jest nawet korzystna tam, gdzie nie przyczyniłby się do zwiększenia wartości opałowej przesączu węglowego.

Fakt, że polimery wywierają istotny wpływ na wzrost szybkości filtracji przez zwykłe użycie ich do przemycania placka wstępnej powłoki filtra bez znacznej ilości polimeru pozostającego na placu filtracyjnym wskazuje, że polimery te oddziałują na powierzchnię cząstek materiału powłoki wstępnej raczej w sposób fizyczny aniżeli chemiczny.

Chociaż sam polimer jest stosunkowo lepki, rozpuszcza się go w lekkim oleju aby uzyskać dający się przelewać roztwór zdolny do przepływu przez stałe cząstki pomocniczego materiału filtracyjnego.

Olej pozostający na pomocniczym materiale filtracyjnym rozpuści się następnie w upłynnionym węglu podczas filtracji. Nie jest wymagany czas na zestalenie pomiędzy etapem przemycania polimerem a etapem filtracji lecz pewien przeciąg czasu nie jest szkodliwy.

Przemycanie polimerem nie wywiera widocznego skutku na placek powłoki wstępnej i prawdopodobnie podczas kolejnego etapu filtracji oddziałuje na granicę faz między osadzonym stałym węglem i cząstkami pomocniczego materiału filtracyjnego.

Nie jest wykluczone, że wstępna obróbka polimerem likwiduje lub zmniejsza adhezję między stałym węglem a powłoką wstępną. Takie zjawisko w wysokim stopniu wyróżnia działanie skupiające alkoholi wśród widocznych zawieszonych ciał stałych. Z powodu raczej fizycznej aniżeli chemicznej natury zjawiska może być zastosowany w praktyce według wynalazku dowolny stały handlowy pomocniczy materiał filtracyjny. Do typowych pomocniczych materiałów filtracyjnych należą ziemia okrzemkowa, celuloza, azbest, wełna żużlowa.

Stwierdzono ponadto, że w odniesieniu do szybkości filtracji osiąga się efekt synergiczny poprzez użycie wraz z polimerem według wynalazku alkoholi stosowanych według opisów patentowych Stanów Zjednoczonych Am. nr nr 4 102 774 i 4 124 485. Aby otrzymać efekt synergiczny, można dodawać polimer bezpośrednio do zawiesiny upłynnionego węgla razem z alkoholem lub można polimer w roztworze olejowym stosować do przemycania placka powłoki wstępnej tak, że tylko alkohol dodaje się bezpośrednio do zawiesiny upłynnionego węgla.

Odkrycie efektu synergicznego jest ważną wskazówką, że polimer i alkohol pełnią odmienne funkcje w układzie filtracyjnym.

Polimer stosowany w sposobie według wynalazku można dodawać do zawiesiny upłynnionego węgla w dowolnej ilości, która spowoduje wzrost szybkości filtracji zawiesiny. Na ogół skuteczna ilość polimeru w zawiesinie upłynnionego węgla zawiera się w granicach 0,01 lub 0,05 do 2% wagowych.

Bardziej szczegółowo, ilość ta waha się od 0,1 lub 0,25 do 1 lub 1,5% wagowych. Polimer w sposobie według wynalazku względnie jego roztwór olejowy można dodawać do zawiesiny upłynnionego węgla nawet wówczas, jeśli olejowy roztwór polimeru używa się również do przemycania placka powłoki wstępnej utworzonej z pomocniczego materiału filtracyjnego.

Polimer może być dodawany do zawiesiny upłynnionego węgla bezpośrednio względnie dodawany jako roztwór w zasadniczo pozbawionym substancji stałych oleju pochodzącym od ropy naftowej lub węgla. Kiedy stosuje się polimer do wstępnej obróbki placka filtracyjnego jego lepkość musi być zmniejszona i dlatego przepuszcza się go w roztworze z olejem węglowodorowym przez placek powłoki wstępnej. Roztwory polimeru w węglu lub naftowym oleju węglowodorowym będą zasadniczo zawierać od około 0,1 do 7% wagowych polimeru, a bardziej szczegółowo od około 0,5 do 2,5% wagowych polimeru.

W celu uzyskania wzmiankowanego poprzednio efektu synergicznego, można zastosować pierwszo-, drugo- lub trzeciorzędowe alkohole alifatyczne, zawierające 2—10 atomów węgla. Chociaż dłuższe

łańcuchy alifatyczne mogą być skuteczne, są one droższe i niepotrzebnie wzrasta koszt operacji.

Szczególnie skutecznymi w działaniu są alkohole takie jak izopropylowy oraz normalny, drugo- i trzeciorzędowy butanol. Można zastosować jeden lub więcej alkoholi. Alkohol może występować w upłynnionym węglu w ilości 0,05–15% wagowych. Skuteczne stężenia alkoholu leżą w granicach 0,1–15% wagowych lub między 0,5 względnie 1,0 a 6% wagowych.

Użyty alkohol nie pełni znaczącej funkcji donora wodorowego lub solwatacji węgla. Na przykład, podczas gdy butanol jest alkoholem korzystnym do celów filtracji, nie jest on równocześnie skuteczny przy solwatacji węgla. W przedstawionym sposobie, dodaje się alkohol w procesie upłynniania węgla po zakończeniu etapu rozpuszczania węgla, to jest po rozpuszczeniu co najmniej 85 lub 90% wagowych węgla. Nie ma potrzeby dodawania alkoholu do procesu, aż dopiero po zakończeniu etapów rozpuszczania węgla i jego uwodorniania.

Ponadto, alkohol nie wpływa w tym procesie na żadne znaczące podwyższenie stosunku wodoru do węgla w upłynnionym węglu.

W związku z tym, większość alkoholi nie jest zużywana w przedstawionym procesie, ani nie zachodzi, spowodowana przenoszeniem wodoru, znacząca konwersja do innej substancji, takiej jak np. keton. Aby zabezpieczyć alkohol przed funkcjonowaniem w charakterze donora wodorowego, upłynniony węgiel, do którego dodaje się alkohol, zawiera znaczną ilość uprzednio dodanych, różnych substancji będących donorami wodoru, takich jak co najmniej 2, 3 lub 5% wagowych substancji hydroaromatycznych, takich jak na przykład tetralina i jej homologi.

Substancja hydroaromatyczna zabezpiecza alkohol w takim stopniu, że jego większa część może być zawrócona do obiegu bez konieczności obróbki wodorem. Ponieważ specyficznym celem alkoholu jest usuwanie substancji stałych, nie jest zatem wymagane żadne wcześniejsze usunięcie substancji stałych z węgla, a alkohol można dodawać do zawiesiny upłynnionego węgla zawierającej na ogół co najmniej 3 lub 4% wagowych substancji mineralnych.

Alkohol aby spełnić swą funkcję nie wymaga zasady, która wzmagałaby jego działanie, gdyby spełniał on funkcję donora wodorowego. Alkohol działa także w sposobie według wynalazku w fazie ciekłej i dlatego może służyć do oddzielania cieczy od substancji stałej w temperaturze niższej od jego temperatury krytycznej.

Temperatura upłynnionego węgla powinna być podwyższona przed dodaniem alkoholu i powinna zawierać się przeważnie w granicach 38–371°C, na ogół 66–316°C, a korzystnie w zakresie 204–288°C. Po dodaniu alkoholu mieszaninę węgla należy mieszać w celu utworzenia homogenicznej mieszanki w fazie ciekłej. Po dodaniu alkoholu a przed etapem usunięcia substancji stałych, roztwór węglowy można pozostawić do odstania w temperaturze mieszania na przeciąg czasu na ogół od 30 sekund do 3 godzin, korzystnie od 1 minuty

do 1 godziny, lub od 2 względnie 5 minut do 30 minut.

Dodatkowy korzystny efekt można osiągnąć, stosując mieszaninę alkoholu z olejem lekkim. Lekki olej może być w rzeczywistości wolną od stałych substancji lekką frakcją upłynnionego węgla, z której substancje stałe usunięto przez filtrację lub innymi sposobami, takimi jak np. sposób z użyciem frakcji lekkiego oleju, którego przedział temperatur wrzenia obejmuje temperaturę wrzenia alkoholu. Mieszaninę można odzyskać z procesu jako pojedynczą frakcję, względnie lekki olej i alkohol można odbierać oddzielnie, a następnie mieszać w dowolnym żądanym stosunku.

Mieszanina olejowo-alkoholowa wykazuje w przypadku oddzielania przez filtrację substancji stałych od upłynnionego węgla, bardziej korzystny efekt, aniżeli sam alkohol. Podczas gdy korzystny przypadek związany z dodatkiem samego alkoholu zanika, chociaż ilość dodanego alkoholu wzrasta powyżej wartości krytycznej, podwyższone ilości alkoholu można zastosować z korzyścią używając mieszaninę alkoholu z lekkim olejem.

Ponieważ alkohol jest zawracany do obiegu, następuje niewielki dodatkowy koszt operacyjny, związany z użyciem zwiększonej ilości alkoholu. Fenol, który występuje w płynach węglowych, ma szkodliwy wpływ na oddzielanie substancji stałych, działając wyraźnie jako medium dyspergujące. Aby uniknąć zawracania fenolu do obiegu, frakcja lekkiego oleju powinna wrzeć poniżej temperatury wrzenia fenolu, która wynosi 181°C.

Można zastosować na przykład frakcję upłynnionego węgla, wrzącą w temperaturze nie wyższej niż 169°C. Przedział temperatur wrzenia frakcji upłynnionego węgla nie wymaga pokrywania się z przedziałem temperatur wrzenia rozpuszczalnika zawracanego do obiegu. To górne ograniczenie temperatury nie ma zastosowania, jeśli lekki olej nie jest upłynnionym węglem i w związku z tym nie zawiera fenoli. Jeśli lekki olej jest frakcją naftową, można stosować, na przykład, lekką, średnią lub ciężką naftę wrzącą w temperaturze nie wyższej aniżeli 260°C.

Ilość alkoholu obecnego we frakcji lekkiego oleju może zawierać się na ogół w granicach 1–75% wagowych, korzystnie w granicach 10–25% wagowych. Ilość wolnej od substancji stałych mieszaniny lekkiego oleju — alkohol dodanej do zawierającego substancje stałe upłynnionego węgla wynosi przeważnie 1–50% wagowych, na ogół 1–15% wagowych, korzystnie 2–5% wagowych.

W jednym wykonaniu alkohol można dodawać do gorącej, nieprzefiltrowanej zawiesiny rozpuszczonego węgla, po czym mieszaninę miesza się i pozostawia do sezonowania. Następnie przepuszcza się ją przez filtr zawierający powłokę wstępną z ziemi okrzemkowej, przemytą wcześniej roztworem polimeru w lekkim oleju.

Przesącz zawierający alkohol, pozbawiony zasadniczo polimeru, frakcjonuje się następnie aby odzyskać niskowrzącą frakcję zawierającą co najmniej część alkoholu. Frakcję tę zawraca się następnie do obiegu i miesza z zawiesiną podawaną na filtr, razem z uzupełniającym alkoholem, który

może być potrzebny. Ten sposób postępowania powoduje efekt synergiczny polimeru i alkoholu w odniesieniu do szybkości filtracji, dając jednocześnie maksimum oszczędności w zużyciu polimeru i alkoholu.

Dla zilustrowania wynalazku w przeprowadzonych próbach otrzymane dane zinterpretowano zgodnie z następującym, dobrze znanym, matematycznym wzorem filtracji:

$$T/W = kW + C$$

w którym:

T = czas filtracji, minuty

W = ciężar przesączu zebranego w czasie T, gramy

k = opór płacka filtracyjnego, minuty/gramy²

C = opór powłoki wstępnej, minuty/gram

$T/W = (\text{szybkość})^{-1}$

W niżej omówionych próbach filtracji, ilość uzyskanego przesączu W w zapisywano automatycznie, jako funkcję czasu T. W i T reprezentują podstawowe dane otrzymane w próbach. Następujące zmienne utrzymywano bez zmian na żądanym poziomie, gdziekolwiek było to konieczne do otrzymaniu wyników porównawczych: temperaturę, spadek ciśnienia na filtrze, rodzaj powłoki wstępnej i sposób stosowania, grubość powłoki wstępnej i powierzchnia przekroju poprzecznego filtra.

Otrzymane dane W w funkcji T podane zgodnie z powyższym wzorem matematycznym zilustrowano na rysunkach fig. 1 i 2. Każdy z rysunków fig. 1 i 2 przedstawia cztery krzywe, przy czym każda krzywa przedstawia oddzielne serie prób filtracji. Na osi pionowej każdego rysunku zaznaczono ilość T/W, który jest odwrotnością filtracji. Nachylenie każdej krzywej oznacza k, a punkt przecięcia każdej krzywej z osią pionową oznacza C.

Na figurze 1 krzywa 1 obrazuje wyniki dotyczące filtracji samej zawiesiny upłynnionego węgla — bez obróbki wstępnej powłoki, krzywa 2 przedstawia filtrację samej zawiesiny upłynnionego węgla przez powłokę wstępną traktowaną kopolimerem metakrylanu w lekkim oleju pochodzącym od ropy naftowej. Krzywa 3 przedstawia filtrację samej zawiesiny upłynnionego węgla przez powłokę wstępną traktowaną kopolimerem metakrylanu w lekkim oleju pochodzącym od węgla. Krzywa 4 obrazuje filtrację zawiesiny upłynnionego węgla zawierającego dodatek oleju lekkiego i izopropanolu przez powłokę wstępną traktowaną kopolimerem metakrylanu.

Na figurze 2 krzywa 1 obrazuje filtrację samej zawiesiny upłynnionego węgla bez obróbki wstępnej powłoki, krzywa 2 — filtrację zawiesiny upłynnionego węgla zawierającej dodatek taki jak olej lekki i izopropanol, krzywa 3 — filtrację zawiesiny płynnego węgla przez powłokę wstępną traktowaną poliizobutylenem, zaś krzywa 4 — filtrację zawiesiny płynnego węgla zawierającej dodatek lekki olej — izopropanol przez powłokę wstępną traktowaną poliizobutylenem.

Z analizy każdej krzywej wynika, że parametr C jest zasadniczo charakterystyczny dla wstępnej

powłoki, ponieważ jest on odwrotnością szybkości filtracji na początku próby, zanim jakaś znacząca ilość płacka filtracyjnego osadzi się na wierzchu powłoki wstępnej. Z drugiej strony, nachylenie k jest parametrem charakteryzującym płacek filtracyjny, który osadza się na powłoce wstępnej podczas filtracji, i dlatego jest to parametr reprezentatywny dla samej filtracji z wyłączeniem powłoki wstępnej. Stosunkowo niskie pochylenie (niska wartość k) reprezentuje korzystny niski opór płacka przy filtracji.

Innymi słowy stwierdzono, że każde zmniejszenie wartości k oznacza znaczne zwiększenie szybkości filtracji. Rysunki fig. 1 i 2 pokazują, że linie przedstawiające próbę kontrolną i próbę z wykorzystaniem tylko obróbki powłoki wstępnej mają największe pochylenie (najwyższe k) podczas gdy linie przedstawiające próby z dodatkiem alkoholu mają pochylenie najniższe (najmniejsza wartość k).

Pokazano zatem, że chociaż każda krzywa wskazuje niższą szybkość filtracji (to znaczy wyższą (szybkość)⁻¹) na końcu próby w porównaniu z jej początkiem, to niskie nachylenie krzywej wskazuje, że szybkość filtracji nie zmniejsza się wiele podczas próby.

Rysunki figury 1 i 2 pokazują, że chociaż linie reprezentujące próby wykorzystujące tylko obróbkę powłoki wstępnej mają mniej więcej takie samo nachylenie jak linia reprezentująca odpowiednią próbę kontrolną, to zmniejszony parametr C oznaczający opór powłoki wstępnej, w przypadku prób tylko z obróbką polimerem daje większą ilość przesączu po jednej minucie w porównaniu z odpowiednią próbą kontrolną.

Dlatego jest oczywiste, że efekt synergiczny spowodowany zarówno obróbką powłoki wstępnej jak i dodaniem alkoholu jest wynikiem zróżnicowanych, połączonych efektów zmniejszenia zarówno oporu płacka filtracyjnego (parametr k) jak i oporu powłoki wstępnej (parametr C).

Należy zauważyć, że każda próba filtracji była przeprowadzana bez przemycania płacka filtracyjnego rozpuszczalnikami. Ponieważ celem przemycania rozpuszczalnikami jest poprawa własności płacka filtracyjnego, poprawiłoby ono także wartość k.

Wiele przemysłowych filtrów pracujących w ruchu ciągłym jest typu obrotowego, w których cykle filtracji trwające nie dłużej niż 1 minutę są ciągle przedzielane etapami przemycania, w których rozpuszczalnik myjący wtryskuje się przez płacek filtracyjny w celu odmycia zaabsorbowanego, upłynnionego węgla.

Dlatego, o ile nie zaznaczono inaczej, wszystkie podane w tablicy szybkości filtracji w przeprowadzonych próbach, w następujących przykładach przedstawiają operację filtrowania w ciągu pierwszej minuty filtracji.

W wykonaniu prób filtracji według przykładów sito o liczbie 90 mesh umieszczone w obrębie elementu filtra, wstępnie powleczone ziemią okrzemkową do grubości 1,27 cm.

Element filtra miał średnicę wewnętrzną 1,9 cm przy wysokości 3,5 cm, co dawało pole powierzchni 2,84 cm². Sito było podtrzymywane przez solidną

kratę w celu ochrony przed deformacją. Operację wstępnego pokrywania przeprowadzono przez przepuszczenie pod ciśnieniem 5% wagowo zawiesiny substancji powłoki wstępnej w lekkim oleju procesowym przez sito, przy użyciu azotu pod ciśnieniem 275 kPa.

Operację sporządzenia powłoki wstępnej wykonano w temperaturze bliskiej tej, jaka panowała następnie podczas operacji filtrowania. Otrzymana porowata warstwa substancji powłoki wstępnej ważyła około 1,2 grama. Po osadzeniu się materiału powłoki wstępnej, w ciągu 1—2 sekund przedmuchiwano filtr azotem pod ciśnieniem około 34,3 kPa, aby usunąć ślady lekkiego oleju. Lekki olej przepływał do pojemnika umieszczonego na wadze automatycznej. Lekki olej ważono, aby upewnić się, że nastąpiło osadzenie się żądanej ilości materiału powłoki wstępnej. Po tej operacji lekki olej odrzucano. Waga była połączona z rejestratorem, używanym później do uzyskania ciągłego (w okresach 5 sekundowych) wydruku zapisu zebranego przesączu w funkcji czasu.

750 gramową próbkę niefiltrowanego oleju bez jakiegokolwiek dodatku wprowadzono następnie do oddzielnego autoklawu działającego jako zbiornik. Niefiltrowany olej utrzymywano w temperaturze 38—54°C i w sposób ciągły mieszano. Mieszanie uzyskiwano stosując dwie 5 cm turbiny. Prędkość wału wynosiła 2000 obrotów na minutę. Filtrację rozpoczynano przy podaniu do autoklawu wybranego ciśnienia azotu 275—550 kPa. Wypływający z autoklawu niefiltrowany olej przepuszczano przez węzownicę ogrzewania wstępnego, w której czas przebywania kontrolowano zaworami i która była zaopatrzona na wlocie i wylocie w termopary w tym celu, ażeby dochodzący do filtra niefiltrowany olej utrzymać w równomiernej temperaturze.

Niefiltrowany olej opuszczający podgrzewacz wstępny kierowano na filtr, gdzie tworzył się stały placek i otrzymywano przesącz.

Element filtracyjny i podgrzewacz filtra były także wyposażone w termopary. Jak wyżej wskazano, uzyskany przesącz kierowano na wagę, rejestrując automatycznie jego ciężar, co 5 sekund. Przesącz zbierano do czystego pojemnika.

Próby porównawcze w celu określenia wpływu dodatków wykonywano, zasilając taką samą partią niefiltrowanego oleju, dla której zebrano wcześniej dane na temat filtracji. Najpierw, system rurek oraz filtr, przemyto niefiltrowanym olejem, stosując azot pod ciśnieniem około 685 pPa. Substancję dodatkową przepompowano do zbiornika autoklawu, zawierającego niefiltrowany olej.

Zamontowano oddzielny element filtracyjny i powleczono wstępnie w sposób taki sam jak wyżej opisano, a następnie przeprowadzono próby z użyciem dodatku w niefiltrowanym oleju w taki sam sposób, jak próby wykonane bez dodatku.

Następnie po każdej filtracji, pozostałość na materiale powłoki wstępnej filtra oczyszczono azotem i przemyto odpowiednią cieczą w celu usunięcia mieszaniny niefiltrowanego oleju z dodatkiem.

Poniżej podano analizę użytej do prób typowej, nieprzefiltrowanej, zawiesiny upłynnionego

węgla, będącej surówką w procesie SRC. Chociaż lekki olej odparowywano rzutowo z zawiesiny upłynnionego węgla w etapie obniżania ciśnienia i można by ewentualnie sporządzić mieszanki z polimerem i alkoholem, to z oleju służącego do zasilania filtra nie usuwano żadnych stałych składników przed filtracją.

5 Ciężar właściwy w temperaturze 15,6°C 1,15
10 lepkość kinematyczna w temperaturze 98,9°C 0,24 cm²/s
Gęstość w temperaturze 15,6°C 1,092
Popiół 4,49% wagowo
15 Nierozpuszczalne pochodne pirydyny, 6,34% wagowo
Destylacja, ASTM D1160

Procent	Temperatura °C przy 98 kPa
5	270
10	285
20	297
30	317
40	341
50	368
60	409
70	487
71—	
odzysk wszystkich destylatów następuje w temperaturze 496°C	

W poniższych próbach do przygotowania mieszanki z alkoholem lub polimerem wykorzystano lekki olej o następujących danych.

5 Ciężar właściwy w temperaturze 15,6°C 0,830
Gęstość w temperaturze 15,6°C 0,829
40 Lepkość kinetyczna w temperaturze 37,8°C 0,0086 cm²/s
Destylacja, ASTM D-86 przy ciśnieniu = 101,7 kPa

P/o	Temperatura °C
5	72
95	228
EP	256

55 Przykład I. Wykonano próby w celu zilustrowania wpływu na szybkość filtracji, wywiezranego dodatkiem pewnych polimerów do zawiesiny upłynnionego węgla, a następnie filtrację zawiesiny w temperaturze 127°C przy spadku ciśnienia 550 kPa na filtrze posiadającym pomocniczy materiał filtracyjny w postaci placka powłoki wstępnej z ziemi okrzemkowej, podobnym do filtra w systemie prób, opisanym wyżej.

60 Zbadano polimery takie jak kopolimer metakrylanu propylenu z etylenem, kopolimer octanu winylu z etylenem i poliizobutyleny o niskiej oraz o wysokiej lepkości. Każdy przebadany polimer 65 rozpuszczano w lekkim oleju w celu utworzenia

Tablica 1

Wpływ dodatku polimerów na filtrację zawiesiny węgla

Dodatek do zawiesiny	Stężenie w częściach na milion	k (min/g ²)	C (min/g)	Szybkość ¹ (g/min)
Próba kontrolna ² (brak polimerów)	0	0,0271	0,23	3,2
Kopolimer metakrylanu propylenu z etylenem	2400	0,0232	0,16	3,8
Kopolimer metakrylanu propylenu z etylenem	10000	0,0139	0,08	6,2
Kopolimer octanu winylu z etylenem	2500	0,0220	0,10	4,8
Kopolimer octanu winylu z etylenem	10000	0,0142	0,13	5,0
Poliizobutylen ³	2500	0,0155	0,12	5,8
Poliizobutylen ³	10000	0,0172	0,23	3,5
Poliizobutylen ⁴	2500	0,0203	0,26	3,1
Poliizobutylen ⁴	10000	0,0181	0,12	5,4

¹ Dla pierwszej minuty filtracji² Próba kontrolna wykonana przy użyciu zawiesiny upłynnionego węgla zawierającego 5% lekkiego oleju. Każdy polimer był dodany w postaci roztworu w takiej samej ilości lekkiego oleju³ Lepkość w temperaturze 100°C 24 cm²/s⁴ Lepkość w temperaturze 100°C 6,8 cm²/s

roztworu z lekkim olejem, który miesza się z zawiesiną upłynnionego węgla i jest zdolny do utworzenia homogenicznej dyspersji. Wyniki tych prób podano w tablicy 1.

Każdy z dodawanych polimerów, przedstawionych w tablicy 1, powoduje wzrost szybkości filtracji upłynnionego węgla, w porównaniu z próbą kontrolną. W przypadku zastosowania kopolimeru metakrylanu propylenu z etylenem kopolimeru octanu winylu z etylenem i poliizobutyleny posiadające lepkość 6,8 cm²/s w temperaturze 100°C, szybkość filtracji poprawiła się wraz ze wzrostem ilości dodanego polimeru.

Jednak w przypadku zastosowania izobutyleny posiadające lepkość 24,74 cm²/s w temperaturze 100°C, mniejsza ilość polimeru wystarczała do większej poprawy szybkości filtracji. W oparciu o te dane, korzystnie stosuje się polimer izobutyleny o takim ciężarze cząsteczkowym, żeby jego lepkość w temperaturze 99°C wynosiła 6,04—6,90 cm²/s.

Przykład II. Przeprowadzono próby w celu określenia, czy polimery, które poprawiają szybkość filtracji, są zatrzymywane przez placek filtracyjny, tworzący się podczas filtracji wolnej od polimeru zawiesiny upłynnionego węgla czy też przez placek powłoki wstępnej utworzony z substancji takiej jak handlowa ziemia okrzemkowa, w przypadku stosowania przemycania roztworem polimeru w lekkim oleju wolnym od substancji stałych, przed kontaktem z zawiesiną upłynnionego węgla.

W tych próbach, indywidualną próbkę, zawierającą polimer rozpuszczony w lekkim oleju przepuszczono przez wolny od polimeru placek utworzony z substancji mineralnych węgla i także przez pozbawiony polimeru placek utworzony z ziemi okrzemkowej.

Wyniki tych prób przedstawiono w tablicy 2.

Tablica 2 pokazuje, że w spodziewanych granicach błędu doświadczenia żadna znacząca ilość ani poliizobutyleny ani też kopolimeru metakry-

Tablica 2
Stężenie polimeru w lekkim oleju
‰ wagowy

	Początkowo	W następie kontak- tu z placekiem utworzo- nym z substancji mineral- nych węgla	W następie kontak- tu z placekiem powłoki wstępnej
Poliizobutylen w lekkim oleju	0,70	0,70	0,64
Kopolimer metakrylanu propylenu z etylenem w lekkim oleju	0,70	0,68	0,70

lanu propylenu z etylenem nie była zatrzymywana ani przez wolny od polimeru placek filtracyjny utworzony z substancji mineralnych węgla ani przez wolny od polimeru placek powłoki wstępnej utworzony z ziemi okrzemkowej, przy przemycaniu każdego z nich olejowym roztworem polimeru.

Dlatego, korzystna szybkość filtracji, przedstawiona niżej w przykładzie III, otrzymana przez przemycanie placka powłoki wstępnej filtra, utworzonego z ziemi okrzemkowej olejowym roztworem polimeru, jest wynikiem zwilżania placka polimerem bez znaczącego zatrzymywania polimeru na placku.

Widocznie, zwilżanie takie odziałuje na granicę faz między cząstkami stałymi powłoki wstępnej i cząstkami stałymi węgla, kiedy te dwie substancje stykają się ze sobą wzajemnie, podczas następnego etapu filtracji.

Według jednej z teorii, wstępna obróbka powłoki wstępnej za pomocą polimeru chroni cząstki stałe węgla przed adhezją na cząstkach stałych powłoki wstępnej.

Efekt, taki jest ostrym przeciwieństwem aglomeracji cząstek, która jest prawdopodobna wówczas, gdy dodatek taki jak alkohol poprawia szybkość filtracji.

Próby z tablicy 2 wskazują, że wynalazek można korzystnie stosować, uzyskując zasadniczo pełny odzysk polimeru. Ta korzyść przeważa tylko w przypadku przemywania powłoki wstępnej sposobem według wynalazku, ponieważ dodanie polimeru do zawiesiny upłynnionego węgla powoduje stratę polimeru w przesączu upłynnionego węgla.

Przykład III. Przeprowadzono próby w celu pokazania wpływu na szybkość filtracji, jaki wywiera przemywanie pomocniczego materiału filtracyjnego, to znaczy placka powłoki wstępnej, utworzonego z ziemi okrzemkowej albo roztworem kopolimeru octanu winylu z etylenem w lekkim oleju albo roztworem poliizobutyleny w lekkim oleju. Użyto poliizobutylen o lepkości niższej niż ta, którą miał poliizobutylen o niskiej lepkości, stosowany w próbach według tablicy 1. Próby filtracji, wykorzystujące roztwór kopolimeru octanu winylu z etylenem w lekkim oleju przeprowadzono w temperaturze 232°C, przy spadku ciśnienia na filtrze 550 kPa.

Próby filtracji wykorzystujące roztwór poliizobutyleny o niskiej lepkości w lekkim oleju przeprowadzono w temperaturze 188°C, przy spadku ciśnienia 550 kPa. Materiał powłoki wstępnej, w próbie zasadniczej względnie po przemyciu 25 g wskazanego roztworu polimeru w lekkim oleju, był następnie stosowany do filtracji zawiesiny upłynnionego węgla.

W niektórych próbach zawiesina upłynnionego węgla nie zawierała żadnego dodatku, a w innych próbach zawiesina upłynnionego węgla zawierała dodatek taki jak np. mieszanina izopropanolu z lekkim olejem we wskazanej ilości na zawieszinę upłynnionego węgla. Olej lekki, użyty do sporządzania mieszaniny z izopropanolem był lekkim olejem naftowym.

Olej lekki użyty do sporządzania roztworów polimeru był albo lekkim olejem naftowym albo lekką frakcją upłynnionego węgla. Wyniki tych prób przedstawiono w tablicy 3.

Z porównania danych w tablicy 3 z danymi w tablicy 1 wynika, że poprawa szybkości filtracji uzyskana sposobem polegającym na przemywaniu polimerem powłoki wstępnej jest większa nawet, niż poprawa szybkości filtracji, uzyskana w drodze dodawania polimeru do zawiesiny węgla.

To jest szczególnie godne uwagi, ponieważ sposób polegający na przemywaniu powłoki wstępnej, przedstawiony wyżej, pozwolił odzyskać całą lub

Tablica 3
Wpływ obróbki powłoki wstępnej polimerem na szybkość filtracji

Zawiesina upłynnionego węgla i dodatek, jeśli jest obecny	Użycie placka powłoki wstępnej	k (min/g ²)	C (min/g)	Szybkość filtracji po pierwszej minucie (g/min)	Poprawa w stosunku do próby zasadniczej %
Tylko zawiesina upłynnionego węgla	brak	0,0247	0,42	2,1	—
Tylko zawiesina upłynnionego węgla	2% roztwór kopolimeru octanu winylu-etyleny w lekkim oleju węglowym	0,0293	0,08	4,6	119
Zawiesina upłynnionego węgla zawierająca 5% lekkiego oleju i 2% izopropanolu	2% roztwór kopolimeru octanu winylu-etyleny w lekkim oleju węglowym	0,0162	0,05	7,5	257
Tylko zawiesina upłynnionego węgla	brak	0,0558	0,30	2,2	—
Tylko zawiesina upłynnionego węgla	7% roztwór poliizobutyleny o niskiej lepkości w lekkim oleju	0,0438	0,05	4,3	95
Zawiesina upłynnionego węgla zawierająca 5% lekkiego oleju i 2% izopropanolu	brak	0,0359	0,23	3,0	36
Zawiesina upłynnionego węgla zawierająca 5% lekkiego oleju i 2% izopropanolu	7% roztwór poliizobutyleny o niskiej lepkości w lekkim oleju	0,0252	0,05	6,3	186

zasadniczo całą ilość polimeru użytego do obróbki wstępnej, podczas gdy polimer dodany do zawiesiny węgla nie dał się odzyskać lecz bezpowrotnie zużywał się jako paliwo wraz z upłynnionym węglem.

Dane z tablicy 3 wskazują, że wstępne przemycanie powłoki wstępnej roztworem poliizobutylen w lekkim oleju zwiększyło szybkość filtracji o 95%. Dane z tablicy 3 pokazują dalej, że przy braku wstępnego przemycania powłoki wstępnej polimerem względnie dodania polimeru do zawiesiny upłynnionego węgla, dodanie roztworu izopropanolu do upłynnionego węgla powoduje 36% wzrost szybkości filtracji, przy użyciu próbki tego samego upłynnionego węgla, który był użyty w próbie z poliizobutylenem.

Zsumowanie 95% zwiększenia szybkości, spowodowanego przemycaniem powłoki wstępnej za pomocą poliizobutylen i 36% zwiększenia szybkości w wyniku niezależnego dodania do zawiesiny upłynnionego węgla roztworu izopropanolu wskazywałyby na łączny efekt, stanowiący 131% wzrost szybkości.

Jednakże, jeśli dodanie roztworu izopropanolu do zawiesiny upłynnionego węgla połączone zostanie z wstępnym przemycaniem powłoki wstępnej polimeru takim jak poliizobutylen, uzyskuje się 186% wzrost szybkości filtracji, co dowodzi rzeczywistego efektu synergicznego.

Dane tablicy 3 pokazują, że wstępne przemycanie płacka powłoki wstępnej, którą stanowi ziemia okrzemkowa, za pomocą roztworu kopolimeru octanu winylu z etylenem w lekkim oleju bez bezpośredniego dodania kopolimeru do upłynnionego węgla zwiększa szybkość filtracji o 119%, w porównaniu z próbą kontrolną. Wzrost ten ma wielkość podobną, jak dla porównywanej podobnej próby z wykorzystaniem poliizobutylen.

Jednakże, jeżeli dodanie roztworu izopropanolu do upłynnionego węgla połączone zostanie z przemycaniem powłoki wstępnej olejowym roztworem kopolimeru octanu winylu z etylenem, obserwuje się 257% wzrost, spowodowany działaniem połączonym, który to wzrost jest większy nawet, aniżeli wzrost dla podobnej próby z wykorzystaniem poliizobutylen.

Dlatego, godny uwagi efekt synergiczny uzyskuje się także wówczas, gdy roztwór kopolimeru octanu winylu z etylenem w lekkim oleju stosuje się do przemycania powłoki wstępnej i kiedy przemycanie powłoki wstępnej łączy się z użyciem w zawieszynie węgla dodatku takiego jak izopropanol.

Przykład IV. Przeprowadzono próby w celu określenia wpływu stężenia polimeru w lekkim oleju, zużytego do wstępnego przemycania materiału powłoki wstępnej. W próbach tych, przebadano kilka różnych stężeń poliizobutylen w lekkim oleju, do przemycania płacka powłoki wstępnej, utworzonego z ziemi okrzemkowej, przed operacją filtracji zawiesiny upłynnionego węgla, przeprowadzoną w temperaturze 204°C i przy spadku ciśnienia około 620 kPa. Opór płacka filtracyjnego i szybkość filtracji dla pierwszej minuty filtracji przedstawiono w tablicy 4.

W próbach, roztwór o wskazanym stężeniu poliizobutylen użyto do zwilżenia materiału powłoki wstępnej przed filtracją zawiesiny węgla, która sama nie zawierała żadnych dodatków polepszających filtrację.

Tablica 4

Wpływ przemycania powłoki wstępnej roztworami poliizobutylen w lekkim oleju

Stężenie poliizobutylen w lekkim oleju % wagowe	C (min/g)	Szybkość filtracji (g/min)
0	0,33	2,5
2	0,14	4,4
3,5	0,10	5,0
7	0,07	5,4

Tablica 4 pokazuje, że stopniowy wzrost stężenia polimeru w lekkim oleju powoduje stopniowy wzrost szybkości filtracji. Jednakże, występuje ostry spadek efektu spowodowanego wzrostem stężenia polimeru przy poziomach powyżej 2 lub 3% wagowych.

Z tablicy 4 wynika, że szybkość filtracji podwaja się, kiedy stężenie użytego do przemycania powłoki wstępnej polimeru wynosi 3,5%, lecz podwojenie tego stężenia do 7% powoduje stosunkowo małą, dodatkową poprawę szybkości filtracji.

Przykład V. Na fig. 1 przedstawiono graficznie wpływ na szybkość filtracji wstępnego zwilżania powłoki wstępnej roztworem kopolimeru metakrylanu propylenu z etylenem w lekkim oleju, podczas gdy fig. 2 przedstawia graficznie wpływ na szybkość filtracji wstępnego zwilżania powłoki wstępnej roztworem poliizobutylen w lekkim oleju. Na każdej figurze pokazano wpływ na szybkość następnej filtracji upłynnionego węgla zarówno bez jak i z dodatkiem do zawiesiny upłynnionego węgla, zawierającym 2% wagowych izopropanolu i 5% wagowych lekkiego oleju, licząc na zawieszinę upłynnionego węgla.

Zarówno figura 1 jak i 2 pokazują próbkę kontrolną bez żadnego dodatku w upłynnionym węglu i bez żadnej wstępnej obróbki powłoki wstępnej.

Figura 1 pokazuje, że oddzielne próby z wykorzystaniem wstępnej obróbki powłoki wstępnej przeprowadzono przy użyciu kopolimeru metakrylanu, i że w jednej z nich kopolimer rozpuszczono w lekkim oleju naftowym wrzącym w zakresie 162—340°C, a w drugiej natomiast rozpuszczono kopolimer w lekkim oleju węglowym, wrzącym w zakresie temperatur 361—463°C. Figura 1 i 2 pokazują szybkości filtracji po okresach czasu wynoszących 0,5, 1, 2, 3 i 4 minuty.

Próby z figury 1 wykonano w temperaturze 230°C, przy spadku ciśnienia 550 kPa. Próby z fig. 2 wykonano w temperaturze 188°C, przy spadku ciśnienia 620 kPa.

Pierwsza minuta filtracji była szczególnie istotna w systemach filtracyjnych bębnowo-obrotowych, w których zewnętrzna powierzchnia płacka filtracyjnego jest zeskrobywana podczas każdego obrotu bębna za pomocą ostrza noża, a filtr obraca

się na ogół w ciągu mniej niż 1 minuty, zanim nowo osadzony placek filtracyjny osiągnie ostrze noża.

W ten sposób, zapobiega się długo trwającej akumulacji pozostałości na filtrze i nie rozwija się stały lub statyczny system filtracji. Przy zeskrobywaniu powierzchni obrotowego filtra za pomocą ostrza noża w przedziałach czasu krótszych niż 1, 2 lub 3 minuty, utrzymuje się ciągle stosunkowo świeży system filtracyjny. Cięcie o grubości 0,0024 cm na jeden obrót jest na ogół wystarczające.

Figura 2 graficznie przedstawia dane z tablicy 3, w której pokazano, że przy filtracji trwającej 1 minutę, efekt dodania do upłynnionego węgla roztworu izopropanolu w lekkim oleju sam objawia się 36% wzrostem szybkości filtracji podczas gdy efekt działania polimeru na powłokę wstępną sam objawia się 95% wzrostem szybkości filtracji.

Podczas gdy arytmetyczne sumowanie tych indywidualnych efektów wynosi 131%, empiryczny efekt połączony, pokazany w tablicy 3 wynosi 186%, co dowodzi efektu współdziałania, towarzyszącego przedstawieniu tych dwóch cech filtracji.

Dane te wyraźnie pokazują, że każdy z tych efektów jest funkcjonalnie różny, a mianowicie alkohol wpływa prawdopodobnie skupiająco na cząstki mineralne węgla w zawiesinie węgla, podczas gdy polimer wywiera bezpośrednio wpływ na granicę faz pomiędzy osadzonymi cząstkami stałymi węgla, a cząstkami pomocniczego materiału filtracyjnego.

Figura 1 pokazuje, że po trwającej 1 minutę filtracji, przemycanie powłoki wstępnej roztworem kopolimeru metakrylanu propylenu z etylenem w lekkim oleju powoduje 90% lub 119% wzrost szybkości filtracji w zależności od tego, jaki olej używa się jako rozpuszczalnik dla polimeru.

Jednakże, połączony efekt wstępnego przemycania powłoki wstępnej i dodania do zawiesiny upłynnionego węgla izopropanolu był godny uwagi, dając 257% wzrost, co znowu wskazuje na synergizm i jest mocnym dowodem na to, że różne funkcje są pełnione przez izopropanol w zawiesinie upłynnionego węgla oraz przez polimer w etapie zwilżania powłoki wstępnej.

Przykład VI. Przeprowadzono próby selekcji, w których do zawiesiny upłynnionego węgla dodano handlowe polimery inne niż te, które przebadano w przykładach poprzednich, w celu określenia ich wpływu na szybkość filtracji. Te próby selekcji przeprowadzono w temperaturze 250°C, przy spadku ciśnienia na filtrze wynoszącym 103 kPa w systemie filtracyjnym z wykorzystaniem powłoki wstępnej utworzonej z ziemi okrzemkowej i podobnym do badanego systemu, wykorzystanego w przykładach poprzednich.

Szybkość filtracji dla każdego z tych dodatków po badanym okresie wynoszącym 12 minut przedstawiono w tablicy 5. Długi czas filtracji wykorzystano dlatego, ponieważ próby selekcji były

próbami wykonanymi w celu eliminacji oczywiście nieefektywnych dodatków.

Tablica 5

Dodatek	Stężenie w zawiesinie upłynnionego węgla % wagowy	Szybkość przepływu gramy/min
Brak	0	0,88
Kopolimer akrylanu	2	0,71
Handlowy anionowy rozpuszczalny w wodzie polimer	2	0,88
Chlorowany polietylen o niskim ciężarze cząsteczkowym	1	0,85
Kopolimer polioctanu winylu	1	0,47
Handlowy kationowy rozpuszczalny w wodzie polimer	2	0,72

Dane z tablicy 5 pokazują, że pewne polimery nie są zdolne do zwiększania szybkości filtracji nawet jeśli są one pochodnymi monomerów tylko nieznacznie różniących się od monomerów użytych do wytworzenia polimeru zwiększającego szybkość filtracji, na przykład podczas gdy kopolimer metakrylanu pokazany wyżej poprawiał szybkość filtracji upłynnionych węgli, kopolimer akrylanu nie wykazywał takiego działania. Również, podczas gdy kopolimer octanu winylu—etylen pokazany wyżej poprawiał szybkość filtracji upłynnionych węgli, ani kopolimer pochodzący od polioctanu winylu i monomeru innego niż etylen, ani schlorowany o niskim ciężarze cząsteczkowym polietylen nie były zdolne poprawić szybkości filtracji upłynnionego węgla, który był zasadniczo wolną od wody zawiesiną.

Te rozpuszczalne w wodzie polimery różnią się od przebadanych wyżej nierozpuszczalnych w wodzie polimerów takich jak poliizobutylen, kopolimer metakrylanu propylenu z etylenem i kopolimer octanu winylu z etylenem, z których każdy jest zdolny do homogenicznej dyspersji w upłynnionym, zawierającym węglowodory węgla, albo sam albo w roztworze z rozpuszczającym olejem, takim jak olej pochodzący z upłynnionego węgla.

Przykład VII. Przeprowadzono dalsze próby z selekcjonowaniem, w których do zawiesiny upłynnionego węgla dodano dodatkowe handlowe polimery, aby określić ich wpływ na szybkość filtracji. Te próby filtracji przeprowadzono w temperaturze 550°C, przy spadku ciśnienia na filtrze wynoszącym 151 kPa, w systemie filtracyjnym wykorzystującym powłokę wstępną w postaci ziemi okrzemkowej i podobnym do systemu badanego w poprzednich przykładach.

Ponieważ te próby były próbami selekcji, szybkość filtracji mierzona po okresie badania wyno-

szącym 12 minut. Dla celów porównawczych dwa dodatki polimerowe, będące promotorami szybkości filtracji, a mianowicie poliizobutylen oraz kopolimer octanu winylu z etylenem przebadano w podobnym zakresie. Wyniki tych prób przedstawiono w tablicy 6.

Tablica 6

Dodatek	Stężenie w zawiesinie upłynnionego węgla ‰ wagowe	Szybkość przepływu gram/min
Brak	0	1,88
Handlowy, kationowy rozpuszczalny w wodzie polimer	1	1,11
Żywica będąca połączeniem nasyconych związków cyklicznych i alkilowych	2	1,90
Handlowa, kationowa rozpuszczalna w wodzie mieszanina polimeru zawierająca żywice poliamidowe	1	1,39
Poliizobutylen	1	2,90
Kopolimer octanu winylu-etylen	2	3,64

Z danych w tablicy 6 wynika, że ani handlowe, rozpuszczalne w wodzie polimery, ani żywica składająca się z nasyconych związków cyklicznych i alkilowych nie wywierają znaczącego wpływu na poprawę szybkości filtracji, w filtrowanej zasadniczo wolnej od wody zawiesinie upłynnionego węgla, która jest filtrowana. Przeciwnie, każdy z nierozpuszczalnych w wodzie polimerów, takich jak poliizobutylen i kopolimer octanu winylu-etylen, wywierał zasadniczy wpływ na poprawę szybkości filtracji, w tych dwunastominutowych próbach selekcjonowania dodatku.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób filtracji zawiesiny upłynnionego węgla, wytworzonej w procesie rozpuszczania paliw węglowodorowych z węgla za pomocą rozpuszczalnika, zawierającej ciekły materiał węglowodoro-

wy oraz zawieszone minerały węgla, **znamienny tym**, że do zawiesiny dodaje się kopolimer metakrylanu alkilu w ilości zwiększającej jej szybkość filtracji, po czym zawiesinę filtruje się.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do zawiesiny dodaje się roztwór kopolimeru metakrylanu alkilu w oleju węglowodorowym.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do zawiesiny dodaje się roztwór około 0,1—7‰ wagowych kopolimeru metakrylanu alkilu w oleju węglowodorowym.

4. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosuje się kopolimer polimetakrylanu alkilu.

5. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosuje się kopolimer metakrylanu propylenu z etylenem.

6. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do zawiesiny dodaje się około 0,01—2‰ wagowych kopolimeru metakrylanu alkilu.

7. Sposób według zastrz. 6, **znamienny tym**, że do zawiesiny dodaje się około 0,05—1,5‰ wagowych kopolimeru metakrylanu alkilu.

8. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosuje się kopolimer nierozpuszczalny w wodzie.

9. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że w przypadku zwiększania szybkości filtracji przez filtr zawiesiny upłynnionego węgla, na elemencie filtra osadza się następną powłokę płacka filtracyjnego z materiału wspomagającego, przepuszcza się przez utworzony płacek powłoki wstępnej roztwór kopolimeru metakrylanu alkilu w oleju węglowodorowym i następnie przez płacek powłoki wstępnej filtruje się zawiesinę.

10. Sposób według zastrz. 9, **znamienny tym**, że jako materiał wspomagający stosuje się ziemię okrzemkową.

11. Sposób według zastrz. 9, **znamienny tym**, że jako kopolimer stosuje się polimetakrylan alkilu.

12. Sposób według zastrz. 9, **znamienny tym**, że jako kopolimer stosuje się kopolimer metakrylanu propylenu z etylenem.

13. Sposób według zastrz. 9, **znamienny tym**, że stosuje się kopolimer nierozpuszczalny w wodzie.

14. Sposób według zastrz. 9, **znamienny tym**, że przez płacek powłoki wstępnej przepuszcza się co najmniej 70‰ kopolimeru.

15. Sposób według zastrz. 9, **znamienny tym**, że cały kopolimer przepuszcza się przez płacek powłoki wstępnej.

FIG. 1

czas filtracji/ w
(szybkość) $^{-1}$

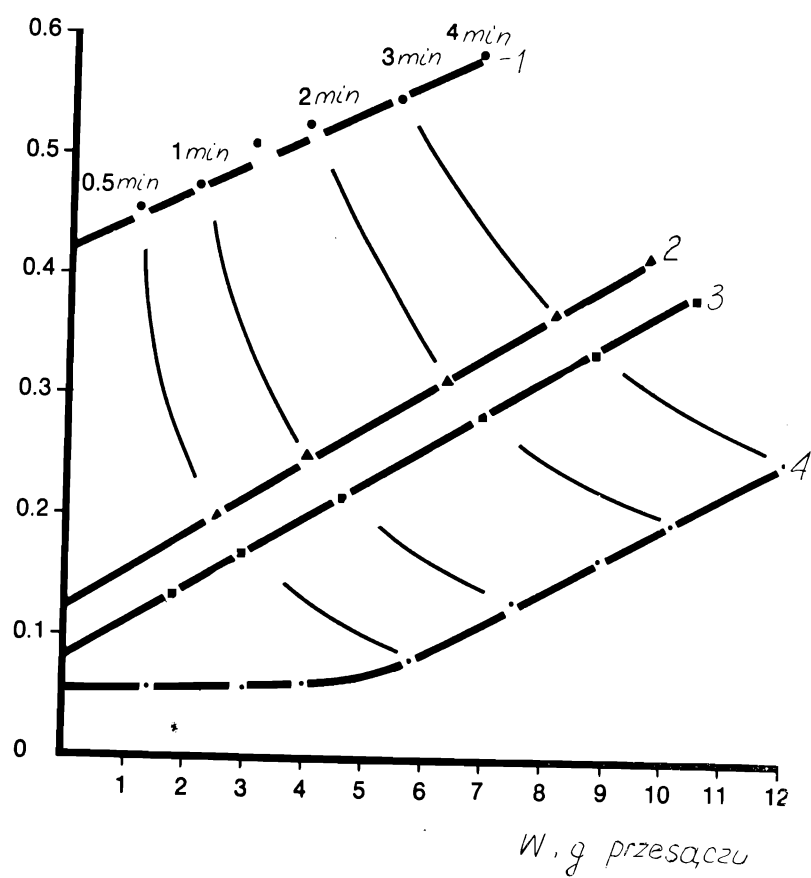


FIG. 2

