



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

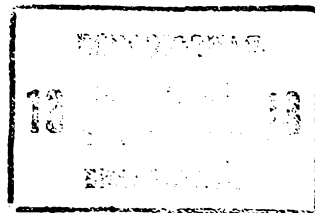
(19) **SU** (11) **1122216** **A**

3(51) С 01 В 31/26

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К ПАТЕНТУ



- (21) 2969201/23-26
(22) 19.08.80
(31) 67666
(32) 20.08.79
(33) Япония
(46) 30.10.84. Бюл. № 40
(72) Нобуо Токахаси, Масамити Симизу,
Казусиге Хирао, Садаёси Мацуи
и Сигеру Огава (Япония)
(71) Ихара Кемикал Индастри Ко. Лтд
(Япония)
(53) 661.668(088.8)
(56) 1. Патент Франции № 2146664,
кл. С 01 В 31/26, 1973.
2. Патент США № 3764661,
кл. С 01 В 31/26, 1973.
(54)(57) 1. СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ КАРБО-
НИЛСУЛЬФИДА, включающий пропускание
оксида углерода через расплавленную
серу при 250-450°C, последующее
взаимодействие образующихся паров

серы с окисью углерода при повышенной температуре и мольном соотношении серы и окиси углерода, равном 3-5:1, и выделение продукта из реакционной смеси охлаждением, отличающийся тем, что, с целью повышения содержания основного вещества в целевом продукте, взаимодействие паров серы с окисью углерода осуществляют при 510-650°C.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что окись углерода через расплавленную серу пропускают со скоростью 0,1-10 м³/ч на 1 м² поперечного сечения реактора.

3. Способ по п. 1, отличающийся тем, что процесс ведут в реакторе, стены которого выполнены из титана или титанового сплава, или внутренняя поверхность которого футерована титаном или его сплавом.

(19) **SU** (11) **1122216** **A**

Изобретение относится к способам получения карбонилсульфида, используемого в производстве пестицидов, фармацевтических композиций и других химикалиев.

Известен способ получения карбонилсульфида, заключающийся в том, что окись углерода пропускают через расплавленную серу, имеющую температуру 300–440°C и взятую в избытке при соотношении S : CO = (3–5) : 1. При этом окись углерода пропускают со скоростью 15 мл/мин, а полученную реакционную смесь далее подвергают контакту в течение 0,5–2 мин с сеткой, содержащей катализатор и нагретой до 350°C. Выход целевого продукта в зависимости от используемого катализатора составляет до 94% [1].

Недостатком этого способа является необходимость использования катализатора, который забивается серой и тем самым сокращается срок его службы.

Наиболее близким к предлагаемому по технической сущности и достигаемому результату является способ получения карбонилсульфида, включающий взаимодействие окиси углерода в интервале 250–450°C в присутствии катализатора, состоящего из сульфидов металлов, выбранных из группы, содержащей Na, K, Mi, Cr, Co, W, Sn. Процесс проводят в 2 стадии, на первой из которых окись углерода пропускают через расплавленную серу, а на второй идет взаимодействие паров серы с окисью углерода при температуре до 450°C и мольном соотношении 3–5:1. Далее продукты реакции охлаждают. При этом получают продукт, содержащий 91,0–93,0% COS с примесями CO, CO₂, H₂S соответственно 6–8, 0,3–0,6 и 0,4–0,8% [2].

Недостатком данного способа является низкое содержание основного вещества в целевом продукте – 93%.

Цель изобретения – повышение содержания основного вещества в целевом продукте.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу получения карбонилсульфита, включающему пропускание окиси углерода через расплавленную серу при 250–450°C, последующее взаимодействие образующихся паров серы с окисью углерода при повышенной температуре и мольном соотношении серы и окиси углерода, равном 3–5:1, и выделение продукта из реакционной

смеси охлаждением, взаимодействие паров серы с окисью углерода осуществляют при 510–650°C.

Окись углерода через расплавленную серу пропускают со скоростью 0,1–10 м³/г на 1.м² поперечного сечения реактора.

Процесс ведут в реакторе, стены которого выполнены из титана или титанового сплава, или внутренняя поверхность которого футерована титаном или его сплавом.

Выбор предлагаемого интервала температуры обусловлен тем, что при температуре ниже 510°C скорость реакции низка, а при температуре выше 650°C происходит термическое разложение целевого продукта.

Предпочтительно температуру расплавленной серы поддерживать в интервале 330–410°C. Количество испаренной серы меняется в зависимости от количества окиси углерода, продуваемой через расплав серы, в связи с этим количество CO не ограничивается, но может меняться в зависимости от производительности применяемого реактора.

Объемная скорость CO и ее давление выбирают с таким расчетом, чтобы расплавленная сера вблизи свободной поверхности находилась в турбулентном состоянии.

Время реакции может меняться в зависимости от температуры реакции и обычно лежит в интервале от 1 до 5 мин.

Газообразный продукт реакции, выходящий из реактора, содержит заметное количество паров серы, в связи с чем его подвергают охлаждению до 120–150°C и отделяют сконденсировавшуюся при этом серу.

После чего целевой продукт, содержащий 97% COS, менее 2% CO, менее 0,2% CO₂ и менее 0,2% CS₂.

Пример 1. Процесс осуществляют в вертикально расположенном цилиндрическом реакторе с внутренним диаметром 5 см, выполненном из титана и снабженном резервуаром для расплава серы на его дне.

Окись углерода непрерывно вдувают в расплав серы в положении, находящемся на 3 см ниже уровня свободной поверхности расплавленной серы, с объемной скоростью 3 моль/ч и давлением 0,2 кг/см².

Расплав серы поддерживают при 360°C. Расплав серы находится в турбулентном состоянии вблизи от свободной поверхности. Молярное соотношение S : CO составляет 1,5. Полученную газообразную смесь поддерживают при 575°C в зоне реакции выше резервуара с расплавом серы, в результате чего происходит взаимодействие S с CO. Время реакции составляет 4 с. Далее газообразный продукт реакции охлаждают и получают продукт, содержащий, вес. %: COS 97,5; CO 1,9; CO₂ 0,35; CS₂ 0,25.

Пример 2. Этот пример иллюстрирует влияние температуры расплава серы на чистоту получаемого продукта.

Следуя методике, описанной в примере 1, CO барботируют со скоростью 0,5 моль/ч через расплав серы, поддерживаемый при различных температурах.

Результаты опытов представлены в табл. 1.

Пример 3. Этот пример иллюстрирует влияние температуры реакции на чистоту получаемого карбонилсульфида. Процесс осуществляют также как в примере 1.

Результаты опытов представлены в табл. 2.

Предлагаемый способ позволяет получать продукт с содержанием основного вещества до 98%.

Т а б л и ц а 1

Опыт, №	Температура расплава, °C	Отношение S : CO, моль	Состав газообразного продукта, вес. %			
			COS	CO	CO ₂	CS ₂
1 (сравнительный)	290	0,4	68,0	31,8	0,1	0,1
2	326	1,1	93,1	6,5	0,2	0,2
3	356	1,5	97,9	1,8	0,15	0,15
4	400	5,2	97,5	2,2	0,15	0,15

Т а б л и ц а 2.

Опыт, №	Температура реакции, °C	Состав газообразного продукта, вес. %			
		COS	CO	CO ₂	CS ₂
1 (сравнительный)	500	59,5	40,15	0,2	0,15
2	520	92,5	7,15	0,2	0,15
3	530	97,7	1,9	0,2	0,2
4	550	98,0	1,7	0,15	0,15
5	580	97,5	2,0	0,3	0,2

Продолжение табл. 2

Опыт, №	Температура реакции, С	Состав газообразного продукта, вес. %			
		CO ₂	CO	CS	CS
6	600	96,5	2,9	0,35	0,25
7	630	93,5	3,5	1,7	1,3
8	650	90,1	3,1	3,8	3,0
9 (сравнительный)	670	33,6	3,0	32,1	31,3

Составитель Л. Темирова
Редактор Н. Киштулинец Техред Т. Дубинчак Корректор О. Тигор

Заказ 8008/45

Тираж 463

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ИПП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4