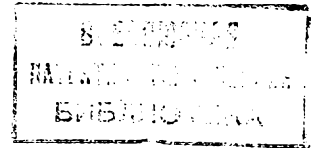




ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГНТ СССР



ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

- 1
- (21) 4347243/23-26
 - (22) 21.12.87
 - (46) 07.11.89. Бюл. № 41
 - (71) Ужгородское отделение Института ядерных исследований АН УССР
 - (72) И.И.Погойда, Г.Н.Шпырко и А.Д.Ониско
 - (53) 661.213(088.8)
 - (56) Чурбанов М.Ф., Скрипачев И.В. Получение и анализ веществ особой чистоты. - М.: Наука, 1978, с.94-98.
 - (54) СПОСОБ ОЧИСТКИ СЕРЫ ОТ ОРГАНИЧЕСКИХ ПРИМЕСЕЙ
 - (57) Изобретение относится к химичес-

- 2
- кой технологии, в частности к способам очистки серы от органических примесей. Цель изобретения - повышение чистоты целевого продукта. Очистку серы осуществляют вакуумной дистилляцией. При этом в очищаемую серу вводят иод в количестве 0,1-0,3 мас.% в виде расплава с серой. При этом образуются иодсодержащие органические соединения, обладающие значительно меньшей летучестью, чем исходные примеси. Способ обеспечивает степень очистки серы приблизительно $5 \cdot 10^{-4}$ мас.%.
1 табл.

Изобретение относится к способам очистки серы от органических примесей и может быть использовано в технологии получения особо чистой серы, применяемой для синтеза полупроводниковых материалов.

Целью изобретения является повышение чистоты целевого продукта.

Согласно способу очистки серы от примесей, включающему вакуумную дистилляцию, перед дистилляцией в серу вводят иод в количестве 0,1-0,3 мас.%, причем иод вводят в виде сплава с серой с содержанием иода 10-15 мас.%. Получение расплава с содержанием иода более 15 мас.% сопряжено с определенными технологическими трудностями, вызванными, по-видимому, ограниченной растворимостью иода в сере. Введение иода в очищаемую серу в виде сплава, содержащего менее 10% иода, не целесообразно вследствие значи-

тельного возрастания трудоемкости подготовки сплава-носителя иода.

При нагревании серы, содержащей в качестве растворенной примеси иод, происходит химическое взаимодействие последнего с органическими примесями - иодирование, в результате которого образуются иодсодержащие органические соединения, обладающие значительно меньшей летучестью, чем исходные. За счет этого при вакуумной дистилляции серы значительное количество органических примесей остается в расплаве и не переходит в газовую фазу, что обеспечивает получение конденсата (целевого продукта - очищенной серы) с пониженным содержанием органических примесей.

Кроме того, содержащийся в очищаемой сере иод ингибирует процесс окисления органических примесей, приводящий к повышению их летучести.

Для удаления избыточного иода про-
водят частичную перегонку серы (1-
2 мас.%) в отдельный приемник до дис-
тилляции основной части загрузки, чем
обеспечивается практически полная
очистка целевого продукта от иода.

Первая порция перегнанной серы
(1-2% от массы загрузки) содержит не-
прореагировавшую часть иода и может
быть использована для введения пос-
леднего в новую порцию очищаемого про-
дукта.

Пр и м е р. Берут 85-90 г серы,
помещают в сосуд из кварцевого стекла
и прогревают до расплавления серы.
В аналогичный сосуд помещают 10-15 г
иода, заливают его расплавленной
серой, гомогенизируют образовавшийся
расплав и охлаждают до комнатной
температуры. Полученный сплав ис-
пользуют в дальнейшем в качестве носи-
теля иода при введении последнего в
очищаемую серу.

600 г серы помещают в реактор из
кварцевого стекла, добавляют к ней
3 г серы, содержащей 10 мас.% иода,
что соответствует содержанию его в ис-
ходном веществе 0,05 мас.%. Реактор
герметизируют, содержимое нагревают
до 125-130°C и выдерживают при этой

температуре в течение 1,0-1,5 ч для
гомогенизации расплава. Затем реак-
тор вакуумируют до остаточного дав-
ления $1-5 \cdot 10^6$ мм рт.ст., повышают
температуру до 250°C и осуществляют
перегонку 1-2% массы загрузки в со-
суд-приемник, после чего перегоняют
при этом же вакууме 80-85% массы се-
ры в другой сосуд-приемник.

Очищенную серу подвергают ана-
лизу на содержание в ней органических
и неорганических примесей.

Результаты представлены в табли-
це.

Как видно из таблицы, введение
иода в количестве 0,1-0,3 мас.%
позволяет значительно повысить степе-
нь очистки серы от органических при-
месей.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ очистки серы от органичес-
ких примесей, включающий вакуумную
дистилляцию, отличающийся
с я тем, что, с целью повышения сте-
пени очистки, перед дистилляцией
в серу вводят иод в количестве 0,1-
0,3 мас.%, причем последний вводят в
виде расплава с серой.

Характеристики	Показатели по примеру				
	1	2	3	4	5 (по извест- ному)
Количество иода, мас.%	0,05	0,1	0,2	0,3	-
Содержание органи- ческих примесей, мас.%*	$1,1 \cdot 10^{-3}$	$7,0 \cdot 10^{-4}$	$5,2 \cdot 10^{-4}$	$5,3 \cdot 10^{-4}$	$2,0 \cdot 10^{-3}$

*Приведены усредненные результаты пятикратного определения.

Составитель Л.Темирова

Редактор Н.Рогоulich

Техред Л.Олийных

Корректор В.Кабаций

Заказ 6714/24

Тираж 435

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г.Ужгород, ул. Гагарина, 101