

20 stycznia 1933 r.

URZĄD PATENTOWY



CO16 47/14

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 17289.

Kl. ~~12 i 17.~~

12 i 17/14

Stanley Issac Levy
(Conaways, Wielka Brytania).

Sposób oczyszczania siarki.

Zgłoszono 9 marca 1931 r.

Udzielono 24 października 1932 r.

Pierwszeństwo: 15 marca 1930 r. (Wielka Brytania).

Siarka otrzymywana z siarki rodzimej zapomocą sposobów fizycznych zawiera naogół tylko niewielkie ilości zanieczyszczeń mineralnych, zazwyczaj siarczan wapnia lub ciała zawierające krzem, lecz siarka otrzymywana zapomocą przeróbki metalurgicznej lub chemicznej minerałów siarczkowych, nie zawierających siarki niezwiązanej, zawiera zazwyczaj zanieczyszczenia bardziej szkodliwe, w postaci związków metali ciężkich i metaloidów, przyczem siarka otrzymana z siarki rodzimej jest naogół prawie wolna od arsenu, gdy tymczasem siarka otrzymana z minerałów siarczkowych zawiera często znaczne ilości arsenu, sięgające w niektórych wypadkach dwóch, a nawet trzech procent.

Przedmiotem niniejszego wynalazku jest tani i bardzo wydajny sposób otrzymywania z siarki surowej siarki bardzo czystej, nie gorszej pod względem gatunku od najlepszej siarki, otrzymywanej z siarki rodzimej, przyczem zanieczyszczenia tej siarki wydzielone zostają w postaci użytecznej. Sposób ten opiera się na odkryciu, iż tlenki, wodorotlenki, węglany, siarczki i podobne związki wielu metalów, zwłaszcza potasowców i wapniowców, wiążą się całkowicie z arsenem, antymonem, bizmutem, chlorem i podobnymi zanieczyszczeniami siarki, gdy ta ostatnia jest w stanie stopionym, przyczem produkty tych związków można oddzielić tak dokładnie, iż otrzymuje się siarkę bez śladu zanieczyszczeń.

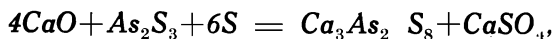
Sposób polega na tem, iż odczynnik oczyszczający, mający naogół postać proszku, a niekiedy tylko — roztworu stężonego, miesza się starannie ze stopioną siarką surową tak, aby zetknęła się ściśle z tym odczynnikiem, co wymaga niekiedy wielu godzin, poczem pozwala się otrzymanej mieszaninie odstać i osadzić.

W roli odczynnika można zastosować wodorotlenek, siarczek, węglan lub dwuwęglan sodowy w ilości przewyższającej nieco ilość tego odczynnika, potrzebną do związania obecnego w siarce arsenu, antymonu lub innych zanieczyszczeń, przyczem odczynnik ten, w stanie stałym lub w postaci stężonego roztworu wodnego, wprowadza się stopniowo do stopionej siarki, mieszając ją energicznie. Ilość potrzebnego odczynnika określa się zapomocą stosunku trzech atomów sodu do jednego atomu arsenu, antymonu lub bizmutu, jak to wynika z równania



Siarczek arsenowy rozpuszcza się, a tioarsenian nie rozpuszcza się zupełnie w siarce stopionej.

W razie użycia związku wapniowców, najlepiej jest użyć go w postaci subtelnej zawiesiny w wodzie lub w postaci wodnistej masy. W wypadku, np., użycia wapna, najlepiej stosować go w postaci zawiesiny jednej części wodorotlenku wapnia na pięć części wody, wywołując wymianę według takiego prawdopodobnie wzoru:



przyczem koniecznem jest użycie wapnia w stosunku dwóch cząsteczek na jeden atom arsenu, antymonu lub bizmutu. W razie użycia siarczku wapniowego, należy go wziąć w stosunku trzech cząsteczek na dwa atomy arsenu.

Gdy odczynnik powyższy wprowadza

się do siarki w postaci roztworu lub zawiesiny w wodzie, to wtedy konieczne jest ogrzewanie, w celu odparowania wody i utrzymania siarki w temperaturze znacznie wyższej od punktu jej krzepnięcia, przyczem najlepiej jest utrzymywać w tym celu temperaturę 125—135°C. Ponieważ gromadzenie się wody jest niepożądane, więc odczynnik powinien być wprowadzany stopniowo do stopionej siarki mieszanej energicznie, a ponieważ siarka może wtedy się pnieć, zwłaszcza, gdy zawiera związki chlorowe, więc powinna znajdować się w naczyniu dość przestronnem i zaopatrzonem w płaszcz lub węzownicę grzejną, albo jedno i drugie jednocześnie.

W wypadku użycia odczynnika w postaci zawiesiny lub roztworu, oczyszczanie siarki można przyspieszyć zapomocą użycia autoklawu działającego pod ciśnieniem, wystarczającym do zapobiegnięcia odparowaniu wody podczas jej wlewania do siarki, przyczem woda zostaje odparowana później zapomocą zmniejszenia ciśnienia w autoklawie.

Produkty reakcji, wraz z pewnym nadmiarem odczynnika oczyszczającego i pewnej ilości porwanej siarki, osiadają zazwyczaj na dno naczynia w postaci błota, ponad którem pozostaje czysta, płynna siarka. Siarkę tę odlewa się z naczynia, zazwyczaj przez zwykły filtr, który może być wykonany z miękkiego piasku, azbestu, gazy metalowej, mieszaniny tych materiałów lub organicznych materiałów włóknistych, np. płótna lnianego, jutowego lub innej tkaniny. Filtr ten zatrzymuje wszelkie ciała obce, które nie osiadły z siarki na dno naczynia. Można również całą mieszaninę siarki z ciałami obcymi, bez osadzania tych ciał obcych, przepuścić, najlepiej pod ciśnieniem, przez filtr zapomocą pompy albo ciśnienia powietrznego lub parowego. Otrzymana wtedy siarka jest bardzo czysta i, praktycznie biorąc, wolna od arsenu i innych zanieczyszczeń.

Otrzymany osad, wynoszący zazwyczaj tylko małą część ilości siarki podlegającej oczyszczaniu, można uwolnić od porwanej siarki zapomocą filtru lub prasy hydraulicznej, działającej w temperaturze powyżej punktu topliwości siarki, albo też można siarkę usunąć zapomocą odpowiedniego rozpuszczalnika, przyczem osad ten może służyć do otrzymywania arsenu lub jego związków.

W wypadku użycia, w roli odczynnika oczyszczającego, związku potasowców, np. siarczku, dwuwęglanu, węglanu lub wodorotlenku sodowego, arsen przetwarza się w tioarsenian rozpuszczalny w wodzie, który można wydzielić z osadu otrzymanego w tym rozpuszczalniku. Z roztworu wodnego można osadzić tioarsenian zapomocą krystalizacji albo też można roztwór ten potraktować dwutlenkiem węgla lub odpowiednim kwasem, w celu strącenia żółtego siarczku arsenowego, przy jednoczesnym wywiązaniu się siarkowodoru.

W razie użycia związku wapniowców, np. wapna lub siarczku wapniowego, powstały tioarsenian jest nierozpuszczalny w wodzie i nie da się łatwo rozłożyć zapomocą kwasów, wobec czego związek taki można zużytkować bezpośrednio, jako środek przeciwko pleśni lub użyźniacz rolny, a wtedy niema potrzeby usuwać zeń pozostałą siarkę.

Zamiast jednego odczynnika, można użyć mieszaninę dwóch lub większej ilości odczynników, np. mieszaninę wodorotlenku lub siarczku wapniowego z wodorotlenkiem lub siarczkiem sodowym, lub wprowadzić do siarki siarczek wapniowy, w celu przyspieszenia usuwania z niej pozostałych śladów zanieczyszczeń po usunięciu głównej masy zanieczyszczeń zapomocą mieszaniny odczynników. Związki potasowców, aczkolwiek usuwają skutecznie zanieczyszczenia z siarki mieszanej energicznie, usuwają dość powoli ostatnie ślady tych

zanieczyszczeń, wobec tego najdogodniej jest użyć najpierw taniego odczynnika, np. wapna, do usunięcia głównej masy zanieczyszczeń, których pozostałe ślady można następnie usunąć zapomocą wodorotlenku lub siarczku sodowego. Podobnie, stosunkowo tani węglan sodowy nie usuwa dostatecznie szybko z siarki pozostałych śladów zanieczyszczeń, jak to czyni wodorotlenek lub siarczek sodowy. Wobec powyższego główną masę zanieczyszczeń można odciągnąć z siarki zapomocą energicznego jej mieszania i dodawania stężonego roztworu węglanu lub dwuwęglanu sodowego, poczem siarkę tę oczyszcza się do reszty zapomocą siarczku lub wodorotlenku sodowego.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób oczyszczania siarki, znamienny tem, że do siarki stopionej wprowadza się odczynnik oczyszczający w postaci związku zdolnego do reagowania z siarczkiem arsenu, celem wytworzenia tioarsenianu, miesza i wydziela produkty reakcji.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że na stopioną siarkę oddziaływa się związkiem potasowca, a następnie oddziela siarkę od otrzymanego osadu, a związek arsenowy zawarty w tym osadzie rozpuszcza w wodzie.

3. Sposób według zastrz. 1 — 2, znamienny tem, że najpierw główną masę zanieczyszczeń wydziela się zapomocą jednego z odczynników, a następnie pozostałe ślady zanieczyszczeń usuwa drugim odczynnikiem.

4. Sposób według zastrz. 1 — 2, znamienny tem, że stosuje się mieszaninę odczynników.

Stanley Issac Levy.
Zastępca: Dr. inż. M. Kryzan,
rzecznik patentowy.