

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

49150

Patent dodatko-
wy do patentu: _____

Zgłoszono: 01. II. 1963 (P 100 654)

Pierwszeństwo: _____

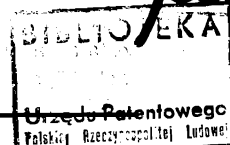
Opublikowano: 15. II. 1956

Kl. ~~12, 17~~

12 i 17/02

MKP

UKD



Współtwórcy wynalazku: Stanisław Leszczyński, Marian Plebankiewicz,
Mieczysław Sosnowski, Wojciech Juros

Właściciel patentu: Zakład Wzbogacania Kopalnych Surowców Chemicz-
nych „Ogorzelec”, Ogorzelec (Polska)

Sposób otrzymywania siarki krystalicznej o wysokiej czystości

1

Przedmiotem wynalazku jest otrzymywanie siarki krystalicznej o wysokiej czystości z siarki rafinowanej. Jak wiadomo siarkę rafinowaną otrzymuje się przez wytapianie koncentratów siarkowych uzyskanych z materiałów siarkonośnych np. na drodze flotacji, oddzielenia ciekłej siarki od złoza np. w filtrach ciśnieniowych i następnie zestalenia ciekłego produktu, który stanowi cenny surowiec do produkcji kwasu siarkowego. Rafinowana opisanym sposobem siarka zawiera 99,76% S; 0,03% popiołu, 0,02% bitumów i 0,04% wilgoci. Znałe są sposoby otrzymywania siarki krystalicznej o wysokiej czystości na drodze krystalizacji siarki rafinowanej z rozpuszczalników organicznych jak np. CS₂. Metody te są jednak kosztowne.

Stwierdzono, że oczyszczenie siarki można przeprowadzić w sposób prosty i tani, bez potrzeby instalowania specjalnych urządzeń.

Sposób według wynalazku polega na oczyszczeniu siarki rafinowanej na drodze jej krystalizacji w specjalnie dobranych warunkach.

Wiadomo, że w przypadku stopienia siarki w tyglu, ostudzenia jej do utworzenia się na jej powierzchni skorupy, przebicia tej skorupy i powolnego wylania ciekłej zawartości z tygla, na brzegu tygla osadzają się kryształy siarki jednoskośnej, stanowiącej odmianę wyżej krzepnącej siarki krystalicznej. Fakt ten nie został jednak dotychczas praktycznie wykorzystany.

2

Stwierdzono, że można wykorzystać w sposób przemysłowy zdolność krystalizowania siarki zasklepionej w skorupie, przez jej powolne wypuszczanie z wnętrza tej skorupy, przy czym otrzymuje się kryształy o wysokiej czystości.

Sposób według wynalazku polega na tym, że ciekłą rafinowaną siarkę wylewa się na podłoże otoczone wałem i pozostawia, do skrzepnięcia jej warstwy zewnętrznej. Po utworzeniu skorupy z zestalonej siarki, skorupę przebija się, po czym wolno wypuszcza z wnętrza powstałej bryły ciekłą siarkę. Przy powolnie prowadzonym procesie na wewnętrznych ścianach skorupy narasta mieszanina kryształów siarki jednoskośnej o temperaturze topnienia około 119°C i rombowej o temperaturze topnienia około 112°C, przy czym im wolniej odpuszcza się ciekłą siarkę, tym większe otrzymuje się kryształy, dochodzące nawet do długości 7 cm. Czystość otrzymanej tym sposobem siarki krystalicznej wynosi 99,99%.

Sposób według wynalazku można korzystnie wykonać przez usypanie na gładkim podkładzie wału ze sproszkowanej rafinowanej siarki o wysokości kilkunastu centymetrów, tworzącego zamkniętą figurę geometryczną, np. prostokąt lub koło. Wewnątrz otoczonej wałem powierzchni wlewa się roztopioną siarkę. Po przeniknięciu ciekłej siarki do usypanego wału powstaje szybko zastygła skorupa. Na skorupie tej usypuje się znowu kilku-

nastocentymetrowy wał z siarki rafinowanej i znowu zalewa ciekłą siarką. W ten sposób otrzymać można bryłę o dowolnych wymiarach, której ściany utworzone są z zastygłej skorupy siarki a wewnątrz wypełnione jest ciekłą siarką. Po upływie 12 do 48 godzin w zależności od wielkości utworzonej bryły i od temperatury otoczenia skorupę przebija się i wypuszcza powoli ciekłą siarkę. Na wewnętrznych ścianach skorupy osadzają się kryształy w ilości kilku procent w stosunku do wylanej siarki. Ze skorupy usuwa się osadzone na niej kryształy mechanicznie np. za pomocą grabi i łopat. Zamiast usypywać wał z rafinowanej siarki można otoczyć podkład obmurem, lub deskami.

Przykład. Przy średniej dobowej temperaturze otoczenia około $+5^{\circ}\text{C}$ usypano na podkładzie zestalacza wał ze sproszkowanej siarki o wymiarach $10\text{ m} \times 8\text{ m}$ i wysokości 15 cm , przy szerokości wału wynoszącej 30 cm , po czym do środka wiano roztopioną rafinowaną siarkę o temperaturze 130°C . Po czterech godzinach na zewnętrznej powierzchni utworzyła się skorupa. Usypano na niej nowy wał w wysokości 15 cm i w odległości około 15 cm od zewnętrznych brzegów, po czym wiano znowu stopioną siarkę. Proces sypania wałów systemem kaskadowym, to znaczy o coraz mniejszym obwodzie oraz wlewanie gorącej siarki prowadzono cztery dni, przy czym bryła osiągnęła wysokość

2 m . Wylano łącznie około 300 ton siarki. Po upływie 12 godzin od ostatniego wylewu przebito otwór w ścianie bryły na wysokości około 50 cm od jej podstawy i zaczęto wypuszczać ciekłą siarkę z szybkością 20 l/minutę . Proces wypuszczania ciekłej siarki w ilości około 80 ton trwał około 3 dni , po czym rozbito łomami skorupę i przy pomocy grabi i łopat usunięto osadzone na jej wewnętrznej powierzchni kryształy. Otrzymano w ten sposób 12 ton siarki krystalicznej o składzie $99,99\% \text{ S}$; $0,004\% \text{ popiołu}$; $0,0003\% \text{ wilgoci}$ i nieznaczne ślady bitumów. Siarka odprowadzona z wnętrza skorupy, jak też sama skorupa stanowią siarkę rafinowaną.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania siarki krystalicznej o wysokiej czystości z siarki rafinowanej, **znamienny tym**, że ciekłą siarkę wylewa się na podłoże otoczone wałem ze sproszkowanej siarki lub otoczone obmurem lub deskami, pozostawia do skrzepnięcia jej warstwę zewnętrzną, po czym skorupę zestawionej siarki przebija się i wolno wypuszcza z jej wnętrza ciekłą siarkę, następnie rozbija się skorupę i usuwa mechanicznie narosłą na jej wewnętrznej stronie mieszaninę kryształów siarki o wysokiej czystości.