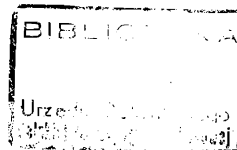


URZĄD PATENTOWY



C 07 d 93 po



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 14040.

Kl. 12 p 1.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).

Sposób otrzymywania zawierających siarkę produktów kondensacji acetylenu.

Zgłoszono 14 stycznia 1929 r.

Udzielono 20 czerwca 1931 r.

Pierwszeństwo: 27 lipca 1928 r. (Niemcy).

Wiadomo, że acetylen może wytwarzać liczne produkty kondensacji, z których zbadano zwłaszcza połączenie z amonjakiem i wodą na ciała, zawierające azot lub tlen, albo połączenie z siarką i siarkowodorem na związki zawierające siarkę. Na tego rodzaju kondensacje wpływają dodatnio ciała kontaktowe, a mianowicie wzmiankowane w literaturze kontakty, zwłaszcza tlenowe lub uwodnione związki pierwiastków zawartych w grupach od 3 do 8 układu perjodycznego.

Stwierdzono obecnie, że otrzymuje się nowego rodzaju produkty kondensacji, skoro acetylen połączyć z siarkowymi związkami amonjaku. Można przytem wy-

chodzić od mieszaniny acetylenu i siarcz-
ków amonowych, jako to NH_4SH lub
 $(NH_4)_2S$, albo też można acetylen zmie-
szać z parami amonjaku i do mieszaniny
tej w komorze kontaktowej doprowadzić
siarkowodór lub pary siarki, albo wreszcie
składniki powyższe wprowadzać oddzielnie
do ogrzanej powyżej $250^{\circ}C$ komory reak-
cyjnej, napełnionej odpowiednimi ciałami
kontaktowymi.

Kondensacja przebiega zapomocą ka-
talizatorów w temperaturze $250-400^{\circ}C$.
Jako katalizatory stosowane być mogą
pierwiastki zawarte w grupach od 1 do 8
układu perjodycznego, a mianowicie tak
pierwiastki jako takie, jak również ich

związki, np. tlenki, wodorotlenki, węglany, chlorki i siarczki miedzi, cynku, glinu, srebra, ~~ciężkiego~~ niklu, antymonu, manganu, molibdenu, żelaza i innych. Związki nadają się siarczki takich pierwiastków, które mogą łączyć się z siarką w stopniu rozmaitym, jako to miedź, srebro, antymon, mangan, cyna, żelazo. Można je stosować pojedynczo lub w połączeniu jeden z drugim lub z kontaktami tlenowymi.

Skoro przez powyżej wymienione ciała kontaktowe przepuszcza się w temperaturze podwyższonej acetylen i siarczki amonowe i wydzielające się z komory reakcyjnej pary silnie ochłodzić, wówczas otrzymuje się wskutek zachodzącej kondensacji płynne produkty reakcji, które oprócz ciał zawierających azot i należących w większej części do szeregu pirydynowego i związków zawierających siarkę, przeważnie w rodzaju tiofenu, składają się z ciał, zawierających azot i siarkę w ilościach zmiennych, o niewyjaśnionej dotychczas budowie. Związki rzeczone często jeszcze słabo zasadowe, składają się z węgla, wodoru, azotu i siarki, przyczem stosunek siarki i azotu jest zmienny i zależy, jak również i ilość tych posiadających często mocną woń ciał, od temperatury reakcji ilości siarki w materiale wyjściowym i rodzaju kontaktu, względnie od połączenia katalizatorów.

O ile z nowych produktów syntetycznych można wydzielić związki jednolite, znajdują one zastosowanie jako półprodukty, a w mieszaninie ze sobą nadają się do celów pławienia minerałów.

Przykład I. Siarczek miedzi osadza się na bryłkach pumeksu lub koksu i rzeczoną masę kontaktową po wysuszeniu w strumieniu azotu umieszcza w kontaktowym naczyniu glinowym. Przepuszczając obecnie w temperaturze 360—380°C mieszaninę 5 l amonjaku, 5 l siarkowodoru i 15 l acetyleny przez powyższy katalizator i skraplając pary opuszczające komo-

rę reakcyjną, otrzymuje się w ciągu godziny 8—10 g cieczy nierozpuszczalnej w alkaliach, która jest mieszaniną związków węglowych, zawierających azot i siarkę.

Przy destylacji 60—70% tej mieszaniny wrze w temp. 105—220°C, 15—20% produktu surowego rozpuszcza się w mocnych kwasach mineralnych. Zasady te zawierają obok azotu zmienne ilości siarki. Również część nierozpuszczalna w kwasach wykazuje obok czystych zawierających siarkę produktów również produkty, zawierające azot i siarkę, to jednak dotychczas nie można było ciał tych zidentyfikować.

Masa kontaktowa, składająca się z siarczku miedzi, jest trwała przez długi czas, a skoro zamiast siarczku miedzi stosuje się siarczki antymonu, srebra lub chlorek żelaza, wówczas w tych samych warunkach tworzą się produkty tego samego rodzaju i o podobnej wydajności. Łącząc natomiast siarczki miedzi z siarczkiem niklu lub kobaltu i stosując jako nośniki ciała o znacznej powierzchni lub tlenki metali, jak: tlenek cynku, molibdenu, żelaza lub żel krzemionkowy, otrzymuje się 2—3-krotnie większą wydajność na godzinę.

Przykład II. Przez mieszaninę siarczków miedzi i kobaltu na podłożu z tlenku cynkowego, umieszczonego w składającym się z tworzywa obojętnego naczyniu kontaktowym i ogrzanego do 360°C, przepuszcza się na godzinę 30 l acetyleny, 10 l amonjaku i pary 1/2 mola siarki, a następnie skrapla produkty, wydzielające się w komorze reakcyjnej. W ten sposób otrzymuje się na godzinę po odciągnięciu nieprzereagowanej siarki, 25—30 g płynnego nierozpuszczalnego w alkaliach produktu surowego, którego zawartość siarki jest większa, niż podana w przykładzie I. Również i w tej mieszaninie znajdują się zawierające azot i siarkę ciała o podobnych wyżej wspomnianych własnościach. Otrzy-

mana mieszanina, wrząca przeważnie w temp. 120—300°C, nadaje się bardzo do pławienia minerałów.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania zawierających siarkę produktów kondensacji acetyleny, znamienny tem, że mieszaninę acetyleny i siarczku amonowego przepuszcza się w temperaturze podwyższonej, najkorzystniej w temperaturze 300—400°C, przez katalizator, składający się z jednego lub więcej pierwiastków, zawartych w grupach od 1 do 8 układu perjodycznego, względnie ze związków tych pierwiastków.

2. Odmiana sposobu według zastrz. 1, znamienna tem, że zamiast gotowych siarczków amonowych przepuszcza się przez katalizator wraz z acetylenem mieszaninę amonjaku i siarkowodoru lub par siarki.

3. Odmiana sposobu według zastrz. 1, znamienna tem, że jako katalizator stosuje się siarczki takich pierwiastków, które mogą tworzyć związki o rozmaitym stopniu siarkowania.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.