

19 grudnia 1925 r.

2

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

COMB 17/16

Nr 2645.

Tubize Artificial Silk Company of America  
(Filadelfja, Pennsylvania, Stany Zjednoczone Ameryki).

Kl. 12-18

120, 17/16

### Sposób wytwarzania gazu siarko-wodorowego.

Zgłoszono 15 października 1924 r.

Udzielono 31 lipca 1925 r.

Pierwszeństwo: 15 kwietnia 1924 r. (Stany Zjednoczone Ameryki).

Wynalazek niniejszy dotyczy wytwarzania gazu siarkowodorowego w stanie tak czystym, że nadaje się on do wyrobu wodorosiarczków stosowanych do denitracji jedwabiu z nitrocelulozy.

Nowy ten proces opiera się na znanej reakcji wytwarzania gazu siarkowodorowego przez nagrzewanie siarki z olejem smołowym lub produktami naftowymi, w rodzaju np. ropy meksykańskiej, ciężkiego oleju naftowego, oleju parafinowego lub asfaltu.

Wynalazek niniejszy daje sposób, odznaczający się większą wydajnością z zachowaniem jednak tej samej czystości, wytwarzanego gazu.

Wynalazek polega na oczyszczaniu gazu siarkowodorowego, wytwarzanego, sto-

sownie do życzenia, w temperaturze 200° — 400° C, przepuszczaniem go przez materiał silnie chłonący, np. galaretę krzemową, węgiel czynny (aktywowany), koks lub węgiel drzewny.

Znaleziono, że przy nagrzewaniu siarki z ciężkimi olejami płynnymi, odpowiednio dobranymi, rozpoczyna się powstawanie siarkowodoru w temperaturze stosunkowo już niskiej, około 125° C, przechodzące w proces gwałtowniejszy pomiędzy 200° — 300° C. Celem doprowadzenia reakcji do końca i uzyskania wydajności największej, należy podnieść temperaturę mieszaniny siarki i oleju węglowodorowego do mniej więcej 400° C; z podniesieniem jednak temperatury powyżej 350° C wywiązują się cuchnące gazy merkaptanowe, zanieczy-

Szczające siarkowodór. Skoro ten ostatni zostanie wprowadzony do roztworu siarczku sodowego, żrącego ługu sodowego lub mleka wapiennego dla wytworzenia wodorosiarczku, przykry ten zapach udziela się roztworowi i czyni go bądźto nieprzyjemnym w użyciu, bądź zupełnie nieprzydatnym, np. do denitracji jedwabiu sztucznego.

Wynalazek niniejszy pozwala oczyszczać siarkowodór od związków merkaptanowych w drodze przepuszczania go przez pewne materiały, posiadające w stopniu wysokim zdolność pochłaniania, jako to żel krzemowy, węgiel czynny, koks lub węgiel drzewny. Materiały te pochłaniają związki merkaptanowe, pozostawiając jedynie czysty siarkowodór, który, po wprowadzeniu go do odpowiedniej cieczy chłonej, wydaje roztwory wodorosiarczku nader czyste i wolne od wszelkiego przykrego zapachu. Węgiel drzewny nadaje się doskonale w tym celu, górując nad innymi materiałami swą taniością.

Skoro nagrzana mieszanina osiągnie temperaturę około 200° C, następuje rozszczepienie oleju; powstające opary benzyny i nafty można skraplać i używać do celów odpowiednich, korzystniej jest jednak prowadzić proces niniejszy z zastosowaniem odpływu zwrotnego, t. j. ze skraplaniem i odprowadzaniem tych węglowodorów do ogrzewanego zbiornika, zawierającego przerabianą mieszaninę, aby wstępowały one znowu w reakcję z siarką. Stosowanie odpływu zwrotnego wykazuje jeszcze te zalety, że odprowadza do układu odparowaną ewentualnie siarkę, która inaczej zostałaby odsublimerowana. Sposób ten pozwala sprowadzić ilość siarki do 0,875 oleju bez obniżki wydajności siarkowodoru.

Poniżej podaje się dwa przepisy urzędowego niniejszego sposobu.

Przykład I. 1000 części na wagę siarki i 1500 części ciężkiego meksykańskiego oleju palnego miesza się dokładnie w że-

laznym kotle i nagrzewa stopniowo do temperatury około 400° C, w której powstawanie siarkowodoru ustaje. Podczas reakcji przepędza się około 500 funtów benzyny, ewentualnie nafty, skraplając je przez ochładzanie. Gaz siarkowodorowy płynie naprzód przez zbiornik z rozszczepionym olejem dla zatrzymania siarki, a następnie przez jeden lub kilka zbiorników chłodniczych, napełnionych węglem drzewnym, wreszcie bądź skrapla się go, bądź przerabia na roztwór siarkowodorowy metodami powszechnie znanymi. Skoro węgiel utraci swą zdolność pochłaniania zanieczyszczeń merkaptanowych, można go ożywić przegrzaną parą. Osad, powstający w postaci produktu ubocznego, wskutek reakcji pomiędzy olejem węglowodorym i siarką, nadzwyczaj czysty otrzymuje się w stanie sproszkowanym, co ułatwia usuwanie go z kotła. Można go formować w cegielki przy pomocy ropy lub asfaltu i tłoczenia, albo też używać do wytwarzania gazu, ewentualnie do celów redukcji lub tym podobnych.

Przykład II. 875 części na wagę ropy, uprzednio nagrzanej do 200° C, ładuje się do żelaznego kotła, posiadającego mieszadła, tudzież chłodnicę zwrotną lub powietrzną, z dziurkowanymi dnami. Do kotła tego wprowadza się stopniowo 1000 części na wagę stopionej siarki, podnosząc temperaturę, aż osiągnie ona 400° C, i wytwarzanie siarkowodoru ustanie. Gaz siarkowodorowy płynie przez wieżę, napełnioną węglem czynnym, ochładzając się jednocześnie, i zostaje następnie skroplony albo wprowadzony do odpowiedniej cieczy chłonej, skoro chodzi o wyrób roztworu wodorosiarczku.

#### Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania gazu siarkowodorowego przez nagrzewanie mieszaniny oleju węglowodorowego z siarką, znamien-

ny oczyszczaniem gazu siarkowodorowego, wyzwalanego podczas tej obróbki, przepuszczaniem go przez materiał o wysokiej zdolności pochłaniania.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny ogrzewaniem mieszaniny oleju węglowodorowego z siarką z zastosowaniem odpływu zwrotnego.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny nagrzewaniem mieszaniny oleju węglowodorowego z siarką w temperaturze 200° — 400° C.

4. Sposób według zastrz. 1, 2 lub 3, znamieny zastosowaniem, zawierającego węgiel, materiału o wysokiej zdolności pochłaniania, np. węgla aktywowanego, koksu lub węgla drzewnego.

5. Sposób według zastrz. 1, 2 lub 3,

znamieny zastosowaniem w charakterze ciała pochłaniającego — żelu krzemowego.

6. Sposób według zastrz. 1, 2, 3, 4 lub 5, znamieny nagrzewaniem ciężkiego oleju palnego w temperaturze około 200° C ze stopniowem wprowadzaniem siarki do nagrzewanego oleju w stosunku około jednej części siarki na 0,8 do 1,2 części oleju i podnoszeniem temperatury mieszaniny do mniej więcej 350° — 400° C.

7. Sposób według zastrz. 4, 5 lub 6, znamieny tem, że proces pochłaniania prowadzi się przy ochładzaniu.

Tubize Artificial Silk  
Company of America.

Zastępca: M. Skrzypkowski,  
rzecznik patentowy.