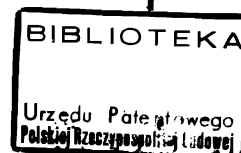


25 czerwca 1930 r.



Colc 1/24



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 11905.

Christian Johannes Hansen
(Essen-Ruhr, Niemcy).

Kl. ~~12 k~~
12k, 1/2k

Sposób otrzymywania siarczanu amonowego i siarki z rodanku amonowego.

Zgłoszono 6 października 1928 r.

Udzielono 10 kwietnia 1930 r.

Pierwszeństwo: 14 kwietnia 1928 r. dla zastrz. 1—6; 6 lipca 1928 r. dla zastrz. 7—8 (Niemcy).

Znane jest hydrolityczne rozszczepianie roztworów rodanku amonowego, otrzymywanych np. przy oczyszczaniu gazów wydestylowanych z węgla, uskuteczniane zapomocą ogrzewania z kwasami, zwłaszcza z rozcieńczonym kwasem siarkowym. Otrzymuje się przytem z jednej strony siarczan amonowy, z drugiej zaś tlenosiarczek węgla, względnie z tego ostatniego przez działanie wody tworzy się dwutlenek węgla i siarkowódór.

Sposób ten ze względu na dużą ilość kwasu siarkowego i przeprowadzenie procesu jest kosztowny, a prócz tego związki siarki, tworzące się podczas procesu, wymagają przeróbki osobnej.

Wynalazek niniejszy, w przypadku zastosowania jakiegokolwiek sposobu tionia-

nowego w celu otrzymywania siarczanu amonowego i siarki zawartej w gazie, daje łatwy i tani sposób techniczny, nie wymagający nakładu materiałów, a zwłaszcza kwasu siarkowego, przy zastosowaniu którego rodanek amonu w jednym jedynym zabiegu którejkolwiek z metod tionianowych przeprowadza się w siarczan amonowy i siarkę. Nowy sposób polega na tem, że hydroliza rodanku amonowego odbywa się zapomocą ogrzania przeznaczonych do rozłożenia na siarczan i siarkę roztworów płócnnych, otrzymanych podczas płókania. Roztwory takie, jako składniki czynne, zawierają wielotioniany albo odpowiednią ilość tiosiarczanu i związanego z nim kwasu siarkowego, z którego, jak wiadomo, tworzy się czynny wielotionian.

Oprócz wielotionianów roztwory takie mogą zawierać również tiosiarczan, siarczyn i kwaśny siarczyn. Pod działaniem wielotionianów sole te przetwarzają się na siarczany amonowy i siarkę.

Gładki rozpad takich roztworów na siarczany i siarkę zależy, jak wiadomo, od stosunków ilościowych między poszczególnymi składnikami, a mianowicie na każdy mol wielotionianu winno przypadać 2 mole siarczynu albo tiosiarczanu, zaś na każde 2 mole kwaśnego siarczynu — 1 mol siarczynu albo tiosiarczanu. W razie obecności nadmiaru siarczynu lub tiosiarczanu, rozkład nie dobiega końca, ponieważ roztwór oprócz siarczanu zawiera jeszcze nierozłożony tiosiarczan. W razie obecności nadmiaru wielotionianu lub siarczynu tworzy się przede wszystkim, przy pracy w naczyniach zamkniętych, odpowiednia ilość wolnego kwasu siarkowego oprócz siarczanu amonowego.

Ponieważ przy hydrolizie rodanku amonowego tworzący się amonjak zużywa kwas siarkowy, a zatem, zwiększając stosunki ilościowe zawartości wielotionianu lub dwusiarczynu w roztworze odpowiednio do ilości przerabianego rodanku amonowego, można niezbędną ilość kwasu wytworzyć w samym roztworze, co uskutecznia się, doprowadzając większą ilość kwasu siarkowego do roztworu płócnego. Również przez dalsze zwiększanie zawartości wielotionianu albo kwaśnego siarczynu można osiągnąć usuwanie tworzącego się przy hydrolizie z rodanku amonowego siarkowodoru (poprzez tlenosiarczki węgla) przez reakcję z temi związkami.

Sposób niniejszy można również wykonać, ogrzewając rodanek amonowy tylko z roztworami dwusiarczynu, mogącemi zawierać pewną ilość siarczynu. Hydrolizę rodanku amonowego można również prowadzić zapomocą kwasu siarkowego.

Sposób prowadzi się najprzód w temperaturach znacznie przewyższających

100°C, np. około 140°—160°C, i pod ciśnieniem. Rodanek amonowy może przytem uprzednio znajdować się w roztworze. Jeśli przy oczyszczaniu gazów całą zawartą w nich ilość związków cyjanowych otrzymuje się osobno w postaci rodanku amonowego, to cały otrzymany przytem roztwór można dodać do roztworu płócnego, służącego do usuwania amonjaku i siarkowodoru. Albo też prowadząc odpowiednio proces płókania, całą zawartość związków cyjanowych wraz z amonjakiem i siarkowodorem można z gazów wyłókiwać w jednym jedynym zabiegu. Przy otrzypywaniu rodanku amonowego zapomocą osobnego płókania można otrzymywany przytem roztwór rodanku amonowego wtłaczać do odpowiednio ogrzanego naczynia rozkładowego. Tak samo można uprzednio podgrzany roztwór wielotionianów, zawierający rodanek amonu i przeznaczony do rozkładu, wtłaczać do odpowiednio ogrzanego naczynia rozkładowego.

Dalej wykryto, że taką samą przemianę rodanku amonowego i innych soli rodanowych na siarczany i siarkę można uskutecznić przez ogrzewanie razem z tiosiarczanami i kwasem siarkowym.

Próbowano już rozkładać rodanek amonowy zapomocą ogrzewania z kwasem siarkowym lub kwaśnym siarczanem amonowym. Sposób ten jednakże nie nadaje się do zastosowania w technice, ponieważ wywiązujący się przytem kwas rodanowodorowy niszczy naczynia. Pracując natomiast niniejszym sposobem, unika się wszystkich tych niedogodności.

Specjalną wartość wykazuje sposób ten przy prowadzeniu jak wyżej procesu z zastosowaniem kwasu siarkowego, dwusiarczynu albo wielotionianów, gdzie otrzymuje się roztwory siarczanów, zawierające nadmiar kwasu siarkowego. W tym przypadku ma się możliwość ponownego wprowadzenia do procesu rozkładowego ługów

macierzystych mniej lub więcej zakwaszonych kwasem siarkowym, otrzymywanych przy odparowywaniu kwaśnego roztworu siarczanu amonowego.

Przykład I. Do wodnego roztworu 100 kg rodanku amonowego i 389,3 kg tiosiarczanu amonowego dodaje się 1289 kg kwasu siarkowego 20%-owego i roztwór ogrzewa się do 200°C w autoklawie zaopatrzonej w kwasoodporne omurowanie albo wykładzinę ze stopu stali niklowo-chromowej. Po dwóch godzinach cały roztwór zamienia się na siarczan amonowy, siarkę i dwutlenek węgla.

Przykład II. Do roztworu 100 kg rodanku amonowego i 2143 kg tiosiarczanu amonowego w 2500 kg wody dodaje się 3220 kg kwasu siarkowego 20%-owego i mieszaninę przerabia się jak w przykładzie I.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób przerabiania rodanku amonowego na siarczan amonowy i siarkę w zakresie sposobu tionianowego, znamienny tem, że rodanek amonu ogrzewa się razem z roztworami, zawierającymi wielotioniany.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że rodanek amonu przeprowadza się w siarczan amonowy i siarkę zapomocą ogrzewania z tiosiarczanem i kwasem siarkowym.

3. Sposób według zastrz. 1, znamien-

ny tem, że ogrzewanie odbywa się razem z roztworami kwaśnego siarczynu amonowego albo z roztworem siarczynowo-dwusiarczynowym amonu.

4. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że ogrzewa się jedynie w obecności wolnego kwasu siarkowego.

5. Sposób według zastrz. od 1 do 4, znamienny tem, że proces prowadzi się w temperaturach przekraczających 140°C.

6. Sposób według zastrz. od 1 do 5, znamienny tem, że przeznaczone do rozłożenia roztwory, zawierające rodanek amonu, wtlacza się do naczyń ogrzanych do temperatury rozkładu.

7. Sposób rozkładania soli kwasu rodanowodorowego, a zwłaszcza rodanku amonowego według zastrz. 1, znamienny tem, że rozkład rodanku amonowego uskutecznia się zapomocą kwasu siarkowego w obecności tiosiarczanu.

8. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że przy rozkładaniu rodanku amonowego nadmiarem materiałów, wymienionych w zastrz. od 1 do 6, ługi macierzyste, otrzymywane przy odparowywaniu kwaśnych roztworów siarczanowych, stosuje się do przeróbki dalszych ilości roztworów, zawierających tiosiarczany i rodanek amonu.

Christian Johannes Hansen.

Zastępca: I. Myszczyński,
rzecznik patentowy.