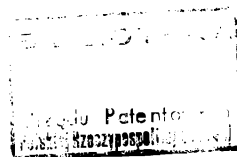


Warszawa, 25 czerwca 1934 r.

URZĄD PATENTOWY

Colb 17/14

2



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 19972.

Kl. 12 i, 17.
120, 17/14

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

Sposób czyszczenia siarki, zawierającej smołę lub bitumy, przy pomocy oleum.

Zgłoszono 29 listopada 1932 r.

Udzielono 11 kwietnia 1934 r.

Pierwszeństwo: 16 grudnia 1931 r. dla zastrz. 2; 5 lutego 1932 r. dla zastrz. 3 (Niemcy).

Proponowano już traktować siarkę, zawierającą smołę, w postaci roztworu w dwusiarczku węgla przy pomocy oleum, celem usunięcia części mazistych. Sposób ten nie znalazł jednakowoż praktycznie zastosowania, ponieważ łatwo następuje wzrost temperatury, który prowadzi do reakcji ubocznych, zwłaszcza do działania trójtlenku siarki na dwusiarczek węgla, oraz do eksplozji.

Okazało się, iż można sposób przeprowadzić na skalę techniczną bez wymienionych trudności, uzyskując siarkę bardzo czystą, jeśli oleum stosuje się w dużym nadmiarze albo w takich ilościach, które akurat wystarczają do oczyszczenia roztwo-

ru siarki. Pracuje się np. w ten sposób, iż do określonej ilości oleum, raz wprowadzonego do naczynia z mieszałem w temperaturze zwykłej lub nieco podwyższonej w nieobecności wody, wprowadza się porcjami bezwodny roztwór siarki w dwusiarczku węgla i traktowaną porcję każdorazowo usuwa przed wprowadzeniem nowej porcji.

Naprzykład pracuje się następującym sposobem.

Oczyszczaną siarkę rozpuszcza się w dwusiarczku węgla i z roztworu usuwa wodę, która przy rozpuszczaniu tworzy emulsję wskutek obecności smoły lub z innych powodów. Usunięcie wody jest ważne, ponieważ woda zużywa oleum oraz z powodu

wzrostu temperatury, co przy niskim punkcie wrzenia dwusiarczku węgla wytwarza niebezpieczne wysokie ciśnienia, które mogą spowodować wspomniane na wstępie eksplozje. Pozbawiony wody roztwór miesza się z większą ilością oleum niż potrzeba do czyszczenia tak długo, aż ustali się temperatura. Oleum ze składnikami smoły opada na dno, a górną warstwę roztworu siarki odlewa się. Do pozostałego w naczyniu oleum dodaje się następnie dalszą porcję i tak długo powtarza zabieg, jak długo jakość otrzymanej siarki jest bez zarzutu. Praktycznie trwa to tak długo, aż nie zużyje się wolny trójtlenek siarki, co poznaje się po tem, iż przy traktowaniu nie następuje już wzrost temperatury. Ilość oleum dobiera się tak, aby oczyścić pięć lub więcej ładunków, zależnie od zawartości smoły lub bitumu w siarce.

Postępuje się przytem w ten sposób, że oczyszczany roztwór siarki, np. w dwusiarczku węgla, miesza się z dodatkiem małych ilości oleum w naczyniu zaopatrzonem w urządzenie do szybkiego mieszania. Można jednakowoż przytem dodawać najwyżej 5%, najlepiej 1% objętościowy lub mniej oleum, licząc na ilość roztworu.

Takie postępowanie jest również całkiem bezpieczne nawet wówczas, jeśli podczas oczyszczania dostanie się do roztworu przypadkowo woda, ponadto posiada powyższe postępowanie tę zaletę, iż otrzymuje się tylko bardzo małe ilości produktów utlenienia dwusiarczku węgla, usunięcie których, zwłaszcza szkodliwego dwutlenku siarki, może poważnie podrożyć sposób.

Pozbawiony smoły roztwór siarki w dwusiarczku węgla można jeszcze dla usunięcia dwutlenku siarki, utworzonego ewentualnie przez utlenienie rozpuszczalnika, i ewentualnie obecnych małych ilości zemulgowanej smoły, traktować kwasem siarkowym o umiarkowanej zawartości wody albo środkami absorbcyjnymi, jak węgiel aktywny, glinika, ziemia bieląca, nieorganicz-

ne żele i podobnemi, albo środkami wiążącemi, jak wapno gaszone lub zwilżone, palone wapno, lub roztworami dwusiarczynów. Po oddestylowaniu dwusiarczku węgla otrzymuje się błyszczącą żółtą siarkę nadzwyczaj czystą. W pewnych przypadkach korzystnie jest następnie traktować siarkę na ciepło parą wodną lub gazami najlepiej z zastosowaniem zmniejszonego ciśnienia.

Przykład I. W myśl poniższej tabeli dodaje się kolejno pięciokrotnie do tej samej ilości oleum (10 litrów) po 210 — 250 litrów roztworu siarki w dwusiarczku węgla. Przy dodaniu każdej porcji miesza się ciecz aż do ustalenia się temperatury. Następnie oddziela się warstwy po odstaniu się, jak w opisie podano.

Porcja	Roz- twór S w CS ₂ w litr.	Tem- pera- tura rozpu- szczania w C°	oleum w litr.	czas mie- szania w min.	tem- pera- tura koń- cowa C°	pod- wyżka tem- pera- tury C°
I	250	20	10	3	26	6
II	210	20		4	26	6
III	210	20		5	23,5	3,5
IV	210	20		5	22	2
V	210	20		7	21	1

Otrzymywany roztwór siarki jest praktycznie pozbawiony smoły. Temperatury roztworów utrzymuje się możliwie między 15 — 30°C.

Jeśli siarka zawiera tylko nieznaczne ilości organicznych zanieczyszczeń, można stosować oleum do 20 lub więcej porcyj roztworu siarki bez obawy.

Przykład II. 4 litry 35% roztworu siarki w dwusiarczku węgla o zawartości 2% zanieczyszczeń smołowych miesza się w temperaturze 20°C miesządem, obracającym się z szybkością 950 obrotów na minutę, i do utworzonego stożka próżniowego wprowadza się 25 cm³ oleum (=0.6% ob-

jętościowym) o ciężarze właściwym 1.91. Następuje lekkie podwyższenie temperatury; po ukończeniu wzrostu temperatury (około 1 minuta) reakcja jest ukończona. Po oddzieleniu oleum, zawierającego zanieczyszczenia, oraz ewentualnych zawiesin i rozpuszczonego dwutlenku siarki przez wymycie lub traktowanie roztworu środkami absorbcyjnymi i po oddestylowaniu dwusiarczku węgla otrzymuje się bardzo czystą siarkę.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób oczyszczania siarki, zawierającej smołę lub bitumy, przez rozpuszczenie surowca w dwusiarczku węgla i traktowanie oleum, znamienny tem, że oleum stosuje się w dużym nadmiarze albo w ilościach akurat wystarczających do oczyszczenia siarki.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że roztwór siarki dodaje się, stale

mieszając, porcjami do określonej ilości oleum, wprowadzonego do naczynia, przy temperaturze zwykłej lub nieco podwyższonej, a przed dodaniem następnej porcji usuwa z roztworu siarki oczyszczoną porcję poprzednią.

3. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że w roztworze siarki rozprowadza się oleum w ilości najwyżej 5%, a najlepiej 1% lub mniej, przy pomocy szybko obracającego się mieszałki, a po oddzieleniu kwasu i ewentualnych zanieczyszczeń oddestylowuje rozpuszczalnik.

4. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamienny tem, że oczyszczone roztwory siarki traktuje się następnie środkami absorbcyjnymi.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.

Zastępca: Dr. inż. M. Kryzan,
rzecznik patentowy.