

25 stycznia 1933 r.

CO16 17/14

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 17303.

Stanley Issac Levy
(Conaways, Wielka Brytania).

Kl. 12 i 17.

120, 17/14

Sposób oczyszczania siarki.

Zgłoszono 9 marca 1931 r.

Udzielono 24 października 1932 r.

Pierwszeństwo: 15 marca 1930 r. (Wielka Brytania).

Siarka, otrzymana z minerałów siarcz-
kowych lub jej związków zapomocą spo-
sobów metalurgicznych i chemicznych, po
jej skropleniu lub strąceniu w odpowiedni
sposób, zawiera zazwyczaj niewielkie ilo-
ści zanieczyszczeń, w postaci związków ar-
senu, antymonu, selenu i innych pierwiast-
ków, znajdujących się w materiale siarko-
nośnym. Te zanieczyszczenia stają się lot-
ne w warunkach procesu otrzymywania
siarki. W wypadku, np., otrzymania siarki
zapomocą chlorowania, otrzymana siarka
może zawierać chlor i jego związki. Te za-
nieczyszczenia zmniejszają wartość han-
dlową siarki i psują jej barwę.

Przedmiotem niniejszego wynalazku
jest tani, prosty i skuteczny sposób usuwa-
nia z siarki rzeczonych zanieczyszczeń, w

postaci użytecznej, a zwłaszcza arsenu,
gdy takowy znajduje się w siarce w do-
statecznej ilości. Wynalazek wyjaśniony
jest na przykładzie oczyszczania siarki
pochodzącej z innego źródła, którą należy
uwolnić od arsenu i innych zanieczyszczeń.

Sposób polega na traktowaniu siarki
chlorem lub chlorkiem siarki, przyczem
powstałe wtedy chlorki arsenu, antymonu
i selenu, zostają usunięte zapomocą odpa-
rowania. W tym celu do siarki wprowadza
się chlor lub chlorek siarki w ilości, prze-
wyższającej ilość tych odczynników po-
trzebną do wytworzenia chlorków z pier-
wiastków obcych, obecnych w siarce. Na-
stępnie otrzymane chlorki lotne usuwa się
zapomocą destylacji lub wypłókiwania,
albo też obu tych sposobów jednocześnie,

a wkońcu usuwa się z siarki chlor pozostały w postaci chlorku siarki zapomocą pary wodnej.

Chlor lub chlorek siarki można wprowadzić do siarki, będącej w postaci pary lub też w postaci płynu, przyczem w pierwszym wypadku jedne chlorki lotne mogą ulotnić się przez skraplacz siarki, zwłaszcza gdy są w niej obecne gazy obojętne, a inne chlorki lotne mogą się skroplić wraz z siarką. Przekonano się, że stopiona siarka zatrzymuje uporczywie niewielką ilość arsenu nawet wtedy, gdy ma on postać chlorku. Zarówno w wypadku wprowadzania chloru lub chlorku siarki do siarki w stanie pary, jak i w postaci płynu, może więc być potrzebnem usuwanie lotnych chlorków z płynnej siarki, co można wykonać zapomocą poddania jej bardzo niskiemu ciśnieniu, wynoszącemu, np. 25—50 mm słupa rtęci, lub zapomocą energicznego wypłókiwania stopionej siarki strumieniem powietrza lub gazu obojętnego, przyczem wypłókiwanie i niskie ciśnienie można również stosować jednocześnie.

Prosty sposób wypłókiwania polega na tem, iż stopiona siarka spływa w stanie bardzo rozproszonym ku dołowi wieży, w której wznosi się strumień powietrza lub gazu obojętnego, albo też stopiona siarka wtryskiwana jest do komory poprzez strumień powietrza lub gazu obojętnego, wprowadzanego do tej komory pod ciśnieniem. Gazy uchodzące zawierające chlorki lotne przepuszcza się przez wieżę lub inne urządzenie wypłókujące, do którego wprowadza się wodę lub odpowiedni roztwór wodny, jak np. roztwór wodorotlenku lub węglanu sodowego, a wtedy rzeczony chlorki lotne ulegają rozkładowi, a powstałe tlenki lub oksychlorki zostają strącone.

Gdy siarka podlegająca oczyszczaniu zawiera więcej, aniżeli ślady arsenu, to wówczas trzeba ją potraktować, gdy jest w stanie płynnym, pewnym nadmiarem chlorku siarki, poczem oddestylowuje się

część powstałego chlorku arsenowego, który można otrzymać w odpowiednim skraplaczu. Destylację chlorku arsenowego można sobie ułatwić zapomocą mieszania, podniesienia temperatury, obniżenia ciśnienia lub wszystkich tych sposobów jednocześnie. Stwierdzono, że w obecności nawet bardzo małej ilości chlorku siarki, stopiona siarka nie ciemnieje i nie staje się lepka w temperaturach powyżej 160°, jak to czyni siarka czysta, lecz jest nadal rzadką i przezroczystą, dzięki czemu można ją mieszać z łatwością w temperaturach, które w innym wypadku uczyniłyby ją bardzo lepka. Nawet w wysokich temperaturach i pod niskimi ciśnieniami w siarce mogą powstać ślady chlorku arsenowego, wobec czego, jeżeli się pragnie usunąć z niej arsen całkowicie, należy zwykle zastosować względem siarki, z której już oddestylowano większość chlorku arsenowego, wypłókiwanie zapomocą powietrza lub gazu obojętnego.

Gdy siarka zawiera arsen i antymon w ilościach takich, iż opłaca się odciągać z niej te pierwiastki, to wtedy większą część zawartości arsenu i antymonu w siarce usuwa się z łatwością zapomocą potraktowania jej niewielkim nadmiarem chloru lub chlorku siarki, poczem resztę tych zanieczyszczeń odparowuje się i przerabia otrzymane pary; lecz gdy siarka zawiera selen, to można go usunąć jedynie tylko zapomocą użycia znacznego nadmiaru chloru lub chlorku siarki. Najlepiej jest wtedy mieszać siarkę stopioną ze znacznym nadmiarem chlorku siarki, np. z ilością stanowiącą od ćwierci do połowy wagi siarki podlegającej oczyszczaniu. Wówczas większość niezmienionego chlorku siarki, unoszącego arsen, antymon i selen, usuwa się zapomocą obniżenia ciśnienia poniżej 100 mm słupa rtęci, poczem otrzymany destylat można frakcjonować lub mieszać z niewielką ilością gorącej wody, w zależności od rodzaju obecnych zanie-

czyszczeń, w celu odzyskania większości chlorku siarki do dalszego użytku. Stopioną siarkę wypłókuje się następnie podobnie, jak poprzednio, powietrzem lub gazem obojętnym lub poddaje przez krótki okres czasu stosunkowo niskiemu ciśnieniu, np. 20—25 mm słupa rtęci, w temperaturze, przewyższającej punkt topliwości siarki, np. 120—150°C, w celu usunięcia ostatnich śladów zanieczyszczeń.

Po całkowitem usunięciu innych zanieczyszczeń siarka zawiera jeszcze ślady chlorku siarki, które należy usunąć, chcąc otrzymać siarkę wysokiego gatunku. W tym celu stopioną siarkę wypłókuje się parą wodną, w postaci strumienia lub w wieży, podobnie jak to uczyniono w poprzednim wypadku zapomocą powietrza lub gazu obojętnego. Stopioną siarkę oczyszczoną filtruje się, w razie potrzeby, zapomocą odpowiedniego filtru, wykonanego z piasku, azbestu, gazy metalowej, płótna lnianego lub innej tkaniny filtrującej, i otrzymuje siarkę wolną całkowicie od reszty śladów zanieczyszczeń i chloru. Siarka otrzymana w powyższy sposób jest bardzo czysta i posiada dobrą barwę.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób oczyszczania siarki, znamienny tem, że wprowadza się do niej chlor lub chlorek siarki, a następnie usuwa powstałe ciała lotne.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że siarkę poddaje się działaniu pary wodnej, w celu usunięcia śladów siarki.

3. Sposób według zastrz. 2, znamienny tem, że siarkę już oczyszczoną filtruje się w stanie stopionym, jeszcze przed jej skrzepnięciem.

4. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że siarkę w postaci pary lub płynu traktuje się chlorem lub chlorkiem siarki, frakcjonuje lub przemywa otrzymany produkt, ewentualnie stosuje się oba te za-

biegi razem, w celu usunięcia zeń chlorków lotnych i wreszcie usuwa chlorki pozostałe w siarce zapomocą pary wodnej.

5. Sposób według zastrz. 1—4, znamienny tem, że usuwa się wszelkie lotne chlorki pozostałe w siarce zapomocą wymywania lub poddania niskiemu ciśnieniu, ewentualnie stosuje oba te zabiegi razem.

6. Sposób według zastrz. 1—5, znamienny tem, że siarkę w postaci płynu lub pary traktuje się chlorem lub chlorkiem siarki w ilości, przewyższającej nieco ilość potrzebną do wytworzenia chlorków arsenu i antymonu, poczem powstałe chlorki lotne oddestylowuje się i skrapla lub strąca większą część lotnych związków arsenowych i innych, a wreszcie usuwa pozostałość chlorków arsenowych i innych z siarki stopionej zapomocą wymywania lub poddania siarki niskiemu ciśnieniu, względnie stosuje oba te zabiegi razem.

7. Sposób według zastrz. 1—6, znamienny tem, że siarkę stopioną miesza się z chlorem lub chlorkiem siarki w ilości, przewyższającej znacznie ilość potrzebną do przetworzenia zanieczyszczeń w chlorki lotne, poczem niezmieniony chlorek siarki oddestylowuje się wraz ze związkami arsenu, antymonu i selenu i przerabia destylat w celu odzyskania chlorku siarki, a następnie stopioną siarkę wymywa się powietrzem lub gazami obojętnymi lub poddaje niskiemu ciśnieniu, względnie stosuje oba te zabiegi razem, a w końcu oczyszcza siarkę zapomocą wymywania parą wodną.

8. Sposób według zastrz. 1—7, znamienny tem, że gazy zawierające chlorki lotne przepuszcza się przez wieżę lub inną płótkę, zasilaną roztworem wodnym wodorotlenków potasowców, w celu rozłożenia chlorków lotnych.

Stanley Issac Levy.
Zastępca: Dr. inż. M. Kryzan,
rzecznik patentowy.