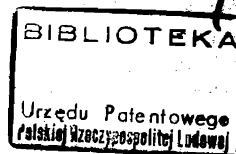




CO 1 b 17/20



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 40962

Kl. 12 i, 18
12 i, 17/20

VEB Leuchtstoffwerk Bad Liebenstein *)

Bad Liebenstein, Niemiecka Republika Demokratyczna

Sposób wytrącania siarczków o wysokiej czystości i jednorodności z roztworów soli metali za pomocą siarkowodoru oraz urządzenie do wykonywania tego sposobu

Patent trwa od dnia 23 sierpnia 1955 r.

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania siarczków, wytrącanych z roztworów metali za pomocą H_2S i nadających się zwłaszcza do celów chemiluminescencyjnych oraz urządzenia do wykonywania tego sposobu.

Przy wytrącaniu siarczków z roztworów soli metali za pomocą H_2S w celu zwiększenia opłacalności procesu wprowadza się najczęściej ponownie do roztworu H_2S niezaabsorbowany. Czas wytrącania zależy od natężenia strumienia H_2S i od rozpuszczalności powstającego siarczku, wynosi jednak przy opłacalnej wydajności zawsze kilka godzin, przy czym ze względu na stosowane pompy pracuje się przy ciśnieniu gazu trochę większym od 0,2 atmosfery.

W ciągu całego okresu wytrącania, pH roztworu stale spada do wartości zależnej od stężenia roztworu wyjściowego i stopnia prze-reagowania. Podczas wytwarzania np. CdS pH roztworu zmienia się od pH — 5,0 do pH poni-

żej 0,1 przy prawie ilościowej wydajności i przy przyjętym stężeniu początkowym 0,6 mol/l, o ile nie dodaje się substancji buforujących i nie zapobiegnie się wytwarzaniu mocniejszych kwasów mineralnych. Właśnie ta okoliczność może bardzo przeszkadzać przy wytwarzaniu bardzo czystych produktów jak na przykład do celów chemiluminescencyjnych, a ponadto powoduje ona zwiększenie kosztów. Jak wiadomo pewne podstawowe właściwości fizyczne wytrącanego produktu zależne są od każdorazowej aktualnej kwasowości roztworu, tak, że osad wytrącany dotychczas siłą faktu jest niejednorodny. Dotyczy to na przykład wielkości cząsteczek, jak również koloru i innych właściwości.

Z powodów wyżej omówionych trzeba było znaleźć sposób, któryby dawał produkt absolutnie jednolity i możliwie drobnoziarnisty.

To ostatnie wymaganie można spełnić, jeżeli wykluczone jest zobojętnianie lub buforowanie, tylko przez szybkie wytrącenie siarczków, to znaczy, że wytrącenie musi być przeprowadzone w czasie krótszym od czasu potrzebnego do

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest Franz Braunholz.

przekroczenia zakresu pH i niedopuszczającym do wzrostu kryształów.

Według wynalazku w celu rozwiązania tego zagadnienia i uzyskania niezmiennych warunków w czasie całego okresu wytrącania, a tym samym uzyskania jednorodnego produktu, odwrócono dotychczasowy sposób prowadzenia reakcji między fazą ciekłą i gazową, a mianowicie tak, że dawkowana ilość roztworu soli metalu w każdym przypadku reaguje z nadmiarem H_2S . Za pomocą odpowiednich urządzeń trzeba przy tym stworzyć odpowiednio wielką powierzchnię zetknięcia między obydwoimi fazami, przy czym czas trwania reakcji musi być doprowadzony do minimum.

Według wynalazku roztwór przeznaczony do wytrącania wpryskuje się do atmosfery H_2S lub zrasza nim również w atmosferze H_2S kolumnę z odpowiednim wypełnieniem. W celu zwiększenia wydajności i przyspieszenia wytrącania się produktu można zwiększyć ciśnienie gazu i (albo) prowadzić reakcję w przeciwnym kierunku.

Jako materiał wypełniający kolumny nadaje się wypełnienie w kształcie kulek, jak i pierścienie Raschig'a a zwłaszcza wypełnienie w kształcie siodełek.

Korzystne jest połączenie właściwej komory reakcyjnej ze zbiornikiem, w którym osadza się siarczek i z którego można go w sposób ciągły usuwać.

Na rysunku przedstawiono przykład urządzenia do wykonywania sposobu według wynalazku. Jako zasadę przy wytrącaniu wybrano wpryskiwanie roztworu na kształtki wypełniające kolumnę.

Zbiornik 1 zawiera roztwór soli metali przeznaczonych do wytrącania, zbiornik 2 jest napełniony wodą lub inną cieczą nadającą się do przemycania. Ciecze te doprowadzane są dopływami 5 i 6. Za pomocą sprężonego powietrza doprowadzanego przewodem 4 można wtłaczać wymienione ciecze pod ciśnieniem do komory reakcyjnej 8. Zawory dozujące 3 przeznaczone są do regulowania ilości cieczy doprowadzanej do komory reakcyjnej 8. Za pomocą rozdzielacza 7 następuje równomierny rozdział cieczy na przekroju poprzecznym kolumny reakcyjnej. W zbiorniku zbiorczym 9 gromadzi się wytrącony produkt, który można odprowadzić urządzeniem spustowym 13. Dopływ gazowego H_2S reguluje się zaworem 10, podczas gdy resztę zużytego gazu po wytrąceniu odprowadza się przez zawór 11. Za pomocą wentylatora i odpowiedniego przewodu obie-

gowego 12 można dodatkowo prowadzić gaz w kolumnie reakcyjnej w przeciwnym kierunku.

Wytwarzanie siarczków można przeprowadzić dla przykładu w następujący sposób:

1000 l 0,5 n roztworu siarczanu cynkowego wtłacza się pod ciśnieniem powietrza do komory reakcyjnej, do której doprowadzany jest siarkowodór pod ciśnieniem 2 atmosfer. Przy czynnej powierzchni wypełniacza około $15 m^2$ ustala się przepływ roztworu na około 10 l na minutę. Mulisty osad siarczku cynkowego odpuszcza się w sposób ciągły, po czym po zebraniu całości natychmiast przemycana się go 25 l destylowanej wody. Korzystne jest łączenie popłuczki z osadem, który następnie zależnie od danego sposobu, odgazowuje się, przemycana, suszy i dalej przerabia. Wydajność wynosi 22 kg. Preparat jest bezwzględnie jednorodny i czysty. Stopień rozdrobnienia wykazuje 70% wagowych cząstek poniżej 1μ , podczas gdy cząstek powyżej 5μ jest zaledwie 3% wagowe.

Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e

1. Sposób wytrącania siarczków o wysokiej czystości i jednorodności z roztworów soli metali za pomocą siarkowodoru, znamienny tym, że w celu osiągnięcia szybkiego wytrącenia, uniknięcia wzrostu kryształów i podwyższenia wydajności odmierzone ilości roztworu soli metali wprowadza się w stanie rozproszonym do komory reakcyjnej zawierającej nadmiar siarkowodoru możliwie pod ciśnieniem np. przez rozpryskiwanie i (lub) przez kierowanie na wypełnienie we wspólnym lub przeciwnym kierunku z siarkowodorem.
2. Urządzenie do przeprowadzania sposobu według zastr. 1, znamiennie tym, że składa się ze zbiornika (1) na roztwór soli metali, ewentualnie ze zbiornika (2) na wodę lub inne ciecze do płukania, dopływów (5) i (6), odpowiednich urządzeń do doprowadzania roztworu soli metali pod ciśnieniem, na przykład przewodów (4) doprowadzających powietrze pod ciśnieniem, zaworów dozujących (3), komory reakcyjnej (8), rozdzielacza roztworu soli metali (7), zbiornika zbiorczego na siarczek (9) z urządzeniem spustowym (13), przewodu doprowadzającego siarkowodór z zaworem (10) przewodu odprowadzającego siarkowodór z zaworem (11) i ewentualnie przewodu obiegowego z urządzeniem napędzającym (12).

VEB Leuchtstoffwerk

Bad Liebenstein

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych

