

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU

Klasa 12 (3)



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Izdan 1. Septembra 1931.

PATENTNI SPIS BR. 8290

**Dr. Szombathy Koloman von, Dr. Kell Cornel i Schmitz Paul,
Dortmund, Nemačka.**

Postupak za dobijanje čistog sumpora u neprekidnom radnom loku iz sirovina, koje
sadrže sumpora.

Prijava od 25. juna 1930.

Važi od 1. novembra 1930.

Traženo pravo prvenstva od 8. jula 1929 (Švajcarska).

Upotreba tionata radi apsorbovanja sumporovodonika ili sumpor dioksid gasa je mnogostruko predlagana, budući da se prvenstveno tio-sulfo-kisele soli upotrebljuju za apsorbovanje sumporastih kiselina i polisulfo-kisele soli za apsorbovanje sumporovodnika. Pri proučavanju polisulfokiselina iz njihovih soli utvrđeno je, da više polisulfokiseline odn. politionati (na pr. tetralion kiselina) pokazuju dejstvo sabiranja sumpora. Na ovaj način je moguće, da se iz nižih politionata proizvedu viša sumporna jedinjenja. Ali viši politionati, koji su penta- i heksationati, nisu nikakva postojana jedinjenja. pošto penta- i heksationati primljeni sumpor ponovo polako odaju i pri tome bivaju svedeni na tetrationate. Pokazalo se, da se ovo izdvajanje sumpora vrši u vidu precipitiranog sumpora. Ali ako se povede računa o tome, da se u rastvoru za vreme izdvajanja sumpora nalazi koloidalni sumpor, odn. sumpor „in statu nascendi“, to će on pomoću tetrationata biti ponovo lako primljen i pod povoljnim okolnostima ponovljeno biti dobiven u vidu precipitiranog sumpora. Po pronalasku biva sadržina sumpora iz sirovine na poznat način prevedena u sumporovodonične i sumpordioksid gasove, a dobiveni i od leteće prašine oslobođeni i oprani gasovi, bivaju jednovremeno uvedeni u, najbolje, fino izdelfjeni koncentrisani rastvor viših politionat soli, koje su rastvorljive u vodi, kao što su alkalne ili

zemnoalkalne soli penta-ili heksationata, i sumpor, koji se pri ovome izdvaja, biva iz sonog rastvora oduzet i osušen, ali u međuvremenu soni rastvor, koji je oslobođen od precipitiranog sumpora biva stalno ponovo dovođen reakcionom sudu radi daljeg proizvođenja sumpora. Ali istovremeno rastvor uzima sumpor „in statu nascendi“ koji je obrazovan uticajem sumporovodonika na sumporastu kiselinu čime tetrationati bivaju ponovo regenerisani u penta-heksationate. Ovaj proces može biti time ubrzan, što se politionat rastvoru dodaju veoma male količine alkohola na pr. 1—2% glicerina dalje još time, što se temperatura tečnosti, kojoj se dovode gasovi, koji su pomešani sa ugljendioksidom ili i sa ugljenoksidom, održava između 45—65°C.

Dovod sumporovodonika i sumpordioksida u pentationat rastvor treba da se izvede u pravilnom odnosu, koji se prema kakvoći gasova može kretati od 2:4 do 2:7.

Za vreme dovođenja gasa vrši se izdvajanje sumpora i regenerisanje rastvora veoma brzo. Inače je reakcija veoma spora. Ali ako je sumporovodonik u višku preko navedenog odnosa, to se pentationat polako redukuje u tiosulfat. To mora neizostavno da se izbegne, pošto je regenerisanje pentationata iz tiosulfata srazmerno spora reakcija i uopšte nije podesna za trajan rad. Ako je sumporasta kiselina po datom odnosu u višku, to biva poglavito pro-

izveden koloidalni sumpor, koji postupno zgrudvava već izdvojeni precipitirani sumpor. U ovom stanju se tada gotov sumpor daje teško isprati. Mala odstupanja za vreme dovoda gasa naravno ne škode, pošto se ova nepravilnost daje lako primetiti i izravnati.

Dok su do sada poznati postupci poglavito bili na tome zasnovani, da se s jedne strane sumporasta kiselina apsorbovala pomoću tiosulfata, pri čemu se iz tiosulfata obrazuje trilionat i tetratonat, i s druge strane sumporovodonik bio upotrebljen za redukciju pomenutih politionata, mogu u politionat rastvoru novog postupka da se nalaze samo tetratonati i pentationati odn. heksationati i to u jednakom odnosu. Tiosulfat se ovde nikako ne javlja. Ako je tetratonat ili pentationat u višku, to je gasni dovod nepravilan.

Iz prethodno rečenog se dakle vidi, da se u ovom slučaju nema posla sa apsorbovanjem gasa nego sa čistim hemiskim, vlažnim putem sprovedenim, procesom, pri kome se izdvajanje sumpora vrši katalitički iz upotrebljenog pentationatrastvora. Po ovom postupku se mogu iz sasvim malih količina rastvora dobiti u neprekidnom radnom toku znatne količine sumpora.

Pošto se izdvajanje sumpora i istovremeno primanje sumpora vrši ravnomerno pomoću politionata, to odnos ostaje između raznih politionata stalan, i rastvor ima pri pravilno sprovedenom dovodu gasa uvek nepromenjeni aktivitet. Ako se poseduje pentationatrastvor, potrebno je u opšte da se samo o tome vodi računa, da se sumporovodonik i sumpordioksid u pravilnom odnosu neprekidno dovodi i da se izdvojeni precipitirani sumpor u filtrarskoj napravi rastavi od rastvora i rastvor, koji je oslobođen od sumpora, ponovo se vraća u radni tok. Izdvajanje sumpora i vraćanje nepromenjenog pentationatrastvora vrši se dakle u neprekidnom kružnom toku.

Iz prethodno rečenog izlazi, da dobit u sumporu zavisi samo od koncentrisanosti gasova. Ako se radi sa koncentrisanim gasovima, to je najbolje da se upotrebi jači pentationatrastvor. Ako su pri tome gasovi razblaženi, to je dovoljan i pentationatrastvor. Pokazalo se, da je 10%-ni pentationatrastvor još dovoljno upotrebljiv, no ipak izgleda da se koncentrisanost nalazi na skoro najnižoj granici, pri kojoj se rad još isplaćuje.

Postupak je poglavito podesan za proizvodjenje većih količina sumpora iz raznih sirovina, koje sadrže sumpora ili i iz sirovog sumpora. Može dakle doći u obzir poglavito samo takva sirovina, koja se lako može karburisati, kao na pr. sumporne

rude, pirit prirodni sulfid cinka halkopirit, galenit, sirovi sumpor, mase od prečišćavanja gasa itd.

Za spravljanje pentationatrastvora najpodesnija je kalijeva so. Amoniumova so je za sprovođenje postupka najmanje podesna, pošto se za vreme procesa radi stalno pri 60° i preko toga i usled isparljivosti amoniumove soli već po kratkom vremenu imalo bi da se računa sa većim gubitcima.

Pri dovođenju gasa potpuno je svejedno da li su oba gasa smešano ili odvojeno uvedena u pentationat rastvor. Glavno je da se dovod vrši istovremeno i to u pravilnom odnosu.

Skica u priloženom nacrtu pokazuje postrojenje za izvođenje postupaka po pronalasku i u sledećem opisu jasno je opisano sprovođenje postupka tako, da je nepotrebno dalje teorisko objašnjenje.

Kalium-pentationatrastvor od 30—32° Bè spravlja se tako, da se u kalijevu lužin uvede jednake zapreminske količine sumporovodonika i sumporaste kiseline do zasićenosti i rastvor se čuva u stubu 1. Rastvor biva pomoću cevi 2 postupno upućen u apsorbere 5—7, gde biva fino rasprštan. U ovaj fino izdijeljeni pentationatrastvor biva pomoću gasnih cevi 5 i 4 uveden sumporovodonik i sumpordioksid. Pomoću reakcione toplote zagreva se rastvor na skoro 60°C, na kojoj temperaturi biva stalno održavan. Za vreme gasnog dovoda izdvaja se odmah fini, preceptirani sumpor, koji kroz cev 8 dolazi u filterovu napravu 9, gde izdvojeni sumpor biva ispran. Tada isprani, čisti, ali još vlažni sumpor biva kroz cev 9 transportovan u sušionicu 10. Filtrat biva pomoću cevi 11, 12 i 13 ponovo polisnut ka stubu 1, pri čemu po izboru može biti uključen zbirni sud 14 sa cevima 15 i 16 ili može biti međuključen sud 17 za paru sa cevima 18 i 19. Sud 17 treba da posluži i kao prikupljač za vodu od ispiranja izdvojenog sumpora, koja se zatim može ispuštiti kroz cev 20.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za dobijanje u neprekidnom radnom toku čistog sumpora iz sirovina koje sadrže sumpora, naznačen time, što se sadržina sumpora u sirovini na poznat način prevodi u gasove sumporovodonik i sumpordioksid, proizvedeni H₂S-gasovi i SO₂-gasovi istovremeno uvode u koncentrisani rastvor u vodi rastvorljivih viših politionat soli, kao što su alkalne ili zemnoalkalne soli penta ili heksationata i sumpor, koji se pri tome izdvaja, odvaja se od rastvora i suši, u međuvremenu pak soni rastvor, koji je oslobođen od taloženog sumpora, radi daljeg proizvodjenja sumpora stalno se kreće

u kružnom toku i ponovo biva dovođen
reakcionom sudu.

2. Postupak po zahtevu 1 naznačen time,
što soni rastvor, koji se u zatvorenom si-
stemu aparata stalno održava u kružnom
toku, radi poboljšanja radnih uslova biva

održavan na temperaturi između 45° i 65°C .

3. Postupak po zahtevu 1 naznačen time,
što se radi ubrzanja postupka politionat
rastvora dodaju male količine alkohola kao
na pr. glicerina.





