

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU

Razred 12 (3)



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Izdan 1. Marla 1932.

PATENTNI SPIS ŠT. 8715

Levy Stanley Isaac, kemičar, Conaways, Anglija.

Metoda postopanja z izločenim žveplom.

Prijava z dne 13. marca 1931.

Velja od 1. junija 1931.

Zahtevana prvenstvena pravica z dne 15. marca 1930. (Anglija).

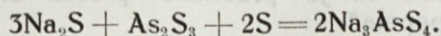
Fizikalnim potom iz naravnih najdišč pridobljeno žveplo vsebuje splošno samo majhne količine mineralnih nečistoč, običajno kalcijev sulfat ali silikate. Po drugi strani pa je žveplo, ki je pridobljeno potom metalurgične ali kemične obdelave sulfidnih mineralov, v katerih se žveplo ne nahaja v nevezanem stanju, običajno pomešano z manj neoporečnimi nečistočami, kakor s spojinami težkih kovin in metaloidov. Medtem ko je samorodno žveplo skoro prosto arzena, vsebuje iz sulfidnih mineralov izločeno žveplo pogostoma arzen v znatni množini; v skrajnih slučajih se je našlo množine od 2 do 3%.

Predležeci izum ima za predmet prevajanje takega surovega žvepla v produkt visoke čistote, po kvaliteti enak najboljšemu samorodnemu materijalu, enostavnim, ceninim in zelo izdatnim potom, in zopetno pridobivanje nečistoč v tržni obliki. Izum sloni na ugotovitvi, da se lahko pusti popolnoma reagirati okside, hidrokside, karbonate, sulfide in podobne spojine mnogih kovin predvsem pa alkalijske in alkaličnih kovin z arzenom, antimonom, bizmutom, klorom, in podobnimi nečistočami v žveplu, če je zadnje v raztaljenem stanju in da so produkti reakcije tako lahko in popolnoma ločljivi, da ne preostane v žveplu nikakršna sled nečistoče.

Po izumu se samo primeša čistilni agens, običajno v temeljito zmletem stanju, v nekaterih slučajih pa v koncentrirani razto-

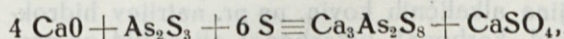
pini, raztaljenemu surovemu žveplu na takšen način, da se zasigura izdaten kontakt in po temeljitem mešanju, ki mora v gotovih slučajih trajati po več ur, se pusti zmes, da se sesede.

V enem izvedbenem primeru izuma se uporablja natrijev hidroksid, sulfid, karbonat ali bikarbonat v količini, ki je preračunana, da pusti malo večji prebitok, kakor je potreben za spajanje z arzenom, antimonom, in drugimi prisotnimi nečistočami. Reagens se dodaja raztaljenemu žveplu stopnjema v trdnem stanju ali kot koncentrirana vodena raztopina med močnim mešanjem. Potrebna količina je določena z razmerjem: trije natrijeve atomi na en atom arzena, antimona ali bizmuta, kakor je to določeno z enačbo



V raztaljenem žveplu je arzenov sulfid topljiv in thioarsenat popolnoma netopljiv.

Ako se uporablja spojina alkalične zemeljske kovine, se jo najbolje uporablja v obliki fine suspenzije ali naplave z vodo. Pri apnu na primer je supenzija enega dela kalcijevega hidroksida s petimi deli vode zelo prikladna; enačba, ki prikazuje to presnovo, je na vsak način



in potrebno je uporabljati apno v razmerju dveh molekul na en atom arzena, antimona

ali bizmuta. Pri kalcijevem sulfidu je potrebno razmerje: 3 molekule na dva atoma arzena.

Ako se dodaja reagens kot raztopina ali suspenzija v vodi, je potrebno predvideti tako vročino, da voda lahko ispariva in da ostane žveplo na temperaturi, ki je dovolj nad njegovim strjevališčem; pripravno je vzdrževati temperaturo 125 stopinj do 135°C. Ker ni ugodno dopustiti da se voda nabere, se mora dodajati reagens postopoma in raztaljeno žveplo vzdrževati v mešanem stanju. Če bi nastale kakšne pene, posebno ako vsebuje žveplo klorove spojine, naj bo posoda za polnitev dovolj prostorna. Posoda je lahko opremljena s plaščem ali s tuljavimi ali z obojim za kurilne namene.

Ako se uporabljajo vodne suspenzije ali raztopine, se lahko pospeši čistilni postopek z uporabo kotlov, ki obratujejo pod tlakom, ki je zadosten, da prepreči izparivanje vode, ko jo dovajamo; v tem slučaju treba poduzeti mere za isparivanje, kadar poneha tlak.

Produkti reakcije skupno z vsem prebitkom vporabljenega čistilnega agensa in nekaj pritegnjenega žvepla, se usede običajno kot mul ali naplava na dno posode, medtem ko ostane zgoraj svetlotekoče žveplo. Slednje odteče, prednostno skozi enostaven filter, ki ga tvori lahko fini presek, azbest ali kovinska gaza ali skupna kombinacija takšnih materialov, ali pa ga tvori kakšna organska vlaknasta snov kakor platno, juta, ali druga pripravna tkanina. Filter služi za to, da zadrži vsako tuje telo, ki se ni popolnoma izločilo in usedlo. Drug način postopanja obstoji v tem, da se vsa zmes žvepla in primesi odtoči, ne da se primesi usedajo, in da se pusti zmes prehajati skozi filter, prednostno pod tlakom, potom črpalke ali potom zračnega ali vodnoparnega pritiska. Na ta način pridobljeno žveplo ima zelo visoko stopnjo čistosti in je praktično prosto arzena in „pepela“.

Izločeni preostanek, ki znaša običajno samo majhen del obdelovanega žvepla, se lahko oprosti od primešanega žvepla potom filtra ali hidravlične stiskalnice, ki obratuje nad temperaturo žveplovega tališča, ali potom ekstrakcije s prikladnim topilom, in se lahko uporablja kot izhodni produkt za pridobivanje arzena ali arzenovih spojin.

Ako se uporablja kot čistilni agens spojina alkaličnih kovin, na pr. natrijev hidroksid, karbonat, bikarbonat ali sulfid, se pretvori arzen v thioarsenat, ki je v vodi topljiv, in se lahko ekstrahira ako je zaželeno iz v tem topilu izločenega preostanka.

Vodno raztopino se lahko pusti, da izloči thioarsenat potom kristalizacije, ali pa se jo lahko obdeluje z ogljikovim dioksidom ali z vsako pripravno kislino, da se povzroči obarvanje rumenega arzenovega sulfida z razvijanjem hidrogenega sulfida.

Ako se uporablja spojina alkalične zemeljske kovine, kakor apno ali kalcijev sulfid, je tvorjen, thioarsenat v vodi naločljiv ter ga ne morejo kisline lahko razstaviti. Take spojine se lahko uporabljajo neposredno kot fungicidi ali v poljoprivredne svrhe, za katere namene ni potrebno odločiti primešanega žvepla.

Namesto enega samega reagenta se lahko uporablja zmes dveh ali večjega števila reagentov, kakor na pr. kalcijevega hidroksida ali sulfida z natrijevim hidroksidom ali sulfidom, ali pa se lahko doda drug reagens, da pospeši ekstrakcijo zadnjih sledov nečistoče, potem ko se je odstranilo večji del potom prvega reagensa. Ker odstranijo spojine alkaličnih zemeljskih kovin, ki so sicer popolnoma zadostno učinkovite za odstranjenje nečistoč, ako se uporablja močno mešanje, zadnje sledove nečistoče nekoliko počasi, je priporočljivo uporabljati cenen reagens, kakor apno, da se ekstrahira velika večina nečistoče in da se potem odstrani zadnje sledove potom obdelave z natrijevim hidroksidom ali natrijevim sulfidom. Na enak način ne ekstrahira tudi natrijev karbonat, ki je razmeroma cenen, tako hitro zadnjih sledov nečistoče, kakor natrijev hidroksid ali sulfid. Velika večina nečistoče se radi tega lahko ekstrahira tako, da se med močnim mešanjem dodaja koncentrirana raztopina natrijevega karbonata ali bikarbonata, in da se doseže končne stopnje čiščenja potom dodajanja natrijevega hidroksida ali sulfida.

Patentni zahtevi:

1. Postopek za čiščenje žvepla, označen s tem, da se primeša žveplu, ki se nahaja v raztaljenem stanju, čistilni agens, ki reagira s prisotnim arzenom.

2. Postopek za čiščenje žvepla, označen s tem da se primeša čistilni agens; ki sastoji iz spojine kakšnega alkalija ali alkalične zemeljske kovine, k žveplu, ki se ga naj očisti in ki se nahaja v raztaljenem stanju, in da se loči produkte reakcije.

3. Postopek za čiščenje žvepla in zopetno pridobivanje v njem se nahajajočega arzena, označen s tem, da se pusti žveplo v raztaljenem stanju reagirati s spojino kakšne alkalične kovine, da se loči žveplo od izločenega preostanka, in da se odloči

arzenova spojina od izločenega preostanka v vodi.

4. Postopek za čiščenje žvepla po zahtevu 1 ali 2, označen s tem, da se najprej pusti glavni del nečistoče učinkovati z

enim reagentom in zadnje sledove reagirati s kakšnim drugim reagentom.

5. Postopek za čiščenje žvepla po zahtevu 1 ali 2, označen s tem, da se uporablja zmes reagentov.
