



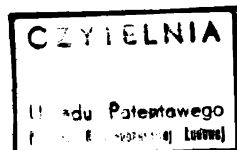
Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 25.01.75 (P. 177568)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 28.08.76

Opis patentowy opublikowano: 15.02.1979



Int. Cl.²

C02B 1/36

C02C 5/04

Twórcy wynalazku: Hanna Adamowicz, Zofia Pokorska, Jan Fiołna, Emil Krause, Bronisław Dąbrowski, Stanisław Wila-szek, Jerzy Zapart, Mieczysław Walkowicz, Jan Wiltos

Uprawniony z patentu: Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej „Bla-chownia”, Kędzierzyn (Polska)

Sposób odzyskiwania butanolu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób odzyskiwania butanolu ze ścieków z produkcji aminowych żywic lakierniczych.

W produkcji lakierniczych żywic mocznikowo i melaminowo-formaldehadowych eteryfikowanych butanolem otrzymuje się duże ilości wodnych ścieków. Ścieki te oprócz niskoskondensowanych żywic zawierają znaczne ilości butanolu oraz formaldehyd i metanol wprowadzany do środowiska reakcji wraz z formaliną. Średnia zawartość powyższych zanieczyszczeń przedstawia się następująco:

- 8—15% — butanol
- 3—7% — metanol
- 2,5—3,5% — formaldehyd
- 3—4% — niskoskondensowana żywica

Przez odstawanie można z tych ścieków wydzielić jedynie niskoskondensowane produkty i zawrócić je do procesu kondensacji. Tak oczyszczone ścieki posiadają w dalszym ciągu silną toksyczność i stanowią źródło poważnych strat, głównie ze względu na zawarty w nich butanol.

Znane sposoby oczyszczania ścieków butanolo-wych polegają na chemicznym unieszkodliwianiu zawartych w nich związków organicznych, głównie butanolu, za pomocą środków utleniających lub tlenem powietrza.

Natomiast wysalanie związków organicznych z roztworów i ścieków wodnych pozwalające na od-

2

dzielenie ich od ścieków nie zdaje w praktyce egzaminu. Warstwa organiczna poza głównym skład-nikiem — butanolem zawiera około 20% wody zawierającej znaczne ilości soli a zawadniony i zanieczyszczony solą butanol nie nadaje się do przetwórstwa ze względu na wymagania techniczne stawiane produktowi końcowemu.

Istota wynalazku polega na wysoleniu solami nieorganicznymi, najkorzystniej chlorkiem sodu i równoczesnej ekstrakcji butanolu ze ścieków wę-glowodorami aromatycznymi, na przykład toluenem lub ksylenami. Fazę organiczną stanowiącą wy-ekstrahowany butanol w węglowodorze aromaty-cznym poddaje się odsoleniu przez kilkakrotne 10 przepłukanie jej surowymi ściekami. Ścieki z ope-racji płukania fazy organicznej kieruje się do pro-cesu wysalania i ekstrakcji a butanol w węglowo-dorze aromatycznym zawraca do procesu wytwa-rzania aminowych żywic lakierniczych.

Sposobem według wynalazku do ścieków suro-wych z produkcji aminowych żywic lakierniczych po oddzieleniu niskoskondensowanych żywic lub do ścieków użytych poprzednio do przemywania ekstraktu organicznego, tzw. ścieków półsurowych, 20 wprowadza się sól nieorganiczną, najkorzystniej chlorek sodu w ilości 5 części wagowych i wę-glowodory aromatyczne, na przykład toluen lub mieszaninę ksylenów, w ilości 10 części wagowych w stosunku do ilości ścieków i po wymieszaniu w 25 mieszalniku kieruje się do odstoju. 30

Warstwę nieorganiczną odprowadza się do ścieków ogólnozakładowych, natomiast warstwę organiczną stanowiącą ekstrakt butanolu w aromatycznym węglowodorze zawierającą około 2% wody wraz z rozpuszczoną w niej solą kieruje się do zbiornika, gdzie przepłukuje się ją kilkakrotnym nadmiarem surowych ścieków. Po odstaniu odsoloną i odwodnioną warstwę organiczną stanowiącą głównie roztwór butanolu w węglowodorze aromatycznym kieruje się do procesu wytwarzania żywicy a warstwę nieorganiczną czyli ścieki półsurowe poddaje się wysoleniu i ekstrakcji.

Odzyskany butanol w węglowodorze aromatycznym stosuje się do produkcji aminowych żywici lakierniczych w miejsce dotychczas stosowanych ksilenów.

Dobre jakościowo żywice otrzymano, gdy ekstrakt organiczny przemyto przynajmniej 3-krotną ilością ścieków surowych.

Sposobem według wynalazku odzyskuje się ze ścieków z produkcji aminowych żywici lakierniczych 50% i więcej pierwotnej ilości zawartych w nich związków organicznych w których butanol stanowi około 85%. Zaletą sposobu jest dodatkowe wykorzystanie stosowanych w procesie węglowodorów aromatycznych oraz wykorzystanie surowych ścieków do wymycia soli z odzyskanej warstwy organicznej.

Dzięki zastosowaniu tego sposobu w procesie produkcji aminowych żywici lakierniczych uzyskuje się znaczne zmniejszenie wskaźnika zużycia surowców oraz poprawę stopnia oczyszczenia ścieków.

Przykład I. 10 kg surowych ścieków butanolowych z produkcji żywici lakierniczych zawierających 10% butanolu, 3% formaldehydu, 7% metanolu wprowadzono do mieszalnika o pojemności 15 l, zaopatrzonego w mieszadło i dodano 5 części wagowych NaCl i 10 części wagowych ksilenów. Po wymieszaniu zawartości pozostawiono ją do odstania na okres 6 godzin, po czym oddzielono warstwę wodną, tzw. ścieki końcowe. Zawartość butanolu w ściekach końcowych wynosiła 2,5%.

Do pozostawionej w reaktorze warstwy organicznej dodano 5-ciokrotną ilość ścieków butanolowych surowych o podanym wyżej składzie i po wymieszaniu pozostawiono do odstania na okres 6-ciu godzin, po czym rozdzielono warstwę organiczną od wodnej, zwanej ściekami butanolowymi półsurowymi. Zawartość chlorków w warstwie organicznej spadła do poziomu kilkunastu ppm.

Przykład II. 10 kg ścieków butanolowych półsurowych z płukania ekstraktu organicznego z przykładu I, zawierających 7% butanolu, 2,5%

formaldehydu, 6% metanolu wprowadzono do zaopatrzonego w mieszadło mieszalnika o pojemności 15 l, do którego dodano 5 części wagowych chlorku sodu i 10 części wagowych ksilenów. Po wymieszaniu zawartości pozostawiono ją do odstania na okres 6 godzin, po czym oddzielono warstwę wodną, tzw. ścieki końcowe. Zawartość butanolu w ściekach końcowych wynosiła 1,5%.

Do pozostawionej w reaktorze warstwy organicznej dodano 10-ciokrotną ilość ścieków butanolowych surowych o składzie podanym w przykładzie I i po wymieszaniu pozostawiono do odstania na okres 6-ciu godzin, po czym rozdzielono warstwę organiczną i wodną zwaną ściekami butanolowymi półsurowymi. Zawartość chlorków w warstwie organicznej nie przekraczała kilku ppm.

Przykład III. 10 kg ścieków butanolowych, półsurowych o składzie jak w przykładzie II doprowadzono do zaopatrzonego w mieszadło mieszalnika o pojemności 15 l, do którego dodano 5 części wagowych siarczanu sodu i 10 części wagowych toluenu. Po wymieszaniu zawartości pozostawiono ją do odstania na okres 6 godzin, po czym oddzielono warstwę wodną, tzw. ścieki końcowe. Zawartość butanolu w ściekach końcowych wynosiła 1,2%.

Do pozostawionej w reaktorze warstwy organicznej dodano 10-cio krotną ilość ścieków butanolowych surowych o składzie podanym w przykładzie I i po wymieszaniu pozostawiono do odstania na okres 6-ciu godzin, po czym oddzielono warstwę organiczną od wodnej zwanej ściekami butanolowymi półsurowymi. Zawartość chlorków w warstwie organicznej nie przekracza kilku ppm.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób odzyskiwania butanolu ze ścieków powstających w procesie wytwarzania aminowych żywici lakierniczych, **znamienny tym**, że ścieki poddaje się równocześnie wysoleniu solami nieorganicznymi, najkorzystniej chlorkiem sodu i ekstrakcji węglowodorami aromatycznymi, na przykład toluenem lub ksylenem, po czym fazę organiczną stanowiącą ekstrakt butanolu w węglowodorze aromatycznym poddaje odsoleniu przez kilkakrotne przepłukanie jej nadmiarem świeżych ścieków.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że prowadzi się stosując co najmniej 1 część wagową soli i 1 część wagową węglowodoru aromatycznego na 100 części wagowych ścieków.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że ścieki z operacji odsalania ekstraktu organicznego kieruje się do procesu wysalania i ekstrakcji.

ERRATA

łam 4, wiersz 49.

jest: 2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że

powinno być: 2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że proces