

ČSSR  
SLOVENSKÁ  
SOCIALISTICKÁ  
REPUBLIKA  
(18)



STÁTNÝ ÚRAD  
PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

**258704**  
(11) (B1)

[51] Int. Cl.<sup>4</sup>  
C 01 B 17/90

(22) Prihlásené 14 08 85  
(21) (PV 5884-85)

(40) Zverejnené 15 01 88

(45) Vydané 15 01 89

(75)

Autor vynálezu

FILÁK MIREK ing., BRATISLAVA, DEMOVIČ STANISLAV ing., PEZINOK

(54) Spôsob rafinácie zriedenej odpadovej kyseliny sírovej

1

2

Spôsob rafinácie zriedenej odpadovej kyseliny sírovej je vhodný na kyselinu znečistenú fenolmi, krezolmi a ich nitro-, halogén a sulfoderiváty. Použité zmesné extrakčné činidlo umožňuje veľmi dobré oddelenie extraktu od rafinátu.

Vynález sa týka spôsobu rafinácie zriedenej odpadovej kyseliny sírovej, fenolickými zlúčeninami a nitrokrezolmi.

Doteraz známe spôsoby regenerácie zriedenej odpadovej kyseliny sírovej, ktorá odpadá z organických technologických procesov sa robia termicky, čo je však spojené s veľkými stratami kyseliny sírovej, nakoľko v nej prítomné organické zlúčeniny sa sulfonujú. Tieto sulfozlúčeniny sú veľmi odolné proti oxidačným procesom, takže regenerovaná kyselina je hnedého zafarbenia. Aromatické a fenolické uhľovodíky vzájomne kondenzujú, pričom dochádza ku tvorbe pomaly sedimentujúcich kalov.

Oxidačným odbúraním organických nečistôt dochádza ku vzniku nepríjemných exhalátov, ktoré znečisťujú životné prostredie.

Sú známe viaceré postupy regenerácie znečistenej zriedenej kyseliny sírovej. Ide zväčša o postupy majúce značný nárok na energiu, pričom čistenie takto regenerovanej kyseliny je prácne a jej čistota nie je vždy vyhovujúca. Jedným z takýchto postupov je napr. oddestilovanie prchavých organických látok prefukovaním vodnou parou. Dochádza pritom k zriedovaniu v dôsledku kondenzácie vodnej pary. Pri termickom skoncentrovaní kyseliny sírovej dochádza k sulfonácii prítomných fenolických uhľovodíkov. Vzniklé sulfonačné produkty sú veľmi odolné proti účinku viacerých oxidačných činidiel. Po dosiahnutí 60—70 % koncentrácie kyseliny sírovej, táto reaguje s prítomnými organickými látkami za vzniku elementárneho uhlíka, ktorý z časti reaguje s prítomnou kyselinou sírovou za vzniku oxidu siričitého. Vzniklý oxid siričitý sa vo väčšine prípadov nedá z exhalátov odstrániť, v dôsledku čoho sa veľmi znečisťuje životné prostredie. Vzniklý elementárny uhlík odoláva oxidačným účinkom aj pri teplote 320 °C tak, že sa nedá odstrániť oxidáciou ani po 24 hodinovom varení.

Takto regenerovaná kyselina sírová žltej až hnedočiernej farby. Oxidácia organických zlúčenín sa dá urobiť tiež pomocou kyseliny dusičnej, chloristanom draselným, chlorečnanom draselným, pričom dochádza k značne silnému peneniu kyseliny sírovej, čo značne sťažuje dávkovanie oxidačných činidiel. V prípade, že ide o znečistenie len fenolickými látkami, je možné ich odstrániť využitím polykondenzačnej reakcie s aldehydmi, ktorej výsledné produkty nie sú v zriedenej kyseline sírovej rozpustné. Regenerácia zriedenej odpadovej kyseliny sírovej sa robí extrakciou esterami nižších mastných kyselín, éstermi nižších mastných kyselín a aromatickými uhľovodíkmi. Ich nevýhodou je, že s kyselinou tvoria emulziu, ktorá sa ťažko oddeľuje od extraktu a zvyšky

extrakčných činidiel je potrebné oddestilovať.

Uvedené nedostatky spôsobov regenerácie zriedenej odpadovej kyseliny sírovej znečistenej fenolickými uhľovodíkmi, krezolmi a ich derivátmi sú odstránené podľa vynálezu spôsobom rafinácie zmesným extrakčným rozpúšťadlom, ktorý pozostáva z benzénu a jeho derivátov, prípadne ich zmesí a n-alkánických uhľovodíkov a cykloalkánov.

Príklady regenerácie zriedenej odpadovej kyseliny sírovej:

#### Pr í k l a d 1

1 kg 33 % odpadovej kyseliny sírovej znečistenej 15 g p-nitrofenolu sa extrahuje zmesným rozpúšťadlom zloženia:

- 90 obj. dielov benzénu
- 9 obj. dielov n-hexánu a
- 1 obj. diel cyklopentánu.

Extrakčná účinnosť: nitrokrezol — stopy.

#### Pr í k l a d 2

1 kg 30 % odpadovej kyseliny sírovej znečistenej 20 g p-nitrofenolu sa extrahuje zmesným rozpúšťadlom zloženia:

- 95 obj. dielov xylénu
- 4 obj. diely n-heptánu a
- 1 obj. diel cyklohexánu.

Extrakčná účinnosť: nitrokrezol — stopy.

#### Pr í k l a d 3

1 kg 26 % odpadovej kyseliny sírovej znečistenej 25 g p-nitrofenolu sa extrahuje zmesným rozpúšťadlom zloženia:

- 97 obj. dielov benzénu
- 1 obj. diel cyklohexánu a
- 2 obj. diely n-heptánu.

Extrakčná účinnosť: nitrokrezol — stopy.

Popísaným postupom regenerácie zriedenej odpadovej kyseliny sírovej podľa vynálezu sa dosiahne oddelenie extrakčného činidla od odpadovej kyseliny v takej miere, že zvyškové znečistenie v ďalšom technologickom procese neprekáža a je možné ju okamžite vrátiť do výrobného procesu. V prípade, že je potrebné zriedenú kyselinu po regenerácii zahustiť, je to možné zrealizovať termickým zahustením, prídavkom koncentrovanej kyseliny sírovej, alebo dosýtením kyslíčnikom sírovým, pričom nedochádza k úbytku kyseliny sírovej oxidoredukčnými reakciami.

## P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob rafinácie zriedenej odpadovej kyseliny sírovej, znečistenej fenolmi, krezolmi a ich nitro-, sulfo- a halogénderivátmi, vyznačujúci sa tým, že sa extrahuje kyselina zmesným rozpúšťadlom obsahujúcim

90—95 obj. dielov benzénu a jeho metyl-derivátov, ich halogén-, nitro- a sulfozlúčenín, príp. ich zmesí,

1— 8 obj dielov n-alkánov  $C_5—C_{10}$  a

1— 2 obj. dielov cykloalkánov  $C_5—C_6$ .