



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

228402

(11)

(B1)

(22) Prihlásené 05 04 82
(21) (PV 2413-82)

(51) Int. Cl.³

G 01 B 17/90

(40) Zverejnené 15 09 83

(45) Vydané 15 04 86

(75)
Autor vynálezu

POÖR ROBERT Ing. CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob čistenia kyseliny sírovej

1

Vynález sa týka čistenia kyseliny sírovej, vznikajúcej pri nitračných, oxidačných a sulfonačných procesoch.

Kyselina sírová, ktorá odpadá po nitračných, oxidačných, sulfonačných procesoch, má koncentráciu 20 až 80 % hmotnosti. Obsahuje organické látky, kyselinu dusičnú, oxidy dusíka, anorganické kyslé sírany a pod. Takáto kyselina sírová sa používa napr. pri výrobe superfosfátu. Sú známe postupy k odstraňovaniu nečistôt z použitej kyseliny sírovej, napríklad ak obsahuje kyslíčniky dusíka, tieto sa z nej odstraňujú denitráciou.

Podľa patentu DD 120 184 sa odstraňujú kyslíčniky dusíka z kyseliny sírovej močovinou, alebo karbamidami. Kyselina sírová o koncentrácii 70 % hmotnosti, získaná z nitrozačných procesov, sa koncentruje v Paulingovom prístroji, pričom dochádza k oxidácii organických nečistôt kyselinou sírovou alebo dusičnou.

Podľa patentu SU 316 648 sa čistenie použitej kyseliny sírovej uskutočňuje extrakciou fenolmi. Extrakciou organických nečistôt s masťnými alkoholmi z kyseliny sírovej udáva patent SU 416 312. Spôsob čistenia upotrebenej kyseliny sírovej po nitrozácii aromatických zlúčenín, obsahujúcich fluór, popisuje čl. AO 167 207.

Alkalické sírany a sírany ťažkých kovov sa oddeľujú zo zriedenej kyseliny sírovej koncentrovaním kyseliny sírovej na 96 až 98 % hmotnosti a potom sa izolujú napr. filtráciou.

Organické látky sa odstraňujú z kyseliny sírovej extrakciou organickými rozpúšťadlami. Pri extrakcii sa časť rozpúšťadla rozpustí v kyseline sírovej.

Kyselina sírová použitá vo vyššie uvedených procesoch sa používa na výrobu síranu vápenatého, bárnateho alebo zinočnatého, alebo pri výrobe superfosfátu.

Čistením kyseliny sírovej o koncentrácii 20 až 40 % hmotnosti obsahujúcej kyslý síran sodný, kyselinu dusičnú, 3-metylfenol a jeho nitro-, dinitro-, nitrozo- i sulfoderiváty popisuje čisl. AO 209 567 a AO 208 337, pričom podstatou čistenia je, že sa organické nečistoty adsorbujú kremičitanmi, aktívnym uhlím, aktívnym bentomitom alebo použitím niekoľko stupňovej adsorpcie za využitia uvedených adsorbčných činidiel.

Nevýhodou postupu je, že sa používa 2-stupňová adsorpcia, pričom je nutné v následnosti zahusťovanie kyseliny sírovej a po zahusťovaní sa oddelí síran od kyseliny sírovej.

Vyššie uvedené nedostatky sú odstránené spôsobom čistenia kyseliny sírovej podľa vynálezu. Kyselina sírová koncentrácie 18 až 40 % hmotnostných, obsahujúca hydrogensíraný alkalického kovu, kyselinu dusičnú, 3-metyl-4-nitrofenol, 3-metylfenol a jeho nitro-, nitrozo-, dinitro-, sulfoderiváty a oxidy dusíka, sa čistí podľa vynálezu tak, že sa neutralizuje amoniakom, alebo vodným roztokom amoniaku, pričom sa pred, behom alebo po neutralizácii uvedie do styku s aktívnym uhlím. Čistením roztoku aktívnym uhlím a po izolácii použitého aktívneho uhlia sa získa roztok síranu amonného, obsahujúci i dusičnan amónny a malé množstvo síranu sodného.

Výhodou spôsobu podľa vynálezu je, že sa uskutočňuje 1 stupňová adsorpcia spojená s neutralizáciou, bez zahusťovania sa získava výsledný produkt.

Pr í k l a d 1

200 ml použitej kyseliny sírovej, obsahujúcej 32 % hmotnosti H_2SO_4 , 1,4 % hmotnosti kyseliny dusičnej, 0,1 % hmotnosti oxidov dusíka, 0,15 % hmotnosti 3-metyl-4-nitrofenolu a 0,10 % hmotnosti 3-metylfenolu a jeho nitro-, nitrozo-, dinitro- a sulfoderivátov sa neutralizovala za použitia 35 % roztoku NH_3 , pričom na neutralizáciu do neutrálneho pH sa spotrebovalo 86 ml tohto roztoku. Teplota pozvoľne vystúpila na 60 až 70 °C, za miešania sa pridalo 10 g aktívneho uhlia a po 1/2 hodine miešania sa roztok prefiltroval, pričom sa oddelilo aktívne uhlie a získal sa roztok, obsahujúci 108 g síranu amonného; obsah 3-metyl-4-nitrofenolu poklesol na hodnotu 0,038 % a stopové množstvá 3-metylnitrofenolu a jeho derivátov.

Pr í k l a d 2

Postup i východiskové látky sú rovnaké ako v príklade 1, rozdiel bol len v tom, že aktívne uhlie sa pridalo priamo do kyseliny sírovej, v ďalšom sa uskutočnila neutralizácia a po neutralizácii sa aktívne uhlie oddelilo filtráciou. Získaný roztok síranu amonného obsahoval po izolácii aktívneho uhlia 0,03 % p-nitro-m-krezolátu a stopové množstvá 3-metylnitrofenolu a jeho derivátov.

Vynález možno použiť pri čistení kyseliny sírovej, vznikajúcej pri výrobe 3-metyl-4-nitrofenolu.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob čistenia kyseliny sírovej, obsahujúcej ako nečistoty 3-metyl-4-nitrofenol, 3-metylfenol a jeho nitro-, nitrozo-, dinitro- a sulfoderiváty, kyselinu dusičnú, oxidy dusíka a hydrogensíraný alkalického kovu, je význačný tým, že kyselina sírová sa neutralizuje amoniakom alebo roztokom amoniaku, pričom sa pred, počas, alebo po neutralizácii pridá ku kyseline sírovej alebo prípadne ku zneutralizovanému roztoku kyseliny sírovej aktívne uhlie, ktoré sa potom oddelí od roztoku síranu amónneho.