



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

(11) **208 337**
(B 1)

(61)

(23) Výstavná priorita
(22) Prihlášené 28 02 80
(21) PV 1358 _ 80

(51) Int. Cl. C 01 B 17/90

(40) Zverejnené 31 12 80
(45) Vydané 31 01 82

(75)

Autor vynálezu HUSÁR ŠTEFAN dipl. tech., BRATISLAVA

VIOLOVÁ ANNA ing. , BRATISLAVA

HAUSKRECHT PETER ing., BRATISLAVA

RAJNOHA FRANTIŠEK ing., BRATISLAVA

(54)

Spôsob čistenia kyseliny sírovej

Vynález sa týka čistenia kyseliny
sírovej, ktorá vzniká pri nitračných,
oxidačných procesoch adsorpciou.

Kyselina sírová, ktorá odpadá po nitračných, oxidačných, sulfonačných procesoch má hmotnostnú koncentráciu 20-80 %. Obsahuje organické látky, kyselinu dusičnú, kysličníky dusíka, anorganické sírany a pod. Takáto kyselina sírová sa používa pri výrobe minerálnych hnojív (superfosfátu, síranu amónného a pod.), v hutníctve pri odstraňovaní kysličníkov kovov. Sú známe postupy k odstraňovaniu nečistôt z použitej kyseliny sírovej. Kysličníky dusíka sa odstraňujú v denitračných zariadeniach, alebo sa odstraňujú z kyseliny sírovej acetylénom. Podľa NDR patentu č. 120 184, sa odstraňujú z použitej kyseliny sírovej kysličníky dusíka močovinou, alebo inými karbamidami. Kyselina sírová o hmotnostnej koncentrácii 70 % po nitrozačných procesoch sa koncentruje v Paulingovom prístroji, pričom dochádza k oxidácii organických nečistôt kyselinou sírovou, alebo s dusičnou. Čistenie použitej kyseliny sírovej extrakciou fenolmi je popísané v sovietskom autorskom osvedčení číslo 316 648. Extrakciou organických nečistôt s mastnými alkoholmi, alebo aromatickými hydroxiderivátmi je popísané v sovietskom autorskom osvedčení číslo 416 312. Odstraňovanie organických látok z kyseliny sírovej v prítomnosti síranov železa, alebo medi je popísané v sovietskom autorskom osvedčení č. 564 260. Spôsob čistenia upotrebenej kyseliny sírovej po nitrácii aromatických zlúčenín obsahujúci fluor je popísaný v čsl. patente č. 167 207. Alkalické sírany a sírany ťažkých kovov sa oddelujú zo zriedenej kyseliny sírovej skoncentrovaním kyseliny sírovej na hmotnostnú koncentráciu 96 % až 98 %. Zriedená kyselina sírová sa používa na výrobu síranu vápenatého, barnatého, zinčnatého a pod. Organické látky sa odstraňujú z upotrebenej kyseliny sírovej organickým rozpúšťadlom, ktoré sa nemieša so zmesou kyselín. Pri obvyklej praxi sú nutné najmenej dve extrakcie, obe sú spojené s obvyklými problémami emulgovania a spracovania, aby došlo ku zníženiu obsahu organických zlúčenín v podstatnej miere. Fázové delenie organických materiálov v upotrebenej zmesi kyselín, i pri väčšom počte extrakcii obvykle spôsobuje nežiadúce vysoký obsah organických materiálov, ktorý je vyšší ako je možné tolerovať pri kyseline sírovej vhodnej pre opätovné použitie. Organické látky sa odstraňujú z kyseliny sírovej destiláciou s vodnou parou, pričom sa kyselina sírová zrieduje vodou, čo vyžaduje koncentrovanie kyseliny sírovej.

Vyššie uvedené nedostatky sú odstránené spôsobom čistenia kyseliny sírovej obsahujúcej ako nečistoty 3-metyl-4-nitrofenol, 3-metylfenol a jeho nitrozo- a sulfoderiváty, kyselinu dusičnú, kysličníky dusíka a alkalické sírany, ktorého podstata spočíva v tom, že sa 3-metylfenol, 3-metyl-4-nitrofenol, 3-metylfenol a jeho nitrozo- a sulfoderiváty adsorbujú kremičitanmi s adsorbčnými aktívnymi miestami, ktoré sa po adsorpcii z kyseliny sírovej oddelia.

V druhom adsorbčnom stupni sa 3-metyl-4-nitrofenol, 3-metylfenol a jeho nitrozo- a sulfoderiváty adsorbujú prípadne aktívnym uhlím, ktoré sa po adsorpcii od kyseliny sírovej oddelí.

Hmotnostný obsah 3-metyl-4-nitrofenolu v derivátoch 3-metylfenolu je 1 až 100 %. Z kremičitanov s adsorbčnými aktívnymi miestami sa použije aktivovaný bentonit.

Kyselina sírová sa po oddelení adsorbenta skoncentruje odparením vody na hmotnostnú koncentráciu 90 až 98 %. Vykryštalizované alkalické sírany sa z kyseliny sírovej oddelia.

Výhodou spôsobu podľa vynálezu je čistenie odpadnej kyseliny sírovej vznikajúcej pri výrobe nitro- a sulfoderivátov 3-metylfenol. Spôsob je technicky dobre zvládnuteľný a nenáročný. Získaná zriedená H_2SO_4 nájde uplatnenie pri výrobe superfosfátu, alebo po skoncentrovaní sa môže použiť na bežnú potrebu.

Príklad 1

Do banky sa dá 100 ml použitej kyseliny sírovej s hmotnostnou koncentráciou 31,3 % H_2SO_4 , 1,4 % kyseliny dusičnej, 0,12 % kyslíčnikov dusíka titrovateľných ako kyselina dusitá, 3,2 % Na^+ - ionov, 0,14 % 3-metyl-4-nitrofenolu a 0,11 % 3-metylfenolu a jeho nitrozo- a sulfoderivátov. Ku kyseline sa pridalo 3 g aktivovaného bentonitu. Po 15 min. sa adsorbent odfiltraval. Získaná kyselina sírová obsahovala 0,06 % 3-metyl-4-nitrofenolu a 0,04 % 3-metylfenolu a jeho nitrozo-, sulfoderivátov.

Príklad 2

Postup je rovnaký ako podľa príkladu 1, ibaže sa po oddelení adsorbentu pridalo 1 g aktívneho uhlia. Po 24 hodinách sa aktívne uhlie od roztoku kyseliny odfiltravalo. Hmotnostný obsah 3-metyl-4-nitrofenolu bol 0,01 % a 3-metylfenolu a jeho nitrozo- a sulfoderivátov 0,005 %.

Príklad 3

Postup je rovnaký ako podľa príkladu 1, ibaže sa použili 2 absorpčné stupne. Množstvo bentonitu v 2. absorpčnom stupni bolo tiež 3 g. Po oddelení adsorbenta v 2. stupni mala kyselina sírová hmotnostnú koncentráciu 0,02 % 3-metyl-4-nitrofenolu a 0,02 % 3-metylfenolu a jeho nitrozo a sulfoderivátov.

Príklad 4

Postup je rovnaký ako podľa príkladu 1, iba miesto aktivovaného bentonitu sa použije jemnozrnný silikagel a čas je 24 hodín. Po odfiltrovaní silikagelu bol hmotnostný obsah 3-metyl-4-nitrofenolu 0,10 % a obsah 3-metylfenolu a jeho derivátov 0,09 %.

Príklad 5

Postup je rovnaký ako podľa príkladu 4, iba sa adsorpcia s aktívnym uhlím previedla 2 krát. Z kyseliny sírovej sa rektifikáciou oddestilovala voda. Vykryštalizovaný $NaHSO_4$ sa odfiltraval. Získaná kyselina sírová mala hmotnostnú koncentráciu 95,6 % a obsahovala 0,1 % Na^+ - ionov. Kyselina sírová bola prakticky bez organických látok.

Vynález možno použiť na čistenie kyseliny sírovej používanej pri výrobe 3-metyl-4-nitrofenolu. Použitá kyselina sírová sa nevyužívala a odtekala do odpadných vôd. Vyčistená kyselina sírová sa môže použiť pri výrobe minerálnych hnojív, alebo skoncentrovaná sa použije na bežné účely.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Spôsob čistenia kyseliny sírovej obsahujúcej ako nečistoty 3-metyl-4-nitrofenol, 3-metylfenol a jeho nitrozo- a sulfoderiváty, kyselinu dusičnú, kyslíčniky dusíka a alkalické sírany, vyznačujúci sa tým, že sa 3-metyl-4-nitrofenol, 3-metylfenol a jeho nitrozo- a sulfoderiváty adsorbujú kremičitanmi s adsorbčnými aktívnymi miestami, ktoré sa po adsorbovaní od kyseliny sírovej oddeľia.

2. Spôsob podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že v druhom adsorbčnom stupni sa 3-metyl-4-nitrofenol, 3-metylfenol a jeho nitrozo-, sulfoderiváty adsorbujú aktívnym uhlím, ktoré sa po adsorbovaní od kyseliny sírovej oddelí.
3. Spôsob podľa bodov 1 a 2 vyznačujúci sa tým, že hmotnostný obsah 3-metyl-4-nitrofenolu v derivátoch 3-metylfenolu je 1 až 100 %.
4. Spôsob podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že sa ako kremičitan s adsorbčnými aktívnymi miestami použije aktivovaný bentonit.
5. Spôsob podľa bodov 1, 2 a 4 vyznačujúci sa tým, že kyselina sírová sa po oddelení adsorbenta odparením vody skoncentruje na hmotnostnú koncentráciu 90 až 98 % a vykryštalizované alkalické sírany sa z kyseliny sírovej oddelia.