

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

111215

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 27.09.78 (P. 209928)

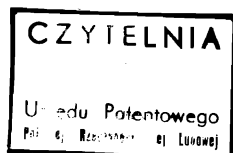
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 13.08.79

Opis patentowy opublikowano: 30.09.1981

Int. Cl².

C01D 3/08



Twórcy wynalazku: Manfred Stajszczyk, Stefan Puńko, Jolanta Zobel, Ryszard Kołodenny,
Marian Baruś, Władysław Pawlus, Wojciech Lalewicz
Uprawniony z patentu tymczasowego: Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej „Błachownia”,
Kędzierzyn-Koźle (Polska)

Sposób obróbki odpadowego ługu sodowego

Przedmiotem wynalazku jest sposób obróbki odpadowego ługu sodowego z produkcji chloropochodnych metanu z przeznaczeniem do sporządzania solanki do procesu elektrolizy.

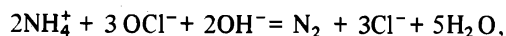
W procesie wytwarzania chloropochodnych metanu metodą termicznego chlorowania metanu i/lub chlorku metylu jednym z etapów pośrednich procesu jest mycie gazów poreakcyjnych roztworem ługu sodowego. Celem tej operacji jest usunięcie dwutlenku węgla, resztek chlorowodoru, nie usuniętego w poprzednich etapach oraz nieprzereagowanego chloru. W wyniku zachodzących reakcji powstaje bezbarwny, alkaliczny roztwór soli sodowych, nazywany odpadowym ługiem sodowym, który zawiera najczęściej 2–3% wagowych wodorotlenku sodowego, 1–5% wagowych węglanu sodowego, 2–6% wagowych chlorku sodowego, 0,2–0,3% wagowych chloropochodnych metanu oraz do 1 g/l chloru aktywnego. Na jedną tonę wyprodukowanych chloropochodnych przypada 500–1000 kg ługu. Równocześnie w zależności od stosowanych parametrów w węzłach procesu, poprzedzających mycie ługiem sodowym, mogą zdarzać się dość znaczne odchylenia od podanego wyżej składu odpadowego ługu.

Dotychczas przy wytwarzaniu chloropochodnych metanu roztwór odpadowego ługu sodowego odprowadzany był bez żadnej obróbki do ścieków przemysłowych. Postępowanie takie jest dopuszczalne przy instalacjach o małych zdolnościach produkcyjnych, jednak przy większych ilościach odpadowego ługu nie może być akceptowane ze względu na wymogi ochrony środowiska.

Celem wynalazku jest opracowanie prostego sposobu obróbki ługu odpadowego z instalacji chloropochodnych metanu, który umożliwi jego wykorzystanie do sporządzania solanki do procesu elektrolizy chlorku sodowego.

Istota wynalazku polega na obróbce odpadowego ługu sodowego z procesu wytwarzania chloropochodnych metanu, zawierającego 2,0–3,0% wagowych wodorotlenku sodu, 1–5% wagowych węglanu sodu, 2–6% wagowych chlorku sodu, do 1 g/l aktywnego chloru i do 0,3% wagowych chloropochodnych metanu. Do odpadowego ługu sodowego o powyższym składzie wprowadza się chlorek amonu lub amoniak, korzystnie w postaci wodnych roztworów, w ilości 3–5 krotnej w stosunku do ilości stechiometrycznej zawartego tam aktywnego chloru, następnie dodaje się kwas solny w ilości 1–1,3 w stosunku do stechiometrycznej zawartości wodorotlenku sodu, po czym całość zateża się przez oddestylowanie wody do zawartości NaCl nie przekraczającej 20% wagowych i Na₂CO₃ nie przekraczającej 10% wagowych.

Sposobem według wynalazku do roztworu odpadowego ługu z instalacji chloropochodnych metanu dodaje się chlorku amonu lub amoniaku w postaci ich wodnych roztworów w ilości do 5 razy większej od wynikającej ze stechiometrii reakcji chloru aktywnego z rodnikiem amonowym w/g równania:



następnie zobojętnia się nadmiar wodorotlenku sodowego stechiometryczną ilością kwasu solnego, po czym roztwór ogrzewa się do wrzenia i odparowuje wodą w takiej ilości, aby stężenie chlorku sodowego nie przekroczyło 20% wagowych, a węglanu sodowego 10% wagowych. Do uzyskanego roztworu dodaje się w razie potrzeby sody w takiej ilości, aby stężenie węglanu odpowiadało wymaganiom stawianym dla roztworu węglanu sodu, stosowanego jako dodatek do solanki do procesu elektrolizy, gdzie używany jest zwykle wodny roztwór Na_2CO_3 o stężeniu 10% wagowych.

Otrzymany opisany sposobem roztwór węglanu i chlorku sodowego zastępuje z powodzeniem roztwór sody stosowany w procesie przygotowania solanki do elektrolizy do wytrącania z solanki jonów wapnia i magnezu.

Przykład I. Do kolby trójzszyjnej o pojemności 2 l, wyposażonej w mieszadło, termometr i chłodnicę, zawierającej 1000 g odpadowego ługu sodowego o zawartości 2,04% wagowych wodorotlenku sodowego, 3,62% węglanu sodowego, 5,83% chlorku sodowego, 0,15% podchlorynu sodowego i 0,22% chloropochodnych metanu dodano, przy ciągłym mieszaniu, 55 g technicznego kwasu solnego o zawartości 29,6% chlorowodoru i 3,5 g technicznego chlorku amonu. Zawartość kolby ogrzano do wrzenia i oddestylowano wodę w ilości 530 g. Roztwór w kolbie zawierał 6,9% węglanu sodowego i 16,9% chlorku sodowego. Nie stwierdzono obecności chloru aktywnego i chloropochodnych metanu. 20 g tego roztworu dodano do 5500 g solanki o odczynie alkalicznym, wywołanym wprowadzonym tam NaOH, pobranej z instalacji przemysłowej przed dodaniem roztworu sody, po czym ciecz ogrzano do 70°C, przefiltrowano i zakwaszono kwasem solnym do pH 4. Tak przygotowany roztwór spełniał wszystkie wymagania stawiane solance kierowanej do elektrolizy.

Przykład II. Do kolby trójzszyjnej o pojemności 2 l, wyposażonej w mieszadło, termometr i chłodnicę, zawierającej 1000 g odpadowego ługu sodowego o zawartości 2,12% wodorotlenku sodowego, 4,36% węglanu sodowego, 3,81% chlorku sodowego, 0,08% podchlorynu sodowego i 0,27% chloropochodnych metanu, dodano, przy ciągłym mieszaniu 65 g kwasu solnego, powstającego ubocznie przy produkcji chloropochodnych metanu oraz 5 g 20%-owej wody amoniakalnej. Zawartość kolby ogrzano do wrzenia i oddestylowano wodę w ilości 630 g. Roztwór w kolbie zawierał 9,94% węglanu sodowego i 16,32% chlorku sodowego. Nie stwierdzono obecności chloru i chloropochodnych metanu. 15 g tego roztworu dodano do 6000 g solanki pobranej z instalacji przemysłowej przed dodaniem roztworu sody, po czym ciecz ogrzano do 70°C przefiltrowano i zakwaszono kwasem solnym do pH 4. Tak przygotowany roztwór spełniał wszystkie wymagania stawiane solance kierowanej do elektrolizy.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób obróbki odpadowego ługu sodowego z procesu wytwarzania chloropochodnych metanu z przeznaczeniem do sporządzania solanki do procesu elektrolizy, z namiennym tym, że do odpadowego ługu sodowego, zawierającego 2,0–3,0% wagowych wodorotlenku sodu, 1,0–5,0% wagowych węglanu sodu, 2,0–6,0% wagowych chlorku sodu, do 1 g/l aktywnego chloru i do 0,3% wagowych chloropochodnych metanu, wprowadza się chlorek amonu lub amoniak, korzystnie w postaci ich wodnych roztworów, w ilości 3–5 krotnej w stosunku do stechiometrycznej zawartości aktywnego chloru, następnie dodaje się kwas solny w ilości 1–1,3 w stosunku do stechiometrycznej zawartości wodorotlenku sodu, po czym całość zatęża się przez oddestylowanie części wody do zawartości NaCl nie przekraczającej 20% wagowych i zawartości Na_2CO_3 nie przekraczającej 10% wagowych.