

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

248237
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 01 B 7/00

(22) Prihlášené 25 07 85
(21) (PV 5482-85)

(40) Zverejnené 12 06 86

(45) Vydané 15 07 88

(75)
Autor vynálezu HAUSKRECHT PETER ing., BRATISLAVA

(54) **Spôsob neutralizácie kyseliny chlorovodíkovej z výroby
fenylhydrazínhydrochloridu**

1

2

Riešenie sa týka neutralizácie odpadnej kyseliny chlorovodíkovej z výroby fenylhydrazínhydrochloridu vápenatými kalmi z výroby kaptaxu.

Po neutralizácii je výsledná hodnota pH 4 až 7, s výhodou 4,5 až 6,5. Nerozpustné látky ako kaptax, smolovité látky, hydroxid železnatý, zinočnatý, nečistoty z technického hydroxidu vápenatého sa oddelia, s výhodou sedimentáciou.

Vynález sa týka spôsobu neutralizácie odpadnej kyseliny chlorovodíkovej, ktorá vzniká pri výrobe fenyldiazínhydrochloridu.

Fenyldiazínhydrochlorid sa vyrába z anilínu diazotáciou s dusitanom sodným v prebytku kyseliny chlorovodíkovej a redukciou vzniklého benzéndiazóniumchloridu s roztokom hydrogénsiričitanu a siričitanu sodného a doredukuje sa so zinkovým práchom. Fenyldiazínhydrochlorid sa odfiltruje od matečnej kyseliny chlorovodíkovej, ktorá obsahuje ako nečistoty fenyldiazínhydrochlorid, chlorid sodný, síran sodný, zinočnaté ióny a nezreagovaný anilín.

V súčasnosti odpadná kyselina chlorovodíková nemá využitie a odchádza do odpadných vôd. Niekedy sa pred vypustením neutralizuje s hydroxidom sodným alebo vápenatým.

2-merkaptobenzotiazol (kaptax) sa najčastejšie vyrába kondenzáciou anilínu, síry, sírouhlíka a surový kaptax sa čistí s hydroxidom vápenatým. Pri čistení odpadajú vápenaté kaly, ktoré obsahujú okrem hydroxidu vápenatého ako nečistoty vápenatú soľ kaptaxu a živočišné látky vznikajúce pri výrobe kaptaxu. Vápenné kaly sa nevyužívajú a uskladňujú sa na skládke chemického odpadu.

Vyššie uvedené nedostatky sú zmiernené spôsobom neutralizácie kyseliny chlorovodíkovej z výroby fenyldiazínhydrochloridu. Odpadná kyselina chlorovodíková je znečistená chloridom a síranom sodným, zinočnatým a niekedy železnatým iónom, fenyldiazínom a anilínom. Kyselina chlorovodíková sa neutralizuje odpadnými vápenatými kalmi, ktoré obsahujú 1 až 40 % hmotnosti hydroxidu vápenatého, 0,1 až 5 percent hmotnosti vápenatej soli kaptaxu, 1 až 15 % hmotnosti živočišných látok vznikajúcich pri výrobe kaptaxu a nečistoty pochádzajúce z technického hydroxidu vápenatého.

Hodnota pH po neutralizácii je 4 až 7, s výhodou 4,5 až 6,5. Z odpadných kalov prakticky vápenaté ióny prejdú do roztoku a vyzráža sa kaptax. Nerozpustné ostanú tiež smolovité látky. Z odpadnej kyseliny chlorovodíkovej sa vyzrážajú ióny železa a zinku vo forme hydroxidu. Zo suspenzie sa nerozpustné látky oddelia s výhodou sedimentáciou.

Výhodou spôsobu neutralizácie kyseliny chlorovodíkovej z výroby fenyldiazínhydrochloridu je, že sa na jej neutralizáciu použijú odpadné vápenaté kaly z výroby kaptaxu. Z vápenatých kalov sa využije prakticky všetok vápnik, ktorý prejde na rozpustný chlorid vápenatý. Z vápenatých kalov zostane nerozpustný kaptax a smolovité látky, ktorých objem je podstatne menší ako ob-

jem pôvodných vápenatých kalov, čím sa znížia náklady na ich uskladnenie na skládke chemických odpadov. Z odpadnej kyseliny sa vyzrážajú zinkové a železnaté ióny vo forme hydroxidu.

Príklad 1

Do banky sa dala odpadná kyselina chlorovodíková z výroby fenyldiazínhydrochloridu, ktorá obsahovala:

81 g/l HCl,
121 g/l Cl⁻,
152 g/l SO₄²⁻,

98 g/l Na⁺,
742 mg/l Zn²⁺,
940 mg/l anilínu,
5,6 g/l fenyldiazínhydrochloridu.

Na neutralizáciu sa použili vápenné kaly, ktoré obsahovali:

2,1 % hmotnosti hydroxidu vápenatého,
0,2 % hmotnosti vápenatej soli kaptaxu a
1,9 % hmotnosti smolovitých látok.

Výsledná hodnota pH bola 4,8. Výsledná hodnota pH po odfiltrovaní nerozpustných látok zo suspenzie bola 4,9.

Príklad 2

Postupovalo sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že kyselina chlorovodíková obsahovala:

3,2 % hmotnosti HCl,
6,8 % hmotnosti Cl⁻,
6,1 % hmotnosti SO₄²⁻,
3,6 % hmotnosti Na⁺,
226 mg/l Zn²⁺,
360 mg/l anilínu a
3,1 g/l fenyldiazínhydrochloridu.

Vápenaté kaly obsahovali:

36,0 % hmotnosti hydroxidu vápenatého,
3,9 % hmotnosti vápenatej soli kaptaxu,
13,8 % hmotnosti smolovitých látok.

Výsledná hodnota pH po neutralizácii bola 6,7. Vyzrážané nečistoty sa nechali vyseimentovať. Získaný vodný roztok mal hodnotu pH 6,7.

Vynález nájde uplatnenie pri neutralizácii odpadnej kyseliny chlorovodíkovej, čím sa zníži kyslosť odpadných vôd. Na neutralizáciu sa použijú odpadné vápenaté kaly, ktoré nahradia hydroxid vápenatý alebo sodný.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob neutralizácie kyseliny chlorovodíkovej z výroby fenyldrazínhydrochloridu znečistenej chloridom sodným, síranom sodným, kationmi železa a zinku, fenyldrazínhydrochloridom a anilínom hydroxidom vápenatým vyznačujúci sa tým, že sa kyselina chlorovodíková neutralizuje odpadným hydroxidom vápenatým z výroby 2-mercaptobenzotiazolu obsahujúcim 1 až 40 % hmotnosti hydroxidu vápenatého, 0,1 až 5 %

hmotnosti vápenatej soli 2-mercaptobenzotiazolu, 1 až 15 % hmotnosti smolovitých látok vznikajúcich pri výrobe 2-mercaptobenzotiazolu a nečistoty z technického hydroxidu vápenatého, pričom hodnota pH suspenzie po neutralizácii je 4 až 7, s výhodou 4,5 až 6,5 a z reakčnej zmesi sa nerozpustné nečistoty ako 2-mercaptobenzotiazol, smolovité látky, hydroxid železnatý a zinočnatý oddelia, s výhodou sedimentáciou.