

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

247586

(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 01 B 7/00

/22/ Prihlášené 25 07 85
/21/ PV 5479-85

(40) Zverejnené 15 05 86

(45) Vydané 16 05 88

(75)

Autor vynálezu

HAUSKRECHT PETER ing., BRATISLAVA

(54) Spôsob neutralizácie odpadnej kyseliny chlorovodíkovej z výroby 3-metyl-4-nitrofenolu

Odpadná kyselina chlorovodíková z výroby 3-metyl-4-nitrofenolu sa zneutralizuje odpadnými kalmi hydroxidu vápennatého z výroby 2-merkaptobenzotiazolu na hodnotu pH 2 až 7, s výhodou 3 až 6. Po neutralizácii nerozpustné látky sa oddelia, s výhodou sedimentáciou. Získaný roztok je možné vypúšťať do chemickej kanalizácie. Nerozpustné látky sa môžu uskladniť na skládke chemických odpadov.

Vynález sa týka neutralizácie odpadnej kyseliny chlorovodíkovej vznikajúcej pri výrobe 3-metyl-4-nitrofenolu.

3-metyl-4-nitrofenol sa vyrába nitrozáciou 3-metylphenolu s dusitanom sodným v prítomnosti minerálnej kyseliny a následnou oxidáciou vzniklého 3-metyl-4-nitrózo-fenolu na 3-metyl-4-nitrofenol s kyselinou dusičnou. Zo suspenzie sa 3-metyl-4-nitrofenol odfiltruje. Ako odpad vzniká roztok minerálnej kyseliny, najčastejšie kyseliny sírovej alebo chlorovodíkovej. Odpadná kyselina chlorovodíková obsahuje ako nečistoty chlorid sodný, 3-metylphenol a jeho nitro-, nitrózoderiváty, kyselinu dusičnú, kyselinu dusitú. Obsah HCl je pod 10 % hmotnosti. Vzhľadom na obsah nečistôt sa kyselina chlorovodíková najčastejšie neutralizuje a vypúšťa do odpadných vôd.

2-merkaptobenzthiazol /kaptax/ sa vyrába kondenzáciou anilínu, síry a sírouhlíka. Surový kaptax sa čistí hydroxidom vápenatým, pričom odpadajú vápenaté kaly, ktoré obsahujú okrem hydroxidu vápenatého vápenatú sol kaptaxu, nerozpustné smolovité látky a nečistoty z použitého hydroxidu vápenatého. Vzniklé kaly sa skladujú na skládke chemického odpadu.

Vyššie uvedené nedostatky sú odstránené spôsobom neutralizácie odpadnej kyseliny chlorovodíkovej z výroby 3-metyl-4-nitrofenolu, podstata ktorého spočíva v tom, že sa kyselina chlorovodíková neutralizuje s odpadným hydroxidom vápenatým z výroby kaptaxu. Odpadná kyselina chlorovodíková obsahuje ako nečistoty chlorid sodný, 3-metylphenol a jeho nitro-, a nitrózo-deriváty, kyselinu dusičnú, kyselinu dusitú. Odpadný hydroxid vápenatý obsahuje 3 až 50 % hmotnosti hydroxidu vápenatého, 0,1 až 5 % hmotnosti vápenatej soli kaptaxu, 1 až 20 % hmotnosti smolovitých látok, ktoré vznikajú ako vedľajšie produkty pri výrobe kaptaxu a nečistoty z technického hydroxidu vápenatého.

Výsledná hodnota pH je 2 až 7, s výhodou 3 až 6. Z reakčnej zmesi sa vyzrážajú ako nečistoty kaptax, smolovité látky, 3-metyl-4-nitrofenol a nečistoty z technického hydroxidu vápenatého, predovšetkým kremičitany. Vyzrážané nečistoty sa oddeľia s výhodou sedimentáciou a získaný roztok sa môže vypustiť do odpadných vôd.

Výhodou podľa vynálezu je, že sa použije na neutralizáciu odpadný hydroxid vápenatý, ktorý sa doteraz nevyužíva a skladuje sa nákladne na skládke chemických odpadov. Pri neutralizácii sa na ňu využije z vápenatých kalov hydroxid vápenatý a vápenatá sol kaptaxu. Vápenaté ióny prejdú vo forme chloridu do roztoku. Ako nerozpustné látky sa vyzrážajú predovšetkým časť 3-metyl-4-nitrofenolu, kaptax, smolovité látky a kremičitany.

Vyzrážané látky sa oddeľia s výhodou sedimentáciou. Kal možno po úprave skladovať na skládke chemických odpadov. Objem vzniklého kalu je o mnoho menší ako objem pôvodných vápenatých kalov z výroby kaptaxu. Na neutralizáciu sa použije miesto hydroxidu vápenatého alebo sodného prakticky odpadný hydroxid vápenatý, ktorý sa nevyužíva a so skladovaním na skládke chemických odpadov sú problémy a vznikajú náklady na jeho uskladnenie.

P r í k l a d 1

Do banky sa dalo 500 ml odpadnej kyseliny chlorovodíkovej, ktorá obsahovala 10,2 % hmotnosti HCl, 3,1 % hmotnosti NaCl, 1 720 mg/l 3-metyl-4-nitrofenolu, 240 mg/l 3-metylphenolu, 0,9 % hmotnosti HNO₃, a 0,04 % hmotnosti HNO₂. Ku kyseline sa pridala suspenzia vápenatých kalov z výroby kaptaxu, ktorá obsahovala 5,2 % hmotnosti Ca(OH)₂, 0,4 % hmotnosti vápenatej soli kaptaxu a 2,1 % hmotnosti smolovitých látok. Zmes sa zneutralizovala na hodnotu pH 3,4. Nerozpustné látky sa odfiltrovali. Filtrát mal hodnotu pH 3,4.

P r í k l a d 2

Postupovalo sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že sa na neutralizáciu použili vápenaté kaly, ktoré obsahovali 41 % hmotnosti hydroxidu vápenatého, 3,8 % vápenatej soli kaptaxu

a 13,1 % hmotnosti smolovitých látok. Hodnota pH po neutralizácii bola 6,5. Nerozpustné látky sa oddelili sedimentáciou, roztok mal hodnotu pH 6,6.

Vynález je možné použiť pri neutralizácii odpadnej kyseliny chlorovodíkovej, ktorá odpadá pri výrobe 3-metyl-4-nitrofenolu. Na neutralizáciu sa použijú odpadné kaly, ktoré odpadajú pri výrobe kaptaxu.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob neutralizácie odpadnej kyseliny chlorovodíkovej z výroby 3-metyl-4-nitrofenolu obsahujúcej ako nečistoty chlorid sodný, 3-metyl-4-nitrofenol, 3-metyl-4-nitrózofofenol, 3-metylfenol, kyselinu dusičnú a kyselinu dusitú, hydroxidom vápenatým vyznačujúci sa tým, že sa odpadná kyselina chlorovodíková zneutralizuje odpadným hydroxidom vápenatým z výroby 2-merkaptobenzotiazolu obsahujúcim 3 až 50 % hmotnosti hydroxidu vápenatého, 0,1 až 5 % hmotnosti vápenatej soli 2-merkaptobenzotiazolu, 1 až 20 % hmotnosti smolovitých látok vznikajúcich pri výrobe kaptaxu, na výslednú hodnotu pH 2 až 7, s výhodou 3 až 6, a z reakčnej zmesi sa vyzrážané nečistoty oddelia, s výhodou sedimentáciou.