

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

208487

(11) (102)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

- (22) Přihlášeno 09 02 79
(21) (PV 905-79)
(32) (31)(33) Právo přednosti od 09 02 78
(P 312/78) Jugoslávie
(40) Zveřejněno 31 12 80
(45) Vydáno 15 04 84

(51) Int. Cl.³
C 01 B 35/12

(72) Autor vynálezu

OCVIRK ANDREJ dr., LUBLAŇ-POLJE, LIPUŠ DRAGO ing., DOMŽALE
a GRAD ALFONZ ing., DOL u LUBLANĚ (JUGOSLÁVIE)

(73) Majitel patentu

BELINKA, TOVARNA KEMIČNIH IZDELKOV, ŠENTJAKOB OB SAVI (JUGOSLÁVIE)

(54) Způsob výroby čistého metaboritanu sodného

1

Vynález se týká způsobu výroby čistého metaboritanu sodného ze surového boritanu sodného, při němž se surový boritan sodný rozkládá hydroxidem sodným a z jeho vodné suspenze, obsahující metaboritan sodný a odpadní látky, se nucenou sedimentací podle vynálezu získá roztok čistého metaboritanu sodného.

Metaboritan sodný vzorce NaBO_2 je výhodnou výchozí surovinou pro přípravu perboritanu sodného, kterého se ve velké míře používá v průmyslu detergentů.

Je znám průmyslový způsob výroby čistého metaboritanu sodného, při němž se surový boritan sodný ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) nejprve přemění rozkladnou reakcí s roztokem hydroxidu sodného a další vodou v metaboritan sodný.

Výsledná vodná suspenze obsahuje odpadní látky a rozpuštěný metaboritan sodný. Odpadní látky se oddělí od roztoku metaboritanu sodného odfiltrováním.

Z celého výrobního postupu je právě filtrace nejproblematičtější. Je příčinou vysokých nákladů na zařízení. Surový boritan sodný nesmí obsahovat více než 2 % odpadních látek a kromě toho musí být tyto odpadní látky jemně dispergovány; v opačném případě je filtrace vzhledem k častému zanášení filtru jak z technologického, tak z ekonomického hlediska nevýhodná. Pro výhodný průběh filtrace je nutné vysoká filtrační teplota kolem 90 °C.

Nyní bylo překvapivě zjištěno, že je možno surový boritan alkalického kovu, zejména boritan sodný, přeměnit v čistý metaboritan sodný technologicky výhodným způsobem.

Výše uvedené nedostatky nemá způsob výroby čistého metaboritanu sodného ze surového boritanu sodného podle vynálezu, při němž se získá suspenze obsahující odpadní látky a rozpustěný metaboritan sodný, jehož podstata spočívá v tom, že se za míchání při teplotě v rozmezí 40 až 80 °C přidá k uvedené suspenzi 0,05 až 0,5% vodný roztok vložkovacího činidla, vzniklá směs se ponechá usadit, načež se usazenina popřípadě až třikrát promyje promývací kapalinou a čirý roztok metaboritanu sodného nad usazeninou se odvede.

Jako vložkovacího činidla se s výhodou použije polyakrylamidů s molekulovou hmotností v rozmezí $5 \cdot 10^6$ až $15 \cdot 10^6$.

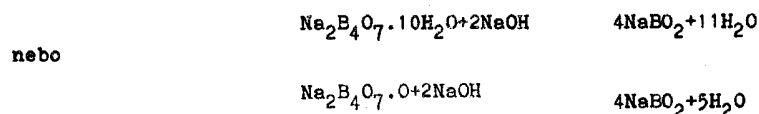
Jako promývací kapaliny se s výhodou použije vody nebo svařeného matečného louhu, přivedeného zpět z následné krystalizace perboritanu sodného.

Výhodou způsobu podle vynálezu je, že je možné ho provádět při značně nižších pořizovacích nákladech na zařízení ve srovnání s náklady dosavadních postupů. Navíc je oproti známému stavu techniky energeticky výhodnější, neboť se provádí při nižších teplotách a je možné použít surového boritanu sodného, obsahujícího až 15 % odpadních látek, které mohou mít i hrubě disperzní charakter. Výtěžek metaboritanu je prakticky kvantitativní.

Na připojených výkresech obrázek 1 představuje blokové schéma způsobu podle vynálezu a obrázek 2 představuje graf závislosti výšky usazeniny (h) na době usazování (t) pro teploty 50 a 80 °C.

Použije-li se jako výchozí suroviny surového boritanu sodného, rozkládá se v metaboritan sodný známými postupy.

Rozklad probíhá podle tohoto reakčního schématu:



Z výkresu 1 je zřejmé, že se rozklad provádí v reaktoru 1, opatřeném míchadlem. Potrubím 2 se přivádí do reaktoru 1 roztok hydroxidu sodného. Tak zvaná "promývací voda" se přivádí ze zásobníku 3. Jako "promývací vody" je možné použít vody, nebo svařeného matečného louhu, vráceného zpět z následné krystalizace perboritanu sodného, nebo kapaliny, zbývající po promytí usazeného odpadu, jak je v dalším popsáno.

Surový boritan sodný se přivádí dopravníkem 4. Množství reakčních složek odpovídá stechiometrickému poměru a stanoví se tak, aby se získal metaboritan sodný v koncentraci od 80 do 300 g NaBO_2 v 1 litru roztoku.

Reakční teplota má být v rozmezí 40 až 80 °C. Průběh rozkladu je velmi rychlý. Po skončení reakce louhu sodného s boritanem sodným obsahuje vodná suspenze odpadní látky a rozpustěný metaboritan sodný.

Tato suspenze se podrobí nucené sedimentaci podle vynálezu tím, že se přívodním potrubím 5 přivádí vhodné vložkovací činidlo. Vložkovací činidlo je v podobě 0,05 až 0,5% vodného roztoku.

Jako flokulačních činidel se používá syntetických organických polymerů, působících jako polyelektrolyty. Při způsobu podle vynálezu se používá polyakrylamidů o molekulové hmotnosti v rozmezí $5 \cdot 10^6$ až $15 \cdot 10^6$. Pokud jde o jejich iontový charakter, jsou mírně aniontové aktivní.

Množství flokulačního činidla přidaného k suspenzi, která se ponechá usadit, závisí na množství odpadních látek ve výchozí surovině. Toto množství je možno snadno určit.

Roztok vločkovacího činidla se přidává za míchání. Po důkladném promíchání se chod míchadla zastaví a vyčká se, dokud se vzniklé vločky neusadí. Doba čekání závisí na velikosti a tvaru reaktoru a činí například 15 až 45 minut. Mezi usazeninou a čirým roztokem je ostré rozhraní a proto lze čirý roztok metaboritanu NaBO_2 odčerpávat čerpadlem 6 přes odvodní potrubí 7 do dalšího technologického stupně.

Zde se metaboritan sodný přidáním roztoku peroxidu vodíku H_2O_2 a ochlazením přemění v krystaly perboritanu sodného; po odstředění těchto krystalů je matečný louh možno vracet a použít při výše popsaném rozkladu nebo při promývání usazeniny, jak je uvedeno bezprostředně výše.

Zbývající usazenina obsahuje ještě tolik strženého metaboritanu sodného, že její vypuštění do odpadu by nebylo hospodárné; proto se promývá. Bylo zjištěno, že vyhovuje až trojnásobné promytí.

Usazenina se promývá vodou nebo svařeným matečným louhem ze sekundárního zásobníku 8. Tento matečný louh se odváší z výše uvedeného krystalizace perboritanu sodného a shromažďuje se v sekundárním zásobníku 8. Promývání se provádí tak, že se do reaktoru 1 pokaždé přidá takové množství promývací kapaliny, které odpovídá jedné třetině (v případě trojnásobného promývání) množství "promývací vody", potřebného k výše uvedenému rozkladu (kterážto voda se přivádí ze zásobníku 3 pro účely rozkladné reakce), získaná směs se důkladně promíchá, načež se přidá vločkovací činidlo a směs se ponechá usadit.

Čerpadlem 6 se pak čirý roztok nad usazeninou čerpá do zásobníku 3. Po posledním promytí se zbývající usazenina čerpá sekundárním čerpadlem 9 do zařízení 10 pro zahuštění kalu.

Obdobného postupu se používá v případě, kdy se získá vodná suspenze metaboritanu sodného a odpadních látek po zpracování některého jiného surového boritanu alkalického kovu.

Výsledek je blíže objasněn dále uvedenými příklady.

Příklad 1

Do válcové nádoby o objemu 20 l, opatřené míchadlem a dvojitým pláštěm, se při teplotě 60 °C vnese 15 litrů promývací vody (získané z následného stupně promývání usazených odpadních látek), obsahující v 1 litru 26 g kysličníku sodného a 30,6 g kysličníku boritého, dále 1 630 ml 45,17% roztoku hydroxidu sodného a 5 940 g tetraboritanu sodného $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, obsahujícího 31,8 % B_2O_3 , 15,3 % Na_2O , 7,4 % odpadních látek.

Metaboritan sodný NaBO_2 , získaný rozkladem, má koncentraci 225 g/l roztoku. K suspenzi, která obsahuje rozpuštěný metaboritan sodný NaBO_2 a odpadní látky, se za míchání přidá 200 ml 0,1% vodného roztoku flokulačního činidla.

Po důkladném promíchání se chod míchadla zastaví a odpadní látky se ponechají usazovat po dobu 15 minut. Objem dekantovaného čirého roztoku metaboritanu sodného činí 17,2 ml. Ke zbytku se přidá 5 litrů svařeného matečného louhu, získaného v následném stupni krystalizace perboritanu sodného a obsahujícího v jednom litru 7,9 g Na_2O a 9,8 g B_2O_3 ; vzniklá směs se důkladně promíchá, znovu se přidá 100 ml výše uvedeného roztoku vločkovacího činidla a směs se ponechá 15 minut usadit.

Dekantuje se 5,1 litru matečného roztoku, obsahujícího v 1 litru 45 g Na_2O a 51 g B_2O_3 . Promývání se opakuje ještě dvakrát, takže odvážené odpadní látky obsahují pouze 3,7 g

Na_2O a 4,6 g B_2O_3 , což znamená, že výtěžek metaboritanu sodného je kvantitativní.

Příklad 2

Postupem, obdobným postupu popsanému v příkladu 1, se z tetraboritanu sodného (30,9 g B_2O_3 , 14,8 % Na_2O a 7,2 % nerozpustných odpadních látek) rozkladem hydroxidem sodným získá metaboritan sodný v koncentraci 227 g v 1 litru roztoku.

Získaná suspenze, která obsahuje odpadní látky a rozpuštěný metaboritan sodný NaBO_2 , se vnese do válcové nádoby o objemu 500 ml až ke značce 400 ml. Nádoba se pak přenesse do lázně, jejíž teplota se udržuje na a) 50 °C a b) 80 °C.

Do válcové nádoby se vloží míchadlo, které se udržuje v chodu, dokud obsah nádoby se neohřeje na teplotu lázně. Pak se přidá vodný roztok (5 mg/l) vložkovacího činidla.

Obsah nádoby se pak míchá 1 minutu, načež se chod míchadla zastaví. V obou případech je usazování prakticky skončeno po 15 minutách.

Na přiloženém grafu (obr. 2) je výška usazeniny vynesena v závislosti na době usazování. Vzhledem k rotační rychlosti jakožto následku míchání se s měřením začíná teprve u značce 350 ml na válcové nádobě a výšky válcové nádoby 180 mm. Při době usazování v rozmezí od 15 do 40 minut nebyl pozorován žádný výrazný rozdíl ve výšce usazeniny. Z grafu je zřejmé, že při použití výše uvedeného vložkovacího činidla není výrazného rozdílu mezi rychlostmi usazování, ať toto probíhalo při teplotě 50 nebo 80 °C.

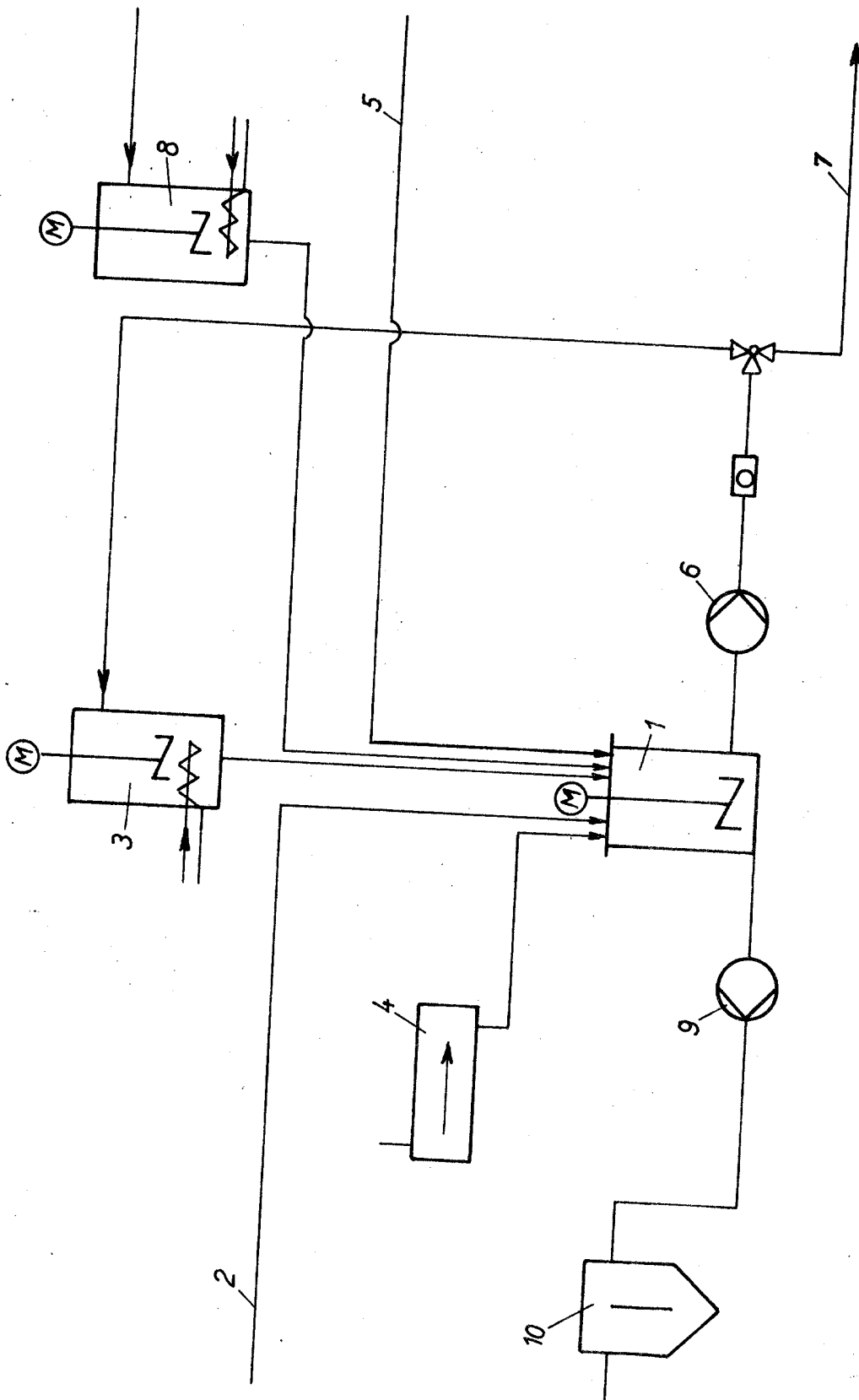
PŘEDMĚT VYNÁLEZU

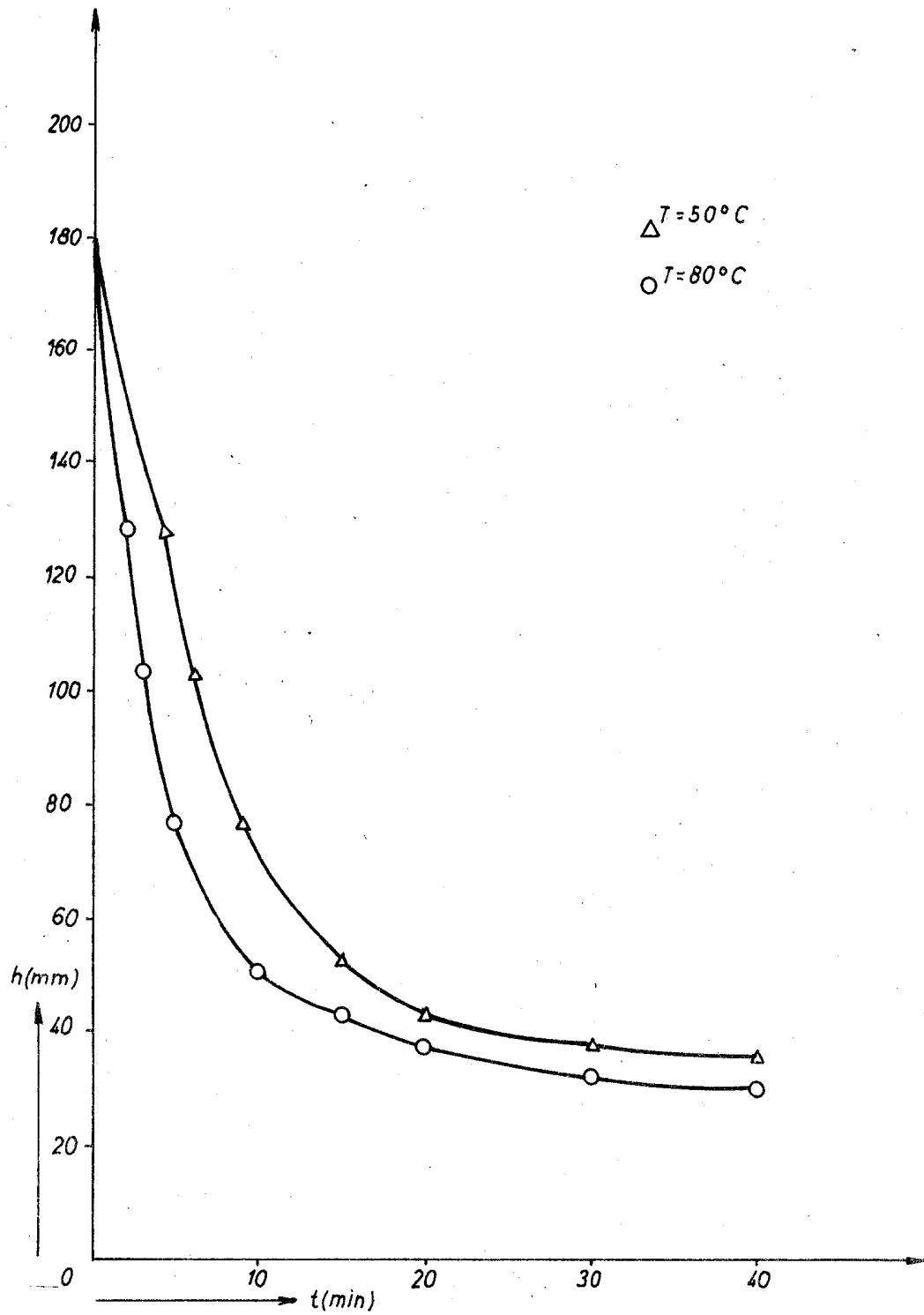
1. Způsob výroby čistého metaboritanu sodného ze surového boritanu alkalického kovu, při němž se získá vodná suspenze obsahující odpadové látky a rozpuštěný metaboritan sodný, vyznačující se tím, že se za míchání při teplotě v rozmezí 40 až 80 °C k uvedené suspenzi přidá 0,05 až 0,5% vodný roztok vložkovacího činidla, vzniklá směs se ponechá usadit, načež se usazenina popřípadě až třikrát promyje promývací kapalinou a čirý roztok metaboritanu sodného nad usazeninou se odvede.

2. Způsob podle bodu 1 vyznačující se tím, že se jako vložkovacího činidla použije polyakrylamidů s molekulovou hmotností v rozmezí $5 \cdot 10^6$ až $15 \cdot 10^6$.

3. Způsob podle bodu 1 vyznačující se tím, že se jako promývací kapaliny použije vody nebo svařeného matečného louhu, přivedeného zpět z následné krystalizace perboritanu sodného.

2 listy výkresů

Obzr. 1

Obr. 2