

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

212040

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³

C 02 F 1/52

(22) Přihlášeno 01 10 80

(21) (PV 6621-80)

(40) Zveřejněno 31 07 81

(45) Vydáno

[75]

Autor vynálezu

ŽMOLIL PŘEMYSL ing. a ZAJÍČEK MILOSLAV ing., PARDUBICE

[54] Způsob zpracování odpadních vod z výroby antrachinon-1-sulfonanu sodného

ANOTACE

Vynález se týká zpracování odpadních vod z výroby antrachinon-1-sulfonanu sodného, které obsahují antrachinon-2-sulfonan sodný, zbytek antrachinon-1-sulfonanu sodného, 1,5 a 1,8-disulfonan a kromě toho kyseliny sírovou, chlorid a případně síran sodný. Sulfokyseliny se z odpadních vod izolují vysolením, podrobí se desulfonaci a získá se 95 až 98% antrachinon a 90 až 92% antrachinon 2-sulfonan sodný.

Vynález se týká způsobu zpracování odpadních vod z výroby antrachinon-1-sulfonanu sodného, které obsahují jako hlavní složku antrachinon-2-sulfonan sodný, zbytkový antrachinon-1-sulfonan sodný, 1,5 a 1,8-disulfonan sodný, dále pak kyselinu sírovou, chlorid sodný a případně síran sodný.

Sulfonace antrachinonu do polohy 1 se provádí oleem v nadbytku antrachinonu za katalytického působení rtuť. Reakce není selektivní. Při sulfonaci vzniká směs o složení cca 70 % hmot. antrachinon-1-sulfokyseliny, cca 8 % hmot. antrachinon-2-sulfokyseliny a 20 až 22 % hmot. 1,5 a 1,8-antrachinon disulfokyseliny. Po izolaci hlavního produktu ve formě sodné soli odpadá směs obsahující proměnlivé množství výše uvedených sulfokyselin. Doposud byla tato směs společně s odpadající kyselinou sírovou vypouštěna do odpadních vod. Dochází tak jednak ke ztrátám na vlastním antrachinonu, dále pak ke značnému znečištění odpadních vod.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob zpracování odpadních vod z výroby antrachinon-1-sulfonanu sodného podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se odpadní vody vysolí přidávkou 7 až 13 % hmot. chloridu sodného či draselného vztaženo na objem filtrátu. Vytvořená sraženina se odfiltruje, rozmíchá v 0,7 až 1,2 váhových dílech kyseliny sírové a za případné přítomnosti 0,03 až 0,10 % síranu rtuťnatého se desulfonuje za varu při teplotě 170 až 210 °C, přičemž výše bodu varu se udržuje přidáváním vody nebo směsi voda pyridin v poměru 6 až 3:1. Po skončení desulfonace se do reakční směsi přidá voda, čímž se sníží koncentrace kyseliny sírové a ze směsi se vyloučí antrachinon, po jehož odfiltrování a vysrážení rtuť sirnatem se izoluje antrachinon-2-sulfonan sodný vysolením.

Způsobem podle vynálezu získaný antrachinon vykazuje čistotu 95 až 98 %, antrachinon-2-sulfonan sodný má obsah 90 až 92 % (v sušině) a jako nečistotu obsahuje do 1 % antrachinon-1-sulfonanu sodného. Zpracování odpadních vod popsaným způsobem vede k efektivnějšímu využití antrachinonu, neboť neodchází s odpadními vodami, ale vrací se zpět do výroby a současně ke zvýšení čistoty odpadních vod.

Pro objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení:

Příklad 1

10 l matečných filtrátů odpadajících z výroby antrachinon-1-sulfonanu sodného se za míchání vysolí 300 g pevného chloridu sodného, míchání se zastaví a po 15 minutách se opět za míchání v malých dávkách přidá 1000 g pevného chloridu sodného. Po vnesení veškeré soli se jednu hodinu míchá a po-

tom se směs nechá krystalovat 12 hodin bez míchání, načež se zfiltruje a získá se koláč obsahující sodné soli antrachinon sulfonových kyselin o hmotnosti cca 600 až 800 g. Do sulfonační baňky se předloží 500 g monohydrátu kyseliny sírové a vnese se 500 g pasty antrachinon-1-sulfonanů (cca 200 g sušiny). Teplota během vnášení stoupne na 120 °C. Směs se zahřeje k bodu varu a oddestiluje se tolik vody, až teplota reakční směsi dosáhne 190 °C. V této době se přidá do reakční směsi po částech 0,4 g síranu rtuťnatého, buď pevného nebo ve formě roztoku ve slabém oleu a reakční směs se udržuje na teplotě 190 až 195 °C pod refluxem. Bod varu vlivem vznikající soli stoupá a reakční směs se udržuje na teplotě 190 °C přidáváním vody nebo lépe vody a pyridinu 3 až 6:1. Po 2 hodinách se ověří, zda jsou sulfokyseliny hydrolyzovány. Není-li desulfonace ukončena pokračuje se v zahřívání. Po ukončení desulfonace se nejprve přikape 150 ml vody a pak se reakční směs zředí na objem 1200 až 1250 ml. Směs se zahřeje na 95 °C, zfiltruje a promyje horkou vodou. Získá se 65 g antrachinonu o čistotě 95 až 98 %. Filtráty a promývací vody se zachytí společně a po vyhřátí na 95 °C se přidá 15 g sirnatanu sodného. Po 1 hodině míchání se odfiltruje sirník rtuťnatý, hustota filtrátu se upraví na 1,1 při 40 °C a při 50 až 60 °C se vysolí 25 g soli do vypadnutí prvních krystalů. Potom se ponechá 15 minut stát a opět za míchání dosolí 50 g pevné soli. Po hodině míchání se nechá směs samovolně krystalovat 12 hodin, potom se izoluje antrachinon-2-sulfonan sodný, který se promyje 4% roztokem chloridu sodného. Získá se 110 g pasty antrachinon-2-sulfonanu sodného s obsahem 60 až 70 g sušiny.

Příklad 2

10 l matečných filtrátů a promývacích vod odpadajících z výroby antrachinon-1-sulfonanu sodného se za míchání vysolí 300 g pevného chloridu sodného. Potom se míchání zastaví a po 15 minutách se opět za míchání přidá v malých dávkách 1000 g pevného chloridu sodného. Dále se pokračuje jako v příkladě 1.

Příklad 3

10 l matečných filtrátů odpadajících z výroby antrachinon-1-sulfonanu sodného se za míchání vysolí 200 g chloridu draselného. Potom se míchání zastaví a po 15 min. se opět za míchání v malých dávkách přidá 500 g chloridu draselného. Po vnesení veškeré soli se 1 hod. míchá a potom směs 8 až 12 hod. krystaluje bez míchání. Filtrací se získá koláč obsahující draselné soli antrachinon-sulfokyselin o hmotnosti 650 až 900 g. Další postup je stejný jako v příkladě 1.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob zpracování odpadních vod z výroby antrachinon-1-sulfonanu sodného sulfonací antrachinonu vyznačující se tím, že se odpadní vody vysolí přidavkem 7 až 13 % hmot. chloridu sodného či draselného vztaženo na objem filtrátu, vytvořená sraženina se odfiltruje, rozmíchá v 0,7 až 1,2 hmot. dílech kyseliny sírové a za případné přítomnosti 0,03 až 0,10 % hmot. síranu rtuťnaté-

ho se desulfonuje za varu při teplotě 170 až 210 °C, přičemž výše bodu varu se udržuje přidáváním vody nebo směsi voda : pyridin v poměru 6 až 3:1, načež se reakční směs zředí vodou, vyloučený antrachinon se odfiltruje a z filtrátu se po vysrážení rtuť sírnatem a odfiltrování sírníku rtuťnatého izoluje antrachinon-2-sulfonan sodný.