



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

247587

(11)

(B1)

/22/ Prihlásené 25 07 85
/21/ PV 5480-85

(51) Int. Cl.⁴

C 01 B 7/00

(40) Zverejnené 15 05 86

(45) Vydané 16 05 88

(75)

Autor vynálezu

HAUSKRECHT PETER ing., BRATISLAVA

(54) Spôsob neutralizácie kyseliny chlorovodíkovej z výroby 2-metyl-4-chlórfenoxioctovej kyseliny

Odpadná kyselina chlorovodíková z výroby 2-metyl-4-chlórfenoxioctovej kyseliny je znečistená kyselinami 2-metyl-4-chlórfenoxioctovou, 2-metylfenoxioctovou, 2-metyl-6-chlórfenoxioctovou a 2-metyl-4,6-dichlórfenoxioctovou, chlórderivátmi 2-metylfenolu a chloridom sodným. Zneutralizuje sa odpadným hydroxidom vápennatým z výroby kaptaxu, ktorý obsahuje 3 až 50 % hmotnosti vápennatej soli kaptaxu, 0,1 až 5 % hmotnosti vápennatej soli kaptaxu, 1 až 20 % hmotnosti živočišných látok vznikajúcich pri výrobe kaptaxu a nečistoty z technického hydroxidu vápennatej. Hodnota pH po neutralizácii je 3 až 7, s výhodou 4 až 6. Z reakčnej zmesi sa vyzrážané nečistoty oddelia s výhodou sedimentáciou.

Vynález rieši spôsob neutralizácie kyseliny chlorovodíkovej ktorá odpadá pri výrobe 2-metyl-4-chlórphenoxioctovej kyseliny.

Kyselina 2-metyl-4-chlórphenoxioctová sa používa na výrobu herbicídov. V CS. AO 179 200 sa popisuje výroba 2-metyl-4-chlórphenoxioctovej kyseliny chloráciou 2-metylphenoxioctovej kyseliny s alkalickým chlorňanom v prítomnosti minerálnej kyseliny a následným vyžrážaním 2-metyl-4-chlórphenoxioctovej kyseliny v prebytku minerálnej kyseliny. Pri výrobe odpadá veľké množstvo minerálnej kyseliny, najčastejšie kyseliny chlorovodíkovej.

Kyselina chlorovodíková je znečistená chloridom sodným, fenoxioctovými kyselinami, najmä kyselinami 2-metyl-4-chlórphenoxioctovou, 2-metylphenoxioctovou, 2-metyl-6-chlórphenoxioctovou, 2-metyl-4,6-dichlórphenoxioctovou, chlórderivátmi 2-metylphenolu. Koncentrácia kyseliny chlorovodíkovej sa pohybuje do 5 % hmotnosti, koncentrácia fenoxioctových kyselín je 3 až 15 g/l a je veľmi závislá od teploty. Pri využití a spracovaní odpadnej kyseliny chlorovodíkovej sú problémy, vzhľadom k tomu, že obsahuje pomerne veľkú koncentráciu chloridu sodného a má malú koncentráciu chlorovodíka. Preto sa pred vypustením do odpadných vôd neutralizuje.

2-merkaptobenztriazol /kaptax/ sa vyrába reakciou anilínu síry, sírouhlíka. Pri čistení surového kaptaxu odpadajú vápenné kaly, ktoré sa po zahutnení deponujú na skládku chemického odpadu. Odpadné kaly obsahujú 3 až 50 % hmotnosti hydroxidu vápennatého, 0,1 až 5 % hmotnosti soli kaptaxu a 1 až 20 % hmotnosti živičných látok vznikajúcich pri výrobe kaptaxu ako vedľajšie produkty.

Nevýhodou ich skladovania na skládke chemického odpadu je, že po zahutnení obsahujú značné množstvo netoxického hydroxidu vápennatého.

Vyššie uvedené nedostatky sú zmiernené spôsobom neutralizácie kyseliny chlorovodíkovej z výroby 2-metyl-4-chlórphenoxioctovej kyseliny, podstata ktorého spočíva v tom, že sa odpadná kyselina chlorovodíková obsahujúca ako nečistoty chlorid sodný, kyseliny 2-metyl-4-metylphenoxioctovú, 2-metyl-6-chlórphenoxioctovú, 2-metyl-4,6-dichlórphenoxioctovú a chlórderiváty 2-metylphenolu sa neutralizuje odpadným hydroxidom vápenatým z výroby 2-merkaptobenztriazolu, ktorý obsahuje 3 až 50 % hmotnosti hydroxidu vápennatého, 0,1 až 5 % hmotnosti vápenatej soli kaptaxu a 1 až 20 % hmotnosti živíc vznikajúcich pri výrobe kaptaxu.

Výsledná hodnota pH je 3 až 7, s výhodou 4 až 6. Po zneutralizovaní sú vyžrážané nečistoty ako 2-merkaptobenztriazol, živičné látky a v niektorých prípadoch i časť fenoxioctových kyselín. Nečistoty sa oddeľia, s výhodou v forme kalu sedimentáciou.

Výhodou spôsobu neutralizácie kyseliny chlorovodíkovej podľa vynálezu je, že sa na jej neutralizáciu použijú odpadné kaly z výroby kaptaxu. Pri neutralizácii z odpadných vápenných kalov sa vyžráža vo forme suspenzie kaptax a smolovité látky, ktoré sú prakticky nerozpustné. Z odpadnej kyseliny chlorovodíkovej sa vyžrážajú v niektorých prípadoch fenoxioctové kyseliny a to najmä ak sa pri neutralizácii objem pôvodnej kyseliny podstatne nemení. Využitím odpadných kalov odpadne nutnosť použitia drahších neutralizačných činidiel, predovšetkým hydroxidu sodného, alebo vápenatého. Využitím vápenatých kalov na neutralizáciu kyseliny chlorovodíkovej zníži sa podstatne množstvo tuhých odpadov, pretože objem vápenatých kalov sa podstatne zníži na objem kaptaxu a smolovitých látok, čímž sa znížia náklady na uskladnenie odpadu na skládke chemických odpadov.

P r í k l a d 1

Odpadná kyselina chlorovodíková z výroby 2-metyl-4-chlórfenoxiactovej kyseliny mala nasledujúce zloženie:

- 31,2 g/l chlorovodíka
- 134,9 g/l chloridových iónov
- 4,5 g/l fenoxiactových kyselín
- 0,12 g/l chlórderivátov 2-metylphenolu.

Odpadná kyselina chlorovodíková sa zneutralizovala s vápenatými kalmi z výroby kaptaxu, ktoré mali nasledovné zloženie:

- 3,9 % hmotnosti hydroxidu vápenatého
- 1,1 % hmotnosti vápenatej soli kaptaxu
- 2,1 % hmotnosti smolovitých látok.

Po neutralizácii bola hodnota pH 4,1. Výzrážané nečistoty sa odfiltrovali. Hodnota pH filtrátu bola tiež 4,1.

P r í k l a d 2

Postupovalo sa podľa príkladu 1 s tým rozdielom, že na neutralizáciu sa použila kyselina chlorovodíková s hmotnostným obsahom 0,2 % HCl, 0,4 % fenoxiactových kyselín, 4,5 % NaCl a 85 mg/l chlórderivátov fenolu. Na neutralizáciu sa použili zahustené vápenné kaly s hmotnostným obsahom 36 % hydroxidu vápenatého, 4,2 % kaptaxu a 12,1 % smolovitých látok. Po neutralizácii bola hodnota pH 6,6. Vyvrážené látky sa nechali vysedimentovať. Čira odpadná voda sa zliala a mala hodnotu pH 6,6.

Vynález sa dá využiť pri neutralizácii odpadnej kyseliny chlorovodíkovej, pričom sa využije na jej neutralizáciu odpadný vápenatý kál vznikajúci pri výrobe kaptaxu.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob neutralizácie kyseliny chlorovodíkovej z výroby 2-metyl-4-chlórfenoxiactovej kyseliny, znečistenej kyselinami 2-metyl-4-chlórfenoxiactovou, 2-metylphenoxiactovou, 2-metyl-6-chlórfenoxiactovou a 2-metyl-4,6-dichlórfenoxiactovou, chlórderivátmi 2-metylphenolu a chloridom sodným, neutralizáciou hydroxidom vápenatým vyznačujúci sa tým, že sa kyselina chlorovodíková neutralizuje odpadným hydroxidom vápenatým z výroby 2-merkaptobenzotiazolu obsahujúcim 3 až 50 % hmotnosti hydroxidu vápenatého, 0,1 až 5 % hmotnosti vápenatej soli 2-merkaptobenzotiazolu a 1 až 20 % hmotnosti živičnatých látok na výslednú hodnotu pH suspenzie 3 až 7, s výhodou 4 až 6 a z reakčnej zmesi sa vyvrážené nečistoty zahrnujúci 2-merkaptobenzotiazol, živice a fenoxiactové kyseliny oddelia, s výhodou sedimentáciou.