



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

228247

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 10 11 82
(21) (P/ 7980-82)

(51) Int. Cl.³

B 01 D 3/00

(40) Zveřejněno 15 09 83

(15) Vydáno 15 03 86

(75)

Autor vynálezu

SVETANA BOHUSLAV, PARDUBICE

(54) Způsob zpracování destilačních zbytků

Vynález se týká způsobu zpracování destilačních zbytků, např. z regenerace organických rozpouštědel, ve kterých byly prováděny syntézy organických látek, nebo zbytků, odpadajících při destilacích organických látek. Zbytky jsou zpracovány tak, aby byly za obvyklých teplot dobře manipulovatelné s co nejmenším obsahem těžkých látek. Podstatou vynálezu je přidavek sírenu nebo uhlíčitanu vápenatého, kalcinátu draselného a vody a následná destilace s vodní parou.

Vynález se týká způsobu zpracování destilačních zbytků, např. z regenerace organických rozpouštědel, ve kterých byly prováděny syntézy organických látek spod., a to tak, aby zbytek byl dobře manipulovatelný za obvyklých teplot a obsahoval co nejmenší množství těkavých látek.

Syntéza řady organických látek se provádí v rozpustidlech, jejichž bod varu se pohybuje od 100 do 250 °C, přičemž po proběhlé reakci se produkt izoluje jako tuhá fáze a rozpustidlo nasycené produktem a obsahující produkty vedlejších reakcí se podrobí po jedné, nebo po několika násadách regeneraci destilací. Při této destilaci dochází ke zvýšení viskozity a zvýšení teploty tuhnutí v důsledku zakonzentrování některých látek i kondenzačních reakcí mezi nimi.

Destilace je proto ukončována bez ohledu na obsah rozpustidla ve zbytku tak, aby zbytek byl za přijatelné pracovní teploty tak tekutý, aby jej bylo možno spustit do připravených nádob. Spouštění tohoto zbytku za teplot nad 80 °C je technicky obtížné a vesměs spojeno s nepříznivými hygienickými činiteli s ohledem jak na vlastnosti rozpouštědel, tak zejména na ostatní látky ve zbytcích přítomné.

Tak například ve výrobě antrachinonových barviv se provádějí syntézy v prostředí trichlorbenzenu nebo nitrobenzenu, přičemž destilační zbytky se vypouštějí při teplotě nad 100 °C a obsahují až 50 až 60 % hmotnostních rozpouštědel. Obdobně při periodické syntéze těkavých látek se také postupuje tak, že po dokončené reakci se reakční produkt ze směsi izoluje destilací, přičemž jako zbytek ve vařáku zůstává viskózní směs s bodem tuhnutí přes 100 °C, obsahující stále ekonomicky významné množství produktu.

Při výrobě nebo regeneraci p-toluidinu po oddestilování produktu zůstávají ve vařáku smoly, které jsou velice obtížné manipulovatelné, po vytlačení do nádob se nechají samovolně ochladit a s obsahem 15 až 25 % produktu se vyváží na skládku odpadních hmot.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob zpracování destilačních zbytků z destilace těkavých organických látek, například aminů nebo směsí organických rozpouštědel s organickými barvivy nebo pigmenty, vzniklých po oddestilování takového množství organických těkavých látek, aby byly při teplotě 70 až 110 °C ještě míchatelné, podle tohoto vynálezu.

Podstata spočívá v tom, že se k destilačnímu zbytku přidá 0,5 až 2 hmotnostní díly síranu nebo uhličitanu vápenatého, 0,5 až 2 hmotnostní díly vody a 0,02 až 0,03 díly kalcifunátu dreselného, s výhodou ve formě vodného roztoku o koncentraci 10 až 30 % hmotnostních, nečež se zbytek těkavé látky oddestiluje s vodní parou.

Výhodou postupu dle vynálezu je odstranění hygienicky obtížné manipulace s horkým destilačním zbytkem, úspora rozpouštědel, resp. destilovaných látek. Zbytek ve vařáku tvoří vodná suspenze síranu nebo uhličitanu vápenatého a pryskyřičných látek, která se za teploty 50 až 90 °C z vařáku snadno vypustí. Tuhá fáze je nelepivá, rychle sedimentuje a je dobře filtrovatelná. Postup dle vynálezu má význam i pro ochranu životního prostředí, neboť při skladování zbytků se značným obsahem organických látek dochází k jeho znečišťování.

Pro bližší objasnění podstaty dle vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení.

P ř í k l a d 1

50 g destilačních zbytků z výroby antrachinonového barviva s obsahem 51,4 % hmot. nitrobenzenu se vnese do destilační baňky a při teplotě 25 °C se přidá 75 g síranu vápenatého o obsahu vody cca 56 % hmotnostních (odpadní sádra), 30 g 10% roztoku kalcifunátu dreselného, 150 g vody a odpěňovač. Po promíchání se destilací s vodní parou oddestiluje 1 200 g destilátu, ve kterém se odsadí 23,4 g nitrobenzenu.

Zbylá suspenze z baňky se odfiltruje, vznikne 1 350 g filtrátu, 117 g filtr. koláče o obsahu vody 51,8 % hmotnostních.

P ř í k l a d 2

50 g destilačních zbytků z výroby antrachinonového barviva obsahujících 51,4 % hmotnostních nitrobenzenu bylo vneseno do destilační baňky a při teplotě 25 °C přidáno 50 g uhličitanu vápenatého sráženého, 30 g 10% kalafunátu draselného, 200 g vody a odpěňovač. Po promíchání oddestilováno s vodní parou 1 000 g destilátu, ve kterém se odsadilo 23,8 nitrobenzenu. Zbylá suspenze z baňky odfiltrována. Získáno 1 260 g čirého filtrátu a 121 g koláče s obsahem vody 38,6 % hmotnostních.

P ř í k l a d 3

100 g destilačních zbytků po výrobě žlutého organického pigmentu obsahujících 56 % hmotnostních nitrobenzenu bylo při teplotě 20 °C vneseno do destilační baňky a přidáno 150 g síranu vápenatého o obsahu 58,4 % hmotnostních vody, 30 g kalafunátu draselného, 250 g vody a odpěňovač. Po promíchání oddestilováno s vodní parou 1 750 g destilátu, ze kterého se odsadilo 52,8 g nitrobenzenu. Zbylá suspenze z baňky odfiltrována, získáno 1 550 g čirého filtrátu a 172 g koláče o obsahu vody 38,2 % hmotnostních.

P ř í k l a d 4

100 g destilačních zbytků z výroby organického barviva obsahujících 20% směsí n-butanolu a isobutanolu bylo při teplotě 20 °C vneseno do destilační baňky a přidáno 200 g síranu vápenatého obsahujícího 33,7 % hmotnostních vody, 40 g 10% roztoku kalafunátu draselného a 1 ml odpěňovače. Po promíchání oddestilováno s vodní parou 1 400 g destilátu, který 9,8 g isobutanolu a 9,8 g butanolu. Zbylá suspenze z baňky odfiltrována. Získáno 1 800 g čirých filtrátů a 373 g koláče o obsahu 41,7 % hmotnostních vody.

P ř í k l a d 5

Po izolaci antrachinonového barviva bylo nasazeno k destilaci 1 400 kg směsí nitrobenzenu a ostatních reakčních produktů. Po oddestilování hlavního podílu nitrobenzenu byla destilace přerušena. Ve vařáku zbylo 576 kg destilačních zbytků, které obsahovaly 51,4 % hmotnostních nitrobenzenu, ke kterým bylo při teplotě 80 až 85 °C přidáno 650 kg uhličitanu vápenatého s obsahem vody 45,4 % hmotnostních a přidáno 300 l vody, 60 kg kalafunátu draselného ve formě 30% roztoku a 3 kg sulfonovaného ricinového oleje.

Do kotle byla uváděna přímá pára a po oddestilování 200 l nitrobenzenu byla suspenze vytlačena do sudů, kde rychle sedimentovala. Sediment neobsahoval žádný nitrobenzen.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob zpracování destilačních zbytků z destilace těkavých organických látek, např. aminů nebo směsí organických rozpouštědel s organickými barvivy nebo pigmenty, vzniklých po oddestilování takového množství organických těkavých látek, aby byly při teplotě 70 až 110 °C ještě míchatelné, vyznačující se tím, že se k destilačnímu zbytku přidá 0,5 až 2 hmotnostní díly síranu nebo uhličitanu vápenatého, 0,5 až 2 hmotnostní díly vody a 0,02 až 0,03 díly kalafunátu draselného, s výhodou ve formě vodného roztoku o koncentraci 10 až 30 % hmotnostních, načež se zbytek těkavé látky poddestiluje s vodní parou.