



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

211690

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³

C 02 F 1/00

/22/ Prihlášené 12 03 80
/21/ /PV 1689-80/

(40) Zverejnené 31 07 81

(45) Vydané 15 05 83

(75)

Autor vynálezu

HAUSKRECHT PETER ing., HUSÁR ŠTEFAN dipl. tech., VIOLOVÁ ANNA ing.,
BRATISLAVA

(54) Spôsob zníženia derivátov fenolu v kryštalizačných luhoch z výroby 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného

Vynález rieši znižovanie derivátov fenolu z matečných luhov, ktoré vznikajú po kryštalizácii 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného.

Matečné luhy po kryštalizácii 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného obsahujúce sodné soli 3-metyl-4-nitrofenolu, 3-metylfenolu, sulfoderivátov 3-metylfenolu, oxidačné produkty 3-metylfenolu, hydroxid sodný, minerálne soli s hodnotou pH 8 až 12. Kyselínou sa upraví hodnota pH pod 6. Vyzrážané deriváty 3-metylfenolu sa oddelia zo suspenzie. Rozpustené deriváty fenolu sa z roztoku adsorbujú aktívnym uhlím, alebo kremičitanmi s aktívnymi adsorbčnými miestami.

Vynález sa môže využiť v odbore chémie pri čistení odpadových vôd z výroby 3-metyl-4-nitrofenolu, čím sa dosiahne podstatné zlepšenie kvality odpadných vôd a tým aj k ochrane životného prostredia.

Vynález sa týka znižovania derivátov fenolu z matečných luhov po vykryštalizovaní 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného.

Odpadové vody obsahujúce fenoly a ich deriváty predstavujú celosvetový problém. Fenoly sú toxické už v koncentráciách 1 až 3 mg/l. Na chuť vody majú fenoly vplyv už v koncentrácii 0,02 mg/l. Odpadové fenolové vody vznikajú hlavne pri výrobe koksu a polokoksu. Koksárenské vody obsahujú 1 až 1,5 g fenolov/l, fenolové vody z hydrogenizácie uhlíka obsahujú 3 až 8 g fenolov/l, karbonizačné vody obsahujú 12 až 30 g fenolov/l. Pre výraznú toxicitu sa znižuje obsah fenolov v odpadných vodách. V literatúre je popísaných viacero spôsobov zníženia fenolov z odpadných vôd. Fenoly obsiahnuté vo vode sa spaľujú. Odpadná voda se zmení v paru, ktorá sa pridáva k vzduchu vháňanému do kureniska. Fenoly sa odstraňujú vo forme živíc. V kyslom alebo zásaditom prostredí sa pridáva k fenolovým vodám formaldehyd, polykondenzáciou s fenolmi sa vytvoria živice, ktoré se odfiltrujú. Známe je čistenie fenolových vôd solami železa, vzniklá zrazenina sa odfiltruje a do filtrátu sa vháňa SO_2 , až sa roztok sfarbí na svetložltú a nakoniec sa prevádza neutralizácia vápnom. Fenoly z fenolových vôd sa odstraňujú adsorpciou aktívnym uhlím, kremelinou, iontomeničmi /wofatit, permutit/.

Zachyti sa 4 až 10 % hmot. fenolu počítaného na hmotnosť adsorbentu. Iný spôsob odstraňovania fenolu z odpadných vod je destilácia fenolov s vodnou parou a vypieranie fenolu z pary teplým alkalickým luhom. Fenoly sa odstraňujú z odpadných vôd extrakciou. Ako extrakčné činidlo používajú estery mastných kyselín, najmä etylacetát a étery, hlavne dipropyléter a diizopropyléter. Odpadné vody po kryštalizácii 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného obsahujú sodné soli 3-metyl-4-nitrofenol, 3-metylphenol, oxidačné produkty fenolov, anorganické soli. Obsahujú 30 až 40 g derivátov fenolu/l, hodnota pH je 10 až 12. Tieto vody sa spravidla vypúšťajú do odpadných vôd.

Vyššie uvedené nedostatky sú odstránené spôsobom znižovania derivátov fenolu v kryštalizačných luhoch z výroby 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného, podstata ktorého spočíva v tom, že sa v matečných luhoch upraví kyselinou hodnota pH pod 6. Vyzrážané deriváty fenolov sa zo suspenzie odfiltrujú, rozpustené deriváty fenolov sa z roztoku adsorbujú aktívnym uhlím, alebo kremičitanmi s aktívnymi adsorbčnými miestami, ktoré sa po adsorbčii z roztoku oddelia.

Hmotnostný pomer aktívneho uhlia alebo kremičitanu s aktívnymi adsorbčnými miestami ku kryštalizačným luhom z výroby 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného je 0,0001:1 až 0,1:1.

Znižovaním obsahu 3-metylphenolu, 3-metyl-4-nitrofenolov, oxidačných produktov vyššie uvedených fenolov z odpadných vôd sa podstatne zníži ich biologická zapažitelnosť, tým sa lepší životné prostredie. Obsah derivátov fenolu z terajších 2 až 5 % hmot. klesne na 0,03 až 0,01 % hmot. Získané fenoly sa môžu spracovať na jednotlivé deriváty fenolov a využiť.

P r í k l a d 1

200 ml alkalického roztoku po kryštalizácii 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného, obsahujúci 2,5 % hmot. NaOH, 7 % hmot. Na_2SO_4 a 0,18 % hmot. NaNO_3 , 3,4 % hmot. derivátov fenolov, z ktorých je 46,3 % hmot. 3-metyl-4-nitrofenolu, hodnota pH roztoku je 12,3. Obsah v banke sa zriedi vodou v hmotnostnom pomere 1:1. Pridaním 5 % hmot. kyseliny chlorovodíkovej sa za slabého miešania upravila hodnota pH na 3. Suspenzia vyzrážaných krezolov sa odfiltrovala. K filtrátu sa pridalo 2 g aktívneho uhlia. Po 10 hodinách sa aktívne uhlie odfiltrovalo, obsah derivátov fenolu vo filtráte bol 0,02 % hmot., z ktorých bolo 39,6 % hmot. 3-metyl-4-nitrofenolu.

P r í k l a d 2

Postup bol rovnaký ako podľa príkladu 1, iba s tým rozdielom, že sa alkalický roztok nezriedil vodou a suspenzia krezolov sa nechala stáť 24 hodín. Potom sa suspenzia odfiltrovala a k filtrátu sa pridalo 5 g aktivovaného bentonitu. Po naadsorbovaní krezolov sa bentonit odfiltroval. Vo filtráte bol obsah fenolu 0,04 % hmot.

P r í k l a d 3

Postup bol rovnaký ako podľa príkladu 1, iba s tým rozdielom, že sa hodnota pH upravila na 4 pridaním 3 % hmot. použitej H_2SO_4 , ktorá obsahovala 0,3 % hmot. derivátov 3-metylfenolu. Po odfiltrovaní aktívneho uhlia bol obsah krezolu vo filtráte 0,04 % hmot.

Vynález sa dá použiť pri znižovaní derivátov fenolov po kryštalizácii 3-metyl-4-nitro-fenolu sodného, ktorý je medziprodukt pri výrobe pesticídov. V súčasnosti sa tieto vody vypúšťajú do odpadných vôd a podstatne zamorujú životné prostredie. Podstatným znížením obsahu derivátov fenolov sa zvýši kvalita odpadných vôd.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob zníženia obsahu derivátov v kryštalizačných lúhoch z výroby 3-metyl-4-nitrofenolátu sodného obsahujúcich z derivátov fenolu alkalické soli 3-metylfenolu, 3-metyl-4-nitrofenolu, sulfoderivátov 3-metylfenolu, oxidačné produkty 3-metylfenolu, sodné soli minerálnych kyselín, vyznačujúci sa tým, že v matečných lúhoch sa upraví kyselinou hodnota pH pod 6 a vyzrážané deriváty fenolov sa zo suspenzie oddeľia, zbývajúce rozpustné deriváty fenolov sa adsorbujú pôsobením aktívneho uhlia, kremičitanmi s aktívnymi adsorbčnými miestami, pričom hmotnostný pomer adsorbenta ku kryštalizačnému lúhu je 0,0001:1 až 0,1:1.