



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

229819

(11)

(B1)

[22] Přihlášeno 25 03 82
[21] (PV 2059-82)

[40] Zveřejněno 28 10 83

[45] Vydáno 15 09 86

[51] Int. Cl.³
C 02 F 11/10

[75]

Autor vynálezu

VACEK JAN ing., BRNO

(54) Způsob zpracování odpadních látek, zejména likvidace odpadních organických látek a popřípadě regenerace rozpouštědel

1

Vynález se týká způsobu zpracování odpadních látek, zejména likvidace odpadních organických látek a popřípadě regenerace rozpouštědel.

Při výrobě v různých odvětvích národního hospodářství vzniká značné množství odpadních látek, které je nutno různým způsobem likvidovat. Nejčastější způsob likvidace je spalování. V mnoha případech naráží spalování na značné potíže, zvláště v chemických závodech, kde odpadá značné množství tekutých nebo polotekutých produktů různého nesourodého složení, mající dosti často značnou toxicitu, eventuálně i jejich spalné produkty mají škodlivý účinek na živou přírodu a člověka.

Uvedené nedostatky podstatně snižuje způsob zpracování odpadních látek, zejména likvidace odpadních organických látek a popřípadě regenerace přítomných rozpouštědel podle vynálezu, vyznačený tím, že odpadní látky po případném odstranění rozpouštědel se spalují kyslíkem nebo vzduchem nebo chlorem v prostředí minerálních solí nebo směsi minerálních solí, například síranu sodného nebo draselného nebo jejich směsi v libovolném poměru, popřípadě za přítomnosti kyseliny sírové při teplotě 300 až 600 °C a při tlaku 10 až 1000 kPa. Je vy-

2

hodné rozpouštědlo nebo jejich směs odstranit extrakcí nebo destilací.

Navržený způsob likvidace těchto odpadů odstraňuje znečišťování ovzduší škodlivými spalinami a umožňuje pohodlnou a bezpečnou likvidaci různých druhů organických odpadů ať v kapalném, plynném nebo pevném stavu.

Kromě vlastní likvidace odpadu umožňuje vynález současně snadnou regeneraci odpadních rozpouštědel z daných odpadů, což při normální regeneraci destilací naráží často z důvodů velkého destilačního zbytku na značné potíže a někdy je tato možnost zcela vyloučena. Navrženým způsobem dojde v podstatě k rafinaci rozpouštědel od netěkavých nebo málo těkavých složek, čímž je umožněno jejich dočištění destilací nebo rektifikací. Často však je možné přímé použití, aniž by bylo nutné provádět nákladnou destilaci.

Podle povahy odpadu nutno volit vhodný způsob likvidace. Běžně přicházejí v úvahu tyto druhy odpadů

organický odpad kašovitého nebo pastovitého charakteru, obsahující malé množství rozpouštědel

znečištěná organická rozpouštědla nemí-

sitelná a nereagující s kyselinou sírovou znečištěná organická rozpouštědla, mísitelná s kyselinou sírovou

vodné roztoky organických látek a nefiltrovatelné suspenze.

V prvním případě, kdy je celý odpad včetně malého množství rozpouštědel určen k likvidaci je vhodné provést částečnou mineralizaci s kyselinou sírovou za normální nebo zvýšené teploty v takovém poměru, aby vznikla tekutá směs. Poměr odpadu ke kyselině závisí na charakteru odpadu. Tato směs se v druhé fázi dává do roztoku nebo taveniny anorganických solí, kde za současného přívodu vzduchu nebo kyslíku probíhá při teplotě kolem 400 °C spalování. V druhém případě se za normální nebo zvýšené teploty provede extrakce odpadu kyselinou sírovou v jedné nebo několika dávkách, popřípadě je-li k dispozici vhodná extrakční kolona, provede se protiproudá extrakce. Ve většině případů jsou přítomná rozpouštědla značně odolnější ke kyselině než přítomný organický balast, takže dojde k jeho rozrušení a převodu do kyselinové fáze. Po separaci, eventuálně proprání lze často daná rozpouštědla použít v další výrobě bez dodatečné destilace. Přesný postup nutno konkrétně určit pro každý případ. Postup při likvidaci organického odpadu obsahující rozpouštědla mísitelná s kyselinou je uveden v popisu příkladu zpracování organického odpadu obsahujícího zředěný ethanol. Pokud lze pohodlně extrahovat vodné roztoky nebo suspenze organického odpadu rozpouštědlem nemísitelným s kyselinou sírovou, například xylen, toluen, benzen apod., lze tímto likvidovat i vodné odpady, přičemž pomocné rozpouštědlo v procesu cirkuluje. Je však žádoucí učinit ve výrobě taková opatření, aby vodný odpad byl co nejkoncentrovanější a bylo tak zabráněno většímu úniku pomocných rozpouštědel do odpadních vod.

Jak je zřejmé z uvedeného popisu, lze celý proces rozdělit na dvě odlišná stadia. V prvním stadiu dochází k částečné nebo úplné destrukci organické sloučeniny ve značné míře až na elementární uhlík, za současné separace přítomných rozpouštědel. V druhém stadiu dochází k regeneraci kyseliny za současného spálení přítomných organických látek.

Prvé stadium lze provádět na běžném smaltovaném provozním zařízení. Pro druhé stadium je nutno však postavit speciální zařízení. Konstrukce i tvar zařízení se mohou značně lišit. Na podkladě laboratorní zkoušky spalování organického odpadu nutno při návrhu zařízení přihlížet k těmto poznatkům

optimální teplota spalování kolem 400 °C (v případě použití taveniny kyselého síranu draselného)

dostatečný volný prostor nad taveninou, neboť při spalování dochází často k značné-

mu pěnění. Rozrušení pěny místním přehřátím na topné spirále, eventuálně jiné vestavbě by bylo prospěšné

během spalování uniká SO_3 a H_2O a v zářetí se slučuje opět na kyselinu za tvorby mlhy. U absorpčního zařízení vzhledem k přítomnosti plyných zplodin je nutno volit malou postupnou rychlost plyné fáze

celé zařízení vyžaduje dokonalou tepelnou izolaci

teplo vzniklé spalováním ve většině případů nestačí na pokrytí tepelných ztrát a na predestilování kyseliny. Je nutno během celého procesu potřebné teplo přivádět.

Vhodným způsobem ohřevu se jeví přímý ohřev plynými spaliny. Zdrojem tepla může být například zemní plyn nebo topná nafta, s výhodou lze však spalovat část regenerovaných rozpouštědel, respektive destilačních zbytků nebo azeotopů. Požadavky na dokonalost spálení nevznikají, neboť nespálené produkty se spálí dodatečně ve spalovací zařízení a navíc hoření musí probíhat v nadbytku vzduchu.

Na výkresu je na obr. 1 schematicky znázorněna jedna z možných variant spalovacího zařízení. Označení 1 představuje spalovací kotel, 2 — turbokompresor, nebo vhodné dmyhadlo schopné překonat hydrostatický odpor celého zařízení, 3 — hořák na kapalně palivo, 4 — dávkovací automaticky regulovatelné čerpadlo, 5 — zásobník paliva, 6 — zásobník na zmineralizovaný produkt, 7 — dávkovací čerpadlo, 8 — smaltovaná duplikátorová jímka na vydestilovanou kyselinu, 9 — absorpční kolona s koncentrovanou kyselinou sírovou, 10 — alkalický skrubr k zachycení malého množství kyselých plynů, popřípadě fosgenu při spalování chlorovaných uhlovodíků.

Jak z hlediska příznivého ovlivnění rychlosti spalování, tak i z hlediska tvorby pěny a zachycení unikající mlhy kyseliny sírové se jeví výhodné provádět spalování za vyššího tlaku.

Příklad 1

Aparatura: Jako spalovací nádobka použita křemenná zábrusová zkumavka o průměru 25 mm, vyhřívána elektrickou kelímkovou pískou. Na zkumavku byl přes Y nástavec, opatřený odběrem pro stékající kapalinu, napojen přívod vzduchu od kompresoru a mineralizátu společnou skleněnou trubici sahající ke dnu zkumavky a skleněný teploměr ponořený do taveniny KHSO_4 . Na vedlejší rameno nástavce nasazena skleněná třípatrová kloboučková kolonka. Odplyn z kolony vyveden přes alkalickou probublačku. K pomalému dávkování odpadu použita injekční stříkačka uložená do přípravku, ve kterém pomocí pomalého otáčení šroubového hřídele byl zvolna stlačován píst stříkačky.

Do zkumavky bylo předloženo 10 g K_2SO_4 a 5 ml koncentrované kyseliny sírové a obsah byl zvolna vyhříván za současného oddestilování nadbytečné kyseliny až bylo dosaženo teploty 400 °C. Poté pomocí injekční stříkačky dávkována zvolna kaše organické látky průměrného složení $C_{14}H_{13}O_6N_6Cl$ v kyselině sírové. Podařilo se jen zhruba stanovit rychlost spalování daného odpadu, která byla asi 1 g sušiny za 20 min. Problémem bylo docílení stejnoměrného dávkování plynoucí z miniaturního technicky nedokonalého zařízení.

Příklad 2

Zpracování znečištěných rozpouštědel nemísitelných s kyselinou sírovou.

10 ml odpadního toluenu znečištěného polymerními vysokomolekulárními sloučeninami neznámého složení bylo po dobu 10 min. mícháno s 50 ml koncentrované kyseliny sírové. Poté provedena separace bezbarvé vrstvy toluenu od znečištěné kyseliny. Kyselina poté podrobena spalování v aparatuře popsané v příkladu 1. Regenerovaná kyselina sírová byla téměř bezbarvá, zatímco kyselina po rafinaci toluenem byla zcela černá.

Příklad 3

Zpracování rozpouštědel mísitelných a reagujících s kyselinou sírovou.

Likvidace organického odpadu průměrného složení $C_{14}H_{13}O_6N_6Cl$ rozpuštěného v cca 70 % vodného roztoku etanolu za současné regenerace alkoholu. Pro zpracování tohoto odpadu byl navržen následující postup včetně výrobního zařízení, které sestává z 250 l smaltovaného duplikátorového kotle, opatřeného kotlovým míchadlem a napojeným na rektifikační kolonu. Kotel se naplní asi do $\frac{1}{2}$ odpadním alkoholem a počne se

destilovat, zprvu za totálního refluxu. Vývod par podle výpočtu je zaveden na čtvrté patro od spodku kolony. Vařák kolony je taktéž vyhříván. Jakmile je docíleno rovnováhy, počne se předepsanou rychlostí odebírat z hlavy kolony 94 až 95 % etanol a ze spodku kolony voda. Současně se zavádí kontinuálně do kotle další alkohol. Po zpracování předepsaného množství odpadního alkoholu se z kotle vydestiluje zbylý alkohol za postupného zvyšování refluxu a nakonec se obsah zahustí vydestilováním vody na hustou kaši. K této kaši se zvolna za míchání a chlazení napouští kyselina sírová, přičemž unikající plynné zplodiny se zachycují v rektifikační koloně, která pro tento účel je skrápěna nyní zředěným roztokem hydroxidu vápenatého a slouží jako absorpční kolona. Poměr kyseliny k organickému odpadu je asi 5 ku 1 (hmotnostně). Po přidání veškeré kyseliny se obsah ještě asi 2 hod. míchá, načež se spustí do uzavíratelných manipulačních nádob a převezé na spalovací pracoviště, kde se provede spálení za současné regenerace kyseliny. Výše popsaný způsob byl pouze laboratorně odzkoušen bez rektifikace etanolu. Vlastní rektifikační kolona byla určena výpočtem a vyžaduje zhruba 20 teoretických pater. Obdržený mineralizát spálen v laboratorním zařízení stejným způsobem jako je uvedeno v příkladu 1.

Příklad 4

Aparatura stejná jako v příkladu 1 ale bez injekční stříkačky. Místo kašovitého odpadu spalována dřevěná špejle, což bylo podstatně jednodušší než dávkování tekutého odpadu do 400 °C teplé taveniny. Spalování bylo vedeno při tlaku 200 kPa škrcením odcházejících plynů za skrápěnou kolonkou pomocí pryžové hadičky a tlačky. Rychlost spalování byla znatelně větší než při stejné zkoušce za atmosférického tlaku.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob zpracování odpadních látek, zejména likvidace odpadních organických látek spalováním za případné regenerace přítomných rozpouštědel vyznačený tím, že odpadní látky po případném odstranění rozpouštědel se spalují kyslíkem nebo vzduchem nebo chlorem v prostředí minerálních solí nebo směsi minerálních solí, například

síranu sodného nebo draselného nebo jejich směsi v libovolném poměru, popřípadě za přítomnosti kyseliny sírové při teplotě 300 až 600 °C a při tlaku 10 až 1000 kPa.

2. Způsob podle bodu 1 vyznačený tím, že rozpouštědlo nebo směs rozpouštědel se odstraní extrakcí nebo destilací.

