



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

211736

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³
B 01 D 11/04

/22/ Prihlášené 29 05 80
/21/ /PV 3775-80/

(40) Zverejnené 30 06 81

(45) Vydané 15 01 83

(75)

Autor vynálezu

SCHLOSSER ŠTEFAN ing. CSc., KOSSACZKÝ ELEMÍR doc. ing. CSc.,
BRATISLAVA, KVAŠŇÁK FRANTIŠEK ing., PRIEVIDZA

(54) Spôsob oddeľovania chloridu ortuťnatého

Pri vypieraní reakčných plynov z procesov katalyzovaných chloridom ortuťnatým odpadajú vodné roztoky obsahujúce chlorid ortuťnatý.

Navrhuje sa oddeľovanie chloridu ortuťnatého z vypieracích roztokov s pH menším ako 2 extrakciou rozpúšťadlami obsahujúcimi 0,5 až 40% hm primárnych, sekundárnych alebo terciárnych alkylamínov alebo kvartérnych alkylamóniových solí, v ktorých počet uhlíkov aspoň v jednej alkylovej skupine je väčší ako šesť. Ako riedidlo extraktanta sa používajú uhľovodíky, resp. zmesi uhľovodíkov. Objemový pomer vodnej a rozpúšťadlovej fázy pri extrakcii je 1:1 až 50:1. Rozpúšťadlo sa regeneruje reextrakciou zásaditými vodnými roztokmi obsahujúcimi 0,01 až 20 % hm. NaOH, KOH, NH₄OH, etyléndiamínu alebo propyléndiamínu.

Vynález sa týka spôsobu oddeľovania chloridu ortuťnatého z vodných roztokov vznikajúcich pri vypieraní reakčných plynov z procesov katalyzovaných chloridom ortuťnatým.

Likvidácia, resp. využitie roztokov chloridu ortuťnatého z prania reakčných plynov, napr. pri výrobe vinylchloridu, nie je doteraz uspokojivo vyriešená. Časť chloridu ortuťnatého zachyteného na vhodnom nosiči, napr. granulovanom aktívnom uhlí, sa pri zvýšených teplotách v reaktore strháva reakčnými plynmi. Nežiaduce zložky, napr. chlorovodík a HgCl_2 , sa z nich ďalej vypierajú vodou. Napríklad pracie vody z výroby vinylchloridu obsahujúce 1 až 300 g/m³ ortuti a 1 až 11 kmol/m³ kyseliny chlorovodíkovej sa väčšinou neutralizujú a z alkalického roztoku sa zlúčeniny ortuti vyzrážajú. Vznikajúce kaly sa buď deponujú alebo spracujú. Pri tomto spôsobe nie sú vylúčené úniky ortuti do povrchových vôd. Ortuť sa väčšinou neregeneruje. Stráca sa takto tiež pomerne veľké množstvo kyseliny soľnej a navyš soľami vznikajúcimi pri neutralizácii sa zvyšuje soľnosť odpadových vôd.

Podstata spôsobu oddeľovania chloridu ortuťnatého podľa uvedeného vynálezu spočíva v tom, že chlorid ortuťnatý sa oddeľuje z vodných roztokov vznikajúcich pri vypieraní reakčných plynov z procesov katalyzovaných chloridom ortuťnatým extrakciou roztokmi zásaditých vodonerozpustných extraktantov. Možno použiť roztoky extraktantov, akými sú primárne, sekundárne a terciárne alkylamíny alebo alkylarylamíny, ako aj kvartérne alkylamóniové soli v uhľovodíkovom riedidle. Možno použiť roztoky individuálnych extraktantov alebo ich zmesí. Počet uhlíkov aspoň v jednej alkylovej, resp. alkylarylovej skupine molekuly extraktanta má byť v intervale 6 až 24. Napríklad dodecylamín, dodecylanilín, benzyl-n-oktylamín, trioktylamín, metyltrioktylamóniumchlorid atď.

Ako riedidlo extraktanta, resp. zmesi extraktantov sa používajú individuálne uhľovodíky alebo zmesi uhľovodíkov s bodom varu 110 až 320 °C. Ako riedidla možno použiť napr. toluén, etylbenzén, xylény, dietylbenzény, petrolej apod. Do rozpúšťadla obsahujúceho 0,5 až 40 % hm. extraktanta v riedidle možno pridať 0,1 až 30 % obj. alkoholov s 8 až 16 uhlíkmi v molekule, ktoré zlepšujú rozpustnosť komplexu ortuti v riedidle.

Vodné roztoky, z ktorých sa extrahuje chlorid ortuťnatý, musí mať pH menšie ako 2. Objemový pomer vodnej a rozpúšťadlovej /organickkej/ fázy je 1:1 až 50:1.

Rozpúšťadlo sa regeneruje reextrakciou zásaditými vodnými roztokmi, v ktorých sa získava v príslušnej forme ortuť v oveľa vyššej koncentrácii, napr. okolo 25 kg/m³. Na reextrakciu možno použiť roztoky obsahujúce 0,01 až 20 % hm NaOH, KOH, NH_4OH , etyléndiamínu, propyléndiamínu, Na_2CO_3 , K_2CO_3 , NaCl a etyléndiamintetraoctovej kyseliny, resp. jej sodnej alebo draselnej soli. Reextrakciu možno robiť tiež zmesou týchto činidiel. Objemový pomer organickej a vodnej fázy pri reextrakcii je 1:1 až 50:1.

Postup podľa tohto vynálezu umožňuje oddeľovanie chloridu ortuťnatého z odpadových vodných roztokov vznikajúcich pri vypieraní reakčných plynov z procesov katalyzovaných chloridom ortuťnatým extrakciou organickými rozpúšťadlami, čím sa regeneruje ortuť a súčasne sa zabráňuje jej úniku do životného prostredia. Použitie extrakčného procesu podľa vynálezu umožňuje získať pomerne koncentrovaný roztok ortuti, z ktorého možno ortuť ekonomicky získať. Navyš získa sa kyselina soľná vhodná na ďalšie použitie.

P r í k l a d 1

K 500 cm³ kyseliny soľnej s koncentráciou HCl 1 kmol/m³, obsahujúcej 100 g/m³ ortuti sa pridalo v deliacom lieviku 10 cm³ leteckého petroleja s obsahom 5 % hm. trioktylamínu. Po asi 15 minútovom pretrepávaní sa fázy nechali usadiť. Rovnovážna koncentrácia ortuti vo vodnej fáze určená spektrofotometricky ditizónovou metódou bola 0,52 g/cm³, čomu zodpovedá rozdeľovací koeficient ortuti 9 600 a výťažok ortuti 99,5 %.

P r í k l a d 2

Za podmienok rovnakých ako v príklade 1 sa ako rozpúšťadlo použil roztok s obsahom 2 % hm. trioktylamínu v leteckom petroleji. Rovnovážna koncentrácia ortuti vo vodnej fáze bola $28,2 \text{ g/m}^3$, rozdeľovací koeficient bol 127,4 a výťažok ortuti 71,8 %.

P r í k l a d 3

Z kyseliny soľnej s koncentráciou $\text{HCl } 4 \text{ kmol/m}^3$ sa extrahovala ortuť rovnako rozpúšťadlom ako v príklade 1. Rovnovážna koncentrácia ortuti vo vodnej fáze bola $1,6 \text{ g/m}^3$, rozdeľovací koeficient bol 3 160 a výťažok ortuti 98,4 %.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Spôsob oddeľovanie chloridu ortuťnatého z vodných roztokov vznikajúcich pri vypieraní reakčných plynov z procesov katalyzovaných chloridom ortuťnatým, vyznačujúci sa tým, že chlorid ortuťnatý sa oddeľuje extrakciou vodného roztoku, ktorého pH je menšie ako 2, rozpúšťadlami, ktorými sú roztoky obsahujúce 0,5 až 40 % hm. extraktanta, ktorým sú primárne alebo sekundárne alebo terciárne alkylamíny alebo alkylarylamíny alebo kvartérne alkylamóniové soli alebo zmesi týchto extraktantov, v ktorých počet uhlíkov aspoň v jednej alkylovej alebo alkylarylovej skupine v molekule je z intervalu šesť až dvadsaťštyri, pričom ako riedidlo extraktanta sa použijú individuálne uhľovodíky alebo zmesi uhľovodíkov s bodom varu v intervale 120 až 320°C , pričom do rozpúšťadla sa môže pridať 0,1 až 30 % obj. alkoholov s 8 až 16 uhlíkmi v molekule, pričom objemový pomer vodnej a rozpúšťadlovej fázy pri extrakcii je 1:1 až 50:1.

2. Spôsob podľa bodu 1, vyznačujúci sa tým, že rozpúšťadlo sa regeneruje reextrakciou zásaditými vodnými roztokmi obsahujúcimi 0,01 až 20 % hm NaOH alebo KOH, alebo NH_4OH alebo etyléndiamínu alebo propyléndiamínu alebo Na_2CO_3 alebo K_2CO_3 alebo NaCl alebo etyléndiamíntetraoctovej kyseliny, resp. jej sodnej alebo draselnej soli alebo ich zmesi, pričom objemový pomer organickej a vodnej fázy pri reextrakcii je 1:1 až 50:1.