

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

241203
(11) (B1)

(22) Prihlášené 06 05 83
(21) (PV 3217-83)

(51) Int. Cl.⁴
C 01 B 31/08 ✓

(40) Zverejnené 15 05 85

(45) Vydané 15 09 87

[75]

Autor vynálezu

HAUSKRECHT PETER ing.; HUSÁR ŠTEFAN dipl. tech.;
FANČOVIČ KAROL ing. CSc.; VIOLOVÁ ANNA ing., BRATISLAVA

(54) Spôsob regenerácie aktívneho uhlia

1

2

Vynález rieši regeneráciu aktívneho uhlia, použitého pri čistení kyseliny sírovej obsahujúcej HNO_3 , HNO_2 , 3-metylfenol a jeho nitro-, nitózo- a sulfoderiváty, alkalické sírany adsorpciou.

Z aktívneho uhlia sa desorbujú naadsorbované deriváty fenolu alkalickým hydroxidom, pričom sa rozpúšťajú vo forme derivátov alkalických fenolátov. Teplota sa používa 20 až 120 °C. Výhodne je protiprúdne usporiadanie na kolóne. Pred a/alebo po pôsobení alkalického hydroxidu na aktívne uhlie sa toto s výhodou premyje vodou.

Vynález sa týka regenerácie aktívneho uhlia po adsorpcii derivátov 3-metylfenolu z prostredia odpadnej kyseliny sírovej.

Pri rôznych procesoch spracovania 3-metylfenolu oxidačnými, nitračnými, nitrozačnými, sulfonačnými a inými procesmi odpadá značné množstvo kyseliny sírovej o koncentrácii 20 až 80 % hmotnosti, zbytok tvoria: kyselina dusičná, kyslíčniky dusíka, voda, anorganické sírany, z organických látok hlavne nitro- a sulfoderiváty 3-metylfenolu.

Sú opísané rôzne postupy odstraňovania týchto látok z aktívneho uhlia, hlavne desorpciou. Pri desorpcii sa využívajú tie parametre, ktoré pôsobia nepriaznivo na adsorpciu. Je to predovšetkým zvýšená teplota, znížený tlak a koncentračný spád medzi adsorbentom a prúdom plynu alebo kvapaliny. Vo funkcii desorbujúceho inertného plynu sa najčastejšie používa prehriata para. Fenolické látky z vodnej pary sa vypierajú horúcim alkoholickým hydroxidom. Túto metódu je možné použiť len pre tie fenoly, ktoré destilujú s vodnou parou. Tiež je opísaná extrakcia derivátov fenolu z aktívneho uhlia rozpúšťadlami. Ako rozpúšťadlá sa používajú rôzne alkoholy, ketóny a étery. Príslušné fenoly sa získavajú z roztoku odparením rozpúšťadla.

Vyššie uvedené nedostatky sú zmiernené predmetom vynálezu, ktorým je spôsob regenerácie aktívneho uhlia po adsorpcii derivátov 3-metylfenolu z kyseliny sírovej, ktorého podstatou je pôsobenie vodného roztoku alkalického hydroxidu na aktívne uhlie pri teplote 20 až 120 °C, s výhodou v protiprúdnom usporiadaní na kolóne. Je tiež možné aktívne uhlie pred a/alebo po pôsobení vodného roztoku alkalického hydroxidu premyť vodou.

Podiel 3-metyl-4-nitrofenolu v derivátoch 3-metylfenolu je v rozmedzí 1 až 99,9 % hmotnosti.

Výhodou spôsobu regenerácie aktívneho uhlia podľa vynálezu je použitie cenovo dostupnej chemikálie — vodného roztoku alkalického hydroxidu, ďalej to, že spôsob je nenáročný na spotrebu energie. Zo získaného roztoku alkalických solí derivátov 3-metylfenolu nie je potrebné tieto izolovať, roztok sa dá použiť priamo pre prípravu príslušných alkalických solí derivátov 3-metylfenolu. Aktívne uhlie je možné opätovne použiť v procese.

Príklad 1

30 g aktívneho uhlia z procesu adsorpcie

derivátov 3-metylfenolu z kyseliny sírovej, ktoré obsahuje 0,3 % hmotnosti 3-metyl-4-nitrofenolu a 0,03 % hmotnosti iných derivátov 3-metylfenolu sa pridalo do 200 ml vody a miešalo 30 minút pri teplote 20 °C. Po oddelení aktívneho uhlia od vody sa pridalo do 200 ml vodného roztoku hydroxidu sodného v koncentrácii 2 % hmotnostných. Suspenzia sa miešala 12 hodín, potom sa aktívne uhlie odfiltrovalo. Filtrát obsahoval 0,34 percent hmotnosti 3-metyl-4-nitrofenolu.

Príklad 2

Ako v príklade 1 s tým rozdielom, že na desorpciu bol použitý vodný roztok hydroxidu draselného o koncentrácii 0,3 % hmotnosti. Filtrát obsahoval 0,26 % hmotnosti 3-metyl-4-nitrofenolu.

Príklad 3

Adsorpčná kolóna vnútorného priemeru 25 mm naplnená aktívnym uhlím do výšky 750 mm po adsorpcii derivátov 3-metylfenolu z kyseliny sírovej a dosiahnutí bodu statickej aktivity adsorbenta sa premyla 1 000 mililitry vody, potom sa protiprúdne premývala vodným roztokom hydroxidu sodného o koncentrácii 0,7 % hmotnosti po dobu 24 hodín. Získal sa roztok sodných solí derivátov 3-metylfenolu o hmotnosti 3 200 g o koncentrácii 0,4 % hmotnosti. Aktívne uhlie sa premylo vodou a bolo vhodné pre ďalšiu adsorpciu derivátov 3-metylfenolu z kyseliny sírovej.

Príklad 4

Adsorpčná kolóna vnútorného priemeru 3 cm s vrstvou aktívneho uhlia s výškou 130 centimetrov sa použila na čistenie kyseliny sírovej o zložení 29,2 % hmotnosti kyseliny sírovej, 1,9 % hmotnosti kyseliny dusičnej, 7,2 % hmotnosti hydrogensíranu sodného a 1 450 mg . l⁻¹ 3-metyl-4-nitrofenolu pri prieťoku 35 ml . min⁻¹. Po dvoch hodinách sa na čistenie kyseliny sírovej ukončilo, z adsorpčnej kolóny sa vypustila kyselina sírová a premyla 1 000 ml vody. Náplň sa protiprúdne premýva vodným roztokom hydroxidu sodného o koncentrácii 1 % hmotnosti. Cykly adsorpcie sa opakovali.

Závislosť koncentrácie 3-metyl-4-nitrofenolu v kyseline sírovej a vodnom roztoku hydroxidu sodného v 3. a 10. cykle je uvedená v nasledujúcej tabuľke.

Tabuľka

Závislosť koncentrácie 3-metyl-4-nitrofenolu v kyseline sírovej a vodnom roztoku hydroxidu sodného

Čas (min.)		15	30	45	60	75	90	105	120
3. cyklus	kyselina sírová	3	5	7	11	16	130	155	186
	hydroxid sodný	30	46	60	68	545	3 120	1 960	540
10. cyklus	kyselina sírová	5	29	86	140	190	220	225	230
	hydroxid sodný	220	1 570	2 180	1 310	770	690	470	370

3-metyl-4-nitro-
fenol

PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob regenerácie aktívneho uhlia po adsorpcii 3-metylfenola z kyseliny sírovej vyznačujúci sa tým, že sa na aktívne uhlie pôsobí vodným roztokom alkalického hydroxidu pri teplote 20 až 120 °C, s výhodou v protiprúdnom usporiadaní na kolóne.

2. Spôsob podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že sa na aktívne uhlie pred a/alebo po pôsobení vodného roztoku alkalického hydroxidu premyje vodou.