ČESKOSLOVENSKÁ SOCIALISTICKÁ REPUBLIKA
(19)

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

255407

(11) (B1)

(51) Int. Cl.[4]
C 02 F 1/04,
C 02 F 1/58

(22) Přihlášeno 27 05 85
(21) PV 3793-85

(40) Zveřejněno 16 04 87

(45) Vydáno 15 11 88

(75)
Autor vynálezu

KŘIVÁK JIŘÍ ing., OTROKOVICE, MIKULÁŠEK BOHUSLAV ing., VALAŠSKÉ MEZIŘÍČÍ, ORDELT STANISLAV ing., OTROKOVICE

(54) Způsob získávání C_4 alkoholů z odpadních vod

Podstatou způsobu získávání C_4 alkoholů z odpadních vod, vznikajících zejména při výrobě esterů těchto alkoholů je, že se odpadní voda s obsahem alkoholu nad 0,3 % hmotnostních ze všech zdrojů shromažďuje, a to samostatně odpadní voda obsahující n-butanol a samostatně odpadní voda s obsahem isobutanolu, načež se postupně přivádí do destilačního zařízení, zde se zahřívají a jímá se frakce o teplotě varu do 96 °C jako azeotropický destilát. Z azeotropického destilátu se po ochlazení oddělí odloučený alkoholický koncentrát jako horní vrstva, spodní vodná vrstva se vrací k odpadním vodám, shromažďovaným ke zpracování azeotropickou destilací.

Vynález řeší způsob získávání C_4 alkoholů z odpadních vod, vznikajících zejména při výrobě esterů těchto alkoholů.

V průmyslové praxi, zejména při výrobě esterů n-butanolu a iso-butanolu, vznikají odpadní vody s poměrně vysokým obsahem alkoholu. Tak například při výrobě dibutylftalátu spočívá základ výrobního postupu v tom, že se při teplotě 120 až 160 °C provádí esterifikace n-butanolu, který se používá v přebytku, a ftalanhydridu za přítomnosti vhodného katalyzátoru, jako je kyselina sírová či kyselina p-toluensulfonová, po ukončení esterifikace se provede neutralizace a přebytečný nezreagovaný n-butanol se oddestiluje a jeho zbytky se ze surového dibutylftalátu odstraní stripováním inertním plynem, z něhož se n-butanol vypírá vodou. Z esterifikace, neutralizace a z vypírky inertního plynu odpadají vody s obsahem 6 až 7 % hmotnostních n-butanolu, který vzhledem k tomu, že rozpustnost n-butanolu ve vodě při 20 °C činí 7,9 % hmotnostních, není možno izolovat rozsazením. U vod z výroby esterů iso-butanolu bývá obsah isobutanolu, vzhledem k jeho rozpustnosti ve vodě při 20 °C 9,5 % hmotnostních, ještě vyšší. Tyto odpadní vody jsou dosud odpouštěny do kanalizace a zpracovávají se společně s dalšími odpadními vodami biologickou degradací. Bylo zjištěno, že C_4 alkoholy patří mezi látky středně toxické. Tato toxicita je nejvyšší u Dafnia magna s LC_{50} = 130 mg/l, u ryb je LC_{50} = 490 mg/l.

Jako neškodná koncentrace byl stanoven obsah C_4 alkoholů na hodnotách 4 mg/l u u Dafnia magna a 70 mg/l u ryb. V praxi je možno vhodným ředěním snížit koncentraci C_4 alkoholů v odpadních vodách pro biologické čištění na cca 300 mg/l, takto prováděná biologická degradace, celého zbytkového obsahu C_4 alkoholů je však neekonomická vzhledem k jejich poměrně vysokým cenám.

Uvedené nedostatky do značné míry odstraňuje využití způsobu získávání C_4 alkoholů z odpadních vod podle vynálezu. Jeho podstatou je, že se odpadní voda s obsahem alkoholu nad 0,3 % hmotnostních ze všech zdrojů shromažďuje,,a to samostatně odpadní voda obsahující n-butanol a samostatně odpadní voda s obsahem isobutanolu, načež se postupně přivádí do destilačního zařízení, zde se zahřívá a jímá se frakce o teplotě varu do 96 °C jako azeotropický destilát. Odpadní voda zbylá v destilačním zařízení, respektive při kontinuálním uspořádání odtahovaná z paty kolony se odvádí k dočištění. Z azeotropického destilátu se po ochlazení oddělí odloučený alkoholický koncentrát jako horní vrstva, spodní vrstva se vrací k odpadním vodám, shromažďovaným ke zpracování azeotropickou destilací.

Azeotropickou destilací lze obsah C_4 alkoholu v odpadních vodách snížit spolehlivě. na 200 až 300 mg/l, další biologické dočištění lze proto provádět přímo bez jakýchkoliv dalších opatření. Především je však možno získat 92 až 96 % hmotnostních C_4 alkoholu rozpuštěného v odpadních vodách. Tento efekt podstatně převýší náklady na energie, nutné k provedení azeotropické destilace a pomocných manipulací, i jednorázové náklady na pořízení potřebného zařízení. Pro zajištění průmyslového využití vynálezu postačí jednoduché destilační zařízení o účinnosti 2 až 3 teoretických pater s nenáročným doprovodným vybavením.

Praktické provedení způsobu získávání C_4 alkoholů z odpadních vod je zřejmé z následujících příkladů:

P ř í k l a d 1

Do skleněné baňky s přestupníkem a chladičem bylo předloženo 1 000 g odpadní vody z esterifikace, vypírky a stripování s obsahem 6,1 % hmotnostních n-butanolu, obsah byl vyhříván až na 95 °C. V průběhu vyhřívání byl jímán azeotropický destilát, jehož bylo celkem vydestilováno 130 g. Po ochlazení a rozsazení byly obě kapalinové vrstvy odděleny. Bylo získáno celkem 58 g n-butanolového koncentrátu a 72 g vodné vrstvy. Voda, zbylá po azeotropické destilaci v destilační bańce, obsahovala 0,25 % hmotnostních n-butanolu, takže azeotropickou destilací bylo odstraněno 96 % hmotnostních n-butanolu, obsaženého v původní odpadní vodě.

P ř í k l a d 2

Do destilačního zařízení podle příkladu 1 bylo předloženo 928 g esterifikační a stripovací odpadní vody a 72 g vodné vrstvy, získané z azeotropického destilátu podle příkladu 1. Směs odpadních vod obsahovala 6,6 % hmotnostních n-butanolu. Postupem podle příkladu 1 bylo získáno 130 g azeotropického destilátu, který byl rozdělen na 63 g n-butanolového koncentrátu a 67 g vodné vrstvy. Voda, zbylá v destilační baňce, obsahovala 0,25 % hmotnostních n-butanolu. Azeotropickou destilací bylo z původní odpadní vody odstraněno 97 % hmotnostních obsaženého n-butanolu.

P ř í k l a d 3

Směs esterifikační a stripovací odpadní vody s obsahem 8,4 % hmotnostních isobutanolu v množství 1 000 g byla předložena do destilačního zařízení podle příkladu 1. Postupem uvedeným v příkladě 1 bylo získáno celkem 130 g azeotropické směsi, která byla rozdělena na 71 g isobutanolového koncentrátu a 59 g vodné vrstvy. Zbylá odpadní voda obsahovala 0,26 % hmotnostních isobutanolu, takže azeotropickou destilací bylo z odpadní vody odstraněno 97 % hmotnostních původně obsaženého iso-butanolu.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob získávání C_4 alkoholů z odpadních vod, vznikajících zejména při výrobě esterů těchto alkoholů, vyznačující se tím, že se odpadní voda s obsahem alkoholu nad 0,3 % hmot-. nostních ze všech zdrojů shromažďuje, následně se zahřívá v destilačním zařízení, jímá se frakce o teplotě varu do 96 °C jako azeotropický destilát a zbylá odpadní voda se následně odpouští k dočištění, přičemž z ochlazeného azeotropického destilátu se oddělí odloučený alkohol a vodná vrstva se vrací do odpaních vod, shromažďovaných ke zpracování azeotropickou destilací.