



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

209 567

(11) (B 1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 28 02 80

(21) PV 1359 - 80

(51) Int. Cl. C 01 B 17/90

(40) Zverejnené 27 02 81

(45) Vydané 15 02 82

(75)

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

(54)

Spôsob čistenia použitej kyseliny sírovej

Kyselina sírová obsahujúca alkalický síran, kyselinu dusičnú, 3-metylfenol a jeho nitro-, nitrozo- a sulfoderiváty sa čistia tak, že sa 3-metylfenol a jeho deriváty adsorbujú aktívnym uhlím. Druhý stupeň čistenia sa robí s kremičitanmi s aktívnymi adsorbčnými miestami. Z kremičitanov sa používa výhodne aktivovaný bentonit. Kyselina sírová sa zahusťuje odparením vody, vykryštalizovaný alkalický síran sa oddelí.

Vynález sa týka spôsobu čistenia kyseliny sírovej vznikajúcej pri nitračných, oxidačných a sulfonačných procesoch.

Kyselina sírová, ktorá odpadá po nitračných, oxidačných, sulfonačných procesoch, má hmot. koncentráciu 20-80 %. Obsahuje organické látky, kyselinu dusičnú, kysličníky dusíka anorganické sírany a pod. Takáto kyselina sírová sa používa pri výrobe minerálnych hnojív (superfosfátu, síranu amónneho a pod.), v hutníctve pri odstraňovaní nečistôt z použitej kyseliny sírovej. Kysličníky dusíka sa odstraňujú v denitračných zariadeniach, alebo sa odstraňujú z kyseliny sírovej acetylénom. Podľa NDR pat. 120 184, sa odstraňujú kysličníky dusíka z použitej kyseliny sírovej močovinou, alebo inými karbamidami. Kyselina sírová o hmot. koncentrácii 70 % po nitrozačných procesoch sa koncentruje v Paulingovom prístroji, pričom dochádza k oxidácii organických nečistôt kyselinou sírovou, alebo dusičnou. Čistenie použitej kyseliny sírovej extrakciou fenolmi udáva ZSSR - AO 316 648. Extrakciou organických nečistôt s mastnými alkoholmi, alebo aromatickými hydroxide - rivátmi udáva ZSSR - AO 416 312. Odstraňovanie organických látok z kyseliny sírovej v prítomnosti síranov železa, alebo meďi udáva ZSSR - AO 564 260. Spôsob čistenia upotrebenej kyseliny sírovej po nitrácii aromatických zlúčenín obsahujúcej fluor, udáva čl. pat. 167 207. Alkalické sírany a sírany ťažkých kovov sa oddeľujú zo zriedenej kyseliny sírovej skoncentrovaním kyseliny sírovej na 96 až 98 %. Zriedená kyselina sírová sa používa na výrobu síranu vápenatého, barnatého, zinočnatého a pod. Organické látky sa odstraňujú z kyseliny sírovej extrakciou organickými rozpúšťadlami. Pri extrakcii však časť rozpúšťadla sa rozpustí v zriedenej kyseline sírovej.

Vyššie uvedené nedostatky sú odstránené spôsobom čistenia použitej kyseliny sírovej podľa vynálezu. Kyselina sírová, obsahujúca alkalický síran, kyselinu dusičnú, 3-metyl-fenol a jeho nitrozo-, nitro- a sulfoderiváty, sa regeneruje tak, že 3-metyl-fenol a jeho deriváty sa adsorbujú aktívnym uhlím. Po adsorpcii aktívnym uhlím sa prevádza adsorpcia kremičitanmi s aktívnymi adsorbčnými centrami, s výhodou bentonitom. Po adsorpcii sa z kyseliny sírovej aktívne uhlie a kremičitany oddelia. Podľa počtu adsorbčných stupňov obsah 3-metyl-fenolu poklesne prakticky na nulu. Zriedená kyselina sírová sa skoncentruje, pričom vykryštalizuje alkalický síran, ktorý sa oddelí.

Obsah 3-metyl-4-nitrofenolu v nitro-, nitrozo- a sulfoderivátoch 3-metyl-fenolu je 1 až 100 %. Adsorbent výhodne obsahuje tak aktívne uhlie ako i kremičitan s aktívnymi adsorbčnými centrami.

Čistenie kyseliny sírovej adsorpciou 3-metyl-fenolu a jeho sulfo-, nitro-, nitrozo-derivátov na aktívnom uhlí, alebo následnou adsorpciou kremičitanmi s aktívnymi adsorbčnými centrami dovieme prakticky odstránenie 3-metyl-fenolu a jeho nitro-, nitrozo-, sulfoderivátov zo zriedenej kyseliny sírovej. Zriedená kyselina sírová sa môže použiť pri výrobe minerálnych hnojív, alebo koncentrovat a použiť na ľubovoľné účely.

Príklad 1

200 ml použitej kyseliny sírovej s hmot. obsahom kyseliny sírovej 28,3 %, kyseliny dusičnej 1,6 %, 0,1 % kysličníkov dusíka titrovateľných ako kyselina dusitá, Na^+ ionov 2,7 %, 0,14 % 3-metyl-4-nitrofenolu a 0,05 % 3-metyl-fenolu a jeho nitrozo- sulfoderivátov sa dá do 600 ml kadičky. Pridá sa 3 g aktívneho uhlia. Po 24 hodinách sa aktívne uhlie odfiltruje. Kyselina sírová obsahovala 28,3 % kyseliny sírovej, 0,7 % kyseliny dusičnej, 2,7 % Na^+ ionov, 0,012 % 3-metyl-4-nitrofenolu a 0,006 % 3-metyl-fenolu a jeho nitrozo a sulfoderivátov.

Príklad 2

Postup je rovnaký ako podľa príkladu 1, len s tým rozdielom, že sa kyselina sírová po odfiltrovaní aktívneho uhlia koncentruje oddestilovaním vody. Vylúčený alkalický síran sa odfiltruje. Získaná kyselina sírová mala hmot. koncentráciu 95 % kyseliny sírovej (stopy organických látok 0,1 %).

Príklad 3

Postup je rovnaký ako podľa príkladu 1, len s tým rozdielom, že po odfiltrovaní aktívneho uhlia sa pridá ku kyseline sírovej 5 g aktivovaného bentonitu a po 15 minútach sa naadsorbovaný bentonit odfiltruje. Hmot. obsah 3-metyl-4-nitrofenolu bol 0,003 % (stopy 3-metylphenolu a jeho nitrozo a sulfoderivátov).

Spôsob podľa vynálezu možno použiť na regeneráciu kyseliny sírovej používanej pri výrobe 3-metyl-4-nitrofenolu. Kyselina sírová sa doteraz nevyužívala a vypúšťala sa do odpadných vôd. Vyčistená kyselina sírová môže sa použiť pri výrobe minerálnych hnojív, alebo priamo pri výrobe 3-metyl-4-nitrofenolu.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Spôsob čistenia použitej kyseliny sírovej obsahujúcej ako nečistoty 3-metylphenol a jeho nitro-, nitrozo- a sulfoderiváty, kyselinu dusičnú, kysličníky dusíka titrovateľné ako kyselina dusitá a alkalické sírany vyznačujúci sa tým, že sa deriváty 3-metylphenolu adsorbujú aktívnym uhlím, ktoré sa po adsorpcii z kyseliny sírovej oddelí.
2. Spôsob podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že sa po oddelení aktívneho uhlia zbytok 3-metylphenolu a jeho derivátov adsorbuje kremičitanmi s aktívnymi adsorbčnými miestami a naadsorbované kremičitany sa z kyseliny sírovej oddelia.
3. Spôsob podľa bodu 1 a 2 vyznačujúci sa tým, že hmot. obsah 3-metyl-4-nitrofenolu v nitro-, nitrozo-, sulfoderivátoch 3-metylphenolu je 1 až 100 %.
4. Spôsob podľa bodu 2 vyznačujúci sa tým, že z kremičitanov sa s výhodou použije aktivovaný bentonit.
5. Spôsob podľa bodu 1 a 2 vyznačujúci sa tým, že kyselina sírová po oddelení adsorbentov sa skoncentruje odparovaním vody, pričom vykryštalizovaný alkalický síran sa oddelí.
6. Spôsob podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že adsorbent obsahuje aktívne uhlie a kremičitan s aktívnymi adsorbčnými centrami.