



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 200940586 A1

(43)公開日：中華民國 98 (2009) 年 10 月 01 日

(21)申請案號：098104067

(22)申請日：中華民國 98 (2009) 年 02 月 09 日

(51)Int. Cl. : C08G59/06 (2006.01)

C08G59/00 (2006.01)

C01D3/14 (2006.01)

(30)優先權：2008/02/22 美國 61/030,816

(71)申請人：陶氏全球科技股份有限公司 (美國) DOW GLOBAL TECHNOLOGIES INC. (US)
美國

(72)發明人：楊格 湯瑪斯 C YOUNG, THOMAS C. (US)；潘海 PHAM, HA Q. (US)；前田修治 MAEDA, SHUJI (JP)

(74)代理人：惲軼群；陳文郎

申請實體審查：有 申請專利範圍項數：29 項 圖式數：1 共 35 頁

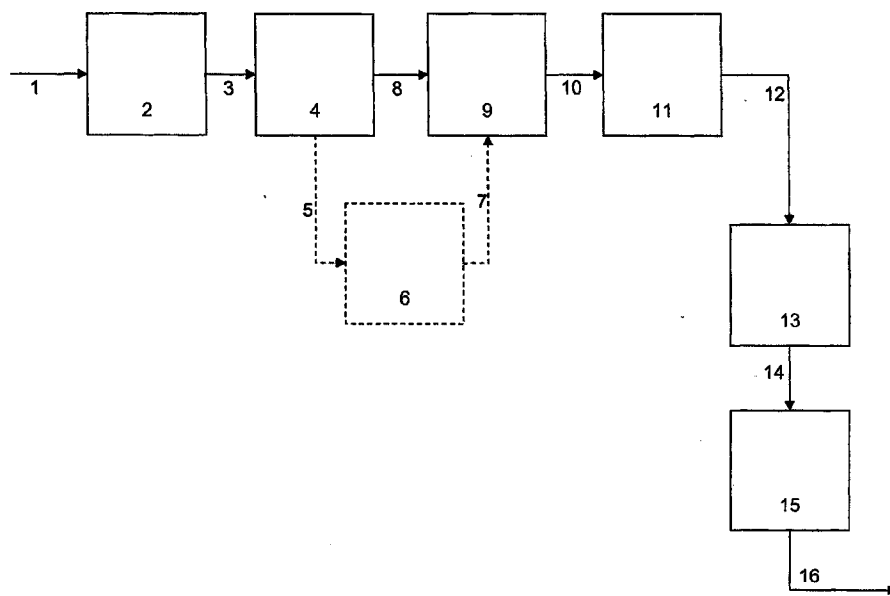
(54)名稱

用於純化固態鹽組成物之方法及裝置

PROCESS AND APPARATUS FOR PURIFYING SOLID SALT COMPOSITIONS

(57)摘要

本發明係關於用於回收及純化固態鹽組成物以獲得可使用於工業製程中之經純化之鹽及/或鹵水組成物的方法及裝置。



- 1：線路
- 2：過濾單元
- 3：線路
- 4：清洗單元
- 5：線路
- 6：脫液單元
- 7：線路
- 8：線路
- 9：乾燥單元
- 10：線路
- 11：溶解單元
- 12：線路
- 13：分離單元
- 14：線路
- 15：純化單元
- 16：線路



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 200940586 A1

(43)公開日：中華民國 98 (2009) 年 10 月 01 日

(21)申請案號：098104067

(22)申請日：中華民國 98 (2009) 年 02 月 09 日

(51)Int. Cl. : C08G59/06 (2006.01)

C08G59/00 (2006.01)

C01D3/14 (2006.01)

(30)優先權：2008/02/22 美國 61/030,816

(71)申請人：陶氏全球科技股份有限公司 (美國) DOW GLOBAL TECHNOLOGIES INC. (US)
美國

(72)發明人：楊格 湯瑪斯 C YOUNG, THOMAS C. (US)；潘海 PHAM, HA Q. (US)；前田修
治 MAEDA, SHUJI (JP)

(74)代理人：惲軼群；陳文郎

申請實體審查：有 申請專利範圍項數：29 項 圖式數：1 共 35 頁

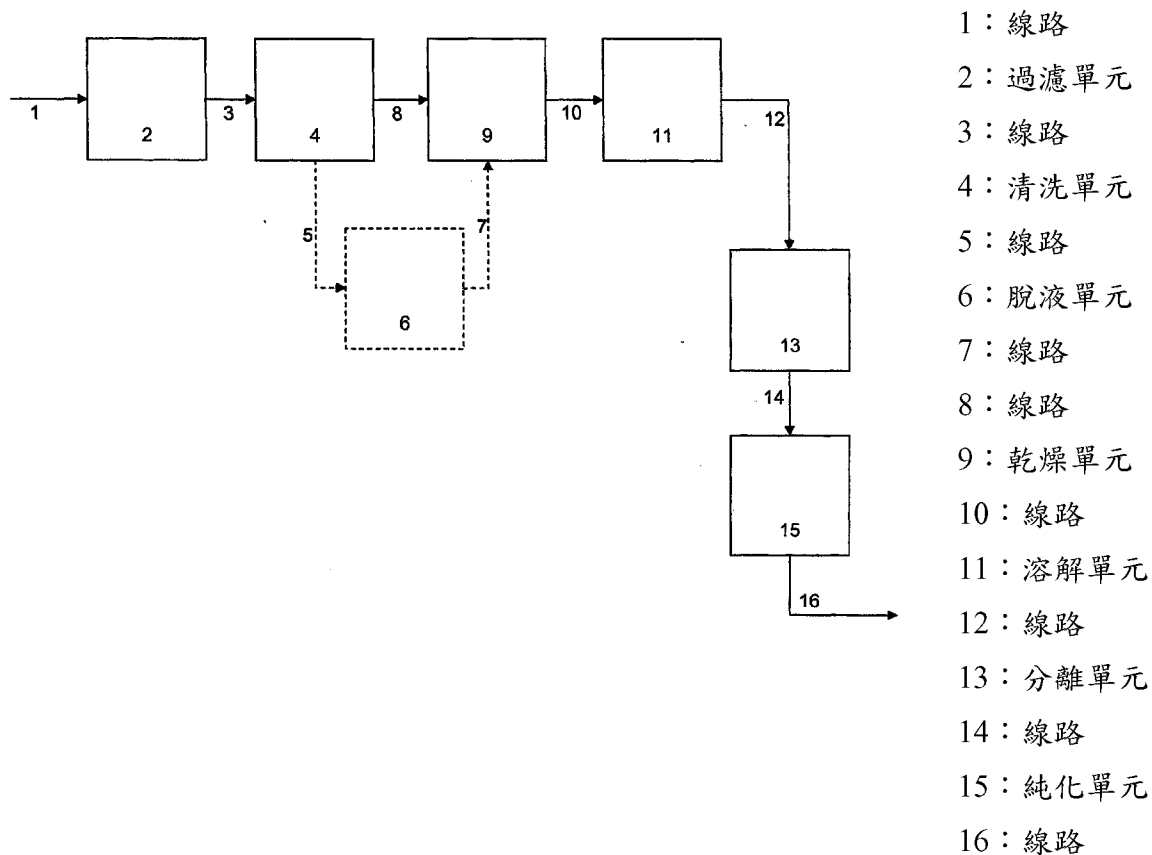
(54)名稱

用於純化固態鹽組成物之方法及裝置

PROCESS AND APPARATUS FOR PURIFYING SOLID SALT COMPOSITIONS

(57)摘要

本發明係關於用於回收及純化固態鹽組成物以獲得可使用於工業製程中之經純化之鹽及/或鹵水組成物的方法及裝置。



六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

發明領域

於此所揭露的實施態樣係關於經純化的鹵水，例如具有經減少的有機成份的鹵水，舉例來說：降低含量的環氧樹脂、表鹵代醇、反應產物、催化劑及/或溶劑。於此所揭露的實施態樣也係關於用於獲得具有經減少的有機成份之鹵水的方法及裝置。於此所揭露的其它實施態樣係關於使鹵水被使用於一方法及裝置中以便將具有經減少的有機成份的鹵水包括於其中之方法及裝置的改良，及/或關於由此所獲得之鹵水。於此所揭露的實施態樣係可用於各種方法及技術中，例如涉及水、廢水及鹵水純化的方法，舉例如在氯/鹼方法中及涉及製造環氧樹脂之方法。因此，於此所揭露的實施態樣也關於純化由工業製程中所產生之鹵水的方法及裝置，例如製造環氧樹脂。經純化的鹵水可被使用於工業製程中，例如用於將鹵水電解轉換為氯氣及氫氧化鈉或次氯酸鹽的氯/鹼方法。

【先前技術】

發明背景

20 在化學製程中，需要獲得輸入處理流的最大效用以及再循環處理流或是將來自一製程之副產物使用於其它製程的能力，特別是在附近的製程中。處理流如此之使用係環境及經濟上所欲的。

在藉由多元酚和表鹵代醇及鹼金屬氫氧化物之反應而製造環氧樹脂中，一鹼金屬鹵化鹽係產生為副產物。該鹽類可以在水溶液中，若該製造方法涉及到和多種液相接觸；或是成為一固態鹽，若是在該反應步驟期間有使用共沸水移除的技術。

該副產物鹽類或鹵水係通常染有有機化合物，例如：環氧樹脂產物、表鹵代醇、由表鹵代醇水解而來的反應產物、相轉移催化劑或是由反應器而來的共溶劑，或是另外的溶劑。所欲的是，在處理或再使用之前純化該副產物鹽類或是鹵水。

第 JP04060994(B)號專利及第 JP60081176(A)號公開案係針對分離一形成為副產物之無機鹽類，藉由添加該形成為副產物之無機鹽類的經濃縮水溶液至一環氧樹脂反應產物，將所致之混合物分離為三層之樹脂溶液層、無機鹽類的水性層以及無機鹽類的泥狀層，且將無機鹽類由該泥狀層過濾出來。如這些日本文獻之英文摘要中所示，一具有羥基或胺基之化合物係和一表氯醇及鹼類之水溶液反應，同時藉由共沸蒸餾移除水以產生一環氧樹脂。在該方法中，為了移除形成為副產物之無機鹽類，上述無機鹽類的經濃縮水溶液係直接或在將過多之表氯醇蒸餾出來之後添加至該上述之反應產物且以有機溶劑稀釋，且該所致之混合物係經攪動，停止且分離為三層之樹脂溶液層、無機鹽類的水性層以及無機鹽類的泥狀層。接著將無機鹽類由該

無機鹽類泥狀層中過濾出來，且該無機鹽類，即為該副產物，係有效地由上述反應產物分離為高純度結晶。

美國第 4,751,280 號專利揭露一藉由共沸水移除後緊接乾燥、過濾及清洗步驟之反應製造環氧樹脂之方法。如
5 其中所揭露者，可藉由「任何適用之物理性手段」來完成鹽類移除，例如：過濾或離心，而垂直籃式離心機係提引為特定適用之裝置。

歐洲第 EP0356854 B1 號專利揭露一藉由以溶劑清洗、脫液該鹽餅且乾燥該鹽以產生一染有小量剩餘有機污
10 染物之鹽類的處理經有機污染鹽類的方法。該範例描述在一籃式離心機中以表氯醇及表氯醇/1-甲氧-2-丙醇混合物清洗由環氧樹脂製造而來之經污染鹽類，接著在該籃式離心機中脫液。該鹽類係接著在一旋轉式乾燥機中乾燥。

DD216471 A1 公開案揭露將來自環氧樹脂製造之反應
15 產物(環氧樹脂、無機鹽類及固態有機副產物)和一有機溶劑混合 15 分鐘以上，接著添加水，接著將水相移出以產生經改良之相分離。

DD155780 A3 公開案揭露使用離心以自一水性鹽層分離出環氧樹脂/溶劑層。

20 CS190218 B1 專利案揭露由反應混合物分離環氧樹脂為一鹽層及一含有表氯醇及環氧樹脂之樹脂層，其包括藉由重力或離心分離。

CS176770 B1、CS174508 B1 以及 CS136171 專利案揭露使用離心以在一製備環氧樹脂之範例中分離有機相及水相。

SU245368 揭露使用過濾以移除在製備環氧酚醛樹脂
5 中所形成之鹽類。

SU191118 敘述在環氧樹脂製造期間由一樹脂溶液連續移除飽和水性鹽層，接著共沸蒸餾水且接續藉由過濾移除鹽類。

CN1850635 A 公開案揭露藉由中和、過濾、薄膜蒸餾、
10 結晶及固-液分離而處理來自環氧樹脂製程之廢棄鹵水的方法。也揭露的是使用生物性處理具有低鹽成份之廢水。

CN1884079 A 公開案揭露藉由和 HCl 反應、中和、移除漂浮雜質、及多重結晶以及固/液分離步驟而純化來自環氧樹脂製造之經污染固態鹽類的方法。

15 CN1792832 A 公開案揭露以一溶劑萃取來自環氧樹脂製程之廢棄鹵水、以酸中和至 pH 5-9、添加一促凝劑及/或一凝聚劑、過濾、藉由蒸發而濃縮、接著由該廢水結晶鹽類而獲得固態鹽產物的方法。

CN1124231 B 專利案及 CN1263051 A 公開案揭露藉
20 由移出該有機相、濃縮及結晶以獲得固態鹽而處理來自環氧樹脂製程之廢水的方法。由結晶步驟而來之部份母液係經排除，且一部份可經再循環。由蒸發結晶而得之濃縮物可被使用於清洗水。

GB2320020 A 公開案揭露使用粉末褐煤或經活化之碳由廢水移除經鹵化之有機化合物的方法。該方法係記述為可應用於來自各種化學製造過程之廢水，包括環氧樹脂製造。

- 5 JP3409915 B2 專利案揭露使用帶有旋轉鐵餅之離心分離槽以改善自廢水之環氧樹脂相分離。

JP03094884 A 公開案揭露使用經活化碳以吸收雜質，包括來自環氧樹脂廢水之聚合物。使用批次處理之 COD 係聲稱為將由 10,000 mg/L 降為 1200 mg/L。

- 10 PL151776 B2 專利案揭露一藉由使用多重蒸發結晶/過濾步驟而處理環氧樹脂廢水的方法。也進行 pH 調整及鹽類清洗。一含有甘油及聚合甘油之有機相係經回收的。

- 美國第 4,976,864 A 號專利及歐洲第 362934 B1 號專利揭露一藉由在鹼性狀態下水解接著藉由蒸發結晶或電滲析以移除 90% 之 NaCl 而用以處理環氧樹脂廢水之方法。其亦敘述到使用厭氧性及好氧性消化的組合。

DD243503 A1 公開案揭露使用加熱及移出以自包含 NaCl 及固體之廢水移除不可溶之環氧樹脂。

【發明內容】

20 發明概要

於此所揭露的實施態樣係針對固態鹽組成物之回收及/或純化的方法，例如：由環氧樹脂產物回收及/或純化鹽類副產物，且特定地係固態鹽類組成物之純化以獲得經純化之乾淨鹵水，使得該乾淨鹵水係適用於再使用，例如：回

收利用或排出。

於此所揭露的實施態樣提供純化固態鹽組成物之方法，包括：由一含有環氧樹脂及表鹵代醇和溶劑之至少一者之有機相中分離出固態鹽以獲得一經分離之固態鹽，以
5 至少一溶劑清洗該經分離之固態鹽以降低殘留在該固態鹽中之環氧樹脂的量，在一溫度下乾燥該經清洗之鹽以降低在該固態鹽中之揮發性成份的量以獲得一具有經降低之揮發性成份含量的固態鹽，將該具有經降低之揮發性成份含量的固態鹽溶解在形成鹵水之水中，以及由該鹵水移除不
10 可溶性物質及可溶性有機污染物之至少一者以形成一經純化的鹵水。舉例來說，該「移除」可包括使該鹵水接受一分離技術以移除不可溶性物質及/或純化該鹵水以移除可溶性有機污染物。

於此所揭露的其它實施態樣係提供用於純化一固態鹽
15 組成物之方法，包括：由一含有環氧樹脂及表鹵代醇和溶劑之至少一者之有機相中分離出固態鹽以獲得一經分離之固態鹽；以至少一溶劑清洗該經分離之固態鹽以降低殘留在該固態鹽中之環氧樹脂的量；將該具有經降低之環氧樹脂含量的固態鹽溶解在形成鹵水之水中；汽提、蒸餾或是
20 用其它的方式處理該鹵水以以降低在該鹵水中之揮發性成份的量以獲得一具有經降低之揮發性成份含量的鹵水；使該具有經降低之揮發性成份含量的鹵水接受一分離技術以移除不可溶性物質；以及純化該鹵水以移除可溶性有機污染物。

於此所揭露的實施態樣也提供用於製造環氧樹脂的方法，包括：使多元酚和表鹵代醇及鹼金屬氫氧化物反應；產生環氧樹脂及鹼金屬鹵化物固態鹽組成物；純化該固態鹽組成物，包括：由一含有環氧樹脂及表鹵代醇和溶劑之

5 至少一者之有機相中分離出固態鹽以獲得一經分離之固態鹽；以至少一溶劑清洗該經分離之固態鹽以降低殘留在該固態鹽中之環氧樹脂的量；在一溫度下乾燥該經清洗之鹽以降低在該固態鹽中之揮發性成份的量以獲得一具有經降低之揮發性成份含量的固態鹽；將該具有經降低之揮發性

10 成份含量的固態鹽溶解在形成鹵水之水中；以及使該鹵水接受一分離技術以移除不可溶性物質；以及進行再循環該鹵水、儲存該鹵水、去除該鹵水之至少一者，以及轉送該鹵水至一不同的製程。

於此所揭露的實施態樣也提供用於純化固態鹽組成物

15 之裝置，該裝置包括：用以由一含有環氧樹脂及表鹵代醇和溶劑之至少一者之有機相中分離出固態鹽以獲得一經分離之固態鹽的過濾單元；用以以至少一溶劑清洗該經分離之固態鹽以降低殘留在該固態鹽中之環氧樹脂的量的清洗單元；用以在一溫度下乾燥該經清洗之鹽以降低在該固態

20 鹽中之揮發性成份的量以獲得一具有經降低之揮發性成份含量的固態鹽的乾燥單元；用以將該具有經降低之揮發性成份含量的固態鹽溶解在形成鹵水之水水中的溶解單元；用以由該鹵水分離出不可溶性物質的分離單元；以及用以由該鹵水分離出可溶性有機物質的純化單元。

由一有機鹽類分離出該固態鹽可包括使該固態鹽組成物接受物理性分離。由一有機鹽類分離出該固態鹽也可包括使該固態鹽組成物接受過濾或離心。過濾可使用壓力過濾器、真空過濾器及帶狀過濾器之至少一者而執行。離心
5 可利用傾析型離心機及過濾型離心機之至少一者而執行。

由一有機鹽類分離出該固態鹽可包括減少該固態鹽之液體含量，俾使該固態鹽含有少於 50%重量比的液體，少於 30%重量比的液體，或是少於 20%重量比的液體。

該至少一溶劑可包括至少一可降低殘留在該固態鹽中之環氧樹脂的量且同時不溶解該固態鹽之溶劑。在某些實施態樣中，該至少一溶劑不含有不易於揮發的低揮發性成份。在一系列實施態樣中，該至少一溶劑包括表氯醇。
10

在某些實施態樣中，「乾燥」可在一高達約 300°C 之溫度下執行；在其它實施態樣中高達約 200°C；在其它實施態樣中高達約 150°C；以及在一至少約 60°C 之溫度，或是在一至少約 100°C 之溫度，在不同的實施態樣中。在一系列實施態樣中，該乾燥在可在惰性氣體存在下執行。
15

在「清洗」之後且在「乾燥」之前，該經清洗之固態鹽可經過俾使在該固態鹽中之液體量減少的處理。在不同的實施態樣中，該鹵水可具有在 5 及 25 wt% 間的鹽濃度，或是在 15 及 25 wt% 間的鹽濃度。
20

圖式簡單說明

本揭露之實施態樣係進一步描述在之後的「詳細說明」一節，參照圖式經由非限制性的示範範例說明，其中：

第 1 圖係說明包括選擇性單元之用於依據此中所揭露之實施態樣而獲得經純化鹵水的示範性裝置。

【實施方式】

較佳實施例之詳細說明

- 5 除非有另外的敘述，論及一化合物或成份係包括該化合物或成份本身以及和其它化合物或成份的組合，例如化合物的混合物。

如其中所使用的，該單數形式「一」及「該」包括複數的引用，除非內文中清楚地另有描述。

- 10 除了有另外指明的地方，所有在本說明書及申請專利範圍中所使用之用以表示組份數量、反應條件等等的數字在所有實例中係被了解為經該辭「約」所修飾。因此，除非有相反的指示，在下列說明書及所附申請專利範圍中所提出之數值參數係依據由本揭露之實施態樣擬獲得之所欲
- 15 性質而變化之近似值。至少，不被視為限制申請專利範圍之範圍均等論之應用的企圖，各數值參數應按照有效位數之數字及四捨五入通常之慣例而解讀。

- 此外，在此說明書中數字範圍的記述係被視為在此範圍內所有數字數值及範圍的揭露。舉例來說，若該範圍為
- 20 自約 1 至約 50，其係被視為包括，舉例來說，1、7、34、46.1、23.7，或是在此範圍內任何其它數值或範圍。

此中所揭露之實施態樣可使用於純化固態鹽組成物，特別是共沸性固態鹽組成物。此中所揭露之實施態樣也關於形成經純化之鹵水，及關於使用該經純化之鹵水，例如：

使用於一製程中循環及/或使用於一個別之製程，以及也用於處置該鹵水。

該固態鹽組成物可包括鹼金屬鹵化物固態鹽組成物或是鹼土金屬鹵化物固態鹽組成物，例如：但並不限定於，

5 氯化鈉、氯化鉀、及氯化鈣固態鹽組成物。

依據此中所揭露之實施態樣所純化之固態鹽組成物可來自各種方法，且該經純化之鹵水可被利用於各種方法。舉例來說，該被純化中之組成物可包括組成物，該組成物包括，但不限定於，來自以下之副產物：來自雙酚 A 和表
10 氯醇及氫氧化鈉用作製造環氧樹脂之反應；藉由使雙酚-F 酚醛和表鹵代醇及鹼金屬氫氧化物反應而製造液態環氧酚醛樹脂之反應；其它酚類化合物和表鹵代醇用以製造環氧樹脂之反應；以及其它含有-OH 之化學物品和和表鹵代醇用以製造環氧樹脂之反應，包括單-或多-官能性醇類、羧酸
15 類等等。表鹵代醇可以是，舉例來說、表氯醇及/或表溴醇。

此中所揭露之實施態樣係針對用於自環氧樹脂產物回收鹽類副產物，以及用以獲得乾淨之鹵水，使得該乾淨鹵水係適用於再使用，例如：回收利用或排出之純化的方法。舉例來說，此中所揭露之實施態樣係可特別使用於和涉及
20 藉由使雙酚-A 和表鹵代醇及鹼金屬氫氧化物反應而製造環氧樹脂之方法及系統相關之鹵水純化，其中該反應器使用共沸乾燥而形成一固體鹽類。

舉例來說，此中所揭露之實施態樣係可使用於該等方法中，例如：在美國第 4,751,280 號專利中所揭露的(其係

全面地併入於此作為參考)，關於製備含有一和表鹵代醇反應之活性氫原子之芳香族化合物的縮水甘油衍生物。此類的方法可包括使一莫耳過量之至少一表鹵代醇和至少一含有一和表鹵代醇反應之活性氫原子之芳香族化合物在一有機溶劑或有機溶劑、鹼金屬氫氧化物以及可擇地存在有一用於芳香族活性含氫化合物及表鹵代醇間之反應的催化劑之混合物存在下，且同時控制該反應混合物中水的濃度的情形下反應。

因此，舉例來說，在涉及形成固態鹽之環氧樹脂製造科技中，例如：共沸並聯-乾燥耦合/環氧化作用或是環氧化作用，由環氧樹脂製造反應器而來之流出物係一包括固態鹽及一環氧樹脂、表鹵代醇以及可擇之一或多種其它溶劑之有機液態混合物的泥漿。該反應器流出物可依據此處所揭露之實施態樣直接處理。任擇地，該表鹵代醇及其它揮發性成份可由該環氧樹脂及鹽類揮發，接著添加一第二溶劑或溶劑混合物而獲得一固態鹽及環氧樹脂和第二溶劑或溶劑混合物之有機液態混合物的泥漿，其係可接續依據此處所揭露之方法處理。

在一實施態樣中，藉由過濾或離心可將該固態鹽自該有機液體中分離出來，可以表鹵代醇及/或溶劑清洗該固態鹽；該鹽可經乾燥以除去揮發性成份；該固態鹽可被溶解在水中而形成鹵水；該鹵水可經處理(例如，但不限於，藉由過濾、溶氣浮選或其它方法)而移除固體；該鹵水亦可經處理以除去可溶性有機成份，例如：藉由碳吸收。

在另一實施態樣中，可藉由過濾或離心將該固態鹽自該有機液體中分離出來，可以表鹵代醇及/或溶劑清洗該固態鹽；該固態鹽可被溶解在水中而形成鹵水；該鹵水可經蒸餾以除去揮發性有機成份；該鹵水可經處理(例如，但不
5 限於，藉由過濾、溶氣浮選或其它方法)而移除固體。該鹵水亦可經處理以除去可溶性有機成份，例如：藉由碳吸收。

依據此中所揭露之實施態樣，可得到含有少量有機污染物的高純度鹵水。舉例來說，在不同的實施態樣中，該經純化的鹵水可含有少於 100 ppm 之總有機碳(Total
10 Organic Carbon；TOC)；在其它實施態樣中少於 20 ppm 之 TOC；在其它實施態樣中少於 10 ppm 之 TOC；以及在其它仍有之實施態樣中少於 5 ppm 之 TOC。該經純化之鹵水係適用為其它之製造方法之原料。依據此中所揭露之實施態樣，該經純化之鹵水可因而使用於種種製程中，包括，但
15 不限定於，氯/鹼製造及蘇打灰製造。該鹵水也具足夠純度而符合排放於海洋或其它鹹水系統之標準而不需除了可擇之稀釋之外之額外的處理。

該固態鹽可藉由一或多種物理性固體分離技術由該有機相被分離出來，例如：含有環氧樹脂及表鹵代醇及/或一
20 溶劑之有機相，該物理性固體分離技術包括，但不限定於，傾析、重力沉澱、過濾、過濾型離心或沉澱型離心。該固態鹽分離可在一連續型或批次型設備中完成。

因此，該固態鹽可藉由使用各種裝置之過濾法自該有機相分離出來，包括，但不限定於，壓力過濾器、真空過

濾器、旋轉式過濾器、鼓狀過濾器、碟形過濾器或帶狀過濾器，或是過濾型之離心機，包括，籃式離心機、錐形篩網離心機、推料式離心機或是刮刀卸料離心機，或是沉澱型離心機，包括：固體轉筒離心機及篩網轉筒離心機。

- 5 在某些實施態樣中，可執行固態鹽分離以由該固體分離步驟獲得一餅塊狀物，該餅係經脫液至含有少於 50%重量液體之程度；在其它實施態樣中，少於 30%重量液體之程度；及在其它仍有之實施態樣中，少於 20%重量液體之程度。
- 10 接著，該固體分離步驟，該所致之材料可以至少一溶劑清洗一或二次以降低剩餘在該鹽餅中之環氧樹脂的量。該至少一溶劑可以是，但不限定於，任何可以降低剩餘在該固態鹽(例如：該固態鹽餅)中之環氧樹脂的量的溶劑，然而並不會溶解該固態鹽。在某些實施態樣中，該至少一溶劑係具足夠揮發性而可輕易地藉由蒸發而除去，且剩餘在該鹽餅上之該環氧樹脂、該表鹵代醇及/或該溶劑係可溶於其中的。除了表鹵代醇，適用之溶劑通常包括，舉例來說，經鹵化的碳氫化合物、酮類、脂肪族醇、芳香族碳氫化合物、二醇醚類及其等之組合物。特別適用之溶劑包括，舉例來說，表氯醇、甲苯、甲基異丁基酮、甲基乙基酮、二甲苯、苯、甲醇、乙醇、異丙醇、二丙二醇甲醚以及其等之組合物。
- 15
- 20

在某些實施態樣中，使用於清洗該鹽餅之溶劑也和被包含在保留於該固態鹽餅上之液體中之一或多種溶劑相

同。因此，舉例來說，包含有環氧樹脂及表鹵代醇之固態鹽餅可以表鹵代醇來清洗。如另一範例，一包含有環氧樹脂、表鹵代醇及一溶劑之固態鹽餅可以表鹵代醇或是表鹵代醇/溶劑混合物來清洗。一包含有環氧樹脂及一溶劑，但含有少量或是不含有表鹵代醇之固態鹽餅可相同地以相同的溶劑來清洗。

較佳地，該固態鹽餅係經清洗一或多次，且在某些實施態樣中，清洗二次。較佳地，該使用於清洗該餅之表鹵代醇或溶劑不包含不易於揮發之樹脂或其它低揮發性成份。

10 該餅在清洗時所處的溫度並非是關鍵性的。然而，該清洗步驟之溫度係自約 5°C 至 100°C，在某些實施態樣中，且在其它實施態樣中，更多係自 20°C 至 80°C。

在該固態鹽餅經清洗之後，含有該經清洗之固態鹽及該有機清洗液體之泥漿係可擇地接受一第二鹽/液體分離

15 步驟以降低剩餘在該鹽餅上之有機液體的量。在此可擇性之第二鹽/液體分離步驟中，可藉由過濾(包括，但並不限定為，傾析、重力沉澱、過濾、過濾型離心或沉澱型離心)將固態鹽由有機相分離出來。因此，該固態鹽可藉由使用各種裝置之過濾法自該有機相分離出來，包括，但不限定於，

20 壓力過濾器、真空過濾器、旋轉式過濾器、鼓狀過濾器、碟形過濾器或帶狀過濾器，或是過濾型之離心機，包括，籃式離心機、錐形篩網離心機、推料式離心機或是刮刀卸料離心機，或是沉澱型離心機，包括：固體轉筒離心機及篩網轉筒離心機。

可執行該固態鹽分離以由該固體分離步驟獲得一餅塊狀物，在某些實施態樣中該餅係經脫液至含有少於 50%重量液體之程度；在其它實施態樣中，少於 30%重量液體之程度；及在其它仍有之實施態樣中，少於 20%重量液體之程度。

該由有機液體之第一鹽分離步驟、該清洗步驟及該由有機清洗液體之第二可擇鹽分離步驟可在分別的設備中完成。在某些實施態樣中，該由有機液體之第一鹽分離步驟、該清洗步驟及該由有機清洗液體之第二可擇鹽分離步驟係各自在經設計為可由液體分離出固體且可清洗該固體餅之設備的單一部件內執行。用於合併之固/液分離及清洗之適用的設備包括，但不限定於，旋轉式過濾器、壓力過濾器、真空過濾器、帶狀過濾器、固體轉筒離心機、篩網轉筒離心機、籃式離心機、推料式離心機及刮刀卸料離心機。

在一實施態樣中，在以至少一溶劑清洗該固態鹽之後，該鹽係在一升高的溫度下乾燥以去除揮發性成份。舉例來說，可被去除之該揮發性成份是，不限定為，表鹵代醇、溶劑或是溶劑組合物及環氧樹脂製造過程之其它高揮發性副產物。在某些實施態樣中，該餅係經乾燥至含有少於 0.1 重量%之表鹵代醇及/或溶劑；在其它實施態樣中，少於 100 ppm 之表鹵代醇及/或溶劑；及在其它仍有之實施態樣中，少於 20 ppm 之表鹵代醇及/或溶劑。

在某些實施態樣中，某些實施態樣中的該固態鹽餅係在高至約 300°C 之溫度下乾燥，其它實施態樣中在高至約

200°C 之溫度，其它實施態樣中在高至約 150°C 之溫度，且在至少約 60°C 之溫度，或是至少約 100°C 之溫度，在各種實施態樣中。在其它實施態樣中，該固態鹽餅可在約 40°C 及 300°C 之間的溫度乾燥；在其它實施態樣中，係在約 60°C 及 200°C 之間；且在其它仍有之實施態樣中，係在約 100°C 及 150°C 之間。在某些實施態樣中，該餅可在約 0.1 磅/平方英吋及 45 磅/平方英吋間之壓力下乾燥；在其它實施態樣中，係在約 4 磅/平方英吋及 30 磅/平方英吋間；且在其它仍有之實施態樣中，係在約 8 磅/平方英吋及 20 磅/平方英吋間。該乾燥溫度應是在表氯醇或溶劑於該乾燥器中之壓力下的沸點之上。當利用一溶劑的組合時，該乾燥溫度應是比該等溶劑之各者於該乾燥器中之壓力下的沸點為高。

可藉由許多習於固體乾燥技藝者已熟知的方法來完該鹽之乾燥。乾燥設備包括，但不限定於，直接乾燥設備及間接乾燥設備二者，其中於直接乾燥設備處該固體係藉由和熱氣體直接接觸而乾燥，而於間接乾燥設備處該固體係藉由將熱轉移通過一固體表面而被乾燥。可使用批次或連續式乾燥。適用之直接乾燥設備的範例包括旋轉式乾燥機、噴霧乾燥機、氣流乾燥機、傳送帶乾燥機、盤式乾燥機及流化床乾燥機。適用之間接乾燥設備的範例包括旋轉式乾燥機、鼓式乾燥機、碟式乾燥機、螺旋式梯板乾燥機及槳葉攪拌乾燥機。

對於直接乾燥設備，該所使用的熱氣體可以是惰性氣體，舉例如但不限定為氮氣，以降低起火或是爆炸的風險。對於間接乾燥設備，當乾燥該固態鹽以增進移除表氯醇及/或其它溶劑時，可以選擇性地使用一如但不限定為氮氣之
5 惰性氣體。因此，可添加一惰性氣體至進行乾燥的乾燥機。

該經乾燥之固態鹽係經溶解於水中而形成鹵水。較佳地，在某些實施態樣中，該鹽係經溶解於水中而形成一具有 5 至 25 重量% 鹽之鹵水；在其它實施態樣中，為 15 至 25 重量% 鹽之鹵水。在某些實施態樣中，該鹽是 NaCl。

10 在某些實施態樣中，使用於溶解鹽的水並不包括有機及無機污染物。舉例來說，可使用經純化以移除污染物(包括：有機及無機污染物)的水。

該鹵水可經任何技術處理以移除不可溶物質。在某些實施態樣中，該技術可包括物理性分離，例如(但不限定
15 於)：過濾、溶氣浮選或其它移除固體的方法。不可溶物質可包括在環氧樹脂製造反應器中所形成之聚合物副產物以及剩餘在該餅上之少量的產物環氧樹脂。舉例來說，該鹵水可經由傾析、過濾、溶氣浮選或其它移除固體技術的方法處理而移除不可溶物質。

20 可使用過濾器輔助器，例如(但不限定為)：矽藻土、珍珠岩及/或煅燒稻殼，以增進藉由過濾而移除不可溶物質的能力。

在固體自該鹵水移除之後，該鹵水係經純化以移除可溶性有機成份。該純化方法可以是吸附、結晶、UV 氧化、

臭氧化、過氧化物氧化、費同氧化法(Fenton oxidation)、氯化分解、溼式氧化、生物性處理及/或其它處理方法。吸附性純化可使用各種吸附劑完成，包括：活性碳、聚合性吸附劑或其它吸附媒質。生物性處理方法係該技術領域中習
5 於此藝者所熟知的，且包括：生物性氧化、膜式生物反應器、好氧性及壓氧性處理，以及其它方法。也可能利用一或多種純化方法的組合。

在某些實施態樣中，鹵水可藉由碳吸附而純化。用於碳吸附之活性碳可由煤、椰子殼或其它的碳來源所製備。
10 該碳吸附床係經尺寸化為以較佳為比一星期還長之轉換頻率而移除有機成份，更佳為比二星期還長。一或二種碳床係可串聯或平行使用。

若使用吸附性純化，在該吸附床之前，可自該鹵水移除固體及其它不可溶性成份，以預防吸附床的堵塞。舉例
15 來說，多於 95 重量%之固體及不可溶性成份(包括聚合物及環氧樹脂)係經移除的。在某些實施態樣中，該移除率係使得該吸附床不需要超過二星期一次的頻繁地更換。

另一實施態樣提供一用於純化固態鹽組成物之方法，包括以下步驟：由一含有環氧樹脂及表鹵代醇和溶劑之至少一者的有機相分離出固態鹽以得到一經分離之固態鹽；
20 以至少一溶劑清洗該經分離之固態鹽以降低殘留在該固態鹽中之環氧樹脂的量；將該具有經降低之環氧樹脂含量的固態鹽溶解在形成鹵水之水中；汽提、蒸餾或是用其它的方式處理該鹵水以降低在該鹵水中之揮發性成份的量以獲

得一具有經降低之揮發性成份含量的鹵水；使該具有經降低之揮發性成份含量的鹵水接受一分離技術以移除不可溶性物質；以及純化該鹵水以移除可溶性有機污染物。

- 在此實施態樣中，在溶於水中形成鹵水之前，該鹽餅
- 5 並非係經乾燥而移除揮發性有機成份。該揮發性有機成份係藉由蒸餾或是汽提自該鹵水中移除。適用於自該鹵水中蒸餾或是汽提該揮發性有機成份的設備係蒸餾技術領域中習於此藝者所熟知的，包括(但不限定為)：蒸餾管柱、汽提機等等。在此實施態樣中，使用於清洗步驟的溶劑也可以
- 10 是在鹵水中為揮發性的，以至於其可藉由蒸餾或是汽提輕易地自鹵水移除。舉例來說，可使用於此實施態樣之溶劑包括表鹵代醇、甲基異丁基酮、甲苯、甲基乙基酮、二甲苯、苯、甲醇、乙醇、異丙醇及其等之組合。

- 在該鹽被溶解後所形成的鹵水可含有足夠的有機成份
- 15 以形成一第二液體相，因為這些液體在鹵水中的溶解度已被超過。在蒸餾該鹵水以移除揮發性有機成份殘餘物之前，此第二液體相係可擇地自該鹵水移除。可藉由傾析或其它適用之手段來移除該第二液體相。可利用重力傾析器、離心傾析器、接續有重力傾析之黏合器或是其它傾析
- 20 裝置。

一旦藉由上述之實施態樣獲得該經純化之鹵水，該鹵水係可擇地經結晶、去水或乾燥、噴霧乾燥，或是利用其它任何在獲得經純化之固態鹽產物之動機之內的技術來乾燥。

並且，該經處理至一所欲之純化程度的鹵水可經稀釋以降低該鹽濃度且排放至海洋或其它鹼水水域之中。

此處所揭露之實施態樣可被使用於各種裝置且該裝置可經由各種方式組合以獲得純化之固態鹽組成物。舉例來說，如圖式中所說明的，該固態鹽組成物可經由線路 1 被饋入一過濾單元 2 以由一含有環氧樹脂及表鹵代醇和溶劑之至少一者之有機相中分離出固態鹽以獲得一經分離之固態鹽。該經分離之固態鹽可經由線路 3 被饋入清洗單元 4，其中，該經分離之固態鹽係以至少一溶劑清洗以降低殘留在該固態鹽中之環氧樹脂的量。該經清洗之固態鹽可經由線路 5 被饋入可擇性之脫液單元 6 且之後經由線路 7 被饋入乾燥單元 9 以在乾燥之前先使該經清洗之固態鹽脫液，或是可以直接經由線路 8 被饋入乾燥單元 9 以在一溫度下乾燥該經清洗之鹽以降低在該固態鹽中之揮發性成份的量以獲得一具有經降低之揮發性成份含量的固態鹽。由乾燥單元 9 而來之該經乾燥的固態鹽可經由線路 10 被饋入溶解單元 11 以將該含有經降低之揮發性成份含量的固態鹽溶解在形成鹵水之水中。該鹵水可經由線路 12 被饋入分離單元 13 以由該鹵水分離出不可溶性物質。該鹵水可經由線路 14 被饋入純化單元 15 以由該鹵水移除可溶性有機物質。該經分離之鹵水可接著經由線路 16 被饋入用以再循環、儲存、處置或是使用於另外的方法中之一者。

範例

下述範例係僅用於說明之目的，而非意於限制此處所揭露之實施態樣的範圍。除非另有陳述，該單位為重量百分比。

範例 1

- 5 一來自液體環氧樹脂製造反應器之反應產物，包括：液態環氧樹脂、表氯醇、1-甲氧基-2-丙醇、固體 NaCl 鹽及甘油類型的聚合物，係被饋入一刮刀卸料離心機。在該刮刀卸料離心機中，該鹽係經脫液且以表氯醇清洗二次以降低環氧樹脂含量，導致一含有約 15%表氯醇之鹽餅。該溼
- 10 鹽餅係藉由螺旋傳送器而移動至一旋轉槳葉攪拌乾燥機。該旋轉槳葉攪拌乾燥機係被蒸氣加熱至 150°C 以使表氯醇及其它揮發性成份自該鹽揮發，而小量之氯係被導入該乾燥機以加速表氯醇的移除。該經乾燥之鹽，含有少於 20 ppm 之表氯醇，係在一攪動槽中溶於水中而造成一含有近乎
- 15 18% NaCl 之鹵水。該鹵水係經過二階段溶氣浮選以移除聚合物、環氧樹脂及其它固體。該鹵水係接著通過二個含有以煤為主之活性碳的碳吸附床。該鹵水之總有機碳含量 (Total Organic Carbon; TOC) 係經測量且發現為含有 <5 ppm TOC。

20 範例 2

一來自液體環氧樹脂製造反應器之反應產物，包括：液態環氧樹脂、表氯醇、1-甲氧基-2-丙醇、固體 NaCl 鹽及甘油類型的聚合物，係被饋入一刮刀卸料離心機。在該刮刀卸料離心機中，該鹽係經脫液且以表氯醇清洗二次以降

低環氧樹脂含量，導致一含有約 15%表氯醇之鹽餅。該溼鹽餅係藉由螺旋傳送器而移動至一旋轉槳葉攪拌乾燥機。該旋轉槳葉攪拌乾燥機係被蒸氣加熱至 150°C 以使表氯醇及其它揮發性成份自該鹽揮發，而小量之氯係被導入該乾燥機以加速表氯醇的移除。該經乾燥之鹽，含有少於 20 ppm 之表氯醇，係在一攪動槽中溶於水中而造成一含有近乎 18% NaCl 之鹵水。該鹵水係使用一半連續過濾器而過濾以移除聚合物、環氧樹脂及其它固體。在該過濾步驟中係使用聚丙烯過濾器媒質及矽藻土過濾器輔助器。該鹵水係接著通過二個含有以煤為主之活性碳的碳吸附床。該鹵水之總有機碳含量(TOC)係經測量且發現為含有<5 ppm TOC。

如上所述，此處所揭露之實施態樣係提供用於自環氧樹脂產物回收鹽副產物且用於純化鹵水之方法及裝置。此處所揭露之方法係可供用於回收高純度鹽或是一高純度鹵水之一或多者。因此所回收之鹽及鹵水係適用於再利用。另一方面，由於回收高純度鹵水，該鹵水係適用於排放至如海洋或是其它鹼水水域而不需額外的處理。

雖然該等揭露包括有限的實施態樣數目，該領域中具有通常知識者，利用本揭露，將了解到可想出其它實施態樣而不偏離本揭露之範圍。另一方面，該範圍應只受限於所附之申請專利範圍。

【圖式簡單說明】

第 1 圖係說明包括選擇性單元之用於依據此中所揭露之實施態樣而獲得經純化鹵水的示範性裝置。

【主要元件符號說明】

1…線路	9…乾燥單元
2…過濾單元	10…線路
3…線路	11…溶解單元
4…清洗單元	12…線路
5…線路	13…分離單元
6…脫液單元	14…線路
7…線路	15…純化單元
8…線路	16…線路

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：98104061

C86 59/6 (2006.01)

※申請日：98.2.9

※IPC 分類：G26 59/0 (2006.01)

C01D 3/4 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

用於純化固態鹽組成物之方法及裝置

PROCESS AND APPARATUS FOR PURIFYING SOLID SALT
COMPOSITIONS

二、中文發明摘要：

本發明係關於用於回收及純化固態鹽組成物以獲得可使用於工業製程中之經純化之鹽及/或鹵水組成物的方法及裝置。

三、英文發明摘要：

Methods and apparatus for the recovery and purification of solid saltcompositions to obtain purified salt and/or brine compositions that may be useful in industrial processes

七、申請專利範圍：

1、一種純化固態鹽組成物之方法，該方法包含：

由一含有環氧樹脂及表鹵代醇和溶劑之至少一者之有機液體中分離出固態鹽以獲得一經分離之固態鹽；

以至少一溶劑清洗該經分離之固態鹽以降低殘留在該固態鹽中之環氧樹脂的量；

在一溫度下乾燥該經清洗之鹽以降低在該固態鹽中之揮發性成份的量以獲得一具有經降低之揮發性成份含量的固態鹽；

將該具有經降低之揮發性成份含量的固態鹽溶解在形成鹵水之水中；以及

由該鹵水移除不可溶性物質及可溶性有機污染物之至少一者以形成一經純化的鹵水。

2、如申請專利範圍第1項之方法，其中該移除步驟包含以下之至少一者：使該鹵水接受一分離技術以移除不可溶性物質；及使該鹵水接受一純化以移除可溶性有機污染物。

3、如申請專利範圍第1項之方法，其中由一有機液體分離出該固態鹽之步驟包含使該固態鹽組成物接受物理性分離。

4、如申請專利範圍第1項之方法，其中由一有機液體分離出該固態鹽之步驟包含使該固態鹽組成物接受過濾。

5、如申請專利範圍第4項之方法，其中該過濾係以壓力過濾器、真空過濾器、帶狀過濾器及過濾型離心機之至少一者而執行。

- 6、如申請專利範圍第1項之方法，其中由一有機液體分離出該固態鹽之步驟包含將該固態鹽組成物之液體含量降低，俾使該固態鹽含有少於50%重量比的液體。
- 7、如申請專利範圍第1項之方法，其中由一有機液體分離出該固態鹽之步驟包含將該固態鹽組成物之液體含量降低，俾使該固態鹽含有少於30%重量比的液體。
- 8、如申請專利範圍第1項之方法，其中由一有機液體分離出該固態鹽之步驟包含將該固態鹽組成物之液體含量降低，俾使該固態鹽含有少於20%重量比的液體。
- 9、如申請專利範圍第1項之方法，其中該至少一溶劑包含至少一可降低殘留在該固態鹽中之環氧樹脂的量且同時不溶解該固態鹽之溶劑。
- 10、如申請專利範圍第1項之方法，其中該至少一溶劑含有表氯醇。
- 11、如申請專利範圍第1項之方法，其中乾燥步驟係在一高達約200°C之溫度下執行。
- 12、如申請專利範圍第11項之方法，其中乾燥步驟係在一高達約150°C之溫度下執行。
- 13、如申請專利範圍第11項之方法，其中乾燥步驟係在一至少約60°C之溫度下執行。
- 14、如申請專利範圍第11項之方法，其中乾燥步驟係在一至少約100°C之溫度下執行。
- 15、如申請專利範圍第1項之方法，其中乾燥步驟更包含以一惰性氣體和該經清洗之鹽接觸。

- 16、如申請專利範圍第1項之方法，其中該經清洗之鹽的乾燥步驟係以旋轉式乾燥機、鼓式乾燥機、螺旋式梯板乾燥機、碟式乾燥機及槳葉攪拌乾燥機之至少一者執行。
- 17、如申請專利範圍第1項之方法，其中自該鹵水移除不可溶性物質之步驟包含過濾。
- 18、如申請專利範圍第1項之方法，其中純化該鹵水以移除可溶性有機污染物之步驟包含吸附、結晶、UV氧化、臭氧化、過氧化物氧化、費同氧化法(Fenton oxidation)、氯化分解、溼式氧化及生物性處理之至少一者。
- 19、如申請專利範圍第18項之方法，其中純化該鹵水以移除可溶性有機污染物之步驟包含碳吸附。
- 20、如申請專利範圍第1項之方法，其中，在清洗步驟之後且在乾燥之前，該經清洗之固態鹽係經處理而降低在該固態鹽中之液體含量。
- 21、如申請專利範圍第1項之方法，其中該經純化之鹵水具有5及25重量%間的鹽濃度。
- 22、如申請專利範圍第1項之方法，其中該經純化之鹵水具有15及25重量%間的鹽濃度。
- 23、如申請專利範圍第1項之方法，其中該經純化之鹵水具有10 ppm或更少之總有機物含量。
- 24、一種純化固態鹽組成物之方法，其包含：
 - 由一含有環氧樹脂及表鹵代醇和溶劑之至少一者之有機液體中分離出固態鹽以獲得一經分離之固態鹽；
 - 以至少一溶劑清洗該經分離之固態鹽以降低殘留

在該固態鹽中之環氧樹脂的量；

將該含有經降低之揮發性成份的固態鹽溶解在形成鹵水之水中；

蒸餾該鹵水以移除揮發性有機成份；以及

自該鹵水移除不可溶性物質及可溶性有機污染物之至少一者以形成一經純化之鹵水。

25、一種製造環氧樹脂的方法，其包括：

使多元酚和表鹵代醇及鹼金屬氫氧化物反應且產生環氧樹脂及鹼金屬鹵化物固態鹽組成物；

純化該固態鹽組成物，包括：

由一含有環氧樹脂及表鹵代醇和溶劑之至少一者之有機相中分離出固態鹽以獲得一經分離之固態鹽；

以至少一溶劑清洗該經分離之固態鹽以降低殘留在該固態鹽中之環氧樹脂的量；

在一溫度下乾燥該經清洗之鹽以降低在該固態鹽中之揮發性成份的量以獲得一包含經降低之揮發性成份的固態鹽；

將該具有經降低之揮發性成份的固態鹽溶解在形成鹵水之水中；以及

自該鹵水移除不可溶性物質及可溶性有機污染物之至少一者以形成一經純化之鹵水；以及

進行再循環該經純化之鹵水、儲存該經純化之鹵水、去除該經純化之鹵水，以及轉送該經純

化之鹵水至一不同的製程之至少一者。

26、一種用於純化固態鹽組成物之裝置，該裝置包含：

用以由一含有環氧樹脂及表鹵代醇和溶劑之至少一者之有機相中分離出固態鹽以獲得一經分離之固態鹽的過濾單元；

用以以至少一溶劑清洗該經分離之固態鹽以降低殘留在該固態鹽中之環氧樹脂的量的清洗單元；

用以在一溫度下乾燥該經清洗之鹽以降低在該固態鹽中之揮發性成份的量以獲得一具有經降低之揮發性成份的固態鹽的乾燥單元；

用以將該包含有經降低之揮發性成份的固態鹽溶解在形成鹵水之水中的溶解單元；

用以由該鹵水分離出不可溶性物質的分離單元；
以及

用以由該鹵水移除可溶性有機污染物的純化單元。

27、一種製造環氧樹脂的方法，其包括：

使多元酚和表鹵代醇及鹼金屬氫氧化物反應且產生環氧樹脂及鹼金屬鹵化物固態鹽組成物；

純化該固態鹽組成物，包括：

由一含有環氧樹脂及表鹵代醇和溶劑之至少一者之有機相中分離出固態鹽以獲得一經分離之固態鹽；

以至少一溶劑清洗該經分離之固態鹽以降低

殘留在該固態鹽中之環氧樹脂的量；

將該經清洗之固態鹽溶解在形成鹵水之水中；

蒸餾該鹵水以移除揮發性有機成份；以及

自該鹵水移除不可溶性物質及可溶性有機污染物之至少一者以形成一經純化之鹵水；以及

進行再循環該經純化之鹵水、儲存該經純化之鹵水、去除該經純化之鹵水，以及轉送該經純化之鹵水至一不同的製程之至少一者。

28、一種製造環氧樹脂的方法，其包括：

使多元酚和表鹵代醇及鹼金屬氫氧化物反應且產生環氧樹脂及鹼金屬鹵化物固態鹽組成物；

藉由蒸發、蒸餾或其它手段由該環氧樹脂及鹽移除未經反應之表鹵代醇；

添加至少一溶劑至該環氧樹脂及鹽的混合物以溶解該環氧樹脂；

純化該固態鹽組成物，包括：

由一含有環氧樹脂及溶劑之有機相中分離出固態鹽以獲得一經分離之固態鹽；

以至少一溶劑清洗該經分離之固態鹽以降低殘留在該固態鹽上之環氧樹脂的量；

將該經清洗之固態鹽溶解在形成鹵水之水中；

蒸餾該鹵水以移除揮發性有機成份；以及

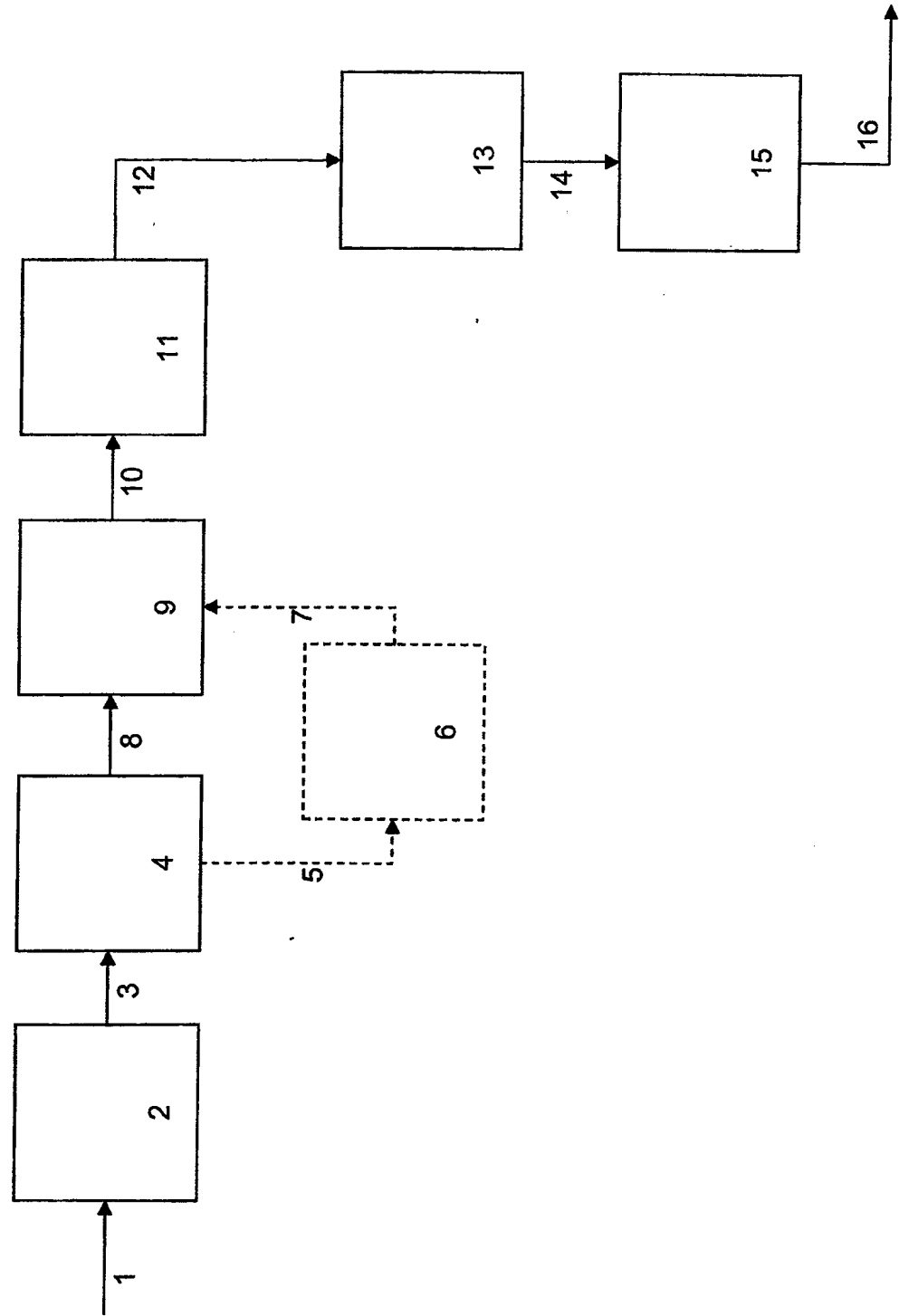
自該鹵水移除不可溶性物質及可溶性有機污

染物之至少一者以形成一經純化之鹵水；以及

進行再循環該經純化之鹵水、儲存該經純化之鹵水、去除該經純化之鹵水，以及轉送該經純化之鹵水至一不同的製程之至少一者。

29、如申請專利範圍第28項之方法，其更包含使該經純化之鹵水再循環至一氯/鹼製造方法。

第 1 圖



四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第（ 1 ）圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

1…線路	9…乾燥單元
2…過濾單元	10…線路
3…線路	11…溶解單元
4…清洗單元	12…線路
5…線路	13…分離單元
6…脫液單元	14…線路
7…線路	15…純化單元
8…線路	16…線路

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：