

РЕПУБЛИКА БЪЛГАРИЯ



(19) **BG**

(11) **65962 B1**

(51) Int. Cl.

ОПИСАНИЕ КЪМ ПАТЕНТ

ЗА

ИЗОБРЕТЕНИЕ

C 07 C 29/74 (2006.01)

C 07 C 27/26 (2006.01)

C 07 C 31/22 (2006.01)

C 07 C 31/20 (2006.01)

C 07 C 29/88 (2006.01)

C 07 C 29/76 (2006.01)

ПАТЕНТНО ВЕДОМСТВО

(21) Заявителски № 107154

(22) Заявено на 27.09.2002

(24) Начало на действие
на патента от: 30.03.2001

Приоритетни данни

(31) 544029 (32) 06.04.2000 (33) US

(41) Публикувана заявка в
бюлетин № 5 на 30.05.2003

(45) Отпечатано на 30.07.2010

(46) Публикувано в бюлетин № 7
на 30.07.2010

(56) Информационни източници:
US 4349417; US 4358625; US 3904656;
US 4560813; US 5440058

(62) Разделена заявка от заяв. №

(73) Патентоприитежател(и):

SCIENTIFIC DESIGN COMPANY, INC.
07643-1901 LITTLE FERRY,
49 INDUSTRIAL AVENUE,
NEW JERSEY (US)

(72) Изобретател(и):

Mansoor Husain
07922 Berkley Heights,
New Jersey (US)

(74) Представител по индустриална собственост:

Христо Петков Тепавичаров,
1164 София, кв. "Лозенец",
ул. "Кръстю Сарафов" 27

(86) № и дата на PCT заявка:

PCT/US01/10406, 30.03.2001

(87) № и дата на PCT публикация:

WO2001/077049, 18.10.2001

(54) ПРЕЧИСТВАНЕ НА ГЛИКОЛ

(57) Пречистването се осъществява, като воден разтвор на етиленгликол, съдържащ алдехиди като формалдехид, ацеталдехид и подобни на тях, се поставя в контакт с твърд бисулфит. Разтворът се дообработва със силна основна йонообменна смола и се редуцира по съдържание на алдехиди, които впоследствие се отстраняват.

2 претенции

BG 65962 B1

(54) ПРЕЧИСТВАНЕ НА ГЛИКОЛ

Област на техниката

Представеното изобретение е свързано с отстраняване примеси, като алдеhidите, от водни разтвори на етиленгликол, чрез обработка с бисулфит и последваща дообработка със силна основна анионообменна смола.

Предшестващо състояние на техниката

Етиленгликолът е много важен търговски химически продукт, който обикновено се получава при реакция на етиленоксид и вода. Проблемът, който съществува е, че в процеса на получаването му се сформират някои примеси, като алдеhidи, които впоследствие е трудно да бъдат отстранени от етиленгликола и които предизвикват проблеми при прилагането му там, където високата чистота е изискване, например при производството на влакна.

Два физични метода, както и химически такъв са били изобретени, за да се отделят алдеhidите от етиленгликола. US 4,349,417, например, препоръчва дестилация в присъствие на съединения на алкални метали, като пречистваща процедура. Патентът също цитира DE 2,558,039 като препоръчителен за пречистването, в който се използват йонообменни смоли.

US 4,358,625 препоръчва редукция на кислород, съдържащ примеси чрез обработка с борохидриди на алкални метали.

US 3,904,656 препоръчва обработка с прочистваща пара от етиленоксид в промивна колона с катионообменна смола Amberlyst A-15, анионообменна смола Amberlyt A-21 и слой от въглерод преди рециклирането.

US 4,560,813 препоръчва хидролиза на алкилоксид като се използва метилатен анион, съдържащ естествени и възстановени йони от метилатния анион, при контакт с твърда, в случая анионообменна смола.

US 5,440,058 споменава обработка на водни потоци със слаби основни йонообменни смоли, които предварително са реагирани с бисулфитна сол, с цел да се отстранят примесите от алдеhid.

Въпреки усилията на предишните изследо-

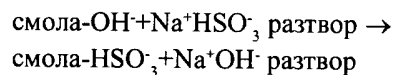
ватели, желателно е да се направят някои подобрения в отстраняването на примеси, като алдеhidите, от водни потоци на етиленгликол.

5 Кратко описание на изобретението

Съгласно изобретението, воден поток от етиленгликол, който съдържа алдеhidни примеси се поставя в контакт с бисулфит, обработен със силна основна анионообменна смола като се възстановява водният поток от етиленгликол с редуцирано съдържание на алдеhid.

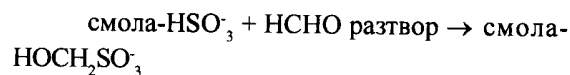
15 Подробно описание на изобретението

В процеса, посочен в изобретението се използват силни основни анионообменни смоли. Преди контактът за обработка на замърсения воден поток на гликол да бъде осъществен, смолите се превръщат в бисулфитната им форма чрез контакт с разтвор на бисулфит, като воден натриев бисулфит. Други бисулфити могат, разбира се, също да бъдат използвани. При бисулфитната обработка, силната основна анионообменна смола се превръща в бисулфитната ѝ форма в съгласие с:



30 Водният разтвор на етиленгликол, съдържащ алдеhidи като формалдеhid или ацеталдеhid след това се поставя в контакт с бисулфит, предварително обработен с твърда смола и с воден разтвор на етиленгликол с намалено съдържание на алдеhidи, които се разделят от твърдата смола.

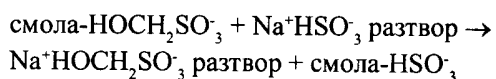
Тъй като нямаме намерение да се обвързваме с теорията, счита се, че по време на контакта на бисулфита, който е дълбочинно обработен с основната смола и разтворът, алдеhidът претърпява реакция на анионен обмен върху смолата, както следва:



и като резултат алдеhidът се свързва с твърдата смола и с това той се отстранява от разтвора.

Тази обработка, съгласно представеното изобретение, предоставя ефективен и ефектен метод за отстраняване на алдеhidи от водни разтвори на етиленгликол. При проследяване съдър-

жанието на алдехидите в отпадните разтвори може лесно да се определи кога твърдата смола трябва да бъде регенерирана. Тази регенерация обикновено се провежда чрез контакт на изразходваната смола с воден разтвор на бисулфит съгласно:



Общо казано, водните разтвори, обработени съгласно представеното изобретение съдържат около 0,2 до 20 тегл. % етиленгликол, около 80 до 99.7 тегл. % вода и около 100 ppm до 1.0 тегл. % алдехиди. Разтворът на етиленгликол е в контакт с обработена с бисулфит смола при обикновени температури, напр. около 30 до 50°C, въпреки че температури отвъд посочените могат да бъдат също използвани. Атмосферното налягане е за предпочитане, но и по-високи налягания могат да бъдат използвани. Цитираните скорости на потока са около 1 до 10 обема разтвор /за даден обем смола/ за 1 h, въпреки че тя може да варира и в по-широки граници.

Йонообменните смоли, които се използват на практика в изобретението са силни основни анионообменни смоли, които са добре известни търговски продукти.

Силните основни смоли могат да се получават при реакция между хлорметилирани стирен-DVB кополимери и третичен амин като триметиламин, като се получава смола с кватернерни амониеви групи.

Сравнително описание на силната основна анионообменна смола, която е подходяща за употреба в този случай тук и нейната подготовка може да бъде открито в Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, 5th Edition, Vol. 14 стр. 747-749 (1990).

Примерите по-долу илюстрират нашето откритие.

Силната основна анионообменна смола се превръща в бисулфитна форма чрез прекарване на 5 тегл. % воден разтвор на натриев бисулфит през слоя смола, докато концентрациите на бисулфита на входа и на изхода се изравнят. Използваните смоли са Tulsion A-33, напречно свързан полистирен, който съдържа кватернерни амониеви групи в хидроксилна форма. След това смолата се промива с 10-15 обема вода за един обем смола.

Така синтезирият етиленгликолов разтвор, съдържащ 1 тегл. % формалдехид и останалата вода се прекарват през обработената с бисулфит смола при 35°C. След като 5 обема от разтвора са били обработени от един обем от смолата, тогава концентрацията на разтвора от формалдехид на изхода е под 2 ppm.

Горният пример се повтаря като се използва същинският моноетиленгликол от производствения поток със съдържание на 5 тегл. % моноетиленгликол и 95 тегл. % вода и съдържащ 150 ppm общ алдехид. Като резултат от контакта съдържанието на общите алдехиди се редуцира до 1 ppm в отпадния поток.

Патентни претенции

1. Метод за намаляване съдържането на алдехиди, намиращи се във воден етиленгликолов разтвор, съдържащ около 0,2 до 20 тегл. % етиленгликол, около 80 до 99.7 тегл. % вода и около 100 ppm до 1.0 тегл. % алдехиди, характеризира се с това, че разтворът се поставя в контакт с твърд бисулфит, обработен със силна основна анионообменна смола.

2. Метод съгласно претенция 1, характеризира се с това, че използваният бисулфит е натриев бисулфит.

Издание на Патентното ведомство на Република България
1797 София, бул. "Д-р Г. М. Димитров" 52-Б

Експерт: О. Димитрова

Пор. № 66007

Тираж: 40 ВК