

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 923993 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC**

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application 923993

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
B01D 11/04

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date 07.09.1992

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date 07.09.1992

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public 10.03.1993

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date 13.06.2019

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet - Priority

09.09.1991 FR 9111103

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • Commissariat a l'Energie Atomique, 31/33, rue de la Federation, 75015 Paris, RANSKA, (FR)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • Morin, Michel, France, RANSKA, (FR)

2 • Lanoe, Jean-Yves, France, RANSKA, (FR)

3 • Ros, Pierre, France, RANSKA, (FR)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Menetelmä etikkahappoa sisältävän liuoksen käsittelymiseksi halogeenien läsnä ollessa

Förfarande för behandling av en lösning innehållande ättikssyra i närvaro av halogener

Menetelmä etikkahappoa sisältävän liuoksen käsittelemiseksi halogeenien läsnä ollessa

5 Esillä oleva keksintö koskee menetelmää etikkahappoa sisältävän liuoksen käsittelemiseksi halogeenien läsnä ollessa.

10 Orgaanisten synteiesien menetelmät, joita tavataan esimerkiksi paperiteollisuudessa, herbisidien tai fungisidien valmistuksessa, johtavat usein suuria määriä etikkahappoa sisältävien poistovirtojen muodostumiseen halogeenien ja mahdollisesti sulfaattien tai natriumin läsnä ollessa. Näillä poistovirroilla on kohonnut kemiallisen hapen tarve (D.C.O.). D.C.O. vastaa sitä hapen määrää, joka tarvitaan näiden poistovirtojen kemialliseen hajottamiseen. Voimassa olevien saastumista koskevien normien noudattamiseksi ei ympäristöön kuitenkaan voida päästää poistovirtoja, joiden D.C.O. on liian suuri.

15 Lähdes koko D.C.O:n johtuessa pääasiassa etikkahaposta on välttämätöntä erottaa etikkahappo poistovirtojen muista osista, jotka siten aiheuttavat vähemmän saasteongelmia ympäristössä.

20 Nykyään tunnetut menetelmät etikkahapon uuttamiseksi liuoksesta ovat esimerkiksi neste-nesteuuttomenetelmiä. Nämä sisältävät käsiteltävän liuoksen saattamisen kosketuksiin sellaisen orgaanisen liuottimen kanssa, joka kuuluu orgaanisten fosforiyhdisteiden, tertiaaristen amiinien ja estereiden ryhmään, kuten esimerkiksi etyyliasetaatin kanssa. Nämä neste-nestekontaktit toteutetaan mieluummin vastavirtaan uuttolaitteissa, jotka voivat olla edullisesti "pulse column" -tyyppisiä.

30 Halogeenien läsnäolo happamassa poistovirrassa ei kuitenkaan salli käytettävän näitä klassisia orgaanisia liuottimia, sillä näiden selektiivisyys on huono ja siten ei ole mahdollista moitteettomasti erottaa etikkahappoa halogenoiduista yhdisteistä. Lisäksi uuttamisen aikana

vesipitoisen faasin redoxpotentiaali nousee vapauttaen täten halogeenit niiden molekulaarisessa muodossa, jolloin ne hajottavat ekstraktioainetta ja laimenninta. Lopulta halogeenien läsnäolo etikkahapolla kuormittuneessa liuot-
 5 timessa saa aikaan suuria korroosio-ongelmia tislausvaiheessa, joka mahdollistaa liuottimen kierrätyksen palautettavaksi ekstraktiokolonniin.

Julkaisun US-A-4 143 066 perusteella tunnetaan jo menetelmä alemman karboksyylihapon esimerkiksi etikkahapon
 10 erottamiseksi ja poistamiseksi seoksesta, joka sisältää orgaanista liuotinta, uuttoaainetta, vettä ja tätä karboksyylihappoa. Tässä julkaisussa täsmennetään, että trialkyylifosfaattia voidaan käyttää uuttoaaineena ja hiilivetyä orgaanisena liuottimena. Tässä julkaisussa ei kuitenkaan
 15 nimetä, yhtään ekstraktioliuosta tapauksessa, jossa myös halogeeneja olisi läsnä tässä seoksessa.

Alalla tunnetaan myös aikasemmin (Journal of Chemical and Engineering Data, Vol. 23, nro 2, 1978, s. 144) etikkahapon uuttomenetelmä, jossa käytetään tribu-
 20 tyyylifosfaattia (TBP) hiilivedyllä laimennettuna. Kuitenkin nämä uutot liuottimella on toteutettu etikkahapon liuoksilla, jotka sisältävät hyvin pieniä määriä epäpuhtauksia. Lisäksi näiden tekniikoiden päämääränä on uuttaa etikkahappo molekulaarisessa muodossa ja käsitellä sitten
 25 saatu liuos tislaamalla tämän hapon talteen saamiseksi. Kun kyseessä ovat orgaanisen synteessin etikkahappopoistovirrat halogeenien samanaikainen läsnäolo tuo lisäongelmia, jotka johtuvat korroosiosta ja siitä, että liuottimen kanssa muodostuu uusia tuotteita, jotka uudet tuotteet
 30 eivät ol^euutettavia.

Lisäksi esillä olevassa tapauksessa ei ole tavoitteena etikkahapon valmistus, vaan ainoastaan tämän poistaminen missä tahansa muodossa, jotta mahdollistetaan poistovirran päästö ympäristöön voimassa olevien normien
 35 mukaisesti.

Keksinnön päämääränä onkin juuri toteuttaa menetelmä, joka mahdollistaa etikkahapon poistamisen poistovirrasta, joka sisältää samanaikaisesti etikkahappoa ja halogeeneja, jotta tämän poistovirran kemiallinen hapentarve pienenee.

Tarkemmin sanottuna keksintö koskee menetelmää etikkahappoa sisältävän liuoksen käsittelymiseksi halogeenien läsnä ollessa, joka menetelmä käsittää:

a) tämän liuoksen käsittelyn liuoksella, joka mahdollistaa halogeenien pelkistymisen halogenideksi, b) käsiteltävän liuoksen saattamisen uuttokolonissa kosketuksiin orgaanisen etikkahapon uuttoliuoksen kanssa, joka sisältää pääasiallisesti trialkylifosfaattia ja hiilivetyä ja c) etikkahapolla kuormittuneen liuottimen saattamisen uudelleenuuttokolonissa kosketuksiin emäksien liuoksen kanssa, joka pystyy neutraloimaan liuottimen ja uudelleenuuttamaan muodostuneen natriumasetaatin.

Natriumasetaatti uutetaan edullisesti kiteisenä muotona.

Kun halutaan käyttää puhtaampaa natriumasetaattia, joka on valmistettu edellä kuvatulla menetelmällä, voidaan suorittaa ylimääräinen pesuvaihe. Tätä varten keksintö sisältää myös ensimmäisen uuton suorittamisen jälkeen:

- etikkahapolla kuormittuneen liuottimen pesun pesukolonissa vesipitoisella pesuliuksella,
 - pesukolonista poistuvan pesuliuoksen uudelleensyötön uuttokoloniin, ja
 - etikkahapolla kuormittuneen ja pestyn liuottimen saattamisen uudelleenuuttokolonissa kosketuksiin alkali-
- sen liuoksen kanssa, joka pystyy neutraloimaan tämän liuottimen ja uudelleenuuttamaan muodostuneen natriumasetaatin.

Tämä pesuvaihe mahdollistaa olennaisesti epäpuhtauksien, so. halogenidien, takaisin virtauksen uuttoon. Näin voidaan helposti saada talteen menetelmän lopussa

natriumasetaatti titrattuna 99-%:isen puhtaana. Tämä natriumasetaatti voidaan tuottaa myös kiteytyneessä muodossa jäähdyttämällä uudelleenuuttokolonnilaitteen poistoväylää.

Etikkahapon uuton mahdollistamiseksi käyttämällä
 5 trialkyylifosfaatti- ja hiilivetytypohjaista orgaanista liuotinta on välttämätöntä, että poistovirta käsitellään ennakolta natriummetabisulfiitin vesipitoisella liuoksella halogeenien pelkistämiseksi halogenideiksi. Natriummetabisulfiitin käyttö on edullista sen edullisen hinnan
 10 ja sen reaktion jälkeisen hapettuneen muodon vuoksi, joka ei ole menetelmälle haitallinen.

Yleisesti käytetty trialkyylifosfaatti on tri-n-butyylifosfaatti (TBP) tai tri-isobutyylifosfaatti (TIBP) niiden hyvän uuttokyvyn vuoksi.

15 Käytetty hiilivety on yleensä hydrattu tetrapropeeni (TPH).

Menetelmän eri vaiheissa yritetään välttää emulsioiden muodostumista, joita on vaikea dekantoida ja jotka vahingoittavat "pulse"-kolonnien hydrodynaamista toimintaa. Tähän pääsemiseksi on tarpeen valvoa, että orgaaninen
 20 faasi olisi vesipitoista faasia kevyempi. Tästä syystä puhdas trialkyylifosfaatti täytyy laimentaa (TBP:n tiheys esimerkiksi 0,97) nestemäisellä hiilivedyllä, jonka tiheys on pienempi (TPH:n tiheys esimerkiksi 0,76). Kuitenkin on
 25 tärkeää, ettei trialkyylifosfaattia laimenneta liikaa, ettei tarvitse suurentaa ekstraktiokolonniin pituutta tai käyttää virtausmäärien haitallisia suhteita (orgaaninen faasi/vesipitoinen faasi).

Käytännössä trialkyylifosfaattia voidaan laimentaa
 30 aina siihen asti, että se käsittää 65 - 85 % liuottimen tilavuudesta, mutta edullisesti käytetään 80 % TBP:a ja 20 % TPH:a.

Siten orgaanisen liuottimen tiheyttä ja viskositeettia pienennetään, mikä kaikki lisää sen rajapintajännitystä sen ollessa kosketuksessa vesipitoisten liuos-
 35

ten kanssa. Täten ei ole enää välttämätöntä toimia korkeassa lämpötilassa uuttokontaktien hyvän hydraulisen toiminnan aikaansaamiseksi ("pulse"-kolonni). Täten ekstraktio voi tapahtua ympäröivässä lämpötilassa (noin 25 °C),
 5 mikä alentaa kustannuksia.

Pesuvaihe, joka mahdollistaa liuottimen vapauttamisen epäpuhtauksista, kuten halogenideista, voidaan toteuttaa demineralosoidulla vedellä tai natriummetabisulfiitin vesipitoisella liuoksella, jonka pitoisuus on 100 -
 10 500 mg/l.

Lopuksi viimeisessä uuttovaiheessa käytetään vesipitoisena liuoksena natriumhydroksidiliuosta, joka mahdollistaa liuottimen neutraloinnin, toisin sanoen natriumasetaatin muodostumisen ja tributyylifosfaatin hajoamistuotteiden neutraloinnin, kuten dibutyylifosfaattihapon (HDBP) tai monobutyylifosfaattihapon (H_2MBP) neutraloinnin. Liuotin voidaan täten kierrättää ensimmäiseen uuttokoloniin.

Keksinnön mukainen menetelmä voidaan toteuttaa yksinkertaisella tavalla olemassaolevin teollisin laitteistoin.
 20

Muut keksinnön tunnusmerkit ja edut tulevat paremmin esille seuraavassa kuvauksessa, joka annetaan havainnollistamaan eikä rajoittamaan keksintöä, ja viitaten
 25 liitteiden piirroksiin, joissa:

- kuvio 1 esittää kaavamaisesti ensimmäisen keksinnön mukaisessa menetelmässä käytettävän laitteiston toteutusmuodon ja

- kuvio 2 esittää kuvion 1 laitteiston toisen toteutusmuodon.
 30

Kuten kuviossa 1 on esitetty, ensimmäisen toteutusmuodon mukainen laitteisto käsittää kaksi "pulse"-kolonnin tyyppistä neste-nesteuuttolaitetta 2, 4, jotka on tarkoitettu etikkahapon uuttamiseen ja vastaavasti natriumasetaatin uudelleenuuttamiseen.
 35

Käsiteltävä liuos syötetään kohtaan 6 uuttokolonniin 2 päässä, jossa kolonnissa etikkahappo uutetaan vastavirtaan orgaanisella uuttoliuoksella, joka syötetään kolonnin 2 rungon alapäässä kohtaan 8.

5 Tämä uutto on kuitenkin mahdollinen vain, jos halogeenit ovat pelkistyneessä muodossaan, minkä vuoksi käsiteltävään liuokseen syötetään ensiksi natriummetabisulfiitin vesipitoista liuosta kohdassa 10.

10 Kohdassa 8 syötettävä liuottimien seos sisältää edullisesti 80 tilavuus-% TBP:a ja 20 tilavuus-% TPH:a edellä esitetyistä syistä.

15 Näissä olosuhteissa TBP:lla tapahtuva etikkahapon uutto-operaatio voidaan suorittaa ympäröivässä lämpötilassa, suunnilleen 25 °C:ssa. Uuttokolonniin 2 pohjasta kohdasta 12 tuleva poistovirta sisältää pääosin poistettavia halogenideja ja sillä on hyvin alhainen D.C.O., jota voidaan muuten vielä pienentään poistovirran höyrystriippauksella (anglosaksinen termi: stripping).

20 Orgaaninen etikkahapolla kuormittunut liuotin, joka poistuu ekstraktiokolonniin 2 yläosasta kohdasta 14, käsitellään vastavirtaan natriumasetaatin uudelleenuuttokolonniin 4 10 M:lla natriumhydroksidiliuoksella (16), joka syötetään kolonnin huippuun. Tämä natriumasetaatin uudelleenuutto suoritetaan samoin ympäröivässä lämpötilassa (25 °C).

25 Tässä uudelleenuuttokolonniin 4 virtausmäärien suhde orgaanisen faasin ja vesipitoisen faasin välillä on edullisesti suurempi tai yhtä suuri kuin 15. Kolonnin yläosasta kohdasta 18 poistuva etikkahappokuormituksesta vapautunut liuotin on neutraloitu ja se voidaan kierrättää uuttokolonniin 2 alaosaan kohtaan 8. Mitä tulee natriumasetaattiliuokseen, joka poistuu uudelleenuuttokolonniin 4 kohdasta 20, se voidaan joko hävittää tai tuottaa kiteisenä jäädyttämällä uudelleenuuttokolonnilaitteen poistoväylää.

30

Seuraavassa annetaan esimerkki keksinnön mukaisesta menetelmän käyttämisestä.

Esimerkki 1

5 Edellä kuvatun kaltaisessa laitteistossa käsitellään poistovirtaa, joka on peräisin orgaanisesta synteesi-
menetelmästä. Käsiteltävän poistovirran koostumus on seuraava:

CH_3COOH = 35 g/l D.C.O. = 44,8 g/l happea
halogeenit:

10 Br^- = 8,35 g/l Cl^- = 67,7 g/l

Käsiteltävä poistovirta ja orgaaninen liuotin syötetään uuttokolonniin 2 liuottimen virtausmäärän vastates-
sa 80 % vesipitoisesta (poistovirran) virtausmäärästä.

15 Uutto- ja uudelleenuutto-operaatiot toteutetaan
25 °C:n lämpötilassa.

Kohdasta 12 saatava poistovirta sisältää litrassa
0,81 g CH_3COOH :a, 7,0 g/l Br^- :a, 67,5 g/l Cl^- :a ja D.C.O. on
4,0 g/l. Tämä tekniikka mahdollistaa täten D.C.O.:n pie-
nentämisen tekijällä 10.

20 Etikkahapolla kuormittuneen liuottimen 14 uudelleenuuttokolonniin 4 syötetty virtausmäärä on yhtä suuri
kuin 0,85 kertaa kohdassa 8 syötetty poistovirran virtaus-
määrä. Kohdassa 20 saatavan liuoksen koostumus on seuraa-
va:

25 natriumasetaatti = 400 g/l pH:lla 6

D.C.O. = 302 g/l

Cl^- = 7,5 g/l ja Br^- = 4,3 g/l , eli alle 2 % halogenideja

Keksinnön toinen toteutusmuoto kuvataan nyt viita-
ten kuvioon 2, jossa kuvion 1 kanssa identtisillä viitenu-
meroilla on samat merkitykset.

30 Tämä toinen toteutusmuoto käsittää ylimääräisen
pesuvaiheen.

Tässä tapauksessa etikkahapolla kuormittunut orgaa-
ninen liuotin, joka poistuu kohdasta 14 uuttokolonnin 2
35 yläosasta, käsitellään vastavirtaan pesukolonnissa 22 nat-

riummetabisulfiitin vesipitoisella liuoksella, joka syötetään kohdassa 24 pesukolonnin 22 yläosaan. Tämä pesu suoritetaan ympäröivässä lämpötilassa. Pesukolonnin 22 pohjasta poistuva pesuliuos 26, joka sisältää epäpuhtauksia, kuten halogenideja, palautetaan kohtaan 6 ekstraktiokolonnin 2 runkoon. Etikkahapolla kuormittunut ja pesty liuotin 28, joka poistuu pesukolonnin 22 huipusta kohdassa 28, saate-
 5 taan sen jälkeen uudelleenuuttokolonnissa 4 vastavirtaan kosketuksiin natriumhydroksidiliuoksen 16 kanssa, joka
 10 syötetään tämän kolonnin päähän. Loput toimenpiteistä ovat identtisiä edellä kuvion 1 kohdalla kuvattujen toimenpiteiden kanssa.

Seuraavassa annetaan esimerkki toisesta keksinnön tuteutumuedon käyttöönottomenetelmästä.

15 **Esimerkki 2**

Käsiteltävän liuoksen koostumus on sama kuin esimerkissä 1.

Orgaaninen liuotin syötetään kohdassa 8 virtausmäärällä, joka on identtinen käsiteltävän, kohdassa 6 injektoitavan liuoksen virtausmäärän kanssa. Etikkahapolla
 20 kuormittuneen liuottimen 14 virtausmäärä, joka poistuu kolonnista 2, on yhtä suuri kuin 1,1 kertaa kohdassa 6 syötetyn liuoksen virtausmäärä. Muualla kohdassa 24 syötetyn pesuliuoksen virtausmäärä on yhtä suuri kuin 0,25 kertaa
 25 kohdassa 6 syötetyn liuoksen virtausmäärä.

Uutto-, pesu- ja uudelleenuuttotoimenpiteet toteutetaan 25 °C:n lämpötilassa.

Kohdassa 12 saadun poistovirran etikkahappopitoisuus on alle 1 g/l ja D.C.O. 4,8 g/l. Se voidaan siten
 30 päästää ympäristöön ilman ongelmia.

Kohdassa 20 saatavalla liuoksella on seuraava koostumus:

$\text{Br}^- = 2 \text{ g/l}$ $\text{Cl}^- = 2,7 \text{ g/l}$
 natriumasetaatti = 350 - 400 g/l.

Tämän menetelmän pitkäaikaiskokeella (noin 70 tuntia) liuotinta kierrättämällä on voitu osoittaa, ettei liuottimessa eikä laimentimessa tapahtunut merkittävää hajoamista.

Patenttivaatimukset:

1. Menetelmä etikkahappoa sisältävän liuoksen käsittelemiseksi halogeenien läsnä ollessa, t u n n e t t u
5 siitä, että se käsittää: a) tämän liuoksen käsittelyn liuoksella (10), joka mahdollistaa halogeenien pelkistymisen halogenideiksi, b) käsiteltävän liuoksen saattamisen uuttokolonniissa (2) kosketuksiin etikkahapon orgaanisen uuttoliuottimen (8) kanssa, joka sisältää pääasi-
10 asiallisesti trialkyylifosfaattia ja hiilivetyä ja c) etikkahapolla kuormittuneen liuottimen (14) saattamisen uudelleenuuttokolonniissa (4) kosketuksiin emäksisen liuoksen (16) kanssa, joka pystyy neutraloimaan liuottimen ja uudelleenuuttamaan muodostuneen natriumasetaatin (20).

15 2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen käsittelymenetelmä, t u n n e t t u siitä, että se käsittää: a) tämän liuoksen käsittelyn liuoksella (10), joka mahdollistaa halogeenien pelkistymisen halogenideiksi, b) käsiteltävän liuoksen saattamisen uuttokolonniissa (2) kosketuksiin
20 etikkahapon orgaanisen uuttoliuottimen (8) kanssa, joka sisältää pääasiallisesti trialkyylifosfaattia ja hiilive-tyä, c) etikkahapolla kuormittuneen liuottimen (14) pesun pesukolonniissa (22) vesipitoisella pesuliuoksella (24), d) pesukolonnista (22) poistuvan pesuliuoksen (26) uudelleen-
25 syötön uuttokolonniin (2) ja e) etikkahapolla kuormittu- neen ja pestyn liuottimen (28) saattamisen uudelleenuut- tokolonniissa (4) kosketuksiin alkalisen liuoksen (16) kanssa, joka pystyy neutraloimaan liuottimen ja uudelleen- uuttamaan muodostuneen natriumasetaatin.

30 3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen käsittely- menetelmä, t u n n e t t u siitä, että halogeenien pel- kistymisen halogenideiksi mahdollistava liuos (10) on nat- riummetabisulfiitin vesipitoinen liuos.

35 4. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen käsittely- menetelmä, t u n n e t t u siitä, että orgaaninen liuotin

(8) sisältää 65 - 85 tilavuus-% trialkyylifosfaattia ja 15 - 35 tilavuus-% hiilivetyä.

5 5. Patenttivaatimuksen 4 mukainen käsittelymenetelmä, t u n n e t t u siitä, että orgaaninen liuotin (8) sisältää noin 80 tilavuus-% trialkyylifosfaattia ja noin 20 tilavuus-% hiilivetyä.

6. Jonkin edeltävän patenttivaatimuksen mukainen käsittelymenetelmä, t u n n e t t u siitä, että trialkyylifosfaatti on tri-n-butyylifosfaatti (TBP).

10 7. Jonkin edeltävän patenttivaatimuksen mukainen käsittelymenetelmä, t u n n e t t u siitä, että hiilivety on hydrattu tetrapropeeni (TPH).

15 8. Patenttivaatimuksen 2 mukainen käsittelymenetelmä, t u n n e t t u siitä, että vesipitoinen pesuliuos (24) on natriummetabisulfiittiliuos, jonka pitoisuus on 100 - 500 mg/l.

9. Patenttivaatimuksen 2 mukainen käsittelymenetelmä, t u n n e t t u siitä, että vesipitoinen pesuliuos (24) on demineralisoitu vesi.

20 10. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen käsittelymenetelmä, t u n n e t t u siitä, että alkalinen liuos (16), joka kykenee neutraloimaan liuottimen, on natriumhydroksidiliuos.

25 11. Jonkin edeltävän patenttivaatimuksen mukainen käsittelymenetelmä, t u n n e t t u siitä, että uudelleenuuttokolonniasta (4) poistuva neutraloitu liuotin voidaan kierrättää uuttokolonniin (2).

30 12. Jonkin edeltävän patenttivaatimuksen mukainen käsittelymenetelmä, t u n n e t t u siitä, että uutto- ja uudelleenuuttovaiheet suoritetaan ympäröivässä lämpötilassa.

35 13. Jonkin edeltävän patenttivaatimuksen mukainen käsittelymenetelmä, t u n n e t t u siitä, että orgaaninen liuotin (8) ja muut vesipitoiset liuokset (6, 16, 24) saatetaan kosketuksiin vastavirrassa.

Patentkrav

1. Förfarande för behandling av en lösning innehållande ättiksyra i närvaro av halogener, k ä n n e -
5 t e c k n a t därav, att det omfattar: a) behandling av denna lösning med en lösning (10), som möjliggör reducering av halogenerna till halogenider, b) bringande av lösningen, som skall behandlas, i kontakt med ett organiskt extraktionslösningsmedel (8) för ättiksyra i en extraktionskolonn (2), vilket extraktionslösningsmedel huvudsakligen innehåller ett trialkylfosfat och ett kolväte och c)
10 bringande av lösningsmedlet (14), som belastats med ättiksyra, i en återextraktionskolonn (4) i kontakt med en basisk lösning (16), som är kapabel att neutralisera lösningsmedlet och återextrahera det bildade natriumacetatet
15 (20).

2. Behandlingsförfarande enligt patentkrav 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att det omfattar: a) behandling av denna lösning med en lösning (10), som möjliggör
20 reducering av halogenerna till halogenider, b) bringande av lösningen, som skall behandlas, i kontakt med ett organiskt extraktionslösningsmedel (8) för ättiksyra i en extraktionskolonn (2), vilket extraktionslösningsmedel huvudsakligen innehåller ett trialkylfosfat och ett kolväte, c) tvättning av lösningsmedlet (14), som belastats
25 med ättiksyra, i en tvättkolonn (22) med en vattenhaltig tvättilösning (24), d) återmatning av tvättilösningen (26), som avläsgnas från tvättkolonnen (22), till en extraktionskolonn (2) för det återmatade materialet och e)
30 bringande av lösningsmedlet (28), som belastats med ättiksyra och tvättats, i kontakt med en alkalisk lösning (16) i en återextraktionskolonn, vilken lösning är kapabel att neutralisera lösningsmedlet och återextrahera det bildade natriumacetatet.

35 3. Behandlingsförfarande enligt patentkrav 1 eller 2, k ä n n e t e c k n a t därav, att lösningen (10),

som möjliggör reducering av halogenerna till halogenider, utgörs av en vattenhaltig lösning av natriummetabisulfit.

4. Behandlingsförfarande enligt patentkrav 1 eller 2, k ä n n e t e c k n a t därav, att det organiska lösningsmedlet (8) innehåller 65 - 85 volym-% av ett trialkylfosfat och 15 - 35 volym-% av ett kolväte.

5. Behandlingsförfarande enligt patentkrav 4, k ä n n e t e c k n a t därav, att det organiska lösningsmedlet (8) innehåller ca 80 volym-% av ett trialkylfosfat och ca 20 volym-% av ett kolväte.

6. Behandlingsförfarande enligt något av de föregående patentkraven, k ä n n e t e c k n a t därav, att trialkylfosfatet är tri-n-butylfosfat (TBP).

7. Behandlingsförfarande enligt något av de föregående patentkraven, k ä n n e t e c k n a t därav, att kolvätet är hydrerat tetrapropen (TPH).

8. Behandlingsförfarande enligt patentkrav 2, k ä n n e t e c k n a t därav, att den vattenhaltiga tvättlösningen (24) är en natriummetabisulfitlösning med en halt av 100 - 500 mg/l.

9. Behandlingsförfarande enligt patentkrav 2, k ä n n e t e c k n a t därav, att den vattenhaltiga tvättlösningen (24) utgörs av demineraliserat vatten.

10. Behandlingsförfarande enligt patentkrav 1 eller 2, k ä n n e t e c k n a t därav, att den alkaliska lösningen (16), som är kapabel att neutralisera lösningsmedlet, är en natriumhydroxidlösning.

11. Behandlingsförfarande enligt något av de föregående patentkraven, k ä n n e t e c k n a t därav, att det neutraliserade lösningsmedlet, som avlägsnas från återextraktionskolonnen (4), kan cirkuleras till extraktionskolonnen (2).

12. Behandlingsförfarande enligt något av de föregående patentkraven, k ä n n e t e c k n a t därav, att extraktions- och återextraktionsstegen utförs vid omgivningens temperatur.

13. Behandlingsförfarande enligt något av de föregående patentkraven, k ä n n e t e c k n a t därav, att det organiska lösningsmedlet (8) och de övriga vattenhaltiga lösningarna (6, 16, 24) bringas i kontakt i motström.

UUDELLEENUUTTO

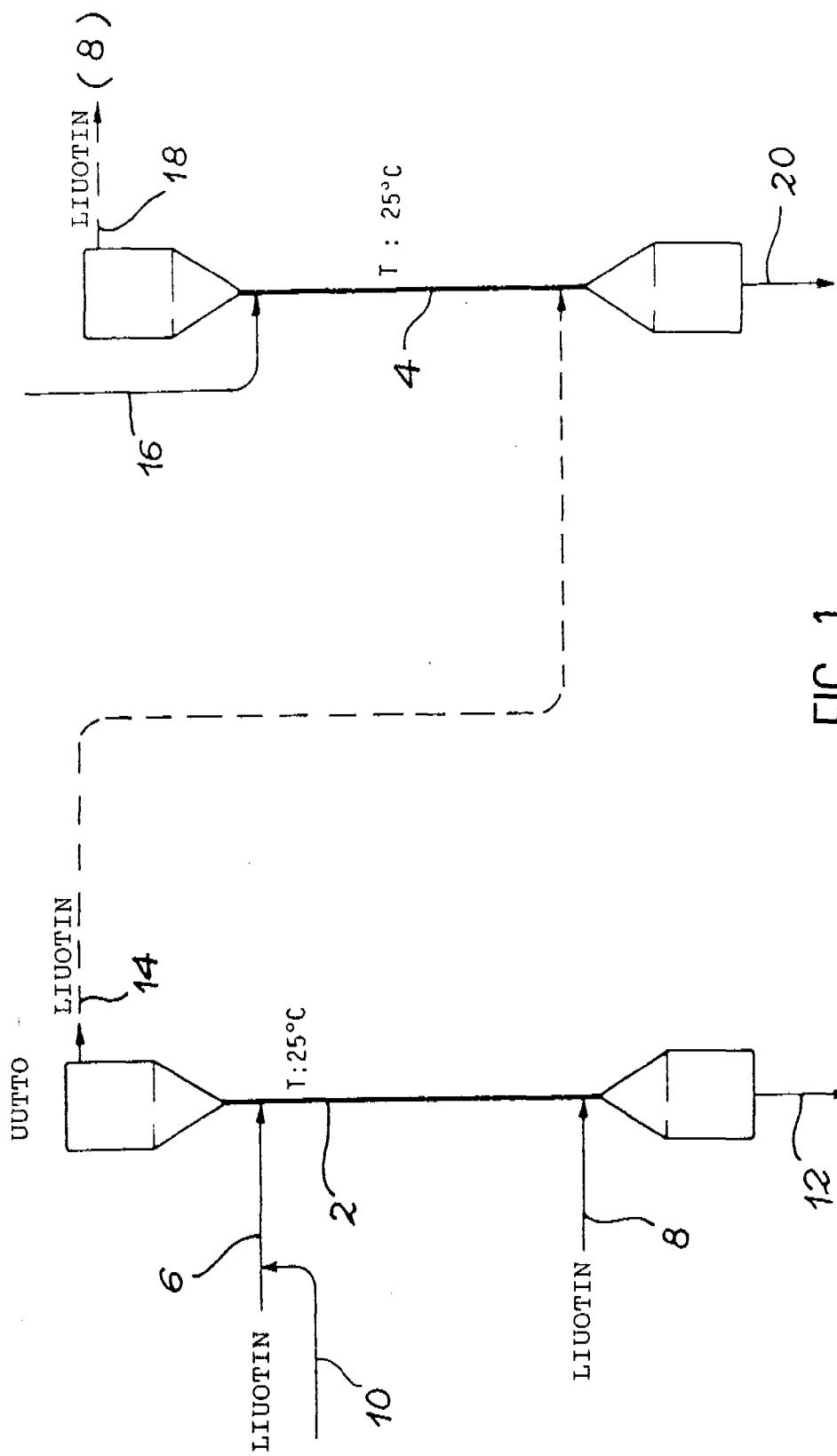


FIG. 1

POISTOVIRTA

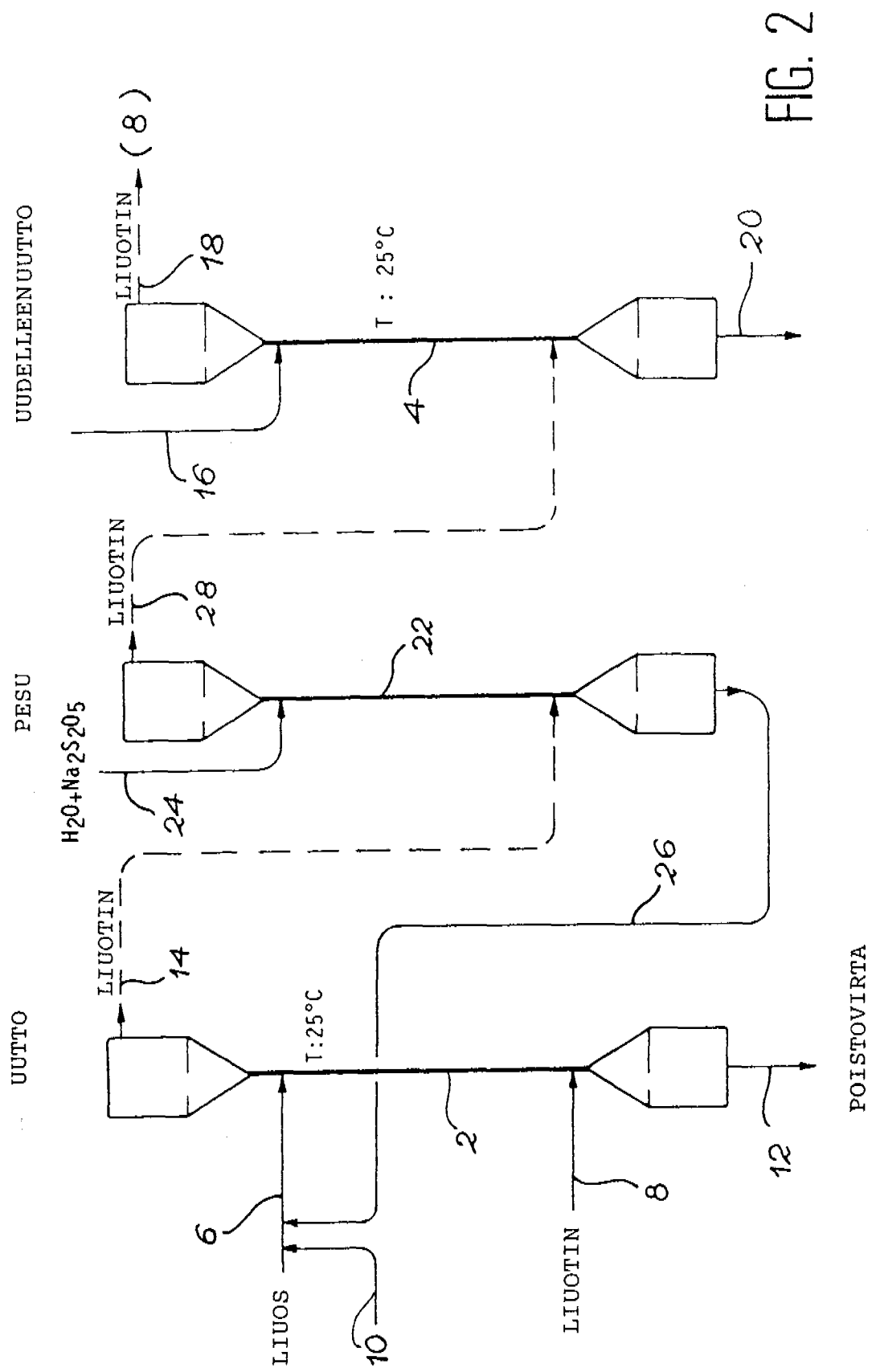


FIG. 2

Figure 1. The effect of the concentration of the inhibitor on the rate of polymerization of α -methylstyrene in the presence of SnCl_4 at 25°C .

TUTKIMUSRAPORTTI[illegible]