

(11) Número de Publicação: **PT 1268377 E**

(51) Classificação Internacional:
C07C 29/74 (2006.01) **C07C 27/26** (2006.01)
C07C 31/22 (2006.01)

(12) **FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO**

(22) Data de pedido: 2001.03.30	(73) Titular(es): SD LIZENZVERWERTUNGSGESELLSCHAFT MBH & CO. KG LENBACHPLATZ 6 80333 MÜNCHEN DE
(30) Prioridade(s): 2000.04.06 US 544029	(72) Inventor(es): MANSOOR HUSAIN US
(43) Data de publicação do pedido: 2003.01.02	(74) Mandatário: MANUEL ANTÓNIO DURÃES DA CONCEIÇÃO ROCHA AV LIBERDADE, Nº. 69 1250-148 LISBOA PT
(45) Data e BPI da concessão: 2007.07.18 107/2007	

(54) Epígrafe: **PURIFICAÇÃO DE GLICOL**

(57) Resumo:

RESUMO**"PURIFICAÇÃO DE GLICOL"**

Faz-se contactar uma solução aquosa de etileno-glicol que contém aldeídos, tais como formaldeído, acetaldeído e semelhantes, com uma resina sólida de permuta aniónica fortemente básica tratada com bissulfito, para assim se separar uma solução com um teor reduzido em aldeídos.

DESCRIÇÃO

"PURIFICAÇÃO DE GLICOL"

1. Campo da invenção

A presente invenção diz respeito à remoção de impurezas, tais como aldeídos, de soluções aquosas de etileno-glicol por tratamento com uma resina de permuta aniónica fortemente básica tratada com bissulfito.

2. Descrição da técnica anterior

O etileno-glicol é uma substância química muito importante do ponto de vista comercial, normalmente preparada por reacção de óxido de etileno com água. Um dos problemas existentes é o facto de se formarem impurezas, tais como aldeídos, durante o procedimento de preparação, cuja separação a partir do etileno-glicol é difícil e que criam problemas nas aplicações em que é necessário um elevado grau de pureza, por exemplo, para a produção de fibras.

Foram já descritos métodos, tanto físicos como químicos, para a separação de aldeídos a partir de etileno-glicol. Por exemplo, a patente de invenção norte-americana n° 4 349 417 propõe a destilação na presença de compostos de metais alcalinos enquanto procedimento de purificação. A mesma patente também se refere a patente de invenção alemã publicada e examinada ('Ausligeschrift') n° 2 558 039, na qual se descreve a purificação de etileno-glicol utilizando uma resina de permuta iónica.

A patente de invenção norte-americana n° 4 358 625 descreve uma redução das impurezas que contêm oxigénio por tratamento com boro-hidreto de metais alcalinos.

A patente de invenção norte-americana n° 3 904 656 descreve o tratamento de uma corrente de depuração, proveniente de um extractor de óxido de etileno, com uma resina de permuta catiónica 'Amberlyst A-15', uma resina de permuta aniónica 'Amberlyst A-21' e um leito de carvão, antes da reciclagem.

A patente de invenção norte-americana n° 4 560 813 descreve a hidrólise de um óxido de alquileno, utilizando uma substância natural que contenha anião metilato, e a recuperação do anião metilato por contacto com um sólido, tal como uma resina de permuta aniónica.

A patente de invenção norte-americana n° 5 440 058 refere o tratamento de correntes aquosas com resinas de permuta iónica de bases fracas, as quais se tinham feito reagir com um sal bissulfito para remover as impurezas de aldeídos.

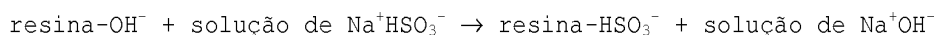
Apesar dos esforços dos investigadores anteriores, é importante e muito desejável conseguir aperfeiçoar as técnicas de remoção de impurezas, tais como aldeídos, a partir de correntes aquosas de etileno-glicol.

Descrição abreviada da invenção

De acordo com a invenção, faz-se contactar uma corrente aquosa de etileno-glicol, que contém impurezas de aldeído, com uma resina de permuta aniónica fortemente básica tratada com bissulfito, recuperando-se assim uma corrente aquosa de etileno-glicol com um teor reduzido em aldeído.

Descrição detalhada

No processo da invenção são utilizadas resinas de permuta aniónica fortemente básica. Antes do contacto com a corrente glicólica aquosa impura que se pretende tratar, em primeiro lugar, converte-se as resinas na sua forma de bissulfito através do seu contacto com uma solução de bissulfito, tal como uma solução aquosa de bissulfito de sódio. Como é evidente, é possível utilizar outros bissulfitos. No tratamento com bissulfito, a resina aniónica fortemente básica é convertida na forma de bissulfito de acordo com a equação seguinte:



Depois faz-se contactar a solução aquosa de etileno-glicol que contém aldeído, tal como formaldeído ou acetaldeído, com a resina sólida tratada com bissulfito para assim se separar, a partir da resina sólida, uma solução aquosa de etileno-glicol com um teor reduzido em aldeídos.

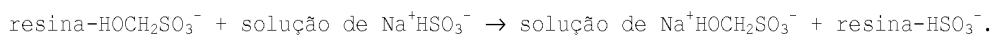
Embora não pretendendo ficar limitado a nenhuma teoria, admite-se que, durante o contacto entre a resina fortemente básica tratada com bissulfito e a solução, o aldeído sofre uma permuta iónica reactiva sobre a resina, tal como a seguir se descreve:



ligando efectivamente o aldeído à resina sólida e removendo-o assim da solução.

O tratamento de acordo com a invenção proporciona um método eficiente e eficaz para remover aldeídos a partir de

uma solução aquosa de etileno-glicol. Através da monitorização do teor em aldeídos da corrente de efluente, é possível determinar facilmente o momento em que a resina sólida estará regenerada. De um modo conveniente, tal regeneração tem lugar fazendo contactar a resina utilizada com uma solução aquosa de bissulfito de acordo com a equação seguinte:



De um modo geral, as soluções aquosas tratadas de acordo com a invenção compreendem entre cerca de 0,2% e 20% em peso de etileno-glicol, entre cerca de 80% e 99,7% em peso de água e entre cerca de 100 p.p.m. e 1,0% em peso de aldeídos. Faz-se contactar a solução de etileno-glicol com a resina tratada com bissulfito a temperaturas moderadas, v.g., entre cerca de 30°C e 50°C, embora possam ser utilizados valores de temperatura fora de tal intervalo. A pressão atmosférica é preferível, mas podem ser utilizados valores mais elevados de pressão. Os caudais ilustrativos estão compreendidos entre cerca de 1 e 10 volumes de solução por volume de resina por hora, embora tais valores possam variar bastante.

As resinas de permuta iónica que são utilizadas para a prática da invenção são resinas de permuta aniónica fortemente básicas bem conhecidas nos circuitos comerciais.

As resinas fortemente básicas podem ser produzidas por reacção entre copolímero de estireno-DVB clorometilado e uma amina terciária, tal como a trimetilamina, para assim se obter uma resina com um grupos de amónio quaternário.

Na obra de Kirk-Othmer, 'Encyclopedia of Chemical Technology', 5ª edição, Vol. 14, páginas 747-749 (1990), é possível encontrar uma descrição exaustiva de resinas de permuta aniónica fortemente básicas aqui utilizáveis e da sua preparação.

Os exemplos seguintes ilustram a invenção.

Converteteu-se uma resina de permuta aniónica fortemente básica na sua forma de bissulfito, fazendo passar uma solução aquosa a 5% em peso de bissulfito de sódio através de um leito da resina até as concentrações de bissulfito à entrada e à saída serem praticamente idênticas. A resina utilizada era 'TULSION A-33', um polistireno reticulado que continha grupos de amónio quaternário na forma de hidróxido. Depois lavou-se a resina com 10 a 15 volumes de água por volume de resina.

Preparou-se uma solução de etileno-glicol sintético, constituída por 1% em peso de formaldeído e água, e fez-se passar através da resina tratada com bissulfito, a 35°C. Após o tratamento através da resina de 5 volumes de solução por volume de resina, a concentração de formaldeído na solução à saída era inferior a 2 p.p.m..

Repetiu-se o exemplo anterior, utilizando uma corrente real de processamento de monoetileno-glicol que era constituída por 5% em peso de monoetileno-glicol e 95% em peso de água e continha 150 p.p.m. de aldeído total. Em consequência do contacto, reduziu-se o teor total em aldeído até 1 p.p.m. na corrente de efluente.

REFERÊNCIAS CITADAS NA DESCRIÇÃO

A presente listagem de referências citadas pela requerente é apresentada meramente por razões de conveniência para o leitor. Não faz parte da patente de invenção europeia. Embora se tenha tomado todo o cuidado dt a compilação das referências, não é possível excluir a existência de erros ou omissões, pelos quais o EPO não assume nenhuma responsabilidade.

Patentes de invenção citadas na descrição

- US 4349417 A [0003]
- US 4358625 A [0004]
- US 3904656 A [0005]
- US 4560813 A [0006]
- US 5440058 A [0007]

Literatura citada na descrição, para além das patentes de invenção

- **KIRK-OTHMER**, *Encyclopedia of Chemical Technology*, 1990, Vol. 14, 747-749 [0017]

Lisboa, 11/10/2007

REIVINDICAÇÕES

1. Método para reduzir o teor em aldeídos de uma solução aquosa de etileno-glicol que contém aldeídos, constituída por 0,2% a 20% em peso de etileno-glicol, 80% a 99,7% em peso de água e 100 p.p.m. a 1,0% em peso de aldeídos, o qual consiste em fazer contactar a solução com uma resina sólida de permuta aniónica fortemente básica tratada com bissulfito, que possui grupos funcionais de amónio quaternário na forma de hidróxido, antes do tratamento com bissulfito.
2. Método de acordo com a reivindicação 1, em que o bissulfito é bissulfito de sódio.

Lisboa, 11/10/2007