

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C01B 11/20 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 99816436.4

[45] 授权公告日 2008 年 2 月 20 日

[11] 授权公告号 CN 100369802C

[22] 申请日 1999.12.9 [21] 申请号 99816436.4

[30] 优先权

[32] 1999.4.21 [33] US [31] 09/296,212

[86] 国际申请 PCT/US1999/029192 1999.12.9

[87] 国际公布 WO2000/064806 英 2000.11.2

[85] 进入国家阶段日期 2001.9.7

[73] 专利权人 纳尔科化学公司

地址 美国伊利诺斯州

[72] 发明人 S·杨 W·F·麦科伊

A·W·达尔米尔

[56] 参考文献

US4131556A 1978.12.26

US5817888A 1998.10.6

US3558503A 1971.1.26

US5415803A 1995.5.16

审查员 王 静

[74] 专利代理机构 北京纪凯知识产权代理有限公司

代理人 沙 捷 彭益群

权利要求书 4 页 说明书 10 页

[54] 发明名称

稳定的氧化溴制剂、制备方法及其用于生物污垢控制的应用

[57] 摘要

本发明提供了含有氧化溴的稳定的杀生物剂制剂，以用于工业水系统中生物污垢控制。该制剂含有至少一种稳定的氧化性溴化合物，该稳定的氧化性溴化合物由至少一种氧化性化学试剂、至少一种溴源和至少一种溴或卤素稳定剂制备。所得的产物为一种可以用作工业水系统中的杀生物剂的稳定的氧化性溴化合物的混合物。

1.一种生产稳定的氧化性溴化合物的方法,该方法的特征在于包括以下的步骤:

在水中混合碱或碱土金属溴化物和碱或碱土金属溴酸盐以提供一种水溶液,

冷却所述溶液温度至小于 25°C,

往所述溶液中加入一种卤素稳定剂,该卤素稳定剂选自糖精、苯磺酰胺、尿素、硫脲、肌酸酐、氰尿酸、烷基乙内酰脲、一乙醇胺、二乙醇胺、有机氨磺酰、缩二脲、氨基磺酸、有机氨基磺酸盐和三聚氰胺。

2.权利要求 1 的方法,其特征不在于所加入的该卤素稳定剂的摩尔量等于碱或碱土金属溴化物和碱或碱土金属溴酸盐的总和摩尔量。

3.权利要求 1 的方法,其特征不在于该卤素稳定剂为氨基磺酸。

4.权利要求 1 的方法,其特征不在于加入卤素稳定剂的步骤得到 pH 小于 2 的溶液。

5.权利要求 1 的方法,其进一步的特征在于包括在加入卤素稳定剂以后的以下步骤:

搅拌该溶液 5 分钟以上。

6.权利要求 1 的方法,其特征不在于进一步包括在加入卤素稳定剂以后的以下步骤:

调节该溶液的 pH 大于 13。

7.权利要求 1 的方法,其特征不在于混合碱或碱土金属溴化物和碱或碱土金属溴酸盐的步骤进一步包括以碱或碱土金属溴化物:溴酸盐为 2:1 的摩尔比混合碱或碱土金属溴化物和碱或碱土金属溴酸盐。

8.权利要求1的方法,该方法的特征在于包括以下步骤:

在水中混合2摩尔的碱或碱土金属溴化物和1摩尔的碱或碱土金属溴酸盐以提供一种水溶液,

冷却所述溶液温度至小于10°C,

往所述溶液中加入一种酸性卤素稳定剂,将溶液的pH降至小于2,该酸性卤素稳定剂选自糖精、苯磺酰胺、尿素、硫脲、肌酸酐、氰尿酸、烷基乙内酰脲、一乙醇胺、二乙醇胺、有机氨磺酰、缩二脲、氨基磺酸、有机氨基磺酸盐和三聚氰胺,所加入的该酸性卤素稳定剂的摩尔量等于碱或碱土金属溴化物和碱或碱土金属溴酸盐的总和摩尔量,

搅拌所述溶液5分钟以上,

往所述溶液中加入碱或碱土金属氢氧化物将该溶液的pH增至13以上。

9.一种由以下步骤制得的稳定的氧化性溴化合物:

在水中混合碱或碱土金属溴化物和碱或碱土金属溴酸盐以提供一种水溶液,

冷却所述溶液温度至小于25°C,

往该溶液中加入一种卤素稳定剂,该卤素稳定剂选自糖精、苯磺酰胺、尿素、硫脲、肌酸酐、氰尿酸、烷基乙内酰脲、一乙醇胺、二乙醇胺、有机氨磺酰、缩二脲、氨基磺酸、有机氨基磺酸盐和三聚氰胺。

10.一种在工业水系统中控制生物污垢的方法,其中加入一种氧化剂以控制生物污垢,该方法的特征在于包括将权利要求9所述的稳定的氧化性溴化合物用作氧化剂。

11.一种在制浆和造纸系统中控制生物污垢的方法,其中加入一种氧化剂以控制生物污垢,该方法的特征在于包括将权利要求9所

述的稳定的氧化性溴化合物用作氧化剂。

12.一种在与产油油田水接触的设备表面上控制发生生物污垢的方法，其中加入一种氧化剂以控制生物污垢，该方法的特征在于包括将权利要求 9 所述的稳定的氧化性溴化合物用作氧化剂。

13.一种在食品加工系统中控制生物污垢的方法，其中加入一种氧化剂以控制生物污垢，该方法的特征在于包括将权利要求 9 所述的稳定的氧化性溴化合物用作氧化剂。

14.一种在饮料加工系统中控制生物污垢的方法，其中加入一种氧化剂以控制生物污垢，该方法的特征在于包括将权利要求 9 所述的稳定的氧化性溴化合物用作氧化剂。

15.一种在再生水系统中控制生物污垢的方法，其中加入一种氧化剂以控制生物污垢，该方法的特征在于包括将权利要求 9 所述的稳定的氧化性溴化合物用作氧化剂。

16.一种消毒硬表面的方法，其中加入一种氧化剂以消毒所述硬表面，该方法的特征在于包括将权利要求 9 所述的稳定的氧化性溴化合物用作氧化剂。

17.一种洗涤食品的方法，其中加入一种氧化剂以消毒所述食品，该方法的特征在于包括将权利要求 9 所述的稳定的氧化性溴化合物用作氧化剂。

18.一种洗涤脏衣服和制造纤维素材料的方法，其中加入一种氧化剂用作漂白剂，该方法的特征在于包括将权利要求 9 所述的稳定的氧化性溴化合物用作氧化剂。

19.权利要求 9 的稳定的氧化性溴化合物，其特征在于该稳定的氧化性溴化合物由以下步骤制备：

在水中混合 2 摩尔的碱或碱土金属溴化物和 1 摩尔的碱或碱土金属溴酸盐以提供一种水溶液，

冷却所述溶液温度至小于 10℃，

往所述溶液中加入一种酸性卤素稳定剂将溶液的 pH 降至小于 2，该酸性卤素稳定剂选自糖精、苯磺酰胺、尿素、硫脲、肌酸酐、氰尿酸、烷基乙内酰脲、一乙醇胺、二乙醇胺、有机氨基磺酰、缩二脲、氨基磺酸、有机氨基磺酸盐和三聚氰胺，所加入的该酸性卤素稳定剂的摩尔量等于碱或碱土金属溴化物和碱或碱土金属溴酸盐的总和摩尔量，

搅拌所述溶液 5 分钟以上

往所述溶液中加入碱或碱土金属氢氧化物将该溶液的 pH 增至 13 以上。

稳定的氧化溴制剂、制备方法及其用于生物污垢控制的应用

发明领域

本发明涉及用于工业水系统中生物污垢控制的制剂。更为具体地说，本发明涉及制备稳定的氧化溴制剂的方法及其在工业水系统中的生物污垢控制的应用。

发明背景

虽然元素液态溴是有效的杀生物剂，但它的低溶解度(<4g/100g水)、低沸点(54.3°C)、高蒸汽压(在 25°C 处为 214mmHg)和极端的腐蚀性限制了它作为杀生物剂的工业应用。其它氧化性溴化合物，溴酸盐的抗菌活性很小。溴酸盐还对哺乳动物具有很高的毒性并被怀疑是致癌物质。非氧化的无机溴化合物如溴化物的抗菌活性很小或没有抗菌活性。

已将含水溴溶液和溴稳定剂的混合物用于生产用作杀生物剂的稳定的氧化性溴化合物。未稳定化的含水溴溶液酸性大、不稳定并散发出强烈刺激性的溴臭气。但是，由于溴在水中的溶解度小，因而可由液态溴制得的稳定化的次溴酸盐溶液的浓度是有限的。

还已建议，除了溴稳定剂之外，加入一种氧化剂如次氯酸盐以将溴化物活化成次溴酸盐。在溴化物到次溴酸盐的转化完成之后，加入卤素稳定剂如氨基磺酸盐来稳定该次溴酸盐。虽然这是一种采用高浓度氧化卤素含量（对于 Br₂ 大约为 14%）的改进方法，但该方法仍然需要合成作为溴源的次溴酸钠(NaOBr)的单独步骤。已知 NaOBr 非常不稳定并将快速歧化成溴化物和溴酸盐，这二者的抗菌活性均很小或没有。此外，由于将次氯酸钠(NaOCl)用作活化剂，稳定化产物的浓度受 NaOCl 实际浓度的限制。

生产当场使用的溴的方法也是已知的。该方法包括在酸性条件下将溴酸盐电解转化成活性溴化合物如溴、次溴酸、次溴酸盐离子

和三溴化氢。但是，由于以上方法产生当场使用的溴，它并没有说明优化溴稳定的方法和测定。

因此，需要以安全的方式生产更高浓度的稳定的氧化溴制剂的方法。

发明概述

本发明通过提供一种产生稳定的氧化性溴化合物的方法而满足了上述的需要，该方法包括以下步骤：在水中混合碱或碱土金属溴化物和碱或碱土金属溴酸盐以提供一种水溶液，冷却该溶液至小于25°C的温度，优选小于20°C，更优选小于10°C，然后往该溶液中加入一种卤素稳定剂，该卤素稳定剂选自 $R-NH_2$ 、 $R-NH-R^1$ 、 $R-SO_2-NH_2$ 、 $R-SO_2-NHR^1$ 、 $R-CO-NH_2$ 、 $R-CO-NH-R^1$ 和 $R-CO-NH-CO-R^1$ ，其中 R 为羟基、烷基或芳基，而 R^1 为烷基或芳基。优选的卤素稳定剂包括糖精、苯磺酰胺、尿素、硫脲、肌酸酐、氰尿酸、烷基乙内酰脲、一乙醇胺或二乙醇胺、有机氨基磺酰、缩二脲、氨基磺酸、有机氨基磺酸盐和三聚氰胺。氨基磺酸是最优选的卤素稳定剂。

在一个实施方案中，加入溶液的卤素稳定剂的摩尔量约等于碱或碱土金属溴化物和碱或碱土金属溴酸盐的总摩尔量。

在一个实施方案中，加入卤素稳定剂的步骤得到 pH 小于 2 的溶液。

在一个实施方案中，该方法包括在加入卤素稳定剂的步骤之后搅拌该溶液 5 分钟以上。

在一个实施方案中，该方法包括在加入卤素稳定剂的步骤之后通过加入碱或碱土金属氢氧化物调节该溶液的 pH 大于 13。

在一个实施方案中，混合碱或碱土金属溴化物和碱或碱土金属溴酸盐的步骤进一步包括以碱或碱土金属溴化物:溴酸盐约为 2:1 的摩尔比混合碱或碱土金属溴化物和碱或碱土金属溴酸盐。

在一个实施方案中，本发明的方法提供了一种稳定的氧化性溴

化合物，它包括以下步骤：在水中混合约 2 摩尔的碱或碱土金属溴化物和约 1 摩尔的碱或碱土金属溴酸盐以提供一种水溶液，其后的步骤为冷却溶液温度至小于 10°C ，其后的步骤为往溶液中加入一种酸性卤素稳定剂将溶液的 pH 降低至小于 2，该酸性卤素稳定剂选自 R-NH_2 、 R-NH-R^1 、 $\text{R-SO}_2\text{-NH}_2$ 、 $\text{R-SO}_2\text{-NHR}^1$ 、 R-CO-NH_2 、 R-CO-NH-R^1 和 R-CO-NH-CO-R^1 ，其中 R 为羟基、烷基或芳基，而 R^1 为烷基或芳基。优选的卤素稳定剂包括尿素、硫脲、肌酸酐、氰尿酸、烷基乙内酰脲、一或二乙醇胺、有机氨磺酰、缩二脲、氨基磺酸、有机氨基磺酸盐和三聚氰胺。加入溶液的该酸性卤素稳定剂的摩尔量约等于碱或碱土金属溴化物和碱或碱土金属溴酸盐的总和摩尔量，随后的步骤是搅拌该溶液 5 分钟以上，随后的步骤是往溶液中加入碱或碱土金属氢氧化物将该溶液的 PH 增至 13 以上。

在一个实施方案中，本发明的方法提供了一种制备稳定的氧化性溴化化合物的方法，它包括以下步骤：制备包括卤素稳定剂、水和碱或碱土金属氢氧化物的苛性碱溶液，往溶液中加入溴或氯化溴，同时搅拌该溶液，并冷却该溶液。

在一个实施方案中，该卤素稳定剂选自 R-NH_2 、 R-NH-R^1 、 $\text{R-SO}_2\text{-NH}_2$ 、 $\text{R-SO}_2\text{-NHR}^1$ 、 R-CO-NH_2 、 R-CO-NH-R^1 和 R-CO-NH-CO-R^1 ，其中 R 为羟基、烷基或芳基，而 R^1 为烷基或芳基。优选的卤素稳定剂包括糖精、苯磺酰胺、尿素、硫脲、肌酸酐、氰尿酸、烷基乙内酰脲、一乙醇胺或二乙醇胺、有机氨磺酰、缩二脲、氨基磺酸、有机氨基磺酸盐和三聚氰胺。

在一个实施方案中，在加入溴或氯化溴之后该苛性碱溶液的 pH 大于 13。

在一个实施方案中，加入溴或氯化溴的步骤进一步的特征在于所加入的该溴或氯化溴的摩尔量约等于卤素稳定剂的摩尔量，并约为碱或碱土金属氢氧化物摩尔量的一半。

在一个实施方案中，将溶液冷却至温度小于 25°C 。

在一个实施方案中，加入溴或氯化溴的步骤是在该化合物不与

空气接触的情况下进行的。

在一个实施方案中，在加入溴或氯化溴之后往溶液中加入碱或碱土金属氢氧化物将该溶液的 pH 增至 13 以上。

在一个实施方案中，本发明的方法提供了一种制备水溶液形式的稳定的氧化性溴化合物的方法，该方法包括以下步骤：将碱或碱土金属溴酸盐溶于水以形成一种溶液，随后的步骤是往该溶液中加入一种卤素稳定剂，该卤素稳定剂选自 $R-NH_2$ 、 $R-NH-R^1$ 、 $R-SO_2-NH_2$ 、 $R-SO_2-NHR^1$ 、 $R-CO-NH_2$ 、 $R-CO-NH-R^1$ 和 $R-CO-NH-CO-R^1$ ，其中 R 为羟基、烷基或芳基，而 R^1 为烷基或芳基。优选的卤素稳定剂包括糖精、苯磺酰胺、尿素、硫脲、肌酸酐、氰尿酸、烷基乙内酰脲、一乙醇胺或二乙醇胺、有机氨基磺酰、缩二脲、氨基磺酸、有机氨基磺酸盐和三聚氰胺。在加入卤素稳定剂之后，往该溶液中加入溴或氯化溴。

在一个实施方案中，与向溶液中加入溴的步骤同时进行将该溶液的温度冷却至小于 25°C ，优选小于 15°C ，更优选小于 10°C 的冷却步骤。

在一个实施方案中，本发明提供了含有稳定的氧化溴制剂的杀生物剂水溶液。当氨基磺酸盐用作溴稳定剂时，该溶液包括至少一种选自 $^-\text{SO}_3\text{NHBr}$ 和 $^-\text{SO}_3\text{NBr}_2$ 的氧化性溴化合物和一定数量的足以将该溶液的 pH 水平升至大于 13 的碱。

在一个实施方案中，该溶液的碱为碱或碱土金属氢氧化物。

因此，本发明的一个优点是以安全而有效的方式使用液溴或氯化溴产生一种含有稳定的氧化溴的溶液，由此不产生溴臭气。

本发明的另一优点是产生一种高浓度的稳定化的次溴酸盐，而无需产生次溴酸盐的单独步骤。

本发明的另一优点是它提供了一种产生水溶性固体稳定的氧化性溴化合物的方法。

本发明另一优点是它提供了一种产生稳定的氧化性溴化合物而不产生不希望的副产物如高浓度的溴酸盐的方法。

本发明的另一优点是本发明的方法不产生氯化物，因而本发明的方法提供了腐蚀性较小的稳定的氧化溴制剂。

本发明的另一优点是它提供了更为安全地转运的和非酸性的稳定的氧化性溴化合物。

本发明的另一优点是它产生了用于工业水系统中生物污垢控制的稳定的氧化性溴化合物，它和未稳定化的氧化性溴化合物相比，与其它水处理化学制剂更加相容。

该工业水系统包括冷却水系统、冷却池塘、水库、甜水应用、装饰喷泉、巴氏消毒器、蒸发凝结器、水压消毒器和蒸馏瓶、气体洗涤器系统和空气清洗系统。

本发明的另一优点是它提供了一种改进的在制浆和造纸系统中的生物污垢控制方法。

本发明的另一优点是它提供了一种改进的在与产油的油田水接触的设备表面发生的生物污垢控制方法。

本发明的另一优点是它提供了一种改进的在食品加工系统中的生物污垢控制方法。

本发明的另一优点是它提供了一种改进的在饮料加工系统中的生物污垢控制方法。

本发明的另一优点是它提供了一种改进的在再生水系统中的生物污垢控制方法。

本发明的另一优点是它提供了一种改进的消毒硬表面的方法。

本发明的另一优点是它提供了一种改进的用于洗涤脏衣服和制造纤维素材料的漂白方法。

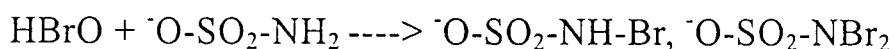
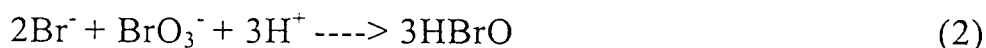
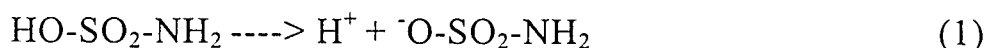
本发明的另一优点是它提供了一种改进的清洗食品如水果和其它食品的方法。

鉴于以下的详细说明和所附的权利要求，将明显看出本发明的其它目的和优点。

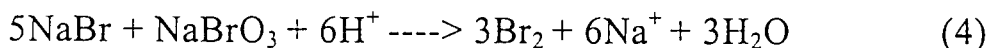
发明详述

本发明提供了在冷却水和其它工业系统中用于生物污垢控制的宽浓度范围的稳定的氧化性溴化合物的多种制剂和生产方法。

在一个实施方案中，本发明所用的方案采用水中的碱或碱土金属溴化物和碱或碱土金属溴酸盐的混合物作为溴源。溴酸盐还用作一种氧化剂。溴化物与溴酸盐的摩尔比优选为 2:1。然后将溶液冷却至优选小于 25℃，更优选小于 10℃ 的温度。然后往该溶液中加入酸性稳定剂或酸性稳定溶液如氨基磺酸以将该溶液的 PH 降至小于 2。接着加入其它稳定剂获得与溴等摩尔量以使稳定最优化。不拘泥理论，认为发生以下的反应：



由于溴化物、溴酸盐和氨基磺酸盐共存于所得的溶液中，反应(1)至反应(3)各自依次发生。不拘泥于理论，认为氧化溴稳定剂的存在和适当的溴化物与溴酸盐的比率防止了以下反应的溴的形成：



如果反应(4)代替反应(2)发生，则半数原料溴源根据反应(5)转化回至非杀生物的和非氧化的溴化物：



但是，根据本发明制备的产物的分析确认反应产率高于 50%。实际上，80%以上的溴源转化成氧化溴形式。因此获得至少 80% 的反应产率。

反应 1-3 在 PH 小于 2 和良好搅拌下的反应时间范围为 5-10 分钟。如果不是立即利用产物，则加入一种强碱如 NaOH 以将产物的 pH 升至大于 13 的水平以使产物热稳定。在 PH 调节期间，温度控制是重要的，因为由酸-碱反应产生的热导致的温度升高可以造成产物的分解。因此，冷却是必要的。

上述方法制得的产物具有良好的热稳定性和高的实际卤素总浓

度，对于 Br_2 而言浓度为 34% 之高。

实施例

以下的实施例意图说明本发明并教导本领域技术人员如何实施和应用本发明。这些实施例不以任何方式限定本发明或其保护范围。

实施例 I

作为一个实施例，采用上述的方法通过以下步骤合成稳定的氧化性溴产物：混合 21.2 克的 NaBrO_3 、32.8 克的 NaBr 和 100 克的水，冷却溶液至 3°C ，往溶液中加入 48 克的氨基磺酸并搅拌该溶液 10 分钟；然后往该溶液中缓慢加入 48 克 50% 的 NaOH 水溶液，同时控制溶液的温度范围为 4°C 和 14°C 之间。所得的产物是 pH 为 13.77 和卤素 Br_2 的实际浓度为 25.1% 的金黄色溶液。在该实施例中，如果所有的溴源（溴化物和溴酸盐）转化成稳定的氧化溴，则理论上的 $\text{Br}_2\%$ 为 29.9%。因此，产率约为 84%。

实施例 II

作为一个实施例，采用上述的方法通过以下步骤合成稳定的氧化溴制剂：在一反应器中混合 21.2 克的 NaBrO_3 、32.8 克的 NaBr 和 100 克的水，冷却溶液至 3°C ，往溶液中加入 44 克的氨基磺酸并搅拌该溶液 10 分钟；缓慢加入 43 克 50% 的 NaOH 水溶液，同时控制该反应器的温度范围为 3°C 和 14°C 之间。所得的产物是 pH 为 14.11 和卤素 Br_2 的实际浓度为 27.7% 的金黄色溶液。在该实施例中，如果所有的溴源（溴化物和溴酸盐）转化成稳定的氧化溴则理论上的 $\text{Br}_2\%$ 为 31.2%。因此，产率约为 88.8%。

在另一个实施方案中，液溴用作氧化剂和溴源。氨基磺酸盐和其它氮碱化合物用作稳定剂。此外，要求足量的碱或碱土金属氢氧化物以保持产物的 pH。制剂的温度还对于确保形成稳定的氧化溴极为关键。如没有适当地控制 pH 和温度，则由放热反应产生的热将导致氧化性物质的快速分解。

制备高浓度的稳定氧化溴制剂的方法由两个步骤组成。在第一步中,通过混合氨基磺酸、水和碱或碱土金属氢氧化物(优选 NaOH、Mg(OH)₂ 或其它氢氧化物)而制备一种苛性的稳定化溶液。该碱或碱土金属氨基磺酸盐溶液的 pH 大于 14。特意加入过量的氢氧化物以中和由随后的溴化步骤产生的酸并保持最终产物的高 pH(优选大于 13)。氨基磺酸盐与液溴的摩尔比优选为 1:1。氢氧化物与液溴的摩尔比优选为 2.2:1。还可以通过将碱或碱土金属氨基磺酸盐溶于水并加入适量的氢氧化物而得到该稳定剂溶液。

该方法一般在配有适当的混合装置的夹套玻璃反应器中进行。应该为该反应器配备一个冷却系统以可以将该反应器的温度控制在最佳的范围。在溴化步骤中,过高的反应温度将加速氨基磺酸盐的水解并导致期望的产物的分解。

该方法的第二步是在良好搅拌下往该稳定剂溶液中缓慢加入液溴。优选通过 Teflon[®]管直接往该稳定剂溶液中加入溴以防止元素溴与空气接触。控制加入的速率以使反应温度优选低于 25℃。反应温度越高,则产率越低。如果反应温度高于 35℃,则氨基磺酸盐开始水解成硫酸盐和铵。所得的氨将与次溴酸盐反应,消耗次溴酸盐并产生可以观察到的剧烈发泡的氮气。如果采用适宜的液溴加入速度,则该液溴将即刻反应并将被稳定化。该方法并不产生可察觉的溴臭气。

发现上述方法制得的产物不包含可检测到的溴酸盐(离子色谱法分析为小于 50ppm);在室温下储藏 2 个月以后没有观察到可检测的产物浓度的变化。对于 16.2% (如 Br₂)的产物而言,该产物在 57℃下的半衰期为 74.5 天。

实施例 III

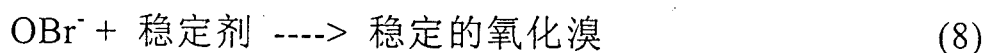
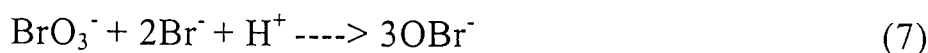
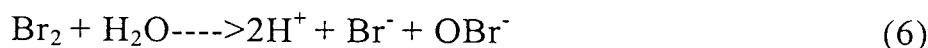
作为一个实施例,采用上述的方法通过以下步骤合成稳定的氧化性溴产物:在 500ml 三颈玻璃反应器中混合 52.16 克的氨基磺酸、42.0 克的水和 128.0 克 50%的氢氧化钠水溶液。在不断的搅拌下将

混合物冷却至约 3°C 的温度，并在水浴中冷藏。往溶液中缓慢加入 82.5 克的液溴(99.8% Br₂)，控制反应温度并保持低于 10°C。所得的溶液的 pH 为 12.5。加入 3.0 克 50% 的 NaOH 而将该溶液的 PH 增至大于 13 的水平。所得溶液中溴含量为对于 Br₂ 而言为 26.2%。而如果完成 100% 的转化理论上的含量为对于 Br₂ 而言为 27.0%。

在室温(21°C)下过夜储藏以后，在该溶液中观察到形成大量的晶体。采用 0.45μm 的过滤器从该液体中分离出晶体，然后在真空下过夜使该晶体脱水，在该固体产物中检测到 46.8% 的 Br₂ 而在该液体中仍残留有对于 Br₂ 而言为 18.7% 的溴含量。发现该固体极溶于水。因此，本发明提供了一种水溶性的固体稳定氧化性溴产物。

在上述实施例中得到的固体产物具有非高浓度的稳定的氧化性溴化合物。认为剩余物质为水、过量的 NaOH 和 NaBr。

可以采用其它混合的方法生产稳定的氧化性溴化合物。一种这样的方法由以下步骤组成：将溴酸盐用作氧化剂和溴源，液溴用为氧化剂、溴源，而酸性化合物并且氨基磺酸盐或其它适宜的卤素稳定剂用作溴稳定剂。反应机理如下：



该方法可以通过以下步骤进行：将溴酸盐溶于水，往该溶液中加入氨基磺酸盐或其它稳定剂，缓慢加入液溴，如果所得的产物要长期储存，则加入 NaOH 调节 pH 至大于 13 的水平。该方法应该在温度小于 25°C 下进行，尤其是在加入液体溴的过程中进行。

在一个实施方案中，本发明的稳定的氧化性溴化合物可以在工业水系统、制浆和造纸系统、食品和饮料加工系统以及再生水系统中提供改进的生物污垢控制。本发明的稳定的氧化性溴化合物还可以用作漂白剂和用于消毒硬表面。仅作为一个例子，可以将本发明的稳定的氧化性溴化合物加到含水介质中，这些含水介质用于通过各种处理系统来转运食品，还可以消毒加工设备和废水流。

应该理解本文所述的优选的实施方案的各种改变和改进对于本领域技术人员来说是显而易见的。可以在不背离本发明的精神和范围以及不消除其伴随的优点的情况下进行这种改变和改进。因此这意味着这些改变或改进为所附的权利要求所覆盖。