



(19) **UA** (11) **73 350** (13) **C2**
(51)МПК ⁷ **C 07F 9/38, C 02F 1/04, 1/66,
1/74**

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
УКРАИНЫ

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ УКРАИНЫ**

(21), (22) Заявка: 2002119020, 13.04.2001

(24) Дата начала действия патента: 15.07.2005

(30) Приоритет: 14.04.2000 US 60/197,178

(46) Дата публикации: 15.07.2005

(86) Заявка PCT:
PCT/US01/12211, 20010413

(72) Изобретатель:

Филлипс Скотт Гордон, US

(73) Патентовладелец:

ДАУ АГРОСАЙЕНСИЗ ЛЛС, US

(54) СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ И ВЫДЕЛЕНИЯ ХЛОРИДА НАТРИЯ ИЗ ПОТОКА ОТХОДОВ ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ N-ФОСФОНОМЕТИЛИМИНОДИУКСУСНОЙ КИСЛОТЫ

(57) Реферат:

Изобретение касается извлечения и выделения хлорида натрия из отходов процесса получения N-фосфонометилиминодиуксусной кислоты путем нейтрализации каустической содой, выпаривания рассола и кристаллизации выделенного хлорида натрия.

Официальный бюлетьн "Промышленная собственность". Книга 1 "Изобретения, полезные модели, топографии интегральных микросхем", 2005, N 7, 15.07.2005. Государственный департамент интеллектуальной собственности Министерства образования и науки Украины.



(19) **UA** (11) **73 350** (13) **C2**
(51) Int. Cl.⁷ **C 07F 9/38, C 02F 1/04,**
1/66, 1/74

MINISTRY OF EDUCATION AND SCIENCE OF
UKRAINE

STATE DEPARTMENT OF INTELLECTUAL
PROPERTY

(12) **DESCRIPTION OF PATENT OF UKRAINE FOR INVENTION**

(21), (22) Application: 2002119020, 13.04.2001

(24) Effective date for property rights: 15.07.2005

(30) Priority: 14.04.2000 US 60/197,178

(46) Publication date: 15.07.2005

(86) PCT application:
PCT/US01/12211, 20010413

(72) Inventor:

Phillips Scott Gordon, US

(73) Proprietor:

DOW AGROSCIENCES LLC, US

(54) **A METHOD FOR EXTRACTION AND ISOLATION OF SODIUM CHLORIDE FROM THE FLOW OF
N-PHOSPHONOMETHYLIMINODIACETIC ACID PREPARATION WASTE**

(57) Abstract:

Chloride is selectively isolated as NaCl from
N-phosphonomethyliminodiacetic acid process wastes
by evaporative crystallization of the caustic
neutralized brine.

Official bulletin "Industrial property". Book
1 "Inventions, utility models, topographies of
integrated circuits", 2005, N 7, 15.07.2005.
State Department of Intellectual Property of the
Ministry of Education and Science of Ukraine.



(19) **UA** (11) **73 350** (13) **C2**
(51)МПК ⁷ **C 07F 9/38, C 02F 1/04, 1/66,**
1/74

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ

(12) ОПИС ВІНАХОДУ ДО ПАТЕНТУ УКРАЇНИ

(21), (22) Дані стосовно заявки:
2002119020, 13.04.2001

(24) Дата набуття чинності: 15.07.2005

(30) Дані стосовно пріоритету відповідно до Паризької
конвенції : 14.04.2000 US 60/197,178

(46) Публікація відомостей про видачу патенту
(деклараційного патенту): 15.07.2005

(86) Номер та дата подання міжнародної заявки
відповідно до договору РСТ:
PCT/US01/12211, 20010413

(72) Винахідник(и):
Філіпс Скотт Гордон, US

(73) Власник(и):
ДАУ АГРОСАЙЄНСІЗ ЛЛС, US

(54) СПОСІБ ВИЛУЧЕННЯ ТА ВИДІЛЕННЯ ХЛОРИДУ НАТРІЮ З ПОТОКУ ВІДХОДІВ ПРОЦЕСУ ОДЕРЖАННЯ
N-ФОСФОНОМЕТИЛІМІНОДІОЦТОВОЇ КИСЛОТИ

(57) Реферат:

Винахід стосується вилучення та виділення
хлориду натрію з відходів процесу одержання
N-фосфонометилімінодіоцтової кислоти шляхом

нейтралізації каустичною содою, випаровування
розсолу та кристалізації виділеного хлориду
натрію.

Опис винаходу

Даний винахід відноситься до способу ефективного видалення і виділення хлориду з відходів способу одержання N-фосфометилімінодіоцтової кислоти. Більш конкретно, даний винахід включає нейтралізацію потоку відходів гідроксидом натрію (NaOH) і кристалізацію хлориду натрію (NaCl) випаровуванням.

У промисловому виробництві гербіциду гліфосату імінодіоцтову кислоту (ІДК) перетворюють в N-фосфометилімінодіоцтову кислоту (ФМІДК) реакцією з хлористоводневою кислотою (HCl), фосфористою кислотою (H_3PO_3) і формальдегідом (CH_2O), або реакцією з трихлористим фосфором (PCl_3), NaOH і CH_2O . Від відходів способу на цій стадії звичайно позбуваються шляхом завантаження в глибокий резервуар. Внаслідок високого вмісту хлориду і великого об'єму цього потоку відходів інші, більш екологічно сприятливі, варіанти обробки відходів, такі, як окислення вологим повітрям або термічне спалення, економічно не вигідні. Тому було б бажано мати спосіб зменшення вмісту хлориду, що викликає корозію, і загальних гідравлічних об'ємів відходів в потоці відходів ФМІДК з тим, щоб інші способи позбавлення від відходів стали економічно можливі.

У цей час було знайдено, що NaCl можна ефективно видаляти і виділяти з відходів способу одержання фосфометилімінодіоцтової кислоти (ФМІДК) шляхом нейтралізації цього потоку відходів NaOH і кристалізацією випаровуванням. Даний винахід відноситься до способу видалення і виділення NaCl з потоку відходів способу одержання ФМІДК, який включає нейтралізацію потоку відходів NaOH до pH приблизно 7, випаровуванням води при атмосферному, або більш низькому тиску, при температурі від 40 до 130°C доти, поки не випаде осад NaCl, фільтрування осаду при температурі від 35 до 110°C, і промивання осаду насиченим розчином солі. Оскільки очевидно, що концентрація натрієвих солей інших сполук в потоці нейтралізованих відходів знижує розчинність NaCl в матриці, NaCl можна видалити і виділити з потоку відходів способу одержання ФМІДК з дивно високою мірою виділення і чистоти.

Потік водних відходів у виробництві ФМІДК звичайно може містити фосфористу кислоту (від 0,3 до 2 масових процентів), фосфорну кислоту (від 0,3 до 3 масових процентів), HCl (від 9 до 15 масових процентів), імінодіоцтову кислоту (ІДК; від 0,1 до 0,3 масових процентів), ФМІДК (від 0,8 до 4 масових процентів), N-метилімінодіоцтову кислоту (МІДК; від 0,5 до 8 масових процентів), а також невеликі кількості метанолу, формальдегіду і мурашиної кислоти.

На першій стадії способу видалення і виділення NaCl потік водних відходів ФМІДК нейтралізують NaOH до pH приблизно 7 з тим, щоб всі органічні і неорганічні кислоти, включаючи HCl, були перетворені у відповідні натрієві солі, NaCl і воду. Для того, щоб звести до мінімуму загальне гідравлічне завантаження, переважно провести нейтралізацію порівняно концентрованими розчинами NaOH. Для нейтралізації переважна комерційно доступна 50% NaOH. Теплота нейтралізації значно підвищує температуру нейтралізованої суміші для подальшої кристалізації випаровуванням.

Після нейтралізації воду видаляють з нейтралізованої суміші доти, поки не випаде осад NaCl. Воду випаровують при атмосферному, або більш низькому тиску, при температурі від 40 до 130°C, переважно, при температурі від 60 до 100°C. Випаровування продовжують доти, поки не випаде в осад велика частина NaCl, але не до такої міри, коли суспензія стає важкою для обробки, коли піноутворення стає надмірним, або коли подальший фільтрат стає дуже в'язким. Як правило, з нейтралізованої суміші відганяють кількість води, еквівалентну від 35 до 70 масовим процентам, переважно, від 50 до 65 масовим процентам. Природно, кількість видаленої води буде змінюватися в залежності від первинної концентрації потоку нейтралізованих відходів і концентрації нейтралізуючої основи, що використовується. Точну кількість води, яку необхідно видалити, можна легко оптимізувати шляхом звичайного експериментування з конкретним потоком відходів, що обробляється. Для випаровування можливий широкий інтервал робочих умов, виходячи з термічної стійкості компонентів потоку відходів і обмежень за тиском, пов'язаних з обладнанням. Водяну пару даного способу можна конденсувати для потенційного повернення в цикл.

Після кристалізації випаровуванням, NaCl виділяють фільтруванням. Внаслідок в'язкості фільтрату, фільтрування проводять при температурі від 35 до 110°C, переважно, при температурі від 60 до 90°C. Рушійною силою фільтрування можуть бути сила тяжіння, тиск зверху, прикладений знизу вакуум або відцентрова сила. NaCl виділяють у вигляді коржіку на фільтрі. Об'єм потоку водних відходів, представлений тепер фільтратом, істотно менше і, при видаленні більшої частини хлоридів, що містяться, легше піддається іншим варіантам обробки відходів, крім завантаження в глибокий резервуар, таким, наприклад, як окислення вологим повітрям, або спалення.

На останній стадії способу коржік NaCl на фільтрі промивають насиченим розчином солі для видалення залишкового фільтрату. Незважаючи на те, що концентрація розчину солі не є критичною, оскільки сольовий змив можна повторно повернути в цикл в потік нейтралізованих відходів, використання розбавленого розчину солі приводить до розчинення осаду солі, а використання насиченого розчину солі приводить до відкидання додаткового NaCl з цього розчину солі внаслідок "висолювання", викликаного компонентами, що містять натрієву сіль, в заміненому промивальним розчином фільтраті. Переважно, щоб концентрація NaCl в промивальному розчині солі була такою ж, як у фільтраті. Незважаючи на те, що температура на стадії промивання не є критичною, в'язкий залишковий фільтрат в коржіку на фільтрі можна видалити більш ефективно промиванням при підвищених температурах, наприклад, від близько 35 до 60°C.

Винахід ілюструють наступні приклади.

Приклади

1. У 3-горлій 250-мілілітровій (мл) колбі, забезпеченій в бічному горлі холодильником, що охолоджується

водою, і приймачем, лопатевою мішалкою з регульованою швидкістю і термopарокарманом з нагрівальним кожухом з контролем температури, і забезпеченій джерелом вакууму, що контролюється, 100 грам (г) розсолу процесу одержання ФМІДК, що включає 0,3% ІДК, 6,7% МІДК, 3,8% ФМІДК, 10,1% НСІ, 1,8% Н₃РO₃ і 2,2% Н₃РO₄, нейтралізували до рН=6,97 дією 41,2г 50% NaOH. Після відбору проби 135,3г нейтралізованого розсолу упарювали при атмосферному тиску до видалення 74,5г води і випадання осаду NaCl. Суспензію фільтрували у вакуумі через великий фільтр з плавленого скла і промивали коржик на фільтрі 20г насиченого розчину солі, одержуючи 13,5г білого вологого осаду, що важить після висушування 12,0г. Сухий осад визначали як такий, що містить 99,8% NaCl. В'язкий фільтрат містив 15,0% МІДК, 8,9% ФМІДК і 6,5% NaCl, що за розрахунками відповідає 9,2% хлориду у вихідному розчині.

2. У апараті, аналогічному, але більшому за розміром, ніж описаний в прикладі 1, 466 грам (г) розсолу процесу одержання ФМІДК, що включає 0,15% ІДК, 0,8% МІДК, 3,0% ФМІДК, 15,9% НСІ і невизначену кількість Н₃РO₃ і Н₃РO₄, нейтралізували до рН=6,8 дією 217г 50% NaOH. Порцію цього нейтралізованого розсолу в кількості 450г упарювали при 210мм рт. ст. (27кПа) і кінцевій температурі резервуара 96°C до видалення 273г води і випадання осаду NaCl. Суспензію (177г) фільтрували у вакуумі через великий фільтр з плавленого скла і промивали коржик на фільтрі 56г 25,7% розчину NaCl, одержуючи після висушування 81г брудно-білого осаду солі. У сухому осаді визначали 98,5% NaCl і в ньому все ще містився 1,1% ФМІДК. В'язкий фільтрат містив 9,1% ФМІДК і 3,0% NaCl, що за розрахунками відповідає 1,9% хлориду у вихідному розчині.

Формула винаходу

1. Спосіб вилучення та виділення хлориду натрію з потоку відходів процесу одержання N-фосфометилімінодіоцтової кислоти, який відрізняється тим, що потік відходів нейтралізують NaOH до рН приблизно 7, випаровують з потоку нейтралізованих відходів воду при атмосферному або більш низькому тиску при температурі від 40 до 130°C доти, поки не випадає осад NaCl, фільтрують осад при температурі від 35 до 110°C для виділення NaCl з фільтрату і промивають NaCl насиченим розчином солі.

2. Спосіб за п. 1, в якому воду випаровують при температурі від 60 до 100°C.

3. Спосіб за п. 1 або за п. 2, в якому NaCl фільтрують при температурі від 60 до 90°C.

4. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, в якому NaCl промивають насиченим розчином солі при температурі від близько 35 до близько 60°C.

5. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, в якому концентрація NaCl в промивальному розчині солі приблизно така ж, як у фільтраті.

6. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, в якому промивальний насичений розчин солі повертають в цикл в потік нейтралізованих відходів.

7. Спосіб за будь-яким з попередніх пунктів, в якому фільтрат обробляють вологим повітрям або спалюють.

Офіційний бюлетень "Промислова власність". Книга 1 "Винаходи, корисні моделі, топографії інтегральних мікросхем", 2005, N 7, 15.07.2005. Державний департамент інтелектуальної власності Міністерства освіти і науки України.