



(54) **Sposób bezodpadowej regeneracji roztworów
etylenodiaminotetraoctanu triamonu i tetraamonu**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:
18.12.2000 BUP 26/00

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:
31.01.2007 WUP 01/07

(73) Uprawniony z patentu:
Politechnika Śląska, Gliwice, PL

(72) Twórca(y) wynalazku:
Andrzej Kossuth, Katowice, PL
Mirosław Fligier, Gliwice, PL
Maria Dzięgielewska, Gliwice, PL
Monika Tlatlik, Gliwice, PL

(74) Pełnomocnik:
Urszula Ziółkowska, Politechnika Śląska

(57) Sposób bezodpadowej regeneracji roztworów etylenodiaminotetraoctanu triamonu lub/i tetraamonu polegający na tym, że do roztworu etylenodiaminotetraoctowego triamonu i tetraamonu, wprowadza się w warunkach wrzenia i mieszania tlenek magnezu w ilości molowo dwukrotnie większej niż ilość kwasu etylenodiaminotetraoctowego znajdującego się w roztworze substratycznym, następnie roztwór odparowuje się w warunkach wrzenia do całkowitego rozpuszczenia tlenku magnezu, odczyn roztworu winien zawierać się w granicach pH 4,3-5,6, roztwór ten chłodzi się korzystnie w warunkach mieszania i wykrystalizowuje osad 9 · hydratu etylenodiaminotetraoctanu diamagnezu, tak otrzymany osad separuje się od roztworu pokryształizacyjnego i odmywa wodą, a roztwór pokryształizacyjny zawraca się do etapu odparowania, **znamienny tym**, że stężony gorący roztwór korzystnie zawierający 50% rozpuszczonej soli lub zawiesinę 9 · hydratu etylenodiaminotetraoctanu dimagnezu w wodzie poddaje się reakcji w warunkach mieszania z kwasem solnym korzystnie o stężeniu 7 mol/dm³ w ilości molowo równej użytemu w procesie tlenkowi magnezu po czym zawiesinę poreakcyjną 6 · hydratu etylenodiaminotetraoctanu magnezu w roztworze chlorku magnezu chłodzi się korzystnie w warunkach mieszania i tak otrzymany osad 6 · hydratu etylenodiaminotetraoctanu magnezu separuje się od roztworu pokryształizacyjnego chlorku magnezu i odmywa wodą.

Opis wynalazku

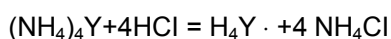
Przedmiotem wynalazku jest sposób regeneracji roztworów etylenodiaminotetraoctanu triamonu i tetraamonu.

W procesach wytwarzania fluorku magnezu oraz ortofosforanu (V) amonu i magnezu z udziałem trudnorozpuszczalnego związku $MgH_2Y \cdot 6H_2O$ (gdzie Y to anion kwasu etylenodiaminotetraoctowego - EDTA, $C_{10}H_{14}N_2O_8^{4-}$) jako stadium pośrednie powstają roztwory etylenodiaminotetraoctanu diamonu, triamonu i tetraamonu.

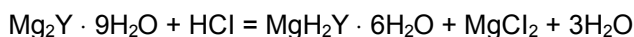
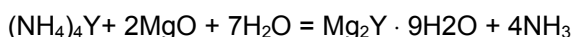
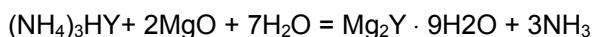
Zawrócenie do procesu roztworu etylenodiaminotetraoctanu diamonu w postaci $MgH_2Y \cdot 6H_2O$ nie następuje problemów technologicznych i jest realizowane w reakcji przebiegającej według równania:



Zawrócenie do procesu roztworów etylenodiaminotetraoctanu diamonu, triamonu nie jest możliwe bez przeprowadzenia ich w kwas etylenodiaminotetraoctowy z wytworzeniem równoczesnym odpadowego chlorku amonowego w reakcji przebiegającej według równania:



Sposób bez odpadowej regeneracji roztworów etylenodiaminotetraoctanu triamonu i tetraamonu według wynalazku polega na tym, że w pierwszym etapie wytwarza się z soli amonowych kwasu H_4Y w reakcji z tlenkiem magnezu w warunkach wrzenia, odparowania amoniaku i wody stężony roztwór etylenodiaminotetraoctanu dimagnezu odzyskując równocześnie amoniak, a następnie otrzymaną sól dimagnezową w postaci stężonego roztworu lub wykrystalizowaną i przemytą przeprowadza się w reakcji z kwasem solnym w 6 · hydrat etylenodiaminotetraoctanu magnezu, który odseparowuje się od roztworu uzyskując równocześnie roztwór chlorku magnezu. Według reakcji:



Sposób bezodpadowej regeneracji roztworów etylenodiaminotetraoctanu triamonu i tetraamonu według wynalazku polega na tym, że do roztworu etylenodiaminotetraoctowego triamonu i tetraamonu, wprowadza się w warunkach wrzenia i mieszania tlenek magnezu w ilości molowo dwukrotnie większej niż ilość kwasu etylenodiaminotetraoctowego znajdującego się w roztworze substratycznym, następnie roztwór odparowuje się w warunkach wrzenia do całkowitego rozpuszczenia tlenku magnezu odczyn roztworu winien zawierać się w granicach pH 4,3-5,6 roztwór ten chłodzi się korzystnie w warunkach mieszania i wrkryształizowuje osad 9 · hydratu etylenodiaminotetraoctanu dimagnezu, tak otrzymany osad separuje się od roztworu pokryształizacyjnego i odmywa wodą, a roztwór pokryształizacyjny zawraca się do etapu odparowania, a stężony gorący roztwór korzystnie zawierający 50% rozpuszczonej soli lub zawiesinę 9 · hydratu etylenodiaminotetraoctanu dimagnezu w wodzie poddaje się reakcji w warunkach mieszania z kwasem solnym korzystnie o stężeniu 7 mol/dm^3 w ilości molowo równej użytemu w procesie tlenkowi magnezu po czym zawiesinę poreakcyjną 6 · hydratu etylenodiaminotetraoctanu magnezu w roztworze chlorku magnezu chłodzi korzystnie w warunkach mieszania w celu jak największego wykrystalizowania osadu 6 · hydratu etylenodiaminotetraoctanu magnezu, tak otrzymany osad separuje się od roztworu pokryształizacyjnego chlorku magnezu i odmywa wodą.

Przykład 1

Do zlewki o objętości 1000 cm^3 zaopatrzonej w mieszadło, zawierającej 61,2 g etylenodiaminotetraoctanu triamonu i 540 g wody wprowadza się w warunkach wrzenia 14,5 g tlenku magnezu i miesza zawiesinę do uzyskania klarownego roztworu. Po odparowaniu wody i amoniaku otrzymuje się 416 g roztworu etylenodiaminotetraoctanu dimagnezu o pH 5,1 zawierającego 60,6 g soli Mg_2Y .

Gorący roztwór soli dimagnezowej kwasu etylenodiaminotetraoctowego poddaje się w warunkach mieszania i ogrzewania reakcji z kwasem solnym o stężeniu 4 mol/dm^3 , użytym w ilości 90 cm^3 , po czym zawiesinę poreakcyjną zawierającą 84,5 g $MgH_2Y \cdot 6H_2O$. Otrzymany osad separuje się od razu od roztworu macierzystego na próżniowym lejku Buchnera i odmywa dwukrotnie po 50 cm^3 wody. Wilgotny osad w ilości 101 g zawierający 82,6 g $MgH_2Y \cdot 6H_2O$ zawraca do procesu otrzymywania

fluorku magnezu lub ortofosforanu (V) amonu i magnezu, a roztwór macierzysty i popłuczyny do procesu otrzymywania soli monomagnezowej kwasu etylenodiaminotetraoctowego.

Przykład 2

Do zlewki o objętości 1000 cm³ zaopatrzonej w mieszadło, zawierającej 174,1 g etylenodiaminotetraoctanu triamonu i 740 g wody wprowadza się w warunkach wrzenia 40,3 g tlenku magnezu i miesza zawiesinę do uzyskania klarownego roztworu. Po odparowaniu wody i amoniaku otrzymuje się 444 g roztworu etylenodiaminotetraoctanu dimagnezu o pH 5,1 zawierającego 168,4 g Mg₂Y. Roztwór mieszając chłodzi się, uzyskując w wyniku krystalizacji osad MgY · 9H₂O. Otrzymany osad separuje się od roztworu macierzystego na próżniowym lejku Buchnera. Roztwór pokryształizacyjny zawraca się do etapu odparowania. Otrzymany w ilości 252 g wilgotny osad zawierający 210,2 g 9 · hydratu etylenodiaminotetraoctanu dimagnezu wprowadza się do 200 g gorącej wody. Następnie do mieszanej zawiesiny wprowadza się 120 cm³ kwasu solnego o stężeniu 7 mol/dm³.

Zawiesinę poreakcyjną zawierającą MgH₂Y · 6H₂O w roztworze chlorku magnezu chłodzi się w warunkach mieszania. Osad 6 · hydratu etylenodiaminotetraoctanu magnezu separuje się od roztworu chlorku magnezu i odmywa dwoma porcjami wody po 50 cm³. Wilgotny osad zawierający 168,8 g MgH₂Y · 6 H₂O zawraca się do procesu otrzymywania fluorku magnezu lub ortofosforanu (V) amonu i magnezu, a roztwór po separacji i myciu osadu do procesu otrzymywania soli monomagnezowej kwasu etylenodiaminotetraoctowego.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób bezodpadowej regeneracji roztworów etylenodiaminotetraoctanu triamonu lub/i tetraamonu polegający na tym, że do roztworu etylenodiaminotetraoctowego triamonu i tetraamonu, wprowadza się w warunkach wrzenia i mieszania tlenek magnezu w ilości molowo dwukrotnie większej niż ilość kwasu etylenodiaminotetraoctowego znajdującego się w roztworze substratycznym, następnie roztwór odparowuje się w warunkach wrzenia do całkowitego rozpuszczenia tlenku magnezu, odczyn roztworu winien zawierać się w granicach pH 4,3-5,6, roztwór ten chłodzi się korzystnie w warunkach mieszania i wykryształizowuje osad 9 · hydratu etylenodiaminotetraoctanu diamagnezu, tak otrzymany osad separuje się od roztworu pokryształizacyjnego i odmywa wodą, a roztwór pokryształizacyjny zawraca się do etapu odparowania, **znamienny tym**, że stężony gorący roztwór korzystnie zawierający 50% rozpuszczonej soli lub zawiesinę 9 · hydratu etylenodiaminotetraoctanu dimagnezu w wodzie poddaje się reakcji w warunkach mieszania z kwasem solnym korzystnie o stężeniu 7 mol/dm³ w ilości molowo równej użytemu w procesie tlenkowi magnezu po czym zawiesinę poreakcyjną 6 · hydratu etylenodiaminotetraoctanu magnezu w roztworze chlorku magnezu chłodzi się korzystnie w warunkach mieszania i tak otrzymany osad 6 · hydratu etylenodiaminotetraoctanu magnezu separuje się od roztworu pokryształizacyjnego chlorku magnezu i odmywa wodą.

