

Поли(м-фениленизофталамид) синтезируется взаимодействием изофталойл хлорида и м-фенилендиамина в диметилацетамиде (DMAc). Хлорид водорода, побочный продукт реакции, является агрессивным и оказывает неблагоприятное воздействие на полимер. Хлорид водорода может быть удален контактированием раствора с ионообменной смолой в основной форме, приводящим к образованию несодержащего HCl раствора в целом годного для вытягивания. Настоящее изобретение касается регенерации отработанной или истощенной ионообменной смолы.

Настоящее изобретение представляет процесс регенерации матрицы отработанной ионообменной основной смолы в форме соли хлористого водорода и восстановлении раствора, включающий:

а) пропускание регенерирующего раствора, содержащего третичный амин в амидном растворителе, через матрицу для регенерации отработанной смолы и образования амидного раствора соли третичного амина с хлористым водородом;

б) обработку полученного раствора безводным аммиаком для осаждения хлорида аммония и образования раствора, состоящего из третичного амина в амидном растворителе; и

в) отделение регенерирующего раствора от осадка.

Настоящее изобретение касается регенерации слабоосновной ионообменной смолы, которая истощается адсорбцией хлорида водорода. В этом процессе пригодны слабоосновные анионообменные смолы, такие как Amberlyst[®] A-21 (Rohm & Haas, Philadelphia, PA), которые несут функциональные группы в виде третичного амина. Регенерация достигается пропусканием безводного раствора третичного амина, такого как три-н-бутиламин в амидном растворителе, обычно DMAc, через колонку с отработанной смолой, которая находится в HCl-солевой форме. Когда раствор проходит через колонку, HCl снимается с ионообменной смолы, превращая ее обратно в свободную основную форму. HCl образует соль с третичным амином и удаляется безводным амидным раствором. Эффлюент, содержащий гидрохлорид третичного амина в амидном растворителе, затем нейтрализуется безводным аммиаком, и образующийся хлорид аммония удаляется фильтрацией. Фильтрат снова готов к использованию для регенерации матрицы смолы. Содержание фильтрата в растворителе при желании может быть уменьшено низкотемпературной вакуумной перегонкой или другими способами.

Если смола была предварительно обработана раствором полимера, содержащего HCl, то перед обработкой раствором третичного амина желательно пропускать через отработанную смолу безводный DMAc до тех пор, пока эффлюент не станет свободным от оставшего полимера. Затем раствор третичного амина в амидном растворителе пропускается через отработанную смолу до перевода смолы в свободную основную форму. Промывание продолжается до тех пор, пока эффлюент будет содержать незначительные количества или в нем будет отсутствовать вообще соль третичного амина с хлористым водородом. После этого колонка промывается амидным растворителем, и вновь становится пригодной к адсорбции HCl.

Примеры.

Сосуд с рубашкой примерно 10,2 см в диаметре и 30 см в высоту с входным отверстием в верхней части и выпускным отверстием на дне, наполняется на высоту 21 см слабоосновной ионообменной смолой A-21, полученной от Rohm & Haas Co. Эта смола обрабатывается двумя свободными объемами 1,5 N водного раствора гидроксида натрия с последующим отмыванием водой и затем двумя свободными объемами 2 N HCl с последующим промыванием водой до тех пор, пока эффлюент колонки не станет нейтральным. Вышеуказанная процедура обработки повторяется. Следующая за водой промывка колонки осуществляется 5 свободными объемами безводного DMAc для того, чтобы подготовить колонку к безводным неводным условиям.

В трехгорлую колбу с рубашкой объемом 3 л вносится примерно 1000 г 13% твердого раствора полимера поли(м-фениленизофталамида) в DMAc, содержащего около 4% HCl. Колба с рубашкой, содержащая полимер, и сосуд с рубашкой, содержащий смолу, нагреваются на циркулирующей водяной бане при 70°C. Раствор полимера перемешивается и насыщается через входное отверстие содержащего смолу сосуда со скоростью примерно 14 г/мин. Элюент, вытекающий из выпускного отверстия сосуда, содержащего смолу, периодически тестируется на содержание полимера (отбором и тестированием полимера путем осаждения). Как только полимер обнаруживается, эффлюент собирается в отдельную емкость. Полимер собирается до тех пор, пока в эффлюенте обнаруживается очень низкое содержание полимера. Собранный материал представляет собой раствора поли(м-фениленизофталамида) в DMAc.

Безводный DMAc пропускается через смолу до тех пор, пока из эффлюента не исчезнет полимер. Далее, примерно 1800 мл 12% раствора амина (ТВА) в DMAc пропускается через колонку. После того, как весь раствор ТВА пройдет через колонку, колонка промывается 1500 мл DMAc. Эффлюент собирается. Смола теперь находится в свободном от амина состоянии и готова к адсорбции HCl.

Растворитель удаляется из раствора эффлюента ротационным испарением под вакуумом при низкой температуре до тех пор, пока концентрация три-н-бутиламин гидрохлорида не будет определяться как 12% от три-н-бутиламина. Этот раствор обрабатывается примерно 14 г безводного газообразного аммиака, и хлорид аммония выпадает в осадок из раствора. Хлорид аммония отделяется от раствора путем фильтрации. Раствор три-н-бутиламин-DMAc теперь готов к использованию для регенерации матрицы смолы.

Тираж 50 екз.

Відкрите акціонерне товариство «Патент»
Україна, 88000, м. Ужгород, вул. Гагаріна, 101
(03122) 3 – 72 – 89 (03122) 2 – 57 – 03
