

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2865988

СПОСОБ ОБЕССОЛИВАНИЯ ФЕНОЛЬНОЙ СМОЛЫ

Патентообладатель: *Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Санкт-Петербургский горный университет императрицы Екатерины II" (RU)*

Авторы: *Пягай Игорь Николаевич (RU), Габдулхаков Ренат Раилевич (RU), Утенкова Татьяна Геннадьевна (RU), Зубкова Ольга Сергеевна (RU)*

Заявка № 2025129061

Приоритет изобретения 23 октября 2025 г.

Дата государственной регистрации

в Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 13 июля 2026 г.

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает 23 октября 2045 г.

Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

Ю.С. Зубов





ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C07C 37/68 (2026.01)

(21)(22) Заявка: 2025129061, 23.10.2025

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
23.10.2025Дата регистрации:
13.07.2026

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 23.10.2025

(45) Опубликовано: 13.07.2026 Бюл. № 20

Адрес для переписки:

199106, Санкт-Петербург, В.О., 21 линия, 2,
ФГБОУ ВО "СПГУ", Патентно-лицензионный
отдел

(72) Автор(ы):

Пягай Игорь Николаевич (RU),
Габдулхаков Ренат Раилевич (RU),
Утенкова Татьяна Геннадьевна (RU),
Зубкова Ольга Сергеевна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования "Санкт-Петербургский горный
университет императрицы Екатерины II"
(RU)(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: Luo Linglin, et al. Efficient removal
of alkali and alkaline earth metals from biodiesel
using Ion-exchange resin: Performance and
mechanism. // Separation and Purification
Technology. 2023, v. 323, p. 124485. RU 2083546
C1, 10.07.1997. RU 2307824 C2, 10.10.2007. WO
2012170327 A1, 13.12.2012. CN 104411670 B,
20.06.2017.

(54) СПОСОБ ОБЕССОЛИВАНИЯ ФЕНОЛЬНОЙ СМОЛЫ

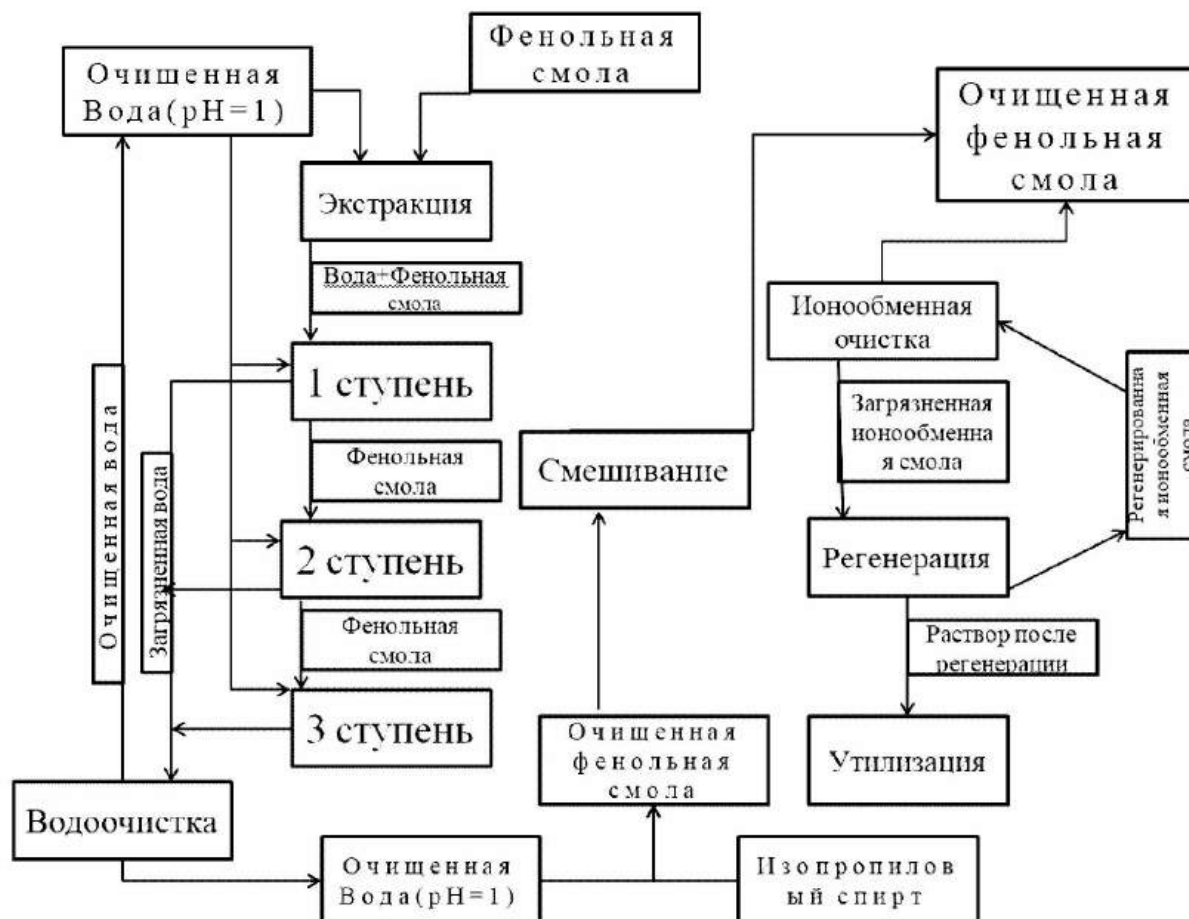
(57) Реферат:

Изобретение относится к разработке способа очистки фенольной смолы от солей щелочных и щелочноземельных металлов, которая может быть использована в качестве сырья для производства технического углерода. В качестве сырья используют фенольную смолу, которую заливают в первый реактор и нагревают до 60-90°C. Воду со значением pH меньше или равно 5 заливают во второй реактор и нагревают до 60-90°C. Подготовленную фенольную смолу и воду со значением pH менее 5 одновременно заливают в экстрактор при следующем соотношении, масс. ч.: фенольная смола : вода от 1:0,5 до 1:2, и непрерывно в течение не менее 5 минут перемешивают при постоянной температуре от 60 до 90°C. Полученную смесь заливают в отстойник и разделяют на загрязненную воду с

растворенными солями натрия и калия, которую отправляют на очистку для повторного использования, и очищенную фенольную смолу, которую смешивают в емкости для смешения с водой со значением pH, равном 5,5 и менее, и изопропиловым спиртом при следующем соотношении компонентов, масс. ч.: фенольная смола : вода : изопропиловый спирт от 1:0,3:0,1 до 1:0,8:0,5. После этого полученную смесь пропускают через катионитную колонку, в которой поддерживают температуру от 50 до 70°C, при этом время контакта смеси с катионитом должно находиться в пределах от 1 до 3 часов. Очищенная фенольная смола в смеси с водой и изопропиловым спиртом поступает в блок регенерации водно-спиртовой смеси с получением водно-спиртовой смеси, которую

после очистки используют повторно, и обессоленной фенольной смолы. Техническим

результатом является повышение эффективности очистки фенольной смолы. 1 ил., 3 табл., 180 пр.



Фиг. 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(52) CPC

C07C 37/68 (2026.01)(21)(22) Application: **2025129061, 23.10.2025**(24) Effective date for property rights:
23.10.2025Registration date:
13.07.2026

Priority:

(22) Date of filing: **23.10.2025**(45) Date of publication: **13.07.2026** Bull. № 20

Mail address:

**199106, Sankt-Peterburg, V.O., 21 liniya, 2, FGBOU
VO "SPGU", Patentno-litsenzionnyj otdel**

(72) Inventor(s):

**Piagai Igor Nikolaevich (RU),
Gabdulkhakov Renat Railevich (RU),
Utenkova Tatiana Gennadevna (RU),
Zubkova Olga Sergeevna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe biudzhethnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniia «Sankt-Peterburgskii gornyi
universitet imperatritsy Ekateriny II» (RU)****(54) METHOD FOR DESALTING PHENOLIC RESIN**

(57) Abstract:

FIELD: chemical production.

SUBSTANCE: invention relates to the development of a method for purifying phenolic resin from alkali and alkaline earth metal salts, which can be used as a raw material for the production of carbon black. Phenolic resin is used as raw material, which is poured into the first reactor and heated to 60-90 °C. Water with a pH value less than or equal to 5 is poured into the second reactor and heated to 60-90 °C. Prepared phenolic resin and water with a pH value of less than 5 are simultaneously poured into the extractor at the following ratio, mass parts: phenolic resin: water from 1:0.5 to 1:2, and continuously stirred for at least 5 minutes at a constant temperature of 60 to 90 °C. The resulting mixture is poured into a settling tank and separated into contaminated water with dissolved sodium and potassium salts, which is sent for

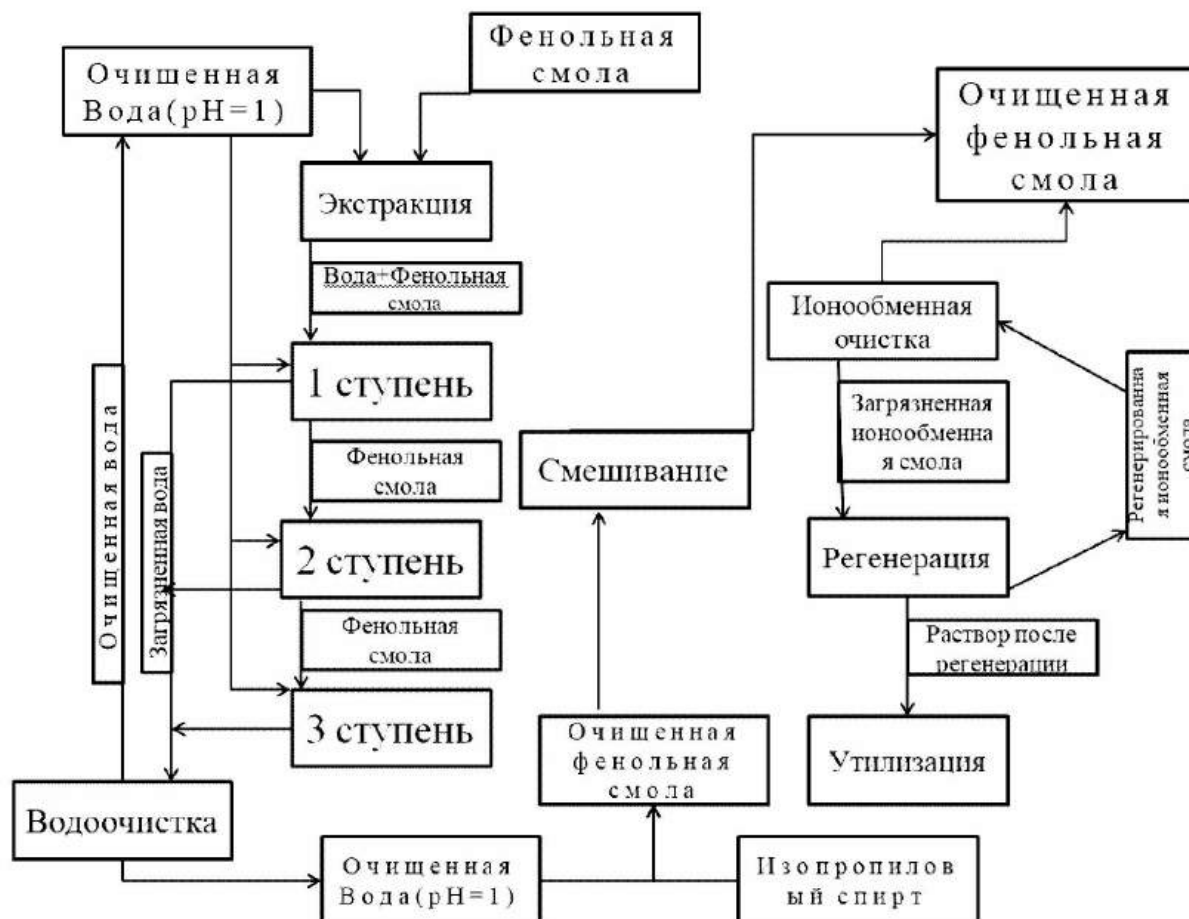
purification for reuse, and purified phenolic resin, which is mixed in a mixing tank with water with a pH value of 5.5 or less and isopropyl alcohol in the following ratio of components, mass parts: phenolic resin: water: isopropyl alcohol from 1:0.3:0.1 to 1:0.8:0.5. After this, the resulting mixture is passed through a cation exchange column, in which the temperature is maintained from 50 to 70 °C, whereas the contact time of the mixture with the cation exchanger should be within the range of 1 to 3 hours. The purified phenolic resin mixed with water and isopropyl alcohol is fed to the water-alcohol mixture regeneration unit to produce a water-alcohol mixture, which is reused after purification, and desalted phenolic resin.

EFFECT: increase in the efficiency of phenolic resin purification.

1 cl, 1 dwg, 3 tbl, 180 ex

RU 2 865 988 C1

RU 2 865 988 C1



Фиг. 1

Изобретение относится к очистке фенольной смолы, являющейся отходом производства фенола и ацетона кумольным методом, в частности к разработке комбинированного метода очистки фенольной смолы от солей щелочных и щелочноземельных металлов комбинированным методом включающим экстрагирование и катионирование, которая в дальнейшем может быть использована в качестве сырья для производства технического углерода.

Известен способ обессоливания фенольной смолы (патент РФ № 2057110, опубл. 1996.03.27), включающий разбавление фенольной смолы водой и диизопропиловым эфиром или изопропилбензолом в мас. отношении смола : эфир : вода, равном 1:0,9:0,6, или смола: изопропил : вода - 1:1,5:0,6 и ведение экстракции водой при 20 – 60 °С в несколько ступеней, причем на одной из промежуточных ступеней добавляют серную кислоту до pH органического слоя не более 7.

Недостатком способа является то, что в фенольную смолу в качестве растворителя добавляют диизопропиловый эфир, который склонен к автоокислению кислородом воздуха с образованием термонестабильных и взрывоопасных гидропероксидов (R-ООН). Это вносит в систему неконтролируемые реакционноспособные соединения, способные инициировать радикальные процессы (окисление, нежелательная сшивка макромолекул смолы), и требует строжайших мер предосторожности.

Известен способ обессоливания фенольной смолы (патент РФ № 2057746, опубл. 1996.04.10), включающий фенольная смола, направляемая на обессоливание фенольная смола, смешивается с диизопропиловым эфиром (ДИПЭ) в соотношении 1:(0,5-1,5) и с частью воды 15-20% от общего количества воды из нижней разделительной зоны экстракционной колонны и поступает в эмульгатор, где интенсивно перемешивается в течение 3-5 мин, а затем разделяется в деэмульгаторе. Время разделения 5-10 мин. Верхний слой из деэмульгатора, содержащий смолу с ДИПЭ, направляется в экстракционную колонну для достижения необходимой степени обессоливания смолы, а нижний слой, содержащий воду с солями, соединяется с экстрактной фазой в нижней разделительной зоне колонны. В экстракционную колонну подается вода, так чтобы соотношение смола-ДИПЭ-вода равнялось 1:(0,5-1,5):(0,3-0,9). Рафинатная фаза, содержащая обессоленную смолу с ДИПЭ, поступает на ректификацию для отгонки ДИПЭ, а экстрактная фаза, содержащая воду, соли и растворенную органику на узел очистки сточных вод.

Недостатком способа является то, что указанное соотношение смола:ДИПЭ:вода - 1:0,5-1,5:0,3-0,9 предполагает использование относительно малого количества воды. Коэффициент распределения солей между органической и водной фазой крайне мал, но для достижения глубокой очистки требуется либо большое количество воды, либо много ступеней экстракции. Данный метод, не обеспечивает глубокого обессоливания <90%, оставляя соли в смоле.

Известен способ обессоливания фенольной смолы и установка для его осуществления (патент РФ № 2454393, опубл. 2012.06.27), способ включает смешение исходных компонентов - фенольной смолы, диизопропилового эфира, воды и концентрированной серной кислоты при температуре 20-60 °С, фазовое разделение смеси на верхний органический слой, представляющий собой смесь обессоленной фенольной смолы с эфиром, и нижний водный слой с последующими отводом водного слоя, дистилляцией эфира из органического слоя и получением обессоленной фенольной смолы, при этом полученный эфир направляют на этап смешения компонентов. Исходные компоненты используют в следующем массовом соотношении: смола : эфир : вода : серная кислота = 1:(0,2-0,6):(0,7-1,0):(0,007-0,018), при этом смешение осуществляют в турбулентном

режиме.

Недостатком способа является то, что интенсификация нежелательных побочных реакций конденсации и сульфирования фенольной смолы под каталитическим действием серной кислоты в условиях турбулентного режима смешения, приводящая к неконтролируемому изменению ключевых физико-химических свойств конечного продукта (молекулярной массы, вязкости, реакционной способности) и снижению его выхода.

Известен способ обессоливания фенольной смолы (авторское свидетельство СССР № 614084, опубл. 14.06.1978), способ состоит в следующем: фенольную смолу перемешивают с раствором 3-30%-ной серной кислоты, взятым в количестве 2-10% от веса загруженного сырья, что обеспечивает pH раствора не более 7 при нагревании до 50-150 °С. Очищенную смолу отделяют от образующегося солевого раствора путём отстаивания. Солевой раствор кристаллизуют при температуре 20-100 °С и pH 4-7, выпавшие кристаллы отделяют от маточного раствора и маточный раствор возвращают в начало процесса.

Недостатком способа является то, низкая эффективность обессоливания и риск гидролиза, так как $\text{pH} \leq 7$ является недостаточно кислым для полного превращения всех солей например, фенолята натрия - $\text{C}_6\text{H}_5\text{ONa}$, в неионогенную, нейтральную форму фенол - $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$, которая остается в органической фазе. Часть солей может остаться неизменной и не перейти в водный рассол, а также при температуре 100-150 °С и в присутствии кислоты сложные эфиры или другие функциональные группы в смоле могут подвергаться гидролизу, что также нежелательно.

Известен способ эффективного удаления щелочных и щелочноземельных металлов из биодизеля с использованием ионообменной смолы (Luo Linglin, Li Fashe, Zhang Huicong, Duan Yaozong, Wang Wenchao. Efficient removal of alkali and alkaline earth metals from biodiesel using Ion-exchange resin: Performance and mechanism. Separation and Purification Technology. Volume 323, 15 October 2023, 124485. <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S138358662301393X>), принятый за прототип, заключающийся в том, сырая биодизельная фракция, получаемая путем переэтерификации масла с целью удаления щелочных и щелочноземельных металлов предварительно подвергается двухступенчатой водной экстракции при перемешивании и комнатной температуре. Полученную смесь отстаивают 30 минут для разделения фаз. После экстрактивной подготовки отделенную от воды биодизельную фракцию направляют на тонкую очистку с применением ионообменных смол. Сначала в стакан заливали 25 мл предварительно обработанной ионообменной смолы и 50 мл биодизеля, после чего устанавливали перемешивание. Затем смесь в стакане перемешивали на водяной бане с постоянной температурой 25 °С для достижения адсорбционного равновесия.

Недостатком способа является то, что метод активации ионообменной смолы является агрессивным химическим воздействием, которое катализирует нежелательные побочные реакции в самом целевом продукте – фенольной смоле. Физические условия процесса не адаптированы для вязких сред, а сама природа фенольной смолы повышает риск необратимого отравления дорогостоящей ионообменной смолы.

Техническим результатом является повышение эффективности очистки фенольной смолы.

Технический результат достигается тем, что в качестве сырья используют фенольную смолу, которую заливают в первый реактор и нагревают до 60-90 °С, при этом воду со значением pH меньше или равно 5 заливают во второй реактор и нагревают до 60-90 °С, далее подготовленные фенольную смолу и воду со значением pH менее 5,

одновременно заливают в экстрактор при следующем соотношении, масс.ч. фенольная смола : вода от 1:0,5 до 1:2, и непрерывно в течение не менее 5 минут перемешивают при постоянной температуре от 60 до 90°C, после этого полученную смесь заливают в отстойник и разделяют на загрязнённую воду с растворёнными солями натрия и калия, которую отправляют на очистку для повторного использования, и очищенную фенольную смолу, которую смешивают в емкости для смешения с водой со значением рН, равным 5,5 и менее, и изопропиловым спиртом при следующем соотношении компонентов, масс. ч., фенольная смола : вода : изопропиловый спирт от 1:0,3:0,1 до 1:0,8:0,5, после этого полученную смесь пропускают через катионитную колонку, в которой поддерживают температуру от 50 до 70°C, при этом время контакта смеси с катионитом должно находиться в пределах от 1 до 3 часов, затем очищенная фенольная смола в смеси с водой и изопропиловым спиртом поступает в блок регенерации водно-спиртовой смеси, с получением водно-спиртовой смеси, которую после очистки используют повторно, и обессоленной фенольной смолы.

Способ обессоливания фенольной смолы, поясняется следующими фигурами:

Фиг. 1 – принципиальная схема комбинированного способа очистки фенольной смолы.

Способ осуществляется следующим образом. Исходная фенольная смола - побочный продукт производства фенола и ацетона, которую (фиг. 1), физико-химические показатели представлены в таблице 1, заливают в первый реактор и нагревают от 60 до 90°C. Воду со значением рН менее 5 заливают во второй реактор и нагревают от 60 до 90°C. Далее фенольную смолу и воду со значением рН менее 5, нагретые от 60 до 90°C, одновременно заливают в экстрактор при следующем соотношении, масс.ч.: фенольная смола:вода от 1:0,5 до 1:2, где непрерывно в течение не менее 5 минут перемешивают при постоянной температуре от 60 до 90°C.

Таблица 1 – Исходное содержание ионов калия и натрия в фенольной смоле

Сырье	Содержание Na ⁺ , ppm	Содержание K ⁺ , ppm
Фенольная смола (до экстрактивной подготовки)	до 1500-2000	до 30-50
Фенольная смола (после экстрактивной подготовки перед подачей на ионообменную очистку)	128	10

Полученную смесь заливают в отстойник и разделяют на загрязнённую воду с растворёнными солями натрия и калия, и очищенную фенольную смолу. Загрязнённую воду с растворёнными солями натрия и калия отводят на очистные сооружения и используют повторно. Очищенную фенольную смолу смешивают в емкости для смешения с водой со значением рН, равным 5,5 и менее, и изопропиловым спиртом при следующем соотношении компонентов, масс. ч.: фенольная смола : вода : изопропиловый спирт от 1:0,3:0,1 до 1:0,8:0,5, после этого полученную смесь переливают в блок тонкой очистки с нисходящим потоком.

Смесь подготовленной фенольной смолы и водно-спиртового раствора пропускают через катионитную колонку, в которой поддерживают температуру от 50 до 70 °C, при этом время контакта смеси с катионитом должно находиться в пределах от 1 до 3 часов.

После очистки на катионите очищенная фенольная смола в смеси с водой и изопропиловым спиртом поступает в блок регенерации водно-спиртовой смеси, где получают водно-спиртовую смесь, которую после очистки используют повторно, и обессоленную фенольную смолу, которая является конечным продуктом и представляет собой вязкую жидкость темно-коричневого или черного цвета. После истощения ресурса

катионита проводят его регенерацию, раствор после регенерации утилизируют.

Способ поясняется следующими примерами.

Примеры 1-5. Фенольную смолу заливают в первый реактор и нагревают до 40 °С.

5 Воду со значением pH менее 5 заливают во второй реактор и нагревают до 40 °С. Далее фенольную смолу и воду со значением pH менее 5, нагретые до 40 °С, одновременно заливают в экстрактор при следующем соотношении, масс.ч.: фенольная смола:вода от 1:0,3 до 1:5, где непрерывно в течение не менее 5 минут перемешивают при постоянной температуре 40 °С. Технологические и режимные параметры экстрактивной подготовки

10 фенольной смолы и результаты по очистке представлены в таблице 2.

Полученную смесь заливают в отстойник и разделяют на загрязнённую воду с растворёнными солями натрия и калия, и очищенную фенольную смолу. Загрязнённую воду с растворёнными солями натрия и калия отводят на очистные сооружения и используют повторно.

15 Примеры 6-10. Фенольную смолу заливают в первый реактор и нагревают до 50 °С. Воду со значением pH менее 5 заливают во второй реактор и нагревают до 50 °С. Далее фенольную смолу и воду со значением pH менее 5, нагретые до 50 °С, одновременно заливают в экстрактор при следующем соотношении, масс.ч.: фенольная смола:вода от 1:0,3 до 1:5, где непрерывно в течение не менее 5 минут перемешивают при постоянной

20 температуре 50 °С. Технологические и режимные параметры экстрактивной подготовки фенольной смолы и результаты по очистке представлены в таблице 2.

Полученную смесь заливают в отстойник и разделяют на загрязнённую воду с растворёнными солями натрия и калия, и очищенную фенольную смолу. Загрязнённую воду с растворёнными солями натрия и калия отводят на очистные сооружения и

25 используют повторно.

Примеры 11-15. Фенольную смолу заливают в первый реактор и нагревают до 60 °С. Воду со значением pH менее 5 заливают во второй реактор и нагревают до 60 °С. Далее фенольную смолу и воду со значением pH менее 5, нагретые до 60 °С, одновременно заливают в экстрактор при следующем соотношении, масс.ч.: фенольная

30 смола:вода от 1:0,3 до 1:5, где непрерывно в течение не менее 5 минут перемешивают при постоянной температуре 60 °С. Технологические и режимные параметры экстрактивной подготовки фенольной смолы и результаты по очистке представлены в таблице 2.

Полученную смесь заливают в отстойник и разделяют на загрязнённую воду с растворёнными солями натрия и калия, и очищенную фенольную смолу. Загрязнённую

35 воду с растворёнными солями натрия и калия отводят на очистные сооружения и используют повторно.

Примеры 16-20. Фенольную смолу заливают в первый реактор и нагревают до 85 °С. Воду со значением pH менее 5 заливают во второй реактор и нагревают до 85 °С. Далее фенольную смолу и воду со значением pH менее 5, нагретые до 85 °С, одновременно заливают в экстрактор при следующем соотношении, масс.ч.: фенольная

40 смола:вода от 1:0,3 до 1:5, где непрерывно в течение не менее 5 минут перемешивают при постоянной температуре 85 °С. Технологические и режимные параметры экстрактивной подготовки фенольной смолы и результаты по очистке представлены

45 в таблице 2.

Полученную смесь заливают в отстойник и разделяют на загрязнённую воду с растворёнными солями натрия и калия, и очищенную фенольную смолу. Загрязнённую воду с растворёнными солями натрия и калия отводят на очистные сооружения и

используют повторно.

Примеры 21-25. Фенольную смолу заливают в первый реактор и нагревают до 90 °С. Воду со значением pH менее 5 заливают во второй реактор и нагревают до 90 °С. Далее фенольную смолу и воду со значением pH менее 5, нагретые до 90 °С,

5 одновременно заливают в экстрактор при следующем соотношении, масс.ч.: фенольная смола:вода от 1:0,3 до 1:5, где непрерывно в течение не менее 5 минут перемешивают при постоянной температуре 90 °С. Технологические и режимные параметры экстрактивной подготовки фенольной смолы и результаты по очистке представлены в таблице 2.

10 Полученную смесь заливают в отстойник и разделяют на загрязнённую воду с растворёнными солями натрия и калия, и очищенную фенольную смолу. Загрязнённую воду с растворёнными солями натрия и калия отводят на очистные сооружения и используют повторно.

Примеры 26-30. Фенольную смолу заливают в первый реактор и нагревают до 98 °С. Воду со значением pH менее 5 заливают во второй реактор и нагревают до 98 °С. Далее фенольную смолу и воду со значением pH менее 5, нагретые до 98 °С, одновременно заливают в экстрактор при следующем соотношении, масс.ч.: фенольная смола:вода от 1:0,3 до 1:5, где непрерывно в течение не менее 5 минут перемешивают при постоянной температуре 98 °С. Технологические и режимные параметры

20 экстрактивной подготовки фенольной смолы и результаты по очистке представлены в таблице 2.

Полученную смесь заливают в отстойник и разделяют на загрязнённую воду с растворёнными солями натрия и калия, и очищенную фенольную смолу. Загрязнённую воду с растворёнными солями натрия и калия отводят на очистные сооружения и

25 используют повторно.

Для оценки влияния температуры на процесс экстрактивной подготовки были проведены экспериментальные исследования при различных соотношениях фенольная смола:вода от 1:0,3 до 1:5 в диапазоне температур от 40 до 98 °С. Эффективность процесса экстрактивной подготовки оценивали по конечному содержанию солей калия и натрия в подготовленной фенольной смоле с помощью метода атомно-эмиссионной

30 спектроскопии.

Результаты экспериментальных исследований, приведенные в таблице 2, показывают, что наиболее эффективно процесс обессоливания проходил в диапазоне температур от 60 до 90 °С при соотношениях смола: вода от 1:0,5 до 1:2. При температурах от 40 до

35 60 °С не достигаются оптимальные значения по содержанию калия и натрия в фенольной смоле, поэтому проведение процесса экстрактивной подготовки в этом диапазоне не рационально. При температурах от 90 до 98 °С начинается процесс испарения воды, что негативно скажется на эффективности процесса обессоливания фенольной смолы. При соотношении фенольная смола:вода 1:0,3 наблюдается низкая эффективность

40 очистки фенольной смолы, а при соотношении фенольная смола:вода 1:5 наблюдается значительное увеличение эффективности процесса экстракции, однако вместе с тем требуется значительные объёмы воды, что не целесообразно.

Таблица 2 – Технологические и режимные параметры экстрактивной подготовки фенольной смолы и результаты по очистке

45

№	Экстрактивная подготовка					
	Т экстракции, °С	Соотношение фенольная смола/вода, масс.ч	Содержание металлов до очистки, ppm		Содержание металлов после очистки, ppm	
			Na ⁺	K ⁺	Na ⁺	K ⁺

5	1	40	1/0,3	2000	50	368,9	32,5
	2	40	1/0,5	2000	50	340,2	22,1
	3	40	1/1	2000	50	330,0	19,5
	4	40	1/2	2000	50	290,1	17,2
	5	40	1/5	2000	50	264,2	14,7
10	6	50	1/0,3	2000	50	354,8	30,4
	7	50	1/0,5	2000	50	338,8	21,6
	8	50	1/1	2000	50	228,2	17,4
	9	50	1/2	2000	50	200,3	12,8
	10	50	1/5	2000	50	195,7	8,8
15	11	60	1/0,3	2000	50	211,0	19,2
	12	60	1/0,5	2000	50	203,6	17,0
	13	60	1/1	2000	50	133,5	13,5
	14	60	1/2	2000	50	64,1	12,9
	15	60	1/5	2000	50	48,3	5,7
20	16	85	1/0,3	2000	50	205,2	17,7
	17	85	1/0,5	2000	50	199,4	15,2
	18	85	1/1	2000	50	127,5	12,7
	19	85	1/2	2000	50	54,6	8,5
	20	85	1/5	2000	50	40,1	4,8
25	21	90	1/0,3	2000	50	206,0	15,9
	22	90	1/0,5	2000	50	192,9	13,4
	23	90	1/1	2000	50	111,0	13,0
	24	90	1/2	2000	50	46,8	6,6
	25	90	1/5	2000	50	30,6	4,1
	26	98	1/0,3	2000	50	208,2	15,3
	27	98	1/0,5	2000	50	170,1	12,9
	28	98	1/1	2000	50	109,3	12,1
	29	98	1/2	2000	50	80,9	8,1
	30	98	1/5	2000	50	49,9	5,1

Примеры 1-30. Предварительно очищенную фенольную смолу смешивают в емкости для смешения с водой со значением pH равным 5,5 и менее и изопропиловым спиртом при следующем соотношении компонентов, масс. ч.: фенольная смола:вода:

30 изопропиловый спирт 1:0,1:0,05, после этого полученную смесь переливают в блок тонкой очистки с нисходящим потоком.

Смесь подготовленной фенольной смолы и водно-спиртового раствора пропускают через катионитную колонку, в которой поддерживают температуру до 20-80 °С, при этом время контакта смеси с катионитом от 0,5 до 6 часов. Технологические и режимные 35 параметры способа обессоливания и результаты по очистке фенольной смолы в блоке тонкой очистки с нисходящим потоком представлены в таблице 3.

После очистки на катионите очищенная фенольная смола в смеси с водой и изопропиловым спиртом поступает в блок регенерации водно-спиртовой смеси, где получают водно-спиртовую смесь, которую после очистки используют повторно, и 40 обессоленную фенольную смолу, которая является конечным продуктом и представляет собой вязкую жидкость темно-коричневого или черного цвета. После истощения ресурса катионита проводят его регенерацию, раствор после регенерации утилизируют.

Примеры 31-60. Предварительно очищенную фенольную смолу смешивают в емкости для смешения с водой со значением pH равным 5,5 и менее, и изопропиловым спиртом при следующем соотношении компонентов, масс. ч.: фенольная смола:вода: 45 изопропиловый спирт 1:0,3:0,075, после этого полученную смесь переливают в блок тонкой очистки с нисходящим потоком.

Смесь подготовленной фенольной смолы и водно-спиртового раствора пропускают

через катионитную колонку, в которой поддерживают температуру до 20-80 °С, при этом время контакта смеси с катионитом от 0,5 до 6 часов. Технологические и режимные параметры способа обессоливания и результаты по очистке фенольной смолы в блоке тонкой очистки с нисходящим потоком представлены в таблице 3.

5 После очистки на катионите очищенная фенольная смола в смеси с водой и изопропиловым спиртом поступает в блок регенерации водно-спиртовой смеси, где получают водно-спиртовую смесь, которую после очистки используют повторно, и обессоленную фенольную смолу, которая является конечным продуктом и представляет собой вязкую жидкость темно-коричневого или черного цвета. После истощения ресурса
10 катионита проводят его регенерацию, раствор после регенерации утилизируют.

Примеры 61-90. Предварительно очищенную фенольную смолу смешивают в емкости для смешения с водой со значением pH равным 5,5 и менее, и изопропиловым спиртом при следующем соотношении компонентов, масс. ч.: фенольная смола:вода:
15 изопропиловый спирт 1:0,4:0,1, после этого полученную смесь переливают в блок тонкой очистки с нисходящим потоком.

Смесь подготовленной фенольной смолы и водно-спиртового раствора пропускают через катионитную колонку, в которой поддерживают температуру до 20-80 °С, при этом время контакта смеси с катионитом от 0,5 до 6 часов. Технологические и режимные
20 параметры способа обессоливания и результаты по очистке фенольной смолы в блоке тонкой очистки с нисходящим потоком представлены в таблице 3.

После очистки на катионите очищенная фенольная смола в смеси с водой и изопропиловым спиртом поступает в блок регенерации водно-спиртовой смеси, где получают водно-спиртовую смесь, которую после очистки используют повторно, и
25 обессоленную фенольную смолу, которая является конечным продуктом и представляет собой вязкую жидкость темно-коричневого или черного цвета. После истощения ресурса катионита проводят его регенерацию, раствор после регенерации утилизируют.

Примеры 91-120. Предварительно очищенную фенольную смолу смешивают в емкости для смешения с водой со значением pH равным 5,5 и менее, и изопропиловым спиртом при следующем соотношении компонентов, масс. ч.: фенольная смола:вода:
30 изопропиловый спирт 1:0,8:0,5, после этого полученную смесь переливают в блок тонкой очистки с нисходящим потоком.

Смесь подготовленной фенольной смолы и водно-спиртового раствора пропускают через катионитную колонку, в которой поддерживают температуру до 20-80 °С, при этом время контакта смеси с катионитом от 0,5 до 6 часов. Технологические и режимные
35 параметры способа обессоливания и результаты по очистке фенольной смолы в блоке тонкой очистки с нисходящим потоком представлены в таблице 3.

После очистки на катионите очищенная фенольная смола в смеси с водой и изопропиловым спиртом поступает в блок регенерации водно-спиртовой смеси, где получают водно-спиртовую смесь, которую после очистки используют повторно, и
40 обессоленную фенольную смолу, которая является конечным продуктом и представляет собой вязкую жидкость темно-коричневого или черного цвета. После истощения ресурса катионита проводят его регенерацию, раствор после регенерации утилизируют.

Примеры 121-150. Предварительно очищенную фенольную смолу смешивают в емкости для смешения с водой со значением pH равным 5,5 и менее, и изопропиловым
45 спиртом при следующем соотношении компонентов, масс. ч.: фенольная смола:вода: изопропиловый спирт 1:1,2:1, после этого полученную смесь переливают в блок тонкой очистки с нисходящим потоком.

Смесь подготовленной фенольной смолы и водно-спиртового раствора пропускают

через катионитную колонку, в которой поддерживают температуру до 20-80 °С, при этом время контакта смеси с катионитом от 0,5 до 6 часов. Технологические и режимные параметры способа обессоливания и результаты по очистке фенольной смолы в блоке тонкой очистки с нисходящим потоком представлены в таблице 3.

После очистки на катионите очищенная фенольная смола в смеси с водой и изопропиловым спиртом поступает в блок регенерации водно-спиртовой смеси, где получают водно-спиртовую смесь, которую после очистки используют повторно, и обессоленную фенольную смолу, которая является конечным продуктом и представляет собой вязкую жидкость темно-коричневого или черного цвета. После истощения ресурса катионита проводят его регенерацию, раствор после регенерации утилизируют.

Для оценки влияния соотношения фенольная смола:вода: изопропиловый спирт на процесс тонкой очистки были проведены экспериментальные исследования при различных соотношениях фенольная смола:вода:изопропиловый спирт от 1:0,1:0,05 до 1:1,2:1, в диапазоне температур от 20 до 80 °С при времени контакта от 0,5 до 6 часов.

Эффективность процесса экстрактивной подготовки оценивали по конечному содержанию солей калия и натрия в подготовленной фенольной смоле с помощью метода атомно-эмиссионной спектрометрии.

Результаты экспериментальных исследований, приведенные в таблице 3, показывают, что наиболее эффективно процесс тонкой очистки проходил в диапазоне температур от 50 до 70 °С при времени контакта от 1 до 3 часов при соотношениях фенольная смола:вода:изопропиловый спирт от 1:0,3:0,075 до 1:0,8:0,5. При температурах от 20 до 50 °С требуется большее время контакта для достижения оптимальных значений по содержанию калия и натрия в фенольной смоле, что значительно повышает нагрузку на катионит и снижает производительность установки. При температурах от 70 до 80 °С повышение эффективности процесса тонкой очистки практически не происходит, кроме того при такой температуре начинается испарение спирта из раствора, что негативно сказывается на процессе очистки фенольной смолы от ионов калия и натрия. Время контакта менее одного часа не достаточно для достижения оптимальных значений по содержанию ионов калия и натрия в фенольной смоле, при времени контакта от 3 до 6 часов происходит значительное увеличение эффективности тонкой очистки, однако вместе с тем значительно снижается производительность.

Таблица 3 – Технологические и режимные параметры способа обессоливания и результаты по очистке фенольной смолы в блоке тонкой очистки с нисходящим потоком

№	Т катионита, °С	Тонкая очистка		Содержание металлов до очистки, ppm		Содержание металлов после очистки, ppm	
		Соотношение фенольная смола/вода/изопропиловый спирт, масс. ч	Время контакта, ч	Na ⁺	K ⁺	Na ⁺	K ⁺
1	20	1/0,1/0,05	0,5	128	10	110,4	11,2
2	40	1/0,1/0,05	0,5	128	10	100,6	10,7
3	50	1/0,1/0,05	0,5	128	10	91,4	9,3
4	65	1/0,1/0,05	0,5	128	10	82,8	8,7
5	70	1/0,1/0,05	0,5	128	10	75,4	7,4
6	80	1/0,1/0,05	0,5	128	10	75,6	7,3
7	20	1/0,1/0,05	1	128	10	93,7	8,2
8	40	1/0,1/0,05	1	128	10	85,7	8,1
9	50	1/0,1/0,05	1	128	10	77,6	7,8
10	65	1/0,1/0,05	1	128	10	70,2	6,7
11	70	1/0,1/0,05	1	128	10	64,2	6,8
12	80	1/0,1/0,05	1	128	10	64,8	6,5
13	20	1/0,1/0,05	3	128	10	73,9	6,2
14	40	1/0,1/0,05	3	128	10	66,9	5,3

RU 2 865 988 C1

5	15	50	1/0,1/0,05	3	128	10	60,3	5,6
	16	65	1/0,1/0,05	3	128	10	55,2	4,8
	17	70	1/0,1/0,05	3	128	10	50,2	4,8
	18	80	1/0,1/0,05	3	128	10	50,3	4,9
	19	20	1/0,1/0,05	5	128	10	71,9	5,2
	20	40	1/0,1/0,05	5	128	10	64,5	5,9
	21	50	1/0,1/0,05	5	128	10	58,2	4,5
	22	65	1/0,1/0,05	5	128	10	53,2	4,9
	23	70	1/0,1/0,05	5	128	10	48,7	3,2
	24	80	1/0,1/0,05	5	128	10	44,1	3,8
10	25	20	1/0,1/0,05	6	128	10	67,9	5,5
	26	40	1/0,1/0,05	6	128	10	61,3	4,8
	27	50	1/0,1/0,05	6	128	10	55,3	4,9
	28	65	1/0,1/0,05	6	128	10	50,3	3,0
	29	70	1/0,1/0,05	6	128	10	46,2	3,8
15	30	80	1/0,1/0,05	6	128	10	42,4	3,7
	31	20	1/0,3/0,075	0,5	128	10	97,9	12,2
	32	40	1/0,3/0,075	0,5	128	10	88,7	11,8
	33	50	1/0,3/0,075	0,5	128	10	80,3	10,8
	34	65	1/0,3/0,075	0,5	128	10	79,8	9,6
	35	70	1/0,3/0,075	0,5	128	10	76,4	8,6
20	36	80	1/0,3/0,075	0,5	128	10	76,0	8,8
	37	20	1/0,3/0,075	1	128	10	79,5	10,8
	38	40	1/0,3/0,075	1	128	10	72,3	9,8
	39	50	1/0,3/0,075	1	128	10	65,7	8,9
	40	65	1/0,3/0,075	1	128	10	60,3	7,1
25	41	70	1/0,3/0,075	1	128	10	58,0	6,1
	42	80	1/0,3/0,075	1	128	10	57,3	6,2
	43	20	1/0,3/0,075	3	128	10	74,1	9,3
	44	40	1/0,3/0,075	3	128	10	67,4	8,5
	45	50	1/0,3/0,075	3	128	10	61,3	7,7
	46	65	1/0,3/0,075	3	128	10	55,7	7,0
30	47	70	1/0,3/0,075	3	128	10	48,5	5,1
	48	80	1/0,3/0,075	3	128	10	47,2	4,7
	49	20	1/0,3/0,075	5	128	10	40,1	4,7
	50	40	1/0,3/0,075	5	128	10	36,4	4,2
	51	50	1/0,3/0,075	5	128	10	33,1	3,9
35	52	65	1/0,3/0,075	5	128	10	30,1	3,5
	53	70	1/0,3/0,075	5	128	10	30,0	3,4
	54	80	1/0,3/0,075	5	128	10	29,4	2,7
	55	20	1/0,3/0,075	6	128	10	36,4	3,5
	56	40	1/0,3/0,075	6	128	10	33,1	3,2
	57	50	1/0,3/0,075	6	128	10	30,1	2,3
40	58	65	1/0,3/0,075	6	128	10	27,3	2,7
	59	70	1/0,3/0,075	6	128	10	24,9	2,4
	60	80	1/0,3/0,075	6	128	10	22,6	2,2
	61	20	1/0,4/0,1	0,5	128	10	50,7	5,9
	62	40	1/0,4/0,1	0,5	128	10	46,3	5,7
45	63	50	1/0,4/0,1	0,5	128	10	41,3	4,5
	64	65	1/0,4/0,1	0,5	128	10	38,2	4,7
	65	70	1/0,4/0,1	0,5	128	10	34,3	4,8
	66	80	1/0,4/0,1	0,5	128	10	33,2	4,5
	67	20	1/0,4/0,1	1	128	10	57,3	3,8
	68	40	1/0,4/0,1	1	128	10	55,3	2,7
	69	50	1/0,4/0,1	1	128	10	53,2	2,8
	70	65	1/0,4/0,1	1	128	10	51,8	3,9
	71	70	1/0,4/0,1	1	128	10	44,7	3,3

RU 2 865 988 C1

5	72	80	1/0,4/0,1	1	128	10	53,2	4,7
	73	20	1/0,4/0,1	3	128	10	45,2	2,4
	74	40	1/0,4/0,1	3	128	10	41,9	2,3
	75	50	1/0,4/0,1	3	128	10	37,0	2,1
	76	65	1/0,4/0,1	3	128	10	33,9	2,3
	77	70	1/0,4/0,1	3	128	10	30,3	2,9
	78	80	1/0,4/0,1	3	128	10	30,6	2,4
	79	20	1/0,4/0,1	5	128	10	29,8	4,9
10	80	40	1/0,4/0,1	5	128	10	26,2	3,6
	81	50	1/0,4/0,1	5	128	10	24,8	3,3
	82	65	1/0,4/0,1	5	128	10	21,2	3,9
	83	70	1/0,4/0,1	5	128	10	19,6	2,3
	84	80	1/0,4/0,1	5	128	10	18,2	2,9
	85	20	1/0,4/0,1	6	128	10	24,5	1,8
	86	40	1/0,4/0,1	6	128	10	22,1	1,9
	87	50	1/0,4/0,1	6	128	10	20,3	1,6
15	88	65	1/0,4/0,1	6	128	10	18,2	1,0
	89	70	1/0,4/0,1	6	128	10	16,2	1,4
	90	80	1/0,4/0,1	6	128	10	15,2	1,9
	91	20	1/0,8/0,5	0,5	128	10	81,1	6,2
	92	40	1/0,8/0,5	0,5	128	10	73,6	5,2
	93	50	1/0,8/0,5	0,5	128	10	66,3	5,9
	94	65	1/0,8/0,5	0,5	128	10	60,1	4,3
	95	70	1/0,8/0,5	0,5	128	10	55,8	4,6
20	96	80	1/0,8/0,5	0,5	128	10	50,2	4
	97	20	1/0,8/0,5	1	128	10	55,7	6,2
	98	40	1/0,8/0,5	1	128	10	52,8	5,2
	99	50	1/0,8/0,5	1	128	10	50,1	5,0
	100	65	1/0,8/0,5	1	128	10	47,3	4,7
	101	70	1/0,8/0,5	1	128	10	45,3	4,0
	102	80	1/0,8/0,5	1	128	10	43,2	3,5
	103	20	1/0,8/0,5	3	128	10	30,3	3,0
30	104	40	1/0,8/0,5	3	128	10	28,3	3,2
	105	50	1/0,8/0,5	3	128	10	27,0	2,2
	106	65	1/0,8/0,5	3	128	10	26,7	2,2
	107	70	1/0,8/0,5	3	128	10	24,9	2,1
	108	80	1/0,8/0,5	3	128	10	23,0	2,3
	109	20	1/0,8/0,5	5	128	10	16,5	2,3
	110	40	1/0,8/0,5	5	128	10	16,0	2,3
	111	50	1/0,8/0,5	5	128	10	15,0	2,3
35	112	65	1/0,8/0,5	5	128	10	14,8	1,3
	113	70	1/0,8/0,5	5	128	10	13,7	1,2
	114	80	1/0,8/0,5	5	128	10	13,7	1,2
	115	20	1/0,8/0,5	6	128	10	11,6	0,7
	116	40	1/0,8/0,5	6	128	10	11,2	0,5
	117	50	1/0,8/0,5	6	128	10	10,3	0,3
	118	65	1/0,8/0,5	6	128	10	10,1	0,3
	119	70	1/0,8/0,5	6	128	10	9,8	0,2
40	120	80	1/0,8/0,5	6	128	10	9,8	0,9
	121	20	1/1,2/1	0,5	128	10	62,1	8,4
	122	40	1/1,2/1	0,5	128	10	59,3	7,4
	123	50	1/1,2/1	0,5	128	10	55,8	7,2
	124	65	1/1,2/1	0,5	128	10	52,8	6,1
	125	70	1/1,2/1	0,5	128	10	48,9	6,2
	126	80	1/1,2/1	0,5	128	10	45,0	5,3
	127	20	1/1,2/1	1	128	10	55,1	5,9
45	128	40	1/1,2/1	1	128	10	52,3	5,0

5	129	50	1/1,2/1	1	128	10	49,3	4,3
	130	65	1/1,2/1	1	128	10	45,9	4,2
	131	70	1/1,2/1	1	128	10	42,7	4,3
	132	80	1/1,2/1	1	128	10	40,9	3,1
	133	20	1/1,2/1	3	128	10	31,4	5,1
10	134	40	1/1,2/1	3	128	10	29,8	4,2
	135	50	1/1,2/1	3	128	10	27,9	4,2
	136	65	1/1,2/1	3	128	10	25,9	4,4
	137	70	1/1,2/1	3	128	10	24,2	3,6
	138	80	1/1,2/1	3	128	10	22,2	3,0
15	139	20	1/1,2/1	5	128	10	24,1	3,6
	140	40	1/1,2/1	5	128	10	23,2	2,9
	141	50	1/1,2/1	5	128	10	22,3	2,9
	142	65	1/1,2/1	5	128	10	20,4	2,6
	143	70	1/1,2/1	5	128	10	19,3	2,7
20	144	80	1/1,2/1	5	128	10	18,1	2,9
	145	20	1/1,2/1	6	128	10	10,3	1,6
	146	40	1/1,2/1	6	128	10	9,3	1,6
	147	50	1/1,2/1	6	128	10	8,2	1,7
	148	65	1/1,2/1	6	128	10	8,2	1,8
	149	70	1/1,2/1	6	128	10	7,1	1,5
	150	80	1/1,2/1	6	128	10	7,2	1,8

20 Способ повышает эффективность очистки фенольной смолы за счет применения оптимальных технологических параметров процессов экстракции и ионообменной очистки фенольной смолы.

(57) Формула изобретения

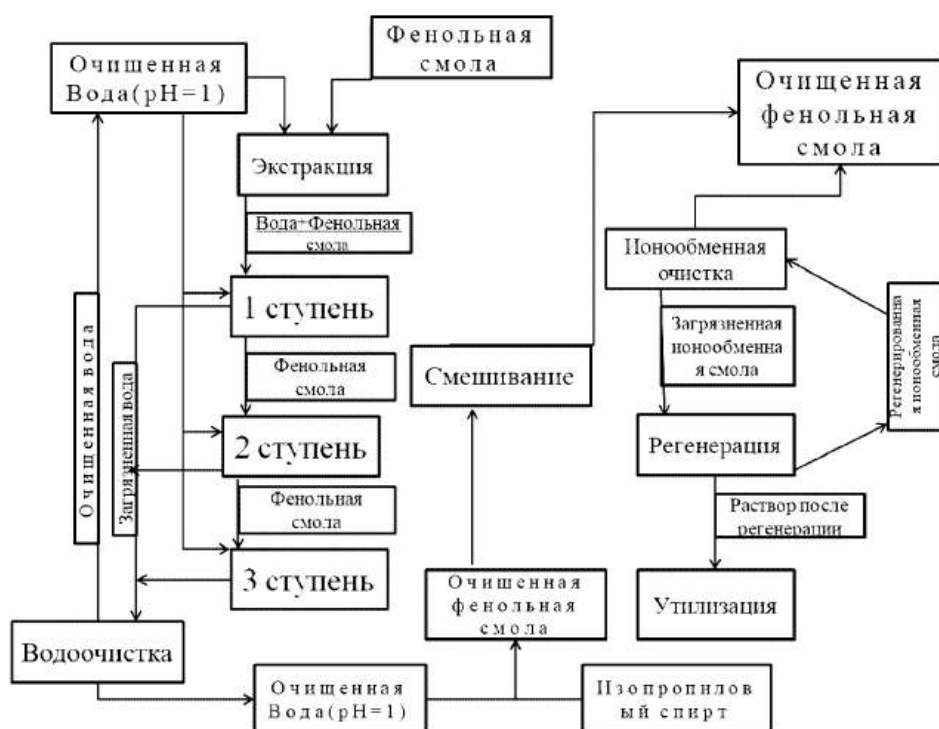
25 Способ обессоливания фенольной смолы, включающий предварительную подготовку сырья водной экстракцией при перемешивании, отстаивание и разделение фаз, тонкую очистку с применением ионообменных смол, отличающийся тем, что в качестве сырья используют фенольную смолу, которую заливают в первый реактор и нагревают до 60-90°C, при этом воду со значением pH, меньшим или равным 5, заливают во второй

30 реактор и нагревают до 60-90°C, далее подготовленные фенольную смолу и воду со значением pH менее 5 одновременно заливают в экстрактор при следующем соотношении, масс. ч.: фенольная смола : вода от 1:0,5 до 1:2, и непрерывно в течение не менее 5 минут перемешивают при постоянной температуре от 60 до 90°C, после этого полученную смесь заливают в отстойник и разделяют на загрязнённую воду с

35 растворёнными солями натрия и калия, которую отправляют на очистку для повторного использования, и очищенную фенольную смолу, которую смешивают в емкости для смешения с водой со значением pH, равным 5,5 и менее, и изопропиловым спиртом при следующем соотношении компонентов, масс. ч.: фенольная смола : вода : изопропиловый спирт от 1:0,3:0,1 до 1:0,8:0,5, после этого полученную смесь пропускают через

40 катионитную колонку, в которой поддерживают температуру от 50 до 70°C, при этом время контакта смеси с катионитом должно находиться в пределах от 1 до 3 часов, затем очищенная фенольная смола в смеси с водой и изопропиловым спиртом поступает в блок регенерации водно-спиртовой смеси с получением водно-спиртовой смеси, которую после очистки используют повторно, и обессоленной фенольной смолы.

45



Фиг. 1