



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 13.XI.1967 (P 123 550)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 10.III.1971

Kl. 29 b, 3/28

MKP D 01 f, 3/30

UKD

Twórca wynalazku: Jan Nawacki

Właściciel patentu: Zakłady Włókien Sztucznych „Wiskord“, Szczecin (Polska)

Sposób regeneracji kąpieli przedzalniczej przy produkcji włókien wiskozowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób regeneracji kąpieli przedzalniczej przy produkcji włókien wiskozowych.

Powstający w procesie formowania włókien wiskozowych siarczany sodu musi być z kąpieli przedzalniczej wydzielony. W stosowanym dotychczas w przemyśle wiskozowym metodach rozdzielanie siarczany cynku od siarczany sodu uzyskiwano przez wykorzystanie różnicy rozpuszczalności tych soli w niskich temperaturach. Metodę tę stosuje się w skali przemysłowej do regeneracji kąpieli przedzalniczej o niskim stężeniu siarczany cynku w stosunku do siarczany sodu. Siarczany sodu wydziela się jako sól dziesięciowodną przez ochłodzenie kąpieli do temperatury około 10°C. Stosowanie tej metody w przypadku kąpieli o dużej zawartości siarczany cynku i niskiej zawartości siarczany sodu ma szereg istotnych wad np.: do krystalizacji trzeba kierować duże objętości kąpieli przedzalniczej, należy odprowadzać duże ilości ciepła w zakresie temperatur poniżej 10°C, wydajność procesu maleje wraz ze wzrostem stężenia siarczany cynku w kąpieli, zwiększają się straty siarczany cynku wskutek współwytrącania się go razem z solą glauberską, a sól glauberska drobnokrystaliczna zanieczyszczona siarczanem cynku i kwasem siarkowym stanowi praktycznie beużyteczny odpad.

Celem wynalazku jest przeprowadzenie regeneracji kąpieli przedzalniczej w dogodniejszym zakresie temperatur niż dotychczas stosowane i uniknięcie wyżej wymienionych wad.

Sposób regeneracji kąpieli przedzalniczej według wy-

2

nalazku polega na wydzieleniu z roztworu soli podwójnej o wzorze $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot \text{ZnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Zatężenie prowadzi się wielostopniowo w sposób ciągły lub okresowy pod próżnią w temperaturze 50—60°C, w zależności od wysokości uzyskanej próżni. Wydzieloną sól podwójną zwraca się do zasilania kąpieli przedzalniczej w siarczany cynku, a kąpiel po krystalizacji soli podwójnej zadaje się stężonym kwasem siarkowym w celu wydzielenia siarczany sodu w postaci kwaśnego siarczany sodu lub przesyła się ją do wzmocnienia kąpieli o niskiej zawartości siarczany cynku. W zależności od składu kąpieli po krystalizacji soli podwójnej i ilości dodanego kwasu siarkowego można uzyskać wytrącenie z regenerowanego roztworu ponad 80% siarczany sodu w postaci krystalicznego kwaśnego siarczany sodu zawierającego około 0,2% siarczany cynku. Zawartość siarczany cynku można jeszcze obniżyć przez przemycie wodą. Kąpiel po krystalizacji kwaśnego siarczany sodu wzbogaconą kwasem siarkowym i zawierającą w roztworze siarczany cynku zwraca się do wzmocniania kąpieli przedzalniczej.

Sposób według wynalazku stosuje się do regeneracji kąpieli przedzalniczych o ciężarze właściwym 1,05 do 1,45 zawierających kwas siarkowy, siarczany cynku i siarczany sodu w stosunku wagowym od 1 : 1 : 2 do 2 : 1 : 12.

Przykład. Kąpiel przedzalniczą o ciężarze właściwym 1,230 o stosunkach wagowych poszczególnych składników $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{ZnSO}_4 : \text{Na}_2\text{SO}_4$ jak 1 : 1 : 3 kieruje się do próżniowego warkana krystalizacyjnego, gdzie w temperaturze 60°C po odparowaniu nadmiaru wody wykrystalizowuje sól podwójna o wzorze $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot \text{ZnSO}_4$.

. $4\text{H}_2\text{O}$. Po oddzieleniu soli podwójnej przez dekantację otrzymuje się kąpiel o ciężarze właściwym 1,430 o stosunkach wagowych poszczególnych składników H_2SO_4 : ZnSO_4 : Na_2SO_4 jak 6 : 1 : 12. Z tej kąpeli po zadaniu stężonym kwasem siarkowym o gęstości 1,83, w stosunku objętościowym jak 1 : 4 (to jest 1 objętość kwasu na 4 objętości kąpeli) po wymieszaniu i ochłodzeniu roztworu do temperatury 30°C wtrąca się kryształiczny kwaśny siarczan sodu w ilości 80% pierwotnej zawartości siarczanu sodu w regenerowanej kąpeli. Wydzielony kwaśny siarczan sodu oddziela się od roztworu na wirówce.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób regeneracji kąpeli przędzalniczej przy produkcji włókien wiskozowych, **znamienny tym**, że z kąpeli przędzalniczej o ciężarze właściwym 1,05 do 1,45, zawierającej kwas siarkowy, siarczan cynku i siarczan sodu w stosunku wagowym od 1: 1 : 2 do 2 : 1 : 12 wydziela się przez odparowanie sól podwójną o wzorze Na_2SO_4 . ZnSO_4 . $4\text{H}_2\text{O}$, a następnie po oddzieleniu tej soli dodaje się kwasu siarkowego, chłodzi o oddziela wykryształizowany kwaśny siarczan sodowy o wzorze NaHSO_4 . H_2O .