



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

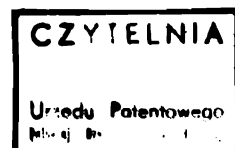
Int. Cl.³ D01F 13/02
B01D 11/04

Zgłoszono: 02.07.80 (P. 225446)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 22.05.81

Opis patentowy opublikowano: 15.12.1983



Twórcy wynalazku: Jerzy Perka, Edward Mularczyk, Krystyna Rutkowska,
Władysław Nadwodnik, Jerzy Napłoszczyc, Jerzy Skoracki

Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Wrocławska, Wrocław;
Zakłady Włókien Wiskozowych „Chemiteks-Wistom”,
Tomaszów Mazowiecki (Polska)

Sposób usuwania cynku (Zn^{++}) ze zużytych kąpeli przedzalnicznych i płuczących

Przedmiotem wynalazku jest sposób usuwania cynku ze zużytych kąpeli przedzalnicznych i płuczących, które stosuje się przy produkcji włókien wiskozowych.

Według znanego dotychczas sposobu cynk w postaci siarczanu cynku występującego obok siarczanu sodu usuwa się ze zużytych roztworów przedzalnicznych przez zateżnianie ich. W wyniku tego procesu zmniejsza się objętość zużytych kąpeli i wypada z nich w postaci krystalicznej siarczan sodu, który znanymi metodami oddziela się od roztworu. Roztwór zaś, zawierający tylko cynk w postaci siarczanu cynku zawraca się do następnej kąpeli.

Niedogodnością sposobu jest niemożność zastosowania go do zużytych kąpeli płuczących o małej zawartości cynku, zaś odprowadzenie ich do ścieków powoduje straty cynku oraz ujemnie wpływa na sferę biologiczną oczyszczalni ścieków.

Sposób według wynalazku polega na tym, że kąpiel zawierającą cynk poddaje się ekstrakcji za pomocą kwasów dwualkilofosforowych o ilości węgla w rodniku alkilowym od C_8 do C_{12} , a zwłaszcza kwasu dwu(2-etyloheksylo)fosforowego (D2EHPA) lub mieszaniny kwasów dwu(2-etyloheksylo)fosforowego i mono-2-etyloheksylofosforowego (M2EHPA) rozpuszczonych w węglowodorach alifatycznych, zwłaszcza nafcie, w temperaturze pokojowej przez czas zapewniający uzyskanie stanu równowagi. W wyniku tego procesu otrzymuje się ekstrakt organiczny zawierający cynk i wodny rafinat o minimalnej zawartości cynku.

Zasadnicze korzyści techniczne wynikające ze stosowania sposobu według wynalazku polegają na tym, że stosuje się go także do kąpeli o małym stężeniu cynku i że prowadzony jest w fazie ciekłej w urządzeniach służących do ekstrakcji cieczy cieczą o ogólnie znanej konstrukcji.

Sposób według wynalazku przedstawiony jest w przykładach wykonania.

Przykład I. W kolbie okrągłodennej o pojemności 500 cm^3 umieszcza się 60 cm^3 kąpeli o zawartości $0,280\text{ g/dm}^3$ siarczanu cynku i 1 g/dm^3 siarczanu sodu i dodaje się 120 cm^3 roztworu 25-procentowego kwasu dwu(2-etyloheksylo)fosforowego w nafcie. Zawartość kolbki miesza się za pomocą mieszadła mechanicznego przy 500 obr/min w ciągu 5 minut i pozostawia do rozdzielania

faz na przeciąg 10 minut. W wyniku procesu otrzymuje się około 60 cm³ rafinatu o stężeniu siarczaniu cynku wynoszącym około 0,00056 g/dm³ oraz około 120 cm³ ekstraktu o średnim stężeniu siarczaniu cynku około 0,279 g/dm³.

Przykład II. W kolbie okrągłodennej o pojemności 500 cm³ umieszcza się 60 cm³ kąpieli o zawartości 0,280 g/dm³ siarczaniu cynku, 20 g/dm³ kwasu siarkowego i 1 g/dm³ siarczaniu sodowego i dodaje się 120 cm³ roztworu 25% kwasu dwu(2-etyloheksylo)-fosforowego w nafcie. Zawartość kolbki miesza się za pomocą mieszadła mechanicznego przy 500 obr/min w ciągu 5 minut i pozostawia do rozdzielania faz na przeciąg 10 minut. W wyniku procesu otrzymuje się około 60 cm³ rafinatu o stężeniu siarczaniu cynku wynoszącym około 0,098 g/dm³ oraz około 120 cm³ ekstraktu o średnim stężeniu siarczaniu cynku około 0,18 g/dm³.

Przykład III. W kolbie okrągłodennej o pojemności 500 cm³ umieszcza się 60 cm³ kąpieli o zawartości 0,280 g/dm³ siarczaniu cynku, 0,050 g/dm³ kwasu siarkowego i 1 g/dm³ siarczaniu sodowego, i dodaje się 120 cm³ roztworu 25% mieszaniny kwasów dwu(2-etyloheksylo)-fosforowego i mono-2-etyloheksylofosforowego o składzie odpowiednio 50,1% oraz 47,2% w nafcie. Zawartość kolbki miesza się przy 500 obr/min w ciągu 5 minut i pozostawia do rozdzielania faz na przeciąg 10 minut. W wyniku procesu otrzymuje się około 60 cm³ rafinatu o stężeniu siarczaniu cynku wynoszącym około 0,00112 g/dm³ oraz około 120 cm³ ekstraktu o średnim stężeniu siarczaniu cynku około 0,278 g/dm³.

Przykład IV. W kolbie okrągłodennej o pojemności 500 cm³ umieszcza się 60 cm³ kąpieli o zawartości 0,280 g/dm³ siarczaniu cynku, 0,5 g/dm³ kwasu siarkowego i 1 g/dm³ siarczaniu sodowego i dodaje się 120 cm³ roztworu 25% kwasu dwudodecylofosforowego w nafcie. Zawartość kolbki miesza się przy 500 obr/min w ciągu 5 minut i pozostawia do rozdzielania faz na przeciąg 10 minut. W wyniku procesu otrzymuje się około 60 cm³ rafinatu o stężeniu siarczaniu cynku wynoszącym około 0,0014 g/dm³ oraz około 120 cm³ ekstraktu o średnim stężeniu siarczaniu cynku około 0,278 g/dm³.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób usuwania cynku (Zn⁺⁺) ze zużytych kąpieli przedzalniczych i płuczających, **znamienny tym**, że kąpiel o zawartości kwasu siarkowego od 0 do 20 g/dm³ poddaje się temperaturze pokojowej ekstrakcji roztworem kwasu dwualkilofosforowego o ilości węgla w rodniku alkilowym od C₃ do C₁₂ w rozpuszczalniku, który stanowią węglowodory alifatyczne, korzystnie nafta, po czym znaną metodą rozdziela się fazę wodną od fazy organicznej zawierającej cynk.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosuje się kwas dwu(2-etyloheksylo)fosforowy.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosuje się mieszaninę kwasów dwu(2-etyloheksylo)fosforowego i mono-2-etyloheksylofosforowego.