

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 20.IV.1961 (P 96 291)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 30.IV.1964

Kl. 29 b 3/65

MKP D 01 f 7/08

UKD

BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Właściciel patentu: Courtaulds Limited, Londyn (Wielka Brytania)

Sposób oczyszczania roztworu nieorganicznego tiocyjanianu,
który był stosowany jako rozpuszczalnik do przedzenia
poliakrylonitrylu

1

Wynalazek dotyczy sposobu oczyszczania roztworu nieorganicznego tiocyjanianu, który był stosowany jako rozpuszczalnik do przedzenia poliakrylonitrylu. Przez „poliakrylonitryl” rozumie się homopolimery akrylonitrylu, a także kopolimery zawierające co najmniej 80% wagowo jednostek akrylonitrylowych. Kopolimery mogą być produktami kopolimeryzacji akrylonitrylu z innymi monomerami, takimi jak styren, akrylan metylu, kwas itakonowy, kwas metyloallilosulfonowy i jego sole, octan winylu i winylopirydyna. Sposób według wynalazku stosuje się korzystnie do kopolimerów zawierających 90—95% wagowo jednostek akrylonitrylowych.

Proponowano już prażyć roztwór poliakrylonitrylu w stężonym wodnym roztworze soli, np. nieorganicznego tiocyjanianu, w kąpeli koagulacyjnej składającej się z roztworu wodnego tej samej soli. Wyczerpaną kąpiel przedzalnica można w sposób ciągły usuwać i stężyć tak, żeby umożliwić ponowne stosowanie jej jako rozpuszczalnika do poliakrylonitrylu. Zawracanie rozpuszczalnika w ten sposób prowadzi jednak do powstawania zanieczyszczeń w rozpuszczalniku, które wpływają na zmniejszenie zdolności barwienia włókna.

Sposób według wynalazku usuwa te niedogodności. Sposób ten polega na oczyszczaniu roztworu nieorganicznego tiocyjanianu, który był stosowany jako rozpuszczalnik do przedzenia poli-

2

akrylonitrylu. Oczyszczanie osiada się usuwając jony siarczanowe z roztworu drogą przeprowadzania go przez stałe złoża zawierające związek baru o bardzo niskiej rozpuszczalności, korzystnie przez złoża zawierające węglan baru.

Wyrażenie „wyczerpany rozpuszczalnik” oznacza ciecz, która była stosowana jako rozpuszczalnik w przedzeniu poliakrylonitrylu. Ciecz może być znacznie rozcieńczona w wyniku operacji przedzenia i wymaga stężenia przed ponownym użyciem jako rozpuszczalnika polimeryzacji. Sposobem według wynalazku można oczyszczać rozpuszczalnik albo w stanie rozcieńczonym albo po stężeniu go, lecz korzystniej jest stosować stężony roztwór ze względu na mniejszą ilość cieczy, która ma być traktowana.

Proces oczyszczania według wynalazku można przyspieszyć prowadząc go w podwyższonej temperaturze np. w temperaturze 35°C, lecz zadawajające oczyszczanie uzyskuje się nawet w temperaturze pokojowej. Ogrzewania rozpuszczalnika do podwyższonej temperatury można uniknąć, gdy jest on jeszcze gorący ze stadium stężenia.

Wynalazek jest bliżej objaśniony w następujących przykładach:

Przykład I. Wodny roztwór zawierający 55% tiocyjanianu sodowego i 0,131% siarczanu sodowego rozdzielono na próbki po 100 ml, które mieszano w sposób ciągły podczas różnych okresów

czasu, w różnych temperaturach i z różnymi ilościami stałego węglanu barowego. Stężenia siarczanu sodowego w utworzonych traktowanych roztworach podaje następująca tablica:

Temperatura	45°C		65°C		80°C	
Czas /godziny	1	3	1	3	1	3
0,1g BaCO ₃	0,115	0,101	0,102	0,094	0,103	0,090
0,5g BaCO ₃	0,060	0,028	—	—	—	—
1g BaCO ₃	0,029	0,011	—	—	—	—

Przykład II. (a). Wytwarzanie złoża z węglanu baru. 20 g Metasilu (ziemia krzemkowa) nasycą się w eksykatorze w próżni 100 ml 10%-owego roztworu wodnego uwodnionego chlorku barowego BaCl₂·2H₂O. Stały produkt odsączono po czym nasycono w tych samych warunkach 100 ml 10%-owego wodnego roztworu węglanu sodowego. Metasil znowu oddzieli się od nadmiaru cieczy przez odsączenie, przemywa wodą i suszy w 80°C.

5 g próbkę złoża z Metasilu i węglanu barowego przeniesiono do lejka szklanego z dnem porowatym o 20 mm średnicy, w postaci jednolitej warstwy. W ten sposób przygotowane złożo stosowano w następujących cieczach.

(b) Traktowanie rozpuszczalnika wyczerpanego. Wodny roztwór zawierający 54,5% tiocyjanianu sodowego i 0,189% siarczanu sodowego przeprowadzano w sposób ciągły z szybkością przepływu 185 ml/godzinę w temperaturze 45°C przez złożo z węglanu baru przygotowane w sposób wyżej opisany. Stwierdzono, że próbka cieczy po przejściu pierwszych 115 ml, zawiera 0,068% siarczanu sodowego, podczas gdy ostatnie 184 ml próbki, która w sumie stanowiła 557 ml cieczy, zawierała

0,183%. W tym stanie złożo regenerowano jak niżej opisano.

W dalszym doświadczeniu, identyczny roztwór przeprowadzano przez świeże złożo w tej samej temperaturze lecz z szybkością przepływu 340 ml/godzinę. Pierwsze 162 ml cieczy, która przeszła zawierało 0,089% siarczanu sodowego; ostatnie 174 ml próbki, która w sumie wynosiła 1178 ml cieczy, zawierało 0,181%.

W trzecim doświadczeniu, w którym temperatura roztworu wynosiła tylko 25°C, a szybkość przepływu 175 ml/godzinę, pierwsze 89 ml cieczy, która przeszła przez złożo wynosiło jak stwierdzono 0,116% siarczanu sodowego, więc stężenie jonu siarczanu w roztworze stopniowo zmniejszało się, lecz nie tak wydajnie jak w temperaturze 45°C.

(c) Regeneracja złoża.

Wyczerpane złożo z Metasilu i węglanu baru, które pobrało 0,228 g siarczanu sodowego regeneruje się w znacznym stopniu przez przeprowadzenie przez złożo 8.7 g węglanu sodowego, w postaci 2%-owego roztworu wodnego. Otrzymuje się ze złoża w sumie 0,183 g siarczanu sodowego. Złożo przemywa się wodą, a następnie wodny roztwór tiocyjanianu sodowego, zawierający siarczan sodowy przeprowadza się przez złożo aż do jego wyczerpania. Tym razem usunięto z roztworu 0,14 g siarczanu sodowego.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oczyszczania roztworu nieorganicznego tiocyjanianu, który był stosowany jako rozpuszczalnik do przedzenia poliakrylonitrylu, znamieny tym, że jony siarczanowe usuwa się z roztworu przeprowadzając go przez stałe złożo zawierające związek baru o bardzo niskiej rozpuszczalności.
2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że stosuje się stałe złożo zawierające węglan baru.