

(19) DANMARK



PATENTDIREKTORATET  
TAASTRUP

(12) FREMLÆGGELSESSKRIFT

(11) 157353 B

(21) Patentansøgning nr.: 5523/80

(51) Int.Cl.<sup>4</sup>

B 01 J 49/00

(22) Indleveringsdag: 23 dec 1980

C 13 D 3/14

(41) Alm. tilgængelig: 29 jun 1981

(44) Fremlagt: 27 dec 1989

(86) International ansøgning nr.: -

(30) Prioritet: 28 dec 1979 NL 7909337

(71) Ansøger: \*AKZO N.V.; IJssellaan 82; 6826 DW Arnhem, NL

(72) Opfinder: Wilhelmus \*Pannekeet; NL

(74) Fuldmægtig: Kontor for Industriel Eneret

(54) Fremgangsmåde til regeneration af en ionbytter

(56) Fremdragne publikationer

DE pat. nr. 1104460

FR pat. nr. 1404591, 2190918, 2272174

GB pat. nr. 628748

(57) Sammendrag:

5523-80

Fremgangsmåde til regeneration af en sorbent.

Regeneration af en sorbent, navnlig af en ionbytter der bruges til udvinding, isolering eller produktion af sukker, sker ved hjælp af en regenerationsopløsning der indeholder mindst 20 meq/l alkalimetahydroxyd eller hydroxyd af et jordalkalimetall med atomnummer mindst 20, samt mindst 1 vægt% af et monosakkarid eller disakkarid. Fremgangsmåden egner sig bl.a. til blødgøring af postevand.

Det opnås at der ikke behøver tilsætning af vand for at gennemføre regenerationen og at der ikke opstår nogen problemer med bortledning af natrium- eller kaliumsalte anvendt til regenerationen.

DK 157353 B

Den foreliggende opfindelse angår en fremgangsmåde til regeneration af en ionbytter ved hjælp af en alkalisk vandig opløsning indeholdende et monosakkarid og/eller disakkarid. Selv om fremgangsmåden, der er ejendommelig ved det i krav 1's kendetegnende del angivne, kan anvendes på alle slags ionbyttere og på mange forskellige områder er den særlig velegnet til anvendelse på ionbyttere som anvendes til udvinding, isolation eller produktion af sukker i roesukkerindustrien.

Roesukker vindes i almindelighed ved at man skærer roerne i skiver og ekstraherer sukkerindholdet med varmt vand, hvilket fører til en mørkfarvet rå sukkeropløsning som indeholder 10-15 vægt% sukker. Den rå sukkeropløsning renses ved tilsætning af kalk og påfølgende udfældning af de opløselige calciumforbindelser og urenhederne deri som calciumkarbonat ved trinvis indføring af kuldioxyd (karbonisering). Den tynde saft der vindes efter filtrering har et restindhold på omkring 40-150 mg/l calcium, regnet som calciumoxyd. Denne calciummængde kan derefter fjernes ved hjælp af en stærkt sur kationbytter i  $\text{Na}^+$ -formen. Som resultat heraf vil der ikke ske nogen afsætning af calciumforbindelser i evaporatoren når man foretager koncentration ved inddampning af den tynde saft. Den sædvanlige regeneration af den med calcium belastede kationbytter under anvendelse af stort overskud af natriumklorid, fx i en mængde der er fem gange så stor som mængden af det absorberede calcium (udtrykt i ækvivalenter) betragtes imidlertid i stigende grad som en ulempe fordi denne frembyder et alvorligt miljøproblem. Et andet problem er at kolonnen til den faktiske regeneration først må afsødes med vand for at nedsætte sukkertabet til et minimum. Og også efter regenerationen må kolonnen på ny udvaskes og afsødes. Disse nødvendige behandlinger fører til yderligere vandforbrug og til en fortynding af tyndsafte, hvilket medfører yderligere varmekonsum i inddampningstrinnene. Det er opfindelsens formål, der opfyldes ved den foreliggende fremgangsmåde, at tilvejebringe en fremgangsmåde til regeneration af ionbytteren på en sådan måde at man ikke behøver at tilsætte no-

get vand ved noget trin af processen, og således at der ikke længer er behov for anvendelse af det skadelige natriumklorid.

Efter afkalkningen kan tyndsafteften eventuelt yderligere demineraliseres ved successive behandlinger med en stærkt sur kationbytter i  $H^+$ -formen og en svagt basisk anionbytter i den frie baseform, hvilket fører til fjernelse af ca. 90% af de ikke-sukker-materialer, hovedsagelig kationer og anioner, som er indeholdt i tyndsafteften. På grund af denne sidstnævnte behandling kan krystallisationen af sukker fra den koncentrerede tyndsafteften udføres hurtigere og med højere udbytter end ellers.

I praksis udføres regenerationen af en svagt basisk anionbytter ved hjælp af en opløsning af natriumhydroxyd eller ammoniak. Under anvendelse af ammoniak behøves der yderligere regeneration med natriumhydroxyd for at forhindre nedsættelse af anionbytterens kapacitet. Ulemper herved er imidlertid at natriumhydroxydet er forholdsvis kostbart og at anvendelse af ammoniak bevirker et alvorligt spildevandsproblem. Et led i opfindelsens formål er det derfor at undgå anvendelse af natriumhydroxyd og ammoniak ved at anvende et regenerationsmiddel som er forholdsvis billigt og som desuden ikke giver anledning til noget spildevandsproblem.

For at undgå dannelse af invertersukker under den trinvis inddampning af tyndsafteften må pH holdes på en tilstrækkelig høj værdi. Til dette formål er det fx muligt at tilsætte natriumhydroxyd. Indførelse på denne måde af alkalimetallioner fører imidlertid til nedsættelse af udbyttet af sukkerkrystaller. Indførelse af sådanne metallioner kan undgås ved at man anvender en stærkt basisk anionbytter i  $OH^-$ -formen, der i almindelighed er af type II. I praksis udføres regenerationen også i så fald under anvendelse af det forholdsvis kostbare natriumhydroxyd. Også i dette tilfælde kan der i kraft af opfindelsen anvendes et langt mindre kostbart regenerationsmiddel.

Ved udvinding af sukkerkrystaller underkastes tyndsafteften, der kan være forbehandlet eller ikke forbehandlet, en række inddampningstrin og der vindes en tyk saft med et sukkerindhold på ca. 65 vægt%. Denne tyksaft underkastes i almindelighed tre successive krystallisationstrin. Udbyttet af

sukkerkrystaller i det sidste trin kan forøges på billig måde ved fuldstændig eller partiel udskiftning af de monovalente kationer med divalente kationer ved hjælp af en kationbytter (Quentin-processen). Også i dette tilfælde giver fremgangsmåden ifølge opfindelsen en regenerationsmetode ved hvilken pro-  
5 blemet med spildevand nedsættes.

Endelig opnås der i det sidste trin af krystallisatio-  
nen en moderlud, navnlig en melasse, for hvilken det ikke  
langer er muligt på økonomisk måde at udvinde sukkerkrystal-  
10 ler.

Fremgangsmåden ifølge opfindelsen er ejendommelig ved at regenerationsopløsningen indeholder mindst 0,2-4 eq/l (ækvivalenter pr. liter) af et alkalimetahydroxyd og/eller et hydroxyd af et jordalkalimetal med et atomnummer på mindst  
15 20 samt mindst 1 vægt% mono- og/eller disakkarid.

Det foretrækkes som alkalimetahydroxyd at bruge det almindeligt anvendte natriumhydroxyd og som hydroxyd af et jordalkalimetal at bruge det meget billige calciumhydroxyd. Det foretrækkes at sidstnævnte forbindelse er fremstillet  
20 ved tilsætning af calciumoxyd til en opløsning af mono- og/el-  
ler disakkaridet.

Ifølge opfindelsen skal alkalimetahydroxydet og/el-  
ler jordalkalimetahydroxydet være til stede i en mængde på  
0,2-4 eq/l, navnlig i en mængde på 0,5-2 ækvivalenter pr. l.

Ifølge opfindelsen indeholder regenerationsopløsningen  
25 også mindst 1 vægt% mono- og/eller disakkarid og fortrinsvis  
en mængde mellem 5 vægt% og den mængde der bestemmes af sakka-  
ridets opløselighed. Som eksempler på egnede monosakkarider  
kan nævnes fruktose og glukose. Eksempler på egnede disakkarider  
30 er bl.a. laktose, maltose, cellobiose og navnlig sakkarose.  
Sakkarose vil naturligvis altid foretrækkes til anvendelse  
når fremgangsmåden ifølge opfindelsen anvendes på ionbyttere  
der har været anvendt i roesukkerindustrien. Det foretrækkes  
at den vandige regenerationsopløsning indeholder 5-75 vægt%  
35 sakkarose.

Fremgangsmåden ifølge opfindelsen er baseret på den om-  
ständigkeit at hydroxyder af jordalkalimetaller med atomnummer  
mindst 20, nemlig hydroxyderne af kalcium, barium og strontium,  
udviser stærkt forøget opløselighed i en vandig opløsning in-  
5 deholdende mindst 1 vægt% monosakkarid og/eller disakkarid.  
Som følge heraf kan disse hydroxyder af jordalkalimetaller  
holdes i opløsning i forholdsvis store mængder. Det antages  
at dette sandsynligvis kan tilskrives dannelse af et opløseligt  
komplex i form af det specielle jordalkalimetalsakkarat.

10 En praktisk udførelsesform for opfindelsen tillader fx  
regeneration af en kalciumbelastet kationbytter ved hjælp af  
en opløsning af natriumhydroxyd i tyndsaft. Tilstedeværelse  
af sakkarosen gør det muligt at undgå udfældning af kalcium-  
hydroxyd. Eksempler på andre udførelsesformer for fremgangs-  
15 måden er regeneration af en anionbytter som er belastet med  
anioner eller af en kationbytter som er belastet med alkali-  
metalioner, idet begge disse regenerationer udføres ved hjælp  
af en opløsning fremstillet ved opløsning af kalciumoxyd i  
tynd melasse. Alle de regenerater der vindes ved disse for-  
20 skellige metoder kan genindføres i processen på simpel måde;  
det regenerat der vindes ved førstnævnte udførelsesform kan  
overføres direkte til karboniseringsstrinnet; de regenerater  
der vindes ved de to andre måder kan, eventuelt efter koncen-  
trering, returneres til melassen.

25 Det skal nævnes at østrigsk patentskrift nr. 258 230  
angiver en regenerationsmetode ved hvilken regenerationen ud-  
føres med en ikke-alkalisk, saltholdig sukkersaft. Ulemper  
ved denne fremgangsmåde er imidlertid at saften er fortyndet  
og at der behøves en forholdsvis stor mængde deraf, hvilket  
30 ikke altid er til rådighed. Andre ulemper er at regeneratet  
må filtreres for at fjerne uopløseligt kalciumkarbonat, og  
fremgangsmåden kan kun anvendes tilfredsstillende på osmo-  
tisk stabile, makroporøse kationbyttere.

Fransk patentskrift nr. 2 190 918 angår en fremgangsmåde til regenerering af en kationbytter ladet med calcium- eller magnesiumioner under anvendelse af en vandig spildstrøm dannet under udvinding af sukker. En sådan spildstrøm er i stand til at regenerere kationbytteren på grund af sin forholdsvis høje koncentration af kalium- eller natriumioner. Da tilstedeværelse af calcium- eller magnesiumioner i regenereringsopløsningen naturligvis har ugunstig virkning på fjernelse af sådanne kationer fra den til regenerering værende kationbytter, fjernes sådanne generende kationer, fx ved at de udfældes med passende salte såsom fosfater, karbonater eller en kombination af fosforsyre og ammoniak. Følgelig kan den sagkyndige ikke af dette skrift udlede at anvendelse af et alkali- eller jordalkalimetahydroxyd i de i krav 1 angivne mængder er af væsentlig og afgørende betydning for fremgangsmåden ifølge den foreliggende opfindelse.

De temperaturer der skal bruges i fremgangsmåden ifølge opfindelsen kan i almindelighed variere inden for vide grænser; ydergrænserne er regenerationsvæskens størkningspunkt og kogepunkt. I praksis vælges temperaturen mest hensigtsmæssigt i bedst mulig overensstemmelse med de herskende procesbetingelser. Temperaturen er i almindelighed i området 5-90°C.

Regenerationen kan udføres på en hvilken som helst hensigtsmæssig måde, fx i en kolonne og i opadgående eller nedadgående retning.

Fremgangsmåden ifølge opfindelsen kan anvendes på en hvilken som helst ionbytter, navnlig på en kationbytter eller

30

35

anionbytter, der kan være makroporøs eller ikke makroporøs.

Kationbyttere kan fremstilles på kendt måde, fx ved inkorporering af stærkt sure grupper såsom sulfonsyregrupper, eller svagt sure grupper såsom fosfonsyregrupper, karbonylgrupper, aminokarbonylgrupper eller iminodikarbonylsyregrupper i en matrix i form af en polymer eller et polykondensationsprodukt. Hvis matrixen skal være en polymer, kan den monomer der bruges ved fremstilling deraf fx være en monovinylaromatisk forbindelse såsom styren, vinyltoluen, vinylætylbenzen, vinylnaftalen eller vinylanisol eller blandinger af disse forbindelser. Det foretrækkes at den anvendte monomer er styren. Polymerisationen kan eventuelt også udføres ved yderligere tilstedeværelse af en tværbindende monomer i en mængde på fx ikke over 80 vægt%, regnet på den samlede monomermængde. Den anvendte tværbindende monomer er en forbindelse med mindst to ætylenisk umættede grupper såsom 1,3-butadien, isopren eller vinylmetakrylat, men er fortrinsvis di- eller polyvinylaromatiske forbindelser såsom divinylætylbenzen, trivinylbenzen eller navnlig teknisk divinylbenzen. Polymeren kan fremstilles på en hvilken som helst hensigtsmæssig måde, fx ved suspensionspolymerisation af en eller flere monomerer ved en temperatur der i almindelighed ligger i området fra 10-160°C og i nærværelse af en friradikal-igangsætter såsom benzoylperoxyd, lauroylperoxyd, cumenhydroperoxyd og/eller azobisisobutyronitril. Polymerisationen kan eventuelt udføres i nærværelse af en eller flere forbindelser med evne til at udfælde og/eller solvatere den til fremstilling værende polymer, fx hexan, heptan, cyklohexan, amylalkohol, cyklohexanon, benzen, toluen og/eller klorbenzen. Desuden kan der i den eller de monomere forbindelser være opløst en lineær polymer såsom polystyren.

Som polykondensat kan der fx bruges en fenol-formaldehydharpiks; og ikke blot selve forbindelsen fenol men også andre fenoler såsom kresoler og difenylpropan kan anvendes.

Der kan imidlertid også indføres svagt sure grupper, fx polymerisation af akrylsyre og/eller metakrylsyre eller en eller flere andre ætylenisk umættede karboxylsyrer og/eller et eller flere derivater deraf, fx alkylestere, amider og

nitriler, eventuelt efterfulgt af hydrolyse af et eller flere af derivaterne.

Svagt basiske eller stærkt basiske anionbyttere kan fremstilles på kendt måde, fx ved halogenalkylering af en matrix efterfulgt af omsætning med en amin. Svagt basiske anionbyttere kan også fremstilles ved omsætning af en eller flere karboxylsyrer og/eller derivater deraf såsom estere, nitriler og syreklorider deraf, med diaminer og/eller polyaminer. En yderligere fremgangsmåde til fremstilling af svagt basiske anionbyttere består i kondensation af monoaminer og/eller polyaminer med en eller flere halogenforbindelser, epoxyforbindelser og/eller aldehyder. De ovenfor nævnte svagt basiske anionbyttere kan eventuelt helt eller delvis omdannes til stærkt basiske anionbyttere ved hjælp af et passende alkyleringsmiddel.

Fremgangsmåden ifølge opfindelsen skal i det følgende belyses nærmere ved nogle eksempler og sammenligningseksempler.

#### Sammenligningseksempel A

En stærkt sur kationbytter baseret på en sulfoneret copolymer dannet ud fra styren og teknisk divinylbenzen (kendt under handelsnavnet "Imac C 12" fra Akzo Chemie) anvendtes til fjernelse af calciumioner fra en rå sukkeropløsning. Denne opløsning (tyndsagt), der var blevet vundet i andet karboniseringstrin, havde en styrke på  $15,1^{\circ}$  Bx, en pH-værdi på 8,5 og et calciumindhold på 4,1 meq/l (115 mg CaO/l). Ved en perkoleringshastighed på 4000 ml/h og en temperatur på  $80^{\circ}\text{C}$  førtes denne opløsning i nedadgående retning gennem en kolonne indeholdende 200 ml af den foran nævnte kationbytter i  $\text{Na}^{+}$ -formen. Denne perkolering opretholdtes indtil calciumindholdet i den tyndsagt der strømmede ud fra kolonnen var 20 mg CaO/l. Derefter udvaskedes den tyndsagt der var tilbage i kolonnen med kondensationsvand på  $80^{\circ}\text{C}$  indtil effluenten fra kolonnen havde en styrke på under  $0,5^{\circ}$  Bx. Ionbytterlejet (harpiksløjet) tilbagevaskedes derefter med kondensationsvand indtil det udløbende vand var frit for suspenderet materiale. Efter at harpiksløjet var faldet til ro aftappedes vandet

over det til harpiksniveauet.

Derefter blev kationbytteren regenereret ved gennem-  
ledning af 400 ml af en opløsning af 100 g NaCl/l i opadgå-  
ende retning gennem kolonnen i en periode på 1 time ved  
5 temperaturen 80°C. Derpå udvaskedes natriumkloridopløsningen  
med kondensvand på 80°C ved en perkoleringshastighed på  
1200 ml/time.

Kolonnen brugtes derefter på ny til fjernelse af kal-  
ciumioner og tyndsafte på den måde der er beskrevet i før-  
10 ste del af dette eksempel. Efter at have nået koncentrationen  
1° Bx opsamledes det tyndsafteperkolat, der forlod kolon-  
nen, i de fraktioner der er anført i tabel 1. Hos disse  
fraktioner bestemtes calciumindholdet og det udtrykkes i  
mg CaO pr. liter tyndsafte, se tabel 1.

15

Tabel 1

Perkolat	Ca-indhold
0-4000 ml	0
4000-8000 ml	0
8000-12000 ml	0
12000-16000 ml	2
16000-20000 ml	4
20000-24000 ml	6
24000-28000 ml	6
28000-30000 ml	10
25 30000-32000 ml	14
32000-33000 ml	17

30

På denne måde havde den stærkt sure kationbytter adsor-  
beret 653 meq calcium pr. liter harpiks. Dette svarer til  
kun 19% af den mængde natriumklorid (3420 meq) der brugtes  
pr. liter harpiks.

#### Sammenligningseksempel B

-----

35

Den i sammenligningseksempel A vundne stærkt sure kat-  
ionbytter blev regenereret på samme måde som beskrevet i sam-  
menligningseksempel A, dog med den forskel at der anvendtes  
200 ml i stedet for 400 ml NaCl-opløsning.

På samme måde som beskrevet i sammenligningseksempel A blev kationbytteren derefter brugt til fjernelse af calciumioner fra en tyndsagt med en styrke på 13,4° Bx, en pH på 9,0 og et calciumindhold på 4,6 meq/l (128 mg CaO/l).

5           Perkolatet opsamledes i fraktioner der er vist i tabel 2. Hos disse fraktioner bestemtes calciumindholdet og det udtryktes i mg CaO pr. liter tyndsagt (se tabel 2).

Tabel 2

Perkolat	Ca-indhold
0-4000 ml	2
4000-8000 ml	2
8000-12000 ml	4
12000-14000 ml	8
14000-16400 ml	10
15   16400-18400 ml	12
18400-20400 ml	16
20400-21400 ml	20

På denne måde havde den stærkt sure kationbytter absorberet 463 meq calcium pr. liter harpiks. Omend udbyttet, beregnet på den mængde NaCl der brugtes pr. liter harpiks (1710 meq), var steget fra 19% (sammenligningseksempel A) til 27%, så var harpiksens faktiske kapacitet faldet betydeligt.

#### Eksempel 1

-----

25           Den i sammenligningseksempel B vundne kationbytter tilbagevaskedes med tyndsagt på den måde der er beskrevet i sammenligningseksempel B.

30           Kationbytteren blev derefter regenereret ved at der blev ført 200 ml afkalket tyndsagt indeholdende 40 g (1 eq) natriumhydroxyd pr. liter i opadgående retning gennem kolonnen over en periode på 1 time og ved en temperatur på 60°C. Derefter blev kolonnen udvasket i 30 minutter ved hjælp af 600 ml afkalket tyndsagt ved en temperatur på 60°C.

35           Derpå anvendtes kationbytteren på samme måde som i sammenligningseksempel A til fjernelse af calciumioner fra en tyndsagt med en styrke på 14,6° Bx, en pH-værdi på 8,9 og et

kalciuminhold på 4,9 meq/l (137 mg CaO/l). Perkolatet opsamles i fraktioner der er vist i tabel 4. Hos disse fraktioner bestemtes kalciuminholdet og det er udtrykt i mg CaO pr. liter tyndsagt i tabel 4.

5

Tabel 4

Perkolat	Ca-indhold
0-4000 ml	5
4000-8000 ml	4
8000-12000 ml	4
12000-16000 ml	3
16000-20000 ml	2
20000-24000 ml	5
24000-26000 ml	8
26000-28000 ml	20

10

15

På denne måde havde den stærkt sure kationbytter absorberet 660 meq kalций pr. liter harpiks og udbyttet af regenerationen var 66%. Denne fremgangsmåde blev gentaget på en sådan måde at der under regenerationen anvendtes ikke-blødgjort tyndsagt absorberet af den stærkt sure kationbytter 630 meq kalций pr. liter harpiks.

20

Det i nærværende eksempel vundne regenerat kan udmerket oparbejdes ved indføring i karboniseringstrinnet idet regeneratet indeholder kalciumsakkarat og noget ubrugt natriumhydroxyd. I karboniseringstrinnet spaltes kalciumsakkaratet i kalцийkarbonat og sakkarose. Natriumhydroxydet, der normalt tilsættes netop til dette formål, kan tjene til at fremme udfældningen af kalцийkarbonatet. Desuden udføres regenerationsstrinnet, i modsætning til den fremgangsmåde der bruges ved regeneration med natriumklorid, helt og holdent uden at der indføres vand i processen under afsødning og fremefter, hvilket sparer omkostningerne ved yderligere afdampning af vand og forhindrer sukkertabet.

25

30

En anden mulighed til oparbejdning af regeneratet i dette eksempel består i at indføre en natriumforbindelse for at danne et uopløseligt kalciumsalt. Egnede natriumforbindelser er fx tertiært natriumfosfat og natriumsilikat. Det foretræk-

35

kes at det bruges i en mængde der er ækvivalent med den mængde calcium som er til stede i regeneratet. Efter fjernelse af de uopløselige kalciumsalte ved filtrering indeholder tyndsafregeneratet kun natriumhydroxyd og kan eventuelt  
5 bruges i næste regenerationsproces.

### Eksempel 2

-----

Der bruges samme fremgangsmåde som i eksempel 1 blot med den forskel at der anvendes den i eksempel 1 vundne kationbytter. Regenerationen udførtes ved hjælp af 160 ml i stedet for 200 ml afkalket tyndsaf. Der brugtes således 800 meq  
10 natriumhydroxyd pr. liter harpiks.

Derefter brugtes som i eksempel 1 kationbytteren til fjernelse af calciumioner fra en tyndsaf, der imidlertid havde en styrke på 13,4<sup>0</sup> Bx, en pH-værdi på 8,6 og et calciumindhold på 3,5 meq/l (98 mg CaO/l). De opnåede resultater er anført i tabel 5.  
15

Tabel 5

Perkolat	Ca-indhold
0-4000 ml	3
20 4000-8000 ml	2
8000-12000 ml	2
12000-16000 ml	2
16000-20000 ml	2
20000-24000 ml	2
25 24000-28000 ml	2
28000-32000 ml	8
32000-34000 ml	20

På denne måde havde calciumbytteren absorberet 572 meq calcium pr. liter harpiks således at udbyttet af regenerationen androg 71,5%.  
30

### Eksempel 3

-----

Dette eksempel giver resultater af fjernelse af calciumioner fra en tyndsaf i en roesukkerfabrik. Tyndsafte havde

en styrke på  $14,5^{\circ}$  Bx, en pH-værdi på 9,0 og et calciumindhold på 2,4 meq/l (67 mg CaO/l). Anlægget havde en behandlingskapacitet på 11000 tons sukkerroer om dagen, hvilket giver en produktion af tyndsaff på ca.  $600 \text{ m}^3$  i timen. Der brugtes samme fremgangsmåde som i eksempel 1. Der anvendtes den i sammenligningseksempel A nævnte stærkt sure kationbytter. Afkalkningsanlægget omfattede 3 kolonner som hver indeholdt 16000 liter af kationbytteren og således at der stedse var to kolonner i drift og en under regeneration. Tyndsafften perkoleredes i nedadgående retning gennem kolonnen med en hastighed på ca.  $300 \text{ m}^3$  i timen og en temperatur på  $90^{\circ}\text{C}$ . Derefter regenereredes kationbytteren ved at der førtes  $16 \text{ m}^3$  ikke-afkalket tyndsaff med en temperatur på  $60^{\circ}\text{C}$  og indeholdende 40 kg natriumhydroxyd pr.  $\text{m}^3$  i opadgående retning gennem kolonnen over en periode på 1 time. Derefter skylledes kolonnen i 2 timer ved hjælp af  $48 \text{ m}^3$  ikke-afkalket tyndsaff med en temperatur på  $90^{\circ}\text{C}$ .

Derpå anvendtes kationbytteren til fjernelse af calciumioner fra tyndsafften. Perkoleringen fortsattes indtil calciumindholdet i den tyndsaff der strømmede ud af kolonnen androg 28 mg CaO/l. Indtil det tidspunkt havde  $4320 \text{ m}^3$  tyndsaff passeret gennem kolonnen og tyndsafften havde et gennemsnitligt CaO-indhold på 13 mg/l. På denne måde havde kationbytteren absorberet 520 meq calcium pr. liter harpiks.

#### Eksempel 4

I dette eksempel brugtes der en kolonne indeholdende 200 ml af sulfonsyre-kationbytteren ifølge eksempel 1. Regenerationen af kationbytteren udførtes ved at der førtes 200 ml melasseopløsning med en styrke på  $20^{\circ}$  Bx og indeholdende 40 g natriumhydroxyd pr. liter i opadgående retning gennem kolonnen over en periode på 1 time og ved en temperatur på  $60^{\circ}\text{C}$ .

Derefter skylledes kolonnen i 30 minutter ved hjælp af 600 ml melasseopløsning med en styrke på  $20^{\circ}$  Bx og med en temperatur på  $60^{\circ}\text{C}$ . Derpå brugtes kationbytteren på samme måde som i eksempel 1 til fjernelse af calciumioner fra en tyndsaff som imidlertid havde en styrke på  $14,0^{\circ}$  Bx, en pH-værdi på 9,0 og et calciumindhold på 4,6 meq/l (128 mg CaO/l).

De fundne resultater er anført i tabel 6.

Tabel 6

Perkolat	Ca-indhold
0-4000 ml	7
5 4000-8000 ml	7
8000-12000 ml	7
12000-16000 ml	6
16000-20000 ml	6
20000-24000 ml	8
10 24000-26000 ml	8
26000-28000 ml	8
28000-30000 ml	15

På denne måde havde den stærkt sure kationbytter absorberet 645 meq kalcium pr. liter harpiks. Det i nærværende eksempel vundne regenerat kan sendes tilbage til den sluttelige melasse efter koncentration.

#### Eksempel 5

-----

En svagt sur kationbytter af akrylsyretypen (kendt under handelsnavnet "Imac Z 5" fra Akzo Chemie) anvendtes til fjernelse af kalciumioner fra en tyndsagt. Denne opløsning havde en styrke på 15,1° Bx, en pH-værdi på 8,5 og et kalciumindhold på 4,1 meq/l (115 mg CaO/l) og førtes med en perkoleringshastighed på 4000 ml/h og en temperatur på 80°C i nedadgående retning gennem en kolonne indeholdende 200 ml af den foran nævnte kationbytter i den neutraliserede Na<sup>+</sup>-form. Perkoleringen opretholdtes indtil kalciumindholdet i den tyndsagt, som forlod kolonnen, var 20 mg CaO/l.

Derefter tilbagevaskedes den svagt sure kationbytter med klar filtreret tyndsagt indtil den udstrømmende tyndsagt var fri for suspenderet materiale. Efter at harpikslejet var faldet til ro aftappedes tyndsagten over det til harpiksniveau.

Regeneration af den svagt sure kationbytter udførtes derefter ved at der førtes 200 ml afkalket tyndsagt indeholdende 40 g natriumhydroxyd pr. liter i opadgående retning gen-

nem kolonnen ved en temperatur på 60°C over en periode på 1 time. Derefter udvaskedes kolonnen i 30 minutter ved hjælp af 600 ml afkalket tyndsaff ved en temperatur på 60°C.

Den resulterende kationbytter genanvendtes på samme måde som i eksempel 1 til fjernelse af calciumioner fra en tyndsaff med en styrke på 14,4° Bx, en pH-værdi på 9,2 og et calciumindhold på 5,1 meq/l (144 mg CaO/l). Perkolatet opsamledes i de fraktioner der er vist i tabel 7. Hos disse fraktioner bestemtes calciumindholdet og det er udtrykt i mg CaO pr. liter tyndsaff i tabel 7.

Tabel 7

Perkolat	Ca-indhold
0-4000 ml	5
4000-8000 ml	8
8000-9000 ml	18

På denne måde havde kationbytteren absorberet 219 meq calcium pr. liter harpiks.

#### Eksempel 6

-----

Der anvendtes samme fremgangsmåde som i eksempel 5, men med den forskel at der brugtes en svagt sur kationbytter af fosfonsyretypen i den neutraliserede Na<sup>+</sup>-form, baseret på en makroporøs copolymer af styren og teknisk divinylbenzen (kendt under handelsnavnet "Imac SYN 102" fra Akzo Chemie).

Den tyndsaff der behandlede med den regenererede kationbytter havde en styrke på 14,9° Bx, pH-værdi på 8,5 og et calciumindhold på 5,4 meq/l (150 mg CaO/l). De fundne resultater er vist i tabel 8.

Tabel 8

Perkolat	Ca-indhold
0-4000 ml	0
4000-5000 ml	12
5000-6000 ml	17

På denne måde havde calciumbytteren absorberet 156 meq calcium pr. liter harpiks.

## Eksempel 7

-----

I dette eksempel anvendtes der 6 kolonner (A-F) som hver var fyldt med 200 ml af sulfonsyre-kationbytteren ifølge eksempel 1. Regeneration af kationbytteren udførtes ved at der førtes 200 ml af en opløsning indeholdende 40 g natriumhydroxyd pr. liter og en vægtmængde sakkarose pr. liter, som er anført i tabel 9, i opadgående retning gennem hver af kolonnerne og en periode på 1 time ved en temperatur på 60°C. Derefter udvaskedes kolonnen med en sakkaroseopløsning med samme koncentration som regeneranten og ved en perkolerings-hastighed på 1200 ml pr. time og en temperatur på 60°C. Mængden af vaskevæsken er anført i tabel 9. Under regenerationen dannedes der et bundfald i kolonnerne A-C. Dette bundfald fjernedes fra kolonnerne B og C under vask med den foran nævnte sakkaroseopløsning.

Derefter anvendtes der samme fremgangsmåde som i eksempel 1, kolonnerne brugtes til fjernelse af kalцийioner fra en tyndsaft, hvis styrke, pH-værdi og kalцийindhold er anført i tabel 9. Perkolatet opsamledes i de nævnte fraktioner og disses kalцийindhold bestemtes og er vist i tabel 9. Kalцийindholdet er stedse udtrykt i mg CaO/l. Tabel 9 viser også kationbytterens kalцийabsorption (i meq) pr. liter harpiks.

Tabel 9

		Kolonne					
		A	B	C	D	E	F
5	mængde sakkarose i regeneranten (g/l)	0	10	50	100	150	300
	mængde vaskevæske (ml)	1000	1200	1200	600	600	600
10	tyndsajt						
	styrke (° Bx)	13,6	14,5	13,2	15,0	14,9	15,0
	pH	8,5	8,5	8,6	8,4	8,4	8,4
	kalcimindhold	110	119	114	122	139	121
15	perkolat	kalcimindhold					
	0 - 4000 ml	78	32	7	1	1	5
	4000 - 8000 ml	-	-	9	3	3	4
	8000 - 12000 ml			22	3	4	2
	12000 - 16000 ml			-	2	3	4
	16000 - 20000 ml				4	5	7
	20000 - 24000 ml				4	20	20
	24000 - 26000 ml				6	-	-
20	26000 - 28000 ml				10		
	28000 - 30000 ml				28		
	mængde kalci absorberet (meq) pr. liter harpiks	23	62	217	626	572	490

## Eksempel 8

-----

I dette eksempel brugtes der 3 kolonner (A-C) hver indeholdende 200 ml af sulfonsyre-kationbytteren ifølge eksempel 1. Regeneration af kationbytteren udførtes ved at der førtes

30 200 ml afkalket tyndsajt indeholdende 40 g natriumhydroxyd pr. liter i opadgående retning gennem hver af kolonnerne ved en temperatur på 20°C (kolonne A), 60°C (kolonne B) og 90°C (kolonne C) over en periode på 1 time. Derefter udvaskedes den

35 alkaliske tyndsajt i kolonnerne over en periode på 30 minutter ved hjælp af 600 ml afkalket tyndsajt ved en temperatur på samme højde som regenerationstemperaturen. Regenerationen

ledsagedes af dannelse i kolonne C af et bundfald som forsvandt igen under udvaskningen.

Derpå brugtes kolonnerne på samme måde som angivet i eksempel 1 til fjernelse af calciumioner fra en tyndsaft hvis styrke, pH-værdi og calciumindhold er anført i tabel 10. Perkolatet opsamledes i de nævnte fraktioner og calciumindholdet bestemtes til de i tabel 10 viste værdier. Calciumindholdet er stedse udtrykt i mg CaO/l. Tabel 10 viser også calciumabsorptionen i meq liter harpiks.

10

Tabel 10

	Kolonne		
	A	B	C
tyndsaft:			
styrke ( $^{\circ}$ Bx)	14,0	14,9	13,6
pH	9,2	8,4	8,8
calciumindhold	118	139	158
perkolat	calciumindhold		
0 - 4000 ml	6	1	5
4000 - 8000 ml	5	3	6
8000 - 12000 ml	6	4	6
12000 - 16000 ml	4	3	7
16000 - 20000 ml	5	5	20
20000 - 24000 ml	8	20	-
24000 - 26000 ml	18	-	
mængde calcium absorberet (meq) pr. liter harpiks	515	572	535

25

#### Eksempel 9

-----

Der brugtes to kolonner (A og B) hver indeholdende 200 ml af sulfonsyre-kationbytteren ifølge eksempel 1. Regeneration af kationbytteren udførtes ved at der førtes 200 ml opløsning indeholdende 40 g natriumhydroxyd pr. liter og 110 g fruktose (kolonne A) og 110 g laktose (kolonne B) pr. liter i opadgående retning gennem vedkommende kolonne over en periode på 1 time og ved en temperatur på 60°C.

35

Derefter blev kolonnerne udvasket i 1 time med 1200 ml

af en opløsning af 110 g af vedkommende sakkamid pr. liter. Under regenerationen dannedes der et bundfald i kolonnerne og bundfaldet forsvandt på ny under udvaskningen.

Derpå brugtes de to kolonner på samme måde som beskrevet i eksempel 1 til fjernelse af kalciumioner fra en tyndsaft med en styrke på 14,5° Bx, en pH på 8,3 og et kalciumindhold på 110 mg CaO/l. Perkolatet opsamledes i de nævnte fraktioner og deres kalciumindhold bestemtes og er udtrykt i mg CaO/l i tabel 11. Tabel 11 viser også den sluttelige kalciumabsorption i meq pr. liter harpiks i kationbytteren.

Tabel 11

Perkolat	Kalciumindhold	
	Kolonne A	Kolonne B
0 - 4000 ml	4	4
4000 - 8000 ml	4	4
8000 - 12000 ml	7	4
12000 - 16000 ml	7	5
16000 - 18000 ml	7	6
18000 - 20000 ml	10	11
20000 - 22000 ml	16	20
mængde kalcium absorberet (meq) pr. liter harpiks	410	407

#### Eksempel 10

-----

I dette eksempel brugtes en kationbytter ifølge eksempel 1 til blødgøring af ledningsvand i Amsterdam. Ledningsvandet, der havde en hårdhed 125 mg CaO/l, førtes med en perkoleringshastighed på 4000 ml i timen i nedadgående retning gennem en kolonne indeholdende 200 ml af den foran nævnte kationbytter, der var i Na<sup>+</sup>-formen. Perkoleringen opretholdtes indtil hårdheden af det vand som forlod kolonnen var 10 mg CaO/l.

Derefter udførtes der regeneration ved at der førtes 200 ml af en opløsning af 60 g natriumhydroxyd og 220 g sakkarose pr. liter i opadgående retning gennem kolonnen over en periode på 1 time og ved en temperatur på 20°C. Derefter

blev kolonnen udvasket i 30 minutter med 600 ml opløsning af 220 g sakkarose ved en temperatur på 20°C, hvorpå kolonnen skylledes med postevand indtil den ikke længer viste sig at indeholde sakkarose.

- 5 Kationbytteren blev derefter brugt på samme måde som beskrevet i den første del af nærværende eksempel til fjernelse af hårdhedsioner fra postevand. Perkolatet opsamledes i de i tabel 12 viste fraktioner og disses hårdhed bestemtes og er i tabel 12 udtrykt i mg CaO/l.

10

Tabel 12

Perkolat	Hårdhed
0 - 10 l	4
10 - 20 l	4
20 - 30 l	6
30 - 40 l	8
40 - 42 l	10

15

På denne måde havde kationbytteren absorberet 895 meq hårdhedsioner.

#### Eksempel 11

-----

20

- Roesukker-tyndsagt der var afkalket i et forudgående trin blev demineraliseret ved hjælp af den stærkt sure kationbytter-form ifølge eksempel 1 i H<sup>+</sup>-formen og en svagt basisk anionbytter i den fri baseform, baseret på en makroporøs copolymer af styren og divinylbenzen (kendt under handelsnavnet "Imac A 20 SU" fra Akzo Chemie). Der fjernedes ca. 90% af ikke-sukkerstofferne, som var indeholdt i tyndsagten, dvs. 188 g pr. liter anionisk harpiks, idet de fjernede stoffer hovedsagelig var kationer og anioner. Til det formål førtes afkalket tyndsagt med en styrke på 14,5° Bx og en pH-værdi på 9,2 i nedadgående retning ved en perkoleringshastighed på 1200 ml/h og en temperatur på 11°C successivt gennem en kolonne indeholdende 200 ml af nævnte kationbytter og en kolonne indeholdende 200 ml af nævnte anionbytter. Perkoleringen opretholdtes indtil den udstrømmende tyndsagts pH-værdi var faldet til 4,5.

30

Derefter blev de to kolonner afsødet med kondensationsvand og tilbagevasket.

Derefter regenereredes kationbytteren i nedadgående retning i 30 minutter med 200 ml af en opløsning af 120 g  
 5 svovlsyre pr. liter og vaskedes derpå ud med kondensationsvand indtil den var syrefri.

Anionbytteren regenereredes ved at der førtes 400 g af en opløsning vundet ved tilsætning af calciumoxyd til en melasseopløsning med en styrke på  $19^{\circ}$  Bx indtil den indeholdt  
 10 750 meq CaO/kg, med en perkoleringshastighed på 400 ml/h og en temperatur på  $15^{\circ}\text{C}$  i nedadgående retning gennem kolonnen. Det i kolonnen indeholdte regenerat udvaskedes med kondensationsvand med en temperatur på  $15^{\circ}\text{C}$  ved en perkoleringshastighed på 1200 ml/time indtil styrken af effluenten fra kolonnen var faldet til  $0,5^{\circ}$  Bx.  
 15

Derpå brugtes de to kolonner igen til demineralisering af tyndsaften på den måde der er beskrevet i første del af nærværende eksempel. Efter at de to kolonner var blevet sødet op til  $1^{\circ}$  Bx opsamledes perkolatet i sin helhed indtil  
 20 pH-værdien af den tyndsaft der udstrømmede fra sidste kolonne var faldet til 4,5. Renhedskvotienten for den oprindelige tyndsaft (89,49), renhedskvotient af perkolatet (98,63) og perkolatets samlede vægt tjente som basis for beregning af den mængde ikke-sukkerstoffer, udtrykt i g pr. liter anionbyter, som var blevet fjernet ved kombinationen af de to harpikser. Det viste sig at der pr. liter anionisk harpiks var blevet fjernet 184 g ikke-sukkerstoffer.  
 25

#### Eksempel 12

-----

Der brugtes samme fremgangsmåde som i eksempel 11, blot med den forskel at den regenerationsopløsning der brugtes til anionbytteren havde en styrke på  $8^{\circ}$  Bx og et calciumindhold på 150 meq CaO pr. kg opløsning. Regeneration af anionbytteren udførtes imidlertid ved hjælp af 2000 g af regenerationsopløsningen og med en perkoleringshastighed på  
 35 800 ml/time.

Den oprindelige tyndsafts renhedskvotient var 90,16 og renhedskvotienten af perkolatet 97,50. Det viste sig at

der pr. liter anionisk harpiks var blevet fjernet 145 g ikke-sukkerstoffer.

#### Eksempel 13

-----

Der brugtes samme fremgangsmåde som i eksempel 11, blot  
5 med den forskel at der brugtes en svagt basisk anionbytter ba-  
seret på en polyakrylester som var amidereet med dimetylamino-  
propylamin (kendt under handelsnavnet "Imac SYN A 572" fra  
Akzo Chemie).

10 Renhedskvotienten af den oprindelige tyndsagt var  
89,30 og renhedskvotienten af perkolatet 97,93. Det viste sig  
at der pr. liter anionisk harpiks var blevet fjernet 206 g  
ikke-sukkerstoffer.

#### Eksempel 14

-----

15 En stærkt basisk anionbytter af type II og i  $\text{OH}^-$ -formen  
brugtes til indføring af hydroxylioner i tyndsagt for at for-  
hindre dannelse af invertsukker under inddampning af tyndsaf-  
ten. Til det formål førtes dekalificeret tyndsagt med en styr-  
ke på  $15,1^\circ$  Bx og en pH-værdi på 8,6 med en perkoleringshastig-  
hed på 1200 ml/time og ved en temperatur på  $35^\circ\text{C}$  i nedadgåen-  
20 de retning gennem en kolonne indeholdende 200 ml af den nævn-  
te stærkt basiske anionbytter (kendt under handelsnavnet  
"Imac S 5.42" fra Akzo Chemie). Perkoleringen opretholdtes  
indtil pH-værdien i den tyndsagt som forlod kolonnen var fal-  
det til 9,5. Derefter afsødedes kolonnen til  $0,5^\circ$  Bx med kon-  
25 densationsvand ved en temperatur på  $35^\circ\text{C}$ , hvorefter den til-  
bagevaskedes.

Derpå regenereredes den stærkt basiske anionbytter med  
400 g af en opløsning vundet ved tilsætning af kalciumoxyd  
til en melasseopløsning med en styrke på  $19^\circ$  Bx indtil den  
30 indeholdt 750 meq CaO/kg, med en perkoleringshastighed på  
400 ml/time og ved en temperatur på  $35^\circ\text{C}$  i nedadgående ret-  
ning gennem kolonnen. Regeneratet i kolonnen udvaskedes med  
kondensationsvand ved en perkoleringshastighed på 1200 ml/time  
og en temperatur på  $35^\circ\text{C}$  indtil effluentens styrke var faldet  
35 til  $0,5^\circ$  Bx.

Derpå brugtes anionbytteren på ny til behandling af tyndsafte på den måde der er beskrevet i dette eksempel første del. Perkolatet opsamledes i de i tabel 13 viste fraktioner og deres pH-værdi bestemtes. Det viste sig at tyndsafte pH-værdi var tydeligt steget.

Tabel 13

Perkolat	Tyndsafte pH
0 - 400 ml	11,80
400 - 800 ml	11,45
800 - 1200 ml	10,65
1200 - 1600 ml	9,80
1600 - 2000 ml	9,55

#### Eksempel 15

-----

Det er kendt at udbytning af monovalente kationer fra den saft der vindes i andet krystallisationstrin i roesukkerudvindingsprocessen (den såkaldt B-saft) for divalente kationer ved hjælp af en stærkt sur kationbytter fører til forøgelse af udbyttet af sukkerkrystaller i tredje krystallisationstrin. En almindeligt anvendt divalent kation er magnesium. I Quentin-processen regenereres stærkt sure kationbyttere med en opløsning af magnesiumklorid. Regeneratet indeholder i hovedsagen kaliumklorid og natriumklorid, der kan bevirke alvorlige spildevandsproblemer.

Den i det følgende beskrevne proces tillader indførelse af calcium som divalent kation i B-safte uden at bevirke noget spildevandsproblem. Til det formål førtes B-saft i nedadgående retning gennem en kolonne indeholdende 200 ml af en makroporøs sulfonsyre-kationbytter (kendt under handelsnavnet "Imac C 16 P" fra Akzo Chemie), der var i  $\text{Ca}^{2+}$ -formen, ved en temperatur på  $90^{\circ}\text{C}$  og en perkoleringshastighed på 300 ml/time indtil sammensætningen af den B-saft, der forlod kolonnen, var identisk med sammensætningen af den B-saft der førtes ind i den. Derpå blev harpiksen afsødet til  $0,5^{\circ}\text{Bx}$  med kondensationsvand på  $90^{\circ}\text{C}$  og derpå tilbagevasket. Den anvendte B-saft havde en styrke på  $70^{\circ}\text{Bx}$  og en pH-værdi på 7,8 og indeholdt 2,10% K, 0,37% Na, 0,03% Ca og 0,10% Mg.

Harpiksen blev efterfølgende regenereret ved at der førtes 700 g af en melasseopløsning med en styrke på 19° Bx og indeholdende 454 meq CaO/kg i nedadgående retning gennem kolonnen med en perkoleringshastighed på 600 ml/time og en temperatur på 60°C. Derefter udvaskedes regeneratet i kolonnen med kondensationsvand ved 60°C ved en perkoleringshastighed på 1200 ml/time indtil effluentens styrke var faldet til 0,5° Bx. Regeneratet og vaskevandet opsamledes. Ud fra kalciumindholdet i regenereringsmidlet og i regeneratet med vaskevand beregnedes det at harpiksen havde absorberet 671 meq kalcium pr. liter harpiks. Efter at regeneratet var blevet koncentreret ved inddampning kunne det føres tilbage til melassen.

I Quentin-processen, hvor den divalente kation er magnesium, regenereres harpiksen almindeligvis med en opløsning af  $MgCl_2$ . En mere tilstrækkende fremgangsmåde består i regeneration med en opløsning af  $MgSO_4$ , som følge af hvilken regeneratet indeholder  $SO_4^{2-}$ -ioner, der kan udfældes med  $Ca^{2+}$ -ioner. På denne måde kunne spildevandsproblemet reduceres betydeligt. Dette er kun muligt når harpiksen på regenerations-tidspunktet kun indeholder få eller ingen  $Ca^{2+}$ -ioner. Ellers ville det stadig på harpiks tilbageværende kalcium bevirke udfældning af kalciumsulfat i harpikslejet, hvilket så vidt muligt skal undgås. Tilstedeværelse af kalcium på harpiksen er ofte uundgåelig. Følgelig kan magniumsulfat til regeneration af harpiksen kun bruges i meget svag opløsning. Fordelen ved anvendelse af magniumsulfat vil almindeligvis så gå tabt på grund af den store forøgelse af vandforbrug på grund af den udkrævede fortynding af magniumsulfatet. Den i eksempel 1 beskrevne proces tillader imidlertid anvendelse af magniumsulfat ved de normale regenerationskoncentrationer på 1-1,5N.

I overensstemmelse med den i eksempel 1 beskrevne proces kan der forud for regenerationen med magniumsulfat ske befrielse af harpiksen for kalcium ved regeneration med en opløsning af natriumhydroxyd i tyndsaff.

## Eksempel 16

-----  
En tyndsagt med en styrke på  $15,0^{\circ}$  Bx og med en pH-værdi på 8,6 og et kalciumindhold på 4,6 meq/l (130 mg CaO/l) førtes først i nedadgående retning gennem en kolonne indeholdende 200 ml af sulfonsyre-kationbytteren ifølge eksempel 1 med en perkoleringshastighed på 4000 ml/time og ved en temperatur på  $80^{\circ}\text{C}$ ; med henblik på affarvning førtes den derefter i nedadgående retning gennem en kolonne indeholdende 200 ml af en makroporøs, svagt basisk anionbytter baseret på en amideret polyakrylsyreester (kendt under handelsnavnet "IMAC SYN A 574 P" fra Akzo Chemie). Perkoleringen fortsattes i 7 timer og kalciumindholdet i den tyndsagt som forlod den første kolonne var 17 mg CaO/l.

Derefter tilbagevaskedes de to kolonner hver for sig med tyndsagt indtil den udstrømmende saft var fri for suspenderet materiale. Efter at harpikslejerne var faldet til ro aftappedes saften til harpiksniveau.

Regeneration i serie af de to ionbyttere udførtes derefter ved at der førtes 200 ml dekalificeret tyndsagt indeholdende 40 g natriumhydroxyd pr. liter over en periode på 1 time og ved en temperatur på  $60^{\circ}\text{C}$  i opadgående retning gennem den første kolonne og i nedadgående retning gennem den anden kolonne. De to kolonner skylledes i serie i 60 minutter ved hjælp af 1200 ml dekalificeret tyndsagt ved en temperatur på  $60^{\circ}\text{C}$ .

De to kolonner genanvendtes på samme måde som beskrevet i den første del af nærværende eksempel med henblik på at fjerne kalcium og farvede stoffer fra en tyndsagt med en styrke på  $14,6^{\circ}$  Bx, en pH-værdi på 9,1, et kalciumindhold på 3,8 meq/l (107 mg CaO/l) og en absorption på 560 nm (målt i en 1 cm celle) på 0,205.

Perkolatet opsamledes i de fraktioner der er vist i tabel 14. Kalciumindholdet og farveabsorptionen i disse fraktioner bestemtes.

Tabel 14

Perkolat	Ca-indhold	Farveabsorption (560 nm)
0 - 4000 ml	2	0,040
4000 - 8000 ml	4	0,040
8000 - 12000 ml	3	0,050
12000 - 16000 ml	3	0,056
16000 - 20000 ml	2	0,062
20000 - 24000 ml	2	0,071
24000 - 28000 ml	2	0,073
28000 - 32000 ml	4	0,082
32000 - 34000 ml	16	0,086

På denne måde havde den stærkt sure kationbytter absorberet 628 meq calcium pr. liter harpiks og den svagt basiske anionbytter bevirkede en gennemsnitlig nedgang på 69% af farveabsorptionen hos den oprindelige tyndsagt.

Regenerationstrinnet udførtes helt og holdent uden at der indførtes vand i processen, hvilket sparer omkostninger ved yderligere afdampning og forhindrer sukertab under afsødning og sødning. Desuden opnås der affarvning uden omkostninger til regenerationen. Lignende resultater opnås med andre typer svagt basisk harpiks.

Regeneration i serie kan også opnås med fortyndet melasse indeholdende NaOH, i hvilket tilfælde regeneratet kan sendes tilbage til den sluttelige melasse.

#### Eksempel 17

-----

Der brugtes samme fremgangsmåde som i eksempel 16, dog med den forskel at der med henblik på affarvning anvendtes en makroporøs copolymer af styren og teknisk divinylbenzen (kendt under handelsnavnet "IMAC SYN 46" fra Akzo Chemie).

Den med den regenererede kationbytter og makroporøse copolymer behandlede tyndsagt havde en styrke på 14,8<sup>0</sup> Bx, en pH-værdi på 9,2, et calciumindhold på 4,4 meq/l (124 mg CaO/l) og en absorption ved 560 nm (målt i 1 cm celle) på 0,225. Perkolatet opsamledes i de i tabel 15 viste fraktioner. Calciumindholdet og farveabsorptionen i disse fraktioner bestem-

tes.

Tabel 15

	Perkolat	Ca-indhold	Farveabsorption (560 nm)
5	0 - 4000 ml	4	0,187
	4000 - 8000 ml	5	0,190
	8000 - 12000 ml	6	0,198
	12000 - 16000 ml	7	0,200
	16000 - 20000 ml	6	0,205
10	20000 - 24000 ml	6	0,207
	24000 - 28000 ml	10	0,210
	28000 - 30000 ml	20	0,210

På denne måde havde den stærkt sure kationbytter absorberet 626 meq calcium pr. liter harpiks og den makroporøse copolymer gav en gennemsnitlig affarvning på ca. 10% af den oprindelige tyndsagt.

## P a t e n t k r a v

-----

1. Fremgangsmåde til regeneration af en ionbytter ved  
5 hjælp af en alkalisk vandig opløsning indeholdende et mono-  
sakkarid og/eller disakkarid, k e n d e t e g n e t ved at  
denne opløsning pr. liter indeholder 0,2-4 ækvivalenter af et  
alkalimetahydroxyd og/eller et hydroxyd af et jordalkali-  
metal med atomnummer mindst 20, samt mindst 1 vægt% af et  
10 monosakkarid og/eller disakkarid.
2. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t  
ved at det anvendte alkalimetahydroxyd er natriumhydroxyd.
3. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t  
ved at det anvendte jordalkalimetahydroxyd er kalciumhydro-  
15 xyd.
4. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t  
ved at der som disakkarid bruges sakkarose.
5. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t  
ved at den vandige opløsning indeholder 5-75 vægt% sakkarose.

20

25

30

35