



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 80 12 23 (P. 228752)

Pierwszeństwo: 79 12 28 Holandia

Zgłoszenie ogłoszono: 81 09 04

Opis patentowy opublikowano: 1986 01 31

Int. Cl.⁸ C13D 3/14
B01J 20/34

Twórca wynalazku: _____

Uprawniony z patentu: AKZO N.V., Arnhem (Holandia)

Sposób regenerowania sorbentów

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób regenerowania sorbentów przy pomocy zasadowego roztworu wodnego.

Sposób według wynalazku można zastosować do wszystkich rodzajów sorbentów i w wielu dziedzinach techniki, ale nadaje się on szczególnie do jonitów używanych przy odzyskiwaniu, wyodrębnianiu i wytwarzaniu cukrów, a bardziej szczegółowo w cukrownictwie buraczanym.

Cukier buraczany na ogół wytworza się przez pokrajanie buraków w paski i wyekstrahowanie zawartego w nich cukru gorącą wodą, w wyniku czego otrzymuje się ciemno zabarwiony roztwór cukru surowego, zawierający 10 do 15% wag. cukru. Otrzymany roztwór cukru surowego poddaje się oczyszczaniu przez dodanie wapna, a następnie wytrąca się rozpuszczone związki wapnia i zanieczyszczenia, takie jak węglan wapniowy, przez stopniowe wprowadzanie dwutlenku węgla (saturacja). Sok rzadki otrzymany po precedzeniu zawiera szcztątkową ilość około 40—150 mg/litr wapnia (obliczonego jako tlenek wapniowy). Tę ilość wapnia można następnie usunąć za pomocą silnie kwasowego kationitu w formie Na^+ , w wyniku czego unika się powstania osadu związków wapnia w wyparce po zateżeniu przez odparowanie soku rzadkiego. Jednakże, zwykły sposób regenerowania kationitu, który zaabsorbował wapń, przy użyciu dużego nadmiaru chlorku sodowego, takiego jak ilość 5 razy większa od ilości zaabsorbowanego wapnia (wyr-

2

żonej w równoważnikach), coraz bardziej uważany jest za wadliwy, wskutek tego, że stwarza poważne problemy związane z zanieczyszczeniem środowiska. Innym zagadnieniem jest to, że kolumnę przed regeneracją należy wypierw wysłodzić wodą w celu zmniejszenia do minimum strat cukru. Także po regeneracji kolumnę należy znów wymyć i nasłodzić. Ta niezbędna obróbka oznacza dodatkowe zużycie wody i rozcieńczenie soku rzadkiego, a więc dodatkowe zużycie ciepła w stadium odparowania.

Wynalazek dotyczy sposobu regenerowania silnie kwasowego jonitu bez konieczności dodawania wody w jakimkolwiek stadium procesu, a także bez konieczności użycia szkodliwego chlorku sodowego.

Po odwapnieniu, sok rzadki można ewentualnie dalej demineralizować przez stopniowe działanie silnie kwasowym kationitem w formie H^+ oraz słabo zasadowym anionitem w formie wolnej zasady, w wyniku czego usuwa się około 90% zawartych w nim niecukrów, głównie kationów i anionów. Dzięki wyżej opisanej obróbce można szybciej i z wyższą wydajnością przeprowadzić krystalizację cukru z zateżonego soku rzadkiego.

W obecnej praktyce, regeneracji słabo zasadowego anionitu dokonuje się przy pomocy roztworu wodorotlenku sodowego lub amoniaku. W przypadku użycia amoniaku konieczna jest dodatkowa regeneracja z użyciem wodorotlenku sodowego w celu zabezpieczenia się przed zmniejszeniem pojemności

anionitu. Wadą tej metody jest to, że wodorotlenek sodowy jest względnie drogi oraz to, że zastoso-
wanie amoniaku stwarza poważny problem ścieków. Wynalazek dotyczy eliminacji użycia wodorotlenku
sodowego i amoniaku przez użycie czynnika rege-
nerującego względnie taniego i co więcej nie na-
stręczającego problemu ścieków.

W celu zapobieżenia tworzenia się cukru inwer-
towanego w trakcie stopniowego stężania soku rzad-
kiego, należy utrzymywać dostatecznie wysoką war-
tość pH. W tym celu można, np. dodać wodorotle-
nek sodowy. Jednakże, wprowadzenie tą drogą jon-
ów metalu alkalicznego, prowadzi do obniżenia
wydajności kryształów cukru. Wprowadzenia tego
rodzaju jonów metalu można uniknąć za pomocą
użycia silnie zasadowego anionitu w formie OH⁻,
zazwyczaj typu II. W obecnej praktyce regenera-
cji można dokonać przy użyciu względnie drogiego
wodorotlenku sodowego. W tym przypadku sposób
według wynalazku zapewnia użycie o wiele mniej
kosztownego czynnika regenerującego.

W odzyskiwaniu kryształów cukru, sok rzadki,
który można było poddać obróbce wstępnej, poddaje
się w szeregu stadiach odparowaniu, w wyniku cze-
go otrzymuje się sok gęsty zawierający około 65%
wag. cukru. Tak otrzymany sok gęsty na ogół pod-
daje się krystalizacji w 3 kolejnych stopniach. Wy-
dajność kryształów cukru w ostatnim stopniu moż-
na podwyższyć tanim sposobem za pomocą całko-
witego lub częściowego zastąpienia kationów jedno-
wartościowych kationami dwuwartościowymi przy
użyciu kationitu (metoda Quentina). W tym przy-
padku sposobem według wynalazku dokonuje się
regeneracji ze złagodzeniem problemu ścieków.

Poza tym, w ostatnim stopniu krystalizacji uzy-
skuje się ług macierzysty, w szczególności melas,
przy czym nie jest już możliwe korzystne pod
względem ekonomicznym odzyskanie z niego kry-
ształów cukru.

Sposób według wynalazku polega na tym, że ja-
ko regenerujący roztwór wodny stosuje się roztwór
zawierający co najmniej 20 miligramorównoważni-
ków/litr wodorotlenku metalu alkalicznego i/lub
wodorotlenku metalu ziem alkalicznych o liczbie
atomowej co najmniej 20, oraz co najmniej 1%
wagowych monosacharydu i/lub disacharydu.

Korzystnie jako wodorotlenek metalu alkaliczne-
go należy stosować zwykle używany wodorotlenek
sodowy, a jako wodorotlenek metalu ziem alkalicz-
nych stosuje się bardzo tani wodorotlenek wapnio-
wy.

Korzystnie substancję tę należy wytworzyć przez
wprowadzenie tlenu wapniowego do roztworu mo-
nosacharydu i/lub disacharydu.

Według wynalazku wodorotlenek metalu alkalicz-
nego i/lub metalu ziem alkalicznych powinny wy-
stępować w ilości co najmniej 20 miligramorówn-
ważników/litr. Maksymalne stężenie wyznaczone
jest jedynie przez rozpuszczalność wodorotlenków.
Np. rozpuszczalność ta może wynosić około 10 gra-
morównoważników/litr. Korzystnie roztwór ten
w 1 litrze powinien zawierać wodorotlenek metalu
alkalicznego i/lub metalu ziem alkalicznych w ilo-
ści od około 0,2 do około 4 gramorównoważników,

a w szczególności w ilości od 0,5 do 2 gramorów-
noważników.

Według wynalazku roztwór regenerujący zawie-
ra także co najmniej 1% wagowy monosacharydu
i/lub disacharydu, korzystnie ilość w zakresie od 5%
wagowych do ilości wyznaczonej przez rozpuszczal-
ność sacharydu. Jako przykłady odpowiednich mo-
nosacharydów można wymienić fruktozę lub glu-
kozę. Przykładami odpowiednich disacharydów są
laktoza, maltoza i celubioza, a w szczególności sa-
charoza. Oczywiście, zawsze korzystnie używa się
sacharozy w przypadku stosowania sposobu według
wynalazku do jonitów w cukrownictwie buracz-
nym. Korzystnie regenerujący roztwór wodny po-
winien zawierać 5—75% wagowych sacharozy.

Sposób według wynalazku oparty jest na tym, że
wodorotlenki metali ziem alkalicznych o liczbie
atomowej co najmniej 20, to jest wodorotlenki
wapniowy, barowy i strontowy wykazują znacznie
podwyższoną rozpuszczalność w wodnym roztworze
zawierającym co najmniej 1% wagowy monosacha-
rydu i/lub disacharydu. Rezultatem tego jest moż-
liwość utrzymania tych wodorotlenków metali ziem
alkalicznych w roztworze we względnie dużych stę-
żeniach. Zgłaszający przyjmuje, że przypuszczalnie
związane jest to z tworzeniem rozpuszczalnego
kompleksu w postaci danego cukrzanu metalu ziem
alkalicznych.

I tak np. praktyczny wariant sposobu według wy-
nalazku umożliwia regenerację kationitu, który za-
absorbował wapń, za pomocą rozpuszczenia wodo-
rotlenku sodowego w soku rzadkim. Obecność sa-
charozy umożliwia zapobieganie wytrącaniu się wo-
drotlenku wapniowego. Przykładem innego wa-
riantu sposobu według wynalazku jest regenerowa-
nie anionitu, który zaabsorbował aniony, lub katio-
nitu, który zaabsorbował jony metalu alkaliczne-
go, przy czym obu tych regeneracji dokonuje się
przy użyciu roztworu wytworzonego przez rozpu-
szczenie tlenu wapniowego w rozcieńczonym me-
lasie. Wszystkie otrzymane tymi różnymi sposob-
ami produkty regenerowane można zwrócić do pro-
cesu w prosty sposób. Produkt regeneracji wytwor-
zony według pierwszego wariantu można nawet
bezpośrednio wprowadzać do stadium saturacji. Pro-
dukty regeneracji wytworzone według dwóch in-
nych wariantów sposobu można po zateżeniu, jeśli
jest to pożądane, zwrócić do melasu.

Należy dodać, że austriacki opis patentowy nr
258 230 ujawnia sposób regenerowania polegający
na tym, że regenerację prowadzi się przy użyciu
nieuzasadnionego syropu zawierającego sól. Jednak-
że wadą tego sposobu jest to, że syrop zostaje roz-
cieńczony, jak również to, że w wyniku tego roz-
cieńczenia potrzeba go we względnie dużej ilości,
nie zawsze dostępnej. Inną wadą jest konieczność
sączenia produktu regeneracji w celu usunięcia nie
rozpuszczonego węglanu wapniowego, a także moż-
liwość należytego zastosowania metody jedynie
w przypadku osmotycznie stabilnych kationitów
makroporowatych. Także francuski opis patentowy
nr 2 190 918 nie wspomina o użyciu roztworu rege-
nerującego zawierającego sacharyd, stosowanego
w sposobie według niniejszego wynalazku.

Temperatura stosowana w sposobie według wy-

nalazku na ogół może być zmienna i to w szerokim zakresie, przy czym wartościami krańcowymi są: temperatura krzepnięcia i temperatura wrzenia płynu regenerującego. W obecnej praktyce temperaturę dobiera się możliwie najbardziej odpowiednią do panujących warunków procesu. Na ogół temperatura wynosi od 5 do 90°C. Regenerację można wykonać w jakikolwiek dogodny sposób, np. w kolumnie, z kierunkiem przepływu skierowanym ku górze lub ku dołowi.

Sposób według wynalazku można zastosować do jakiegokolwiek sorbentu, bardziej szczegółowo do kationitu lub anionitu, ewentualnie makroporowego.

Kationity można wytwarzać w znany sposób, np. przez włączenie grup silnie kwasowych, takich jak grupy kwasu sulfonowego, lub grup słabo kwasowych, takich jak grupy kwasu fosfonowego, grupy kwasu karboksylowego, grupy aminokwasów lub grupy kwasów iminodwukarboksylowych do matrycy w postaci polimeru lub produktu polikondensacji. W przypadkach gdy matryca ma być polimerem, należy użyć monomeru, np. jednowinyłowego związku aromatycznego, takiego jak styren, winylo-toluen, winyloetylobenzen, winylonaftalen i winylo-anizol lub ich mieszaniny. Korzystnie jako monomeru należy użyć styrenu. Polimeryzację, ewentualnie, można prowadzić w obecności, dodatkowo, sieciującego monomeru, użytego w ilości np. nie wyższej niż 80% wagowych, obliczonej w stosunku do całkowitej ilości monomerów. Jako monomeru sieciującego używa się związku zawierającego co najmniej dwie grupy nienasycone etylenowo, takiego, jako 1,3-butadien, izopren lub metakrylan winylu, ale korzystnie używa się dwu- lub poliwinylowych związków aromatycznych, takich jak dwuwinylo-etylobenzen, trójwinylobenzen, a bardziej szczegółowo techniczny dwuwinylobenzen. Polimer można wytwarzać jakakolwiek dogodną metodą, taką jak metoda polimeryzacji w zawieszeniu jednego lub kilku monomerów, na ogół w temperaturze w zakresie od 10 do 160°C w obecności inicjatora rodnikowego, takiego jak nadtlenek benzoilu, nadtlenek lauroilu, wodoronadtlenek kumenu i/lub nitryl kwasu azobisisizomasłowego. Jeśli jest to pożądane, polimeryzację można przeprowadzić w obecności jednego, lub kilku, związków zdolnych do wytrącania i/lub solwatacji wytworzonego polimeru, takich jak heksan, heptan, cykloheksan, alkohol amylowy, cykloheksanol, benzen, toluen i/lub chlorobenzen. Poza tym, w związku monomerycznym (w związkach monomerycznych) może być rozpuszczony polimer liniowy, taki jak polistyren.

Jako produktów polikondensacji można użyć np. żywicy fenolowoformaldehidowej. Można też zastosować nie tylko fenol jako taki, ale i inne fenole, takie jak krezole i dwuhydroksyfenylopropan.

Jednakże można także wprowadzić grupy słabo kwaśne, np. za pomocą polimeryzacji kwasu akrylowego i/lub metakrylowego, albo jednego lub kilku innych etylenowo nienasyconych kwasów karboksylowych i/lub jednej lub kilku ich pochodnych, takich jak estry alkilów, amidy i nitryle, a następnie ewentualnie przeprowadzić hydrolizę jednej lub kilku tych pochodnych.

Słabo zasadowe lub silnie zasadowe aniony można wytworzyć w znany sposób, taki jak chlorowcoalkilowanie matrycy, po którym następuje reakcja z aminą. Słabo zasadowe aniony można wytworzyć także za pomocą reakcji jednego, lub kilku, kwasów karboksylowych i/lub ich pochodnych, takich jak estry, nitryle i chlorki kwasowe, z dwuaminami i/lub poliaminami. Inny sposób wytwarzania słabo zasadowych anionitów polega na kondensacji amin i/lub poliamin z jednym, lub kilkoma, chlorowcozwiązkami, epoksyzwiązkami i/lub aldehydami. Jeśli jest to pożądane, wyżej przedstawione słabo zasadowe aniony można częściowo, lub całkowicie, przekształcić w silnie zasadowy anionit przy użyciu odpowiedniego czynnika alkilującego.

Poniższe przykłady I—II podane są jako przykłady porównawcze, natomiast przykłady III—XIX ilustrują sposób według wynalazku, nie stanowiąc ograniczenia jego zakresu.

Przykład I. Do usunięcia jonów wapnia z roztworu cukru buraczanego używa się silnie kwasowego kationitu na bazie sulfonowanego kopolimeru styren — techniczny dwuwinylobenzen (znanego pod nazwą fabryczną Imac C 12 produkcji Akzo Chemie). Roztwór (sok rzadki) otrzymany w drugim stopniu saturacji wykazuje gęstość 15,1° Bx, pH 8,5 i zawartość wapnia 4,1 miligramorównoważnika/litr (115 mg CaO/litr). Z szybkością perkolacji wynoszącą 4000 ml/godz. i w temperaturze 80°C roztwór ten wprowadza się od góry na kolumnę zawierającą 200 ml wyżej wspomnianego kationitu w formie Na⁺. Perkolację prowadzi się aż do uzyskania zawartości wapnia w soku rzadkim opuszczającym kolumnę 20 mg CaO/litr. Następnie sok rzadki pozostały w kolumnie wymywa się wodą kondensacyjną o temperaturze 80°C, aż wyciek z kolumny wykazuje gęstość poniżej 0,5° Bx. Następnie złoże jonitu (złoże żywicy) przemycza się wodą kondensacyjną aż do momentu, gdy w wycieku z kolumny nie stwierdza się obecności zawieszonego materiału, po czym spuszcza się wodę z kolumny do poziomu mieszczącej się w niej żywicy.

Następnie kationit regeneruje się przez przepuszczenie przez kolumnę od dołu 400 ml roztworu zawierającego 100 g NaCl/litr, w ciągu 1 godziny, w temperaturze 80°C, po czym roztwór NaCl wymywa się wodą kondensacyjną o temperaturze 80°C przy szybkości perkolacji 1200 ml/godz.

Kolumny używa się następnie do usunięcia jonów wapnia z soku rzadkiego w sposób jak wyżej opisano w pierwszej części przykładu. Po osiągnięciu stężenia 1° Bx sok rzadki opuszczający kolumnę po perkolacji zbiera się we frakcjach wykazanych w poniższej tablicy 1. We frakcjach tych oznacza się zawartość wapnia, którą wyraża się w mg CaO/litr soku rzadkiego.

W powyższy sposób silnie kwasowy kationit absorbuje 653 miligramorównoważniki wapnia na 1 litr żywicy. Odpowiada to jedynie 19% ilości chlorku sodowego (3420 miligramorównoważników) użytego na 1 litr żywicy.

Przykład II. Silnie kwasowy kationit wytworzony w sposób jak wyżej opisano w przykładzie I regeneruje się w taki sam sposób jak wyżej opisa-

Tablica 1

Frakcja — po perkolacji	Zawartość Ca
1	2
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
30000—32000 ml	14
32000—33000 ml	17

no w przykładzie I, z tą różnicą, że dokonuje się tego zamiast z użyciem 400 ml roztworu NaCl, przy użyciu 200 ml tego roztworu.

W ten sam sposób jak wyżej opisano w przykładzie I, kationitu używa się następnie do usunięcia jonów wapnia z soku rzadkiego o gęstości 13,4° Bx, pH 9,0 i zawartości wapnia 4,6 miligramorównoważnika/litr (128mg CaO/litr).

Wyciek zbiera się we frakcjach wykazanych w poniższej tablicy 2. We frakcjach tych oznacza się zawartość wapnia, którą wyraża się w mg CaO/litr soku rzadkiego.

Tablica 2

Frakcja — po perkolacji	Zawartość Ca
1	2
0— 4000 ml	2
4000— 8000 ml	2
8000—12000 ml	4
12000—14000 ml	8
14000—16400 ml	10
16400—18400 ml	12
18400—20400 ml	16
20400—21400 ml	20

W powyższy sposób silnie kwasowy kationit absorbuje 463 miligramorównoważniki wapnia na 1 litr żywicy. Pomimo tego, że w przeliczeniu na ilość chlorku sodowego użytego na 1 litr żywicy (1710 miligramorównoważników) wydajność podwyższa się od 19%, jak w przykładzie I, do 27%, rzeczywista pojemność żywicy wyraźnie się zmniejsza.

Przykład III. Kationit wytworzony w sposób jak wyżej opisano w przykładzie II przemawia się sokiem rzadkim w sposób jak wyżej opisano w przykładzie II.

Następnie kationit regeneruje się przez przepuszczenie przez kolumnę od dołu 200 ml odwapnionego soku rzadkiego zawierającego 40 g (1 gramorównoważnik) wodorotlenku sodowego/litr w ciągu 1 godziny, w temperaturze 60°C. Następnie kolumnę wymywa się w ciągu 30 minut 600 ml odwap-

nionego soku rzadkiego w temperaturze 60°C. W taki sam sposób jak wyżej opisano w przykładzie I używa się kationitu do usunięcia jonów wapnia z soku rzadkiego o gęstości 14,6° Bx, pH 8,9 i zawartości wapnia 4,9 miligramorównoważnika/litr (137 mg CaO/litr). Wyciek zbiera się we frakcjach wykazanych w poniższej tablicy 3, w których oznacza się zawartość wapnia i wyraża w mg CaO/litr soku rzadkiego (patrz tablica 3).

Tablica 3

Frakcja — po perkolacji	Zawartość Ca
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

W powyższy sposób silnie kwasowy kationit absorbuje 660 miligramorównoważników wapnia na 1 litr żywicy, przy czym wydajność regeneracji wynosi 66%. Przy powtórzeniu tego sposobu postępowania z użyciem w trakcie regeneracji nie zmiekczonego soku rzadkiego, silnie kwasowy kationit absorbuje 630 miligramorównoważników wapnia na 1 litr żywicy.

Produkt regeneracji otrzymany w sposób jak wyżej opisano w przykładzie niniejszym można bardzo łatwo poddać dalszej obróbce przez wprowadzenie go do stadium saturacji. Produkt ten zawiera cukrzany wapnia i nieco nie zużytego wodorotlenku sodowego. W stadium saturacji cukrzany wapnia ulega rozszczepieniu na węglan wapniowy i sacharozę. Wodorotlenek sodowy, który normalnie dodawany jest z tego właśnie powodu, może służyć do ułatwienia wytrącania się węglanu wapniowego. Co więcej, w przeciwieństwie do metody wykorzystującej do regeneracji chlorek sodowy, regenerację prowadzi się całkowicie bez wprowadzania do procesu wody w frakcie wysładzania i nasiadania, co pozwala zaoszczędzić kosztów dodatkowego odparowywania wody i zabezpiecza przed stratami cukru.

Inna możliwość obróbki produktu regeneracji według niniejszego przykładu polega na wprowadzeniu związku sodu w celu utworzenia nierozpuszczalnej soli wapniowej. Odpowiednimi związkami sodu są takie związki jak fosforan trójsodowy oraz krzemian sodowy. Korzystnie należy stosować je w ilości równoważnej ilości wapnia zawartego w produkcie regeneracji. Po usunięciu nie rozpuszczonych soli wapniowych za pomocą odsączenia, zregenerowany sok rzadki zawiera jedynie wodorotlenek sodowy i jeśli jest to pożądane można go użyć w następnym procesie regeneracji.

Przykład IV. Proces prowadzi się w sposób jak wyżej opisano w przykładzie III, z tą różnicą, że stosuje się kationit wytworzony w przykładzie

III, przy czym do regenerowania stosuje się zamiast 200 ml, tylko 160 ml odwapnionego soku rzadkiego. A zatem używa się 800 miligramorównoważników wodorotlenku sodowego na 1 litr żywicy.

Jak to wyżej opisano w przykładzie III, kationitu używa się następnie do usunięcia jonów wapnia z soku rzadkiego, który wykazuje gęstość 13,4° Bx, pH 8,6 i zawartość wapnia 3,5 miligramorównoważnika/litr (98 mg CaO/litr). Uzyskane wyniki przedstawia poniższa tablica 4.

Tablica 4

Fracje — po perkolacji	Zawartość Ca
1	2
0— 4000 ml	3
4000— 8000 ml	2
8000—12000 ml	2
12000—16000 ml	2
16000—20000 ml	2
20000—24000 ml	2
24000—28000 ml	2
28000—32000 ml	8
32000—34000 ml	20

W powyższy sposób kationit absorbuje 572 miligramorównoważniki wapnia na 1 litr żywicy, przy czym wydajność regeneracji wynosi 71,5%.

Przykład V. W przykładzie tym przedstawione są wyniki usuwania jonów wapnia z soku rzadkiego w cukrowni. Sok rzadki wykazuje gęstość 14,5° Bx, pH 9,0 i zawartość wapnia 2,4 miligramorównoważnika/litr (67 mg CaO/litr). Zdolność przetwórcza fabryki wynosi 11 000 ton buraków cukrowych/dzień, z czego wynika produkcja soku rzadkiego wynosząca około 600 m³/godz. Proces prowadzi się w sposób jak wyżej opisano w przykładzie III. Stosuje się silnie kwasowy kationit wspomniany w przykładzie III. Urządzenie odwapniające stanowią trzy kolumny, z których każda zawiera 16000 litrów kationitu, przy czym dwie kolumny stale pracują, a trzecią poddaje się regeneracji. Sok rzadki perkoluje przez kolumnę od góry do dołu z szybkością około 300 m³/godz. w temperaturze 90°C. Następnie kationit poddaje się regeneracji za pomocą przepuszczania przez kolumnę od dołu 16 m³ nie odwapnionego soku rzadkiego o temperaturze 60°C, zawierającego 40 kg wodorotlenku sodowego/m³ w ciągu 1 godziny, po czym kolumnę przemywa się w ciągu 2 godzin 48 m³ nieodwadnionego soku rzadkiego o temperaturze 90°C.

Następnie kationitu używa się do usunięcia z soku rzadkiego jonów wapnia. Perkolację kontynuuje się aż do momentu, w którym zawartość wapnia w soku rzadkim opuszczającym kolumnę wynosi 28 mg CaO/litr. Do tego momentu przez kolumnę przechodzi 4320 m³ soku rzadkiego o zawartości CaO średnio 13 mg/litr. W powyższy sposób kationit absorbuje 520 miligramorównoważników wapnia na 1 litr żywicy.

Przykład VI. W przykładzie tym stosuje się kolumnę zawierającą 200 ml kationitu z grupami

kwasu sulfonowego, jak to opisano w powyższym przykładzie III. Kationit regeneruje się przez przepuszczenie przez kolumnę od dołu 200 ml roztworu melasu wykazującego gęstość 20° Bx, zawierającego 40 g wodorotlenku sodowego/litr, w ciągu 1 godziny, w temperaturze 60°C.

Następnie kolumnę przemywa się w ciągu 30 minut 600 ml roztworu melasu wykazującego gęstość 20° Bx w temperaturze 60°C, po czym kationitu używa się w taki sam sposób jak wyżej opisano w przykładzie III w celu usunięcia jonów wapnia z soku rzadkiego, wykazującego jednakże gęstość 14,0° Bx, pH 9,0 i zawartość wapnia 4,6 miligramorównoważnika/litr (128 mg CaO/litr). Uzyskane wyniki przedstawia poniższa tablica 5.

Tablica 5

Fracje — po perkolacji	Zawartość Ca
1	2
0— 4000 ml	7
4000— 8000 ml	7
8000—12000 ml	7
12000—16000 ml	6
16000—20000 ml	6
20000—24000 ml	8
24000—26000 ml	8
26000—28000 ml	8
28000—30000 ml	15

W ten sposób silnie kwasowy kationit absorbuje 645 miligramorównoważników wapnia na 1 litr żywicy. Otrzymany w tym przykładzie produkt zregenerowany można po zateżeniu zawrócić do końcowego melasu.

Przykład VII. Słabo zasadowego kationitu typu kwasu akrylowego, znanego pod nazwą fabryczną Imac Z 5, produkcji Akzo Chemie, używa się w celu usunięcia jonów wapniowych z soku rzadkiego. Roztwór ten wykazuje gęstość 15,1° Bx, pH 8,5 oraz zawartość wapnia 4,1 miligramorównoważnika/litr (115 mg CaO/litr). Przepuszcza się go przez kolumnę od góry z szybkością perkolacji 4000 ml/godz. w temperaturze 80°C. Kolumna zawiera 200 ml wyżej wspomnianego kationitu w zubożonej formie Na⁺. Perkolację przerywa się po stwierdzeniu w soku rzadkim opuszczającym kolumnę zawartości wapnia 20 mg CaO/litr.

Następnie słabo kwasowy kationit przemywa się przesączonym klarownym sokiem rzadkim, aż do momentu w którym w soku rzadkim opuszczającym kolumnę nie stwierdza się obecności zawieszonego materiału, po czym spuszcza się nadmiar soku rzadkiego do poziomu mieszczącej się w kolumnie żywicy.

Następnie przeprowadza się regenerację słabo kwasowego kationitu przez przepuszczenie przez kolumnę od dołu 200 ml odwapnionego soku rzadkiego zawierającego 40 g wodorotlenku sodowego na 1 litr w temperaturze 60°C w ciągu 1 godziny, po czym kolumnę przemywa się w ciągu 30 minut 600

ml odwapnionego soku rzadkiego o temperaturze 60°C.

Otrzymanego tak kationitu używa się ponownie w ten sam sposób jak wyżej opisano w przykładzie III w celu usunięcia jonów wapnia z soku rzadkiego wykazującego gęstość 14,4° Bx, pH 9,2 i zawartość wapnia 5,1 miligramorównoważnika/litr (144 mg CaO/litr). Wyciek zbiera się we frakcjach wykazanych w poniższej tabelicy 6. We frakcjach tych oznacza się zawartość wapnia, którą wyraża się w mg CaO/litr soku rzadkiego (patrz tablica 6).

Tablica 6

Frakcje — po perkolacji	Zawartość Ca
0—4000 ml	5
4000—8000 ml	8
8000—9000 ml	18

W powyższy sposób kationit absorbuje 219 miligramorównoważników wapnia na 1 litr żywicy.

Przykład VIII. Proces prowadzi się w sposób jak wyżej opisano w przykładzie VII, z tą różnicą, że stosuje się słabo kwasowy kationit typu kwasu fosfonowego w zubożonej formie Na⁺ na bazie makroporowego kopolimeru styren — techniczny dwuwinylobenzen (znany pod nazwą fabryczną Imac SYN 102 produkcji Akzo Chemie).

Sok rzadki poddawany działaniu zregenerowanego kationitu wykazuje gęstość 14,9° Bx, pH 8,5 i zawartość wapnia 5,4 miligramorównoważnika/litr (150 mg CaO/litr). Uzyskane wyniki przedstawia poniższa tablica 7.

Tablica 7

Frakcje — po perkolacji	Zawartość Ca
0—4000 ml	0
4000—5000 ml	12
5000—6000 ml	17

W powyższy sposób kationit absorbuje 156 miligramorównoważników wapnia na 1 litr żywicy.

Przykład IX. W przykładzie tym używa się sześciu kolumn (A—F), z których każda wypełniona jest 200 ml kationitu z grupami kwasu sulfonowego, według przykładu III. Kationit regeneruje się przez przepuszczenie przez każdą kolumnę od dołu 200 ml roztworu zawierającego w 1 litrze 40 g wodorotlenku sodowego oraz wagową ilość sacharozy wymienioną w poniższej tabelicy 8, w ciągu 1 godziny, w temperaturze 60°C. Następnie kolumnę przemywa się roztworem sacharozy o stężeniu takim samym jak ma roztwór regenerujący, z szybkością perkolacji 1200 ml/godz., w temperaturze 60°C. Ilość cieczy użytej do przemywania podana jest w tabelicy 8. W trakcie regeneracji dochodzi do utworzenia się osadu w kolumnach A—C. Osad ten usuwa się z kolumn B i C w trakcie przemywania wyżej wspomnianym roztworem sacharozy.

Następnie, wykorzystując sposób wyżej opisany w przykładzie III, używa się kolumn do usunięcia jonów wapnia z soku rzadkiego, przy czym dane dotyczące jego gęstości i wartości pH oraz zawartości wapnia podane są w tabelicy 8. Wyciek zbiera się we frakcjach wykazanych w tabelicy 8. We frak-

Tablica 8

	Kolumny					
	A	B	C	D	E	F
1	2	3	4	5	6	7
Ilość sacharozy w produkcie zregenerowanym (g/litr)	0	10	50	100	150	300
Ilość cieczy użytej do przemywania (ml)	1000	1200	1200	600	600	600
Sok rzadki						
Gęstość (° 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
Zawartość wapnia	110	119	114	122	139	121
Frakcje — po perkolacji	Zawartość Ca					
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	—	—
26000—28000 ml				10		
28000—30000 ml				23		
Ilość zaabsorbowanego wapnia na 1 litr żywicy (miligramorównoważniki)	28	62	217	626	572	490

ejach tych oznacza się zawartość wapnia (patrz tablica 8), którą niezmiennie wyraża się w mg CaO/litr. W tablicy 8 podana jest także w miligramorównoważnikach ilość zaabsorbowanego wapnia na 1 litr żywicy (kationitu).

Przykład X. W przykładzie tym używa się trzech kolumn, (A—C), z których każda wypełniona jest 200 ml kationitu z grupami kwasu sulfonowego, według przykładu III. Kationit regeneruje się przez przepuszczenie przez każdą kolumnę od dołu 200 ml odwapnionego soku rzadkiego zawierającego 40 g wodorotlenku sodowego w 1 litrze, w temperaturze, odpowiednio, 20°C (kolumna A), 60°C (kolumna B) i 90°C (kolumna C), w ciągu 1 godziny. Następnie wymywa się zasadowy sok rzadki z kolumn przy użyciu 600 ml odwapnionego soku rzadkiego, w ciągu 30 minut, w temperaturze takiej samej jak temperatura stosowana przy regeneracji. Regenerację prowadzi się przy tworzeniu się w kolumnie C osadu, który znika w trakcie przemycania.

Następnie kolumn używa się w taki sam sposób jak to wyżej opisano w przykładzie III w celu usunięcia jonów wapnia z soku rzadkiego o gęstości, pH i zawartości wapnia podanych w poniższej tablicy 9. Wyciek zbiera się we frakcjach wykazanych w tablicy 9, w których oznacza się zawartość wapnia. Zawartość wapnia niezmiennie wyraża się w mg CaO/litr. W tablicy 9 podana jest także ilość zaabsorbowanego wapnia w miligramorównoważnikach na 1 litr żywicy.

Tablica 9

	Kolumny		
	A	B	C
Sok rzadki:			
Gęstość (° Bx)	14,0	14,9	13,6
pH	9,2	8,4	8,8
Zawartość wapnia	118	139	158
Fracje — po perkolacji	—Zawartość Ca		
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	—	—
Ilość zaabsorbowanego wapnia na 1 litr żywicy (miligramorównoważniki)	515	572	535

Przykład XI. W przykładzie tym używa się dwóch kolumn (A i B), z których każda wypełniona jest 200 ml kationitu z grupami kwasu sulfonowego, według przykładu III. Kationit regeneruje się przez przepuszczanie przez kolumny od dołu 200 mg roztworu zawierającego 40 g wodorotlenku sodowego, oraz odpowiednio, 110 g fruktozy (ko-

lumną A) i 110 g laktozy (kolumna B) w 1 litrze, w ciągu 1 godziny, w temperaturze 60°C.

Następnie kolumny przemycane są w ciągu 1 godziny 1200 ml roztworu zawierającego w 1 litrze 110 g odpowiedniego cukru. W trakcie regeneracji dochodzi do utworzenia się osadu w obu kolumnach. Osad ten zanika w czasie przemycania kolumn.

Następnie obu kolumn używa się w taki sam sposób jak wyżej opisano w przykładzie III w celu usunięcia jonów wapnia z soku rzadkiego o gęstości 14,5° Bx, pH 8,3 i zawartości wapnia 110 mg CaO/litr. Wyciek zbiera się we frakcjach wykazanych w poniższej tablicy 10, w której podana jest także końcowa ilość zaabsorbowanego wapnia w miligramorównoważnikach na 1 litr żywicy (kationitu). Zawartość wapnia wyraża się w mg CaO/litr.

Tablica 10

Fracje — po perkolacji	Zawartość Ca	
	Kolumna A	Kolumna 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
Ilość zaabsorbowanego wapnia na 1 litr żywicy (miligramorównoważniki)	410	407

Przykład XII. W przykładzie tym używa się kationitu według przykładu III do zmiękczenia amsterdamskiej wody wodociągowej. Wodę wodociągową o twardości 125 ml CaO/litr przepuszcza się od góry przez kolumnę zawierającą 200 ml wyżej wspomnianego kationitu w formie Na⁺ z szybkością perkolacji 4000 ml/godz. Perkolację prowadzi się aż do stwierdzenia, że woda opuszczająca kolumnę ma twardość 10 mg CaO/litr.

Następnie przeprowadza się regenerację przez przepuszczenie przez kolumnę od dołu 200 ml roztworu zawierającego w 1 litrze 60 g wodorotlenku sodowego i 220 g sacharozy, w ciągu 1 godziny, w temperaturze 20°C, po czym kolumnę przemycaną w ciągu 30 minut, w temperaturze 20°C 600 ml roztworu 220 g sacharozy. Po zakończeniu przemycania kolumnę przepłukuje się wodą wodociągową, aż do stwierdzenia, że nie zawiera ona więcej sacharozy.

Następnie kationitu używa się w taki sam sposób jak to wyżej opisano w pierwszej części niniejszego przykładu do usunięcia jonów twardości z wody wodociągowej. Wyciek zbiera się we frakcjach wykazanych w poniższej tablicy 11, w których oznacza się twardość (wyrażaną w mg CaO/litr).

W powyższy sposób kationit absorbuje 895 miligramorównoważników jonów twardości.

krystalizacji (tzw. syrop B) kationów jednowartościowych na kationy dwuwartościowe za pomocą silnie kwasowego kationitu. Zwykle stosowanym kationem dwuwartościowym jest jon magnezu. W metodzie Quentina silnie kwasowe kationity regeneruje się przy użyciu roztworu chlorku magnezowego. Produkt regeneracji zawiera głównie chlorek potasowy i chlorek sodowy, który mogą powodować poważne problemy związane ze ściekami.

Sposób opisany w poniższej części opisu umożliwia wprowadzanie wapnia jako kationu dwuwartościowego do syropu B bez powodowania problemów dotyczących ścieków. W tym celu syrop B przepuszcza się od góry przez kolumnę zawierającą 200 ml makroporowatego kationitu z grupami kwasu sulfonowego (znanego pod nazwą fabryczną Imac C 16 P produkcji Akzo Chemie) w formie Ca^{2+} , przy szybkości perkolacji 300 ml/godz., w temperaturze 90°C, aż do momentu, gdy skład syropu B opuszczającego kolumnę stanie się identyczny ze składem syropu B podawanego na kolumnę. Następnie żywicę wysładza się wodą kondensacyjną o temperaturze 90°C do 0,5 Bx, po czym przemywa. Użyty w tym sposobie syrop B wykazuje gęstość 70° Bx i pH 7,8 oraz zawiera 2,10% K, 0,37% Na, 0,03% Ca i 0,10% Mg.

Następnie żywicę poddaje się regeneracji przez przepuszczenie przez kolumnę od góry 700 g roztworu melasu o gęstości 19° Bx, zawierającego 454 miligramów równoważniki CaO/kg , z szybkością perkolacji 600 ml/godzinę, w temperaturze 60°C. Następnie produkt zregenerowany mieszczący się w kolumnie przemywa się wodą kondensacyjną o temperaturze 60°C przy szybkości perkolacji 1200 ml/godz., aż gęstość wycieku obniży się do 0,5° Bx. Wyciek po regeneracji i przemywki wodne zbiera się. Na podstawie oznaczenia zawartości wapnia w czynniku regenerującym i w wycieku po regeneracji i przemywkach oblicza się, że 1 litr żywicy absorbuję 671 miligramów równoważników wapnia. Po zażyciu wycieku po regeneracji przez odparowanie, można go zawrócić do melasu.

W metodzie Quentina, w przypadku, gdy kationem dwuwartościowym jest jon magnezu, do regenerowania żywicy używa się na ogół roztworu MgCl_2 . Korzystniejszy sposób polega na dokonaniu regeneracji przy użyciu roztworu MgSO_4 , w wyniku czego otrzymuje się produkt regeneracji zawierający jony SO_4^{2-} , które można wytrącić jonami Ca^{2+} . Dzięki temu można w znacznym stopniu złagodzić problem ścieków. Jest to możliwe tylko wtedy, gdy podczas regeneracji żywica zawiera tylko niewiele, lub wcale nie zawiera jonów Ca^{2+} . W innym przypadku, obecność wapnia w żywicy powodować będzie stale wytrącanie się w niej siarczuanu wapniowego, czego należy unikać jak tylko jest to możliwe. Obecność wapnia w żywicy często jest nieunikniona. W rezultacie, do zregenerowania żywicy można używać siarczuanu magnezowego jedynie w postaci bardzo słabego roztworu. Korzyść wynikająca z użycia siarczuanu magnezowego zostaje w następstwie tego na ogół zniwelowana przez duży wzrost zużycia wody niezbędnej do rozcieńczenia siarczuanu magnezowego. Jednakże, sposób według przykładu III umożliwia użycie siarczuanu ma-

gnezowego w stężeniu normalnie stosowanym przy regeneracji, a mianowicie — w roztworze 1—1,5 N. Zgodnie ze sposobem wyżej opisanym w przykładzie III, regenerację z użyciem siarczuanu magnezowego można poprzedzić usunięciem z żywicy wapnia za pomocą roztworu wodorotlenku sodowego w soku rzadkim.

Przykład XVIII. Sok rzadki o gęstości 15,0° Bx, pH 8,6 i zawartości wapnia 4,6 miligramów równoważnika/litr (130 mg CaO/litr) przepuszcza się wpierw od góry przez kolumnę zawierającą 200 ml kationitu z grupami kwasu sulfonowego, według przykładu III, z szybkością perkolacji 4000 ml/godz., w temperaturze 80°C, a następnie, w celu odbarwienia, od góry przez kolumnę zawierającą 200 ml makroporowatego siabo zasadowego anionitu na bazie amidowanego estru kwasu poliakrylowego (znanego pod nazwą fabryczną IMAC SYN A 574 P produkcji Akzo Chemie). Perkolację prowadzi się w ciągu 7 godzin, przy czym zawartość wapnia w soku rzadkim opuszczającym pierwszą kolumnę wynosi 17 mg CaO/litr .

Następnie obie kolumny oddzielnie przemywa się sokiem rzadkim aż do momentu, gdy w soku opuszczającym kolumnę nie stwierdza się obecności zawieszonego materiału, po czym nadmiar soku spuszcza się do poziomu żywicy.

Następnie dokonuje się, szeregowo, regeneracji obu jonitów przez przepuszczenie 200 ml odwapnionego soku rzadkiego zawierającego 40 g wodorotlenku sodowego w 1 litrze, w ciągu 1 godziny, w temperaturze 60°C od dołu przez pierwszą kolumnę i od góry przez drugą kolumnę. Obie kolumny przemywa się szeregowo w ciągu 60 minut 1200 ml odwapnionego soku rzadkiego w temperaturze 60°C.

Obu kolumn używa się ponownie w taki sam sposób jak wyżej opisano w pierwszej części niniejszego przykładu do usunięcia wapnia i substancji barwnych z soku rzadkiego wykazującego gęstość 14,6° Bx, pH 9,1, zawartość wapnia 3,8 miligramów równoważnika/litr (107 mg CaO/litr) i absorbancję przy 560 nm 0,205 (pomiar w kuwecie absorpcyjnej 1 cm).

Wyciek zbiera się we frakcjach wykazanych w poniższej tablicy 13, w których oznacza się za-

Tablica 13

Frakcje — po perkolacji	Zawartość Ca	Absorbancja w świetle widzialnym
0— 400 ml	2	0,040
4000— 8000 ml	4	0,040
8000—12000 ml	3	0,050
12000—16000 ml	5	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

Tablica 11

Frakcje — po perkolacji	Twardość
0—10 litrów	4
10—20 litrów	4
20—30 litrów	6
30—40 litrów	8
40—42 litrów	10

Przykład XIII. Sok rzadki z buraków cukrowych odwapniony w poprzednim stadium poddaje się demineralizacji za pomocą silnie kwasowego kationitu wytworzonego w sposób jak wyżej opisano w przykładzie III w formie H^+ i słabo zasadowego anionitu w formie wolnej zasady na bazie makroporowatego kopolimeru styren — dwuwinylobenzen (znanego pod nazwą fabryczną Imac A 20 SU produkcji Akzo Chemie). Usuwa się w ten sposób około 90% niecukrów zawartych w soku rzadkim, głównie kationów i anionów, to jest 188 g na 1 litr żywicy anionitowej. W tym celu odwapniony sok rzadki o gęstości $14,5^\circ Bx$ i pH 9,2 przepuszcza się z szybkością perkolacji 1200 ml/godz. i w temperaturze $11^\circ C$, od góry, kolejno przez kolumnę zawierającą 200 ml wyżej wspomnianego kationitu i kolumnę zawierającą 200 ml wyżej wspomnianego anionitu. Perkolację prowadzi się aż pH soku rzadkiego opuszczającego kolumnę obniży się do 4,5, po czym obie kolumny wysładza się wodą kondensacyjną i przemycia.

Następnie kationit poddaje się regeneracji za pomocą przepuszczania od góry w ciągu 30 minut 200 ml roztworu zawierającego w 1 litrze 120 g kwasu siarkowego, po czym następuje przemycie wodą kondensacyjną aż do stwierdzenia zaniku obecności kwasu.

Anionit regeneruje się za pomocą przepuszczania przez kolumnę od góry, z szybkością perkolacji 400 ml/godz., w temperaturze $15^\circ C$, 400 g roztworu wytworzonego przez dodanie tlenu wapniowego do roztworu melasu wykazującego gęstość $19^\circ Bx$ aż do zawartości 750 miligramorównoważników CaO/kg . Produkt zregenerowany mieszczący się w kolumnie przemycia się wodą kondensacyjną o temperaturze $15^\circ C$ przy szybkości perkolacji 1200 ml/godz., aż gęstość wycieku z kolumny obniży się do $0,5^\circ Bx$.

Następnie obu kolumn używa się ponownie w celu zdemineralizowania soku rzadkiego w sposób jak wyżej opisano w pierwszej części niniejszego przykładu. Po nasłoczeniu obu kolumn do $1^\circ Bx$, wyciek zbiera się w całości, aż pH soku rzadkiego opuszczającego drugą kolumnę obniży się do 4,5. Iloraz czystości wyjściowego soku rzadkiego (89,49), wycieku (98,63) i całkowity ciężar wycieku służą jako podstawa obliczenia ilości niecukrów, wyrażonej w gramach na litr anionitu, usuniętych przez kombinację dwóch żywic. Stwierdza się, że w niniejszym przykładzie usuwa się 184 g niecukrów na 1 litr żywicy anionitowej.

Przykład XIV. Proces prowadzi się w sposób jak wyżej opisano w przykładzie XIII, z tą różnicą, że do regeneracji anionitu używa się roztworu

o gęstości $8^\circ Bx$ i zawartości wapnia 150 miligramorównoważników CaO na 1 kg roztworu. Regeneracji anionitu dokonuje się przy użyciu 2000 g roztworu regenerującego przy szybkości perkolacji 800 ml/godz. Iloraz czystości wyjściowego soku rzadkiego wynosi 90,16, a wycieku 97,50. Stwierdza się, że 1 litr żywicy anionitowej usuwa 145 g niecukrów.

Przykład XV. Proces prowadzi się w sposób jak wyżej opisano w przykładzie XIII, z tą różnicą, że stosuje się słabo zasadowy anionit na bazie estru kwasu poliakrylowego amidowanego dwumetyloaminopropylaminą (znany pod nazwą fabryczną Imac SYN A 572 produkcji Akzo Chemie). Iloraz czystości wyjściowego soku rzadkiego wynosi 89,30, a wycieku 97,93. Stwierdza się, że 1 litr żywicy anionitowej usuwa 206 g niecukrów.

Przykład XVI. Dla zabezpieczenia się przed tworzeniem się cukru inwertowanego w trakcie odparowywania soku rzadkiego, do wprowadzenia do tego soku grup hydroksylowych stosuje się silnie zasadowy anionit typu II w formie OH^- . W tym celu odwapniony sok rzadki o gęstości $15,1^\circ Bx$ i pH 8,6 przepuszcza się od góry przez kolumnę zawierającą 200 ml wspomnianego silnie zasadowego anionitu (znanego pod nazwą fabryczną Imac S 542 produkcji Akzo Chemie), z szybkością perkolacji 1200 ml/godz. i w temperaturze $35^\circ C$. Perkolację prowadzi się aż pH soku rzadkiego opuszczającego kolumnę obniży się do 9,5, po czym kolumnę wysładza się do $0,5^\circ Bx$ wodą kondensacyjną w temperaturze $35^\circ C$, a następnie przemycia.

Następnie silnie zasadowy anionit poddaje się regeneracji przy użyciu 400 g roztworu wytworzonego przez dodanie tlenu wapniowego do roztworu melasu wykazującego gęstość $19^\circ Bx$ aż do zawartości 750 miligramorównoważników CaO/kg . Roztwór ten przepuszcza się przez kolumnę od góry z szybkością perkolacji 400 ml/godz., w temperaturze $35^\circ C$. Produkt zregenerowany mieszczący się w kolumnie przemycia się wodą kondensacyjną przy szybkości perkolacji 1200 ml/godz., w temperaturze $35^\circ C$, aż gęstość wycieku obniży się do $0,5^\circ Bx$.

Następnie anionitu używa się ponownie, do obróbki soku rzadkiego w sposób jak wyżej opisano w pierwszej części niniejszego przykładu. Wyciek zbiera się we frakcjach wykazanych w poniższej tabelicy 12, w których oznacza się wartość pH. Stwierdza się, że pH soku rzadkiego wyraźnie wzrasta.

Tablica 12

Frakcje — po perkolacji	pH soku rzadkiego
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

Przykład XVII. Znany jest fakt zwiększania wydajności kryształów cukru w trzecim stopniu krystalizacji w wyniku wymiany w syropach otrzymanych z buraków cukrowych w drugim stopniu

wartość wapnia oraz wartość absorbancji w świetle widzialnym.

W powyższy sposób silnie kwasowy kationit absorbuje 628 miligramorównoważników wapnia na 1 litr żywicy, a słabo zasadowy anionit powoduje zmniejszenie absorbancji w świetle widzialnym wyjściowego soku rzadkiego przeciętnie o 69%.

Stadium regeneracji prowadzi się wyłącznie bez wprowadzania wody do procesu, co oszczędza kosztów ponoszonych na dodatkowe odparowanie i zapobiega stratom cukru w trakcie wysładzania i nasładzania. Poza tym, odbarwienie uzyskuje się bez ponoszenia dodatkowych kosztów na regenerację. Podobne wyniki uzyskuje się przy użyciu innych typów żywic słabo zasadowych.

Regeneracji można także dokonać w przypadku rozcieńczonych melasów zawierających NaOH, przy czym produkt regeneracji można wtedy zawrócić do melasu końcowego.

Przykład XIX. Proces prowadzi się w taki sam sposób jak wyżej opisano w przykładzie XVIII, z tą różnicą, że w celu odbarwienia stosuje się makroporowaty kopolimer styren — techniczny dwuwinylobenzen (znany pod nazwą fabryczną IMAC SYN 46 produkcji Akzo Chemie).

Poddawany działaniu zregenerowanego kationitu i makroporowatego kopolimeru sok rzadki wy-

Tablica 14

Frakcje — po perkolacji	Zawartość Ca	Absorbancja w świetle widzialnym (560 nm)
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
20000—24000 ml	6	0,207
24000—28000 ml	10	0,210
28000—3000 ml	20	0,210

kazuje gęstość 14,8° Bx, pH 9,2, zawartość wapnia 4,4 miligramorównoważnika/litr (124 mg CaO/litr) i absorbancję przy 560 nm 0,225 (pomiar w kuwecie absorpcyjnej 1 cm). Wyciek zbiera się we frakcjach wykazanych w poniższej tablicy 14, w których oznacza się zawartość wapnia i wartość absorbancji w świetle widzialnym.

W powyższy sposób silnie kwasowy kationit absorbuje 626 miligramorównoważników wapnia na 1 litr żywicy, a makroporowaty kopolimer powoduje odbarwienie wyjściowego soku rzadkiego przeciętnie o około 10%.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób regenerowania sorbentów przy pomocy zasadowego roztworu wodnego, **znamienny tym**, że jako regenerujący roztwór wodny stosuje się roztwór zawierający co najmniej 20 miligramorównoważników/litr wodorotlenku metalu alkalicznego i/lub wodorotlenku metalu ziem alkalicznych o liczbie atomowej co najmniej 20, oraz co najmniej 1% wagowych monosacharydu i/lub disacharydu.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako wodorotlenek metalu alkalicznego stosuje się wodorotlenek sodowy.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako wodorotlenek metalu ziem alkalicznych stosuje się wodorotlenek wapniowy.

4. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako disacharyd stosuje się sacharozę.

5. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako regenerujący roztwór wodny stosuje się roztwór wodny zawierający od około 0,2 do około 4 gramorównoważników/litr wodorotlenku.

6. Sposób według zastrz. 4, **znamienny tym**, że jako roztwór wodny stosuje się roztwór wodny zawierający 5—75% wagowych sacharozy.

7. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że regenerację prowadzi się w temperaturze w zakresie od temperatury krzepnięcia do temperatury wrzenia roztworu.

8. Sposób według zastrz. 7, **znamienny tym**, że regenerację prowadzi się w temperaturze w zakresie od 5 do 90°C.