



Patent dodatkowy  
do patentu \_\_\_\_\_

Zgłoszono: 25.III.1967 (P 119 683)

Pierwszeństwo: \_\_\_\_\_

Opublikowano: 10.XII.1968

Kl. 12 k, 3/20

MKP C 01 c 3/20

UKD 661.664

**Współtwórcy wynalazku:** mgr inż. Scholastyka Urbanowicz, mgr inż.  
Jan Wiszczor, mgr inż. Alicja Kalina

**Właściciel patentu:** Instytut Włókien Sztucznych i Syntetycznych, Łódź  
(Polska)

**Sposób usuwania śladowych ilości jonów żelaza z roztworu  
rodanku sodowego**

1

Przy produkcji włókien poliakrylonitrylowych stosuje się wodny roztwór rodanku sodowego służący jako rozpuszczalnik poliakrylonitrylu. Ze względu na ekonomikę procesu, wodny roztwór rodanku sodowego regeneruje się, po czym ponownie używa go się do produkcji. W procesie regeneracji, w zależności od stopnia zanieczyszczenia innych surowców, wzrasta w roztworze rodanku sodowego zawartość jonów żelaza do kilku mg/kg rodanku sodowego, co wpływa ujemnie na przebieg procesu wytwarzania włókien poliakrylonitrylowych, jak również na jakość gotowego włókna.

Znany jest cały szereg sposobów usuwania śladowych ilości jonów żelaza z różnych związków chemicznych, również i z rodanków, za pomocą jonitów lub za pomocą ekstrakcji eterem etylowym, fosforanem trójbutylowym, octanem amylovym itp. Sposoby te nie znalazły jednak zastosowania przy usuwaniu jonów żelaza z roztworów rodanku sodowego ze względów zarówno ekonomicznych jak i dużych trudności powstających przy regeneracji jonitów.

Według jednego ze sposobów stosowanego w skali przemysłowej, oczyszczanie stężonego roztworu rodanku sodowego z nadmiaru jonów żelaza polega na tym, że roztwór rodanku sodowego podgrzewa się do temperatury około 70°C przy pH = 9—10, a powstały w wyniku hydrolizy osad wodorotlenku żelaza usuwa się z roztworu przez fil-

2

trację. Ze względu na duży iloczyn rozpuszczalności wodorotlenku żelaza w danym środowisku, w cieczy filtracyjnej pozostają jony żelaza w ilościach kilkakrotnie przewyższających wartości dopuszczalne, co jest wybitnie niekorzystne dla dalszego procesu wytwarzania włókien poliakrylonitrylowych.

Sposobem według wynalazku roztwór rodanku sodowego zawierający jony żelaza przepuszcza się przez warstwę tworzywa poliamidowego o niskim stopniu krystaliczności i rozwiniętej powierzchni korzystnie przez surowe nierozciągnięte włókno, luźne włókno poliamidowe, lub gąbkę poliamidową. Ze względu jednak na pewną zależność szybkości sorpcji jonów żelaza przez tworzywo poliamidowe od temperatury i od pH roztworu, korzystne jest uprzednie ogrzanie roztworu do temperatury 20—80°C i utrzymanie jego pH na poziomie 5—7.

Oczyszczony sposobem według wynalazku roztwór rodanku sodowego nie zawiera praktycznie jonów żelaza.

Bardzo cennym dla wymienionego sposobu jest fakt, że stosowane tworzywo poliamidowe regeneruje się gorącą destylowaną wodą, co pozwala na maksymalne jego wykorzystanie. Po stwierdzeniu, że przepuszczony przez warstwę tworzywa poliamidowego np. przez warstwę włókna poliamidowego, roztwór rodanku sodowego zawiera około 1 mg jonów żelaza/kg rodanku sodowego, war-

stwę włókna przemywa się wodą destylowaną o temperaturze do 90°C do zaniku reakcji na jony żelaza. W ten sposób zregenerowane włókno poliamidowe nadaje się do ponownego wielokrotnego stosowania.

Sposób usuwania śladowych ilości jonów żelaza z roztworu rodanku sodowego według wynalazku, może być również stosowany do usuwania jonów żelaza z roztworów rodanku potasowego, rodanku amonowego, chlorowodoru hydroksyloaminy, glikolu itp. oraz z wody z tym jednak zastrzeżeniem, aby oczyszczane związki nie rozpuszczały tworzywa poliamidowego.

Sposób według wynalazku ilustruje bliżej przykład.

Przykład. Do kolumny szklanej o średnicy około 10 mm i wysokości 300 mm wprowadzono 5 g nierozciągniętej, zgrzeblonej, pozbawionej monomerów przędzy poliamidowej. Następnie przez górny otwór wlewano dozując podlegający oczyszczeniu roztwór rodanku sodowego o zawartości 3 mg jonów żelaza/kg rodanku sodowego z prędkością 3—4 ml/miutę. Temperatura roztworu wynosiła około 30°C a pH 6,0—6,5.

Po przepuszczeniu przez kolumnę 3 l roztworu rodanku sodowego oczyszczony roztwór zawierał

średnio 0,8 mg jonów żelaza/kg rodanku sodowego. Kolumnę przemyto 150 ml wody destylowanej o temp. 60—80°C, po czym oczyszczano następną porcją roztworu rodanku sodowego.

#### Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób usuwania śladowych ilości jonów żelaza z roztworu rodanku sodowego, na drodze sorpcji **znamienny tym**, że roztwór rodanku sodowego przepuszcza się przez warstwę tworzywa poliamidowego o niskim stopniu krystaliczności i rozwiniętej powierzchni, korzystnie przez surowe nierozciągnięte, luźne włókno poliamidowe, lub gąbkę poliamidową, które po regeneracji stosuje się ponownie do sorpcji jonów żelaza.
2. Sposób według zastrz. 1 **znamienny tym**, że przez warstwę tworzywa poliamidowego przepuszcza się wodny roztwór rodanku sodowego ogrzany do temperatury 20—80°C i wykazujący pH = 5—7.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, **znamienny tym**, że tworzywo poliamidowe regeneruje się przez przemycie go wodą destylowaną o temperaturze do 90°C.