



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

233
ДЛЯ СЛУЖЕБНОГО ПОЛЬЗОВАНИЯ ЭКЗ. №

(19) **SU** (11) **1534824** **A**¹

(51)5 В 01 J 49/00

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГИИТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 4198373/31-26

(22) 24.02.87

(71) Институт коллоидной химии и химии воды им. А.В. Думанского

(72) В.Д. Гребенюк, И.И. Пенкало,

Т.Д. Гудрит, В.Ф. Резаненко

и Т.Т. Соболевская

(53) 661.183 (088.8)

(56) ГОСТ 10896-78 иониты. Подготовка и испытания М., Изд-во ГК СССР по стандартам, 1978, с. 7.

Чикин Г.А., Мягкой О.Н. Ионнообменные методы очистки веществ. Воронеж.: ВГУ, 1984, с. 194.

(54) СПОСОБ РЕГЕНЕРАЦИИ МАКРОПОРИСТОГО КАТИОНИТА

(57) Изобретение относится к ионному

2
обмену и позволяет повысить степень очистки сорбента при его подготовке к работе при сохранении обменной емкости исходного образца с одновременной интенсификацией процесса. Сущность изобретения заключается в том, что макропористый катионит КУ-23 с ХПК 690 мг O_2 /л обрабатывают 5 объемами 98%-ного водно-уксусного раствора со скоростью 10 об/об в час, затем промывают водой и обрабатывают 3 объемами 0,3%-ного раствора гидроксида натрия со скоростью 0,5 об/об в час. После промывки водой ХПК катионита 48 мг O_2 /л, а полная сорбционная емкость не изменилась. 2 з.п. ф-лы, 5 табл.

Изобретение относится к ионному обмену, в частности к очистке макропористых катионитов от органических примесей и продуктов деструкции исходных полимеров, а также продуктов деструкции бензина, являющегося порообразователем при производстве технического макропористого катионита.

Цель изобретения - повышение степени чистоты при сохранении обменной емкости исходного катионита, интенсификация процесса и обеспечение малоотходной технологии.

Пример 1 (по прототипу). 1 л технического катионита КУ-23 с ХПК 690 мг O_2 /л ионита осветлили 100 л дистиллята. Скорость подачи жидкости во всех операциях при обработке катионита составляла 2 объема раствора в час на 1 объем катионита. Освет-

ленный катионит (ХПК 290) обработали последовательно 2, 3 и 4%-ными растворами едкого натра соответственно 10, 10 и 15 л, затем промыли 20 л дистиллята. После этого пропустили последовательно 3,5, 7 и 10%-ный раствор соляной кислоты соответственно 10, 10 и 15 л с последующей промывкой (до отсутствия иона хлора в промывных водах) 30 л дистиллята, ХПК очищенного катионита составляло 97 мг O_2 на литр катионита, ПСОЕ оставалась на уровне исходного значения для технического КУ-23 и составляла 1,2 мг-экв/г. Затем 0,5 л катионита КУ-23, очищенного в примере по прототипу, с ХПК 97 мг O_2 /л обработали 1,5 л этилового спирта, промыли 15 л дистиллированной воды (до отсутствия следов спирта в промывной воде), ХПК

(19) **SU** (11) **1534824** **A**¹

катионита возросло до 2530 мг O_2 /л катионита.

Параллельно с последним экспериментом взяли 0,5 л катионита КУ-23, очищенного по прототипу, с ХПК 97 мг O_2 /л, обработали 1,5 л ацетона, промыли 15 л воды (до отсутствия следов ацетона в промывной воде, < 1 мг/л). ХПК катионита увеличилось до 158 мг O_2 /л ионита.

Этапы обработки технического катионита по прототипу отражены в табл.1.

П р и м е р 2. 1 л исходного технического макропористого катионита КУ-23, предварительно не осветленного, с ХПК 690 мг O_2 /л ионита и ПСОЕ 1,25 мг-экв/г ионита поместили в стеклянную емкость с нижним тубусом и промыли 98%-ным водно-ацетоновым раствором объемом 5 л со скоростью 1 л/ч затем промыли 10 л дистиллята со скоростью 0,5 л/ч. ХПК катионита составило 59 мг O_2 /л, ПСОЕ 1,2 мг-экв/г. Затем этот катионит промыли 3 л 0,3%-ного раствора едкого натра со скоростью 0,5 л/ч, после чего отмыли от щелочи 20 л дистиллята с той же скоростью. ХПК катионита составило 48 мг O_2 /л, ПСОЕ 1,2 мг-экв/г (пример 15 табл.2).

П р и м е р 3. 1 л исходного технического неосветленного катионита КУ-23 с ХПК 60 и ПСОЕ 1,2 мг-экв/г поместили в стеклянную емкость с нижним тубусом и промыли 5 л 60%-ного водно-ацетонового раствора со скоростью 1 л/ч, затем промыли 10 л дистиллята со скоростью 0,5 л/ч. ХПК катионита составило 61 мг O_2 /л, ПСОЕ - 1,2 мг-экв/г, затем этот катионит промыли 3 л 0,05%-ного раствора едкого натра со скоростью 0,5 л/ч, после чего отмыли от щелочи 20 л дистиллята с той же скоростью. ХПК катионита составило 52 мг O_2 /л ионита ПСОЕ 1,2 мг-экв/г (пример 17, табл.2)

П р и м е р 4. 1 л исходного технического макропористого неосветленного катионита КУ-23 с ХПК 690 мг O_2 /л ионита и ПСОЕ 1,25 мг-экв/г ионита поместили в стеклянную емкость с нижним тубусом и промыли 5 л 80%-ного водно-ацетонового раствора со скоростью 1 л/ч, затем промыли 10 л дистиллята со скоростью 0,5 л/ч. ХПК катионита составило 60 мг O_2 /л, ПСОЕ 1,2 мг-экв/г, затем этот катионит промыли 3 л 0,1%-ного раствора

едкого натра со скоростью 0,5 л/ч, после чего отмыли от щелочи 20 л дистиллята с той же скоростью, ХПК катионита уменьшилось до 49 мг O_2 /л, ПСОЕ составляло 1,2 мг-экв/г.

Преимущества предлагаемого способа очистки по сравнению с известным отражены в табл.3.

Данное по чистоте катионита при различном порядке обработки представлено в табл.4.

Как следует из этих данных, предлагаемый способ очистки макропористого катионита позволяет получить катионит высокой степени чистоты по ХПК (48 мг O_2 /л катионита), а по известному лишь 97 мг O_2 /л, т.е. повышается степень очистки ионита по предлагаемому способу в два раза.

П р и м е р 5. Установлено, что на очистку 1 объема макропористого катионита КУ-23 необходимо 4-5 объемов водно-ацетонового раствора (табл.5)

Предлагаемый способ позволяет интенсифицировать процесс очистки, время на очистку сокращается в три раза, при этом следует отметить резкое изменение концентрации самих реагентов - щелочи и кислоты, причем кислоту не следует использовать вообще, а щелочь используют приблизительно на порядок менее концентрированную, что влечет за собой также расход едкого натра, одновременно сокращается сброс более чем на порядок. При этом исключена предварительная стадия осветления, что сокращает объем промывных вод на процесс очистки приблизительно в три раза.

Зависимость чистоты продукта от соотношения объемов сорбента и промывочного раствора при $Y=0,5$ л/ч даны в табл.5.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

1. Способ регенерации макропористого катионита, включающий контакт катионита с раствором гидроксида натрия и ацетоном с промежуточной промывкой дистиллированной водой, отличающийся тем, что, с целью повышения степени регенерации от органических веществ при сохранении обменной емкости катионита, интенсификации процесса и снижения расхода реагентов, катионит сначала контактирует с ацетоном или водно-

ацетоновым раствором при отношении 4-5 объема раствора на объем сорбента и затем с раствором гидроксида натрия.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что концентрацию аце-

тона в водном растворе берут равной 60-98 мас.%.
3. Способ по п.1, отличающийся тем, что концентрацию гидроксида натрия в растворе берут равной 0,05-0,3 мас.%,

5

Таблица 1

№ п/п	Операция	Общий расход реагента, дм ³	Время, ч	ХПК, мг О ₂ /дм ³
1	Осветление дистиллятом	100	50	290
2	Раствор NaOH (2-4%-ный)	35	18	-
3	Промывка H ₂ O	20	10	102
4	Обработка HCl (3%-ная)	35	15	-
5	Промывка водой	30	15	97
6	Обработка ацетоном марки ЧДА	5	10	-
7	Промывка водой	20	40	158
8	Обработка 2%-ный NaOH	35	18	-
9	Промывка водой	20	10	90

Таблица 2

Условия обработки технического Ю-23

Пример	Обработка водно-ацетоновым раствором			Промывка водой		ХПК, мг О ₂ на 1 л нонита	Обработка щелочным раствором			Промывка водой		ХПК, мг О ₂ на 1 л нонита
	Концентрация, %	Время, ч	Расход, л/ч	Расход, л/ч	Время, ч		Концентрация, %	Время, ч	Расход, л/ч	Расход, л/ч	Время, ч	
1	100	5	1	0,5	20	78	0,3	6	0,5	0,5	40	66
2	100	5	1	0,5	20	78	0,1	6	0,5	0,5	40	67
3	98	5	1	0,5	20	59	0,1	6	0,5	0,5	40	50
4	90	5	1	0,5	20	59	0,1	6	0,5	0,5	40	48
5	80	5	1	0,5	20	60	0,1	6	0,5	0,5	40	49
6	70	5	1	0,5	20	61	0,1	6	0,5	0,5	40	50
7	60	5	1	0,5	20	62	0,1	6	0,5	0,5	40	52
8	55	5	1	0,5	20	91	0,1	6	0,5	0,5	40	70
9	50	5	1	0,5	20	89	0,1	6	0,5	0,5	40	78
10	90	5	1	0,5	20	59	0,03	6	0,5	0,5	40	57
11	90	5	1	0,5	20	59	0,05	6	0,5	0,5	40	52
12	90	5	1	0,5	20	59	0,1	6	0,5	0,5	40	50
13	90	5	1	0,5	20	59	0,3	6	0,5	0,5	40	48
14	90	5	1	0,5	20	59	0,5	6	0,5	0,5	40	48
15	90	5	1	0,5	20	59	0,7	6	0,5	0,5	40	48
16	98	5	1	0,5	20	59	0,3	6	0,5	0,5	40	49
17	60	5	1	0,5	20	61	0,05	6	0,5	0,5	40	52

Примечание. Обменная емкость (ПСОЕ) во всех примерах остается на уровне емкости исходного нонита (1,2 мг-экв/г).

Т а б л и ц а 3

Сопоставительная характеристика известного и предлагаемого способов очистки катионита (ХПК исходного 690 мг O_2 /л)

Операция	Известный способ			Операция	Предлагаемый способ		
	Общий расход реагента, л	Время, ч	ХПК, мг O_2 /л		Общий расход реагента, л	Время, ч	ХПК, мг O_2 /л
Осветление дистиллятом	100	50	290	Осветление дистиллятом	Отсутствует		
Раствор NaOH (2-4%-ный)	35	18	-	Водно-ацетоновый р-р (60-98%-ный)	5	5	-
Промывка H_2O	20	10	102	Промывка H_2O	10	20	59
Обработка HCl (3%-ная)	35	15	-	Обработка NaOH (0,05-0,3%-ный)	3	6	-
Промывка водой	30	15	97	Промывка водой	10	20	48
Обработка 100%-ным ацетоном	5	10	-				
Промывка водой	20	40	158				
Общий расход реагентов				Общий расход реагентов			
Вода				Вода			
170				20			
Щелочь				3			
35				Водно-ацетоновый р-р 80%-ный			
35				5			
Ацетон				5			
5							
Общее время		158				51	

Т а б л и ц а 4

Порядок обра- ботки	Расход				ХПК, мг O ₂ /л катио- нита
	Реагент		Вода		
	Рас- ход, л/ч	Вре- мя, ч	Рас- ход, л/ч	Вре- мя, ч	
Исходный КУ-23	-	-	-	-	690
I. Осветленный КУ-23					290
Щелочь (0,1%- ная)	0,5	6	0,5	40	220
Водно-ацетона- вый раствор (90%-ный)	1	5	0,5	20	10

Продолжение табл. 4

Порядок обра- ботки	Расход				ХПК, мг O ₂ /л катио- нита
	Реагент		Вода		
	Рас- ход, л/ч	Вре- мя, ч	Рас- ход, л/ч	Вре- мя, ч	
Исходный КУ-23	-	-	-	-	690
II. Водно-ацето- новый раствор (90%-ный)	1	5	0,5	20	59
Щелочь (0,1%-ная)	0,5	6	0,5	40	49

Примечание. ПСОЕ очищенного катионита оставалась на уровне исходного.

Таблица 5

Соотношение объемов сорбента и раствора (98 мас.% водно-ацет.)	ХПК, мг O_2 на 1 дм ³ катионита	Сухой остаток водной вытяжки, мг/дм ³
0	690	42
1	250	17
2	185	14
3	110	10
4	60	6
5	58	5
6	58	5

Копия в
Ученый секретарь
ИКСХВ АН Украины



В.Г.Сафронова

Редактор Л. Курасова Составитель Г. Чиликина Корректор М. Максимович

Заказ 296/ДСП Тираж 270 Подписное

РЦНИИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина, 101

