



(19) Republik  
Österreich  
Patentamt

(11) Nummer:

AT 392 097 B

(12)

## PATENTSCHRIFT

(21) Anmeldenummer: 162/84

(51) Int.Cl.<sup>5</sup> : D06M 11/38  
B03D 1/00

(22) Anmeldetag: 19. 1.1984

(42) Beginn der Patentdauer: 15. 8.1985

(45) Ausgabetag: 25. 1.1991

---

(56) Entgegenhaltungen:

DE-OS2521157

(73) Patentinhaber:

VEREIN ZUR FÖRDERUNG DER FORSCHUNG UND  
ENTWICKLUNG IN DER TEXTILWIRTSCHAFT  
A-6800 FELDKIRCH, VORARLBERG (AT).

(72) Erfinder:

BECHTOLD THOMAS DR.  
DORNBIRN, VORARLBERG (AT).

---

(54) VERFAHREN ZUR REINIGUNG VON MERCERISIERLAUGE

AT 392 097 B

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Reinigung einer mindestens 20g/l NaOH enthaltenden Mercerisierlauge von festen Verunreinigungen, wobei eine mindestens 0,1 Vol.-% an 30 %igem H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> entsprechende Menge an H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> der vorzugsweise auf einen Gehalt an 140 - 475 g/l NaOH, insbesondere 400 - 420 g/l NaOH, eingedickten Mercerisierlauge zugemischt und die Verunreinigungen ohne zusätzliche Abtrennmaßnahmen durch Flotation aus der im wesentlichen von Schwermetallkatalysatoren freien Mischung abgetrennt werden.

CH-PS 604 815 beschreibt ein Verfahren, welches darauf gerichtet ist, Rußteilchen, welche durch das Wegbrennen freistehender Fasern vor dem Mercerisieren entstanden und beim Mercerisieren in die Lauge gelangt sind, entweder zu oxidieren oder so weit zu koagulieren, daß sie aus der Lauge abgetrennt werden können. Im Sinne dieser speziellen Aufgabenstellung wird H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> der Mercerisierlauge zugemischt und der Zerfall des H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> mit Mangandioxid katalysiert, da sowohl die Oxidation wie die Koagulation von einem hinreichenden Angebot an naszierendem Sauerstoff abhängen. Die Abtrennung der koagulierten Teilchen erfolgt in einem gesonderten Verfahrensschritt, wobei als Trennmethode u. a. die Flotation genannt ist.

In der Praxis stehen feindispersierte Rußteilchen keineswegs an erster Stelle der Verunreinigungen, die aus einer verwendeten Mercerisierlauge entfernt werden müssen, insbesondere tritt das Problem des Rußstaubes überhaupt nicht auf, wenn ein Sengen der Baumwolle vor dem Mercerisieren unterbleibt. Ein Verfahren zur Reinigung von Mercerisierlaugen wird vor allem dann einen weiten Anwendungsbereich vorfinden, wenn es damit gelingt, nicht nur Fasern und dispergierte Schmutzteilchen, sondern vor allem Farbstoffe, insbesondere Küpenfarbstoffe, aus der Lauge zu entfernen.

Im Gegensatz zu der Situation, welche CH-PS 604 815 zugrundeliegt, bildet im allgemeinen nicht die mangelnde Koagulation feindisperser Teilchen das der wirksamen Reinigung von Mercerisierlaugen im Wege stehende Problem, sondern das Fehlen einfacher und preiswerter Abtrennverfahren, insbesondere Flotationsverfahren. Selbst wenn außerdem die nach dem Stand der Technik erzielte Koagulation der Verunreinigungen deren Abtrennung durch einfaches Filtrieren möglich machen sollte, hat das bekannte Verfahren den Nachteil, daß das eingesetzte Schwermetalloxid bei einer späteren Peroxid-Bleiche, welche an sich das bevorzugte Bleichverfahren darstellt, als Bleichgift wirkt und überdies einen Kostenfaktor darstellt.

Der Erfindung liegt die überraschende Erkenntnis zugrunde, daß auch bei Verzicht auf Katalysatoren und damit einem Verzicht auf die rasche Zersetzung von H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, welche dem Verfahren nach CH-A-604 815 zugrundeliegt, eine Reinigung von Mercerisierlaugen mittels H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> möglich ist. Der Reinigungseffekt beruht in diesem Falle jedoch primär auf der chemischen Flotation, welche der bei der H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-Zersetzung frei werdende Sauerstoff bewirkt. Daß unter Anwendung von Peroxid-Verbindungen die jedem Flotationsprozeß zugrundeliegenden Gasblasen erzeugt werden können, ist zwar prinzipiell bekannt, wurde aber noch 1969 (vgl. Reinholt Köhler in "Wasser, Luft und Betrieb", Seite 324) als nur von theoretischem Interesse bezeichnet. Insbesondere gab es keinen Hinweis darauf, daß die langsame Gasfreisetzung, welche in Mercerisierlaugen mit hohem pH-Wert bei Verzicht auf Katalysatoren erzielbar ist, ausreichen könnte, die Lauge durch Flotation zu reinigen, wogegen die bei Verwendung von Katalysatoren auftretende stürmische Gasentwicklung einen gesonderten Abtrennvorgang nicht überflüssig macht. Aus diesem Grunde wurde auch bei dem Verfahren der eingangs skizzierten Art, welches in DE-OS 25 21 157 beschrieben ist, als Abtrennverfahren nicht die chemische Flotation auf der Grundlage der Zersetzung von H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, sondern die mit erheblichem apparativen Aufwand verbundene Elektroflotation angewendet.

Der Erfindung liegt somit die Aufgabe zugrunde, die Abtrennung der Verunreinigungen durch chemische Flotation zu erzielen, um den bei der Elektroflotation oder Druckentspannungsflotation notwendigen apparativen Aufwand zu vermeiden. Gleichzeitig soll jedoch im Gegensatz zu CH-PS 604 815 auf die Verwendung von Bleichgiften verzichtet werden. Dies wird erfahrungsgemäß dadurch erreicht, daß der Mercerisierlauge 0,25 - 1 Vol.-%, vorzugsweise 0,25 - 0,5 Vol.-% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, bezogen auf 30 %iges H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, zugemischt wird und die Mischung mindestens eine Stunde lang bei Temperaturen zwischen 20 °C und 60 °C, vorzugsweise zwischen 20 °C und 40 °C, stehen gelassen wird, wobei die Flotation ausschließlich durch bei der Zersetzung des H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> freiwerdenden Sauerstoff erfolgt.

Die Dichte der behandelten Lauge ist für das Verfahren nur insoweit kritisch, als die Zersetzung des H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ohne Katalysatoren nur im hinreichend basischen Bereich, etwa ab einem pH-Wert von 13,7 hinreichend schnell vor sich geht. In der Praxis fällt die Mercerisierlauge ohnedies mit einer Konzentration von 40g/l, welche einem pH-Wert 14 entspricht, an. In Hinblick auf die Kosten des eingesetzten H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ist es nun günstig, die Lauge zu verdicken, da das Eindämpfen der Lauge billiger kommt als der Einsatz großer Mengen H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Das Eindicken der Lauge hat überdies den Vorteil, daß die Verunreinigungen leichter aufschwimmen, wogegen eine allzu dicke Lauge aufgrund ihrer hohen Viskosität das Aufschwimmen wieder behindert. Übliche Reinigungsverfahren, wie Zentrifugieren, Filtration, Druckluftflotation oder Elektroflotation, sind dem beschriebenen Verfahren insbesondere bei höheren Viskositäten unterlegen. Der optimale Wert der Konzentration liegt je nach der Art der hauptsächlich anfallenden Verunreinigungen bei 300 g/l oder - häufiger - zwischen 400 und 420 g/l.

- Im Zusammenhang mit der Frage, welche Menge an H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> der Lauge zuzugeben ist, zeigt sich am deutlichsten der Unterschied zwischen der Erfindung und bekannten Verfahren: kommt es primär auf Oxidation und Koagulation an, so verbessert jede Vermehrung des Angebots an H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> das Ergebnis und eine obere Grenze der eingesetzten Menge ergibt sich nur aus der Abwägung der Kosten, die für eine weitere Verbesserung aufzuwenden wären. Erfindungsgemäß hingegen genügen nicht nur an sich schon geringe Mengen von H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, um eine weitgehende Abtrennung der Verunreinigungen durch Flotation zu bewirken. Es zeigt sich überdies, daß bei an sich möglichen Konzentrationen von H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> von 1 - 5 Vol.-% an 30 %igem H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> zwar eine verstärkte Sauerstoffentwicklung auftritt, die höhere Flotationsgeschwindigkeit und die Vergrößerung der auftretenden Gasblasen jedoch mit einer Verminderung des Reinigungseffektes einhergeht.
- Nicht nur aus Kostengründen, sondern vor allem auch um das erzielte Ergebnis zu verbessern, empfiehlt es sich also, den Zusatz an H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> so niedrig zu halten, wie dies möglich ist, ohne die Flotationsdauer allzu sehr zu verlängern. Konzentrationen von 0,25 - 0,5 Vol.-% an 30 %igem H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> haben sich in diesem Sinn als optimal herausgestellt.
- Der Einfluß der Temperatur auf den Verfahrensablauf ist jenem der H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-Konzentration vergleichbar: erhöht man die Temperatur, folgt eine raschere Zersetzung des H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Hierdurch kommt es jedoch zu Turbulenzen in der Flüssigkeit und zu einem verschlechterten Reinigungsgrad. Man wird die Temperatur somit hoch genug wählen, um nicht auf unzumutbar lange Behandlungsdauern zu kommen, andererseits aber nicht höher als nötig, um das Verfahrensergebnis nicht zu verschlechtern. Temperaturen im Bereich zwischen 20 °C und 40 °C haben sich in den meisten Fällen als günstig herausgestellt. Während bei bekannten technischen Flotationsverfahren Turbulenzen zum Teil absichtlich erzeugt werden, um die Gasblasen zu verteilen, können solche den Reinigungsgrad verschlechternde Turbulenzen erfindungsgemäß vermieden werden.
- Weitere Einzelheiten der Erfindung werden anschließend anhand der Zeichnung beschrieben, in welcher eine Einrichtung zur Durchführung des Verfahrens schematisch dargestellt ist.
- Wie in der Zeichnung angegedeutet, wurden in einem Mischbehälter (3) ungereinigte Lauge aus dem Behälter (2) und H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> aus dem Behälter (1) gemischt. Die Mischdauer sollte 30 Minuten, vorzugsweise 15 Minuten, besonders vorteilhaft 5 Minuten, nicht überschreiten. Ansonsten beginnt die H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-Zersetzung bereits im Mischbehälter in merklichem Ausmaß. Die Mischtemperatur wird vorteilhaft zwischen 15° und 30 °C eingestellt. Auch höhere Temperaturen bis 90 °C sind verwendbar. Die Mischungszeit sollte dann aber so kurz wie möglich gewählt werden. Anstelle einer 30 %igen H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-Lösung kann zur leichteren Zudosierung eine entsprechend verdünnte Lösung verwendet werden. Nach der H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-Zudosierung wird die Mischung in den Flotationsbehälter (4) geleitet. Eine Geschwindigkeitssteuerung der Flotation ist durch Einstellung einer bestimmten Temperatur der Lauge möglich. Eine eventuelle Erwärmung der Lauge kann vor der H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-Zumischung, zwischen Mischbehälter (3) und Flotationsbehälter (4) oder im Flotationsbehälter (4) erfolgen.
- Im Flotationsbehälter findet neben einer teilweisen Oxidation der Laugenverunreinigungen eine Flockung derselben und vor allem eine Flotation der ungelösten Verunreinigungen statt. Neben einer Entfernung der dispergierten Verunreinigungen werden auch gelöste gefärbte Verbindungen gebleicht, sodaß eine Reinigung nicht nur in Hinblick auf die dispergierten Verunreinigungen eintritt.
- Insbesondere für die Entfernung von Küpenfarbstoffen ist der Einsatz eines oxidierenden Flotationsmittels vorteilhaft, da diese durch Oxidation wasserunlöslich werden und so durch Flotation vollständig entfernt werden.
- Die bei der Flotation von Mercerisierlaugen bzw. eingedampften Mercerisierlaugen entstehende Schaumschicht ist ausreichend stabil, um durch übliche Verfahren zur Abtrennung von Flotationsschäumen entfernt zu werden. Die Entfernung erfolgt beim Ausgang (5) des Behälters (4) durch Absaugen oder einfachen Überlauf. Ein Zusatz von speziellen Sammlern oder Schäumern erübrigts sich, was besonders für eine Wiederverwertung der Lauge von großer Bedeutung ist, da alle zugesetzten Hilfsmittel potentielle Störungsfaktoren darstellen.
- Ein Zusatz geeigneter oberflächenaktiver Stoffe (Tenside) kann aber bei bestimmten Verunreinigungen vorteilhaft sein. Die gereinigte Lauge wird über die Leitung (6) wieder in den Kreislauf zurückgeführt.
- Der apparative Aufwand der dargestellten Einrichtung ist im Vergleich zur Elektroflotation zur Laugenreinigung gering. Im Vergleich zur Druckentspannungsflotation führt die chemische Gasblasenerzeugung nach der Erfindung zu ungleich höheren verfügbaren Gasmengen.

**PATENTANSPRUCH**

5

Verfahren zur Reinigung einer mindestens 20g/l NaOH enthaltenden Mercerisierlauge von festen Verunreinigungen, wobei eine mindestens 0,1 Vol.-% an 30 %igem H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> entsprechende Menge an H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> der vorzugsweise auf einen Gehalt an 140 bis 475 g/l NaOH, insbesondere 400 bis 420 g/l NaOH, eingedickten Mercerisierlauge zugemischt und die Verunreinigungen ohne zusätzliche Abtrennmaßnahmen durch Flotation aus der im wesentlichen von Schwermetallkatalysatoren freien Mischung abgetrennt werden, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Mercerisierlauge 0,25 bis 1 Vol.-%, vorzugsweise 0,25 bis 0,5 Vol.-% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, bezogen auf 30 %iges H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, zugemischt wird und die Mischung mindestens eine Stunde lang bei Temperaturen zwischen 20 °C und 60 °C, vorzugsweise zwischen 20 °C und 40 °C, stehen gelassen wird, wobei die Flotation ausschließlich durch bei der Zersetzung des H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> freiwerdenden Sauerstoff erfolgt.

20

Hiezu 1 Blatt Zeichnung

Ausgegeben

25. 01.1991

Blatt 1

Int.Cl. 5 D 06 M 11/38  
B 03 D 1/00

