



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑤① Int. Cl.³: C 09 B 67/54
D 06 L 3/12

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978



⑫ PATENTSCHRIFT A5

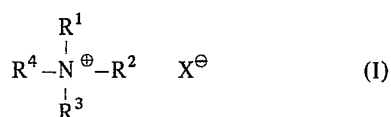
⑪

637 682

②① Gesuchsnummer:	1358/79	⑦③ Inhaber:	Bayer Aktiengesellschaft, Leverkusen (DE)
②② Anmeldungsdatum:	12.02.1979		
③⑦ Priorität(en):	13.02.1978 DE 2805891	⑦② Erfinder:	Jochen Koll, Odenthal 3 (DE) Hans-Heinz Mölls, Leverkusen (DE) Reinhold Hörnle, Köln 80 (DE) Konrad Nonn, Leverkusen (DE)
②④ Patent erteilt:	15.08.1983		
④⑤ Patentschrift veröffentlicht:	15.08.1983	⑦④ Vertreter:	E. Blum & Co., Zürich

⑤④ Verfahren zur Herstellung konzentrierter Farbstoff- und Aufhellerlösungen.

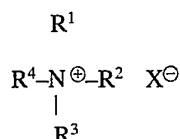
⑤⑦ Konzentrierte wässrige Farbstoff- und Aufhellerlösungen werden erhalten unter Abtrennung der anorganischen Salze und Umwandlung der Farbstoffnatrium-, -kalium- und -erdalkalisalze im Falle der anionischen Farbstoffe bzw. der Chloride, Sulfate und Methosulfate im Falle kationischer Farbstoffe in leichter lösliche Salze ohne Zwischenisolierung der freien Säuren bzw. Basen, dadurch gekennzeichnet, dass man die anorganischen Salze mittels eines Membrantrennprozesses abtrennt und vor, während oder nach der Abtrennung der ursprünglich vorhandenen anorganischen Salze im Falle anionischer Farbstoffe und Aufheller 10-500 Mol-%, bezogen auf Farbstoff an Ammoniumsalzen der Formel I



worin
 $\text{R}^1, \text{R}^2, \text{R}^3$ und R^4 Wasserstoff, Alkyl, Hydroxyalkyl, Aminoalkyl, Alkoxyalkyl, $-(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n\text{-H}$, $-(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_n\text{-H}$, $[\text{CH}_2\text{-CH}(\text{CH}_2\text{OH})\text{O}]_n\text{-H}$ oder $[\text{CH}_2\text{-CH}(\text{CH}_2\text{OH})\text{-CH}_2\text{O}]_n\text{-H}$ oder zwei Reste aus $\text{R}^1, \text{R}^2, \text{R}^3$ und R^4 gemeinsam mit dem N-Atom und gegebenenfalls weiteren Heteroatomen einen gesättigten Heterocyclus bedeuten, wobei Alkyl oder Alkoxy 1 bis 20 C-Atomen aufweisen, eine Zahl 2 bis 20 und das Anion einer anorganischen Säure oder $\text{OH}^{\ominus}$ bedeuten, oder Lithiumsalze zusetzt, und im Falle der kationischen Farbstoffe und Aufheller 10-500 Mol-%, bezogen auf Farbstoff an Salzen cyclischer oder acyclischer organischer Säuren, die als Kation das Kation einer anorganischen Base enthalten, zusetzt.

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Herstellung konzentrierter wässriger Farbstoff- und Aufhellerlösungen unter Abtrennung der anorganischen Salze und Umwandlung der Farbstoffnatrium-, -kalium- und -erdalkalisalze im Falle der anionischen Farbstoffe bzw. der Chloride, Sulfate und Methosulfate im Falle kationischer Farbstoffe in leichter lösliche Salze ohne Zwischenisolierung der freien Säuren bzw. Basen, dadurch gekennzeichnet, dass man die anorganischen Salze mittels eines Membrantrennprozesses abtrennt und vor, während oder nach der Abtrennung der ursprünglich vorhandenen anorganischen Salze im Falle anionischer Farbstoffe und Aufheller 10–500 Mol-%, bezogen auf Farbstoff an Ammoniumsalzen der Formel I



worin

R^1, R^2, R^3 und R^4 Wasserstoff, Alkyl, Hydroxyalkyl, Aminoalkyl, Alkoxyalkyl, $-(C_2H_4O)_n-H$, $-(C_3H_6O)_n-H$, $-[CH_2-CH(CH_2OH)O]_n-H$ oder $-[CH_2-CH(CH_2OH)-CH_2O]_n-H$ oder zwei Reste aus R^1, R^2, R^3 und R^4 gemeinsam mit dem N-Atom und gegebenenfalls weiteren Heteroatomen einen gesättigten Heterocyclus bedeuten, wobei Alkyl oder Alkoxy 1 bis 20 C-Atome aufweisen, n eine Zahl 2 bis 20 und

$X^{\ominus}$ das Anion einer anorganischen Säure oder $OH^{\ominus}$ bedeuten, oder Lithiumsalze zusetzt, und im Falle der kationischen Farbstoffe und Aufheller 10–500 Mol-%, bezogen auf Farbstoff an Salzen cyclischer oder acyclischer organischer Säuren, die als Kation das Kation einer anorganischen Base enthalten, zusetzt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass als Membrantrennverfahren die Reversosmose, die Ultrafiltration, die Dialyse die Elektrodialyse oder die Elektroosmose angewandt werden.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man die den Farbstoff oder Aufheller leichter löslich machenden ionischen Verbindungen nach der Entfernung der ursprünglich vorhandenen anorganischen Salze zugibt.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Entfernung der ursprünglich vorhandenen anorganischen Salze bei anionischen Farbstoffen und Aufhellern bei pH 1 bis 5, bei kationischen Farbstoffen und Aufhellern bei pH 9 bis 13 durchgeführt wird.

5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man die Natrium-, Kalium-, und Erdalkalisalze anionischer Farbstoffe und Aufheller mit Ammoniumsalzen der Formel I umsetzt, wobei das Molekulargewicht der Ammoniumsalze gleich oder grösser dem Molekulargewicht des Farbstoffs ist und/oder von den verwendeten Membranen vorwiegend zurückgehalten wird.

6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man die Chloride, Sulfate und Methosulfate kationischer Farbstoffe und Aufheller mit anorganischen Salzen aliphatischer oder aromatischer Mono- oder Polycarbon- und -sulfonsäuren, die durch Hydroxy, Halogen, C_1 – C_4 -Alkoxy-Nitro, Amino, C_1 – C_4 -Alkyl (im Falle aromatischer Säure), Cyan oder Oxogruppen substituiert sein können, oder CH-acider Verbindungen umsetzt.

7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man die Chloride, Sulfate und Methosulfate kationischer Farbstoffe und Aufheller mit Alkali- oder Erdalkaliacetaten oder -formiaten umsetzt.

8. Konzentrierte Farbstoffe- bzw. Aufhellerlösungen, die nach dem Verfahren des Anspruchs 1 erhalten wurden.

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung konzentrierter wässriger Farbstoff- und Aufhellerlösungen von ionischen Farbstoffen, bei dem die schwerlöslichen Farbstoffsalze mittels eines Membrantrennprozesses und unter Zusatz einer ionischen Verbindung von den anorganischen Salzen weitgehend befreit und zu leichter löslichen Farbstoffsalzen umgesetzt werden.

Die DT-AS 2 204 725 beschreibt die Herstellung von Farbstofflösungen durch die Druckpermeation, wobei die anorganischen Salze entfernt werden. Dabei bleiben die Kationen der Farbstoff- bzw. Aufhellersalze unverändert. Es sind üblicherweise Natrium-, Kalium- oder Erdalkalitionen.

Werden solche Farbstoff- bzw. Aufhellerlösungen anschliessend, z.B. über die Druckpermeation aufkonzentriert, so ist die maximale Konzentration durch die Löslichkeitsgrenze des Farbstoff- bzw. Aufhellersalzes gegeben.

Zwar ist bekannt, dass anionische Farbstoffe in Form der Aminsäuren und kationische Farbstoffe als Salze organischer Säuren meist besser zur Herstellung konzentrierter Lösungen geeignet sind, jedoch ist die Herstellung solcher Salze, sofern sie nicht direkt bei der Farbstoffproduktion anfallen, bisher nur umständlich durchzuführen gewesen (beispielsweise DT-OS 1 719 396, 2 209 478 und DT-PS 2 115 877).

Überraschenderweise wurde nun gefunden, dass man die Abtrennung der anorganischen Salze und die Umwandlung der Farbstoffnatrium-, -kalium- und -erdalkalisalze im Falle der anionischen Farbstoffe und Aufheller bzw. der Chloride, Sulfate und Methosulfate von kationischen Farbstoffen und Aufhellern in leichter lösliche Salze in einfacher und eleganter Weise ohne Zwischenisolierung der freien Säuren bzw. Basen oder anderer Derivate durchführen kann, wenn man die anorganischen Salze mittels eines Membrantrennprozesses abtrennt und vor, während oder nach der Abtrennung der ursprünglich vorhandenen anorganischen Salze im Falle anionischer Farbstoffe und Aufheller 10–500 Mol-%, bezogen auf Farbstoff an Ammoniumsalzen der Formel



worin

R^1, R^2, R^3 und R^4 Wasserstoff, Alkyl, Hydroxyalkyl, Aminoalkyl, Alkoxyalkyl, $-(C_2H_4O)_n-H$, $-(C_3H_6O)_n-H$, $-[CH_2-CH(CH_2OH)O]_n-H$ oder $-[CH_2-CH(CH_2OH)-CH_2O]_n-H$ oder zwei Reste aus R^1, R^2, R^3 und R^4 gemeinsam mit dem N-Atom und gegebenenfalls weiteren Heteroatomen einen gesättigten Heterocyclus bedeuten, wobei Alkyl oder Alkoxy 1–20 C-Atome aufweisen, n eine Zahl 2 bis 20 und

$X^{\ominus}$ das Anion einer anorganischen Säure oder $OH^{\ominus}$ bedeuten,

oder an Lithiumsalzen zusetzt und im Falle der kationischen Farbstoffe und Aufheller 10–500 Mol-% bezogen auf Farbstoff an Salzen cyclischer oder acyclischer organischer Säuren, die als Kation das Kation einer anorganischen Base enthalten zusetzt.

Geeignete Anionen $X^{\ominus}$ der Ammoniumsalze der Formel (I) sind beispielsweise Chlorid, Sulfat, Bromid, Carbonat oder Phosphat.

Geeignete gesättigte Heterocyclusen, die zwei Reste R^1, R^2 ,

R³ und R⁴ zusammen mit dem N-Atom bilden können, sind beispielsweise Piperidin, Piperazin und Morphinol.

Geeignete Lithiumsalze sind beispielsweise Lithiumchlorid, -carbonat, -oxid und -sulfat.

Bevorzugte Ammoniumverbindungen der Formel I sind solche, deren Molekulargewicht gleich oder grösser dem Molekulargewicht des jeweiligen Farbstoffs ist und/oder von der verwendeten Membran überwiegend zurückgehalten wird.

Bei den erfindungsgemäss verwendbaren wasserlöslichen anionischen Farbstoffen und Aufhellern handelt es sich insbesondere um solche mit Sulfonsäure-, Carbonsäure- und Sulfonamidgruppen sowie um Metallkomplexfarbstoffe. Erwähnt seien hier die Alkali- und Erdalkalisalze der sauren Wollfarbstoffe, der Reaktivfarbstoffe, der sauren Farbstoffe für Polyamid, der Metallkomplexfarbstoffe und der substantiven Baumwollfarbstoffe, die der Azo-, Anthrachinon- und Phthalocyaninreihe angehören können. Erfindungsgemäss verwendbare anionische optische Aufheller sind beispielsweise Derivate der Stilben-, Cumarin-, Pyrazin-, Pyrazolin-, Oxazin-, Oxazolyl-, Imidazolyl- und der Naphthalsäureimid-Reihe.

Das erfindungsgemässe Verfahren eignet sich besonders zur Herstellung von Lösungen von Stilbenazo- und Stilbenazoxyfarbstoffen, wie sie beispielsweise in den deutschen Patentschriften 38 735, 883 024 und 922 123 sowie im Colour Index unter den Konstitutionsnummern 40 000 bis 40 006, 40 015, 40 025, 40 030, 40 045, 40 050, 40 055, 40 065, 40 066, 40 070, 40 205, 40 210, 40 215, 40 220, 40 225, 40 230, 40 235, 40 240, 40 245, 40 260, 40 265, 40 270, 40 275, 40 290, 40 291, 40 295, 40 500, 40 505 und 40 510 beschrieben sind.

In der Reihe der Azofarbstoffe eignet sich das erfindungsgemässe Verfahren insbesondere zur Herstellung von Lösungen sulfogruppenhaltiger Farbstoffe, die eine Harnstoffgruppe aufweisen.

Erfindungsgemäss verwendbare wasserlösliche kationische Farbstoffe sind beispielsweise die Salze und Metallhalogenidopelsalze der Methin- und Azamethinfarbstoffe, die die verschiedensten heterocyclischen Ringe enthalten können, sowie Farbstoffe der Diphenylmethan-, Triphenylmethan-, Oxazin-, Thiazin- und 1,2-Pyron-Reihe sowie Farbsalze der Arylazo- und Anthrachinon-Reihe mit externer Oniumgruppe. Die kationischen optischen Aufheller können den gleichen Substanzklassen angehören wie die bereits aufgeführten anionischen optischen Aufheller und enthalten Amin- oder Ammoniumgruppen.

Geeignete Oniumgruppen sind beispielsweise Ammonium und Hydrazinium.

Geeignete cyclische und acyclische organische Säuren, deren anorganische Salze mit den kationischen Farbstoffen und Aufhellern umgesetzt werden, sind z.B. aliphatische oder aromatische Mono- oder Polycarbon- und -sulfonsäuren, die durch Hydroxy, Halogen, C₁-C₄-Alkoxy, Nitro, Amino, C₁-C₄-Alkyl (im Falle aromatischer Säure), Cyan oder Oxogruppen substituiert sein können, ferner CH-acide Verbindungen wie Acetessigsäureester, insbesondere die C₁-C₄-Alkylester. Besonders geeignet sind Ameisensäure, Essigsäure.

Die organischen Säuren werden vorzugsweise als Alkali- oder Erdalkalisalze eingesetzt, insbesondere als Natrium- oder Kaliumsalze.

Geeignete Kationen anorganischer Basen der Salze organischer Säuren sind beispielsweise die Kationen der Alkali- und

Erdalkalimetalle, insbesondere des Kaliums, Natriums und Calciums.

Vorzugsweise werden die den Farbstoff oder Aufheller leichter löslich machenden ionischen Verbindungen nach der Entfernung der ursprünglich vorhandenen anorganischen Salze zugegeben. Diese vorausgehende Entsalzung wird vorzugsweise bei anionischen Farbstoffen bzw. Aufhellern bei pH 1–5 und bei kationischen Farbstoffen und Aufhellern bei pH 9–13 durchgeführt.

Der Membrantrennprozess wird fortgesetzt, um die durch die Umsalzung neu entstehenden anorganischen Salze ebenfalls abzutrennen und um anschliessend die Farbstoff- bzw. Aufhellerlösung bis zur gewünschten Endkonzentration aufzukonzentrieren.

Als Membranprozesse sind im Sinne dieser Erfindung einsetzbar Reversosmose, Ultrafiltration, Dialyse und Elektrodialyse.

Solche Membranprozesse sind beispielsweise in U.F. Franck, Dechema-Monographie 75 (1974), 1452–1485 9/37 ausführlich beschrieben.

Für die Druckpermeation, also Ultrafiltration und Reversosmose, wie auch für die Dialyse in Frage kommende Membranen sind solche aus Cellulose, Cellulosederivat- bzw. triacetat oder solche aus synthetischen Polymeren wie Polyamiden, Polyolefinen, Polysulfonen u.a. mehr. Des weiteren aber auch solche aus porösem Glas oder Schwermetalloxiden. Letztgenannte sind unter dem Begriff dynamische Membranen bekannt.

Für die Elektrodialyse, aber auch für die Druckpermeation und die Dialyse kommen sogenannte Ionenaustauschmembranen in Frage, wie sie bei W. Pusch, Chemie-Ingenieur-Technik 47 (1975), 22 914–925 beschrieben sind.

Vorzugsweise wird die Druckpermeation bei Drücken zwischen 0,5 und 60 bar mit Poren- oder Lösungsdiffusionsmembranen eingesetzt.

Es werden solche Membranen eingesetzt, die den Farbstoff überwiegend, vorzugsweise zu über 90% zurückhalten.

Der pH-Wert und die Temperatur sind für die Durchführung des Membrantrennprozesses nicht kritisch, da für alle pH- und Temperatur-Bereiche geeignete Membranen zur Verfügung stehen.

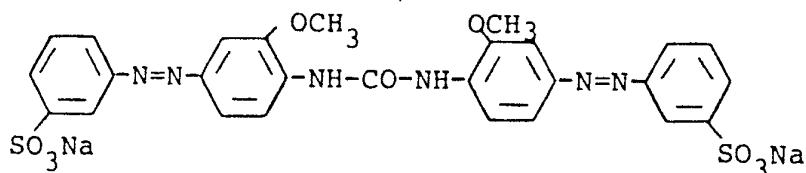
Die nach dem erfindungsgemässen Verfahren erhaltenen wässrigen Lösungen haben einen Gehalt an leichter löslichen Salzen gemäss der Definition dieser Anmeldung von 10–40 Gew.-%, vorzugsweise 10–30 Gew.-%, und können ausser Wasser noch bis zu 30 Gew.-% an Ammoniumverbindungen der Formel (I) bzw. an Salzen cyclischer und acyclischer organischer Säuren enthalten, wobei sich Gew.-% auf das Gesamtgewicht der Lösung bezieht.

Die nach dem erfindungsgemässen Verfahren hergestellten Lösungen können noch mit üblichen Zusatzstoffen wie Harnstoff, Dextrin, Glucose oder Äthylenglykol versetzt werden.

Solche Lösungen zeichnen sich durch eine hohe Lagerstabilität zwischen 0–40 °C und durch bequeme Anwendung aus. Die Farbstoff- bzw. Aufhellerlösungen eignen sich zur Herstellung von Färbepädern und Druckpasten für das Färben und Bedrucken von natürlichen und synthetischen Fasermaterialien, z.B. von Wolle, Seide, Leder, Polyamid, sauer modifiziertem Polyester, Polyacrylnitril und Cellulose, insbesondere von Papier.

Beispiel 1

50 kg der nach der Herstellung des Farbstoffs der Formel



anfallenden Lösung mit einem Trockengehalt von 3 % und einem Natriumchloridgehalt von 120 Gew.-%, bezogen auf Farbstoff, wird auf einem Reversosmosetechnikumsgerät mit 0,36 m² Membranfläche, das mit einer Celluloseacetatmembran von nomineller Trenngrenze MG 500 und einer Kochsalzrückhaltung von 30 % bestückt ist, mit 100 kg Wasser diafiltriert. Die Diafiltration, hierbei wird das anfallende Permeat durch Wasser ersetzt, wird bei pH 6,5, 20 °C und einem Druck von 40 bar durchgeführt. Die mittlere Filtrationsstromdichte I beträgt 850 l/m²d.

Danach wird die Farbstofflösung auf einen Trockengehalt von 6 % aufkonzentriert (I = 825 l/m²d) und nochmals mit 100 kg Wasser diafiltriert (I = 800 l/m²d).

Dieser Lösung mit einem NaCl-Gehalt von < 0,1 Gew.-%, bezogen auf Farbstoff, werden 2,16 kg eines Umsetzungspro-

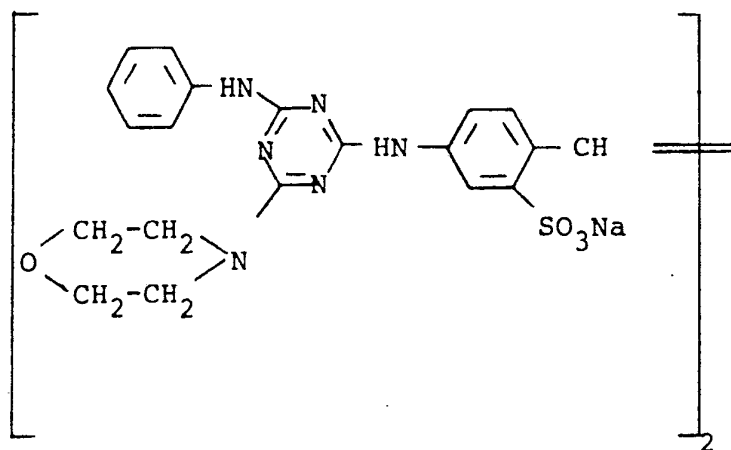
duktes aus Triäthanolamin mit Äthylenoxid mit einem durchschnittlichen Molekulargewicht von 1080, mit HCl auf pH 3 gestellt, zugesetzt. Anschliessend wird mit 100 l Wasser diafiltriert (I = 1000 l/m²d).

5 Nach der anschliessenden Aufkonzentrierung erhält man 9 kg einer stabilen Farbstofflösung mit 25 % Trockengehalt, deren Natriumchlorid-Gehalt unter 0,1 Gew.-%, bezogen auf Farbstoff, liegt.

Unter annähernd gleichen Bedingungen werden stabile, 10 hochkonzentrierte Farbstofflösungen mit Direct Yellow 50 (Colour Index 29 025) und Direct Orange 49 (Colour Index 29 050) erhalten.

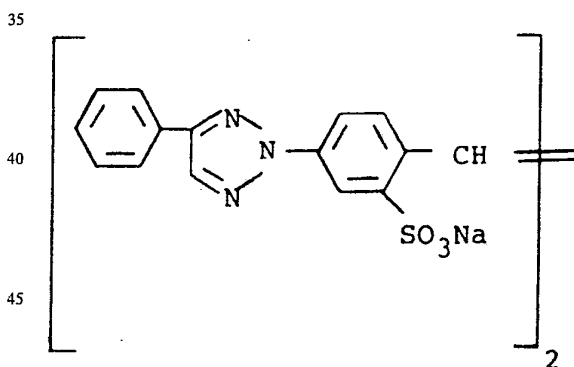
Beispiel 2

15 40 kg einer 3,4%igen Lösung des Aufhellers der Formel



die 200 Gew.-% Natriumchlorid, bezogen auf Aufheller, enthält, werden mit 240 kg destilliertem Wasser entsalzt. Es wird mit gleicher Apparatur, gleicher Membran und gleichen Versuchsbedingungen bezüglich Druck und Temperatur wie in Beispiel 1 eine Filtrationsstromdichte von I = 350 l/m²d erreicht. Danach werden der Lösung 1.620 g des Amins aus Beispiel 1, ebenfalls mit HCl auf pH 3 gestellt, zugesetzt. Diese Lösung wird nochmals mit 50 kg destilliertem Wasser diafiltriert. I = 350 l/m²d. Anschliessend wird die Lösung des umgesalzenen Aufhellers aufkonzentriert (I = 230 l/m²d).

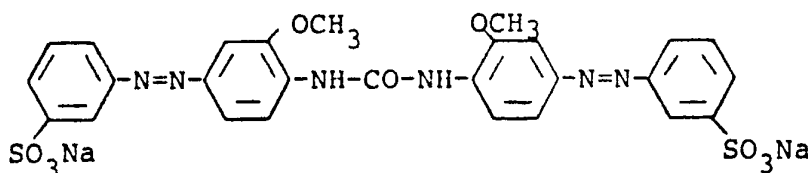
Man erhält 10 kg einer stabilen Lösung, die 16 % Aufheller-Aminsalz enthält, mit einem NaCl-Gehalt kleiner 0,1 Gew.-% bezogen auf Aufheller. Unter annähernd gleichen Bedingungen wird von dem Aufheller der Formel



ebenfalls eine stabile hochkonzentrierte Lösung erhalten.

Beispiel 3

50 50 kg der nach der Herstellung des Farbstoffes der Formel



anfallenden Lösung mit einem Trockengehalt von 3 % und einem Natriumchloridgehalt von 120 Gew.-%, bezogen auf Farbstoff, wird auf einem Reversosmosetechnikumsgerät mit 0,36 m² Membranfläche, das mit einer Celluloseacetatmembran von nomineller Trenngrenze MG 500 und einer Kochsalzrückhaltung von 30 % bestückt ist, mit 100 kg Wasser diafiltriert. Die Diafiltration, hierbei wird das anfallende Permeat durch Wasser ersetzt, wird bei pH 6,5, 20 °C und einem Druck von 40 bar

durchgeführt. Die mittlere Filtrationsstromdichte I beträgt 850 l/m²d.

Danach wird die Farbstofflösung auf einen Trockengehalt 65 von 6 % aufkonzentriert (I = 825 l/m²d) und nochmals mit 100 kg Wasser diafiltriert (I = 800 l/m²d).

Dieser Lösung mit einem Natriumchloridgehalt von < 0,1 Gew.-%, bezogen auf Farbstoff, werden zum Zwecke der Um-

salzung 530 g Tris-(2-(2-hydroxyäthoxy)-äthyl)-amin, mit HCl auf pH 3 gestellt, zugesetzt. Anschliessend wird erneut mit 75 l Wasser diafiltriert ($I = 1000 \text{ l/m}^2\text{d}$).

Dieser Vorgang der Umsalzung wird noch zweimal wiederholt.

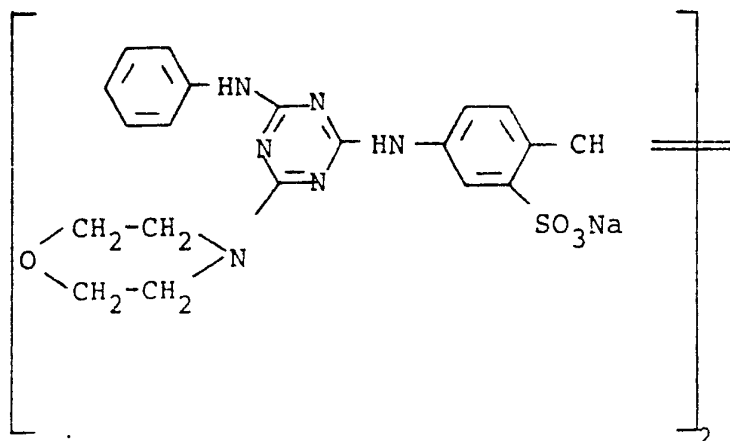
Nach der anschliessenden Aufkonzentrierung ($I = 450 \text{ l/m}^2\text{d}$) erhält man 8,5 kg einer stabilen Farbstofflösung mit 20% Trockengehalt, deren Natriumchloridgehalt unter 0,1 Gew.-%, bezogen auf Farbstoff, liegt.

Unter annähernd gleichen Bedingungen werden stabile, hochkonzentrierte Farbstofflösungen mit Direct Yellow 50 (Colour Index 29 025) und Direct Orange 49 (Colour Index 29 050) erhalten.

5

Beispiel 4

zu 40 kg einer 3,4%igen Lösung des Aufhellers der Formel



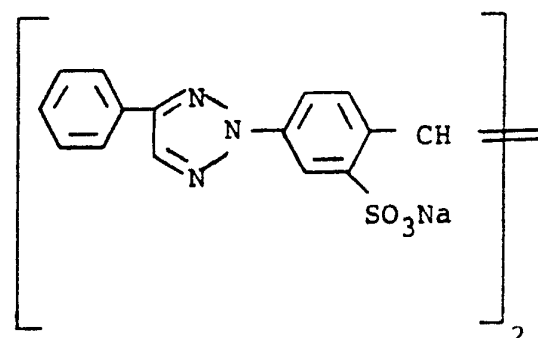
die 200 Gew.-% Natriumchlorid, bezogen auf Aufheller, enthält, werden 4,3 kg Triäthanolamin und 0,75 kg konzentrierter HCl zugegeben.

Die resultierende Lösung wird mit gleicher Apparatur, gleicher Membran und gleichen Versuchsbedingungen bezüglich Druck und Temperatur wie in Beispiel 1 mit 90 kg einer wässrigen Lösung diafiltriert, die 8,6 kg Triäthanolamin und 1,5 kg konzentrierter HCl enthält. Die Filtrationsstromdichte I beträgt $350 \text{ l/m}^2\text{d}$.

Anschliessend wird die Lösung des umgesalzten Aufhellers aufkonzentriert ($I = 230 \text{ l/m}^2\text{d}$).

Man erhält 9,7 kg einer stabilen Lösung, die 16% Aufheller-Triäthanolaminsalz enthält, mit einem Natriumchloridgehalt kleiner 0,1 Gew.%, bezogen auf Farbstoff.

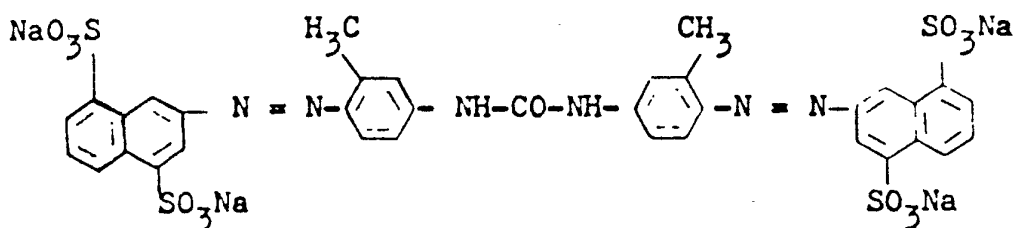
Unter annähernd gleichen Bedingungen wird von dem Aufheller der Formel



ebenfalls eine stabile hochkonzentrierte Lösung erhalten.

Beispiel 5

10 kg Presskuchen des Farbstoffs der Formel



werden mit Wasser zu 50 kg einer 10%igen Lösung gelöst. Der trockene Farbstoff enthält 14,6% Na (ermittelt über eine Restaschebestimmung).

Diese Lösung wird auf einem Reversosmosetechnikumsgesamt mit $0,36 \text{ m}^2$ Membranfläche, das mit einer Membran aus einem synthetischen Polymer mit molekularer Trenngrenze MG 300 und einer Kochsalzrückhaltung von 5–10% bestückt ist, bei 30°C und einem Druck von 40 bar diafiltriert. Zunächst wird mit 150 l Wasser diafiltriert, wobei die Farbstofflösung auf pH

4–5 mit verdünnter Salzsäure gehalten wird, danach wird nochmals mit 150 l Wasser diafiltriert, der pH-Wert jedoch auf pH 3 angehoben und während der Diafiltration auf diesem Wert gehalten.

Nach 75 l des zweiten Abschnitts der Diafiltration werden 250 g Tris-2-[(2-hydroxyäthoxy)-äthyl]-amin zum Zwecke der Umsalzung zugegeben.

Über die gesamte Diafiltration erreicht man eine Filtrationsstromdichte von $I = 1400 \text{ l/m}^2\text{d}$.

Die vorliegenden 50-kg-Farbstofflösungen werden nach der Diafiltration aufkonzentriert. Während der Aufkonzentrierung werden weitere 500 g Tris-[2-(2-hydroxyäthoxy)-äthyl]-amin zugegeben.

Nach der Aufkonzentrierung ($I = 500 \text{ l/m}^2\text{d}$) erhält man 15 kg einer stabilen Farbstofflösung mit 29% Trockengehalt, deren Na-Gehalt (ermittelt über eine Restaschebestimmung) 1,8% beträgt.