



(12) **Ausschließungspatent**

(11) **DD 301 456 A7**

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2
Patentgesetz der DDR
vom 27. 10. 1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) C 02 F 1/56
B 01 D 21/01

DEUTSCHES PATENTAMT

(21) DD C 02 F / 319 980 0

(22) 21. 09. 88

(45) 04. 02. 93

(72) Kötz, Joachim, Dr. Dipl.-Chem.; Gohlke, Ulrich, Dr. Dipl.-Chem.;
Philipp, Burkart, Prof. Dr. Dipl.-Chem., DE ·

(73) Institut für Polymerenchemie, O - 1530 Teltow-Seehof, DE

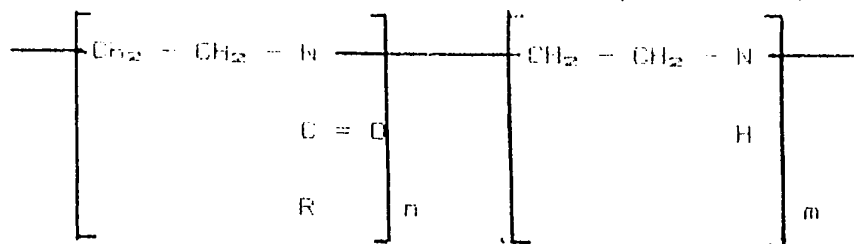
(54) Flockungsmittel und Verfahren zur Primärflockung von anionischen und ungeladenen Farbstoffen

(55) Flockungsmittel für ungeladene und anionische Farbstoffe; temperaturinduzierte Primärflockung;
synergistisches Flockungsmittelgemisch; Alkalipolyphosphat; teilacyliertes lineares Polyethylenimin

(57) Die Erfindung betrifft ein Flockungsmittel und ein Verfahren zur Primärflockung von anionischen und ungeladenen Farbstoffen in wäßriger Phase durch eine temperaturinduzierte Flockung unter Verwendung einer Flockungsmittelmischung aus linearem teilacyliertem Polyethylenimin und Alkalipolyphosphaten.

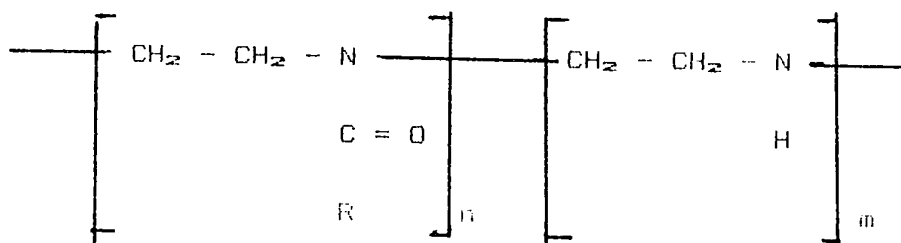
Patentansprüche:

1. Flockungsmittel zur Primärflockung von anionischen und ungeladenen Farbstoffen für die Anwendung in wäßrigen Medien, unter Verwendung von linearem teilacyliertem Polyethylenimin der allgemeinen Formel I,



wobei das Verhältnis n/m $0 < n/m < 1$ beträgt und $R = \text{CH}_3$ oder C_6H_5 bedeutet, **gekennzeichnet dadurch**, daß das Flockungsmittel aus einer bei einer Temperatur von $338\text{K} < T < 358\text{K}$ hergestellten Mischung aus wäßriger Polyethyleniminlösung und wasserlöslichen Alkalisalzen der Polyphosphorsäure im molaren Verhältnis x von Phosphat- zu Iminogruppen $0,01 < x < 0,3$ besteht.

2. Flockungsmittel nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Alkalisalz der Polyphosphorsäure Natriumpolyphosphat ist.
3. Verfahren zur Primärflockung von anionischen und ungeladenen Farbstoffen aus wäßrigen Medien durch eine wäßrige Lösung eines linearen teilacylierten oder linearen nichtacylierten Polyethylenimins der allgemeinen Formel I,



wobei das Verhältnis n/m $0 < n/m < 1$ beträgt und $R = \text{CH}_3$ oder C_6H_5 bedeutet, **gekennzeichnet dadurch**, daß eine Mischung aus wäßriger Polyethyleniminlösung und wasserlöslichen Alkalisalzen der Polyphosphorsäure im molaren Verhältnis x von Phosphat- zu Iminogruppen $0,01 < x < 0,3$, bei Temperaturen $338\text{K} < T < 358\text{K}$ zugesetzt, die Mischung in das zu flockende Farbstoff enthaltende wäßrige Medium mit einer Temperatur $T = < 308\text{K}$ und einem $\text{pH} \geq 7$ unter Durchmischen eingetragen wird, wobei auf 10^6g Farbstofflösung 5 bis 200g Flockungsmittelfeststoff eingesetzt werden und wonach die Flockung in üblicher Weise aufgearbeitet wird.

4. Verfahren nach Anspruch 3, **gekennzeichnet dadurch**, daß das wasserlösliche Alkalisalz der Polyphosphorsäure Natriumpolyphosphat ist.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Flockungsmittel und ein Verfahren zur Primärflockung anionischer und ungeladener Farbstoffe aus wäßrigen Medien.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Neben anorganischen Primärflockungsmitteln wie Eisen-III-chlorid und Aluminiumsulfat ist seit einiger Zeit auch ein organisches Primärflockungsmittel auf der Basis von Polyacrylnitril und Dicyandiamid bekannt (DD-PS 217 197), bei dem der als Flockungsmittel verwendete Polyampholyt wasserunlöslich wird und in Form sehr großer, voluminöser Flocken Wasserinhaltsstoffe umhüllt und sedimentiert.

Als ungünstig erweist sich hierbei die Notwendigkeit der Auflösung des Flockungsmittels in aggressiven Medien (Säuren oder Basen) und die notwendige pH-Wertveränderung während des Flockungsvorganges.

Unter umweltfreundlichen, schonenden Bedingungen gelingt hingegen eine temperaturinduzierte Primärflockung mittels linearem teilacyliertem und/oder linearem nichtacyliertem Polyethylenimin, die sich auch als geeignet zur Flockung gelöster Wasserinhaltsstoffe erwiesen hat.

Als nachteilig erweist sich hierbei die hohe Flockungsmitteldosierung mit ca. 500ppm einer 4–6%igen Lösung der Fällungskomponente.

Bekannt ist ferner die Verwendung eines Flockungsmittelgemisches aus Polyethylenimin mit niedermolekularen Phosphaten zur Anwendung bei Normaltemperaturen (JP-OS 60-102993). Von Nachteil sind hierbei die notwendigen höheren Einsatzmengen bzw. der geringere Wirkungsgrad des Mittels im Flockungsverfahren hinsichtlich Quantität der Abtrennung der zu flockenden Substanzen und der Geschwindigkeit der Flockung.

Beispiel 3

In 10 ml einer 1 g ungeladenen Farbstoff/1000 ml Wasser enthaltenden Lösung (Cellitonblau B) wurde eine Mischung einer linearen PEI-Lösung (i) (10 g/1000 ml Wasser) mit einem Verhältnis $n/m = 0,7$ und $R = C_6H_5$ mit Natrium-Polyphosphat eingebracht, wobei das molare Verhältnis x von Phosphat- zu Iminogruppen aus den nachfolgenden Versuchsbeispielen hervorgeht.

a) $x = 0,1$

Flockungsmittelzugabe: 200 μ l

Temperatur: 293 K

Abgetrennter Anteil: 80 %

b) $x = 0,15$

Flockungsmittelzugabe: 200 μ l

Temperatur: 293 K

Abgetrennter Anteil: 75 %