

⑬



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

⑪

Veröffentlichungsnummer:

0 038 008
A1

⑫

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

⑰

Anmeldenummer: **81102598.0**

⑵

Int. Cl.³: **D 06 L 1/14, C 02 F 3/12**

⑱

Anmeldetag: **07.04.81**

⑶

Priorität: **11.04.80 DE 3013925**

⑴

Anmelder: **BASF Aktiengesellschaft,**
Carl-Bosch-Strasse 38, D-6700 Ludwigshafen (DE)

⑷

Veröffentlichungstag der Anmeldung: **21.10.81**
Patentblatt 81/42

⑵

Erfinder: **Schenk, Wolfgang, Dr., Duererstrasse 30,**
D-6831 Plankstadt (DE)
Erfinder: **Kothe, Wilfried, Dr., Schelmenzeile 40,**
D-6700 Ludwigshafen (DE)
Erfinder: **Popp, Karl Hugo, Dr., Wildstrasse 30,**
D-6710 Frankenthal (DE)

⑸

Benannte Vertragsstaaten: **AT BE CH DE FR GB IT LI NL**

⑸

Verfahren zum Reinigen von Schlichterregeneratflotten.

⑸

Verfahren zur Aufbereitung von Regeneratflotten von Polyacrylat-, Polyvinylalkohol- und Carboxymethylcellulose (CMC)-Schlichten für den Wiedereinsatz. Durch ständiges Belüften der Flotte und Abtrennen des dabei entstehenden Niederschlags werden die Verunreinigungen ohne merkliche Veränderung der Eigenschaften der Schlichte weitgehend beseitigt.

EP 0 038 008 A1



Verfahren zum Reinigen von Schlichterregeneratflotten

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Aufbereitung von Regeneratflotten von Polyacrylat-, Polyvinylalkohol- und Carboxymethylcellulose (CMC)-Schlichten für den Wiedereinsatz. Durch ständiges Belüften der Flotte und Abtrennen des dabei entstehenden Niederschlags werden die Verunreinigungen ohne merkliche Veränderung der Eigenschaften der Schlichte weitgehend beseitigt.

10

Vor dem Weben werden die Kettfäden bekanntlich geschlichtet, damit sie der mechanischen Beanspruchung im Webstuhl besser standhalten. Als Schlichtemittel werden hauptsächlich Pflanzenstärke in nativer oder chemisch modifizierter Form sowie Polyacrylate, Carboxymethylcellulose und Polyvinylalkohol verwendet. Das fertige Gewebe muß in der Regel entschlichtet werden, um nachfolgende Veredelungsprozesse wie Bleichen, Färben, Drucken oder Ausrüsten durchführen zu können. Die Entschlichtungsflotte, die das vom Gewebe abgewaschene Schlichtemittel neben anderen, im folgenden als "Verunreinigungen" bezeichneten Substanzen (z.B. Präparationen von Synthesefasern, Schlichtefette, Sengstaub, natürliche Bestandteile der Baumwolle wie Wachs, Pektine usw., Entschlichtungsmittel) enthält, wird bisher meist ganz oder teilweise verworfen und belastet das Abwasser erheblich. Daher sowie aus Gründen der Wirtschaftlichkeit ist man zunehmend bestrebt, das abgewaschene Schlichtemittel wieder zu verwerten, also die Entschlichtungsflotte als "Regeneratflotte" wieder zum Schlichten einzusetzen. Hierbei ergeben sich erstens Probleme hinsichtlich der Konzentration des Schlichtemittels in der Flotte. Damit befaßt sich die vorliegende Erfindung nicht. Zweitens entstehen Probleme dadurch, daß sich die von der Faser beim Entschlichten heruntergewaschenen Verunreinigungen beim Wiedereinsatz der Flotte

BR/BL

35

Mit jedem Zyklus stärker anreichern. Drittens sind die Entschlichtungs- bzw. Regeneratflotten nicht lagerbeständig: Nach wenigen Tagen tritt so starker Fäulnisgeruch auf, daß der Wiedereinsatz für das Personal unzumutbar wird. Mit diesen beiden Problemen befaßt sich die vorliegende Erfindung.

Die Problematik der Anreicherung der Verunreinigungen tritt in dem Maße, wie sich die Ausbeute bei der Rückgewinnung von wasserlöslichen Schlichten durch verbesserte Techniken erhöht, immer stärker in den Vordergrund. Solange noch ein Teil der Entschlichtungsflotte verworfen und das dadurch verlorene Schlichtemittel durch frisches ersetzt wird, stellt sich ein gewisser Pegel an Verunreinigungen ein, der nicht ständig weiter ansteigt und der unter Umständen noch toleriert werden kann. In aller Schärfe stellt sich das Problem erst, wenn das vom Gewebe heruntergewaschene Schlichtemittel mehr oder weniger vollständig wieder eingesetzt wird. Die einzige bisher bekannte und praktizierte Lösung stellt die Ultrafiltration dar. Sie erfordert jedoch einen hohen apparativen und energetischen Aufwand.

Die Geruchsbildung wird bisher unterdrückt durch (energieaufwendiges) Heißhalten der Rückgewinnungsflotte oder durch den Einsatz von Bakteriziden, also von gegebenenfalls störenden Fremdstoffen.

Der Erfindung lag daher die Aufgabe zugrunde, ein einfaches und wirtschaftliches Verfahren zu entwickeln, das wenigstens für einen Teil der üblichen Schlichten, nämlich die biologisch schwer abbaubaren, beide zuletzt genannten Probleme gleichzeitig löst.

Die Lösung dieser Aufgabe besteht in dem Verfahren nach den Ansprüchen.

5 Das Entschlichten, das nach beliebigen Methoden durchgeführt werden kann, ist nicht Gegenstand der Erfindung. Voraussetzung für eine Wiederverwendung von Schlichten und damit auch für das erfindungsgemäße Verfahren ist jedoch, daß beim Entschlichten keine Entschlichtungsmittel eingesetzt werden.

10

Das Belüften der Flotte kann in beliebiger Weise erfolgen: Geeignet sind alle Maßnahmen, bei denen die Flotte intensiv mit Luft in Berührung kommt, z.B. starkes Rühren, Umpumpen mit freiem Fall oder Rieseln der Flotte über Oberflächen, vorzugsweise Einleiten von Luft unter die Flotten-
15 oberfläche. Das Einleiten der Luft kann in beliebiger Weise erfolgen, erfordert also keine Düsen, Fritten oder sonstigen apparativen Aufwand. Ein in die Flotte eintauchendes Rohr oder ein Schlauch genügt. Dabei ist allerdings eine gewisse Durchmischung der Flotte - am einfachsten durch den Luftstrom selbst - zweckmäßig. Die Flottentemperatur soll dabei im Bereich von 10 bis 40, vorzugsweise 15 bis 30°C liegen.

20

25 Die Belüftungsmaßnahmen müssen direkt nach der Rückgewinnung eingeleitet werden, bevor ein Fäulnisprozeß eintritt (Geruch), und sollen möglichst ohne längere Unterbrechung bis zum Wiedereinsatz der Flotte durchgeführt werden. Eine Unterbrechung (z.B. während des Transportes der Flotte)
30 der Belüftungsmaßnahmen um je nach Klima 2 bis 3 Tage kann toleriert werden, wenn dabei der Gehalt der Flotte an molekularem Sauerstoff nicht unter 2 mg/l sinkt.

35

Statt Luft kann selbstverständlich auch Sauerstoff eingeblasen werden, doch bringt das keine Vorteile.

Das Einbringen von Sauerstoff über chemische Sauerstoffträger wie Peroxide, z.B. Wasserstoffperoxid, oder Oxidationsmittel, z.B. Permanganat, ist ungeeignet, weil dadurch die Stoffwechselprozesse der für das erfindungsgemäße Verfahren erforderlichen und auch die Schlichte geschädigt werden kann (vor allem Polyvinylalkohol, PVA, und Carboxymethylcellulose, CMC). Darüberhinaus beeinträchtigen die neu hinzukommenden Belaststoffe, d.h. die reduzierten Oxidationsmittel (z.B. Mangandioxid), die Qualität des Regenerates.

Sinkt der Sauerstoffgehalt der Flotte vor dem Einleiten der Belüftung oder zwischendurch unter 2 mg/l, so besteht die Gefahr, daß ein (weiteres) Belüften nicht mehr zum Erfolg im Sinne der Erfindung führt, d.h. daß die Flotte nicht mehr oder nur noch für die Praxis nicht tragbar. langem Belüften geruchlos wird.

Ein Impfen der Flotte mit Bakterien ist in der Regel nicht erforderlich. Eine kleine, erfindungsgemäß behandelte Probe Entschlichtungsflotte vom vorhergehenden Zyklus (ca. 5 %) beschleunigt jedoch die Reinigung innerhalb der ersten 12 Stunden merklich, so daß ein ausreichender Reinigungseffekt bereits nach 24 Stunden erzielt werden kann.

Für das erfindungsgemäße Verfahren geeignete Schlichten sind solche, die biologisch schwer abbaubar sind, d.h. bei denen nach dem modifizierten Confirmatory-Test von W. Huber und K.H. Popp, Tenside Detergents 11 (1974), 195-197, der gesamte organisch gebundene Kohlenstoff der Schlichte (Total Organic Carbon = TOC) um nicht mehr als

20, vorzugsweise nicht mehr als 10 % abnimmt. Das sind in erster Linie Schlichten auf Polyacrylatbasis, also Copolymerisate von 30 bis 90 Gew.% Acrylsäure oder Methacrylsäure, 10 bis 70 Gew.% Acrylnitril und gegebenenfalls geringen Mengen Acrylamid und Acrylestern von niederen Alkoholen (derartige Polyacrylate sind beispielsweise beschrieben in DE-AS 15 94 905 und 20 04 676 sowie DE-OS 27 14 897), ferner Carboxymethylcellulose (CMC) mit einem Substitutionsgrad (DS) von mehr als 0,5, bei denen also mehr als die Hälfte aller primären Hydroxylgruppen carboxymethyliert ist, und Schlichten auf Basis Polyvinylalkohol, die in Gegenwart von Faserbegleitstoffen gegen oxidativen Abbau auch während langer Belüftungszeiten (etwa 8 Tagen) überraschend unempfindlich sind.

Die Schlichtemittel sollten mit Rücksicht auf den Schlichteffekt und die Vermeidung von Korrosion der Apparate möglichst frei von korrosiven Salzen sein. Dies ist vor allem bei CMC zu beachten, da sie oft von der Herstellung her erhebliche Mengen Kochsalz enthält.

Das Belüften soll bei Raumtemperatur mindestens 1 bis 3 Tage durchgeführt werden. In Gegenwart von belüftetem Regenerat aus dem vorhergehenden Cyclus genügen 1 - 2 Tage. Nach oben ist die Belüftungszeit nur durch praktische Erwägungen (im wesentlichen der Vorratsraum; der Energiebedarf zum Einblasen von Luft ist vernachlässigbar) begrenzt. Die Belüftungszeit kann daher dem übrigen Betriebsgeschehen in sehr weiten Grenzen angepaßt werden. Der Prozeß der Umwandlung der gelösten Verunreinigungen in eine feste, absedimentierbare Substanz verläuft anfangs rasch, dann allmählich immer langsamer. Es ist eine Frage von praktischen Erwägungen, wie weit man das Belüften und damit

den Reinigungsprozeß treiben will und kann. In der Regel wird man die Flotte nach 3 bis 8 Tagen wieder einsetzen. Je länger die Belüftung bereits durchgeführt wurde, desto länger kann sie ohne Schaden, d.h. ohne daß der Gehalt an molekularem Sauerstoff unter 2 mg/l sinkt, unter sonst gleichen Bedingungen unterbrochen werden. Ein längerer Transport der Regeneratflotte ist daher gegen Ende der Belüftungszeit zweckmäßiger als am Anfang. Aber auch nach langer Belüftung sollte diese nicht länger als nötig unterbrochen werden.

Der während des Belüftens entstandene Niederschlag kann in üblicher Weise (durch Filtrieren, Zentrifugieren, Dekantieren) abgetrennt werden. Man erhält so eine von Verunreinigungen weitgehend (zu etwa 50 bis 90, vorzugsweise 70 bis 80 %) befreite, praktisch geruchlose, je nach Konzentration unmittelbar oder nach Aufstärken (durch Zusatz von frischem Schlichtemittel oder Abtrennen von Wasser durch Eindampfen oder Ultrafiltration) wieder einsetzbare Schlichteflotte, deren Eigenschaften sich für praktische Zwecke nicht von denen einer entsprechenden völlig frisch angesetzten unterscheiden.

Es war nicht vorauszusehen, daß dieses denkbar einfache Verfahren überhaupt und insbesondere so gut funktionieren würde, denn es handelt sich ja um die Entfernung von Verunreinigungen völlig verschiedenartiger Natur, deren Summe nur einen kleinen Bruchteil der Konzentration der in der Flotte gelösten Schlichtemittel ausmacht. Außerdem darf das gelöste Schlichtemittel dabei nicht merklich verändert werden. Mit einer Veränderung mußte unter diesen Bedingungen auch bei an sich schwer biologisch abbaubaren Schlichten durchaus gerechnet werden, wie Versuche mit

beispielsweise dem biologisch langsam abbauenden Poly-
vinylalkohol gezeigt haben (vgl. Wheatley, Q.D., Baines,
F.C., Textile Chemist and Colorist 8 (1976), 28). In
Kombination mit einem der modernen, einfachen Verfahren zur
Gewinnung relativ hoch konzentrierter Schlichtereregnerat-
flotten, beispielsweise nach DE-AS 25 43 815 oder
DE-OS 29 37 002 kann die vorliegende Erfindung das sehr
aufwendige Ultrafiltrationsverfahren auf einfachste Weise
ersetzen.

Die in den Beispielen genannten Teile und Prozente beziehen
sich auf das Gewicht.

Beispiel 1

500 g eines Baumwollgewebes, enthaltend 6 Gewichtsprozent
eines analog Beispiel 1d der DE-AS 20 04 676 hergestellten,
mit Ammoniak neutralisierten (pH 7) Copolymerisates aus
70 Gewichtsteilen Acrylsäure und 30 Gewichtsteilen Acryl-
nitril mit einer Viskosität von 310 mPa.s, gemessen an
einer 10%igen wäßrigen Lösung bei 20°C und pH 7, wurden
zur Rückgewinnung der Polyacrylatschlichte eingesetzt. Das
obengenannte Gewebe wurde in ca. 6 cm breite Streifen ge-
schnitten, die hintereinandergenäht wurden.

Das so erhaltene Gewebiband wurde durch einen Trog ge-
führt, der mit 50°C warmem Wasser gefüllt war. Die Ver-
weilzeit des Gewebebandes im Wasser betrug ca. 2 s. Das
Gewebiband wurde zwischen zwei Gummiwalzen (Shore Härte
80-85) bei einem Druck von 4 atü abgequetscht. Die Waren-
geschwindigkeit betrug ca. 6 cm/s, die Verweilzeit des
Gewebes vom Augenblick des Eintauchens bis zum Erreichen

des Walzenspaltes betrug ca. 8 s, die Flottenaufnahme etwa 140 %. Nach einmaligem Durchgang des Gewebestreifens wurden 325 g einer 5%igen wäßrigen Schlichtelösung aufgefangen. Dies entspricht 16,2 g Schlichtewirksamsubstanz bzw. 54 % der theoretisch rückgewinnbaren Schlichte.

Die erhaltene Schlichtelösung wurde im Wasserstrahlvakuum durch Erhitzen auf ca. 10 % Feststoffgehalt aufkonzentriert. Mit diesem Regeneratkonzentrat wurde auf einer Laborschlichtemaschine kardiertes Baumwollgarn Nm 68/1 so geschlichtet, daß eine Beschwerung von 13 Gewichtsprozent Schlichtefestschubstanz erreicht wurde.

Die garntechnologischen Prüfdaten der 24 Stunden bei 21°C und 70 % relativer Luftfeuchte klimatisierten Garne umfaßten die Ermittlung von Bruchlast, Dehnung und die Anzahl der Scheuerungen bis zum Bruch. Die dabei erhaltenen Mittelwerte aus 20 Einzelbestimmungen sind in der Tabelle 1 zusammengefaßt.

Die Scheuerzahl, ein Kriterium für den Schlichte-Effekt bei Stapelfasern, wurde nach der Vorschrift von E. Keuk, Textil-Praxis Bd. 7, 698 (1952) auf einem handelsüblichen Garn-Scheuer-Prüfgerät gemessen.

Bruchlast und Bruchdehnung wurden auf einer Fertigkeitsprüfmaschine mit wegloser Kraft-Meßeinrichtung Typ Statigraph N der Firma Textechno Herbert Stein, Mönchengladbach, Regentenstr. 37-39, ermittelt.

Tabelle 1

5	Schlichte	Beschwerung %	Scheuer- zahl	Bruch- last (g)	Bruch- dehnung (%)
	a) ungeschlichtet	-	62	120	6,7
	b) Schlichte original	12,6	1554	236	5,6
10	c) Schlichte regene- riert, nicht erfin- dungsgemäß behandelt	13,0	1369	232	5,7

15 Die Unterschiede der Meßwerte b und c liegen bei der Scheuerzahl knapp außerhalb, die übrigen innerhalb des Streubereiches der Meßmethoden. Sie lassen im ersten Rückgewinnungszyklus ein gleiches Webresultat erwarten.

20 Aus der Literatur (Trauter et al, Melliand Textilberichte 5/1979, S. 379) ist jedoch bekannt, daß die Anreicherung von Präparaten, Wachsen, Schlichtefetten oder Nachwach-

25 produkten über eine gewisse Grenze hinaus zum Abfall der Webresultate führt. Diese Anreicherung ist im Prinzip bei jedem Rückgewinnungszyklus gegeben. Betrachtet man die obengenannten Scheuerzahl-Werte, so erkennt man, daß das Regenerat geringfügig gegenüber dem Originalprodukt ab-

30 fällt. Offenbar ist dieser Einfluß auf den Weichmachereffekt von Garnbegleitsubstanzen zurückzuführen, die auch bei längerer Lagerung des Regnerates eine Geruchsbelästigung durch biologische Abbauprozesse bewirken, wodurch der Wiedereinsatz der Regenerate erschwert oder gänzlich un-

35 möglich wird.

- Es stellte sich daher die Aufgabe, ein wirtschaftliches, einfaches Reinigungsverfahren zu entwickeln, das eine saubere Abtrennung der störenden Begleitsubstanzen (Fasern, Wachse, Präparationen) ermöglicht und eine Geruchsbelästigung beim Lagern der Schlichteflotten verhindert. Der Zusatz von Schlichtekonservierungsmitteln bringt nämlich keine geruchsmäßig befriedigende Lösung (Tabelle 2) und löst nicht das Reinigungsproblem.

10 Tabelle 2

Lagerung von 10%igem Schlichteregenerat

15		Zeit bis zur Fäulnis und Schimmelbildung
	ohne Bakterizid	2 Tage
	0,5 % Wasserstoffperoxid (35 %)	10 Tage
	0,5 % Dimethylol-dihydroxy-äthylenharnstoff	6 Tage
20	0,5 % Formaldehyd (35 %)	10 Tage
	0,2 % Dimethyl-palmkernfett-benzylammonium- chlorid	5 Tage
	0,5 % Phenol	8 Tage
	0,5 % 1,2-Benzisothiazolin-3-on	8 Tage

25

- Wie man sieht, verzögern sämtliche Konservierungsmittel die Fäulnis, lösen das Problem aber nicht. Ein weiteres Anheben der Konzentration des Konservierungsmittels ist nicht ratsam, da die Schlichtewirkung beeinträchtigt werden kann oder Vernetzungsreaktionen im Fall des Formaldehyds oder seiner Abkömmlinge mit der Schlichte eintreten können. Abgesehen davon bewirken erhöhte Konzentrationen teilweise

35

7
eine nicht mehr zumutbare Geruchsbelästigung durch das
Bakterizid selbst (z.B. Formalin, Phenol). Generell ist
der Zusatz von Hilfsstoffen zum Schlichteregenerat nicht
ratsam, da sich diese wasserlöslichen Komponenten bei
5 mehrfachem Recycling anreichern und in der Regel auch
unabhängig davon den Schlichte-Effekt beeinträchtigen oder
in sonstiger Weise stören.

10 Überraschenderweise konnte das Problem der Verhinderung
von Fäulnis und der gleichzeitigen Reinigung von uner-
wünschten Begleitstoffen durch Einleiten von Luft in das
Regenerat gelöst werden. Es wurde 3 Tage lang durch ein
Glasrohr so viel Luft in die Regeneratflotte eingeblasen,
daß eine deutliche Durchmischung der Flotte erzielt wurde.
15 Die Flottentemperatur betrug 25°C. Durch die Behandlung
bildete sich ein gut sedimentierbarer Niederschlag, der
durch Separatoren abgetrennt wurde. Der getrocknete Nieder-
schlag wog 0,8 % der Flotte. Setzte man das so behandelte
Regenerat erneut zum Schlichten der eingangs genannten
20 Baumwolle ein, so wurden die in Tabelle 3 gezeigten Resul-
tate erhalten.

Tabelle 3

25	Schlichte	Beschwerung %	Scheuer- zahl	Bruch- last (g)	Bruch- dehnung (%)
	unbehandelt	-	62	120	6,7
30	Schlichte original	12,6	1554	236	5,6
	Regenerat luft- behandelt	12,0	1565	237	5,8

Die Ergebnisse zeigen, daß die erfindungsgemäße Behandlung die Qualität des Regenerates auf das Niveau der Originalschlichte angehoben hat.

5 Beispiel 2

Kettfäden für das in Tabelle 4 näher definierte Polyester/Baumwolle-Mantelpopelinegewebe wurden mit folgenden Polyacrylatschlichten behandelt:

10

Schlichte A

Die Schlichte bestand aus einem Copolymerisat aus 65 Gewichtsprozent Acrylsäure und 35 Gewichtsprozent Acrylnitril, bei dem 45 Mol% der Acrylsäuregruppen als Calciumsalz und 55 Mol% in der Ammonsalzform vorlagen. Das Polymerisat war in Anlehnung an Beispiel 1 der DE-AS 20 04 676 hergestellt und hatte in 15%iger wäßriger Lösung eine Viskosität von 250 mPa.s, gemessen in einem Brookfield Viscometer RVT bei 100 UpM und einer Temperatur von 85°C.

20

Schlichte B

Copolymerisat aus 60 Gewichtsprozent Acrylsäure und 40 Gewichtsprozent Acrylnitril, wobei 50 Mol% der Acrylsäure als Calciumsalz, der Rest als Natriumsalz vorlagen. Das Polymerisat wurde analog Schlichte A hergestellt. Die Viskosität betrug unter den gleichen Meßbedingungen wie bei Schlichte A 320 mPa.s.

30

Schlichte C

Magnesiumsalz eines Copolymerisates aus 35 Gewichtsprozent Acrylsäure und 65 Gewichtsprozent Acrylnitril, das gemäß

35

der Herstellvorschrift der DE-OS 27 14 897, Beispiel 1, erhalten wurde. Viskosität: 350 mPa.s.

Die Auflage an Polyacrylatschlichte auf der Kette war in
 5 allen drei Fällen (bezogen auf trockenes Rohgarn) ca.
 16 Gew.% Trockensubstanz. Die Ketten wurden auf Rüti
 C-Webstühlen bei einem Raumklima von 70 % r.F./21-22°C
 und einer Schußeintragsleistung von 230/Minute verwebt
 (Fadenbruchzahl/Webstuhl x Stunde für A: 0,62, B: 0,54,
 10 C: 0,38).

Tabelle 4

Gewebedaten des Mantelpopelineartikels

15	Faserart	Polyester/Baumwolle (65:35)
	Kettdichte (Fäden/cm)	49
	Schußdichte (Fäden/cm)	25
	Kettgarn	Nm 50/1
20	Schußgarn	Nm 50/1
	Totale Kettfadenzahl	7580
	Bindung	Leinwand 1/1

Je ca. 5000 m der aus den mit den Schlichten A, B und C
 25 hergestellten Mantelpopelinegewebe mit einer Schlichte-
 auflage von 10,5-11 % wurden zur Rückgewinnung der
 Schlichte gemäß Beispiel 2 der DE-OS 25 43 815 behandelt.
 Die Rückgewinnungsrate bewegt sich für alle drei Schlich-
 30 ten zwischen 80-85 % der Theorie. Es wurden Regenerat-
 flotten mit einer mittleren Wirkstoffkonzentration von
 6 % erhalten.

Um mit diesen Regeneraten die Kettfäden für den oben-
genannten Popelineartikel erneut mit einem Auftrag von
ca. 16 % schlichten zu können, wurde eine ca. 11%ige
Schlichteflotte benötigt.

5

Die Regeneratflotten von Schlichte A, B und C wurden in
einem handelsüblichen Zwangsumlaufverdampfer auf einen
Feststoffanteil von 12 % aufkonzentriert, um den Konden-
satanteil beim Schlichtekocher zu kompensieren. Bedingt
10 durch die thermischen Beanspruchungen beim Trocknen,
Sengen und Eindampfen des Regenerates trat bei Schlichte A
ein pH-Abfall auf den Wert 5,3 gegenüber der Original-
schlichte (pH 6,5) auf, der durch 25%ige Ammoniaklösung
korrigiert wurde. Bei den Schlichten B und C erübrigte
15 sich diese Maßnahme. Mit den auf 12 % Wirkstoff auf-
konzentrierten Regeneraten wurden Schlichte- und Web-
versuche mit einerseits 5 Tage alten unbehandelten,
andererseits mit den erfindungsgemäß behandelten Regene-
raten durchgeführt.

20

Der Vergleich der Zahl der Kettfadenbrüche pro Webstuhl-
stunde zeigt, daß die erfindungsgemäße Behandlung gegen-
über der unbehandelten, gelagerten Schlichte eine erhöhte
Websicherheit bringt, und zwar in der gleichen Höhe wie
25 die Originalschlichte.

Tabelle 5

	Schlichte A	Schlichte B	Schlichte C
30 Original	0,62	0,54	0,38
Regenerat unbehandelt	0,80	0,76	0,56
Regenerat erfindungsgemäß behandelt	0,59	0,57	0,40

35

Beispiel 3

Zwecks Übertragung des Verfahrens auf andere wasser-
lösliche Stapelfaserschlichten wie Polyvinylalkohol und
5 Carboxymethylcellulose wurde der Einfluß der Luftbehandlung
auf den CSB-Wert (Chemischer Sauerstoffbedarf) und den pH,
wesentliche Kriterien für eine chemische Veränderung der
Schlichte, untersucht. Um eine Schlichte mehrmals zurück-
gewinnen und wiedereinsetzen zu können, ist eine möglichst
10 geringe chemische Veränderung des Schlichtemittels Voraus-
setzung.

Es wurden ca. 6%ige Lösungen der Originalschlichten
(Tabelle 6), entsprechende Lösungen mit Zusatz von
15 Schlichtehilfsmitteln (Tabelle 7) und Baumwoll- bzw.
Polyester/Baumwoll-(65:35)-Verunreinigungen enthaltende
Flotten (Tabelle 8) untersucht. Diese Verunreinigungen
wurden durch wäßrige Extraktion der entsprechenden Garne
ohne Zusatz von Netzmitteln gewonnen, ein Vorgang, der
20 mehr oder minder bei jeder Rückgewinnung einer wasser-
löslichen Schlichte vonstatten geht. Eine Abtrennung
sedimentierter Verunreinigungen wurde nicht vorgenommen.

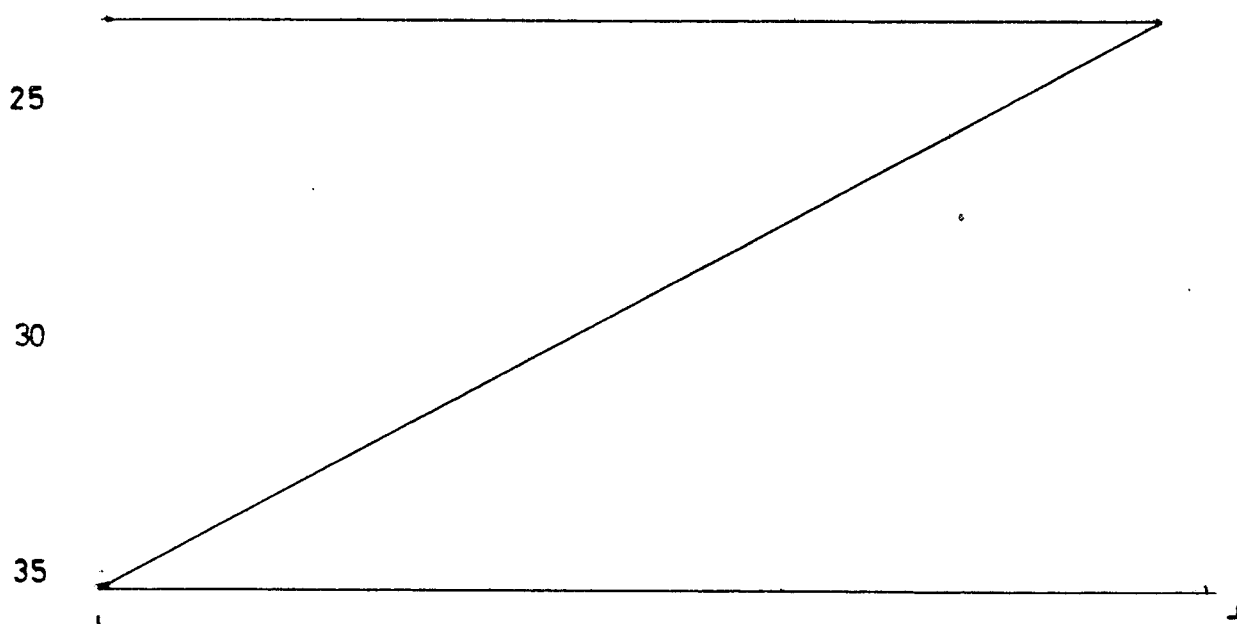


Tabelle 6Belüftung ohne Hilfsmittelzusatz

5	Schlichte- mittel	vor Behandlung		nach 8 Tagen		Differenz	
		pH	CSB ³⁾	pH	CSB	pH	CSB
10	Schlichte A	6,8	1253	6,3	1217	-0,1	-2,9 %
	Schlichte B	6,3	1215	6,4	1194	+0,1	-1,7 %
	Schlichte C	6,3	1197	6,5	1173	+0,2	-2,0 %
15	PVA ¹⁾	5,5	1794	7,6	994	+2,1	-44,6 %
	CMC salz- frei ²⁾	5,7	958	6,5	914	+0,8	-4,6 %
20	1) Polymerisationsgrad 1400, Hydrolysegrad 88 %						
	2) Viskosität (4 %, 20°C): 60 mPa.s, gemessen mit Brookfield HAT, Spindel Nr. 1, 20 UpM, Substitutionsgrad DS = 0,7						
25	3) (mg O ₂ /g Wirksubstanz)						

30

35

Tabelle 7Belüftung mit Hilfsmittelzusatz

	5	Schlichtemittel	vor Behandlung		nach 8 Tagen Belüftung		Differenz	
			pH	CSB	pH	CSB	pH	CSB
10		A + 2 % Fett Nr. 1	6,7	1259	6,6	1208	-0,1	-4,1 %
		A + 2 % Fett Nr. 2	6,8	1284	6,7	1219	-0,1	-5,1 %
		A + 2 % Fett Nr. 3	6,7	1305	6,6	1229	-0,1	-5,8 %
		PVA + 2 % Fett Nr.1	5,5	1774	6,3	1543	+0,8	-13,1 %
		PVA + 2 % Fett Nr.2	5,5	1748	8,0	1039	+2,5	-41,6 %
15		PVA + 2 % Fett Nr.3	5,5	1840	6,2	1783	+0,8	-3,1 %
		CMC + 2 % Fett Nr.1	5,8	912	6,5	838	+0,7	-8,2 %
		CMC + 2 % Fett Nr.2	5,7	1034	4,6	814	+1,9	-21,3 %
		CMC + 2 % Fett Nr.3	5,7	1004	6,1	959	+0,4	-4,5 %

20 Chemischer Charakter der Schlichtefette:

Fett Nr. 1

25 Schmelzbares Schlichtefett (49-53°C) auf Basis von Fettsäuretriglycerid mit Emulgatorsystem auf Basis C_{13/15}-Oxoalkoholsulfonat und Nonylphenoethoxylat.

Fett Nr. 2

30 Schmelzbares Schlichtefett (46-48°C) auf Basis Polyethylenglykol von mittlerem Molgewicht Mw = 6000 und Stearinsäurepolyglykolester (Mw Polyethylenglykol = 1000)

Fett Nr. 3

35 Stearinsäuremonoglycerid

Belüftung in Gegenwart von Begleitstoffen der Baumwoll- und Polyester/Baumwoll-(PES/Bw)-Garne

25 Aus den ausgewiesenen Daten der Tabellen 6, 7 und 8 geht
hervor, daß der Einfluß von Schlichtehilfsstoffen unter-
schiedlich ist und in Relation zum Schlichtemittel keiner
Systematik folgt. Gleiches gilt für den Einfluß der Faser-
begleitstoffe. Für einen Recyclingprozeß sind Polyacrylate
30 am besten geeignet, da sich ihr pH-Wert und der chemische
Aufbau unter den verschiedensten Einflüssen der Begleit-
stoffe nur geringfügig ändern und damit die größte
Produktionssicherheit in der Weberei gewährleistet ist.
Vermeidet man beim erfindungsgemäßen Verfahren den Zusatz
35 von Schlichtefetten vom Typ 2, so sind Polyvinylalkohol

und salzfreie Carboxymethylcellulose ebenfalls mit geringen Einschränkungen (z.B. CMC bei Polyester/Baumwolle, Tabelle 8) dem Verfahren zugänglich. Überraschenderweise wird der an sich beim Einleiten von Sauerstoff stark ab-
5 bauende Polyvinylalkohol (Tabelle 6) durch einige Schlichtehilfsstoffe oder Begleitsubstanzen der Faser weitgehend gegen oxidativen Abbau geschützt.

10

15

20

25

30

35

Patentansprüche

1. Verfahren zum Reinigen von Regeneratflotten biologisch
schwer abbaubarer Schichten, dadurch gekennzeichnet,
5 daß man im Anschluß an die Schlichterückgewinnung durch
Belüften dafür sorgt, daß der Gehalt der Flotte an
molekularem Sauerstoff nicht unter 2 mg/l absinkt,
und nach mindestens eintägiger Belüftung den entstan-
denen Niederschlag abtrennt.
- 10 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,
daß man als Regeneratflotte die Rückgewinnungsflotte
einer Polyacrylatschlichte, einer Polyvinylalkohol-
schlichte oder einer Carboxymethylcelluloseschlichte
15 mit einem Substitutionsgrad von mehr als 0,5
einsetzt.
- 20
- 25
- 30
- 35



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0038008

Nummer der Anmeldung

EP 81 10 2598

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. 3)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
	TEXTILVEREDLUNG, Band 11, Nr. 2, Februar 1976, Seiten 69-70 Basel, CH. F. BAYERLEIN: "Das Abbauverhalten von Schlichtemitteln" * Insgesamt * -----	1,2	D 06 L 1/14 C 02 F 3/12
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. 3)
			D 06 L 1/14 C 02 F 3/12 9/00
			KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE
			X: von besonderer Bedeutung A: technologischer Hintergrund O: nichtschriftliche Offenbarung P: Zwischenliteratur T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E: kollidierende Anmeldung D: in der Anmeldung angeführtes Dokument L: aus andern Gründen angeführtes Dokument &: Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.			
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
Den Haag	23-07-1981	GOLLER	