



EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG


 Anmeldenummer: 86108285.7


 Int. Cl.⁴: D 06 L 1/10


 Anmeldetag: 18.06.86


 Priorität: 27.06.85 DE 3522932


 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
 07.01.87 Patentblatt 87/2


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


 Anmelder: Henkel Kommanditgesellschaft auf Aktien
 Postfach 1100 Henkelstrasse 67
 D-4000 Düsseldorf-Holthausen(DE)


 Erfinder: Grünewälder, Werner
 Feuerbachstrasse 53
 D-5657 Haan(DE)


 Erfinder: Schäfer, Margarete
 Locher Weg 13
 D-4018 Langenfeld(DE)

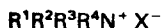

 Erfinder: Wichelhaus, Winfried, Dr.
 Stifterstrasse 3
 D-4020 Mettmann(DE)


 Erfinder: von Rybinski, Wolfgang, Dr.
 Johannes-Hesse-Strasse 31
 D-4000 Düsseldorf(DE)


Verfahren zur Filtration von Flotten in der Chemischreinigung und dabei verwendete Filterhilfsmittel in Form präparierter Schichtsilikate.


 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Filtration von organischen Lösungsmittel enthaltenden Flotten in der Chemischreinigung unter Verwendung natürlicher und/oder synthetischer Schichtsilikate, die nach an sich bekannten Methoden mit einer oder mehreren Ammoniumverbindungen der allgemeinen Formel (I)

tion mit Kieselgur und/oder Aktivkohle umfassen.



(I)

in der

R¹, R², R³ und R⁴ für Wasserstoff, Alkyl- oder Alkenylgruppen stehen, die gegebenenfalls substituiert sein können, und X⁻ für Anionen wasserlöslicher, stark dissoziierter Säuren steht, in einer Menge von 2 bis 60 Gew.-% präpariert sind.

Anschwemm- oder Kartuschenfilter werden mit derart präparierten Schichtsilikaten allein oder in Kombination mit Kieselgur und/oder Aktivkohle beschickt und in der Chemischreinigung verwendete Lösungsmittelgemische über die präparierten Filter filtriert.

Die Erfindung umfaßt außerdem Filterhilfsmittel zur Verwendung in der Filtration von Reinigungsflotten aus der Chemischreinigung, die dadurch gekennzeichnet sind, daß sie mit quaternären Ammoniumverbindungen der obigen allgemeinen Formel (I) in einer Menge von 2 bis 60 Gew.-% präparierte natürliche und/oder synthetische Schichtsilikate in Kombina-

EP 0 207 366 A2

Patentanmeldung

D 7113 FP

05

10

Verfahren zur Filtration von Flotten in der
Chemischreinigung und dabei verwendete Filterhilfs-
mittel in Form präparierter Schichtsilikate

15

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Filtration von organische Lösungsmittel enthaltenden Flotten in der Chemischreinigung. Sie betrifft außerdem bei der Filtration dieser Flotten verwendete Filterhilfsmittel.

20

In der Chemischreinigung werden Verschmutzungen von Textilien und Lederwaren durch überwiegend organische Lösungsmittel enthaltende Reinigungsflotten abgelöst. Um die Lösungsmittel wiederverwenden zu können, müssen aus ihnen die abgelösten Schmutzstoffe, die entweder dispergiert oder in den organischen Lösungsmitteln gelöst sind, möglichst vollständig entfernt werden, ohne daß dabei wesentliche Veränderungen in der Zusammensetzung der Reinigungsflotten auftreten.

25

30

In derartigen Verfahren zur Reinigung von Lösungsmitteln aus der Chemischreinigung müssen in einem ersten Schritt alle filtrierbaren, d.h. nicht gelösten Verunreinigungen aus dem Lösungsmittel entfernt werden.

35

Dies geschieht normalerweise in Filtern, die mit Kieselgur beschickt werden. In solchen Kieselgur-Filtern werden jedoch nur ungelöste Verschmutzungen aus den Reinigungsflotten abfiltriert.

05

Werden Filterpatronen (Kartuschenfilter) für die Filtration der verschmutzten Reinigungsflotten verwendet, so ist das Filtrationsresultat deutlich besser. Die Kartuschen derartiger Filter enthalten Aktivkohle oder
10 Gemische aus Aktivkohle und aktivierter Tonerde (Bentonit). Derartige Stoffe haben nicht nur eine außergewöhnlich große Oberfläche, sondern zeigen auch eine gute Adsorptionswirkung gegenüber gelösten Verschmutzungen. Die damit gefilterten Reinigungsflotten sind
15 daher deutlich sauberer als die durch Kieselgurfilter filtrierte, so daß der Zeitpunkt einer nachfolgenden Destillation der Reinigungsflotten hinausgezögert werden kann. Derartige Kartuschenfilter werden beispielsweise in der aktuellen FCR-Information Nr. 174 der
20 Forschungsstelle Chemischreinigung, erschienen im Juli 1977, beschrieben.

Nachteilig bei derartigen Adsorptionsfiltern wirkt sich jedoch der Tensidgehalt bestimmter Reinigungsflotten aus. Derartige Tenside, die beispielsweise aus der
25 Vordetachur stammen, werden ungenügend adsorbiert. Dies führt zu einer Anreicherung von Vordetachurmitteln und Reinigungsverstärkern in den Reinigungsflotten. Sogenannte "Ränder" an dünnen Textilien, wie beispielsweise Futterstoffen oder leichter Oberbekleidung, sind die unmittelbare Folge (vgl. WRP, Heft
30 6/1982, Seite 8 f).

Deutliche Verbesserungen der oben beschriebenen Kieselgurfilter erbringen in der DE-OS 30 07 633
35

beschriebene Filter, die ganz oder teilweise aus feinteiligen, wasserunlöslichen Alkalimetall-Aluminiumsilikaten (Zeolithen) bestehen. Derartige Zeolithfilter werden zum Teil in Kombination mit Kieselgurfiltern verwendet und machen vor allem auch eine Entfernung gelöster Säurespuren aus den Reinigungsflotten möglich. Eine Destillation der Lösungsmittelgemische ist jedoch aufgrund zahlreicher gelöster Schmutzstoffe unumgänglich.

10

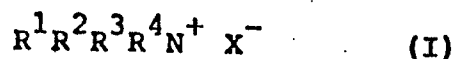
Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, die in der Chemischreinigung verwendeten Lösungsmittel oder Lösungsmittelgemische durch eine verbesserte Filtration von gelösten Verschmutzungen, Geruchs- und Farbstoffen, Vordetachurmitteln und Reinigungsverstärkern weitgehend zu befreien, so daß eine Destillation des Lösungsmittels nur in großen Abständen notwendig ist.

15

Die Erfindung betrifft daher ein Verfahren zur Filtration von organische Lösungsmittel enthaltenden Flotten in der Chemischreinigung unter Verwendung silikatischer Filterhilfsmittel, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man natürliche und/oder synthetische Schichtsilikate mit einer Austauschkapazität für Kationen nicht unter 30 meq/100 g Schichtsilikat nach an sich bekannten Methoden mit einer oder mehreren Ammoniumverbindungen der allgemeinen Formel (I)

20

25



30

in der R^1 , R^2 , R^3 und R^4 für Wasserstoff, Alkyl- oder Alkenylgruppen stehen oder zwei oder drei der Reste R^1 bis R^4 unter Einschluß des Stickstoffatoms zu einem

35

aliphatischen oder aromatischen heterocyclischen Ring-
system geschlossen sein können, wobei die jeweiligen
Alkyl- oder Alkenylgruppen verzweigt oder unverzweigt
sein können und Cycloalkylgruppen, Arylgruppen, Ether-
05 bindungen, Aminbindungen, Amidbindungen und Esterbin-
dungen enthalten können und durch Hydroxylgruppen
oder Halogenid substituiert sein können und eine Zahl
von C-Atomen im Bereich von 1 bis 18 aufweisen und
die Gesamtzahl der C-Atome im Kation oberhalb von 12
10 liegt und X^- für Anionen wasserlöslicher Säuren mit
einer Dissoziationskonstante über 10^{-5} steht, in einer
Menge von 2 bis 60 Gew.-% präpariert, Anschwemm- oder
Kartuschenfilter mit derartig präparierten Schicht-
silikaten allein oder in Kombination mit Kieselgur
15 und/oder Aktivkohle beschickt und in der Chemisch-
reinigung verwendete Lösungsmittelgemische über der-
artige Filter filtriert.

Die Erfindung betrifft außerdem Filterhilfsmittel zur
20 Verwendung in der Filtration von Reinigungsflotten aus
der Chemischreinigung, die dadurch gekennzeichnet
sind, daß sie mit Ammoniumverbindungen der obigen all-
gemeinen Formel (I) in einer Menge von 2 bis 60 Gew.-%
präparierte natürliche und/oder synthetische Schicht-
25 silikate in Kombination mit Kieselgur und/oder Aktiv-
kohle umfassen.

Als Schichtsilikate sind zahlreiche Silikatmaterialien
natürlichen und/oder synthetischen Ursprungs geeignet.
30 In dem erfindungsgemäßen Verfahren verwendet man ins-
besondere glimmerartige Schichtsilikate mit Dreischicht-
Struktur aus der Gruppe der Smectite, doch eignen sich
auch Vermiculite und die zu den nicht glimmerartigen
Schichtsilikaten zählenden Natriumphyllosilikate. Zu

den Smectiten zählen der Montmorillonit, der Saponit, der Beidellit und der Hectorit; Beispiele für Phyllosilikate sind Kenyait, Magadiit, Makatit und Kanemit. Vorzugsweise verwendet man Bentonite mit einem hohen
05 Gehalt an Montmorillonit oder Hectorit, wobei natürliche Bentonite in unbehandelter Form oder gegebenenfalls in einer mit Säuren oder Alkalien zur Reinigung und Entfernung von störenden Kationen in an sich bekannter Weise vorbehandelten Form eingesetzt werden.

10 Die wichtigste Kenngröße der verwendbaren Schichtsilikat-Materialien ist ihre Austauschkapazität für Kationen. Erfindungsgemäß sollte diese Größe den Wert von 30 meq/100 g Schichtsilikat nicht unterschreiten. Be-
15 sonders bevorzugt sind solche Smectit-Tonminerale, deren Kationen-Austauschkapazität zwischen 50 und 120 meq/100 g Schichtsilikat liegt.

20 Natürliche und/oder synthetische Schichtsilikate mit den genannten Eigenschaften werden nach an sich bekannten Methoden mit einer oder mehreren langkettigen Ammoniumverbindungen der oben genannten allgemeinen Formel (I) in einer Menge von 2 bis 60 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des modifizierten Schichtsilikats, präpariert. Dies kann beispielsweise dadurch
25 geschehen, daß man die entsprechenden Silikate mit Lösungen der gewünschten Ammoniumverbindungen behandelt und dadurch einen Austausch von Alkalimetall-Kationen der Schichtsilikate gegen die
30 Ammonium-Kationen erreicht. Bevorzugt werden die Schichtsilikate mit Mengen an Ammoniumverbindungen im Bereich von 5 bis 30 Gew.-%, besonders bevorzugt im Bereich von 10 bis 25 Gew.-%, präpariert.

35

Für das erfindungsgemäße Verfahren der Filtration von Flotten aus der Chemischreinigung haben sich insbesondere Ammoniumverbindungen der allgemeinen Formel (I) bewährt, deren Gesamtzahl von C-Atomen im Bereich zwischen 14 und 38 liegt. Von diesen wiederum werden die quaternären Ammoniumverbindungen besonders bevorzugt; d.h., Verbindungen, in denen keiner der Reste R^1 bis R^4 Wasserstoff ist. In der allgemeinen Formel (I) sind dabei entsprechend einer weiteren bevorzugten Ausführungsform Verbindungen besonders geeignet, in denen mindestens zwei der organischen Reste R für einen Alkylrest mit 1 bis 3 C-Atomen und einer oder zwei der organischen Reste R für einen Alkylrest mit 9 bis 18 C-Atomen stehen. Das Anion X^- steht für Anionen wasserlöslicher Säuren mit einer Dissoziationskonstante über 10^{-5} , vorzugsweise für Chlorid, Bromid, Acetat, Hydrogensulfat oder Hydrogenphosphat, insbesondere aber für Chlorid. Besonders bewährt für die Präparation der natürlichen und/oder synthetischen Schichtsilikate haben sich Lauryltrimethylammoniumchlorid und Distearyltrimethylammoniumchlorid. Es sind jedoch auch andere, beispielsweise aromatische Reste R enthaltende quaternäre Ammoniumsalze mit Vorteil verwendbar, wie beispielsweise Cetyltrimethylbenzylammoniumchlorid. Als Beispiel für quaternäre Ammoniumsalze der allgemeinen Formel (I), in der die organischen Reste R unter Einschluß des Stickstoffatoms zu einem heterocyclischen Ringsystem geschlossen sein können, wird Laurylpyridiniumchlorid genannt.

30

Die mit den genannten Ammoniumverbindungen präparierten natürlichen und/oder synthetischen Schichtsilikate werden für das erfindungsgemäße Verfahren als Beschickung von Anschwemm- oder Kartuschenfiltern verwendet, wobei Kartuschenfilter besonders bevorzugt

35

werden. Die Beschickung kann entweder ausschließlich aus den genannten präparierten Schichtsilikaten bestehen oder, ^(vorzugsweise) ~~oder~~ ^{oder} Mischungen von herkömmlichen weiteren Filterhilfsmitteln, beispielsweise Kieselgur und/oder Aktivkohle, enthalten. Werden Mischungen aus Kieselgur/Schichtsilikat oder Aktivkohle/Schichtsilikat verwendet, so beträgt das Mischungsverhältnis der genannten Komponenten 80 : 20 bis 50 : 50, besonders bevorzugt 70 : 30 bis 50 : 50.

Die beschriebenen Filterhilfsmittel sind zur Verwendung in dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Filtration von organische Lösungsmittel enthaltenden Flotten in der Chemischreinigung wesentlich besser geeignet als herkömmliche Adsorptionsfilter, die Kieselgur, Aktivkohle, Zeolithe oder Mischungen dieser Materialien enthalten. Insbesondere dann, wenn als verschmutzte Lösungsmittel in den Reinigungsflotten Trichlorethylen, 1,1,1-Trichlorethan, Perchlorethylen, Monofluor-trichlormethan, Trifluortrichlorethan oder Mischungen der genannten Lösungsmittel anfallen, bringt der Einsatz der genannten Filterhilfsmittel große Vorteile. Die Reinigungsflotten können fast vollständig von gelösten Verschmutzungen, Geruchs- und Farbstoffen, Vordetachurmitteln und Reinigungsverstärkern befreit werden. Die nach herkömmlichen Filtrationsverfahren häufig erforderliche Destillation der Lösungsmittel ist nur noch sehr viel seltener notwendig. Damit können nicht nur Lösungsmittel eingespart werden, sondern auch die Energiekosten merklich gesenkt werden. Stets zeichnen sich dabei die Filterhilfsmittel, die aus einer Mischung von Schichtsilikat mit Kieselgur oder Aktivkohle bestehen, durch besonders universelle Reinigungseigenschaften aus.

Die Erfindung wird durch die nachfolgenden Beispiele näher erläutert.

05 Beispiel für die Herstellung präparierter
Schichtsilikate

10 In einem Rührbehälter wurden 500 g Laponite RD (synthetischer Hectorit der Fa. Laporte Ind.) in 10 l entionisiertem Wasser dispergiert und auf 60°C aufgeheizt. Es bildete sich ein klares, thixotropes Gel. Unter kräftigem Rühren wurden 425 g Dehyquart LT (Lauryltrimethylammoniumchlorid in Wasser gelöst, ca. 35 % Aktivsubstanz, Fa. Henkel) langsam zugegeben, wobei der organisch modifizierte Hectorit ausflockte.

15 Zur vollständigen Umsetzung wurde 30 Minuten lang nachgerührt. Der organisch modifizierte Hectorit wurde auf einer Filternutsche abgesaugt, mit 2 l entionisiertem Wasser gewaschen und bei 75°C im Umlufttrockenschrank getrocknet. Das Produkt hatte einen Kohlenstoffgehalt

20 von 17,3 %, entsprechend ca. 27 % Lauryltrimethylammoniumchlorid.

Beispiel 1

25 Eine Reinigungsflotte, deren organischer Lösungsmittel-Bestandteil Trifluortrichlorethan war, enthielt 5 g pro Liter Talgfettsäure und einen anionaktiven Reinigungsverstärker, der die folgende Zusammensetzung hatte:

30 40 % Natriumdodecylbenzolsulfonat,
10 % Kaliumpetrolsulfonat,
10 % Isopropanol,
20 % Spindelöl und
20 % Wasser.

35

Der Reinigungsverstärker war in einer Menge von 7 g pro Liter Reinigungsflotte gelöst.

05 Zur Bestimmung der Adsorption von Fettsäuren und Reinigungsverstärker wurde die Reinigungsflotte im Kreislauf über ein ^{Kartuschenfilter} V gepumpt, das als Filterhilfsmittel ein Gemisch aus

60 % gekörnte Aktivkohle (Teilchendurchmesser 1,5 mm) und

10 40 % eines präparierten Schichtsilikates enthielt. Bei dem Schichtsilikat handelte es sich um einen Hectorit, der mit 27 Gew.-% Lauryltrimethylammoniumchlorid beladen war.

15 Nach zweistündiger Filtration wurde eine Probe der gereinigten Flotte entnommen und der Gehalt an Fettsäure sowie der rückständige Feststoffgehalt bestimmt. Die Ergebnisse sind der Tabelle 1 zu entnehmen.

20 Vergleichsbeispiel 1

Die in Beispiel 1 beschriebene Reinigungsflotte wurde im Kreislauf über ein ^{Kartuschenfilter} V gepumpt, das

25 60 % gekörnte Aktivkohle (Teilchendurchmesser 1,5 mm) und

40 % unbeladenen Hectorit enthielt. Unter gleichen Bedingungen wie in Beispiel 1 wurde eine Flottenprobe entnommen und der Gehalt an Fettsäure und Feststoffen bestimmt. Die Ergebnisse sind Tabelle 1 zu entnehmen.

30 Wie ein Vergleich von Beispiel 1 und Vergleichsbeispiel 1 zeigt, konnten der Fettsäuregehalt und der Feststoffgehalt der Reinigungsflotte bei Verwendung des beladenen Schichtsilikats stark reduziert werden,

35

der Reinigungsverstärker konnte sogar vollständig aus der Flotte entfernt werden. Das unbeladene Schichtsilikat zeigte in allen drei Fällen schlechtere Ergebnisse.

05

Beispiel 2

Eine als organisches Lösungsmittel überwiegend Monofluortrichlormethan enthaltende Reinigungsflotte enthielt als gelöste Verunreinigungen Stearinsäure in einer Menge von 10 g pro Liter und einen nichtionogenen Reinigungsverstärker der nachfolgenden Zusammensetzung in einer Menge von 5 g pro Liter:

- 10 % Nonylphenol + 6 EO;
- 25 % Cetylalkohol + 9 EO;
- 15 % Alkanolamid;
- 15 % Butylglycol;
- 15 % Weißöl und
- 20 % Wasser.

20

Eine derartige Reinigungsflotte wurde, wie in Beispiel 1 beschrieben, zwei Stunden lang durch ein Filter im Kreislauf gepumpt, das als Filterhilfsmittel mit einer Mischung aus

- 80 % Aktivkohle und
- 20 % Bentonit

beschickt war. Das Schichtsilikat war mit 60 Gew.-% Distearyl dimethylammoniumchlorid beladen.

Nach Abschluß der Filtration wurde eine Probe der Flotte zur Bestimmung des Gehalts an Fettsäure, Reinigungsverstärker und Festsubstanz entnommen. Die Ergebnisse sind Tabelle 1 zu entnehmen.

35

Vergleichsbeispiel 2

- 05 Eine wie in Beispiel 2 beschriebene zusammengesetzte Reinigungsflotte wurde mit Hilfe eines Filters gereinigt, das
- 80 % Aktivkohle und
 - 20 % unbeladenen Bentonit
- als Filtrationshilfsmittel enthielt.
- 10 Bei gleichen Versuchsbedingungen wie in Beispiel 2 wurden nach der Filtration Proben der Reinigungsflotte zur Bestimmung der in Beispiel 2 genannten Komponenten entnommen; die Ergebnisse sind Tabelle 1 zu entnehmen.
- 15 Ein Vergleich von Beispiel 2 mit dem Vergleichsbeispiel 2 ergibt, daß die Filtration mit dem präparierten Schichtsilikat zu wesentlich besseren Filtrationsergebnissen führte; die Mengen an gelösten Verunreinigungen betrugen nur einen Bruchteil der Verunreinigungen
- 20 nach der Filtration mit nicht präpariertem Schichtsilikat.

Beispiel 3

- 25 Aus einer wie üblich betriebenen Reinigungsanlage wurde eine stark verschmutzte und verfärbte Probe der Reinigungsflotte entnommen, die zusätzlich mit 8 g Ölsäure und 5 g eines wie nachfolgend beschrieben zusammengesetzten Reinigungsverstärkers pro Liter Reinigungsflotte angereichert wurde:
- 30
- 30 % Laurylpyridiniumchlorid;
 - 15 % Isopropanol;
 - 15 % Butylglycol;
 - 20 % Perchlorethylen und
- 35 20 % Wasser.

Die Reinigungsflotte enthielt als organischen Lösungsmittelanteil überwiegend Perchlorethylen.

05 Die Reinigungsflotte wurde 45 min im Kreislauf filtriert. Dabei wurde ein Anschwemm-Kerzenfilter (Laborausführung) verwendet, das mit
70 g Kieselgur und
30 g Montmorillonit, präpariert mit 15 Gew.-% Benzylcetyldimethylammoniumchlorid
10 beschickt war.

Vor und nach der Filtration wurde zur Bestimmung des Fettsäuregehalts, des Reinigungsverstärkergehalts und des Feststoffgehalts eine Probe der Flotte
15 entnommen; außerdem wurde die Anfärbung der Flottenproben untersucht (Lovibond-Verfahren (Rot- bzw. Gelbtöne), (1 Zoll-Küvette). Die Ergebnisse sind Tabelle 1 zu entnehmen.

20 Vergleichsbeispiel 3

Unter den gleichen Bedingungen wie in Beispiel 3 wurde bei der Filtration ein Anschwemm-Filter verwendet, das mit 100 g Kieselgur beschickt war. Die Ergebnisse sind
25 Tabelle 1 zu entnehmen.

Vergleichsbeispiel 4

30 Unter den in Beispiel 3 beschriebenen Bedingungen wurde ein Anschwemm-Filter verwendet, das mit 70 g Kieselgur und 30 g gepulverter Aktivkohle beschickt war. Die Ergebnisse sind Tabelle 1 zu entnehmen.

35 Ein Vergleich der Beispiele 3 und Vergleichsbeispiele 3 and 4 zeigt, daß mit dem mit quaternären Ammonium-

verbindungen beschickten Schichtsilikat deutlich bessere Filtrationsergebnisse erzielt wurden als mit Filtern, die als Filterhilfsmittel Kieselgur oder Kieselgur-Aktivkohle-Gemische enthielten. Dies zeigt sich insbesondere auch an den Farbuntersuchungen: Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren filtrierte Reinigungsflotten waren fast farblos, während sich die gelösten Farbstoffe mit herkömmlichen Filtrationsverfahren nur zu einem kleinen Teil entfernen ließen.

05

10

15

20

25

30

35

Tabelle 1

Beispiel	Fettsäuregehalt in g/l		Reinigungsverstärker-Konzentration in g/l		Feststoffgehalt g/l		Farbe			
	vorh.	nachh.	vorh.	nachh.	vorh.	nachh.	Lovibond vorher	1"Küvette nachher	rot	gelb
1	5	1	7	0	9.9	1.0	-	-	-	-
V1*	5	4	7	5	9.9	7.5	-	-	-	-
2	10	1	5	0	13.25	1.0	-	-	-	-
V2*	10	8	5	4	13.25	10.6	-	-	-	-
3	3	3	5	0	9.5	3.0	2.4	6.1	0.8	1.8
V3*	8	7	5	4	9.5	8.2	2.4	6.1	2.1	5.8
V4*	8	6	5	3	9.5	6.9	2.4	6.1	1.8	5.2

* V = Vergleichsbeispiel

Beispiel 4

05 In einer praxisüblichen Reinigungsanlage (Fassungsver-
mögen: 4 kg Reinigungsgut) mit integriertem Adsorp-
tionsfilter wurden in zwei Testreihen jeweils 300 kg
Textilien im Einbad-Verfahren gereinigt. Die Reini-
gungsflotte enthielt als organisches Lösungsmittel
1,1,1-Trichlorethan. Als Reinigungsverstärker wurde
10 dem verwendeten Lösungsmittel folgende Zusammensetzung
in einer Menge von 0,5 %, bezogen auf das Gewicht der
Reinigungsware, zugesetzt:

- 25 % Dodecylbenzolsulfonat (Triethanolaminsalz);
- 15 % Cetylstearylalkohol + 10 EO;
- 15 % Ethylenglycol;
- 15 30 % Mineralöl und
- 15 15 % Wasser.

20 Um einen Vergleich der Lösungsmittelqualität und der
Qualität des mit diesem Lösungsmittel bewirkten Reini-
gungsvorgangs zu ermöglichen, wurde einerseits das
Lösungsmittel über ein Filter gereinigt, das mit einem
Filterhilfsmittel, bestehend aus

- 50 % Aktivkohle und
 - 25 50 % eines Schichtsilikates, beladen mit 18 % Lau-
rylpyridiniumchlorid,
- beschickt war, andererseits zum Vergleich über ein
Filter, das mit

- 50 % Aktivkohle und
 - 30 50 % desselben Schichtsilikats
- beschickt war, das jedoch keinen Zusatz einer quater-
nären Ammoniumverbindung enthielt. Die Reinigungsflot-
ten wurden nach der letzten Charge ausdestilliert.

05 Außerdem wurden aus beiden Reinigungsflotten Lösungsmittelproben entnommen und die Textilien der letzten Charge hinsichtlich des Geruches und der Streifenbildung beurteilt. Die Resultate sind der nachfolgenden Tabelle 2 zu entnehmen.

10

15

20

25

30

35

Tabelle 2

Verfahren	Lösungsmittel-Beurteilung Festrück- stand	Farbe Lovibond(1 Zoll Küvette)		Waren-Beurteilung Geruch	Waren-Beurteilung Streifenbildung
		rot	gelb		
herkömmliches gemäß der Er- findung	2 %	2.1	5.4	ranzig	ja
	0.5 %	0.95	2.0	neutral	nein

Ergebnis: Bei dem herkömmlichen Reinigungsverfahren unter Filtration mit einem nicht-präparierten Aktivkohle-/Schichtsilikat-Filter erhält man aufgrund des hohen Rückstandes an Feststoffen und der damit verbundenen relativ dunklen Farbe der Reinigungsflotte Reinigungsgut, das Streifen aufweist und außerdem unangenehm riecht. Um diese Nachteile vermeiden zu können, hätte die Reinigungsflotte schon nach einer erheblich geringeren Zahl von Reinigungsvorgängen destilliert werden müssen, wobei das Filter auszutauschen war.

Im Gegensatz dazu ist bei dem erfindungsgemäßen Verfahren der Lösungsmittelzustand gut, und die Reinigungsware fällt einwandfrei aus. Eine Destillation der nach dem erfindungsgemäßen Verfahren filtrierten Reinigungsflotte wäre zu diesem Zeitpunkt noch nicht notwendig gewesen.

20 Beispiel 5

Es wurde eine Reinigungs-Testflotte angesetzt, die als organisches Lösungsmittel Trichlorethylen enthielt, das mit 10 g Talgfettsäure pro Liter organisches Lösungsmittel versetzt war. Das Lösungsmittel war außerdem durch Ablösung einer textilen Naphtholfarbe stark rot gefärbt. Es wurde zwei Stunden im Kreislauf durch ein Filter gepumpt, das ausschließlich mit einem Hectorit beschickt war, der als quaternäre Ammoniumverbindung Lauryltrimethylammoniumchlorid in einer Menge von 5 Gew.-% enthielt. Nach der Filtration wurden von der Testflotte Proben entnommen und auf ihren Fett-säuregehalt sowie ihr Farbverhalten untersucht. Die Ergebnisse sind der nachfolgenden Tabelle 3 zu entnehmen.

Vergleichsbeispiel 5

05 Unter den in Beispiel 5 beschriebenen Testbedingungen
wurde die Reinigungsflotte durch ein Filter gepumpt,
das mit
70 % Kieselgur und
30 % gepulverter Aktivkohle
beschickt war. Nach Ablauf der Filtrierzeit wurden
10 Proben der Reinigungsflotte entnommen und im Vergleich
zur Ausgangsprobe beurteilt. Die Ergebnisse sind der
nachfolgenden Tabelle 3 zu entnehmen.

Tabelle 3

15	Verfahren (Beispiel)	Fettsäuregehalt		Flottenfärbung	
		vorher	nachher	vorher	nachher
20	gem. der Erfindung (5)	10 g/l	0,8 g/l	dunkelrot	farblos
	herkömm- liches (V5*)	10 g/l	6,2 g/l	dunkelrot	rosa

* V = Vergleichsbeispiel

25

Ergebnis: Die erhebliche Reduktion des Fettsäure- und
besondes des Farbstoffgehaltes macht die Vorteile des
erfindungsgemäßen Verfahrens deutlich.

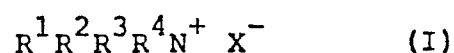
30

35

P a t e n t a n s p r ü c h e

05 1. Verfahren zur Filtration von organische Lösungsmittel enthaltenden Flotten in der Chemischreinigung unter Verwendung silikatischer Filterhilfsmittel, dadurch gekennzeichnet, daß man

(a) natürliche und/oder synthetische Schichtsilikate mit einer Austauschkapazität für Kationen nicht
10 unter 30 meq/100 g Schichtsilikat nach an sich bekannten Methoden mit einer oder mehreren Ammoniumverbindungen der allgemeinen Formel (I)



15

in der
R¹, R², R³ und R⁴ für Wasserstoff, Alkyl- oder Alkenylgruppen stehen oder zwei oder drei der
20 Reste R¹ bis R⁴ unter Einschluß des Stickstoffatoms zu einem aliphatischen oder aromatischen heterocyclischen Ringsystem geschlossen sein können, wobei die jeweiligen Alkyl- oder Alkenylgruppen verzweigt oder unverzweigt sein können und
25 Cycloalkylgruppen, Arylgruppen, Etherbindungen, Aminbindungen, Amidbindungen und Esterbindungen enthalten können und durch Hydroxylgruppen oder Halogenid substituiert sein können und eine Zahl von C-Atomen im Bereich von 1 bis 18 aufweisen und die Gesamtzahl der C-Atome im Kation oberhalb von
30 12 liegt und X⁻ für Anionen wasserlöslicher Säuren mit einer Dissoziationskonstante über 10⁻⁵ steht, in einer Menge von 2 bis 60 Gew.-% präpariert,

(b) Anschwemm- oder Kartuschenfilter mit nach Schritt
(a) präparierten Schichtsilikaten allein oder in
35 Kombination mit Kieselgur und/oder Aktivkohle beschickt und

(c) in der Chemischreinigung verwendete Lösungsmittelgemische über die präparierten Filter filtriert.

05

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man glimmerartige Schichtsilikate mit Dreischicht-Struktur aus der Gruppe der Smectite verwendet.

10

3. Verfahren nach Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man Bentonite mit einem hohen Gehalt an Montmorillonit verwendet.

15

4. Verfahren nach Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man Bentonite mit einem hohen Gehalt an Hectorit verwendet.

20

5. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man Smectit-Mineraie verwendet, deren Austauschkapazität für Kationen im Bereich zwischen 50 und 120 meq/100 g Schichtsilikat liegt.

25

6. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man Schichtsilikate verwendet, die mit 5 bis 30 Gew.-%, besonders bevorzugt mit 10 bis 25 Gew.-%, einer Ammoniumverbindung der allgemeinen Formel (I) präpariert sind.

30

7. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man zur Präparierung der Schichtsilikate quaternäre Ammoniumverbindungen der allgemeinen Formel (I) verwendet, deren Reste R^1 bis R^4 eine Gesamtzahl der C-Atome im Bereich von 14 bis 38 aufweisen.

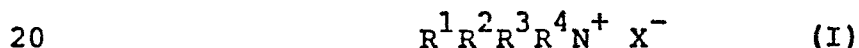
35

8. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß man als quaternäre Ammoniumsalze Verbin-

05 dungen der allgemeinen Formel (I) verwendet, in der mindestens zwei Reste R für je einen Alkylrest mit 1 bis 3 C-Atomen und einer oder zwei Reste R für einen Alkylrest mit 9 bis 18 C-Atomen und X^- für Chlorid stehen, besonders bevorzugt Lauryltrimethylammoniumchlorid oder Distearyl dimethylammoniumchlorid.

10 9. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß man Filter verwendet, die mit Mischungen von Kieselgur/Schichtsilikat oder Aktivkohle/Schichtsilikat im Mischungsverhältnis 80 : 20 bis 50 : 50, bevorzugt im Mischungsverhältnis 70 : 30 bis 50 : 50, beschickt werden.

15 10. Filterhilfsmittel zur Verwendung in der Filtration von Reinigungsflotten aus der Chemischreinigung, dadurch gekennzeichnet, daß sie mit Ammoniumverbindungen der allgemeinen Formel (I)



in der
25 R^1 , R^2 , R^3 und R^4 für Wasserstoff, Alkyl- oder Alkenylgruppen stehen oder zwei oder drei der Reste R^1 bis R^4 unter Einschluß des Stickstoffatoms zu einem aliphatischen oder aromatischen heterocyclischen Ringsystem geschlossen sein können, wobei die jeweiligen Alkyl- oder Alkenylgruppen verzweigt oder unverzweigt sein können und Cycloalkylgruppen, Arylgruppen, Etherbindungen, Aminbindungen, Amidbindungen und Esterbindungen enthalten können und durch Hydroxylgruppen oder Halogenid substituiert sein können und eine Zahl von C-Atomen im Bereich von 1 bis 18 aufweisen und die Gesamtzahl der C-Atome im Kation oberhalb von 12 liegt

05 und X^- für Anionen steht, in einer Menge von 2 bis
60 Gew.-% präparierte, natürliche und/oder synthe-
tische Schichtsilikate mit einer Austauschkapazität
für Kationen nicht unter 30 meq/100 g Schichtsilikat
in Kombination mit Kieselgur und/oder Aktivkohle um-
fassen.

10

15

20

25

30

35