

# Synthese pulverförmiger polymerer Flockungsmittel mit Hilfe der Hochviskostechnologie

14779 BR

Ziel des Projektes war es, ein Verfahren zu entwickeln, mit dem inverse Dispersionen (IEP) von Poly-Diallyldimethylammoniumchlorid (PD) mit Molmassen von 1-2 Mio. g/mol in Knetaggregaten kostengünstig zu einem rieselfähigen Granulat aufzuarbeiten und das abgetrennte Öl zurückzugewinnen. Außerdem sollte für die beschriebenen PD-Dispersionen eine Reaktiv-Variante des Verfahrens erarbeitet werden, um eine weitere Molmassensteigerung der Polymere zu erreichen.

Zunächst sollten PDs in Form von Granulaten mit hohen Wirkstoffgehalten erzeugt werden, die neben ihrer hohen kationischen, pH-unabhängigen Ladung auch über eine deutlich höhere Molmasse verfügen als die bisher zugänglichen kommerziellen Produkte auf der Basis von DADMAC. Sie sollten dadurch als Hilfsmittel für Fest-Flüssig-Trennprozesse (FM) geeignet sein. Die in Golm hergestellten Produkte wurden im IPF Dresden sowohl bezüglich ihrer Polymereigenschaften als auch bezüglich ihrer Flockungseigenschaften getestet.

Es gelang in IEP ohne Zusatz von Acrylamid und mit einer Emulgatormenge von nur etwa 1,5 Massenprozent PDs mit Molmassen von 1-2 Mio. g/mol zu synthetisieren. Die Dispersionen lassen sich mit Hilfe der Knettechnologie zu gut löslichen Granulaten mit Wirkstoffgehalten von etwa 85 % verarbeiten. Die Bedingungen für einen Trocknungsprozess ohne Molmassen- und Performanceverlust konnten optimiert werden. Die Molmasse der granulierten Produkte ist abhängig von der maximalen Trocknungstemperatur, die wiederum durch die verwendete Ölphase bestimmt wird, und dem im Polymerisationsprozess verwendeten Vernetzer. Das innerhalb des Trocknungsprozesses abdestillierte Öl kann problemlos in der IEP wiederverwendet werden.

Anwendungstechnische Untersuchungen mit Bezug zur Abwasserreinigung/Schlammwässerung bestätigten, dass die Granulate allen auf dem Markt befindlichen hochmolekularen kommerziellen PD-Produkten in ihren Entwässerungseigenschaften zum Teil deutlich überlegen sind.

Die geplante Molmassensteigerung der Polymere konnte bisher nicht befriedigend erreicht werden. Die erhoffte positive Beeinflussung einer der Synthese nachgelagerten Kettenverknüpfung durch die Hochviskostechnologie konnte nicht bestätigt werden. Nichtsdestotrotz wurden in einigen Versuchen zur Kettenverlängerung vielversprechende Ergebnisse erzielt, die möglicherweise einen Weg aufzeigen, eine Molmassenerhöhung zu realisieren. Diese konnten jedoch aus zeitlichen Gründen im Rahmen dieses Projektes nicht weiter untersucht werden.

Am IPF Dresden wurden die Wechselwirkung der synthetisierten Polymere mit realen Stoffsuspensionen getestet. Um praxisrelevantere Aussagen in Hinblick auf Flockungsprozesse in der Papierindustrie machen zu können, wurden u.a. zwei reale Papierstoffstoffsuspensionen untersucht. Die Flockungseffektivität wurde in Laborversuchen über die Bestimmung von Trübung, Sedimentationsgeschwindigkeit und erzielter Flockengrößen beurteilt. Außerdem erfolgten Flockungsversuche an einem Mahlgradprüfer (Schopper-Riegler-Tester) mit 1 l Papierstoff suspension.

Die Ergebnisse der zahlreichen vom IAP zur Verfügung gestellten PDs, die entweder als Dispersion oder als Granulat vorlagen, wurden mit einem kommerziellen kationischen Polyacrylamid hoher und mit PD geringerer Molmasse verglichen. Alle neuen Polymere sind gut löslich und lassen sich ohne Probleme einsetzen. Die unterschiedlichen Ladungen der Stoffsysteme sowie der unterschiedliche Wirkstoffgehalt der Polymere erschweren eine Aussage über das wirksamste Polymer. Eine eindeutige Korrelation zwischen dem Parameter Grenzviskositätszahl und den Flockungseigenschaften konnte bisher noch nicht gefunden werden. Folgende generelle Schlussfolgerungen sind jedoch möglich:

- Der Flockungsmittelverbrauch korreliert mit der Ladung des Stoffsystems.
- Der Verbrauch an Flockungsmittel für Blauton ist deutlich höher als für Kaolin.
- Die Breite des Flockungsfensters ist bei den verschiedenen Polymeren unterschiedlich; hohe Molmassen bewirken breitere Flockungsfenster sowie geringere Resttrüben als kommerzielle PDs.
- Die Polymere aus verschiedenen Syntheseansätzen sind unterschiedlich für die Lösung der verschiedenen Flockungsprobleme geeignet, so dass es keine klaren Favoriten unter den

hochmolekularen Produkten gibt; jedes zu flockende Stoffsystem hat unterschiedliche Anforderungen.

- Insgesamt weisen die neuen Produkte in anwendungstechnischen Untersuchungen mit B-zug zur Papierindustrie bessere Eigenschaften auf als kommerzielle PD-Produkte. Vergleichen mit acrylamidbasierenden Produkten werden geringere Einsatzmengen benötigt, jedoch ist das Flockungsfenster deutlich schmaler.

Bearbeitet wurde das Forschungsthema vom 01.07.2006 bis 31.12.2008 von der **Fraunhofer-Gesellschaft e.V.**, **Fraunhofer-Institut für Angewandte Polymerforschung IAP** (Geisel-bergstr. 69, 14476 Golm, Tel.: 0331/5681329) unter der Leitung von Dr. A. Lieske (Leiter der Forschungsstelle Dr. H.-P. Fink) und dem **Leibniz-Institut für Polymerforschung Dresden e.V.** (Hohe Str. 6, 01069 Dresden, Tel.: 0351/4658333) unter Leitung von Dr. S. Schwarz (Leiter der Forschungsstelle Prof. Dr. B. Voit).

[--> TIB](#)

Gefördert durch:



Bundesministerium  
für Wirtschaft  
und Energie

Das IGF-Vorhaben Nr. 14779 BR der Forschungsvereinigung DECHEMA, Gesellschaft für Chemische Technik und Biotechnologie e.V., Theodor-Heuss-Allee 25, 60486 Frankfurt am Main wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

aufgrund eines Beschlusses  
des Deutschen Bundestages