



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 218 613 A1

3(51) C 07 C 31/20
C 07 C 29/74

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 07 C / 247 011 8

(22) 05.01.83

(44) 13.02.85

(71) VEB Kombinat Hartöl, 3019 Magdeburg, Havelstraße 5a, DD

(72) Mistecki, Hans, Dipl.-Chem.; Klose, Wiltrud, Dr. Dipl.-Chem.; Jaeschke, Hans, DD

(54) Verfahren zur Reinigung von glykolischen Grundstoffen zur Herstellung chemisch-technischer Erzeugnisse

(57) Verfahren zur Reinigung glykolischer Grundkörper für chemisch-technische Erzeugnisse auf der Basis chemischen Aussalzens und mechanischem Separierens dadurch gekennzeichnet, daß als Aussalzkomponenten eine Mischung von Natriumsalzen der Benzoe-, Bor- und salpetrigen Säure in einer Gesamtkonzentration bis 7 Ma.-% verwendet wird, die ausgesalzene Abscheidungen nachträglich separiert werden und nach dem Separieren mit einem Salzgehalt unter 5 Ma.-% als Finalerzeugnis verwendet werden können.

Titel der Erfindung

Verfahren zur Reinigung von glykolischen Grundstoffen zur Herstellung chemisch-technischer Erzeugnisse

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Reinigung von glykolischen Grundstoffen, die in hochwertigen chemisch-technischen Erzeugnissen eingesetzt werden.

Charakteristik der bekannten technischen Lösung

Solche chemisch-technischen Erzeugnisse, z. B. Kühlschmiermittel, Kühlmittel, Gefrierschutzmittel enthalten als Grundkomponenten mehrwertige Alkohole, vorwiegend Monoäthylenglykol und Propylenglykol und weitere Wirkstoffe, die die für die Funktion des Erzeugnisses wichtigen Eigenschaften wie Alterungsstabilität, Schaumverhalten, Wärmeübergang, Komplexbildungsvermögen positiv beeinflussen und die Korrosion des Werkstoffes verhindern.

Die glykolischen Grundstoffe enthalten oft aus der Synthese stammende Verunreinigungen, die in Form von Makromolekülen in dem Fremdkörper gelöst bzw. kolloidal verteilt sind. Diese Verunreinigungen führen zur Beeinträchtigung der Funktionssicherheit und des Gebrauchswertes der Finalerzeugnisse, z.B. in Kühlschmiermitteln durch

- Senkung der Inhibitorwirkung, gemessen an einer erhöhten Korrosionsrate
- Ablagerungen an den Innenflächen der geschlossenen Kühlkreisläufe und damit Verschlechterung des Wärmeüberganges
- Funktionsstörungen an bewegten Maschinenelementen
- Verkürzung der Lebensdauer der Erzeugnisse

Damit genügen diese Erzeugnisse den Anforderungen einer entwickelten Kühltechnik nicht.

Die Beseitigung derartiger Verunreinigungen durch nochmalige Destillation oder Adsorption oder andere bekannte Verfahren der chemischen Verfahrenstechnik führt bezogen auf die Verwendung in chemisch-technischen Erzeugnissen zu einer hohen Kostenbelastung. Weitere bekannte Verfahren der Reinigung mit chemischen Hilfsmitteln z.B. Bleicherdebehandlung, Aussalzen mit Alkalichloriden haben neben den ebenfalls relativ hohen Kosten zusätzliche Beeinträchtigungen des Gebrauchswertes durch verbleibende Reste dieser chemischen Hilfsmittel zur Folge.

Es ist Zweck der Erfindung, durch Auswahl geeigneter Verfahrensschritte ein aufwandarmes Reinigungsverfahren für glykolische Grundstoffe aufzuzeigen, daß ihren Einsatz als Grundkomponente in chemisch-technischen Erzeugnissen ermöglicht.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Überraschender Weise wurde gefunden, daß einige der polaren Wirkstoffe, die bekannter Weise in Kühlmitteln in niedrigen Konzentrationen eingesetzt werden, gegenüber den enthaltenen makromolekularen Verunreinigungen einen Koagulationseffekt aufweisen, und daß diese Koagulate in einer Form anfallen, in der sie mit normalen Separatoren entfernbar sind.

Das Verfahren besteht aus den Verfahrensschritten:

1. Vorlegen der glykologischen Grundstoffe
2. Zugabe eines Gemisches von Natriumsalzen wahlweise mit den Anionen Nitrit, Benzoat, Tetraborat, Metasilikat, Phosphat in einer Gesamtkonzentration von max. 7 Ma %
3. Rühren und Vorwärmen bis auf 60 °C
4. Absetzen der Verunreinigungen
5. Separieren
6. Verwendung der gereinigten glykologischen Grundkörper in chemisch-technischen Finalerzeugnissen

Die nach diesem Verfahren gereinigten glykologischen Grundkörper können direkt oder nach Komplettierung mit bekannten Wirkstoffen als Finalerzeugnisse verwendet werden, wenn die Restmenge der Reinigungskemikalien 5 Ma % nicht überschreitet.

Die Gebrauchswerterhöhung der Finalerzeugnisse wird am Beispiel eines Kühlmittels für geschlossene Kühlkreisläufe in der folgenden Tabelle durch Gegenüberstellung der unbehandelten mit den erfindungsgemäß gereinigten Produkten nachgewiesen.

Eigenschaft Ausführungsbeispiel I 1) Ausführungsbeispiel II 1)

	nicht behandelt	erfindungs- gemäß be- handelt	nicht behandelt	erfindungs- gemäß behandelt
2) Korrosionsrate				
Kupfer	2,6	2,1	1,9	0,8
Lot	12,0	3,5	2,1	1,3
Grauguß	0,9	0,6	0,4	0,1
Aluminium	5,1	2,7	3,3	1,0
Wärmedurchgang	1800	2770	1120	2770
funktionsbedingte Ausfälle	leichter bis mittlerer Be- lagansatz	keiner	starker Be- lagansatz	keiner
3) Standzeitver- halten %	60	85	60	100

1) als 30 %-ige wäßrige Lösung
 2) Prüfmethode nach ASTM 1384-76
 3) Relativwert der Bestandszeit

Ausführungsbeispiele

Ausführungsbeispiel I

95,75 Teile Monoäthylenglykol werden in einem Rührgefäß vorgelegt. In beliebiger Reihenfolge werden 0,25 Teile Na-Nitrit, 3,0 Teile Borax und 1,0 Teile Na-Benzoesat zuzugedostert. Die Mischung wird unter Röhren 30 Min auf 60 °C erwärmt.

Nach mindestens 1 Stunde Absetzzeit werden die ausgefallenen Verunreinigungen mittels Separator abgetrennt. Das gereinigte Produkt kann direkt als Gefrierschutzmittel eingesetzt werden.

Ausführungsbeispiel II

95,70 Teile Monoäthylenglykol werden in einem Rührgefäß vorgelegt. In beliebiger Reihenfolge werden die Wirkstoffe 0,25 Teile Natriumnitrit, 3,0 Teile Natriumtetraborat, 0,25 Teile Natriummetasilikat und 1,0 Teile Natriumbenzoat zuzugedostert. Die Mischung wird unter Röhren 30 Min auf 60 °C erwärmt. Nach mindestens 1 Stunde Absetzzeit wird das erkaltete Produkt über einen Separator von den Feststoffen befreit.

Die flüssige Phase wird als Gefrierschutzmittel eingesetzt.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Reinigung glykolischer Grundkörper für chemisch-technische Erzeugnisse auf der Basis chemischen Aussalzens und mechanischem Separierens dadurch gekennzeichnet, daß als Aussalzkomponenten eine Mischung von Natriumsalzen der Benzoe-, Bor- und salpetrigen Säure in einer Gesamtkonzentration bis 7 Ma % verwendet wird, die ausgesalzenen Abscheidungen nachträglich separiert werden, und nach dem Separieren mit einem Salzgehalt unter 5 Ma % als Finalerzeugnis verwendet werden können.