



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

204610

(11)

(B₁)

(22) Přihlášeno 29 03 79

(21) (PV 2077-79)

(40) Zveřejněno 31 07 80

(45) Vydáno

(51) Int. Cl.³
C OZ C 17/42//
C OZ D 295/02;
C OZ C 31/12

COZ C 17/42

(75)

Autor vynálezu

BERÁNEK IVAN ing., MUŽÍČEK PETR, RAJDL JOSEF, ÚSTÍ NAD LABEM,
LINHART BOHUMIL, BOLETICE a MATOUŠEK FRANTIŠEK,
ÚSTÍ NAD LABEM

(54) Prostředek pro stabilizaci perchlorethylenu

Vynález se týká prostředku pro stabilizaci perchlorethylenu na bázi dusíkatých heterocyklů a alifatických alkoholů.

Perchlorethylen podléhá působením vzdušného kyslíku oxidaci za vzniku řady mezi produktů kyselého charakteru. Oxidace je urychlována fotochemicky působením světla, katalytickým účinkem kovových solí, např. chloridů a zvýšením teploty. Z toho plynoucí obtíže při skladování, zpracování a používání perchlorethylenu (zejména koroze zařízení a materiálů, ztráty perchlorethylenu, atd.) se omezují pomocí stabilizátorů perchlorethylenu. K potlačení oxidace chlorovaných derivátů uhlovodíků a zvláště perchlorethylenu lze užít přísadku základních anorganických sloučenin, např. uhličitánů alkalických kovů. Častěji a s lepším výsledkem se užívá přísadků organických látek typu alkoholů, fenolů, epoxisloučenin a aminů. Byly též vyvinuty směsi těchto látek, jejichž účinnost až řádově převyšuje účinnosti jednotlivých komponent. Užívají se zvláště směsi dusíkatých heterocyklických sloučenin s alifatickými alkoholy, jako např. morfolinu, pyridinu nebo α -pikolinu s 2-butanolem, 2-methyl-2-butanolem nebo 1-pentanolem. Z těchto směsí vykazuje nejvyšší absolutní účinnost synergický systém obsahující α -pikolin a 1-pentanol. Účinnost stabilizačního prostředku se kvantitativně vyjadřuje např. jako časový úbytek stabilizátoru vyjádřený aciditou perchlor-

ethyleny přepočtenou na množství chlorovodíku.

Všechny dosud známé systémy, až na α -pikolin s 1-pentanolem, nevykazují příliš vysokou účinnost (viz dále tab. 1). Vysoký účinek směsí α -pikolinu s 1-pentanolem znehodnocuje obtížná a nákladná izolace α -pikolinu z produktů po zpracování dehtu. Navíc se body varů uvedených látek a směsí značně liší od bodu varu perchlorethylenu což je nevýhodné při aplikaci par perchlorethylenu nebo při jeho destilaci. Nevýhodou těchto prostředků je též skutečnost, že jsou hořlaviny 1. třídy (s bodem vzplanutí do 21 °C).

Uvedené nevýhody odstraňuje prostředek pro stabilizaci perchlorethylenu podle vynálezu na bázi dusíkatých heterocyklických sloučenin a alifatických alkoholů, který sestává z N-methylmorfolinu a 1-butanolu v hmot. poměru 1:1 až 10. Prostředek podle vynálezu může s výhodou obsahovat jako inertní složku perchlorethylen v hmotnostním poměru k aktivní složce tvořené N-methylmorfolinem a 1-butanolem 5 až 100:1.

Stabilizační účinky látek se určují zkouškou, při níž je perchlorethylen s přísadkou stabilizačního prostředku vystaven za přítomnosti kovu a za varu po dobu 24 h pod zpětným chladičem působení světla a kyslíku. Při měření bylo použito skleněné aparatury, k perchlorethylenu byly přidány že-

lezné hoblíny, nakorodované a předem vystavené působení kyseliny chlorovodíkové, v množství 17 g na 100 ml perchlorethylenu. Během pokusu byl perchlorethylenem nepřetržitě probubláván kyslík průtokem 30 ml.min.⁻¹ a aparatura byla osvětlena UV-lampou. Výsledky porovnávacích pokusů jsou uvedeny v tab. 1, kde *i* je číslo měření (*i* = 0 pro perchlorethylen bez stabilizátoru), *c* je koncentrace složek stabilizačního prostředku v perchlorethylen, *z* je acidita po pokusu udaná v hmot. procentech HCl (titrováno NaOH na bromthymolovou modř) a η je stabilizační účinnost (poměr z_0 k z_i).

Směsí N-methylmorpholinu s 1-butanolem v uvedeném rozmezí hmot. poměrů tvoří silně synergický systém s řádově vyšší stabilizační účinností oproti účinnosti komponent směsi. Z dosavadních stabilizačních prostředků snese s prostředkem podle vynálezu srovnání pouze směs α -pikolinu s 1-pentanolem. Oproti této směsi má však nový prostředek významnou výhodu v tom, že body varů obou složek jsou stejné a jen o 4 °C nižší než bod varu perchlorethylenu. Tato skutečnost zajišťuje stabilizaci perchlorethylenu i v parní fázi a přechod stabilizátoru spolu s perchlorethylenem při jeho destilaci. Porovnání bodů varů udává tab. 2.

Používané stabilizační prostředky na bázi dusíkatých heterocyklických sloučenin jsou vesměs hořlaviny s bodem vzplanutí do 21 °C (hořlaviny 1. třídy). Proto prostředek podle vynálezu, zvláště pro účely přepravy, s výhodou obsahuje jako inertní složku větší množství perchlorethylenu. Kromě zvýšení bodu vzplanutí (viz tab. 3) omezuje při-

Tab. 1

1 prostředek	c(mg.l ⁻¹)	z(% hm.HCl)	η
0 —	—	0,00315	1,00
1 2-butanol	500	0,00290	1,09
2 1-butanol	500	0,00270	1,17
3 1-pentanol	500	0,00300	1,05
4 N-methylmorpholin	20,4	0,00224	1,41
5 pyridin	25,0	0,00260	1,21
6 epichlorhydrin	120	0,00315	1,00
7 N-methylmorpholin 2-butanol	17,3 500	0,00157	2,01
8 N-methylmorpholin 1-butanol	17,3 500	0,00027	11,50
9 morfollin 1-pentanol	1,7 500	0,00086	3,68
10 N-methylmorpholin terc. butylfanol N-methylpyrol	17,0 128,0 16,0	0,00052	6,06

(pokrač. tab. 1)

1 prostředek	c(mg.l ⁻¹)	z(% hm.HCl)	η
11 N-methylmorpholin terc. butylglycidyl- éter	17,0 160,0	0,00052	6,06
12 α -pikolin 1-pentanol	16,6 500,0	0,000201	15,59

Pozn.: Koncentrace dusíkatých bází jsou udány v mg NH₃/l.

Tab. 2

látko	b. v. (°C)
2-butanol	99,5
1-butanol	117,5
1-pentanol	138
α -pikolin	129
N-methylmorpholin	117
morfollin	128
perchlorethylen	121

Tab. 3

látko	bod vzplanutí (°C)
1-butanol	29
1-pentanol	33
N-methylmorpholin	14
α -pikolin	27
směs N-methylmorpholin-1-butanol v hmot. poměru 1 : 5	26
směs N-methylmorpholin - 1-butanol- perchlorethylen v hmot. poměru 1 : 4 : 95	48

tomnost perchlorethylenu typický aminový zápach přípravku a snižuje jeho toxicitu.

Příklad 1

Prostředek pro stabilizaci perchlorethylenu tvořený N-methylmorpholinem a 1-butanolem v hmotnostním poměru 1 : 3,3 v množství 6,5 g byl přidán k 10 l perchlorethylenu, který je skladován za normální teploty ve skleněné lahvi za přístupu vzduchu. Obsah stabilizátoru vyjádřený v mg.l⁻¹ NH₃ činil

na počátku 25,5 mg.l⁻¹
po 1 měsíci 24,6 mg.l⁻¹

Příklad 2

Prostředek pro stabilizaci perchlorethylenu tvořený N-methylmorpholinem, 1-butanolem a perchlorethylenem v hmotnostním po-

měru 1:4,5:94,5 byl přidán v množství 2,23 kg k 200 l perchlorethylenu skladovanému za normální teploty a za nepřístupu vzduchu a světla v pozinkovaném železném sudu. Obsah stabilizátoru vyjádřený v mg.l^{-1} NH_3 činil

na počátku 18,8 mg.l^{-1}
po 1 měsíci 18,5 mg.l^{-1}

Příklad 3

Prostředek pro stabilizaci perchlorethylenu tvořený N-methylmorpholinem a 1-butano-lem v hmotnostním poměru 1:8,2 byl přidán v množství 280,5 mg k 500 ml perchlorethylenu. Perchlorethylen s přidavkem stabilizátoru byl ve skleněné baňce vařen po dobu 24 h pod zpětným chladičem za sou-

časného probublávání vzduchem. Obsah stabilizátoru vyjádřený v mg.l^{-1} NH_3 činil

na počátku 10,2 mg.l^{-1}
po 24 h 8,5 mg.l^{-1}

Příklad 4

Prostředek pro stabilizaci perchlorethylenu tvořený N-methylmorpholinem a 1-butano-lem v hmotnostním poměru 1:6,9 byl přidán v množství 230 mg k 500 ml perchlorethylenu. Perchlorethylen s přidavkem stabilizátoru byl vařen ve skleněné baňce pod zpětným chladičem po dobu 144 h. Obsah stabilizátoru vyjádřený v mg.l^{-1} NH_3 činil

na počátku 9,8 mg.l^{-1}
po 144 h 8,5 mg.l^{-1}

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Prostředek pro stabilizaci perchlorethylenu na bázi dusíkatých heterocyklických bází a alifatických alkoholů, vyznačený tím, že sestává z N-methylmorpholinu a 1-butanolu v hmotnostním poměru 1:1 až 10.

2. Prostředek podle bodu 1, vyznačený tím, že aktivní složka tvořená N-methylmorpholinem a 1-butano-lem je rozpuštěna v perchlorethylenu v hmotnostním poměru 1:5 až 100.