

POLSKA  
RZECZPOSPOLITA  
LUDOWA



URZĄD  
PATENTOWY  
PRL

# OPIS PATENTOWY 130727

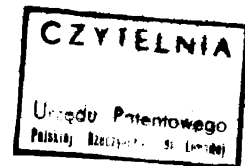
Patent dodatkowy  
do patentu \_\_\_\_\_

Zgłoszono: 80 09 06 /P.226614/

Pierwszeństwo: \_\_\_\_\_

Zgłoszenie ogłoszono: 82 03 15

Opis patentowy opublikowano: 1985 08 30



Int. Cl.<sup>3</sup> C09K 15/16  
//C23F 11/16

Twórcy wynalazku: Stefan Lerożyński, Krystyna Nosecka,  
Jerzy Tkaczyk, Józef Życzyński

Uprawniony z patentu: Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa  
/Polska/

## SPOSÓB WYTWARZANIA INHIBITORA POLIFOSFORANOWEGO

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania inhibitora polifosforanowego w postaci dobrze rozpuszczalnej, składającego się z sześciometafosforanu sodowego, zwanego polifosem lub polifosforanem, z siarczanu cynkowego siedmiowodnego i z soli kwasów tłuszczowych, otrzymywanych z oleiny lub z kwasów roślinnych, głównie pochodnych z rozkładu oleju rzepakowego i oksyetylowanych amin kwasu tłuszczowego, zawierających średnio 11 cząsteczek tlenku etylenu, zwanych Kamisolem /O110 lub R11R/ w następujących proporcjach odpowiednio: 33-94% polifosu, 2-32% siarczanu cynkowego, 2-33% Kamisolu.

Inhibitor polifosforanowy, jako mieszanina soli, przeznaczony jest do dawkowania do obiegu chłodzącego w postaci roztworu wodnego. Rozpuszczanie jego składników: polifosu i aminy nastręcza trudności.

Polifos nawet przy ostrożnym, bardzo małymi porcjami, dodawaniu do wody i silnym mieszanii tworzy w temperaturze 10-30° C trudnorozpuszczalne masy przylepiające się bardzo łatwo do powierzchni elementów reaktora, które utrudniają jego eksploatację /np. opróżnianie/ i powodują straty inhibitora.

Przylepione trudnorozpuszczalne pozostałości można usunąć dopiero przez długotrwałe mieszanie i rozpuszczanie w gorącej wodzie /40-60° C/. Amina także nie rozpuszcza się w zimnej wodzie. Dopiero w temperaturze 40-60° C tworzy trwałą emulsję z wodą.

Stosowanie jednak gorącej wody do rozpuszczania inhibitora polifosforanowego bądź polifosu jest niedopuszczalne, gdyż w tych warunkach sześciometafosforan sodowy znajdujący się w polifosie łatwo hydrolizuje do fosforanów tracąc swe własności antykorozyjne i przeciwsadowe. Ponadto powstający jon fosforanowy reaguje z jonami wapnia znajdującymi się w wodzie, z którymi tworzy trudnorozpuszczalny fosforan wapniowy wytrącający się w postaci osadu.

Wymienione wyżej własności składników inhibitora polifosforanowego zmuszały do osobnego rozpuszczania i dawkowania mieszaniny polifosu i siarczynu cynkowego w temperaturze zbliżonej do pokojowej i aminy w temperaturze ok.  $50^{\circ}\text{C}$ . Sposób ten jednak nie ochronił przed uciążliwościami wynikającymi z powstawania uwodnionych soli, które występują w postaci lepkich mas.

Zwykle zmieszanie wymienionych trzech składników inhibitora w założonych wymaganiach proporcjach nie daje oczekiwanego pozytywnego rezultatu. Dodatek innej substancji na przykład Rokafenolu 022 jako czwartego składnika umożliwia co prawda wymieszanie i rozpuszczanie w zimnej wodzie  $/20-25^{\circ}\text{C}/$  ale pogarsza antykorozyjne efekty inhibitora.

Przy wytwarzaniu inhibitora polifosforanowego zawierającego 33-94% sześciometafosforanu sodowego, 2-33% soli kwasu tłuszczowego i oksyetylowanej aminy kwasu tłuszczowego zawierającego średnio 11 cząstek tlenu etylenu oraz 2-32% siarczynu cynkowego uzyskano niespodziewanie pozytywne efekty przez zastosowanie długiego mieszania połączonego z rozcieraniem według następującej kolejności dawkowania składników: do określonej wymaganiami porcji polifosu dodaje się potrzebną ilość aminy i poddaje się mieszaniną w połączeniu z rozcieraniem w temperaturze pokojowej aż do otrzymania jednolitej, ciastowato sypkiej masy barwy lekko żółtej, tworzącej luźne bryłki dość łatwo rozsypujące się. Otrzymywaną masę miesza się następnie z siarzynem cynkowym aż do otrzymania produktu o jednolitej, sypkiej konsystencji. Siarzyn cynkowy oprócz działania jako składnik inhibitora ma za zadanie pudrowanie stałych, drobnych cząstek polifosu pokrytych warstewką aminy.

Otrzymany sposobem według wynalazku inhibitor jest sypkim produktem, który posiada tę zaletę, że dawkowany porcjami do wody o temperaturze  $15-25^{\circ}\text{C}$  mieszanej intensywnie mieszadłem mechanicznym łatwo i bez pozostałości rozpuszcza się i nie tworzy trudnorozpuszczalnych lepkich mas powodujących straty inhibitora, utrudniających opróżnianie reaktora i będących przyczyną częstego jego oczyszczenia zwykle po każdej operacji rozpuszczania w nim inhibitora.

Otrzymany roztwór roboczy inhibitora jest roztworem właściwym soli składników nieorganicznych inhibitora oraz tworzy trwałą emulsję aminy, którą przy bezpośrednim dodawaniu aminy do wody otrzymuje się dopiero w temperaturze  $40-60^{\circ}\text{C}$ .

**P r z y k ł a d.** Do mieszarki zetowej typu MZ-300 wprowadzono 90 kg polifosu i po opadnięciu pyłu powstającego przy przesypywaniu wsadu dodawano do niej mieszarki 7,5 kg Kamisolu R11R rozkładając go równomiernie na całej powierzchni polifosu. Całość mieszano przez około 1 godzinę aż do otrzymania jednolitego produktu o ciastowato - sypkiej konsystencji. Następnie nie przyrywając ruchu mieszadła wprowadzano 22,5 kg siarczynu cynkowego siedmiowodnego rozsypując go po całej powierzchni i całość mieszano jeszcze przez około 1 godzinę aż do otrzymania produktu o jednolitej, sypkiej konsystencji.

Dla wykazania dodatnich cech fizycznych wytworzonego w urządzeniach technicznych inhibitora polifosforanowego wykonano próby jego rozpuszczania w warunkach laboratoryjnych i przemysłowych.

Próbkę laboratoryjną przeprowadzono w zlewoce  $1,5\text{ m}^3$  z zainstalowanym mieszadłem mechanicznym. Do  $1\text{ m}^3$  wody wodociągowej o temperaturze  $23^{\circ}\text{C}$  przy uruchomionym mieszadle dodano jednym rzutem 100 g gotowego inhibitora polifosforanowego, a następnie mieszano 1 godzinę. Otrzymano roztwór nieprzeźroczysty, mętny od emulsji ale bez lepkich mas i osadów, który nadawał się do dawkowania.

Próbkę rozpuszczania inhibitora w warunkach przemysłowych przeprowadzono w reaktorze zaopatrzonym w szybko obrotowe mieszadło z propellerem umieszczonym przy dnie reaktora. Do  $1\text{ m}^3$  wody przemysłowej o temperaturze  $15 - 18^{\circ}\text{C}$  i przy uruchomionym mieszadle dodawano 100 kg inhibitora porcjami po około 12 kg z szybkością  $5 - 7\text{ kg/minutę}$  i następnie mieszano przez 1 godzinę.

Po opróżnieniu reaktora przygotowywano kolejno 5 następnych porcji około 10% roztworu roboczego inhibitora. Za każdym razem otrzymywano roztwory mętne od emulsji aminy ale bez zawiesin i stałych lepkości pozostałości na dnie i ściankach reaktora, w rurociągach i na mieszadle. Także krany i zasuw nie uległy zanieczyszczeniu i wobec tego nie występowały trudności przy opróżnianiu reaktora. Przeprowadzony jego przegląd nie wykazywał występowania jakichkolwiek pozostałości przywartych do ścianek urządzeń w przeciwieństwie do prób rozpuszczania polifosu i siarczanu cynkowego bądź mieszaniny tych substancji. W tym przypadku po każdej próbie przewody spustowe, mieszadło i dno reaktora było pokryte lepka masą silnie przywartą do powierzchni urządzeń. Masy te powstawały mimo bardzo dużej ilości obrotów mieszadła i bardzo małej szybkości wsypywania polifosu do wirującej wody. Uniemożliwiały one spust gotowego roztworu inhibitora i utrudniały dawkowanie do obiegu chłodzącego.

#### Z a s t r z e ż e n i e   p a t e n t o w e

Sposób wytwarzania inhibitora polifosforanowego zawierającego 33-94% sześciometafosforanu sodowego, 2-33% soli kwasu tłuszczowego i oksyetylowanej aminy kwasu tłuszczowego zawierającej średnio 11 cząstek tlenu etylenu oraz 2-32% siarczanu cynkowego, z n a m i e n n y   t y m, że mieszanie składników przeprowadza się w mieszarce o działaniu rozcierającym do której wprowadza się polifosforan i dodaje aminę, oba składniki miesza się ze sobą bardzo dokładnie w połączeniu z rozcieraniem w temperaturze pokojowej do otrzymania jednolitego produktu konsystencji ołastowato-sypkiej, a następnie dodaje się siarczanu cynkowego i ponownie miesza aż do otrzymania produktu o jednolitej, sypkiej konsystencji.