



Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 48 d², 5/02

Zgłoszono: 10.XII.1969 (P 137 449)

Pierwszeństwo: _____

MKP C 23 g, 5/02

Opublikowano: 30.IX.1971

UKD 621.79.026

Twórca wynalazku: Stefan Bulik

Właściciel patentu: Instytut Włókien Sztucznych i Syntetycznych,
Łódź (Polska)

Sposób oczyszczania urządzeń i aparatów zanieczyszczonych stopem poliamidowym

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania urządzeń i aparatów zanieczyszczonych stopem poliamidowym.

Przy wytwarzaniu włókien i innych wyrobów z poliamidów, części urządzeń i aparatów jak np. 5 pompki zębate, bloki pompkowe, stapiacze, filiere itp. oblepiane są stopionym poliamidem. Bardzo ważnym zagadnieniem w przemyśle jest proces oczyszczania zanieczyszczonych polimerem urządzeń i aparatów oraz ich części, jak również re- 10 generacja cdpadów poliamidowych. Często stosowanym sposobem oczyszczania urządzeń i aparatów jest wypalanie ich w piecach w temperaturze do 800°C.

Znane są również sposoby czyszczenia polegające na traktowaniu kwasem azotowym lub gorącym 15 krezolem, wytrawianiu w stopie azotynu i azotanu w temperaturze 400—500°C, wypłukiwaniu gorącą wodą w temperaturze 300°C pod ciśnieniem 90 atm. oraz traktowanie glikolem w temperaturze powyżej 220°C pod ciśnieniem 10 atm.

Wszystkie te sposoby oczyszczania urządzeń i 20 aparatów są niedogodne ze względu na prowadzenie tych procesów w wysokich temperaturach jak również z uwagi na stosowanie substancji żrących 25 ak kwas azotowy i krezol, które są szkodliwe dla łożenia oraz skracają żywotność obrabianych urządzeń i aparatów.

Stosowanie do tych celów wody lub glikolu wy- 30

2

maga dodatkowo aparatury ciśnieniowej, co znacznie podnosi koszty prowadzenia procesu.

Wytrawianie zanieczyszczeń w stopie azotyn-azo- 5 tan jest niebezpieczne dla otoczenia ze względu na możliwość wybuchu, szczególnie w przypadku przegrzania tego stopu.

Celem wynalazku jest oczyszczanie urządzeń i 10 aparatów jak również ich elementów zanieczyszczonych stopem poliamidowym w stosunkowo niskich temperaturach i pod normalnym ciśnieniem.

Sposób oczyszczania urządzeń i aparatów zanie- 15 czyszczonych stopem poliamidowym według wynalazku, polega na tym, że urządzenia, aparaty lub ich części składowe traktuje się aldehydokwasami, korzystnie kwasem glioksalowym w postaci roz- 20 tworu w rozpuszczalnikach organicznych stosowanych do rozpuszczania poliamidów jak kwas octowy, kwas propionowy, kwas mrówkowy itp., przy czym zawartość aldehydokwasu w rozpuszczalniku organicznym wynosi 0,1 — 10% wagowych. Pro- 25 ces prowadzi się w temperaturze 20—150°C w zależności od użytego rozpuszczalnika, korzystne jednak jest prowadzenie tego procesu w temperaturze zbliżonej do temperatury wrzenia stosowa- 30 nego rozpuszczalnika, ze względu na skrócenie czasu tej operacji, który wynosi wówczas 2—5 godzin.

Następnie roztwór odprowadza się ze zbiornika i poddaje destylacji celem odzyskania czystego 35 rozpuszczalnika organicznego, który nadaje się do ponownego użycia.

Pozostałe w zbiorniku elementy zalewa się mieszaniną alkoholu i wody użytych w stosunku 2:1 do 5:1. Alkohol stanowią alkohole jednowodorotlenowe jak etanol, metanol lub propanol lub alkohole wielowodorotlenowe jak glikol etylenowy, glikol propylenowy, gliceryna itp. Całość doprowadza się do wrzenia uzyskując klarowny roztwór, z którego po ochłodzeniu do temp. pokojowej wytraca się osad będący zmodyfikowanym poliamidem. Po odsączeniu tego osadu przesącz nadaje się do powtórznego stosowania.

Proces usuwania zanieczyszczeń poliamidem według wynalazku jest ściśle związany z reakcją hydrolizy łańcuchów polimeru. Dowodem tego jest spadek lepkości względnej polimeru w miarę upływu czasu prowadzenia reakcji, co świadczy o sukcesywnym obniżaniu się stopnia polimeryzacji polimeru.

Na skutek działania kwasu glioksalowego następuje przyłączenie się grupy aldehydowej do wolnej grupy aminowej lub grup amidowych poliamidu i w ten sposób, na ogół mocno skrócony łańcuch polimeru zakończony jest z obu stron grupami karboksylowymi. Stwierdzono, że tak zmodyfikowany poliamid rozpuszcza się dobrze w wodnych roztworach alkoholi, szczególnie w temperaturze odpowiadającej ich temperaturom wrzenia, dając klarowny roztwór, który łatwo można oddzielić od oczyszczonych elementów.

Tak więc sposób według wynalazku, zapewnia dokładne oczyszczenie urządzeń i aparatów jak również ich elementów bez ich niszczenia, ponieważ nie stosuje się agresywnych związków. Ponadto jest to sposób bardzo dogodny w technice ze względu na prowadzenie procesu oczyszczania w stosunkowo niskich temperaturach i pod normalnym ciśnieniem.

Stwierdzono również, że sposób oczyszczania urządzeń i aparatów zanieczyszczonych stopem poliamidowym według wynalazku można z powodzeniem wykorzystać w celu wyodrębnienia włókien poliamidowych z mieszaniny włókien zawierających obok tych włókien włókna poliestrowe, poliakrylonitrylowe, poliolefinowe, wiskozowe lub włókna naturalne. W ten sposób z odpadów mocno nawet zanieczyszczonych przeznaczonych do zniszczenia, można odzyskać nienaruszone pozostałe włókna, ponieważ tylko włókno poliamidowe ulegnie modyfikacji pod wpływem (na przykład) kwasu glioksalowego rozpuszczonego w kwasie mrówkowym, który to modyfikator rozpuszcza się klarownie w mieszaninie alkoholu i wody i może być w tej postaci całkowicie oddzielony od pozostałych włókien.

Takie wykorzystanie sposobu według wynalazku

ma szczególne znaczenie w przypadku przerobu chemicznego dla np. utylizacji i wykorzystania odpadów dla celów technicznych.

Przykład I. Do autoklawu lub innego zamkniętego zbiornika z płaszczem grzejnym oraz zaopatrzonego w chłodnicę zwrotną wprowadza się części urządzeń lub aparatów, a następnie zalewa się je 1% roztworem kwasu glioksalowego w kwasie octowym do całkowitego ich zanurzenia w tym roztworze. Po zamknięciu wlotu zawartość ogrzewa się parą do temperatury około 125°C przez okres 4 godzin, po czym otwiera się dolny zawór i powstały roztwór odprowadza się do znajdującego się poniżej autoklawu destylatora, z którego następnie oddestylowuje się czysty kwas octowy. Pozostałość w autoklawie zalewa się mieszaniną alkoholu metylowego i wody użytych w stosunku 3:1 i ogrzewa do wrzenia. Powstały klarowny roztwór odprowadza się do zbiornika i ochładza do temperatury pokojowej. Wytrącony osad po odsączeniu na nuczny można przekazać do depolimeryzacji, przy czym proces depolimeryzacji prowadzi się znanymi sposobami.

Przykład II. Do autoklawu wyposażonego w płaszcz grzejny i chłodnicę zwrotną wprowadza się zanieczyszczone stopem poliamidowym filierę, a następnie zalewa się je 2% roztworem kwasu glioksalowego w kwasie mrówkowym. Zawartość ogrzewa się do 110°C i utrzymuje w tej temperaturze przez okres 3 godzin. Dalej postępuje się tak jak w przykładzie I.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oczyszczania urządzeń i aparatów zanieczyszczonych stopem poliamidowym, **znamienny tym**, że zanieczyszczone urządzenia, aparaty lub ich elementy traktuje się aldehydokwasami, korzystnie kwasem glioksalowym w postaci roztworu w rozpuszczalnikach organicznych stosowanych do rozpuszczania poliamidów jak kwas octowy, kwas propionowy, kwas mrówkowy itp. w temperaturze 20—150°C w zależności od użytego rozpuszczalnika, a następnie po oddzieleniu z reakcji rozpuszczalnika organicznego, mieszaniną alkoholu i wody użytych w stosunku 2:1 do 5:1.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że zawartość aldehydokwasów w rozpuszczalnikach organicznych wynosi 0,1—10% wagowych.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, **znamienny tym**, że jako alkohole stosuje się alkohole jednowodorotlenowe jak etanol, metanol lub propanol lub alkohole wielowodorotlenowe jak glikol etylenowy, glikol propylenowy, glicerynę itp.