

19



Octrooiraad
Nederland

11 Publikatienummer: **9201854**

12 A TERINZAGELEGGING

21 Aanvraagnummer: **9201854**

51 Int.Cl.⁵:
C08G 77/34, B01D 3/00

22 Indieningsdatum: **26.10.92**

43 Ter inzage gelegd:
16.05.94 I.E. 94/10

71 Aanvrager(s):
Franciscus Petrus Maria Nooren te Stadskanaal

72 Uitvinder(s):
Franciscus Petrus Maria Noorent te Stadskanaal

74 Gemachtigde:
**Ir. L.C. de Bruijn c.s.
Nederlandsch Octrooibureau
Scheveningseweg 82
2517 KZ 's-Gravenhage**

54 Werkwijze en inrichting voor het zuiveren van vloeibaar materiaal, in het bijzonder polysiloxaan alsmede toepassing van het gezuiverde vloeibare materiaal

57 De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het zuiveren van vloeibaar materiaal, dat verontreinigd is met laagmoleculaire verbindingen, in het bijzonder polysiloxaan dat verontreinigingen als laagmoleculaire fractie bevat, door verdampen van de laagmoleculaire fractie, waarbij men een vloeibare stroom van onzuiver vloeibaar materiaal in de vorm van een bundel van een veelvoud van vloeistofdraden of -stralen in aanraking brengt met een stromende gasfase, waarna men de gasstroom, die de verontreinigingen bevat, afvoert en gezuiverd vloeibaar materiaal verzamelt; een inrichting voor het uitvoeren van deze werkwijze alsmede de toepassing van gezuiverd vloeibaar materiaal.

Werkwijze en inrichting voor het zuiveren van vloeibaar materiaal. in het bijzonder polysiloxaan alsmede toepassing van het gezuiverde vloeibare materiaal.

5 De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het zuiveren van vloeibaar materiaal, dat verontreinigd is met laagmoleculaire verbindingen, in het bijzonder polysiloxaan dat verontreinigingen als laagmoleculaire fractie bevat, door verdampen van de laagmoleculaire fractie.

Een dergelijke werkwijze voor het zuiveren van polysiloxaan is
10 bekend uit het Amerikaanse octrooischrift 2.834.754. Daarbij wordt onzuiver polysiloxaan bij een temperatuur van 75-175°C in een menger gekneet terwijl continu gas ("stripping gas") aan de geknede massa wordt toegevoerd. Hierdoor worden vluchtige bestanddelen, die door de synthese in het polysiloxaan aanwezig zijn, verwijderd. Deze bekende methode levert
15 echter een produkt, waarvan de zuiverheid nog te wensen overlaat, d.w.z. dat het gezuiverde produkt voor bepaalde toepassingen nog een te grote hoeveelheid laagmoleculaire bestanddelen bevat.

In het Amerikaanse octrooischrift 4.933.432 wordt een methode beschreven voor het verminderen van de hoeveelheid oligomere siloxanen,
20 die als verontreiniging aanwezig zijn in een polysiloxaan, waarbij het polysiloxaanprodukt in een organische vloeistof wordt ondergedompeld, in welke vloeistof de oligomere siloxanen wel en het polysiloxaan niet oplost, waarna het ondergedompelde produkt wordt blootgesteld aan ultrasone trillingen en het ondergedompelde produkt vervolgens uit de vloeistof
25 wordt verwijderd. Het polysiloxaanprodukt betreft een gevormd voortbrengsel van zogenaamd siliconenrubber. In de inleiding van het laatstgenoemde Amerikaanse octrooischrift worden toepassingen van siliconenrubberprodukten genoemd, waarbij het probleem kan optreden van de ongewenste invloed van verontreinigingen, die afkomstig zijn van de synthese van het polysiloxaan. Bij toepassingen in elektrische apparaten, bijvoorbeeld als
30 afdichtingsmateriaal in schakelkasten, treedt het probleem op dat laagmoleculaire componenten tijdens het gebruik of op den duur uit het polysiloxaan verdampen en neerslaan op onderdelen, die elektrisch geleidend moeten zijn. Hoewel polysiloxaan op zichzelf een ideaal afdichtmateriaal
35 is, heeft het verschijnsel van het verdampen en weer neerslaan van laagmoleculair materiaal op elektrische onderdelen een ongunstige invloed op de gebruiksduur van de elektrische inrichting, bijvoorbeeld een schakelaar.

9201854

Polysiloxanen of siliconen zijn synthetische organische silicium-oxideverbindingen, die bestaan uit de elementen silicium, zuurstof, koolstof en waterstof. Ze worden toegepast als smeermiddelen, hydraulische vloeistoffen, middelen voor het water afstotend maken, vernissen en synthetische rubbers. Siliconen zijn chemisch inert en buitengewoon stabiel bij hoge temperatuur. Uit de stand van de techniek is de synthese van vele lineaire en cyclische polysiloxanen bekend door hydrolyse, polycondensatie en polymerisatie. Polysiloxanen zijn geschikt voor elektrische toepassingen en vacuümtoepassingen alsmede in de textiel-, papier, rubber- en bekledingsindustrie. Vanwege de inerte eigenschappen en de ontbrekende giftigheid worden siliconen ook toegepast voor medische doeleinden, bijvoorbeeld in tandtechnische laboratoria (protheses), en voor chirurgische toepassingen. Een veel toegepast en algemeen bekend siloxaan is polydimethylsiloxaan (PDMS), wat een zeer stabiele verbinding is. Hoewel de toepassing van siliconen als rubber beperkt is vanwege de relatief hoge kosten, wordt het gebruik ervan aanbevolen in de luchtvaart, ruimtevaart en automobiellindustrie. Siliconen bezitten gewenste fysische eigenschappen over een groot temperatuurgebied, bijvoorbeeld van -74°C tot 315°C .

Het is uit de literatuur bekend (vgl. bijvoorbeeld het bovengenoemd Amerikaans octrooischrift 2.834.754), dat polysiloxaanoliën, bijvoorbeeld PDMS, tot 10 gew.% vluchtige componenten (oligomeren en dergelijke) kan bevatten na de synthese ervan. Deze vluchtige bestanddelen omvatten meestal cyclische verbindingen en oligomeren van het monomeer. De producenten bieden hun polysiloxaanprodukten aan met een maximale vluchtigheid van 0,5-2 gew.% gedurende 24 uur bij 150°C .

Tot dusver is men er niet in geslaagd een afdoende methode te vinden voor het verwijderen van verontreinigingen uit polysiloxanen of siliconenoliën of polymere materialen met overeenkomstige fysische eigenschappen. Met dergelijke materialen worden bijvoorbeeld alle polymere materialen bedoeld, die zich in de smelt als niet-newtonse vloeistoffen gedragen, mits geen sterke thermische degradatie optreedt. Voorbeelden van verdere materialen, waarbij het probleem van de zuivering optreedt en die in aanmerking komen voor de werkwijze en inrichting van de onderhavige uitvinding zijn synthetische organische polymeren zoals plastics en nylon, half-synthetische polymeren bijvoorbeeld zetmeelderivaten en viscose, maar ook andere organische stoffen zoals minerale oliën en vetten.

De uitvinding beoogt een oplossing te bieden voor het hierboven aangeduide probleem, d.w.z. de zuivering van vloeibare materialen die zich als niet-newtonse vloeistoffen gedragen, in het bijzonder polysiloxaanoliën.

- 5 Gevonden werd dat verontreinigingen op efficiënte wijze volledig of nagenoeg volledig uit vloeibaar materiaal van het hierboven aangeduide type kunnen worden verwijderd, doordat men een vloeibare stroom van onzuiver vloeibaar materiaal in de vorm van een bundel van een veelvoud van vloeistofdraden of -stralen in aanraking brengt met een stromende gas-
10 fase, waarna men de gasstroom, die de verontreinigingen bevat, afvoert en gezuiverd vloeibaar materiaal verzamelt.

- De bij de werkwijze volgens de uitvinding aanwezige vloeistofdraden of -stralen omvatten ook vloeistofstromen, die bijvoorbeeld een sleuf of een smalle spleet gevormd kunnen worden, waarbij vloeistofgordijnen op-
15 treden. Het gaat er om dat de naar beneden vallende vloeistof aan het oppervlak van de stroom als het ware telkens wordt afgepeld, waarbij telkens vers, nog niet volledig gezuiverd materiaal in aanraking komt met de stromende gasfase. Daarbij wordt de gasfase bij voorkeur zodanig langs de vloeistofdraden of -stralen geleid dat deze draden of stralen zo min
20 mogelijk in aanraking met elkaar komen. Gebleken is dat door toepassing van een geringe onderdruk in de ruimte, waar het contact tussen vloeistoffase en gasfase plaats vindt, de dunne draden of stralen evenwijdig aan elkaar blijven en derhalve onderlinge aanraking van de vloeistofdraden of -stralen wordt vermeden.

- 25 De behandeling volgens de methode van de uitvinding heeft tot gevolg, dat gas uit de gasfase wordt opgenomen in de vloeistoffase. Bijvoorbeeld tijdens de zuivering van siliconen kan 1-20 % gas in de vloeistoffase worden opgenomen. De vloeistofdraden of -stralen, waarin gas is opgenomen, vertonen een witte kleur en vallen als denkbeeldige lagen op
30 elkaar. Gezuiverd materiaal blijft drijven op ongezuiverd materiaal. Door dit effect wordt eenmaal gezuiverd materiaal niet meer verontreinigd met ongezuiverd materiaal, dat een grotere dichtheid bezit.

- Bij de werkwijze volgens de uitvinding laat men de gasfase bij voorkeur stromen in een richting, die in hoofdzaak evenwijdig is aan die
35 van de bundel vloeistofdraden of -stralen. Hierbij wordt een innig contact tussen gasfase en vloeistoffase verkregen. In het bijzonder zal daarbij het tegenstroomprincipe worden toegepast, d.w.z. dat men de bundels vloeistofdraden of -stralen van boven naar beneden laat stromen, terwijl men de gasstroom van beneden naar boven leidt. Het is echter

evenzeer mogelijk een schuine en/of dwarse stroming toe te passen, waarbij men er echter zorg voor dient te dragen dat de vloeistofdraden of -stralen niet of zo min mogelijk in aanraking met elkaar komen om de doelmatigheid van de zuivering te waarborgen.

- 5 Volgens een voorkeursuitvoeringsvorm van de werkwijze van de uitvinding wordt gebruik gemaakt van een geperforeerde plaat of zeef, waardoor men vloeibaar materiaal naar beneden laat stromen onder vorming van een bundel van een veelvoud van vloeistofdraden of -stralen. Een voorbeeld van een geschikte opstelling van een geperforeerde plaat of zeef in
- 10 een inrichting volgens de uitvinding en diverse mogelijke uitvoeringsvormen van een dergelijke inrichting en de onderdelen daarvan worden verderop beschreven. De werkwijze volgens de uitvinding is echter zeker niet beperkt tot de toepassing van een dergelijke specifieke inrichting: aan de uitvinding ligt het principe het grondslag dat moleculen van het
- 15 te zuiveren materiaal door hun valsnelheid worden gestrekt, waarbij de draden of stralen worden afgepeld, waarbij het opgeloste vluchtige materiaal in de vallende straal in aanraking komt met het schone aangevoerde gas, waardoor een versneld massatransport van verbindingen met korte ketens wordt bewerkstelligd.
- 20 Bij de werkwijze volgens de uitvinding, waarbij een geperforeerde plaat of zeef wordt gebruikt, bevinden zich in de plaat of zeef in het algemeen 10-1000 openingen/dm². Daarbij bedraagt de viscositeit van het vloeibare materiaal 5-1.000.000 centistokes. Het spreekt vanzelf dat men ter vergroting van het oppervlak van de vloeistof bij voorkeur een bundel
- 25 van zo veel mogelijk onafhankelijke vloeistofdraden wenst. Gebleken is dat een zeef met bijvoorbeeld 100-400 openingen per dm², in het bijzonder 200 openingen/dm² bij een viscositeit van 5-300.000 goed blijkt te voldoen. Voor hogere viscositeiten, d.w.z. van 3000-1.000.000 centistokes zal een geringer aantal gaten worden toegepast.
- 30 Bij de werkwijze volgens de uitvinding, waarbij een geperforeerde plaat of zeef wordt toegepast, krijgen de draaddiameters uiteindelijk weer alle dezelfde waarden, in het algemeen in het gebied tussen 0,1 mm en 0,4 mm, afhankelijk van de viscositeit. Gebleken is dat de afstand van de draden onderling (hart op hart) minimaal 7 mm moet zijn om bij het
- 35 vallen elkaar niet te raken. Richtlijnen voor de diameters van de gaten in de geperforeerde plaat of zeef in relatie tot de viscositeit van het vloeibare materiaal kunnen worden ontleend aan de volgende tabel:

viscositeit van vloeibaar materiaal (centistokes)	diameter van de gaten (mm)
5 - 100	0,5 - 1,5
100 - 1000	1,0 - 2,5
1000 - 5000	2,0 - 3,5
5000 - 300.000	3,0 - 5,5
300.000 - 600.000	5,0 - 7,5
600.000 - 1.000.000	7,5 - 12,0

10 Opgemerkt wordt dat bij de werkwijze volgens de uitvinding bij
toepassing van een geperforeerde plaat of zeef ten minste een deel van de
vloeistofstroom - d.w.z. het bovenste deel daarvan - in de vorm van taps
toelopende draden verkeert. Dit betekent dat de diameter aan de boven-
zijde, d.w.z. direkt onder de geperforeerde plaat of zeef, groter is dan
15 de diameter meer stroomafwaarts in de bundel van de vloeistofdraden. Zo
kan de diameter van de straal gemiddeld 0,03-5 mm bedragen, waarbij de
straal aan de bovenzijde bijvoorbeeld 2-5 mm bedraagt, en verderop,
d.w.z. bijvoorbeeld 10 cm stroomafwaarts, bijvoorbeeld 0,03-0,4 mm.

20 De lengte van de bundel stromende vloeistofdraden bedraagt bij
voorkeur ten minste 10 cm, bij voorkeur ten minste 40 cm, in het bijzon-
der 50-70 cm. De lengte van de vloeistofdraden is afhankelijk van de
toegepaste temperatuur, de viscositeit en de diameter van de draden.

25 Volgens de uitvinding is het mogelijk gebruik te maken van boven
elkaar geplaatste geperforeerde platen of zeven, waarbij door de cascade-
achtige opstelling van boven naar beneden stromende bundels vloeistof-
draden via een of meer extra geperforeerde platen of zeven terecht komt
in een opvangbak of reservoir voor gezuiverd polysiloxaan.

30 De duur van de zuiveringsbehandeling bedraagt in het algemeen 1-100
uur, in het bijzonder 3-40 uur, afhankelijk van de temperatuur, viscosi-
teit en de diameter van de vloeistofdraden of gaten in de geperforeerde
platen. De zuiveringstijd kan worden teruggebracht door het aantal geper-
foreerde platen te verhogen. Indien de vereiste zuiveringstijd met bij-
voorbeeld 2 zeven 10 uur bedraagt, dan bedraagt de zuiveringstijd bij
toepassing van 4 zeven, bijvoorbeeld op een onderlinge afstand van 50 cm,
35 5 uur. Een belangrijk deel van de behandelingsduur is terug te voeren op
de opwarmtijd van het te zuiveren vloeibare materiaal, die wel 1-3 uur
kan bedragen.

Volgens een voorkeursuitvoeringsvorm van de werkwijze volgens de uitvinding wordt de vloeibare stroom gerecirculeerd, zodat uit dezelfde lading (batch) telkens opnieuw bundels van een veelvoud van vloeistofdraden of -stralen gevormd worden. Door een dergelijke behandeling kan
5 een zeer vergaande zuivering van het polysiloxaan worden gerealiseerd. De gasfase, die de vluchtige verontreinigingen meesleept, wordt afgevoerd en bijvoorbeeld via een condensor - waarin de vluchtige componenten vloeibaar worden afgescheiden - aan de atmosfeer afgegeven. Het is echter ook mogelijk de gasfase - liefst na afscheiding van de meegesleepte vluchtige
10 componenten - te recirculeren. De werkwijze volgens de uitvinding kan derhalve worden uitgevoerd met een gesloten vloeistof- en/of gaskringloopsysteem. Hierbij is het hierboven beschreven verschijnsel betreffende de gasopname in het te zuiveren vloeibare materiaal van belang. Het gezuiverde materiaal blijft nl. steeds op het minder zuivere, reeds behandelde materiaal liggen en zakt zodanig naar beneden dat geen menging op-
15 treedt van materiaal, dat een zuiveringstrap minder heeft ondergaan.

Bij de werkwijze volgens de uitvinding kan de vloeibare stroom in het geval van polysiloxaan een temperatuur van 0-300°C, bij voorkeur 50-200°C bezitten. Uiteraard kan de viscositeit van het uitgangsmateriaal
20 worden verlaagd door de temperatuur daarvan te verhogen. Ook is gebleken dat het verdampen van de laagmoleculaire fractie efficiënter plaats vindt indien de vloeistof een verhoogde temperatuur, bijvoorbeeld in het reeds genoemde gebied, bijvoorbeeld in het gebied van 100-150°C bezit.

Bij de werkwijze volgens de uitvinding heeft de gasfase in het
25 algemeen een temperatuur van 10-300°C, bij voorkeur 50-200°C. Uiteraard is een warmteuitwisseling tussen gasfase en vloeibare stroom steeds aanwezig, d.w.z. dat bijvoorbeeld kan worden begonnen met een gasstroom van omgevingstemperatuur, die langs een opgewarmde stroom polysiloxaan wordt geleid, waarbij de gasstroom opwarmt tot maximaal de temperatuur van de
30 vloeibare stroom. Het omgekeerde is eveneens mogelijk: een opgewarmde gasstroom verwarmt een koudere vloeibare stroom.

Zoals reeds is vermeld heerst in de ruimte, waar de behandeling volgens de uitvinding wordt uitgevoerd, bij voorkeur een geringe onderdruk bijvoorbeeld van 0,05-0,15 atmosfeer. Deze onderdruk kan tot stand
35 worden gebracht door gas af te zuigen uit de behandelingsruimte. De gasfase kan bestaan uit lucht of inert gas. Stikstof is vanwege de geringe kosten zeer geschikt. In het geval van de zuivering van siliconen verdient het bijzonder de voorkeur kooldioxide toe te passen omdat dit gas goed oplost in het te zuiveren materiaal. Kooldioxide lost ongeveer 10

maal beter op in siliconen dan lucht. Vanzelfsprekend is het ongewenst dat de gasfase een reactie aangaat met het te zuiveren materiaal, hetgeen de zuiverheid van het materiaal zo verslechteren.

Voor de verwijdering van specifieke componenten kunnen echter ook
5 specifieke gassen worden toegepast. Zo is het bijvoorbeeld mogelijk stoom toe te passen indien het uitgangsmateriaal in water oplosbare of door waterdamp meesleepbare componenten bevat.

De uitvinding heeft verder betrekking op een inrichting voor het zuiveren van vloeibaar materiaal omvattende een houder met onderin een
10 van boven open reservoir, ten minste één in hoofdzaak in het horizontale vlak geöriënteerde geperforeerde plaat of zeef, die boven het reservoir is aangebracht, en verdeelmiddelen voor het op de bovenste geperforeerde plaat of zeef toevoeren en verdelen van vloeibaar materiaal.

Ten aanzien van de geperforeerde plaat of zeef gelden bij voorkeur
15 dezelfde specificaties als hierboven reeds bij de werkwijze van de uitvinding zijn aangegeven, d.w.z. de specificaties met betrekking tot het aantal openingen en de diameter daarvan. De openingen in de geperforeerde plaat kunnen dus ook als sleuven of spleten aanwezig zijn.

In het algemeen bevat de inrichting volgens de uitvinding, die
20 uitstekend geschikt is voor de zuivering van polysiloxaan - 1-10, bij voorkeur 2-5 geperforeerde platen, waarbij de onderlinge afstand van de platen bij voorkeur ten minste 40 cm bedraagt.

Volgens een voorkeursuitvoeringsvorm van de inrichting volgens de uitvinding omvatten de verdeelmiddelen voor het toevoeren en verdelen van
25 vloeibaar materiaal een boven de bovenste plaat, in hoofdzaak evenwijdig hiermee aangebrachte verdeelbuis, welke verdeelbuis een of meer in langsrichting hiervan aangebrachte uitstroomopeningen omvat. Via een dergelijke buis kan te zuiveren vloeibaar materiaal doelmatig worden aangevoerd en verdeeld over de bovenste plaat.

Volgens een verdere uitvoeringsvorm is rond de verdeelbuis een
30 tweede buis aangebracht, waarin met de uitstroomopening(en) van de verdeelbuis corresponderende openingen zijn aangebracht, en waarbij de tweede buis ten opzichte van de verdeelbuis draaibaar is. Door dit verdraaien van de tweede buis is de toevoer van te zuiveren materiaal regelbaar.
35

Het is bij de werkwijze respectievelijk inrichting volgens de uitvinding belangrijk dat uniforme, evenwijdig aan elkaar lopende vloeistofdraden worden gevormd. Daartoe kunnen de openingen in de geperforeerde plaat of zeef voorzien zijn van bijzondere middelen. Zo kunnen in de

inrichting volgens de uitvinding de randen van de perforaties in de plaat of zeef naar beneden zijn omgezet. Hier is dus sprake van "doorgedrukte" perforaties. Een verdere mogelijkheid voor het optimaliseren van de inrichting is het aanbrengen van naar beneden taps toelopende pennen, die
5 van bovenaf door de perforaties van de plaat of zeef steken.

De inrichting volgens de uitvinding omvat verder bij voorkeur recirculatiemiddelen, die via bijvoorbeeld een pomp en leidingmiddelen het vloeibare materiaal uit het reservoir aan de onderzijde van de houder afvoeren en toevoeren naar de verdeelmiddelen boven de bovenste geperfo-
10 reerde plaat of zeef.

De inrichting volgens de uitvinding kan tevens toe- en afvoermid- delen voor het in de houder toevoeren resp. hieruit afvoeren van de gas- fase uit de houder. Deze toe- en afvoermiddelen voor de gasfase omvatten volgens een bijzondere uitvoeringsvorm middelen om in de houder een
15 onderdruk teweeg te brengen respectievelijk te handhaven, zoals bij de hierboven beschreven werkwijze volgens de uitvinding gewenst kan zijn. Indien bijvoorbeeld de gasfase aan de bovenzijde van de inrichting wordt afgezogen, ontstaat vanzelf een geringe onderdruk, bijvoorbeeld van 0,05- 0,15 atmosfeer, in de houder.

Volgens een voorkeursuitvoeringsvorm van de inrichting volgens de uitvinding zijn de toevoermiddelen voor de gasfase zodanig uitgevoerd dat deze de gasfase nabij het reservoir toevoeren, d.w.z. aan de onderzijde van de inrichting waar zich het reservoir bevindt, terwijl de afvoer- middelen voor de gasfase zich bevinden nabij de bovenste geperforeerde
25 plaat of zeef, die zich boven in de inrichting bevindt.

De inrichting volgens de uitvinding kan verdere recirculatiemidde- len voor het door de houder recirculeren van de gasfase omvatten.

De inrichting volgens de uitvinding omvat in het bijzonder ook afscheidingsmiddelen voor de gasfase die dienen voor het uit de gasfase
30 afscheiden van de verontreinigingen, die uit het vloeibare materiaal afkomstig zijn. Deze afscheidingsmiddelen kunnen aanwezig zijn in de afvoermiddelen en/of verdere recirculatiemiddelen.

Omdat de werkwijze volgens de uitvinding bij voorkeur bij verhoogde temperatuur wordt uitgevoerd, zijn in de inrichting volgens de uitvinding
35 tevens bij voorkeur verwarmingsmiddelen aanwezig voor het verwarmen van de gasfase en/of de vloeistoffase. Deze verwarmingsmiddelen kunnen een gebruikelijke warmteuitwisselaar, bijvoorbeeld een verwarmingsspiraal omvatten. Ook andere verwarmingsmiddelen kunnen worden toegepast, bij- voorbeeld inrichtingen voor het opwekken van hoog-energetische straling

zoals in een magnetron wordt toegepast.

Volgens een voorkeursuitvoeringsvorm omvat de inrichting volgens de uitvinding toevoermiddelen voor de gasfase in de vorm van een geperforeerde toevoerplaat, welke in verticale richting langs de ruimte tussen de bovenste geperforeerde plaat of zeef en het reservoir is aangebracht. Hoewel een dergelijke geperforeerde toevoerplaat zich over de gehele ruimte tussen de bovenste geperforeerde plaat of zeef en het reservoir kan uitstrekken, is het gewenst dat aan de onderzijde meer gas wordt toegevoerd, zodat de plaat aan de onderzijde grotere openingen vertoont of zelfs aan de onderzijde niet aanwezig is.

Aan de weerszijden van de ruimte waar de vloeistofdraden of -stralen stromen, d.w.z. evenwijdig daaraan kunnen al dan niet losneembare geperforeerde platen worden aangebracht, die de stromingsrichting van de gasfase bepalen. Zo is het mogelijk door de juiste opstelling van dergelijke geperforeerde platen de gasstroming zodanig te sturen dat deze dwars op de stromingsrichting van de vloeistofdraden staat.

De toevoermiddelen voor de gasfase kunnen een filter omvatten, bijvoorbeeld een zeoliet of koolstoffilter.

Het is mogelijk de inrichting volgens de uitvinding continu te bedrijven, waarbij een of meer al dan niet identieke apparaten worden toegepast.

De uitvinding wordt toegelicht aan de hand van de figuur, waarin de inrichting voor het zuiveren van vloeibaar materiaal, in het bijzonder polysiloxaan, wordt aangeduid door 10, welke inrichting een houder 1 omvat met onderin een van boven open reservoir 2, in het horizontale vlak geperforeerde platen 3, 3', die boven het reservoir zijn aangebracht, en verdeelmiddelen of toevoermiddelen voor het op de bovenste geperforeerde plaat of zeef 3' toevoeren resp. verdelen van vloeibaar materiaal.

Tijdens het bedrijven van de inrichting wordt vloeibaar materiaal 10 onderuit het reservoir via leiding 6 en pomp 7 naar de bovenzijde van de inrichting gevoerd en via verdeelbuis 4 met openingen 16 daarin toegevoerd resp. verdeeld over de bovenste geperforeerde plaat 3'. De bundel van een veelvoud van vloeistofdraden of -stralen wordt direkt onder de geperforeerde plaat 3' gevormd en valt op de eveneens geperforeerde plaat 3, waar zich opnieuw een bundel van een veelvoud van vloeistofdraden of -stralen vormt, die terecht komt in het open reservoir 2.

In de inrichting volgens de figuur wordt gas, bijvoorbeeld lucht aangezogen via toevoerleiding 11, waarin zich een zuiveringsfilter 17 bevindt. De gasstroom wordt met behulp van een verwarmingsspiraal 15 ver-

warmd. Nadat de gasstroom langs de vloeistofstroom is gegaan wordt deze met behulp van niet-weergegeven middelen 13 afgezogen, waarbij met afscheider 14 de uit het polysiloxaan verwijderde verontreinigingen van de gasfase worden afgescheiden. De gewenste gasverdeling door de vloeistofstroom wordt tot stand gebracht met behulp van een geperforeerde plaat 18 resp. 18', welke in verticale richting langs de ruimte tussen de bovenste geperforeerde plaat 3' en het reservoir 2 is aangebracht. Zoals hierboven reeds is vermeld zorgen de geperforeerde platen 18 resp. 18' voor een gelijkmatige doorstroming van de draden. Tevens hebben de platen 18 resp. 18' de functie, dat zij de vloeistoffase kunnen tegenhouden indien de vloeistofdraden door een (ongecontroleerde) gasstroom onverhoopt "afbuigen".

De uitvinding heeft tevens betrekking op de toepassing van materiaal, dat met de werkwijze respectievelijk de inrichting van de uitvinding verkregen kan worden. Voor de mogelijke toepassingen wordt verwezen naar de stand van de techniek, die hierboven beschreven is.

In het bijzonder betreft de uitvinding de toepassing van polysiloxaan voor isolatie- of afdichtingsdoeleinden, bijvoorbeeld voor het isoleren van elektrische contacten. Een goed voorbeeld is de isolatie in kabelmoffen, zoals beschreven in EP 0 421 246 A2, EP 0 421 254 A2 en EP 0 421 253 A2. Hierbij vindt de toepassing van het polysiloxaan bij voorkeur plaats in de vorm van een pasta, die naast het gezuiverde polysiloxaan anorganische vulstoffen bevat.

De met de werkwijze respectievelijk inrichting van de uitvinding verkregen polysiloxanen, bijvoorbeeld PDMS, met bijvoorbeeld een viscositeit van 5.000, 60.000 of 1.000.000 heeft voortreffelijke isolerende eigenschappen bij elektrische toepassing. De volgens de uitvinding verkregen siloxanen bezitten een geringe "uitbloeding" en verschaffen stabiele produkten. Er vindt geen verontreiniging door uitdamping en condensatie van oligomeren op elektrische contacten plaats. Dergelijke eigenschappen zijn van groot belang voor fotokopieerapparaten, bij het breken van emulsies en in de elektronische en -computerindustrie. Ook op het gebied van de voedselindustrie zijn inerte produkten gewenst.

Telecommunicatie-organisaties vereisen polysiloxanen, die zeer weinig uitbloeding vertonen bij toepassing in elektrische of elektronische apparatuur. Gebleken is dat de volgens de uitvinding bereide preparaten, bijvoorbeeld pasta's op basis van volgens de uitvinding gezuiverde polysiloxanen voortreffelijke eigenschappen vertonen volgens het proefvoorschrift "Kontaktschädigende Ausscheidungen in Fernmelde-ein-

richtungen" FTZ 547 PV 1, Deutsche Bundespost Darmstadt, Duitsland.

Voorts zijn siliconen in zeer zuivere vorm gewenst voor chirurgische toepassingen, bijvoorbeeld bij hart of (slag)aderoperaties.

De uitvinding heeft tevens betrekking op een pasta op basis van polysiloxaan, al dan niet verkrijgbaar met de hierboven werkwijze resp. inrichting, die het gezuiverde polysiloxaan in combinatie met een of meer anorganische vulstoffen bevat. Met nadruk wordt gesteld dat de pasta volgens de uitvinding ook ongezuiverd polysiloxaan in plaats van het gezuiverde polysiloxaan kan bevatten.

10 In het bijzonder bevat de pasta volgens de uitvinding:

- 10 - 90 gew.% polysiloxaan;
- 0 - 80 gew.% van een verbinding die een meerwaardig kation bevat, zoals een oxide, carbonaat of sulfaat of fosfaat van calcium, magnesium, aluminium of titaan;
- 15 - 0 - 20 gew.% fijnverdeeld siliciumdioxide, bij voorkeur met de volgende specificaties:
 gemiddelde deeltjesgrootte 0,1-100 μm
 specifiek oppervlak 1-300 m^2/g .

De pasta volgens de uitvinding kan worden bereid door mengen van de diverse bestanddelen, waarbij men de temperatuur bij voorkeur beneden 70°C houdt. Voor het mengen kan een zogenaamde butterfly-menger worden toegepast.

De uitvinding betreft tevens de toepassing van deze pasta voor isolatie- en afdichtingsdoeleinden.

25 In het bijzonder wordt bij de werkwijze voor het bereiden van de pasta aan het gezuiverde polysiloxaan een aantal stoffen toegevoegd om tot een afdichtingspasta te komen die stijf is en niet meer vloeit.

In de pasta volgens de uitvinding heeft het siliciumdioxide invloed op de rheologie van het polysiloxaan. Tevens kan men vulstoffen zoals calciumcarbonaat, bariumsulfaat en aluminiumhydroxide met succes toepassen. De voorkeur verdient aluminiumhydroxide.

Om zoveel mogelijk vulstof te kunnen toepassen gebruikt men bij voorkeur mengsels van diverse deeltjesgrootteverdelingen. Men krijgt dan een optimale pakingsdichtheid. Men gebruikt dus het liefst een mengsel van grove en fijne deeltjes in een bepaalde mengverhouding. Door de hoeveelheid vulstof kan men de uitzettingscoëfficiënt van de pasta en het rheologische gedrag regelen.

Een voorbeeld van een samenstelling van een geschikte pasta is als volgt:

9201854

-	polysiloxaan (60.000 PDMS)	2000 g
-	kleurstof	4 g
-	siliciumdioxide (Ae R 812 s)	290 g
-	aluminiumhydroxide MI 532	2740 g
5 -	aluminiumhydroxide MI 932	400 g
		5434 g

De dichtheid van de bovengenoemde pasta (20°C) bedraagt ongeveer 1,44 g/ml. De pasta kan worden afgevuld in houders (kitspuit) van waaruit de toepassing direkt mogelijk is.

Voor het vergelijken van de kwaliteit van de siliconenolie voor en na de zuivering wordt het volgende proefvoorschrift toegepast.

Proefvoorschrift voor de zuivering van polysiloxanen (PDMS met een viscositeit van 100 - 1.000.000 centistokes).

Van het PDMS wordt voor en na de zuivering een infraroodspectrum gemaakt. Vaak zal blijken dat het spectrum na de zuivering niet in aanzienlijke mate afwijkt van het spectrum van het oorspronkelijke produkt. Dat betekent dat tijdens de behandeling volgens de uitvinding geen afbraak, reductie of oxidatie van het polysiloxaan worden vastgesteld, hetgeen tot de conclusie leidt dat de algemene eigenschappen van het PDMS ongewijzigd blijven.

De vluchtigheid van het materiaal wordt als volgt bepaald:

- weeg 2 g van het materiaal af in een schaalte met een diameter van 6 cm en een hoogte van 1 cm;
- verhit het monster in het schaalte gedurende 24 uur op 150°C in een oven;
- koel af en weeg het schaalte met monster opnieuw;
- bereken het gewichtsverlies op basis van het oorspronkelijke gewicht van het monster.

In de handel verkrijgbaar PDMS vertoont bij de bovenstaande proef een gewichtsverlies van 0,5-2,5 gew.%.

Dankzij de methode resp. inrichting volgens de uitvinding wordt de vluchtigheid van het PDMS aanzienlijk verbeterd tot een niveau van 0,05-0,001 gew.%, afhankelijk van de omstandigheden en duur van de behandeling, in het bijzonder de temperatuur.

Gebleken is dat pasta's volgens de uitvinding volgens het bovengenoemde proefvoorschrift van de Duitse Bundespost nauwelijks een negatief effect op de contactweerstand van schakelingen vertoont. De gemeten

weerstand na bijvoorbeeld 2 à 3 miljoen schakelingen blijft ver beneden de grens, die in het proefvoorschrift wordt genoemd. Ongezuiverde siliconen hebben een zeer sterk negatief effect op de contactweerstand. Reeds na 50.000 schakelingen zijn de elektrische contacten vervuild met materiaal, afkomstig van de ongezuiverde polysiloxaanolie.

C O N C L U S I E S

1. Werkwijze voor het zuiveren van vloeibaar materiaal, dat verontreinigd is met laagmoleculaire verbindingen, in het bijzonder polysiloxaan dat verontreinigingen als laagmoleculaire fractie bevat, door verdampen van de laagmoleculaire fractie, met het kenmerk, dat men een vloeibare stroom van onzuiver vloeibaar materiaal in de vorm van een bundel van een veelvoud van vloeistofdraden of -stralen in aanraking brengt met een stromende gasfase, waarna men de gasstroom, die de verontreinigingen bevat, afvoert en gezuiverd vloeibaar materiaal verzamelt.

2. Werkwijze volgens conclusie 1, waarbij men de gasfase laat stromen in een richting die in hoofdzaak evenwijdig is aan die van de bundel vloeistofdraden of -stralen.

3. Werkwijze volgens conclusie 1 of 2, waarbij men de vloeibare stroom en de gasfase in hoofdzaak in tegenstroom met elkaar leidt.

4. Werkwijze volgens een of meer der conclusies 1-3, waarbij men vloeibaar materiaal door een geperforeerde plaat of zeef naar beneden laat stromen onder vorming van de bundel van een veelvoud van vloeistofdraden of -stralen.

5. Werkwijze volgens conclusie 4, waarbij men een geperforeerde plaat met 10-1000 openingen per dm^2 gebruikt, waarbij de diameter van de openingen 0,1-20 mm, bij voorkeur 0,5-12 mm, bedraagt.

6. Werkwijze volgens een of meer der conclusies 1-5, waarbij de stromende vloeistofdraden of -stralen een lengte van ten minste 40 cm, bij voorkeur 50-70 cm, en tenminste het onderste deel van de vloeistofdraden een diameter van 0,03-5 mm bezitten.

7. Werkwijze volgens een of meer der conclusies 1-6, waarbij ten minste een deel van de vloeistofstroom in de vorm van taps toelopende draden verkeert.

8. Werkwijze volgens een of meer der conclusies 1-7, waarbij de vloeibare stroom polysiloxaan omvat en een temperatuur van 0-300°C, bij voorkeur 50-200°C bezit en/of de gasfase een temperatuur van 10-300°C, bij voorkeur 50-150°C bezit, en de duur van de zuiveringsbehandeling 1-100 uur, bij voorkeur 3-40 uur, bedraagt en de gasfase onder een druk van 0,8 atm tot atmosferische druk (1 atm) wordt gehouden.

9. Werkwijze volgens een of meer der conclusies 1-8, waarbij men als gasfase lucht of een inert gas zoals stikstof of kooldioxide gebruikt.

10. Werkwijze volgens een of meer der conclusies 1-9, waarbij men de vloeibare stroom en/of de gasfase recirculeert.

11. Inrichting voor het zuiveren van vloeibaar materiaal (10),
omvattende een houder (1) met onderin een van boven open reservoir (2),
5 ten minste één in hoofdzaak in het horizontale vlak geörienteerde
geperforeerde plaat of zeef (3,3'), die boven het reservoir is aange-
bracht, en verdeelmiddelen (4) voor het op de bovenste geperforeerde
plaat of zeef (3') toevoeren en verdelen van vloeibaar materiaal.

12. Inrichting volgens conclusie 11, waarbij de verdeelmiddelen (4)
10 een boven de bovenste plaat, evenwijdig hiermee aangebrachte verdeelbuis
omvatten, welke verdeelbuis een of meer in langsrichting hiervan aange-
brachte uitstroomopeningen (16) omvat.

13. Inrichting volgens conclusie 11 of 12, waarbij rond de verdeel-
buis een tweede buis is aangebracht, waarin met de uitstroomopening(en)
15 van de verdeelbuis corresponderende openingen zijn aangebracht, en waar-
bij de tweede buis ten opzichte van de verdeelbuis draaibaar is.

14. Inrichting volgens een of meer der conclusies 11-13, waarbij de
randen van de perforaties in de plaat of zeef (3,3') naar beneden zijn
omgezet.

15. Inrichting volgens een of meer der conclusies 11-14, waarbij
20 naar beneden taps toelopende pennen van bovenaf door de perforaties
steken.

16. Inrichting volgens een of meer der conclusies 11-15, waarbij de
geperforeerde plaat of zeef (3,31) 10-1000 openingen per dm² omvat, die
25 een diameter hebben van 0,1-20 mm.

17. Inrichting volgens een of meer der conclusies 11-16, omvattende
recirculatiemiddelen (6,7) die via een pomp (7) en leidingmiddelen (6)
het vloeibare materiaal (10) uit het reservoir (2) afvoeren en toevoeren
naar de verdeelmiddelen (4).

18. Inrichting volgens een of meer der conclusies 11-17, omvattende
30 toe- en afvoermiddelen (11, 12, 13, 14) voor het in de houder (1) toevoe-
ren respectievelijk hieruit afvoeren van een gasfase.

19. Inrichting volgens conclusie 18, waarbij de toe- en afvoermid-
delen voor de gasfase middelen omvatten om in de houder een onderdruk
35 teweeg te brengen resp. te handhaven.

20. Inrichting volgens conclusie 18 of 19, waarbij de toevoermid-
delen (11, 12) voor de gasfase deze nabij het reservoir (2) toevoeren, en
de afvoermiddelen voor de gasfase (13) deze bij de bovenste geperforeerde
plaat of zeef (3') uit de houder (1) afvoeren.

21. Inrichting volgens een of meer der conclusies 18-20, omvattende verdere recirculatiemiddelen, voor het door de houder recirculeren van de gasfase.

5 22. Inrichting volgens een of meer der conclusies 18-21, waarbij de afvoermiddelen (13,14) en/of verdere recirculatiemiddelen voor de gasfase afscheidingsmiddelen (14) omvat voor het uit de gasfase afscheiden van verontreinigingen.

23. Inrichting volgens een of meer der conclusies 11-22, omvattende verwarmingsmiddelen (15) voor de gasfase en/of het polymeer materiaal.

10 24. Inrichting volgens een of meer der conclusies 11-23, waarbij de toevoermiddelen voor de gasfase (11) een filter (17) omvatten.

25. Inrichting volgens een of meer der conclusies 11-24, waarbij de toevoermiddelen voor de gasfase een geperforeerde toevoerplaat (18) omvatten, welke in verticale richting langs de ruimte tussen de bovenste
15 geperforeerde plaat of zeef (3') en het reservoir (2) is aangebracht.

26. Toepassing van materiaal, verkrijgbaar volgens de werkwijze van een of meer der conclusies 1-10, respectievelijk met toepassing van de inrichting volgens een of meer der conclusies 11-25.

20 27. Toepassing volgens conclusie 26 van materiaal, in het bijzonder polysiloxaan voor isolatie- of afdichtingsdoeleinden.

28. Pasta op basis van polysiloxaan, al dan niet verkrijgbaar volgens de werkwijze van een of meer der conclusies 1-10 respectievelijk met toepassing van de inrichting volgens een of meer der conclusies 11-25, welke bevat:

- 25 - 10-90 gew.% polysiloxaan;
- 0-80 gew.% van een verbinding die een meerwaardig kation bevat, zoals een oxide, carbonaat, sulfaat of fosfaat van calcium, magnesium, aluminium of titaan;
- 0-20 gew.% fijnverdeeld siliciumdioxide, bij voorkeur met de volgende specificaties:

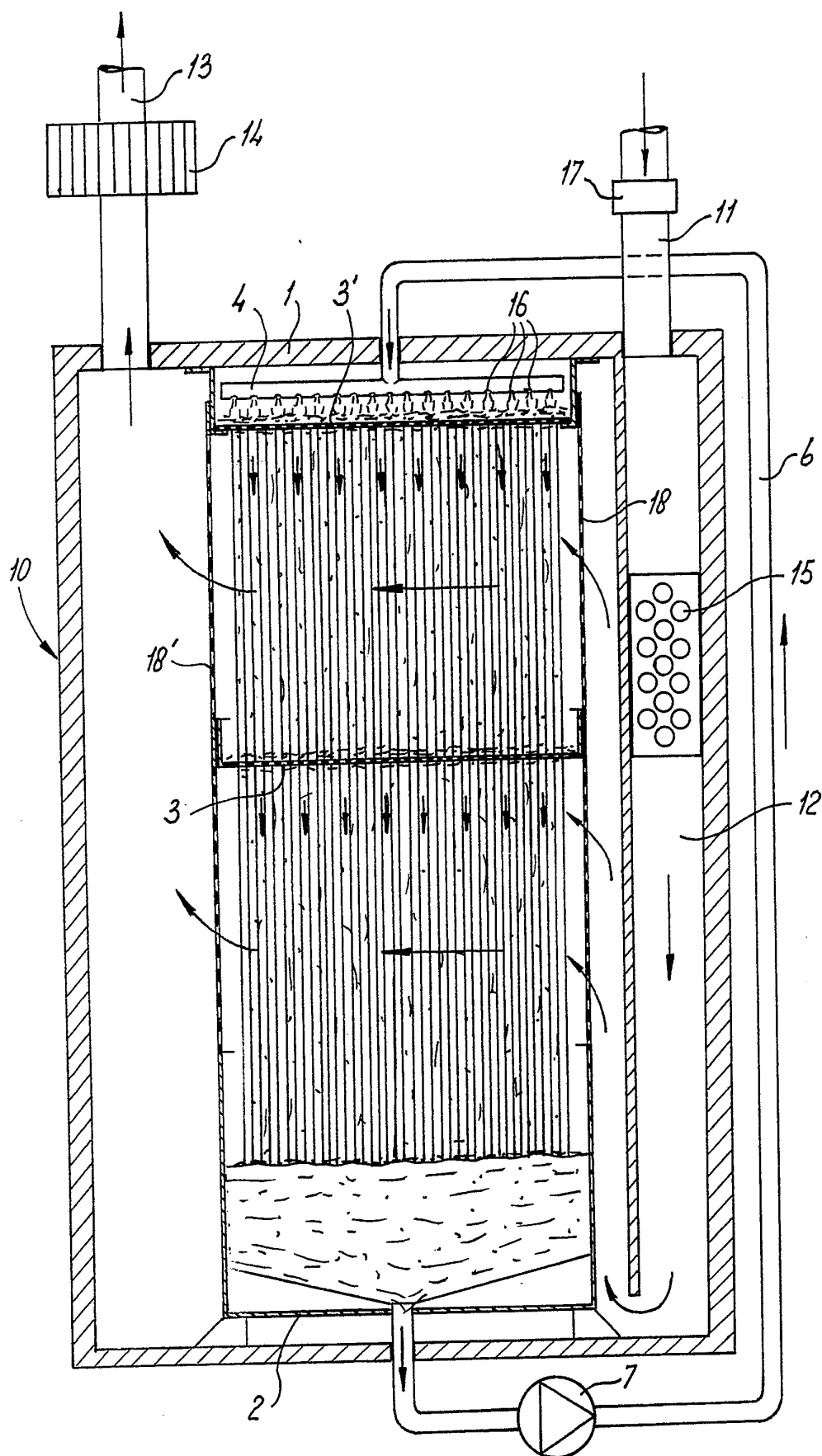
30 gemiddelde deeltjesgrootte 0,1-100 μm

specifiek oppervlak 1-300 m^2/g

en voorts gebruikelijke toevoegsels zoals kleurstof, waarbij de gewichtspercentages betrekking hebben op het gewicht van het totale preparaat.

35 29. Werkwijze voor het bereiden van een pasta volgens conclusie 28, waarbij men de diverse bestanddelen, bij voorkeur in een butterflymenger, mengt bij een temperatuur beneden 70°C.

30. Toepassing van pasta volgens conclusie 28 voor isolatie- en afdichtingsdoeleinden.



9201854