



⑫ **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

④⑤ Veröffentlichungstag der Patentschrift :  
**10.08.94 Patentblatt 94/32**

⑤① Int. Cl.<sup>5</sup> : **B08B 3/10, B08B 7/00,**  
**B08B 3/00, C23G 5/00**

②① Anmeldenummer : **92904002.0**

②② Anmeldetag : **14.02.92**

⑧⑥ Internationale Anmeldenummer :  
**PCT/EP92/00322**

⑧⑦ Internationale Veröffentlichungsnummer :  
**WO 92/14558 03.09.92 Gazette 92/23**

⑤④ **REINIGUNG VON WERKSTÜCKEN MIT ORGANISCHEN RÜCKSTÄNDEN.**

③⑩ Priorität : **19.02.91 AT 342/91**

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung :  
**01.12.93 Patentblatt 93/48**

④⑤ Bekanntmachung des Hinweises auf die  
Patenterteilung :  
**10.08.94 Patentblatt 94/32**

⑧④ Benannte Vertragsstaaten :  
**BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI NL SE**

⑦③ Patentinhaber : **UNION INDUSTRIE**  
**COMPRIMIERTER GASE GMBH NFG. KG**  
**Erdbergstrasse 197-199**  
**A-1111 Wien (AT)**

⑦② Erfinder : **ADLER, Robert**  
**Lorenz-Steiner-Gasse 34**  
**A-2201 Gerasdorf (AT)**

⑦④ Vertreter : **Kasseckert, Rainer**  
**Linde Aktiengesellschaft,**  
**Zentrale Patentabteilung**  
**D-82049 Höllriegelskreuth (DE)**

**EP 0 571 426 B1**

Anmerkung : Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Reinigung von Werkstücken, die organische Rückstände aufweisen, unter Verwendung eines verdichteten Gases, das in einen mit den Werkstücken beladenen Druckbehälter unter Druck eingeleitet wird.

Bei diesem aus der WO 90 06 189 bekannten Verfahren zur Reinigung von Werkstücken aus unterschiedlichen Materialien, die mit Rückständen aus Öl, Fett, Schmiermittel und anderem verunreinigt sind, wird ein auf seinen überkritischen Druck oder darüber verdichtetes Gas in einen Druckbehälter auf die zu reinigenden Werkstücke geleitet. Anschließend wird die Temperatur des derart verdichteten Gases ausgehend von einem Punkt in der Nähe der kritischen Temperatur in verschiedenen Schritten verändert, um die Lösungseigenschaften der Gasphase zu beeinflussen. Vor jeder Änderung wird die Temperatur für ein bestimmtes Zeitintervall konstant gehalten. Die Reinigung der Werkstücke kann zusätzlich noch dadurch unterstützt werden, daß in das verdichtete Gas eine Flüssigkeit wie ionenfreies Wasser, eine chemisch reaktionsfreudige Substanz oder Schall- oder Strahlungsenergie eingebracht werden. Die beschriebenen, die Reinigung der Werkstücke unterstützenden Maßnahmen erfordern technisch aufwendige Zusatzeinrichtungen und sind zudem wenig wirkungsvoll. Der zu betreibende Aufwand wird nicht durch einen erhöhten Reinigungserfolg gerechtfertigt.

Das Verfahren gemäß der WO 90 06 189 erfordert außerdem einen hohen regeltechnischen Aufwand. Die einzelnen Schritte, in denen die Temperatur verändert wird, folgen im zeitlichen Abstand von etwa 10 Minuten. In der Zwischenzeit muß die Temperatur konstant gehalten werden. Es muß folglich dafür gesorgt werden, daß binnen kürzester Zeit in einem großen Druckbehälter jeweils eine neue Temperatur eingestellt und dann konstant gehalten wird. Die dazu erforderlichen, in der WO 90 06 189 nicht näher erläuterten, aufwendigen Ausstattungen machen ein solches Reinigungsverfahren für die industrielle Anwendung wenig attraktiv.

Ein weiterer Nachteil dieses Verfahrens tritt bei der Entleerung des Druckbehälters auf. Die auf überkritischen Druck verdichtete Gasmasse enthält nach dem Reinigungsprozeß die Rückstandssubstanzen in Lösung. Um während der Entfernung dieser Gasmasse aus dem Druckbehälter eine Abscheidung dieser Rückstandssubstanzen im Druckbehälter zu vermeiden, müssen Druck und Temperatur der Gasmasse während seiner Entfernung konstant gehalten werden. Dazu wird, während das verunreinigte Gas aus dem Druckbehälter geleitet wird, reines, auf überkritischen Druck verdichtetes Gas nachgefüllt. Erst nachdem der gesamte Behälterinhalt an verunreinigtem Gas derart abgeleitet worden ist, können der

Druck abgesenkt und die Werkstücke entnommen werden. Dabei ist es höchstwahrscheinlich, daß nur eine Verdünnung, nicht aber ein Austausch der verunreinigten Gasmasse stattgefunden hat, und daß bei der Drucksenkung die verbliebenen gelösten Rückstandssubstanzen wieder ausfallen. Zudem ist der Austausch des gesamten Behälterinhalts nach jedem Reinigungsvorgang nicht ökonomisch.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Reinigung von mit organischen Rückständen verschmutzten Werkstücken unter Verwendung eines verdichteten Gases zu entwickeln, das die obengenannten Nachteile vermeidet und in ökonomischer Weise den Reinigungserfolg erhöht.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß ein verflüssigtes oder überkritisches Gas während des Reinigungsvorganges in dem Druckbehälter umgewälzt wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren stellt eine einfache, den Reinigungsvorgang beträchtlich unterstützende Maßnahme dar. Das Fluid, verstanden als verflüssigtes oder überkritisches Gas, wird im Druckbehälter beispielsweise mittels Drehung eines beschauften Laufrades umgewälzt. Die einsetzende Fluidströmung im Druckbehälter bewirkt einen ständigen Austausch von reinem und mit gelösten Verunreinigungen beladenem Fluid. Dadurch können die auf den Oberflächen der Werkstücke haftenden organischen Rückstände sukzessive vollständig abgetragen werden.

Um das Strömungsprofil im Druckbehälter zeitlich zu verändern, wird vorteilhafterweise die Geschwindigkeit der Umwälzung während des Reinigungsvorganges geändert. Diese Änderung kann z.B. durch taktweise Änderung der Drehzahl eines die Umwälzung bewirkenden Laufrades erfolgen. In diesem Fall erreicht man, daß sich die bei der Umwälzung bildenden Saug- und Druckbereiche des Fluids in ihrem Querschnitt ändern, und daß gleichzeitig auf die Geschwindigkeitsverteilung des Fluids Einfluß genommen werden kann. Diese Maßnahme verhindert, daß sich im Druckbehälter Bereiche ausbilden, in denen bei konstanter Drehzahl des Laufrades keine Umwälzung des Fluids stattfinden würde.

Allgemein läßt sich feststellen, daß das Vorhandensein einer gewissen Dichte des Fluids Voraussetzung und bestimmender Faktor für sein Lösungsvermögen ist, das dann mit wachsender Dichte zunimmt. Bei konstanter Dichte des Fluids nimmt die Löslichkeit im allgemeinen mit steigender Temperatur des Fluids zu.

Neben dem Dampfdruck der zu lösenden Substanz und der Dichte und Temperatur des Fluids spielen außerdem Polarität und Molmasse der Substanz, sowie Viskosität, Diffusionskoeffizient, kritischer Punkt und Dipolmoment des Fluids als auch die molekularen Wechselwirkungen des Fluids mit der Substanz eine Rolle für die Löslichkeit der Substanz in

diesem Fluid. Einfache, allgemein gültige Regeln lassen sich für verschiedene Substanzen und Fluide nicht aufstellen.

Geeignete Fluide zur Entfernung organischer Rückstände sind beispielsweise Edelgase wie Helium oder Argon, Kohlenwasserstoffe, also z.B. Alkane wie Methan, Ethan oder Propan, oder Alkene wie Ethen oder Propen, sowie Trifluormethan, Kohlendioxid, Distickstoffmonoxid und Schwefelhexafluorid. Gasförmige Fluide werden erfindungsgemäß bis zur flüssigen oder überkritischen Phase verdichtet und in den mit den Werkstücken beladenen Druckbehälter eingeleitet.

Kohlendioxid hat sich beim erfindungsgemäßen Verfahren als besonders geeignetes Fluid erwiesen, da es folgende Vorteile aufweist:

Kohlendioxid ist nicht brennbar oder explosiv, Kohlendioxid steht in großen Mengen als Nebenprodukt industrieller Verfahren kostengünstig zur Verfügung, Kohlendioxid ist im Vergleich zu anderen Lösungsmitteln wenig umweltbelastend und Kohlendioxid verhält sich chemisch inert. Außerdem kommen die thermodynamischen Eigenschaften von Kohlendioxid dem erfindungsgemäßen Verfahren entgegen.

Eine geeignete Maßnahme bei der Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens ist es, die Temperatur des verflüssigten oder überkritischen Gases im Druckbehälter während des Reinigungsvorganges konstant zu halten. Erfindungsgemäß werden zunächst in Vorversuchen die geeigneten Parameter, Temperatur und Druck des Fluids, zur Entfernung der organischen Rückstände ermittelt. Diese Parameter werden dann während des Reinigungsvorganges konstant gehalten. Dazu wird in einer vorteilhaften Ausgestaltung kontinuierlich ein Teil des verflüssigten oder überkritischen Gases aus dem Druckbehälter abgezogen, durch einen Wärmetauscher geführt und dem Druckbehälter anschließend wieder zugeführt. Eine Erwärmung des Fluids, d.h. des verdichteten Gases, kann bei langdauernden Reinigungsvorgängen in nicht wärmeisolierten Druckbehältern nötig sein, eine Abkühlung des Fluids kann hingegen vor allem in wärmeisolierten Behältern erforderlich sein, wenn die zugeführte Energie für die Umwälzung des Fluids dieses erwärmt.

Der Wärmetausch des Fluids ist natürlich auch dazu geeignet, während des Reinigungsvorganges einen bestimmten Temperaturbereich zu überstreichen, falls dies notwendig sein sollte.

Ein unzulässiger Druckanstieg kann je nach Aggregatzustand des Fluids durch ein Überdruckventil oder einen Überströmregler am Druckbehälter verhindert werden.

Nach dem Reinigungsvorgang muß das mit den organischen Rückständen verunreinigte Fluid aus dem Druckbehälter entfernt werden, anschließend werden die gereinigten Werkstücke entnommen.

Bei der Entnahme des Fluids ist darauf zu achten,

daß sich Druck und Temperatur im Druckbehälter nicht wesentlich ändern, da andernfalls die resultierende Veränderung der Lösungseigenschaften des Fluids zu einem Ausfall der im Fluid gelösten Rückstände führen würde. Vorteilhaft ist deshalb, daß nach dem Reinigungsvorgang während der Entfernung des die organischen Rückstände enthaltenden Fluids aus dem Druckbehälter die Temperatur des Fluids konstant gehalten wird. Außerdem ist nach erfindungsgemäßem Verfahren günstig, während der Entfernung des die organischen Rückstände enthaltenden verflüssigten oder überkritischen Gases aus dem Druckbehälter reines verflüssigtes oder überkritisches Gas in den Druckbehälter einzuleiten und dabei den Druck konstant zu halten oder zu erhöhen.

Das derart aus dem Druckbehälter geleitete, die Rückstände enthaltende Fluid wird nun entspannt, wodurch sich die organischen Rückstände von dem Fluid abtrennen. Durch die Entspannung tritt eine Trennung der aus dem Fluid und den organischen Rückständen bestehenden binären Phase ein, da die organischen Rückstände nahezu vollständig in eine flüssige Phase übergehen, während das Fluid unter Normalbedingungen meist gasförmig vorliegt. Bei Kohlendioxid führt die Entspannung jedoch zusätzlich zum Auftreten einer festen Phase in Form von Kohlendioxidschnee.

In einer vorteilhaften Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird die beim Entspannen freiwerdende, potentielle Spannungsenergie des verflüssigten oder überkritischen Gases zum Antrieb einer Turbine genutzt.

Durch diese Maßnahme kann ein Teil der für den Reinigungsvorgang aufgewendeten Energie wieder zurückgewonnen und der energetische Wirkungsgrad der Reinigungsanlage erhöht werden.

Um den Reinigungsprozeß selbst ökonomischer zu gestalten, ist es vorteilhaft, wenn von mindestens einem Teil des die organischen Rückstände enthaltenden verflüssigten oder überkritischen Gases die organischen Rückstände abgetrennt werden und der restliche Teil zusammen mit reinem verflüssigten oder überkritischen Gas für einen weiteren Reinigungsvorgang verwendet wird. In vielen Fällen kann nämlich die im Druckbehälter befindliche Fluidmasse für mehrere Reinigungsvorgänge benutzt werden, bevor sie mit den organischen Rückständengesättigt ist. Es genügt folglich, nach jedem Reinigungsvorgang jeweils nur einen Teil des verwendeten Fluids durch reines Fluid zu ersetzen, ohne die Reinigungskapazität und -geschwindigkeit merklich herabzusetzen. Durch diese Maßnahme wird der Verbrauch und der Aufwand zur Bereitstellung der zur Reinigung nötigen Fluidmenge sinnvoll begrenzt.

Eine geeignete Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens mit einem zylindrischen Druckbehälter, der Zu- und Ableitungen für verdichtete Gase besitzt, ist dadurch gekennzeichnet

net, daß ein erster zylindrischer Druckbehälter ein auf seiner Achse innerhalb des Druckbehälters angebrachtes Laufrad enthält, daß der erste Druckbehälter mit einem analog ausgestatteten zweiten Druckbehälter über mit Ventilen versehenen Leitungen verbunden ist, daß in einer der Verbindungsleitungen eine Pumpe und in dieser oder einer anderen Verbindungsleitung ein Wärmetauscher angeordnet sind, wobei der Wärmetauscher und die Pumpe mit jedem Druckbehälter jeweils durch zusätzliche Leitungen verbunden sind, und daß jeder Druckbehälter mit einem oder mehreren Vorratsbehältern für verdichtete Gase durch weitere Leitungen verbunden ist.

Anhand der schematischen Zeichnung soll ein konkretes Ausführungsbeispiel des erfindungsgemäßen Verfahrens eingehend besprochen werden.

Im Ausführungsbeispiel werden zwei Druckbehälter 38, 39 verwendet. Jeder Druckbehälter 38, 39 enthält ein die Umwälzung des verdichteten Gases bewirkendes Laufrad 6, das durch ein Schutzgitter 5 vom restlichen Innenraum des Druckbehälters 38, 39 getrennt ist. Das Laufrad 6 wird außerhalb des Druckbehälters 38, 39 über die Welle 9 angetrieben und ist in einer Stopfbüchse 8 gelagert.

Innerhalb des Druckbehälters 38, 39 befindet sich eine fest montierte Führungsschiene 12 für einen Rohrschlitten, auf dem sich die zu reinigenden Werkstücke befinden. Der Druckbehälter 38, 39 wird von einem Hochdruckdeckel 7 fest verschlossen.

Jeder Druckbehälter 38, 39 enthält außerdem ein Druckmeßgerät 3, 34 und Sicherheitsventileinrichtungen 4, 35 sowie jeweils eine Niveausonde 10, 31 und einen Druckschalter 11, 32. Die Druckbehälter 38, 39 sind miteinander durch mehrere Leitungen verbunden. Eine direkte Verbindungsleitung enthält zwei Absperrkugelhähne 2, 33 und ein motorgetriebenes Stellventil 29.

Ein Wärmetauscher 20 ist durch Leitungen über die motorgetriebenen Stellventile 13, 15, 14 mit dem Druckbehälter 38 und über die Stellventile 27, 15, 28 mit dem Druckbehälter 39 verbunden.

Dieser Wärmetauscher 20 enthält einen Temperaturregler 21 und ein Sicherheitsventil 22.

Eine Pumpe 19 ist durch Leitungen über die motorgetriebenen Stellventile 13, 17, 14 mit dem Druckbehälter 38 und über die Stellventile 27, 17, 28 mit dem Druckbehälter 39 verbunden.

In der Pumpleitung ist ebenfalls ein Sicherheitsventil 23 angebracht.

Außerdem sind beide Druckbehälter 38, 39 untereinander durch Leitungen über den Wärmetauscher 20 und die Stellventile 13, 15, 28 sowie über die Pumpe 19 und die Stellventile 13, 17, 28 verbunden.

Im Ausführungsbeispiel wird ein in der Zeichnung nicht dargestellter Vorratsbehälter für ein verdichtetes Gas verwendet, in dem dieses unter Druck komprimiert und teils verflüssigt vorliegt. Aus dem oberen Teil dieses Vorratsbehälters kann das Reini-

gungsfluid in gasförmiger Phase, aus dem unteren Teil dieses Vorratsbehälters in flüssiger Phase entnommen und in die beiden Druckbehälter 38, 39 eingeleitet werden.

Insbesondere kann das gasförmige Fluid über den Wärmetauscher 20 über die Stellventile 16, 15, 14 in den Druckbehälter 38 und über die Stellventile 16, 15, 28 in den Druckbehälter 39 geleitet werden. Das flüssige Fluid wird über die Pumpe 19 über die Stellventile 18, 17, 14 dem Druckbehälter 38 und über die Stellventile 18, 17, 28 dem Druckbehälter 39 zugeführt.

Umgekehrt kann vom Druckbehälter 38 Reinigungsfluid in den Vorratsbehälter zurückgeführt werden. Insbesondere können gasförmiges Fluid über den Überströmregler 1 und das Stellventil 36 und flüssiges Fluid über den Überströmregler 1 und das Stellventil 37 in den Vorratsbehälter zurückgeleitet werden.

In völlig analoger Weise kann, wie aus der Zeichnung ersichtlich, vom Druckbehälter 39 Reinigungsfluid in den Vorratsbehälter zurückgeführt werden.

Schließlich enthält die erfindungsgemäße Vorrichtung eine Entlüftungsanlage, in der durch Entspannen die gelösten organischen Rückstände vom Fluid abgetrennt werden. Das Fluid kann außerdem in eine Turbine geleitet werden, die einen Teil der beim Entspannen freiwerdenden Energie erneut nutzbar macht, indem sie diese Energie in Rotationsenergie überführt und letztere zur Stromerzeugung verwendet.

Diese in der Zeichnung nicht dargestellte Entlüftungsanlage ist über eine Sonde für flüssiges Fluid 26 und ein motorgetriebenes Stellventil 25 mit dem Leitungssystem zwischen den beiden Druckbehältern 38, 39 verbunden. Somit kann nach dem Reinigungsvorgang verbrauchtes Fluid von den Druckbehältern 38, 39 in die Entlüftungsanlage geleitet werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren dient im Ausführungsbeispiel zur Reinigung von gerade hergestellten Kupferrohren, deren Oberflächen vom Herstellungsprozeß mit Zieh fett überzogen sind. Etwa 700 bis 800 Kupferrohre werden auf jeweils einen Rohrschlitten geladen und diese werden dann auf den Führungsschienen 12 in die beiden Druckbehälter 38, 39 gefahren. Dann werden die Hochdruckdeckel 7 verschlossen.

Als Fluid wird im Handel erhältliches Kohlendioxid verwendet, das aus einem Vorratsbehälter unter Druck bei einer Raumtemperatur von etwa 298° Kelvin entnommen wird. Das Kohlendioxid strömt gasförmig durch die Leitungen bei geöffneten Stellventilen 16, 15 und 14 in den Druckbehälter 38, bis sich ein Druckausgleich mit dem Vorratsbehälter eingestellt hat. Um ein Abkühlen des Kohlendioxids bei der Expansion des Kohlendioxidgases zu verhindern, wird die Temperatur des Gases von dem Wärmetauscher 20 auf etwa 298° Kelvin konstant gehalten. Der Druck

des Kohlendioxidgases bei dieser Temperatur beträgt dann im Druckbehälter 38 etwa 64 bar. Ein Abkühlen des Gases sollte verhindert werden, da dies zum Stocken der an den Rohren anhaftenden ölartigen Rückstände führen und dadurch den Reinigungsprozeß erschweren würde.

Der Druckbehälter 38 ist nun vorgespannt. Jetzt kann flüssiges Kohlendioxid in den Druckbehälter 38 geleitet werden, ohne daß eine Entspannung des verflüssigten Gases eintritt. Die Verbindung zum oberen Teil des Vorratsbehälters wird geschlossen, die Stellventile 18, 17 und 14 werden geöffnet und flüssiges Kohlendioxid aus dem unteren Teil des Vorratsbehälters über die Pumpe 19 in den Druckbehälter 38 geleitet. Das Kohlendioxidgas wird von der einströmenden Flüssigkeit dabei aus dem Druckbehälter 38 heraus über den Überströmregler 1 bei geöffnetem Stellventil 36 in den Vorratsbehälter zurückgedrückt. Die Niveausonde 10 schaltet die Pumpe 19 bei Erreichen des erwünschten Füllstandes ab.

Der Druckbehälter 38 ist jetzt mit flüssigem Kohlendioxid gefüllt. In Vorversuchen wurden gute Reinigungsergebnisse bei Temperaturen zwischen 298° Kelvin und 304° Kelvin erzielt, der Druck lag dabei etwas oberhalb den entsprechenden Dampfdruckwerten. Entsprechende Verhältnisse werden jetzt im Druckbehälter 38 eingestellt, wobei die Temperatur des flüssigen Kohlendioxids mit Hilfe des Wärmetauschers 20 geregelt werden kann. Erfindungsgemäß wird der Reinigungsprozeß mittels einer Umwälzung des flüssigen Kohlendioxids im Druckbehälter 38 durchgeführt. Das Laufrad 6 wird über die Welle 9 angetrieben, wobei die Drehzahl des Laufrades 6 mittels einer Zeitsteuerung taktweise geändert wird. Dadurch wird die Zone, in der bei konstanter Drehzahl keine Umwälzung stattfindet, über den Durchmesser des Druckbehälters 38 verschoben. Die Umwälzung verursacht einen Kohlendioxidstrom, der ständig neue Kohlendioxidmengen an die Rohroberflächen führt, wodurch die Löslichkeitskapazität des gesamten Kohlendioxidvolumens im Druckbehälter 38 genutzt werden kann und der Reinigungsvorgang wesentlich schneller und effizienter abläuft als bei ruhendem Kontakt. Die ölartigen Rückstände auf den Kupferrohren lösen sich und gehen mit dem flüssigen Kohlendioxid in eine einheitliche Phase über.

Die durch die Umwälzung des Fluids erzeugte Reibungswärme führt zu einem Überdruck, der mittels des Überströmreglers 1 abgelassen werden kann. Geringe Mengen an flüssigem Kohlendioxid werden dann in die Versorgungsleitung bei geöffnetem Stellventil 37 zurückgedrückt. Falls dadurch größere Mengen an verunreinigtem Kohlendioxid in diese Versorgungsleitung gelangen sollten, ist es ratsam, während des Reinigungsvorganges einen gesonderten Vorratsbehälter an diese Versorgungsleitung anzuschließen, um das Einströmen von verunreinigtem Kohlendioxid in den Kohlendioxid-Vorrats-

behälter zu vermeiden.

Erfindungsgemäß ist zur Aufrechterhaltung einer konstanten Temperatur des Fluids während des Reinigungsvorganges im Druckbehälter möglich, durch Öffnen der Stellventile 13, 15 und 14 kontinuierlich einen Teil des Fluids durch den Wärmetauscher 20 zu leiten. Dadurch ist gewährleistet, daß die Lösungseigenschaften des flüssigen Kohlendioxids sich während des Reinigungsvorganges nicht unerwünscht ändern.

Der Reinigungsvorgang dauert in diesem Ausführungsbeispiel etwa eine halbe Stunde. Im allgemeinen wird diese Zeitdauer je nach Grad der Verunreinigung der Kupferrohre variiert.

Wenn der Reinigungsvorgang im Druckbehälter 38 beendet ist, wird mit dem Vorspannen des Druckbehälters 39 begonnen. Dazu wird aus dem Vorratsbehälter gasförmiges Kohlendioxid über den Wärmetauscher 20 bei geöffneten Ventilen 16, 15 und 28 in den Druckbehälter 39 geleitet. Anschließend wird aus dem Vorratsbehälter flüssiges Kohlendioxid über die Pumpe 19 bei geöffneten Ventilen 18, 17 und 28 in den Druckbehälter 39 gepumpt. Diesmal wird jedoch nur ein Teil des Behältervolumens mit flüssigem Kohlendioxid gefüllt. Dieser Teil bemißt sich aus der Anzahl der Reinigungsvorgänge, die nötig sind, um die gesamte Behältermenge an flüssigem Kohlendioxid mit den Ölrückständen zu sättigen. In diesem Ausführungsbeispiel beträgt diese Anzahl etwa 7 bis 8 Reinigungsvorgänge, d.h. es genügt, etwa den siebten bis achten Teil des Behältervolumens beim jeweils nächsten Reinigungsvorgang mit reinem flüssigen Kohlendioxid vorzufüllen. Die restliche Menge wird vom vorhergehenden Reinigungsvorgang wiederverwendet. Dazu werden die Ventile 13, 17 und 28 geöffnet und flüssiges Kohlendioxid, das jetzt bereits die ölartigen Rückstände in Lösung enthält, aus dem Druckbehälter 38 in den Druckbehälter 39 gepumpt. Das zum Vorspannen des Druckbehälters 39 verwendete Gas wird dabei in den Druckbehälter 38 geleitet. Dazu werden die Absperrkugelhähne 33 und 2 sowie das Stellventil 29 geöffnet.

Den Füllvorgang mit flüssigem Kohlendioxid beendet die Niveausonde 31. In völlig analoger Weise, wie bereits für den Druckbehälter 38 beschrieben, findet nun der Reinigungsvorgang im Druckbehälter 39 statt.

Im Druckbehälter 38 befinden sich die gereinigten Kupferrohre, die verbliebene Menge an flüssigem Kohlendioxid, das die ölartigen Rückstände enthält, sowie das zur Aufrechterhaltung des Druckes eingeleitete reine Kohlendioxidgas. Dieses Kohlendioxidgas, das aus dem Druckbehälter 38 in den Druckbehälter 39 eingeleitet wurde, verursacht aufgrund der verbliebenen Flüssigkeitsmenge im Druckbehälter 38 einen über dem beim Reinigungsvorgang liegenden Überdruck, wodurch bei der nachfolgenden Entfernung des die Ölrückstände enthaltenden flüssigen

Kohlendioxids garantiert ist, daß diese Rückstände im flüssigen Kohlendioxid gelöst bleiben. Es kann dadurch nämlich keine Entspannung des flüssigen Kohlendioxids auf Drücke erfolgen, die tiefer liegen als beim Reinigungsvorgang. Beim Öffnen der Stellventile 13 und 25 wird diese verunreinigte Kohlendioxidflüssigmenge aus dem Druckbehälter 38 in die Entlüftungsanlage ausgeblasen. Dieser Vorgang ist beendet, wenn die Kohlendioxidflüssigsonde 26 keinen Durchfluß flüssigen Kohlendioxids mehr registriert.

Um die Werkstücke aus dem Druckbehälter 38 zu entfernen, muß der Druck auf Atmosphärendruck gesenkt werden. Dazu wird die Umwälzung des Gases eingeleitet, wenn die Sonde 26 nur noch gasförmiges Kohlendioxid registriert. Die Ventile 13, 15 und 14 werden dann geöffnet und ein Teil des Gases aufgrund des bei der Umwälzung entstehenden Strömungsdruckes über den Wärmetauscher 20 geleitet. Gleichzeitig bleibt das Ventil 25 geöffnet, so daß ein Teilstrom des Gases aus dem Druckbehälter 38 ausgeblasen wird. Die Drucksenkung erfolgt durch diese Maßnahmen bei konstant gehaltener Temperatur. Eine plötzliche Entspannung des Kohlendioxidgases auf Normaldruck wird somit verhindert, was die Bildung von Kohlendioxidschnee und damit auch eine starke Abkühlung des Systems zur Folge hätte.

Beim Ablassen des flüssigen, die ölartigen Rückstände enthaltenden Kohlendioxids findet in der Entlüftungsanlage eine Entspannung statt. Das Kohlendioxid kann dabei über einen einfachen Ölabscheider geführt werden, in dem die ölartigen Rückstände, die aufgrund der starken Abkühlung des Kohlendioxids beim Entspannen stocken und ausfallen, gesammelt werden, und das Kohlendioxid als Gas und Schnee, der bald sublimiert, anfällt.

Günstiger ist das Einleiten des Kohlendioxids in eine Kondensationsturbine, die mit der beim Entspannen freiwerdenden Energie betrieben wird und einen Teil des Stroms zum Betrieb des Wärmetauschers 20 liefern kann. Das ausströmende, von den ölartigen Rückständen befreite Kohlendioxidgas kann nach Verdichtung selbstverständlich wieder einem Vorratsbehälter zugeführt werden.

Dieses Ausführungsbeispiel zeigt den ökonomischen Ablauf des erfindungsgemäßen Verfahrens, mit dem gute Reinigungsergebnisse erzielt werden.

### Patentansprüche

1. Verfahren zur Reinigung von Werkstücken, die organische Rückstände aufweisen, unter Verwendung eines verdichteten Gases, das in einen mit den Werkstücken beladenen Druckbehälter unter Druck eingeleitet wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß ein verflüssigtes oder überkritisches Gas während des Reinigungsvorganges in dem Druckbehälter (38, 39) umgewälzt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Geschwindigkeit der Umwälzung während des Reinigungsvorganges geändert wird.

3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 2, dadurch gekennzeichnet, daß als verflüssigtes oder überkritisches Gas Kohlendioxid verwendet wird.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur des verflüssigten oder überkritischen Gases im Druckbehälter (38, 39) während des Reinigungsvorganges konstant gehalten wird.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß während des Reinigungsvorganges kontinuierlich ein Teil des verflüssigten oder überkritischen Gases aus dem Druckbehälter (38, 39) abgezogen, durch einen Wärmetauscher (20) geführt und dem Druckbehälter (38, 39) anschließend wieder zugeführt wird.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß nach dem Reinigungsvorgang während der Entfernung des die organischen Rückstände enthaltenden verflüssigten oder überkritischen Gases aus dem Druckbehälter (38, 39) die Temperatur des verflüssigten oder überkritischen Gases konstant gehalten wird.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß während der Entfernung des die organischen Rückstände enthaltenden verflüssigten oder überkritischen Gases aus dem Druckbehälter (38, 39) reines verflüssigtes oder überkritisches Gas in den Druckbehälter (38, 39) eingeleitet und dabei der Druck konstant gehalten oder erhöht wird.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die organischen Rückstände durch Entspannung von dem die organischen Rückstände enthaltenden verflüssigten oder überkritischen Gas abgetrennt werden.

9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß das verflüssigte oder überkritisches Gas während der Entspannung in eine Turbine geleitet wird.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß von mindestens einem Teil des die organischen Rückstände enthaltenden verflüssigten oder überkritischen Gases

die organischen Rückstände abgetrennt werden und der restliche Teil zusammen mit reinem verflüssigten oder überkritischen Gas für einen weiteren Reinigungsvorgang verwendet wird.

11. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 10, mit einem zylindrischen Druckbehälter, der Zu- und Ableitungen für verdichtete Gase aufweist, dadurch gekennzeichnet, daß ein erster zylindrischer Druckbehälter (38) ein auf seiner Achse innerhalb des Druckbehälters (38) angebrachtes Laufrad (6) enthält, daß der erste Druckbehälter (38) mit einem analog ausgestatteten zweiten Druckbehälter (39) über mit Ventilen versehenen Leitungen verbunden ist, daß in einer der Verbindungsleitungen eine Pumpe (19) und in dieser oder einer anderen Verbindungsleitung ein Wärmetauscher (20) angeordnet sind, wobei der Wärmetauscher (20) und die Pumpe (19) mit jedem Druckbehälter (38, 39) jeweils durch zusätzliche Leitungen verbunden sind, und daß jeder Druckbehälter (38, 39) mit einem oder mehreren Vorratsbehältern für verdichtete Gase durch weitere Leitungen verbunden ist.

#### Claims

1. Process for cleaning workpieces which exhibit organic residues, using a compressed gas which is introduced under pressure into a pressure vessel loaded with the workpieces, characterised in that a liquefied or supercritical gas is circulated in the pressure vessel (38, 39) during the cleaning operation. 30
2. Process according to claim 1, characterised in that the speed of circulation is altered during the cleaning operation. 40
3. Process according to one of claims 1 to 2, characterised in that carbon dioxide is used as the liquefied or supercritical gas. 45
4. Process according to one of claims 1 to 3, characterised in that the temperature of the liquefied or supercritical gas in the pressure vessel (38, 39) is kept constant during the cleaning operation. 50
5. Process according to one of claims 1 to 4, characterised in that during the cleaning operation a portion of the liquefied or supercritical gas is continuously extracted from the pressure vessel (38, 39), passed through a heat exchanger (20) and then fed back to the pressure vessel (38, 39). 55

6. Process according to one of claims 1 to 5, characterised in that after the cleaning operation during the removal of the liquefied or supercritical gas containing the organic residues from the pressure vessel (38, 39) the temperature of the liquefied or supercritical gas is kept constant. 5
7. Process according to one of claims 1 to 6, characterised in that during the removal of the liquefied or supercritical gas containing the organic residues from the pressure vessel (38, 39) pure liquefied or supercritical gas is introduced into the pressure vessel (38, 39) and in this way the pressure is kept constant or increased. 10
8. Process according to one of claims 1 to 7, characterised in that the organic residues are separated from the liquefied or supercritical gas containing the organic residues by expansion. 15
9. Process according to claim 8, characterised in that the liquefied or supercritical gas is passed into a turbine during the expansion. 20
10. Process according to one of claims 1 to 9, characterised in that the organic residues are separated from at least one portion of the liquefied or supercritical gas containing the organic residues and the remaining portion is used together with pure liquefied or supercritical gas for another cleaning operation. 25
11. Device for implementing the process according to one of claims 1 to 10, with a cylindrical pressure vessel which exhibits inlet and outlet lines for compressed gases, characterised in that a first cylindrical pressure vessel (38) contains a rotor (6) fixed on its shaft inside the pressure vessel (38), in that the first pressure vessel (38) is connected with a second pressure vessel (39) equipped in the same way by means of lines provided with valves, in that a pump (19) is disposed in one of the connecting lines and a heat exchanger (20) is disposed in this or another connecting line, the heat exchanger (20) and the pump (19) being connected to each pressure vessel (38, 39) by additional lines, and in that each pressure vessel (38, 39) is connected with one or more storage containers for compressed gases by further lines. 35

#### Revendications

1. Procédé pour nettoyer des pièces qui comportent des résidus organiques en utilisant un gaz comprimé qui est amené sous pression à un réservoir sous pression chargé de pièces, caracté-

- risé en ce que l'on fait circuler un gaz liquéfié ou surcritique pendant le processus de nettoyage dans le réservoir sous pression (38, 39).
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on fait varier la vitesse de circulation pendant le processus de nettoyage. 5
  3. Procédé selon l'une des revendications 1 à 2, caractérisé en ce que l'on utilise comme gaz liquéfié ou surcritique du dioxyde de carbone. 10
  4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'on maintient constante la température du gaz liquéfié ou surcritique dans le réservoir pressurisé (38, 39) pendant le processus de nettoyage. 15
  5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'on extrait en continu pendant le processus de nettoyage une partie du gaz liquéfié ou surcritique hors du réservoir sous pression (38, 39), on le fait passer dans un échangeur de chaleur (20) et on le ramène ensuite au réservoir sous pression (38, 39). 20  
25
  6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'après le processus de nettoyage, pendant l'évacuation du gaz liquéfié ou surcritique contenant les résidus organiques, hors du réservoir sous pression (38, 39), on maintient constante la température du gaz liquéfié ou surcritique. 30
  7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que pendant l'évacuation du gaz liquéfié ou surcritique contenant les résidus organiques, hors du réservoir sous pression (38, 39), on amène du gaz liquéfié ou surcritique pur dans le réservoir sous pression (38, 39) et on maintient ensuite la pression constante ou bien on l'augmente. 35  
40
  8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que l'on sépare les résidus organiques par détente du gaz liquéfié ou surcritique contenant les résidus organiques. 45
  9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que pendant la détente le gaz liquéfié ou surcritique est envoyé à une turbine. 50
  10. Procédé selon l'une des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que l'on sépare les résidus organiques d'au moins une partie du gaz liquéfié ou surcritique contenant les résidus organiques, et l'on utilise la partie restante avec du gaz liquéfié ou surcritique pur pour processus de nettoyage 55
- supplémentaire.
11. Dispositif pour la mise en oeuvre du procédé selon l'une des revendications 1 à 10, muni d'un réservoir sous pression cylindrique qui comprend des conduites d'amenée et de sortie du gaz comprimé, caractérisé en ce qu'un premier réservoir sous pression cylindrique (38) comporte un rotor de turbine (6) monté sur son axe à l'intérieur du réservoir sous pression (38), en ce que le premier réservoir pressurisé (38) est relié à un deuxième réservoir sous pression (39) équipé de façon analogue, par l'intermédiaire de conduites munies de valves, en ce que dans l'une des conduites de liaison est montée une pompe (19) et dans cette conduite ou dans une autre conduite de liaison est monté un échangeur de chaleur (20), l'échangeur de chaleur (20) et la pompe (19) étant reliés à chaque réservoir sous pression (38, 39) par des conduites supplémentaires, et en ce que chaque réservoir sous pression (38, 39) est relié à un ou plusieurs réservoir de réserve pour gaz comprimé par l'intermédiaires d'autres conduites.

