



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 12.XII.1960 (P 107 495)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 15.IV.1966

48d², 5/02
Kl. 48d², 1/24

MKP C 23 g 5/02

UKD

Właściciel patentu: VEB Chemiefaserwerk Schwarza „Wilhelm Pieck“,
Rudolstadt Thür (Niemiecka Republika Demokra-
tyczna)

Sposób oczyszczania przyrządów i aparatów lub ich części zanieczyszczonych stopionymi poliestrami

1

Wynalazek dotyczy sposobu oczyszczania aparatury zanieczyszczonej stopionymi poliestrami. Sposób ten nadaje się szczególnie do oczyszczania dysz przedziałniczych.

Dotychczas części aparatury zanieczyszczonej stopionymi poliestrami i produktami ich termicznego rozkładu oczyszczają się najczęściej przez wypalanie w temperaturze czerwonego żaru, albo przez traktowanie kwasem azotowym lub stopioną solą. Sposoby te powodują uszkodzenie oczyszczanej aparatury. Jest to szczególnie niekorzystne w przypadku oczyszczania dysz przedziałniczych. Wypalanie powoduje bowiem powstanie zendry, a czyszczenie kwasami lub solą wywołuje silną korozję.

Do oczyszczania aparatury zanieczyszczonej stopionymi poliamidami proponowano w opisie patentu nr 50485 sposób polegający na traktowaniu tej aparatury lub jej części jedno- lub wielowodorotlenowymi alkoholami w temperaturze wyższej niż 250°C, pod ciśnieniem atmosferycznym lub podwyższonym. W procesie tym stopiony poliamid i produkty jego termicznego rozkładu ulegają depolimeryzacji i rozpuszczają się w użytym do oczyszczania alkoholu. Elementy aparatury po wyjściu z kąpeli alkoholowej i ewentualnym przepłukaniu czystym alkoholem, wodą lub kwasami mineralnymi są całkowicie oczyszczone, przy czym podczas procesu czyszczenia nie ulegają one praktycznie żadnej korozji.

2

Stwierdzono obecnie, że sposób ten znajduje również zastosowanie w przypadku oczyszczania aparatury zanieczyszczonej stopionymi poliestrami i produktami ich termicznego rozkładu.

Sposób według wynalazku polega więc na tym, że zanieczyszczone poliestrami i produktami ich termicznego rozkładu elementy traktuje się tak długo w temperaturze powyżej 220°C zwłaszcza w temperaturze 250—300°C jedno- lub wielowodorotlenowymi alkoholami pod ciśnieniem ich par panującym w danej temperaturze, względnie, jeśli alkohole wykazują odpowiednio wysokie temperatury wrzenia, przy ciśnieniu atmosferycznym, aż zarówno czysty jak i skrakowany poliestr zostanie rozłożony do produktów, które pod normalnym ciśnieniem rozpuszczają się w zastosowanym alkoholu lub wodzie, po czym po ochłodzeniu przemywa się oczyszczone elementy wodą lub rozcieńczonymi kwasami mineralnymi, a następnie wodą lub alkoholem.

W procesie oczyszczania prowadzonym sposobem według wynalazku zachodzi pomiędzy poliestrem i produktami jego skrakowania, a alkoholem chemiczna reakcja, na skutek której następuje odbudowa poliestru. W sposobie według wynalazku nie ma więc miejsca zwykle fizyczne rozpuszczanie polimeru, a zachodzi proces chemiczny utworzenia monomerów lub niższych polimerów rozpuszczalnych w alkoholu.

Możliwości oczyszczania aparatury ze stopionych poliestrów za pomocą alkoholi w podwyższonej temperaturze nie można było przewidzieć, gdyż jak wiadomo zanieczyszczenia poliestrowe na aparaturze składają się nie tylko z samych poliestrów, lecz również zawierają produkty ich rozpadu. Depolimeryzacja takich zanieczyszczeń za pomocą gorących alkoholi jest więc faktem nieoczekiwanym.

W sposobie według wynalazku mogą być stosowane alkohole pierwszorzędowe, drugorzędowe lub trzeciorzędowe, również jedno- lub wielowodorotlenowe, w postaci czystej lub w mieszaninie tych alkoholi między sobą i lub z wodą. Stosuje się więc na przykład metanol, etanol, propanole, butanole, glikol, propandiole, butandiole, pentandiole, heksandiole, pinakole, glicerynę i jej pochodne, erytrytol, pentaty, heksty, cykliczne alkohole takie jak mono- i wielohydroksycykloheksan, jak również pochodne tych związków zawierające grupy alkilowe, aryłowe, chlorowce, grupy aminomerkapto, grupy okso, grupy alkoksylowe, aryloksylowe i karboksylowe, aromatyczne alkohole jak fenole, krezole i pochodne tych związków, jak również alkohole alifatyczno-aromatyczne.

Korzystnie jest stosować w sposobie według wynalazku alkohole o wysokiej temperaturze wrzenia, na przykład glikol, również ze względu na jego nieograniczoną rozpuszczalność w wodzie.

W sposobie według wynalazku czas oczyszczania elementów zależy od stosowanej temperatury. W temperaturach poniżej 300°C, czas ten wynosi od 1—4 godzin, natomiast w temperaturach wyższych niż 300°C, czas ten może wynosić tylko 20 minut lub być nawet jeszcze krótszy. Czas oczyszczania można ponadto skrócić przez dodatek katalizatorów, takich jak kwasy mineralne lub chlorek amonu. W przypadkach zastosowania katalizatorów można niekiedy obniżyć temperaturę procesu.

Do płukania oczyszczonych elementów stosuje się wodę, alkohole lub rozcieńczone kwasy mineralne.

Alkohole stosowane w sposobie według wynalazku mogą być wielokrotnie regenerowane przez destylację. Część alkoholu, która uległa estryfikacji podczas reakcji z polimerem, może być przed destylacją ponownie przeprowadzona w alkohol przez hydrolizę estru znanymi metodami jak za pomocą kwasu mineralnego, ługu lub odczynnika Twitchella.

Jako aparaturę do stosowania sposobu według wynalazku można użyć dowolne znane pojemniki, autoklawy zaopatrzone w elementy grzejne. Można również stosować urządzenie opisane w opisie patentu polskiego nr 50485.

Sposób według wynalazku objaśniono poniżej za pomocą przykładów.

Przykład I. Przeznaczone do oczyszczenia elementy umieszcza się w autoklawie. Elementy te ustawia się skośnie na podstawkach, zaopatrzonych w szczeliny lub otworki i całość umieszcza się w autoklawie. Następnie napełnia się autoklaw glikolem tak, aby elementy przeznaczone do czysz-

czenia były zanurzone. Po zamknięciu autoklawu ogrzewa się przez 1—2 godzin do 280°C (ciśnienie 8 atm).

Po ostudzeniu wyjmuje się elementy, przemywa wodą i suszy. W wyniku tego otrzymuje się czyste, błyszczące elementy. Otwory dysz przewodniczących oraz wnętrza pompki przewodniczącej są całkowicie oczyszczone. Otwory dysz nie wymagają przekłucia igłami, jak to konieczne jest przy metodzie wypalania. Wprowadzony glikol pozostawia się w autoklawie; po 5—10-krotnym użyciu oczyszcza się go i regeneruje przez destylację.

Przykład II. Przeznaczone do czyszczenia elementy umieszcza się w autoklawie. Autoklaw napełnia się propanolem aż do przykrycia oczyszczanych elementów. Po zamknięciu autoklawu ogrzewa się go przez 10—14 godzin w temperaturze 220—230°C (ciśnienie około 25—33 atm). Po ostygnięciu otwiera się autoklaw, wyjmuje materiał, przemywa wodą i suszy.

Przykład III. Oczyszczane elementy ogrzewa się z butandiolem — 1,4 (temperatura wrzenia 230°C) w zamkniętym autoklawie przez 1—2 godzin w 250°C (ciśnienie około 1—2 atm). Po ochłodzeniu i otwarciu autoklawu, wyjmuje się materiał, przemywa wodą i suszy.

Przykład IV. Oczyszczone elementy ogrzewa się przez 1—2 godzin w zamkniętym autoklawie z alkoholem fenyletylowym (temperatura wrzenia 220°C przy ciśnieniu 750 mm Hg) w temperaturze 270°C pod ciśnieniem około 2—3 atm i następnie przemywa wodą i suszy.

Przykład V. W naczyniu reakcyjnym zaopatrzonym w chłodnicę zwrotną oczyszczane elementy zadaje się gliceryną albo glikolem trójetylenowym, a całość ogrzewa do wrzenia w ciągu 1—2 godzin pod chłodnicą zwrotną. Temperatura wrzenia gliceryny i glikolu trójetylenowego wynosi około 290°C. Po ochłodzeniu roztworu wyjmuje się materiał i przemywa wodą, albo rozcieńczonym kwasem siarkowym, następnie wodą i w końcu suszy.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oczyszczania przyrządów i aparatów lub ich części, zanieczyszczonych stopionymi poliestrami przez traktowanie alkoholami w podwyższonej temperaturze, **znamienny tym**, że przeznaczone do oczyszczania elementy traktuje się tak długo alkoholami jedno- lub wielowodorotlenowymi w temperaturze wyższej od 220°C, zwłaszcza w temperaturze od 250—300°C pod ciśnieniem ich par panującym w danej temperaturze lub jeśli alkohole wykazują odpowiednio wysokie temperatury wrzenia, pod ciśnieniem atmosferycznym, aż zarówno czysty jak i skrakowany poliestr zostanie rozłożony do produktów rozpuszczających się pod normalnym ciśnieniem w użytym alkoholu lub w wodzie, po czym po ochłodzeniu przemywa się oczyszczone elementy wodą lub rozcieńczonymi kwasami mineralnymi, a następnie wodą lub alkoholem.