



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

229 167

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Přihlášeno 13 12 82

(21) PV 9069-82

(51) Int. Cl.³

C 07 C 21/12,

C 07 C 17/42

(40) Zverejnené 15 09 83

(45) Vydané 01 01 86

(75)
Autor vynálezu

KVAŠŇÁK FRANTIŠEK ing., PRIEVIDZA,
HAMMERSTEIN MILAN ing., NOVÁKY,
KRÁL ALOJZ dipl.tech., DIVIACKA NOVÁ VES,
CANDRÁK JÚLIUS ing.,
KÚDOLA VLADIMÍR ing., PRIEVIDZA,
ŠKVARENINA STANISLAV ing., BOŠANY-BAŠTÍN

(54)

Viackomponentný stabilizátor pre perchlóretylén

229 167

Predmetom vynálezu je viackomponentný stabilizátor pre perchlóretylén, ktorým sa dosahuje komplexný stabilizačný účinok, najmä pri použití, preprave a dlhodobom skladovaní.

Perchlóretylén sa ako rozpúšťadlo používa tak pri chemickom čistení šatstva, ako aj v priemysle pri odmasťovaní kovových dielov a výrobkov. Proces čistenia môže prebiehať v kvapalnej alebo parnej fáze.

Perchlóretylén v čistom stave patrí medzi najčastejšie chlorované rozpúšťadlá. Technický perchlóretylén obsahuje malé množstvo prímiesí, ktoré ovplyvňujú jeho stabilitu, najmä v prítomnosti svetla, vlhkosti, tepla a niektorých kovov. Rozkladné produkty majú kyslý charakter, ovplyvňujú kvalitu perchlóretylénu a negatívne vplyvajú aj na čistené predmety. Najmä čistenie v parách perchlóretylénu vyžaduje zachovanie pôvodných vlastností rozpúšťadla, pretože na rozhraní fáz sa nepriaznivé vplyvy prejavujú vo zvýšenej miere. Preto sa perchlóretylén stabilizuje. Z literatúry je známy veľký počet látok používaných na tento účel. Najčastejšie sa uvádzajú nenasýtené uhľovodíky, rôzne alkoholy, fenoly, ketóny, estery, aminoszlúčeniny, nitrily, étery, epoxidové zlúčeniny a amidy. Na stabilizáciu perchlóretylénu sa pridávajú jednotlivo alebo v zmesiach.

Medzi nevýhody doteraz známych stabilizátorov pre perchlóretylén patrí najmä skutočnosť, že komplexne nezabezpečujú požiadavky na stabilitu perchlóretylénu pri skladovaní, doprave

a použití - i na ochranu materiálov, s ktorými sa pri aplikácii dostáva do styku.

Viackomponentný stabilizátor pre perchlóretylén podľa tohoto vynálezu, ktorý obsahuje aminozlúčeniny a antioxidant, pozostáva z:

- 1 až 10 hmot. dielov 4-metylmorfolínu,
- 1 až 6 hmot. dielov fenolického antioxidantu,
- 1 až 10 hmot. dielov alifatických alkoholov s 3 až 5 uhlíkmi v molekule a/alebo propoxylovaného etyléndiamínu, pripraviteľného pôsobením 0,5 až 3 mólov propylénoxidu na 1 mól etyléndiamínu.

Uvedený stabilizátor sa pridáva k perchlóretylénu v množstve $5 \cdot 10^{-3}$ až $3 \cdot 10^{-1}$ % hmot. Ako výhodu je možné uviesť najmä to, že uvedená stabilizačná sústava pre perchlóretylén obsahuje dostupné, priemyselne vyrábané komponenty. 4-metylmorfolín prechádza najmä pri použití perchlóretylénu na čistenie v parách do parnej fázy a zabezpečuje stabilitu perchlóretylénu aj na rozhraní fáz. Navyše prítomnosť substituovaných fenolov zabezpečuje pasivovanie najmä oceľových materiálov, čo prakticky eliminuje možnosť ich korózie. Pomocou ďalších zložiek sa dosahuje výrazný synergický efekt stabilizačnej sústavy. Z fenolických antioxidantných činidiel sa môže použiť 2,6-di-terc.-butyl-p-krezol a/alebo 2,6 di-terc-butylfenol. Ako alkohol je vhodný propanol, izopropanol, n-butanol, primárny, sekundárny a terciálny butanol a amyl-alkohol. Pod pojem propoxylovaný etyléndiamín zahrňujeme zmes do rôzneho stupňa propoxylovaných etyléndiamínov, ktorá najmä pri menších molárnych množstvách propylénoxidu môže obsahovať aj nezreagovanú východiskovú surovinu - etyléndiamín.

Stabilizačné činidlo podľa vynálezu má optimálny účinok v určitom rozmedzí. Malé množstvo stabilizátora nebabezpečuje dokonalý stabilizačný efekt; veľké množstvo stabilizačný efekt úmerne nezvýši, môže spôsobiť slabé sfarbenie perchlóretylénu a z ekonomického hľadiska nie je výhodné.

Nasledujúce príklady dokazujú vysoký stupeň účinnosti postupu stabilizácie perchlóretylénu podľa vynálezu.

Príklad 1

229 187

Do 500 ml baňky sa vleje 250 ml perchlóretylénu. Tri pliešky (100 x 15 x 1) konštrukčnej ocele triedy II sa vopred upraví premytím 96 % etylalkoholom, vysuší sa prúdom teplého vzduchu a vložia na 24 hodín do exikátora. Potom sa zvažia s presnosťou na 0,1 mg. Pri týchto operáciách treba dbať, aby nedošlo ku styku povrchu pliešku s rukou. Bezprostredne po odvážení sa pliešky dajú do aparatury tak, že jeden sa vloží do varnej baňky, druhý do extrakčného priestoru Soxhletovho prístroja (do kvapalnej fázy). Baňka sa ohrieva elektricky a rýchlosť odparovania perchlóretylénu sa reguluje tak, aby sa Soxhletov prístroj vyprázdnil každých 5 až 8 minút. Perchlóretylén sa za týchto podmienok zahrieva 6 hodín, potom sa pliešky vyberú a odstránia sa z nich korózne produkty morením v Clarkovom roztoku. Po vysušení a zvažení sa vypočíta korózný úbytok hmotnosti, spôsobený perchlóretylénom, od ktorého sa odpočíta úbytok hmotnosti zo slepého pokusu. V perchlóretyléne v baňke sa stanoví obsah chloridov a pH vodného výtrečku. Namerané hodnoty sú uvedené v tabuľke 1.

Príklad 2

Postupom ako v príklade 1 sa odskúšal vplyv perchlóretylénu, stabilizovaného viackomponentným stabilizátorom so zložením 0,01 % hm. 4-metylmorfolínu, 0,001 % hm. antioxidačného činidla, 0,01 % hm. izopropanolu, na koróziu oceľových plieškov. Namerané hodnoty sú uvedené v tabuľke 1.

Príklad 3

Postupom ako v príklade 1 sa odskúšal vplyv perchlóretylénu stabilizovaného viackomponentným stabilizátorom so zložením 0,001 % hm. 4-metylmorfolínu, 0,001 % hm. antioxidačného činidla, 0,01 % hm. n-3 butanolu a 0,001 % hm. oxypropylovaného etyléndiamínu na koróziu oceľových plieškov. Namerané hodnoty sú uvedené v tabuľke 1.

Tabuľka 1

Vplyv perchlóretylénu na koróziu oceľových plieškov

NMM- 4-metylmorfolín
 IPA- izopropanol
 BU- n-butanol

AO4K - 2,6-di-terc-butyl-p-krezol
 EDAPO- propoxylovaný etyléndiamín

Príklad	Úbytok hmotnosti (g/m ² /h)		Stabilizátor (5 hm.)					pH	Chloridy (mg/l)
			varná baňka	Soxhlet. prístroj	AO 4K	IPA	BU	NMM	EDAPO
			parná fáza	kvapalná fáza					
1	1,09	0,85	0,58	0,89	-	-	-	-	-
	0,94	0,98			-	-	-	-	-
2	0,35	0,25	0,19		0,001	0,01	-	0,01	-
	0,47	0,30	0,22		0,001	0,01	-	0,01	-
3	0,12	0,004	0		0,001	-	0,01	0,001	0,001
	0,17	0	0		0,001	-	0,01	0,001	0,001

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

229 187

Viackomponentný stabilizátor pre perchlóretylén obsahujúci aminozlúčeniny a antioxidant, vyznačujúci sa tým, že pozostáva z:

1 až 10 hmot. dielov 4-metylmorfolínu,

1 až 6 hmot. dielov fenolického antioxidantu,

1 až 10 hmot. dielov alifatického alkoholu s 3 až 5 uhlíkmi v molekule a/alebo propoxylovaného etyléndiamínu, pripraviteľného pôsobením 0,5 až 3 mólov propylénoxidu na jeden mól etyléndiamínu.