



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 13.09.77 (P. 200811)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 17.07.78

Opis patentowy opublikowano: 29.11.1980

Int. Cl.² C23G 1/14

CZYTELNIA

Urzedu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Elżbieta Błachowicz, Kazimierz Derlacki, Wacław Luty, Tadeusz Kodura, Janusz Stencel, Anna Zmijewska

Uprawniony z patentu: Instytut Mechaniki Precyzyjnej, Warszawa (Polska)

Środek do sporządzania wodnych alkalicznych kąpieli myjących stosowanych zwłaszcza do mycia natryskowego trudnodostępnych powierzchni części metalowych poddawanych obróbce cieplnej oraz sposób wytwarzania środka do sporządzania wodnych alkalicznych kąpieli myjących

1

Przedmiotem wynalazku jest środek do sporządzania wodnych alkalicznych kąpieli myjących, stosowanych zwłaszcza do mycia natryskowego trudnodostępnych powierzchni części metalowych poddawanych obróbce cieplnej, zwłaszcza w próżni oraz sposób wytwarzania środka do sporządzania wodnych alkalicznych kąpieli myjących. Środek ten zawierający wodorotlenek potasu, pirofosforan czteropotasowy, azotyn sodu, niejonowy tensyd i środki antypieniające stosowany jest szczególnie do mycia części stalowych poddawanych obróbce cieplnej w piecach z wymurówką mulitową i elementami z węgla krzemu.

Kąpiele sporządzone z tego środka szczególnie nadają się do mycia wewnętrznych powierzchni obrabianych cieplnie rur na przykład aluminiowanych zanurzeniowo: szczególnie do mycia w urządzeniach takich jak urządzenia opisane w patentach St. Zjedn. Am. nr 3946455, 3946459. Kąpiele sporządzone z tego środka mogą być też stosowane do mycia zanurzeniowego w urządzeniach wyposażonych w transportery taśmowe.

Środki do mycia trudnodostępnych powierzchni metalowych zawierające wodorotlenek potasu, pirofosforan czteropotasowy, azotyn sodu, tensyd niejonowy oraz środek antypianowy stosuje firma Ipsen Furnaces Ltd z Rochford (USA).

Znane środki służące do sporządzania takich kąpieli zawierają na 1 część wagową tensydu niejo-

2

nowego 1,5 — 2,5 części wagowych wodorotlenku potasu, 3—6 części wagowych pirofosforanu czteropotasowego, do 0,25 części wagowych azotynu sodu i około 0,01 części wagowej środka gaszącego pianę. W dotychczas stosowanych środkach, stosunek całkowitej zawartości wagowej tlenku potasu do sumy zawartości wagowych tlenku potasu i pięciotlenku fosforu zawiera się w granicach od 1:1,48 do 1:1,67.

W znanych środkach, jako niejonowe tensydy stosowane są rozpuszczalne w wodzie produkty polimeryzacji tlenku etylenu w takiej ilości, że na 1 mol zawartego w preparacie tlenku potasowego przypada od 0,46 do 0,6 mola tlenku etylenu związanego w odpowiednim związku: liczba hydroksylowa stosowanego tensydu zawarta jest w granicach od 70 do 80 mg KOH w przeliczeniu na 1 gram zawartego w preparacie tlenku potasu. W dotychczas znanych środkach, niejonowy środek powierzchniowo czynny był ciekły, a wskazane wyżej stosunki między różnymi jego składnikami, a w szczególności znaczny udział niejonowego tensydu i mniejszy udział wodorotlenku potasu powodują, że dotychczasowe środki są ciekłe. Dlatego są niewygodne w transporcie i składowaniu. Kąpiele sporządzone z dotychczas znanych środków dobrze odmywały zanieczyszczenia pochodzące od płynów do obróbki skrawaniem i od olejów hartowniczych, natomiast nie zawsze dobrze odmywały miejsca z zanieczyszczeniami mecha-

nicznymi, a ponadto powodowały niszczenie niektórych typów wymurówek mulitowych.

Środek według wynalazku zawiera na 1 część wagową niejonowego tensydu od 3,5 do 6 części wagowych wodorotlenku potasu, od 6 do 12 części wagowych pirofosforanu potasowego, od 0,3 do 0,6 części wagowych azotynu sodu i od 0,012 do 0,030 części wagowych środka antypieniającego. Korzystnie stosunek całkowitej zawartości wagowej tlenu potasu do sumy zawartości tlenu potasu i pięciotlenku fosforu w środku według wynalazku zawarty jest w granicach od 1:1,32 do 1:1,46. Jako niejonowy tensyd w preparacie według wynalazku stosuje się polioksyetylenowy alkilofenol, korzystnie nonylofenol polioksyetylenowy 8—10 molami tlenu etylenu.

Środek według wynalazku otrzymuje się przez zmieszanie osobno sporządzonych mieszanin tensydu i środka antypianowego oraz soli nieorganicznych. Przy sporządzaniu mieszanin należy przestrzegać odpowiedniej kolejności i intensywności w dodawaniu składników aby nie dopuścić do zbrylenia się środka lub zachodzenia reakcji między składnikami, co może prowadzić do trudności w sporządzaniu kąpieli lub może osłabić ich właściwości myjące. Korzystnie jest jeśli średnica zastępcza cząstek ciał stałych używanych do sporządzania środka nie jest większa od 0,05 mm. Jeżeli używany tensyd jest cieczą lub ciałem stałym to ogrzewa się go do temperatury, w której jest on cieczą o lepkości nie większej od 10P. Sposób według wynalazku polega na tym, że otrzymuje się mieszaninę azotynu sodu i wodorotlenku potasowego, przy czym należy przestrzegać aby temperatura nie przekroczyła 25°C i aby dodawać azotyn sodu do wodorotlenku potasowego a nie wodorotlenek potasowy do azotynu sodu. Następnie do ciągle mieszanej jednorodnej mieszaniny azotynu sodu i wodorotlenku potasu dodaje się z szybkością 0,1—0,25 kg/min. czteropotasowego pirofosforanu, zachowując proporcje ilościowe: 19,4 kg pirofosforanu czteropotasowego na 10 kg mieszaniny azotynu sodu i wodorotlenku potasu. Po każdym 20 minutach dodawania, dodawanie przerywa się na 10 minut, nie przerywając jednak mieszania. Po otrzymaniu jednorodnej mieszaniny soli nieorganicznych dodaje się do niej w proporcji na 10 kg mieszaniny azotynu sodu i wodorotlenku potasu, 1,72 kg uprzednio przyrządzonej mieszaniny tensydu i środka antypianowego zawierającego zwykle krzemionkę koloidalną lub związek litoorganiczny z szybkością 0,01—0,10 kg/min. z tym, że temperatura tej mieszaniny jest zawarta w granicach 15—18°C. Mieszaninę tę otrzymuje się przez powolne dodawanie, mniej niż 10 ml/min, środka antypianowego do intensywnie mieszanego stałego lub ciekłego tensydu.

Środek według wynalazku używany jest do sporządzania alkalicznych wodnych kąpieli myjących stosowanych do mycia natryskowego obrabianych cieplnie części metalowych z trudnodostępnymi powierzchniami. Stosuje się kąpiele myjące o stężeniu 9—12 g/l, a pH takich kąpieli wynosi 11—12,5. Temperaturę stosowanych kąpieli ustala się w granicach 75—85°C, mycie prowadzi się przez

około 3 minuty. Jeżeli myje się części metalowe przed obróbką cieplną to po umyciu są one płukane natryskowo wodą wodociagową o temperaturze 20—25°C. Jeżeli myje się części metalowe po obróbce cieplnej, to nie płucze się umytych detali, dzięki temu powierzchnia umytych detali jest czasowo chroniona przed korozją w warunkach hal fabrycznych.

Środek według wynalazku może być stosowany do sporządzania wodnych kąpieli hartowniczych. Jeżeli roztwór wodny środka stosuje się jako wodny ośrodek hartowniczy, to jego stężenie wynosi 15—180 g/l, zależnie od żądanych właściwości cieplnych ośrodka, przy czym pH roztworów preparatu stosowanych jako chłodziwo hartownicze doprowadza się do wartości 4—5 za pomocą dodawania wodnego roztworu kwasu fosforowego o stężeniu 10—30%. Wartość pH roztworu ustala się w zależności od żądanych właściwości cieplnych ośrodka oraz w zależności od jego stężenia, im wolniej ma chłodzić ośrodek tym bardziej kwaśny ma być roztwór przy tym samym stężeniu środka, natomiast im wolniej ma chłodzić ośrodek tym bardziej winien być stężony przy danej ustalonej wartości pH.

Wstępne próby przemysłowego zastosowania kąpieli sporządzonych z preparatu według wynalazku wykazały całkowitą ich przydatność oraz zalety, a głównie łatwość przyrządzania kąpieli, łatwość kontroli składu, łatwość korekcji składu kąpieli oraz całkowite odmywanie od wszelkich zanieczyszczeń mechanicznych.

Przedmiot wynalazku jest przedstawiony w przykładowym wykonaniu.

Sole nieorganiczne i tensydy przed zastosowaniem do otrzymywania środka rozdrobniono tak, aby średnica zastępcza cząstek nie była większa od 0,05 mm.

Do 16,7 kg wodorotlenku potasu dodano 1,8 kg azotynu sodu porcjami po 0,45 kg. Do ujednoliconiej mieszaniny dodawano ciągle mieszając 36 kg pirofosforanu czteropotasowego z intensywnością 0,20 kg/min. Po dodaniu każdych 4 kg tej soli przerywano na 10 minut jej dodawanie, nie przerywając mieszania. Po dodaniu całej ilości pirofosforanu potasowego mieszaninę wymieszano jeszcze przez 20 minut po czym dodawano do niej z intensywnością 0,01—0,05 kg/min. osobno sporządzonej mieszaniny tensydu i środka antypianowego, zawierającej 3,1 kg nonylofenolu polioksyetylenowanego 8—10 molami tlenu etylenu — Rokafenolu N-8 i 0,087 kg środka antypieniającego — roztworu koloidalnego krzemionki w oleju silikonowym (Silipian 5), której temperatura wynosiła 16°C. Po dodaniu ostatniej porcji mieszaniny tensyd-środek antypianowy, otrzymaną mieszaninę ujednolicono przez 15 minut. W czasie przygotowywania środka ślimak mieszalnika ślimakowego obracał się z szybkością 250 obrotów/min.

Otrzymany preparat ma skład:

wodorotlenek potasu	16,7 kg
azotyn sodu	1,8 kg
pirofosforan czteropotasowy	36,0 kg
Rokafenol N-8	3,1 kg
środek antypieniający	0,087 kg

Skład preparatu w przeliczeniu na 1 część wagową tensydu niejonowego:

1. Rokafenol N-8	1 cz.wag.
2. wodorotlenek potasu	5,39 cz.wag.
3. pirofosforan potasu	11,6 cz.wag.
4. azotyn sodu	0,58 cz.wag.
5. środek antypieniący	0,028 cz.wag.

Skład analityczny otrzymanego preparatu jest następujący:

1. Rokafenol N-8	1 cz.wag.
2. K ₂ O ogólne	11,14 cz.wag.
3. K ₂ O z fosforanów	6,61 cz.wag.
3. P ₂ O ₅	4,99 cz.wag.
4. Na ₂ O	0,24 cz.wag.
5. H ₂ O	0,86 cz.wag.
6. środek antypieniący	0,028 cz.wag.

Stosunek całkowitej zawartości wagowej tlenu potasu do sumy zawartości wagowych tlenu potasu i pięciotlenku fosforu jest następujący. Symbole chemiczne składników w nawiasie kwadratowym oznaczają zawartość składnika wyrażoną w częściach wagowych przypadających na jedną część wagową tensydu.

$$\frac{K_2O}{K_2O + P_2O_5} = \frac{11,14}{11,14 + 4,99} = 1 : 1,46$$

Otrzymany środek jest proszkiem o barwie jasno-kremowej; ciężar nasypowy środka określony zgodnie z polską normą PN-73/G-04531 wynosi 0,86 g/cm³.

Z 40 kg otrzymanego środka sporządzono 4000 l kąpieli myjącej, część jej umieszczono w zbiorniku myjki natryskowej typu SOAG-1600. Kąpiel otrzymano przez dodawanie partii 10 kg preparatu do 2000 l wody ogrzanej do temperatury 80°C i rozcieńczenie otrzymanego roztworu wodą o takiej samej temperaturze. Stężenie otrzymanej kąpieli wynosiło 10 g/l i kąpiel zawierała:

wodorotlenku potasu	2,85 g/l
azotynu sodu	0,3 g/l

pirofosforanu czteropotasowego

	6,3 g/l
Rokafenolu N-8	0,54 g/l
środka antypieniącego	0,01 g/l

pH tej kąpieli wynosił 12,1; pH oznaczono na pehametrze produkcji duńskiej firmy Radiometer. Alkaliczność tej kąpieli wynosiła 7,0 ml 0,1 N roztworu wodnego kwasu solnego. Alkaliczność kąpieli badano przez miareczkowanie 10 ml próbki kąpieli 0,1 N roztworem kwasu solnego wobec oranżu metylowego. Napięcie powierzchniowe kąpieli, oznaczone według normy PN-72/C-04809 wynosiła 30 dyn/cm. Pienistość oznaczono metodą według normy PN-74/C-04801 w temperaturze 20°C po 1 minucie wynosiła 45 mm natomiast po 10 minutach w tej samej temperaturze 20 mm. Pienistość w temperaturze 80°C po 1 minucie — 3 mm, a po 10 minutach — zero mm. Oznaczony według normy PN-74/C-04801 wskaźnik trwałości piany wynosił: w temperaturze 20°C — 44% a w temperaturze 80°C — 0%.

Badania własności korozyjnych otrzymanej kąpieli przeprowadzono na szlifowanych płytkach stalowych o wymiarach 100×80×1 mm i na szli-

fowanych płytkach żeliwnych 75×75×8 mm. Na płytki наносzono około 5 ml kąpieli i pozostawiono aż do wyschnięcia na powietrzu to jest na około 3 godziny. Oceniono wizualnie okiem nieuzbrojonym zmiany korozyjne na powierzchni płytek. Na żadnej z płytek nie stwierdzono śladów korozji. Na kontrolnej płycie żeliwnej, na której badano korozyjność kąpieli o stężeniu 10 g/l sporządzonych z dotychczas znanego środka, około 10 1% powierzchni pokryta była plamami korozyjnymi.

Zdolność myjącą kąpieli oceniono myjąc przed i po hartowaniu w piecu próżniowym, dysze wysokopiętnych silników spalinowych wykonane ze stali gatunku 50H według normy PN-72/H-94030. Hartowano z temperatury 820°C w oleju OH-120 według normy branżowej BN-75/0534-40. Temperatura oleju wynosiła 100°C. Dysze po obróbce mechanicznej myto przez natrysk kąpieli o intensywności 60 ml/cm² sek przez 30 sek; temperatura kąpieli 70—80°C. Przed załadowaniem do pieca detale płukano w wodzie wodociągowej o temperaturze 20°C przez 30 sekund. Po obróbce cieplnej, detale były myte w ten sam sposób, ale nie były płukane, tylko suszone na powietrzu. Skuteczność mycia oceniano wizualnie metodą Springa opartą na założeniu, że na odmytym i opłukanym przedmiocie w miejscach wolnych od zanieczyszczeń pozostaje ciągła warstewka wody, natomiast w miejscach niecałkowicie odmytych następuje przerwanie tej warstewki.

We wszystkich przypadkach, zarówno przed jak i po obróbce cieplnej stwierdzono, że kąpiele myjące o stężeniu 10 g/l sporządzone ze środka będącego przedmiotem wynalazku, odmywają zanieczyszczenia zarówno pochodzące z płynów używanych przy obróbce mechanicznej detali jak i od olejów mineralnych używanych w hartowaniu. Kąpiele te odmywają również zanieczyszczenia mechaniczne.

Zastrzeżenia patentowe

1. Środek do sporządzania wodnych alkalicznych kąpieli myjących stosowanych zwłaszcza do mycia natryskowego trudnodostępnych powierzchni części metalowych obrabianych cieplnie zwłaszcza w próżni, zawierający wodorotlenek potasu, pirofosforan czteropotasowy, azotyn sodu, tensyd niejonowy zwłaszcza polioksyetylowany alkilofenol i środek antypianowy, **znamienny tym**, że na 1 część wagową tensydu niejonowego zawiera 3,5—6 części wagowych wodorotlenku potasowego, 6—12 części wagowych pirofosforanu czteropotasowego, 0,3—0,6 części wagowych azotynu sodu oraz 0,012—0,030 części wagowych środka antypianowego, zawierającego krzemionkę koloidalną lub związek litoorganiczny.

2. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako niejonowym tensydem zawiera nonylofenol poliksyetylowany 8—10 molami tlenu etylenu.

3. Środek według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosunek wagowej całkowitej zawartości tlenu

potasowego do sumy zawartości tlenu potasowego i pięciotlenku fosforu zawarty jest w granicach od 1:1,32 do 1:1,46.

4. Sposób wytwarzania środka do sporządzania wodnych alkalicznych kąpieli myjących stosowanych zwłaszcza do mycia natryskowego trudnodostępnych powierzchni części metalowych obrabianych cieplnie zwłaszcza w próżni, zawierającego wodorotlenek potasu, pirofosforan czteropotasowy, azotyn sodu, niejonowy tensyd, zwłaszcza poliksyetylowany alkilofenol oraz środek antypianowy, **znamienny tym**, że w proporcji na 10 kg jednorodnej mieszaniny azotynu sodu i wodorotlenku potasu podczas ciągłego mieszania dodaje się

19,5 kg pirofosforanu czteropotasowego z szybkością 0,1—0,25 kg/minutę, periodycznie przerywając dodawanie pirofosforanu co 20 minut na 10 minut, nie przerywając jednak mieszania, po czym do otrzymanej mieszaniny dodaje się z szybkością 0,01—0,10 kg/minutę 1,72 kg mieszaniny o temperaturze 15—18°C niejonowego tensydu i środka antypianowego zawierającego krzemionkę koloidalną lub związek litoorganiczny.

5. Sposób według zastrz. 4, **znamienny tym**, że stosuje się azotyn sodu, wodorotlenek potasu, pirofosforan sodu oraz mieszaniny niejonowego tensydu i środka antypianowego o średnicy zastępczej cząstek nie większy od 0,05 mm.