



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

209780

(11)

(B1)

/22/ Prihlášené 10 08 79
/21/ /PV 5478-79/

(51) Int. Cl.³
C 09 K 5/00
H 01 F 27/10

(40) Zverejnené 30 01 81

(45) Vydané 15 02 83

(75)

Autor vynálezu

FANČOVIČ KAROL ing. CSc., BRATISLAVA, KONTRA ANDREJ, MICHALOVCE,
HYŠKA KAREL ing., HUMENNÉ a ČERVENKA ZDENĚK ing., MICHALOVCE

(54) Spôsob prípravy dielektrických kvapalín

1

Vynález sa týka spôsobu prípravy kvapalného dielektrika na báze polychlorovaných difenylov stabilizovaných zlúčeninami obsahujúcimi epoxidické funkčné skupiny.

Polychlorované difenyly sa často používajú vo funkcii kvapalných dielektrik kondenzátorov, transformátorov a v iných netočivých elektrických zariadeniach. Napriek ich vysokej stálosti účinkom elektrického poľa a zvýšenej teploty pri prevádzkovaní elektrického zariadenia uvoľňujú malé množstvo chlorovodíka, ktorý napadá kovové časti zariadenia a zhoršuje dielektrické vlastnosti kvapalného dielektrika.

Rovnako zhoršujú dielektrické vlastnosti kvapalného dielektrika nečistoty ionového charakteru, napríklad soli, voda a podobné. Nečistoty ionového charakteru sa odstraňujú rafináciou polychlorovaných difenylov napríklad hlinkou, stopy chlorovodíka, ktoré vznikajú v priebehu používania elektrického zariadenia, sa odstraňujú pridaním látky schopnej viazať chlorovodík do zlúčeniny, ktorá nie je schopná za daných podmienok disociovať.

Napríklad často používané epoxidické zlúčeniny viažu chlorovodík za vzniku príslušného chlorhydrínu. Hlavným merítkom kvality kvapalného dielektrika je hodnota stratového súčiniteľa $\text{tg } \delta$, ktorá má byť čo najmenšia, pričom sa za vyhovujúce dielektriká počítajú tie, ktoré majú hodnotu $\text{tg } \delta < 5\%$, za veľmi dobré s hodnotami $\text{tg } \delta < 1\%$. Pridaním epoxidického stabilizátora v množstve spravidla do 1 % hmot. dochádza k rádovému zhoršeniu hodnoty $\text{tg } \delta$, čo si vyžiada novú rafináciu kvapalného dielektrika.

Niektoré rafinačné postupy, najmä tie, kde sa používajú ako rafinačné činidlá rôzne aktívne hlinky, znižujú obsah vloženého epoxidického stabilizátora na zlomok pôvodnej hodnoty, či už adsorpciou alebo rôznymi premenami na iné chemické zlúčeniny, ktoré nie sú aktívne. Komerčne dostupné epoxidické zlúčeniny sami obsahujú ionové nečistoty, ako aj stopy vody, ktoré v dôsledku manipulácie s epoxidickou látkou pred vlastným pridaním do dielektrickej

kvapaliny narastajú, pričom častým zdrojom znečistenia sú obaly. Epoxidické zlúčeniny sú veľmi dobré rozpúšťadlá polárnych, ako i nepolárnych látok.

Vyššie uvedené nedostatky sú odstránené spôsobom prípravy dielektrických kvapalín pozostávajúcich z 99,99 až 30 hmot. polychlorovaných difylov a 0,01 až 20 % hmot. látky obsahujúcej jeden alebo viac epoxidických funkčných skupín v molekule s teplotou varu v rozmedzí 150 až 300 °C podľa vynálezu, ktorého podstata spočíva v tom, že sa spoločne predestilováva polychlorovaný difenyl a epoxidická zlúčenina za tlaku 37 kPa, s výhodou pri tlaku 2,7 kPa až 13 kPa a potom rafinuje na molekulových sitách až do dosiahnutia hodnoty stratového súčiniteľa $\text{tg } \delta$ 0,1 až 0,001, s výhodou na hodnotu $\text{tg } \delta$ 0,05 až 0,005.

Produkt chlorácie difenyly spravidla s mernou hmotnosťou 1 390 kg m⁻³ sa prefúkaním vzduchom alebo dusíkom zbaví podstatnej časti chlorovodíka, premyje vodou s obsahom alkálií a po oddelení vodnej vrstvy a filtrácií destiluje sa za zníženého tlaku. Predné podiely obsahujúce vodu, nezreagovaný difenyl a nízkochlorované podiely sa odoberajú do zvláštnej predlohy a vracajú do výrobného zariadenia na dochlôrovanie. Hlavná frakcia obsahujúca prevažne trichlorderiváty difenyly sa odoberá ako produkt, vo varáku zostáva destilačný zvyšok. V priebehu destilácie hlavnej frakcie je možné kedykoľvek, s výhodou však na začiatku odberu hlavnej frakcie pridať do varáku alebo destilačnej kolony potrebné množstvo epoxidického stabilizátora a predestilovať ho s hlavnou frakciou.

Teplota varu epoxidického stabilizátora musí byť nižšia ako konečná teplota destilácie hlavnej frakcie polychlorovaných difenylov, čo spĺňajú v prevažnej miere všetky epoxidické stabilizátory. Takto pripravený produkt sa rafinuje na rafinačnej kolone plnenej vhodným molekulovým sitom, neznižujúcim podstatne obsah epoxidického stabilizátora v polychlorovaných difenylloch.

Hlavnou výhodou postupu podľa vynálezu je odstránenie stabilizácie ako samostatného úkonu, jeho spojenie s destiláciou produktu, čo znižuje pracnosť a šetrí čas. Epoxidický stabilizátor sa týmto opätovným predestilovaním odplyní, odvodní a zbaví nečistôt iónového charakteru. Pri jeho pomalom pridávaní, vlastne nasávaní podtlakom v aparátúre, dochádza k odpareniu už vo voľnom priestore aparatury naplnenej parami vrúcich polychlorovaných difenylov, čím sa šetrne odparí a jeho straty polymeráciou, prešmykmi a inými nežiadúcimi reakciami sú nízke. Spôsob nevyžaduje nákladné zásahy do technologického zariadenia. Na stabilizáciu je možné použiť bežnou technológiou pripravené epoxidické stabilizátory bez nároku na vysokú čistotu. Nezvyšuje sa množstvo z výroby rezultujúcich odpadov. Zlepšuje sa hygiena práce a jej bezpečnosť.

Vynález je bližšie vysvetlený v nasledujúcich príkladoch prevedenia.

P r í k l a d 1

Produkt chlorácie difenyly neutrálnej reakcie s mernou hmotnosťou 1 430 kg.m⁻³ v množstve 1 000 hmot. dielov destilujeme za tlaku 133,32 Pa /1 torr/.

Prvá frakcia o hmotnosti 150 hmot. dielov obsahuje difenyl, monochlordifenyly a dichlor-difenyly, tiež menšie množstvo vyššie chlorovaných difenylov, ako národa pre ďalšiu chloráciu.

Druhá frakcia o hmotnosti 760 hmot. dielov sa destiluje takým spôsobom, že počas destilácie jej prvých podielov sa po kvapkách pridá do varáka 7,5 hmot. dielov fenylglycidyléteru, ktorý s touto frakciou predestiluje. Analýzou bolo stanovené, že z množstva fenylglycidyléteru vloženého do zariadenia predestilovalo s druhou frakciou 95 % hmotnostných fenylglycidyléteru.

Vo varáku zostane približne 100 hmot. dielov destilačného zvyšku. Druhá frakcia stabilizovaná fenylglycidyléterom sa rafináciou na kolone plnenej syntetickým zeolitom o priemere dutiniek 0,5 nm upraví tak, aby hodnota stratového súčiniteľa dosiahla 0,5 %.

P r í k l a d 2

Postup ako v príklade 1 s tým rozdielom, že destilujeme za tlaku 5 kPa; pridáme do varáka 30 hmot. dielov n-butylglycidyléteru a rafinujeme na kolone plnenej syntetickým zeolitom o priemere dutiniek 0,3 nm až do dosiahnutia hodnoty stratového súčiniteľa 3,0 %.

P r í k l a d 3

Postup ako v príklade 1 s tým rozdielom, že destilujeme za tlaku 10 Pa; pridáme do varáka 5,0 hmot. dielov p-krezylglycidyléteru a rafinujeme na kolone plnenej syntetickým zeolitom o priemere dutiniek 0,4 nm až do dosiahnutia hodnoty stratového súčiniteľa 0,3 %.

Dielektrické kvapaliny pripravené spôsobom podľa vynálezu možno použiť pri príprave stabilizovaných dielektrických kvapalín na báze polychlorovaných difenylov, pri príprave regenerovaných dielektrických kvapalín pre použitie v elektrotechnike a všade tam, kde sa požaduje zvýšená istota pri používaní v dlhom časovom období.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob prípravy dielektrických kvapalín pozostávajúcich z 80 až 99,99 hmot. % polychlorovaných difenylov a 0,01 až 20 % hmot. látky obsahujúcej jednu alebo viac epoxidických funkčných skupín v molekule s teplotou varu v rozmedzí 150 až 300 °C vyznačujúci sa tým, že sa spoločne predestilováva polychlorovaný difenyl a epoxidická zlúčenina za tlaku 27 kPa až 1 Pa, s výhodou pri tlaku 2,7 kPa až 13 kPa a potom rafinuje na molekulových sítach až do dosiahnutia hodnoty stratového súčiniteľa $\text{tg } \delta$ 0,1 až 0,001, s výhodou na hodnotu $\text{tg } \delta$ 0,05 až 0,005.