

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA

(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

204611

(11)

(B₁)

(22) Přihlášeno 29 03 79

(21) (PV 2078-79)

(40) Zveřejněno 31 07 80

(45) Vydáno

(51) Int. Cl.³
C OZ C 17/42

COZ C 17/42

(75)

Autor vynálezu

BERÁNEK IVAN ing.,
MUŽÍČEK PETR,
RAJDL JOSEF, ÚSTÍ NAD LABEM
a LINHART BOHUMIL, BOLETICE

(54) Způsob stabilizace perchlorethylenu

Vynález se týká způsobu stabilizace perchlorethylenu při jeho použití k čištění nebo odmašťování materiálů.

Velké množství perchlorethylenu se průmyslově používá k čištění a odmašťování materiálů, jako např. strojních nebo elektrotechnických součástí, textilních vláken, oděvů apod. Čistící nebo odmašťovací proces se zpravidla střídá s regenerací znečištěného perchlorethylenu destilací a odloučením vody. Při aplikaci dochází v důsledku rozkladu perchlorethylenu k značným jeho ztrátám, produkty rozkladu pak působí nepříjemnou korozi zařízení a materiálů.

Perchlorethylen podléhá zvláště působením světla nebo za vyšších teplot oxidačnímu štěpení, které dále urychlují různé katalyzátory jako mastné kyseliny a zejména chloridy kovů vznikající při korozi kovových materiálů působením štěpných produktů. Proto se perchlorethylen při použití k odmašťování nebo čištění stabilizuje přidávkou stabilizačních přísad, jimiž jsou zejména heterocyklické dusíkaté báze jako morfolin, alifapikolin apod. a jejich synergické systémy s alkoholy C₅. Tyto stabilizující přísady se přidávají k perchlorethylenu jednorázově před první aplikací.

Ukázalo se však, že i takto stabilizovaný perchlorethylen podléhá v poměrně krátké době při používání rozkladu. Vedle vyčerpání stabilizační přísady v důsledku její reakce s produkty štěpení, spočívá příčina

této skutečnosti v tom, že dochází k oddělování přísad od perchlorethylenu během jeho regenerace — při destilaci v důsledku rozdílů mezi body varu přísady, resp. jejích komponent a perchlorethylenem, při odlučování vody pak v důsledku značné rozpustnosti dusíkatých bází ve vodě.

Např. při chemickém čištění oděvů bylo pozorováno, že obsah stabilizátorů poklesl při dvojnásobné aplikaci a regeneraci z původní hodnoty $15 \cdot 10^{-4} \%$ hm. na hodnotu menší než $3 \cdot 10^{-4} \%$ hm., přičemž odloučená voda měla pH = 8 až 9 a obsah chloridů asi 0,02 %. Po dalších dvou aplikacích klesl obsah stabilizátoru prakticky na nulu, odloučená voda měla pH = 6,3 a obsah chloridů 0,17 %. Po šesté aplikaci pak bylo pH odloučené vody rovno 1, což odpovídá 0,1 N-HCl. Ani následná neutralizace přidávkou alkálie a nového stabilizátoru nezabránila již dalšímu prudkému štěpení perchlorethylenu.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob stabilizace perchlorethylenu předem stabilizovaného přidávkou látky s obsahem organické dusíkaté báze při jeho používání k čištění anebo odmašťování materiálů, který spočívá v tom, že se obsah stabilizátoru v perchlorethylenu, vyjádřený jako množství NH₃, udržuje nad hodnotou $2 \cdot 10^{-4} \%$ hm. NH₃ opakovaným přidáváním N-methylmorfolinu a 1-butanolu v hmotnostním poměru 1:1 až 10, případně předem rozpuš-

těných v perchlorethylenu. Přidávání stabilizačních přísad lze spojit s přidáváním perchlorethylenu k nahrazení technologických ztrát. Potom se obsah stabilizační přísady v přidávaném perchlorethylenu volí s ohledem na poměr úbytku přísady a perchlorethylenu během používání. Vedle zjednodušené manipulace a dávkování přináší tato alternativa výhodu zejména v nižší hořlavosti roztoku oproti dosud používaným stabilizačním přísadám a v omezení typického zápachu a toxicity dusíkatých bází.

Při postupu způsobem podle vynálezu se podstatně zvýší životnost perchlorethylenu a omezí nepříjemné koroze materiálů a zařízení, jež dosud působily značné škody. Přídavek 1-butanolu může mít kromě toho příznivý vliv v případě čištění oděvů. N-methylmorfolin a 1-butanol mají navíc prakticky stejný bod varu 117°C , který je jen o 4°C nižší než bod varu perchlorethylenu. To zaručuje dobrou stabilizaci perchlorethylenu i v parní fázi a přechod stabilizátoru společně s perchlorethylenem při jeho destilaci.

Příklad 1

Při čištění oděvů perchlorethylenem za tepla se při každém snížení obsahu stabilizační přísady, již je směs N-methylmorfolinu s 1-butanolem v hmotnostním poměru 1:5, na hodnotu asi $3 \cdot 10^{-4} \%$ hm. NH_3 , přidá N-methylmorfolin a 1-butanol, rozpuštěné předem v perchlorethylenu v hmotnostním poměru 2:8:90; v množství 200 ml roztoku na 100 kg perchlorethylenu. Přidávání se opakuje v průměru po 5 až 8 aplikačních cyklech praní - destilace.

Byly provedeny korozní zkoušky konstrukčních materiálů:

A — konstrukční ocel (drát průměru 2 mm)
B — nerezová ocel (drát průměru 2 mm).

Úbytky materiálů vyhodnocené po 30 dnech jsou uvedeny v tabulce 1, kde $\Delta(0)$ je úbytek v případě, že se průběžně nepřidává stabilizátor, $\Delta(I)$ je úbytek v případě postupu podle vynálezu pro stejné počáteční podmínky.

Příklad 2

Model odmašťování kovů v parách: Ve varné baňce, opatřené zpětným chladičem, se 2 kg perchlorethylenu, předem stabilizovaného N-methylmorfolinem s 1-butanolem v hmotnostním poměru 1:5 v množství

$20 \cdot 10^{-4} \%$ hm. NH_3 , udržují při bodu varu za přítomnosti chloridu železitého a za probublávání kyslíkem. Byly měřeny korozní úbytky kovových vzorků

A — konstrukční ocel (plech tl. 2 mm)

B — elektrolytická měď (plech tl. 2 mm)
při postupu bez doplňování stabilizační přísady a při postupu podle vynálezu, kdy byl pravidelně přidáván N-methylmorfolin a 1-butanol v hmotnostním poměru 1:5 v množství 1 g. V tabulce 2 jsou uvedeny úbytky po 138 h. Význam symbolů je stejný jako v tab. 1.

Tabulka 1

pozice	materiál	(0) g.m ⁻²	(I) g.m ⁻²
chladič	A	0,575	0,211
	B	0,050	0,017
vařák	A	0,078	0,052
	B	0,010	0,003
odlučovač vody	A	6,265	1,761
	B	0,288	0,089

Tabulka 2

pozice	materiál	(0) g.m ⁻²	(I) g.m ⁻²
baňka	A	0,612	0,094
	B	4,341	2,240
chladič	A	6,882	0,876
	B	0,792	0,085

Příklad 3

Při odmašťování kovů perchlorethylenem za obvyklé teploty se při každém poklesu obsahu stabilizační přísady, již je triethylamin, na hodnotu $4 \cdot 10^{-4} \%$ hm. NH_3 , přidá směs N-methylmorfolinu, 1-butanolu a perchlorethylenu v hmotnostním poměru 0,5:4,5:95 v množství 500 ml na 100 kg perchlorethylenu. Kvalita perchlorethylenu se sleduje 6 měsíců na plynovém chromatografu.

Po celou dobu sledování si perchlorethylen udržuje toto konstantní složení: 99,975 % hm. C_2Cl_4 , 0,02 % hm. C Cl_4 , 0,005 % hm. CHCl_3 .

Předmět vynálezu

Způsob stabilizace perchlorethylenu, předem stabilizovaného přídavkem látky s obsahem organické dusíkaté báze, při jeho používání k čištění anebo odmašťování materiálů, například kovů, plastických hmot, textilních vláken, textilií, vyznačený tím, že se obsah stabilizátoru v perchlorethyle-

nu, vyjádřený jako množství NH_3 , udržuje nad hodnotou $2 \cdot 10^{-4} \%$ hm. NH_3 opakovaným přidáváním N-methylmorfolinu a 1-butanolu v hmotnostním poměru 1:1 až 10, případně předem rozpuštěných v perchlorethylenu.