

(19) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

PATENTSCHRIFT



(12) Ausschließungspatent

(11) **DD 284 254 A5**

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1
Patentgesetz der DDR
vom 27. 10. 1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) C 23 F 11/02

DEUTSCHES PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) DD C 23 F / 328 817 6 (22) 23.05.89 (44) 07.11.90

(71) VEB Synthesewerk Schwarzheide, Schwarzheide, 7817, DD
(72) Naber, Bernhard, Dipl.-Chem.; Penzel, Ulrich, Dr. Dipl.-Chem.; Möckel, Peter, Dr. rer. nat.; Staerk, Guenter, DD
(73) VEB Synthesewerk Schwarzheide, Schwarzheide, 7817; Spezialchemie Leipzig, Leipzig, 7000, DD

(54) **Herstellungsverfahren von Korrosionsinhibitoren**

(55) Gemisch von Aminen; ökonomisches Verfahren; Destillationsvorlauf; Korrosionsinhibitoren

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Dampfphasenkorrosionsinhibitoren, die zum Schutz von metallischen Oberflächen geeignet sind. Dabei wird als organische Aminkomponente ein Gemisch von Aminen eingesetzt, das den Destillationsvorlauf der Feindestillation von rohem N,N-Dimethylcyclohexylamin (DMCHA) darstellt.

ISSN 0433-6461

3 Seiten

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt zur Erreichung des Zieles die Aufgabe zugrunde, VPI herzustellen, die einen charakteristischen Dampfdruck besitzen und die Korrosion von Metalloberflächen verzögern.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß ein Gemisch von Aminen folgender gaschromatisch ermittelter Zusammensetzung

N,N-Dimethylcyclohexylamin	höchstens	950 g/1 000 g Gemisch
Cyclohexylamin	mindestens	20 g/1 000 g Gemisch
N-Methylcyclohexylamin	mindestens	100 g/1 000 g Gemisch
Verfahrensbedingte inerte Fremdsubstanzen	höchstens	100 g/1 000 g Gemisch

mit schwachen Säuren, wie beispielsweise salpetriger Säure, Phenol, Nitrophenolen, Dinitrophenolen, Benzoesäure, Nitrobenzoesäure, Dinitrobenzoesäuren, linearen oder verzweigten, gesättigten oder ungesättigten Carbonsäuren umgesetzt wird.

Das Amingemisch, welches mit den beispielhaft genannten Säuren zu wirksamen VPI umgesetzt wird, ist der Destillationsvorlauf, der bei der Feindestillation von rohem N,N-Dimethylcyclohexylamin anfällt.

In der Literatur sind VPI, die als reine Stoffe eingesetzt werden, weitaus öfter beschrieben als Gemische von Substanzen, die als VPI wirksam sind. Im Falle der Gemische handelt es sich in jedem Falle um wohldefinierte und in ihrer Wirkung aufeinander abgestimmte Mischungen von chemisch weitgehend einheitlichen Verbindungen. Es war überraschend und für den Fachmann nicht vorhersehbar, daß ein Destillationsvorlauf mit sehr komplexer Zusammensetzung bei Umsetzung mit einer der vorgenannten Säuren zu einem Produkt führt, das in seiner Wirkung als VPI dem beschriebenen Stand der Technik entspricht. Vorteilhaft ist bei dem erfindungsgemäßen Verfahren weiterhin, daß ein Zwangsanfallprodukt, dessen Entsorgung aufwendig ist, in einfacher Weise zu einem Wertstoff umgewandelt wird.

Die Erfindung wird mit folgenden Ausführungsbeispielen näher erläutert:

Ausführungsbeispiele

Ausführungsbeispiel 1

Zur Gewährleistung der äquivalenten Umsetzung wird die Aminzahl des Amingemisches titrimetrisch bestimmt. 3g eines Destillationsvorlaufes der Zusammensetzung (gaschromatographisch)

N,N-Dimethylcyclohexylamin	722 g/1 000 g Gemisch
Cyclohexylamin	36 g/1 000 g Gemisch
N-Methylcyclohexylamin	178 g/1 000 g Gemisch
Fremdsubstanzen	64 g/1 000 Gemisch

werden mit 4,3g o-Nitrophenol gemischt und auf etwa 353K erwärmt. Die Umsetzung verläuft quantitativ und es bildet sich ein orangefarbenes Öl.

Ausführungsbeispiel 2

3g eines Destillationsvorlaufes gem. Ausführungsbeispiel 1 werden mit 5,6g Dinitrophenol gemischt und auf etwa 353K erwärmt. Es bildet sich ein tiefrotes Öl.

Ausführungsbeispiel 3

3g eines Destillationsvorlaufes gem. Ausführungsbeispiel 1 werden mit 6,5g Dinitrobenzoesäure, gelöst in 100ml Wasser, gemischt. Es fällt ein gelber kristalliner Niederschlag, der schnell filtriert und getrocknet wird.

Ausführungsbeispiel 4

Zur Prüfung der Wirksamkeit der gem. Ausführungsbeispiel 1 bis 3 hergestellten Korrosionsinhibitoren werden handelsübliche Stahldrahtnägel mit Perchlorethylen entfettet, mit 10%iger Salzsäure angeätzt und mit Methanol gespült und getrocknet und in einen fest schließenden Glasbehälter (Exsiccator) gebracht. In diesem Behälter befindet sich ein feuchtes Baumwolltuch bzw. feuchter Zellstoff und gegebenenfalls ein etwa 10cm x 10cm großes Stück Filterpapier, das mit den öligen Inhibitoren getränkt ist bzw. 1g der auf Inhibitorwirkung zu prüfenden Festsubstanz. Der Behälter wird fest verschlossen und 72h bei 298 bis 328K belassen. Danach wird die Oberfläche der Stahlnägel beurteilt.

Diese Schnellprüfung erbrachte folgendes Resultat:

ohne Inhibitor	Nägel gleichmäßig gerostet
Inhibitor gem. Beispiel 1	Nägel ohne Rost
Inhibitor gem. Beispiel 2	Nägel ohne Rost
Inhibitor gem. Beispiel 3	Nägel ohne Rost
handelsüblicher Inhibitor (Inhibitor DNP vom VEB Spezialchemie Leipzig)	Nägel ohne Rost