

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

48661

BIBLIOTEKA

Instytut Chemii
Akademii Nauk
Warszawa, Rzeczypospolita Ludowa

Kl. 12 o, 10

MKP C 07 c

43/06

UKD

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 27.II.1963 (P 100 881)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 30.XI.1964

Współtwórcy wynalazku: Henryk Weyna, Janusz Brzeski

Właściciel patentu: Spółdzielnia Pracy Chemików, Gdańsk (Polska)

Sposób wytwarzania wodoronadtlenku metyloetyloketonu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania wodoronadtlenku metyloetyloketonu w postaci roztworu w rozpuszczalniku organicznym.

Znany jest sposób wytwarzania wodoronadtlenku metyloetyloketonu przez utlenianie metyloetyloketonu nadtlaniem tert-butylovym w obecności stężonego kwasu solnego i bezwodnika borowego, a następnie ekstrakcję wodną nieprzereagowanych substratów. Sposób ten wymaga wstępnie otrzymywania nadtlenu izobutyli, co jest związane z dużym nakładem robocizny i kosztów.

Znany jest również sposób wytwarzania wodoronadtlenku metyloetyloketu przez utlenianie metyloetyloketonu 30%-owym wodnym roztworem nadtlenu wodoru (perhydrolem) w obecności kwasu solnego, względnie kwasu azotowego lub w mieszaninie bezwodnika octowego, lodowatego kwasu octowego i kwasu siarkowego.

Wszystkie te sposoby posiadają szereg wad. Sposób utleniania wobec kwasu solnego połączony jest z wydzielaniem się produktów ubocznych o bardzo silnym działaniu drażniącym (lakrymacyjnym). Sposób utleniania w obecności kwasu azotowego wymaga bardzo precyzyjnego utrzymywania parametrów reakcji i stężeń pod groźbą wybuchu. Sposób utleniania wobec bezwodnika i kwasu octowego jest uciążliwy ze względu na stosowanie substancji żrących, kosztowny i mało wydajny.

Wszystkie powyższe sposoby połączone są przede wszystkim z poważnym ryzykiem wynikającym

2

z faktu, że wodoronadtlenek metyloetyloketonu, który jest cieczą o dużej reaktywności i sile wybuchowej, wydziela się w stanie wolnym w postaci oddzielnej warstwy. Produkcja wodoronadtlenku metyloetyloketonu tymi sposobami w większych ilościach wymagałaby więc stosowania zabezpieczeń podobnych do stosowanych w przemyśle materiałów wybuchowych. Uzyskanie produktu w postaci przydatnej do bezpiecznego transportu i stosowania wymagałoby ponadto dodatkowej operacji rozpuszczenia wodoronadtlenku metyloketonu w odpowiednim rozpuszczalniku.

W literaturze fachowej nie opisano sposobu przemysławania wodoronadtlenku metyloetyloketonu, który prowadziłby do usunięcia z niego aktywnych zanieczyszczeń, zwłaszcza pozostałości substratów i kwasów, które obniżają trwałość produktu.

Wymienionych wad i niedociągnięć nie posiada sposób według wynalazku polegający na tym, że do mieszaniny perhydrolu i kwasu siarkowego lub fosforowego wkrapla się powoli, mieszając roztwór metyloetyloketonu w rozpuszczalniku organicznym, przy czym jako rozpuszczalnik organiczny stosuje się rozpuszczalnik nietlony, trudnopalny, nie mieszkający się z wodą i tak dobrany, ażeby otrzymany w toku produkcji roztwór nadawał się do dalszego stosowania zgodnie z przeznaczeniem. Zastosowanie może znaleźć na przykład ftalan dwumetylowy albo inne, estry lub glikole. Rozpuszczalnik winien ponadto działać flegmatyzu-

jąco na wodoronadtlenek metyloetyloketonu. Proces utleniania nadttlenkiem wodoru zachodzi prze-
ważnie w warstwie rozpuszczalnika organicznego. Uzyskany w wyniku utleniania roztwór wodoro-
nadtlenku metyloetyloketonu w rozpuszczalniku organicznym oddziela się następnie od warstwy
wodnej, po czym przemywa jeden lub więcej razy
świeżymi porcjami perhydrolu aż do całkowitego
usunięcia niepożądanych zanieczyszczeń.

Sposób według wynalazku odznacza się dużą wy-
dajnością produktu o bardzo dobrych właściwoś-
ciach, w postaci stosowanej powszechnie w obro-
cie towarowym i przemyśle. Sposób według wy-
nalazku pozbawiony jest ryzyka samozapłonu i wy-
buchu, nie jest połączony z wydzielaniem się
uciążliwych lub szkodliwych par.

Przykład. Do reaktora szklanego lub por-
celanowego wprowadza się 31,8 kg perhydrolu
i schładza się do temperatury 10°C. Uruchamia się
mieszadło, po czym wkrapla się powoli 1,6 kg kwa-
su siarkowego 80%-ego. Następnie do mieszaniny
w reaktorze wkrapla się powoli w ciągu 2 godzin
mieszaninę 10 kg metyloetyloketonu i 76 kg fta-
lanu dwumetylowego utrzymując temperaturę
10°C. Zawartość reaktora miesza się jeszcze w cią-
gu 3 godzin, po czym zatrzymuje się mieszadło.
Zawartość pozostawia się do rozwarstwienia. War-
stwę dolną składającą się z roztworu wodoro-

nadtlenku metyloetyloketonu w rozpuszczalniku wkra-
pla się następnie w ciągu 1 godziny, mieszając do
reaktora szklanego lub porcelanowego zawierają-
cego 15,3 kg perhydrolu oziębionego do tempera-
tury 10°C.

Następnie zawartość miesza się jeszcze w ciągu
2 godzin, a po rozwarstwieniu i wyklarowaniu
dolną warstwę oddziela się i rozcieńcza dodatkowo
taką ilością ftalanu dwumetylowego, aby uzys-
kać ostatecznie produkt o pożądanej zawartości
tlenu aktywnego, na przykład 11,4%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania wodoronadtlenku metylo-
etyloketonu przez utlenianie metyloetyloketonu
perhydrolem w obecności kwasu nieorganicznego,
znamienny tym, że do mieszaniny perhydrolu
i kwasu siarkowego lub fosforowego wkrapla się
mieszając roztwór metyloetyloketonu w nielotnym
i niełatwopalnym rozpuszczalniku organicznym nie
mieszącym się z wodą, na przykład we ftalanie
dwumetylowym, albo innych estrach lub glikolach,
a następnie otrzymany roztwór wodoronadtlenku
metyloetyloketonu w rozpuszczalniku oddziela się
od warstwy wodnej i przemywa świeżymi porcja-
mi perhydrolu jedno lub wielokrotnie, aż do cał-
kowitego usunięcia niepożądanych zanieczyszczeń.

