



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 12.VI.1965 (P 109 600)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 10.V.1967

Kl. 12 o, 5/05

MKP C 07

c 73/00

UKD

Współtwórcy wynalazku: Jerzy Bernacki, mgr inż. Tadeusz Dubla, Kazimierz Turała

Właściciel patentu: Spółdzielnia Pracy Chemików „Argon”, Łódź (Polska)

Sposób wytwarzania nadtlenku benzoilu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nadtlenku benzoilu.

Znane są metody wytwarzania nadtlenku benzoilu z chlorku benzoilu przez działanie nadtlenkiem wodorowym lub nadtlenkiem sodowym w środowisku wodnym, przy czym przy stosowaniu nadtlenku wodorowego reakcję przeprowadzi się z dodatkiem związków wiążących wydzielające się na skutek reakcji jony chlorowe. Jako związki wiążące jony chlorowe, zwykle stosuje się mocne zasady, np. wodorotlenek sodowy lub amoniak, przy czym ze względu na egzotermiczność procesu wiązania chloru, temperatura środowiska wzrasta samorzutnie, co powoduje hydrolizę chlorku benzoilu na kwas benzoesowy i chlorowódor, a tym samym wpływa na obniżenie wydajności procesu. Z tego też względu proces ten przeprowadza się zwykle w temperaturach obniżonych do 0–10°C używając do schładzania środowiska reakcji lodu.

Stosowane w wyżej opisanych metodach środki wiążące jony chlorowe, np. wodorotlenek sodowy lub amoniak, są używane w postaci wodnych roztworów, a więc w postaci ługu sodowego lub wody amoniakalnej. Dodawanie wodnych roztworów tych środków zasadowych wpływa, siłą rzeczy, na rozcieńczenie 30% nadtlenku wodorowego, co powoduje zmniejszenie wydajności procesu oraz przedłuża okres jego trwania. Poza tym w celu zmniejszenia ujemnego wpływu zasado-

2

wości środowiska reakcji, która powoduje hydrolizę chlorku benzoilu i już wytworzonego nadtlenku benzoilu na kwas benzoesowy i kwas nadbenzoesowy, stosuje się dotychczas duże rozcieńczenie masy reakcyjnej wodą.

Podczas zobojętniania jonów chlorowych środkami zasadowymi reakcja ta przebiega egzotermicznie, a konieczność przeprowadzania procesu syntezy nadtlenku benzoilu w temperaturze zbliżonej do 0°C wymaga dodawania dużej ilości lodu, który jeszcze bardziej wpływa na rozcieńczenie nadtlenku wodorowego w środowisku reakcji, a tym samym na zmniejszenie wydajności procesu, nie przekraczającej w warunkach przemysłowych 80% wydajności teoretycznej.

Znane są również metody wytwarzania nadtlenku benzoilu z chlorku benzoilu przy użyciu nadtlenku wodoru w środowisku wodnym w obecności ługu sodowego, przy czym chlorek benzoilu wprowadza się do środowiska reakcji w postaci jego roztworu w rozpuszczalniku organicznym, np. w toluenie, utrzymując temperaturę środowiska w pobliżu 0°C. Metody te są kłopotliwe i kosztowne.

Znana jest poza tym metoda wytwarzania nadtlenku benzoilu z chlorku benzoilu za pomocą nadtlenku wodorowego w środowisku wodnym w obecności wodorotlenku sodowego z dodatkiem kwasu oleinowego, jako czynnika emulgującego. Oczyszczania wytwarzanego w tych warunkach

nadtlenku benzoilu od zanieczyszczeń jest kłopotliwe i kosztowne.

Przewodnią myślą wynalazku jest zwiększenie wydajności procesu wytwarzania nadtlenku benzoilu z chlorku benzoilu i nadtlenku wodorowego w środowisku wodnym, przez zastosowanie jako środka wiążącego wydzielające się na skutek reakcji jony chlorowe, kwaśnego węglanu amonowego.

Sposób według wynalazku polega na tym, że w 30% nadtlenku wodorowym rozpuszcza się kwaśny węglan amonowy i tak otrzymanym roztworem traktuje się chlorek benzoilu w temperaturze 5–10°C przy ciągłym mieszaniu.

Przy rozpuszczeniu kwaśnego węglanu amonowego w nadtlenku wodorowym temperatura tego ostatniego obniża się samorzutnie, ponieważ proces rozpuszczania się kwaśnego węglanu amonowego w środowisku wodnym, jakim jest 30% nadtlenek wodorowy, przebiega endotermicznie. Ponieważ proces syntezy nadtlenku benzoilu prowadzi się bez użycia dodatkowej ilości wody, która dotychczas była niezbędna do rozpuszczania środków wiążących jony chlorowe, stężenie wodorotlenku wodorowego nie ulega zmniejszeniu w środowisku reakcji, co wpływa na zwiększenie wydajności procesu przeprowadzanego w skali technicznej do 95% wydajności teoretycznej.

Stosowanie kwaśnego węglanu amonowego, jako środka wiążącego jony chlorowe, samorzutnie utrzymuje wartość pH środowiska reakcji w granicach 6,3–6,4, co zapobiega rozkładowi chlorku benzoilu, jako produktu wyjściowego, i nadtlenku benzoilu, jako produktu końcowego.

Należy tu podkreślić, że stosowany przy syntezie nadtlenku benzoilu techniczny kwaśny węglan amonowy jest znacznie mniej zanieczyszczony obcymi składnikami, niż techniczny wodorotlenek sodowy, dzięki czemu wytworzony nadtlenek benzoilu nie wymaga dodatkowego oczyszczania i swą czystością odpowiada normom obowiązującym, jako produkt czysty.

Przykład. Do reaktora o pojemności 300 litrów, zaopatrzonego w mieszaninę, wlewa się 50 kg 30% wody utlenionej i wsypuje następnie 35 kg kwaśnego węglanu amonowego przy ciągłym mieszaniu. Po rozpuszczeniu się kwaśnego węglanu amonowego temperatura roztworu samorzutnie opada do 5°C, przy czym wartość pH roztworu wynosi 6,3–6,4.

Do tak przygotowanego roztworu wlewa się przy ciągłym mieszaniu 50 kg chlorku benzoilu, utrzymując temperaturę poniżej 10°C, dodając ewentualnie do środowiska reakcji lodu, co jest zależne od pory roku i temperatury w hali produkcyjnej.

Po upływie około 2 godzin wytwarza się ciastowata masa nie całkowicie przereagowanego chlorku benzoilu z nadtlenkiem benzoilu, która przy dalszym mieszaniu i utrzymywaniu temperatury poniżej 10°C ulega rozdrobnieniu z wydzieleniem się krystalicznego nadtlenku benzoilu, który wpływa na powierzchnię roztworu macierzystego. Zakończenie reakcji poznaje się po zaniku zapachu chlorku benzoilu.

Wydzielone kryształy nadtlenku benzoilu oddziela się od roztworu macierzystego i płucze wodą. Otrzymuje się 41 kg nadtlenku benzoilu, co stanowi 95% wydajności teoretycznej, o czystości odpowiadającej wymaganiom norm technicznych.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania nadtlenku benzoilu z chlorku benzoilu i nadtlenku wodorowego w środowisku wodnym w obecności środka wiążącego wydzielające się podczas reakcji jony chlorowe **znamienny tym**, że jako środek wiążący jony chlorowe stosuje się kwaśny węglan amonowy, który rozpuszcza się w 30% nadtlenku wodoru i tak otrzymanym roztworem traktuje chlorek benzoilu w temperaturze 5–10°C, przy utrzymującej się samorzutnie wartości pH środowiska reakcji w granicach 6,3–6,4.