



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 12.VI.1965 (P 109 599)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 10.V.1967

Kl. 12 o, 5/05

MKP C 07

UKD

c 73/00

Współtwórcy wynalazku: Sławomir Jabłoński, Franciszek Księżak,
Edmund Błaszczuk, Eugeniusz Bryłka, Edward
Rosiński, Leopold Grygiel, Karol Bolechowicz

Właściciel patentu: Spółdzielnia Pracy Chemików „Argon”, Łódź (Pol-
ska)

Sposób wytwarzania nadtlenu benzoilu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania nadtlenu benzoilu.

Znane są metody wytwarzania nadtlenu benzoilu z chlorku benzoilu przez działanie nadtlenu wodorowego lub nadtlenu sodowego w środowisku wodnym, przy czym przy stosowaniu nadtlenu wodorowego reakcję przeprowadza się z dodatkiem związków wiążących wydzielające się na skutek reakcji jony chlorowe. Jako związki wiążące chlor, zwykle stosuje się mocną zasadę taką, jak wodorotlenek sodowy, przy czym ze względu na egzotermiczność procesu wiązania chloru temperatura środowiska wzrasta samorzutnie, co powoduje hydrolizę chlorku benzoilu do kwasu benzoowego i chlorowodoru, a zatem obniżenie wydajności procesu.

Z tego też względu proces przeprowadza się zwykle w temperaturach obniżonych do 0—10°C. Pomimo stosowania niskich temperatur środowiska reakcji, wydajność procesu w warunkach przemysłowych nie przekracza 80% wydajności teoretycznej. Poza tym stosowany w procesie ług sodowy jest otrzymywany z technicznego wodorotlenku sodowego zawierającego związki żelaza, które przechodzą do masy reakcyjnej i zanieczyszczają wytwarzany nadtlenek benzoilu. Aby nadtlenek odpowiadał wymaganiom obowiązujących norm, związki żelaza są usuwane z gotowego produktu za pomocą rozcieńczonego kwasu azotowego. Podraża to koszty produkcji nadtlenu benzoilu,

2

a poza tym komplikuje proces technologiczny. Znane są również metody wytwarzania nadtlenu benzoilu z chlorku benzoilu przy użyciu nadtlenu wodorowego 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. Metoda ta jest kłopotliwa i kosztowna.

Znana jest poza tym metoda wytwarzania nadtlenu benzoilu z chlorku benzoilu za pomocą nadtlenu wodorowego w środowisku wodnym w obecności wodorotlenku sodowego z dodatkiem kwasu oleinowego, jako czynnika emulgującego. Oczyszczanie tak wytwarzanego nadtlenu benzoilu od zanieczyszczeń jest kłopotliwe i kosztowne.

Wynalazek eliminuje te wady i umożliwia zwiększenie wydajności procesu wytwarzania nadtlenu benzoilu z chlorku benzoilu i nadtlenu wodorowego w środowisku wodnym, przez zastosowanie jako środka wiążącego wydzielające się na skutek reakcji jony chloru, wody amoniakalnej.

Sposób według wynalazku polega na tym, że proces wytwarzania nadtlenu benzoilu z chlorku benzoilu i nadtlenu wodorowego w środowisku wodnym przeprowadza się w obecności 25% wody amoniakalnej w dwóch okresach, przy

czym w pierwszym okresie utrzymuje się temperaturę masy reakcyjnej 0—15°C przy wartości pH środowiska 8,0—8,5 przy użyciu nadtlenu wodorowego, wziętym w ilości niewystarczającej do utlenienia całej ilości chlorku benzoilu, po czym wytworzoną ciastowatą masę reakcyjną oddziela się od ługów macierzystych i w drugim okresie dotlenia nadtlaniem wodorowym w temperaturze 0—10°C przy wartości pH środowiska 8,0—8,5, utrzymując tę wartość pH środowiska wodnego również za pomocą wody amoniakalnej.

Wobec dużego rozcieńczenia w środowisku reakcji nadtlenu wodorowego przy znanym jednokresowym przebiegu procesu, zwykle używa się stosunkowo dużego nadmiaru tego nadtlenu wodorowego, a przeprowadzanie procesu syntezy nadtlenu benzoilu w dwóch okresach umożliwia znaczne zmniejszenie nadmiaru nadtlenu wodorowego.

Przy stosowaniu sposobu według wynalazku otrzymuje się nadtlenek benzoilu o wymaganej normami czystości i z wydajnością do 92% wydajności teoretycznej.

Przykład. Do kotła zaopatrzonego w mieszadło ładuje się 100 kg lodu i 50 kg 30% wody utlenionej, po czym dodaje 50 kg chlorku benzoilu i przy ciągłym mieszaniu dozuje 25% wodę amoniakalną utrzymując wartość pH środowiska reakcji 8,0—8,5 i temperaturę 5—15°C. W przypadku wzrostu temperatury powyżej 15°C do masy reakcyjnej dodaje się jeszcze lodu. Po upływie około 2 godzin, na dnie kotła zbiera się gęsta, ciastowata masa, którą oddziela się od roztworu

macierzystego, dodaje 50 kg lodu i zadaje 10 kg 30% wody utlenionej, utrzymując wartość pH środowiska reakcji 8,0—8,5 za pomocą 25% wody amoniakalnej i temperaturę 5—10°C.

Po dalszym mieszaniu z mieszaniny reakcyjnej wydzielają się na powierzchni cieczy drobne kryształy nadtlenu benzoilu, które odsąca się i przemywa wodą. Koniec reakcji poznaje się po zaniku zapachu chlorku benzoilu.

Otrzymuje się 39,5 kg nadtlenu benzoilu o dużej czystości, w postaci białych drobnych kryształów, co odpowiada 91,8% wydajności teoretycznej.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania nadtlenu benzoilu z chlorku benzoilu i nadtlenu wodorowego w środowisku wodnym i przy użyciu zasadowego środka wiążącego chlor, wywiązujący się na skutek reakcji, **znamienny tym**, że proces prowadzi się dwustopniowo przy użyciu wody amoniakalnej, jako środka wiążącego jony chloru, przy czym w pierwszym stopniu utrzymuje się temperaturę 0—15°C przy wartości pH środowiska 8,0—8,5, stosując nadtlenek wodorowy w ilości niewystarczającej do utleniania całej ilości chlorku benzoilu, po czym wytworzoną ciastowatą masę oddziela się i zadaje ponownie nadtlaniem wodorowym w ilości niezbędnej do całkowitego utleniania chlorku benzoilu, utrzymując nadal wartość pH środowiska 8,0—8,5 i temperaturę 0—10°C.