

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
28. August 2003 (28.08.2003)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 03/070632 A1

- (51) Internationale Patentklassifikation⁷: **C01B 15/023** (72) **Erfinder: MAURER, Bernhard**; Pestalozzistrasse 302, A-9710 Freistritz/Drau (AT).
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP03/00443 (81) **Bestimmungsstaaten (national)**: AU, BR, CA, IL, JP, KR, NO, NZ, PL, ZA.
- (22) Internationales Anmeldedatum:
17. Januar 2003 (17.01.2003) (84) **Bestimmungsstaaten (regional)**: europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, SI, SK, TR).
- (25) Einreichungssprache: Deutsch **Veröffentlicht:**
— mit internationalem Recherchenbericht
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch
- (30) Angaben zur Priorität:
102 07 407.0 21. Februar 2002 (21.02.2002) DE *Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.*
- (71) **Anmelder: DEGUSSA AG** [DE/DE]; Bennigsenplatz 1, 40474 Düsseldorf (DE).



(54) **Title:** METHOD FOR PRODUCING HYDROGEN PEROXIDE

WO 03/070632 A1

(54) **Bezeichnung:** VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON WASSERSTOFFPEROXID

(57) **Abstract:** The aim of the invention is to increase the cost effectiveness of an anthraquinone method for the production of hydrogen peroxide comprising a hydrogenating step, an oxidation step and an extraction step. According to the invention, the oxidation waste gas exiting from the oxidation reactor at an excess pressure is guided as a propulsion jet to one or more gas emitters and a vacuum is produced for auxiliary processes, such as drying the working solution, distillation of the aqueous hydrogen peroxide solution and suction of respiratory gases by solvent storage tanks.

(57) **Zusammenfassung:** Die Erfindung richtet sich auf eine Steigerung der Wirtschaftlichkeit des eine Hydrierstufe, eine Oxidationsstufe und eine Extraktionsstufe umfassenden Anthrachinonverfahrens zur Herstellung von Wasserstoffperoxid. Erfindungsgemäß wird das den Oxidationsreaktor mit einem Überdruck verlassende Oxidationsabgas einem oder mehreren Gasstrahlern als Treibstrahl zugeführt und damit Vakuum für Hilfsprozesse, wie Trocknung der Arbeitslösung, Destillation der wässrigen Wasserstoffperoxidlösung und Absaugung von Beatmungsgasen über Lösungsmittelagertanks erzeugt.

Verfahren zur Herstellung von Wasserstoffperoxid

Beschreibung:

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Wasserstoffperoxid nach dem Anthrachinonverfahren und richtet sich insbesondere auf die Verwendung des Oxidationsabgases als Energieträger in verschiedenen Prozessstufen des Gesamtverfahrens.

Bekanntlich wird bei dem sogenannten Anthrachinonverfahren zur Herstellung von Wasserstoffperoxid eine Arbeitslösung, welche ein oder mehrere Anthrachinonderivate als Reaktionsträger in einem organischen Lösungsmittel oder Lösungsmittelgemisch gelöst enthält, in Gegenwart eines Suspensionskatalysators oder eines Festbettkatalysators hydriert. In dieser Hydrierstufe wird zumindest ein Teil des Reaktionsträgers in das entsprechende Anthrahydrochinonderivat überführt. Die vom Katalysator befreite hydrierte Arbeitslösung wird in der nachfolgenden Oxidationsstufe mit Sauerstoff oder mit einem sauerstoffhaltigen Gas, meistens Luft, begast, wobei unter Bildung von Wasserstoffperoxid der Reaktionsträger wieder in die Anthrachinonform überführt wird. In der anschließenden Extraktionsstufe wird das in der oxidierten Arbeitslösung enthaltene Wasserstoffperoxid mit Wasser oder einer verdünnten wässrigen Wasserstoffperoxidlösung extrahiert. Anstelle mittels einer Extraktion lässt sich Wasserstoffperoxid auch mittels einer Desorption aus der oxidierten Arbeitslösung isolieren. Die zurückgewonnene Arbeitslösung wird wieder in die Hydrierstufe rezykliert.

30

Neben den genannten Prozessstufen umfasst das Anthrachinonverfahren eine Reihe von weiteren Prozessstufen

- die für einen wirtschaftlichen Betrieb wesentlich sind, darunter: Konzentrierung und Reinigung der erhaltenen wässrigen Wasserstoffperoxidlösung; Trocknung der aus der Extraktionsstufe zurückgewonnenen Arbeitslösung vor deren
- 5 Rezyklierung in die Hydrierstufe; Regenerierung der Arbeitslösung zwecks Umwandlung von unwirksam gewordenen Reaktionsträgerkomponenten in aktive Komponenten und Regenerierung des Hydrierkatalysators zwecks Aktivierung desselben. Eine zusammenfassende Darstellung des
- 10 Anthrachinonverfahrens, welche in die Offenbarung der vorliegenden Erfindung einbezogen wird, ist Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5th Ed., 1989, Vol. A13, Seiten 447 - 457 zu entnehmen.
- 15 Die Durchführung der Oxidationsstufe erfolgt in einem oder mehreren hintereinander geschalteten Oxidationsreaktoren, welche im Gleichstrom oder im Gegenstrom betrieben werden; Auch eine Kombination beider Ausführungsformen ist bekannt. Bei der technischen Durchführung der Oxidationsstufe werden
- 20 insbesondere solche Maßnahmen ergriffen, welche es ermöglichen, die Verweilzeit der Arbeitslösung in der Oxidationsstufe so kurz wie möglich zu halten, um den Grad einer Nebenproduktbildung zu minimieren. Beispielhafte Ausführungsformen zur Durchführung der Oxidationsstufe sind
- 25 außer dem zuvor genannten Zitat auch der DE-Auslegeschrift 20 03 268 und den US-Patentschriften 3,073,680 und 3,752,885 zu entnehmen.
- 30 Gemäß WO 86/06710 lässt sich die Oxidation in kurzer Zeit und mit geringem technischen Aufwand durchführen, indem die hydrierte Arbeitslösung mit einem oxidierenden Gas in einem Gleichstromreaktor bei Temperaturen unter 100 °C und bei Überdrücken unter 15 bar unter Ausbildung eines koaleszenzgehemmten Systems intensiv begast und das

koaleszenzgehemmte System nach Durchströmen des oder der Oxidationsreaktoren in eine Flüssigphase und in ein Oxidationsabgas aufgetrennt wird.

5 Bei dem zuletzt gewürdigten Verfahren sowie anderen Oxidationsverfahren unter Verwendung von Luft wird das Oxidationsabgas, bevor dieses an die Atmosphäre abgegeben werden kann, entspannt und dann in einer
10 Abgasreinigungsvorrichtung von organischen Lösungsmittelbestandteilen befreit. Bei den Abgasreinigungsvorrichtungen handelt es sich insbesondere um Adsorptionsvorrichtungen, wie Adsorptionstürme, welche mit einem geeigneten Adsorptionsmittel, wie Aktivkohle oder
15 einem natürlichen oder synthetischen oxidischen oder silikatischen Adsorbens, darunter Zeolithe, befüllt sind. Bevorzugtes Adsorptionsmittel ist Aktivkohle. Alternativ hierzu lässt sich das Oxidationsabgas mittels eines Flüssigabsorbers (Gaswäscher) oder durch Ausfrieren von organischen Bestandteilen reinigen.

20

Da die Oxidationsreaktoren mit unter Überdruck stehender Luft betrieben werden, verlässt das Oxidationsabgas auch bei hohem Umsatz des Sauerstoffs der Luft die Oxidationsreaktoren noch mit erhöhtem Druck. Bevor das
25 Oxidationsabgas zwecks Abreicherung der darin enthaltenen organischen Bestandteile in die Abgasreinigungsstufe geleitet wird, muss das üblicherweise in einer Kondensationsstufe zuvor von gelösten Bestandteilen befreite Abgas vollständig oder weitgehend entspannt
30 werden. Bei Verwendung von Aktivkohletürmen zwecks Abgasreinigung werden diese zyklisch regeneriert, indem das adsorbierte Lösungsmittel mit Mitteldruckdampf desorbiert wird.

Wie aus der DE 40 29 784 oder dem zuvor zitierten Ullmann-Zitat (Seite 453 - 454) bekannt ist, lässt sich die Oxidationsstufe zwar unter Einsatz von reinem Sauerstoff anstelle von Luft abgasfrei durchführen, jedoch ist diese Ausführungsform gegenüber der Verwendung von Luft weniger wirtschaftlich. Die Erfindung richtet sich demnach nicht auf Verfahren mit einer abgasfreien Oxidationsstufe.

10 Nachteilig an dem bekannten Verfahren zur Durchführung der Oxidationsstufe unter Verwendung von Luft mit nachfolgender Entspannung des Oxidationsabgases und Reinigung desselben ist, dass bei der Entspannung eine beträchtliche Menge Energie vernichtet wird.

15

Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht somit darin, einen Weg aufzuzeigen, wie die im Oxidationsabgas enthaltene Energie im Rahmen des gesamten Verfahrens zur Herstellung von Wasserstoffperoxid genutzt und damit die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens gesteigert werden könnte.

20

Eine weitere Aufgabe besteht darin, den Einsatz von Fremdenergie zur Erzeugung des an verschiedenen Stellen im Anthrachinonverfahren benötigten Vakuums zu reduzieren.

25

Die Lösung dieser und weiterer Aufgaben, wie sie sich aus der nachfolgenden Beschreibung ergeben, besteht darin, dass das unter Druck stehende Oxidationsabgas als Treibgas für einen oder mehrere Gasstrahler verwendet wird und hiermit das an verschiedenen Stellen des Gesamtprozesses anfallende

30

Beatmungsgas abgesaugt und/oder Vakuum für diverse Hilfsprozesse erzeugt wird.

5 Ein Einsatzgebiet für die Durchführung des erfinderischen Gedankens ist die Vakuumerzeugung in einer Destillationseinheit zur Aufkonzentrierung des wässrigen Wasserstoffperoxids. Zur Vakuumerzeugung wurden bisher Wasserringpumpen oder mit anderen Treibmedien, wie Dampf und Kühlwasser, betriebene Strahler verwendet.

10

Ein weiteres Einsatzgebiet zur Anwendung der erfindungsgemäßen Lösung besteht darin, das Vakuum für Vakuumtrockner, womit die Arbeitslösung vor der Rezyklierung in die Hydrierstufe getrocknet wird, zu erzeugen. Auch hier wurden bisher zur Vakuumerzeugung bekannte Vakuumaggregate, wie Wasserringpumpen und mit anderen Medien, wie Dampf, betriebene Strahler verwendet.

20 Ein weiteres Einsatzgebiet für den erfindungsgemäß zu betreibende Gasstrahler besteht darin, Lösungsmittlemissionen in die Umwelt zu vermeiden, indem an verschiedenen potenziellen Emissionsstellen innerhalb der Produktionsanlage, darunter Beatmungsstutzen von Lösungsmittellagertanks und Arbeitslösungslagertanks Brüden
25 abgesaugt und einer Abgasreinigungsanlage zugeführt werden.

Gegenstand der Erfindung ist demgemäß ein Verfahren zur Herstellung von Wasserstoffperoxid nach dem Anthrachinonverfahren in einer kontinuierlich betriebenen
30 Produktionsanlage, umfassend
(i) eine Hydrierstufe, wobei eine ein oder mehrere

Anthrachinonderivate enthaltende organische Arbeitslösung in Gegenwart eines heterogenen Katalysators hydriert wird, (ii) eine Oxidationsstufe, wobei hydrierte Arbeitslösung unter Bildung von Wasserstoffperoxid oxidiert wird, indem ein sauerstoffhaltiges Oxidationsgas, insbesondere Luft, mit einem Überdruck P_i von mindestens 1 bar in einem Oxidationsreaktor eingeführt und mit der Arbeitslösung aus der Stufe (i) kontaktiert wird, Oxidationsabgas aus dem Oxidationsreaktor abgeführt und bei Bedarf in einer Abgasreinigungsanlage gereinigt wird, und

iii) eine Stufe zur Isolierung des Wasserstoffperoxids aus der oxidierten Arbeitslösung, insbesondere eine Extraktionsstufe, das dadurch gekennzeichnet ist, dass man das Oxidationsabgas, dessen Überdruck P_a kleiner als P_i aber größer als Atmosphärendruck P_0 ist, als Treibgasstrom einem oder mehreren Gasstrahlern zuführt und damit Vakuum für im Anthrachinonverfahren erforderliche Hilfsprozesse erzeugt, insbesondere Vakuum für die Trocknung der extrahierten Arbeitslösung vor der Rückführung derselben in die Hydrierstufe und/oder für die Destillation wässriger Wasserstoffperoxidlösung und/oder zum Ansaugen von Beatmungsgasen an Emissionsstellen von Lösungsmitteldämpfen innerhalb der Produktionsanlage einschließlich Lösungsmittellagertanks.

25

Die Unteransprüche richten sich auf bevorzugte Ausführungsformen des erfindungsgemäßen Verfahrens, darunter die Verwendung der mit Oxidationsabgas betriebenen Gasstrahler zur Herstellung des Vakuums für Destillationskolonnen zwecks Konzentrierung der wässrigen Wasserstoffperoxidlösung, zur Trocknung der aus der Extraktionsstufe kommenden Arbeitslösung sowie zum Absaugen von lösungsmittelhaltigen Gasen aus verschiedenen Emissionsstellen der Produktionsanlage. In Abhängigkeit von der konkreten Ausführungsform der Oxidationsstufe und damit

35

des Mengenanfalls an Oxidationsabgas wird letzteres zur Erzeugung des Vakuums für eine, zwei oder drei der genannten Nutzungsmöglichkeiten verwendet.

- 5 Im Stand der Technik wurden in einer Produktionsanlage zur Herstellung von Wasserstoffperoxid zur Vakuumerzeugung elektrisch betriebene Vakuumpumpen oder mittels Mittel- oder Hochdruckdampf betriebene Dampfstrahler verwendet. Während elektrisch betriebene Vakuumpumpen wartungsintensiv sind und zusätzlich elektrische Energie benötigen, sind die Dampfstrahler zwar wartungsarm, führen aber zu einem Dampf- und Kühlwasserverbrauch und erfordern zusätzlich aufwendige periphere Aggregate zur Kondensataufbereitung. Im erfindungsgemäßen Verfahren wird demgegenüber zwecks
- 10 Vakuumerzeugung und Absaugen von gegebenenfalls lösungsmittelhaltigen Gasen Oxidationsabgas, also das in großer Menge vorhandene Reaktionsrestgas aus der Oxidationsstufe als Treibgas für einen oder mehrere Gasstrahler verwendet. Zur Erzeugung des erforderlichen
- 15 Vakuums für einen Trockner, für die Absaugung organischer Dämpfe und/oder für eine oder mehrere Destillationskolonnen ist keine oder nur eine entsprechend reduzierte Menge an Fremdenergie erforderlich. Zudem kann das Gemisch aus dem Sauggas und dem Treibgas umweltschonend
- 20 in der ohnehin vorhandenen Abgasreinigungsanlage von organischen Bestandteilen befreit werden.
- 25

Das in der Oxidationsstufe eingesetzte Oxidationsgas wird mit einem Überdruck P_1 von mindestens 1 bar, vorzugsweise 2 bis 15 bar und besonders bevorzugt 2,5 bis 5 bar in den Oxidationsreaktor eingeführt. Das den Oxidationsreaktor verlassende Oxidationsabgas weist einen dem Ausnutzungsgrad des im Oxidationsgas enthaltenen Sauerstoffs und dem gesamten Druckverlust innerhalb des Oxidationsreaktors

30

entsprechend reduzierten Überdruck P_a auf. Der Überdruck P_a des Oxidationsabgases ist demgemäß kleiner als der Überdruck P_i und liegt im allgemeinen im Bereich von 1 bis 10 bar, vorzugsweise 1 bis 5 bar und besonders bevorzugt 1,5 bis 4 bar. In Abhängigkeit von der Menge Oxidationsabgas und dessen Überdruck P_a lassen sich ein oder mehrere Gasstrahler betreiben und das Vakuum für eine oder mehrere der zuvor genannten Nutzungsmöglichkeiten erzeugen.

10

Im erfindungsgemäßen Verfahren lassen sich handelsübliche Gasstrahler, welche auch als Strahlpumpen, Injektoren oder Gasstrahlverdichter bezeichnet werden, verwenden. Die Bauart derartiger Gasstrahler ist der Fachwelt bekannt: Der Treibstrahl wird durch eine Düse in einer größeren Mischstrecke entspannt, gleichzeitig wird aus einem Saugstutzen Sauggas angesaugt und das Gemisch aus Sauggas und Treibgas zu einem Druckstutzen gefördert - siehe Ullmann's Enzyklopedie der technischen Chemie, 4. Auflage (1973), Band 3, Seite 172 sowie Firmenschriften von Herstellern von Gasstrahlpumpen, wie beispielsweise Körting Hannover AG.

Die Trocknung der die Extraktion verlassenden feuchten Arbeitslösung, deren Temperatur im allgemeinen im Bereich von 30 bis 75 °C, insbesondere 40 bis 60 °C liegt, kann in einfachen Trocknungsapparaten durchgeführt werden: Geeignet sind beispielsweise Vakuumbehälter mit oder ohne Einbauten, vorzugsweise jedoch ein mit einem Spritzfänger ausgestatteter Behälter oder eine kurze Kolonne. Im Trockner wird unter Verwendung eines mit Oxidationsabgas betriebenen Gasstrahlers ein Vakuum im Bereich von 10 bis 300 mbar (absolut), insbesondere 20 bis 100 mbar (absolut) erzeugt. Das Gemisch aus dem Treibgas und den angesaugten

Brüden wird einer Abgasreinigungsverrichtung zugeführt, insbesondere einer Adsorptionsvorrichtung, umfassend mehrere Aktivkohletürme.

5 In analoger Weise wird das Destillationsvakuum für eine oder mehrere Destillationskolonnen für die Konzentrierung wässriger Wasserstoffperoxidlösung erzeugt. Das Destillationsvakuum liegt im allgemeinen im Bereich von 20 bis 200 mbar, insbesondere bei 50 bis 150 mbar (jeweils
10 absolut). Das Gemisch aus Treibgas und zuvor vorzugsweise zumindest teilweise kondensierten Brüden wird der Abgasreinigungsverrichtung zugeführt, um dort die aus dem Treibstrahl stammenden organischen Bestandteile zurückzuhalten und nach Desorption in den Prozess
15 zurückzuführen.

Zur Vermeidung von Lösungsmittlemissionen aus mit organischen Lösungsmitteln oder Arbeitslösung befüllten Lagertanks werden die Beatmungsgase mittels eines
20 erfindungsgemäß zu betreibenden Gasstrahlers zuverlässig abgesaugt und das Gasgemisch in einer Abgasreinigungsverrichtung von organischen Bestandteilen befreit. Der Saugdruck zum Absaugen von Beatmungsgasen an Entlüftungsstutzen liegt unterhalb Atmosphärendruck,
25 insbesondere im Bereich von 400 bis 900 mbar (absolut).

Das erfindungsgemäße Verfahren lässt sich unter Verwendung von im Stand der Technik bekannten Arbeitslösungen durchführen. Diese enthalten bevorzugt
30 Lösungsmittelgemische aus einem ersten Lösungsmittel, das insbesondere Anthrachinone löst, und einem zweiten Lösungsmittel, das insbesondere die Anthrahydrochinone löst. Bei den als Reaktionsträger wirkenden

Anthrachinonderivaten handelt es sich meistens um 2-Alkylanthrachinone und/oder ihre kernhydrierten 2-Alkyl-beta-tetra-hydroanthrachinone, wobei die Alkylgruppe linear oder/und-verzweigt ist und 2 bis 6 C-Atome enthält. Es hat sich ferner als vorteilhaft erwiesen, zwei verschiedene 2-Alkylanthrachinone und deren Tetrahydroderivate als Reaktionsträger zu verwenden. Beispielhaft wird auf das US-Patent 6,153,169 verwiesen.

Die wesentlichen Vorteile des erfindungsgemäßen Verfahrens liegen darin, dass es möglich geworden ist, die im Oxidationsabgas steckende Druckenergie vor dessen Reinigung im Produktionsprozess zu nutzen, indem Gasstrahler betrieben werden und hiermit an verschiedenen Stellen des Gesamtprozesses benötigtes Vakuum erzeugt wird. Damit wird der Einsatz an Fremdenergie gemindert. Durch das erfindungsgemäße Verfahren lässt sich Wasserstoffperoxid in wirtschaftlicherer Weise gewinnen als dies bisher möglich war.

20

Die Erfindung wird anhand der nachfolgenden Beispiele weiter verdeutlicht.

Beispiel 1: Trocknung der Arbeitslösung

Als Trockner diene ein einfacher Vakuumbehälter mit einem Tropfenfänger. Die aus der Extraktionsstufe kommende feuchte Arbeitslösung wird im oberen Teil des Apparates eingeführt und bei einem Trocknervakuum von 50 mbar (Absolutdruck) getrocknet und am unteren Ende des Apparates abgezogen. Aus dem Trockner wurden 49 kg/h Brüden, bestehend aus Restgasen, Wasser und Lösungsmittelkomponenten mittels eines handelsüblichen

Gasstrahlers und unter Verwendung von Oxidationsabgas als Treibgas angesaugt. Zur Verdichtung der Brüden auf 1050 mbar (absolut) wurde ein Treibgasstrom von 7950 kg/h mit einem absoluten Treibgasdruck von 2,1 bar verwendet. Der für diese Prozessstufe erforderliche Treibgasstrom war kleiner als die Gesamtmenge des Oxidationsabgasstromes, so dass keine Fremdenergie zur Verdichtung des gewünschten Saugstromes erforderlich war.

10 **Beispiel 2: Destillation wässriger Wasserstoffperoxidlösung**

Ausgelegt wurde ein handelsüblicher Gasstrahler zum Erzeugen eines Destillationsvakuums von 97 mbar (absolut). Aus der Destillationskolonne zur Konzentrierung von Wasserstoffperoxid wurden 416 kg/h Brüden, bestehend aus Restgasen, Wasser und Produktkomponenten, angesaugt. Um diese Brüden auf 1050 mbar (absolut) zu verdichten, wurde als Treibstrom Oxidationsabgas in einer Menge von 8915 kg/h mit einem absoluten Treibgasdruck von 5 bar eingesetzt. Dieser Treibgasstrom war kleiner als der zur Verfügung stehende Abgasstrom, so dass auch in diesem Fall zur Vakuumerzeugung keine zusätzliche Energie eingesetzt werden musste.

25 **Beispiel 3: Absaugen von Lösungsmittel über Lösungsmitteltanks**

Zur Vermeidung von Lösungsmittlemissionen wurde ein handelsüblicher Gasstrahler zum Absaugen von Beatmungsgasen aus Entlüftungsstutzen von Lösungsmittellagertanks in der Wasserstoffperoxidanlage mit einem Saugdruck von 750 mbar (absolut) installiert. Aus den saugseitig angeschlossenen Apparaten waren 400 kg/h Brüden, bestehend aus Restgasen und Lösungsmittelkomponenten, anzusaugen. Um diese Brüden auf 1200 mbar (absolut) zu verdichten, wurde der

Gasstrahler mit Oxidationsabgas als Treibgas betrieben, und zwar mit einer Menge von 1390 kg/h bei einem absoluten Treibgasdruck von 2,2 bar.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung von Wasserstoffperoxid nach dem Anthrachinonverfahren in einer kontinuierlich betriebenen Produktionsanlage, umfassend
- 5 (i) eine Hydrierstufe, wobei eine ein oder mehrere Anthrachinonderivate enthaltende organische Arbeitslösung in Gegenwart eines heterogenen Katalysators hydriert wird,
- (ii) eine Oxidationsstufe, wobei hydrierte Arbeitslösung
- 10 unter Bildung von Wasserstoffperoxid oxidiert wird, indem ein sauerstoffhaltiges Oxidationsgas, insbesondere Luft, mit einem Überdruck P_1 von mindestens 1 bar in einen Oxidationsreaktor eingeführt und mit der Arbeitslösung aus der Stufe (i) kontaktiert wird,
- 15 Oxidationsabgas, aus dem Oxidationsreaktor abgeführt und bei Bedarf in einer Abgasreinigungsanlage gereinigt wird, und
- iii) eine Stufe zur Isolierung des Wasserstoffperoxids aus der oxidierten Arbeitslösung, insbesondere eine
- 20 Extraktionsstufe, dadurch gekennzeichnet, dass man das Oxidationsabgas, dessen Überdruck P_a kleiner als P_1 aber größer als Atmosphärendruck P_0 ist, als Treibgasstrom einem oder mehreren Gasstrahlern zuführt
- 25 und damit Vakuum für im Anthrachinonverfahren erforderliche Hilfsprozesse erzeugt, insbesondere Vakuum für die Trocknung der extrahierten Arbeitslösung vor der Rückführung derselben in die Hydrierstufe und/oder für die Destillation wässriger Wasserstoffperoxidlösung
- 30 und/oder zum Ansaugen von Beatmungsgasen an Emissionsstellen von Lösungsmitteldämpfen innerhalb der Produktionsanlage einschließlich Lösungsmittellagertanks.
2. Verfahren nach Anspruch 1,
- 35 dadurch gekennzeichnet,

dass man als Oxidationsgas Luft oder an Sauerstoff angereicherte Luft verwendet und dieses Gas mit einem Überdruck P_i im Bereich von 2 bis 15 bar in den Oxidationsreaktor einleitet.

5 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2,
dadurch gekennzeichnet,
dass man das mit einem Überdruck P_a im Bereich von 1 bis
10 bar aus dem Oxidationsreaktor austretende
Oxidationsabgas als Treibstrahl einem Gasstrahler
10 zuführt.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3,
dadurch gekennzeichnet,
dass man in einem Trockner zur Trocknung der
extrahierten Arbeitslösung mittels eines mit
15 Oxidationsabgas betriebenen Gasstrahlers ein
Trocknervakuum im Bereich von 10 bis 300 mbar (absolut),
insbesondere 20 bis 100 mbar (absolut), erzeugt und das
Gemisch aus Treibgas und angesaugten Brüden einer
Abgasreinigungsvorrichtung zuführt.

20 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3,
dadurch gekennzeichnet,
dass man am Kopf einer Destillationsvorrichtung zur
Konzentrierung wässriger Wasserstoffperoxidlösung
mittels eines mit Oxidationsabgas betriebenen
25 Gasstrahlers ein Destillationsvakuum im Bereich von 20
bis 200 mbar (absolut) erzeugt und das Gemisch aus
Treibgas und zuvor zumindest teilweise kondensierten
Brüden einer Abgasreinigungsvorrichtung zuführt.

30 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3,
dadurch gekennzeichnet,
dass man zur Vermeidung von Lösungsmittlemissionen aus
organische Lösungsmittel oder Arbeitslösung enthaltenden
Lagertanks Beatmungsgase mittels eines mit
Oxidationsabgas betriebenen Gasstrahlers mit einem

Saugdruck im Bereich von unterhalb Atmosphärendruck bis 400 mbar (absolut) absaugt und das Gemisch aus Treibgas und angesaugten Gasen einer Abgasreinigungsvorrichtung zuführt.

- 5 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6,
dadurch gekennzeichnet,
dass man das Gemisch aus Treibgas und abgesaugten Gasen
in einer Adsorptionsanlage durch eine Schüttung eines
Adsorptionsmittels, insbesondere Aktivkohle oder ein
10 Zeolith, leitet und dabei von organischen Bestandteilen
befreit.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7,
dadurch gekennzeichnet,
dass man das Oxidationsabgas zum Betreiben eines ersten
15 Gasstrahlers zum Zwecke der Absaugung von
Lösungsmitteldämpfen aus Lagertanks und eines zweiten
und/oder dritten Gasstrahlers zum Erzeugen des Vakuums
für die Trocknung der Arbeitslösung und/oder einer
Destillationskolonne verwendet.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP 03/00443A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 C01B15/023

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 C01B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

WPI Data, PAJ, EPO-Internal, INSPEC, COMPENDEX

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 4 485 084 A (MCINTYRE WILLIAM A) 27 November 1984 (1984-11-27) the whole document ----	1
A	WO 86 06710 A (OESTERR CHEM WERKE) 20 November 1986 (1986-11-20) cited in the application the whole document ----	1
A	US 2 369 912 A (GEORGE PFLEIDERER ET AL) 20 February 1945 (1945-02-20) column 2, line 50 - line 54 ----	1
A	GB 769 515 A (OLIN MATHIESON) 6 March 1957 (1957-03-06) page 3, line 54 - line 89 -----	1,5

 Further documents are listed in the continuation of box C. Patent family members are listed in annex.

° Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *&* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

29 April 2003

Date of mailing of the international search report

09/05/2003

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Van der Poel, W

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 03/00443

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date			
US 4485084	A	27-11-1984	AT 31287 T	15-12-1987			
			CA 1215818 A1	30-12-1986			
			DE 3468006 D1	21-01-1988			
			EP 0174411 A1	19-03-1986			
			ES 8603342 A1	16-04-1986			
			JP 1014162 B	09-03-1989			
			JP 1531288 C	15-11-1989			
			JP 60180904 A	14-09-1985			
			MX 161311 A	05-09-1990			
			NO 843774 A , B,	26-03-1985			

			WO 8606710	A	20-11-1986	WO 8606710 A1	20-11-1986
						AT 47819 T	15-11-1989
AU 587257 B2	10-08-1989						
AU 5868186 A	04-12-1986						
CA 1283273 A1	23-04-1991						
DE 3666797 D1	14-12-1989						
EP 0221931 A1	20-05-1987						
IN 168293 A1	09-03-1991						
JP 62502821 T	12-11-1987						
ZA 8603259 A	30-12-1986						

US 2369912	A	20-02-1945	NONE				

GB 769515	A	06-03-1957	NONE				

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 7 C01B15/023

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
IPK 7 C01B

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

WPI Data, PAJ, EPO-Internal, INSPEC, COMPENDEX

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	US 4 485 084 A (MCINTYRE WILLIAM A) 27. November 1984 (1984-11-27) das ganze Dokument	1
A	WO 86 06710 A (OESTERR CHEM WERKE) 20. November 1986 (1986-11-20) in der Anmeldung erwähnt das ganze Dokument	1
A	US 2 369 912 A (GEORGE PFLEIDERER ET AL) 20. Februar 1945 (1945-02-20) Spalte 2, Zeile 50 - Zeile 54	1
A	GB 769 515 A (OLIN MATHIESON) 6. März 1957 (1957-03-06) Seite 3, Zeile 54 - Zeile 89	1,5

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

29. April 2003

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

09/05/2003

Name und Postanschrift der internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Van der Poel, W

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP 03/00443

Im Recherchenbericht angeführtes Patentedokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung			
US 4485084	A	27-11-1984	AT 31287 T	15-12-1987			
			CA 1215818 A1	30-12-1986			
			DE 3468006 D1	21-01-1988			
			EP 0174411 A1	19-03-1986			
			ES 8603342 A1	16-04-1986			
			JP 1014162 B	09-03-1989			
			JP 1531288 C	15-11-1989			
			JP 60180904 A	14-09-1985			
			MX 161311 A	05-09-1990			
			NO 843774 A ,B,	26-03-1985			

			WO 8606710	A	20-11-1986	WO 8606710 A1	20-11-1986
AT 47819 T	15-11-1989						
AU 587257 B2	10-08-1989						
AU 5868186 A	04-12-1986						
CA 1283273 A1	23-04-1991						
DE 3666797 D1	14-12-1989						
EP 0221931 A1	20-05-1987						
IN 168293 A1	09-03-1991						
JP 62502821 T	12-11-1987						
ZA 8603259 A	30-12-1986						

US 2369912	A	20-02-1945	KEINE				

GB 769515	A	06-03-1957	KEINE				
