

3996 - 30/301 et al.

004860

HOLL. P A T E N T Nr. 55114.

182

K.

Verfahren zur Herstellung von Wasserstoffperoxyd aus unvollkommenen Verbrennungsprodukten von gasförmigen Kohlenwasserstoffen durch fraktionierte Destillation nach Entfernung oder Umwandlung der vorhandenen organischen Peroxyden.

(eingereicht am 5. August 1941, erteilt am 15. März 1943).

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Wasserstoffperoxyd aus unvollkommenen Verbrennungsprodukten gasförmiger Kohlenwasserstoffe.

Die partielle Verbrennung von gasförmigen Kohlenwasserstoffen mit zwei oder mehr Kohlenstoffatomen, wie Ethan, Propan, Buthan und Isobuthan, kann so vorgenommen werden, dass ein flüssiges Peroxyd enthaltendes Oxydationsprodukt entsteht. Unter sehr speziellen Reaktionsbedingungen, wie beschrieben in Patentanfragen 97.591 Ned.1) und 97.592 Ned.2), können sogar Produkte entstehen, die in der Hauptsache Wasserstoffperoxyd enthalten.

Die Produkte der unvollkommenen Verbrennung enthalten nahezu immer auch mehr oder weniger grosse Mengen an organischen Peroxyden, nämlich Oxyalkylperoxyden von folgender Struktur:



in der R_1 und R_2 Alkylreste vorstellen. Es kann wichtig sein aus den diesbezüglichen Reaktionsprodukten Wasserstoffperoxyd in reiner Form zu gewinnen. Will man dies jedoch direkt durch fraktionierte Destillation erreichen, dann ist die ~~Explosionsgefahr~~ Explosionsgefahr sehr gross.

Laut Erfindung hat sich nun herausgestellt, dass man Explosionsgefahr entgeht, wenn man die Destillation vornimmt, nachdem die organischen Peroxyden entfernt oder umgewandelt sind.

Dies kann so vorgenommen werden, dass man die organischen Peroxyden in Säure umwandelt, wozu man das Verbrennungsprodukt einige Zeit, vorzugsweise zwischen 40° und 100° C erwärmt. Zweckmässig beendet man diese Behandlung, wenn aus der Analyse hervorgeht, dass alle organischen Peroxyden in Säure umgewandelt sind. Ein weiteres Fortsetzen der Behandlung, bei der die Säure weiter oxydiert werden (z.B. zu Kohlendioxyd), ist nicht ökonomisch, weil dies auf Kosten von wertvollem Wasserstoffperoxyd geschieht, wogegenüber keine Kompensation steht.

B e i s p i e l .

Ein unvollkommenes Verbrennungsprodukt von Propan wurde hergestellt dadurch, dass eine Mischung von Propan und Sauerstoff, in einem Volumverhältnis von 9 : 1, in ein kugelförmiges, mit einem Kühlmantel versehenes Reaktionsgefäss geführt wurde, in dessen Innern sie auf eine Temperatur von 465° C gebracht wird. Pro 360 cm³ Flüssigkeit enthielt dieses Produkt 4750 mg aeq. Peroxyden, von denen 30% organische Peroxyden und 70% Wasserstoffperoxyd waren. Die Flüssigkeit wurde während 1/2 Stunde auf 70° C erwärmt. Die organischen Peroxyden waren dann in Säure umgewandelt. Dann wurde die Flüssigkeit in folgender Weise fraktioniert destilliert :

Die zu destillierende Flüssigkeit wurde in einen Destillierkessel, worauf sich eine Rektifiziersäule befand, gebracht. Die Temperatur war ca 50° C an der unteren Seite und ca 35° C an der oberen Seite der Säule, während der Druck ca. 40 mm betrug; unter diesen Umständen verliess eine Mischung von Wasser und Säure die Spitze der Säule und Wasserstoffperoxyd blieb Bodenprodukt. Die Mischung von Wasser und Säure trat etwa in der Mitte in eine zweite Rektifiziersäule, die 20 Boden enthielt und in der die Bedingungen

- 1) Hierauf wurde später Patent Nr. 52521 erteilt.
- 2) Hierauf wurde später Patent Nr. 52522 erteilt.

so waren - nämlich eine Temperatur von ca. 40° C. an der unteren Seite und ca. 34° C. an der Spitze und ein Druck von ca. 40 mm - dass an der Spitze nur Wasserdampf austrat, während sich in dem sich unter der Säule befindenden Gefäß die organischen Säure, eventuell als Azeotrop mit Wasser, anhäuft. Der oben aus der zweiten Säule tretende Wasserdampf passierte einen Kühler und wurde in den Destillierkessel zurückgeführt, sodass dort endgültig eine säurefreie wässrige H_2O_2 -Auflösung (ca. 12%-ig) entstand.

Der Vorteil dieser Destillationsweise liegt darin, dass man H_2O_2 während der ganzen Destillation als wässrige Auflösung behält, sodass Zersetzung und Explosion ausgeschlossen sind.

P a t e n t a n s p r ü c h e :

- 1.) Verfahren zur Herstellung von Wasserstoffperoxyd aus unvollkommenen Verbrennungsprodukten gasförmiger Kohlenwasserstoffe, dadurch gekennzeichnet, dass das Wasserstoffperoxyd durch fraktionierte Destillation gewonnen wird, nachdem die vorhandenen organischen Peroxyden entfernt oder umgewandelt sind.
- 2.) Verfahren laut 1.), dadurch gekennzeichnet, dass die organischen Peroxyden durch Umwandlung in Säure, wozu das unvollkommene Verbrennungsprodukt einige Zeit, vorzugsweise auf eine Temperatur zwischen 40 und 100° C erwärmt wird.
- 3.) Verfahren laut 1.) oder 2.), dadurch gekennzeichnet, dass die fraktionierte Destillation so vorgenommen wird, dass eine Mischung von Wasser und Säure aus der Spitze einer ersten Rektifiziersäule tritt und Wasserstoffperoxyd Bodenprodukt bleibt, die oben aus der Säule tretende Mischung in eine zweite Rektifiziersäule, etwa in der Mitte gebracht wird, und der oben aus dieser Säule kommende Wasserdampf über einen Kühler in den Destillierkessel zurückgeführt wird.