



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 195 21 200 B4** 2006.06.29

(12)

Patentschrift

(21) Aktenzeichen: **195 21 200.2**
(22) Anmeldetag: **10.06.1995**
(43) Offenlegungstag: **12.12.1996**
(45) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: **29.06.2006**

(51) Int Cl.⁸: **C01B 7/19** (2006.01)
C01B 7/01 (2006.01)

Innerhalb von drei Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten (§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 2 Patentkostengesetz).

(73) Patentinhaber:
Fluorchemie Dohna GmbH, 01809 Dohna, DE

(74) Vertreter:
**Heyner, K., Dipl.-Ing. Dr.-Ing.habil., Pat.-Anw.,
01277 Dresden**

(72) Erfinder:
**Rocktäschel, Christian, Dr., 50181 Bedburg, DE;
Lehmann, Helmut, 01809 Dohna, DE**

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
gezogene Druckschriften:
DE 38 35 934 A1
CH 3 91 671

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Entfernung von Chlorwasserstoff aus Fluorwasserstoffsäure**

(57) Hauptanspruch: Verfahren zur Entfernung von Chlorwasserstoff aus Fluorwasserstoffsäure, dadurch gekennzeichnet, dass die Konzentration des Dreistoffsystems HF/HCl/H₂O durch den Zusatz von höher konzentrierter Fluorwasserstoffsäure über eine Gesamtsäurekonzentration von mehr als 55 % (als HF berechnet) gebracht wird und dass mit Hilfe eines inerten Gases Chlorwasserstoff aus dem nunmehr unbeständigen Dreistoffsystem HF/HCl/H₂O ausgeblasen wird, wobei der Vorgang des Ausblasens von Chlorwasserstoff aus dem Dreistoffsystem HF/HCl/H₂O bei Temperaturen knapp unterhalb des Siedepunktes durchgeführt wird.

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Entfernung von Chlorwasserstoff aus Fluorwasserstoffsäure, die bei Synthesevorgängen von organischen Fluorverbindungen anfällt.

[0002] Es ist bekannt, dass bei der Synthese von organischen Fluorverbindungen durch katalytische Umsetzung mit Fluorwasserstoff oftmals eine verdünnte Fluorwasserstoffsäure (Dünnsäure) anfällt, deren Gehalt 15 bis 55 % HF beträgt. Daneben enthält diese Dünnsäure noch 0,5 bis 5 % Chlorwasserstoff. Das dabei vorliegende Dreistoffsystem HF/HCl/H₂O lässt sich nicht trennen.

[0003] Einer weiteren problemlosen Verwendung der Dünnsäure für andere chemische Prozesse sind damit Grenzen gesetzt.

Stand der Technik

[0004] Aus der Patentliteratur sind lediglich Verfahren bekannt, wonach u.a. Chlorwasserstoff aus Abgasen ggf. bei gleichzeitiger Herstellung von Schwefelsäure und Salzsäure entfernt wird (DE 38 35 934 A1, DE 39 21 578 A1, DE 40 36 281 A1). Bei dem aus DE 36 11 886 C1 bekannten Verfahren zur Entfernung von Chlorwasserstoff und Chlor aus Verbrennungsgasen wird gleichzeitig Salzsäure gewonnen.

[0005] Die DE 38 35 934 A1 offenbart ein Verfahren zur Entfernung von Schwefeldioxid und Chlorwasserstoff aus Abgasen bei gleichzeitiger Herstellung von Schwefelsäure und Salzsäure. Dabei wird SO₂ an feuchter Aktivkohle katalytisch oxidiert und durch Wasser als Dünnsäure ausgespült. Das anfallende Gemisch aus dünner Salz- und Schwefelsäure wird durch Verdampfung von Wasser und Chlorwasserstoff im heißen Rauchgasstrom auf eine dem HCl-H₂SO₄-Gleichgewicht entsprechende Schwefelsäure mit einer Konzentration von 40 bis 80 % aufkonzentriert. Dabei kann die Auswaschung des Chlorwasserstoffs in mehreren parallel oder in Reihe geschalteten Wäschern mit unterschiedlichen Säurekonzentrationen erfolgen.

Aufgabenstellung

[0006] Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren zu entwickeln, mit dem es möglich wird, Chlorwasserstoff nahezu vollständig aus dem Dreistoffsystem HF/HCl/H₂O abzuscheiden.

[0007] Eine erfindungsgemäße Lösung dieser Aufgabe ist im Patentanspruch 1 angegeben. Weiterbildungen der Erfindung sind in den Unteransprüchen gekennzeichnet.

[0008] Bei den Bemühungen, die verdünnte Fluor-

wasserstoffsäure (Dünnsäure) einer allseitigen weiteren Verwendung zuzuführen wurde gefunden, dass das Dreistoffsystem HF/HCl/H₂O oberhalb eines Gehaltes von 55 % Gesamtsäure (als HF berechnet) nicht mehr beständig ist und der Chlorwasserstoff das System gasförmig verlässt.

[0009] Die Aufkonzentrierung des Dünnsäuregehaltes auf mehr als 55 % Gesamtsäure (als HF berechnet) erfolgt dabei durch ein Vermischen mit höher konzentrierter Fluorwasserstoffsäure, siehe Anspruch 1.

[0010] Gute Ergebnisse bei der Verfahrensdurchführung lassen sich nach Anspruch 2 mit Gesamtsäurekonzentrationen (als HF berechnet) im Bereich von 65 bis 85 % erzielen.

[0011] Der Vorgang der gasförmigen Chlorwasserstofftrennung aus dem Dreistoffsystem HF/HCl/H₂O kann durch Einblasen von Luft unterstützt werden, s. Anspruch 3. Erfindungsgemäß soll das Ausblasen von Chlorwasserstoff aus dem Dreistoffsystem bei Temperaturen knapp unterhalb des Siedepunktes stattfinden. Bei Einhaltung dieser Betriebs- bzw. Prozessbedingungen können letztlich Chlorwasserstoffgehalte von weniger als 0,01 % HCl erreicht werden.

[0012] Zur weiteren Erläuterung der Erfindung wird auf die Patentansprüche verwiesen. Einzelheiten, Merkmale und Vorteile der Erfindung ergeben sich auch aus der nachfolgenden Beschreibung eines Beispiels.

Ausführungsbeispiel**Beispiel:**

[0013] 244 g einer Dünnsäure mit einem Gehalt von 54,3 % Gesamtsäure (als HF berechnet) und einem Gehalt von 3,1 % Chlorwasserstoff werden mit 256 g einer 94,5 %igen Fluorwasserstoffsäure in einem Gefäß unter Rühren vermischt. Dabei kann das Entweichen von gasförmigem Chlorwasserstoff beobachtet werden. Nach 10 Minuten betrug der Chlorwasserstoffgehalt nur noch 0,33 %.

[0014] Durch anschließendes Einblasen von Luft (1,25 l/min) konnte der Chlorwasserstoffgehalt nach 10 Minuten auf 0,06 % und nach weiteren 10 Minuten auf 0,01 % HCl gesenkt werden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Entfernung von Chlorwasserstoff aus Fluorwasserstoffsäure, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Konzentration des Dreistoffsystems HF/HCl/H₂O durch den Zusatz von höher konzentrierter Fluorwasserstoffsäure über eine Gesamtsäurekonzentration von mehr als 55 % (als HF be-

rechnet) gebracht wird und dass mit Hilfe eines inerten Gases Chlorwasserstoff aus dem nunmehr unbeständigen Dreistoffsystem HF/HCl/H₂O ausgeblasen wird, wobei der Vorgang des Ausblasens von Chlorwasserstoff aus dem Dreistoffsystem HF/HCl/H₂O bei Temperaturen knapp unterhalb des Siedepunktes durchgeführt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass eine Gesamtsäurekonzentration (als HF bezeichnet) zwischen 65 und 85 % eingestellt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass als inertes Gas Luft verwendet wird.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen