



P - 4869.-

173771

173771

28 MAY 1946

MEMORIA DESCRIPTIVA  
para solicitar

173771

P A T E N T E            D E            I N V E N C I O N  
en  
E S P A Ñ A  
por VEINTE años

a nombre de BUFFALO ELECTRO-CHEMICAL COMPANY, INC., entid-  
dad norteamericana, establecida en Buffalo, Nueva York,  
Estados Unidos de América, por:

"UN METODO PARA FABRICAR PEROXIDO DE HIDROGENO".-

-----

Este invento se refiere a la manufactura de peróxido  
de hidrógeno, y más en particular a la producción de peróxido  
de hidrógeno de cualquier pureza o concentración deseada, in-  
cluyendo concentraciones mayores que las usuales, cercanas a  
5 una pureza de 100% de peróxido de hidrógeno.

Se produce el peróxido de hidrógeno por destilación de  
soluciones acídicas que contienen un persulfato. Estas solu-  
ciones podrán ser ácido persulfúrico o sales acidificadas de  
ácido persulfúrico, clasificadas todas como persulfato acidi-  
10 ficado. Describimos aquí el invento con referencia al sulfa-  
to y persulfato de amonio acidificados.

Según los métodos conocidos de producir peróxido de hi-  
drógeno se obtiene un producto acuoso cuya concentración es



1173771

20  
15 más o menos de 30%  $H_2O_2$ , y que contiene muchas impurezas que, en la mayoría de los casos, son catalizadores de descomposición que rinden un producto relativamente inestable. Por tal razón se ponen estabilizadores químicos en el peróxido de hidrógeno acuoso del comercio para darle estabilidad, y como resultado, gran parte del producto comercial contiene de 500 a 20 1250 miligramos por litro, de residuos no volátiles (más o menos), así es que el producto queda menos apropiado para ciertos usos, comparado con productos más puros.

25 Las tentativas para concentrar el producto comercial de 30% de modo que resulte un producto acuoso con mayor contenido de oxígeno activo han sido infructuosas en la práctica industrial. Si se concentra el peróxido de hidrógeno común para 30 reducir su contenido de agua, se aumenta la presencia de esos catalizadores a medida que se concentra más la solución. La concentración en esta forma produce pérdidas enormes de oxígeno activo. Desde hace muchos años se ha reconocido la ventaja de poder reducir el costo de transporte si se pudiera hacer peróxido de hidrógeno de mayor concentración en escala comercial; pero todavía no se ha descubierto ningún método que llene estos requisitos. Aun cuando en general es suficiente la concentración normal de 30% por volumen, en algunos 35 casos se requieren concentraciones mayores que las que pueden obtenerse económicamente, a la vez que un alto grado de estabilidad.

40 Un fin de este invento es proveer un método para preparar peróxido de hidrógeno de cualquier pureza o concentración deseadas, mayores que las normales al presente en uso, y que se acercan al 100% de contenido de peróxido de hidrógeno; con la ventaja de que se produce un peróxido de hidrógeno normalmente estable sin adición de compuestos estabilizadores.

45 Otro fin es proveer un método de destilación, por el cual pueden destilarse soluciones que generan vapores de pe-



173771

↓  
róxido de hidrógeno, para obtener soluciones más concentradas  
y de mayor pureza, sin pérdida excesiva del oxígeno activo,  
como la que causa la creciente concentración de catalizadores  
50 de descomposición en la solución que se destila.

Describiremos el método de este invento ilustrativamente  
con referencia a la aplicación del invento al procedimiento  
regular de persulfato de amonio; pero se comprenderá que el  
invento es aplicable en general a todo persulfato ácido. Se-  
55 gún el procedimiento regular de persulfato, se evapora la so-  
lución inicial de persulfato acidificado para producir vapores  
de peróxido de hidrógeno, que son rectificadas después para  
producir una solución de 30% de concentración de peróxido de  
hidrógeno, por peso, y que contiene considerables cantidades  
60 de impurezas perjudiciales para la estabilidad del producto.  
Este peróxido, después de añadirle estabilizadores, es el  
producto que se fabrica ahora en general para el comercio.

Según este invento, se evapora parcialmente el producto  
no estabilizado, de modo que la mayor parte de las impurezas  
65 se quedan en la solución, cuyo peso se ha reducido mucho pero  
cuya concentración de peróxido de hidrógeno se ha aumentado.  
Los vapores de esa evaporación tienen bastante concentración  
de peróxido de hidrógeno, así es que cuando se les rectifica  
mediante la columna de tipo usual de placas o de empaquetadu-  
70 ras, se obtiene como subflujo una solución de peróxido más  
concentrada y más pura que la solución inicial. Se retira el  
residuo del alambique, y este residuo contendrá en solución  
todas las impurezas que contenía la solución inicial, y a la  
vez arrastrará un poco del peróxido de hidrógeno de dicha so-  
75 lución inicial. La repetición de esta destilación, con el  
destilador rectificado, dará un producto de pureza y concentra-  
ción mayores que en la primera destilación; y podrán repetir-  
se sucesivamente las destilaciones hasta obtener cualquier  
pureza o concentración deseadas.



173771

80 Los residuos que se retiran de una o más operaciones de  
destilación contendrán una proporción de peróxido de hidróge-  
no y la mayor parte de las impurezas de la solución original,  
y se les retorna a la fuente de base del procedimiento, en la  
que se produce inicialmente el peróxido de hidrógeno, a fin  
85 de que no haya pérdida de este peróxido. Como la mayoría de  
las impurezas del peróxido de hidrógeno son los mismos elemen-  
tos de las soluciones usadas en el procedimiento de base, re-  
tornarán así a su misma fuente original. Las otras impure-  
zas, como las que recoge incidentalmente el producto, son al  
90 fin purgadas en el sistema combinado, pues en los procedimien-  
tos de base empleados se incluyen etapas de purificación para  
la eliminación de tales impurezas.

Como el aumento combinado de concentración y pureza se  
obtiene en todas las diferentes etapas, se comprenderá que la  
95 pureza aumenta progresivamente con el aumento en la concentra-  
ción; y esta práctica es esencial no sólo para la estabilidad  
del producto final sino también para la estabilidad de los  
productos intermedios del proceso de producción; y a la vez  
es esencial para la aplicación en salvo del procedimiento.

100 Nos referimos al plano anexo, que muestra esquemática-  
mente la aplicación del procedimiento de producir peróxido de  
hidrógeno por destilación de persulfato de amonio. En su as-  
pecto general, el sistema comprende una pluralidad de evapo-  
radores o alambiques, de los que se ven tres en el plano, nu-  
105 merados 10, 30 y 50, y su objeto es evaporar parcialmente la  
solución que reciben, manteniéndose en el minimum el tiempo  
de contacto entre la solución y el alambique caliente, a fin  
de reducir lo más posible toda oportunidad de descomposición  
del oxígeno activo de las soluciones. Se determina el grado  
110 de evaporación en cada alambique según lo determinen la econo-  
mía del procedimiento y la cantidad de purga requerida para  
mantener las impurezas en el sistema dentro del nivel deseado.



173771

28

En el sistema ilustrado, de las cuatro columnas o torres de empaquetadura provistas, las columnas 17 y 15 siguen al alambique 10, la columna 35 sigue al alambique 30, y la columna 55 sigue el alambique 50. Estas columnas o torres tienen el propósito común de aumentar la proporción del componente de más alta ebullición, el peróxido de hidrógeno, con respecto a su proporción en los vapores de alimentación, saliendo dicho componente con el líquido que se descarga por el fondo de la torre, y quedando muy poco o nada del mismo componente de más alta ebullición en los vapores que salen por la cabeza de la torre. Las dimensiones, construcción y materiales de la torre se determinan, como de costumbre, totalmente de acuerdo con las características químicas y físicas, y con el equilibrio de vapor de la torre de vapores de alimentación.

En el diagrama anexo, el grupo que incluye el alambique 10, la torre 17, el separador 21, la torre 15 y el condensador 27 representa un método común de destilar persulfato.

Entre los alambiques y sus torres asociadas se montan los separadores 21, 41 y 61, cuyo objeto es proveer el máximo de separación entre el líquido y los vapores, pues el arrastre de líquido por los vapores envuelve el arrastre de impurezas dañinas hacia el condensado de la siguiente torre, y la magnitud de las subsiguientes operaciones dependerá de la perfección de esa separación.

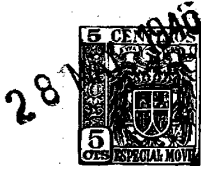
Las otras partes mayores del sistema comprenden cuatro condensadores 27, 37, 57 y 67. Los tres primeros con condensadores parciales y van montados en las torres 15, 35 y 55. Estos condensadores proveen el necesario reflujo o bajada de líquido en las torres asociadas, mediante la condensación parcial de los vapores que salen por arriba de las torres. El resto del vapor de agua pasa al condensador total 67, donde se condensa y es retirado del sistema.



El evaporador 10 puede ser de tipo común, aunque se prefiere uno que provea el minimum de contacto entre la solución y el alambique caliente, para reducir la pérdida por descomposición. Este evaporador es normalmente un tubo vertical calentado por afuera, provisto de los tubos conductores de calor 13 resistentes contra la acción química de la carga de alimentación, como los llamados tubos de Karbato, o de grafito. Entra el vapor en el casco que rodea a los tubos por 11, bajo presión regulada, todo en la forma usual. La solución de la carga comprende una mezcla acuosa de ácido sulfúrico y una substancia que genera vapores de peróxido de hidrógeno al calor, v.gr., ácido sulfúrico, persulfato acidificado, como el que se obtiene de las celdas de persulfato en que se oxidan anódicamente el ácido sulfúrico o las sales de sulfato ácido, más el residuo de los otros alambiques de peróxido de hidrógeno. Se alimenta esta carga en el evaporador 10 por la boca de entrada 14 del fondo del evaporador.

Se evapora la solución de carga en los tubos verticales 13 del evaporador 10, y el concentrado con los vapores generados entran por arriba de la torre 17. La torre 17 puede ser del tipo común de placas o empaquetadura, y de materiales que se adapten a su contacto con las soluciones empleadas. El vapor que entra por el fondo de la torre 17, por la entrada 18, sube en contracorriente con el líquido que baja, y al hidrolizarse el resto del persulfato de la solución se escapa el peróxido de hidrógeno de la solución de carga, de la torre 17 al separador 21, como una concentración débil de peróxido de hidrógeno en vapor de agua.

Debido a que la concentración del peróxido de hidrógeno de la fase líquida de la solución evaporada se ha aumentado por el reciclo del concentrado de peróxido de hidrógeno de las etapas subsiguientes, la concentración total del peróxido en los vapores que van a la torre 15 se aumenta a más de lo



173771

que es posible obtener con el procedimiento ordinario, de modo que se obtiene una solución más fuerte por el fondo de la torre 15.

La solución que sale por el fondo 20 de la torre 17 ha sido privada de su oxígeno activo y regresa al sistema inicial de celdas electrolíticas, en el que se usan métodos comunes de purificación para eliminar las impurezas incidentalmente recogidas en cualquier punto del procedimiento.

Los vapores de la torre 17, que incluyen los del alambique 10, pasan a la torre o columna rectificadora de peróxido de hidrógeno 15 y se condensan y rectifican allí para producir el peróxido de hidrógeno común de 30%, más o menos, en virtud de dicha fortificación; y el vapor esencialmente libre de peróxido sale por el conducto 22 de arriba de la torre 17 hacia el condensador final 67. Como los vapores que van de la torre 17 a la torre 15 arrastran algún líquido, se les pasa por el separador 21 para separarles el líquido, que regresará a la torre 16 por el conducto 19.

Debido a la rectificación en la torre 15, el subflujo de esta torre tendrá una concentración hasta de como 20 veces la concentración de peróxido de hidrógeno presente en los vapores de la carga, según sea la forma del equipo; y las impurezas representarán como 240 ppm, más o menos.

Hasta este punto, el procedimiento es una ilustración del método común de hidrólisis y destilación de persulfato de amonio, al que se ha agregado un reciclo de residuos de la otra parte del sistema; pero las operaciones adicionales que siguen después de la columna 15 sirven para aumentar la pureza y/o la concentración del peróxido final. Se comprenderá que el método de purificación y concentración que se describe más adelante podrá aplicarse a cualquier peróxido de hidrógeno acuoso que contenga impurezas no volátiles.

El producto como subflujo de la columna 15 podrá reco-



28

173771

gerse y estabilizarse en la forma usual, para usarlo como el peróxido de hidrógeno al presente vendido en el mercado.

215 Pero según este invento, purificamos y concentramos el producto de la torre 15. Como el subflujo de la torre 15 se compone de una solución de peróxido de hidrógeno en agua concentrada más o menos al 30%, y de impurezas dañinas no volátiles, se le pasa al alambique 30 para nueva concentración. Este alambique, y los que le siguen, como el 50, llevan de 220 preferencia unos tubos hechos de tántalo u otro material resistente contra el peróxido de hidrógeno; y todos los aparatos que siguen después de la torre 15 deben ser de materiales que no fomenten la presencia de impurezas catalíticas. Como ejemplo de estos materiales mencionaremos el vidrio pyrex, 225 porcelana, etc.

En el alambique 30 se evapora la solución de peróxido de hidrógeno hasta cerca del punto en que llega a ser considerable la acción de descomposición de las impurezas catalíticas, o como en el presente caso, hasta que se reduce el residuo a como 1/8 del peso de la carga original, lo mismo que 230 se hace en los procedimientos ya conocidos. Este residuo contendrá más o menos 7/8 de las impurezas no volátiles que contenía la carga de peróxido de hidrógeno en el alambique 30, y su concentración de peróxido de hidrógeno será más o menos de 235 72%. Los vapores del alambique 30 podrán contener hasta 24% de peróxido de hidrógeno, y pasan por el separador 41 a la torre 35; y el líquido separado en 32 podrá ir al alambique 30 o al depósito 75 para nuevo uso. La acción de la torre 35 es igual a la acción de la torre 15. Pero el subflujo en 240 36 tiene ahora una concentración de peróxido de hidrógeno de 70%, si se desea, pero contendrá como 100 ppm de impurezas no volátiles. En este ejemplo, como 1/4 del vapor de la torre 35 puede condensarse por reflujo en el condensador 37, y el resto pasará al condensador 67. Pero si se prefiere menor



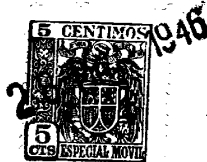
1948

173771

245 concentración de peróxido de hidrógeno y mayor pureza, podrán condensarse mayores proporciones de vapores en el condensador 37, que servirán de reflujo y producirán una cantidad mayor de producto menos concentrado por el fondo de la torre 35.

250 Si se desea aumentar la concentración de peróxido en el subflujo de la torre 35 a más de 70%, podrá dividirse este subflujo para retornar una parte al alambique 30 por el conducto 38, y el resto pasará al alambique 50 por el conducto 39. A esta operación se la llama reciclo, y es una parte única del sistema. Se necesitará el reciclo en esta parte del procedimiento, en el sistema ilustrado, cuando se desea una concentración final de peróxido de más de 90%. Para concentraciones de 90% o menos no será necesario el reciclo si, por ejemplo, se pasa dicho efluente de 70% de la torre 35 directamente al alambique 50. Pero como se requiere reciclo en la porción del sistema que incluye el alambique 50 y la torre 55, cuando se desea peróxido de hidrógeno al 90%, habrá que aumentar la carga del alambique 50, que es como 30% de la carga del alambique 30, como en 40%, mediante la proporción de subflujo de la torre 55 que se retorna al alambique 50. Con esto se aumenta la concentración de peróxido en la carga del alambique 50 a como 75%, y se reducen las impurezas no volátiles a 65 ppm.

265 Las operaciones en el alambique 50 y torre 55 son casi idénticas a las del alambique 30 y torre 35, de modo que el residuo del alambique 50 será también como 1/8 del peso de la respectiva carga, y su concentración de peróxido será de 92%, mientras que el subflujo de la torre 55 tendrá concentración hasta de 90%, si se desea, y contendrá una cantidad despreciable de impurezas. Para obtener esta concentración como de 90%, habrá que pasar cerca de 40% del subflujo de la torre 275 55 para reciclo en la torre 50, por el caño 58, y el resto se recoge como producto por el caño 59. A esta concentración,



173771

como 70% del vapor que sale de la torre 55 puede condensarse como reflujo en el condensador 57, y el resto pasará al condensador final 67. Para concentraciones menores, se pasará  
280 menos material de recicló de la torre 55 al alambique 50; o se condensarán más vapores y se les pondrá en reflujo en el condensador 57. Para concentraciones de peróxido hasta de 92%, se pasará más material de recicló de la torre 55 al alambique 50. Para concentraciones de más de 92%, se agregarán  
285 una o más etapas adicionales de destilación iguales al alambique 50 y su torre 55; o como el producto en este punto está esencialmente libre de impurezas dañinas, podrán obtenerse concentraciones mayores por medio de simple destilación.

Los residuos de los alambiques 30 y 50 tienen creciente concentración de peróxido y también de impurezas, así es  
290 que no son estables si se les deja mucho tiempo a tales concentraciones. Por esta razón se pasan esos residuos al tanque de dilución 75 por los caños 32 y 52, para diluirlos con el agua del caño 68, que procede del condensador final 67 y es, por consiguiente, de gran pureza. Cuando llega la dilución a como 50% de peróxido de hidrógeno, los residuos quedan  
295 bastante estables y no peligrosos, y se les puede retornar como parte de la carga del alambique 10, o a otros puntos del procedimiento de base que provee el peróxido de hidrogeno usado como materia prima.  
300

Como una variación de este procedimiento podrá modificarse como sigue la función del alambique 10 y sus torres 17 y 15, cuando se desea producir peróxido de hidrógeno sin la combinación de un procedimiento de base adaptable. Podrá cargarse la porción del sistema que incluye el alambique 10 y las  
305 torres 17 y 15 inicialmente con una solución fuerte de ácido sulfúrico, u otra solución no volátil, en la que tenga el peróxido de hidrógeno baja solubilidad. Se hace circular continuamente esta solución entre el fondo de la torre 17 y el alambique 10 mediante la bomba 12. Con esta carga circu-  
310



1173771

lante se alimentan en el alambique 10 los residuos del tanque de dilución 75, por el caño 68. Se separa por concentración el contenido de peróxido de estos residuos en el alambique 10 y por extracción en la torre 17, lo mismo que en el procedimiento de destilación de persulfato. Para purgar el sistema de impurezas perjudiciales o dañosas podrá retirarse parte de la solución circulante por el fondo de la torre 17, y se la reemplaza aumentando la carga alimentadora del alambique 10.

Para que se comprenda mejor el invento ofrecemos a continuación datos de producción de fábrica, de peróxidos de hidrógeno de 90% y de 50%. Estos datos concretos son meramente una ilustración del invento, porque no limitan sus alcances de ningún modo, pues el invento es susceptible de muy variadas modificaciones operativas en sus aplicaciones a la producción de peróxido de hidrógeno acuoso con concentraciones de peróxido entre como 30 y 92% y de cualquier grado de pureza deseado, en un grupo de tres alambiques; y se podrá obtener mayor concentración, hasta casi 100%, y también mayor pureza, mediante la adición de uno o más alambiques con sus condensadores asociados.

Ejemplo N° 1. - Producción de Peróxido de Hidrógeno de 90%.

Se pone en el alambique 10 una carga de 450 kgs. de solución de batería que contenía oxígeno activo expresado como 10.8 kgs. de peróxido de hidrógeno. Los residuos diluidos de los alambiques 30 y 50 aumentan el peso de la carga del alambique 10 a 469 kgs., y el equivalente de  $H_2O_2$  a 20.25 kgs. El vapor del alambique 10 pesa 247.5 kgs. y contiene 14.63 kgs. de  $H_2O_2$ . El residuo del alambique 10 pesa 221.4 kgs. y pasa a la torre 17 de extracción. El vapor de esta torre 17 tiene 5.63 kgs. de  $H_2O_2$ , y pesa 115.65 kilogramos.

El vapor combinado que entra en la torre 15 pesa 363.15 kgs. y contiene 20.25 kgs. de  $H_2O_2$ . El vapor que sale de la torre 15 pesa 295.2 kgs., no tiene nada de  $H_2O_2$ , y pasan como



173771

reflujo al fondo de la torre 59.4 kgs. El subflujo de la to-  
345 rre 15 (la carga del alambique 30) es de 68.4 kgs., con 20.25  
kgs. de  $H_2O_2$ . El vapor del alambique 30 pesa 59.85 y tiene  
13.95 kgs. de  $H_2O_2$ . El residuo es de 8.55 kgs. con 6.12 kgs.  
de  $H_2O_2$ . El vapor de esta torre entra en la torre 35 que tie-  
ne subflujo de 20.25 kgs. y 13.95 kgs. de  $H_2O_2$ . El vapor que  
350 sale de la torre 35 pesa 39.6 kgs., y el reflujo es de 13.5  
kilogramos.

El subflujo de la torre 35 (carga del alambique 50) no  
regresa al reciclo, pero se le agregan 7.79 kgs. del subflujo  
de la torre 55 que contiene 6.98 kgs. de  $H_2O_2$ . Por consiguien-  
355 te, la carga combinada del alambique 50 es de 28.4 kgs., con  
21 kgs. de  $H_2O_2$ . El residuo del alambique 50 es de 3.47 kgs.  
con 3.2 kgs. de  $H_2O_2$ . Se alimentan este residuo y el del  
alambique 30 al tanque de dilución 75, al cual se agregan  
6.66 kgs. de agua, lo cual deja un residuo diluido combinado  
360 de 18.9 kgs., que contienen 9.77 kgs. de  $H_2O_2$ .

El vapor que va de la torre 50 a la torre 55 pesa 24.6  
kgs., con 17.8 kgs. de  $H_2O_2$ . El subflujo de la torre 55 es  
de 20 kgs., con 17.8 kgs. de  $H_2O_2$ . De este último se pasan  
7.79 kgs. al reciclo del alambique 50 (como se ha dicho ya),  
365 y se toman como producto 16.6 kgs., con 10.8 kgs. de  $H_2O_2$  (de  
90%). El vapor de la torre 55 pesa 4.64 kgs. y no contiene  
nada de  $H_2O_2$ , siendo el reflujo de 11.45 kgs. El peso total  
de la carga del condensador 67 es de 340 kgs., que es también el  
peso del condensado. De allí se usan unos 7 kgs. para diluir  
370 el residuo de los alambiques 30 y 50, y al fondo de la torre  
17 pasan 230 kgs., para su regreso a la solución de baterías  
hacia su concentración original. El exceso del condensado no  
utilizado en el sistema iguala en peso a la cantidad de vapor  
alimentado a la torre 17, para producir la acción despojadora.  
375 Ejemplo N° 2. - Producción de Peróxido de Hidrógeno de 50%.

Se pone en el alambique 10 una carga de 450 kgs. de so-



173771

lución de batería que contiene oxígeno activo expresado como 10.8 kgs. de peróxido de hidrógeno. Los residuos diluidos de los alambiques 30 y 50 aumentan el peso de la carga del alambique 10 a 471 kgs, y el equivalente de  $H_2O_2$  a 21 kgs. El vapor del alambique 10 pesa 245 kgs. y contiene 15.15 kgs. de  $H_2O_2$ . El residuo del alambique 10, que pesa 225 kgs., pasa a la torre despojadora 17. El vapor de la torre 17 pesa 119.3 kgs. y contiene 5.81 kgs. de  $H_2O_2$ .

El vapor combinado que entra en la torre 15 pesa 363.6 kgs. y tiene 21 kgs. El vapor que sale de la torre 15 pesa 293 kgs. y no contiene  $H_2O_2$ , pasando como reflujo al fondo de la torre 61.2 kgs. El subflujo de la torre 15 (carga del alambique 30) es de 68 kgs., con 21 kgs. de  $H_2O_2$ . El vapor del alambique 30 pesa 62.1 kgs., y tiene 14.5 kgs. de  $H_2O_2$ . El residuo es de 8.9 kgs. con 6.4 kgs. de  $H_2O_2$ . El vapor de este alambique entra en la torre 35, en la que el subflujo es de 32.7 kgs. con 14.5 kgs. de  $H_2O_2$ . El vapor que sale de la torre 35 equivale a 29.3 kgs. y el reflujo pesa 25.9 kgs.

El subflujo de la torre 35 (carga del alambique 50) no retorna al reciclo. En este ejemplo no es necesario pasar en reciclo ningún subflujo de la torre 35 al alambique 50. Por consiguiente, la carga del alambique 50 es tan sólo el subflujo de la torre 35. El residuo del alambique 50 es de 5.05 kgs., con 3.92 kgs. de  $H_2O_2$ . Se alimenta este residuo con el del alambique 30 al tanque de dilución 75, al que se añaden 6.66 kgs. de agua, quedando un residuo combinado de 20.6 kgs. con 10.31 kgs. de  $H_2O_2$ .

El vapor del alambique 50, que va a la torre 55, pesa 28.13 kgs., con 10.8 kgs. de  $H_2O_2$ . El subflujo de la torre 55 es de 21.5 kgs., con 10.8 kgs. de  $H_2O_2$ , y este es el producto, porque no hay reciclo. El vapor de la torre 55 pesa 6.4 kgs., sin  $H_2O_2$ , y el reflujo pesa 16.7 kgs. La carga total de vapor del condensador 67 es de 329 kgs., que es el



1945

173771

410 mismo peso del condensado. De allí se toman 6.66 kgs. para diluir los residuos de los alambiques 30 y 50, y pasan 229 kgs. al fondo de la torre 17 para retorno a la solución de batería, para su concentración original. El exceso de condensado no usado en el sistema tiene el mismo peso de la cantidad de vapor alimentado a la torre 17 para producir la acción despojadora. Se comprenderá que el flujo de la solución es causado por la presión diferencial que existe sobre el flujo de la solución original (atmosférica) y en el sistema (50 mm., o menos).

420 En vista de esta descripción, se comprenderá que con una solución de carga inicial concentrada como al 30% de peróxido, sin que excedan las impurezas de 300 ppm (partes por millón), hemos hallado que con dos operaciones de separación de impurezas bastará para obtener un producto de 90%, aunque para  
425 obtener este producto se necesitarán tres etapas de destilación. De este modo es posible mejorar las economías y reducir el costo del equipo, mediante el recicló del material de residuo de cualquiera o ambas etapas, con lo cual se eleva el nivel de concentración en el sistema y se obtiene un producto  
430 más fuerte de la segunda etapa. En realidad, esto equivale a combinar en una sola unidad la destilación fraccional, con alguna concentración directa. Con carga inicial de 30% de peróxido que contenga 300 ppm de impurezas, se podrá obtener con este recicló un producto de 90%, con una destilación de  
435 dos etapas. Si las impurezas de la carga inicial subieran a tanto como 500 ppm (partes por millón), convendría usar tres etapas para controlar el nivel de impurezas del sistema.

En toda esta explicación se ve que, sean dos o más las etapas de destilación, habrá que retirar los residuos de los  
440 evaporadores para eliminar las impurezas simultáneamente con el aumento de concentración de peróxido. Pero los residuos tendrán una concentración de peróxido mayor que la del pro-



173771

ducto de la misma etapa. La cantidad que se retire será de-  
terminada por experiencia práctica, y el objeto es reducir la  
445 descomposición en el alambique; de suerte que la rapidez de  
la eliminación dependerá en mucho, como hemos dicho antes,  
la forma y construcción del alambique.

Calculamos aproximadamente que, al subir de 30 a 90% la  
concentración, habrá que retirar como 1% del peróxido total  
450 que pasa al sistema de alambiques, como residuo, por cada 8  
partes por millón (ppm) de impurezas en la carga. De este  
modo, si la carga contiene 300 partes de impurezas por millón,  
habrá que retirar como 37½% del peróxido de esa carga, como  
residuo, de las varias etapas de destilación. Esto reduciría  
455 el rendimiento a menos de 60% (del peróxido) si hubiera que  
arrojar todos esos residuos como desperdicio.

Cuando se produce peróxido de hidrógeno con alto conte-  
nido de peróxido, como contempla este invento, se obtiene un  
producto de excelente estabilidad; un producto que se podrá  
460 almacenar o transportar sin pérdida de su contenido de oxíge-  
no activo. Además, su calidad es tan superior, que no se re-  
quiere agregarle estabilizadores para evitar su descomposi-  
ción, como ha sido necesario hasta el presente. En contraste  
con los peróxidos de hidrógeno del mercado, que tienen concen-  
465 tración alrededor de 30% y un contenido que varía entre 500 y  
1250 miligramos por litro, de residuos no volátiles, con nues-  
tro invento es posible producir una solución de peróxido de  
hidrógeno de 90%, que contiene menos de 10 miligramos de esos  
residuos, por litro; siendo el peróxido de hidrógeno en extre-  
470 mo estable a cualquier temperatura a que se le pueda someter  
durante su almacenaje o en el transporte normal.

Aun cuando en esta descripción nos hemos referido a la  
producción de peróxido de hidrógeno usando persulfato de amo-  
nio, acidificado con ácido sulfúrico, como materia prima, se  
475 comprenderá que el invento es aplicable en general a todos los



1946

11 737 71

persulfatos acidificados, incluyendo ácido persulfúrico, así  
es que la expresión "solución acidificada de un persulfato"  
incluye persulfatos y ácido persulfúrico. Además, se compren-  
derá que la solución de carga para el llamado alambique de  
480 persulfato contiene ácido sulfúrico, y este ácido podrá estar  
presente en concentraciones desde unos 250 gramos por litro  
hasta unos 1800 gramos por litro.

#### N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se presen-  
485 tan para que sean objeto de esta patente de invención, en  
España por 20 años, son los siguientes:-

1.- El método para fabricar peróxido de hidrógeno con-  
centrado y purificado, que comprende una serie de etapas de  
destilación, en cada una de las cuales se concentra sucesiva-  
490 mente la solución de peróxido por destilación, con separación  
de las soluciones de residuo impuras y concentradas; siendo  
condensados y rectificadas los vapores, que se componen de pe-  
róxido de hidrógeno y agua, para producir en cada etapa suce-  
siva soluciones que son simultáneamente de creciente concen-  
500 tración y de una pureza igualmente creciente.

2.- Un método según el punto 1, caracterizado por some-  
terse la solución de peróxido impura a destilación en vacío.

3.- Un método según el punto 2, caracterizado por con-  
centrarse la solución de peróxido hasta que hayan aumentado  
505 las impurezas de la solución de residuo a un punto tal, que  
se aproxima al punto en que esas impurezas pueden causar con



175771

1 su presencia una descomposición rápida del peróxido.

510 4.- Un método según los puntos 1 a 3, caracterizado por el hecho de que la solución de peróxido de hidrógeno se forma inicialmente destilando en vacío una solución acidificada de un persulfato, y condensando los vapores de peróxido de hidrógeno y agua.

515 5.- Un método según el punto 4, por el cual se recobran los residuos retirados de cada etapa sucesiva, y se les mezcla con una solución que contiene ácido sulfúrico; siendo destilada esta mezcla, y recobrándose los vapores de peróxido de hidrógeno y agua.

520 6.- Un método según cualquiera de los puntos que preceden, caracterizado por condensarse y rectificarse los vapores de la primera solución de peróxido de hidrógeno concentrada para producir una solución relativamente pura de peróxido de hidrógeno, cuya concentración de peróxido es mayor que la concentración presente en la solución de carga alimentada en la unidad concentradora.

525 7.- Un método según cualquiera de los puntos que preceden, por el cual se agregan los residuos impuros retirados de cada etapa sucesiva a una solución concentrada de ácido sulfúrico, y se vuelve a destilar la mezcla de solución de residuo y ácido sulfúrico para formar vapores de peróxido de hidrógeno y ácido sulfúrico; siendo condensados y rectificados 530 estos vapores para producir soluciones de peróxido de hidrógeno; y siendo combinadas estas soluciones con la solución de la carga alimentada a la unidad concentradora.

535 8.- Un método según el punto 1, caracterizado por destilarse una solución acidificada de un persulfato, en vacío, para formar vapores de peróxido de hidrógeno y agua; por condensarse y rectificarse dichos vapores para formar una solución relativamente impura de peróxido de hidrógeno; por concentrarse dicha solución de peróxido de hidrógeno por desti-



173771

540 lación hasta que se aumentan las impurezas de la solución  
concentrada de residuo a un punto que se aproxima al punto en  
que la presencia de dichas impurezas puede causar la descom-  
posición rápida del peróxido; por condensarse y rectificarse  
los vapores de dicha concentración para formar una solución  
545 relativamente pura de peróxido de hidrógeno; y por retirarse  
del sistema de destilación la solución impura de peróxido de  
residuo concentrada; siendo retirada dicha solución de resi-  
duo hacia la destilación inicial de persulfato mediante su  
mezcla con la solución que se alimenta al alambique de per-  
550 sulfato.

9.- Un método según el punto 1, caracterizado por des-  
tilarse en vacío una solución acidificada de un persulfato  
para formar vapores de peróxido de hidrógeno y agua; por con-  
densarse y rectificarse dichos vapores para formar una solu-  
555 ción relativamente impura de peróxido de hidrógeno; por con-  
centrarse dicha solución de peróxido de hidrógeno por desti-  
lación hasta que se aumentan las impurezas de la solución  
concentrada de residuo a un punto que se aproxima al punto  
en que la presencia de esas impurezas puede causar rápida  
560 descomposición del peróxido; por condensarse y rectificarse  
los vapores de dicha concentración para formar una solución  
relativamente pura de peróxido de hidrógeno; por concentrarse  
mediante destilación dicha solución relativamente pura de pe-  
róxido de hidrógeno hasta que se aumentan las impurezas de la  
565 solución concentrada de residuo a un punto que se aproxima al  
punto en que la presencia de esas impurezas puede causar la  
rápida descomposición del peróxido; por condensarse y recti-  
ficarse los vapores de dicha última concentración para formar  
una solución muy pura de peróxido de hidrógeno, siendo reti-  
570 radas del sistema de destilación las soluciones concentradas  
de peróxido de residuo impuras así formadas; por recobrase  
el peróxido de la solución de residuo añadiendo esta solución



28 73771

a una solución acuosa que contiene ácido sulfúrico; y por destilarse esta mezcla para separarle vapores de peróxido de hidrógeno y agua.

575 10.- Un método según el punto 9, caracterizado por condensarse y rectificarse los vapores formados por la destilación de la solución de carga, para producir peróxido de hidrógeno acuoso; por pasarse en reciclo como 40% del condensado para que se mezcle con la solución de carga de peróxido de la primera etapa de destilación; por someterse a destilación el resto de dicho condensado, en una segunda etapa de destilación, hasta que se aumentan sus impurezas por concentración a cuando menos siete veces su proporción original; por retirarse el residuo concentrado en fase líquida; por condensarse y rectificarse los vapores de dicha segunda etapa de destilación para producir peróxido de hidrógeno con fuerza de cuando menos 90% y con un contenido de impurezas de menos de unas 10 partes por millón; y por pasarse en reciclo como 40% de dicho producto para que se mezcle con la carga alimentada a la

580

585

590

segunda etapa de destilación.

11.- El método para hacer peróxido de hidrógeno tal como ha sido aquí descrito y reivindicado.

12.- Un método para fabricar peróxido de hidrógeno.

595 Esta solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, el 11 de julio de 1945, bajo el nº. 604.352, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto-Ley de Propiedad Industrial.-

600 Tal y como se ha descrito en la memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y con los fines que se han especificado.

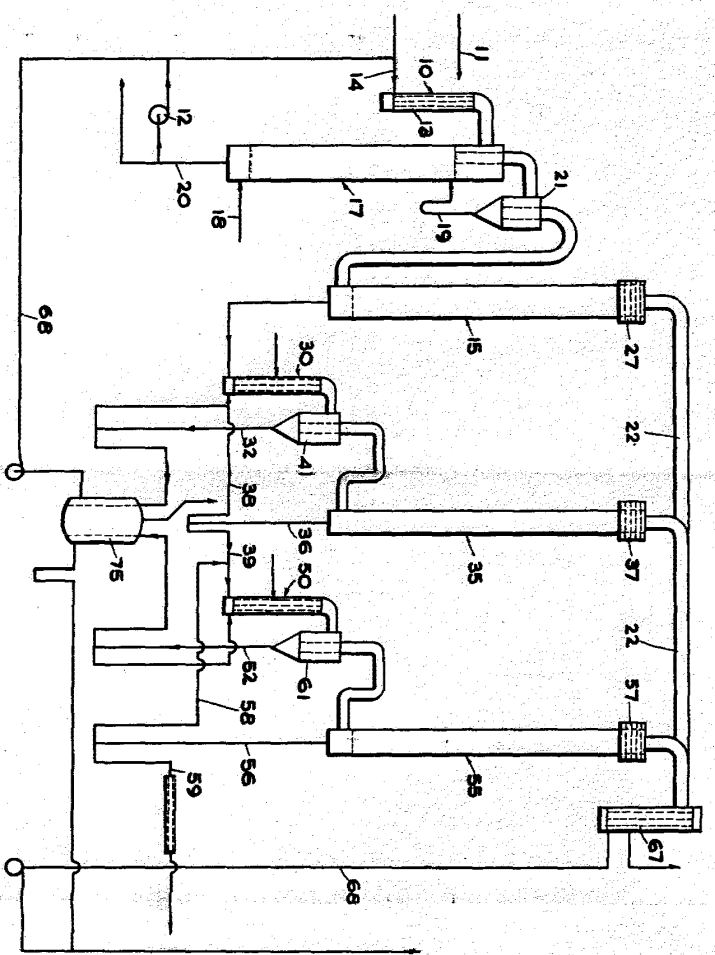
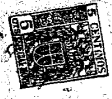
Esta memoria consta de 19 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

28 MAY 1946

P. A. -  
Alberto de Elizaburu

173771



DAVID WALLACE - BUFFALO SLOW-MOTION CAMERA, INC. - U.S.A.

42152

173771



  
 DAVID WALLACE  
 BUFFALO SLOW-MOTION CAMERA, INC.  
 BUFFALO, N.Y.