

209869

19 JUN



PATENTE DE INVENCION

209869

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PEROXIDO DE HIDROGENO".

SOLICITANTES: LAPORTE CHEMICALS LIMITED, entidad inglesa,
residente en: Kingsway, LUTON, Bedfordshire,
Inglaterra.

Este invento se refiere a un procedimiento perfeccionado para la obtención de peróxido de hidrógeno.

Es ya sabido que el peróxido de hidrógeno se forma por auto-oxidación de ciertos compuestos orgánicos.

5. Los compuestos orgánicos formados en la auto-oxidación se reducen de cualquier modo conocido, para regenerar el compuesto orgánico primitivo; el procedimiento, puede transformarse por tanto en cíclico. El compuesto orgánico, por ejemplo, un derivado de antraquinhidrona, puede auto-oxidarse en una mezcla de dos disolventes, siendo uno de
- 10.

19 JUN



- ellos un disolvente de la antraquinhidrona, y el otro un disolvente de la antraquinona. Para el primero se han sugerido diferentes disolventes, y la Memoria de la Patente británica N° 465.070, por ejemplo, se refiere al alcohol amílico, al ciclohexanol y al metil-ciclohexanol, como disolventes de la antraquinona. La Memoria de la Patente británica 508.081 y la Memoria de la Patente norteamericana N° 2.215.856, mencionan los mismos disolventes. Este componente de las mezclas disolventes, además de disolver la antraquinhidrona, influye también en la facilidad de extracción acuosa del peróxido de hidrógeno obtenido, dado que el coeficiente de división del peróxido de hidrógeno entre el agua y la mezcla disolvente, depende en gran parte de aquél.

25. Los disolventes usados con anterioridad presentan, sin embargo, algunos inconvenientes. El ciclohexanol, por ejemplo, es un buen disolvente para la antraquinhidrona, pero es muy soluble en agua y se oxida para formar ácido adípico. El alcohol amílico es miscible con agua, y el metilciclohexanol es soluble en agua. Además, los coeficientes de división de las mezclas de ciclohexanol o de alcohol amílico con la antraquinona disolvente son reducidos.

35. De acuerdo con este invento, se ha comprobado que los esteres de ciclohexanol y de alcohol-ciclohexanoles, son buenos disolventes para las antraquinhidronas.

40. De acuerdo con el procedimiento a que este invento se refiere se emplea un proceso cíclico para la obtención de peróxido de hidrógeno por auto-oxidación de una antraquinhidrona en una mezcla disolvente, con la ul-



45. terior separación del peróxido de hidrógeno, seguida por la reducción de la antraquinona a antraquinhidrona nuevamente, que vuelve a auto-oxidarse, y en el que el componente de la mezcla disolvente que es el disolvente para la antraquinhidrona es un ester alifático de un ciclohexanol o de un alcohol-ciclohexanol. Con preferencia, el grupo o grupos alcohol no contienen, en total, más de 8 átomos de carbono.

50. El empleo de un ester de ciclohexanol o de un alcohol-ciclohexanol, da por resultado una serie de ventajas con respecto a los disolventes acostumbrados, tales como el ciclohexanol y el alcohol amílico. Así, los esteres de ciclohexanol y de alcohol-ciclohexanol, tienen una solubilidad inferior en agua, y son más resis-
55. tentes a la oxidación. Aunque la solubilidad de la antraquinhidrona en los mismos es menor que en el ciclohexanol correspondiente, el peróxido de hidrógeno se extrae más fácilmente por tener aquellos un coeficiente de división más elevado.

60. Son ejemplos de esteres adecuados para emplearse en el procedimiento de este invento, los esteres de los ácidos acético o propiónico de ciclohexanol o de metil-ciclohexanol (en este último caso los isómeros 1, 2 o 3 o una mezcla de los mismos).

65. Los ejemplos siguientes aclaran de qué modo puede aplicarse en la práctica el procedimiento a que este invento se refiere, y las ventajas del mismo.

70. Se preparó una solución al 10% peso/volumen de 2-etil-antraquinona en una mezcla de volúmenes iguales de benceno y acetato de metil-ciclohexanol. El contenido

19 JUN.



75. de ester de este último, era el 96%. Esta solución se hidrogenó con hidrógeno en presencia de un catalizador de níquel, a 20°C. durante 2 horas, de tal modo que el 46% de la 2-etil-antraquinona, se redujo a 2-etil-antraquinhidrona. Después de separar el catalizador, la solución de quininhidrona se auto-oxidó, por insuflación de aire a su través, regenerando la quinona con formación simultánea de peróxido de hidrógeno, que se extrajo de la solución por paso a través de una columna de platillos convencional, en contra corriente con un chorro de agua.

80. La recuperación de peróxido de hidrógeno fué de 99%, y la concentración en el extracto, de 162 g. por litro de peróxido de hidrógeno.

85. Se observará que el empleo de una mezcla disolvente de esta naturaleza puede proporcionar una elevada concentración de peróxido de hidrógeno en el extracto acuoso, con un elevado porcentaje de recuperación de peróxido de hidrógeno.

90. La conveniencia de un disolvente para emplear lo en este invento, puede medirse determinando la concentración de antraquinhidrona o su derivado en una solución saturada, y la concentración máxima de peróxido de hidrógeno en solución acuosa susceptible de extraerse con agua, de la solución orgánica, después de auto-oxidarse la antraquinhidrona para pasar a antraquinona, con formación simultánea de peróxido de hidrógeno.

95.

100. En las condiciones del ejemplo antes indicado, se obtuvieron los resultados siguientes, utilizando 2-etil-antraquinhidrona como agente auto-oxidable, disuelta en una mezcla de volúmenes iguales del ester y de benceno, a

20986919 JUN 19



20°C. actuando este último como disolvente de la 2-etil-antraquinhidrona, y conteniendo parte de la 2-etil-antraquinona.

105.	Ester	Contenido de ester en el com- ponente estérico	Concentración de 2-etil-an- traquinona, por litro.	Concentración de 2-etil-an- traquinhidrona por litro.	Concentración máxima de H ₂ O ₂ extraído. (gramos por litro).
110.	Acetato de ciclohexanol	98%	41,5 gramos	58,5 gramos	180
	Propionato de ciclohexanol	99%	58,0 "	42,0 "	290
115.	Acetato de metil-ciclohexanol.	97%	54,0 "	46,0 "	345

Las propiedades de la mezcla disolvente pueden variarse entre ciertos límites, alterando las proporciones de ester y de benceno, modificando así las condiciones máximas de la antraquinona y la antraquinhidrona que pueden emplearse, y también las máximas concentraciones a extraer de peróxido de hidrógeno. Los resultados de la Tabla siguiente ponen de relieve lo que se ha dicho.

120.	Ester.	% de ester en la mez- cla, en volumen.	Concentración de 2-etil-an- traquinona, por litro.	Concentración de 2-etil-an- traquinhidro na por litro.	Concentración máxima de H ₂ O ₂ extraído gra- mos por litro.
125.	Propionato de ciclohexanol	65	17 gramos	53 gramos	265
	Propionato de ciclohexanol	50	58 "	42 "	290
130.	Acetato de metil-ciclohexanol	70	-	68 "	240
	Acetato de metil-ciclohexanol	60	23 gramos	57 "	235
	Acetato de metil-ciclohexanol	50	54 "	46 "	345

19 JUN 19



- Las propiedades de la mezcla disolvente pueden variarse también alterando el contenido de ester del componente estérico, por adición del ciclohexanol. Este método adolece del inconveniente de que se aumenta la concentración de disolvente en el peróxido de hidrógeno extraído, a causa de la mayor solubilidad del ciclohexanol, aunque la concentración es muy interior a la obtenida cuando se usa ciclohexanol puro. Los ejemplos siguientes aclaran este efecto. Como mezcla disolvente se usa acetato de metil-ciclohexanol, con adición de proporciones variables de ciclohexanol, mezclado con un volumen igual de benceno.
- | 145. | Contenido de ester del componente estérico. | Concentración de 2-etil-antraquina por litro. | Concentración de 2-etil-antraquinhidrona por litro. | Concentración máxima de H_2O_2 extraído, (gramos por litro) |
|------|---|---|---|---|
| | 96,5% | 48,5 gramos | 51,5 gramos | 370 |
| | 93,0% | 45,5 " | 54,5 " | 300 |
| 150. | 90,0% | 38,5 " | 61,5 " | 270 |

- N O T A -

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que el procedimiento anteriormente indicado, es susceptible de modificaciones de detalle, en cuanto no altere su principio fundamental, siendo lo que constituye la esencia de este invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PEROXIDO DE HIDROGENO"; caracterizándose por lo siguiente:

1º - Procedimiento para la obtención de peróxido de hidrógeno, caracterizado por aplicarse cíclicamente; por fundarse en la auto-oxidación de una antraquinhidrona en

19 JUN



165. una mezcla disolvente, con la extracción subsiguiente del peróxido de hidrógeno, seguida por la reducción de la antraquinona nuevamente a antraquinhidrona, que se auto-oxida de nuevo, y porque el componente de la mezcla disolvente que es un disolvente para la antraquinhidrona, es un ester alifático de un ciclohexanol o de un alcohol-ciclohexanol.
170. 2º - Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1, caracterizado porque el grupo o los grupos alcohólicos no contienen, en total más de 8 átomos de carbono.
- 3º - Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque el ester es el acetato o propionato de ciclohexanol, o el acetato o propionato de metil-ciclohexanol.
175. 4º - Procedimiento para la obtención de peróxido de hidrógeno; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria, que consta de siete hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.
- 180.

Madrid, 19 JUN. 1953

LAPORTE CHEMICALS LIMITED,

P. de J. GOMEZ ACEBO