

320159



P - 30.569

CHE/JT Serie 1238
P.V. 359

- 2 FEB. 1966

MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
PATENTE DE INVENCION
en
E S P A Ñ A
por VEINTE años.

a nombre de OKSYTHENESE, sociedad anónima francesa, residente en 6, rue Cognacq - Jay, Paris, Francia, por:
"PROCEDIMIENTO DE REGENERACION DE CATALIZADORES UTILIZADOS EN LA FABRICACION DE AGUA OXIGENADA"

5 El presente invento tiene como objeto un procedimiento para la regeneración de los catalizadores que aseguran la reconversión de las soluciones gastadas de una antraquinona en un disolvente orgánico que haya servido en el procedimiento cíclico de fabricación del agua oxigenada.

El procedimiento industrial de fabricación cíclica del agua oxigenada comprende las etapas siguientes: La hidrogenación catalítica de una solución de una antraquinona en un disolvente orgánico para formar una solución de

**POOR
QUALITY**



la antrahidroquinona o de la antraquinhidrona correspondiente, la separación del catalizador de la solución resultante, la reoxidación de esta solución para regenerar la antraquinona de partida y producir agua oxigenada, la
5 extracción del agua oxigenada con agua, la separación del extracto acuoso de agua oxigenada de la solución orgánica de antraquinona y la reciclación de esta solución orgánica hacia la etapa de hidrogenación catalítica en un nuevo ciclo de fabricación después de la incorporación de dicho
10 catalizador separado.

La reducción catalítica y después la reoxidación de una antraquinona disuelta en un disolvente orgánico están acompañadas por reacciones secundarias que transforman
15 más o menos rápidamente la antraquinona en productos de degradación que ya no participan en las reacciones de reducción y de reoxidación generadoras de agua oxigenada.

Para regenerar la antraquinona activa a partir de estos productos de degradación en las soluciones gastadas, se somete habitualmente a dichas soluciones gastadas a un
20 tratamiento de reconversión. Tal tratamiento de reconversión está descrito en la patente británica nº 896.346 del 5 de diciembre de 1.958 y consiste en calentar la solución gastada en presencia de un catalizador a base de aluminosilicato de sodio a una temperatura de 100 a 200°C para
25 volver a convertir los productos de degradación en antraquinona o en tetrahydroantraquinona.

Otros catalizadores de reconversión a base de silicatos han sido descritos en la patente francesa nº 1.255.964 del 21 de enero de 1.960.

30 En un ciclo de fabricación continuo del agua oxige-



nada, este tratamiento de reconversión es integrado o incorporado en dicho ciclo, entre la etapa de extracción del agua oxigenada y la etapa de hidrogenación catalítica. Sin embargo, es bien conocido que la duración de la vida de los catalizadores de reconversión es relativamente breve.

El presente invento tiene pues como objeto un procedimiento de regeneración de los catalizadores de reconversión gastados de este tipo, consistiendo dicho procedimiento en tratar los catalizadores gastados con una solución diluída de agua oxigenada.

Según un primer modo de realización del procedimiento según el invento, se emplea el agua oxigenada bajo la forma de la solución de la antraquinona regenerada y de agua oxigenada, obtenida en la etapa de reoxidación del procedimiento cíclico de fabricación del agua oxigenada; se opera en un intervalo de temperatura de 130 a 160°C aproximadamente, preferentemente de 140 a 150°C aproximadamente.

Según un segundo modo de realización del procedimiento según el invento, se emplea el agua oxigenada bajo forma de una solución acuosa, obtenida por ejemplo a partir del producto de la etapa de extracción acuosa del procedimiento cíclico de fabricación del agua oxigenada; se opera a la temperatura de ebullición de este extracto, es decir aproximadamente a 100°C, y se somete preferentemente a los catalizadores gastados, antes del tratamiento de regeneración, a un lavado previo con disolvente seguido de un tratamiento en estufa con vapor de agua, y después del tratamiento de regeneración, a un secado con vapor.

Según una variante del procedimiento según el invento, se aplica el procedimiento de regeneración "in situ", es



decir sin extraer el catalizador a regenerar del ciclo de reconversión. A este efecto, se puede desviar temporalmente la corriente de solución gastada a reconvertir y reemplazarla por una corriente de solución obtenida en la etapa de reoxidación; después de un tiempo conveniente de paso de esta última corriente, se restablece la circulación de solución gastada.

Los ejemplos que siguen están dados para ilustrar el presente invento sin limitar su alcance.

En estos ejemplos, la actividad del catalizador de reconversión se ensaya en las condiciones siguientes:

40 g. de catalizador de reconversión son puestos en contacto con 400 cm³ de solución gastada a reconvertir con agitación, a la temperatura de 145°C.

Se sigue la evolución de la solución gastada por análisis de pequeñas tomas de muestras de 2 cm³ después de 10, de 30 y de 60 minutos de contacto.

El aumento del contenido en antraquinonas activas dá una medida de la actividad del catalizador.

La solución ensayada es una solución gastada que contiene etil-2-antraquinona (EAQ) y su derivado tetrahidrogenado nuclear, el tetrahidro-etil-2-antraquinona (HEAQ), siendo estas dos formas generadoras de agua oxigenada, así como de los productos de degradación de estas antraquinonas, estos últimos a razón de aproximadamente 40 g/l.

La actividad del catalizador nuevo o reciente está dada en la Tabla I que sigue:

320159



TABLA I

	HEAQ	EAQ	Total	Ganancia Δ
Solución gastada inicial	52,5 g/l	12,5 g/l	65,2 g/l	
5 después de 10 minutos de reconversión	56,9	13,5	70,4	+ 5,2 g/l
después de 30 minutos	58,0	13,9	71,9	+ 6,7
" " 60 "	58,3	13,65	71,95	+ 6,75

10

TABLA II

	HEAQ	EAQ	Total	Ganancia Δ
Solución gasta da inicial	53,70 g/l	11,30 g/l	65,0 g/l	
15 después de 10 minutos	53,70	11,30	65,0	0
" 30 "	53,70	11,30	65,0	0
" 60 "	53,90	11,50	65,4	+ 0,4 g/l

20

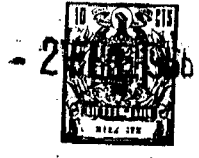
40 g. de este catalizador son puestos en contacto con 400 cm³ de solución reoxidada (solución de antraquinona regenerada y de agua oxigenada obtenida en la etapa de reoxidación del procedimiento cíclico de fabricación del agua oxigenada) que contiene 7,5 g de H₂O₂/l, con agitación a 145°C, durante una hora.

25

Después del tratamiento, se lava el catalizador regenerado con un disolvente aromático, se filtra con succión, se arrastra el disolvente con vapor de agua, se seca durante 2 horas a 120°C, y después se somete al catalizador regenerado al ensayo de reconversión.

30

320159



plemente el catalizador regenerado y se somete tal como está al ensayo de reconversión.

La actividad del catalizador regenerado está dada en la Tabla V:

5

TABLA V

	<u>HEAQ</u>	<u>EAQ</u>	<u>Total</u>	<u>Ganancia Δ</u>
Solución gas tada inicial	53,0 g/l	13,3 g/l	66,3 g/l	
10 Después de 10 minutos	55,1	13,7	68,8	+ 2,5 g/l
" " 30 "	55,1	13,7	68,8	+ 2,5
" " 60 "	54,90	13,6	68,5	+ 2,2

15

Ejemplo 3: Se somete al catalizador gastado al tratamiento siguiente:

20

40 g. de catalizador son puestos en contacto con 400 cm³ de solución acuosa de agua oxigenada con 7,5 g de H₂O₂/l, con agitación, a la temperatura de reflujo, a saber de 100°C, durante una hora. El catalizador regenerado es lavado con agua y es secado después durante 2 horas a 120°C. La actividad del catalizador gastado y la del catalizador regenerado están dadas en las Tablas VI y VII siguientes:

320159



TABLA VI Actividad del catalizador gastado

	<u>HEAQ</u>	<u>EAQ</u>	<u>Total</u>	<u>Variación Δ</u>
Solución gas: tada inicial	52,7 g/l	12,3 g/l	65,0 g/l	
5 Después de 10 minutos	52,3	12,3	64,6	-0,4 g/l
" " 30 "	52,5	12,3	64,8	-0,2
" " 60 "	52,7	12,4	65,1	+0,1

10 TABLA VII Actividad del catalizador regenerado

	<u>HEAQ</u>	<u>EAQ</u>	<u>Total</u>	<u>Ganancia Δ</u>
Solución gas: tada inicial	52,7 g/l	12,3 g/l	65,0 g/l	
15 Después de 10 minutos	54,0	12,3	66,3	+ 1,3 g/l
" " 30 "	54,0	12,3	66,3	+ 1,3
" " 60 "	54,8	12,3	67,1	+ 2,1

20 La presente solicitud que corresponde a la presenta-
da en Francia, con fecha 30 de Diciembre de 1.964, bajo el
Número PV 359, se acoge a los beneficios del artículo 51
del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

25 N O T A

30 Los puntos de invención propia y nueva que se presen-
tan para que sean objeto de la presente solicitud de Paten-
te de Invención en España, por VEINTE años, son los siguien-



tes:

5 1.- Procedimiento de regeneración de los catalizadores que aseguran la reconversión de las soluciones gastadas que han servido en el procedimiento cíclico de fabricación del agua oxigenada, caracterizado porque consiste en tratar los catalizadores de reconversión gastados con una solución diluída de agua oxigenada.

10 2.- Procedimiento de regeneración según la reivindicación 1, caracterizado porque la solución de agua oxigenada es una solución de la antraquinona regenerada y de agua oxigenada obtenida en la etapa de reoxidación del procedimiento cíclico de fabricación del agua oxigenada, y porque el tratamiento tiene lugar en un intervalo de temperatura de 130 a 160°C aproximadamente.

15 3.- Procedimiento de regeneración según la reivindicación 2, caracterizado porque el tratamiento tiene lugar en un intervalo de temperatura de 140 a 150°C aproximadamente.

20 4.- Procedimiento de regeneración según la reivindicación 1, caracterizado porque la solución de agua oxigenada es una solución acuosa obtenida por ejemplo a partir del producto de la etapa de extracción acuosa del procedimiento cíclico de fabricación del agua oxigenada, y porque el tratamiento tiene lugar a la temperatura de ebullición de este extracto.

25 5.- Procedimiento de regeneración según la reivindicación 4, caracterizado porque los catalizadores son sometidos a un lavado previo con un disolvente, seguido por un arrastre con vapor de agua, y después del tratamiento de regeneración, a un secado.

30 320159

30



5

6.- Procedimiento de regeneración según la reivindicación 2 caracterizado porque la regeneración de los catalizadores gastados se efectúa "in situ" en el ciclo de reconversión por desviación temporal de la corriente de solución gastada a reconvertir y reemplazamiento por una corriente de solución obtenida en la etapa de reoxidación.

10

7.- Procedimiento de regeneración de catalizadores utilizados en la fabricación de agua oxigenada.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y para los fines que se han especificado.

La presente Memoria consta de diez hojas, escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

30 NOV. 1965

P. A.-

Alvaro de Elizaburu
P. A. -

320159