



340715

# MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

## PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: LAPORTE CHEMICALS LIMITED.

RESIDENCIA: Kingsway, LUTON, Bedfordshire,

INGLATERRA.-

ENUNCIADO: "PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE COM-  
POSICIONES QUE CONTIENEN PEROXIDOS CE-  
TONICOS".

Prioridad: Patente inglesa n.º 22287/66 del 19-5-66

IG.

-1-



340715

1           Esta invención se relaciona con compuestos peroxi-  
genados y particularmente con un procedimiento químico pa-  
ra la producción de peróxidos, particularmente de composi-  
ciones orgánicas que contienen peróxidos cetónicos.

5           La invención proporciona un procedimiento de prepa-  
ración de composiciones que contienen peróxidos cetónicos,  
cuyo procedimiento comprende la reacción de un compuesto -  
carbonilo con peróxido de hidrógeno acuoso a una temperatu-  
ra no superior a 60°C y en presencia del 0,1%, por lo me-  
10 nos, en peso, de los reactivos y del agua, de un mineral -  
arcilloso natural o sintético de un área superficial de 50  
m<sup>2</sup> por g por lo menos, y la separación del mineral arcillo-  
so de la resultante composición.

15           La presente invención incluye dentro de su ámbito  
el uso de compuestos carbonilos provistos de otros grupos  
funcionales, que pueden reaccionar con peróxido de hidróge-  
no bajo las condiciones dominantes en el procedimiento. -  
Sin embargo, preferiblemente no se encontrará presente nin-  
guno de tales grupos reactivos. Muy ventajosamente, el com-  
20 puesto carbonilo puede tener otros grupos funcionales u -  
otros sustitutivos, por ejemplo sustitutivos halogenados,  
que no reaccionen con peróxido de hidrógeno bajo las condi-  
ciones dominantes en el procedimiento.

25           Ventajosamente, el compuesto carbonilo tiene solo  
un grupo carbonilo y preferiblemente es uno que no tiene -  
más de 6 átomos de carbono fijados al grupo cetónico, por  
ejemplo cetona metil-etílica o cetona metil-isobutílica. -  
Otra cetona que puede usarse adecuadamente es la ciclohexa-  
nona.

30           Por "mineral arcilloso" queremos indicar aquí un -

34071518



1 mineral consistente en hidroxilicatos de aluminio, hierro  
y magnesio en presencia o ausencia de proporciones menores  
de otros compuestos y caracterizado por tener un área super-  
ficial muy grande por unidad de peso, por ejemplo más de  
5 40 m<sup>2</sup>/g. Ejemplos de tales minerales arcillosos son los -  
clasificados como "bentonitas", por ejemplo montmorilonita  
cálcica o magnésica. Aunque pueden emplearse en esta inven-  
ción minerales arcillosos naturales inactivados, es prefe-  
rible usar minerales arcillosos naturales que hayan sido -  
10 activados con ácidos. También pueden emplearse, como varian-  
te, minerales sintéticos, siempre que satisfagan los requi-  
sitos antes mencionados, en lugar de minerales naturales.-  
Ventajosamente, el mineral arcilloso tendrá un área super-  
ficial de 100 m<sup>2</sup>/g y preferiblemente de 200 m<sup>2</sup>/g por lo me-  
15 nos. Deseablemente, el mineral arcilloso será uno que haya  
sido activado con ácido y lavado, conteniendo preferible-  
mente también no más de 200 ppm de compuestos de hierro le-  
jivables. Si se encuentra presente sustancialmente una pro-  
porción superior a la citada de hierro lejivable, el pro-  
20 ducto peróxido puede ser decolorado y algo inestable, pues-  
to que el hierro puede actuar como catalizador de descompo-  
sición.

Ejemplos particularmente adecuados de minerales ar-  
cillosos que pueden usarse en esta invención, son los cono-  
25 cidos por las marcas comerciales "Fulmont XX", que tiene -  
un área superficial de 300 m<sup>2</sup>/g y "Fulcat 14", cuyos dos -  
materiales son montmorilonitas cálcicas naturales activadas  
con ácido.

El mineral arcilloso puede emplearse en cualquier  
30 proporción superior al 0,1% en peso de los reactivos y el



340715

1        agua, para catalizar la reacción, por ejemplo en una pro--  
porción del 0,2 al 8,0% y preferiblemente del 0,35 al 5,0%  
en peso, respecto a los reactivos y al agua. Sin embargo,  
per consideraciones de separación del mineral respecto a -  
5        los reactivos y de purificación del mineral usado, es de--  
seable usar sustancialmente menos del 5%, por ejemplo no -  
más del 2%, de mineral arcilloso por peso de los reactivos  
y del agua.

10       Los peróxidos cetónicos y particularmente los peró-  
xidos metil-etil-cetónicos, son comúnmente usados junto -  
con activadores tales como compuestos de cobalto o vanadio  
en la polimerización de resinas termoendurecibles, tales -  
como poliésteres insaturados, con estireno o monómeros aná-  
logos de enlace transversal. Para tal fin, los peróxidos -  
15       se usan generalmente como soluciones en un disolvente orgá-  
nico inerte.

Esta invención proporciona por consiguiente tam- -  
bién un procedimiento tal como el anteriormente descrito, -  
en el que el peróxido producido es disuelto en un disolven-  
20       te orgánico inerte. Siempre que el disolvente sea química-  
mente inerte respecto a los compuestos presentes en las -  
composiciones que contienen peróxido, puede utilizarse -  
cualquiera de una amplia gama de disolventes. Ventajosamen-  
te, el disolvente puede ser hidrofóbico, por ejemplo ftala-  
25       to dimetílico, pero preferiblemente será hidrofílico. Ejem-  
plos de adecuados disolventes hidrofílicos son el glicol  
mono-, di-, tri- y tetra-etilénicos, glicol propilénico y,  
más adecuadamente, glicol dipropilénico, glicol butilénico,  
glicol pentilénico, glicol hexilénico, cellosolve, metil-  
30       cellosolve, butil-cellosolve, ftalato de dimetil-cellosol-



340715

1 ve y fosfato trietilico.

5 La disolución de las composiciones de esta invención que contienen peróxidos puede efectuarse simplemente disolviendo la composición, que queda después de su separación del mineral arcilloso, en el disolvente o realizando la reacción en presencia del disolvente.

10 Sin embargo, con ciertos peróxidos cetónicos, por ejemplo peróxido metil-etil-cetónico, la presencia de una considerable proporción de disolvente inerte puede ser deseable para desensibilizar la composición peróxida y reducir el peligro de explosiones causadas por golpe o fricción físicos. En versiones de esta invención, por consiguiente, en las que se producen tales composiciones peligrosas que contienen peróxidos cetónicos, es deseable que las composiciones sean disueltas en el disolvente inerte efectuando -  
15 la reacción en presencia de tal disolvente, que ventajosamente se añadirá a uno de los reactivos antes de que éste sea puesto en contacto con los otros reactivos. Realmente, cuando el peróxido de hidrógeno usado es de una concentración superior al 50% p/p, puede ser peligroso efectuar la  
20 reacción catalizada con la cetona en ausencia de disolvente inerte.

25 Cuando el peróxido de hidrógeno acuoso es de una concentración no superior al 50% p/p, el agua presente durante la reacción reduce el peligro debido a la presencia de peróxidos sensibles a los golpes y la resultante composición que contiene peróxido acuoso puede emplearse como -  
tal o, si se desea, el contenido peróxido de la composición puede extraerse del agua presente en ella, con un disolvente inerte que sea inmezclable con agua, produciéndolo  
30

340715



1 se así composiciones que pueden emplearse en la polimeriza  
ción de resinas, como anteriormente se indica.

Preferiblemente, el diluyente usado tiene un eleva-  
do punto de deflagración, produciendo así una composición  
5 resistente a la llama, que contiene peróxido.

Ventajosamente, el disolvente es hidrofílico, es -  
por lo demás adecuado para su uso en esta invención y posee  
un sustancial contenido en agua disuelta, por ejemplo un  
contenido del 50% v/v por lo menos y preferiblemente del  
10 75% v/v por lo menos. El glicol dipropilénico que contenga  
agua disuelta es particularmente adecuado para su uso en -  
la producción de composiciones resistentes a la llama y -  
que contienen peróxido, particularmente composiciones que  
contengan peróxido metil-etil-cetónico. El agua puede in--  
15 troducirse efectuando la reacción entre el peróxido de hi-  
drógeno acuoso y la cetona en presencia de un disolvente -  
inerte, añadiéndose preferiblemente también al medio de la  
reacción como tal. Ventajosamente, el peróxido de hidróge-  
no acuoso será por lo menos de una concentración del 20% -  
20 en peso y, cuando la reacción se lleva a cabo en presencia  
de un disolvente inerte, será preferiblemente del 60 al 80  
% en peso. La relación molar entre cetona y peróxido de hi-  
drógeno será ventajosamente de 1:1 a 1:5 y preferiblemente  
de 1:1 a 1:2 y, cuando se produzcan composiciones que con-  
25 tengan cetona metil-etílica, dicha relación será preferi-  
blemente de 1:1,3 a 1:1,7.

Como se ve, el uso de un disolvente hidrofílico pa-  
ra el compuesto carbonilo y correspondiente peróxido es -  
una característica muy ventajosa de nuestra invención, par-  
30 ticularmente cuando se producen peróxidos peligrosos. Los



340715

1 catalizadores de minerales arcillosos son muy útiles en re-  
lación con tal disolvente. Otros determinados materiales -  
ácidos inicialmente sólidos, por ejemplo el sulfato potási-  
co de hidrógeno, se disuelven en el agua presente en la -  
5 reacción, especialmente, pero no exclusivamente, cuando se  
añade agua como tal y/o se usa un disolvente hidrofílico.

El disolvente inerte se utiliza en una proporción  
calculada para conseguir el requerido contenido peróxido -  
en el mismo. Los peróxidos cetónicos, por ejemplo el peró-  
xido metil-etil-cetónico, se usan comúnmente como solución  
10 del 30 al 60% en disolvente inerte y por consiguiente se -  
utilizará ventajosamente una proporción de disolvente cal-  
culada para conseguir una concentración comprendida dentro  
de dichos límites.

15 La reacción se lleva a cabo ventajosamente a una -  
temperatura de 0 a 40°C y preferiblemente de 10 a 35°C y -  
más preferiblemente aún de 20 a 25°C. Cuando la reacción -  
se lleva a cabo en presencia de un disolvente inerte, es -  
ventajoso formar primeramente una mezcla que contenga al -  
20 disolvente, a la cetona y al mineral arcilloso y en segun-  
do lugar añadir lentamente el peróxido de hidrógeno mien--  
tras se mantiene la mezcla en agitación. La temperatura -  
puede controlarse en cierto modo regulando el ritmo de adi-  
ción del peróxido de hidrógeno. Si se desea mantener una -  
25 temperatura de reacción próxima o inferior a la temperatu-  
ra ambiente, será necesario sin embargo usar adicionalmen-  
te medios refrigerantes. Después de que el peróxido de hi-  
drógeno ha sido añadido al medio de reacción, este se man-  
tendrá preferiblemente en agitación hasta que la reacción  
30 quede sustancialmente completada. El tiempo requerido para



340715

1 el completamiento varía con la cetona usada, con la tempe-  
ratura y con la concentración de peróxido de hidrógeno, no  
pudiendo ser superior al requerido para añadir el peróxido  
de hidrógeno. Normalmente, los reactivos son agitados por  
5 lo menos durante 5 minutos antes de que se haya completado  
la adición de peróxido de hidrógeno y preferiblemente 15 -  
minutos por lo menos. Cuando la reacción se efectúa en -  
ausencia de disolvente inerte, pero en presencia de peróxido  
de hidrógeno acuoso de una concentración no superior al 50  
10 % p/p, el mineral arcilloso puede añadirse a cualquier -  
reactivo o bien los reactivos pueden mezclarse primeramen-  
te y luego ponerse en contacto con el mineral arcilloso. -  
Esto puede efectuarse pasando la mezcla de reactivos a tra-  
vés de una capa fija del mineral arcilloso, presentando -  
15 tal procedimiento la ventaja de separar automáticamente el  
mineral arcilloso.

Esta invención proporciona particularmente un pro-  
cedimiento para la producción de una composición que con-  
tiene peróxido cetónico, cuyo procedimiento comprende la -  
20 reacción de un compuesto carbonilo que no posea otros gru-  
pos funcionales y no tenga más de 6 átomos de carbono fija-  
dos al grupo carbonilo, a una temperatura de 10 a 35°C., -  
con una solución acuosa de peróxido de hidrógeno de una -  
concentración del 60 al 90% p/p y en una cantidad suficien-  
25 te para proporcionar una relación entre compuesto carboni-  
lo y peróxido de hidrógeno de 1:1 a 1:5, efectuándose la -  
reacción en presencia de un mineral arcilloso de montmori-  
lonita cálcica activada con ácido, de un área superficial  
de 200 m<sup>2</sup>/g por lo menos, en una cantidad del 0,2 al 8,0%  
30 en peso de los reactivos y el agua y también en presencia

340715



1 de un disolvente hidrofílico, en una cantidad suficiente  
para proporcionar una composición que contenga del 30 al  
60% en peso de peróxido cetónico, y la separación del mine  
5 ral arcilloso respecto a la composición resultante. Prefe-  
riblemente, la reacción se efectuará añadiendo lentamente  
el peróxido de hidrógeno acuoso a una solución del compues  
to carbonilo en el disolvente inerte, mientras que se en--  
cuentra presente el mineral arcilloso. La invención propor  
ciona también particularmente un procedimiento como el an-  
10 teriormente expuesto, en el que el disolvente es un glicol  
por ejemplo glicol dipropilénico o dihexilénico y/o el com  
puesto carbonilo es cetona metiletílica o cetona metil-iso  
butílica. El mineral arcilloso que ha sido usado en esta -  
invención puede lavarse, después de su separación, por ejem  
15 plo con el disolvente inerte usado, y volverse a emplear -  
en la producción de otras composiciones que contengan peró  
xidos.

La presente invención proporciona también composi-  
ciones que contienen peróxidos, siempre que sean preparadas  
20 mediante un procedimiento de acuerdo con la invención y -  
también mediante procedimientos de polimerización de resi-  
nas poliésteres insaturadas, usando tales composiciones. -  
Estas composiciones pueden catalizarse mediante compuestos  
de cobalto o vanadio y con frecuencia contienen por lo me-  
25 nos un 34% p/p de peróxidos cetónicos, pudiendo contener -  
más del 40% p/p de los mismos.

Seguidamente se ilustrarán versiones específicas  
de la invención por medio de los siguientes ejemplos.

30 Se incluirán, exclusivamente a efectos comparati-  
vos, ejemplos de procedimientos no de acuerdo con la inven



340715

1 ción.

Ejemplo I

5 En dos experimentos se agitaron conjuntamente una mezcla de reacción consistente en 36 g de cetona metil-etílica, 17,3 g de glicol dipropilénico, 12 g de agua desmine-  
10 ralizada y, respectivamente, 5 g de mineral arcilloso Fulmont XX y de mineral arcilloso Fulcat 14, que habían sido lavados con ácido clorhídrico diluido y luego con agua des-  
15 mineralizada, y se añadieron a gotas 27,6 g de peróxido de hidrógeno de una concentración del 86% p/p a cada uno de ellos, no dejándose rebasar la temperatura de reacción de 35°C. Después de completada la adición del peróxido de hidrógeno, se agitó la mezcla de reacción durante otras 16 horas a temperatura ambiente. Seguidamente se separaron -  
15 por filtración los minerales arcillosos. Las resultantes -  
soluciones fueron analizadas, indicándose seguidamente los resultados:

<u>Catalizador</u>	<u>Análisis del producto, % en peso</u>		
	<u>H<sub>2</sub>O<sub>2</sub></u>	<u>Cetona metil-etílica</u>	<u>Oxígeno total disponible</u>
Fulmont X X	3,7	0,7	12,1
Fulcat 14 (lavado con ácido)	0,8	3,8	14,6

25 Este ejemplo ilustra la sorprendente actividad de los catalizadores minerales arcillosos en cuanto a asegurar un sustancial completamiento de la reacción. Esto tie-  
ne por resultado una composición con contenido de peróxido que posee buenas propiedades de resistencia a la llama  
30 debido a su bajo contenido en cetona metil-etílica, así -



340715

1 como a la presencia de un disolvente que presenta un eleva  
do punto de deflagración por efecto de su contenido en agua  
e igualmente una buena actividad en la gelación de poliés-  
ter insaturado. Es indeseable un contenido residual de pe-  
5 róxido de hidrógeno sustancialmente superior al 5%.

Ejemplo II

En cuatro experimentos, se agitaron conjuntamente  
una mezcla de reacción de 36 g de cetona metil-etílica,  
17,3 g de glicol dipropilénico, 10 g de agua desmineraliza  
10 da y, respectivamente, 0,25, 0,50, 2,0 y 5,00 g de mineral  
arcilloso Fulmont XX y se añadieron a gotas, a cada uno de  
ellos, 25,65 g de peróxido de hidrógeno acuoso de una con-  
centración del 87% p/p, no dejándose rebasar la temperatu-  
ra de reacción de los 35°C. Después de completada la adi-  
15 ción del peróxido de hidrógeno, se agitó la mezcla de reac-  
ción durante otras 16 horas a temperatura ambiente. Segui-  
damente se separó el mineral arcilloso de cada mezcla de -  
reacción por filtración. Las resultantes soluciones fueron  
analizadas y los resultados se indican seguidamente.

20 Fulmont Análisis del producto, % en peso

<u>g.</u>	<u>% p/p sobre reac- tivos + agua</u>	<u>H<sub>2</sub>O<sub>2</sub></u>	<u>cetona metil- etílica</u>	<u>Oxígeno total dis- ponible</u>
0,25	0,35	5,3	1,1	12,1
0,50	0,7	4,0	1,0	12,1
25 2,0	2,8	3,2	1,0	12,0
5,0	7,0	4,0	0,8	12,2

Este ejemplo ilustra la efectividad de pequeñas can-  
tidades de catalizador mineral arcilloso en cuanto a conse-  
30 guir un sustancial completamiento de la reacción.

340715



Ejemplo III

1 En dos experimentos, se formó una mezcla de reac-  
ción consistente en cetona metil-etílica y un 87% p/p de  
peróxido de hidrógeno acuoso en una cantidad, calculada co  
5 mo un 100% de peróxido de hidrógeno, suficiente para pro--  
porcionar una relación entre  $H_2O_2$  y cetona metil-etílica -  
de 1,4/1 y, respectivamente, un 5 y un 20% del peso de los  
reactivos y el agua, de resina de cambio iónico macrorreti-  
cular Amberlite 200 en la forma  $H^+$ . Los reactivos se mantu  
10 vieron a  $20^{\circ}C$  durante 16 horas. Las resultantes soluciones  
presentaron el siguiente análisis:

<u>% resina,</u> <u>p/p</u>	<u><math>H_2O_2</math>, % p/p</u>	<u>Cetona metil-</u> <u>etílica % p/p</u>	<u>Oxígeno dispo-</u> <u>nible, % p/p</u>
5	9,8	1,2	16,3
15 20	5,8	2,9	13,4

Este ejemplo ilustra la ineficacia de pequeñas can-  
tidades de resina de cambio iónico en cuanto a conseguir -  
el completamiento de la reacción.

Ejemplo IV

20 Se agitaron conjuntamente 36 g de cetona metil-etí-  
lica, 17,3 g de glicol dipropilénico, 11 g de agua desmine-  
ralizada y 1,0 g de Fulmont XX y se añadieron a gotas 25,65  
g de peróxido de hidrógeno acuoso de una concentración del  
25 87% p/p durante 15 minutos, no dejándose rebasar la tempe-  
ratura de reacción de  $35^{\circ}C$ . Luego se agitó la mezcla de -  
reacción durante otros 30 minutos y se separó el cataliza-  
dor. La resultante solución dió el siguiente análisis:

$H_2O_2$  3,7% en peso  
Cetona metil-etílica 1,3 % en peso  
30 Oxígeno total disponible 11,65% en peso

340715



1

Ejemplo V

5

En dos experimentos sucesivos se agitaron conjuntamente una mezcla de reacción consistente en 180 g de cetona metil-etílica, 86,5 g de glicol dipropilénico, 55 g de agua desmineralizada y 5,0 g de Fulmont XX fresco y de Fulmont XX, respectivamente, recuperados del anterior experimento, lavados con glicol dipropilénico y secados, añadiéndose a gotas a cada uno de ellos 128,3 g de peróxido de hidrógeno acuoso al 87% p/p, no dejándose rebasar la temperatura de reacción de 35°C. Después de completarse la adición de peróxido de hidrógeno, se agitó la mezcla de reacción durante otras 16 horas a temperatura ambiente. Seguidamente se separó el mineral arcilloso y se analizó la resultante solución.

10

15

Los resultados son los siguientes:

<u>Catalizador</u>	<u>Análisis del producto, % en peso</u>		
	<u>H<sub>2</sub>O<sub>2</sub></u>	<u>Cetona metil-etílica</u>	<u>Oxígeno disponible</u>
No usado	3,1	1,6	11,2
Usado	2,3	1,3	11,1

20

Ejemplo VI

Se reaccionaron de la manera usada en los ejemplos I ó II, 50 g de cetona metil-isobutílica, 17 g de glicol dipropilénico, 10 g de agua desmineralizada, 5 g de catalizador Fulmont XX y 25 g de peróxido de hidrógeno acuoso en una concentración del 87% p/p. Se demostró mediante análisis que la resultante solución tenía un contenido en oxígeno disponible del 13,0% en peso, un contenido en H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> del 7,4% en peso y un contenido en cetona metil-isobutílica del 8,0% en peso.

25

30



340715

1

Ejemplo VII

5

Una solución que contenía peróxido de cetona metil-  
etílica, fabricada de acuerdo con esta invención presenta-  
ba la siguiente composición: 43,2% en peso de peróxidos me-  
til-etil-cetónicos, 2,9% en peso de peróxido de hidrógeno,  
1,3% en peso de cetona metil-etílica y 16,0% en peso de  
agua.

10

En tres experimentos, se emplearon las proporcio-  
nes abajo mostradas de la anterior solución con contenido  
de peróxidos, junto con un 1%, por peso de la resina, de  
una solución que contenía un 1% en peso de cobalto como el  
naftenato en un disolvente que comprendía volúmenes igua-  
les de espíritu blanco y estireno, para catalizar la gela-  
ción de la resina poliéster insaturada conocida con el nom-  
bre comercial de "Crystic 189". Los resultados fueron los  
siguientes:

15

<u>Solución de peróxidos metil-etil-cetónicos, % sobre la resina</u>	<u>Tiempo de gelación minutos.</u>	<u>Tiempo de cu- rado, minutos</u>	<u>Temperatu ra máxima °C</u>
--	--	--	---------------------------------------

20

1	34	62	132
2	15	28	139
3	12	25	128

25

Este ejemplo ilustra el grado aceptable de activi-  
dad de una composición que contiene peróxidos, de acuerdo  
con nuestra invención, en la gelación de resinas poliéster-  
res insaturadas.

Ejemplo VIII

30

Se agitaron conjuntamente 36 g de cetona metil-etí-  
lica, 10 g de glicol dipropilénico, 10 g de agua desminera-  
lizada y 5 g de Fulmont XX y se añadieron lentamente 25,65



340715

1 g de peróxido de hidrógeno acuoso de una concentración del  
87% p/p, no dejándose rebasar la temperatura de reacción -  
de 35°C. Cuando se hubo completado la reacción, se separó  
el Fulmont XX por filtración. La resultante solución pre--  
5 sentó el siguiente análisis: 4,6% de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 0,86% de cetona  
metil-etílica, 11,6% de oxígeno disponible y 38,6% de peró-  
xidos metil-etil-cetónicos.

Se colocaron 2 ml de la solución sobre un disco de  
vidrio sinterizado (40 mm de diámetro y 3 mm de grosor, nº  
10 0). Se dispuso sobre el disco un quemador de gas de micro-  
chorro, ajustado de manera que encendiéndose 2 ml de glicol -  
dipropilénico técnicamente puro sobre un disco similar al  
cabo de 120 segundos. La solución se encendió después de  
126 segundos (el tiempo de encendido se considera como el  
15 invertido para que la llama cubra aproximadamente la mitad  
del área del disco). Como comparación, una solución de per-  
óxidos metil-etil-cetónicos al 50% en ftalato dimetílico -  
con un contenido en oxígeno disponible del 13% aproximada-  
mente, encendió en 5 a 10 segundos.

20 Este ejemplo ilustra las propiedades de resisten-  
cia a la llama de las composiciones con contenido de peró-  
xidos, producidas de acuerdo con ciertas versiones de nues-  
tra invención.

En resumen, la Patente de Invención que se solici-  
25 ta, recaerá sobre las siguientes:

- REIVINDICACIONES -

1. Procedimiento de preparación de composiciones -  
que contienen peróxidos cetónicos, que comprende la reac-  
ción de un compuesto carbonilo con peróxido de hidrógeno -  
30 acuoso a una temperatura no superior a 60°C y en presencia

340715



1 de, por lo menos, un 0,1%, por peso de los reactivos y del  
agua, de un mineral arcilloso natural o sintético que tie-  
ne un área superficial de, por lo menos 50 m<sup>2</sup>/g, y la sepa-  
ración de la composición resultante del mineral arcilloso.

5 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el  
que el compuesto carbonilo no tiene más de 6 átomos de car-  
bonos fijados al grupo carbonilo.

3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2,  
en el que el compuesto carbonilo es una cetona dialquílica  
10 o cicloalquílica.

4. Procedimiento según cualquiera de las anterio-  
res reivindicaciones, en el que el mineral arcilloso tiene  
un área superficial de, por lo menos, 100 m<sup>2</sup>/g.

15 5. Procedimiento según la reivindicación 4, en el  
que el mineral arcilloso tiene un área superficial, de por  
lo menos, 200 m<sup>2</sup>/g.

6. Procedimiento según cualquiera de las anterio-  
res reivindicaciones, en el que el mineral arcilloso es -  
una montmorilonita cálcica o bentonita.

20 7. Procedimiento según cualquiera de las anterio-  
res reivindicaciones, en el que el mineral arcilloso ha si-  
do activado con ácido.

8. Procedimiento según cualquiera de las anterio-  
res reivindicaciones, en el que el mineral arcilloso se en-  
25 encuentra presente en una proporción del 0,2 al 8,0% respec-  
to al peso de los reactivos y del agua.

9. Procedimiento según la reivindicación 8, en el  
que el mineral arcilloso se encuentra presente en una pro-  
porción del 0,35 al 5,0%, respecto al peso de los reacti-  
30 vos y del agua.

340715



1           10. Procedimiento según cualquiera de las anteriores reivindicaciones, en el que el peróxido de hidrógeno acuoso tiene una concentración del 20% p/p por lo menos.

5           11. Procedimiento según cualquiera de las anteriores reivindicaciones, en el que el peróxido cetónico formado es disuelto en un disolvente orgánico inerte.

          12. Procedimiento según la reivindicación 11, en el que el peróxido es disuelto en el disolvente efectuando la reacción en presencia de tal disolvente.

10          13. Procedimiento según las reivindicaciones 11 ó 12, en el que se usa un disolvente hidrofílico.

          14. Procedimiento según la reivindicación 13, en el que el disolvente es un glicol.

15          15. Procedimiento según la reivindicación 14, en el que el disolvente es glicol mono-, di-, tri- o tetraetilénico, glicol propilénico, glicol dipropilénico, glicol butilénico, glicol pentilénico o glicol hexilénico.

20          16. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 13 a 15, en el que la composición de peróxido/disolvente inerte contiene también por lo menos un 100% en volumen, basado en el volumen del disolvente presente, de agua.

25          17. Procedimiento según la reivindicación 16, en el que el agua es, en parte, añadida a la mezcla de reacción como tal.

          18. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 12 a 17, en el que el peróxido de hidrógeno acuoso tiene una concentración superior al 50% p/p.

30          19. Procedimiento según la reivindicación 18, en el que el peróxido de hidrógeno acuoso tiene una concentra



340715

1 ción del 60 al 90% p/p.

20. Procedimiento según cualquiera de las reivindi-  
caciones 11 a 19, en el que se encuentra presente suficien-  
te disolvente inerte para proporcionar una solución peróxi-  
5 da del 30 al 60% en peso.

21. Procedimiento según cualquiera de las anterio-  
res reivindicaciones, en el que la relación molar entre ce-  
tona y  $H_2O_2$  es de 1:1 a 1:5.

22. Procedimiento según la reivindicación 21, en -  
10 el que la relación molar es de 1:1 a 1:2.

23. Procedimiento según cualquiera de las anterio-  
res reivindicaciones, en el que la reacción se efectúa en-  
tre 0 y 40°C.

24. Procedimiento según la reivindicación 23, en -  
15 el que la reacción se efectúa a una temperatura de 10 a 35  
°C.

25. Procedimiento de producción de una composición  
que contiene peróxidos cetónicos, cuyo procedimiento com-  
prende la reacción de un compuesto carbonilo de no más de  
20 6 átomos de carbono fijados al grupo carbonilo, a una tem-  
peratura de 20 a 35°C, con una solución acuosa de peróxido  
de hidrógeno, de una concentración del 60 al 90% p/p y en  
una cantidad suficiente para proporcionar una relación en-  
tre compuesto carbonilo y peróxido de hidrógeno de 1:1 a  
25 1:5, efectuándose la reacción en presencia de un disolven-  
te hidrofílico, en una cantidad suficiente para proporci-  
onar una composición que contenga del 30 al 60% en peso de  
peróxido cetónico, y también en presencia de un mineral ar-  
cilloso de montmorilonita cálcica activada con ácido, de -  
30 un área superficial de 200 m<sup>2</sup>/g, por lo menos, en una can-

340715<sup>18</sup>M



1 riores, catalizada por un compuesto que contiene cobalto  
o vanadio.

34. Se reivindica por último como objeto sobre el que  
ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:

5 "PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE COMPOSICIONES QUE CONTIE-  
NEN PEROXIDOS CETONICOS".

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la  
presente Memoria descriptiva que consta de veinte páginas  
mecanografiadas.

10

Madrid, 18 de Mayo de 1.967

BERNARDO UNGRIA

P.P.

15

20

25

30

340715 18



1     tividad del 0,2 al 8,0%, respecto al peso de los reactivos y  
el agua, y la separación del mineral arcilloso de la resul-  
tante composición.

5     26. Procedimiento según la reivindicación 25, en  
el que la reacción se lleva a cabo en presencia de un 100%  
de agua, por lo menos, respecto al volumen del disolvente  
hidrofílico.

10    27. Procedimiento según las reivindicaciones 25 ó  
26, en el que la reacción se efectúa añadiendo lentamente  
el peróxido de hidrógeno acuoso a una solución del compues-  
to carbonilo en el disolvente inerte, mientras se encuentra  
en presencia del mineral arcilloso.

15    28. Procedimiento según cualquiera de las anterio-  
res reivindicaciones, en el que el mineral arcilloso es el  
preparado a partir de una solución peróxida previamente  
preparada de acuerdo con cualquiera de dichas reivindica-  
ciones.

20    29. Procedimiento según cualquiera de las anterio-  
res reivindicaciones, en el que el disolvente es glicol di-  
propilénico o glicol dihexilénico.

30    30. Procedimiento según cualquiera de las anterio-  
res reivindicaciones, en el que la cetona es cetona metil-  
etílica o metil-isobutílica.

25    31. Procedimiento según la reivindicación 30, en  
el que la relación molar entre cetona metil-etílica y pe-  
róxido de hidrógeno es de 1:1,3 a 1:1,7.

30    32. Procedimiento según la reivindicación 1, sus-  
tancialmente como queda descrito con referencia a los ejem-  
plos I, II ó IV a VIII.

33. Procedimiento según las reivindicaciones ante-