

370782

P. 42.449.-

11 A 9025/68
VI/12a

370782 19 SEP



Memoria descriptiva

SECCION TECNICA

CLASIFICACION I. P. C.

CLASE C-01

SUBCLASE B

19 SEP. 1969

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de DEUTSCHE GOLD-UND SILBER-SCHIEDANSTALT
VORMALS ROESSLER

entidad / ~~de nacionalidad~~ alemana

con domicilio en Weissfrauenstrasse 9, Frankfurt (Main),
República Federal Alemana

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE SOLUCIONES NO
ACUOSAS DE PEROXIDO DE HIDROGENO" (Clase Internacio-
nal C01b)



El invento concierne a un procedimiento para la obtención de soluciones no acuosas de peróxido de hidrógeno.

En la preparación de peróxido de hidrógeno según el procedimiento de la antraquinona, se utiliza una solución (denominada aquí abreviadamente solución de trabajo) de una o varias alcohol-antraquinonas en un disolvente de alto punto de ebullición y estable frente a oxígeno y peróxido de hidrógeno. En calidad de alcoholantraquinonas se emplean por ejemplo 2-etil-, 2-butil-, 2-isopropil-, 2-amil-antraquinona y sus derivados parcialmente hidrogenados en el núcleo. En calidad de disolventes se utilizan, entre otros, solos o en mezcla, alcohol-bencenos, parafinas, alcoholes superiores, tetralina, dimetilnaftaleno, y ésteres tales como ciclohexilacetato de metilo y fosfato de trioc-tilo.

La solución de trabajo es hidrogenada en presencia de catalizadores de hidrogenación, tales como por ejemplo esponja de paladio, catalizador de contacto de paladio y soporte, o níquel Raney, transformándose una parte más o menos grande de las antraquinonas en las correspondientes hidroquinonas. Después de separar el catalizador de hidrogenación, la solución de trabajo que contiene las hidroquinonas es tratada con gases en la etapa de oxidación, con aire, con oxígeno o con aire enriquecido en oxígeno. En este caso, la antrahidroquinona es oxidada nuevamente a antraquinona, resultando peróxido de hidrógeno como subproducto en la solución.

En las etapas de extracción que siguen usualmente a la oxidación, se extrae el peróxido de hidrógeno con agua y entonces está presente en forma de solución acuosa.



19 SEP 1969

Después de secar, la solución de trabajo es introducida de nuevo en la etapa de hidrogenación y comienza nuevamente el ciclo. En diferentes lugares del ciclo pueden intercalarse etapas de regeneración o de purificación, con el fin de regenerar o de eliminar productos de descomposición perturbadores, que también se obtienen.

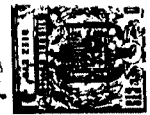
A partir de las soluciones acuosas obtenidas por extracción se debe transferir el peróxido de hidrógeno a un disolvente orgánico, caso de que este se deba emplear en solución no acuosa, por ejemplo para la oxidación. Para esto, son necesarias complicadas y costosas destilaciones por arrastre para eliminar el agua.

Corresponde al invento por lo tanto la finalidad de encontrar un procedimiento con el cual, evitando las desventajas de los procedimientos conocidos, se puedan preparar directamente soluciones de peróxido de hidrógeno en disolventes orgánicos.

De acuerdo con el invento se resuelve este problema mediante un procedimiento que consiste en separar peróxido de hidrógeno desde soluciones de trabajo que contienen peróxido de hidrógeno, que se obtienen en la producción de peróxido de hidrógeno según el procedimiento de la antraquinona después de la etapa de oxidación, con ayuda de una destilación con arrastre, bajo presión reducida y utilizando vapores de disolvente orgánico en calidad de agente de arrastre, y en obtener este peróxido de hidrógeno después de la condensación en forma de solución no acuosa en el disolvente utilizado para el arrastre en separar las porciones de la solución de trabajo eventualmente separadas al mismo tiempo, en un recipiente separador de fases, y

12.9.69

19 SEP.



en devolverlas al ciclo. A diferencia del modo de trabajo conocido, se obtienen según este procedimiento directamente soluciones de peróxido de hidrógeno en el disolvente orgánico utilizado para el arrastre.

5 La destilación con arrastre se lleva a cabo preferiblemente a presiones entre 5 y 60 torr y a temperaturas entre 30 y 110°C.

Para el arrastre los más apropiados son los vapores de las sustancias que disuelven al peróxido de hidrógeno y no son atacadas bajo las condiciones del procedimiento. Entre estas sustancias se cuentan, dependiendo de la finalidad de utilización posterior, por ejemplo ácidos carboxílicos, tales como ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, o ésteres, tales como acetato de etilo, acetato de propilo, 10 acetato de butilo. Sin embargo, también se han mostrado como muy apropiados alcoholes, tales como propanol, butanol, 15 ciclohexanol.

Si se proyecta por ejemplo una transformación ulterior de la solución orgánica de peróxido de hidrógeno en perácidos, se utiliza en calidad de agente de arrastre el correspondiente ácido de base, es decir por ejemplo el ácido acético en el caso de la producción de ácido peracético. 20

Para el arrastre se pueden utilizar sin embargo también mezclas de ácidos carboxílicos y ésteres, o de alcoholes y ésteres. 25

En el arrastre se puede evitar en muchos casos el paso conjunto de porciones de la solución de trabajo mediante empleo de un pequeño reflujo en el aparato de arrastre, que corresponde aproximadamente a una proporción de 30

12.9.69

370782



reflujo (R : E) de 1,5 a 0,5.

Las porciones de la solución de trabajo no miscibles con el agente de arrastre que contiene peróxido de hidrógeno, que eventualmente han pasado durante el arrastre, estas se pueden aislar sin dificultades mediante separación de fases desde el agente de arrastre que contiene peróxido de hidrógeno, y se pueden devolver a la solución de trabajo que se encuentra en el ciclo. Esto ocurre por ejemplo en el caso de utilizar ácido acético en calidad de agente de arrastre. Si la solución de trabajo consiste por ejemplo en alcohol-antraquinona, fosfato de trioctilo y alcohol-bencenos, pasa por destilación alcoholbenceno junto con el ácido acético y el peróxido de hidrógeno. Este se separa en el colector desde la solución del peróxido de hidrógeno en ácido acético, de manera que en el caso de una ejecución del colector en forma de recipiente separador de fases, es posible un sencillo aislamiento del alcoholbenceno. En este caso, es ventajoso que el alcoholbenceno contenga a lo sumo pequeñas cantidades de peróxido de hidrógeno.

El invento es explicado a continuación con más detalle con ayuda de un ejemplo de realización y de los dibujos anejos.

Ejemplo.- En la parte superior 11 de una columna de arrastre 1 se introdujo una solución previamente calentada a 70°C, procedente del ciclo del proceso de la antraquinona, de 9,3 g de peróxido de hidrógeno en 1 litro de una mezcla de 272 ml de fosfato de trioctilo, 633 ml de tetrametilbencenos y 120 g de etilantraquinona. La solución de trabajo fluye a través de la columna y la abandona en

370782

la parte más inferior, por 12, a través de una evacuación de líquido.

En la parte inferior de la columna, por 13, se insufla vapor de ácido acético recalentado a 100°C, dentro de la columna que funciona bajo una presión de 18 torr.

En la parte superior de la columna, el vapor de arrastre de ácido acético abandona la columna, juntamente con peróxido de hidrógeno y una pequeña cantidad de tetrametilben- ceno, es condensado en el refrigerador 2 y es separado en el separador 3. 98% del peróxido de hidrógeno añadido a la columna 1 se encuentra en el separador 3 y el resto se encuentra en la solución de trabajo que sale en la parte

inferior de la columna por 12. Por 13, por cada litro de solución de trabajo se insuflan 80 g de vapor de ácido acético, de los cuales 53 g pasan con el destilado. El resto permanece en la salida de la columna. En el separador 3 resulta una solución al 14,7% en peso de H₂O₂ en ácido acético. Al mismo tiempo se separan, por cada litro de solución de trabajo empleada, 28 g de tetrametilbenceno.

Mediante calentamiento de la parte inferior de la columna se puede reducir esencialmente o se puede eliminar enteramente la cantidad de ácido acético presente en la salida 12.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Austria el 16 de Septiembre de 1968, bajo el Núm. 9025/68 VI/12a, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

370782



Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

5

1º.- Procedimiento para la preparación de soluciones no acuosas de peróxido de hidrógeno, caracterizado porque se separa peróxido de hidrógeno desde las soluciones de trabajo que contienen peróxido de hidrógeno, que se obtienen en la producción de peróxido de hidrógeno según el procedimiento de la antraquinona después de la etapa de oxidación, con ayuda de una destilación con arrastre bajo presión reducida y utilizando vapores de disolvente orgánico en calidad de agente de arrastre, y se obtiene, después de la condensación en forma de solución no acuosa en el disolvente utilizado para el arrastre, se separa en un recipiente separador de fases las porciones de la solución de trabajo eventualmente separadas de modo simultáneo y se devuelven al ciclo.

10

15

20

2º.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la destilación con arrastre se lleva a cabo a presiones entre 5 y 60 torr y a temperaturas entre 30 y 110°C.

25

3º.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado porque para el arrastre se utilizan vapores de un disolvente que disuelve peróxido de hidrógeno, ampliamente estable químicamente bajo las condiciones del

370782

19 SEP. 1969



procedimiento.

4^o.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque para el arrastre se utilizan ácidos carboxílicos tales como por ejemplo ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, o esterés, tales como por ejemplo acetato de etilo, acetato de propilo, acetato de butilo, o alcoholes, tales como por ejemplo propanol, butanol, ciclohexanol.

5^o.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque para el arrastre se utilizan mezclas de ácidos carboxílicos y ésteres, o de alcoholes y ésteres.

6^o.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque en el arrastre se evita el paso conjunto de porciones de la solución de trabajo, empleando un pequeño reflujo en el aparato de arrastre, que corresponde preferiblemente a aproximadamente una proporción de reflujo (R : E) de 1,5 a 0,5.

7^o.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque las porciones de la solución de trabajo no miscibles con el agente de arrastre que contiene peróxido de hidrógeno, que eventualmente han pasado durante el arrastre, son aisladas por separación de fases del agente de arrastre, que contiene peróxido de hidrógeno y son devueltas a la solución de trabajo que se encuentra en el ciclo.

8^o.- Procedimiento para la preparación de soluciones no acuosas de peróxido de hidrógeno.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

370782

12.9.69

19 SEP. 1969



Esta Memoria consta de nueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 19 SEP. 1969

P.A.

Alberto de Elzaburu
Por Poder
Arta

370782

370782

