

378963

28 AB



378963

SECCION TECNICA
CLASIFICACION
CLASE <u>601</u>
SUBCLASE <u>b</u>

PATENTE DE INVENCION  
Case 3

# Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA TRANSFERENCIA DE PEROXIDO DE HIDROGENO DESDE UN DISOLVENTE A OTRO

=====

*Solicitante* PETROCARBON DEVELOPMENTS LIMITED, entidad inglesa, residente en Petrocarbón House, Sharston Road, Wythenshawe, Manchester 22, Inglaterra.

=====

La presente invención se relaciona con un procedimiento para la transferencia de un soluto termicamente inestable, tal como un compuesto peroxidico (particularmente peróxido de hidrógeno), desde un primer disolvente o mezcla disolvente volatilizable a un segundo disolvente o mezcla

5.

**POOR  
QUALITY**



disolvente volatilizable, menos volátil.

- La transferencia de un componente relativamente no volátil desde uno o más primeros disolventes a un segundo disolvente o disolventes puede efectuarse fácilmente mediante
5. los procedimientos conocidos de extracción disolvente-disolvente en el caso de que los disolventes primero y segundo sean inmiscibles o posean una solubilidad mutua muy limitada y el soluto relativamente no volátil tenga algo de solubilidad en cada disolvente. Este método no es adecuado si los disolventes poseen un elevado grado de solubilidad mutua o son miscibles en todas las proporciones y la única alternativa, actualmente conocida, consiste en destilar totalmente o evaporar de otro modo el primer disolvente del soluto y a continuación redissolver en, o diluir con, el segundo disolvente.
  10. Esta operación es, sin embargo, una operación más peligrosa si se concentra una solución de peróxido de hidrógeno en un alcohol secundario, tal como alcohol isopropílico, puesto que como ya se conoce las soluciones concentradas de peróxido de hidrógeno en alcoholes secundarios se descomponen rápida y violentamente a temperaturas relativamente moderadas. En adición, si la mezcla de alcohol isopropílico y el segundo disolvente forma un azeotropo, o cuando la curva de equilibrio líquido-vapor usual se acerca a la llamada línea de operación a reflujo total tan aproximadamente que resulta muy
  15. difícil una separación razonable en la mezcla, incluso cuando se emplean un gran número de platos teóricos, entonces se requerirán grandes cantidades de calor para extraer dicha mezcla bajo condiciones normales de destilación. La presente invención describe un procedimiento que reduce al mínimo
  20. o salva estas dificultades de forma segura y económica. En
  - 25.
  - 30.



- las condiciones del procedimiento de la invención, el caudal de líquido que fluye descendientemente desde la cabeza de la columna será igual al caudal de flujo del primer disolvente y será sustancialmente el mismo por toda la columna, diferenciándose entre la cabeza de la columna y la base de la misma solamente por la relación de los calores latentes de los dos disolventes. Puesto que la concentración del soluto no varía ampliamente durante su transferencia desde el primer disolvente al segundo, se evitan grandes concentraciones de soluto ( que sería peligroso con peróxido de hidrógeno ). Sin embargo, deberá observarse que en algunos casos, a veces incluso en el caso del peróxido de hidrógeno, puede ser conveniente efectuar un incremento limitado de concentración a través del sistema disolvente, con el criterio de que la concentración final no excederá de la concentración máxima permitible consistente con descomposición térmica bajo las condiciones de operación del procedimiento. No obstante, la transferencia del peróxido de hidrógeno por el procedimiento descrito a continuación puede realizarse sin incrementar a un grado indeseable la concentración del mismo, durante la operación de transferencia, por encima de un nivel en el que puede ocurrir la descomposición térmica, o de otro modo inducida, del soluto.
5. diferenciándose entre la cabeza de la columna y la base de la misma solamente por la relación de los calores latentes de los dos disolventes. Puesto que la concentración del soluto no varía ampliamente durante su transferencia desde el primer disolvente al segundo, se evitan grandes concentraciones de soluto ( que sería peligroso con peróxido de hidrógeno ). Sin embargo, deberá observarse que en algunos casos, a veces incluso en el caso del peróxido de hidrógeno, puede ser conveniente efectuar un incremento limitado de concentración a través del sistema disolvente, con el criterio de que la concentración final no excederá de la concentración máxima permitible consistente con descomposición térmica bajo las condiciones de operación del procedimiento. No obstante, la transferencia del peróxido de hidrógeno por el procedimiento descrito a continuación puede realizarse sin incrementar a un grado indeseable la concentración del mismo, durante la operación de transferencia, por encima de un nivel en el que puede ocurrir la descomposición térmica, o de otro modo inducida, del soluto.
  10. Sin embargo, deberá observarse que en algunos casos, a veces incluso en el caso del peróxido de hidrógeno, puede ser conveniente efectuar un incremento limitado de concentración a través del sistema disolvente, con el criterio de que la concentración final no excederá de la concentración máxima permitible consistente con descomposición térmica bajo las condiciones de operación del procedimiento. No obstante, la transferencia del peróxido de hidrógeno por el procedimiento descrito a continuación puede realizarse sin incrementar a un grado indeseable la concentración del mismo, durante la operación de transferencia, por encima de un nivel en el que puede ocurrir la descomposición térmica, o de otro modo inducida, del soluto.
  15. No obstante, la transferencia del peróxido de hidrógeno por el procedimiento descrito a continuación puede realizarse sin incrementar a un grado indeseable la concentración del mismo, durante la operación de transferencia, por encima de un nivel en el que puede ocurrir la descomposición térmica, o de otro modo inducida, del soluto.
  20. un grado indeseable la concentración del mismo, durante la operación de transferencia, por encima de un nivel en el que puede ocurrir la descomposición térmica, o de otro modo inducida, del soluto.

- La presente invención proporciona un procedimiento para la transferencia de peróxido de hidrógeno desde un disolvente a otro, cuyo proceso comprende introducir el peróxido de hidrógeno disuelto en al menos un primer disolvente (por ejemplo, isopropanol) en la porción superior de una zona de fraccionamiento, introducir en la porción inferior de dicha zona como mínimo un segundo disolvente menos volátil
25. para la transferencia de peróxido de hidrógeno desde un disolvente a otro, cuyo proceso comprende introducir el peróxido de hidrógeno disuelto en al menos un primer disolvente (por ejemplo, isopropanol) en la porción superior de una zona de fraccionamiento, introducir en la porción inferior de dicha zona como mínimo un segundo disolvente menos volátil
  30. de dicha zona como mínimo un segundo disolvente menos volátil

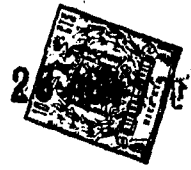
- 4 378963



- til capaz de volatilizarse en el mismo sin descomposición apreciable del peróxido de hidrógeno y el citado primer disolvente o disolventes y mantener unas condiciones térmicas tales en dicha zona que, cuando se alcance el equilibrio, el
5. citado primer disolvente que entra en la parte superior de dicha zona se destile de la misma con una constitución prácticamente constante ( es decir, el primer disolvente o disolventes es o son de composición similar cuando entran en la zona que cuando salen de la misma ), por lo cual el
10. citado segundo disolvente se volatiliza y condensa en dicha zona de tal modo que el peróxido de hidrógeno llega a disolverse en dicho segundo disolvente y la solución resultante abandona dicha zona por su cola. El segundo disolvente o disolventes deberán ser preferiblemente uno o más disolventes
15. de éster de fórmula I, dada a continuación, y, como ya se ha indicado, deberá ser menos volátil que el primer disolvente o disolventes.

- Se apreciará que, siempre que dicha zona consista en una columna de destilación con un número suficiente de
20. platos teóricos, las condiciones de equilibrio serán alcanzadas cuando la temperatura en la parte superior de dicha zona sea tal que la composición del disolvente que entra y abandona la parte superior de dicha zona sea sustancialmente la misma, entendiéndose que el peróxido de hidrógeno
25. pasa a través de dicha zona, entrando en la parte superior y saliendo por el fondo, mientras se transfiere desde el disolvente introducido en la parte superior de dicha zona al citado segundo disolvente que se introduce por el fondo de la citada zona; adicionalmente, cuando los disolventes primero y segundo forman un azeotropo, la composición del disol-
- 30.

378963



vente que entra y sale por la parte superior de dicha zona es la del azeotropo, pero cuando no se forma azeotropo, entonces entra y sale por la parte superior de dicha zona un primer disolvente prácticamente puro.

- 5.- Puesto que el procedimiento de la presente invención es especialmente aplicable al peróxido de hidrógeno (es decir, soluto) disuelto en alcohol isopropílico, la siguiente descripción se encuentra dirigida a una consideración de este sistema particular soluto/disolvente.
10. Cuando el alcohol isopropílico, el cual puede estar en mezcla con otro disolvente inerte, se oxida, en la fase líquida, con oxígeno o un gas que contiene oxígeno (por ejemplo, aire) a una temperatura elevada (por ejemplo, 80-160°C), en ausencia esencial de iones de metales pesados, a una presión suficiente para mantener el citado alcohol en fase líquida, una cierta proporción del alcohol isopropílico se convierte en peróxido de hidrógeno y acetona. Esta reacción se describe con detalle en la solicitud de patente británica No. 16.577/68. Como se describe en la solicitud española No. 367.432 ( la cual se incorpora en la presente solicitud a modo de referencia), después de la separación de dicha acetona y algo de agua de reacción por destilación u otro medio conocido para los expertos en la técnica, el citado alcohol isopropílico es reemplazado por un disolvente de éster, en el cual se transfiere el peróxido de hidrógeno, que tiene la siguiente fórmula I:



- en la que cada una de R y R' se eligen independientemente entre radicales alquilo con hasta 5 átomos de carbono y radicales alquilo con hasta 5 átomos de carbono sustituidos
- 30.



con al menos un grupo electrofílico.

- Podrá apreciarse que R y R' no tienen que ser necesariamente diferentes entre sí. Los valores preferidos para los citados radicales R y R' son los siguientes: R es metilo y R' es n-propilo, isopropilo, sec-butilo, t-butilo o n-pentilo; ó R es etilo y R' es etilo, n-propilo o isopropilo. Algunos de estos disolventes de éster pueden formar con agua un azeotropo que hierve a una temperatura inferior que el azeotropo de éster alcohol isopropílico, formándose dicha agua durante la oxidación del alcohol isopropílico; el azeotropo agua/éster puede incluir algo de alcohol isopropílico si el disolvente de éster es tal que se forma un azeotropo ternario. Por consiguiente, la solución de peróxido de hidrógeno en dicho disolvente de éster, que se produce por destilación, es prácticamente anhidra, separándose inicialmente como un azeotropo cualquier exceso de agua que esté presente en la mezcla de alcohol isopropílico y peróxido de hidrógeno. El alcohol isopropílico se separa entonces por destilación de la misma o como un azeotropo de alcohol isopropílico/disolvente de éster. El residuo es una solución anhidra de peróxido de hidrógeno en el disolvente de éster y puede entonces hacerse reaccionar ulteriormente, por ejemplo con un ácido carboxílico (por ejemplo, usando el procedimiento descrito y reivindicado en la solicitud española No. 367.433, la cual se incorpora en esta memoria a modo de referencia), para formar una solución de ácido percarboxílico en el disolvente de éster.
5. .
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

Los azeotropos anteriores pueden pasarse a columnas de destilación y separarse en sus componentes puros, por medios bien conocidos en la técnica, y reciclarse al

30.



procedimiento. Un disolvente de éster preferido es el acetato de n-propilo que forma un azeotropo especialmente rico en alcohol isopropílico cuando se destila con el mismo; otro disolvente inerte preferido es el acetato de n-pentilo el cual forma un azeotropo con alcohol isopropílico.

5.

Las ventajas del procedimiento de la invención podrán apreciarse más claramente con referencia a una curva de equilibrio líquido-vapor mostrada en la figura 1B de los dibujos esquemáticos adjuntos que reproduce un diagrama de equilibrio líquido-vapor de alcohol isopropílico-

10.

-disolvente de éster-peróxido de hidrógeno, en donde el peróxido de hidrógeno es prácticamente involátil. Mediante interpretación de este diagrama por el método de análisis bien conocido de McCabe-Thiele, se puede ver que para la composición alimentada dada (A), mediante empleo de una columna de destilación que tiene 10 platos teóricos por encima del plato de alimentación y 5 platos teóricos por debajo, se puede obtener una corriente de cabeza (B) rica en alcohol isopropílico y una corriente de cola (C) rica en disolvente de éster y que contiene peróxido de hidrógeno.

15.

20.

Un método para realizar un procedimiento de transferencia de peróxido de hidrógeno desde alcohol isopropílico a otro disolvente se describe y reivindica en la solicitud de patente española No. 367.432. En la figura 1A de los dibujos se muestra un diagrama de flujos para llevar a cabo este método y los detalles que describen la aplicación de los datos de equilibrio líquido-vapor mostrados en la figura 1B se indican más abajo.

25

30.

El alcohol isopropílico alimentado al reactor de



oxidación 1 (un reactor adecuado se describe en la patente USA No. 2.871.104 de F.F. Rust, de 27 de enero de 1.959) se deriva parcialmente del reciclo de alcohol isopropílico sin reaccionar, el cual puede estar en mezcla con el disolvente de éster anterior, por vía de la línea 14, desde un sistema de desplazamiento de disolvente 13, y parcialmente mediante la adición de alcohol isopropílico por vía de la línea 2.

En el reactor 1, el alcohol isopropílico se oxida con oxígeno o un gas que contenga oxígeno, tal como aire, el cual se alimenta al reactor por vía de la línea 3. La mezcla oxidada resultante se extrae por vía de la línea 4 a un sistema de separación 5 en el que se separa el subproducto de acetona de la mezcla oxidada y se elimina por vía de la línea 6. La acetona se extrae entonces como un subproducto a través de la línea 8 ó se pasa a un reactor de hidrogenación 7, en el que se hace reaccionar con hidrógeno, suministrado por vía de la línea 22, para formar alcohol isopropílico el cual puede reciclarse al reactor por vía de la línea 2.

La mezcla oxidada restante después de la separación de la acetona en el sistema de separación 5, se pasa por vía de la línea 9 a una etapa de separación azeotrópica 10, en la que se separa agua como un azeotropo y se alimenta por vía de la línea 11. La mezcla esencialmente anhidra, que resulta de esta separación, se pasa por vía de la línea 12 a una sección de desplazamiento de disolvente 13, constituida por una columna de destilación, y se alimenta en el plato teórico 5, tal como se indica en la interpretación gráfica de McCabe-Thiele de la figura 1B, junto con el disolvente



de éster (el cual reemplaza al disolvente de la mezcla que fluye a través de la línea 12) que se introduce a través de la línea 16.

5. El vapor de cabeza, que contiene el alcohol isopropílico sin reaccionar y algo de disolvente de éster, tiene una constitución (B) como la indicada en la figura 1B, pasándose a un condensador 18 por vía de la línea 17. La mezcla condensada se separa entonces en dos corrientes por un divisor de reflujo 19, determinándose la relación de las corrientes por métodos de cálculo bien conocidos para los expertos en la técnica. De esta forma, la línea 20 lleva parte de la corriente mezclada que vuelve a la columna de destilación 13, y la línea 14 recicla la mezcla al reactor de oxidación 1. La solución requerida de peróxido de hidrógeno en el disolvente inerte que puede contener cantidades muy pequeñas de alcohol isopropílico, sale por vía de la línea 15; esta solución tiene una composición de disolvente de éster-alcohol isopropílico que se muestra como composición de cola (C) en la figura 1B. Como se indica más arriba, la cantidad necesaria de disolvente de éster para este desplazamiento se suministra por vía de la línea 16 y se mezcla con la solución inicial de peróxido de hidrógeno en alcohol isopropílico antes de entrar en la columna de destilación 13.
- 10.
- 15.
- 20.
25. Con el fin de conseguir la separación deseada como se indica en la figura 1B, deberán mantenerse condiciones de reflujo que requieran una gran cantidad de calor para suministrarse al sistema, efectuándose esto a través de un calderín 21; además, en la sección de rectificación de la columna de destilación se requiere un número relativamente
- 30,



grande de platos teóricos, en este caso 10, numerados del 6 al 15, en adición a los 5 platos teóricos, numerados del 1 al 5, en la sección de agotamiento.

5. A continuación se describirá un método de llevar a cabo el procedimiento de la invención haciendo referencia a las figuras 2A y 2B de los dibujos que corresponden al diagrama de flujo y al diagrama de equilibrio líquido-vapor respectivamente indicados en las figuras 1A y 1B, pero con la modificación apropiada de la etapa de separación que es-
10. tá constituida solamente por 10 platos teóricos en la figura 2A en lugar de 15 en la figura 1A.

15. El método de realizar el procedimiento ilustrado en la figura 2A es el mismo que para la figura 1A hasta la etapa en la que la corriente sale de la etapa de separación de azeotropo por la línea 12.

20. La solución en alcohol isopropílico de peróxido de hidrógeno, que puede estar en mezcla con otro disolvente (por ejemplo, el disolvente de éster como se hará evidente por la descripción que sigue), se lleva por la línea 12 al plato teórico mostrado como 10 de una columna de destilación 13 que tiene 10 platos teóricos numerados del 1 al 10, es decir, la porción superior de una zona de fraccionamiento. El vapor de cabeza que sale por la línea 17 tiene una composición similar de alcohol isopropílico sin reaccionar y
25. disolvente de éster que la alimentada a la columna de destilación, pero el peróxido de hidrógeno relativamente no volátil presente en la corriente 12 pasará descendentemente por la columna y solo cantidades muy pequeñas estarán presentes en la corriente de cabeza. Esta corriente de cabeza puede
30. entonces licuarse por medio de un condensador 18 y reciclar



- se por via de la línea 14 al reactor de oxidación 1. A medida que el peróxido de hidrógeno pasa descendentemente por los platos teóricos, desde el plato 10 al plato 1, la mezcla será más rica en disolvente de éster. La corriente de disolvente de éster-peróxido de hidrógeno que sale por la
5. línea 15 es casi enteramente peróxido de hidrógeno disuelto en el disolvente de éster con solamente un pequeño contenido en alcohol isopropílico. El disolvente de éster necesario para este desplazamiento se suministra por via de la línea
10. 16 la cual se encuentra en la cola de la columna 13, en este caso el plato teórico 1. Sin embargo, debe observarse que sería posible introducir parte del disolvente de éster en uno o más de los otros platos teóricos de la columna, por ejemplo, en el plato No. 2 y/o en el plato No. 3 y así
15. sucesivamente, pero esto es menos económico con respecto al consumo de calor.

- Alimentando la solución en alcohol isopropílico de peróxido de hidrógeno en la porción superior de la columna de destilación y el disolvente de éster en la cola de la misma, puede obtenerse una ventaja considerable sobre el proceso descrito con referencia a las figuras 1A y 1B de los dibujos, pero esta ventaja se disminuiría si la posición de alimentación para el disolvente de éster está adelantada hacia la posición de alimentación para la mezcla de alcohol
20. isopropílico-peróxido de hidrógeno. No obstante, el proceso de la invención no está limitado al caso en el que el disolvente de éster se introduce en el plato teórico más inferior y la solución de peróxido de hidrógeno en alcohol isopropílico se introduce en el plato más superior; en general se obtendrá alguna ventaja, siempre que el disolvente
- 25.
- 30.



de éster se introduzca por debajo de la solución de peróxido de hidrógeno en alcohol isopropílico.

Podrá apreciarse que la columna de destilación 13 constituye la zona de fraccionamiento del proceso de la invención.

5.

Resulta posible efectuar el desplazamiento del disolvente de alcohol isopropílico con el disolvente de éster anteriormente mencionado de forma extremadamente económica, puesto que el calor necesario para mantener las condiciones requeridas ya citadas en la columna de destilación por medio de un calderín se acerca al mínimo teórico.

10.

Con ciertos disolventes de éster que tienen un punto de ebullición relativamente alto es preferible operar la columna de destilación del proceso bajo un vacío con el fin de reducir la temperatura en el calderín de la columna de destilación a un nivel en el que la descomposición térmica del peróxido de hidrógeno se reduce al mínimo.

15.

Si se emplea un gran número de platos teóricos en el proceso de la invención, la caída total de presión es relativamente alta y deberá aplicarse un vacío con el fin de obtener la temperatura de operación deseada en el calderín. Así, a medida que se reduce el número de platos teóricos, también se reduce la caída de presión y para la misma temperatura de calderín el vacío requerido, puede ser inferior, con una reducción subsecuente en el diámetro de la columna y costos de capital.

20.

25.

Podrá apreciarse que en el procedimiento de la in invención el primer disolvente consiste preferiblemente en, o contiene, isopropanol; el citado primer disolvente está constituido adecuadamente por una pluralidad de disolventes, por

30.

378963



ejemplo, isopropanol y acetona. Los disolventes de éster preferidos de fórmula I son acetato de n-propilo y acetato de n-pentilo.

5. Los siguientes ejemplos ilustran la invención sin limitarla, siendo el procedimiento empleado el anteriormente indicado con referencia a los dibujos; todas las partes son en peso.

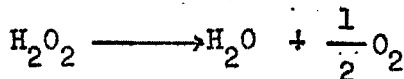
Ejemplo 1

10. Se cargaron 500 ml de acetato de n-propiloanhidro en un matraz de Pirex de 1 litro bien acondicionado, acoplado con una columna rellena bien acondicionada de 150 cm de longitud que contiene anillos de aluminio, y se elevó la temperatura al reflujo a presión atmosférica por medio de una camisa de calentamiento. El vapor de cabeza, a una temperatura de 102°C, se condensó y recicló a la columna bajo reflujo total; después de 30 minutos, el régimen de destilación era de 4,7 ml por minuto. Simultáneamente, se añadió acetato de n-propilo a la cola de la columna en un régimen de 4,7 ml por minuto y se bombeó a la cabeza de la columna
15. una mezcla de 78,3 partes de alcohol isopropílico, 14,4 partes de acetato de n-propilo y 7,3 partes de peróxido de hidrógeno. La temperatura de cabeza descendió rápidamente a 82°C, tras lo cual se separaron continuamente de la cola del matraz 4,7 ml por minuto del disolvente inerte que contiene peróxido de hidrógeno. Después de 30 minutos de operación, se analizó una muestra del destilado de cabeza y resultó contener alcohol isopropílico y acetato de n-propilo en la proporción de 84,5 partes a 15,5 partes respectivamente. El producto que sale del matraz resultó contener menos
20. de 0,05 % en peso de isopropanol. Esta mezcla se analizó
- 25.
- 30.



también en relación al peróxido de hidrógeno, cuya determinación mostró que una pequeña proporción del peróxido de hidrógeno se había descompuesto durante su paso a través de la columna. En la corriente de cabeza se encontró una ecuación estequiométrica de agua, de acuerdo con la ecuación:

5.



Procedimiento comparativo

10.

La siguiente descripción de los casos 1 y 2 muestra respectivamente el calor requerido para efectuar la separación por el método de operación descrito en las figuras 1A y B (es decir, usando un procedimiento fuera del alcance de la presente invención) y el calor requerido para

15.

llevar a cabo el procedimiento haciendo uso del proceso de la presente invención; el procedimiento adoptado en ambas ocasiones fue como el descrito anteriormente con referencia a las figuras 1A y B y figuras 2A y B respectivamente.

Caso 1

20.

A partir de los datos producidos de un alambique Gillespie se trazó un diagrama de equilibrio líquido-vapor para el sistema isopropanol/acetato de n-propilo (en el cual para fines prácticos descubrimos que el peróxido de hidrógeno era involátil) y se estableció el diagrama de

25.

McCabe-Thiele. Se calculó una relación de flujo mínima de 1,56:1 (es decir, a un número infinito de platos teóricos) y mediante el uso de estos datos se diluyó una corriente que contenía 78,1 partes en peso de alcohol isopropílico, 8,1 partes en peso de peróxido de hidrógeno y 13,8 partes

30.

de acetato de n-propilo con 34,0 partes de acetato de



5. n-propilo y se alimentó en el plato teórico nº 12 de una columna de destilación que contenía en total 25 platos teóricos. Mediante ajuste de la relación de reflujo a 2,0;1, se obtuvo una corriente de cabeza que contenía 14,9 partes de acetato de n-propilo y 85,1 partes de alcohol isopropílico, mientras que la corriente de cola que contenía el peróxido de hidrógeno tenía menos de 0,05 partes de isopropanol presente. El calor requerido para efectuar esta separación ascendió a  $7,4 \times 10^5$  Kcal por 100 Kg de peróxido de hidrógeno.
- 10.

Caso 2

15. De acuerdo con un diagrama de McCabe-Thiele, se añadió a la parte superior de la columna una mezcla que contenía 78,1 partes en peso de alcohol isopropílico, 8,1 partes de peróxido de hidrógeno y 13,8 partes de acetato de n-propilo, mientras que en el fondo se alimentó una corriente de acetato de n-propilo reciclado. Después de varias horas de operación, cuando se alcanzó el equilibrio, se consiguió una posición de operación en estado de régimen.

20. Un análisis de la corriente de cabeza y de cola mostró que la cabeza contenía 14,9 partes de acetato de n-propilo, 85,1 partes de alcohol isopropílico y menos de 0,01 partes de peróxido de hidrógeno, mientras que la corriente de cola contenía menos de 0,05 partes de alcohol isopropílico. El calor requerido para efectuar esta separación fue de  $2,46 \times 10^5$  Kcal por 100 Kg de peróxido de hidrógeno procesado.
- 25.

Ejemplo 2

30. Se oxidaron con aire, en un período de 5 horas, a una temperatura de 125°C y una presión de  $4,2 \text{ Kg/cm}^2$ , 300 g



- de alcohol isopropílico que contenía 1,5 g de peróxido de hidrógeno y una traza de acetona. Se excluyeron del sistema de reacción los iones de metales de transición. El producto obtenido consistía en 17,9 g de peróxido de hidrógeno y 35 g
5. de acetona en alcohol isopropílico que contenía alrededor de 0,5 % de agua. El peso de solución obtenida era de 298 g y el peróxido de hidrógeno preparado representaba un rendimiento del 80 %, basado en el peso de acetona producida como subproducto. Se eliminó la cetona del producto de oxidación mediante destilación fraccionada. Esta mezcla se alimentó, durante 1 hora a la cabeza de una columna de fraccionamiento que unida a un matraz que contenía 250 g de acetato de n-pentilo bajo reflujo total. Después de alcanzar una condición en estado de régimen se recogió un destilado
10. que contenía 243 g de alcohol isopropílico, 0,2 g de acetato de n-pentilo y alrededor de 3 g de agua.
- 15.

El producto restante en el matraz consistía en 245 g de una solución que contenía una traza de alcohol isopropílico, 15,2 g de peróxido de hidrógeno y menos de 0,1 % de agua.

20.

### Ejemplo 3

- Se oxidaron con oxígeno, comercialmente puro, en un período de 6 horas, a una temperatura de 120°C y una presión de 4,2 Kg/cm<sup>2</sup>, 503 g de una mezcla que contenía 3,0 g
25. de peróxido de hidrógeno y una cantidad de traza de acetona en 425 g de alcohol isopropílico y 75 g de acetato de n-propilo. La solución resultante contenía 28,8 g de peróxido de hidrógeno, 61,4 g de acetona, 4,1 g de agua y 74,2 g de acetato de n-propilo en alcohol isopropílico. De esta forma,
30. el rendimiento en peróxido de hidrógeno fue del 80 %,

378963

23



5. basado en la acetona producida como subproducto. La acetona se destiló fraccionadamente del producto, y el residuo se añadió continuamente, en 1 1/2 horas, a la cabeza de una columna de destilación en la que se refluieron totalmente 250 g de acetato de n-propilo.

10. Cuando la concentración de peróxido de hidrógeno en el matraz hubo alcanzado el 5,5%, el producto se separó a un régimen aproximadamente igual al régimen de alimentación a la cabeza de la columna. Se mantuvo un nivel constante mediante alimentación de acetato de n-propilo al matraz. Los destilados recogidos en una operación entera, consistían en 6,0 g de agua y 53,5 g de acetato de n-propilo en 358 g de alcohol isopropílico, pero no destiló ningún peróxido de hidrógeno. El producto del matraz consistía en 15. una solución de acetato de n-propilo conteniendo 24,5 g de peróxido de hidrógeno, menos de 0,1 % de alcohol isopropílico y trazas de acetona y agua.

#### Ejemplo 4

20. Se oxidaron con aire, en un período de 8 horas, a una temperatura de 125°C y una presión de 4,2 Kg/cm<sup>2</sup>, 603 g de una mezcla que contenía 3,0 g de peróxido de hidrógeno y una cantidad de traza de acetona en una mezcla de 312 g de alcohol isopropílico y 282 g de acetato de isopropilo. El producto obtenido, que pesaba 618 g, contenía 25. 20,0 g de peróxido de hidrógeno, 35,8 g de acetona, 2,0 g de agua y 280 g de acetato de isopropilo. El rendimiento en peróxido de hidrógeno fue del 81 %, basado en el peso de acetona producida como subproducto. La acetona se eliminó por destilación fraccionada y el residuo del calderín 30. se añadió entonces de forma continua, en un período de 2



horas, a la cabeza de una columna de destilación que se encontraba bajo reflujo total con acetato de n-propilo.

5. El destilado contenía 273,5 g de alcohol isopropílico, 3,5 g de agua y 242,5 g de acetato de isopropilo. El residuo en el matraz era esencialmente anhidro y contenía 17,1 g de peróxido de hidrógeno y trazas de acetona y alcohol isopropílico en 322,5 g de acetato de isopropilo.

Ejemplo 5

10. Se oxidó alcohol isopropílico y el exceso en alcohol isopropílico se desplazó con cloroacetato de n-propilo de forma similar a la de los ejemplos anteriores. La solución resultante tenía un peso total de 521,3 g y contenía 17,2 g de peróxido de hidrógeno y trazas de acetona, alcohol isopropílico y agua.

15. Cuando se desea producir óxido de propileno o una solución de un ácido percarboxílico, la solución obtenida efectuando el procedimiento del ejemplo 1 Caso 2, o cualquiera de los ejemplos 2-5 anteriores, se procesa ulteriormente según cualquiera de los ejemplos 1-8 de la solicitud española No. 367.432 en el caso de óxido de propileno, o cualquiera de los ejemplos 1-8 de la solicitud española No. 367.433 en el caso de una solución de ácido percarboxílico.

N O T A

25. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en
30. Inglaterra con el No. 20824/69 de 23 de abril de 1969, acco-



giéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita una Patente de Invención por 20 años en España, sobre:

5. PROCEDIMIENTO PARA LA TRANSFERENCIA DE PEROXIDO DE HIDROGENO DESDE UN DISOLVENTE A OTRO; caracterizándose por lo siguiente:

10. 1.- Procedimiento para la transferencia de peróxido de hidrógeno desde un disolvente a otro, caracterizado porque comprende introducir el peróxido de hidrógeno disuelto en por lo menos un primer disolvente en la porción superior de una zona de fraccionamiento; introducir en la porción inferior de dicha zona por lo menos un segundo disolvente menos volátil capaz de volatilizarse en el mismo sin descomposición apreciable del peróxido de hidrógeno y el citado primer disolvente; mantener unas condiciones térmicas en dicha zona tales que, cuando se alcance el equilibrio, el citado primer disolvente que entra en la parte superior de dicha zona se destila de la misma con una constitución prácticamente inalterada, por medio de lo cual el  
15. segundo disolvente se volatiliza y condensa en dicha zona de forma que el citado peróxido de hidrógeno llega a disolverse en dicho segundo disolvente y la solución resultante sale de dicha zona por su fondo.  
20.

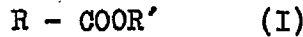
25. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el citado primer disolvente consiste en, o contiene, isopropanol.

30. 3.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque el peróxido de hidrógeno que entra en dicha zona se disuelve en una pluralidad de disolventes.



4.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque dicho primer disolvente es una mezcla de isopropanol y acetona.

5. 5.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque dicho segundo disolvente es un disolvente de éster de fórmula I:



10. en la que cada una de R y R' se elige independientemente entre radicales alquilo con hasta 5 átomos de carbono y radicales alquilo con hasta 5 átomos de carbono sustituidos con por lo menos un grupo electrofílico.

6.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque dicho disolvente de éster es acetato de n-propilo.

15. 7.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque dicho disolvente de éster es acetato de n-pentilo.

20. 8.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la solución de peróxido de hidrógeno se introduce en el primer plato de la zona de fraccionamiento y el citado segundo disolvente se introduce en el último plato.

25. 9.- Procedimiento para la transferencia de peróxido de hidrógeno desde un disolvente a otro, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria, e ilustrado en los dibujos adjuntos.

Esta Memoria consta de 20 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

23 ABR. 1970

PETROCARBON DEVELOPMENTS LIMITED.

J. GOMEZ ACEBO Y MODA  
c. m. Firmados E. Hernández

30.

378963



ESCALA VARIABLE

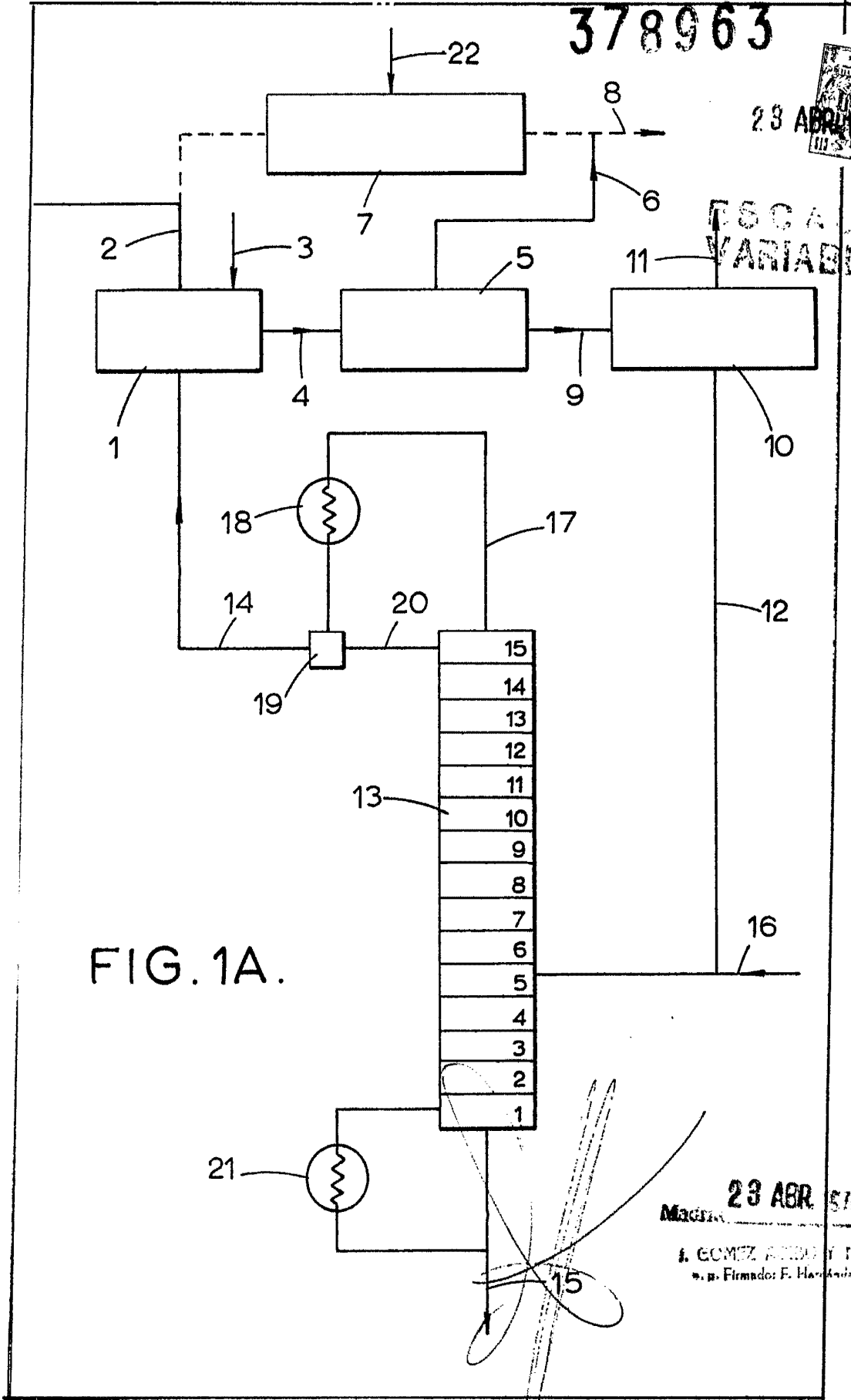
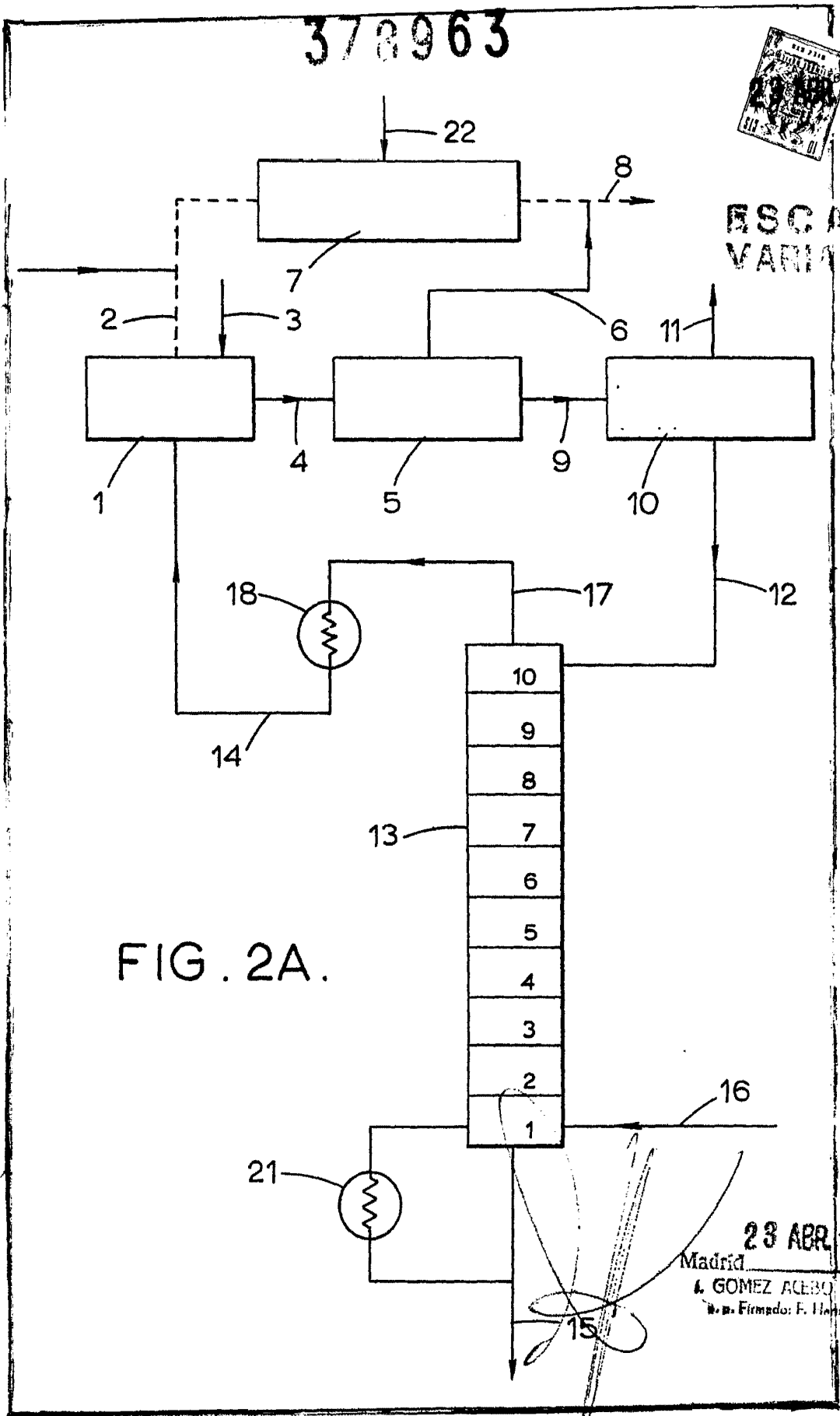


FIG. 1A.

23 ABR 1950  
Macrae  
L. GOMEZ ARBO y RODRIGUEZ  
Firmado: E. Macrae

378963



ESCALA VARIABLE

FIG. 2A.

23 ABR 1970

Madrid

A. GOMEZ ACEBO Y MOD.

W. p. Firmado: F. Hernández Ruiz

378963



23

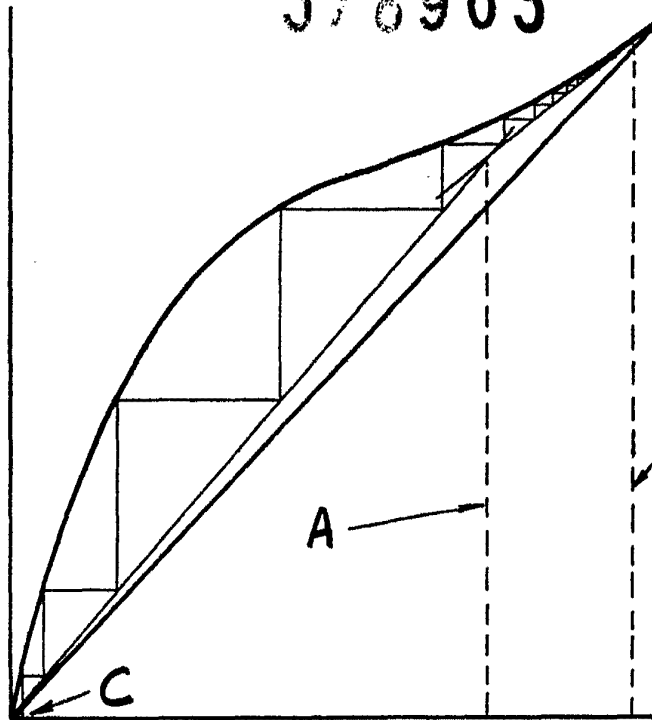


FIG. 1B.

ESCALA VARIABLE

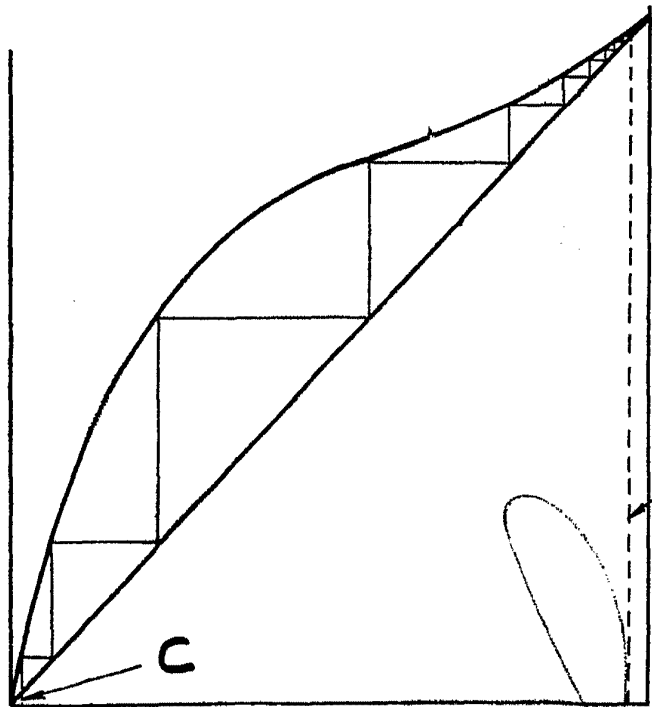


FIG. 2B.

A y B  
*[Handwritten signature]*

Ma 23 ABR 1970

A. GOMEZ ACEVEDO Y MOD.  
D. P. Firmado: F. Hernández Ruiz