

CP.



381871

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE <u>607</u>
SUBCLASE <u>C</u>

P A T E N T E      D E      I N V E N C I O N

a favor de:

LAPORTE INDUSTRIES LIMITED, de nacionalidad británica, domiciliada en Hanover House - 14, Hanover Square - LONDON, W.1. (Inglaterra).

por:

"Procedimiento para la recuperación de compuestos de quinona de una solución de trabajo, que comprende uno o más compuestos de quinona disueltos en un sistema solvente".

-----:oOo:-----



Memoria descriptiva.

Esta invención se refiere a compuestos peroxigenados, y, en particular, a mejoras relativas a los procedimientos para producir peróxido de hidrógeno.

5 El peróxido de hidrógeno se obtiene comúnmente por un procedimiento en el que una solución de trabajo que comprende uno o más compuestos adecuados de quinona en un sistema sollvente, del que forma parte un disolvente de la quinona y un disolvente del quinol, se somete a una serie de ciclos de ope-  
10 raciones, cada uno de los cuales incluye hidrogenación catalítica, por la cual se forma quinol; oxidación, que da una quinona y peróxido de hidrógeno, y extracción acuosa de este producto. Al referirse a continuación a un procedimiento para la producción de peróxido de hidrógeno, debe entenderse que se trata  
15 de un procedimiento continuo como el que se ha definido.

Un compuesto adecuado de quinona para uso en un procedimiento de producción de peróxido de hidrógeno puede ser ventajosamente un compuesto de antraquinona o de naftoquinona. Ejemplos de compuestos de antraquinona apropiados son alquil-  
20 antraquinonas con uno o varios grupos alquilo de dos a seis átomos de carbono, como 2-etilantraquinona, 2-t.butilantraquinona o 2-amilantraquinona; y ejemplos de compuestos de naftoquinona apropiados son alquilnaftoquinonas con grupos alquilo de uno a seis átomos de carbono, al menos en las posiciones  
25 2 y 3, como 2,3-dietilnaftoquinona, 2-metil-3-etilnaftoquinona, 2-metil-3-n.butilnaftoquinona, 2-metil-3-n.propilnaftoquinona o 2,6-dimetil-3-etilnaftoquinona. Con preferencia, el compuesto de quinona es 2-etilantraquinona. Compuestos de antraquinona hidrogenados en el núcleo, como tetrahidro-etilantra-



quinona, que puede considerarse igualmente como 2,3-tetrametilen-  
1,4-naftoquinona, se forman en el curso del procedimiento de pro-  
ducción de peróxido de hidrógeno. No se deshidrogenan fácilmen-  
te al usarlos, y en un procedimiento cíclico de la clase consi-  
5 derada, se establece una concentración equilibrada de tales com-  
puestos. Estos compuestos son útiles en la producción de peróxi-  
do de hidrógeno. Los términos "quinona" y "quinol" empleados  
aquí comprenden derivados hidrogenados útiles del quinol o de  
la quinona respectivos.

10 Los sistemas solventes empleados en un procedimiento  
para producir peróxido de hidrógeno suelen contener una combi-  
nación de disolventes. Ventajosamente se usa una mezcla de al  
menos un hidrocarburo aromático en el que sea soluble la quino-  
na, y al menos un éster de ciclohexanol en el que se disuelva  
15 el quinol. Con preferencia, el éster de ciclohexanol es acetato  
de metilciclohexilo, que puede emplearse en cualquiera de sus  
formas isoméricas o sus mezclas. Preferiblemente el hidrocarburo  
aromático es una mezcla de hidrocarburos aromáticos obtenida  
en forma de fracción de petróleo con un punto de ebullición  
20 comprendido entre 145-150°C y unos 210°C. Esta fracción de pe-  
tróleo se expende en el comercio con el nombre registrado de  
"Aromasol". El éster de ciclohexanol está presente con ventaja  
entre 25 y 80% v/v en la mezcla disolvente, y preferiblemente  
en un 50% v/v. Se han propuesto otros sistemas solventes para  
25 uso en un procedimiento de producción de peróxido de hidrógeno,  
como una mezcla de uno o más alquilnaftalenos, en particular  
dimetilnaftaleno, con diisobutilcarbinol, y una mezcla de xile-  
no, octanol y acetofenona. También se pueden emplear difenil-  
compuestos, como metildifenilo, ditoliletano, difenilmetano y



metildibencilo, en calidad de disolvente de la quinona en un sistema solvente adecuado.

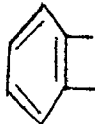
Algunos de los subproductos formados en el curso de un procedimiento de producción de peróxido de hidrógeno no participan en el mismo. Varios de estos subproductos que contienen aún grupos quinonoides se pueden regenerar, y suelen regenerarse en la práctica, a sus compuestos iniciales útiles, mediante técnicas de reversión conocidas. Los subproductos no regenerables comprenden principalmente los de degradación de la quinona empleada en el procedimiento, aunque puede haber también productos de degradación disolventes. Esta pérdida de quinona se puede compensar introduciendo más compuesto de quinona en la solución de trabajo. Sin embargo, el aumento gradual consiguiente de la concentración global de los sólidos en dicha solución hace mayor la densidad de ésta, y conviene mantener este aumento de densidad dentro de ciertos límites, reduciendo la cantidad de subproductos no regenerables en la solución, ventajosamente por debajo de 250 g/L, y en particular de 200 g/L, y con preferencia de 150 g/L de la solución de trabajo, retirando los subproductos al menos de una porción de la misma y devolviendo al ciclo el disolvente y la quinona.

La presente invención proporciona un procedimiento para recuperar compuestos de quinona de una solución de trabajo que comprende uno o varios de estos compuestos disueltos en un sistema solvente del que forman parte un disolvente del quinol y un disolvente de la quinona, cuya solución contiene subproductos no regenerables en virtud de su empleo en un procedimiento de producción de peróxido de hidrógeno, según se ha definido. Este procedimiento para recuperar compuestos de quinona compren



de retirar de la solución de trabajo el sistema solvente; disol-  
ver el residuo obtenido en uno o más disolventes con punto de  
fusión por debajo de 0°C, elegidos entre compuestos de las fór-  
mulas generales.

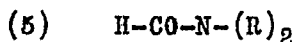
5

- (1)  $R \text{ COOR}^1$  o
- (2)  $R^1 \text{OOC}(\text{CH}_2)_n \text{COOR}^1$  o
- (3)  o
- (4)  $O = P - (\text{OR}^1)_3$

10 donde R es un radical alquilo que tiene como máximo cuatro  
átomos de carbono, y R<sup>1</sup> es un radical alquilo, cicloalquilo o  
cicloalquilo alquilsustituido; y n es un número entero de 0 a  
4;

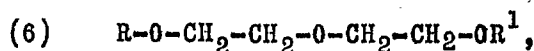
o entre compuestos de la fórmula

15



donde R es un radical alquilo;

o entre compuestos de la fórmula



20 donde R es un radical alquilo, y R<sup>1</sup> es un radical alquilo o un  
átomo de hidrógeno;

cristalizar los compuestos de quinona de la solución re-  
sultante, y recuperar los compuestos cristalizados.

Con preferencia, el disolvente empleado para disol-  
ver el residuo se elige entre compuestos de la fórmula (1),  
25 donde R<sup>1</sup> es un radical alquilo con no más de cinco átomos de  
carbono, o un radical ciclohexilo, o un radical ciclohexilo  
sustituido con uno o varios radicales alquilo de no más de tres  
átomos de carbono; o se escoge de entre compuestos de la fórmu-



la (2), donde  $R^1$  es un radical alquilo con no más de cinco átomos de carbono, y  $n$  es un número entero de valor 4; o entre compuestos de las fórmulas (3) o (4), donde  $R^1$  es un radical alquilo con no más de cinco átomos de carbono; o entre compuestos de la fórmula (5), donde R es un radical alquilo con uno o dos átomos de carbono; o entre compuestos de la fórmula (6), donde R es un radical alquilo con no más de cuatro átomos de carbono, y  $R^1$  es un radical alquilo con no más de cuatro átomos de carbono, o es un átomo de hidrógeno.

10 Con preferencia, el residuo se disuelve en uno de los derivados ácidos definidos por las fórmulas 1 a 5 precedentes.

Ejemplos específicos de disolventes útiles en la presente invención son: formiato de propilo; acetato de etilo, acetato de amilo; butirato de amilo; acetato de ciclohexilo (preferiblemente mezclado con hidrocarburos aromáticos); acetato de metilciclohexilo (preferiblemente mezclado con hidrocarburos aromáticos); adipato de dietilo; ftalato de dietilo; ftalato de dimetilo; fosfato de trietilo; dimetilformamida (preferiblemente mezclada con 5-15% p/p de agua), dibutilcarbitol; butilcarbitol; dietilcarbitol.

20 Conviene en particular el empleo, como derivados ácidos, de acetato de metilciclohexilo en cualquiera de sus formas isoméricas, o dimetilformamida.

25 El acetato de metilciclohexilo puede estar mezclado con "Aromasol" a razón de 50:50 a 60:40 en volumen. Es preferible emplear menos "Aromasol", por ejemplo, a razón de 90:10 a 60:40 en volumen.

Como las tetrahidroantraquinonas no se deshidrogenan



fácilmente a sus compuestos de procedencia, su concentración en la solución de trabajo se hace gradualmente mayor en el curso del procedimiento cíclico de producción de peróxido de hidrógeno aquí definido, hasta un máximo que depende del grado de hidrogenación aplicado. En cada ciclo se puede hidrogenar hasta 65-85% p/p del contenido total en quinona de la solución. Con tal grado de hidrogenación, la tetrahydroantraquinona puede comprender una proporción mayor, por ejemplo, 55-80% p/p del total de quinona en la solución de trabajo. Por eso es ventajoso, en procedimientos de este tipo, emplear para disolver el residuo disolventes que sirvan para recuperar la tetrahydroantraquinona conforme a la presente invención. Compuestos de las fórmulas 1 a 6 satisfacen este requisito. La dimetilformamida, sobre todo si contiene agua, es muy eficaz para recuperar la tetrahydroantraquinona.

Cuando la concentración de subproductos no regenerables en la solución rebasa unos 100 g/L, el residuo obtenido después de retirar el sistema solvente puede estar formado por una proporción menor de quinonas útiles. Esto ocurre en particular porque una proporción pequeña, pero apreciable, de quinonas puede separarse en el curso de la destilación a vapor, en su caso, del sistema solvente, y se recupera por separado. En consecuencia, un procedimiento de este tipo debe cristalizar con frecuencia selectivamente quinonas de una solución que contenga como componentes principales subproductos indeseables. Como la concentración de subproductos no regenerables en la solución de trabajo sube de 100 g/L a 200 g/L o más, el problema de recuperar quinona pura según la presente invención se hace sumamente agudo. Los compuestos de las fórmulas 1 a 6 aquí definidos permiten particularmente recuperar



quinona pura. La dimetilformamida, sobre todo si contiene  
 agua, permite recuperar quinona muy pura en proporción razona-  
 ble, lo mismo que el acetato de metilciclohexilo mezclado con  
 una proporción adecuada de uno o más hidrocarburos aromáticos  
 5 disolventes de la quinona, que puede ser un volumen igual de  
 "Aromasol".

El sistema solvente se puede retirar de la solución  
 que contiene subproductos no regenerables y quinona, por des-  
 tilación a vapor. Este es un modo especialmente eficaz de rea-  
 10 lizar la invención. Puede retirarse hasta 98,5% de un sistema  
 solvente de acetato de metilciclohexilo/Aromasol a 50:50 v/v,  
 con efectividad de unas 2,5 lbs de vapor por libra del siste-  
 ma solvente recuperado. Este se utiliza con preferencia para  
 redissolver la quinona recuperada según la invención, a fin de  
 15 usarla de nuevo en el procedimiento de producción de peróxido  
 de hidrógeno. El presente procedimiento se puede efectuar de  
 manera que el residuo contenga hasta 16% en peso del siste-  
 ma solvente, o más aún; pero es preferible que contenga menos  
 de 10% en peso del mismo. La recuperación útil de quinona va-  
 20 ría en razón inversa de la proporción de sistema solvente que  
 queda en el residuo. En el curso de la destilación a vapor,  
 puede quedar en el sistema solvente hasta 10% de las quino-  
 nas útiles. Estas quinonas se pueden restituir al procedimien-  
 to para producir peróxido de hidrógeno, con el sistema solven-  
 25 te recuperado. Sin embargo, en algunos casos, no se puede re-  
 tirar quinona, o muy poca, con el sistema solvente. Al disol-  
 ver el residuo en el disolvente elegido, será necesario ajust-  
 ar las condiciones exactas que éste requiera.

Puede ser necesario calentar más o menos, o emplear



una cantidad mayor o menor de disolvente para disolver por completo el residuo.

Si se emplea demasiado disolvente con este fin, parte de la quinona puede permanecer en solución, aún enfriando, y perderse. Si el disolvente empleado es escaso, parte de los subproductos no regenerables que interesa separar de la quinona se pueden depositar con ella al cristalizar. Generalmente conviene usar una cantidad de disolvente entre 0,25 y 1,0 ml/g, sobre el peso del residuo que se quiera disolver. Es preferible emplear dimetilformamida en proporción de 0,8 a 1,0 ml/g, referida al peso del residuo, y calentar hasta al menos 70°C para disolver el residuo. Preferiblemente se usa acetato de metilciclohexilo en proporción de 0,25 a 0,5 ml/g, a base del peso del residuo. Preferiblemente se agita para ayudar la disolución del residuo.

Una vez disuelto todo el residuo, la quinona se cristaliza en la solución resultante. Por lo general, no es necesario concentrar la solución para facilitar la cristalización; basta enfriar simplemente. Con preferencia, la solución se enfría a menos de la temperatura ambiente, por ejemplo, entre -5° y +10°C, siempre que el disolvente permanezca líquido. Conviene seguir agitando durante la cristalización, a fin de obtener un sedimento de cristales de quinona. La quinona cristalizada se puede separar por filtración en vacío o centrifugación. Para separar eficazmente la quinona de la solución remanente, es importante asegurarse de que la torta filtrada está bien seca; esto interesa mucho para recuperar la quinona en estado puro.

El agua madre que queda después de filtrar se destila



con preferencia, para recuperar el disolvente y volverlo a usar conforme a la invención.

La torta porosa de cristales de quinona se puede lavar con una pequeña cantidad del disolvente empleado, o con agua, si el disolvente es hidrosoluble, como la dimetilformamida. En tal caso, conviene dispersar de nuevo la torta en agua, y volver a filtrar. La quinona recuperada se puede redisolver luego en un sistema solvente, para reutilizarla en un procedimiento de producción de peróxido de hidrógeno como el definido. Si la torta porosa se ha lavado con agua, conviene dejar esta solución en reposo por algún tiempo, unas dos horas, para que el agua se separe y pueda ser decantada.

Al elegir un compuesto para usarlo en esta invención, hay que tener en cuenta su punto de inflamación. Por ejemplo, como el de la dimetilformamida es de 19,4°C (copa abierta), deben tomarse las precauciones normales al diseñar la instalación en que se ha de usar.

Un modo ventajoso de realizar esta invención se describe con detalle a continuación. El sistema solvente es una mezcla a 50:50 v/v de Aromasol y acetato de metilciclohexilo, y el disolvente usado es dimetilformamida. La quinona es una mezcla de 2-etilantraquinona y tetrahidro-2-etilantraquinona.

A 1,1 pp de residuo sólido, después de destilar a vapor los disolventes de acetato de metilciclohexilo y Aromasol, se añaden 0,9 pp de dimetil-formamida y 0,1 pp de agua desmineralizada, se calienta la solución a 70°C, y se agita. Una vez disuelto enteramente el sólido, la solución se enfría a -5°C y la quinona cristalizará por completo. Se sigue agi-



tando, y se vierte el sedimento en un filtro de vacío que contiene papel Ford A2 montado sobre tejido de Terilene.

Las grietas abiertas en la torta filtrante se rellenan con raspaduras de ella. El filtro se mantiene en vacío durante dos horas como mínimo.

El agua madre se pasa de la base del filtro a la unidad de destilación en vacío.

Se lava la quinona sobre el filtro con 1,6 pp de agua, y se pasa al recipiente del sedimento, donde se deslíe con 1,8 partes de agua. La torta porosa se filtra de nuevo, y se lava con 1,6 partes de agua. Se desechan todos los filtrados acuosos.

La quinona se lleva al depósito de disolución, y se añade la cantidad adecuada de solución de Aromasol/aceta- to de metilciclohexilo. Después de disolverse la quinona, se deja reposar la solución dos horas, y escurrir el agua separada. Esta solución se puede volver a usar para producir peróxido de hidrógeno.

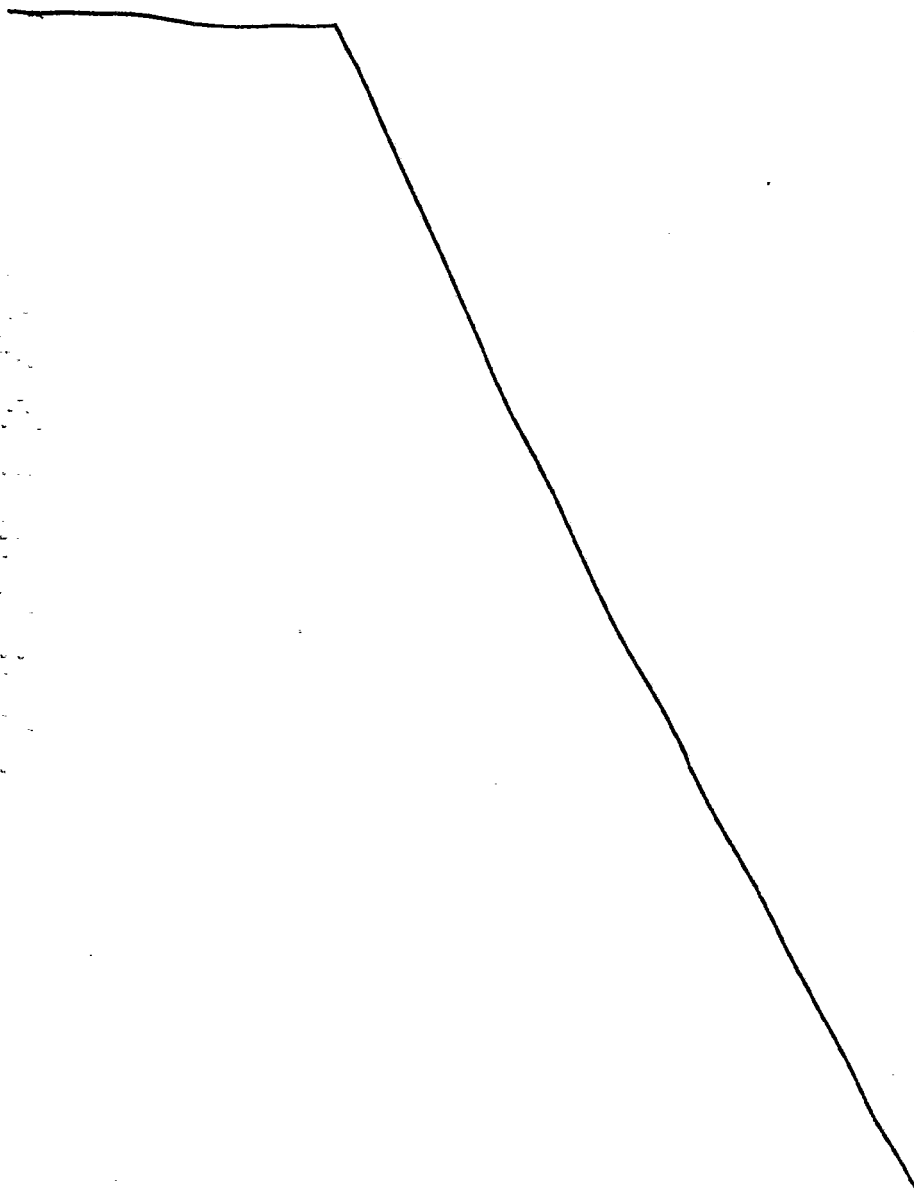
La solución de dimetilformamida y agua, en el agua madre inicial, se separa de los sólidos totales por destilación en vacío a 60 mm de presión. Los sólidos procedentes del recipiente de destilación, que contienen sobre todo subproductos no regenerables, se vierten aún calientes.

Un método especialmente ventajoso de aplicación de la presente invención consiste en retirar parte de la solución de trabajo del procedimiento de producción de peróxido de hidrógeno, preferiblemente en forma continua, y tratarla según la invención, a base de tandas continuas.



La presente invención proporciona asimismo un procedimiento de producción de peróxido de hidrógeno en el que una parte de los subproductos no regenerables formados se retira del modo aquí descrito; y además, proporciona el peróxido de hidrógeno así producido.

La invención se ilustra a continuación con ayuda de los siguientes ejemplos específicos:





T A B L A I

Núm.	Solución de trab. comp. g/L		Residuo, comp. p/p			Residuo disuelto en		Recuperación a base del residuo			Pureza de la quinona recuperada		
	H <sub>4</sub> EAQ	EAQ	UM	H <sub>4</sub> EAQ	EAQ	UM	Disolvente	Compuesto	v/p del residuo	Total		H <sub>4</sub> EAQ	EAQ
1	72	28	92	34	11	50	5	Acetato de etilo	50	70	76	54	67
2	"	"	"	"	"	"	"	Formiato de propilo	"	64	74	36	79
3	"	"	"	"	"	"	"	Acetato de amilo	"	58	68	32	73
4	"	"	"	"	"	"	"	Butirato de amilo	"	68	81	32	90
5	74	27	100	27	10	47	16	Acetato de dietilo	"	17	58	20	89
6	72	28	82	34	11	50	5	Acetato de ciclohexilo	"	67	78	36	81
7	"	"	"	"	"	"	"	Ftalato de dimetilo	"	71	82	40	78
8	"	"	"	"	"	"	"	Ftalato de dibutilo	"	69	78	40	73
9	"	"	"	"	"	"	"	Fosfato de trietilo	"	70	82	36	87
10	74	27	100	25	9	51	15	Como por ejemplo 15 H <sub>2</sub> O	"	76	89	39	80
11	72	28	92	34	11	50	5	Acetato de o-metil-ciclohexilo	"	71	83	36	90
12	74	27	100	27	10	47	16	"	25	66	80	29	88
13	68	29	96	28	11	48	13	"	"	69	84	34	82
14	"	"	"	20	13	45	12	"	"	62	76	30	87
15	75	25	120	32	11	52	5	"	"	63	74	28	80
16	"	"	"	"	"	"	"	Como ej. 15, pero 50 v/v con "Aromasol"	"	50			90
17	"	"	"	"	"	"	"	Dimetilformamida, 10 p/p, H <sub>2</sub> O	100	70	87	19	90
18	65	35	110	29	16	50	5	"	"	65	90	17	90
19	71	29	110	32	13	50	5	Butilcarbitol	"	65	80	24	85

381871

38

- 13 -

T A B L A I

Núm.	Solución de trab. comp. g/L			Residuo, comp. p/p				Residuo disuelto
	H <sub>4</sub> EAQ	EAQ	UM	H <sub>4</sub> EAQ	EAQ	UM	Disolvente	Compuesto
1	72	28	92	34	11	50	5	Acetato de etilo
2	"	"	"	"	"	"	"	Formiato de prop
3	"	"	"	"	"	"	"	Acetato de amilo
4	"	"	"	"	"	"	"	Butirato de amil
5	74	27	100	27	10	47	16	Acetato de dieti
6	72	28	92	34	11	50	5	Acetato de ciclo xilo
7	"	"	"	"	"	"	"	Ftalato de dimet
8	"	"	"	"	"	"	"	Ftalato de dibut
9	"	"	"	"	"	"	"	Fosfato de triet
10	74	27	100	25	8	51	15	Como por ejemplo 15 H <sub>2</sub> O
11	72	28	92	34	11	50	5	Acetato de o-met ciclohexilo
12	74	27	100	27	10	47	16	"
13	68	29	96	28	11	48	13	"
14	"	"	"	30	13	45	12	"
15	75	25	120	32	11	52	5	"
16	"	"	"	"	"	"	"	Como ej. 15, per v/v con "Aromaso
17	"	"	"	"	"	"	"	Dimetilformamida p/p, H <sub>2</sub> O
18	65	35	110	29	16	50	5	"
19	71	29	110	32	13	50	5	Butilcarbitol

1871



T A B L A I

comp. p/p		Residuo disuelto en		Recuperación a base del residuo			Pureza de la quinona recuperada
UM	Disolvente	Compuesto	v/p del residuo	Total	H <sub>4</sub> EAQ	EAQ	
50	5	Acetato de etilo	50	70	76	54	67
"	"	Formiato de propilo	"	64	74	36	79
"	"	Acetato de amilo	"	58	68	32	73
"	"	Butirato de amilo	"	68	81	32	90
47	16	Acetato de dietilo	"	17	58	20	89
50	5	Acetato de ciclohexilo	"	67	78	36	81
"	"	Ftalato de dimetilo	"	71	82	40	78
"	"	Ftalato de dibutilo	"	69	78	40	73
"	"	Fosfato de trietilo	"	70	82	36	87
51	15	Como por ejemplo 15 H <sub>2</sub> O	"	76	89	39	80
50	5	Acetato de o-metil-ciclohexilo	"	71	83	36	90
47	16	"	25	66	80	29	88
48	13	"	"	69	84	34	82
45	12	"	"	62	76	30	87
52	5	"	"	63	74	28	80
"	"	Como ej. 15, pero 50 v/v con "Aromasol"	"	50			90
"	"	Dimetilformamida, 10 p/p, H <sub>2</sub> O	100	70	87	19	80
50	5	"	"	65	90	17	90
50	5	Butilcarbitol	"	65	80	24	85





en la que R es un radical alquilo y  $R^1$  es un radical alquilo o un átomo de hidrógeno; cristalizar los compuestos de quino- na de la solución resultante; y recuperar los compuestos cris- talizados.

5                   2.- Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el disolvente usado para disolver el residuo se selecciona de entre compuestos que tienen la fórmula general (1) en la que  $R^1$  es un radical alquilo que contiene como máximo 5 átomos de carbono, o un radical ciclohexilo, o un radical ciclohexilo  
10 sustituido por uno o más radicales alquilo, cada uno de los cua- les contiene como máximo 3 átomos de carbono, o se selecciona de entre compuestos que tienen la fórmula general (2) en la que  $R^1$  es un radical alquilo que contiene como máximo 5 átomos de carbono, y en la que  $n$  es un número entero que tiene el valor  
15 de 4, o se selecciona de entre compuestos que tienen la fórmula general (3) ó (4), en las que  $R^1$  es un radical alquilo que con- tiene como máximo 5 átomos de carbono, o se selecciona de entre compuestos que tienen la fórmula general (5) en la que R es un radical alquilo que contiene 1 o 2 átomos de carbono, o se se-  
20 lecciona de entre compuestos que tienen la fórmula general (6), en la que R es un radical alquilo que contiene como máximo 4 átomos de carbono, o es un átomo de hidrógeno.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, en el que el disolvente usado para disolver el residuo se selec-  
25 ciona de entre derivados de ácido definidos por las fórmulas generales (1) a (5).

4.- Procedimiento según la reivindicación 3, en el que el disolvente usado para disolver el residuo se selecciona de entre formiato de propilo, acetato de etilo, acetato de amilo,



butilato de amilo, acetato de ciclohexilo, acetato de metil-ciclohexilo, adipato de dietilo, ftalato de dietilo, ftalato de dimetilo, fosfato de trietilo, y dimetil formamida.

5 5.- Procedimiento según la reivindicación 4, en el que el disolvente usado para disolver el residuo comprende acetato de metilciclohexilo.

6.- Procedimiento según la reivindicación 5, en el que, el acetato de metil-ciclohexilo está mezclado con uno o varios hidrocarburos aromáticos.

10 7.- Procedimiento según la reivindicación 5, en el que el acetato de metilciclohexilo está mezclado con una fracción de petróleo que tiene un punto de ebullición comprendido entre 150°C y 210°C, aproximadamente, en una relación volumen/volumen de acetato a fracción de petróleo de 50:50.

15 8.- Procedimiento según la reivindicación 4, en el que el disolvente comprende dimetilformamida.

9.- Procedimiento según la reivindicación 8, en el que la dimetilformamida está mezclada con agua en una proporción entre 5% a 15% en peso.

20 10.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que los compuestos de quinona comprenden una mezcla de 2-etilantraqinona, y, en una proporción de 65% a 80% de la mezcla, de 2-etil-tetrahidroantraquinona.

25 11.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la concentración de productos no regenerables en la solución de trabajo es aproximadamente de 100 g/L.

12.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el que cada 100 g de residuo se disuelve



- 17 - 381871

en una cantidad de 25 a 100 ml. de disolvente.

13.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el sistema solvente se retira de la solución de trabajo, hasta que el  
5 residuo resultante contiene menos de un 10% en peso del sistema solvente.

14.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la temperatura del disolvente se mantiene como mínimo a 70°C durante la di-  
10 solución del residuo y como máximo a 10°C durante la cristalización de los compuestos de quinona.

15 15.- Procedimiento para la recuperación de compuestos de quinona de una solución de trabajo, que comprende uno o más compuestos de quinona disueltos en un sistema solvente.

Esta memoria consta de diez y siete páginas escritas por una sola cara.

BARCELONA, 23 de Junio de 1970.

P. A.

