

SE... ..ION...
G... ..ACIO... ..C
CLAS... ..C 01
SUBCLAS... ..G



387075

387075

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: ATLANTIC RICHFIELD COMPANY

RESIDENCIA: Corning Glass Building, 717 Fifth
Avenue, NEW YORK, N.Y., USA.

ENUNCIADO: "UN METODO PARA LA RECUPERACION DE
COMPUESTOS DE MOLIBDENO".

Prioridad: Patente estadounidense n.º 27,146 del 9-4-70.



1971

387075

1 Esta invención se refiere a un método para recupe-
rar compuestos de molibdeno de corrientes de proceso que
contienen estos productos disueltos en material orgánico,
especialmente de los residuos de los productos de reacción
5 de epoxidación.

 No se conoce ninguna técnica anterior relacionada
con este método de recuperación de molibdeno a partir de
los residuos de la reacción de epoxidación. La técnica ante-
rior más similar conocida es la descrita en la patente es-
10 tadounidense nº 2.786.854, dirigida a un método para la re-
cuperación de los perácidos de wolframio, vanadio y molibde-
no por cambio de ión. Otros métodos discutidos en la biblio-
grafía implican procedimientos de precipitación con produc-
ción de compuestos insolubles de molibdeno, como los fosfo-
15 molibdatos o la extracción con éter dietílico.

 El presente método es especialmente útil para la
recuperación del molibdeno utilizado como catalizador en
la epoxidación de compuestos olefínicamente insaturados a
compuestos de oxirano empleando un hidroperóxido orgánico
20 como agente oxidante. Estos procesos de epoxidación están
discutidos con detalle en la patente belga nº 674.076 de
20 de Junio de 1966 y en la patente estadounidense número
3.351.635 de Kollar (1967). Un catalizador conteniendo mo-
libdeno típico para este proceso es el descrito en las pa-
25 tentes estadounidenses 3.434.975 y 3.453.218 de Sheng et
al. (1969) y 3.480.563 de Bonetti et al. (1969). Estos catali-
zadores son producidos por la reacción de molibdeno metáli-
co u óxidos de molibdeno con un hidroperóxido orgánico como
el hidroperóxido de terc-butilo, en presencia de alcohol o
30 con alcoholes. Sin embargo, independientemente del compues-

387075



1 to de molibdeno particular o de la solución de catalizador
conteniendo molibdeno que se utilice como catalizador en
estas reacciones de epoxidación, se ha encontrado que el
molibdeno forma un compuesto muy complejo de elevado peso
5 molecular que, debido a su pequeña volatilidad, es arrastra
do a través del proceso en la fracción de colas de cada
destilación sucesiva utilizada para recuperar y separar la
olefina que no ha reaccionado, el producto óxido de olefi-
na y el subproducto alcohol resultantes de la reducción
10 del hidroperóxido orgánico.

Los hidroperóxidos orgánicos que son especialmente
útiles en este tipo de proceso de epoxidación son el hidro-
peróxido de terc-butilo, hidroperóxido de sec-amilo, hidro-
peróxido de terc-amilo, hidroperóxido de etilbenceno e hi-
droperóxido de cumeno. Estos compuestos son producidos con-
venientemente por oxidación térmica de los correspondientes
15 hidrocarburos y el oxidado procedente de la oxidación del
hidrocarburo se utiliza como agente de oxidación en el pro-
ceso de epoxidación. De esta forma, en los residuos de des-
tilación se encuentran asociados con el molibdeno pequeñas
cantidades de ácido, glicoles, compuestos polihidroxilados
de peso molecular más alto y similares. Además, en estos
residuos pueden encontrarse cantidades variables del produc-
to y subproductos de la reacción de epoxidación. Antes de
20 ahora, se ha sugerido la recuperación del molibdeno de es-
tas soluciones orgánicas calentando la solución en un gas
conteniendo oxígeno libre a una temperatura comprendida en-
tre 850°F y 2000°F (354,5 y 1093°C) para convertir el mo-
libdeno en el óxido, que es recogido enfriando a una tempe-
25 ratura inferior a la temperatura de sublimación. Este méto-
30

387075



1971

1 do está descrito en la patente estadounidense nº 3.453.068 de Tave (1969).

5 La presente invención proporciona un método mediante el cual el molibdeno contenido en los residuos orgánicos de la reacción de oxidación es extraído y concentrado de forma que puede ser recuperado fácilmente por métodos convencionales, tales como evaporación del agua y separación de la materia orgánica residual, de acuerdo con la patente antes mencionado nº 3.453.068, para obtener MoO_3
10 sustancialmente puro.

De acuerdo con la invención, se proporciona un método para la recuperación de compuestos de molibdeno de soluciones orgánicas resultantes de la epoxidación de olefinas con hidroperóxidos orgánicos y un catalizador de molibdeno, en cuyo método la solución orgánica se pone en contacto con agua o amoníaco acuoso y se separa una fase acuosa que contiene molibdeno.
15

De esta forma, las soluciones orgánicas de molibdeno obtenidas como colas de destilación de los procesos de epoxidación de olefinas que emplean un hidroperóxido orgánico como agente oxidante y un catalizador conteniendo molibdeno, pueden ser extraídas con agua o amoníaco acuoso para pasar el molibdeno de la fase orgánica a la fase acuosa de la cual puede ser separado por técnicas convencionales. En general, el molibdeno es concentrado desde una solución orgánica al 0,1-0,5 % a concentraciones en fase acuosa del 1 al 2 % y que además puede ser concentrada por evaporación o destilación del alcohol, ácidos u otros compuestos oxigenados y el agua.
20
25
30

Las soluciones orgánicas de las cuales se recuperan

387075⁷



1 los compuestos de molibdeno de acuerdo con esta invención
son preferiblemente los residuos obtenidos en la epoxida-
ción de hidrocarburos olefínicos utilizando un hidroperóxi-
do orgánico como agente oxidante y un catalizador contien-
5 do molibdeno. Estos residuos pueden contener una amplia va-
riedad de compuestos orgánicos que depende de la olefina
que está siendo oxidada, del hidroperóxido empleado, del
método de producción de hidroperóxido y del residuo de des-
tilación particular seleccionado en el proceso de epoxida-
10 ción para la separación del molibdeno contenido en el mismo.

Por ejemplo, en un procedimiento comercial para la
producción de óxido de propileno, el hidroperóxido orgánico
empleado es hidroperóxido de terc-butilo. Este, a su vez,
es producido por oxidación térmica de isobutano con oxígeno
15 molecular en fase líquida. Simultáneamente con la pro-
ducción del hidroperóxido se produce también alcohol terc-
butílico así como pequeñas cantidades de otros productos
oxigenados entre los que se encuentran alcoholes, cetonas,
ácidos y ésteres. En general, estos otros productos oxige-
20 nados son producidos en cantidades suficientemente pequeñas
para que no sea necesaria su separación. La mezcla de hidro-
peróxido de terc-butilo y alcohol terc-butílico que, en ge-
neral, constituye el 90 % o más del producto oxidado, se
utiliza en forma de combinación de agente oxidante y disol-
25 vente en el proceso de epoxidación. El catalizador conte-
niendo molibdeno puede ser cualquier compuesto de molibdeno
pero se prepara convenientemente haciendo reaccionar molibde-
no metálico con hidroperóxido de terc-butilo, en presencia
de un alcohol de bajo peso molecular. Esta reacción da lu-
30 gar a la producción de un compuesto complejo de molibdeno,

387075



ENE 1971

1 soluble en disolventes orgánicos, con una estructura que
todavía no ha sido determinada. La mezcla de propileno, hi-
droperóxido de terc-butilo y alcohol terc-butílico y el ca-
talizador se ponen en contacto a temperatura y presión ele-
5 vadas. El producto de reacción efluente es destilado para
separar el propileno que no ha reaccionado que puede ser
reciclado. La fracción de colas de esta primera destilación
es fraccionada de nuevo para separar el óxido de propileno
producido. La fracción de colas, después de haber separado
10 el óxido de propileno, contiene el hidropéroxido de terc-
butilo que no ha sido convertido, el alcohol terc-butílico
(incluido el alcohol terc-butílico adicional producido en
la reducción del hidropéroxido de terc-butílico en la reac-
ción) junto con diversos productos oxigenados entre los que
15 se encuentran compuestos polihidroxilados, ácidos y ésteres
y el catalizador de molibdeno que ha seguido a través del
proceso como parte de cada una de las fracciones de colas.
El catalizador conteniendo molibdeno es sometido a contacto
con un hidropéroxido y alcohol a temperaturas elevadas du-
20 rante la reacción de epoxidación, de forma que independien-
tamente del compuesto de molibdeno particular utilizado ini-
cialmente como catalizador, el molibdeno contenido después
de la reacción en la fracción de colas se encuentra siempre
en forma de un compuesto excesivamente complejo que es so-
25 luble en la fracción de colas pero que se ha encontrado que
puede ser extraído con agua o amoniaco acuoso de forma que
sustancialmente la totalidad del molibdeno puede ser separa-
do de la fase orgánica pasando al extracto en fase acuosa.
30 Si se oxidan otros hidrocarburos, por ejemplo iso-
pentano, que da una mezcla de hidropéroxidos de sec-amilo y

387075 .



1 terc-amilo así como los alcoholes correspondientes; etil-
benceno que da el hidroperóxido de etilbenceno o cumeno que
da hidroperóxido de cumeno (y también los correspondientes
alcoholes de estos compuestos), resultará evidente que los
5 residuos de epoxidación contendrán estos alcoholes corres-
pondientes al hidroperóxido empleado, así como pequeñas can-
tidades de otros productos oxigenados junto con el compuesto
complejo de molibdeno contenido en los mismos. También se
ha encontrado que el molibdeno puede ser extraído con agua
10 o amoniaco acuoso de cualquiera de estos residuos.

Si se han epoxidado olefinas de peso molecular más
alto, por ejemplo octeno-1, las colas de destilación final
pueden ser el 1,2-epoxioctano y éste a su vez contendrá el
catalizador de molibdeno del cual puede ser extraído el mo-
libdeno por el método de esta invención.
15

La extracción puede efectuarse a temperaturas que
oscilan entre la temperatura ambiente 75°F, (24°C) o menos,
es decir 40-50°F (4,4-10°C) (siempre que la viscosidad de
la alimentación no sea tan alta que interfiera con la sepa-
ración de fases) hasta temperaturas del orden de 160 a
20 210°F (71 a 99°C). Si se emplean presiones superiores a la
atmosférica, también pueden utilizarse temperaturas tan al-
tas como 275°F (135°C). Se ha encontrado preferible utili-
zar temperaturas en la parte superior del intervalo, es de-
cir de 170° a 210°F (77° a 99°C) o mayores, ya que con esto
se consigue la extracción más eficiente de molibdeno por
cada etapa de extracción.
25

La extracción puede realizarse en forma discontinua
o en contracorriente. Comercialmente se prefiere la extrac-
ción en contracorriente debido a su mayor eficacia en el
30

387075



1971

1 equipo en gran escala y porque permite unas mayores produc-
ciones. Los métodos de extracción en contracorriente son
muy conocidos comercialmente y constituyen técnicas de in-
geniería convencionales. Los ejemplos dados aquí se refie-
5 ren a extracciones discontinuas ya que están destinados a
demostrar la factibilidad y utilidad de la invención.

Cuando se utiliza amoniaco acuoso, se prefieren unas
concentraciones del orden del 0,5 % en peso al 2,0 % en pe-
so de amoniaco, siendo la preferida una concentración al-
10 rededor de 1,0 % en peso. Se prefiere utilizar temperaturas
comprendidas entre 150°F (66°C) y 190°F (88°C), aunque pue-
den utilizarse temperaturas más bajas, por ejemplo la am-
biente o aún más baja. Cuando el residuo que contiene el ca-
talizador de molibdeno está constituido fundamentalmente
15 por alcohol terc-butílico con compuestos polihidroxilados
de peso molecular más alto, ácidos y similares, la tempe-
ratura de reflujo de la solución es aproximadamente 190°F
(88°C) y así la extracción con agua o con amoniaco acuoso
se realiza convenientemente a esta temperatura.

20 La relación de agua o amoniaco acuoso a fracción
de residuo de epoxidación conteniendo el molibdeno puede
variar considerablemente según la composición particular
de la fracción de residuo. La relación en volumen de solu-
ción de extracción a fracción de residuo en las extraccio-
25 nes discontinuas está comprendida preferiblemente entre
0,4:1 y 8:1, siendo un intervalo más preferido el compren-
dido entre 0,5:1 y 4:1. Cuando se emplean métodos en contra-
corriente, se utilizan relaciones similares aunque debe te-
nerse en cuenta que el grado de mezcla obtenido en la torre
30 de extracción en contracorriente, la temperatura empleada y

387075



1 factores similares, influirán en los resultados obtenidos
con una relación dada. Por lo tanto, las variables de ex-
tracción que son óptimas para un residuo de reacción de epo-
xidación dado dependerán, como se ha señalado, de la compo-
5 sición de la fracción de residuo, incluido su contenido en
molibdeno, y del tipo de extracción empleado ya sea discon-
tinua o en contracorriente continua. Como la composición
del residuo puede variar ampliamente como se ha descrito y
también como varía la eficiencia de los métodos discontinuo
10 y en contracorriente, no pueden darse condiciones exactas
adecuadas para todas las situaciones. Sin embargo, las con-
diciones de temperatura y relación de solución de extracción
a residuo que han sido indicadas son adecuadas para la re-
cuperación de molibdeno de la mayor parte de los procesos
15 de epoxidación.

Como los residuos de epoxidación, en general, con-
tienen algunos ácidos, debe utilizarse amoníaco acuoso su-
ficiente para neutralizar los ácidos así como para propor-
cionar el medio de extracción necesario. Por lo tanto, el
20 amoníaco acuoso es menos preferido que el agua sola ya que
el agua es más económica y el mayor coste del amoníaco com-
pensa cualquier ventaja que pueda experimentarse en la re-
cuperación con su uso.

En general, el contenido en molibdeno en la fase de
25 extracción acuosa constituirá por lo menos el 95 % y más
frecuentemente el 97 % o más del molibdeno originalmente
contenido en la fracción de residuo. El molibdeno contenido
en la fase de extracto acuoso, después de la separación
de la fase orgánica, puede ser recuperado por precipita-
30 ción, por ejemplo como fosfomolibdato o bien, en el extrac-

387075



1 to es demasiado viscoso, la fase de extracto puede ser des-
tilada para separar el agua y los alcoholes contenidos en
la misma dando una fracción concentrada alta en contenido
5 en molibdeno, por ejemplo con el 5 % en peso o más de mo-
libdeno.

El molibdeno en este concentrado puede ser recupera-
do por calefacción y calcinación con aire en la forma des-
crita en la patente estadounidense antes mencionada número
3.453.068, para obtener óxido de molibdeno, predominante-
10 mente MoO_3 . Si se encuentra presente hierro en el residuo
de la reacción de epoxidación, generalmente como resultado
de la corrosión, es preferible separar en primer lugar el
hierro mediante el uso de una base fuerte, como hidróxido
sódico, para precipitar el hierro en forma de hidróxido. A
15 continuación, el molibdeno puede ser recuperado por los
otros métodos descritos.

La fase de extracto acuoso que contiene el molibde-
no también contiene algún alcohol, ácidos y otros compues-
tos oxigenados de bajo peso molecular. Estos compuestos
20 pueden ser recuperados por destilación - los alcoholes,
por ejemplo, como un azeótropo con agua. Después de la se-
paración de todos los componentes líquidos por destilación,
el residuo puede ser sometido a calcinación y el molibdeno re-
cuperado como MoO_3 .

25 Los siguientes ejemplos se dan con fines ilustrati-
vos de la invención y para demostrar su utilidad en la recu-
peración de molibdeno de los residuos de reacción de epoxi-
dación comercial.

30

387075



1971

EJEMPLO 1

1 Se obtuvo una fracción de colas conteniendo molib-
debo a partir de un proceso comercial de epoxidación de pro-
pileno. En este proceso se emplea propileno como olefina,
5 hidróxido de terc-butilo como agente oxidante, alcohol terc-
butílico como disolvente y un catalizador de molibdeno obte-
nido por reacción de molibdeno metálico con hidroperóxido
de terc-butilo, en presencia de propilenglicol. La fracción
de colas era la porción del producto de reacción de epoxi-
10 dación efluente que quedó después de separar el propileno
que no había reaccionado, el óxido de propileno producido
y una importante porción de alcohol terc-butílico. Este pro-
ducto de colas contenía 25,5 % en peso de alcohol terc-bu-
tílico, 0,46 % en peso de molibdeno, siendo el resto una
15 mezcla muy compleja de ácidos como ácido acético y compues-
tos polihidroxilados superiores de peso molecular elevado,
en la gama de pesos moleculares de 200, y pequeñas cantida-
des de otros compuestos oxigenados como hidroperóxido de
terc-butilo sin convertir, ésteres y cetonas.

20 Una muestra de 42,3 g de esta fracción de colas se
pone en contacto en un embudo de separación con porciones
de 3-100 g de agua destilada, separándose la fase de extrac-
to acuoso después de cada contacto, a la temperatura ambien-
te. Los resultados obtenidos se encuentran en la Tabla I.
25 Los resultados indican el porcentaje en peso de cada compo-
nente calculado sobre la cantidad en la carga para cada ex-
tracto y para el residuo que queda sin extraer después de
la tercera extracción.

387075



971

TABLA I

<u>Fracción</u>	<u>% en peso de carga</u>	<u>Mo</u>	<u>ATB⁽¹⁾</u>	<u>Acidos</u>
Extracto nº 1	32,8	91,0	73,2	71,3
Extracto nº 2	23,5	4,6	22,2	17,7
Extracto nº 3	11,0	4,4	2,8	4,4
Residuo	32,7	-	1,8 ⁽²⁾	6,4 ⁽²⁾

(1) Alcohol terc-butílico

(2) Obtenido por diferencia, suponiendo que no ha habido ninguna pérdida.

10 Estos resultados indican que el molibdeno puede ser extraído completamente de una fracción de colas de epoxidación utilizando el método de esta invención, a temperaturas ambientes, si se emplea agua suficiente. Con una relación de solamente alrededor de 2:1 de agua a colas, se separa

15 en una sola extracción el 91 % del molibdeno. El molibdeno se recupera separando por destilación los ácidos, el azeótropo de alcohol terc-butílico/agua, el resto del agua y los compuestos volátiles contenidos en el extracto y finalmente calcinando el residuo para producir MoO₃.

20 Los siguientes ejemplos se dan para mostrar el efecto de las relaciones de agua a colas y de la temperatura de extracción.

EJEMPLO 2

25 Se realizan extracciones en un matraz con camisa caliente, provisto de un agitador y un tubo y una llave para extraer las colas. La carga es similar a la del Ejemplo 1, a excepción de que ha sido reducida a un volumen menor por destilación, de forma que contiene 0,80 % en peso de molibdeno, 8,2 % en peso de ácidos (calculado como ácido fórmico), 16 % en peso de alcohol terc-butílico, 22,4 % en peso

30



1971

387075

1 de glicoles C₃-C₆ y el resto son compuestos oxigenados muy
complejos, indeterminados. La carga asciende a 46,5 g
(50 ml) y se utilizan 100 g de agua para cada una de cua-
tro extracciones. Las extracciones se realizan a 120°F
5 (49°C) y el tiempo de mezcla para cada extracción es de
un cuarto de hora. Después de cada extracción, la mezcla
se deja sedimentar durante 1 hora a 120°F (49°C) y se saca
la capa acuosa. Se encuentra que se ha separado en el ex-
tracto acuoso un total del 80,4 % en peso del molibdeno
10 cargado.

EJEMPLO 3

Se realizan cuatro extracciones en la misma frac-
ción de colas utilizada en el Ejemplo 2 y se sigue el mismo
procedimiento, a excepción de que la cantidad de agua uti-
15 lizada en cada extracción es solamente de 25 g (una rela-
ción en volumen de agua a colas de 0,5:1) y la agitación se
efectúa en condiciones de reflujo de forma que las tempera-
turas son respectivamente 191°F (88,3°C), 194°F (90,0°C),
196°F (91,1°C) y 197°F (91,7°C), mientras que la temperatu-
20 ra de sedimentación es de 170°F (76,7°C) aproximadamente.
En el extracto acuoso se extrae aproximadamente el 97 % en
peso del molibdeno originalmente presente en la carga.

EJEMPLO 4

Otra fracción de colas similar a la del Ejemplo 1
25 contiene 0,53 % en peso de molibdeno, 18,9 % en peso de al-
cohol terc-butílico, 26,5 % en peso de glicoles C₃-C₉, sien-
do el resto compuestos oxigenados altamente complejos, in-
determinados. En el matraz se cargan 73,6 g de estas colas
junto con 160 g de agua (relación en volumen 2:1 de agua a
30 colas). La mezcla se agita durante 1 hora a presión sufi-

POOR
QUALITY

387075



1971

1 ciento para que pueda mantenerse una temperatura de 260°F
 (127°C). La mezcla se sedimenta durante 1 hora a 160°F
 (71°C) y se encuentra que el 94 % del molibdeno contenido
5 en la carga ha sido extraído en la capa acuosa en una sola
 extracción.

EJEMPLO 5

 Se realiza otra prueba exactamente como en el Ejem-
 plo 4, a excepción de que la temperatura de extracción es
 de 210°F (99°C) y se encuentra que el 99 % del molibdeno
10 en la carga ha sido extraído en una única extracción.

EJEMPLO 6

 Se realiza otra prueba como las de los Ejemplos 4
 y 5, a excepción de que se emplea un tiempo de mezcla de
 6 minutos a 193°F (89°C) y una temperatura de sedimentación
15 de 189°F (87°C) durante 5 minutos. Se encuentra que el 95 %
 en peso del molibdeno en la carga ha sido extraído en esta
 extracción única utilizando unos tiempos de agitación y se-
 dimentación muy cortos.

EJEMPLO 7

20 La misma fracción de colas utilizada en los Ejem-
 plos 4, 5 y 6 es extraída en dos extracciones sucesivas uti-
 lizando una relación en volumen de 0,5:1 de agua a colas en
 cada extracción. En la primera fase se utiliza una tempera-
 tura de 191°F (88°C) durante un tiempo de agitación de 2 mi-
25 nutos y en la segunda fase una temperatura de 193°F (89°C)
 durante 2 minutos. Los tiempos de sedimentación en cada fa-
 se son de 5 minutos a 189°F (87°C). En el extracto acuoso
 se extrae un total de 97,1 % en peso del molibdeno conteni-
 do en la carga.

30

 Los ejemplos anteriores demuestran que puede conse-



1971

387075

1 guirse una separación muy eficiente del molibdeno contenido en una fracción de colas incluso con tiempos de agitación muy cortos y bajos valores de la relación en volumen de agua a colas, siempre que se emplee una temperatura comprendida aproximadamente entre 190° y 210°F (88° y 99°C),
 5 es decir el intervalo preferido.

EJEMPLO 8

Se realiza una serie de extracciones con amoniaco acuoso utilizando el mismo aparato empleado en los Ejemplos 2-7. En estas extracciones se emplea la misma carga utilizada en el Ejemplo 2.
 10

La temperatura de extracción es la de reflujo 190-193°F, (88-89,5°C) y el tiempo de mezcla es 1 hora. También se emplea una temperatura de sedimentación de 150°F (66°C).

15 Los resultados obtenidos con diversas relaciones en volumen de soluciones de amoniaco a colas y con diversas concentraciones de amoniaco se encuentran en la Tabla II.

TABLA II

<u>Prueba nº</u>	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>	<u>5</u>	<u>6</u>
20 NH ₄ OH conc. % en peso	1,0	1,0	2,0	4,0	0,2	1,0
Relación en volumen sol. NH ₄ OH/carga	2:1	3:1	2:1	2:1	10:1	12:1
Mo total separado en % en peso de Mo cargado	100	97	98	92	90	96

25 Estos resultados indican que la concentración más preferida es un 1 %, con una relación en volumen de 2:1. Las relaciones más altas son menos convenientes. Pueden utilizarse concentraciones del orden de 0,5 a 2,0 % en peso de amoniaco. En las pruebas 1 y 5, no había amoniaco suficiente para neutralizar completamente los ácidos; sin embargo,
 30 ésto no constituye un factor crítico;

387075



1

Las soluciones acuosas obtenidas en los ejemplos anteriores contenían, además de molibdeno, porciones del alcohol terc-butílico, ácidos, ésteres y otros compuestos oxigenados solubles hasta cierto punto en agua. En algunos casos, las soluciones acuosas eran simplemente evaporadas y el molibdeno recuperado como MoO_3 por calcinación y en otros casos, las soluciones eran destiladas para recuperar el alcohol, los ácidos y otros compuestos volátiles, secando después finalmente y calcinando los residuos para obtener el MoO_3 . Otros métodos de recuperación del molibdeno de la solución acuosa consisten en técnicas de precipitación, por ejemplo en forma de fosfomolibdato.

5

10

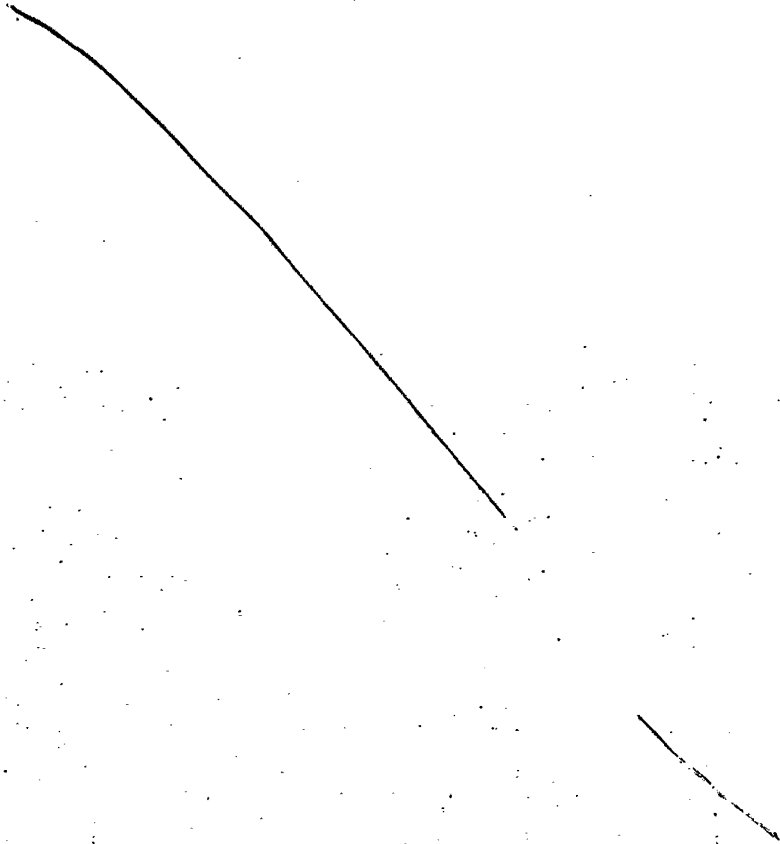
15

20

25

30

En resumen, la Patente de Invención que se solicita, deberá recaer sobre las siguientes:



387075



1971

REIVINDICACIONES

1

1. Un método para la recuperación de compuestos de molibdeno de soluciones orgánicas resultantes de la epoxidación de olefinas con hidroperóxidos orgánicos y un catalizador de molibdeno, cuyo método está caracterizado por poner en contacto la solución orgánica con agua o amoniaco acuoso y separar una fase acuosa que contiene molibdeno.

5

2. Un método según la Reivindicación 1, caracterizado porque el extracto se realiza a una temperatura de 40°F a 275°F (4,4° a 135°C).

10

3. Un método según la Reivindicación 2, caracterizado porque el extracto se realiza a una temperatura de 160°F a 210°F (71° a 99°C).

15

4. Un método según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la relación en volumen de agua o solución de amoniaco a solución orgánica es de 0,4:1 a 8:1.

5. Un método según la Reivindicación 4, caracterizado porque la relación es de 0,5:1 a 4:1.

20

6. Un método según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la solución de amoniaco tiene una concentración de amoniaco comprendida entre 0,5 y 2,0 % en peso.

25

7. Un método según la Reivindicación 6, caracterizado porque la concentración es alrededor de 1 % en peso.

8. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la patente de invención que se solicita: "UN METODO PARA LA RECUPERACION DE COMPUESTOS DE MOLIBDENNO".

30

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la

387075



1971

1

presente memoria descriptiva que consta de dieciocho páginas mecanografiadas.

5

Madrid, 7 de Enero de 1.971

BERNARDO UNGRIA
p.p.

10

15

20

25

30