

407067

407067

PATENTE DE INVENCION

SC 3972.

27



Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA DECOLORACION DE SOLUCIONES CONCENTRADAS
DE HIDROPEROXIDO DE CUMENO.--

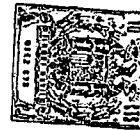
Solicitante RHONE-POULENC, S.A., entidad francesa, residente en
22, Avenue Montaigne - PARIS 8ème, FRANCIA.--

Int. Cl. C 07 C

La presente invención tiene por objeto un procedimiento de decoloración del hidroperóxido de cumeno.

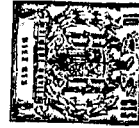
El hidroperóxido de cumeno utilizado como producto intermedio para la preparación del fenol o como iniciador de polimerización de compuestos sin saturación

5.



- etilénica, se obtiene por oxidación del cúmeno con oxígeno o con aire, preferentemente en presencia de productos alcalinos (sosa, potasa, carbonatos o bicarbonatos de sodio o de potasio: cf patentes americanas 2.548.435 y 2.663.740), en forma sólida o de soluciones acuosas de concentración variable. La presencia de derivados alcalinos tiene por objeto neutralizar los ácidos orgánicos, formados en el transcurso de la oxidación, que favorecen la descomposición del hidroperóxido. La masa reaccional obtenida se trata generalmente con el fin de separar la fase acuosa que contiene las sales alcalinas de los ácidos orgánicos, de la fase orgánica que consiste en una solución cuménica de hidroperóxido. Esta solución se lava generalmente con agua o con una solución acuosa alcalina (sosa o potasa) para eliminar los ácidos orgánicos residuales (cf patentes americanas 2.548.435 y 2.663.740) y a continuación se concentra para llevar su título en hidroperóxido de cúmeno a un valor comprendido entre 60 y 75 % en peso. Se ha comprobado que las soluciones concentradas comerciales obtenidas de esta forma presentan una fuerte coloración, de tonalidad que varía con el tratamiento de lavado sufrido por la fase orgánica antes de concentración, que hace el hidroperóxido impropio para ciertos empleos, principalmente para la obtención de resinas incoloras o poco coloreadas por polimerización. De este modo, tras concentración de una solución cuménica de hidroperóxido, lavada con agua, se obtiene un concentrado que presenta un color amarillo intenso.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
30. Se ha encontrado ahora, y ésto es lo que consti-

407067⁻³⁻



- tuye el objeto de la presente invención, un procedimiento de decoloración de una solución concentrada de hidropéroxido de cúmeno en el cúmeno, que comprende del 60 al 75 % en peso de hidropéroxido de cúmeno, obtenido por lavado con agua o una solución acuosa alcalina del oxidato que resulta de la oxidación del cúmeno por el oxígeno o el aire, y a continuación por destilación parcial del exceso de cumeno, caracterizado porque la solución concentrada de hidropéroxido de cumeno se trata en caliente por una pequeña cantidad de un agente alcalino.
- 5.
- 10.

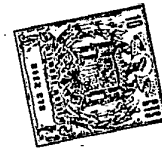
La temperatura a la cual se conduce el tratamiento de decoloración puede variar entre 50 y 110°C y, preferentemente, entre 70 y 90°C.

- Como agente alcalino al cual se puede hacer mención para efectuar el procedimiento de la invención se pueden citar los hidróxidos alcalinos (sosa, potasa), los carbonatos y bicarbonatos de potasio o de sodio, las sales de ácidos orgánicos débiles de metales alcalinos, el amoníaco y los hidróxidos de amonio cuaternario. Se utiliza preferentemente la sosa o la potasa.
- 15.
- 20.

- El agente alcalino puede utilizarse en forma sólida, o, preferentemente, en forma de soluciones acuosas cuya concentración no es crítica y puede variar entre 0,1 y 50 % en peso. Generalmente no es necesario recurrir a soluciones de concentraciones superiores al 15 % en peso.
- 25.

- La cantidad de compuesto alcalino usada puede ser tan baja como de 0,001 % en peso de la solución hidropéroxídica. Generalmente no es necesario utilizar más del 2 %, y preferentemente más del 1 % en peso de este compuesto.
- 30.

407067



5. La duración del tratamiento depende de la temperatura y de la intensidad de la coloración de la solución de hidroperóxido. De una manera general la decoloración es muy rápida y puede efectuarse en lapsos de tiempo que varían de 3 mn a 40 mn según las condiciones utilizadas.

10. El procedimiento de la invención es de una aplicación muy fácil y puede conducirse sin dificultad de manera continua. Basta en efecto introducir en la solución cuménica coloreada caliente procedente de la zona de concentración, la cantidad adecuada de agente alcalino y mantener el conjunto a la temperatura elegida durante un tiempo suficiente para obtener la decoloración.

15. La solución decolorada obtenida puede tratarse de forma usual para eliminar el agente alcalino que contiene. Sin embargo esto no es indispensable y este último puede dejarse sin inconveniente en el hidroperóxido de cúmeno.

20. A continuación la coloración de las soluciones tratadas y no tratadas de hidroperóxido de cumeno será expresada en unidad Hazen según la norma AFNOR NF - T 20.605, el color de una muestra se compara entonces a la de una solución de referencia de un derivado del platino (ácido cloroplatínico) y de un derivado del cobalto (cloruro de cobalto) de concentración determinada.

25. Los ejemplos siguientes ilustran la invención y muestran como puede ponerse en práctica.

EJEMPLO 1

30. En un vaso cilíndrico de vidrio de 250 cm³, equipado con un agitador magnético, un sistema de calentamiento, un termómetro y de una ampolla de colada graduada, se cargan 100 g de una solución de hidroperóxido. Esta so-

407067



lución presenta una coloración amarillo-limón que corresponde a 450 hazen. Se ha obtenido por oxidación del cumeno con aire en presencia de sosa, y a continuación lavado del oxidato con agua y finalmente concentración del oxidato por destilación. Además del hidroperóxido esta solución

5. contiene:

- cumeno 22 % en peso
- n-propilbenceno menos de 0,01 %
- t-butilbenceno 0,33 %
- 10. - sec-butilbenceno 0,04 %
- acetofenona 0,65 %
- dimetilfenilcarbinol 5,75 %

Se lleva el contenido del vaso a 90° y a continuación se introducen 0,2 cm³ de una solución acuosa de sosa 2 N. La solución vira al violeta y después se decolora. Tras 5 minutos en estas condiciones se obtiene un producto cuya coloración es de 30 hazen.

EJEMPLO 2

20. Se opera como en el ejemplo 1 reemplazando la sosa por potasa (0,018 g) en forma de una solución acuosa 2 N. Se obtiene una solución que presenta una coloración de 35 hazen.

EJEMPLO 3

25. Se opera como en el ejemplo 1 pero a 70°C. La cantidad de sosa usada es de 0,02 g (solución acuosa 2 N). Tras 20 mn de tratamiento la solución peroxídica está ligeramente coloreada de violeta y después de una hora persiste una débil coloración rosa.

30. A título comparativo se repite la operación a 20°C. La solución amarilla de hidroperóxido toma una colo-



407067

ración intensa violeta de vino que conserva, cualquiera que sea la duración del tratamiento.

EJEMPLOS 4 a 7

Se opera como en el ejemplo 1 haciendo variar la cantidad de agente alcalino:

5.

Ejemplo	Agente alcalino		Coloración de la solución de hidroperóxido
	naturaleza	Cantidad	
4	sosa	0,008 g	50 hazen
5	potasa	0,011 g	50 hazen
6	potasa	0,018 g	35 hazen
7	potasa	0,05 g	10 hazen

10.

15.

EJEMPLO 5

En un matraz de 2 l, equipado con un sistema de agitación, un caliente-matraz, un termómetro, un dispositivo de extracción continua, un termómetro, se hace llegar en continuo, por medio de bombas, la solución de hidroperóxido utilizada en el ejemplo 1 y una solución acuosa de sosa 2 N. La extracción comienza cuando el matraz contiene 1.200 cm³ de mezcla reaccional. El tiempo de residencia es de 40 minutos y la temperatura del contenido del matraz se mantiene a 90°C. La cantidad de sosa utilizada es de 0,041 g por cada 100 g de solución peróxidica. En estas condiciones se obtiene una solución límpida que presenta una coloración comprendida entre 5 y 10 hazen.

20.

25.

30.

Tras tratamiento la solución contiene, además

407067



del hidropéroxido:

- | | | |
|----|------------------------|-----------------|
| 5. | - cumeno | 21 % en peso |
| | - n-propilbenceno | menos de 0,01 % |
| | - t-butilbenceno | 0,32 % |
| | - sec-butilbenceno | 0,04 % |
| | - acetofenona | 0,65 % |
| | - dimetilfenilcarbinol | 5,75 % |

N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo 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 Francia, con fecha 27 de septiembre de 1.971, bajo el número 7 34630; acogándose 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 Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA DECOLORACION DE SOLUCIONES CONCENTRADAS DE HIDROPEROXIDO DE CUMENO; caracterizándose por lo siguiente:
- 1.- Procedimiento para la decoloración de soluciones concentradas de hidropéroxido de cumeno, en el cumeno, que comprende de 60 a 75 % en peso de hidropéroxido, obtenido por lavado con agua o con una solución acuosa alcalina, y a continuación concentración por destilación parcial del cumeno del oxidato que resulta de la oxidación del cumeno con oxígeno o un gas que le contenga, caracterizado porque la citada solución concentrada de
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

Bz

407067



hidroperóxido de cumeno se trata a una temperatura comprendida entre 50 y 110°C por un agente alcalino a razón de 0,001 a 2 % en peso con relación a la solución peroxidica.

5. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el compuesto alcalino es la sosa o la potasa.
- 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el compuesto alcalino está en forma de una solución acuosa.
10. 4.- Procedimiento para la decoloración de soluciones concentradas de hidroperóxido de cumeno, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.
15. Esta Memoria consta de 8 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 27 SET. 1972

RHONE-POULENC, S.A.

J. GOMEZ ACEBO Y MORET

R. P. Firmador: J. Suarez Diaz

Jesús Suárez

127