

408573



P - 52.549

Serie: 1.959
EN 71 41.313

Memoria descriptiva

Int. Cl. ² : <u>CO1B//B01D</u>

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de OXYSYNTHESE

entidad francesa

con domicilio en 6, rue Cognacq-Jay, 75007 Paris,
Francia.

por: "PROCEDIMIENTO PERFECCIONADO DE FABRICACION
DE PEROXIDO DE HIDROGENO"
(Clase Internacional CO1b)

6.11.72

408573



El presente invento concierne a un perfeccionamiento en la preparación cíclica de peróxido de hidrógeno. Tiene como objeto la regeneración de las soluciones de trabajo gastadas de los procesos cíclicos.

5 Los procedimientos que utilizan las antraquinonas para la producción de H_2O_2 están basados en un ciclo de trabajo que comprende una hidrogenación, en presencia de un catalizador, de las antraquinonas disueltas en un disolvente, una oxidación de las hidroantraquinonas obtenidas, y finalmente una extracción del H_2O_2 por puesta en contacto con
10 agua de la solución que proviene de la oxidación. La solución extraída vuelve a la hidrogenación.

Se sabe que estas operaciones químicas están acompañadas por reacciones secundarias que transforman las quinonas en productos no oxidables ni reducibles, lo cual es
15 designado como "degradación" de la solución de trabajo. Resulta de ello una disminución progresiva del potencial de producción de esta solución. No obstante, y esto es bien conocido, se puede limitar esta pérdida de potencial introduciendo en el ciclo una operación suplementaria, llamada
20 de "reconversión", que consiste en general en poner en contacto con un catalizador, la totalidad o parte de la solución de trabajo, de manera continua o discontinua. En esta operación de reconversión, una parte de los "productos degradados" es reconvertida en quinonas activas, es decir ge
25



408573

neradoras de H_2O_2 , a saber la antraquinona empleada o su derivado de hidrogenación en el núcleo, la tetra-5,6,7,8-antraquinona correspondiente.

5 No obstante, en general, una parte de los productos degradados no es reconvertida en quinonas, por ser demasiado lentas las reacciones de reconversión, o por ser irreversibles las degradaciones. Así, poco a poco, la solución de trabajo se enriquece con "productos inertes", cuya concentración puede alcanzar un valor perjudicial para el
10 buen funcionamiento del procedimiento.

En efecto, se observa progresivamente, un atascamiento cada vez más rápido y más importante de los catalizadores de hidrogenación y de reconversión que se traduce en un consumo acrecentado de éstos; un atascamiento de los
15 filtros, una acumulación de depósitos en las superficies de contacto entre la solución de trabajo y la solución de H_2O_2 , durante la extracción del H_2O_2 . El análisis muestra en estas soluciones la presencia de compuestos poliantracénicos, con función fenol, a los cuales se puede hacer responsables de los inconvenientes anteriormente citados. Junto a estos productos poliantracénicos, a los que se designa como "productos degradados pesados", existen otros productos de degradación monoantracénicos, a los que se denomina "productos degradados ligeros". Dado que los diferentes
20 productos degradados tienen la ventaja de aumentar la
25

408573



14 NOV. 1972

solubilidad de las quinonas y sobre todo de las hidroquinonas se ha buscado, y éste es el objeto del presente invento, desembarazar la solución de trabajo de la parte perjudicial de ésta, a saber "los productos degradados pesados".

5 El procedimiento según el invento permite, por lo tanto, regenerar las soluciones de trabajo empleadas en el procedimiento de fabricación de H_2O_2 a la antraquinona, sin perder la ventaja de una elevada solubilidad de las quinonas, y por lo tanto de una productividad elevada por litro
10 de solución de quinonas. Otra ventaja consiste en permitir, gracias a una mejor reactividad de la solución, reducir los consumos de catalizadores en la hidrogenación y en la recon
versión.

15 Para obtener el resultado esperado, han sido descritos diferentes procedimientos, que comprenden o bien operaciones químicas, o bien operaciones físicas, o bien combinaciones juiciosas de ambos tipos de operaciones. Los inconvenientes de ello son, frecuentemente, la complejidad
de puesta en práctica, y/o eventualmente los inconvenientes
20 de reacciones químicas secundarias en el caso en el que entran en juego reactivos.

El presente invento, basado en las volatilidades relativas de los productos que han de ser separados, ha recurrido a la evaporación mediante una técnica que permite
25 un fraccionamiento suficiente con el mínimo daño causado a



14 NOV 1972

408573

los productos a recuperar, gracias al tiempo de calentamiento relativamente corto.

El principio de la destilación que concierne a la recuperación de los productos activos, es decir de las quinonas, ya ha sido propuesto por la patente francesa número 1.335.700. No obstante, aparte de que las condiciones de puesta en práctica no estaban precisadas, éstas implicaban la formación de productos ácidos, a los que había que eliminar por lavado.

El presente invento permite obtener directamente y de modo continuo una solución de trabajo renovada sin ningún otro tratamiento diferente de una destilación por evaporación en dos etapas. El procedimiento de regeneración de las soluciones de trabajo gastadas de los procesos cíclicos de preparación de peróxido de hidrógeno a la antraquinona consiste en dos fases según las cuales se separan los disolventes en el curso de una primera destilación, bajo una presión como máximo igual a la presión atmosférica, y luego se separan las quinonas, y "productos degradados ligeros" monoantracénicos en el curso de una segunda destilación, efectuada a presión más baja, y además vuelve a utilizar el conjunto de los productos destilados como nueva solución de trabajo, está caracterizado porque se condensan los vapores de la segunda destilación sobre una película líquida de disolvente frío constantemente re-

408573



novada, proviniendo dicha película de disolvente de los vapores condensables de la primera destilación.

5 La primera de estas fases consiste en destilar los disolventes bajo una presión inferior o igual a la presión atmosférica. El aparato escogido es un evaporador de película. La película o bien puede circular libremente o bien puede ser obligada a recorrer un camino más largo por medio de rascado permanente a lo largo de las paredes. En cualquier caso, el aparato trabaja con un gradiente de concentración, lo cual permite acrecentar la evaporación por inyección de vapor de agua, mientras que el extracto ya no contiene más que algunos tantos por ciento de disolvente. 10 La primera destilación se realiza ventajosamente en presencia de vapor de agua auxiliar.

15 La segunda fase consiste en evaporar el conjunto de quinonas y "productos ligeros degradados" a una presión sensiblemente inferior a la de la primera fase, preferentemente inferior a 100 Torr. El aparato escogido es igualmente de película y de gradiente de concentración con o sin rascado. Las temperaturas de las paredes son inferiores a 20 350°C cuando se trata de etilantraquinona y de sus productos degradados. Se aprovecha el efecto de la temperatura para obtener una generación de quinonas a partir de los productos degradados susceptibles de ser regenerados térmicamente. 25 Esta es la razón de que la presión en esta segunda.

408573



fase debe ser tal que la temperatura de trabajo correspondiente a la evaporación de los productos a recuperar sea lo bastante elevada para esta generación de quinonas pero lo suficientemente reducida para no entrafñar craqueo que dé
5 lugar a productos ligeros indeseables. El residuo no destilable es llevado a una temperatura tal que una parte de los productos degradados se transforma en quinonas útiles.

Además, en esta segunda fase, una ventaja importante del presente invento es el modo de realización de la
10 condensación de los vapores de quinonas + productos degradados. Por ser el objeto el de realizar el tratamiento global de modo continuo, es deseable evitar cualquier aparición de fase sólida por condensación.

Ahora bien, los puntos de fusión de los productos
15 quinónicos son tales que, incluso con condensadores calientes, es prácticamente muy difícil evitar los depósitos sólidos. El procedimiento consiste por lo tanto en condensar los vapores sobre una película líquida de disolvente frío y para esto se utiliza el disolvente que se ha recupe
20 rado en el curso de la primera fase.

Este procedimiento se presta de un modo notable al tratamiento completo, en continuo, de las soluciones de trabajo. Así, utilizando la técnica de los evaporadores de película descendente para cada una de las etapas de des
25 tilación, la solución de trabajo a regenerar introducida

408573



en el primer evaporador vuelve a salir del condensador de película descendente de la segunda etapa, es regenerada y es inmediatamente utilizable.

5 El esquema de una instalación que permite la puesta en práctica del procedimiento del invento como destilación continua se representa en la figura de los dibujos anejos, a título de ejemplo de realización, no limitativo, en lo que concierne a los modos de funcionamiento o a los tipos de evaporadores de película o a sus funciones.

10 La solución de trabajo envejecida es transportada por la conducción 1, los disolventes siguen los circuitos 2, el extracto seco fundido es transportado por las conducciones 3, mientras que el extracto seco fundido y las quinonas más los productos degradados ligeros toman el camino de los circuitos 4 y 5. La solución de trabajo regenerada es extraída por la conducción 6. El residuo no destilado es retirado por 7.

20 Por la conducción 1, la solución a regenerar, se introduce después de pasar por el caudalímetro 8, después al evaporador 9, por intermedio de un repartidor de líquido 10 de película descendente. Los disolventes, a través de la conducción 2, son dirigidos por la conducción 12 hacia el separador 14, en el cual se separa el agua, que es evacuada por 13, y luego dichos disolventes son aspirados a la canalización 15, y después de pasar por el caudalímetro 11,

6.11.72

408573



14 NOV. 1972

son dirigidos hacia el condensador de salmuera 16 por intermedio del repartidor de líquido de película descendente 17.

5 El extracto seco fundido retirado de la base del evaporador de película 9 por la conducción 3 es dirigido en primer término hacia un recipiente de distribución 18, y luego circula desde abajo hacia arriba a través del caudalímetro 19, y penetra en el evaporador 20 por intermedio del repartidor de líquido de película descendente 21. Los
10 vapores de quinonas y productos degradados ligeros abandonan dicho evaporador 20 por la conducción 5, para llegar al condensador de agua 16, en el cual se encuentran en contacto con el disolvente. La solución de trabajo regenerada es
15 retirada por 6, mientras que el residuo no destilado es retirado por 7 en la base del evaporador 20. Se inyecta vapor a presión a través del caudalímetro 22, por la conducción 23, al evaporador 9.

Seguidamente se dan ejemplos que ilustran el invento a título no limitativo.

20 Los ejemplos siguientes conciernen a la aplicación del invento a una solución de trabajo a base de 2-
-etilantraquinona disuelta en un disolvente compuesto por 100 volúmenes repartidos en 40 a 50 volúmenes de acetato de metilciclohexilo y 50 a 60 volúmenes de una fracción de
25 disolventes aromáticos que hierven entre 150 y 180°C a

408573



760 Torr.

Ejemplo 1.

Después de haber separado en el curso de una primera destilación los disolventes de una solución de trabajo con 206 g/l de extracto seco que contiene 35% de quinonas y 65% de productos degradados, se disponen 236 g de este extracto seco fundido en un matraz de fondo redondo unido con la parte inferior de un condensador vertical con descenso por rociado del disolvente. Por estar puesto el recinto a una presión de 1 a 2 Torr, se calienta el matraz de fondo redondo. Los primeros vapores comienzan a destilar a 50°C, y cuando se llega a 250°C se hace cesar la segunda destilación. El análisis muestra que se han condensado 145 g de producto destilado, o sea 62% de la carga, que contienen 68 g de quinonas, o sea 80% de las quinonas iniciales. El residuo contiene 17,5 g de quinonas, lo cual representa un rendimiento químico total de quinonas de 103%, es decir un aumento del contenido de quinonas de 3%.

Ejemplo 2.

Se repite el experimento precedente prolongando la segunda destilación. Entonces el producto condensado constituye 86% de la carga que contiene 103% de las quinonas iniciales. El residuo contiene, además, 5% de las quinonas iniciales, lo cual lleva a 108% al rendimiento químico.

408573

14



Ejemplo 3.

Se efectúan de modo continuo cada una de las dos etapas de destilación en un equipo de aparatos tal como se representa en el anejo. El evaporador de disolvente es un tubo de aluminio de 30 mm de diámetro interior y 5 m de longitud, calentado con vapor a 140°C. El recinto es llevado a una presión absoluta de 0,2 barías. Se le alimenta a razón de 25 l/h de solución de trabajo con una concentración de 200 g/l de extracto seco, de los cuales 70 g/l son quininas. Se obtienen 5 kg/h de extracto seco fundido. El disolvente es recogido por otro lado. El segundo evaporador es un tubo de 15 mm de diámetro interior y 1,5 m de longitud, calentado eléctricamente de manera que se obtiene una temperatura creciente desde arriba hacia abajo, que va desde 245 a 320°C. La presión en la parte superior es de aproximadamente 1 Torr. Este evaporador es alimentado a razón de 0,5 kg/h de extracto fundido recalentado a 175°C.

Se regula el caudal de disolvente que se envía a la parte superior del condensador de manera que se obtiene una solución de trabajo de concentración en extracto igual o superior a la del comienzo de trabajo. Habiendo introducido de modo continuo en el segundo evaporador 3060 g de disolvente y 753,5 g de extracto seco, se recogen 3.680 g de solución que contiene 620 g de producto destilado, o sea 82,4% de la carga y 133,5 g de residuo. El análisis de la

408573



solución y del residuo muestra que por 279,6 g de quinonas en el extracto seco se encuentran 282,4 g en el producto destilado o sea 101%, y 21,8 g en el residuo, o sea 7,8%, lo cual lleva a 108,8% el rendimiento químico. Así, a partir de un extracto seco con 37,2% de quinonas se encuentra una solución cuyo extracto contiene 45,6% de quinonas. La velocidad de reducción de la quinona a hidroquinona, a igual concentración en quinonas a la de la solución sometida a destilación, se hace superior en 33% a la que existía para la solución no destilada.

Ejemplo 4.

Para poner en evidencia las ventajas del tratamiento objeto del presente invento, se procede a efectuar ensayos comparativos de fabricación de peróxido de hidrógeno partiendo, por un lado, de solución envejecida a título de referencia, y por otro lado, de esta solución después de haber sido sometida a tratamiento por destilación.

La unidad de producción continua de peróxido de hidrógeno comprende las etapas de hidrogenación, oxidación, extracción de H_2O_2 , que son esenciales para el procedimiento, y además de un puesto de "reconversión", que somete a tratamiento de modo continuo un 15% del caudal total, desviado del circuito entre la extracción y la hidrogenación.

Depuración por destilación.

En las condiciones de trabajo del Ejemplo 3 se ob

408573



5 tienen en una primera etapa 16.860 g de extracto seco que proviene de 83 litros de la solución de trabajo. Este extracto seco fundido enviado sobre el evaporador a razón de 793 g/h conduce a 13.260 g de producto destilado, o sea 78,7% de la carga, recogido en forma de solución y a 3.552 g de residuo. Los rendimientos de quinonas son de 98,8% en el producto destilado y de 7,7% en el residuo, o sea 106,5% en total. El soluto, después de destilación, contiene 41,8% de quinonas, contra 33,6% antes de la destilación. La velocidad de reducción, a igual concentración en quinonas, es
10 aumentada en 21% por este tratamiento.

Aplicación a la preparación de peróxido de hidrógeno

15 Las dos soluciones, la tratada y la no tratada, son llevadas, por adición de 2-etil-antraquinona (2.EAQ), a una concentración idéntica de 95 g de quinonas por litro.

Por esta razón, las composiciones al comienzo del ensayo son las siguientes:

	en g/l	E.A.Q.	H4 EAQ	Quinones totales	Produc tos de gradados	Solu to - total
20						
	Solución no tratada	30,5	63,5	94,0	136,5	230,5
	Solución tratada	31,5	64,0	95,5	96,5	192,0

25 Se establece un grado de reducción de las quinonas de 85%. Por haber mostrado la experiencia adquirida que,

408573



en las condiciones de trabajo escogidas, para este grado de reducción la concentración de tetrahidroetilantraqinona (H_4 EAQ) tiende a un valor de equilibrio próximo a 80 g/l, conviene distinguir tres periodos en los resultados:

5 a) inicialmente, el tiempo necesario para obtener una marcha constante con 85% de hidroquinona, es decir el periodo de puesta en régimen.

b) el periodo durante el cual aumenta la concentración de H_4 EAQ.

10 c) el periodo de composición y grado de reducción estables.

El ensayo ha durado en total ocho semanas. Los resultados obtenidos son los siguientes, en favor de la solución tratada:

15 1º. En velocidad de reducción, traducido en tiempo y cantidad de catalizador:

a) el periodo de puesta en régimen es dos veces más corto y el consumo de catalizador es reducido en 33%.

20 b) el periodo de aumento de la concentración en H_4 EAQ es dos veces menos largo y la economía de catalizador es de 35%.

c) en el periodo estable, la economía de catalizador es de 50%.

25 2º. En velocidad de degradación, traducido en cantidad de quinona desaparecida por unidad de volumen y de



408573 14 NOV. 1972

tiempo, los resultados son, en favor de la solución tratada, respectivamente de:

a) 80% - b) 55% - c) 45%.

3º. En lo que concierne al rendimiento de extrac-
5 ción del peróxido de hidrógeno y a la cantidad del extrac-
to de H_2O_2 , se debe precisar que, teniendo en cuenta la dis-
minución de concentración en "productos degradados", la so-
lución tratada por destilación tiene una menor aptitud pa-
ra disolver las quinonas reducidas. Se ha tenido que compen-
10 sar este inconveniente aumentando el contenido del disolven-
te en acetato de metilciclohexilo a 50% en lugar de 42%. La
experiencia muestra que tal modificación, siendo por lo de-
más iguales el resto de los parámetros, tiene como conse-
cuencias habituales:

15 a) un aumento de la concentración de productos
carbonados en el extracto de H_2O_2 .

b) una disminución del rendimiento de extracción.

En realidad, nada de esto ha ocurrido, sino lo
contrario. La concentración de los productos carbonados ha
20 disminuido en el peróxido de hidrógeno extraído de 733 a
560 g/l, o sea una disminución de 23,6%.

El rendimiento de extracción del peróxido de hi-
drógeno pasa de 93,9 a 98,8%.

Ejemplo 5.

25 20.245 g de extracto seco, que provienen de 101

408573



litros de solución de trabajo envejecida, son sometidos a destilación en las condiciones del Ejemplo 4 con un caudal de 757 g/h. Se obtienen 15.728 g de producto destilado final, o sea 77,7% de la carga, en forma de solución y 4.417 g de residuo. El rendimiento de quinonas es de 99,7% en el producto destilado y de 6,8% en el residuo, o sea 106,5% en total.

El extracto seco disuelto, tras el final del tratamiento contiene 44,5% de quinonas contra 34,5% antes de la destilación.

La velocidad de reducción, a igualdad de concentración de quinonas, es aumentada en 16%.

En condiciones de trabajo similares a las del ensayo nº 4, un ensayo de preparación de H_2O_2 ha permitido comprobar las siguientes mejoras con relación a la solución de trabajo no tratada:

- una economía de catalizador de 30%;
- un aumento de la cantidad de quinonas;
- y un rendimiento de extracción de peróxido de hidrógeno de 99,5% en lugar de 95,4%.

Ejemplo 6.

Se trata una solución de trabajo envejecida, del mismo tipo que la de los ensayos precedentes, por destilación en dos etapas separadas, cada una de las cuales trabaja de modo continuo.

408573



1º. Se realiza la destilación de los disolventes sobre un evaporador monotubular vertical de película descendente con un diámetro interior de 30 mm, que comprende dos secciones separadas por una cámara de salida de los vapores; un tramo superior de 3 m de longitud; un tramo inferior de 2 m de longitud; estando provisto cada tramo en su parte superior de un repartidor de líquido con hendiduras.

Se alimenta el conjunto por la parte superior con la solución de trabajo a razón de 25 l/h y por la parte inferior con vapor de agua a razón de 3 kg/h.

La calefacción se realiza para los dos tramos mediante una envolvente de vapor bajo 5 barías absolutas. La presión de destilación es de 150 mm de Hg. Los vapores a 140°C son introducidos en un condensador tubular provisto de un separador con el fin de separar el agua de los disolventes. El extracto sale en estado fundido a 130°C y contiene menos de 0,5% de su peso de disolvente.

2º. Se efectúa la destilación de las quinonas y productos degradados ligeros a partir de reservas de extracto y de disolventes que provienen del equipo precedente.

Se realiza la destilación en un evaporador monotubular vertical de película descendente con un diámetro interior de 85 mm y una longitud de 3 m, provisto en su parte superior de un repartidor con hendiduras.

408573



El aparato es alimentado por la parte superior con el extracto fundido a 130°C, a razón de 13 kg. La temperatura de destilación es de 230°C y el residuo es llevado a una temperatura inferior o igual a 350°C. Estos vapores son enviados a un condensador tubular vertical, con envoltente recorrida por agua fría, compuesto de dos partes entre las cuales penetran los vapores a condensar: una superior, alimentada por la parte superior gracias a un repartidor de disolvente recuperado, para realizar una película líquida; otra inferior, para terminar la condensación y enfriar el líquido. Se introduce el disolvente a razón de 30 l/h. La temperatura entre las dos partes del condensador es de 75 - 80°C. El producto condensado enfriado sale finalmente a 30°C, a razón de 40,7 l/h con una concentración de 246 g/l de extracto. El rendimiento de destilación es de 77%. Para una carga con 38% de quinonas: el destilado contiene 47,9% de quinonas, o sea un rendimiento de 96,2%, el residuo contiene 14% de quinonas, o sea un rendimiento de 4,9%. Por lo tanto, el rendimiento químico de quinonas era de 101%.

Ejemplo 7.

Se tratan 300 m³ de una solución de trabajo del tipo de la del ensayo 6 a razón de 960 l/h en una instalación de marcha continua en dos etapas, del tipo representado en el esquema adjunto.

408573



14 NOV. 1972

1º. El evaporador del disolvente es del tipo descrito en el Ejemplo 6, con tubos de 30 mm de diámetro interior, en dos tramos de 3 m y 2 m respectivamente.

5 El conjunto es calentado por medio de vapor de 6 barías absolutas y se inyectan 100 kg/h de vapor a presión por la parte inferior del evaporador.

La presión de destilación es de 300 Torr.

10 Los vapores salen a 150°C y el extracto sale por la parte inferior del evaporador a una temperatura de 120°C.

El contenido residual en disolvente del extracto es próximo a 1%.

15 2º. El extracto seco y el disolvente son enviados, por intermedio de sus recipientes de distribución, respectivamente; el extracto, por la parte superior de un evaporador con rascado de película, de 2 m² de superficie; el disolvente, por la parte superior de un condensador, de 5 m² de superficie, provisto de un repartidor de película.

20 El evaporador es calentado por una doble envolvente a 340°C. La presión de destilación es de 60 Torr.

25 La mezcla de los vapores de quinonas y productos degradados ligeros con el disolvente que entra a 40°C, a una temperatura de 130°C en la parte superior del condensador. Los resultados de análisis muestran la eficacia del tratamiento:

408573



	Quinonas	Productos degradados	% de quinonas en solución
Solución: g/l			
Antes de tratamiento:	72	140	34
5 Después de tratamiento:	73	90	45

El caudal de solución obtenida es de 900 l/h y el caudal de residuo es de 57 kg/h. Por lo tanto el producto destilado es de 34% de quinonas, lo que equivale a un rendimiento de 95%. El residuo tiene 15,6% de quinonas, o sea un rendimiento de 12,9%. Por consiguiente, el rendimiento químico de quinonas es de 107,9%.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Francia, el 18 de Noviembre de 1.971, bajo el Nº EN 71 41.313, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Esta tuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

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

1.- Procedimiento de regeneración de las soluciones de trabajo gastadas de los procesos cíclicos de prepa-



408573



5 ración de peróxido de hidrógeno a la antraquinona, que con
siste en dos fases, según las cuales se separan los disol-
ventes en el curso de una primera destilación, a una pre-
sión como máximo igual a la presión atmosférica, y luego
10 se separan las quinonas y "productos degradados ligeros"
monoantracénicos en el curso de una segunda destilación
efectuada a una presión más baja, y además se vuelve a uti
lizar el conjunto de los productos destilados como nueva
solución de trabajo, caracterizado porque se condensan los
15 vapores de la segunda destilación sobre una película líqui-
da de disolvente frío constantemente renovada, provinien-
do dicha película de disolvente de los vapores condensa-
bles de la primera destilación.

2.- Procedimiento de regeneración de las solucio-
15 nes de trabajo según la reivindicación 1, caracterizado por
que se lleva el residuo no destilable a una temperatura tal
que una parte de los productos degradados se transforma en
quinonas útiles.

3.- Procedimiento de regeneración de las solucio-
20 nes de trabajo según la reivindicación 1, caracterizado por
que la segunda destilación se realiza bajo una presión tal
que la temperatura que corresponde a la evaporación de los
productos a recuperar sea lo bastante elevada para la gene-
ración de quinonas, pero lo bastante baja para no entrañar
25 ningún craqueo que dé lugar a productos ligeros indeseables.

6.11.72

408573



4.- Procedimiento de regeneración de las soluciones de trabajo según la reivindicación 3, caracterizado por que la segunda destilación se realiza bajo una presión inferior a aproximadamente 100 Torr.

5 5.- Procedimiento de regeneración de las soluciones de trabajo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque las dos destilaciones se realizan en continuo.

10 6.- Procedimiento de regeneración de las soluciones de trabajo según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la primera destilación se conduce en presencia de vapor de agua auxiliar.

15 7.- Instalación para la puesta en práctica del procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizada porque los aparatos de destilación son del tipo de evaporador de película líquida.

20 8.- Instalación para la puesta en práctica del procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizada porque el equipo de aparatos utilizado para condensar los vapores comprende un dispositivo de película líquida.

25 9.- Instalación según una cualquiera de las reivindicaciones 7 u 8, caracterizada porque comprende un primer evaporador de película líquida en el cual se efectúa la destilación de los disolventes, un condensador hacia el

6.11.72



408573



72

5 cual son conducidos los disolventes, y un segundo evaporador de película líquida en el cual se efectúa la destilación del extracto seco fundido, separado por la parte inferior del primer evaporador, un condensador constituido por un intercambiador de pared una de cuyas caras está en contacto con un fluido de enfriamiento mientras que la otra cara, sobre la cual pasan a condensarse vapores de quinonas y productos degradados ligeros, es rociada con una película líquida obtenida por inyección de disolvente, que
10 proviene del primer evaporador.

10.- Procedimiento perfeccionado de fabricación de peróxido de hidrógeno.

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

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

Madrid,
P.A.

14 NOV. 1972

Alberto de Elizaburu
Per. Resol.

6.11.72
AMC/

