

414864



Int. Cl. ² : C07C//B08B

414864

M E M O R I A D E S C R I P T I V A
de una Patente de Invención a nombre de:
CHEMISCHE FABRIK RICHARD GEISS, de nacio
nalidad alemana, domiciliada en 8875
Offingen/Donau, Lüsshof (ALEMANIA); por:
"PROCEDIMIENTO PARA LA REGENERACION DE
PERCLOROETILENO IMPURIFICADO".

-----ooo000ooo-----

Objeto del invento es un procedimiento para la re-
generación de percloroetileno impurificado (tetracloroetile-
no o tetracloroeteno $Cl_2C : CCl_2$).

5 Tal como es sabido, el percloroetileno se utiliza
de muchas maneras, en calidad de agentes de disolución, de
extracción y de desengrasado, pero sobre todo como el impor-
tantísimo disolvente para la limpieza química de géneros tex-
tiles. El percloroetileno gastado de las instalaciones de lim-
pieza química contiene cantidades variables de las más dife-
10 rentes sustancias impurificadoras (aceites y grasas, restos



1978

414364

de alquitranes y resinas, sustancias colorantes y odorantes, etc.) pero también algo de agua - en los últimos tiempos además algo de las llamadas sustancias activas para el lavado, tensioactivas o de actividad superficial (agentes reforzadores de limpieza, detergentes, tensioactivos, jabones de bencina) así como agentes microbicidas (desinfectantes), y después de filtración a través de filstros o capas de agentes de adsorción usuales es separado mediante destilación en sencillos alambiques o columnas de destilación de las restantes impurezas que quedan en la parte inferior de los alambiques o columnas, y de este modo es convertido en un disolvente puro que puede volver a ser utilizado de nuevo.

Los llamados residuos de filtro que se forman en las instalaciones de limpieza química constan del agente de adsorción, tal como kieselgur (tierra de diatomeas o tierra de batán), con percloroetileno adsorbido en éste en una cantidad media de alrededor de 30%, y hasta el momento se depositaban en general en lugares apropiados como residuos inutilizables, pero actualmente también deben ser sometidos a tratamiento con el fin de proteger al ambiente contra la contaminación. Para este fin, los residuos de filtro son sometidos a una destilación con vapor de agua y el percloroetileno bruto separado es sometido a continuación asimismo a una destilación en columna.

El percloroetileno que ha pasado por destilación por la parte superior tiene, en efecto, las mismas constantes físicas que el percloroetileno recién obtenido en la fábrica,



414864

5 pero en general lleva unido con él un olor extraordinariamente desagradable, que perjudica grandemente su nueva utilización, por ejemplo en calidad de agente de limpieza química, ya que este olor permanece adherido a los géneros textiles que han de ser limpiados. Durante años se ha intentado sin ningún resultado eliminar este olor mediante:

- a) mejora de las condiciones generales de trabajo;
- b) estructuración de la instalación de destilación;
- c) destilación en presencia de un agente oxidante acuoso, tal como permanganato de potasio;
- 10 d) utilización de agentes de adsorción, tales como carbón activo y kieselgur;
- e) eliminación del producto destilado por lavado con agua.

15 Así, los siguientes tratamientos, en cada caso de 1 kg de percloroetileno, transcurrieron de modo absolutamente negativo:

Destilación después de haber disuelto 10 g de $KMnO_4$ en presencia de agua;

Destilación en presencia de 100 g de adsorbente;

20 Filtración del producto destilado sobre 100 g de adsorbente;

Agitación durante 2 horas con 100 g de adsorbente.

25 La misión que constituye la base del presente invento consiste en el estado de cosas arriba indicado, en desarrollar un procedimiento de tratamiento de percloroetileno impurificado que no perjudique el transcurso actual de la destilación, mediante el cual este último producto se diferencie



414864 414864

lo menos posible, incluso en cuanto al olor, del producto recién obtenido en fábrica y, por consiguiente, pueda ser empleado de nuevo para cualquier finalidad de utilización.

5 El procedimiento que se ha descubierto para resolver esta misión, para el fin de regenerar percloroetileno impurificado mediante destilación, está caracterizado de acuerdo con el invento porque se lleva a destilación al percloroetileno con adición de 0,01 a 1,0%, preferiblemente 0,3 a 0,7%, de un percompuesto orgánico que es fácilmente soluble
10 en percloroetileno, no descompone a éste en las condiciones de destilación y tiene una temperatura de descomposición entre 30 y 120°C, así como que hierve por encima de 121°C, incluyendo sus productos de desdoblamiento, y no pasa por destilación azeótropa con percloroetileno.

15 El percloroetileno puro obtenido como producto del procedimiento no tiene ningún olor inherente o sólo tiene un olor inherente muy pequeño, a saber un olor agradable, incluso refrescante, sin que el percloroetileno resulte modificado en sus constantes físicas, ya que los productos de descomposición de los percompuestos conjuntamente utilizados permanecen en la parte inferior de la columna y, por consiguiente,
20 no afectan al producto destilado.

De los percompuestos orgánicos que se pueden utilizar de modo preferente de acuerdo con el invento se citarán a modo de ejemplo:
25

1.- Peróxidos de acilo, tales como peróxido de deca-noilo (peróxido de caprinoilo), peróxido de lauroilo y peróxi-

414864



do de benzoilo;

2.- Peroxocarbonatos de alcoholilo, tales como peroxo carbonato de estearilo y peroxocarbonato de miristilo.

5 Los percompuestos orgánicos citados y otros simi-
res se descomponen por debajo de 120°C en la etapa final de
la destilación para formar productos de desdoblamiento ino-
cuos, que quedan en la parte inferior de la columna.

EJEMPLO 1:

10 En 1600 kg de percloroetileno impurificado se di-
suelven 1,4 kg de peróxido de lauroilo y la mezcla es desti-
lada a 125 hasta 135°C bajo presión normal en una columna lle-
na con cuerpos de relleno. El producto destilado obtenido es-
tá totalmente libre de olor extraño desagradable y es idénti-
co desde puntos de vista físicos y químicos al percloroetileno
15 recién obtenido en fábrica.

EJEMPLO 2:

400 kg de percloroetileno gestado se mezclan con
agitación íntimamente con 350 g de peroxocarbonato de estea-
rilo y la mezcla se destila según el Ejemplo 1.

20

EJEMPLO 3:

En 1200 kg de percloroetileno impurificado se disuel-
ven 1050 g de peróxido de caprinoilo y la mezcla se trata ul-
teriormente según el Ejemplo 1.

414864



EJEMPLO 4:

Percloroetileno gastado en la limpieza química es mezclado con 0,5% en peso de peróxido de benzoilo y se trata la mezcla según el Ejemplo 1.

5

EJEMPLO 5:

En 2000 kg de percloroetileno impurificado se disuelven 1,5 kg de peroxocarbonato de miristilo y se destila la mezcla de acuerdo con el Ejemplo 1.

N O T A

10

Se reivindica como nuevo y de propia invención.

15

1.- Procedimiento para la regeneración de percloroetileno impurificado, por medio de destilación, caracterizado porque se lleva a destilación al percloroetileno con adición de 0,01 a 1,0%, preferiblemente 0,3 a 0,7%, de un percompuesto orgánico que es fácilmente soluble en percloroetileno, no descompone a éste en las condiciones de destilación y tiene una temperatura de descomposición entre 30 y 120°C, así como hierve por encima de 121°C incluyendo sus productos de desdoblamiento y no pasa por destilación azeótropa con percloroetileno.

20

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en calidad de percompuesto se utiliza un peróxido de acilo o un peroxocarbonato de alcohol con 8 a 18 átomos de carbono en el radical acilo o alcohol.

Handwritten mark or signature.



414864

3.- "PROCEDIMIENTO PARA LA REGENERACION DE PERCLO-
ROETILENO IMPURIFICADO".

Tal como se describe y reivindica en la presente Me-
moria Descriptiva, que consta de siete hojas escritas a má-
quina por una sola cara.

5

Madrid, 17 MAY, 1973

Juan

M/