



417855

FC-28-6-75

Int. Cl.²: C27B

417855

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un...a.

PATENTE DE INTRODUCCION

SOLICITANTE: ALDA CHEMICAL, S.L., de nacionalidad española.

RESIDENCIA: Plaza Coronación, 2 ESTELLA. (Navarra)

Fuente de origen: Pte. Francesa, 2.126.195.

ENUNCIADO: "PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE
LA HIDROQUINONA POR CONVERSION
ELECTROQUIMICA DEL BENZOL".

Prioridad: Patente n.º del



417855

1

La presente memoria descriptiva tiene como fin la declaración del objeto sobre el que ha de recaer el privilegio de explotación industrial de exclusivo en el territorio nacional de una Patente de Introducción, de acuerdo con la vigente Legislación, que, como el enunciado indica, se trata de "PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE LA HI-DROQUINONA POR CONVERSION ELECTROQUIMICA DEL BENZOL".

5

10

El presente invento se relaciona con un procedimiento de preparación de la hidroquinona por conversión electroquímica del benzol.

15

20

Ya se conoce la oxidación electroquímica del benzol en quinona seguida por la reducción de esta última, también por vía electroquímica, en hidroquinona (patente austriaca nº 5.128). En ese procedimiento, el benzol es reciclado en presencia de un diagrama entre el compartimento ánodo y el compartimento cátodo de forma a obtener y mantener la concentración de la quinona en el benzol, débil a saber de 1 a 2 % aprox. Se opera a unos 20 a 40 C. La hidroquinona se recupera a partir del electrolito que sale del departamento del cátodo, por ejemplo por refrigeración y separación de los cristales formados. En general, se utilizan electrodos de plomo o de aleaciones de plomo y se trabaja con o sin añadido de agentes depolarizadores del anodo de plomo. En la mayoría de los casos se utiliza como electrolito el ácido sulfúrico, eventualmente añadido de sulfato de sodio y se trabaja con proporciones relativas de aproximadamente 2:1 a 10: 1 entre el benzol y el ácido sulfúrico. Al ser el electrolito mezclado de dos fases, se facilita la operación añadiendo agentes emulsificadores, pero estos últimos tienen varios inconvenientes: participan en la reacción y molestan

25

30



417855

1 en la separación de la hidroquinona (patente alemana n^o
1 101 436 y 1 102 171).

5 La peticionaria ha encontrado re-
cientemente la forma de obtener ventajosamente la hidroquino-
na por oxidación electrotérmica del benzol en quinona y re-
ducción electroquímica de esta última en hidroquinona, actuan-
do de la siguiente forma:

10 A través de un compartimento anódi-
co de una célula de electrolisis se envía a gran velocidad
una corriente de reciclado muy finamente dispersa de benzol,
de ácido sulfúrico diluido y de quinona, con un porcentaje
de quinona que no sobrepase 2 % en relación con el benzol con-
tenido en esta corriente y se hace lo mismo a través del com-
partimento catódico con una corriente de benzol, ácido sulfú-
rico diluido, hidroquinona, acompañados de pequeñas cantida-
des de quinona; se añade en la corriente de reciclado del
ánodo, antes de su introducción en el compartimento anódico,
benzol fresco, se desvía parte de las corrientes de reciclado
anódico por delante del compartimento anódico, se separa de
20 esta corriente parcial el ácido sulfúrico que se envía de nue-
vo en la corriente de reciclado anódico, se añade la mezcla
residual benzol-quinona en la corriente de reciclado catódico
antes de su introducción en el compartimento catódico, se de-
riva parte de la corriente de reciclado catódico en la parte
25 delantera del compartimento catódico, se separa de esta co-
rriente parcial el benzol que se vuelva a enviar en la co-
rriente de reciclado anódico, se separa la hidroquinona por
refrigeración a partir de la mezcla residual de hidroquinona
ácido sulfúrico y se vuelve a enviar el ácido sulfúrico en el
30 ciclo catódico antes de su introducción en el compartimento



417855

1 catódico.

5 Otras características y ventajas del invento se irán descubriendo con la lectura de la descripción que sigue a un ejemplo de realización no limitativo y haciendo referencia al único dibujo adjunto que representa un esquema del principio para la puesta en marcha continua del procedimiento según el invento; en este esquema, no se han dibujado los elementos clásicos tales como recipientes, bombas, válvulas, etc..

10 Los conductos 1, 2, 3 y 4 llevan a través del compartimento anódico (16) una corriente de reciclado de electrolito, por ejemplo ácido sulfúrico diluido y benzol que contenga igualmente pequeñas cantidades por ejemplo de 1 a 2 % de quinona. Se utilizará preferentemente un
15 ácido de concentración aprox. 15 a 30 %, especialmente el de 20 %, las proporciones relativas entre el benzol y el ácido sulfúrico en su introducción en el compartimento anódico (16) se sitúan entre 1: 1 y 1: 6 aprox. En esta corriente de reciclado, se envía por los conductos respectivos 5 y 6 benzol fresco y benzol reciclado que no ha reaccionado y que se ha recuperado en la operación. En el conducto se encuentra un
20 filtro (18) que permite eliminar los productos secundarios sólidos que provienen del compartimento anódico (16), como óxido de plomo, sulfato de plomo o derivados sulfatados del benzol y polimeros de quinona, que se encuentran separados, por consiguiente, del circuito de reciclado. El caudal de
25 esta corriente de reciclado está regulada de forma que, en el compartimento anódico (16) se mantenga una turbulencia que provoque la mezcla íntima de los dos líquidos que son el
30 electrolítico y los componentes orgánicos. Parte de la co-



417855

1 rriente, aprox. 5 a 10 % por ejemplo, más si es preciso, es
enviada por el conducto 7 al separador (19). En este aparato
(19), el ácido sulfúrico es separado de la solución benzolica
y enviado por el conducto (8) a la corriente de reciclado.
5 Preferentemente, la solución benzolica no contendrá más de
2 % aprox, de quinona. Esta solución es enviada por el conduc-
to (9) al compartimento catódico (17). A través de este com-
partimento, se envía igualmente una corriente de reciclado
10 (por los conductos 10, 11, 12 y 9) que consiste en ácido sul-
fúrico diluido y benzol. Las proporciones relativas entre el
benzol y el ácido sulfúrico están comprendidas entre 1 : 2
y 1 : 8 aprox. y más ventajosamente entre 1 : 4 y 1 : 6 aprox.
cuando por ejemplo se utiliza un ácido sulfúrico al 10 %.
En este caso, el porcentaje de hidroquinona puede ser, por
15 ejemplo, de 70 a 80 gr/l. Una parte de la corriente de reci-
clado catódico, representando por ejemplo 10 % de esta co-
rriente es enviada por el conducto 13 al separador (20). Se-
gún el equilibrio, se puede naturalmente tratar una parte
más débil o más fuerte a la corriente de reciclado. En el
20 aparato (20) se separa el benzol reciclado que solo contiene
pequeñas cantidades por ejemplo 0, 1 % de hidroquinona y la
solución sulfúrica. El benzol reciclado se envía a la opera-
ción por el conducto (6). La solución sulfúrica que contiene
la hidroquinona se envía por el conducto. (14) a la operación
25 de aislamiento (21) que consiste, por ejemplo, en una crista-
lización a 0° C. El ácido sulfúrico obtenido en estas condi-
ciones, que puede contener hasta 4 % de hidroquinona, es en-
viado de nuevo por el conducto (15) a la corriente de reci-
clado catódico. Los líquidos-madres obtenidos en una cristali-
30 zación pueden también ser enviados nuevamente en las mismas



417855

1 condiciones.

La utilización de dos ciclos permite poner en marcha la totalidad de la operación con aparatos muy sencillos. La hidroquinona aislada presenta una gran pureza pues ninguna impureza del compartimento anódico puede pasar practicamente en la corriente del catódico.

5 El ejemplo siguiente ilustra el invento sin limitarlo. En este ejemplo las indicaciones de las partes y porcentajes son en relación con los pesos, salvo
10 indicación contraria.

EJEMPLO :

Se envía una corriente de reciclado a través de un compartimento anódico que presente un volumen de 2:1, aprox. una mezcla de aproximadamente 18:1 de ácido sulfúrico al 20 % y 9:1, de benzol que contenga 1,5 % de quinona. La electrolisis se efectúa bajo una tensión de 7,5 voltios, intensidad de 600 amperios, temperatura de 35°. Parte de la mezcla de la reacción obtenida, que contiene 2 % de quinona se añade a la corriente de reciclado enviada a través del compartimento catódico y que consiste en aproximadamente 20:1 de ácido sulfúrico al 10 %, 7:1 de benzol y pequeñas cantidades de hidroquinona. En el compartimento catódico, la concentración en hidroquinona pasa a aprox. 80 g/l. A partir de la mezcla de reacción obtenida en estas condiciones, se coge una fracción correspondiente a la solución benzólica traída del compartimento anódico y se separa esta fracción en solución benzólica y solución sulfúrica. La solución benzólica que contiene aprox. 0,015 % de quinona y 0,15 % de hidroquinona se envía al compartimento anódico. Al mismo tiempo se envía a este compartimento benzol fresco en canti-

417855

-7-



1 dad igual al benzol que ha reaccionado.

5 A partir de la solución sulfúrica, se aísla la hidroquinona, por cristalización a 0^a C. El ácido sulfúrico residual que sigue conteniendo todavía 35 g/l de hidroquinona, se vuelve a introducir en la corriente de reciclado enviado al compartimento catódico. La hidroquinona obtenida presenta una pureza del 99,5 %. El rendimiento, en relación con el benzol en función es del 5,2 %. El rendimiento de la corriente eléctrica, en relación con la hidroquinona es del 37,5 %.

15 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como su realización industrial, sólo cabe añadir que en su conjunto y partes constitutivas, es posible, introducir cambios de forma, materia y disposición en cuanto tales alteraciones no supongan variación sustancial del mismo.

20 La Patente de Introducción que se solicita por diez años para España, de acuerdo con la vigente Legislación, no se ha dado a conocer en España, siendo su fuente de origen: Patente Francesa N^o 2.126.195.

N O T A

25 La Patente de Introducción que se solicita por diez años para España, de acuerdo con la vigente Legislación, deberá recaer sobre "PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE LA HIDROQUINONA POR CONVERSION ELECTROQUIMICA DEL BENZOL", en todo de acuerdo con las siguientes:

R E I V I N D I C A C I O N E S

30 1.- Procedimiento de preparación de la hidroquinona por conversión electroquímica del benzol, caracterizado porque se envía a través de un compartimento



417855

1 anódico de una célula de electrolisis a gran velocidad una
corriente de reciclado muy finamente espolvoreada de benzol;
ácido sulfúrico diluido y quinona, con un porcentaje de qui-
5 nona que no sobrepase el dos por ciento en relación con el
benzol contenido en esta corriente, y que se envía a través
del compartimento catódico de una célula de electrolisis a
gran velocidad una corriente de reciclado muy finamente espol-
voreada de benzol, ácido sulfúrico diluido e hidroquinona;
practicamente exento de quinona, se añade a la corriente de
10 reciclado anódico, benzol fresco, se desvía parte de la co-
rriente de reciclado anódico antes del compartimento anódico,
se separa de esta corriente parcial el ácido sulfúrico que se
envía en la corriente de reciclado anódico; se añade la mezcla
residual benzol-quinona a la corriente de reciclado catódico
15 antes de su introducción en el compartimento catódico; se des-
vía una parte de la corriente de reciclado catódico en la par-
te delantera del compartimento catódico, se separa de esta co-
rriente parcial el benzol que se envía en la corriente del
reciclado anódico, se aísla por refrigeración la hidroquinona
20 a partir de la mezcla residual hidroquinona-ácido sulfúrico
y se envía el ácido sulfúrico a la corriente de reciclado an-
tes de la introducción en el compartimento catódico.

2.- "PROCEDIMIENTO DE PREPARACION
DE LA HIDROQUINONA POR CONVERSION ELECTROQUIMICA DEL BENZOL".

25 Según queda sustancialmente descri-
to en la presente memoria descriptiva que consta de nueve ho-
jas mecanografiadas por una sola cara acompañada de sus co-
rrespondientes dibujos.

30



417855

Madrid, 13 AGO. 1973

El Agente Oficial.

MIGUEL FERNANDEZ LOAYSA PINZÓN
P.P.

1

5

10

15

20

25

30

417855

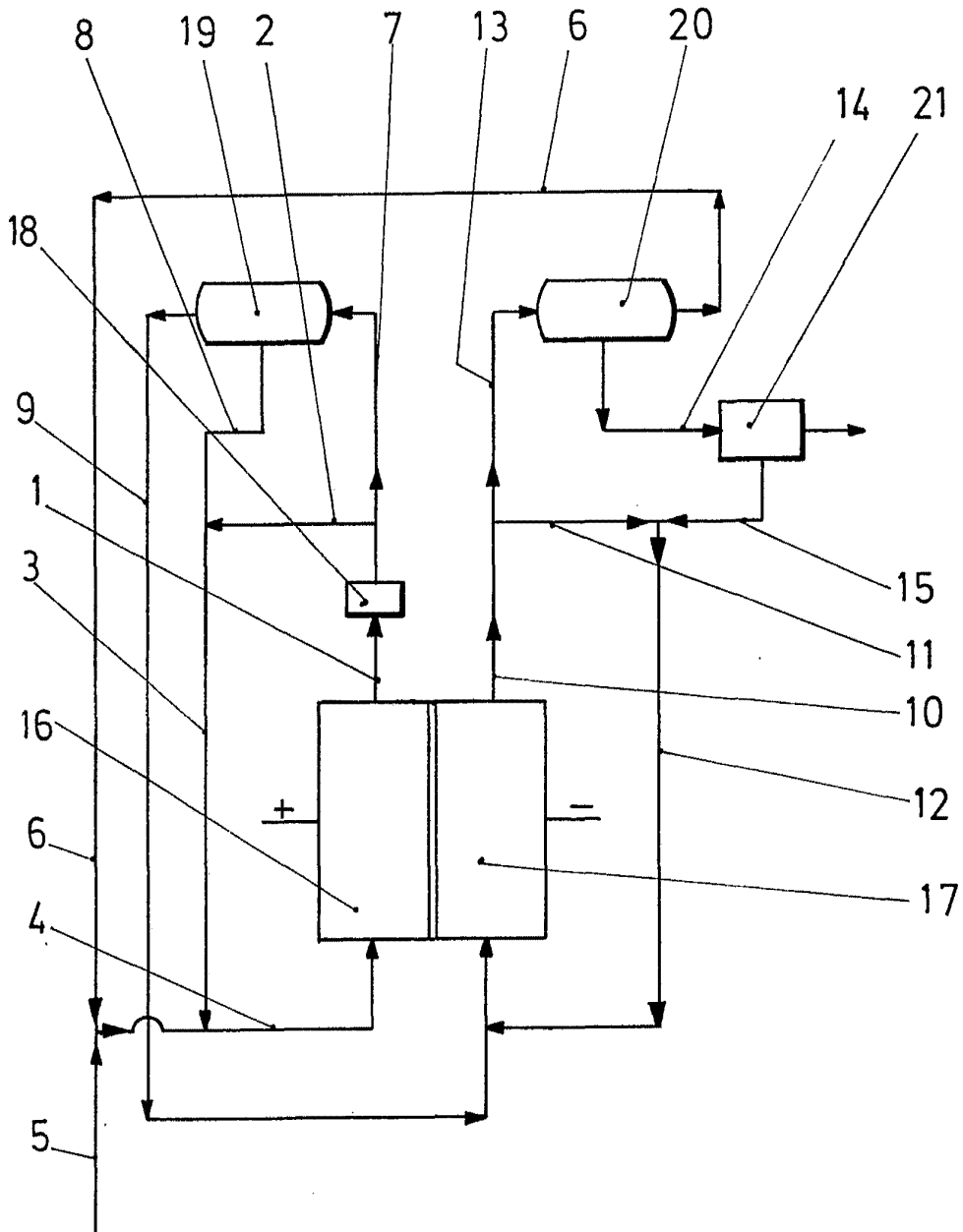


Fig.1

Escala variable

Madrid **13 AGO. 1977**

El Agente Oficial

MICHEL FERNANDEZ - LOAYSA PINZON
P.O.