



ES	(11)	NÚMERO	455757	(10)	A 1
	(21)	FECHA DE PRESENTACION	28 enero 1.977		

PATENTE DE INVENCION

(20) PRIORIDADES:		
(21) NUMERO	(22) FECHA	(23) PAIS
(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07C	
(24) TITULO DE LA INVENCION		
"Procedimiento para la fabricación de peróxidos de ciclohexanona".		
(71) SOLICITANTE (S)		
PEROXIDOS ORGANICOS, S.A. - PERORSA.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
Còrsega, 293 - BARCELONA.-		
(72) INVENTOR (ES)		
Victor Manuel Ochoa Bendicho		
(73) TITULAR (ES)		
(74) REPRESENTANTE		
D. Joaquin Boliber Pera.		

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

=====

M e m o r i a d e s c r i p t i v a

Los peróxidos orgánicos de cetonas, útiles como
iniciadores de polimerización de resinas de poliéster no
5 saturadas, se obtienen en general por la reacción de la ce-
tona correspondiente con soluciones de peróxido de hidróge-
no en medio ácido. Las cetonas de bajo peso molecular al
reaccionar con el agua oxigenada forman peróxidos orgánicos
líquidos insolubles en agua y por tanto de fácil separación
10 en un medio orgánico no polimerizable.

No sucede lo mismo en el caso de la fabricación de
los peróxidos orgánicos de ciclohexanona ya que al ser pro-
ductos sólidos y formarse en presencia de un medio acuoso se
hace necesaria para su purificación la cristalización de los
15 mismos para su separación del agua, con el consiguiente ries-
go de tener que manejar peróxidos cetónicos puros o bien uti-
lizar soluciones de peróxido de hidrógeno de concentraciones
superiores al 83% para conseguir que el agua que se añade
al medio de reacción no sea inconveniente para lograr un
20 producto con características de comercialización.

Una primera solución es la posibilidad de utilizar
concentraciones de peróxido de hidrógeno comprendidas entre
50 y 55%. De esta forma y manteniendo la reacción durante 5-
6 horas a 50 - 55°C se obtienen los peróxidos de ciclohexa-
25 nona emulsionados en agua, siendo preciso antes de continuar
el proceso de secado, extraer la totalidad del agua que se
separa de la fase orgánica, ya que al ser menos densa que
el producto formado dificulta su total eliminación.

La presente invención tiene por objeto un nuevo procedimiento para la fabricación de mezclas estables de peróxidos de ciclohexanona y metil ciclohexanona, que consiste en efectuar la reacción de la correspondiente cetona con peróxido de hidrógeno, en presencia de ácido nítrico y de un fosfato de alquilo, el cual se encarga de solubilizar el peróxido orgánico que se forma en la fase de reacción.

De acuerdo con éste procedimiento se utiliza una solución acuosa de peróxido de hidrógeno de una riqueza del 65-70% en peso, habiéndose encontrado que en estas condiciones, manteniendo la reacción durante 5-6 horas a temperaturas del orden de 50 a 55°C, el agua en exceso que no se solubiliza en la fase orgánica no se separa de ésta, ya que se encuentra en el límite de solubilidad, obteniéndose así una emulsión de peróxido orgánico/agua de características constantes. De esta manera se consigue, desecando el producto con cantidades fijas de sulfato anhidro, obtener un producto análogo para todas las partidas de fabricación.

A continuación se describe un ejemplo del proceso empleado:

Se cargan en un reactor y en el orden que a continuación se detalla:

100 litros de fosfato de trietilo.

0'15 litros de ácido nítrico 65%.

55 Litros de H_2O_2 67%.

108 Litros de mezcla 2:1 v/v de ciclohexanona y metil ciclohexanona.

Se mantiene con un sistema de salmuera-agua caliente la reacción durante 5 horas a 50°C.

De esta forma se consigue por un lado el completar la reacción y además evaporar la cetona que se ha puesto en exceso así como eliminar parte del agua que se ha introducido en el sistema.

5 Al finalizar la reacción se obtiene el peróxido orgánico emulsionado con agua que se seca con un 10% en peso de sulfato anhidro.

10 El peróxido orgánico obtenido es una solución al 60% en fosfato de alquilo de las mismas características en cuanto a reactividad y estabilidad que los peróxidos de ciclohexanona existentes en el mercado.

15 Descrita suficientemente la patente que nos ocupa hemos de hacer constar que se trata de un procedimiento de fabricación sin que sus modificaciones de forma, primeras materias utilizadas incluso magnitudes, etc., desvirtuen la esencialidad de su objeto.

N O T A
=====

20 Se reivindica como objeto de la presente Patente de Invención:

1.- Procedimiento para la fabricación de peróxidos de ciclohexanona, caracterizado por hacer reaccionar durante 5 a 6 horas ciclohexanona con peróxido de hidrógeno de una 25 concentración comprendida entre 65 y 70 % en peso de peróxido, para evitar que el exceso de agua se separe del medio orgánico, llevando a cabo la reacción a una temperatura del orden de 50-55°C.

2.- Procedimiento para la fabricación de peróxidos



de ciclohexanona según la reivindicación anterior, caracterizado porque una vez terminada la reacción, el peróxido orgánico emulsionado con agua resultante, se seca con un 10% en peso de un sulfato anhidro.

5 3.- Procedimiento para la fabricación de peróxidos de ciclohexanona.

Esta memoria consta de cuatro páginas escritas por una sola cara.

BARCELONA,

P.A.

JOAQUIN BOLIBAR
P. P.



20