

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

20 NOV. 1978

ES

10

21

22

NUMERO

469.590

AI

FECHA DE PRESENTACION

8 mayo 1.978

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

469590

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	CO-FB 5/00 / CO8K5/14	
54 TITULO DE LA INVENCION		
PROCEDIMIENTO DE PURIFICACION DE PEROXIDOS ORGANICOS CON CONTENIDO DE AGUA.		
71 SOLICITANTE (S)		
PEROXIDOS ORGANICOS, S.A.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
Corcega, 293 - BARCELONA - 8		
72 INVENTOR (ES)		
D. RICARDO PUEYO GARCIA, D. VICTOR MANUEL OCHOA BENDICHO y D. FERNANDO HIJAR ORDOVAS, de nacionalidad española, los cuales han cedido sus derechos a la entidad solicitante.		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
DON BERNARDO UNGRIA GOIBURU.		

POOR QUALITY

1 El Estatuto vigente sobre Propiedad Industrial, de
26 de Julio de 1929, en su texto refundido publicado el 30
de Abril de 1930, establece los caracteres de patentabili-
dad de las invenciones de tipo industrial que tienen por
5 objeto obtener ventajas sobre lo ya conocido, admitiendo
por consiguiente como patentables, las nuevas máquinas, a-
paratos, instrumentos, procesos de fabricación, etc. La am-
plitud de conceptos previstos como patentables, ha llevado
al legislador a aclarar (Artº. 46) que la enumeración con-
10 tenida en dicho cuerpo legal es puramente enunciativa y no
limitativa, haciéndola extensiva incluso a los descubrimien-
tos de tipo científico (Artº. 47).

El Decreto de 26 de Diciembre de 1947, recogiendo
la Orden de 18 de Noviembre de 1935, confirma el criterio
15 legal de que también serán patentables los instrumentos, ob-
jetos, o partes de los mismos, que aporten a la función a
que son destinados, un beneficio o efecto nuevo, y en defi-
nitiva que constituyan una mejora sustancial sobre lo ante-
riormente conocido.

20 Pues bien, a tenor de lo expuesto, y en base al ar-
ticulado que recoge los conceptos expresados, debe conside-
rarse, que la invención a que se refiere la presente memo-
ria, constituye una novedad industrial, con características
y ventajas que la hacen merecedora del privilegio de explo-
25 tación exclusiva que por ella se solicita, premiando así
los méritos de quien aporta a la industria del país una me-
jora efectiva y precisamente comprendida entre las enuncia-
das por la Ley como patentables. (Arts. 46 y 47 en relación
con el 171, en su nueva redacción afectada por la Orden de
30 18 de Noviembre de 1.935).

1 Los compuestos orgánicos de naturaleza peroxídica-
son particularmente importantes como generadores de radica-
les libres y consiguientemente en calidad de iniciadores pa-
ra polimerizaciones de radicales, en calidad de agentes de
5 reticulación para plastómeros y en calidad de agentes vul-
canizantes para elastómeros.

 Dentro de la amplia gama de peróxidos orgánicos
utilizados en la industria hoy en día, serán más útiles
aquellos que contengan menores proporciones de sustancias
10 que inhiban el efecto de polimerización provocado por estos
peróxidos orgánicos. Tanto los peróxidos orgánicos que, por
sus características de inestabilidad, requieren para su ma-
nejo estar flegmatizados con sustancias plastificantes, co-
mo aquellos peróxidos orgánicos que se comercializan en su
15 forma pura, es necesario contengan el menor porcentaje de
agua presente, por ser el medio normal de reacción y siem-
pre no deseable porque, además de inhibir el efecto de poli-
merización de radicales, no es compatible con el polímero
formado.

20 El objeto de la invención se refiere a la purifica-
ción de peróxidos hidroperóxidos, peróxidos de cetonas, pe-
résteres y en general a todo tipo de peróxidos orgánicos en
los que el enlace -O-O- peroxidado proviene del peróxido de
hidrógeno añadido a la reacción en disolución acuosa.

25 Hasta la fecha el inconveniente de la separación
de la fase acuosa para conseguir productos comercializables
se soslayaba mediante la separación del agua por secado con
elevadas cantidades de agentes desecantes como sulfato mag-
nésico o sulfato sódico anhidros.

30 También es conocido el método mas sofisticado de

1 utilizar para la introducción del enlace O-O, agua oxigenada de unas concentraciones muy elevadas en peróxido de hidrógeno (superiores al 83%); de esta manera se consigue que no sea necesario el secado del producto obtenido ya que éste no contine elevadas proporciones de agua. La dificultad de este método estriba en encontrar en el mercado un agua oxigenada de tan elevadas concentraciones por ser muy difícil su obtención, el alto precio y sobre todo el gran riesgo que implica su manejo.

5
10 En efecto es muy difícil encontrar agua oxigenada con una concentración superior al 65%, pero por otro lado, dejando aparte su precio, trabajar a estas concentraciones requiere unas medidas de estabilización de producto muy difíciles de obtener y en consecuencia muy caras; además las medidas de seguridad del personal obrero empleado en el proceso deben ser excepcionales.

15
20 El producto ideal se conseguiría logrando fabricar un peróxido orgánico a partir de unas características convencionales, pero con un menor contenido en agua, de modo que reúna las ventajas que aporta el trabajar con un producto de alta concentración (superiores al 83% como aquellos obtenidos por métodos sofisticados y caros) y permita obviar la utilización de elevadas cantidades de agente desecante para la eliminación del agua.

25
30 El objeto de la invención lo constituye un procedimiento de purificación de peróxidos orgánicos con contenido de agua mediante el cual y por medios sencillos, baratos y altamente fiables se consigue un peróxido orgánico exento de agua.

A tal fin, el procedimiento consiste:

1 En aumentar la densidad del agua contenida en el peróxido orgánico mediante la solubilización de un agente desecante cuyo índice de solubilidad ha sido aumentado por incremento de temperatura.

5 En provocar un aumento de salinidad del agua y en consecuencia la separación de la fase acuosa de la fase orgánica.

En extraer finalmente cada fase por separado mediante una decantación y posterior drenado.

10 Todo ello a partir de un peróxido orgánico calentado con contenido de agua al que se le adiciona con agitación continua del 1 al 3% en peso de un sulfato soluble, continuando dicha agitación durante un tiempo de 30 a 60 minutos para proceder a una decantación y posterior drenado de la fase acuosa, añadiendo a la fase sólida un 0'5 a 2% de sulfato magnésico o sódico anhidro, con agitación continua a una temperatura entre -5 y 5°C durante un tiempo de 30 a 60 minutos, siendo filtrada dicha fase sólida para obtener el peróxido orgánico exento de agua, cuya riqueza finalmente se ajusta con disolventes.

20 Ejemplos de realizaciones prácticas.-

Ejemplo 1.-Secado de peróxido de ciclohexanona.-

25 Una vez obtenido el peróxido mediante la adición de 434 mls. de un fosfato de trialquilo, como puede ser el fosfato de trietilo, con 209 mls. de peróxido de hidrógeno de 65-68% de riqueza, en medio ácido y posterior adición de 352 mls. de cetona, y tras agitación de 55°C durante 1 a 5 horas de reacción, tenemos un producto con un contenido de 7-9% de agua, en peso.

30 El procedimiento convencional de eliminación de es-

1 ta agua consistía en añadir al producto (tras la síntesis)
100 gr./l de sulfato sódico anhidro a la temperatura de
10°C y mantener la agitación durante 1 a 3 horas y posterior
filtrado.

5 El porcentaje de agua en el producto final es de
1'8 a 2%.

10 En el nuevo procedimiento, una vez acabada la reac
ción de síntesis se ajusta el peróxido a la temperatura de
35°C y se añaden 35 grs. a secar, con agitación y manteniend
do esta temperatura.

Tras 15 minutos de agitación se consigue disolver
este sulfato en el agua que contenía el peróxido en emul -
sión.

15 La fase superior orgánica se enfría a 5°C y se añ
den agitando 10 grs. de Sulfato Sódico Anhidro para elimi
nar los últimos restos de agua que hayan podido quedar tras
la decantación y drenado.

El porcentaje de agua en el producto final es de
0'6 a 0'85.

20 Ejemplo 2.-Secado de peróxido de Metil-Isobutil cetona.-

25 La obtención convencional consiste en mezclar 10'8
mls. de un flegmatizante, como el ftalato de dimetilo, con
2'70 mls. de peróxido de hidrógeno del 67%, y tras enfria
miento a 15°C de la mezcla y agitación se añaden 134 mls.
de ácido sulfúrico 72% lentamente, sin rebasar esa tempera
tura.

En estas condiciones y agitando se añaden 488 mls.
de Metil isobutil cetona.

30 Tras 15 minutos de reacción se decanta y drena la
fase acuosa.

1 Se neutraliza la fase orgánica por adición de 27 grs. de bicarbonato sódico, hasta pH= 5 ó 6 y se añaden a la fase orgánica 45 grs. de sulfato sodico anhidro, se agita 30-60 minutos y se filtra.

5 El porcentaje de agua en el producto final es de 0'65 a 0'92%.

10 El método nuevo consiste en añadir a la fase orgánica una vez neutralizada y previo suave calentamiento a 33-55° C, 20 grs. de sulfato sódico anhidro se agita 15 minutos a esta temperatura, se decanta 30 minutos y drena la fase acuosa inferior.

Se disminuye la temperatura a 25 °C y se añaden 5 grs. de sulfato sódico anhidro se prosigue el enfriamiento con agitación hasta 5° C de temperatura.

15 Se filtra a esta temperatura, obteniéndose el producto deseado.

El porcentaje de agua en el producto final es de 1'72 a 1'98 %.

Ejemplo 3.-Secado de hidroperóxido de terc-butilo.-

20 El producto se obtiene mediante la adición a 440 grs. de ácido sulfúrico de 69-71% de riqueza de 350 grs. de alcohol terc butílico azeotropo y manteniendo la temperatura a 30°C y con agitación y de 200 grs. de agua oxigenada de 65-68% de riqueza. Una vez finalizada la adición y tras
25 mantener con agitación a 50° C de temperatura se prosigue la reacción 90 minutos consiguiendo un producto con una proporción de agua de un 30%. Este peróxido orgánico puede así mismo obtenerse a esta concentración en el mercado pero se
30 hace preciso un tratamiento de secado para la eliminación parcial del agua para que este producto pueda tener aplica-

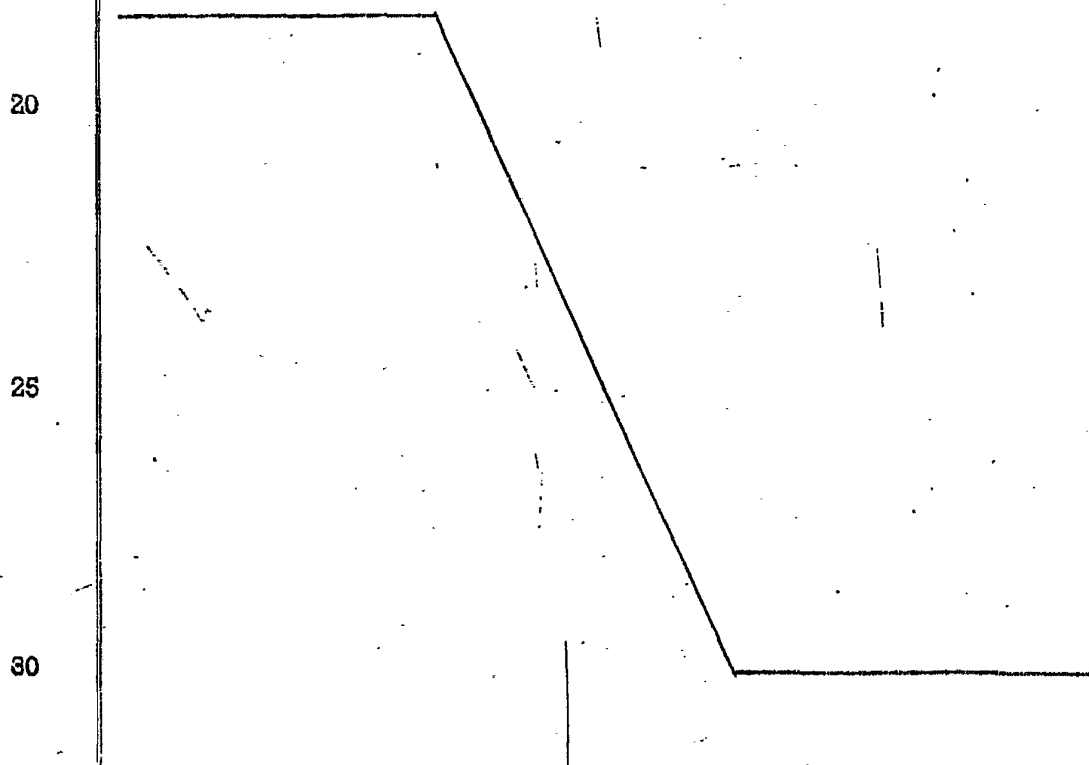
1 ción en la industria.

El procedimiento convencional de eliminación de este agua consiste en añadir al producto con un 30% de agua un 10% de sulfato sódico anhidro a 10°C con agitación y posterior filtración.

El porcentaje de agua encontrado en el producto final es de orden de 1'92 a 2'15%.

En el nuevo método y manteniendo la temperatura a 35°C y con agitación se disuelve un 2% de sulfato sódico anhidro sobre producto a secar y tras un decantado se drena la fase inferior (acuosa) que contiene el sulfato ya disuelto. La fase superior (orgánica) se enfría a 5°C y se añade con agitación un 1% de sulfato sódico anhidro para eliminar los últimos restos de agua que contengan sulfato disuelto tras la decantación y drenado a 25-27°C.

El porcentaje de agua encontrado en el producto final es de 0'62 a 0'82%.



1 Hecha la descripción a que se refiere la memoria
que antecede, es preciso insistir en que los detalles de
realización de la idea expuesta, pueden variar, es decir,
que pueden sufrir pequeñas alteraciones, basadas siempre
5 en los principios fundamentales de la idea, que son en esen-
cia los que quedan reflejados en los párrafos de la descrip-
ción hecha. En efecto, el Artículo 48 del Estatuto vigente
sobre Propiedad Industrial, establece como no patentables,
en su apartado tercero, "los cambios de forma, dimensiones,
10 proporciones y materias de un objeto ya patentado" fijando
así el criterio del legislador en el sentido de que paten-
tada una idea que pueda dar lugar a una realidad práctica
e industrializable, nadie podrá apoyarse en ella para, a
pretexto de haber introducido ligeras modificaciones, pre-
15 sentarla como nueva y propia.

Este principio, en cuanto al alcance de la protec-
ción del objeto patentado se refiere, se halla confirmado
por numerosas Sentencias del Tribunal Supremo, y entre -
ellas, como más terminantes, en las de fechas 16 de octubre
20 de 1954, 23 de enero de 1959, 20 de marzo de 1964 y otras.

Establecido el concepto expresado, en cuanto a la
amplitud que debe darse a la protección solicitada, se re-
dacta a continuación la Nota de Reivindicaciones, de acuer-
do con lo que se establece en el último párrafo del apar-
tado tercero del Artículo 100 de la Ley, sintetizando así
25 las novedades que se desean reivindicar:

NOTA DE REIVINDICACIONES

En resumen, el privilegio de explotación exclusi-
va que se solicita, recaerá sobre las reivindicaciones si-
30 guientes:

1

5

10

15

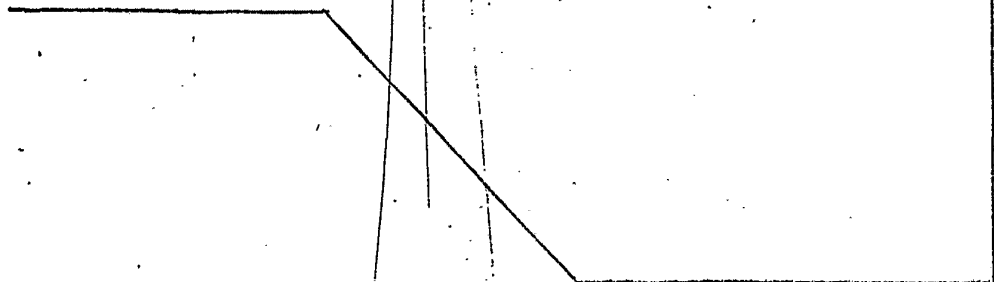
20

25

30

1a.- PROCEDIMIENTO DE PURIFICACION DE PEROXIDOS ORGANICOS CON CONTENIDO DE AGUA, caracterizado esencialmente porque consiste en aumentar la densidad del agua contenida en el peróxido orgánico mediante la solubilización de un agente desecante cuyo índice de solubilidad ha sido aumentado por incremento de temperatura, provocando un aumento de salinidad del agua y en consecuencia la separación de la fase acuosa de la fase orgánica, extrayendo finalmente cada fase por separado mediante una decantación y posterior drenado; todo ello a partir de un peróxido orgánico calentado con contenido de agua al que se le adiciona con agitación continua del 1 al 3% en peso de un sulfato soluble, continuando dicha agitación durante un tiempo de 30 a 60 minutos para proceder a una decantación y posterior drenado de la fase acuosa, añadiendo a la fase sólida un 0'5 a 2 % de sulfato magnésico o sódico anhidro, con agitación continua a una temperatura entre -5 y 5°C durante un tiempo de 30 a 60 minutos, siendo filtrada dicha fase sólida para obtener el peróxido orgánico exento de agua, cuya riqueza, finalmente se ajusta con disolventes.

2a.- Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
PROCEDIMIENTO DE PURIFICACION DE PEROXIDOS ORGANICOS CON CONTENIDO DE AGUA.



1 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la
presente memoria descriptiva que consta de once páginas
mecanografiadas.

Madrid, 8 mayo 1.978

BERNARDO UNGRIA

D.P.



5

10

15

20

25

30