

181220



29 Dic. 1947

18-220

MEMORIA DESCRIPTIVA

Correspondiente a la solicitud de registro de una patente de invención que se solicita para España y sus Colonias, a favor de la razón social "SUMINISTROS FRIGORIFICOS LTDA.", residente en Bilbao (Vizcaya), Avenida Principal de Iralabarri número 3,-----

p o r

"PERFECCIONAMIENTOS EN EL PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DEL DICLORODIFLUORMETANO "

Esta patente se refiere a la obtención del diclorodifluormetano, químicamente puro, especialmente idóneo para aplicaciones frigoríficas.

El objeto primordial de esta patente es la elaboración del diclorodifluormetano en condiciones de mayor pureza y economía por simplificación de subproductos homólogos y, por tanto, sin ulteriores destilaciones fraccionadas.

Los procedimientos acreditados hasta la fecha no pueden evitar que junto al diclorodifluormetano se engendren otros gases derivados, que distan mucho de poseer las propiedades del primero, menoscaban su rendimiento, exigen mayor empleo de materiales y mano de obra y, en consecuencia, aumentan el precio de coste.

Conforme al propósito que inspira esta patente, exponemos varias consideraciones que tienden a facilitar su alcance, incluso aquéllas que pueden reputarse como exordio a las partes objeto de reivindicación:

El campo de posibilidades que la investigación química amplía constantemente para los derivados orgánicos del fluor, tanto acíclicos como benzenicos y en especial el de aquéllos compuestos gaseosos a la presión ordinaria que han revalorizado la producción del frío artificial, ha creado un

interés específico en el ensayo de nuevos métodos en la técnica de este tipo de halogenaciones.

20



19 DIC. 1947
Construyéndonos a la elaboración del diclorodifluorometano, gas fácilmente licuable que reviste mayores ventajas que sus homólogos, es menester desahar la fluoración directa tanto en el tetracloruro de carbono como en cualquier otro derivado metánico porque, en el primer caso, el flúor substituiría inmediatamente a los cuatro átomos de cloro, originándonos el tetrafluorometano. De esta forma no nos es posible detener la fluoración en el grado que deseamos y nos desbarata la finalidad propuesta. En el segundo caso, el derivado metánico sería violentamente destruido por el flúor.

25

Precisamos, en consecuencia, emplear un método de fluoración más atenuada y canalizable a voluntad, partiendo del tetracloruro de carbono, por su condición de sustancia no inflamable y de fácil manejo, que contiene dos de los elementos que integran el cuerpo que nos proponemos obtener. Pero, puesto que está comprobado que el ácido fluorhídrico por acción directa sobre el tetracloruro de carbono no ejerce el resultado apetecido, necesitamos recurrir a un cuerpo intermedio que, sin dejar de poseer los dos elementos de referencia, contenga un tercero que no oponga grandes dificultades a su desplazamiento.

30

35

Verificadas las experiencias pertinentes, poseemos la convicción de que el sulfocloruro de carbono - obtenido a partir del CCl_4 , HCl diluído y SFe , en determinadas condiciones - presenta su átomo de S con mayor tendencia a la substitución y este elemento divalente es reemplazado por dos átomos de flúor del ácido fluorhídrico.

40

Sin embargo, es importante considerar que la gran actividad y ataque de los materiales por el HF impone una serie de cuidados y precauciones en su manejo que deben ser objeto de simplificación y mejora.

45

La corrosión de los metales es función del tiempo de exposición al ataque del ácido y por ello convendrá que el proceso se acelere, aumentando la velocidad de reacción. Uno de los medios de conseguirlo es elevar la temperatura, pero este recurso presenta el inconveniente que, precisamente, tratamos de eliminar, es decir, que la corrosión adquiere mayor volumen con el incremento de temperatura.

50



DIC. 1947

55

La economía de los materiales de la instalación, no muy abundantes por lo común y siempre caros, establece la exigencia de lograr que la reacción transcurra a un ritmo adecuado, sin forzar la calefacción. En términos generales no hay otro mecanismo físico-químico que el catalítico. Nuestras investigaciones nos han conducido a adoptar los fluoruros de cobalto y de antimonio, en cantidades considerablemente inferiores a las requeridas en otros procedimientos, como más pródigos para activar la transformación del sulfocloruro de carbono en diclorodifluormetano, simplificando el proceso de la síntesis. Esta técnica, por la naturaleza de los subproductos— gases muy solubles en agua unos y fácilmente condensables por ligera refrigeración otros — permite una mayor pureza del producto final con menor número de operaciones y, en todo caso, sin posterior destilación fraccionada. Debido al bajo punto de ebullición del diclorodifluormetano y a su escasa solubilidad en el agua proporciona, también, mayores rendimientos.

60

65

En el esquema que se adjunta se aborda, para dar unidad al proceso, todo el problema de la fabricación iniciándolo en sus materias básicas, cok y azufre que, al reaccionar en las condiciones previstas en la retorta (1) forman el sulfuro de carbono. El azufre se funde previamente en el recipiente (2).

70

Los vapores de S_2C , convenientemente refrigerados, son recogidos en el colector (3) y si aún quedaran algunos sin retener se consigue en el recipiente dispuesto a continuación, que recibe una lluvia de aceite procedente del depósito superior (4).

75

Los gases nocivos que se puedan formar, simultáneamente, son depurados mediante una mezcla Laming distribuida en la torre (5).

80

Con el concurso de un dispositivo de aire comprimido, se impele el sulfuro de carbono a los reactores (6) y (7) en los cuales y, en frío, es atacado por una corriente de cloro que procede de una botella que lo contiene licuado. De esta manera y en presencia de catalizadores, se origina el CCl_4 juntos con subproductos que más tarde son beneficiados, también, a CCl_4 . El cloro que no ha reaccionado se neutraliza con una solución alcalina conveniente, según se observa en el esquema.

85



Por un juego de llaves se conduce, a voluntad, el CCl_4 a una caldera con doble fondo para calefacción a vapor donde se le hace hervir. En estado de vapor se le hace atravesar, juntamente con los vapores resultantes de la acción del ácido clorhídrico diluido que se vierte por el embudo (8) y del sulfuro ferroso colocado en (9), por un tubo fuertemente calentado, recogiéndose en (10) por refrigeración con agua, el sulfocloruro de carbono, mientras que el cloruro de hidrógeno adicional se neutraliza en el lavador (11) con una solución alcalina cualquiera.

90

El sulfocloruro de carbono se traslada, regulándolo con una llave, a la caldera de fluoración (14) provista de refrigerante de reflujo. Aquí, y en presencia de mínimas cantidades de catalizadores recibe, en las debidas condiciones de presión y temperatura, una corriente de fluoruro de hidrógeno producido en la caldera auxiliar (12) y purificado en el lavador (13) originándose con relativa facilidad un notable desprendimiento de diclorodifluormetano, cuyo ritmo de producción se mantiene, por sí sólo, constante hasta la total consunción del sulfocloruro de carbono.

95

100

El mismo resultado se ha obtenido con solución de fluoruro de hidrógeno al 60%. En la técnica empleada, precisamente, en esta fase, radica el objeto de esta patente.

105

Hemos podido comprobar que, en estas condiciones, el rendimiento en diclorodifluormetano es superior al de otros procedimientos y presenta la gran ventaja de que las cantidades de gases afines que se forman son mínimas y quedan retenidas en el dispositivo de lavado.

110

El gas refrigerante es privado de impurezas en la torre depuradora (15), lavador (16) y desecadores (17) y (18) entrando, en último término, en el compresor que lo licúa y remite a los colectores para su ulterior envasado en botellas de acero, en las que circula con arreglo a las prescripciones vigentes en materia de gases licuados y comprimidos.

N O T A

Se reivindica como objeto de esta patente:

115

1) - Procedimiento perfeccionado para la elaboración del diclorodifluormetano en forma discontinua que consiste en el empleo específico del sulfocloruro de carbono, obtenido sin emplear ningún hidrocar-



120

29 DIC. 1947

- 5 -

181220

buro acélico, es decir, por vía exclusivamente inorgánica, que so-
metido a la acción del fluoruro de hidrógeno forma el cuerpo prò-
puesto, sin mezcla apreciable de otros análogos.

- 2) - Procedimiento según la reivindicación 1), caracterizado por que el
agente de fluoración puede ser una solución de fluoruro de hidró-
geno con un porcentaje en agua hasta del 40%.
- 3) - Por último se reivindica como objeto sobre el que ha de recaer la
patente de invención que se solicita para España y sus Colonias ---

125

p o r

" PERFECCIONAMIENTOS EN EL PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DEL DICLORO--
DIFLUORMETANO " .

Todo conforme queda expresado en la presente Memoria des-
criptiva que consta de cinco páginas escritas a máquina por una só-
la cara y plano que se acompaña.

130

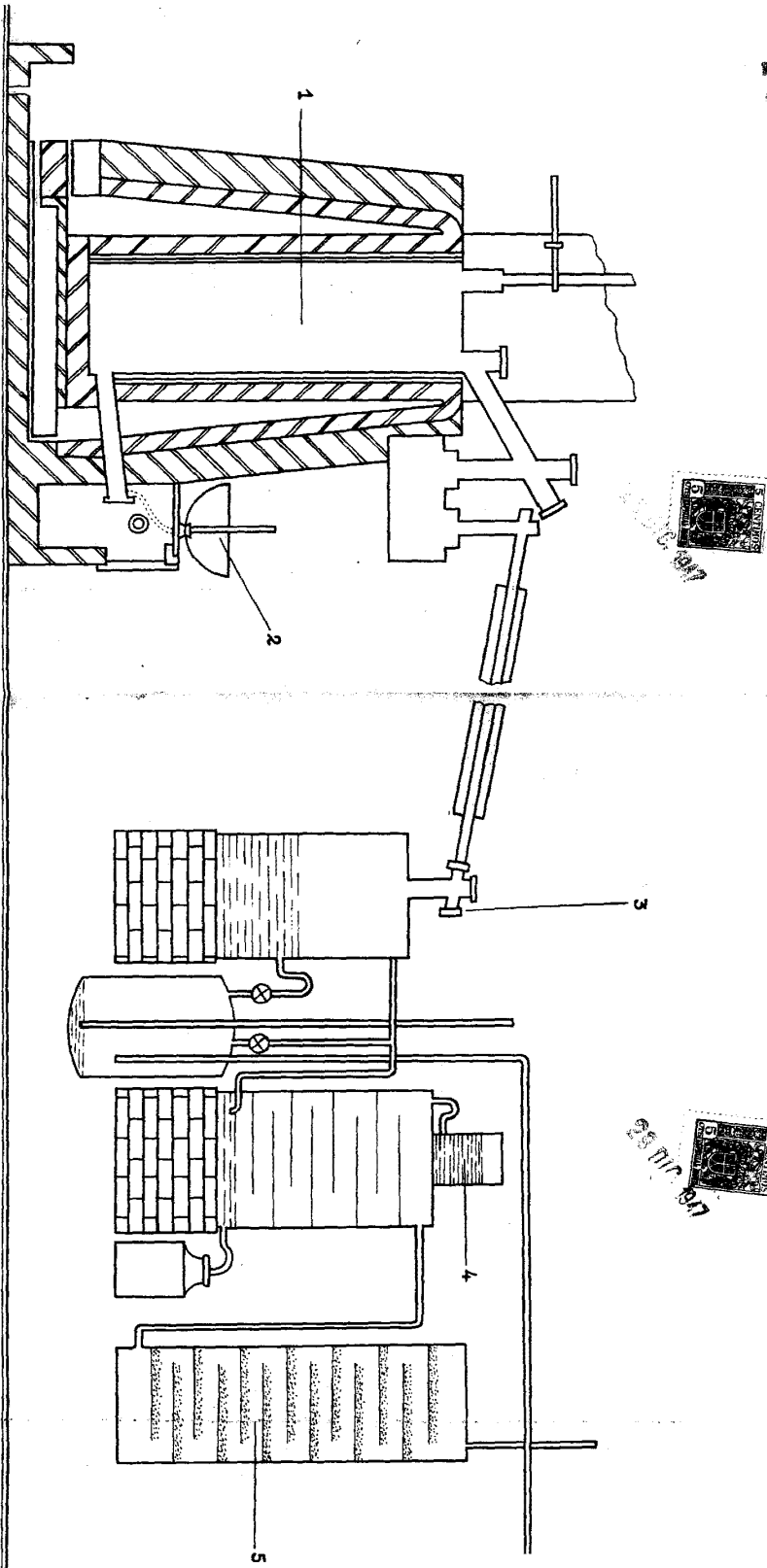
Madrid 27 de Diciembre de 1947

PEDRO FELIU MARA
P. P.

112

SUMINISTROS FRIGORIFICOS LTDA.

18



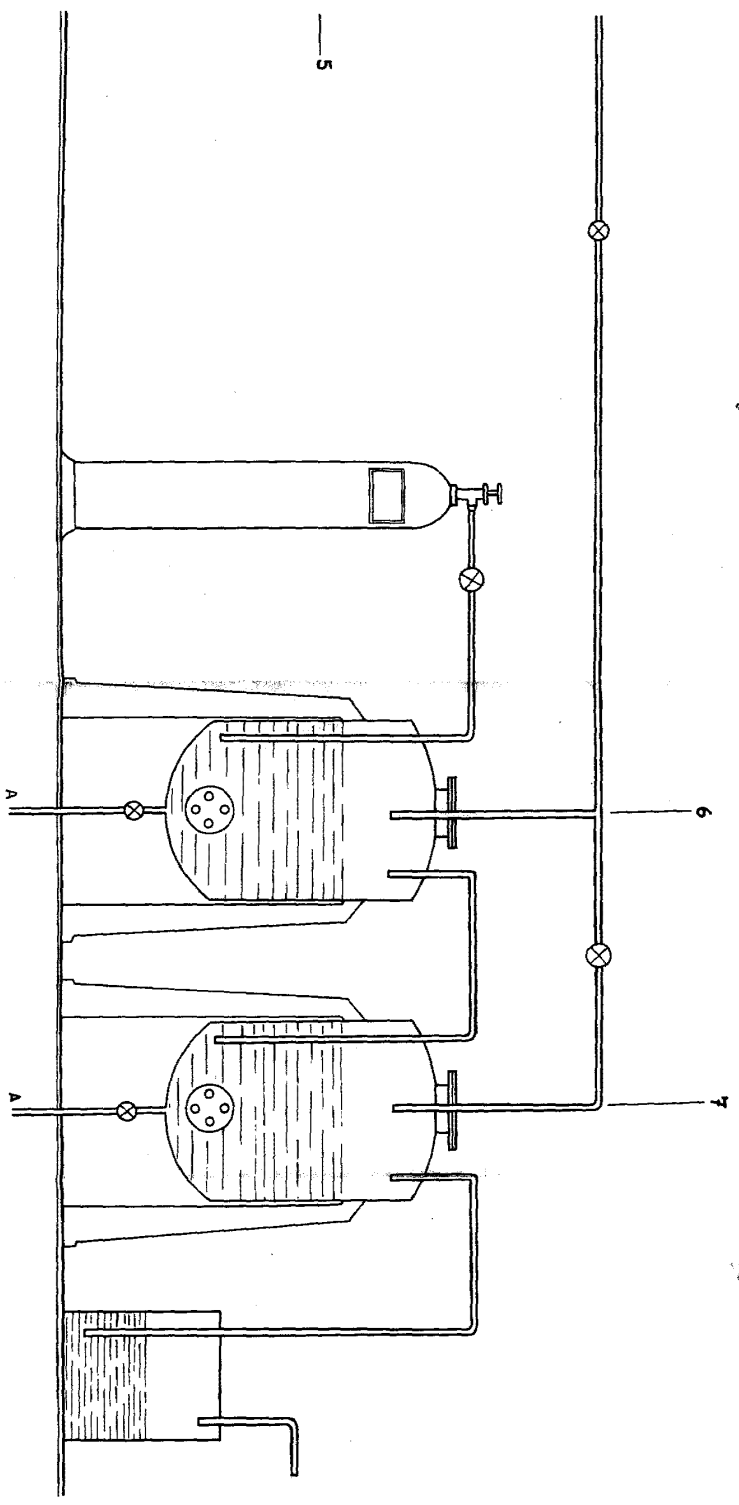
2/2

181



100000

81290 LAMINA PRIMERA.



5

A

A

ESCALA VARIABLE
MADRID, 29 DICIEMBRE 1947
P.A.

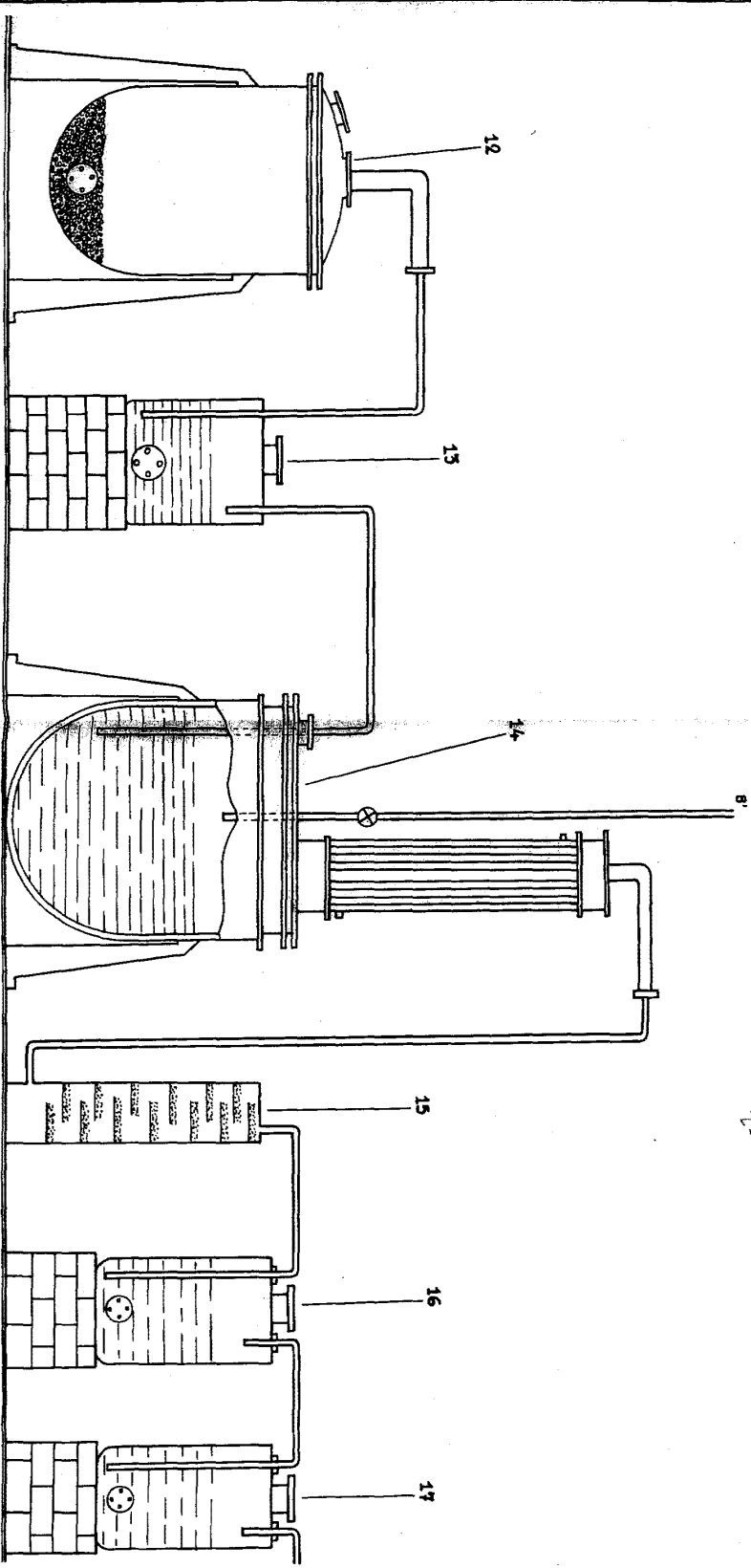
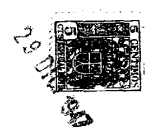
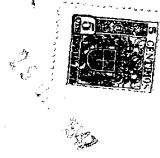
Handwritten signature

112

SUMINISTROS FRIGORIFICOS LTDA.

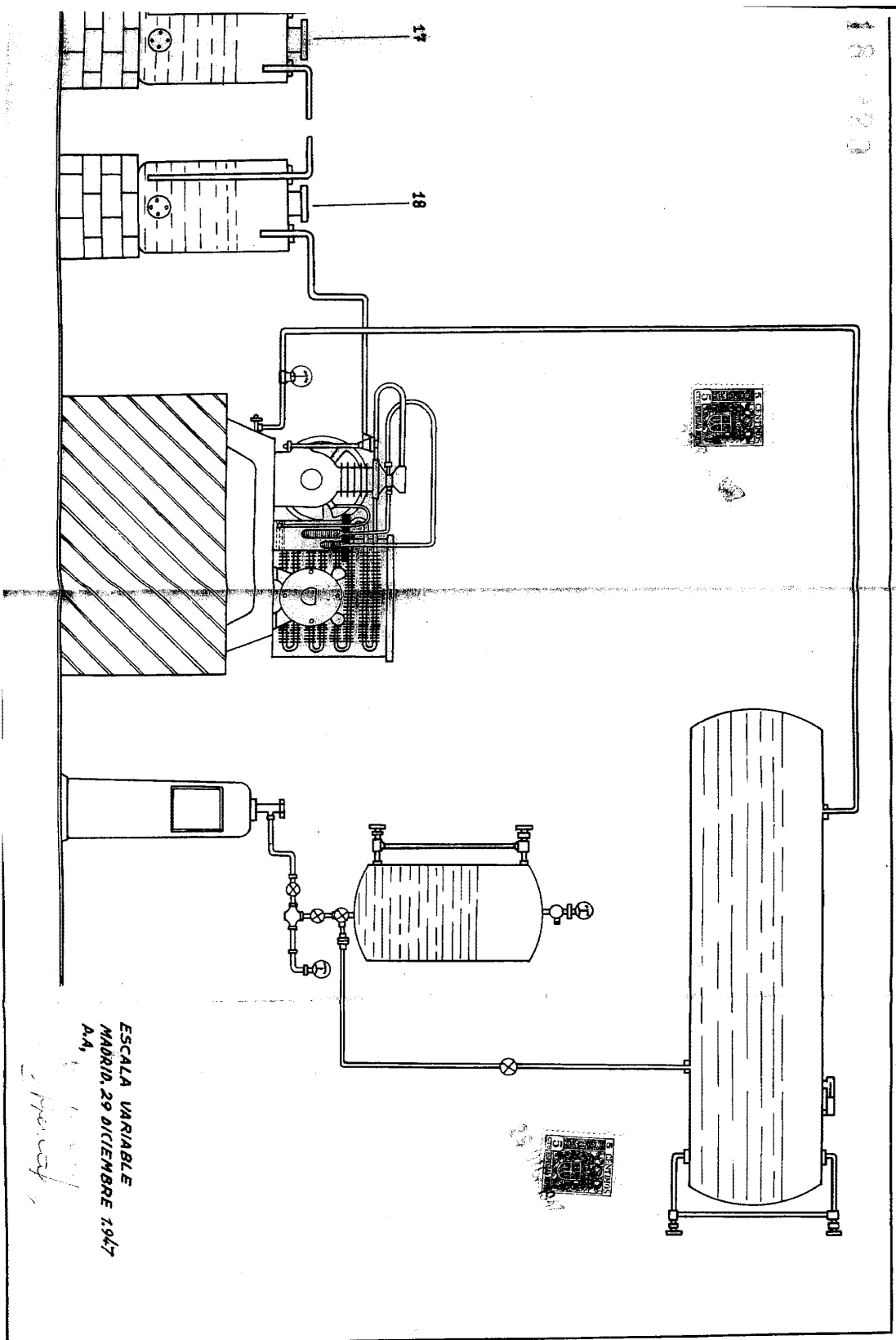
1815

1815



1/2

81220



81220 LAMINA TERCERA.

ESCALA VARIABLE
MADRID, 29 DICIEMBRE 1947
A.A.

Handwritten signature