

Nº



7

A. J. Warner - 23

182155

182155

MEMORIA DESCRIPTIVA

PARA SOLICITAR PATENTE DE INVENCION EN ESPAÑA

POR: "PROCEDIMIENTOS PARA LA FABRICACION DE NUEVOS HIDROCARBUROS

AROMATICOS HALOGENADOS"

A NOMBRE DE STANDARD ELECTRICA, S.A.

DOMICILIADA EN MADRID CALLE DE RAMIREZ DE PRADO 7

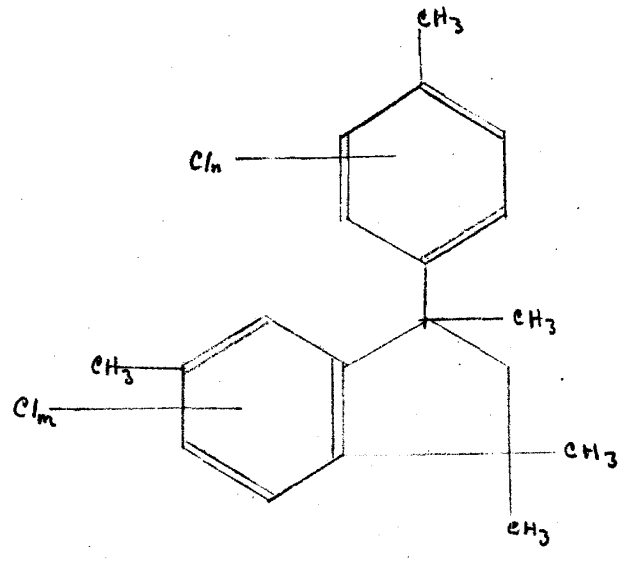
5

Este invento se refiere a los procedimientos para la obtención de nuevos hidrocarburos aromáticos halogenados por reacción química de los halógenos con los correspondientes hidrocarburos; y particularmente en lo que concierne a ciertos nuevos compuestos halogenados de la serie del indano (también denominado hidrindeno).

Los nuevos compuestos, conforme a este invento, están representados por la fórmula estructural:



182155



10
15
20
25

donde m y n son cero o números enteros, y la suma de m y n es un número entero menor que ocho.

Los compuestos a que se refiere este invento son utilizables en dispositivos de transmisión de calor debido a sus bajas presiones de vapor, altos puntos de ebullición y buena conductividad térmica; son también útiles para actuar como plastificantes de ciertos tipos de resinas sintéticas particularmente ésteres y éteres de celulosa, hidrocarburos no saturados polimerizados y los productos derivados de los mismos por sustitución tales como acetato de celulosa, etil-celulosa, polistireno, cloruro de polivinilo y análogos; pueden ser usados también para la impregnación de los denominados condensadores, de aceite, transformadores y en cables eléctricos impregnados. Otras aplicaciones industriales de los compuestos a que se refiere este invento pueden incluir el uso de los miembros inferiores de la serie como medio hidráulico en los dispositivos de transmisión de energía, y su aplicación para la composición de lubricantes capaces de soportar elevadas temperaturas y/o extremadas presiones.



La forma y aspecto de estos compuestos varia desde los líquidos aceitosos movibles a los cristales incoloros y resinas permanentemente termoplásticas duras y frágiles. Los puntos de inflamación e inflamabilidad de los compuestos elevados de la serie son de magnitud superior a 300° C., incluso los términos inferiores tienen un punto de inflamabilidad superior a los 150° C. Son solubles en una amplia serie de disolventes orgánicos corrientes tales como tetracloruro de carbono, benceno e hidrocarburos aromáticos similares alcoholes alifáticos sencillos y análogos.

Todos y cada uno de los compuestos de esta serie posee una estabilidad poco corriente y presenta propiedades eléctricas extraordinarias que los hacen particularmente útiles en la fabricación de aparatos eléctricos, notablemente donde se desean constantes dieléctricas elevadas y bajos factores de potencia a las frecuencias de potencia.

De acuerdo con el presente invento es preferible preparar los términos de esta nueva clase de sustancias por tratamiento de los correspondientes hidrocarburos con cloro fuera de la luz y a temperatura inferior a unos 30° C. Este tratamiento tiene lugar preferentemente en un disolvente orgánico líquido, inerte, en presencia de un catalizador perteneciente a la clase de los que orientan la cloración hacia el núcleo de preferencia a la de las cadenas laterales. Entre los disolventes adecuados para este propósito están el tetracloruro de carbono, tetracloroetano, cloroformo y análogos.

Los catalizadores satisfactorios para este propósito incluyen el tricloruro de hierro, tricloruro de antimonio, iodo y análogos. Entre las temperaturas de trabajo satisfactorias



se incluyen la temperatura ordinaria y las temperaturas inferiores. Las condiciones óptimas alcanzan las temperaturas comprendidas entre 15 y 25° C. Las temperaturas inferiores en general son menos apropiadas debido a que disminuyen la velocidad de reacción y la solubilidad de los hidrocarburos en los disolventes.

60

Temperaturas superiores son poco satisfactorias debido a la formación de subproductos indeseables, particularmente sustancias halogenadas en las cadenas laterales, que también se producen si la reacción no se efectúa fuera de la acción de la luz.

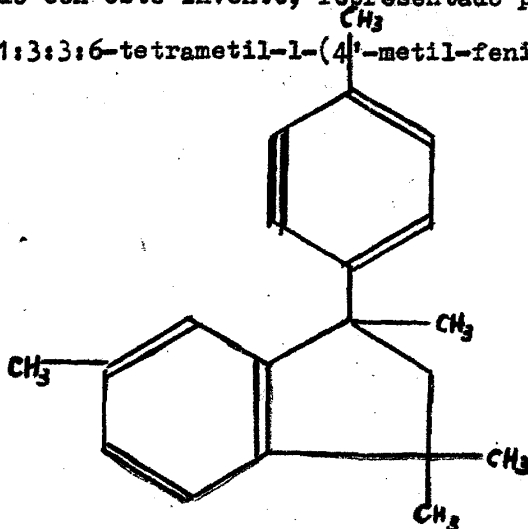
65

Como comprenderán aquellos que estén versados en la especialidad a la que se refiere este invento la cloración de hidrocarburos proporciona una mezcla de homólogos clorados que pueden a continuación separarse por métodos ya convencionales en la fabricación de productos químicos orgánicos. En la realización práctica de este invento esta separación de los productos de reacción pueden conseguirse por destilación de preferencia bajo presión reducida.

70

El producto de partida empleado en este proceso está, de acuerdo con este invento, representado por la fórmula estructural: (1:3:3:6-tetrametil-1-(4'-metil-fenil)-indano)

75



Este compuesto se obtiene por un método apropiado y

182155

5.



80

conveniente de la síntesis orgánica, por ejemplo, tratando el alfa-metil-para-metil-vinil-benceno con un catalizador de tierra activada, en ausencia de disolvente, a una temperatura superior a 200° C.

85

Para facilitar la comprensión amplia y más completa de la finalidad de este invento y la forma de cómo los compuestos descritos en él pueden prepararse por la práctica de los procesos inventados, damos a continuación ciertos ejemplos específicos, pero debe entenderse claramente, que estos ejemplos se exponen exclusivamente con propósitos ilustrativos y no limitativos.

Ejemplo 1

90

95

100

105

En unos 500 c.c. de tetracloruro de carbono se disuelven a la temperatura ordinaria aproximadamente 1980 gramos (7 1/2 moles) de 1:3:3:6-tetra-metil-1-(4'-metil-fenil)-indano, sólido, y aproximadamente 10 gramos de tricloruro de antimonio. La disolución se introduce en una caldera de reacción provista de agitador y de conducciones para la introducción de cloro y para el desprendimiento del cloruro de hidrógeno, y, mientras se mantiene la mezcla que ha de reaccionar a una temperatura de 15 a 25° C. se hace reaccionar el cloro con la disolución, fuera de la acción de la luz, hasta que hayan reaccionado 533 gramos (7 y 1/2 moles) de cloro. Al final de la reacción el componente predominante de la mezcla obtenida es el producto cuya fabricación se perseguía, el derivado monoclorado, por sustitución, del 1:3:3:6-tetrametil-1-(4' metil-fenil)-indano, que se separa por destilación fraccionada bajo presión reducida. Este producto tiene las siguientes propiedades características:



182155

	Peso molecular	299.649
	Densidad (gr/o.c. 26° C.)	1.039
	Viscosidad (seg. Saybolt 100° C. ASTM-D-88)	47.5
	Índice de refracción (n_D^{20} C.)	1.5683
110	Punto de ebullición (° C. 1-2 mm Hg)	164-171

Ejemplo II

Se repite el mismo proceso descrito en el ejemplo I anterior excepto que en lugar de reaccionar el cloro y el hidrocarburo que constituye la materia prima en proporciones equimoleculares, se hacen reaccionar dos moles de cloro por mol de hidrocarburo. El producto principal que se obtiene de esta forma, después de separarlo de los otros productos de reacción y purificarlo por los procedimientos usuales, es el derivado diclorado, por sustitución, del 1:3:3:6-tetrametil-1-(4' metil-fenil)-indano y posee las siguientes propiedades:

	Peso molecular	334.098
	Índice de refracción	1.5760
	Densidad	1.103 (25° C)
	Viscosidad (seg. Saybolt ASTM-D-88)	113.0 (100° C)

125

Ejemplo III

Se repite el mismo proceso descrito en el ejemplo I anterior excepto que en lugar de reaccionar el cloro y el hidrocarburo que constituye la materia prima en proporciones equimoleculares, se hacen reaccionar tres moles de cloro por mol de hidrocarburo. El producto principal que se obtiene de esta forma, después de separarlo de los otros productos de reacción y purificarlo por los procedimientos usuales, es el derivado triclorado,

130



por sustitución, del 1:3:3:6-tetrametil-1-(4'-metil-fenil)-indano y posee las siguientes propiedades:

135	Peso molecular	368.547
	Indice de refracción ($n_D^{37.8^\circ \text{C}}$)	1.5793
	Densidad	1.171(25° C)
	Viscosidad (seg. Saybolt ASTM-D-88)	145.5 (100° C)

EJEMPLO IV

140 Se repite el mismo proceso descrito en el ejemplo I anterior excepto que en lugar de reaccionar el cloro y el hidrocarburo que constituye la materia prima en proporciones equimoleculares, se hacen reaccionar cuatro moles de cloro por mol de hidrocarburo. El producto principal que se obtiene de esta forma, después de separarlo de los otros productos de reacción y purificarlos por los procedimientos usuales, es el derivado tetraclorado, por sustitución, del 1:3:3:6-tetrametil-1-(4'-metil-fenil)-indano y posee las siguientes propiedades:

	Peso molecular	402.996
150	Indice de refracción ($n_D^{100^\circ \text{C}}$)	1.5625
	Densidad	1.208(22° C)
	Viscosidad (seg. Saybolt ASTM-D-88)	207.0(100° C)

Ejemplo V

155 Se repite el mismo proceso descrito en el ejemplo I anterior excepto que en lugar de reaccionar el cloro y el hidrocarburo que constituye la materia prima en proporciones equimoleculares, se hacen reaccionar cinco moles de cloro por mol de hidrocarburo. El producto principal que se obtiene de esta forma, después de separarlo de los otros productos de reacción y purifi-

182155



160 carlo por los procedimientos usuales, es el derivado pentaclorado, por sustitución del 1:3:3:6-tetrametil-1-(4'-metil-fenil)-indano y posee las siguientes propiedades:

Peso molecular	437.445
Indice de refracción ($N_D^{100^\circ C}$)	1.5780
165 Densidad	1.293 (22° C)
Viscosidad (segs.Saybolt ASTM-D-88)	1574.0 (100° C)

EJEMPLO VI

170 Se repite el mismo proceso descrito en el ejemplo I anterior excepto que en lugar de reaccionar el cloro y el hidrocarburo que constituye la materia prima en proporciones equimoleculares, se hacen reaccionar seis moles de cloro por mol de hidrocarburo. El producto principal que se obtiene de esta forma, después de separarlo de los otros productos de la reacción y purificarlo por los procedimientos usuales, es el derivado exaclorado, por sustitución, del 1:3:3:6-tetrametil-1-(4'-metil-fenil)-indano y posee las siguientes propiedades:

Peso molecular	471.894
Indice de refracción ($N_D^{100^\circ C}$)	1.5804
175 Densidad	1.321 (22° C)

Ejemplo VII

180 Se repite el mismo proceso descrito en el ejemplo I anterior excepto que en lugar de reaccionar el cloro y el hidrocarburo que constituye la materia prima en proporciones equimoleculares, se hacen reaccionar siete moles de cloro por mol de hidrocarburo. El producto principal que se obtiene de esta forma, después de separarlo de los otros productos de la reacción y purificarlo por los procedimientos usuales, es el derivado



heptaclorado, por sustitución, del 1:3:3:6-tetrametil-1-(4'-metil-fenil)-indano y posee las siguientes propiedades:

190	Peso molecular	506.343
	Índice de refracción ($n_D^{100^\circ C}$)	1.5875
	Densidad	1.356

Los intentos realizados para conseguir una cloración más avanzada de este producto dieron un resultado negativo, indicando que todos los átomos de hidrógeno nucleares estaban sustituidos por cloro.

Aparecerá bien patente a aquéllos versados en la especialidad con la que este invento se relaciona, que pueden introducirse modificaciones en los procedimientos anteriormente descritos sin apartarse del espíritu de este invento y que tales modificaciones están comprendidas dentro del alcance de las siguientes reivindicaciones:

Este invento corresponde a una solicitud de Patente formulada en los Estados Unidos el 27 de Marzo de 1947 señalada con el N.º 737.734 y se acoge, por lo tanto, a los beneficios que otorgan los convenios internacionales vigentes.

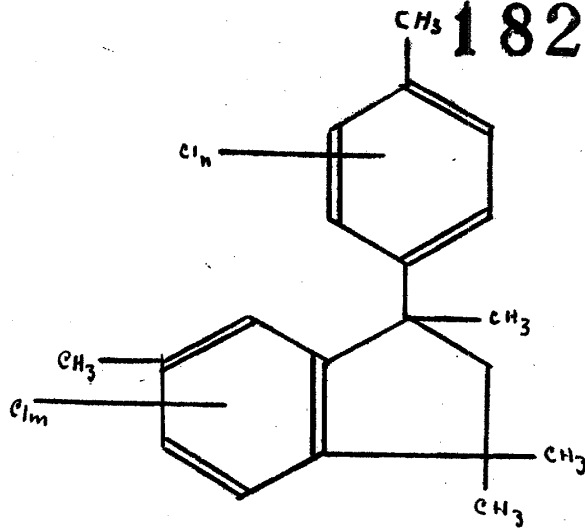
----- N O T A -----

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de VEINTE AÑOS, son los siguientes:

1. Un procedimiento para la obtención de un hidrocarburo clorado representado por la fórmula:



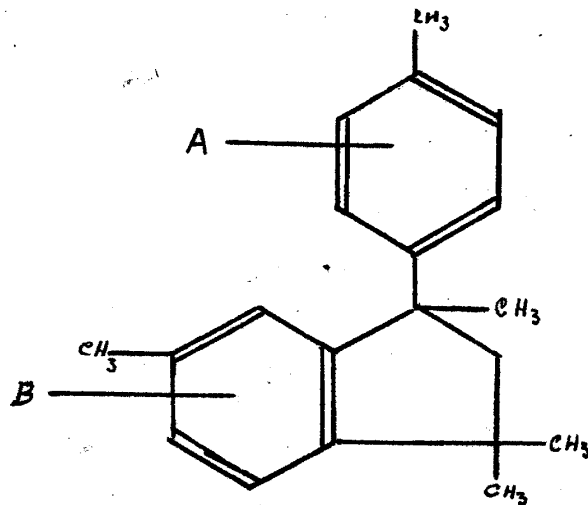
182155 10.



donde m y n son cero o números enteros, siendo un entero menor de 8 la suma de m y n .

215

2. Un procedimiento para la obtención de un hidrocarburo monoclorado representado por la fórmula:



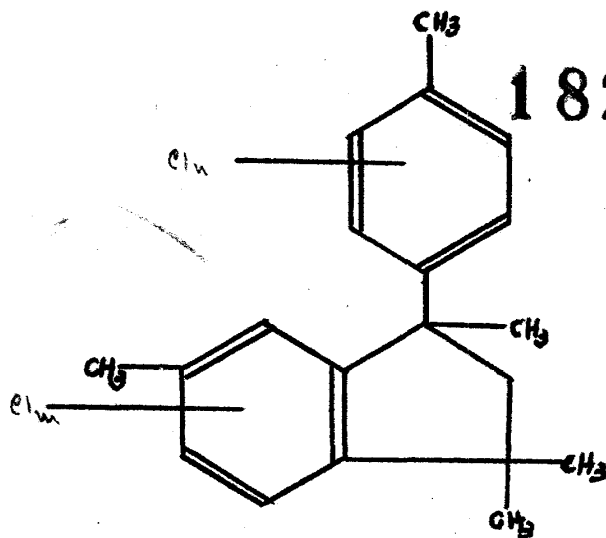
donde A y B son sustituyentes diferentes que consisten en hidrógeno o cloro.

220

3. Un procedimiento para la obtención de un hidrocarburo diclorado representado por la fórmula:

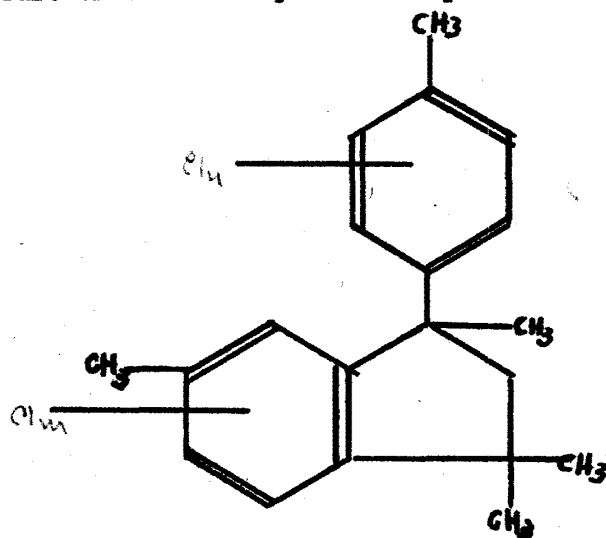


182155¹¹.



donde m y n son cero o números enteros, siendo igual a dos la suma de m y n .

4, Un procedimiento para la obtención de un hidrocarburo triclorado representado por la fórmula:



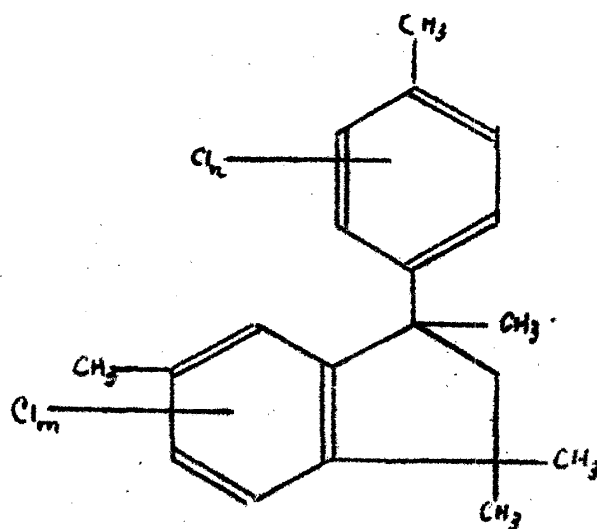
225

donde m y n son cero o números enteros, siendo igual a tres la suma de m y n .

5. Un procedimiento para la obtención de un hidrocarburo tetraclorado representado por la fórmula:



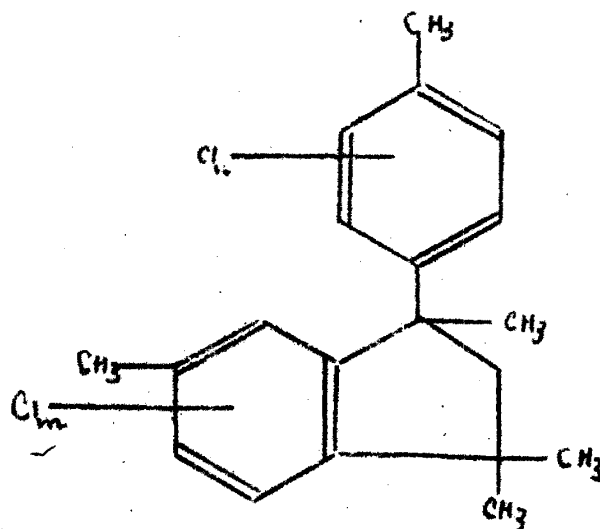
182155



230

donde m y n son cero o números enteros, siendo igual a cuatro la suma de m y n .

6. Un procedimiento para la obtención de un hidrocarburo pentaclorado representado por la fórmula:



donde m y n son números enteros siendo cinco la suma de m y n .

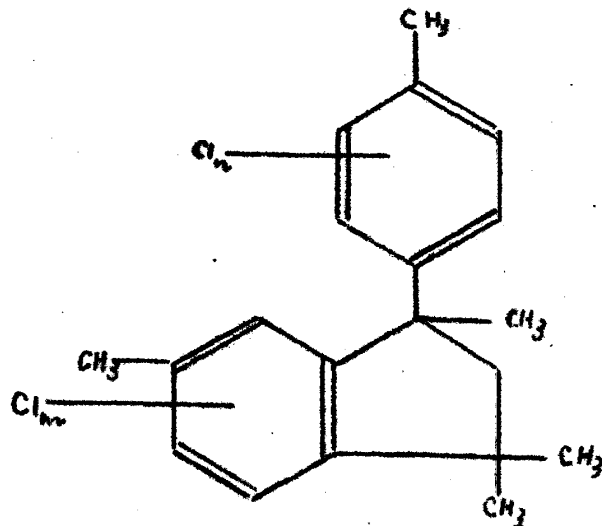
235

7. Un procedimiento para la obtención de un hidrocarburo hexaclorado representado por la fórmula:



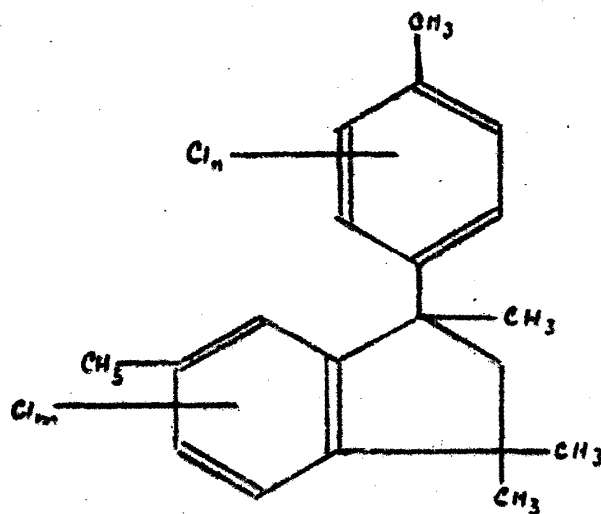
13.

182155



donde m y n son números enteros cuya suma es seis.

8. Un procedimiento para la obtención de un hidrocarburo heptaclorado representado por la fórmula:



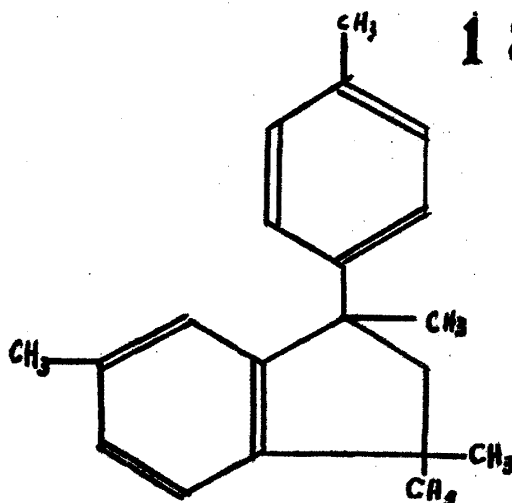
donde m y n son números enteros cuya suma es siete.

240

9. Un procedimiento de obtención que comprende el tratamiento con cloro en presencia de un disolvente de hidrocarburos y bajo condiciones que favorecen la cloración de núcleos aromáticos no saturados, de un hidrocarburo sólido representado por la fórmula:

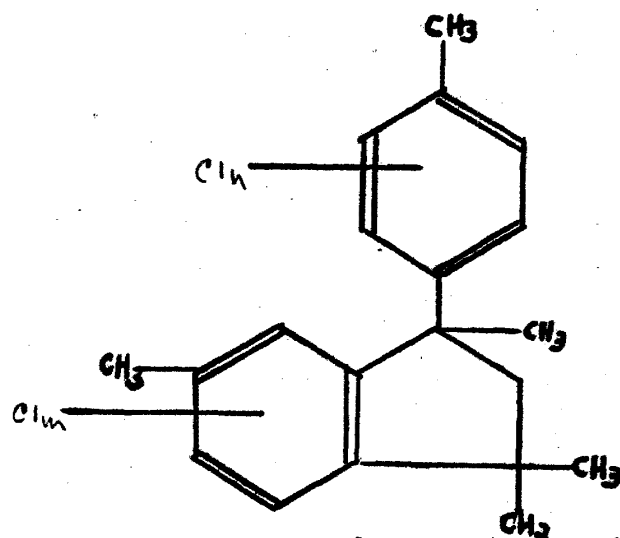


182155



245

por el cual reaccionan de una siete moles de cloro por mol del hidrocarburo empleado, y la recuperación, de la mezcla de reacción, de un hidrocarburo clorado representado por la fórmula:



donde m y n son cero o números enteros, siendo un entero menor que ocho la suma de m y n .

250

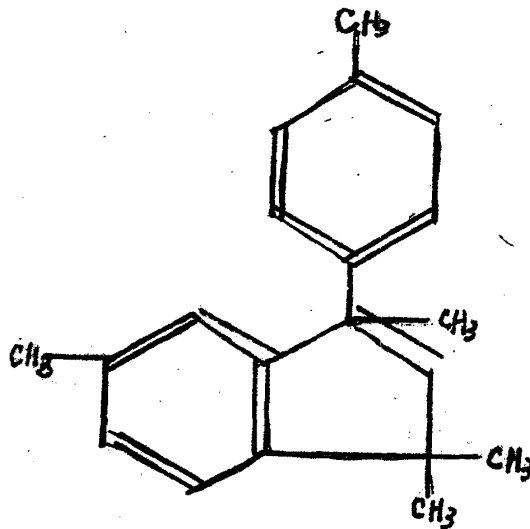
10. Un procedimiento de obtención que comprende el tratamiento con cloro en presencia de un disolvente de hidrocarburos y bajo condiciones que favorecen la cloración de núcleos aromáticos no saturados, de un hidrocarburo sólido representado



15.

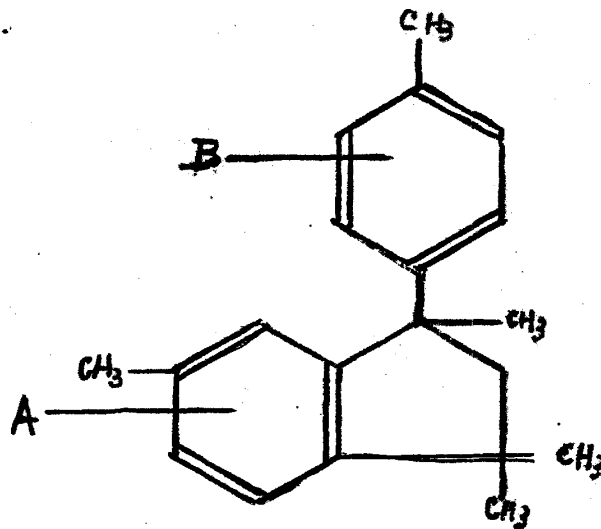
por la fórmula:

182155



255

por el cual reacciona una mol de cloro por mol del hidrocarburo empleado, y la recuperación, de la mezcla de reacción, de un hidrocarburo clorado representado por la fórmula:



donde A y B son sustituyentes diferentes que consisten en hidrógeno o cloro.

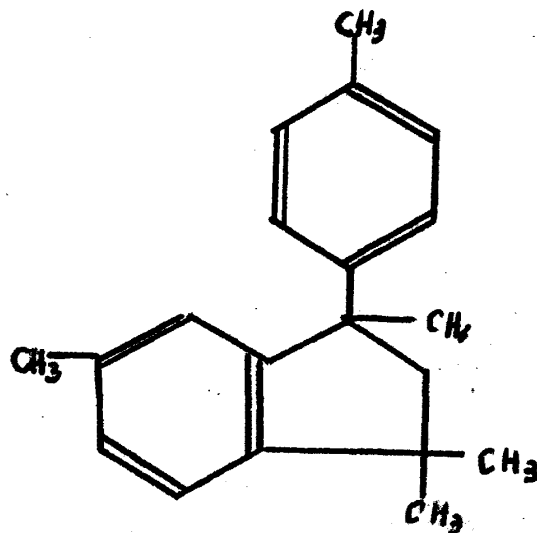
260

11. Un procedimiento de obtención que comprende el tratamiento con cloro en presencia de un disolvente de hidrocarburos y bajo condiciones que favorecen la cloración de núcleos aromáticos no saturados de un hidrocarburo sólido representado por la fórmula:



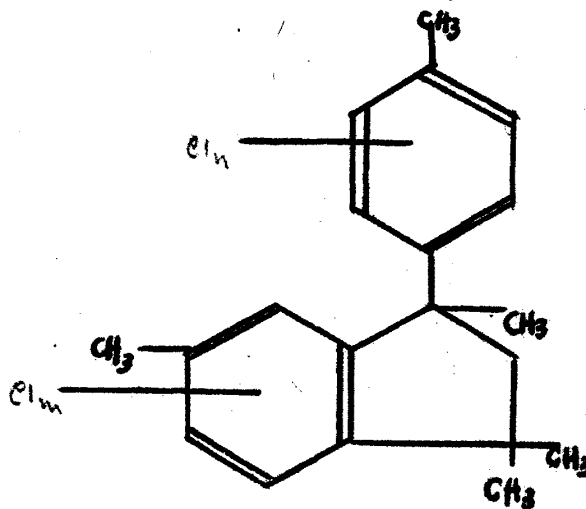
16.

182155



265

por el cual reaccionan dos moles de cloro por mol del hidrocarburo empleado, y la recuperación de la mezcla de reacción, de un hidrocarburo clorado representado por la fórmula:



donde m y n son cero o números enteros siendo igual a dos la suma de m y n .

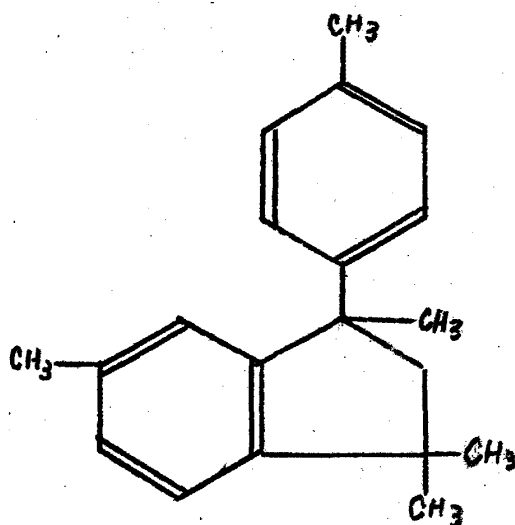
270

12. Un procedimiento de obtención que comprende el tratamiento con cloro en presencia de un disolvente de hidrocarburos y bajo condiciones que favorecen la cloración de núcleos aromáticos no saturados de un hidrocarburo sólido representado por la fórmula:



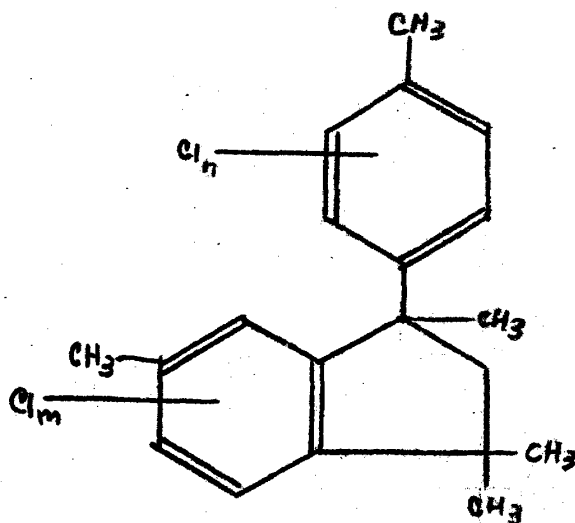
17.

182155



275

por el cual reaccionan tres moles de cloro por mol del hidrocarburo empleado y la recuperación, de la mezcla de reacción de un hidrocarburo clorado representado por la fórmula:



donde m y n son cero o números enteros siendo tres la suma de m y n .

280

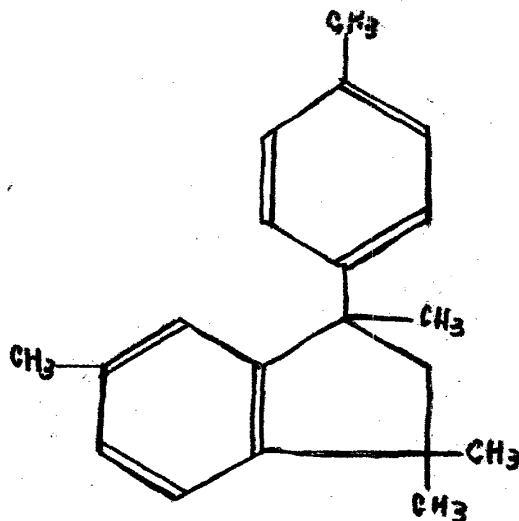
13. Un procedimiento de obtención que comprende el tratamiento con cloro en presencia de un disolvente de hidrocarburos,

182155

18

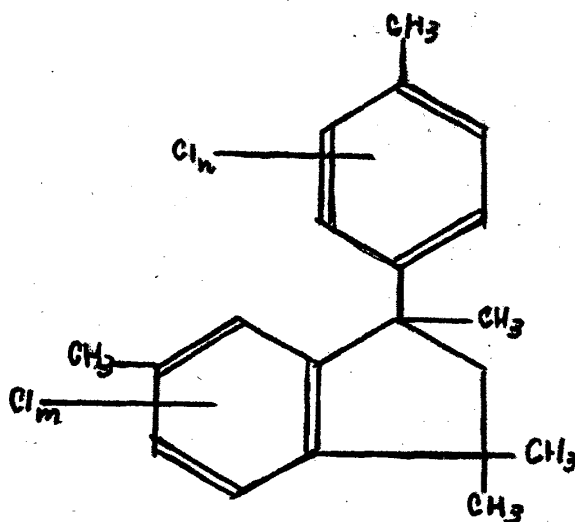


y bajo condiciones que favorecen la cloración de núcleos aromáticos no saturados, de un hidrocarburo sólido representado por la fórmula:



285

por el cual reaccionan cuatro moles de cloro por mol del hidrocarburo empleado, y la recuperación, de la mezcla de reacción, de un hidrocarburo clorado representado por la fórmula:



donde m es cero o un número entero y n es un número entero, siendo cuatro la suma de m y n .

290

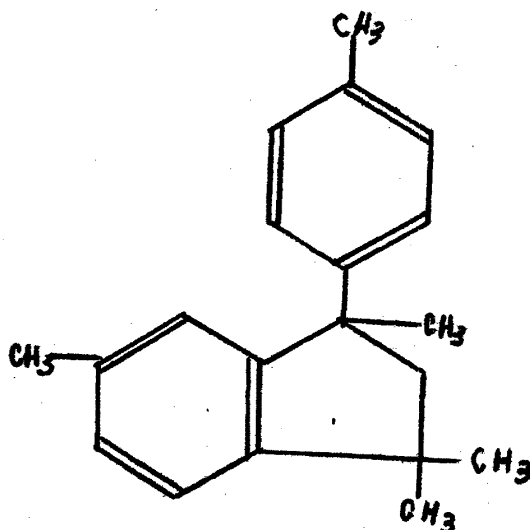
14. Un procedimiento de obtención que comprende el tratamiento con cloro en presencia de un disolvente de hidrocarburos

182155

19.

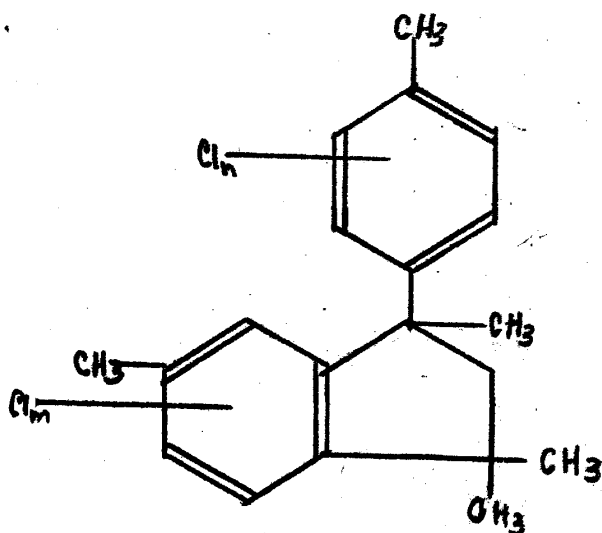


y bajo condiciones que favorecen la cloración de núcleos aromáticos no saturados de un hidrocarburo sólido representado por la fórmula:



295

por el cual reaccionan cinco moles de cloro por mol del hidrocarburo empleado, y la recuperación, de la mezcla de reacción, de un hidrocarburo clorado representado por la fórmula:

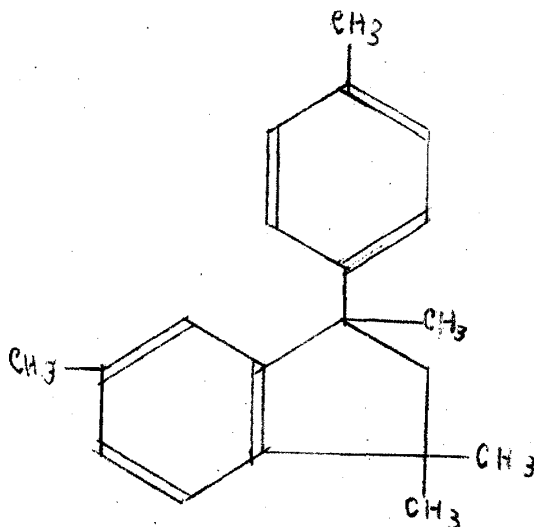


donde m y n son números enteros cuya suma es cinco.

300

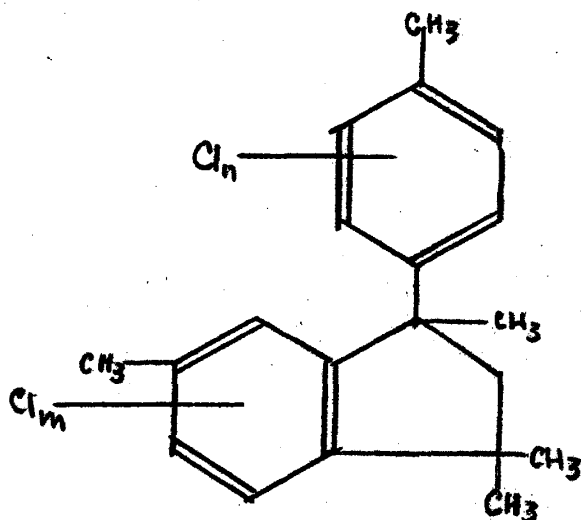
15. Un procedimiento de obtención que comprende el tratamiento con cloro en presencia de un disolvente de hidro-

carburos y bajo condiciones que favorecen la cloración de núcleos aromáticos no saturados de un hidrocarburo sólido representado por la fórmula:



305

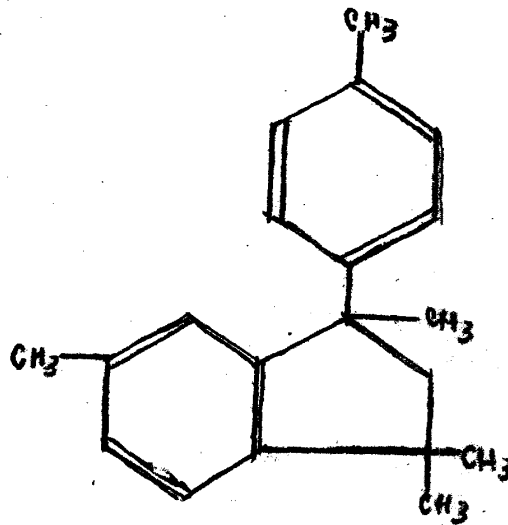
por el cual reaccionan seis moles de cloro por mol del hidrocarburo empleado y la recuperación, de la mezcla de reacción, de un hidrocarburo clorado representado por la fórmula:



donde m y n son enteros cuya suma es seis.

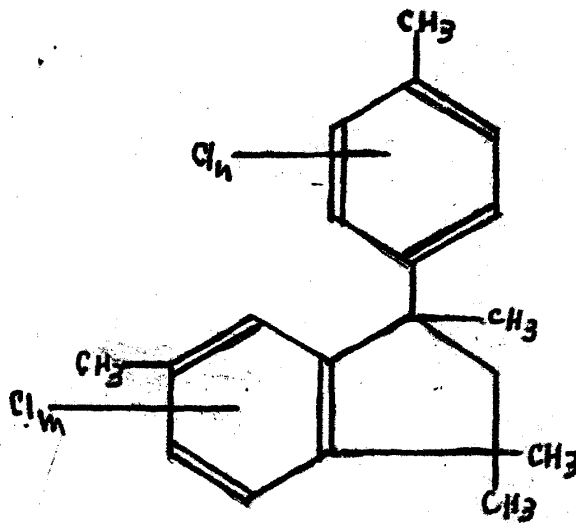
310

16. Un procedimiento de obtención que comprende el tratamiento con cloro en presencia de un disolvente de hidrocarburos y bajo condiciones que favorecen la cloración de núcleos aromáticos no saturados, de un hidrocarburo sólido representado por la fórmula:



por el cual reaccionan siete moles de cloro por mol del hidrocarburo empleado y la recuperación, de la mezcla de reacción, de un hidrocarburo clorado representado por la fórmula:

315



donde m y n son números enteros cuya suma es siete.

17. Procedimientos para la fabricación de nuevos hidrocarburos aromáticos halogenados.

Tal y como se ha descrito en la memoria que antecede-

182155



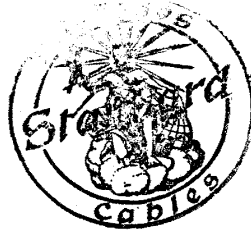
22.

de y a los fines especificados.

Esta Memoria consta de 22 hojas escritas por una sola cara.

Madrid,

7 FEB. 1948



STANDARD ELÉCTRICA, S. A.

Secretario General