



188286

P A T E N T E  
D E  
I N T R O D U C C I O N

188286

por "UN NUEVO PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE TRICLOROMETANO POR REDUCCION DEL TETRACLORURO DE CARBONO", a favor de la razón social española, PRODUCTOS RIERA, S.A., residente en Moncada y Reixach (Barcelona).

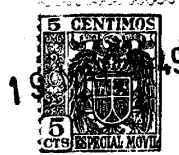
- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente memoria descriptiva se refiere a un nuevo procedimiento realizado en el extranjero, relativo a la obtención de triclorometano por reducción del tetracloruro de carbono.

5. El método clásico de obtención de triclorometano (cloroformo), partiendo del alcohol etílico o de la propanona, por cloración, oxidación y posterior saponificación, siendo el agente productos de todas estas sucesivas reacciones, el hipoclorito de calcio, adolece de los inconvenientes importantes de su poco rendimiento y del costo asaz excesivo de las materias primas empleadas.
- 10.

- Los inconvenientes citados desaparecen cuando se emplea una materia prima barata y fácilmente asequible, como el tetracloruro de carbono, y que, además, presenta la enorme ventaja de su no inflamabilidad, lo que facilita su manejo.
- 15.



188286

Es sabido que, si se somete el tetracloruro de carbono a la acción reductora del polvo de zinc, se transforma casi cuantitativamente en triclorometano, pero como en la reacción tiene que intervenir un ácido mineral, para realizarse, tal como el ácido sulfúrico o el clorhídrico concentrados, se presentaba el inconveniente de la causticidad y difícil eliminación del cloro, que, en forma de ácido clorhídrico gaseoso, se obtenía como subproducto de la reducción.

5.

En el extranjero se ha llegado a la solución del problema de la difícil eliminación del citado ácido clorhídrico, objeto de esta patente de introducción, efectuando la reducción del tetracloruro de carbono en presencia de una solución neutra de cloruro amónico, en donde el cloro liberado se combina formando la sal doble  $ZnCl_2 \cdot 2NH_4Cl$ , la que es obtenida en estado de gran pureza por cristalización y tiene un alto valor comercial como sal de soldar.

10.

15.

Para facilitar la mejor comprensión del procedimiento, se aclara con el siguiente EJEMPLO.

20.

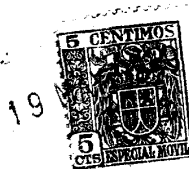
Se utiliza una caldera de cobre, provista de agitador, refrigerante de reflujo, refrigerante de condensación, termómetro introducido en la masa de reacción, termómetro bañado por los vapores de condensación, mirillas para observación de la eventual producción de espuma y agujero para la introducción lenta y continua del polvo de zinc, calefaccionada con camisa de vapor; en élla se introducen 440 kg. de tetracloruro de carbono técnico y 500 litros de agua, que tiene en disolución 220 kg. de cloruro amónico.

25.

Con agitación se añaden 300 kgs. de zinc en polvo, regulando la adición de manera que la temperatura no pase de  $50^{\circ}C$ .

30.

Una vez terminada la adición del polvo de zinc, se aumenta la temperatura hasta  $65^{\circ}C$ ., manteniéndola durante 2 a



188286

3 horas.

A continuación se cambia el refrigerante y se destila la mezcla de triclorometano, tetracloruro de carbono y agua. Después de decantar el agua y secar con sulfato de sodio anhidro, la mezcla binaria anterior es separada por destilación fraccionada en caldera de cobre. El rendimiento en triclorometano es, aproximadamente 85% del teórico, basado en la cantidad de zinc en polvo empleada,

5.

10.

El residuo es una solución acuosa de cloruro de zinc-amonio, que fácilmente cristaliza y recupera por simple filtración y secado.

15.

La invención, dentro de su esencialidad, puede ser llevada a la práctica en otras formas de realización que difieran del ejemplo indicado en la descripción, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, ser realizada con los medios, aparatos, proporciones, temperaturas y tiempos de reacción más adecuados a cada caso: por quedar todo ello comprendido dentro del espíritu de las reivindicaciones.

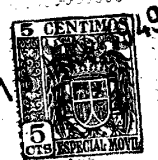
#### N O T A

20.

Descrito el objeto de la invención, lo que se declara como no practicado ni puesto en ejecución en España, comprende las siguientes reivindicaciones:

25.

1ª.- Un nuevo procedimiento de obtención de triclorometano, por reducción del tetracloruro de carbono, caracterizado por el hecho de verificar la transformación del tetraclo-



188286

ruro de carbono, mediante la acción reductora del polvo de zinc, en presencia de una solución neutra de cloruro amónico, que se adiciona, preferentemente, en solución acuosa, juntamente con el tetracloruro de carbono, añadiéndose el polvo de zinc, de manera que la temperatura no se eleve a más de 50°C., durante la agregación, y a más de 65°C. después que ésta se haya verificado.

5.  
10. 2ª.- Un nuevo procedimiento según la anterior reivindicación, en el que, el cloro liberado se combina con la solución neutra, dando lugar a un subproducto, que es la sal doble,  $ZnCl_2 \cdot 2NH_4Cl$ , cloruro de zinc-amonio, que fácilmente se cristaliza y recupera.

3ª.- Un nuevo procedimiento de obtención de triclorometano, por reducción del tetracloruro de carbono.

15. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de cuatro hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 19 de mayo de 1949.

PRODUCTOS RIERA, S.A.

p.a. JAVIER RIERA

R. D. 