

188302



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

188302

por "UN NUEVO PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE TRICLOROMETANO A PARTIR DEL TETRACLORURO DE CARBONO, DE GRAN RENDIMIENTO", a favor de la razón social española, PRODUCTOS RIERA, S.A., domiciliada en Moncada-Reixach (Barcelona),

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

Los primitivos métodos de obtención de triclorometano (cloroformo), se basan en la cloración, oxidación y subsiguiente saponificación del alcohol etílico o de la propanona (acetona), empleando para éllo la lechada de hipoclorito de calcio.

5. Dicho procedimiento presenta la desventaja del elevado costo del alcohol etílico, unido al bajo rendimiento de la operación, y aún cuando en el caso de la acetona el rendimiento es sensiblemente mayor, el costo de la materia prima es todavía más elevado.
10. Después de múltiples y minuciosos estudios y experiencias realizados por la entidad peticionaria, se ha llegado a conseguir productos químicos en sus instalaciones tricloro metano, que, junto a una elevada pureza, reúnen la condición de ser asequibles por métodos menos costosos y de un grande
15. y elevado rendimiento, tanto cualitativo como cuantitativo.



188302

El procedimiento objeto de la invención consiste en someter el tetracloruro de carbono a la acción reductora del polvo de zinc en presencia de una pequeña cantidad de ácido sulfúrico o clorhídrico concentrado, obteniéndose al cabo

5. de cinco o seis horas de tratamiento, una mezcla que, separada por filtración del cloruro de zinc en polvo no oxidado, se compone, principalmente, de triclorometano, tetracloruro de carbono y una pequeña proporción de diclorometano. El método, por lo tanto, resulta aceptable, pero presente el inconveniente todavía de su poco rendimiento, su mucha duración en relación con la cantidad de triclorometano producido y, sobretodo, se desprende durante la reacción abundantes humos de ácido clorhídrico fuertemente cáustico, que produce en poco tiempo el deterioro de la caldera en donde tal reacción tiene lugar.
- 10.
- 15.

Para eliminar este inconveniente se modifica el proceso, de modo que el tetracloruro de carbono reaccionará con el polvo de zinc en fase gaseosa, para que así, aumentada la velocidad de las moléculas del oxidante, debido a la mayor energía cinética de las mismas en fase gaseosa, aumentará paralelamente su velocidad de reacción. Al propio tiempo, se logra eliminar el molesto ácido clorhídrico que la reducción producía, mediante un simple burbujeo a través de una disolución de cloruro amónico, en donde quedaba absorbido en forma de sal doble $ZnCl_2 \cdot 2NH_4Cl$, cristalizando de dicha disolución y pudiéndosela utilizar como sal de soldar.

- 20.
- 25.
- Los vapores productos de la reacción se condensan en un refrigerante apropiado y tienen una composición media como sigue:

30. Triclorometano, 80%, tetracloruro de carbono 17%, hu-



49

188302

medad acuosa 3%.

Sometiendo esta mezcla a un secado con sulfato sódico anhidro y fraccionándola después en columna de cobre de 24 platos por 1.000 l. de mezcla, da un triclorometano técnico de gran pureza y utilizable sin más tratamiento para todos los usos industriales.

Se aclara el procedimiento con el siguiente

EJEMPLO.

10. En un matraz de 2 litros, de fondo redondo, equipado con tapón que ajuste exactamente y con tubo superior de salida de vapores, se coloca 1 Kg. de tetracloruro de carbono y 1 litro de agua, se somete a calentamiento en baño de agua hasta que se inicia la ebullición. Los vapores de tetracloruro de carbono y agua se conducen a un tubo de acero inoxidable, calentado exteriormente a 100°C. y del tamaño conveniente para que, una capa de zinc en polvo, que pesa 900 gr., pueda recubrir sus 2/3 partes centrales, procurando que dicha capa, en ningún caso, llegue a obturar el tubo de acero.

15. Al pasar los vapores de tetracloruro de carbono por el zinc caliente, se verifica la reducción con producción de calor, que hace subir el termómetro hasta 140-150°C., debiéndose regular, por lo tanto, la intensidad del foco calorífico, empleado, a fin de conseguir una temperatura constante de 100-120°C.

20. Los vapores que salen del otro extremo del tubo de acero se hacen pasar por uno de vidrio empalmado al anterior con junta y se conducen, pasando por un frasco de seguridad de dos bocas, a través de una disolución refrigerada exteriormente, compuesto por cloruro amónico, obtenida disolviendo 650 gramos de cloruro amónico en 1,5 litros de agua.

25. 30.



20 188302

La mezcla gaseosa de reducción se condensa en el agua, eliminándose al propio tiempo el ácido clorhídrico arrastrado, que queda combinado con el cloruro amónico en forma de la sal doble antes citada. Cuando todo el tetracloruro de carbono ha pasado por el tubo reductor, se procede a decantar del agua, secándose a continuación en contacto con sulfato sódico anhidro. El producto en bruto de la operación anterior se somete a fraccionamiento, obteniéndose 850 gramos de triclorometano técnicamente puro.

5.

10.

La invención, dentro de su esencialidad, puede llevarse a la práctica en otras realizaciones que difieran del ejemplo citado en la descripción, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, ser realizado con los medios y aparatos más apropiados, en las proporciones, temperaturas y tiempos de reacción más adecuados al fin propuesto: por quedar todo ello comprendido dentro del espíritu de las reivindicaciones.

15.

N O T A

Hecha la descripción del presente invento, se declaran como nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones:

20.

1ª.- Nuevo procedimiento de obtención de triclorometano a partir de tetracloruro de carbono, de gran rendimiento, caracterizado por el hecho de someter el tetracloruro de carbono a la acción reductora, precisamente en fase gaseosa, con el zinc en polvo, y hacer pasar los vapores de la reac-

25.



20

188302

ción a través de una disolución de cloruro amónico, con el fin de lograr una condensación de los mismos en el agua y la separación del ácido clorhídrico, bajo forma de sal doble, combinado con el cloruro amónico citado.

5. 2ª.- Nuevo procedimiento según la anterior reivindicación, en el cual, como subproducto de reacción, se forma la citada sal doble $ZnCl_2 \cdot 2NH_4Cl$, que cristaliza en dicha solución y se la puede decantar para utilización industrial.

10. 3ª.- Nuevo procedimiento según la reivindicación 1ª, en el cual la fase gaseosa de reacción se realiza, preferentemente, con la ebullición de partes iguales de tetracloruro de carbono y agua, haciendo pasar los vapores a través de un tubo o similar conteniendo el polvo de zinc, calentando a unos $100^{\circ}C$, resultando, en consecuencia, unos productos de
15. reacción que contiene, aproximadamente 80% de triclorometano, 17% de tetracloruro de carbono y una humedad acuosa de un 3%, cuya mezcla se somete a un secado con sulfato sódico anhidro, por ejemplo, y se fracciona en columna de cobre de 24 platos por 1.000 l. de mezcla, para obtener en consecuencia un tri-
20. clorometano técnico de gran pureza y utilizable sin más tratamientos para todos los usos industriales.

4ª.- Nuevo procedimiento de obtención de triclorometano a partir de tetracloruro de carbono, de gran rendimiento.

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

Madrid, a 20 de mayo de 1949.

PRODUCTOS RIERA, S.A.
JAIMÉ SERN

P.º.º.

D. D. *[Handwritten signature]*