

AÑO 1958

Expediente núm.

244809



# REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

## CERTIFICADO DE ADICION

### MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

un **CERTIFICADO DE ADICION** en España,

a favor de

SOLVAY & CIE,

de nacionalidad

belga domiciliado en 33 Prince Albert, Ixelles,

~~Bruselas~~ Bruselas, Bélgica.

por:

Mejoras in-

troducidas en el objeto de la patente principal núm. 244.526,

que <sup>solicitada</sup> ~~concedida~~ en 7 de Octubre de 1958 por :

« PROCEDIMIENTO PARA LA ESTABILIZACION DE HIDROCARBUROS

CLORADOS »

24 OCT 1958 244809 P - 17.407



244809

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

en

E S P A Ñ A

1er. CERTIFICADO DE ADICION

a nombre de SOLVAY & CIE., entidad belga, establecida en 33 Prince Albert, Ixelles, Bruselas, Bélgica, por: "MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE PRINCIPAL Núm. 244.526, solicitada el 7 de Octubre de 1958, por: "PROCEDIMIENTO PARA LA ESTABILIZACION DE HIDROCARBUROS CLORADOS".

El presente invento se refiere a perfeccionamientos en los procedimientos de estabilización de hidrocarburos clorados, en particular del tri- y del percloroetileno.

5 En la patente principal se describe un procedimiento que consiste en agregar a los hidrocarburos clorados a estabilizar pequeñas cantidades de fenol y de un compuesto epoxidado, tal como la epiclorhidrina o un óxido de alqueno.

10 La acción combinada de estos dos tipos de estabilizantes permite ya obtener una resistencia de más de 300 horas en el test acelerado de laboratorio descrito a continuación: 150 cm<sup>3</sup> de tri-



244809

5 cloroetileno, por ejemplo, y una probeta de aluminio son introdu-  
 cidos en el matraz de 300 cm<sup>3</sup> de un aparato extractor de Soxhlet  
 provisto de un extractor de 65 cm<sup>3</sup>. El matraz es calentado eléc-  
 tricamente y el tricloroetileno es llevado rápidamente a ebulli-  
 ción con reflujo a velocidad constante, mientras que el aparato  
 es recorrido por una corriente de oxígeno y es iluminado por una  
 lámpara de fluorescencia del tipo "azul actínico". Durante toda  
 la duración del test se mide la velocidad de desprendimiento de  
 vapores ácidos en la salida del aparato. Esta velocidad, muy pe-  
 queña al principio, se hace bruscamente muy grande, mientras que  
 el tricloroetileno se ennegrece y se transforma en una masa alqui-  
 tranosa negra. La resistencia del tricloroetileno al test se mide  
 por el tiempo, expresado en horas contado desde el principio del  
 ensayo, desde el momento en que la muestra entra en ebullición  
 hasta el momento en que el desprendimiento de ácido se hace brus-  
 camente con gran rapidez y rebasa los 15.10<sup>-3</sup> mol g/h.

20 Se ha descubierto ahora que la resistencia de los hidrocar-  
 buros clorados a la descomposición térmica bajo la acción de me-  
 tales ligeros, del oxígeno y de la luz puede ser aumentada sensi-  
 blemente agregando, a las composiciones estabilizantes que forman  
 el objeto de la patente principal, pequeñas cantidades de anilina,  
 de pirrol o de sus derivados. La adición, por litro de hidrocar-  
 buro clorado a estabilizar, de 50 a 500 mg de estos compuestos  
 adicionales permite aumentar fuertemente la resistencia. Sin em-  
 bargo pueden utilizarse otras concentraciones más débiles o más  
 elevadas. La acción de los compuestos adicionales, tales como la  
 anilina y los pirroles, es sorprendente. En efecto, combinando la  
 acción de las aminas y la de los compuestos epoxidados, en parti-  
 cular de la epiclohidrina, se obtiene una resistencia al test ace-  
 lerado de laboratorio que es muy pequeña, como resulta de los en-



sayos expuestos en la tabla que sigue. La acción combinada del pirrol y de la epiclorhidrina sólo da igualmente una resistencia muy pequeña al test, resistencia que no corresponde a la acción aditiva de cada uno de los compuestos tomados aisladamente. Por otra parte, la adición de otras aminas, distintas a la anilina, a las mezclas estabilizantes de fenol y de compuestos epoxidados, tiene por efecto disminuir la resistencia al test. Esto ocurre especialmente cuando se utilizan como amina la piperidina, la ciclohexilamina o la morfolina.

La tabla que sigue muestra la resistencia a la descomposición del tricloroetileno no estabilizado y del tricloroetileno estabilizado con diferentes compuestos o sus combinaciones.

Ensayo nº	Sustancias estabilizantes, mg/L	Resistencia al test acelerado. h
15	1 nada	22
	2 Epiclorhidrina (1500)	87
	3 " ± trietilamina (200)	45
	4 " ± ciclohexilamina (200)	50
	5 " ± metoxipropilamina (200)	35
20	6 " ± tiazol (200)	37
	7 " ± piperidina (200)	48
	8 " ± anilina (200)	60
	9 " ± dimetoxipropilamina(200)	62
	10 Pirrol (200)	164
25	11 Epiclorhidrina (1500) ± pirrol (200)	174
	12 " ± fenol (200)	294
	13 Epiclorhidrina(5000) ± fenol (200)	328
	14 Epiclorhidrina(1500) ± fenol (200)± pirrol(200)	345



244809

15	Epíclorhidrina (1500) ± fenol (200) ± anilina (200)	448
16	Epíclorhidrina (3000) ± fenol (200) ± anilina (200)	504
17	Epíclorhidrina (1500) ± fenol (200) ± piperidina (200)	212
18	" " ± fenol (200) ± cicloexil- amina (200)	114
19	" " ± fenol (200) ± morfolina (200)	160

Los ensayos 1 a 11 muestran que las combinaciones de aminas o de pirroles con la epíclorhidrina estabilizan mal el tricloro-etileno. La resistencia al test acelerado es inferior a la que se obtiene con epíclorhidrina sólo en el caso de la combinación con las aminas; los resultados no son ni siquiera aditivos en el caso del pirrol.

Los ensayos 12 y 13 muestran el sensible mejoramiento de la resistencia al test de las muestras estabilizadas según el procedimiento de la patente principal.

Los ensayos 14, 15 y 16 revelan un nuevo mejoramiento de la resistencia obtenida, combinando la anilina o el pirrol con las composiciones que contienen fenol y un compuesto epoxido, conforme al procedimiento del presente invento.

Finalmente, los ensayos 17, 18 y 19 muestran por el contrario que la piperidina, la cicloexilamina y la morfolina no pueden sustituir a la anilina, teniendo estos compuestos nitrogenados por efecto una reducción de la eficacia de los estabilizantes precomizados en la patente principal.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Bélgica el 28 de Diciembre de 1957, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.



N O T A

244809

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de este Certificado de Adición en España, son los siguientes:

5           1ª. - Mejoras introducidas en el objeto de la Patente principal nº 244.526, o sea, en un procedimiento para la estabilización de hidrocarburos clorados por adición de una mezcla de un fenol y de un compuesto epoxidado, caracterizadas por el hecho de que se agregan, además, pequeñas cantidades de anilina, de pirrol o de un derivado del pirrol.

10           2ª. - Mejoras según la reivindicación 1, caracterizadas por el hecho de que por litro de hidrocarburo clorado a estabilizar se agregan, además del fenol y del compuesto epoxidado, 0,05 a 0,5 g. de anilina, de pirrol o de un derivado del pirrol.

15           3ª. - Mejoras en la estabilización del tricloroetileno consistentes en agregar 0,05 a 0,5 g. de fenol, 0,5 a 10 g. de epíclorhidrina y 0,05 a 0,5 g. de anilina por litro de disolvente.

20           4ª. - Mejoras en la estabilización del tricloroetileno consistentes en agregar 0,05 a 0,5 g. de fenol, 0,5 a 10 g. de epíclorhidrina y 0,05 a 0,5 g. de pirrol por litro de disolvente.

5ª. - Mejoras introducidas en el objeto de la Patente principal No. 244.526.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

25           Esta Memoria consta de cinco hojas y la siguiente, escritas



a máquina por una sola cara.

Madrid,

244809

27 OCT. 1958

P. A.

Ministerio de Hacienda  
Por Orden

DG/.