

251692

24 AGO. 1959



251692

ARTICULO DEPOSITIVA

para solicitar

DIPLOMA DE INVENCIÓN

en

ESPAÑA

por VEINTE años

a nombre de SODIVAC S.A., entidad belga, establecida en 33
Prince Albert, Ixelles, Bruselas, Bélgica, por:

"COMITÉ BELGAS PARA LA TRANSFERENCIA DE IN-
VENCIÓNES" "SODIVAC S.A."

El presente invento se refiere a un procedimiento para
la estabilización de hidrocarburos clorados, en particular del
percloroetileno, con objeto de evitar la descomposición de estos
productos y la formación simultánea de ácido en el transcurso
5 del almacenamiento o durante su empleo.

Se sabe que, bajo la acción del calor y del oxígeno, los
hidrocarburos clorados sufren una oxidación que es catalizada
por diferentes agentes tales como la luz y ciertas sales meta-
llicas, tales como las de aluminio, de hierro y de magnesio.

10 Para desacelerar esta oxidación, se ha propuesto añadir a
estos hidrocarburos clorados pequeñas cantidades de diversos

25,16924 AGO



productos tales como alcoholos, productos medicos sinteticos y or-
ganicos, plasticos, con aceites vegetales, etc.

5 Cualquiera que sea la eficacia de estos estabilizantes pa-
ra evitar la oxidacion de los hidrocarburos clorados, son, en
general, incapaces de impedir la descomposicion de dichos hidro-
carburos clorados en el curso de su empleo.

10 La adicion de un solo compuesto estabilizante es, en efec-
to, generalmente insuficiente para evitar la degradacion de los
hidrocarburos clorados. Por lo demas, la adicion de varios com-
puestos estabilizantes no conduce siempre al resultado buscado,
ya sea en razon de su incompatibilidad, ya en razon del hecho
de que son necesarias cantidades demasiado importantes de produc-
tos para asegurar una buena estabilizacion.

15 El presente invento se refiere a una nueva combinacion
de reactivos estabilizadores de los hidrocarburos clorados que
conduce a resultados sorprendentes.

20 Conforme al invento, se estabilizan los hidrocarburos
clorados, particularmente el poliolefinos, añadiéndoles peque-
nas cantidades de un pentanol primario o de una mezcla de penta-
nolos primarios y de una base nitrogenada elegida entre la pirri-
dina, la alfa-picolina (2-metilpiridina), la morfolina (tetrahi-
dro-3-4-oxazina). Se elige, de preferencia, la alfa-picolina. En-
tre los pentanoles primarios, conviene citar: el alcohol amílico
primario normal, el alcohol isoamílico primario, o 3-metil-2-bu-
tanol, el alcohol amílico activo primario o 2-metil-1-butanol.
25 Un ejemplo de mezcla de pentanoles primarios viene dado por el
alcohol amílico de fermentacion que contiene esencialmente el
alcohol isoamílico primario y el alcohol amílico activo primario.

30 La solicitante ha comprobado que los alcoholes así como

251692



Los bases nitrogénicas no podrán asegurar por sí solas la estabilización de los hidrocarburos clorados, incluso a dosis elevadas, pero que la combinación de estos compuestos conducirá a un efecto sinérgico pronunciado e inesperado.

5 La acción estabilizadora de los compuestos utilizados para mejorar la resistencia de los hidrocarburos clorados a la descomposición es puesta en evidencia por un ensayo de laboratorio realizado como sigue.

10 200 c.c. de perclorotileno al cual se había añadido los estabilizadores estudiados, se introducen en un matraz Erlenmeyer de 500 c.c. provisto de un refrigerante ascendente hecho artificialmente con agua.

15 Un tubo delgado de 3 mm. de diámetro interior que se sumerge en el matraz hasta 5 mm. del fondo permite hacer burbujear oxígeno en el perclorotileno. Una probeta de acero está suspendida en este tubo, en la base del refrigerador, habiendo de otras, más pequeñas, dispuestas en el fondo del matraz.

20 El gasto de oxígeno se regula a 10-12 burbujas por minuto, por medio de un tubo que se sumerge en una válvula de agua. Este cuenta-burbujas está colocado aguas arriba del aparato de ensayo.

25 El perclorotileno es llevado y mantenido a ebullición a reflujo durante 48 horas por caldeo por medio de una lámpara de 150 w. de vidrio mateado. La lámpara está fijada en un cilindro de acero inoxidable de 150 mm. de altura y 100 mm. de diámetro interior. El grueso del acero es de 1 mm. Este cilindro está coronado, en su parte superior, por una corona de 150 mm. de diámetro exterior, 92 mm. de diámetro interior y 2 mm. de grueso. El fondo del matraz dispuesto sobre esta corona se encuentra así a 30 mm. de la lámpara. Cuatro abertu-

30

251022

LA AB



Las catorce cuentas, de 40 mm. de altura y 20 mm. de anchura, están perforadas en la parte inferior del cilindro con el fin de asegurar una correcta ventilación del aparato.

La potencia de la lampara es insuficiente para asegurar una ebullición regular del percloroetileno, y por ello conviene calentarla por el aparato. Para hacerlo, el matraz Nulmanneyer se reemplaza con una cámara constituida por un cilindro de vidrio de 121 mm. de diámetro interior, de 147 mm. de altura y de 3 mm. de espesor, pintado interior y exteriormente con papel de asbesto y relleno de lana de vidrio. Todo ello se recubre con un cuadrado de cartón de asbesto perforado con una abertura en su centro a fin de permitir el paso del cuello del matraz. Este calorifugado reduce las pérdidas caloríficas al mínimo y permite realizar una ebullición regular del percloroetileno y mejora la reproducibilidad de los resultados.

Al final del ensayo se agitan 50 c.c. de muestra con 100 c.c. de agua durante 3 minutos. Se valora la acidez extraída por NaOH en presencia de verde de bromocresol. Los resultados se expresan en % en peso de ácido clorhídrico y permiten comparar la eficacia de los estabilizadores ensayados.

El cuadro siguiente muestra la influencia de los alcoholes entre los cuales figuran los pentanoles primarios y/o de las bases nitrogenadas sobre la estabilidad del percloroetileno.

25	Estrayo No.	Estabilizador	mg/l	Acidez formada % peso HCl
	1	-	-	0,0640
	2	Alcohol amílico normal	500	0,0056
	3	alcohol amílico de fermentación	500	0,0200
	4	alcohol amílico terciario	500	0,0220
30	5	alcohol isobutílico	500	0,0125

25.332 24



Monero No.	Substancia	mg/l	solida formada a peso H ₂ O
6	alfa-picolina	100	0,0740
7	norfolina	100	0,0261
8	piridina	100	0,0208
5 9	alcohol amílico normal (500 mg/l) + alfa-picolina (100 mg/l)		0,0095
10	alcohol amílico normal (500 mg/l) + norfolina (100 mg/l)		0,0044
11	alcohol amílico normal (500 mg/l) + piridina		0,0056
10 12	alcohol amílico terciario (500 mg/l) + alfa-picolina		0,0260
13	alcohol amílico terciario (500 mg/l) + norfolina		0,0510
14	alcohol amílico terciario (500 mg/l) + piridina (100 mg/l)		0,0440
15 15	alcohol amílico de fermentación (500 mg/l) + alfa-picolina (100 mg/l)		0,0022
16	alcohol isobutílico (500 mg/l) + alfa-picolina (100 mg/l)		0,0153
17	alcohol isobutílico (500 mg/l) + norfolina (100 mg/l)		0,0450
18	alcohol isobutílico (500 mg/l) + piridina (100 mg/l)		0,0090
20			

Los resultados muestran que los alcoholes, comprendidos en ellos los pentanoles primarios, y las bases nitrogenadas, en clase a dosis elevada no pueden asegurar por si solos la estabilización del hidrocarburo clorado.

Por el contrario, la combinación de los pentanoles primarios y de las bases nitrogenadas presenta un efecto sinérgico condicional, particularmente en el caso de la combinación que contiene la alfa-picolina.

La cantidad de sustancias estabilizadoras a emplear según

251692



el procedimiento del invento puede estar en general compuesto, por litro de hidrocarburo clorado a estabilizar, entre 0,1 y 10 gr. para los pentanos primarios y de 0,05 a 0,5 gr. para las bases nitrogenadas. Se prefiere utilizar de 0,3 a 2 gr. de pentamol y de 0,1 a 0,2 gr. de base nitrogenada por litro de hidrocarburo clorado.

El solicitante ha observado todavía que, eventualmente, se puede mejorar la acción estabilizadora de las combinaciones descritas añadiendo cantidades comprendidas entre 0,005 y 0,02 gr. de un fenol tal como el fenol, el cresol, el tinol, etc. por litro de hidrocarburo clorado.

Aun cuando las composiciones descritas se han revelado particularmente eficaces en el caso de la estabilización del perclorotileno, pueden utilizarse igualmente para la estabilización de otros disolventes clorados, tales como el tricloroetileno, el tetrachloruro de carbono, el dicloroetano, el tricloroetano, etc.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Bélgica, el día 10 de Septiembre de 1936, bajo el n.º 451.933, se accede a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- F O R M A -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de este patente de invención en España, por veinte años, son los siguientes:

1.º.- Un procedimiento para la estabilización de hidrocarburos clorados consistentes en añadir a estos hidrocarburos clorados pequeñas cantidades de un alcohol primario elegido entre los pentanos primarios, las mezclas de dichos

251692²⁴



pentanoles primarios, y de una base nitrogenada.

2.- Un procedimiento según el punto 1, consistente en añadir a estos hidrocarburos clorados pequeñas cantidades de un pentanol primario elegido entre el alcohol amílico normal, el alcohol amílico activo, el alcohol isomílico, las mezclas de estos alcoholes amílicos, y de una base nitrogenada elegida entre la alfa-picolina, la piridina, la morfolina.

3.- Un procedimiento según los puntos 1 y 2, caracterizado porque se elige, de preferencia, la alfa-picolina.

4.- Un procedimiento según el punto 1, consistente en añadir, por litro de hidrocarburo clorado, de 0,1 a 15 gr. de pentanol primario y de 0,05 a 0,5 gr. de base nitrogenada.

5.- Un procedimiento según los puntos anteriores, caracterizado porque, además, se añade eventualmente una pequeña cantidad de un fenol a los hidrocarburos clorados.

6.- Un procedimiento para la estabilización del percloroetileno consistente en añadir de 0,3 a 2 gr. de pentanol primario y de 0,1 a 0,2 gr. de base nitrogenada por litro de percloroetileno.

7.- Un procedimiento para la estabilización de hidrocarburos clorados.

Ante y caso de lo descrito en la memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta memoria consta de siete hojas escritas a máquina por una sola cara.

México, 24 AGO. 1959

F. S.
Alberto de Ezabun
Por Poder