

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

255710

por "UN PROCEDIMIENTO PERFECCIONADO PARA LA OBTENCION DE DISOLUCIONES HALOGENADAS DE BAJA TENSION DE VAPOR", a favor de Don ARTURO ESQUEFA SIST, de nacionalidad española, residente en BARCELONA, calle de Martínez de la Rosa, nº 34-36.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento perfeccionado para la obtención de disoluciones halogenadas de baja tensión de vapor.

5. La obtención de iodo nascente por oxidación de ácido iodhídrico acuoso, tiene, como se describe a continuación una importancia marcada en la obtención de ciertos compuestos de iodo.

10. La iodopolivinilpirrolidona se ha obtenido hasta la fecha siguiendo distintos métodos, los cuales presentan diversos inconvenientes, todos ellos superados por nuestro procedimiento

255710



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

por "UN PROCEDIMIENTO PERFECCIONADO PARA LA OBTENCION DE DISOLUCIONES HALOGENADAS DE BAJA TENSION DE VAPOR", a favor de Don ARTURO ESQUEFA SIST, de nacionalidad española, residente en BARCELONA, calle de Martínez de la Rosa, nº 34-36.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento perfeccionado para la obtención de disoluciones halogenadas de baja tensión de vapor.

5. La obtención de iodo naciente por oxidación de ácido iodhídrico acuoso, tiene, como se describe a continuación una importancia marcada en la obtención de ciertos compuestos de iodo.

10. La iodopolivinilpirrolidona se ha obtenido hasta la fecha siguiendo distintos métodos, los cuales presentan diversos inconvenientes, todos ellos superados por nuestro procedimiento



255710

original.

5. Cuando se pretende la reacción de iodo con la polivinilpirrolidona, ambos en estado sólido, mediante la simple puesta en contacto de las dos sustancias por pulverización conjunta, como ya se indica en los mismos trabajos descriptivos publicados, no se puede afirmar que la reacción es completa hasta que no se ha facilitado la terminación de la misma mediante la dispersión del producto resultante en fase homogénea, por ejemplo al disolver en agua.
10. Cuando se emplean disoluciones acuosas de polivinilpirrolidona y de iodo en ioduro, si bien la movilidad de las moléculas facilitan la formación del compuesto, debe tenerse en cuenta que la reacción no puede considerarse en modo alguno total. En efecto, estando presente una creciente cantidad de ión ioduro a medida que se forma la iodopolivinilpirrolidona, mayor será la tendencia a continuar presente algo de iodo en forma de ión triioduro. Sobre este particular, solo se debe indicar que tratándose de una reacción en equilibrio, por lo menos al principio, como diversos factores inducen fundadamente a considerar a la expresada, la presencia innecesaria y creciente de uno de los productos formados en la misma, redundando en perjuicio de dicha reacción. Por otra parte, debe tenerse en cuenta que las disoluciones preparadas siguiendo este procedimiento contienen una gran cantidad de sales inorgánicas inactivas, innecesarias y que encarecen el producto.
- 15.
- 20.
- 25.
30. En cuanto a los procedimientos en que la reacción se lleva a efecto partiendo de suspensiones de polivinilpirrolidona en disoluciones de iodo en disolventes orgánicos, por estar los reactivos en fases distintas, el éxito de la misma dependerá del grado de dispersión que pueda darse a la polivinilpirro-



255710

lidona. De este modo se forma un compuesto en todo análogo al obtenido por la reacción directa de los dos sólidos, pero conteniendo además restos de disolvente orgánico, que se deberán eliminar por completo, ya que además de molestos, pueden ser irritantes o tóxicos, por lo tanto inadmisibles.

5.

En nuestro procedimiento original, la reacción química y/o fisicoquímica entre el yodo y la polivinilpirrolidona se lleva a cabo en fase homogénea, de tal modo que aquel se obtiene en estado naciente en el seno de la disolución acuosa de ésta por la oxidación lenta de ácido iodhídrico con peróxido de hidrógeno, oxígeno o aire, entrando en reacción tan pronto como se va formando. Así se pueden obtener disoluciones acuosas con distintas concentraciones de iodopolivinilpirrolidona con un contenido en yodo combinado "activo" del 77-81% con respecto al yodo total presente, y nunca inferior al 75%. Esta mejora en el rendimiento en yodo combinado "activo", solo puede explicarse por el empleo de yodo naciente en la reacción.

10.

15.

Las disoluciones así preparadas, pueden diluirse o concentrarse a voluntad, pudiéndose obtener en este último caso sólidos pulverizables, que pueden dar de nuevo soluciones acuosas, experimentando a lo sumo una ligera disminución en el contenido de yodo combinado "activo".

20.

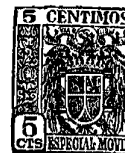
Con la expresión "yodo combinado activo", se pretende expresar la propiedad que presenta el que unido química y/o químicofísicamente a la polivinilpirrolidona, es valorable estequiométricamente mediante una simple volumetría, por ejemplo con disolución de tiosulfato sódico.

25.

Como en muchos casos la iodopolivinilpirrolidona se usa en disolución acuosa, solo será preciso planear adecuadamente la concentración de los productos de reacción para obtener

30.

205710



un producto listo para su ulterior empleo. Por el procedimiento indicado, se ha llegado a conseguir disoluciones de iodopolivinilpirrolidona con un contenido en iodo de hasta el 35%.

5. En cuanto a la técnica ha emplear para la obtención de estas disoluciones, debe únicamente tenerse en cuenta que la adición de ácido iodhídrico de excesiva concentración puede producir precipitaciones, aunque a menudo se puede compensar la dilución mediante una agitación enérgica y una lenta adición

10. Con respecto a los materiales a emplear en el reactor se han mostrado útiles igualmente los construídos totalmente con vidrio, polietileno, acetato o cloruro de polivinilo, e incluso con aceros especiales, como se describe en uno de los siguientes ejemplos.

E J E M P L O 1.

15. En una caldera de acero inoxidable 18-8, tipo 316, de unos 20 litros de capacidad provista de un agitador eficiente y termómetro, se introduce una disolución de 1000,0 g de polivinilpirrolidona en 8,0 litros de agua destilada, y se mantiene la temperatura entre 10-15° C. Entonces por medio de un tubo
20. aductor soldado a una placa de vidrio sinterizado del nº 2 de unos 90-120 mm de diámetro, próxima al fondo de la caldera, se deja fluir lentamente una corriente de oxígeno purificado, hasta saturar la disolución, manteniendo a la vez una viva agitación. Cuando se ha conseguido, sin interrumpir el paso de oxígeno,
25. se introducen gota a gota por medio de un embudo de decantación con el pico sumergido en la disolución, 265,5 g de ácido iodhídrico acuoso de $d = 1,7$ disuelto en 700 ml de agua destilada, empleando en la adición no menos de 2 horas. Una vez terminada se prosigue la agitación y el paso de oxígeno durante otras 3
30. horas más. Se deja luego en reposo la disolución resultante



255710

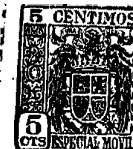
24 horas y se valora en una muestra pesada de la misma el iodo combinado en forma activa, con disolución valorada de tiosulfato sódico N/20, hallándose que es del 78% del iodo total contenido.

5. En general el paso de 50 litros de oxígeno (medido en condiciones normales) es más que suficiente para el buen desarrollo de la reacción.

E J E M P L O 2

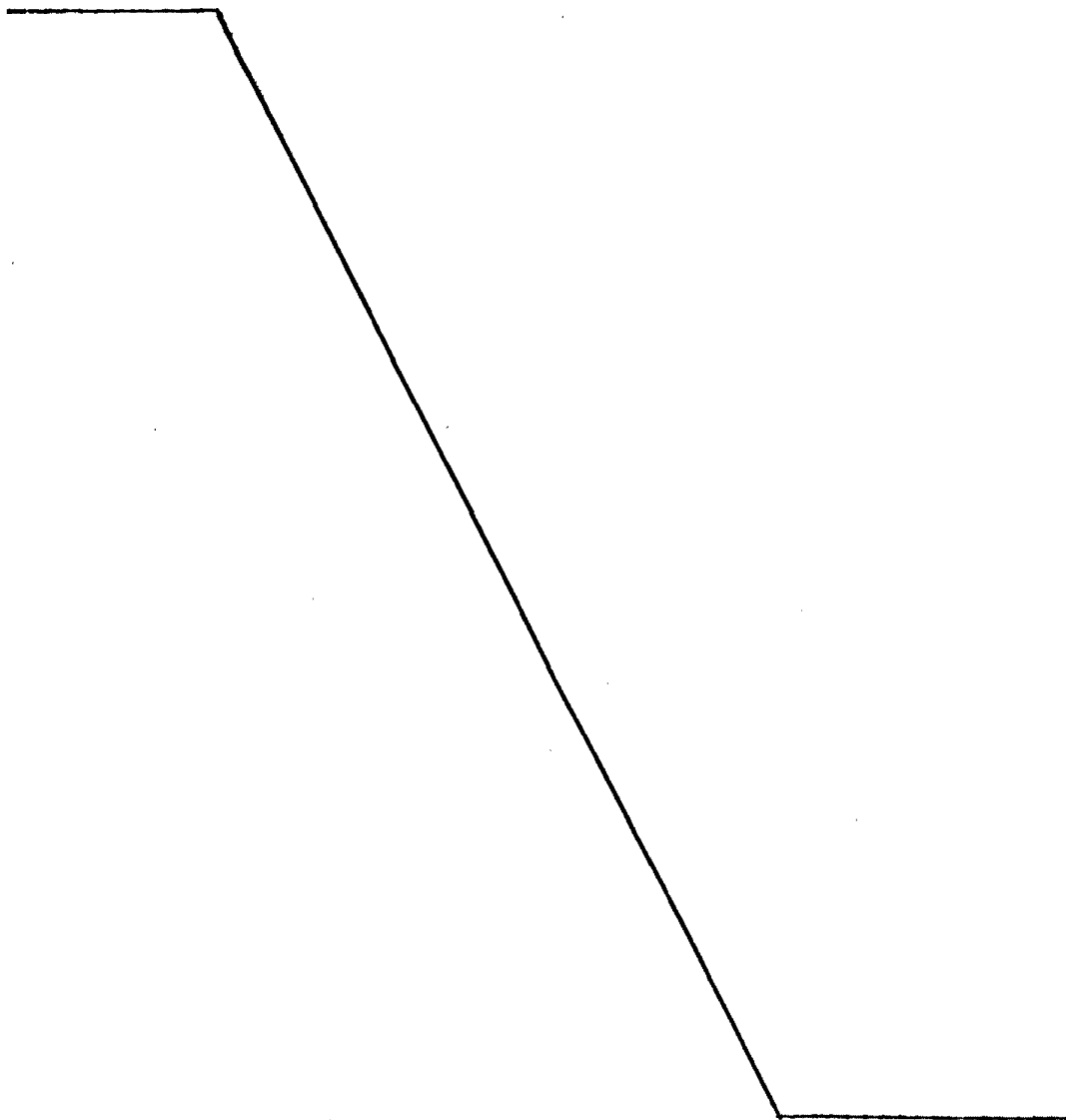
10. En un reactor totalmente de vidrio de unos 20 litros de capacidad provisto de un agitador eficiente, embudo de decantación y termómetro, conteniendo una disolución de 1000,0 g de polivinilpirrolidona en 7,5 litros de agua destilada, que se mantiene entre 5-10° C, se introducen gota a gota y con agitación, 680,4 g de peróxido de hidrógeno al 3%, de tal modo que las gotas caigan en el vértice formado por el agitador, a fin de lograr una rápida dispersión. La adición se realiza en 15 minutos. Manteniendo la temperatura indicada, y siempre con viva agitación, después de unos minutos de intervalo se añaden (mejor con la punta del embudo sumergida en la disolución) gota a gota, 265,5 g de ácido iodhídrico de $d = 1,7$ disuelto en su volumen de agua destilada, empleando para ello no menos de 1 hora.

25. Se prosigue la agitación durante dos horas más. Se deja luego en reposo 24 horas, y se valora en una muestra pesada de la disolución resultante el iodo combinado en forma activa, con disolución valorada de tiosulfato sódico N/20, hallándose que es del 79% del iodo total contenido en la misma. Con respecto al producto sólido, la iodopolivinilpirrolidona, contiene 13,04% de iodo total, del cual el 10,30% es iodo activo valorable.
- 30.



2557 10

Hecha la anterior descripción, a título únicamente indicativo y no limitativo, debemos hacer constar que se pueden variar los detalles de realización de la idea expuesta sin que por ello cambien la esencia de la presente invención, que es la que se indica en las siguientes reivindicaciones.





NOTA

225710

Descrito el objeto de la invención, se declara nuevas las siguientes reivindicación, siendo todas ellas de propia invención:

5. 1. Un procedimiento perfeccionado para la obtención de disoluciones halogenadas de baja tensión de vapor de la clase que comprende disoluciones de iodopolivinilpirrolidona, caracterizado esencialmente por el hecho de realizar una combinación química y/o fisicoquímica de iodo naciente en el seno de disoluciones acuosas de polivinilpirrolidona.
10. 2. Un procedimiento según la anterior reivindicación, en el que el iodo naciente se obtiene por oxidación de ácido iodhídrico por peróxido de hidrógeno, oxígeno o aire, con o sin catalización fotoeléctrica, disueltos en soluciones acuosas de polivinilpirrolidona, obteniéndose un producto conteniendo por lo menos de 0,03 g de iodo por 100 ml.
15. 3. Un procedimiento según la anterior reivindicación, en el que se obtienen disoluciones de iodopolivinilpirrolidona, con un contenido de hasta el 35% de iodo combinado física y/o quimicofísicamente.
20. 4. Un procedimiento según la anterior reivindicación, en el que la obtención de iodo naciente y la reacción con la polivinilpirrolidona se realiza entre 0° y 100°C de temperatura.
25. 5. Un procedimiento según la reivindicación anterior, en el que la proporción del iodo "activo" combinado química y/o quimicofísicamente en la iodopolivinilpirrolidona, esto es, valorable con tio-sulfato sódico, no es inferior al 75%

= 8 =



255710

respecto al todo total.

6. Un procedimiento perfeccionado para la obtención de disoluciones halogenadas de baja tensión de vapor.

5. Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de 8 hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Barcelona para Madrid, a 3 de Febrero de 1960

ARTURO ESQUEFA SIST

p.a.

RECORRIDO