

281248

PATENTE DE INVENCION

P.D. File 5300-821.



Memoria Descriptiva

sobre:

" Procedimiento de obtención de tetrafluordicloroisopro-
" panol -sim, y su monohidrato ".

=====

Solicitante: ALLIED CHEMICAL CORPORATION, entidad norteamericana,
residente en:
61 Broadway, New York 6, New York, EE. UU. de A.

=====

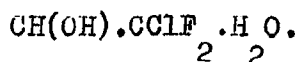
Este invento se refiere a un nuevo alcohol
halogenado y a su producción.

En un aspecto, este invento comprende,
como nuevos compuestos, tetrafluor-dicloroisopropanol

5. -sim, $\text{CClF}_2 \cdot \text{CH}(\text{OH}) \cdot \text{CClF}_2$, y su monohidrato, $\text{CClF}_2 \cdot$



281248



- Ademas, de acuerdo con este invento, el tetrafluordicloroisopropanol -sim, y su monohidrato, se obtienen hidrogenando tetrafluordicloroacetona -sim,
5. a una temperatura no superior a 100° C, en presencia de un catalizador de platino, y a una sobrepresión suficiente para mantener el material de partida y el producto, en fase líquida. Con preferencia, la temperatura utilizada está comprendida entre 20° y 100° C,
10. la presión del hidrógeno es de 2,1 a 17,5 kg/cm² y la cantidad de catalizador usada es de 0,25 a 5,0 % y especialmente 0,5 a 3,0 % del peso de la tetrafluordicloroacetona -sim.

- Se ha comprobado que cuando la tetrafluordicloroacetona -sim se hidrogena sometida a estas
15. condiciones, los nuevos productos pueden obtenerse con buenos rendimientos, la liberación de halógeno del material orgánico de partida se reduce al mínimo, y el empobrecimiento del catalizador se reduce de modo correspondiente.
- 20.

- La tetrafluordicloroacetona-sim en condiciones ordinarias, es una substancia incolora líquida que hierve a unos 44° C. Puede prepararse, por ejemplo, por reacción entre el fluoruro de hidrógeno anhidro
25. y la hexacloroacetona, a temperatura moderadamente elevada, en presencia de pentahaluro de antimonio, manteniendo la masa de reacción prácticamente en la fase líquida, y recuperarse o extraerse de los productos de reacción, por algún procedimiento adecuado, tal
30. como la destilación. La patente norteamericana n°

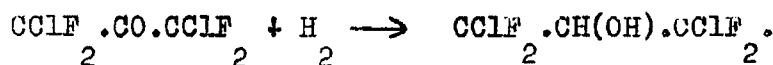
281248



2.741.634 describe un procedimiento apropiado.

Se observará que la práctica de este invento implica una hidrogenación de fase líquida realizada a temperaturas relativamente bajas y en presencia de una cantidad relativamente pequeña de catalizador de platino y a sobrepresión relativamente bajas. Las cantidades de hidrógeno y de catalizador empleadas, y la temperatura, la presión y el tiempo de reacción, se hallan relacionadas, para hidrogenar

5. con preferencia todo o casi todo el material de partida al estado de halo-alcohol deseado y/o su hidrato. La reacción parece que se desarrolla de acuerdo con la ecuación siguiente.
- 10.



15. El aparato empleado puede ser un autoclave de construcción y funcionamiento sencillos, por ejemplo de acero inoxidable, níquel o metal Monel, y dotado de una abertura preparada para la carga del material de partida y la descarga del producto de reacción-, y de facilidades para la agitación, y de una válvula de ventilación controlada, provisto de almacenamiento apropiado para hidrógeno a presión y con dispositivos de tubos y válvulas para permitir que el hidrógeno gaseoso se introduzca a sobrepresión
20. en el interior del autoclave durante la reacción.
- 25.

El catalizador empleado, con preferencia, es el conocido catalizador llamado platino Adams. Este catalizador y los métodos para su preparación, se describen detalladamente en las páginas 463 a 470 de

281248



"Organic Syntheses, Collected Vol. 1" por Gilman y Harris, John Wiley & Sons, Inc., Nueva York 1.946.

En resumen, el catalizador se obtiene por fundición de nitrato sódico y ácido cloroplatínico. El cataliza-

5. dor, antes de emplearse, es un material castaño, muy granuloso, que se considera tener por fórmula $PtO_2 \cdot H_2O$, (óxido platínico). En la práctica corriente, y como en este caso se prefiere, al principio de la reacción, el catalizador se carga en esta forma.
10. Durante la reacción, en presencia de hidrógeno, el material se convierte más o menos en negro de platino, o sea platino metálico.

Así, pues, el material activo se cita como catalizador de óxido de platino-negro de platino.

15. Después de uso prolongado, el catalizador puede reactivarse o reconstituirse, como se describe en la publicación citada.

Como ya se indicó, la concentración preferida del catalizador, (sobre la base del peso de la halo-acetona cargada) es de 0,25 a 5 %. Las concentraciones más elevadas no dan lugar a un aumento acusado de rendimiento, y corrientemente la concentración del catalizador será del orden de 0,5 a 3 %, especialmente alrededor de 1 - 2 %.

20. La presión del hidrógeno utilizado será comunmente de 4,2 - 10,5 kg/cm² (todas las presiones son manométricas). Aunque las presiones máximas no parecen ser especialmente taxativas, las presiones superiores a 10,5 kg/cm² aproximadamente, no parecen tener resultados dignos de mención. La presión mínima
- 25.
- 30.

281248



preferida de 4,2 kg/cm² aproximadamente, se halla sometida a la condición de que el material de partida y los productos han de mantenerse en la fase líquida.

Se comprenderá que la presión en la zona de reacción

5. se mantiene por la presión a que se suministra el hidrógeno a la misma; la presión del hidrógeno, se mantiene con preferencia hasta que prácticamente, no se absorbe ya este cuerpo.

Aunque con objeto de proporcionar un

10. buen rendimiento y de reducir la descomposición del producto, la temperatura no se deja que rebase los 100° C, la reacción prosigue acusadamente a temperaturas que pueden ser tan bajas como 10° C. Una ventaja de aplicación proporcionada por este invento,
15. es que la reacción puede realizarse con conversiones y rendimientos adecuadamente buenos, a temperaturas ambientes, aproximadamente (20°C) o ligeramente superiores.

Así, el material orgánico de partida puede

20. cargarse en el autoclave a la temperatura ambiente, y al introducir el hidrógeno sometido a presión, la reacción prosigue sin aplicación de calor exterior. La reacción es suavemente exotérmica, y durante, por ejemplo, las primeras tercera o cuarta parte del período de reacción de una masa dada, la temperatura
25. puede elevarse en 5 a 15° C aproximadamente.

Dado que el punto de ebullición de la tetrafluordicloroacetona es de unos 44° C a la presión atmosférica, y el de los productos deseados está comprendido entre 103 y 112° C, y teniendo en cuenta que

30.



de no aplicarse calor exterior, la temperatura no ascenderá corrientemente de los 40° C, no se tropieza con dificultades para mantener el material de partida y los productos en la fase líquida. Así, aún

5. cuando la presión mínima preferida de 4,2 kg/cm² sea la empleada, la reacción puede acelerarse por aplicación de calor externo, si se desea, sin vaporizar ni aún el material de partida.

El tiempo de reacción, es muy variable y puede ser desde 1 a 24 horas, dependiendo finalmente de las demás variables. Teniendo esto en cuenta, dentro de los límites descritos, los aumentos de concentración de catalizador, temperatura, y presión, el grado de reacción y la selección de las mejores condiciones de operación con respecto a todas las variables implicadas, pueden determinarse por operaciones de ensayo.

- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- Al final de la reacción, el autoclave puede ventilarse a través de un purgador de hielo seco, para retener cualquier material de partida residual o productos de reacción vaporizados, y el efluente gaseoso del purgador, puede hacerse pasar a través de un purificador de agua, para facilitar la determinación de la cantidad de cloruro de hidrógeno formada durante la reacción. Después de la ventilación, el contenido del recipiente de reacción puede filtrarse para eliminar el catalizador sólido. El producto bruto filtrado resultante, comprende principalmente los productos deseados y toda la halo-acetona sin reaccionar, y no contiene cantidades apreciables

281248



de otros compuestos. Este material bruto, es un líquido incoloro que hierve desde alrededor de 45° C hasta algo más de 112° C.

- De los dos productos, el halo-alcohol
5. anhidro se comprueba que es un líquido incoloro que hierve a unos 111° - 112°C, y el monohidrato es un líquido incoloro que hierve a 104° - 106° C aproximadamente. Estos productos pueden recuperarse o separarse del producto bruto, por destilación fraccionada, por ejemplo a una presión prácticamente igual a la atmosférica, en condiciones de separar una fracción previa que hierva prácticamente entre 45° C y 103 - 104° C. Esta fracción previa, comprende material de partida sin reaccionar y, posiblemente,
 10. una pequeña cantidad de hidrato del alcohol. La destilación puede continuarse luego para recuperar o separar como condensado una fracción que hierva prácticamente de 103 - 104° C a 112 - 113° C aproximadamente. Esta fracción constituye una mezcla de
 15. $\text{C}_2\text{H}_5\text{O} \cdot \text{CH}(\text{OH}) \cdot \text{C}_2\text{H}_5$ y su monohidrato, en proporciones aproximadamente iguales. Si se desea la recuperación separada del hidrato, puede realizarse por una destilación ulterior.
 20. Se ha comprobado que todo el halo-alcohol
 25. producto puede recuperarse de la fracción de 103 - 104° C a 112 - 113° C, en forma de $\text{C}_2\text{H}_5\text{O} \cdot \text{CH}(\text{OH}) \cdot \text{C}_2\text{H}_5$, anhidro, por redestilación de dicha fracción en presencia de un agente deshidratante adecuado. Por ejemplo, puede añadirse ácido sulfúrico de 96 %, directamente a la
 30. fracción, antes de la destilación; la cantidad de

3 OCT. 19



281248

ácido es volumétrica, alrededor de la mitad del contenido de hidrato de la mezcla. De esta destilación, puede obtenerse una fracción de punto de ebullición 111 - 112° C aproximadamente, que es el

5. $\text{CCLF}_2 \cdot \text{CH}(\text{OH}) \cdot \text{CCLF}_2$, anhidro, y que está constituida por todo el $\text{CCLF}_2 \cdot \text{CH}(\text{OH}) \cdot \text{CCLF}_2$ componente de la fracción, presente o no primitivamente, al estado de monohidrato.

10. En los ejemplos siguientes, salvo indicación en contra, las partes son ponderales. "Conversión" significa el porcentaje en peso de material orgánico de partida que haya reaccionado y "rendimiento" el porcentaje en peso de material de partida reaccionado que se ha transformado en productos deseados.
15. Las presiones indicadas están en kg/cm² manométricos.

EJEMPLO 1.

=====

20. El catalizador empleado era un catalizador Adams, constituido prácticamente tal como se describe en las paginas 463 y 464 de la publicación citada.

25. En resumen, se fundieron 70 partes de una solución al 5 % de cloruro platínico y 35 partes de nitrato sódico, a unos 530 - 540° C. Después de unos 30 minutos de calefacción, la masa se enfrió y se añadió agua para arrastrar por lavado las sales solubles.

30. Se obtuvieron alrededor de 1,5 partes de material catalizador sólido, y el catalizador inicialmente cargado a la reacción se hallaba en forma de

3 OCT. 1943



284248

Pto .H O.

2 2

- Se cargaron en un autoclave de acero, aproximadamente a la temperatura ambiente, 100 partes de tetrafluorodichloroacetona-sim y una parte de catalizador. Después de un período de unas 8 horas durante el cual la vasija de reacción se agitó continuamente, se introdujo de modo continuo hidrógeno en el reactor para mantener en éste la presión de 5,6 a 7 kg/cm². Durante aproximadamente las dos primeras horas, la temperatura en el reactor ascendió alrededor de 10² C. Después de unas 8 horas en total, el autoclave se abrió a la atmósfera a través de un registro de acetona-hielo seco y los gases no condensados se lavaron con agua. No se observaron productos de bajo punto de ebullición, y el agua de lavado contenía solo trazas de ión cloruro. El líquido del autoclave se filtró para separar el catalizador, y se obtuvieron 93 partes de producto bruto. Este material bruto, se destiló prácticamente a la presión atmosférica, y después de separar la fracción previa de alrededor de 10,5 partes de punto de ebullición de 104² C aproximadamente, se obtuvieron alrededor de 77 partes de condensado de un punto de ebullición comprendido entre 104 y 112² C, y alrededor de 6 partes de residuo de punto de ebullición superior a 112²C. La fracción de 104 - 112² C, contenía alrededor de 24 partes de productos de punto de ebullición del orden de 104 - 106² C, y unas 29 partes de punto de ebullición 111-112² C. La conversión era de unos 89,5 %.
5. Durante el cual la vasija de reacción se agitó continuamente, se introdujo de modo continuo hidrógeno en el reactor para mantener en éste la presión de 5,6 a 7 kg/cm². Durante aproximadamente las dos primeras horas, la temperatura en el reactor ascendió alrededor de 10² C. Después de unas 8 horas en total, el autoclave se abrió a la atmósfera a través de un registro de acetona-hielo seco y los gases no condensados se lavaron con agua. No se observaron productos de bajo punto de ebullición, y el agua de lavado contenía solo trazas de ión cloruro. El líquido del autoclave se filtró para separar el catalizador, y se obtuvieron 93 partes de producto bruto. Este material bruto, se destiló prácticamente a la presión atmosférica, y después de separar la fracción previa de alrededor de 10,5 partes de punto de ebullición de 104² C aproximadamente, se obtuvieron alrededor de 77 partes de condensado de un punto de ebullición comprendido entre 104 y 112² C, y alrededor de 6 partes de residuo de punto de ebullición superior a 112²C. La fracción de 104 - 112² C, contenía alrededor de 24 partes de productos de punto de ebullición del orden de 104 - 106² C, y unas 29 partes de punto de ebullición 111-112² C. La conversión era de unos 89,5 %.
10. Después de unas 8 horas en total, el autoclave se abrió a la atmósfera a través de un registro de acetona-hielo seco y los gases no condensados se lavaron con agua. No se observaron productos de bajo punto de ebullición, y el agua de lavado contenía solo trazas de ión cloruro. El líquido del autoclave se filtró para separar el catalizador, y se obtuvieron 93 partes de producto bruto. Este material bruto, se destiló prácticamente a la presión atmosférica, y después de separar la fracción previa de alrededor de 10,5 partes de punto de ebullición de 104² C aproximadamente, se obtuvieron alrededor de 77 partes de condensado de un punto de ebullición comprendido entre 104 y 112² C, y alrededor de 6 partes de residuo de punto de ebullición superior a 112²C. La fracción de 104 - 112² C, contenía alrededor de 24 partes de productos de punto de ebullición del orden de 104 - 106² C, y unas 29 partes de punto de ebullición 111-112² C. La conversión era de unos 89,5 %.
15. El líquido del autoclave se filtró para separar el catalizador, y se obtuvieron 93 partes de producto bruto. Este material bruto, se destiló prácticamente a la presión atmosférica, y después de separar la fracción previa de alrededor de 10,5 partes de punto de ebullición de 104² C aproximadamente, se obtuvieron alrededor de 77 partes de condensado de un punto de ebullición comprendido entre 104 y 112² C, y alrededor de 6 partes de residuo de punto de ebullición superior a 112²C. La fracción de 104 - 112² C, contenía alrededor de 24 partes de productos de punto de ebullición del orden de 104 - 106² C, y unas 29 partes de punto de ebullición 111-112² C. La conversión era de unos 89,5 %.
20. Después de separar la fracción previa de alrededor de 10,5 partes de punto de ebullición de 104² C aproximadamente, se obtuvieron alrededor de 77 partes de condensado de un punto de ebullición comprendido entre 104 y 112² C, y alrededor de 6 partes de residuo de punto de ebullición superior a 112²C. La fracción de 104 - 112² C, contenía alrededor de 24 partes de productos de punto de ebullición del orden de 104 - 106² C, y unas 29 partes de punto de ebullición 111-112² C. La conversión era de unos 89,5 %.
25. La fracción de 104 - 112² C, contenía alrededor de 24 partes de productos de punto de ebullición del orden de 104 - 106² C, y unas 29 partes de punto de ebullición 111-112² C. La conversión era de unos 89,5 %.
30. El análisis, incluso los espectogramas infra-rojos,



281248

que acusaron la presencia de grupos alcohol e hidrato y la desaparición del grupo keto, demostró que las 77 partes de material de punto de ebullición del orden de 104 - 112° C, eran una mezcla de tetrafluorodiodicloroisopropanol-sim y su monohidrato.

5.

El rendimiento de la mezcla del halo-isopropanol y su hidrato, fué de un 86 %. Las 77 partes del halo-isopropanol y su hidrato, se redestilaron en presencia de 50 partes de ácido sulfúrico al 96 %. El hidrato se convirtió en el material anhidro, y se obtuvieron como condensado, unas 70 partes de un líquido incoloro de olor picante, y de punto de ebullición 111 - 112° C aproximadamente, que se identificó, por análisis como se ha indicado, como prácticamente el tetrafluorodiodicloroisopropanol anhidro.

10.

15.

El rendimiento del producto anhidro fué de 78 % aproximadamente. La mezcla de punto de ebullición 104 - 112° C, era soluble en agua, por agitación. Las fracciones de puntos de ebullición 104-106° C y 111 - 112° C, separadas, obtenidas de mezclas prácticamente iguales a la anterior, se identificaron por análisis, comprendiendo análisis infrarojos y la conversión a acetato y uretano, como

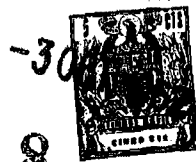
20.

25.

$\text{CF}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CF}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ y $\text{CF}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CF}_2$, respectivamente. El análisis elemental de la fracción de puntos de ebullición 111- 112°, dió F = 36,3 %, Cl = 35,3 % (calculado al estado de $\text{CF}_2\text{CHCH}_2\text{CF}_2$, F = 37,8 %, Cl = 33,8 %); la fracción 104 - 106° C

30.

dió, F = 34,7 %, Cl = 32,6 % (calculado para $\text{CF}_2\text{CH}_2\text{OH}$).



281248

CF Cl. H O, F = 34,7 %, Cl = 32,4 %).

$\frac{2}{2}$

EJEMPLO 2.

=====

5. El catalizador empleado era un catalizador Adams comercialmente disponible y se cargó inicialmente a la reacción en forma del sólido pardo PtO H O.

$\frac{2}{2}$

10. Se cargaron en un autoclave de aceto alrededor de 500 partes de tetrafluorodichloroacetona y 5 partes del catalizador, a una temperatura inicial de unos 28° C. El tiempo de reacción fué de unas 8 horas y el reactor se agitó continuamente. Se introdujo hidrógeno continuamente en el reactor para mantener en su interior una presión de unos 5,8 kg/cm². Después de unos 10 minutos la temperatura

15. en el reactor ascendió a unos 36° C, y en 2 horas se alcanzó una temperatura máxima de 38°.

20. El autoclave se ventiló después de 8 horas a través de un registro enfriado con acetona y hielo seco, y los gases sin condensar se comprobó que contenían 0,098 mol de cloruro. El licor del autoclave se filtró para separar el catalizador, y se obtuvieron 429 partes de producto bruto.

25. Este material bruto se destiló prácticamente a la presión atmosférica y después de separar una fracción previa de unas 55 partes de puntos de ebullición 103 - 104° C, se obtuvieron unas 336 partes de condensado de punto de ebullición comprendido entre 104 y 112° C, aproximadamente, y unas 32 partes de residuo de punto de ebullición superior a 112°C

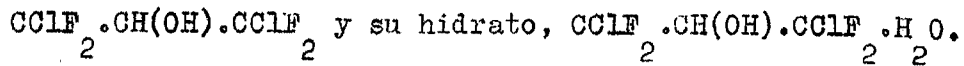
30. aproximadamente. La conversión fué de un 80 %. El

-30 OCT. 19



281248

análisis como en el ejemplo 1, acusó que las 336 partes de material de punto de ebullición del orden de 104 a 112° C era una mezcla de



- 5. El rendimiento combinado del alcohol y su hidrato fué de un 67 %. Las 336 partes del halo-isopropanol y su hidrato, se redestilaron en presencia de unas 150 partes de ácido sulfúrico de 96 % y se obtuvieron como condensado unas 310 partes de líquido incoloro que
- 10. hervía entre 111 y 112° C, material que por el análisis infra-rojo y otros como se ha descrito se demostró que era prácticamente $CCLF_2 \cdot CH(OH) \cdot CCLF_2$. El rendimiento de producto anhidro fué de un 77 %.

EJEMPLO 3.
=====

- 15. El catalizador empleado fué una nueva cantidad del catalizador del ejemplo 2. Se cargaron en el autoclave 250 partes de $CCLF_2 \cdot CO \cdot CCLF_2$ y 5 partes de catalizador, realizándose la operación por lo demás igual que en el ejemplo 2. Al filtrar el líquido
- 20. del autoclave se obtuvieron 205 partes de producto bruto que se destiló prácticamente a la presión atmosférica, y, después de separar una fracción previa de unas 13 partes de punto de ebullición 103° C aproximadamente, se obtuvieron unas 186 partes de
- 25. condensado de punto de ebullición 103 - 112° C y alrededor de 33 partes de residuo de punto de ebullición superior a 112° C. La conversión fué de 95 % aproximadamente. El análisis como anteriormente, demostró que las 186 partes de material de punto de ebullición 103 - 112° C era una mezcla de tetrafluordi-
- 30.



281248

cloroisopropanol y su hidrato.

En rendimiento de alcohol e hidrato fué un 78 %.

EJEMPLO 4.

=====

5. Se disolvió en agua regia una cantidad de material catalítico más o menos agotado y mas o menos negro, de operaciones anteriores, y la solución resultante se sometió a filtración; el residuo obtenido al evaporar el filtrado, se fundió a 500 - 520°C
10. con nitrato sódico. El producto de fusión se enfrió se lavó con agua y se secó. Se cargaron en un autoclave a una temperatura de unos 30° C, 4 partes del catalizador $\text{PtO} \cdot \text{H}_2\text{O}$ reconstituído, y 400 partes de $\text{CClF}_2 \cdot \text{CO} \cdot \text{CClF}_2$. El tiempo de reacción fué de una hora aproximadamente; la temperatura ascendió a
15. unos 37° C y la presión se conservó a unos 6 kg/cm². La operación, por lo demás fué prácticamente igual que en el ejemplo 2. Por filtración del líquido del autoclave, se obtuvieron 20 partes de producto bruto
20. que se destiló prácticamente a la presión atmosférica y, después de separar la fracción previa de unas 141 partes de punto de ebullición alrededor de 103°C, se obtuvieron como condensado y residuo y depósito
25. alrededor de 175 partes de líquido de punto de ebullición prácticamente 103° C hasta un poco más de 112° C. La conversión fué de un 64 %.

El análisis comprobó que las 175 partes de material de punto de ebullición comprendido entre 103 y 112° C era una mezcla de $\text{CClF}_2 \cdot \text{CH}(\text{OH}) \cdot \text{CClF}_2$ y

281248



su monohidrato. El rendimiento de la mezcla de halo-isopropanol y su hidrato, fué de 68 % aproximadamente.

- En ensayos tales como los de los ejemplos 3 y 4, y en otros ensayos similares, en casos en los que el halo-isopropanol y su hidrato se redestilaron en presencia de ácido sulfúrico como se ha descrito, se obtuvieron rendimientos de $\text{CCLF}_2 \cdot \text{CH}(\text{OH}) \cdot \text{CCLF}_2$, anhidro, del orden de 60 - 80 %.
10. El tetrafluordicloroisopropanol-sim, descrito es un intermediario muy satisfactorio para usarse, por ejemplo, en la fabricación de lubricantes estéricos. Como ilustración, el alcohol puede hacerse reaccionar con cloruro de ftalilo, para formar el diester ftalato del alcohol, prácticamente como sigue.
- 15.

E j e m p l o - A.

- A 300 g. (1,49 moles) del alcohol diclorotetrafluorisopropílico descrito, se añaden lentamente durante un período de unas 2 horas, 139 g. (0,68 mol) de cloruro de ftalilo. La mezcla se agita a la temperatura ambiente durante unas 2 horas y se calienta, sometida a reflujo total durante 9,5 horas. El cloruro de hidrógeno desprendido (1,2 moles) se recoge en un registro de agua. La mezcla de reacción se vierte en agua helada y se extrae con éter. Los extractos etéreos se lavan con solución diluída de carbonato sódico y se secan sobre sulfato sódico. Por destilación a una presión del orden de 3 - 5 mm, se obtienen unos 200 g. de un condensado bruto que
- 20.
- 25.

30 OCT 1961



281248

5. hierve a 136 a 151° C. El condensado bruto se re-
destila a una presión de unos 6 mm. y se obtiene
una fracción intermedia prácticamente pura que as-
ciende a unos 95 g. y tiene (corregido) un punto de
ebullición de 169,5° C/6mm. aproximadamente y de
327,5° C/760 mm. El producto se identifica como
ftalato de bis-(dicloro-tetrafluoroisopropilo).

Análisis.

10. Calculado para C H O Cl F - C, 31,6%; H, 1,14%; F, 28,6%;
14 6 4 4 8 Cl, 26,7%
Encontrado C, 31,3%; H, 1,32%; F, 30,8%;
Cl, 26,2 %.

15. Los análisis comparativos Shell de cuatro
bolas, del diester ftalato, demuestran que los diá-
metros de las improntas de desgaste para el diester,
a 4, 10 y 40 kg. son de la dimensión corriente para
lubricantes estéricos.

N O T A
=====

20. Descrita suficientemente la naturaleza del
invento, así como la manera de realizarlo en la prác-
tica debe hacerse constar que las disposiciones ante-
riormente indicadas son susceptibles de modificacio-
nes de detalle en^l cuanto no alteren su principio fun-
damental. También se hace constar que este invento
25. se refiere a una solicitud de Patente presentada en
EE. UU. de América, con el número 142.784, y fecha de
4 de octubre de 1.961, acogiéndose por lo tanto a los
beneficios que conceden los Convenios Internacionales
en vigor y siendo lo que constituye la esencia del re-

-3 OCT-



281248

281248

ferido invento, y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España : " PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE TETRAFLUORDICLOROIDOPROPANOL-SIM Y SU MONOHIDRATO "; caracterizándose por lo siguiente.

5. 1ª.- Procedimiento de obtención de tetrafluordicloroisopropanol-sim y su monohidrato, caracterizado por hidrogenarse tetrafluordicloroacetona-sim a una temperatura no superior a 100° C en presencia de un catalizador de platino y sometida a una sobrepresión, suficiente para mantener en la fase líquida el material de partida y el producto.
10. 2ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque la hidrogenación se realiza a una temperatura de 20° a 100° C, con preferencia de 20° a 40° C.
15. 3ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª o 2ª, caracterizado porque la hidrogenación se lleva a cabo bajo una presión de hidrógeno de 2,1 a 17,5 kg/cm².
20. 4ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª a 3ª, caracterizado porque la hidrogenación se realiza en presencia de un catalizador Adams.
25. 5ª.- Procedimiento, según lo especificado en las reivindicaciones 1ª a 4ª, caracterizado porque la hidrogenación se realiza en presencia de 0,25 a 5 %, en peso de la tetrafluordicloro acetona, del catalizador de platino.
30. 6ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 5ª, caracterizado porque la

-3007



281248

hidrogenación se realiza en presencia de 0,5 a 3 % de catalizador, bajo una presión de hidrógeno de 4,2 a 10,5 kg/cm².

- 7^a.- Procedimiento de obtención de tetrafluordicloroisopropanol-sim y su monohidrato,
5. según lo especificado en las reivindicaciones 1^a a 6^a, caracterizado porque el producto de reacción se destila fraccionadamente para obtener una fracción de punto de ebullición 103 - 113^o C y constituida esencialmente por tetrafluordicloroisopropanol-sim, y su monohidrato.
- 10.

- 8^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 7^a, caracterizado porque dicha fracción se destila de nuevo fraccionadamente, para obtener una fracción de punto de ebullición 104 - 106^o C constituida esencialmente por monohidrato de tetrafluordicloroisopropanol-sim.
- 15.

- 9^a.- Procedimiento de obtención de tetrafluordicloroisopropanol-sim y su monohidrato, según lo especificado en la reivindicación 7^a, caracterizado porque la fracción citada se repara por destilación, de un agente deshidratante, especialmente ácido sulfúrico, para obtener un producto constituido esencialmente por tetrafluordicloroisopropanol-sim.
- 20.
- 25.

10^a.- " Procedimiento de obtención de tetrafluordicloroisopropanol-sim y su monohidrato"; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

- 18 -

-30 OCT.



281248

Esta Memoria consta de dieciocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, -30 OCT. 1962

ALLIED CHEMICAL CORPORATION.

J. GOMEZ ACEBO Y MODET