

PATENTE DE INVENCION



I.C.I. Case No. MD/PH.18011.

321 314

*Memoria Descriptiva*  
*sobre*

" Procedimiento de purificación de halotano".

=====

*Solicitante:* IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED,  
entidad inglesa, residente en: Imperial Chemical House,  
Millbank, Londres, S.W.1., Inglaterra.

=====

Esta invención se relaciona con un procedimiento de purificación y más particularmente con un procedimiento de purificación de 2,2,2-trifluoro-1-cloro-1-bromoetano, al que en adelante se hará referencia por halotano.

5.



El halotano es un valioso anesté-

sico inhalable empleado para la producción de anestesia en el hombre y los animales. Sin embargo, según sea la manera de fabricación del halotano, esto puede contener pequeñas cantidades de ciertas impurezas, siendo un objeto de la presente invención eliminar tales impurezas.

5.

De acuerdo con la presente invención, proporcionamos un procedimiento de purificación de halotano impuro que contenga como impureza por lo

10.

menos un compuesto de fórmula  $CF_3.CX=CY.CF_3$ , en la que X representa hidrógeno, bromo o cloro e Y representa bromo o cloro y/o por lo menos un compuesto de fórmula  $CF_2=CClZ$ , en la que Z es hidrógeno, bromo, cloro o fluor, cuyo procedimiento comprende el íntimo contacto de dicho halotano impuro en fase líquida con un permanganato metálico, y la recuperación del halotano purificado.

15.

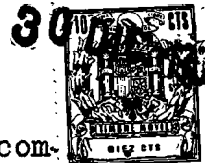
Se comprenderá que cualquier compuesto de la fórmula anteriormente indicada  $CF_3.CX=CY.CF_3$  puede encontrarse presente como impureza en forma de un cis-isómero o un trans-isómero o una mezcla de ellos.

20.

El tratamiento con permanganato puede efectuarse empleando disolventes acuosos o no acuosos, particularmente disolventes orgánicos (por ejemplo acetona) o mezclas de tales disolventes, que no sean apreciablemente atacados por el permanganato. El uso de disolventes orgánicos puede incrementar el grado de ataque sobre las

25.

30.



impurezas en el halotano, pero también puede complicar el subsiguiente aislamiento del halotano purificado, de manera que es generalmente preferible usar el permanganato en forma de una solución acuosa.

5.

Las proporciones relativas de halotano y solución acuosa pueden variarse considerablemente y las proporciones óptimas en cualesquiera circunstancias particulares dependerán de factores

10.

tales como la minuciosidad del mezclado, las particulares impurezas presentes y las cantidades de éstas que hayan de separarse, así como la temperaturas del tratamiento. Unas proporciones adecuadas son del orden de 1:5 a 5:1 en volumen, aunque pueden emplearse proporciones situadas fuera

15.

de estos niveles, si se desea. Ordinariamente resultan adecuadas y convenientes unas proporciones de 1:1 aproximadamente, es decir unos volúmenes aproximadamente iguales de halotano y solución acuosa.

20.

El permanganato puede ser en particular un permanganato alcalino o alcalino-térreo y la solución del permanganato puede ser ácida, neutra o alcalina, De estas últimas, es preferible

25.

una solución neutra o alcalina. Si la solución ha de ser alcalina, esta puede conseguirse del modo más conveniente mediante adición de un hidróxido alcalino, aunque pueden emplearse otras bases si se desea, por ejemplo hidróxidos alcalino-térreos o amoníaco.

30.

Si la solución ha de ser ácida,

esta puede conseguirse convenientemente mediante adición de ácido sulfúrico, por ejemplo.

30



- Pueden obtenerse resultados útiles cuando se emplea hasta un 10% en peso en la fase acuosa de hidróxido sódico o hidróxido potásico, si bien pueden emplearse concentraciones superiores a ésta, si se desea. Sin embargo, son preferibles proporciones inferiores más bien que superiores al 10% en peso de hidróxido sódico o hidróxido potásico, siendo particularmente preferido emplear concentraciones de hasta un 2% en peso de tales hidróxidos, por ejemplo del 0,1 al 2% en peso de hidróxido sódico, en fase acuosa.
- 5.
- 10.

- Los permanganatos sódico y potásico son permanganatos metálicos particularmente útiles a emplear en el procedimiento de la invención. Pueden obtenerse resultados útiles con varias concentraciones de permanganato en fase acuosa. Por ejemplo, se obtienen buenos resultados cuando se emplea una solución sustancialmente saturada de permanganato potásico en fase acuosa, es decir 60 gramos por litro de permanganato potásico, aproximadamente, a temperatura ambiente.
- 15.
- 20.

- Preferiblemente, el halotano impuro se agita vigorosamente con la solución acuosa del permanganato. Así, en un método adecuado, el halotano impuro se agita vigorosamente con una solución acuosa del permanganato a una temperatura que varíe entre 0°C y el punto de ebullición de la mezcla, por ejemplo a temperatura ambiente, se interrumpe la
- 25.
- 30.

321314

30016



agitación y se deja separar la mezcla en dos capas distintas, destilándose fraccionalmente la capa inferior de halotano.

- 5. El procedimiento puede llevarse a cabo de manera intermitente o continua. El presente procedimiento puede emplearse también conjuntamente con otro procedimiento de purificación, por ejemplo los basados en la destilación fraccional, que puede llevarse a cabo antes o después del presente procedimiento.
- 10. cedimiento.

El siguiente ejemplo ilustra la invención, pero sin limitarla, Todas las partes son en peso.

**EJEMPLO**

=====

15.

La siguiente tabla ilustra la eliminación de varias impurezas del halotano bajo una serie de condiciones en las que aquel fué vigorosamente agitado con una solución acuosa de permanganato.

20. Algunas de las impurezas se añadieron deliberadamente y a veces en cantidades grandes, a fin de ilustrar la eficacia del procedimiento. El halotano purificado fué analizado por cromatografía gaseosa/líquida. Las impurezas fueron :

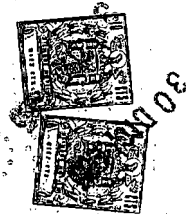


- A. 2-cloro-1,1,1,4,4,4-hexafluor-buteno-2. (trans).
- B. 2-cloro-1,1,1,4,4,4-hexafluor-buteno-2. (cis).
- C. 2-bromo-1,1,1,4,4,4-hexafluor-buteno-2. (trans).
- D. 2,3-dicloro-1,1,1,4,4,4-hexafluor-buteno-2. (cis).
- 5. E. 2,3-dicloro-1,1,1,4,4,4-hexafluor-buteno-2. (trans).
- F. 1-cloro-1-bromo-2,2-difluor-etileno.
- G. 1-cloro-2,2-difluor-etileno.

321314

7 (B)

HAIOFANO		SOLUCION DE PERMANGANATO				Temperatura	Tiempo horas.	Total de impurezas restantes, ppm.
Partes	Impurezas presentes	Permanganato Cation	Partes de agua	Aditivo Compuesto partes				
1	100	50 p.p.m. C	5	50	Ninguno	22	2	<5
2	145	95 p.p.m. C	4.5	75	NaOH	0	1.5	<5
3	190	35 p.p.m. A 190 p.p.m. C	3	100	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	48	3	<5
4	200	60 p.p.m. A 95 p.p.m. C	3	100	NH <sub>3</sub>	23	2.5	<5
5	200	60 p.p.m. A 95 p.p.m. C	4	100	Ba(OH) <sub>2</sub>	22	2.5	<5
6	100	60 p.p.m. A 95 p.p.m. C	5	108	KOH	50	1	<5
7	8000	110 p.p.m. A 185 p.p.m. C	255	4250	NaOH	20	1	<5
8	200	160 p.p.m. A 170 p.p.m. C 210 p.p.m. D 150 p.p.m. E	3	54	NaOH	21	8	<5
9	200	100 p.p.m. A 170 p.p.m. C 210 p.p.m. D 150 p.p.m. E	4	108	NaOH	21	7	<5
10	589000	120 p.p.m. A 130 p.p.m. C 220 p.p.m. D 110 p.p.m. E	14000	300000	NaOH	27	5.5	<10
11	200	75 p.p.m. G	4	100	NaOH	22	0.25	<5
12	100	65 p.p.m. F	1.5	27	NaOH	21	0.75	<5
13	100	70 p.p.m. A 375 p.p.m. C 725 p.p.m. D 620 p.p.m. E 25 p.p.m. F	10	100	NaOH	50	5	<5
14	589000	205 p.p.m. A 70 p.p.m. B 125 p.p.m. C 75 p.p.m. F	12315	300000	NaOH	22	2	<5



N O T A

321314

30 DIC. 1964



- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento se refiere a una Solicitud de Patente, presentada en Gran Bretaña, con el número: 55/65, de fecha, 1 de enero de 1.964, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre : " PROCEDIMIENTO DE PURIFICACION DE HALOTANO "; caracterizándose por lo siguiente :

- 1ª.- Procedimiento de purificación de halotano que contiene como impureza por lo menos un compuesto de fórmula  $CF_3.CX=CY.CF_3$ , en la que X representa hidrógeno, bromo o cloro e Y representa bromo o cloro, y/o por lo menos un compuesto de fórmula  $CF_2=CClZ$ , en la que Z es hidrógeno, bromo, cloro o fluor, caracterizado porque comprende el contacto íntimo del citado halotano impuro en fase líquida con un permanganato metálico y la recuperación del halotano purificado.

- 2ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, en el que se emplea una solución acuosa del permanganato metálico.

321314

3ª.- Procedimiento, según la reivindicación 2ª, en el que la solución es neutra o alcalina.



5. 4ª.- Procedimiento, según la reivindicación 3ª, en el que se encuentra presente en la fase acuosa hasta un 10% en peso de hidróxido sódico o potásico.

10. 5ª.- Procedimiento, según la reivindicación 4ª, en el que se encuentra presente en la fase acuosa hasta un 2% en peso de hidróxido sódico o potásico.

15. 6ª.- Procedimiento, según cualquiera de las anteriores reivindicaciones en el que se emplea permanganato sódico o potásico como permanganato metálico.

20. 7ª.- Procedimiento, según la reivindicación 6ª, en el que se emplea en la fase acuosa una solución sustancialmente saturada de permanganato potásico.

20. 8ª.- Procedimiento, según cualquiera de las anteriores reivindicaciones en el que el proceso de purificación se efectúa a temperatura ambiente.

25. 9ª.- Procedimiento, según cualquiera de las anteriores reivindicaciones 2ª a 8ª, en el que las proporciones relativas entre halotano y solución acuosa de permanganato son del orden de 1:5 a 5:1 en volúmen.

30. 10ª.- Procedimiento, según cualquiera de las anteriores reivindicaciones 1ª a 9ª, que com-

321314

30 DIC



prende la vigorosa agitación del halotano impuro con una solución alcalina acuosa de permanganato a una temperatura que oscila entre 0°C y el punto de ebullición de la mezcla, por ejemplo a temperatura ambiente, la interrupción de la agitación y la separación espontánea de la mezcla en dos capas distintas, y la destilación fraccional de la capa de halotano inferior.

10. 11ª.- " Procedimiento de purificación de halotano"; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

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

MADRID, 30 DIC 1935

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

J. GOMEZ AGUIRRE Y MODET  
 P. Firmado: F. Hernandez Ruiz