

353653

PATENTE DE INVENCION

=====

I.C.I. Case Nº MD.
20205/20206/20444/20445.

Memoria Descriptiva

sobre:



"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPOSICIONES DE
HIDROCARBURO HALOGENADO".

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

Este invento se refiere a un procedimiento de obtención de composiciones de hidrocarburo halogenado y a los usos de las mismas y, en particular, de composiciones que comprenden disolventes de fluoroclorohidrocarburo y al uso de tales composiciones para

5.



limpiar y secar artículos, como por ejemplo, maquinaria, instrumentos, y artículos metálicos, artículos de plástico y artículos de cristal en general.

- Es bien sabido que los hidrocarburos halogenados líquidos, especialmente los hidrocarburos alifáticos clorados, tienen la propiedad de disolver la grasa y los aceites, y que se pueden emplear para efectuar el desengrasado de metales y otros artículos.
5. Una de las mayores desventajas de los procedimientos de limpieza conocidos utilizando hidrocarburos clorados, como es el tri- o percloroetileno es que su valor es limitado en el tratamiento de artículos de plástico y de goma, y es bien conocido el procedimiento de limpiar tales materiales empleando disolvente de fluor
10. clorohidrocarburo que son más suaves que el tri- o percloroetileno y no dañan a los artículos de plástico y de goma.
- 15.

- También es bien sabido que los hidrocarburos alifáticos clorados especialmente el tricloroetileno y percloroetileno, se pueden utilizar para secar metal y otros artículos puesto que los disolventes hirvientes tienen la propiedad de eliminar agua de los artículos en forma de una mezcla en constante ebullición con el disolvente. El tricloroetileno y percloroetileno forman mezclas en ebullición constante con el agua; la de
20. tricloroetileno y agua contiene 13 partes en peso de tricloroetileno y una parte en peso de agua y la de percloroetileno y agua contiene 5 partes en peso de percloroetileno y 1 parte en peso de agua. En los procesos de secado empleando estos disolventes, se puede
- 25.
- 30.



- eliminar agua simplemente mediante destilación, puesto que la mezcla en ebullición constante hierve a una temperatura inferior al punto de ebullición del disolvente puro. Los vapores resultantes se condensan y se hace pasar el condensado a un separador de agua en el que se recupera el disolvente para volverse a emplear.
5. El método puede llevarse a cabo eficazmente en virtud del contenido apreciable de agua de la mezcla azeotrópica. No obstante, según se indicó anteriormente, estos disolventes clorados tienen un valor limitado para el tratamiento de artículos de plástico y de goma y sería ventajoso el que se pudieran utilizar en su lugar disolventes de fluorclorohidrocarburo.
10. Además, cuando se emplea tricloroetileno para secar artículos es necesario, en los tratamientos de secado o aclarado, emplear el disolvente a temperatura elevada, es decir, aproximadamente 87°C. Tales temperaturas son inapropiadas para el tratamiento de artículos provistos de recubrimientos como, por ejemplo, capas de cromato, y como es lógico supondría una ventaja el que se empleara en su lugar disolvente de fluorclorohidrocarburo de una temperatura inferior de ebullición.
15. La simple sustitución de los clorohidrocarburos por los fluorclorohidrocarburos en los procesos conocidos de limpieza da por resultado la eliminación de grasa y aceites de los artículos. No obstante, ninguno de estos disolventes, es decir, tri-, per-, fluo- roclorohidrocarburos tiene la propiedad de disolver contaminantes hidrosolubles por lo que se ha propuesto
20. 25. 30.



mejorar las propiedades de limpieza de los disolventes de fluorclorohidrocarburo empleando el disolvente mezclado con agua, pero una simple mezcla física del disolvente y agua no es eficaz como agente de limpieza.

5. Además, la simple sustitución por disolventes de fluorclorohidrocarburo en los procesos de secado conocidos descritos anteriormente no es aceptable en vista del bajo contenido de agua de la mezcla de ebullición constante que estos disolventes forman con el agua. Por ejemplo, la mezcla de punto de ebullición constante de 1,2,2-tricloro-1,1,2-trifluoretano y agua contiene solamente aproximadamente 1 parte en peso de agua por 100 partes en peso del disolvente. Así, el empleo de este disolvente en el proceso de secado conocido anteriormente descrito daría por resultado una lenta eliminación de agua de la superficie del disolvente de punto de ebullición constante y podría producirse la redeposición de agua sobre el artículo cuando se saca del baño de desecación. Aun cuando la mezcla de disolvente y agua se agite para deshacer la capa de agua, habrá agua presente en el sistema, no obstante, y es fácil que ocurra la redeposición de agua en el artículo. Esta dificultad no se encuentra empleando tri- o percloroetileno en virtud del apreciable contenido de agua de la mezcla resultante de punto de ebullición constante.

30. A pesar de todo, es conveniente emplear estos disolventes de fluorclorohidrocarburo, tanto para la limpieza, como para el secado de artículos y se ha propuesto, con el fin de hacerlos idóneos para estos



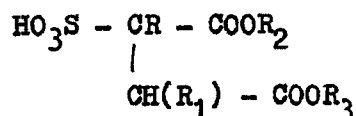
fines, modificar las propiedades de los disolventes para conferirlos la capacidad de absorber agua emulsionándola, por ejemplo.

Hemos descubierto ahora que se puede emul-

5. sionar agua en disolventes de fluorclorohidrocarburo para formar una emulsión de agua en aceite si se incorpora una sal de sodio, amonio o amina del derivado de ácido monosulfónico de un diéster de un ácido succí-
10. nico (comúnmente conocidas como sales de ésteres sulfosuccínicos), en el disolvente. Hemos descubierto que estas sales son eficaces para permitir que el agua se emulsione en disolventes de fluorclorohidrocarburo, mientras que la mayoría de los agentes tensoactivos iniónicos o aniónicos como, por ejemplo, la sal sódica de ácido dodecil benceno sulfónico, los ácidos sul-
15. fónicos de petróleo, sulfonatos de alquilnaftaleno, sales de ácidos grasos o condensados de alquilfenol óxido de alquileo, no poseen esta propiedad.

- Según el presente invento, proporcionamos
20. una composición que comprende disolvente de fluorclorohidrocarburo y una sal de sodio, amonio o amina del derivado de ácido monosulfónico de un diéster de un ácido succínico.

- Las sales que se pueden emplear son las sa-
25. les de sodio, amonio y amina de ácidos sulfónicos de fórmula:



en la que R y R₁ pueden ser iguales o diferentes y



- y cada uno representa un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo o arilo y R_2 y R_3 , que pueden ser iguales o diferentes, representan cada uno un grupo alquilo, cicloalifático, arilo, alcarilo o aralquilo que contiene de 7 a 12 átomos de carbono y que puede ser sustituido. Preferimos emplear las sales en las que R y R_1 representan cada uno un átomo de hidrógeno. Se han obtenido resultados particularmente buenos empleando sales de ácidos en los que cada uno de los grupos R_2 y R_3 es un grupo nonilo o un grupo octilo. Preferimos emplear una sal que sea soluble en el disolvente fluoroclorohidrocarburo.
- 5.
- 10.

- Se puede emplear una gran variedad de aminas para formar la sal del ácido sulfónico. Las aminas que se pueden emplear comprenden las alquilaminas primarias, secundarias y terciarias en las que cada grupo contiene hasta 3 átomos de carbono. Se citan como ejemplos de dichas aminas, la metilamina, etilamina, n-propilamina, di-(n-propil)amina y trietilamina. La isopropilamina es menos eficaz que las otras aminas primarias y las aminas cuaternarias y fenilaminas, como es la anilina, no son apropiadas y no se hallan incluidas dentro del término "sales de amina", según se emplea en esta memoria descriptiva. Se pueden emplear diaminas, como, por ejemplo, etilendiamina.
- 15.
- 20.
- 25.

- Otra clase de aminas que se pueden usar son los aminoalcoholes (o alcohol-aminas), particularmente las monoalquilaminas que contienen hasta 3 átomos de carbono como, por ejemplo, la monoetanolamina. Las sales de di- y tri-alcanolamina son en general insolubles
- 30.



y es preferible evitar su uso. Aún otras aminas que se pueden usar son las aminas cicloalifáticas como, por ejemplo, la ciclopropilamina y ciclohexilamina.

- Hemos descubierto que los compuestos heterocíclicos que contienen un átomo de nitrógeno como heteroátomos pueden utilizarse también, debiéndose entender que éstos se hallan comprendidos en el término "amina" según se emplea en esta memoria descriptiva. El compuesto puede contener otros heteroátomos además del átomo de nitrógeno. Son ejemplos de aminas apropiadas de este tipo la piridina, pirolidina, piperidina y morfolina.
- 5.
 - 10.

- Las soluciones de la sal en el disolvente tienen la propiedad de emulsionar agua y formar una emulsión de agua en aceite, dependiendo la cantidad de agua que se puede emulsionar de este modo de la cantidad de aditivo incorporado en el disolvente. Para cualquier concentración particular de sal en el disolvente, hay una cantidad máxima de agua que se puede emulsionar para formar una emulsión de agua en aceite, pero cualquier composición que contenga menos de este máximo tiene la propiedad de absorber y emulsionar más agua.
- 15.
 - 20.

- Las composiciones del invento que contienen agua, particularmente aquellas que contienen cantidades apreciables de agua como emulsiones de agua en aceite, son útiles como agentes de limpieza para artículos sumergidos en las mismas, particularmente para librar los artículos de la grasa y aceites, y también de contaminantes hidrosolubles.
- 25.

- 30.
- Según otra característica del invento pro-

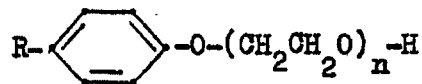


8 MAY 1960

porcionamos, por consiguiente, una composición que comprende un disolvente de fluorclorohidrocarburo, una sal de sodio, amonio o amina del derivado de ácido monosulfónico de un diéster de un ácido succí
 5. nico y agua.

Las composiciones del invento, tanto si con
 tienen agua, como si no, contienen preferentemente un agente tensioactivo iniónico además de la sal del áci
 10. do sulfónico. Los agentes tensioactivos iniónicos apro piados, comprenden, por ejemplo, condensados de alquil fenol/óxido de alquileo, particularmente los conden sados de alquilfenoles con óxido de etileno, de la fórmula:

15.



en la que R representa un grupo alquilo (especialmen
 te un grupo nonilo) y n tiene un valor medio superior
 a 5,5. Otros agentes tensioactivos iniónicos que se

20.

pueden emplear son los alcoholes grasos de cadena lar
 ga, especialmente el alcohol cetílico (C₁₆) y el al
 cohool estearílico (C₁₈) y las mezclas de los mismos.

Otros agentes iniónicos que se pueden emplear son los
 productos de condensación de alcoholes grasos con óxi

25.

dos de alquileo, por ejemplo, los productos de con
 densación de alcoholes cetílicos, oleílicos y alcho
 les grasos de coco con óxido de etileno. También se
 pueden utilizar condensados de óxido de etileno con

aminas grasas y amidas como, por ejemplo, condensados
 con monoetanolamida láurica o de coco, dietanolamida

30.



8 MAY 1968

- de coco y cocoamida. Con todos los condensados de óxido de etileno hemos descubierto que la eficacia del agente aumenta con el contenido de óxido de etileno del condensado. La proporción del agente inióni-
5. co no necesita ser más del doble del peso, pero normalmente menos del peso de la sal del ácido sulfónico. Las composiciones que contienen agua (bien añadida deliberadamente para formar una composición de limpieza o absorbida durante el secado de artículos
10. húmedos) son en forma de emulsiones, y el agente tensioactivo iniónico mejora notablemente la estabilidad de las emulsiones. Se ha de entender que las proporciones del agente tensioactivo iniónico dadas anteriormente sirven simplemente como guía general y
15. que la cantidad óptima es diferente para las distintas sales de los ácidos sulfónicos. La cantidad, es de hecho, un factor de importancia y se deberá mantener dentro de límites regularmente estrechos para cada sal empleada en particular, pudiéndose determinar la cantidad óptima para cada sal mediante simple
20. experimentación. Hemos descubierto que cuando hay presente la cantidad óptima de agente iniónico, la cantidad máxima de agua que se puede emulsionar en la composición es mucho mayor que cuando se omite el
25. agente iniónico o cuando se halla presente en cantidad insuficiente.
- Según se mencionó anteriormente, la cantidad de agua que se puede emulsionar en la composición disolvente está limitada por cualquier cantidad particular del aditivo en el disolvente.
- 30.



- Las composiciones del invento que son apropiadas para la limpieza de artículos contienen agua y se hallan en forma de emulsiones de agua en aceite. Para los fines más prácticos de limpieza las composiciones no precisan contener cantidades muy grandes de agua. Hemos averiguado que la cantidad de agua que se emulsiona es, preferentemente, no superior al 33% del peso de la emulsión resultante. Con el fin de poder emulsionar esta cantidad de agua y formar una emulsión de agua en aceite no existe ventaja en utilizar una cantidad total de agente tensioactivo (es decir, la sal de un ácido sulfónico y el agente tensioactivo) mayor al 33% en peso basado en la composición libre de agua. En general, la cantidad de agua que es capaz de emulsionar la composición libre de agua será normalmente de bastante menos del 33% en peso basado en la emulsión resultante y hemos averiguado que para los fines más prácticos la cantidad total de agente tensioactivo no necesita exceder del 20% del peso de la composición libre de agua. En general, la composición de limpieza deberá contener al menos un 0,25%, preferiblemente al menos, un 1,0% en peso de agua, y por consiguiente, las composiciones deberán contener preferentemente al menos, la misma cantidad de agente tensioactivo total basada en la composición libre de agua. Para composiciones de limpieza la cantidad de disolvente es preferible que sea al menos, un 33% en peso.
- Para la mayoría de las operaciones prácticas de limpieza hemos descubierto que la composición
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



- de limpieza que contenga aproximadamente un 6% de su peso de agua es suficiente, y para tales composiciones la cantidad de sal del ácido sulfónico (o si también se usa un agente iniónico la cantidad total de agentes tensioactivos) no necesita exceder de, digamos, un 2,5% en peso basado en la composición libre de agua. Hemos descubierto, por ejemplo, que una composición consistente en 91,5 partes en peso de 1,1,2-trifluor-1,2,2-tricloroetano, 1,9 partes en peso de dinomilsulfosuccinato sódico (la sal sódica del derivado de ácido monosulfónico del nonil diéster de ácido succínico), 0,6 partes en peso de condensado de nonilfenol/óxido de etileno obtenido condensando 13 moles de óxido de etileno por mol de nonilfenol y un 6% en peso de agua es apropiada para la mayoría de los fines prácticos de limpieza.
- 5.
- 10.
- 15.

- Es preferible que las composiciones que se han de usar como agentes desecantes se hallen virtualmente libres de agua, aunque pueden contener algo de agua suponiendo que puedan emulsionar agua adicional. Es preferible que la composición libre de agua pueda emulsionar grandes cantidades de agua y la cantidad de la sal y el agente iniónico pueden ser, según se ha descrito anteriormente con relación a los agentes de limpieza.
- 20.
- 25.

- El componente de disolvente de fluorclorohidrocarburo de las composiciones puede ser cualquier disolvente fluorclorohidrocarburo líquido, especialmente los fluorcloroalcanos como, por ejemplo, trichlorofluormetano y simtetraclorodifluoretano y 1,2,2-
- 30.



18 NOV 1978

que se separe el agua cuando se deja reposar la composición sin agitación alguna. Esto resulta particularmente conveniente puesto que proporciona un método para eliminar electrolitos de la composición antes de que se vuelva a utilizar.

5.

No obstante, si el contenido de agua de la composición es demasiado bajo, por ejemplo, inferior al 2% en peso, hemos observado que los electrolitos no hacen que se separe el agua en una capa distinta. Añadiendo más agua se producirá la separación de los electrolitos y del agua que se podrán después eliminar mediante desviación del agua superficial.

10.

Si fuera necesario las composiciones del invento pueden contener uno o más estabilizadores.

15.

La estabilización puede ser necesaria contra la descomposición del disolvente inducida por la presencia de metales, especialmente cinc. Por ejemplo, puede ser necesario estabilizar el disolvente para inhibir el ataque a los artículos metálicos en limpieza o secado o de los materiales con los que están construidos los depósitos para la limpieza o secado y aclarado. Para evitar esta descomposición se pueden emplear cualquiera de los aditivos estabilizantes conocidos de los disolventes de hidrocarburo halogenado. Son

20.

25.

ejemplos de dichos aditivos estabilizantes los nitroalcanos y otros compuestos nitro- de alquilo y arilo, fenoles sustituidos, pirrolas y ciertos alcoholes, como es el alcohol propargílico que supone una ventaja empleándolo junto con nitrometano. Normalmente la cantidad total de estabilizadores añadida no excederá del

30.



8

1% del peso de la composición puesto que algunos aditivos pueden tener la tendencia a producir la separación de la composición en capas diferentes si se hallan presentes en cantidades superiores al 1% en peso. Además de los estabilizadores, se pueden añadir compuestos que se sepa inhiban la decoloración superficial del cobre y del latón.

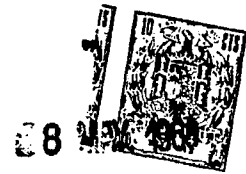
También hemos descubierto que la incorporación de amoníaco en las composiciones de limpieza del invento supone una ventaja por el hecho de que algunos artículos, especialmente los que están hechos de cobre y latón, aparecen más brillantes después del tratamiento que cuando no hay presente amoníaco. El efecto perfeccionado es notable en especial cuando se emplea una sal de amonio o amina del ácido sulfónico. El amoníaco puede incorporarse en la composición en cualquier momento, lo que es conveniente realizar inmediatamente antes del uso de la composición. La cantidad añadida no es un factor crítico, pero normalmente será tal que la composición contenga de 50 a 2.000 y preferiblemente unas 500 partes por millón en peso. La presencia de amoníaco es menos beneficiosa en composiciones en ebullición solamente para secar artículos, puesto que se evaporará de la composición. En las composiciones de desecación que se han de emplear a temperaturas más bajas, por ejemplo, junto con agitación ultrasónica, la presencia de amoníaco puede ser beneficiosa. La adición de amoníaco a las composiciones reduce ligeramente la cantidad de agua que la composición emulsionará, pero esto no supone



una seria desventaja.

- La limpieza o secado de artículos empleando la composición apropiada se lleva a cabo simplemente sumergiendo el artículo en la composición durante un período de tiempo adecuado, por ejemplo, de 60 segundos. Entonces se saca el artículo y generalmente se aclarará en un disolvente puro (convenientemente el mismo disolvente que se empleó en la composición) para eliminar las trazas de la sal de ácido sulfónico u otros aditivos que se pudieran haber depositado sobre el artículo. La composición de limpieza puede usarse en su punto de ebullición, produciendo así la agitación suficiente de la composición, tanto en el tratamiento de limpieza, como en el de aclarado pero, si se desea, se pueden emplear temperaturas más bajas, convenientemente la temperatura del ambiente, junto con agitación ultrasónica. De preferencia, cuando el aclarado se realiza en disolvente frío, se lleva a cabo un aclarado adicional en disolvente hirviente o en vapor de disolvente, puesto que ésto permite que se evapore rápidamente el disolvente del artículo después de aclarado. Las composiciones desecantes se utilizarán normalmente en ebullición, pero se pueden utilizar a temperaturas más bajas junto con agitación ultrasónica. Después de secos, los artículos se aclararán según se ha descrito anteriormente.
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.

- Los artículos, después del tratamiento para limpiarlos o secarlos tienen agente tensioactivo depositado sobre ellos, que se elimina en el tratamiento
- 30.



- de aclarado. Cuando se utiliza la composición de ebullición es preferible hacer que rebose el líquido de aclarado (que se engrosa de una forma continua con disolvente procedente de un condensador utilizado para condensar los vapores emitidos como resultado de la ebullición) pasando a la composición de limpieza o secado. De esta forma se transfiere cualquier agente tensioactivo en el líquido de aclarado a la composición de limpieza o secado. El agua libre que se forma cuando se condensan los vapores de disolvente/agua, se separa en un separador de agua y pasa automáticamente a un desagüe cuando se trata del proceso de secado, y de vuelta al depósito que contiene la composición cuando se trata de procesos de limpieza
5. Las composiciones libres de agua y las emulsiones del invento son estables en almacenamiento y son líquidos incoloros y transparentes. Se preparan fácilmente añadiendo la sal del derivado de ácido sulfónico (y preferiblemente un agente iniónico, según se ha descrito anteriormente) al disolvente y agitando la mezcla para disolver la sal. Cuando se trata de composiciones de limpieza, se añade agua agitando la mezcla. El contenido de agua de las composiciones se ajusta fácilmente añadiendo agua para aumentar el contenido o separando agua de la composición, por ejemplo mediante destilación, o añadiendo un electrolito seguido de la desviación del agua superficial de la capa acuosa resultante, para disminuir el contenido de agua. Normalmente, empleando una composición hirviente para secar artículos habrá muy poca o nada de
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



agua en la composición después de su uso, a menos que se seque un gran lote de artículos húmedos inmediatamente antes de desconectar el suministro calorífico al baño de secado.

5. Las emulsiones del invento se pueden usar para limpiar metal (aunque pudieran ser necesarios aditivos especiales para evitar la corrosión del metal), plástico, goma, cristal y otros artículos y las composiciones libres de agua pueden utilizarse para secar tales artículos. La limpieza da por resultado la eliminación de grasa y aceite y la suciedad hidrosoluble. El secado da por resultado la eliminación de agua de los artículos. Las composiciones apropiadas son útiles para limpiar y/o secar una amplia variedad de artículos, tales como maquinaria y los componentes de la misma, instrumentos eléctricos, alambre, artículos de plástico y goma y artículos de cristal en general. Las composiciones ofrecen también la ventaja de que no quitan ni dañan la pintura, barniz, laca y otros acabados de superficie, por lo que los artículos que tienen este tipo de recubrimientos pueden limpiarse y/o secarse.
- 10.
- 15.
- 20.

A continuación se ilustra el invento mediante los ejemplos que siguen y que en modo alguno limitan su alcance y en los que todas las partes y porcentajes se dan en peso, a menos que se indique lo contrario.

25.

EJEMPLO 1 -

Se añadieron 1,9 partes de dinonil sulfosuccinato sódico y 0,6 partes de un producto de conden-

30.



- sación de nonilfenol/óxido de etileno disponible bajo la marca registrada Lubrol L a 91,5 partes de 1,1,2-trifluor-1,2,2-tricloroetano y se agitó la mezcla. Después se añadió agua y se agitó de nuevo la
5. mezcla para formar una emulsión de agua en aceite, siendo la cantidad de agua la suficiente para dar una emulsión que contenía un 6% de agua basado en el total de emulsión. Después se utilizó la emulsión para limpiar artículos por el procedimiento que sigue:
10. Se puso la emulsión en un depósito provisto de medios (es decir, un transductor) para la agitación ultrasónica de la composición. Se vertió 1,1,2-trifluor-1,2,2-tricloroetano puro en ambos compartimientos de un depósito de dos compartimientos que se
15. hallaba separado del depósito que contenía la emulsión. En el depósito de dos compartimientos éstos se hallaban en comunicación a través de un corte horizontal en su pared común. Uno de los compartimientos (el compartimiento de aclarado) se hallaba provisto
20. de medios (es decir, un transductor) para agitación ultrasónica del disolvente en el compartimiento y el otro (el compartimiento de vapor) se hallaba provisto de un calentador para permitir que hirviera el disolvente del mismo. El compartimiento de vapor se hallaba provisto junto a su extremo superior de serpen-
25. tines de refrigeración para condensar el vapor emitido por el disolvente hirviente y para formar una zona de vapor por encima de la superficie del disolvente hirviente. Se vertió disolvente puro en el compartimiento de vapor hasta un nivel inferior al corte
- 30.



de la pared común y en el compartimiento de aclarado hasta un nivel que hiciera pasar un pequeño flujo por el corte al compartimiento de vapor. Se dispusieron medios para recoger el disolvente líquido que se condensaba en los serpentines de refrigeración del compartimiento de vapor y pasar este disolvente líquido al compartimiento de aclarado.

5.

El artículo a limpiar se sumergió por espacio de unos 30 segundos en la emulsión de agua en aceite que se agitó ultrasónicamente. El artículo limpio se sumergió después por espacio de unos 30 segundos en el disolvente puro que se agitó ultrasónicamente en el compartimiento de aclarado. Después se mantuvo el artículo durante 30 segundos en la zona de vapor del compartimiento de vapor en el que hervía el disolvente. Se sacó el artículo del vapor y se secó rápidamente.

10.

15.

Por este procedimiento se puede limpiar una gran variedad de artículos, incluyendo, por ejemplo, máquinas de oficina, alambre y cable, aparatos eléctricos, (es decir, casquillos, enchufes e interruptores), artículos de plástico y de goma, mecanismos accionados por monedas y lentes y platinas de microscopios. En todos los casos probados, los artículos se hallaron completamente libres de grasa, aceites y suciedad hidrosoluble y asimismo se hallaban libres también de las típicas manchas del secado al aire.

20.

25.

Se averiguó que cuando se repitió el procedimiento anterior, pero empleando una composición de

30.



la que se había excluído el Lubrol L, todavía se consiguió una limpieza eficiente, pero la emulsión mostró una tendencia a separarse al dejarla reposar durante períodos prolongados.

5. También se descubrió que cuando se repitió el procedimiento empleando la sal sódica del ácido monosulfónico del éster dioctílico de ácido succínico (dioctil sulfosuccinato de sodio), se consiguió de nuevo una eficaz limpieza. En este caso se necesitaron 0,9 partes de Lubrol L para dar la máxima estabilidad a la emulsión.

EJEMPLO 2 -

15. Se preparó una composición de secado añadiendo 1,9 partes de dionil sulfosuccinato sódico y 0,6 partes de producto de condensación de nonil-fenol/óxido de etileno disponible con la marca registrada Lubrol L a 91,5 partes de 1,1,2-trifluor-1,2,2-tricloroetano, agitando la mezcla resultante. Entonces se empleó la composición para secar artículos por el procedimiento que sigue:

20. Se puso la composición en uno de los compartimientos de un depósito de dos compartimientos en el que se hallaban dichos compartimientos en comunicación por medio de un corte horizontal en la pared común. El nivel superior de la composición se hallaba por debajo de este corte y se virvió 1,1,2-trifluor-1,2,2-tricloroetano en el otro compartimiento (el compartimiento de aclarado) hasta un nivel que produjera un ligero rebose por el corte a la composición.
25. Se dispusieron serpentines de calentamiento en los dos
- 30.



8 MAY 1968

- compartimientos para hacer que hirvieran la composición y el disolvente puro. Se dispusieron serpentines de refrigeración para condensar los vapores desprendidos de los compartimientos como resultado de la ebullición, disponiéndose medios para hacer pasar el total de condensados (consistentes en disolvente puro inicialmente, pero también agua después de haberse introducido un artículo húmedo en la composición de secado) a un separador de agua del que se devolvió el disolvente puro al compartimiento de aclarado.
- 5.
- 10.

- La composición de secado y el disolvente puro en el compartimiento de aclarado se hicieron hervir continuamente y el artículo húmedo a secar se sumergió en la composición de secado. La composición formó espuma en principio, pero la espuma se dispersó rápidamente. Después de un período apropiado de tiempo, que normalmente fue de 30 segundos, se sacó el artículo de la composición y se sumergió inmediatamente en el disolvente puro en el compartimiento de aclarado, de nuevo por espacio de unos 30 segundos. Después se sacó el artículo seco del líquido de aclarado. Durante este procedimiento de secado, se introdujo disolvente condensado de una forma continua en el compartimiento de aclarado desde el separador de agua y ésto hizo que el líquido de aclarado, consistente esencialmente en disolvente puro, rebosara por el corte pasando a la composición de secado. De esta forma cualquier agente tensioactivo que penetre en el compartimiento de aclarado como resultado
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



de aclarar los artículos, se devuelve gradualmente a la composición de secado.

- Se trató una variedad de artículos separadamente de la forma que sigue: Se mantuvo el artículo
5. bajo chorro de agua corriente hasta que estuvo completamente húmedo. El agua en el artículo se hallaba normalmente en forma de gotas (especialmente en el caso de artículos de plástico y de goma) y/o una película, y los artículos de configuración complicada, por ejemplo, aparatos eléctricos, contenían agua en agujeros y en diversas partes con rebajos. El artículo se sumergió en la composición secante hirviendo por espacio de unos 30 segundos y después se sumergió en el compartimiento de aclarado que contenía líquido hirviendo de aclarado de nuevo por espacio de unos 30 segundos. La capacidad de secado de la composición se sometió a prueba en una amplia variedad de artículos, incluyendo, por ejemplo, máquinas de oficina, alambre y cable, circuitos y aparatos eléctricos, es decir, casquillos, enchufes e interruptores, artículos de plástico y de goma, lentes y platinas de microscopios. En ninguno de los casos se pudieron detectar trazas de agua en los artículos tratados. Aún más, los artículos tratados (secos) se hallaban totalmente libres de manchas típicas del secado al aire.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.

- Durante los períodos en que se dejó de utilizar el aparato, se dejaron enfriar la composición y el líquido de aclarado y se añadió un 6% en peso de agua, basado en el peso total de la composición a la composición de secado que se agitó después hasta que
- 30.



se hubo formado una emulsión homogénea. Se averiguó que después de secar los artículos que contenían agua a los que se había añadido un electrolito, se formó una capa de agua de la noche a la mañana sobre la superficie de la composición. Esta capa se se-
5. paró antes de volver a emplear la composición y se descubrió que la composición continuó secando artículos sin producir manchas.

Se descubrió que cuando se repitió el procedimiento anterior, pero empleando una composición de la que se había omitido el Lubrol L, todavía se consiguió un secado eficaz de artículos.
10.

EJEMPLO 3 -

Se añadieron 1,7 partes en peso de dinonil sulfosuccinato de amonio y 0,5 partes en peso de un producto de condensación de nonil fenol/óxido de etileno disponible con la marca registrada Lubrol L a 91,5 partes en peso de 1,1,2-tricloro-1,2,2-trifluoroetano y se agitó la mezcla. Después se añadió agua a la mezcla y ésta se agitó de nuevo para formar una emulsión de agua en aceite, siendo la cantidad de agua la necesaria para que diera una emulsión que contenía un 6% en peso de agua basado en el total de la emulsión. Se añadieron 0,156 partes de hidróxido de amonio concentrado, en solución, (densidad relativa 0,88), a la emulsión que se agitó de nuevo. La cantidad de amoníaco presente en la emulsión era de unas 500 partes por millón.
15.
20.
25.

Se depositó la mezcla en el recipiente descrito en el Ejemplo 1 provisto de medios para la agi-
30.



- tación ultrasónica de la composición. Se sometieron al tratamiento empleando la composición anteriormente indicada, por el método descrito en el Ejemplo 1, aparatos de medida de consumo eléctrico que contenían
5. lengüetas de plástico, esferas impresas, cojinetes de bronce, tornillos y correctores de cobre y que se hallaban contaminados con aceite, grasa, polvo y decoloración superficial en los componentes de cobre y bronce o latón. Después de aclarar ulteriormente los
10. aparatos en el disolvente puro agitado electrónicamente y de aclararlos por inmersión en el vapor producido por el disolvente hirviente, se examinaron los artículos visualmente. Se vió que se hallaban completamente libres de aceite, grasa y polvo y los componentes de cobre, bronce y latón se hallaban libres
15. de decoloración superficial. Se pudo comprobar que las lengüetas y placas y esferas pintadas no se habían amollado o deteriorado en modo alguno.

- Se repitió el procedimiento, pero utilizando
20. la sal de metilamina de dinonil sulfosuccinato en lugar de la sal de amonio, con resultados similares.

EJEMPLO 4 -

- Se depositó la composición de limpieza descrita en el Ejemplo 1 en un compartimiento de un depósito y se puso 1,1,2-tricloro-1,2,2-trifluoretano
25. puro en dos compartimientos adyacentes del depósito, cada compartimiento dotado de calentador para que pudiera hervir su contenido.

- Se calentaron la composición y el disolvente
30. puro en los compartimientos adyacentes del depó-



- sito hasta la ebullición y se sumergieron en la composición hirviendo durante 60 segundos conjuntos de válvulas (los componentes metálicos de la válvula ensamblados sobre un soporte de cristal, es decir, antes de introducirlos en las ampollas de cristal) contaminados con grasa, huellas dactilares y polvo en general, después de lo cual se sacaron y se sumergieron en el primer depósito de disolvente hirviente para aclarar cualquier agente tensioactivo de los conjuntos. El aclarado se llevó a cabo en unos 60 segundos, seguido de un segundo aclarado durante unos 60 segundos en el segundo depósito de disolvente hirviente. Al sacarlos del segundo depósito los conjuntos se secaron rápidamente y se pudo ver que se hallaban libres de contaminación. Se averiguó que cuando los conjuntos se introdujeron en las ampollas de cristal, no se encontraron dificultades debidas a una limpieza ineficaz de los conjuntos de válvula.

- N O T A -

20. 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 corresponde a cuatro solicitudes de Patentes, presentadas en Inglaterra, con fechas, 2, de 8 de mayo de 1967 y otras 2, de 14 de agosto de 1967, bajo los números 21221/67, 21222/67, 37321/67 y 37719, respectivamente, acogiéndose por lo tanto, a los beneficios



18 MAY 1968

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: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTEN-

5. CION DE COMPOSICIONES DE HIDROCARBURO HALOGENADO"; caracterizándose por lo siguiente:

10. 1ª.- Procedimiento para la obtención de composiciones de hidrocarburo halogenado, caracterizado porque un disolvente de fluorclorohidrocarburo se mezcla con una sal seleccionada del grupo consistente en una sal de sodio, amonio y amina de un ácido monosulfónico derivado de un diéster de ácido succínico, efectuándose la mezcla bajo agitación.

15. 2ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se añade adicionalmente un agente tensioactivo iniónico.

3ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª o 2ª, caracterizado porque se añade adicionalmente agua.

20. 4ª.- Procedimiento, según la reivindicación 3ª, caracterizado porque una vez que se ha añadido el agua se agita de nuevo la mezcla para formar una emulsión de agua en aceite que contiene hasta un 33% en peso de agua.

25. 5ª.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 2ª-4ª, caracterizado porque la cantidad total de agente tensioactivo iniónico añadido a la mezcla alcanza un valor de hasta un 33% del peso de la composición, preferentemente, de por
30. lo menos un 0,25% del peso de la composición.



- 6ª.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 3ª-5ª, caracterizado porque la cantidad de disolvente añadido no es inferior al 33% del peso de la composición.
5. 7ª.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 2ª-6ª, caracterizado porque el citado agente tensioactivo iniónico se añade en una cantidad de hasta el doble del peso de la sal de ácido sulfónico.
10. 8ª.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque a la mezcla se añade adicionalmente amoníaco.
- 9ª.- Procedimiento, según la reivindicación 8ª, caracterizado porque la cantidad de amoníaco añadido a la mezcla es del orden de 50 a 2.000 ppm en peso.
15. 10ª.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque como disolvente se añade 1,2,2-tricloro-1,1,2-trifluoretano.
20. 11ª.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque como sal se añade una sal soluble en el disolvente, de fluorclorohidrocarburo.
25. 12ª.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque como sal se añade una sal de ácido monosulfónico derivado de un diéster de ácido succínico, en el que los grupos esterificantes son grupos alquilos que contienen de 7 a 12 átomos de carbono, con preferencia
- 30.

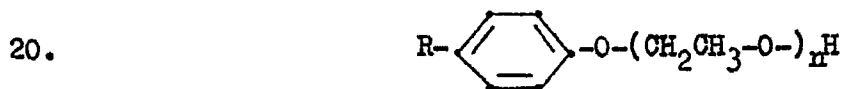


de 8 a 9 átomos de carbono.

5. 13ª.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la amina de la sal se selecciona del grupo consistente en una alquilamina primaria, secundaria o terciaria, una diamina, una amina cicloalifática, con preferencia, ciclopropilamina, una monoalcanolamina y un compuesto heterocíclico que contiene un N-heteroátomo.

10. 14ª.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque como sal se añade una sal de un éster de un ácido succínico sustituido en el que los sustituyentes son grupos alquilo o arilo.

15. 15ª.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 2ª-14ª, caracterizado porque como agente tensioactivo iónico se añade un producto de condensación de un alquilfenol y óxido de etileno de la fórmula:



en la que R es un grupo alquilo y n tiene un valor medio superior a 5,5.

25. 16ª.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 2ª-14ª, caracterizado porque como agente tensioactivo iónico se añade un alcohol graso o una mezcla de alcoholes grasos.

17ª.- Procedimiento, según la reivindicación 16ª, caracterizado porque como alcohol graso



se emplea alcohol cetílico o alcohol estearílico.

5. 18ª.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 2ª a 14ª, caracterizado porque como agente tensioactivo iniónico se añade un producto de condensación de óxido de etileno con uno o más alcoholes grasos.

19ª.- Procedimiento, según la reivindicación 18ª, caracterizado porque como alcohol graso se emplea alcohol graso de coco.

10. 20ª.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones 3ª a 19ª, caracterizado porque como agua se añade agua destilada o desionizada.

15. 21ª.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque adicionalmente se añade a la mezcla un estabilizador para inhibir la descomposición del disolvente de fluorclorohidrocarburo.

20. 22ª.- Procedimiento para la obtención de composiciones de hidrocarburo halogenado; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

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

Madrid,

8 NOV 1968

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED,

A. GOMEZ ACEBO Y MODER

p. Firmado: E. Hernández Ruiz