

PATENTE DE INVENCION

PC 947

357374

1

## Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento de estabilización de disolventes halogenados derivados de hidrocarburos alifáticos saturados"

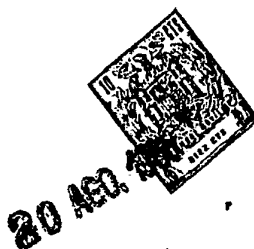
==.==.==.==.==.==.==.==.==

*Solicitante:* PECHENEY-SAINTE-GOBAIN, Produits Chimiques, entidad francesa, residente en 67 Boulevard du Chateau, 92 NEUILLY-SUR-SEINE, Francia.

==.==.==.==.==.==.==.==.==

La presente invención se refiere a la estabilización de hidrocarburos alifáticos halogenados saturados en C<sub>1</sub> a C<sub>4</sub> y muy particularmente el tricloro-1,1,1 etano.

5. Es bien sabido que los hidrocarburos alifáticos saturados que contienen ciertos sustituyentes halogena-



- dos, particularmente el cloro, son inestables cuando se ponen en contacto con metales como, entre otros, el aluminio o sus aleaciones y el magnesio o sus aleaciones. Su inestabilidad se traduce por una descomposición del
5. hidrocarburo halogeno con formación concomitante de hidrácido halogenado y coloración de dicho hidrocarburo halogenado. Esto constituye un grave inconveniente en el plano de la utilización de estos hidrocarburos halogenados como disolvente de desengrase y/o de limpieza de piezas u órganos metálicos.
- 10.

- Es igualmente conocido el utilizar el trioxano como agente estabilizador. No obstante, en proporciones de 0,5 a 3 % en peso, el intervalo de tiempo de estabilización que precede a la aparición de vapores ácidos o de una coloración varía de 15 mn a 48 h solamente, lo cual es insuficiente para utilizaciones prolongadas de tricloro-1,1,1 etano en el desengrase y/o la limpieza de objetos metálicos u otros.
- 15.

- La presente invención tiene por objeto el evitar los inconvenientes citados al tiempo que permite una estabilización eficaz y prolongada de los hidrocarburos alifáticos halogenados y, de este modo, operar el desengrase y/o la limpieza de las piezas metálicas, de las materias plásticas, de las materias textiles o de otros materiales, sin observar degradación, tanto del disolvente como de las materias a tratar.
- 20.
- 25.

- Conforme a la invención, la estabilización de los disolventes alifáticos saturados halogenados en  $C_1$  a  $C_4$  y muy particularmente del tricloro-1,1,1 etano se realiza incorporando a éstos trioxano asociado a un alcohol
- 30.



alifático, en particular el terciobutanol y/o a un epóxido líquido a la temperatura ordinaria, más particularmente el óxido de butileno.

- Según el invento, se incorpora al disolvente halogenado de 0,001 a 15%, de preferencia, de 1 a 5% de trioxano, asociado a 0,1 a 7,5% de dicho alcohol alifático y/o a 0,1 a 4 % de dicho epóxido, expresándose estos porcentajes en peso con respecto al hidrocarburo alifático saturado halogenado.
- 5.
10. La solicitante ha hallado, en efecto que la asociación de los compuestos orgánicos citados refuerza el efecto estabilizador del trioxano, y la estabilización de los hidrocarburos alifáticos saturados halogenados por medio de las combinaciones de agentes estabilizadores citados se ha revelado especialmente ventajosa por el hecho de que las combinaciones estabilizadoras que acabamos de describir poseen, en concentración comparable, una acción estabilizadora acusadamente más elevada que la acción estabilizadora de cada uno de los constituyentes tomado aisladamente.
- 15.
- 20.
- Es igualmente posible asociar al trioxano, sin salir del marco de la invención, uno o varios de los compuestos que contienen por lo menos una de las funciones, agrupamientos o restos siguientes: tiol, éster tal como el ortoformiato de alquilo u ortoacetato de alquilo, acetal alifático o cíclico, ácido orgánico alifático, iminoéter tal como la N-alquil-alcoxi-1 etanimina, y cetimina tal como N-alquil isopropanimina, hetero-ciclo oxigenado tal como piránico y/o heterociclo nitrogenado tal como pirrólico, pirrolínico y morfolínico; isocianato de alqui
- 25.
- 30.



- lo, tio-cianato de alquilo, isotiocianato de alquilo, ortocarbonato y carbonato de alquilo, y más particularmente un nitrilo de alquilo tal como el acetonitrilo y un nitroalcano tal como el nitrometano. Los agrupamientos alquilos citados tienen de 1 a 4 átomos de carbono y el punto de ebullición de los compuestos asociados al trioxano y utilizados en las fórmulas de estabilización no debe separarse en más de 50°C, de preferencia en más de 25°C del punto de ebullición del hidrocarburo alifático saturado halogenado considerado.
- 5.
- 10.

- Entre los derivados halogenados de hidrocarburos alifáticos saturados en C<sub>1</sub> a C<sub>4</sub> que son aptos para ser estabilizados por el procedimiento de la invención, se puede citar la lista siguiente de compuestos, sin que ésta pueda considerarse como limitativa: los dicloroetanos, los tricloroetanos y muy especialmente el tricloro-1, 1,1, etano, el dicloro-1,2 propano, los dicloro-1,2 y -2,3 butanos, los tribromo-etanos y el dibromo-1,2 propano.
- 15.

- La invención afecta, además, a las composiciones estabilizadas que comprenden uno o varios hidrocarburos alifáticos saturados halogenados en C<sub>1</sub> a C<sub>4</sub> y muy particularmente el tricloro-1,1,1 etano contentivo de 0,001 a 15% en peso de trioxano, que se halla asociado a 0,1 a 7,5% en peso de un alcohol alifático, en particular tercio butanol, y/o a 0,1 a 4% en peso de un epóxido líquido a la temperatura ordinaria, principalmente óxido de butileno. Estas composiciones puede contener, además, un nitrilo de alquilo en C<sub>1</sub> - C<sub>4</sub> tal como el acetonitrilo y/o un nitroalcano en C<sub>1</sub> - C<sub>4</sub> tal como el nitrometano.
- 20.
- 25.

30. Los ejemplos siguientes tienen como único fin el



hacer comprender mejor las ventajas y los diversos aspectos de la invención y no deben considerarse como limitadores de su alcance.

EJEMPLOS 1 a 3

5. Para poner en evidencia el efecto estabilizador de las asociaciones de trioxano, de terciobutanol y de óxido de butileno sobre el tricloro-1,1,1 etano, se ha efectuado el ensayo siguiente:
- Se llevan a reflujo 40 ml de tricloro-1,1,1 etano adicionado con el agente estabilizador en presencia de una placa de aluminio de una pureza de 99,9 %, de 1 mm de espesor, 75 mm de longitud y 12 mm de ancho. Esta placa es parcialmente sumergida en el tricloro-1,1,1 etano. El tiempo de calentamiento al reflujo que precede a la liberación de vapores ácidos y/o al desarrollo de una coloración del tricloro-1,1,1 etano marca la aptitud a la estabilización de la combinación estabilizadora ensayada.
- La tabla que sigue reúne los resultados obtenidos con ensayos de estabilización de tricloro-1,1,1 etano.
10. A título de comparación, y para mostrar mejor el interés de la presente invención, se han consignado igualmente en esta tabla los resultados de ensayos realizados individualmente con los compuestos siguientes: trioxano y terciobutanol. Figura igualmente en esta tabla un ensayo-testigo de tricloro-1,1,1 etano, que no contiene ningún agente estabilizador.
- 15.
- 20.
- 25.



T A B L A

Ejem plo	Estabilizador	Proporción de la mezcla de estabili- zadores en % de peso	g de estabiliza dor o de mezcla de estabilizadores pa ra 100 g de Triclo ro-1,1,1 etano	Tiempo que pre cede a la apa rición de va- pores ácidos o de una colo ración (en ho ras)
1	trioxano terciobutanol	80 20	2,5	>120
2	trioxano terciobutanol	50 50	3	>120
3	trioxano terciobutanol óxido de buti leno	66 17 16	3	>120
	control		0	0,05
	trioxano		0,5 1 2 3	0,25 1 40 48 (con aparición de punto negro en fase vapor sobre Al)
	terciobutanol		0,5 1 3	4 48 55 (colora ción amari- lla)



EJEMPLO 4

Se incorpora a 100 c.c. (132,5 g) de tricloro-1,1,1-etano 1,9 % en peso de trioxano, al que se asocia 0,25 % en peso de óxido de butileno, 1,1 % en peso de acetónitrilo y 0,75 % en peso de nitrometano. Se lleva a reflujo la composición resultante en presencia de un c.c. de agua bi-distilada y de una placa de aluminio de una pureza de 99,9 %, de 3 mm de espesor, 40 mm de longitud y 8 mm de ancho, la cual se habrá marcado recientemente con dos surcos profundos en cada cara. Después de 8 horas a reflujo, se deja reposar durante 48 horas. No se observa indicio alguno de ataque de la placa de aluminio después de este tratamiento.

Esta fórmula de estabilización que asocia al trioxano con punto de ebullición relativamente elevado, compuestos con punto de ebullición más bajo, presenta la ventaja de permitir obtener, en el curso de la redistilación del tricloro-1,1,1 etano, una buena distribución de los constituyentes de la fórmula de estabilización.

N O T A

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 una solicitud de patente presentada en Francia con el nº PV. 128 693 de 17 de Noviembre de 1967, 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 ESTABILIZACION DE DISOLVENTES HALOGENADOS DERIVADOS DE HIDROCARBUROS ALIFATICOS SATURADOS", caracterizándose por lo siguiente:

5. 1.- Procedimiento de estabilización de disolventes halogenados derivados de hidrocarburos alifáticos saturados, caracterizado porque comprende incorporar a estos hidrocarburos trioxano asociado a un alcohol alifático y/o a un epóxido líquido a la temperatura ordinaria.
10. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se incorpora al disolvente halogenado de 0,001 a 15 % en peso, y, de preferencia, de 1 a 5 % en peso de trioxano, asociado a 0,1 a 7,5 % en peso de dicho alcohol y/o a 0,1 a 4 % en peso de epóxido.
15. 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizados porque como alcohol se incorpora terciobutanol.
20. 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como epóxido se incorpora óxido de butileno.
25. 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como disolvente halogenado se emplea tricloro-1,1,1 etano.
30. 6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se asocia, además, un nitrilo de alquilo en  $C_1 - C_4$  y/o un nitrilo-alcano en  $C_1 - C_4$ .
- 7.- Procedimiento según las reivindicaciones 5 y 6, caracterizado porque como nitrilo de alquilo se asocia acetonitrilo y como nitro-alcano se asocia nitrometano.
- 8.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 6, caracterizado porque el punto de ebullición de los com-

20 AGO



puestos asociados al trioxano no debe separarse en más de 50°C, de preferencia en más de 25°C del correspondiente al hidrocarburo alifático saturado halogenado considerado.

5. 9.- Procedimiento de estabilización de disolventes halogenados derivados de hidrocarburos alifáticos saturados, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

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

Madrid, 20 AGO. 1966

PECHINEY-SAINTE-GOBAIN, Produits Chimiques.

J. GOMEZ RODRIGUEZ  
p.p. Firmado: A. AGENCIA BRAYO