

361365

12



MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un a

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: UGINE KUHLMANN

RESIDENCIA: 10 rue du Général Foy, PARIS 8e

FRANCIA

ENUNCIADO: "UN PROCEDIMIENTO DE ESTABILIZACION

DEL METILCLOROFORMO"

Prioridad: Patente francesa . n.º P.V. 33564 del 22-12-1967

VO.



12 DIC 1962

1 Este invento se refiere a un procedimiento de esta-
bilización del 1,1,1-tricloroetano o metilcloroformo.

5 La escasa toxicidad del 1,1,1-tricloroetano, su
elevado poder disolvente y su ausencia de inflamabilidad,
hacen del mismo un disolvente industrial de elección. Se
emplea, por ejemplo, como propulsor en los aerosoles. Igual
mente se utiliza en el desengrasado de piezas metálicas.
Desgraciadamente, el 1,1,1-tricloroetano presenta el grave
inconveniente de ser mucho más reactivo frente a los meta-
10 les que otros hidrocarburos clorados como cloroformo, te-
tracloruro de carbono, tricloroetileno o percloroetileno.
Esta actividad, especialmente importante frente a los meta-
les ligeros como aluminio, magnesio o sus aleaciones, se
traduce en un ataque rápido del metal y una intensa descom-
15 posición del disolvente. Para disminuir esta reactividad,
se agregan estabilizantes al 1,1,1-tricloroetano, pero ge-
neralmente estos estabilizantes, que son eficaces para
otros hidrocarburos clorados, tienen una eficacia mediocre
en el caso del 1,1,1-tricloroetano. Especialmente, ningún
20 estabilizante conocido hasta la fecha es capaz de estabili-
zar de una forma verdaderamente satisfactoria el 1,1,1-
tricloroetano cuando éste se encuentra en contacto con el
aluminio.

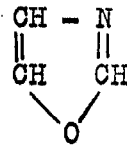
25 Esta dificultad se ha suprimido ahora gracias al
presente invento. En efecto, la firma solicitante ha encon-
trado que el oxazol podía estabilizar eficazmente al 1,1,1-
tricloroetano incluso cuando éste se encuentra a su tempe-
ratura de ebullición y en contacto con aluminio. El oxazol
responde a la fórmula:

30

12 DIC.



1



5

Se trata de un líquido incoloro cuyo punto de ebullición a 760 mm de mercurio es de 69-70°C, la densidad d_4^{25} es igual a 1,0806 y el índice de refracción η_D^{25} es igual a 1,4245.

10

La cantidad de oxazol, o de sistema estabilizante que lo contiene, puede variar entre 0,2 y 10 % en peso. No obstante, se prefiere utilizar concentraciones comprendidas entre 2 % y 6 % en peso.

15

En efecto, el oxazol puede ser utilizado solo o en mezcla con otros estabilizantes conocidos en forma de combinaciones de 2, 3, 4 ó más componentes. Estos estabilizantes pueden ser elegidos entre los compuestos con un punto de ebullición comprendido entre 40° y 200°C, preferiblemente entre 50° y 130°C, y poseyendo por ejemplo un enlace etilénico, un enlace acetilénico, una función acetal, cetona, alcohol, nitrilo, amina, éster, un puente éter o tioéter, un grupo nitrado o un grupo 1,2-epóxido.

20

La proporción ponderal de oxazol en estas combinaciones puede variar entre 1 y 99 % en peso y preferiblemente entre 5 y 95 %.

25

El procedimiento del invento permite evitar la descomposición del metiloloroformo tanto durante su almacenamiento como durante su empleo.

30

La determinación de la eficacia de estabilización del oxazol utilizado sólo o en mezclas, puede ser efectuada mediante el ensayo "National Institute of Dry Cleaners", especificación 3-55, puesto a punto para el tricloroetileno. Este ensayo consiste en introducir en un matraz de 300 ml,



1 provisto de un extractor Soxhlet con un volumen de 70 ml
aproximadamente y un refrigerante de bolas del tipo Allihn,
de circulación de salmuera a -15°C , 150 ml de metilclorofor
mo puro y el estabilizante o el sistema estabilizante. A
5 continuación se coloca una primera placa de aluminio en el
matraz, una segunda en el fondo del Soxhlet y una tercera
se suspende en la parte inferior del refrigerante, de forma
que los vapores de disolvente se condensen sobre ella. To-
das estas placas son idénticas (50 x 10 x 3 mm) y llevan
10 sobre una de las caras, en el sentido longitudinal, una
ranura de 1 x 1 mm. Se adapta al matraz un tubo delgado por
el que llega al líquido aire húmedo y los gases que salen
por la parte superior del refrigerante Allihn son enviados
a un erlenmeyer que contiene agua pura. Finalmente se dis-
15 pone una lámpara de 100 wattios a algunos centímetros del
tubo de vapores del extractor Soxhlet.

El ensayo consiste en llevar a ebullición durante
48 horas la composición a ensayar, regular la calefacción
de forma que refluya a una velocidad tal que el extractor
20 se vacíe cada 8 o 10 minutos y efectuar, una vez interrumpida
la operación, los análisis siguientes:

- valoración de la acidez (expresada en HCl) en el matraz,
- valoración de la acidez (expresada en HCl) en el erlen-
meyer,

25 - aspecto de las placas.

Los ejemplos siguientes, no limitativos, demues-
tran la eficacia del estabilizante, solo o en mezcla, obje-
to del invento.



1

EJEMPLOS

En el aparato antes descrito, se han probado las composiciones siguientes:

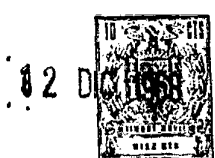
Ensayos	Estabilizantes		% en peso en el metilcloroformo
	naturaleza	Composición (% en peso)	
1	sin estabilizante		0
2	oxazol		4
10	3	1,2-epoxibutano	25
		nitrometano	25
		butanol terciario	25
		oxazol	25
15	4	1,2-epoxibutano	25
		nitrometano	25
		acetato de etilo	25
		oxazol	25
20	5*	1,2-epoxibutano	33,3
		nitrometano	33,3
		butanol terciario	33,3

* Ensayo de comparación.

Se obtienen los resultados siguientes:

25

30



1

5

10

15

20

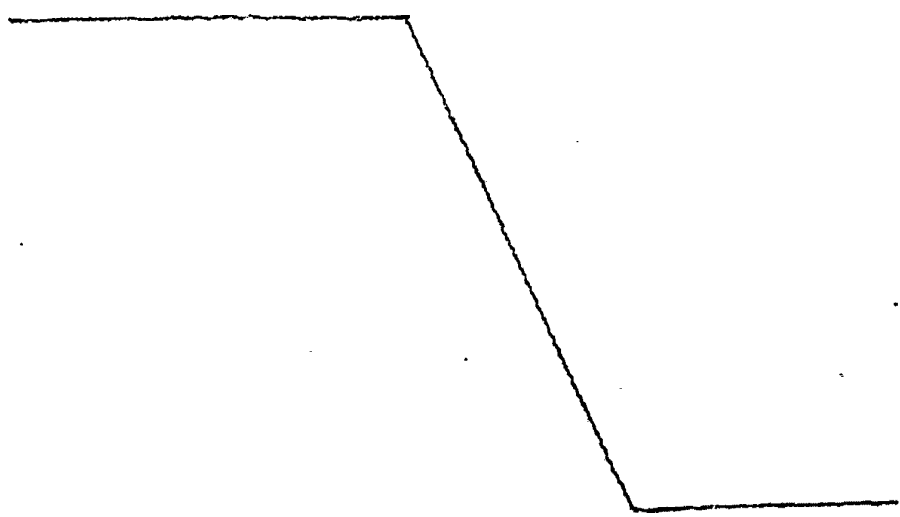
25

30

Ensayos	Acidez liberada		Placas de aluminio		
	Matraz	Erlenmeyer	Matraz	Soxhlet	refrige- rante
1**	masa car bonosa	no valorada pero muy im- portante	depósi- to negro impor- tante	-	-
2	0	0	intacto	algunas manchas grises pequeñas	intacto
3	0	0	intacto	intacto	intacto
4	0	0	intacto	intacto	intacto
5*	0	0	intacto	ataque en toda la superfi- cie	ligero ataque en la parte in- ferior

** Al cabo de 15 minutos de calefacción. Las placas en el Soxhlet y el refrigerante no han estado en contacto con el disolvente.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita recaerá sobre las siguientes:





12 DIC

REIVINDICACIONES

1

1. Un procedimiento de estabilización del metil-cloroformo que consiste en introducir en el mismo oxazol solo o en asociación con uno o varios estabilizantes conocidos distintos y porque comprende las características complementarias dadas a continuación, tomadas aisladamente o en combinación:

5

a) Los otros estabilizantes están seleccionados entre los compuestos con un punto de ebullición comprendido entre 40° y 200°C, preferiblemente entre 50° y 130°C, poseyendo por ejemplo un enlace etilénico, un enlace acetilénico, una función acetal, cetona, alcohol, nitrilo, amina, éster, un puente éter o tioéster, un grupo nitrado o un grupo 1,2-epóxido.

10

b) La proporción de oxazol está comprendida entre 0,2 y 10 % en peso, preferiblemente entre 2 y 6 %.

15

c) La proporción de oxazol en las diversas fórmulas de estabilizantes que lo contienen varia entre 1 y 99% en peso, preferiblemente entre 5 y 95%.

20

d) Se utiliza una mezcla en cantidades equiponderales de oxazol, nitrometano, 1,2-epoxibutano y butanol terciario.

e) Se utiliza una mezcla en cantidades equiponderales de oxazol, nitrometano, 1,2-epoxibutano y acetato de etilo.

25

30



1

2. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "UN PROCEDIMIENTO DE ESTABILIZACION DEL METILCLOROFORMO"

5

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva que consta de ocho páginas mecanografiadas.

Madrid, 12 Diciembre 1968

BERNARDO UNGRIA

p.p.

10

15

20

25

30