

R-2872-3



E 2 OCT. 19

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>207</u>
SUBCLASE <u>E</u>

384208

P A T E N T E   D E   I N V E N C I O N

por VEINTE años

cuyo privilegio se solicita para España,  
sus territorios y plazas de soberanía, a  
favor de:

KEMICHROM, S.L.

entidad de nacionalidad española, domici-  
liada en Barcelona, calle Caracas núm. 15,  
relativa a:

"PROCEDIMIENTO PARA OBTENER CARBOXILATOS  
DE ESTAÑO-II".

=====

384208



MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para obtener carboxilatos de estaño-II (Sn-II), permitiendo conseguir elevados rendimientos y evitar la oxidación de esos compuestos de estaño-II a estaño-IV (Sn-IV). - - - - -

5.

El referido procedimiento se caracteriza por el hecho de partirse de sales hidrosolubles de Sn-II, tales como el sulfato o cloruro, que se precipitan en solución acuosa diluída en un álcali tal como hidróxido alcalino, carbonato alcalino o amoníaco, siendo lavado dicho precipitado y tratado con un exceso de ácido carboxílico volátil y soluble en agua, tal como ácido acético o fórmico, añadiéndose seguidamente el ácido carboxílico del que se trata de lograr el caboxilato de Sn-II, tal como ácido 2-eyilhexoico, ácido nafténico, ácido oleico, ácido esteárico ó ácido p.terbutilbenzoico, siendo seguidamente destilados el agua y el ácido volátil, con eliminación de los últimos restos con arrastre de vapor, filtrándose finalmente en caliente el carboxilato de Sn-II para eliminar impurezas. - - - - -

10.

15.

20.

Análogamente, según otro proceder, se parte de cloruro de Sn-II para obtener di-2-etilhexoato de Sn-II. - - - - -

Otros objetos y características de la invención se irán dando a conocer en detalle a lo largo de la descripción que sigue, la cual, dado su fin primordialmente ilustrativo, deberá ser interpretada como desprovista de todo alcance

25.

384208 200



limitativo respecto a la amplitud de la protección legal  
que se solicita. - - - - -

De acuerdo con la anterior exposición de ideas, el desarrollo del nuevo procedimiento tiene lugar como sigue.

5. Se parte de una sal soluble de estaño II, como el cloruro, que se disuelve en agua hervida previamente para evitar la acción del oxígeno disuelto. El aparato se somete al vacío y se normaliza la presión con nitrógeno. Una pequeña corriente de este último se mantiene a lo largo de todo el proceso, evitando así el efecto del oxígeno del aire. - - - - -

10. En frío y con buena agitación, se añade una solución de hidróxido o carbonato sódico, hasta su total precipitación. Debe evitarse el exceso de hidróxido pues redisolvería el precipitado. Puede hacerse esta operación regulando el pH de modo que no sea superior a 9. Seguidamente se deja sedimentar el hidróxido de estaño-II o el carbonato básico. Las aguas se sifonan y desechan, siendo conveniente lavar el precipitado una o más veces, con agua hervida previamente, lo que se hace "in situ" en el mismo aparato. Cuando las aguas están casi exentas de cloruros, se sifonan por última vez, procurando dejar el precipitado lo más escurrido posible. - - - - -

20. Seguidamente se añade ácido acético suficiente para disolver el hidróxido o carbonato de estaño-II, lo que requiere un notable exceso, siendo preferible operar en caliente, o sea entre 60 y 80°C, lo que facilita la disolución. Con esto queda una solución de acetato de estaño-II en ácido acético y agua. - - - - -

25.



5. A continuación se añade el ácido carboxílico en exceso (10-20%), y se destila el agua y el acético excedentes. Cuando la temperatura de la masa alcanza los 130º, se procede a destilar en vacío, llegándose finalmente a 150ºC y a un vacío de 10 mm Hg. Se va destilando el ácido acético del acetato de estaño-II que es desplazado por el ácido carboxílico más fijo. Para eliminar los últimos restos de ácido acético, se introduce finalmente una pequeña cantidad de vapor de agua desaireado, el cual arrastra el poco ácido acético residual y algo de ácido carboxílico en exceso. Después se deshidrata a vacío, se filtra el producto y se estabiliza con algún antioxidante habitual, por ejemplo el p.ter-butyl-catecol, lo que garantiza su mejor estabilidad frente al oxígeno atmosférico. - - - - -

15. A continuación se expone un ejemplo práctico de ejecución del presente procedimiento. - - - - -

20. EJEMPLO : En un aparato provisto de un buen agitador, refrigerante para destilación, sistema de vacío, tubos abductores de nitrógeno y vapor, se cargan 225 kg de cloruro de estaño-II dibidrato, con un contenido mínimo de Sn-II del 51% y 1000 lts. de agua previamente hervida. Se efectúa el vacío y a continuación se inicia el paso de una corriente de nitrógeno de unos 200 lts/hora. Alcanzada la presión normal se abre el aparato y se inicia la agitación, añadiéndose lentamente una solución de hidróxido sódico al 10% hasta alcanzar un pH=9, requiriéndose unos 800 kg. - - -

Se deja decantar y se sifonan las aguas sobrenadantes, se introducen 3000 litros de agua hervida y se repite

384208



otra vez el lavado con 1500 litros de agua hervida. Ahora quedan en el aparato unos 800 litros de agua y precipitado, agregándose 250 kg de ácido acético glacial y se calienta a 80°C, aportándose después 390 kg de ácido 2-etilhexanoico.

5. Se inicia ahora la destilación de las aguas, las cuales tras notable cantidad de ácido 2-etilhexoico que se decanta y reintegra al aparato. La corriente de nitrógeno no se interrumpe en ningún momento salvo en las decantaciones. - - - - -

10. Una vez la temperatura de la masa alcanza los 120°C, con lo que la cantidad de agua que destila disminuye considerablemente, se inicia la destilación a vacío. No se reintegra ácido 2-etilhexoico, mientras que cuando se alcanzan los 150°C a un vacío de 10 mm Hg y apenas se destila

15. nada, se inicia el arrastre de vapor de agua para eliminar restos de ácido acético que pudieran quedar, y el exceso de ácido 2-etilhexoico. Interrumpido el arrastre, se deja secar la masa a 150°C y 10 mm Hg. durante unos minutos; seguidamente se enfría a 90°C, se agregan 500 gr. de p.ter-butyl-catecol y se filtra a 90°C. Con ello resulta el di(2-etilhexoa-

20. to) de Sn-II con un contenido de Sn-II del 29-30% y un contenido de Sn-IV inferior al 1%. Los rendimientos sobre el Sn-II del cloruro de estaño de partida, son superiores al 90%. - - - - -

25. Descrietas convenientemente las características de la invención, se hace constar que en la misma podrán introducirse cuantas variantes de detalle pueda aconsejar la experiencia, siempre que con ello no se modifique la esencialidad de la misma que es la que se resume y concreta en las

- 6 +  
384200



reivindicaciones que siguen. - - - - -

N O T A

Se declaran de novedad y propiedad para España, sus territorios y plazas de soberanía, las siguientes: - - -

5.

R E I V I N D I C A C I O N E S

10.

15.

20.

1.- Procedimiento para obtener carboxilatos de estaño-II, caracterizado por el hecho de partirse de sales hidrosolubles de estaño-II (Sn-II), tales como sulfato ó cloruro, que se precipitan en una solución acuosa diluída en un álcali, tal como hidróxido alcalino, carbonato alcalino o amoníaco, siendo lavado dicho precipitado y tratado con un exceso de ácido carboxílico volátil y soluble en agua, tal como ácido acético o fórmico, añadiéndose seguidamente el ácido carboxílico del que se trata de lograr el carboxilato de estaño-II, tal como ácido 2-etilhexoico, ácido nafténico, ácido oleico, ácido esteárico o ácido p.terbutilbenzoico, siendo seguidamente destilados el agua y el ácido volátil, con eliminación de los últimos restos por arrastre de vapor, filtrándose finalmente en caliente el carboxilato de estaño-II para eliminar impurezas. - - - - -

25.

2.- Procedimiento para obtener carboxilatos de estaño-II, según la reivindicación anterior, caracterizado por realizarse el proceso partiendo de cloruro de estaño-II.

3.- "PROCEDIMIENTO PARA OBTENER CARBOXILATOS DE ESTAÑO-II". - - - - -

Todo ello tal como se describe y reivindica en

*ref.*

384208 OCT.



la presente memoria que consta de siete hojas, foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras.

MADRID, 2 OCT. 1970.

P. A. M. CURELL SUÑOL