



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 351 222**

51 Int. Cl.:

C11D 7/50 (2006.01)

C23G 5/028 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05791093 .7**

96 Fecha de presentación : **18.07.2005**

97 Número de publicación de la solicitud: **1791942**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **06.06.2007**

54 Título: **Procedimiento de disolución de aceite a baja temperatura.**

30 Prioridad: **29.07.2004 FR 04 08363**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.02.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.02.2011

73 Titular/es: **ARKEMA FRANCE**
420, rue d'Estienne d'Orves
92700 Colombes, FR

72 Inventor/es: **Lallier, Jean-Pierre**

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

ES 2 351 222 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

PROCEDIMIENTO DE DISOLUCIÓN DE ACEITE A BAJA TEMPERATURA**DESCRIPCIÓN**

La presente invención se relaciona con el campo de los solventes. Se relaciona más particularmente con un procedimiento de disolución de aceite a baja temperatura. La presente invención tiene igualmente por objeto una nueva composición a base de 1,1,1,3,3-pentafluorobutano (HFC-365mfc) y de 1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-decafluoropentano (HFC- 43-10mee).

El documento WO 00/56833 divulga composiciones binarias cuasi azeotrópicas que consiste esencialmente en 1,1,1,3,3-pentafluorobutano (HFC-365mfc) y 1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-decafluoropentano (HFC- 43-10mee) o nonafluorometoxibutano. Este documento divulga igualmente composiciones ternarias y cuaternarias cuasi azeotrópicas que consisten esencialmente en 1,1,1,3,3-pentafluorobutano (HFC-365mfc), 1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-decafluoropentano (HFC-43-10mee) o nonafluorometoxibutano y trans-1,2-dicloroetileno (tDCE), bromuro de n-propilo, acetona, metanol, etanol o isopropanol.

Los ejemplos 4 y 5 del documento WO 00/56833 describe pruebas de solubilidad de aceite, a temperatura ambiente, de ciertas composiciones. Así, una composición que contiene 31% en peso de 43-10mee, 31% en peso de 365mfc y 38% en peso de tDCE se evaluó con un aceite mineral (Tabla 4) y una composición que contiene 33% en peso de 43-10mee, 28% en peso de 365mfc y 39% en peso de tDCE se evaluó con un aceite silicona DC-200 (Tabla 5).

Sin embargo, las composiciones ternarias de este documento no son eficaces en aplicaciones que necesitan trabajar a baja temperatura como por ejemplo en el campo médico u otro.

La solicitante ha por lo tanto puesto a punto un procedimiento de disolución de aceite a baja temperatura.

La presente invención tiene por primer objeto un procedimiento disolución de aceite a baja temperatura caracterizado porque se utiliza una composición que comprende 1,1,1,3,3-pentafluorobutano (HFC-365mfc), de 1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-decafluoropentano (HFC- 43-10mee), de trans-1,2-dicloroetileno (tDCE) y de 1 a 10 % en peso de un alcohol que contiene de 2 a 4 átomos de carbono.

El procedimiento según la presente invención, se utiliza a una temperatura inferior a 10°C. Se prefiere una temperatura comprendida entre 0 y 8°C. Una temperatura comprendida entre 3 y 6°C se escoge ventajosamente.

Se utiliza preferiblemente una composición que comprende de 40 a 69% en peso de una mezcla binaria, que contiene el 1,1,1,3,3-pentafluorobutano y el 1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-decafluorobutano, de 30 a 50% en peso de trans-1,2-dicloroetileno y de 1 a 10% en peso de un alcohol que contiene de 2 a 4 átomos de carbono.

Ventajosamente se utiliza una composición que comprende de 45 a 64% en peso de una mezcla binaria HFC- 365mfc y HFC- 43-10mee, de 35 a 45% en peso de trans-1,2-dicloroetileno y de 1 a 10% en peso de un alcohol que contiene de 2 a 4 átomos de carbono.

La cantidad de alcohol presente en la composición es ventajosamente comprendida entre 1 y 5% en peso.

El etanol, el propanol, el isopropanol, el butanol, el segundo butanol (sec-butanol) o el terciobutanol pueden convenir. Preferiblemente, se utiliza el isopropanol o el sec-butanol. El sec-butanol es ventajosamente preferido.

El 1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-decafluoropentano representa, preferiblemente, al menos 17% en peso de la mezcla binaria.

El procedimiento según la invención conviene a los aceites minerales o siliconas. Este procedimiento puede ser aplicado al depósito uniforme de aceites sobre un sustrato, por ejemplo utensilios de cocina. Conviene particularmente al depósito de aceite de silicona de grado médico, particularmente al depósito a los instrumentos médicos tales como agujas de jeringas o catéteres. En efecto, el aceite de silicona se utiliza como lubricante para las jeringas médicas hipodérmicas con el fin de reducir el dolor asociado a la inserción de la aguja en la piel del paciente.

El procedimiento según la presente invención conviene a la limpieza, desengrase y secado de superficies sólidas muy diversas (piezas metálicas, vidrios, plásticos, compuestos). Puede igualmente ser utilizada en la fabricación de circuitos impresos para eliminar los residuos de las sustancias utilizadas para mejorar la calidad de las soldaduras. Esta operación de eliminación se designa en la profesión por el término de “deflujo”.

La presente invención tiene por segundo objeto una composición que comprende el 1,1,1,3,3-pentafluorobutano (HFC-365mfc), el 1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-decafluoropentano (HFC- 43-10mee), de trans-1,2-dicloroetileno (tDCE) y de 1 a 10% en peso de un alcohol que contiene 4 átomos de carbono.

La composición particularmente preferida según el segundo objeto de la presente invención comprende de 40 a 69% en peso de una mezcla binaria que contiene el 1,1,1,3,3-pentafluorobutano y el 1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-decafluoropentano, de 30 a 50% en peso de trans-1,2-dicloroetileno y de 1 a 10% en peso de un alcohol que contiene 4 átomos de carbono.

Se prefiere ventajosamente, una composición que comprende de 45 a 64% en peso de la mezcla binaria HFC- 365mfc y de HFC- 43-10mee, de 35 a 45% en peso de trans-1,2-dicloroetileno y de 1 a 10% en peso de un alcohol que contiene 4 átomos de carbono.

La cantidad de alcohol presente en la composición está comprendida ventajosamente entre 1 y 5% en peso.

El sec-butanol se escoge ventajosamente como alcohol.

El 1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-decafluoropentano representa, preferiblemente, al menos 17% en peso de la mezcla binaria.

La composición, según el segundo objeto puede ser utilizada en la industria de la limpieza, desengrasado y secado de superficies sólidas muy diversas (piezas metálicas, vidrios, plásticos, compuestos). Puede igualmente ser utilizada en la fabricación de circuitos impresos para eliminar los residuos de sustancias utilizadas para mejorar la calidad de las soldaduras. Esta operación de eliminación se diseña en la profesión en el término de “deflujo”.

Además, puede ser utilizado como agente de expansión de espumas de poliuretano, como agente propulsor de aerosoles, como fluido caloportador, como agente de limpieza en seco de textiles o de limpieza de instalaciones frigoríficas.

PARTE EXPERIMENTAL

EJEMPLO 1

Descripción de los ensayos de solubilización de un aceite de silicona

Se utiliza un aceite de silicona Crompton L9000-1000 de la sociedad Crompton Corporation (Greenwich, USA). Se trata de un hidroxipolidimetilsiloxano, líquido transparente que tiene una densidad de 0,97 a temperatura ambiente (22°C) , un punto de ebullición superior a 200°C y un punto de chispa de 132°C (método Pensky-Martens, en corte cerrado).

Se preparan las mezclas a temperatura ambiente, es decir a 22°C.

3

Así, en un frasco de 50 ml, se introducen 18 ml de la composición con base en 365mfc y 43-10mee (para prueba) y 1,94 g de aceite de silicona, es decir que se realiza una solución a 10% en volumen. Se agita a continuación la mezcla manualmente durante 5 minutos.

Una parte de la mezcla así preparada se mantiene en reposo a temperatura ambiente (22°C) y durante 24 horas. Otra parte se mantiene en reposo a baja temperatura (6°C) durante 7 días.

Después de la duración del almacenamiento a diferentes temperaturas, se observa precisamente el aspecto de la mezcla. Se considera que hay solubilidad a temperatura ambiente o a 6°C cuando la mezcla es transparente, clara, homogénea, monofásica y estable.

Se prepararon las siguientes composiciones:

Composición A: 80% en peso de HFC- 365mfc y 20% en peso de HFC - 4310mee

Composición B: 48 % en peso de HFC-365mfc y 12% en peso de HFC- 4310mee y 40% en peso de trans-1,2dicloroetileno

Composición C: 44% en peso de HFC-365mfc y 11% en peso de HFC- 4310mee, 40% en peso de trans-1,2dicloroetileno y 5% en peso de sec-butanol .

Resultados

Composición	Solubilidad a 22°C	Solubilidad a 6°C
Composición A	NO	NO
Composición B	SI	NO
Composición C	SI	SI

EJEMPLO 2

Descripción de las pruebas de inflamabilidad

Para la evaluación de inflamabilidad de las composiciones se determinó su punto de chispa según el método normalizado ASTM D3828, corte cerrado SETAFLASH. El punto de chispa es la temperatura mínima a la cual un líquido desprendido de los vapores en cantidad suficiente para formar en su superficie una mezcla inflamable en el aire bajo la acción de una fuente de ignición, pero sin persistencia de llama o al retiro de la energía de activación.

Para cada una de las composiciones, se repitieron 5 veces la medida con el fin de obtener resultados fiables.

Resultados

Composición	PUNTO DE CHISPA
Composición A	NO
Composición B	NO
Composición C	NO

EJEMPLO 3

Descripción de las medidas de velocidad de evaporación

4

Se utilizó un gril en acero inoxidable de forma cuadrada de 4 cm de lado y que posee 30 filas por cm. Este tipo de gril al mallado estrecho permite obtener una buena retención del solvente después del remojo.

- 5 Se remoja el gril en un matraz de 100 ml que contiene 80 ml de la composición de prueba mantenida a temperatura ambiente, bajo ventilación controlada y estable.

- 10 Se dispara un cronómetro que medirá la velocidad de evaporación al momento en el cual se retira el gril totalmente embebido de la composición que se prueba. Al final de la evaporación se determina observando el frente de composición que migra en el transcurso del tiempo (en el instante del final de la evaporación, el frente dispara). Una quincena de medidas se realizaron y el valor medio de estas medidas se reporta en la Tabla de más abajo..

Resultado

Composición	Tiempo de evaporación
Composición C	14 segundos

Reivindicaciones

1. Procedimiento de disolución de aceite a baja temperatura caracterizado porque se utiliza una temperatura inferior a 10°C con una composición que comprende el 1,1,1,3,3-pentafluorobutano (HFC-365mfc), el 1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-decafluoropentano (HFC- 43-10mee), de trans-1,2-dicloroetileno (tDCE) y de 1 a 10% en peso de un alcohol que contiene de 2 a 4 átomos de carbono.
2. Procedimiento según la reivindicación 1 caracterizado porque la temperatura está entre 0 y 8°C y ventajosamente entre 3 y 6°C.
3. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado porque se utiliza una composición que comprende de 40 a 69% en peso de una mezcla binaria, que contiene el 1,1,1,3,3-pentafluorobutano y el 1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-decafluorobutano, de 30 a 50% en peso de trans-1,2-dicloroetileno y de 1 a 10% en peso de un alcohol que contiene de de 2 a 4 átomos de carbono.
4. Procedimiento según la reivindicación 3 caracterizado porque se utiliza una composición que comprende de 45 a 64% en peso de la mezcla binaria HFC- 365mfc y HFC- 43-10mee, de 35 a 45% en peso de trans-1,2-dicloroetileno y de 1 a 10% en peso de un alcohol que contiene de 2 a 4 átomos de carbono.
5. Composición que comprende el 1,1,1,3,3-pentafluorobutano (HFC-365mfc), el 1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-decafluoropentano (HFC- 43-10mee), el trans-1,2-dicloroetileno (tDCE) y de 1 a 10% en peso de un alcohol que contiene 4 átomos de carbono.
6. Composición según la reivindicación 5 caracterizada porque comprende de 40 a 69% en peso de una mezcla binaria, que contiene el 1,1,1,3,3-pentafluorobutano y el 1,1,1,2,3,4,4,5,5,5-decafluorobutano, de 30 a 50% en peso de trans-1,2-dicloroetileno y de 1 a 10 % en peso de un alcohol que contiene 4 átomos de carbono.
7. Composición según la reivindicación 5 o 6 caracterizada porque comprende de 45 a 64% en peso de la mezcla binaria HFC- 365mfc y HFC-43-10mee, de 35 a 45 % en peso de trans-1,2-dicloroetileno y de 1 a 10 % en peso de un alcohol que contiene 4 átomos de carbono.
8. Composición según la reivindicación 1 a 7 caracterizada porque en que el alcohol es el sec-butanol.
9. Composición según la reivindicación 5 a 8 caracterizada porque se utiliza en la industria de la limpieza, desengrasado, secado o como agente de expansión de espumas de poliuretano, como agente propulsor de aerosoles, como fluido caloportador.