

282422

PATENTE DE INVENCION

B. 979/T.

282422



*Memoria Descriptiva*

*sobre:*

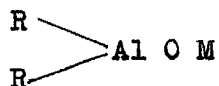
"Procedimiento para la obtención de compuestos  
dialcohol-aluminatos alcalinos".

---

*Solicitante:* PECHINEY, Compagnie de Produits Chimiques et  
Electrometallurgiques, entidad francesa, resi-  
dente en: 23, rue Balzac, PARIS, Francia.

---

La presente invención se relaciona con  
un procedimiento para la obtención de compuestos  
órgano-metálicos de la fórmula general :



13

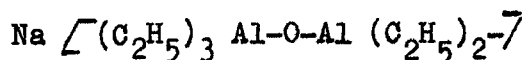


282422

en la que R representa un radical alcoholo, arilalcoholo o cicloalcoholo y M un átomo de metal alcalino.

5. Se refiere igualmente a un procedimiento de preparación de estos compuestos y a su utilización como promotor para la preparación de los compuestos órgano-alumínicos por reacción directa del hidrógeno y de un hidrocarburo olefínico con aluminio metálico.

10. Ciertos compuestos complejos del tipo



ya se han descrito, pero estos productos son diferentes a los del presente invento.

15. La relación Al/Na de estos compuestos es igual a dos mientras que los productos de la invención se caracterizan por una relación atómica Al/Na igual a la unidad.

20. La preparación de estos últimos consiste en hacer reaccionar por calentamiento, hidrógeno alcalino con un monohidruro de dialcoholaluminio. La combinación se efectúa progresivamente con eliminación de hidrógeno:



25. Se puede reemplazar el monohidruro de dialcoholaluminio por trialcoholaluminio, cuando las condiciones de la reacción conduzcan a la disociación del trialcoholaluminio en olefina e hidruro de dial-

13 NOV



- 3 -

282422

5. cohilaluminio. Esta disociación se favorece por una temperatura elevada y por la eliminación continua de la olenina formada. Se efectúa cuando los grupos alcoholos unidos al aluminio poseen una ramificación sobre el carbono 2, como el tri(metil<sub>2</sub> pentil) aluminio por ejemplo.

10. Cuando se hace reaccionar hidróxido de sodio con hidruro de dialcoholaluminio, sin añadir diluyente, el medio reaccional se hace muy viscoso y no se puede obtener una reacción total.

15. Para llegar a ella, es necesario diluir el medio reaccional mediante adición de un compuesto orgánico químicamente inerte, capaz de disolver el producto final. El empleo de un exceso de hidróxido alcalino comprendido entre 10 y 100 % con relación a la cantidad teórica favorece también la reacción total.

20. La reacción del hidróxido alcalino con el hidruro de dialcoholaluminio se efectúa por calentamiento prolongado de la mezcla entre 100 y 180°.

25. Según una forma preferente de preparación, se utiliza como disolvente un carburo aromático : tolueno o xileno, y se calienta la mezcla a la temperatura de ebullición del disolvente a presión normal.

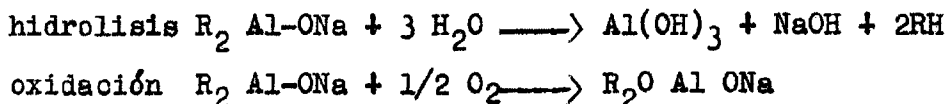
30. La reacción dura varias horas; se consigue fácilmente la evolución midiendo la cantidad de hidrógeno desprendida. Cuando la reacción ha terminado, se separa el exceso de hidróxido alcalino por



232422

filtración y se obtiene una solución toluénica del compuesto aluminio-alcalino. Se le puede obtener en estado sólido por destilación del disolvente a presión reducida.

- 5. Los compuestos  $R_2Al-O Na$  son por regla general polvos blancos amorfos, solubles en los hidrocarburos, sensible al aire y a la humedad. Estos productos poseen en efecto, aún cuando con una reactividad menor, las propiedades características de los alcoholaluminios por ejemplo :



- 15. Los compuestos  $R_2 Al-OK$  se presentan en forma análoga a sólidos amorfos muy quebradizos, susceptibles de reducirse a polvo por trituración efectuada al abrigo del aire y de la humedad.

Las propiedades químicas son muy similares a las del derivado sodado.

- 20. Un empleo particularmente interesante de estos compuestos es su utilización como activador en la síntesis directa de los alcoholaluminios a partir de aluminio metálico, de hidrógeno y de hidrocarburo olefínico de doble unión terminal o interna. El activador aumenta la velocidad de ataque del aluminio y reduce las reacciones parásitas, en particular la formación de hidrocarburos saturados.

- 25. Los compuestos que constituyen el objeto de la presente invención, tienen la ventaja de ser solubles en el medio reaccional y tienen, por consiguien-

13 NOV. 1944



282422

te, un empleo mucho más cómodo o sencillo que los activadores sólidos insolubles conocidos hasta ahora : metales alcalinos o hidróxidos o carboxilatos de estos metales. Actúan en dosis muy reducidas. Se emplean de ellos, de preferencia, 0,0005 moléculas por átomo de aluminio; pero esta cantidad no es crítica.

5.

El activador comienza a actuar en la dosis de 0,00001 molécula, y se puede sin inconveniente, emplear 0,2 moléculas por átomo de aluminio.

10.

Los ejemplos siguientes se dan para que puedan comprenderse con más facilidad las modalidades de preparación y de empleo de los compuestos nuevos que constituyen el objeto del invento, pero no limitan el alcance mucho más general del invento.

15.

EJEMPLO 1.

Se calienta la mezcla siguiente con agitación, en atmósfera inerte (argón) a presión atmosférica:

- |     |   |        |
|-----|---|--------|
|     | - hidruro bis (metil 2 pentil) aluminio<br>(97 % $AlR_2H$ ) | 46 g.  |
| 20. | - tolueno seco sobre sodio                                  | 100 g. |
|     | - sosa pura en pastillas                                    | 13,5g. |

La mezcla se mantiene en ebullición a reflujo durante 16 horas. Durante este tiempo el volumen total de hidrógeno desprendido medido a 20° C a 760 mm. de mercurio es de 5 litros. Después de enfriamiento la solución se filtra, a ligera presión de argon, sobre un filtro especial en amianto-celulosa, luego la solución se analiza en lo que afecta a la proporción de sodio y aluminio.

25.

30.

13



422

Análisis de la solución toluénica:

Na = 2,8 %

Al = 3,24 %

Sobre otra parte de la solución, se elimina el disolvente por destilación a presión reducida a 1 mm. de mercurio, a una temperatura final de 120° C. Se obtiene un sólido quebradizo que corresponde al análisis siguiente:

5.

Hallado

Teórico para Na O  $Al(C_6H_{13})_2$

Al = 12,33 %

11,4 %

10.

Na = 10,77 %

9,75%

El rendimiento en producto sólido, llevado a la totalidad del reactivo utilizado, es de 44 g., o sea el 80 % del teórico.

EJEMPLO 2.

15.

Preparación de tris(metil-2 pentil) aluminio.

20.

La preparación de este compuesto se efectúa haciendo reaccionar los compuestos siguientes: aluminio de pureza igual a 99,5 % en forma de granulados de dimensiones comprendidas entre 0,25 y 075 mm., hidrógeno, metil-2 penteno-1 (que previamente se destila en un compuesto organoaluminico de punto de ebullición igual a 60-62° C a 760 mm. de mercurio), una reducida cantidad de tris-(metil-2 pentil) aluminio

25.

procedente de una operación anterior como iniciador y, por último, una solución toluénica de un compuesto organo-metálico, según el invento, utilizado como activador.

30.

El activador se introduce en forma de solución toluénica.



282422

La operación se efectúa a 150°C en un autoclave agitado de 1 litro de capacidad, con una presión de hidrógeno comprendida entre 75 y 130 kg/cm<sup>2</sup>.

Las cantidades de reactivos utilizadas son las siguientes:

- Aluminio en granallas 200 g.
- metil-2 penteno-1 200 g.
- tris-(metil-2 pentil) aluminio 55 g.
- solución toluénica de NaOAl  
(C<sub>6</sub>H<sub>13</sub>)<sub>2</sub> a 1,7 mole/litro 3 cm<sup>3</sup>.

Los resultados obtenidos en el curso de una serie de 4 ensayos se resumen en el cuadro siguiente:

nº de ensayos	% activador introducido mole/átomo Al	Metil-2 Penteno-1			Velocidad de ataque del aluminio en gr/hora/litro autoclave
		transformado en trialcohol aluminio	transformado en metil-pentano	no transformado	
1	0,06	78 %	9 %	7 %	8,3
2	0,06	84 "	8 "	7 "	10,2
3	0,06	87 "	9 "	3,5 "	10,3
4	0,06	88 "	9 "	3,7 "	9,8

13 NOV.



282422

nº de ensayos	% activador introducido mole/átomo Al	Metil-2		Penteno-1	Velocidad de ataque del aluminio en g/hora/litro autoclave
		Transformado en trialcohol aluminio	Transformado en metil-2 pentano	No transformado	
5	nada	63 %	21 %	13 %	3,3
6	nada	60 "	22 "	14 "	3,3
7	nada	61 "	23 "	13 "	3,1
8	nada	59 "	24 "	13 "	3,3

Se observará que la velocidad de ataque del aluminio es marcadamente más reducida que la obtenida en los ensayos efectuados en presencia de activador, mientras que la proporción de producto hidrogenado ha disminuido notablemente.

5.

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 este invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en Francia con fecha 15 de noviembre de 1.961, número P.V.

10.

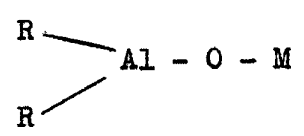
15. 879.005, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención

13 NOV 

282422

por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPUESTOS DIALCOHIL-ALUMINATOS ALCALINOS"; caracte- rizándose por lo siguiente:

5. 1ª.- Procedimiento para la obtención de compuestos dialcohol-aluminatos alcalinos, que corres- ponde a la fórmula



10. en la que R es un radical alcohol, arilalcohol o ci- cloalcohol, M es un metal alcalino del grupo IA de la clasificación periódica.

15. 2ª.- Procedimiento según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque para preparar los compuestos  $R_2 \text{Al O M}$  se calienta entre 100 y 180° una mezcla de hidruro de alcoholaluminio y de hidróxido de metal alcalino.

20. 3ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 2ª, caracterizado porque se disuelve el hidruro de di-alcoholaluminio en 1 a 3 veces su volumen de disolvente orgánico inerte, de preferencia tolueno o xileno, y en el que se pone en exceso de hidróxido de sodio de 10 a 100 % con rela- ción a la cantidad teórica, manteniéndose la tempera- tura a la ebullición del disolvente, a presión normal  
25. hasta que cesa el desprendimiento de hidrógeno.

30. 4ª.- Procedimiento, según lo especificado en las reivindicaciones 2ª o 3ª, caracterizado porque el hidruro de dialcoholaluminio se forma bajo la acción del calor, en el medio reaccional, a partir de la cantidad equivalente de trialcoholaluminio corres-



pondiente.

**282422**

5. 5ª.- Procedimiento según lo especificado en las reivindicaciones anteriores caracterizado por que los citados compuestos  $R_2 Al - O Na$  se aplican como activadores en la preparación de los organoaluminicos mediante reacción directa entre el aluminio, el hidrógeno y un hidrocarburo olefínico de doble unión terminal o interna.

10. 6ª.- Procedimiento para la obtención de compuestos dialcohol-aluminatos alcalinos; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de diez hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

13 NOV. 1962  
PECHINEY, Compagnie de Produits  
Chimiques et Electrometallur-  
ques

J. GOMEZ ACEBO Y MOREY