

PATENTE DE INVENCION

Ref. 5296.

300



335095
335095

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la preparación de especies químicas
por reducción"

Solicitante:

JOHN LESTER LANG,
de nacionalidad norteamericana, residente en
3290 Windgate Drive, MURRYSVILLE,
Estado de Pensilvania, EE. UU. de A.

Este invento se refiere a la preparación
de especies activadas útiles como catalizadores, agen-
tes de reducción, reactivos de síntesis y reactivos
organometálicos. Más especialmente, este invento se
relaciona con las preparaciones de estas especies

5.



activadas, por un procedimiento directo basado en la electricidad.

5. Como un objeto, este invento trata de proporcionar para producir un agente reductor metaloide finamente dividido, en una forma reactiva y dispersada por proyección en chispas eléctricas de una cantidad de energía eléctrica a través del material metaloide, mientras se halla dispuesto en el interior de una fase dispersante no perturbadora.
10. Otro objeto de este invento es proporcionar un nuevo procedimiento directo para la preparación de compuestos organometálicos, más sencillo y más inocuo que los métodos convencionales.
15. Un objeto adicional de este invento es proporcionar un procedimiento nuevo, directo, y de base eléctrica, para la preparación de especies reactivas que actúen en síntesis químicas del tipo enlace de carbono-carbono, tal como los reactivos de Grignard, Frankland, u otros compuestos organometálicos en un sistema, por medio del cual el grado de dispersión del metal por la electricidad, se controla para permitir la realización de un control completo del grado o velocidad de reacción.
20. Otro objeto de este invento es proporcionar un medio nuevo, más inocuo, más sencillo y más económico para preparar un sistema iniciador para la polimerización, y la polimerización de monómeros y comonómeros con el mismo.
25. Otros objetos de este invento resultarán evidentes al estudiar la Memoria y las reivindicaciones.
- 30.



30 DIC 1961

nes de esta Solicitud.

- Hasta ahora, la preparación de reactivos del tipo antes descrito, y especialmente los compuestos organometálicos, precisaba, el empleo de procesos implicados de gran duración y muchos métodos de síntesis eran indirectos. Por ejemplo, en procedimientos convencionales de polimerización tales como los bien conocidos procedimientos Ziegler y Ziegler-Natta, una parte integrante del método es el empleo de agentes reductores tales como aluminio-trietilo que son inflamables, y muy a menudo incluso pirofóricos. Estos materiales deben manejarse sometidos a condiciones especiales y desde luego costosas por razones que implican consideraciones químicas y de seguridad a la vez.
- 5.
- 10.
- 15.

- Los mayores inconvenientes de los procedimientos anteriores, radican en los hechos naturales de que los minerales que reaccionan fácilmente son también de manejo peligroso, y los que se manejan fácilmente son difíciles de hacer reaccionar.
- 20.

- Se ha comprobado que dichos compuestos organometálicos, reactivos para síntesis, agentes reductores, catalizadores, iniciadores de polimerización y polímeros, pueden prepararse por un nuevo procedimiento en el que los electrodos compuestos del metaloide deseado y adecuadamente dispuestos en el interior de una fase dispersante no perturbadora, se suministran con energía eléctrica que dá lugar al salto de arcos eléctricos o proyección de chispas para de este modo dispersar el metaloide en forma
- 25.
- 30.



5. finamente dividida de especies reactivas que luego pueden hacerse reaccionar con un correactivo intermedio para producir el reactivo químico deseado, compuesto organometálico, material catalítico, especie iniciadora de polimerización o producto de polimerización.

10. El procedimiento proporciona un método sencillo y directo para la preparación de materiales útiles que cuando se preparan por procedimientos convencionales han de obtenerse utilizando un medio no directo que implica la preparación de compuestos intermedios.

15. El procedimiento permite usar el componente metaloide, en masa, en lugar del convencional fácilmente oxidado, o incluso pirofórico en polvo al preparar compuestos organometálicos reduciendo así prácticamente los costes y a la vez los riesgos de seguridad al preparar y usar estos metales y sus compuestos organometálicos. En un caso típico, se utilizó aluminio en forma de alambre cortado, de acuerdo con el método de este invento, en lugar de compuestos muy peligrosos de aluminio trietilo pirofórico utilizados en los procedimientos convencionales.

20. El procedimiento es adaptable para usarse en muchos casos. Por ejemplo, el salto de arcos o proyección de chispas del litio metálico puede llevarse a cabo dentro de una fase inerte de hexano, al que se haya añadido una parte alícuota de bromuro de n-butilo para producir un compuesto organometálico

25. de litio susceptible de emplearse para iniciar la

30.



- polimerización de butadieno para formar un caucho. La proyección de chispas o formación de arcos del magnesio en análogas circunstancias, dá por resultado la formación de un reactivo de Grignard. La formación de chispas o formación de arcos en el seno de una fase dispersante inerte, que puede contener también un compuesto de un metal elegido de los Grupos IVa, Va, VIa, VIIa y VIIIa de la Tabla Periódica de Elementos, tal como por ejemplo tricloruro de titanio, oxiclорuro de vanadio, acetilacetato de zirconio y similares, produce una especie de iniciación que forma polietileno cuando se rocía etileno a su través. Los haluros orgánicos, olefinas y otros correactivos con enlaces formados por un número de electrones distinto de dos, pueden también usarse para preparar especies útiles.
5. formación de chispas o formación de arcos en el seno de una fase dispersante inerte, que puede contener también un compuesto de un metal elegido de los Grupos IVa, Va, VIa, VIIa y VIIIa de la Tabla Periódica de Elementos, tal como por ejemplo tricloruro de titanio, oxiclорuro de vanadio, acetilacetato de zirconio y similares, produce una especie de iniciación que forma polietileno cuando se rocía etileno a su través. Los haluros orgánicos, olefinas y otros correactivos con enlaces formados por un número de electrones distinto de dos, pueden también usarse para preparar especies útiles.
10. formación de chispas o formación de arcos en el seno de una fase dispersante inerte, que puede contener también un compuesto de un metal elegido de los Grupos IVa, Va, VIa, VIIa y VIIIa de la Tabla Periódica de Elementos, tal como por ejemplo tricloruro de titanio, oxiclорuro de vanadio, acetilacetato de zirconio y similares, produce una especie de iniciación que forma polietileno cuando se rocía etileno a su través. Los haluros orgánicos, olefinas y otros correactivos con enlaces formados por un número de electrones distinto de dos, pueden también usarse para preparar especies útiles.
15. formación de chispas o formación de arcos en el seno de una fase dispersante inerte, que puede contener también un compuesto de un metal elegido de los Grupos IVa, Va, VIa, VIIa y VIIIa de la Tabla Periódica de Elementos, tal como por ejemplo tricloruro de titanio, oxiclорuro de vanadio, acetilacetato de zirconio y similares, produce una especie de iniciación que forma polietileno cuando se rocía etileno a su través. Los haluros orgánicos, olefinas y otros correactivos con enlaces formados por un número de electrones distinto de dos, pueden también usarse para preparar especies útiles.

- Los compuestos organometálicos así producidos pueden usarse en distintas reacciones tales como las llamadas reacciones de Grignard, Wurtz-Fittig, Frankland, y similares, en muchas de las llamadas reacciones "catalizadas", reacciones de interconversión para formar otros compuestos organometálicos, o en polimerizaciones tales como las estereo-polimerizaciones metálicamente iniciadas y las iniciadas por compuestos organometálicos, de 1,3 dienos conjugados, el procedimiento Swarc de "polímero viviente", sodio-naftaleno iniciado, y similares.
20. Los compuestos organometálicos así producidos pueden usarse en distintas reacciones tales como las llamadas reacciones de Grignard, Wurtz-Fittig, Frankland, y similares, en muchas de las llamadas reacciones "catalizadas", reacciones de interconversión para formar otros compuestos organometálicos, o en polimerizaciones tales como las estereo-polimerizaciones metálicamente iniciadas y las iniciadas por compuestos organometálicos, de 1,3 dienos conjugados, el procedimiento Swarc de "polímero viviente", sodio-naftaleno iniciado, y similares.
25. Los compuestos organometálicos así producidos pueden usarse en distintas reacciones tales como las llamadas reacciones de Grignard, Wurtz-Fittig, Frankland, y similares, en muchas de las llamadas reacciones "catalizadas", reacciones de interconversión para formar otros compuestos organometálicos, o en polimerizaciones tales como las estereo-polimerizaciones metálicamente iniciadas y las iniciadas por compuestos organometálicos, de 1,3 dienos conjugados, el procedimiento Swarc de "polímero viviente", sodio-naftaleno iniciado, y similares.

- Los metales adecuados para utilizarse en la formación de compuestos organometálicos por este procedimiento, incluyen litio, rubidio, potasio, bario,
30. Los metales adecuados para utilizarse en la formación de compuestos organometálicos por este procedimiento, incluyen litio, rubidio, potasio, bario,



- estroncio, calcio, sodio, magnesio, cinc, manganeso, berilio, cromo, aluminio, estaño, cadmio, titanio, galio, arsénico, bismuto, cobalto, níquel, hierro, plomo, plata, silicio, mercurio, carbono y aleaciones de estos materiales, tales como ferrosilicio, amalgamas, mezclas fundidas, y carburos de los mismos. Los componentes metálicos pueden hallarse inicialmente en cualquiera de las formas sólida o líquida.
- 5.
10. Al preparar los iniciadores de polimerización Ziegler o Ziegler-Natta, la especie reductora metaloide se hace reaccionar comúnmente con un compuesto de un metal pesado de los grupos IVa, Va, VIa, VIIa u VIIIa de la Tabla Periódica de Elementos, tal como tetracloruro de titanio, tricloruro de titanio, oxiclорuro de vanadio, acetilacetato de zirconio, etc.
- 15.
20. Los correactivos orgánicos útiles en la formación de compuestos organometálicos por el procedimiento de este invento, son muy numerosos e incluyen, por ejemplo, los cloruros, bromuros, ioduros o materiales orgánicos equivalentes estéricamente no constreñidos y con tendencia a la polarización. Una lista parcial de compuestos típicos incluye cloruro de n-butilo, bromuro de n-butilo, cloruro de ciclohexilo, bromobenceno, clorotolueno, ioduro de metilo y sus homólogos. Los compuestos que contienen enlaces carbono-carbono disponibles y activos, múltiples, pueden utilizarse para proporcionar la parte orgánica del compuesto organo-metálico.
- 25.
- 30.



- lico. Son ejemplos de estos compuestos: etileno, propileno, butadieno, acetileno y sus homólogos. Análogamente los compuestos que tienen insaturación múltiple que confiere la naturaleza llamada "aromática", pueden usarse en la preparación de
5. las especies organometálicas por este invento. Este tipo tiene por ejemplo substancias tales como benceno, naftaleno, α -metilestireno tetrámero, ciclopentadieno, borazol, sus homólogos y equivalentes; los compuestos organometálicos complejos así derivados pueden representarse por las especies de iniciación del llamado polimerizaciones de "polímero activo" elucidadas por M. Swarc.
10. Los correactivos útiles con los materiales organometálicos preparados por este método, para formar otras especies reactivas, incluyen los compuestos de metales pesados de los Grupos IVa, a VIIIa de la Tabla Periódica de Elementos.
15. Los disolventes adecuados o fases flúidas de dispersión, para usarse en la preparación y empleo de los productos de este procedimiento, son los bien conocidos para usarse en reacciones que impliquen compuestos organometálicos convencionalmente preparados.
20. Algunos de estos disolventes son hidrocarburos alifáticos tales como hexano, heptano y aceite mineral, hidrocarburos aromáticos tales como benceno y otros compuestos aromáticos, aminas terciarias tales como aminas trialquílicas, piridina y sus homólogos, éteres, éteres cíclicos tales como tetrahidrofurano, dioxano y sus homólogos, y un gran número de
25. 30.

otros. Los criterios para disolventes adecuados incluyen el que sean inertes o fomenten la formación y la reacción del material organometálico en su uso destinado, tengan una naturaleza líquida en su temperatura deseada de aplicación y sean menos conductores de la electricidad que el metaloide usado. El espacio mismo es una fase dispersante inerte en determinadas condiciones.

5.

10.

Cuando la reacción deseada es de polimerización, las sustancias monómeras con dobles enlaces polimerizables, se ponen en contacto bien solas o en mezcla con las especies iniciadoras de este invento.

15.

20.

Un aparato adecuado para uso en la aplicación del procedimiento de este invento en pequeña escala, consiste en un recipiente de vidrio de un litro, dotado de electrodos sujetos en su interior y colocados de tal modo que los terminales estén cerca de la circunferencia y diametralmente opuestos en su fondo plano circular. La tapa del recipiente se dota de pasos para la introducción del reductor metaloide, disolvente, correactivos, monómeros, rociadores, conducciones de vacío o aspiración, etc. según se precise. Por debajo del fondo del recipiente se coloca un electroimán rotativo cuyos polos se mueven en un

25.

30.

plano paralelo al fondo del recipiente, y la distancia entre ambos polos es ligeramente inferior a la distancia entre los extremos de los electrodos antes citados. Otro electroimán, protegido por un cabezal y una cubierta resistente a la corrosión, se coloca en el fondo del recipiente como verdadero agitador de



- remoción. Cuando el imán exterior se hace girar por un mecanismo de impulsión adecuado, el imán interior gira y agita el contenido del recipiente. La acción de agitación sirve para completar y cortar pasos eléctricos a través del contenido del recipiente, por arremolinamiento de las partículas del reductor metaloide en yuxtaposición fuera de ella durante la aplicación de potencial eléctrico a los electrodos, dando lugar a la formación de arcos eléctricos que sirven para producir, como se indica en los Ejemplos, las especies reactivas de este invento.
- 5.
 - 10.

Los conductos del recipiente para el rociador, la entrada y otros, se conectan a sus respectivas tomas de gas inerte, aparato de aspiración, depósitos de disolvente, depósitos de monómeros, receptores de producto, etc., como se precise.

- 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.
- Quando se desea utilizar un metaloide líquido, un aparato especialmente útil es aquél en que un electrodo del sistema para aplicar energía eléctrica, se encuentra en un depósito de líquido superior, y el otro en la masa inferior del metaloide líquido dentro de una punta de goteo procedente de la parte superior al depósito inferior de metaloide. La distancia entre esa punta y la superficie de la masa inferior, se ajusta por ejemplo por un dispositivo de nivelación para acoplarse a las necesidades del potencial eléctrico para la formación de un arco cuando el metaloide líquido gotee al interior del depósito inferior.



-10-

Un sistema eléctrico útil con los aparatos de pequeña escala, tiene como generador una corriente alterna de 110 voltios, 60 períodos por segundo y 15 amperios, conectada al electrodo a través de un resistor de 600 wattios en serie, y una capacitancia de 1 microfaradio en paralelo con los electrodos mencionados.

Para llevar a cabo una aplicación del proceso de este invento, el aparato se purga con gas inerte, o en algunos casos con un monómero gaseoso, si se desea. El metaloide se introduce, junto con la fase dispersante deseada y cualquier material accesorio usado en una de las muchas permutaciones y combinaciones opcionales de composiciones posibles dentro del campo de este invento. Por ejemplo el material accesorio puede ser un compuesto correactivo de un metal seleccionado de los grupos IVa a VIIIa de la Tabla Periódica de Elementos químicos, monómeros ó modificadores que se eligen para hallarse presentes simultáneamente con la etapa de salto del arco o proyección de chispas. Cuando se han introducido en el recipiente todos los materiales deseados, y el rociador u otro medio ha producido la fase de dispersión inerte precisa, se activa la etapa de producción de arcos para obtener el material que últimamente llega a ser la especie reactiva, como se indica en los Ejemplos, y se limita por las reivindicaciones de este invento.

Las necesidades eléctricas para el salto del arco que dispersan el componente metaloide como especie reactiva, depende del electrodo, de su tama-



- ño, de la distancia que separa los electrodos, de la naturaleza de la fase dispersora fluida, y de otros factores. Las condiciones precisas para distintas configuraciones posibles, se han estudiado en relación con el alumbrado de arco, la soldadura por arco y similares, y son bien conocidas en la técnica representada por la descripción anterior.
- 5.

- Dentro del campo de este invento, son posibles muchas modificaciones del procedimiento.
10. Las condiciones especiales, tales como las relaciones de gravedad específica, pueden imponer cambios en el funcionamiento. Por ejemplo, cuando se utilizó litio metálico con hexano como fase dispersora, junto con bromuro de n-butilo, para obtener una especie para el uso en la polimerización de butadieno, se observó que el empleo de este metal en la forma de varillas era preferido dado que las virutas o pequeños pedazos de metal ligero en este caso tienen una gravedad específica de 0,53 a 20°C flotaban en el hexano (gravedad específica 0,65 a 20°C) incluso antes de que el bromuro de n-butilo (gravedad específica 1,279 a 20°C) se hubiera añadido.
- 15.
- 20.

- La electrodispersión del componente metaloide en la fase fluida de dispersión, y la reacción de aquel, pueden llevarse a cabo bien simultáneamente o por una sucesión de fases. Además, el catalizador preparado, el reactivo, el iniciador de polimerización o compuesto organometálico, pueden reaccionar "in situ" o separarse para reacción en cualquier otro sitio.
- 25.
- 30.

30 DIC. 1968

- Los ejemplos siguientes se facilitan solamente con normas para llevar a cabo determinadas preparaciones específicas de tal modo que los peritos en la materia puedan guiarse por ellas al aplicar este procedimiento a las muchas combinaciones posibles de metaloides, correactivos, monómeros y otras variables del proceso; cuya relación completa sería de una longitud molesta y fastidiosa y, por tanto, los ejemplos ilustrativos que figuran a continuación han de considerarse solo como aclaratorios y de ningún modo como límites del invento.
- 5.
- 10.

EJEMPLO 1 -

- En el aparato descrito, se colocaron 22,2 g de copos de aluminio, aproximadamente de 6 x 3 x 0,125 mm de dimensiones, y 400 g de aceite ligero de parafina. Las conducciones de entrada se purgaron con etileno y argon, respectivamente, y la purga de argón continuó durante el resto del experimento. Después de 20 minutos de purga con argón, se inició la agitación, el generador eléctrico se conectó a los electrodos, y el salto del arco se conservó durante unos 30 minutos. Después del salto del arco, se introdujo 0,1 cc de tetracloruro de titanio que reaccionó con el metaloide dispersado por el arco, para producir una especie catalítica coloreada en marrón oscuro. El etileno se roció a su través formando una pasta de polímero. Después de 4 minutos, se interrumpió el rociado con etileno, y el contenido del reactor se vertió en 2 litros de HCl metanólico, después de lo cual el precipitado se hizo
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



5. de color considerablemente más blanco. Este material se filtró, se lavó de nuevo con HCl metanólico, se filtró otra vez, se lavó con metanol, se separó y se secó. El polímero era un polvo blanquecino que pesaba 1,7 g y podía moldearse en forma de lámina. El aluminio no coloidal recuperado, pesaba 21,3 g.

EJEMPLO 2 -

10. En el interior del recipiente descrito anteriormente, se cargaron 22,5 g de copos de aluminio cortados en panes de aproximadamente 0,125 mm de espesor, en pedacitos rectangulares de alrededor de 7 x 4 mm de dimensiones, 5 cc de cloruro de n-butilo y 400 g de aceite ligero de parafina. Después de
15. cerrar, se purgaron las conexiones de entrada, y el recipiente se purgó luego con argon durante 20 minutos. Se inició la agitación, y se aplicó electricidad para el salto del arco, durante unos 20 minutos. Se produjo una mezcla de compuestos organoaluminicos.

20. Estos compuestos organoaluminicos, pueden usarse del mismo modo que los materiales convencionalmente preparados, por ejemplo, en mezcla con tetracloruro de titanio para formar una especie que dá lugar a la polimerización de α -olefinas tal como
25. etileno.

EJEMPLO 3 -

30. En el reactor se colocaron 12 g de virutas de magnesio, 5 cc de clorobenceno, 300 g de "Stoddard Solvent 190-205" (nombre distintivo de una fracción de hidrocarburo), 1 cc de piridina, y



- un gas inerte. A continuación se inició el rociado, el salto de arcos y la agitación como se describe en el Ejemplo 1. Después de 60 minutos de salto del arco, se interrumpieron la agitación, la corriente de gas inerte y la corriente eléctrica. El contenido del reactor se carbonató con nieve sólida de dióxido de carbono. A continuación se añadieron 100 cc de agua desionizada y 50 cc de ácido clorhídrico concentrado (36%). Las capas de aceite y agua se separaron, y la segunda se trató con una solución de cloruro de bario hasta que se precipitó todo el ácido. Esta sal de bario se lavó y secó. Pesaba 4,1 g y se colocó a continuación en 100 cc de agua desionizada y se amasó en ella. Se añadió ácido sulfúrico para liberar el ácido que luego se recristalizó, y secó, pesando 1,8 g y acusando un punto de fusión de 121°C.

EJEMPLO 4 -

- En este procedimiento, el reactor descrito se cargó con unos 400 g de heptano seco, 27 g de titanio metálico en virutas y 5 cc de cloruro de t-butilo. Las conducciones de argón y etileno se purgaron y el etileno se interrumpió. El argón se utilizó para purgar el reactor hasta la eliminación de todos los gases contaminantes. El agitador se puso en marcha y se inició el suministro eléctrico y se efectuó el salto del arco. Después de funcionar este último durante 30 minutos, se añadió 1 cc de tetracloruro de titanio, y la dispersión adquirió un color marrón oscuro. El salto del arco se continuó durante 15 minutos más; luego se introdujo

JUN 1966

-15-

etileno. Esto dió origen a la formación de una pasta de polímero marrón claro, de la cual se recuperó el polímero por el método descrito en el Ejemplo 1.

5. Dado que el cloruro de butilo terciario no reduce por sí mismo el tetracloruro de titanio del modo que acaba de describirse, la reducción del mismo acusa la formación de un producto intermedio organometálico que es desde luego susceptible de reducir el compuesto de titanio, produciendo así un material catalíticamente activo.
- 10.

EJEMPLO 5 -

15. Se colocó mercurio en el depósito, y el fondo de la parte del recipiente del aparato de laboratorio que antes se ha descrito como útil en reacciones en que intervengan metaloides líquidos. Se cargó en el recipiente que luego se roció con argón, hexano seco que se había destilado del sodio. Se aplicó potencial eléctrico a los electrodos, y el tubo de goteo se ajustó verticalmente. La llave de
20. taco se ajustó de tal modo que existiera una corriente de gotas pequeñas que se desprendieran lentamente de la punta del tubo. Después de hacer el ajuste vertical adecuado, se formó un arco que se interrumpía cada vez que caía una gota desde la punta del tubo de goteo. Este salto del arco en hexano, dió origen a una nube gris densa de mercurio dispersado en el disolvente. A esto se añadió 0,1 cc de bromuro de n-butilo y el salto del arco continuó a razón de
25. alrededor de 2 gotas por segundo, durante un período de 30 minutos.
- 30.



30 DIC. 1956

-16-

5. Este procedimiento formó un compuesto organometálico de mercurio como demostró su acción para formar una especie catalítica con 0,04 cc de tetracloruro de titanio añadido. El catalizador así formado, inició la polimerización cuando a su través se roció etileno.

10. Aunque este invento se ha descrito en relación con determinados ejemplos específicos, los peritos en la materia comprenderán fácilmente que sin separarse del espíritu y alcance del mismo pueden introducirse distintos cambios de acuerdo con las exigencias.

N O T A

15. 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, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España:
20. "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE ESPECIES QUIMICAS POR REDUCCION"; caracterizándose por lo siguiente:

25. 1ª - Procedimiento para la preparación de especies químicas por reducción de un correactivo mitad por transferencia de electrones a dicho correactivo, y mitad de una especie metaloide de reactivo dispersado, caracterizado porque comprende disponer un metaloide elegido del grupo consti-
- 30.



- tuido por litio, rubidio, potasio, bario, estroncio, calcio, sodio, magnesio, cinc, manganeso, berilio, mercurio, aluminio, estaño, cadmio, titanio, galio, arsénico, bismuto, cromo, cobalto, vanadio, níquel, hierro, plomo, plata, carbono, y silicio con una fase de dispersión flúida no perturbadora, haciendo saltar en arco una cantidad de energía eléctrica a través del metaloide del interior de la fase de dispersión no perturbadora, siendo suficiente la magnitud de la energía eléctrica para desintegrar el metaloide en una forma reactiva finamente dividida, y el reaccionar el metaloide reactivo dispersado con la mitad de correactivo citada.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- 2ª - Procedimiento , según reivindicación 1ª, caracterizado porque el material metaloide está en una forma seleccionada del grupo constituido por la forma elemental, amalgamas, aleaciones, mezclas fundidas, carburos y siliciuros.
- 3ª - Procedimiento, según reivindicación 1ª, caracterizado porque el correactivo intermedio comprende un compuesto de un metal pesado elegido de los grupos IVa a VIIIa de la Tabla Periódica, e incluye la etapa de colocar dicho material metaloide finamente dividido y dicho correactivo en contacto con un material monómero polimerizable, para llevar a cabo su polimerización.
- 4ª - Procedimiento, según reivindicación 3ª, caracterizado porque el material polimerizable se introduce en dicha fase de dispersión no perturbadora, mientras el metaloide se desintegra



por el paso de energía eléctrica a su través, por cuyo medio la polimerización se realiza in situ.

5. 5ª - Procedimiento, según reivindicaciones 3ª o 4ª, caracterizado porque el metaloide se elige del grupo constituido por aluminio, estaño, magnesio, silicio, litio y una mezcla líquida de sodio y potasio.

10. 6ª - Procedimiento según reivindicaciones 3ª o 4ª, caracterizado porque el correactivo mitad comprende un compuesto de un elemento seleccionado del grupo constituido por titanio, zirconio y vanadio.

15. 7ª - Procedimiento según reivindicaciones 3ª a 6ª, caracterizado porque el material polimerizable se elige del grupo formado por etileno, propileno, estireno y butadieno.

20. 8ª - Procedimiento según reivindicación 1ª, caracterizado porque dicha mitad de correactivo comprende un organo-haluro para formar un reactivo de Grignard por reacción con dicho metaloide finamente dispersado.

25. 9ª - Procedimiento, según reivindicación 1ª, caracterizado porque dicha mitad de correactivo comprende un reactivo orgánico.

10ª - Procedimiento para la preparación de especies químicas por reducción, tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.

30 DIC 1966

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

Madrid,
JOHN NESTER LANG,
30 DIC. 1966
GOMEZ ACEBO Y MODEI
c/ P. Fernández E. Hernández Rata