



Nº 357.671

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:

NATIONAL DISTILLERS AND CHEMICAL CORPORATION

entidad norteamericana, domiciliada en
99 Park Avenue, New York, U.S.A., relativa
a:

"PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR DISPERSIONES
DE METALES ALCALINOS"

=====

Inventores: Lloyd Maurice Watson y William
Roger Birchall

Prioridad: Solicitud de patente en U.S.A.
nº 667.023 de fecha 18 Agosto
1967.



16 AGO

MEMORIA DESCRIPTIVA

5. La presente invención se refiere a un procedimiento continuo y a un aparato para preparar dispersiones en un medio hidrocarburo, de metal alcalino finamente dividido en presencia de un coadyuvante de dispersión para el metal alcalino, y más particularmente a un procedimiento continuo para preparar dispersiones de sodio en las que el sodio está presente con un tamaño y una concentración de partícula medios substancialmente uniformes y a un procedimiento para preparar alfincatalizadores empleando tales dispersiones de sodio. - - - - -

15. Las dispersiones de metales alcalinos, y especialmente las dispersiones de sodio han demostrado ser muy útiles para muchas aplicaciones. Por ejemplo, las dispersiones de sodio pueden emplearse con ventaja en reacciones tales como las que implican clorohidrocarburos en las que es deseable un acoplamiento o reducción del clorohidrocarburo, en reacciones de dimerización y polimerización con una olefina no saturada tal como butadieno, y en la dimerización y polimerización de monómeros reaccionantes, tales como estireno

20.



o alfa-metilestireno. Las dispersiones de sodio pueden utilizarse también como un eficaz agente purificador para varios solventes y corrientes de gases inertes y como base reactiva para proporcionar sales de sodio finamente divididas en un medio hidrocarburo. - - - - -

5.

Además, las dispersiones de sodio preparadas según la presente invención son particularmente útiles en la preparación de alfincatalizadores. - - - - -

Un catalizador organometálico de metal alcalino para la polimerización de olefinas y particularmente dienos es conocido en la técnica anterior y se denomina alfincatalizador. El nombre alfin se toma de la utilización de un alcohol y de una olefina en su preparación. El alcohol, un metil-n-alkuilcarbinol, usualmente isopropanol, en forma de la sal sódica, y la olefina, también en forma de la sal sódica, y haluro de metal alcalino, forman un complejo que constituye el catalizador. - - - - -

10.

15.

Estos catalizadores provocan la polimerización de butadieno, isopreno y otros dienos, solos y conjuntamente con otros compuestos orgánicos copolimerizables, en la mayor parte de los casos de naturaleza olefínica. El catalizador se descubrió en el curso de un estudio de la adición de compuestos organosódicos a dienos. - - - - -

20.

Los polímeros obtenidos utilizando alfincatali-



- zadores se denominan alfinpolimeros o alfincauchos y contienen sodio en la molécula. Debido a la velocidad y a la facilidad de la reacción, atrajeron considerable interés en los años 40 y al principio de los 50. Sin embargo, la
5. muy alta velocidad de la reacción provocaba problemas. Los alfincauchos tienen la desventaja de poseer un peso molecular extremadamente alto, en general por encima de 3.000.000 y frecuentemente por encima de 10.000.000. Como resultado de ello, aunque estos polímeros están, de manera
10. general, libres de gel y tienen una alta resistencia a la tracción, una superior resistencia a la abrasión y cierta resistencia a la desgarradura, son también muy tenaces o correosos y presentan poca capacidad de plastificación y por consiguiente poca capacidad de formación de bandas en
15. el molino. Por ello, son difíciles, sino imposibles, de trabajar utilizando equipo convencional. Por consiguiente, el interés y la investigación sobre los alfincauchos eran mínimos hasta recientemente, y en su forma original los alfincauchos han hallado muy poca aplicación comercial.-
20. Se han hecho esfuerzos para reducir la viscosidad de trabajo de los alfinpolímeros por medio de la incorporación de plastificantes líquidos, particularmente aceites hidrocarburo de petróleo. Los productos resultantes son particularmente útiles en la fabricación de
25. biertas de neumáticos. - - - - -



Recientemente, se han producido alfincauchos de peso molecular relativamente bajo y medio del orden de aproximadamente 50.000 a aproximadamente 1.250.000. Esta limitación del peso molecular se hizo posible por incorporación de un moderador del peso molecular, un compuesto dihidroaromático, con el alfincatalizador durante la polimerización. Como resultado de ello, se ha renovado el interés comercial en los alfinpolímeros, y con ello el interés en la preparación a gran escala de alfincatalizadores. - - - - -

En la preparación del catalizador utilizado en el proceso de los alfincauchos, se prepara sodio amilo a partir de cloruro de amilo por reacción con sodio metálico. Se añade alcohol para destruir la mitad o más del sodio amilo, proporcionando con ello el alcóxido en un estado finamente dividido. Se hace pasar entonces propileno por la mezcla. Todas las operaciones se realizan en un aparato con agitación a alta velocidad, bajo una atmósfera de nitrógeno seco. La mitad del producto es cloruro sódico, que permanece con el catalizador. De algunas preparaciones, la centrifugación o decantación suave expulsará primero las trazas de sodio metálico dejadas por la primera etapa, formación de sodio amilo, para alcanzar el 100% y, en segundo lugar, la pequeña cantidad de cloruro sódico azul que acompaña frecuentemente la reacción. El resto es la mezcla de catalizador y de cloruro sódico. En general, el alcóxido debe derivarse de un alcohol se-



cundario, una rama del cual es un grupo metilo, y la olefina debe tener el sistema esencial $\text{CH}_2=\text{CHCH}_2-$. - - - - -

- En la preparación de alfincatalizadores utilizando hexano seco como solvente, se añade al hexano sodio finamente dividido dispersado en alquilato. La lechada se enfría a -10°C y se añade entonces el cloruro de n-amilo seco, con agitación moderada, que se prosigue durante una hora después de que se ha acabado la adición. Entonces, se añade alcohol isopropílico, con agitación adicional y, finalmente, se introduce propileno seco en la mezcla, manteniendo la temperatura todo el tiempo a -10°C , hasta que tiene lugar el activo reflujo del propileno. La temperatura se eleva entonces gradualmente a 25°C , se permite que el propileno deje el sistema y la lechada de reacción se transfiere a un recipiente de almacenaje bajo argón, donde se diluye con hexano seco, y está entonces lista para el uso en la preparación de alfincauchos. - - - - -
- 5.
 - 10.
 - 15.

- La preparación de la lechada de sodio en un diluyente inerte empleado en la reacción representa un aspecto importante de la preparación del catalizador. Se obtiene un alfincatalizador particularmente eficaz cuando se emplea el sodio como una dispersión finamente dividida en el diluyente inerte, y preferentemente una dispersión en la cual el tamaño medio máximo de partícula del sodio es de aproximadamente 1 a 2 micras, tal como puede prepararse
- 20.
 - 25.



- en un molino Gaulin. Cuando se utiliza dicho sodio finamente dividido, pueden emplearse, en la preparación del catalizador, dispositivos de agitación ordinarios, en vez de un equipo de trituración a alta velocidad. Puede obtenerse un buen rendimiento de sodio amilo y buenos rendimientos de isopropóxido sódico y sodio alilo, y el alfin-catalizador y los productos finales de polimerización están entonces relativamente libres de contaminación por sodio metálico. Además, la actividad del catalizador puede reproducirse más fácilmente. - - - - -
- 5.
- 10.

- Cierto número de exposiciones relativas a la preparación de dispersiones de metales alcalinos pueden obtenerse de la técnica anterior. Por ejemplo, en la técnica anterior se expone un proceso para preparar dispersiones de metales alcalinos fundiendo el metal alcalino en un líquido inerte y sometiendo toda la mezcla a agitación vigorosa al tiempo que se mantiene una temperatura en la que el metal alcalino está en estado fundido. Tal proceso da por resultado una suspensión de partículas finamente divididas de metal alcalino que tienen un tamaño de partícula del orden de 5 a 10 micras o incluso inferior, y tales dispersiones se mejoran añadiendo una pequeña cantidad de agente dispersante para mejorar la formación de partículas de tamaño uniforme y también para evitar que el metal se sedimente al almacenarse durante períodos prolongados. El anterior ejemplo se refiere realmente a la utilización de
- 15.
- 20.
- 25.



5. arcilla activada como agente de dispersión. La arcilla activada se añade durante la agitación del metal alcalino fundido y del líquido inerte o antes de ésta, en una cantidad de 0,05 a 5% en peso de la mezcla total. La dispersión resultante contiene partículas finamente divididas de metal alcalino que tienen un tamaño medio de 5 a 10 micras. - - - - -

10. Un método para preparar dispersiones de sodio finamente dividido de manera substancialmente reproducible por lo que respecta al tamaño de partícula y a las características superiores de actividad es también conocido y comprende preparar las dispersiones finas de sodio en un líquido inerte adecuado en presencia de un agente emulsificante y una pequeña cantidad de agua, por ejemplo de 0,1 a 1,5% en base sobre el peso del sodio. Los ejemplos de agentes emulsificantes incluyen estearato de aluminio, laurato de aluminio y oleato de cobre. Tales dispersiones pueden prepararse utilizando un molino coloidal bajo un gas inerte tal como argón. - - - - -

20. Una disposición típica de equipo para la preparación continua de dispersiones de sodio comprende un depósito de mezcla provisto de un mezclador de alta cortadura, de entradas de alimentación independientes para el sodio, y una mezcla de solvente hidrocarburo y de coadyuvante de dispersión, y una entrada y una salida para el nitrógeno, y una salida de rebose a través de la

25.



5. cual se colecta la dispersión de sodio. La salida de rebose está cubierta con un deflector para evitar un flujo irregular o de salpicadura. Este aparato proporciona una mezcla de partículas finas y gruesas de metal alcalino, algunas de las cuales pueden ser demasiado gruesas para ciertos fines, debido a que no hay control del tamaño de las partículas que entran en la salida. - - - - -

10. Según la presente invención, se provee un procedimiento continuo para preparar una dispersión uniforme de un metal alcalino finamente dividido en un diluyente orgánico inerte, que substancialmente no tiene partículas por encima de un máximo predeterminado y que tiene una concentración de metal alcalino substancialmente uniforme. El procedimiento comprende el dispersar continuamente un metal alcalino fundido en un diluyente orgánico inerte con un coadyuvante de dispersión que es soluble en el diluyente inerte y, si es necesario, un agente estabilizante, sometiendo el metal alcalino fundido a altas fuerzas de cortadura, y formar partículas de metal alcalino inferiores y mayores que un tamaño medio predeterminado, permitir que las partículas gruesas de metal alcalino fundido iguales o por encima del tamaño medio se sedimenten, y extraer las partículas finas sobrenadantes de metal alcalino fundido iguales o por debajo del tamaño medio, después de sedimentar las partículas mayores devolviendo continuamente las partículas gruesas a la zona de alta cortadura para reducir adicionalmente su tamaño, permitiendo de nuevo que las

15.

20.

25.



partículas gruesas se sedimenten, y repetir así el proceso de modo que finalmente todo el metal alcalino se haya reducido a un tamaño igual o por debajo de un tamaño medio mientras se añade continuamente metal alcalino adicional y se extrae continuamente una dispersión de partículas finas de metal alcalino que tienen un tamaño igual o por debajo del medio y una concentración de metal alcalino substancialmente uniforme. - - - - -

5.

El procedimiento de la invención permite la producción continua de dispersiones de metales alcalinos en diluyentes orgánicos inertes en las que el tamaño medio de partícula del metal alcalino es substancialmente uniforme y está dentro de límites muy estrechos. Se mantiene fácilmente un orden de aproximadamente 1 a aproximadamente 10 micras, con aproximadamente 80% de las partículas por debajo de las 5 micras. El procedimiento permite incluso la preparación de dispersiones de metales alcalinos que no tengan substancialmente partículas por encima de aproximadamente 10 micras, y que tengan un tamaño medio de partícula de aproximadamente 1 a 3 micras. Esto es una notable uniformidad, dentro del orden extremadamente limitado. Este procedimiento proporciona además dispersiones continuas que tienen concentraciones relativamente uniformes o constantes de metal alcalino. El tamaño de partícula y la concentración de metal alcalino de la dispersión final puede controlarse fácilmente por control cuidadoso del régimen de ali-

10.

15.

20.

25.



Fig. 1

5. mentación del metal alcalino y del solvente al sistema, de modo que substancialmente todas las partículas de metal alcalino por encima del tamaño medio deseado puedan sedimentarse en la zona quiescente. De este modo, las partículas de metal alcalino de la dispersión final se llevan a un tamaño y una concentración substancialmente uniformes. - - - - -

10. El tamaño medio predeterminado de las partículas puede ajustarse aproximadamente a 10 micras o superior, y los parámetros anteriores pueden ajustarse correspondiente-
 15. mente. Por ejemplo, si el tamaño medio se ajusta a aproximadamente 10 micras, todas las partículas de metal alcalino fundido mayores de 10 micras se dejarán sedimentar y por ello se reciclarán hasta que se hayan reducido por debajo del tamaño medio de partícula. Las partículas de 10 micras o inferiores no se sedimentarán sino que serán extraídas como partículas finas sobrenadantes y se hallan presentes en concentración uniforme. - - - - -

20. El presente procedimiento puede emplearse para preparar dispersiones de cualquier metal alcalino, incluyendo el litio, sodio, potasio, rubidio, cesio y aleaciones o mezclas de dos o más de estos metales. - - - - -

25. Al realizar el procedimiento, el metal alcalino fundido, el medio orgánico inerte y el coadyuvante de dispersión deben mantenerse bajo una atmósfera de gas inerte



en todo momento, tal como nitrógeno, argón u otro gas inerte para evitar la oxidación del metal alcalino y reducir la posibilidad de explosión. - - - - -

- La separación de partículas relativamente gruesas de metal alcalino fundido por encima del medio elegido respecto a las partículas relativamente finas de metal alcalino fundido iguales o por debajo del tamaño medio elegido se hace mejor dejando sedimentar las partículas gruesas de la mezcla en una zona quiescente. Si la cantidad del metal alcalino fundido, medio orgánico inerte y coadyuvante de dispersión agitado se ajustan adecuadamente, en la zona quiescente, las partículas de metales alcalinos fundidos iguales o mayores que el tamaño medio o máximo de partícula (es decir mayores de 10 micras) se sedimentarán y las partículas iguales o menores que el tamaño medio deseado de partícula (es decir 10 micras o menores) ascenderán. El grado y el régimen de sedimentación varía con la densidad del metal alcalino empleado, el orden y el tamaño de las partículas de metal fundido y la velocidad de flujo a través de la zona quiescente.-
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.

- El diluyente orgánico inerte empleado para la dispersión del metal alcalino puede ser cualquier líquido orgánico que sea relativamente inerte respecto al metal alcalino y que pueda calentarse a una temperatura por encima del punto de fusión del metal alcalino sin provocar descomposición. El líquido orgánico puede ser cual-
- 25.



5. quier hidrocarburo alifático o cicloalifático saturado líquido o éter u otro líquido orgánico inerte respecto al metal alcalino y en el que sea insoluble el metal alcalino. El diluyente orgánico debe ser líquido bajo las condiciones en las que se forma la dispersión del metal alcalino. Cuando se prepara una dispersión de sodio y se emplea en la preparación de alfincatalizadores, el diluyente orgánico inerte debe ser un hidrocarburo saturado alifático o cicloalifático líquido, que se mantenga líquido bajo las condiciones en las que se forman la dispersión de sodio y el alfincatalizador. El sodio funde a 97,6°C. Por ello, el diluyente debe ser líquido a una temperatura tan baja como -20°C e inferior, y a una temperatura tan alta como 150°C, la máxima temperatura normalmente alcanzada durante la formación de la dispersión de sodio y usualmente de 20° a 130°C. - - - - -
- 10.
- 15.

- Los diluyentes hidrocarburo alifáticos satisfactorios incluyen pentano, hexano, heptano, octano, nonano y decano así como mezclas de solventes obtenibles comercialmente que incluyen cualquiera de estos hidrocarburos, tales como éter de petróleo, espíritu mineral inodoro, punto de ebullición de 176-207,78°C, queroseno y aceite mineral, isooctano comercial, Isopar E, un material desprovisto de hidrocarburos normales, que tiene típicamente la composición: - - - - -
- 20.
- 25.



	<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>
	2,2,4-trimetilpentano	2,2
	2,5-dimetilhexano } 2,4-dimetilhexano }	4,8
5.	2,3,4-trimetilpentano	11,5
	2,3,3-trimetilpentano	21,1
	3-metilheptano	33,0
	2,2,4-trimetilhexano	6,2
10.	3-metil-4-etilhexano } 3,4-dimetilheptano } 2,3-dimetilheptano } 3,3,4-trimetilhexano }	5,7
	Otros 15 isocomponentes	13,7
	C ₉ nafta + C ₁₀₊	1,8
15.		100,0

2,2,4-trimetilpentano, o alquilato ligero Sinclair, que tiene la siguiente composición: - - - - -

	<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>
	2-metilbutano	10,0
20.	2,3-dimetilbutano	8,2
	2,4-dimetilpentano	5,8
	2,3-dimetilpentano	7,9
	2,2,4-trimetilpentano	21,5
25.	Otros 18 hidrocarburos alifáticos ramificados en C ₈ y C ₉	46,6
		100,0



5. Los hidrocarburos cicloalifáticos utilizables incluyen el ciclohexano, ciclopentano, metilciclohexano y cicloheptano. Los ejemplos de otros líquidos orgánicos adecuados incluyen ciertos éteres estables como el tetrahydrofurano y el dibutiléter. - - - - -

10. La cantidad de metal alcalino en la dispersión no es crítica y puede ajustarse para adaptarse al objeto para el que se emplea la dispersión. Normalmente, la concentración de metal alcalino puede alcanzar desde aproximadamente 10 a aproximadamente 60% en peso, y preferentemente de aproximadamente 20 a aproximadamente 50% en peso. Si la dispersión de metal alcalino es una dispersión de sodio a utilizar en la preparación de un alfinocatalizador la concentración de sodio debe hallarse dentro del orden de aproximadamente 25 a aproximadamente 50%. - - - - -

20. La preparación eficaz de dispersiones de metal alcalino de concentración uniforme requiere una rápida y completa ruptura de las gruesas partículas de metal alcalino y que se evite que las partículas resultantes finamente divididas entren en coalescencia. Es deseable emplear de 0,5 a 5% en peso del sodio de un coadyuvante determinado de dispersión para fomentar la ruptura de las partículas de sodio, y agentes de estabilización determinados para evitar la coalescencia de las partículas. - - - - -



metal alcalino, forma durante su desplazamiento un co-
loide protector alrededor de las finas gotitas de metal
alcalino y por ello evita que las gotitas entren en coa-
lescencia. - - - - -

5. Ciertos compuestos actúan principalmente como
coadyuvantes de dispersión y, por ello, podrían utilizar-
se conjuntamente con un agente estabilizante. Tales com-
puestos incluyen un ácido dímero, el producto formado por
la combinación de dos moléculas de ácidos grasos no satu-
10. rados, tales como oleico o linoleico, lecitina, polímeros,
cauchos, etc. - - - - -

15. Las sales inorgánicas en las que la parte metá-
lica es desplazable por el metal alcalino que se está dis-
persando, es decir, en las que el metal de la sal es infe-
rior en series electromotoras que el metal alcalino, pue-
den emplearse como agentes estabilizantes. Son ejemplos
de tales sales el cloruro magnésico, cloruro cúprico, clo-
ruro cuproso, cloruro férrico, bromuro cúprico, sulfato
férrico, etc. Tales sales inorgánicas, sin embargo, no son
20. eficaces como coadyuvantes de dispersión; por consiguien-
te, debe preverse también una molécula orgánica reactiva
con el metal alcalino, tal como ácido, alcohol, glicol,
o acetona en C_4 a C_{36} para obtener un ambiente adecuado
para la formación de la dispersión. - - - - -



U.S. AG

- La invención proporciona también un aparato adecuado para la preparación de las dispersiones de metales alcalinos finamente divididos con una limitada distribución del tamaño de partícula y una concentración de metal alcalino uniforme, que comprende una zona de dispersión con alta cortadura, por ejemplo un molino u homogeneizador coloidal, para dispersar el metal alcalino fundido en un diluyente orgánico inerte, medios para definir una zona quiescente en la que puedan sedimentarse partículas relativamente gruesas y de la que puedan extraerse partículas relativamente finas, medios para devolver continuamente las partículas relativamente gruesas a la zona de dispersión de alta cortadura, para una ulterior reducción de tamaño, y para devolver continuamente las partículas finas resultantes a la zona quiescente, medios para extraer las partículas relativamente finas iguales o por debajo de un tamaño medio predeterminado, y medios para mantener el metal alcalino a una temperatura por encima de su punto de fusión. - - - - -
- 5.
- 10.
- 15.
20. Se prefiere proporcionar una zona de mezcla y una zona independiente de dispersión con alta cortadura. Las conducciones para alimentar los materiales de partida, el metal alcalino fundido y la mezcla del coadyuvante de dispersión-líquido orgánico inerte, se sitúan para alimentar directamente la zona de mezcla, preferentemente por encima de la superficie del líquido. Se prevé un de-
- 25.



flector para definir una zona quiescente para la clasificación por fluido de la dispersión tratada, que permite que las partículas gruesas se sedimenten y las partículas finas sean extraídas por la parte superior de la zona quiescente. El material sobredimensionado se devuelve a la zona de alta cortadura, tal como el aparato de homogeneización, donde se reduce adicionalmente en su tamaño de partícula y se devuelve finalmente a la zona quiescente de modo que las partículas más finas iguales o por debajo del tamaño máximo predeterminado (el tamaño medio) pueden extraerse y las partículas más gruesas separarse y tratarse de nuevo. - - - - -

El contenido del depósito de mezcla y del sistema de circulación puede mantenerse a una temperatura por encima del punto de fusión del metal alcalino, por ejemplo, por encamisado del equipo y por calentamiento con vapor o aceite. Es ventajoso mantener una protección del sistema con gas inerte para evitar la oxidación del metal alcalino tal como sodio, y para fines de seguridad. El aparato descrito para realizar el procedimiento de la invención se ilustra en las figuras anexas. - - - - -

La figura 1 es un esquema general de flujo que ilustra los detalles del depósito de mezcla y del sistema de circulación y alimentación. Las figuras 2, 3 y 4 ilustran las unidades de dispersión. - - - - -



- Para la escala de funcionamiento indicada en los ejemplos, se empleó un depósito de mezcla de 7 pulgadas de diámetro y 10 pulgadas de altura. El deflector de esta unidad de mezcla es suficiente para una sección transversal que abarque una sección de sedimentación de aproximadamente 100 pulgadas cúbicas, y la unidad contiene una sección de mezcla de aproximadamente 200 pulgadas cúbicas. Un agitador de hélice de 2 pulgadas de diámetro se acciona a 1.500 rpm en la zona de bombeo. En estas operaciones se emplearon homogeneizadores que funcionaron a regímenes de circulación de 125 a 420 galones por hora y un molino coloidal que funcionaba a regímenes de circulación de 50 a 420 galones por hora. Los volúmenes de producción de estas unidades eran de 1 a 2 galones por hora. Aumentando la escala de funcionamiento, el régimen de circulación puede aumentarse a un nivel de 3.500 galones por hora con una producción de 300 galones por hora o más. - -
- 5.
- 10.
- 15.

- En la figura 1, 1 y 2 indican las conducciones de alimentación correspondientes del metal alcalino fundido y del medio orgánico inerte más el coadyuvante de dispersión; 3 es la conducción utilizada para proporcionar una protección por gas inerte, por ejemplo, nitrógeno o argón según el metal alcalino tratado; 4 es el agitador de hélice utilizado para dispersar la mezcla; 5 es una placa deflectora utilizada para separar la mezcla y la zona quiescente; 6 es la zona de sedimentación o quies-
- 20.
- 25.



cente; 7 es el paso de descarga para la dispersión acabada; 8 y 10 son las conducciones para transportar las dispersiones a y desde 9 que es el dispositivo de homogeneización y 11 es una camisa que está llena del medio de calentamiento. - - - - -

5.

Los dispositivos ilustrados en las figuras 2, 3 y 4 son comunes en la industria y se ilustran simplemente para indicar su acción en la dispersión de metales alcalinos fundidos en disolvente orgánicos inertes. - - - - -

10.

La figura 2 es un molino coloidal rotativo que opera a presión atmosférica siendo transmitida la potencia necesaria para producir las dispersiones al líquido por medio de una recirculación interna a alta velocidad obtenida en el molino coloidal. - - - - -

15.

La figura 3 es un homogeneizador de válvula de desplazamiento positivo que dispersa el líquido por medio de la inyección a alta presión a través de un orificio. -

20.

La figura 4 es un homogeneizador de tipo peine vibratorio. Esta unidad dispersa líquidos forzando el líquido sobre un peine de metal que vibra a frecuencias ultrasónicas. - - - - -

Al realizar el procedimiento de la presente invención empleando el aparato de la figura 1, para preparar una dispersión de sodio, por ejemplo, se carga una parte



- de una mezcla de diluyente orgánico inerte-coadyuvante de dispersión en el depósito de mezcla, y se ponen en funcionamiento las conducciones de circulación 8 y 10, el homogeneizador 9 y el agitador 4 del depósito de mezcla. La camisa 11 del depósito de mezcla se llena con el medio de calentamiento. La mezcla del diluyente y del coadyuvante de dispersión se hace circular a través del homogeneizador 9 hasta que la temperatura del sistema se eleva a la temperatura de trabajo. Entonces, se pone en marcha la alimentación 1 de sodio fundido y se alimentan también simultáneamente en el depósito de mezcla el diluyente orgánico inerte y el coadyuvante de dispersión (2), y se mezclan por medio del agitador 4. La mezcla así producida que contiene partículas gruesas de sodio entra en la zona quiescente 6 creada dentro del deflector 5 de desplazamiento y todas las partículas de sodio se sedimentan dado que ninguna es suficientemente pequeña como, por ejemplo, de 10 micras o menos, para elevarse a la parte superior de la zona quiescente y ser descargada a través de la conducción 7. Las partículas gruesas de sodio fundido mayores de, por ejemplo, 10 micras, que se sedimentan en la zona quiescente se bombean a través de la conducción 8 y el homogeneizador 9 para reducir el tamaño de partícula del sodio fundido, y el homogenizado se transporta entonces a través de la conducción 10 al depósito de mezcla de donde se devuelve a la zona quiescente. Entonces, algunas de las partículas de sodio son lo bastante pequeñas para su uso y se extraen a través de la conducción 7. El resto se sedimenta de nuevo y se recicla otra vez, y esto se repite automáticamente de modo



- que las partículas por encima del tamaño medio se reciclan constantemente. La producción de este sistema se controla adecuadamente variando el régimen de alimentación de las corrientes 1 y 2 para provocar una media de dos a diez reciclados del sodio a través del homogeneizador antes de la extracción como partículas finas en la zona quiescente al tiempo que se permite que todo el material grueso por encima de, por ejemplo, 10 micras de tamaño se sedimente y vuelva al homogeneizador para la ulterior reducción de tamaño. El deflector está situado para abarcar una zona quiescente suficiente para proporcionar una velocidad de flujo hacia arriba máxima de menos de aproximadamente 0,5 pies por segundo, con un régimen de tratamiento máximo. La dispersión fina se extrae a través del paso de descarga 7 hacia el almacenaje o, por ejemplo, hacia la preparación del alfin catalizador. La unidad descrita puede hacerse funcionar con regímenes de alimentación de materiales de partida de aproximadamente 2 a aproximadamente 48 libras por hora.-
- 5.
- 10.
- 15.

- La invención proporciona también un procedimiento mejorado para preparar alfin catalizadores que emplea la dispersión de sodio producida según la presente invención. -
- 20.

- La dispersión de sodio en el diluyente inerte puede emplearse del modo usual en cualquier preparación deseada de alfin catalizador. Una preparación típica de un alfin catalizador se ha descrito anteriormente. Además, se conoce otra preparación de un alfin catalizador en la que un alfin catalizador de actividad satisfactoria se obtiene invir-
- 25.



tiendo el orden de reacción de los componentes y substituyendo el cloruro de n-amilo por cloruro de n-butilo. En este método, se forma isopropóxido sódico por reacción directa con sodio, en vez de con sodio alquilo, con un ahorro de la mitad del haluro de alquilo y de un cuarto del sodio. - - - - -

5.

Como componente alcohólico utilizado para formar el alcóxido sódico, puede utilizarse cualquier metil-n-alquil carbinol que tenga de uno a aproximadamente diez átomos de carbono, tal como isopropanol, metil-n-propilcarbinol, y metil-n-butylcarbinol. Se prefiere el isopropanol. - - - -

10.

El alcóxido se formará a temperaturas más bien bajas, siendo satisfactorias las tan bajas como -20°C. No hay límite superior en la temperatura de reacción. - - - - -

15.

La olefina tiene de aproximadamente tres a aproximadamente diez átomos de carbono, y contendrá el grupo -CH=CH-CH₂-. Se prefiere el propileno, que da sodio alilo, pero puede utilizarse también buteno-1, buteno-2, penteno-1, y hexeno-1. Se prefieren las olefinas terminales CH₂=CH-CH₂-. La actividad puede disminuir cuando aumente el peso molecular de la olefina. - - - - -

20.

El sodio alquenoilo, el haluro sódico y el alcóxido sódico que componen el alfincatalizador se preparan por reacción de la lechada de sodio de la invención con el alcohol y la olefina en presencia del líquido dispersante utilizado para el catalizador. Ese puede ser, y preferentemente es, igual que el diluyente inerte utilizado para

25.



la dispersión de sodio. Frecuentemente, sin embargo, se utiliza un hidrocarburo de punto de ebullición inferior tal como hexano, para facilitar la separación ulterior. Es satisfactorio cualquier hidrocarburo alifático o cicloalifático inerte. - - - - -

5.

La olefina se metala utilizando un sodio alquilo, teniendo la parte orgánica de aproximadamente tres a aproximadamente diez átomos de carbono. Se prefiere el cloruro de amilo, pero pueden utilizarse también cloruro de butilo, cloruro de hexilo, bromuro de hexilo, cloruro de heptilo, bromuro de amilo y cloruro de octilo. - - - - -

10.

La reacción tendrá lugar a bajas temperaturas, lo que es ventajoso cuando la olefina es un gas, tal como propileno. Puede emplearse una temperatura de aproximadamente -20°C a aproximadamente +80°C. Es normalmente adecuado un tiempo de reacción de una a aproximadamente cinco horas. -

15.

La mezcla de reacción puede prepararse mezclando el diluyente del catalizador, la dispersión de sodio y el halo de alquilo, y añadiendo entonces el alcohol. Después de que se ha formado el alcóxido, se añade la olefina y se metala. Se elimina la olefina en exceso y el residuo puede utilizarse como alfin catalizador, sin ulterior tratamiento o purificación. En este método, el sodio se convierte primero en el sodio alquilo y la mitad de éste se convierte entonces en el alcóxido, mientras que el resto se convierte en sodio alqueno. - - - - -

20.

25.

Es también posible añadir el alcohol a la dispersión



de sodio mezclada con el diluyente del catalizador, formando el alcóxido sódico, y añadiendo entonces el haluro de alquilo y, finalmente, la olefina. Este proceso requiere la mitad de la cantidad del haluro de alquilo, y tres cuartas partes de la cantidad de sodio, requeridas por el primer proceso, y se prefiere por ello, en una operación comercial. - - - - -

El alfincatalizador obtenido puede emplearse en la alfinpolimerización de una amplia variedad de compuestos orgánicos no saturados, que incluye dienos alifáticos tales como 1,3-butadieno, 2,3-dimetil-1,3-butadieno, isopreno, piperileno, 3-metoxi-1,3-butadieno, olefinas arilo, tales como estireno, los distintos alquilestirenos, p-metoxiestireno, alfa-metilestireno, vinilnaftaleno y otros hidrocarburos no saturados. El 1,3-butadieno solo y las combinaciones del butadieno y estireno o isopreno son compuestos no saturados polimerizables preferidos. - - - - -

La cantidad de alfincatalizador (basada en los sólidos) que se emplea para la alfinpolimerización es normalmente de aproximadamente 1 a aproximadamente 5% en peso, y preferentemente de aproximadamente 1 a aproximadamente 3,5% en peso basada en el peso del compuesto orgánico no saturado.-

La reacción de alfinpolimerización tiene lugar de una manera general a presión atmosférica y a temperatura ambiente en un medio de reacción adecuado. Las condiciones de presión y temperatura no son críticas, sin embargo, y la reacción tendrá lugar a cualquier presión del orden de aproxi-



madamente 1 a aproximadamente 50 atmósferas y a cualquier temperatura del orden de aproximadamente -25 a aproximadamente +100°C. - - - - -

- Los medios de reacción preferidos son hidrocarburos
5. alifáticos y cicloalifáticos inertes, tales como pentano, hexano, mezcla al 1:1 de hexano y pentano, octano, ciclohexano, ciclopentano, cicloheptano, decalin y heptano. Un solvente de reacción preferido es el hidrocarburo empleado para la dispersión del sodio en la preparación del alfinca
10. talizador. - - - - -

- Es muy importante que el agua se excluya de la mezcla de reacción de alfinpolimerización y por consiguiente es esencial que todos los componentes que eventualmente se emplearán aquí, incluyendo el solvente y el coadyuvante de
15. dispersión empleados en la dispersión del sodio, sean anhídros. - - - - -

- La reacción de polimerización puede conducirse de manera intermitente, semicontinua o continua, y los polímeros y copolímeros obtenidos como productos de reacción pueden recuperarse por medio de cualquier técnica convencional. - - - - -
- 20.

- En los ejemplos siguientes se empleó el aparato descrito anteriormente. El progreso de la dispersión se siguió por medio de muestras de dilución de la corriente del proceso con un hidrocarburo diluido y midiendo el tamaño y
25. distribución de partículas por observación de las mismas a



través del microscopio y por medida del régimen de sedimentación. Las dispersiones de metal alcalino producidas según el procedimiento de esta invención son estables durante prolongados períodos a temperaturas tanto por encima como por debajo del punto de fusión del metal alcalino en tanto se mantengan en una atmósfera inerte. Pueden refrigerarse fácilmente por debajo del punto de fusión del metal alcalino y transportarse por medio de una bomba con poca o ninguna dificultad. - - - - -

5.

10. Los ejemplos siguientes, en la opinión de los inventores, representan realizaciones preferidas de su invención.-

EJEMPLO 1

Un galón de espíritu mineral que contenía aproximadamente 0,04 libras de oleato de cobre en solución se introdujo en el depósito de mezcla descrito en la figura 1, y el sistema, utilizando un homogeneizador de válvula (figura 3) se calentó y se hizo circular hasta que la temperatura alcanzó 104,44°C. Se puso en marcha el agitador del depósito de mezcla. Se pusieron en marcha las corrientes de sodio fundido y de coadyuvante de dispersión-hidrocarburo y se alimentaron continuamente al depósito de mezcla a un régimen de 0,5 libras de sodio y 1,5 libras de mezcla de coadyuvantes de dispersión-hidrocarburo. La válvula de homogenización se ajustó para proporcionar una contrapresión en la bomba de alimentación del homogeneizador de 4.500 libras por pulgada cuadrada (p.s.i.) con un régimen de bombeo de 25 galones por hora (gph). - - - - -

15.

20.

25.



La mezcla que contenía el sodio fundido se introdujo continuamente en la zona quiescente y las partículas de sodio fundido mayores de 10 micras se sedimentaron, mientras que las partículas de sodio fundido de 10 micras o menores ascendieron a la parte superior de la zona quiescente. Las partículas gruesas se recircularon continuamente al homogenizador, para reducir adicionalmente el tamaño de partícula de sodio fundido a menos de 10 micras, y luego se devolvieron continuamente al depósito de mezcla. Cuando la zona quiescente del depósito de mezcla se hubo llenado hasta el rebosadero, empezó a extraerse continuamente una dispersión de partículas finas. El análisis periódico demostró que el tamaño de partícula de esta dispersión era de 1 a 3 micras, con todas las partículas por debajo de 10 micras, y la concentración de sodio era uniforme al 25%. - - - - -

EJEMPLO 2

Un galón de espíritu mineral que contenía 0,04 libras de diestearato de aluminio se cargó al depósito de mezcla del sistema ilustrado en la figura 1, y se puso en marcha el agitador. Se inició la circulación a través del sistema, utilizando un homogenizador de válvula; cuando la temperatura de la mezcla de hidrocarburos alcanzó 104,44°C, se pusieron en marcha las corrientes de sodio fundido y de hidrocarburo-coadyuvante de dispersión y se alimentaron continuamente al depósito de mezcla a un régimen de 0,5 libras de sodio y 1,5 libras de mezcla diluyente por hora. La válvula de homogenización se ajustó para proporcionar una pre-



sión de nivel sobre la bomba de alimentación del homogenizador de 4.500 psi con un régimen de circulación de 25 gph.-

La mezcla que contenía el sodio fundido entraba continuamente en la zona quiescente, y las partículas de sodio fundido mayores de 10 micras se sedimentaban, mientras que las partículas de sodio fundido de 10 micras o menores ascendían a la parte superior de la zona quiescente. Las partículas gruesas se reciclaron continuamente al homogenizador para reducir adicionalmente el tamaño de partícula del sodio fundido a -10 micras, y luego se devolvieron continuamente al depósito de mezcla. Cuando el nivel de la zona quiescente hubo ascendido hasta el rebosadero, empezó a rebosar una dispersión de partículas finas, y se extrajo continuamente de aquél, después. El análisis periódico de esta dispersión mostró un tamaño medio de partícula de 1 a 2 micras, sin partículas mayores de 10 micras, y una concentración de sodio que permanecía uniforme a aproximadamente 25%.

EJEMPLO 3

Un galón de espíritu mineral que contenía 0,04 libras de diestearato de aluminio se cargó en el tanque de mezcla del sistema ilustrado en la figura 1 y se puso en marcha el agitador. Se inició la circulación a través del sistema, utilizando un homogenizador de válvula; cuando la temperatura del hidrocarburo alcanzó 104,44°C, se pusieron en marcha las corrientes de sodio fundido y de hidrocarburo-coadyuvante de dispersión y se alimentaron continuamente al de-



5. depósito de mezcla a un régimen de 4 libras de sodio y 12 libras de mezcla solvente por hora. La válvula de homogenización se ajustó para proporcionar una presión de nivel en la bomba de alimentación del homogenizador de 1.200 psi con un régimen de circulación de 125 gph. - - - - -

10. La mezcla que contenía el sodio fundido se introdujo continuamente en la zona quiescente y las partículas de sodio fundido mayores de 10 micras se sedimentaron, mientras que las partículas de sodio fundido de 10 micras o menores ascendieron a la parte superior de la zona quiescente. Las partículas gruesas se recircularon continuamente al homogenizador, para reducir adicionalmente el tamaño de partícula del sodio fundido a 2 micras o menos, y entonces se devolvieron continuamente al depósito de mezcla. Después de que
15. la zona quiescente del depósito de mezcla se llenó hasta el rebosadero, se extrajo continuamente una dispersión de partículas finas, y se analizó periódicamente por lo que se refiere al tamaño de partícula y al contenido de sodio. El tamaño de partícula medio era de 1 a 3 micras, sin partículas
20. mayores de 10 micras, y el contenido de sodio era constante a aproximadamente 24% en peso. - - - - -

Control 1

25. El deflector 5 se eliminó del depósito de mezcla de este aparato de modo que no hubiera zona quiescente 6. La unidad funcionaba entonces como en el ejemplo 3 con mezcla en el depósito de mezcla. Se extrajeron muestras del rebosador cada hora durante cuatro horas y se analizaron por lo



que se refiere al tamaño de partícula y al contenido de sodio. El tamaño medio de partícula en un período de veinte horas de funcionamiento alcanzó de 1 a aproximadamente 30 micras. El contenido de sodio en el mismo período varió de 22 a 31%. La importancia del deflector para garantizar la uniformidad del tamaño y de la concentración es evidente. - - - - -

5.

Sin la zona quiescente, no era posible separación de las partículas gruesas y finas, y se observaba una gran variación del tamaño de partícula y de la concentración del sodio en el producto de dispersión. - - - - -

10.

Control 2

La unidad se hizo funcionar como en el control 1, excepto que además no se realizó agitación en el depósito de mezcla. Se analizaron muestras de la dispersión por lo que se refiere al tamaño de partícula y al contenido de sodio en un período de veinticuatro horas. El tamaño medio de partícula era de 1 a 50 micras y la concentración de sodio de 7 a 35%, y no era constante en ningún momento de este período. - - - - -

15.

20.

Según ello, se ve que cuando la mezcla que contiene el sodio fundido no estaba agitada, y no había zona quiescente, se observaba una variación muy grande del tamaño de partícula y de la concentración del sodio de la dispersión producida. Sin embargo, cuando se emplearon tanto la agitación como la zona quiescente, como en el ejemplo 3, la

25.



dispersión del sodio resultante fue substancialmente uniforme tanto en tamaño de partícula como en concentración de sodio. - - - - -

EJEMPLO 4

5. El sistema de dispersión de la figura 1 se puso en marcha como en el ejemplo 3 y se hizo funcionar continuamente durante 120 horas a un régimen de 4 libras de sodio y 12 libras de mezcla de hidrocarburo-diestearato de aluminio por hora. Se extrajeron muestras del rebose cada seis
10. horas durante este período y se analizaron por lo que se refiere al tamaño de partícula y al sodio total. El orden del tamaño de partícula era de 1 a 4 micras con una media de dos micras, y el contenido de sodio era del orden de 24,7 a 25,7% en peso, con una media de 25,1%. - - - - -

EJEMPLO 5

15. En experimentos en los que se utilizó un molino coloidal como origen de cortadura, como se ilustra en la figura 2, se cargó un galón de espíritu mineral que contenía 0,04 libras de diestearato de aluminio en el depósito de mezcla
20. del sistema de la figura 1, se pusieron en marcha el agitador del depósito de mezcla y el molino coloidal y el sistema se calentó. Cuando la temperatura del fluido circulante había alcanzado 110°C, se pusieron en marcha y se alimentaron en continuo al depósito de mezcla las corrientes
25. de metal fundido y de hidrocarburo-diestearato de aluminio, con un régimen de 1,0 libras de sodio y de 3,0 libras de



hidrocarburo-diestearato de aluminio por hora. La circulación se mantuvo a un régimen de 100 gph. - - - - -

La mezcla que contenía el sodio fundido se introdujo continuamente en la zona quiescente y las partículas de sodio fundido mayores de 10 micras se sedimentaron, mientras que las partículas finas de sodio fundido de 10 micras o menores ascendieron a la parte superior de la zona quiescente. Las partículas gruesas se reciclaron continuamente entonces al homogenizador para reducir el tamaño de partícula del sodio fundido a 10 micras o inferior, y entonces se devolvieron continuamente al depósito de mezcla. Cuando el nivel del depósito de mezcla hubo alcanzado el rebosadero del producto, se sacó continuamente la dispersión y se analizó periódicamente por lo que se refiere al tamaño de partícula y al contenido de metal medios. Se halló que eran de 1 a 3 micras, sin partículas por encima de 10 micras, y de un 25% en peso, uniforme, respectivamente. - - - - -

EJEMPLO 6

En experimentos en los que se utilizó un homogenizador de tipo peine como medio de cortadura, como se ilustra en la figura 3, se cargó un galón de hidrocarburo que contenía 0,04% de diestearato de aluminio a través del depósito de mezcla del sistema de la figura 1, y se pusieron en marcha la agitación y la circulación. Cuando el sistema hubo sido calentado a 104,44-115,56°C, las corrientes de alimentación se pusieron en marcha y se alimentaron continuamente al depósito de mezcla con un régimen de dos libras



de metal alcalino fundido y seis libras de mezcla de hidrocarburo-diestearato de aluminio. El régimen de recirculación se mantuvo a 420 gph con una caída de presión de funcionamiento en el reactor de peine de 100 psig. - - - - -

5. La mezcla que contenía el sodio fundido se introdujo continuamente en la zona quiescente y se sedimentaron las partículas gruesas de sodio fundido mayores de 10 micras, mientras que las partículas finas de sodio fundido de 10 micras o inferiores ascendieron a la parte superior de la
10. zona quiescente. Las partículas gruesas se reciclaron continuamente al homogenizador para reducir el tamaño de partícula del sodio fundido a 10 micras o inferior, y luego se devolvieron continuamente al depósito de mezcla. Después de que se hubo introducido suficiente material de alimenta-
15. ción para elevar el volumen del líquido del depósito de mezcla hasta el rebosadero, se sacó continuamente dispersión del rebosadero y se analizó periódicamente por lo que se refiere al tamaño de partícula y al contenido de sodio medios. El orden del tamaño de partícula era de 1 a 5 mi-
20. cras, con una media de 2 micras, y el contenido de sodio era de un 25% en peso, uniforme. - - - - -

EJEMPLO 7

25. Se cargó un galón de espíritu mineral inodoro, que contenía aproximadamente 0,04 libras de diestearato de aluminio, en el sistema de la figura 1, utilizando un homogenizador de válvula. Se pusieron en marcha el agitador y la bomba de circulación del depósito de mezcla y el sistema



se calentó a 104,44°C. Se pusieron en marcha las corrientes de alimentación de potasio fundido y de diestearato de aluminio-diluyente, y se alimentaron continuamente al depósito de mezcla con regímenes de alimentación horarios de

5. 2,0 libras de potasio y 6 libras de diluyente que contenía 0,04 libras de diestearato de aluminio. La válvula homogeneizadora se ajustó para proporcionar una contrapresión fija de 1200 psi sobre la bomba de alimentación del homogeneizador, con un régimen de circulación de 125 gph. - - -

10. La mezcla que contenía el potasio fundido se introdujo continuamente en la zona quiescente, y las partículas gruesas de potasio fundido mayores de 10 micras se sedimentaron, mientras que las partículas finas de potasio fundido de 10 micras o menores ascendieron a la parte superior

15. de la zona quiescente. Las partículas gruesas se reciclaron continuamente al homogeneizador para reducir el tamaño de partícula del potasio fundido a 10 micras o inferior y luego se devolvieron continuamente al depósito de mezcla.

20. Cuando el nivel del líquido en el depósito de mezcla alcanzó el rebosadero, la dispersión de rebose se extrajo en continuo, y se analizó periódicamente por lo que se refiere al tamaño de partícula y al contenido de potasio. El orden del tamaño de partícula fue de 1 a 3 micras, con una media de 1+, y el contenido de potasio era uniforme del 25%. - -

25.

EJEMPLO 8

Un galón de isoctano que contenía aproximadamente 0,04 libras de diestearato de aluminio se cargó al sistema



de la figura 1, utilizando un homogenizador de válvula. El agitador de mezcla y la bomba de circulación se pusieron en marcha y el sistema se calentó a 37,78°C después de lo cual se inició la alimentación de diestearato de aluminio en isooctano y de cesio fundido, a regímenes de 1,5 libras y 0,5 libras por hora, respectivamente. La circulación se mantuvo durante 10 minutos con una presión de homogenizador de 1200 psi a 37,78°C con un régimen de circulación de 125 gph. - - - - -

10. La mezcla que contenía el cesio fundido se introdujo continuamente en la zona quiescente y las partículas gruesas de cesio fundido mayores de 10 micras se sedimentaron, mientras que las partículas finas de cesio fundido de 10 micras o menores ascendieron a la parte superior de la zona quiescente. Las partículas gruesas se reciclaron continuamente al homogenizador para reducir el tamaño de partícula del cesio fundido a 10 micras o inferior y luego se devolvieron continuamente al depósito de mezcla. - - - - -

20. El orden de tamaño de partícula de la dispersión del cesio finamente dividido desplazada a través del conducto del rebosadero fue de 1 a 3 micras, con una media de 2 micras y el contenido de cesio fue del 25%, uniforme. - - -

EJEMPLO 9

25. El producto de dispersión de sodio finamente dividido del ejemplo 1 se empleó en la preparación de un alfincata lizador como sigue: - - - - -



Se cargó hexano seco (465 partes) en un frasco o matraz de tres cuellos provisto de un agitador, un barrido por gas inerte, y un sistema condensador de reflujo por hielo seco. Se añadieron a aquél 13,8 partes de la dispersión

5. de sodio finamente dividido que contenía aproximadamente 2% de diestearato de aluminio. A la lechada agitada de partículas de sodio se le añadieron gota a gota 12,1 partes (0,2 moles) de isopropanol seco durante un período de 15 minutos durante el cual tiempo la temperatura ascendió aproximadamente a 40°C. Después de agitar durante una hora, se añadieron 18,9 partes (0,2 moles) de cloruro de n-butilo en un período de una hora durante el cual tiempo la temperatura ascendió a aproximadamente 50°C. Se mantuvo entonces la agitación durante otra hora. Se introdujo a continuación un exceso de propileno seco (tipo C.P.) en la mezcla, cuya temperatura se dejó bajar a 20°C por medio de un reflujo activo de propileno licuado. La preparación se dejó reposar durante ocho horas con un reflujo de propileno antes de abrir para eliminar el propileno en exceso. La lechada reactiva se transfirió a un recipiente de almacenaje y se mantuvo bajo una atmósfera de gas inerte. Esta preparación de alfincatalizador (800 ml) contiene cantidades equimolares de isopropóxido sódico, cloruro sódico y sodio alilo. La preparación contiene el equivalente de 0,00075 moles de los compuestos totales de sodio por mililitro o

10.

15.

20.

25.

0,00025 moles del sodio alilo activo. - - - - -



N O T A

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

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

5. 1.- Procedimiento para preparar dispersiones de metales alcalinos, y más particularmente para preparar en continuo una dispersión en un diluyente orgánico inerte de un metal alcalino finamente dividido substancialmente uniforme por lo que se refiere al tamaño medio de partícula y a la concentración de metal alcalino, caracterizado porque comprende dispersar un metal alcalino fundido en un diluyente orgánico inerte con un coadyuvante de dispersión que es soluble en el diluyente inerte y, si es necesario, un agente estabilizante, sometiendo el metal alcalino fundido a altas fuerzas de cortadura y formar
10. partículas de metal alcalino de un tamaño por encima y por debajo de un valor medio predeterminado, permitir que las partículas gruesas de metal alcalino fundido iguales o por encima del tamaño medio se sedimenten, y extraer las partículas finas sobrenadantes del metal alcalino fundido iguales o por debajo del
15. tamaño medio, después de sedimentar las partículas mayores, devolviendo continuamente las partículas gruesas a la zona de alta cortadura para reducir adicionalmente su tamaño, permitiendo de nuevo que las partículas gruesas se sedimenten, y repetir así el proceso al tiempo que se extraen continuamente
20. sólo las partículas de metal alcalino que tienen un tamaño
- 25.



igual o por debajo del tamaño medio, y se añade continuamente metal alcalino fundido adicional. - - - - -

5. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el proceso se realiza en una atmósfera de un gas que es inerte para con dicho metal alcalino. - - - - -

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el metal alcalino es litio. - - - - -

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el metal alcalino es cesio. - - - - -

10. 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el metal alcalino es sodio. - - - - -

6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el diluyente inerte es un hidrocarburo alifático de cadena ramificada. - - - - -

15. 7.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el diluyente inerte es espíritu mineral. - - - - -

8.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el diluyente inerte es aceite mineral. - - - - -

20. 9.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el coadyuvante de dispersión es oleato de cobre.-

10.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el coadyuvante de dispersión es diestearato de aluminio. - - - - -

25. 11.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la temperatura se mantiene por encima del punto de fusión del metal alcalino y por debajo del punto de ebullición del diluyente inerte. - - - - -

16 AGO.



12.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el tamaño de partícula es de aproximadamente 10 micras. - - - - -

5. 13.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque constituyéndose una dispersión de sodio, se emplea como fuente de sodio libre en la preparación de un alfin catalizador formado esencialmente por un alcóxido sódico, un compuesto de sodio alquenilo y un haluro de metal alcalino, un metil-n-alquilcarbinol, un haluro de alquilo y una
10. monoolefina. - - - - -

14.- "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR DISPERSIONES DE METALES ALCALINOS". - - - - -

15. Todo ello conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de cuarenta y una hojas, foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras y de una lámina de dibujos que la ilustra.

BARCELONA, 16 AGO. 1968

P. A. M. CURELL SUÑOL

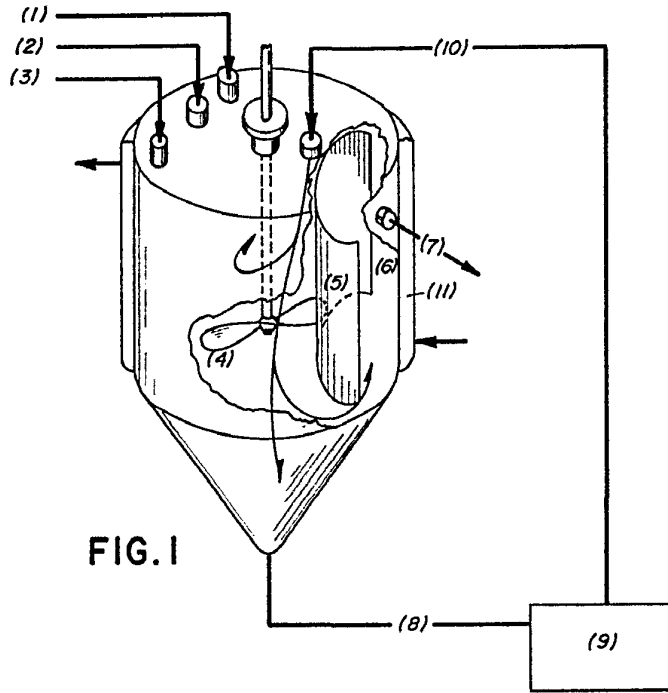
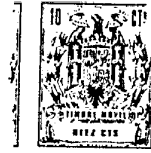


FIG. 1

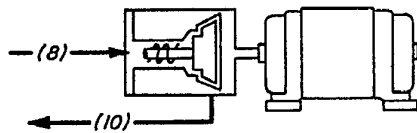


FIG. 2

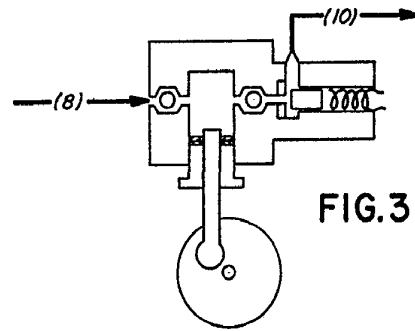


FIG. 3

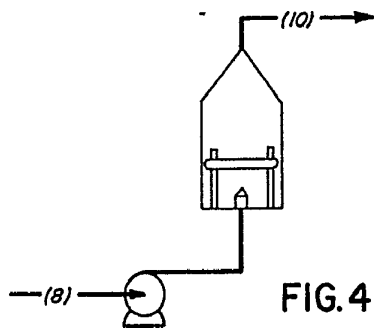


FIG. 4

BARCELONA, 16 AGO. 1968

P. A. M. CURELL SUÑOL