

SECCION TECNICA  
CLASIFICACION I.P.C.  
CLASE C-07  
SUBCLASE F  
P.- 42.880

37 1814

"Lithiumlactamat"  
A Nr. 5527

**Memoria descriptiva**



15 NOV. 1969

para solicitar PATENTE DE INTENCION por 20 años

a nombre de METALLGESELLSCHAFT AKTIENGESELLSCHAFT

entidad / ~~de nacionalidad~~ alemana

con domicilio en Reuterweg 14, Frankfurt am Main, República Federal Alemana.

por: "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR SALES DE METAL ALCALINO DE LACTAMAS" (Clase Internacional C07d)

15



5 El invento concierne a la preparación de sales de metal alcalino de lactamas, por reacción de lactama y de metal alcalino finamente dividido en una proporción aproximadamente equimolar en un disolvente inerte a temperatura elevada.

10 Los metales alcalinos, tales como sodio, potasio y litio, son valiosos catalizadores en la polimerización de lactamas. Hasta ahora, estos catalizadores fueron añadidos directamente a la lactama que había de ser polimerizada, ya sea en forma del metal libre, ya sea en forma de óxido, hidróxido, carbonato, bicarbonato o lactamato metálico.

15 La polimerización de lactama monómera, por ejemplo caprolactama, se lleva a cabo típicamente en un disolvente orgánico, que es un disolvente para el monomero y un no-disolvente para el producto polimero, o en forma de polimerización en masa. Los metales alcalinos son añadidos también a la solución de lactama, en calidad de catalizadores de polimerización apropiados, en forma de lactamatos de metal alcalino previamente formados con el fin de favorecer o activar la formación de polímero. La utilización de lactamatos previamente formados en calidad de catalizadores es deseable, ya que estos facilitan el control del peso molecular de la polimerización del producto. También se ha propuesto ya preparar lactamatos de metal alcalino por reacción de alcoholatos de metal alcalino a partir de alcoholes con 1 a 3 átomos de carbono y de lactamas. En este caso, sin embargo, se debe formar el alcoholato primeramente por reacción del metal alcalino con el alcohol deseado, antes de que pueda resultar el lactamato propia-

20

25

30

37 18 14





lactama. La sal de metal alcalino monómera resultante de la lactama precipita entonces desde la mezcla de reacción y es separada de ella.

5 En calidad de disolvente inerte se utilizan, en el procedimiento de acuerdo con el invento, éteres o hidrocarburos alifáticos, ciclo-alifáticos o aromáticos líquidos con 6 a 8 átomos de carbono.

10 Si el metal alcalino utilizado en el procedimiento según el invento es litio, este contiene de modo conveniente aproximadamente 0,1 a 2%, preferiblemente aproximadamente 1%, de sodio. En calidad de disolvente inerte, en el caso de emplear litio, se pueden utilizar tetrahidrofurano, etilenglicoldimetiléter, dietilenglicoldimetiléter, o trietilenglicoldimetiléter.

15 Cuando el metal alcalino empleado en el procedimiento según el invento es sodio o potasio, el punto de ebullición del disolvente inerte utilizado debe ser mayor que el punto de fusión del metal. Cuando se utiliza sodio o potasio, disolventes apropiados son tetrahidrofurano, 20 etilenglicoldimetiléter, dietilenglicoldimetiléter, trietilenglicoldimetiléter, hidrocarburos líquidos con 6 a 8 átomos de carbono, tales como por ejemplo hexano, heptano, octano, ciclohexano, metilciclohexano, benceno, tolueno y xileno.

25 La lactama empleada en el procedimiento según el invento puede ser una lactama cíclica cualquiera con 4 a 8 átomos de carbono, tal como por ejemplo 2-pirrolidona, 2-piperidona, épsilon-caprolactama, omega9enanto-lactama y omega-caprilolactama. La lactama, con el fin de iniciar 30 la reacción, deberá ser al menos suficientemente soluble

371814

15



5 en el disolvente inerte. Convenientemente, la lactama es disuelta previamente en un disolvente inerte, cuando se mezcla con la dispersión de metal alcalino. Aunque tampoco desempeña ningún papel decisivo, el disolvente elegido para la lactama debería ser convenientemente el mismo que el medio de dispersión para el metal alcalino en cuestión.

10 La concentración de los reactivos en el disolvente utilizado no es decisiva. Dado que la sal de metal alcalino de la lactama es usualmente insoluble en los disolventes citados, se utiliza ventajosamente una cantidad de disolvente tal que el producto se obtiene en forma de suspensión susceptible de ser colada, que hace posible una fácil separación del lactamato de metal alcalino desde la mezcla de reacción. En general la concentración de los diversos reactivos en la mezcla de reacción (en la proporción molar esencialmente de 1:1 que se ha de establecer de acuerdo con el invento) se encuentra dentro del margen de aproximadamente 0,2 a aproximadamente 1,5 molar.

20 De acuerdo con el invento, la mezcla de lactama y metal alcalino es calentada y se prevé un tiempo de reacción suficientemente largo, con el fin de separar por precipitación la sal de metal alcalino de la lactama. La precipitación dura en general de 4 a 8 horas. Si bien la reacción se deberá llevar a cabo preferiblemente a una temperatura suficientemente alta, con el fin de mantener un débil reflujo, en el caso de la utilización de litio, es incluso indispensable que la reacción se lleve a cabo bajo las condiciones citadas. Cuando se emplea sodio o potasio, la reacción se puede llevar a cabo satisfactoriamente mientras se mantiene la temperatura de reacción por encima del.

30 371814



15 NOV

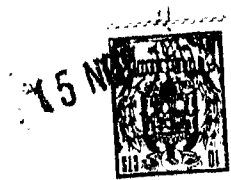
punto de fusión.

Los lactamatos de metal alcalino obtenidos según el procedimiento de acuerdo con el invento son en especial excelentes catalizadores para emplearse en la polimerización de lactamas. Se encuentran disponibles en estado previamente formado, y por lo tanto se puede controlar cuidadosamente la cantidad de catalizador que se ha de utilizar en cualquier reacción de polimerización dada. De esta manera, es posible controlar de modo más eficaz el peso molecular del polímero obtenido.

Ejemplo 1. Un matraz de reacción de tres bocas de 3 litros es lavado o barrido con argón y es llenado con una suspensión de 14,5 g de polvo de litio (con 1% de contenido de sodio) en 1800 ml de tetrahidrofurano. La solución es calentada hasta débil reflujo y después se añaden bajo agitación en el transcurso de dos horas 203 g de caprolactama en 450 ml de tetrahidrofurano. La suspensión es calentada durante 7,5 horas adicionales bajo reflujo, y después es dejada enfriar bajo agitación. La suspensión es filtrada y el residuo es secado bajo vacío. Con un rendimiento de 75% se obtienen 187 g de polvo blanco. El producto tiene un contenido de litio de 7,84%. La valoración de bases muestra que, además de la sal de litio de la caprolactama, están presentes además aproximadamente 2,5% de hidruro de litio.

Ejemplo 2. Correspondientemente al modo de trabajo del Ejemplo 1 se añaden, en el transcurso de 45 minutos, 195 g de caprolactama en 500 ml de tolueno a una dispersión que hierve a reflujo de 39,2 g de sodio metálico en 1500 ml de tolueno. Se deja la suspensión en ebullición

371814



5 a reflujo durante 5,5 horas más. Después de enfriar a la temperatura ambiente, se filtra la suspensión y se seca el residuo bajo vacío. Se obtienen 221 g de polvo blanco con un contenido de 18,34% de sodio, según la valoración de bases.

10 Ejemplo 3.- Correspondientemente al modo de trabajo del Ejemplo 1 se añaden, a 65°C, 47,6 g de 2-pirrolidona en 80 ml de tetrahidrofurano a una suspensión de 3,75 g de polvo de lito (con 1% de contenido de sodio) en 320 ml de tetrahidrofurano. Se deja la suspensión en ebullición a reflujo durante 3 horas más y se enfría con agitación. La suspensión es filtrada y el residuo es secado bajo vacío a la temperatura ambiente, obteniéndose 42 g de polvo blanco con un contenido de litio de 7,61%, de acuerdo con la valoración de bases.

20 Ejemplo 4.- Correspondientemente al modo de trabajo del Ejemplo 1 se añade, en el transcurso de media hora, a 70°C, una solución de 98 g de caprolactama en 250 ml de tolueno a aproximadamente 70°C a una dispersión de 33,4 g de potasio en 750 ml de tolueno. Después de calentar a la temperatura de reflujo, se añaden 25 ml de tetrahidrofurano para acelerar la reacción y se deja la suspensión en ebullición a reflujo durante 4 horas en total. Después de enfriar, filtrar y secar bajo vacío se obtienen 112 g de producto con un contenido de potasio de 25,8% de acuerdo con la valoración de bases.

30 Ejemplo 5.- Correspondientemente al modo de procedimiento descrito en el Ejemplo 1 se añade, en el transcurso de 45 minutos bajo agitación, a 100°C, una solución de 23 g de caprolactama en 55 ml de dietilenglicol-dimetiléter, a 4,8 g de sodio metálico que está dispersado

371814



en 180 ml de dietilenglicoldimetiléter. La suspensión es calentada a 110°C durante 2,5 horas más. Después de enfriar a la temperatura ambiente, la suspensión es filtrada y el residuo es secado bajo vacío. Se obtienen 20,3 g de producto sólido con un contenido de sodio de 16,8% de acuerdo con la valoración de bases.

Ejemplo 6.- Correspondientemente al modo de procedimiento general descrito en el Ejemplo 1, se añade en el transcurso de media hora, bajo agitación, una solución de 23 g de caprolactama en 55 ml de etilenglicoldimetiléter a una dispersión que hierve a reflujo de 1,45 g de polvo de litio en 180 ml de etilenglicoldimetiléter. Se deja la suspensión en ebullición a reflujo durante 5 horas más. Después de enfriar, filtrar y secar se obtienen 18,5 g de producto con un contenido de litio de 6,7%, de acuerdo con la valoración de bases.

Ejemplo 7.- Después de lavar un matraz de reacción con argón tal como en los ejemplos precedentes, y de cargar una dispersión de 6,68 g de potasio en 150 ml de heptano, se añaden gradualmente, en el espacio de 15 minutos, bajo agitación, 19,6 g de caprolactama sólida bajo condiciones de reflujo. Se deja la suspensión en ebullición a reflujo durante 3 horas más. Después de enfriar, filtrar y secar, se obtienen 22,1 g de producto sólido, con un contenido de potasio de 26,1% de acuerdo con la valoración de bases.

Ejemplo 8.- De acuerdo con el modo de procedimiento general empleado en los ejemplos precedentes, se añade en el transcurso de una hora, bajo agitación, una solución de 23 g de caprolactama en 100 ml de tolueno a una disper-

371814



5 sión en reflujo de 4,8 g de sodio metálico en 280 ml de metilciclohexano. Se deja la suspensión en ebullición a reflujo durante 7 horas más. Después de enfriar, filtrar y secar, se obtienen 21,3 g de producto sólido con un contenido de sodio de 18,5% de acuerdo con la valoración de bases.

10 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América el 24 de Septiembre de 1968, nº. 762.137 se acoge a los beneficios del artº 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

#### REIVINDICACIONES

15 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años son los siguientes:

20 1.- Procedimiento para preparar sales de metal alcalino de lactamas, caracterizado porque se hace reaccionar a temperatura elevada, en un disolvente inerte, aproximadamente 1 mol de una lactama con 4 a 8 átomos de carbono con aproximadamente 1 mol de un metal alcalino finamente dividido.

25 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en calidad de disolvente inerte se utilizan éteres o hidrocarburos alifáticos, cicloalifáticos o aromáticos líquidos con 6 a 8 átomos de carbono.

371814

15  
15 NOV 1969

3.- Procedimiento según una o ambas reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque en calidad de disolvente inerte se utilizan dimetiléteres de monoetilenglicol, dietilenglicol o trietilenglicol, o tetrahidrofurano.

5 4.- Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque en calidad de metal alcalino, preferiblemente finamente dividido, se utiliza litio, con un contenido de sodio de 0,1 a 2%, preferiblemente 1% de sodio, o potasio.

10 5.- Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque se utiliza caprolactama.

6.- PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR SALES DE METAL ALCALINO DE LACTAMAS.

15 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y para los fines que se han especificado.

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

Madrid, 15 NOV. 1969  
p.a.

*[Handwritten signature]*

37 18 14