

1049

376369



PATENTE DE INVENCION

376369

SECCION TECNICA
CLASIFICACION
CLASE <u>C-07</u>
SUBCLASE <u>E</u>

MEMORIA DESCRIPTIVA

Sobre:

"MEJORAS EN LA PRODUCCION ELECTROLITICA DE COMPUESTOS ALQUILLOS DE PLOMO".

Solicitante: La Compañia Norteamericana CONTINENTAL OIL COMPANY, domiciliada en 1000 South Pine - Street, PONCA CITY, OKLAHOMA (U.S.A.).

Inventores: D. Kang Yang
D. James Duvall Reedy
D. Robert Lowell Hartshorn.

376369-7 F



Resumen del Descubrimiento

5. Se descubren hidrocarburos alifáticos líquidos, con 5 a 18 átomos de carbono, como disolventes de extracción para la separación de compuestos alquilos de plomo de disolventes orgánicos, donde dichos disolventes orgánicos sean inmiscibles con dichos hidrocarburos alifáticos líquidos, y son también ingredientes apropiados para los electrolitos de los procesos electrolíticos del plomo

Especificación

10. Fondo de la Invención

Campo de la Invención

Esta invención se refiere a la extracción "líquido-líquido" de los compuestos alquilos de plomo de disolventes orgánicos que contengan dichos compuestos alquilos de plomo.

15. Descripción de la Técnica Anterior

- Las síntesis electrolíticas de compuestos organometálicos son conocidas. Calingaert y Mead descubrieron la formación de tetraalquilo de plomo en un cátodo de plomo mediante la electrolización de un catolito consistente en un alquilo haluro bien sea en solución cáustica alcohólica (Calingaert en la Patente U.S. 1.539.297) o bien en solución cáustica acuosa conteniendo caseína (Mead en la Patente U.S. 1.567.159). También Silversmith y otros, descubrieron un proceso catódico en el que se empleaban disolventes orgánicos en el catolito (Silversmith y otros en la Patente U.S. 3.197.392). Silversmith y otros utilizaban un lavado con agua-pentano del catolito que contenía dicho disolvente orgánico y compuestos alquilos de plomo para conseguir la separación de los compuestos alquilos de plomo de dicho disolvente orgánico. Este procedimiento daba lugar a un sistema de "dos capas", siendo la capa acuosa some-
- 20.
- 25.
- 30.



tida a posterior extracción con pentano para retirar los -
compuestos adicionales alquilos de plomo de la capa acuosa.

Sumario de la Invención.

- De acuerdo con esta invención, se utilizan hidrocarburos alifáticos líquidos que contengan de 5 a 18 átomos de carbono, aproximadamente, para la extracción de compuestos alquilos de plomo de disolventes orgánicos que contengan dichos alquilos de plomo en solución.

Descripción Detallada

10. En la realización del proceso de esta invención, el hidrocarburo alifático líquido puede ser añadido al disolvente orgánico que contenga el compuesto alquilo de plomo sin la adición de agua. Esta extracción, en ausencia del agua, hace posible la producción electrolítica continua de compuestos alquilos de plomo para los que se emplee un disolvente orgánico.

- Los disolventes orgánicos a los que se dirige este proceso son aquellos que funcionan como disolventes apropiados en el proceso electrolítico y sean inmiscibles con -
20. hidrocarburos alifáticos líquidos que contengan de 5 a 18 átomos de carbono, aproximadamente.

- Se ha descubierto ahora que los hidrocarburos alifáticos líquidos que tengan desde unos 5 a unos 18 átomos de carbono son excelentes disolventes extractivos para la -
25. extracción de compuestos alquilos de plomo de los disolventes orgánicos utilizados en el electrolito de los procesos electrolíticos para la producción de compuestos alquilos de plomo. El rango preferido de hidrocarburos alifáticos líquidos es el que comprende aquellos que contengan de 6 a 12 átomos de carbono, aproximadamente, no obstante, la elección -
- 30.

3763697 FEB



del hidrocarburo halifático líquido en particular dependerá del disolvente orgánico en el que se encuentren los compuestos alquilos de plomo. Por ejemplo, el hexano ha resultado particularmente apropiado para la extracción de tetraetilo de plomo en sistemas en los que entra como componente principal acetoneitrilo o dimetilformamida.

5.

Los ejemplos siguientes ilustran mejor la invención:

Ejemplo I

10.

Un 3% en peso de TEP (tetraetilo de plomo) en hexano fué preparado y analizado por GLPC. El pico del GLPC fué recogido e identificado mediante el análisis espectrométrico de masa. 10 cc. cúbicos de esta solución fué mezclada luego con 10 cc. de dimetilformamida. Después de agitación vigorosa se separaron dos capas de fueron analizadas para determinar la concentración en TEP:

15.

$$\text{Resultado: } \frac{(\text{TEP en el hexano})}{(\text{TEP en la dimetilformamida})} = 9.3$$

Ejemplo II

20.

Se preparó una disolución del 3% en peso de TEP en dimetilformamida. 10 cc de esta solución fueron mezclados con 10 cc. de hexano. Después de la separación de dos capas, se analizó el contenido de TEP en cada una. El resultado fué idéntico al obtenido en el ejemplo I.

Ejemplo III

25.

Se repitió el mismo experimento del Ejemplo I, empleando CH₃CN y hexano a partes iguales.

$$\text{Resultado: } \frac{(\text{TEP en el hexano})}{(\text{TEP en CH}_3\text{CN})} = 11.2$$

Ejemplo IV

30.

Para confirmar la extracción continua durante la

376369

-7-



electrólisis, se efectuó el siguiente proceso electrolítico.

Solución electrolítica:

3.0 g H₂O + 50.0 g CH₃CN, 7.8 g C₂H₅Br + 3.7 g (C₂H₅)₄ N Br

Cátodo: Electrodo de plomo (4 cm²) con 20 cc de la mezcla

5. anterior; encima de esta mezcla fueron añadidos 10 cc. de hexano.

Electrólisis: 0.215 amperios durante 69 minutos.

10. Después de la electrólisis, el hexano y las capas de fondo fueron analizados por separado, Prácticamente, todo el TEP formado se encontraba en la capa de hexano. La eficiencia de la corriente resultó ser del 50%.

15. Habiendo así descrito la invención y presentado ejemplos específicos de la misma, debe quedar entendido que no deben deducirse indebidas limitaciones o restricciones por causa de los mismos, y que el campo de la invención comprende muchas variaciones y modificaciones.

N O T A

20. La Patente de Invención que se solicita por veinte años, para España, de acuerdo con la vigente Legislación, deberá recaer sobre: "MEJORAS EN LA PRODUCCION ELECTROLITICA DE COMPUESTOS ALQUILOS DE PLOMO", según las características esenciales de las siguientes

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

25. 1ª.- Mejoras en la producción electrolítica de compuestos alquilos de plomo, en cuya producción un disolvente orgánico, que sea inmiscible con hidrocarburos alifáticos líquidos que contenga de 5 a 18 átomos de carbono, contiene en disolución dicho alquilo de plomo, caracterizadas por la extracción de dicho compuesto alquilo de plomo de dicho disolvente con un hidrocarburo alifático líquido que tenga desde
- 30.



unos 5 átomos de carbono a unos 18 átomos de carbono.

2ª.- Mejoras en la producción electrolítica de compuestos alquilo de plomo, según la reivindicación 1ª, en el que dicho alquilo de plomo es tetraetilo de plomo.

5.

3ª.- Mejoras en la producción electrolítica de compuestos alquilo de plomo, según la reivindicación 1ª, en el que dicho disolvente orgánico es dimetilformamida.

10.

4ª.- Mejoras en la producción electrolítica de compuestos alquilo de plomo, según la reivindicación 1ª, en el que dicho disolvente orgánico es un alquilo nitrilo.

5ª.- Mejoras en la producción electrolítica de compuestos alquilo de plomo, según la reivindicación 4ª, en el que dicho alquilo nitrilo es acetonitrilo.

15.

6ª.- Mejoras en la producción electrolítica de compuestos alquilo de plomo, según la reivindicación 1ª, en el que dicho hidrocarburo alifático es n-hexano.

7ª.- "MEJORAS EN LA PRODUCCION ELECTROLITICA DE COMPUESTOS ALQUILOS DE PLOMO".

Según queda sustancialmente descrito en la presen.

../..

10-9-70

- 7 -

376369



te memoria descriptiva, que consta de siete hojas escritas
a máquina por una sola cara.

Madrid, 7 de Febrero de 1.970

CONTINENTAL OIL COMPANY

P.P.

FRANCISCO GARCIA CABRERIZO
P.P.

Firmado: M.ª Dolores Jorquera