

(10) ES (11) 447273 (12) AT  
(13) FECHA DE PRESENTACION



ESPAÑA

PATENTE DE INVENCION

|                                      |                      |              |
|--------------------------------------|----------------------|--------------|
| (14) NUM. ORDEN<br>(15) NUM. PATENTE | (16) FECHA           | (17) PAIS    |
| 570.885                              | 23 de abril de 1.975 | Norteamérica |

|                           |                                  |  |
|---------------------------|----------------------------------|--|
| (18) FECHA DE PUBLICACION | (19) CLASIFICACION INTERNACIONAL | (20) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA |
|                           | C01F                             |  |

(21) TITULO DE LA INVENCION

Procedimiento para preparar complejos de organomagnesio solubles en hidrocarburos.

(22) SOLICITANTE (23) TIPO DE SOLICITANTE

TEXAS ALKYL, INC., entidad norteamericana,

(24) DIRECCION DEL SOLICITANTE

Deer Park, Texas, EE.UU. de A.

(25) REPRESENTANTE

Dennis Benedict Malpass

(26) TITULAR (27) TIPO DE TITULAR

(28) REPRESENTANTE

GOMEZ-ACEBO

Ya son conocidos en la técnica los compuestos de dialquilmagnesio. Sin embargo, la producción de compuestos de dialquilmagnesio solubles, libres de solvatación y cloruros, por reacción directa de magnesio con un haluro, no ha tenido éxito hasta el presente excepto en sistemas muy específicos. Así, Glaze y Selman, Journal of Organometallic Chemistry, volumen 5, página 477 (1967), producen di-n-amilmagnesio soluble por reacción de metal magnesio en polvo con cloruro de n-amilo y ulterior reflujo del producto con benceno. W.N. Smith, Jr. (J. Organometal Chem., 64, 25 (1974) investigó la reacción directa de haluro de alquilo, especialmente haluros de n-alquilo de cadena larga, con magnesio, en ausencia de bases orgánicas. Sin embargo, los productos resultantes mostraron frecuentemente una solubilidad limitada y/o un elevado contenido en halógeno residual. Estos métodos, no obstante, son inaplicables a otros compuestos de dialquilmagnesio, particularmente compuestos de n-butil- o alquil primario inferior-magnesio, debido a su elevado grado de insolubilidad. De hecho, Kamienski y Eastham, en el Journal of Organic Chemistry, volumen 34, página 1116 (1968), no pudieron preparar di-sec-butilmagnesio por el método de Glaze y Selman. Sin embargo, fueron capaces de preparar cloruro de di-sec-butilo en presencia de un catalizador tipo éter, pero el producto resultante contenía cloruro soluble. Los mismos autores fueron capaces de preparar soluciones en hidrocarburo de di-sec-butilmagnesio mediante un proceso de intercambio empleando una forma activada de cloruro de magnesio y sec-butillítico en medios hidrocarbonados. Sin embargo, esta técnica sintética no es aplicable a la mayoría de los alquil-magnesios, puesto que estos compuestos son en general insolubles en hidrocarburos.

Se han preparado diversos complejos de organo-  
aluminio-organomagnesio por reacción de un compuesto de tri-  
alquilaluminio con un reactivo Grignard de solvatado (libre  
de éter), por electrólisis de mezclas de tetraalquilaluminatos  
de metal alcalino utilizando un ánodo de magnesio y por reac-  
ción de compuestos de dialquilmagnesio, preparados por vía del  
método de intercambio mercurio-magnesio, con compuestos de  
trialquilaluminio. Los complejos preparados por estos procesos  
tienen bajas relaciones Mg/Al, del orden de 0,5 a 1, en fun-  
ción de la estequiometría de los materiales de partida. El mé-  
todo de electrólisis requiere el uso de compuestos mixtos de  
 $R_4AlM$  (M=metal alcalino) en estado fundido, siendo la gama de  
temperatura preferida la de 100-125°C. Véase, por ejemplo, la  
patente USA No. 3.028.319. Esta gama de temperatura evita la  
preparación de complejos que pueden ser fácilmente piroliza-  
dos, por ejemplo, cuando R es isobutilo. En adición, mediante  
este procedimiento no se obtienen complejos con relaciones  
Mg/Al superiores a 0,5.

Los complejos  $Me_8Al_2Mg$  y  $Me_5AlMg$  preparados  
por el procedimiento de Stucky y Atwood, Journal of the Ameri-  
can Chemical Society, volumen 91, página 2538 (1969), tenían  
propiedades significativamente diferentes a las supuestamente  
de los mismos compuestos preparados anteriormente por Ziegler,  
Annalen der Chemie, volumen 605, página 93 (1957). Esta dis-  
crepancia se puede deber a la eliminación incompleta de éter  
del reactivo Grignard utilizado por Ziegler, puesto que los  
reactivos de dialquilmagnesio y Grignard se sabe dificultan  
la liberación de éteres complejados.

Recientemente, se prepararon complejos de mag-  
nesio alquilaluminio alquilo, solubles en hidrocarburos, por

interacción de compuestos de organoaluminio con el producto de reacción de magnesio con haluros de alquilo (Patente USA - No. 3.737.393).

5 Constituye un objeto de la presente invención preparar compuestos de organomagnesio solubles en hidrocarburos, incluyendo aquellos complejos que contienen los compuestos de dialquil (inferior) magnesio normalmente insolubles, adecuados para utilizarse como co-catalizadores en la polimerización de olefinas, diolefinas u óxidos olefínicos.

10 Constituye otro objeto de la presente invención preparar complejos de organomagnesio en donde la relación Mg/M es de 1 aproximadamente o superior. Otros objetos de la presente invención serán evidentes a partir de la siguiente descripción.

15 La presente invención se relaciona con la producción de complejos de organomagnesio de fórmula:



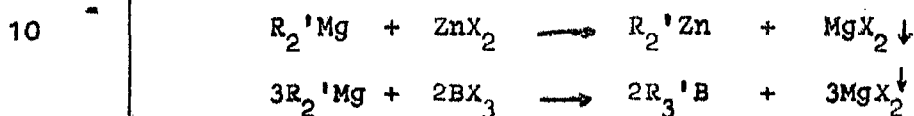
20 en la que RM es un compuesto de organozinc u organoboro, R es un grupo alquilo primario, secundario o terciario, R' es un grupo alquilo primario C<sub>1</sub> a C<sub>10</sub> o fenilo, o mezclas de los mismos, y m y n son números tales que la relación m/n sea de 1 aproximadamente o superior.

25 Según una forma de realización preferida de la presente invención, R es alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, el cual puede ser de cadena recta o ramificada, R' es metilo, etilo, n-propilo, n-butilo o n-amilo y m/n es de 1 a 10. Particularmente se prefieren en esta invención aquellos complejos en donde R' es un grupo alquilo primario C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>.

Estos complejos se preparan por reacción de

5           magnesio metálico con un haluro de alquilo primario o haluro de arilo en presencia de un disolvente hidrocarbonado y, directamente a continuación, añadiendo un compuesto de organozinc u organoboro elegido del grupo consistente en dialquilzinc, haluro de alquilzinc, trialquilboro, haluro de dialquilboro o dihaluros de alquilboro.

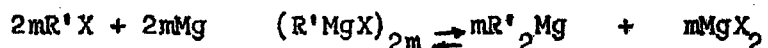
                  Alternativamente, el compuesto de organozinc u organoboro se puede generar in situ por alquilación de una sal de zinc o boro por el organomagnesio, como sigue:



                  en donde X es un grupo halógeno, alcoxilo o carboxilo. El  $R_2'Zn$  y  $R_3'B$  resultante sirve entonces como agente solubilizante para el  $R_2'Mg$  en exceso.

15           Después de la filtración de la mezcla de reacción, la reacción resultante contiene complejos de organomagnesio de la presente invención y se puede diluir o concentrar a continuación según se desee. Los complejos se pueden aislar por destilación de toda la cantidad del disolvente, para proporcionar un complejo líquido viscoso o sólido. Sin embargo,  
20           es preferible manejar estos complejos en solución. La mitad organomagnesio de los complejos de la presente invención se deriva generalmente de compuestos bis-dialquil(primario)- o diaril-magnesio, obtenidos por vía de la reacción directa de magnesio con un haluro de hidrocarburo en un disolvente hidro-  
25           carbonado. Aunque la presente invención no se limita a la teoría particular del mecanismo de reacción, se cree que éste procede a través de un intermedio de tipo Grignard  $(RMgX)_n$

el cual, en ausencia de especies solvatantes, se desproporciona, por vía del equilibrio Schlenk a dialquilmagnesio y haluro de magnesio, como sigue



5                    El grado del desproporcionamiento depende de la naturaleza del disolvente, de la naturaleza del grupo alquilo o arilo y del haluro particular implicado. En la presente memoria, este equilibrio se altera totalmente hacia la derecha por la interacción del compuesto de organozinc u organoboro  
10 con el reactivo diorganomagnesio, para formar un complejo soluble en hidrocarburo. Ejemplos ilustrativos de estos compuestos de organomagnesio son los siguientes: dimetilmagnesio, dietilmagnesio, di-n-propilmagnesio, di-n-butilmagnesio, di-n-amilmagnesio, di-n-hexilmagnesio, difenilmagnesio, y similares.  
15 Los compuestos preferidos son dimetilmagnesio, dietilmagnesio, di-n-butilmagnesio y di-n-amilmagnesio. Particularmente preferidos son los compuestos de alquil (primario) magnesio, en donde el grupo alquilo n-butilo y n-amilo.

20                    Los compuestos de organozinc u organoboro se derivan en general de dialquilzinc, haluros de alquilzinc, trialquilboros, haluros de dialquilboro y dihaluros de alquilboro. Ejemplos ilustrativos de los compuestos de organozinc son los siguientes: dimetilzinc, dietilzinc, di-n-propilzinc, diisopropilzinc, di-n-butilzinc, di-sec-butilzinc,  
25 di-terc-butilzinc, haluros de metilzinc, haluros de etilzinc, haluros de propilzinc y haluros de butilzinc. Los compuestos de organozinc preferidos para los complejos de la presente invención son aquellos en donde el grupo alquilo tiene de 1 a  
30 de estas mitades preferidas puede ser primario, secundario o

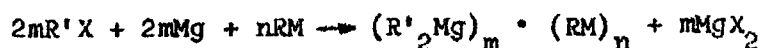
terciario.

5 Ejemplos ilustrativos de los compuestos de organoboro, son los siguientes: trimetilboro, trietilboro, triisopropilboro, tri-n-propilboro, tri-n-butilboro, tri-sec-butilboro, tri-terc-butilboro, haluros de dimetilboro, haluros de dietilboro, haluros de dipropilboro, haluros de dibutilboro, dihaluros de metilboro, dihaluros de etilboro, dihaluros de propilboro, dihaluros de butilboro, y similares.

10 Ejemplos ilustrativos de sales de zinc que pueden ser usadas para generar compuestos de organozinc in situ, son los siguientes: cloruro de zinc, bromuro de zinc, yoduro de zinc, metóxido de zinc, etóxido de zinc, isopropóxido de zinc, acetato de zinc y similares.

15 Ejemplos ilustrativos de sales de boro son los siguientes: trifluoruro de boro, tricloruro de boro, tribromuro de boro, triyoduro de boro, borato de trimetilo, borato de trietilo, borato de triisopropilo y similares.

20 Con respecto a la reacción del organomagnesio con RM, parece ser que la reacción procede según la siguiente ecuación global:



25 en donde RM es un compuesto de organozinc u organoboro, R' es un grupo alquilo o fenilo o mezcla de ambos, X es un haluro y m y n son números tales que la relación m/n es de 1 aproximadamente o mayor.

Como anteriormente se ha establecido, los compuestos de la presente invención, se preparan haciendo reaccionar inicialmente magnesio con un haluro de fórmula



en la que R' se define como anteriormente y X es un halógeno, tal como cloro o bromo, y añadiendo a continuación un compuesto de organozinc u organoboro directamente al producto de reacción.

5 Aunque en el proceso aquí descrito, para la preparación de complejos de diorganomagnesio, se pueden utilizar virutas o recortes de magnesio de calidad comercial, que han sido activados adicionalmente por molturación o por cualquier otro método conocido para activar el magnesio, es preferible utilizar magnesio en polvo.

10 El magnesio y el haluro orgánico se hacen reaccionar normalmente en una relación molar de 1,2 a 1, es decir un exceso del 20 % molar de magnesio. Sin embargo, debe entenderse que la relación de reactantes puede variarse en la gama de 1 a 2 moles aproximadamente de magnesio por mol de haluro, con preferencia en la gama de 1,1 a 1,3 aproximadamente, es decir un exceso del 10-30 % de magnesio. Este magnesio en exceso es conveniente para reducir al mínimo el acoplamiento.

15 La reacción del haluro orgánico con magnesio se puede efectuar en ausencia de un disolvente y extractarse a continuación el producto  $R'_2Mg$  de los sólidos con el compuesto de organozinc u organoboro, en un disolvente adecuado. Los compuestos de organozinc u organoboro funcionan como agente so lubilizante para los compuestos de organomagnesio, los cuales son normalmente insolubles. Sin embargo, es preferible que la reacción inicial del magnesio con el haluro sea conducida en un disolvente hidrocarbonado, seguido por la adición de un compuesto de organozinc u organoboro.

20 El término "disolvente hidrocarbonado" tal y como aquí se utiliza, intenta representar hidrocarburos tanto

alifáticos como aromáticos. Ejemplos ilustrativos de los hidrocarburos que pueden ser usados en la presente invención, son los siguientes: isopentano, n-hexano, n-heptano, n-octano, ciclohexano, metilciclohexano, benceno y tolueno. Disolventes particularmente preferidos son los disolventes alifáticos y aromáticos que hierven entre 69 y 110°C. El disolvente hidrocarbonado se emplea normalmente en una cantidad de 10 a 20 veces aproximadamente el peso de magnesio cargado.

La cantidad de compuesto de organozinc u organoboro que se añade para producir los complejos de esta invención, es normalmente inferior a 1 mol por mol de organomagnesio soluble y con preferencia es de una gama molar de 1:1 a 1:20 aproximadamente y superior, pero más preferiblemente es de 1:1 a 1:10 aproximadamente, basado en un rendimiento del 70 % de  $R'_2Mg$ . Se han conseguido recuperaciones de aproximadamente 60-80 % de la cantidad teórica de dialquilmagnesio. La porción restante de los materiales de partida originales se pierde probablemente por descomposición térmica y acoplamiento.

Será evidente para los expertos en la técnica que utilizando el compuesto de organomagnesio en cantidades superiores a 1:1 con el magnesio, pueden obtenerse también complejos de organomagnesio en los cuales la relación Mg/M es inferior a 1.

De este modo, y en su aspecto más amplio, el procedimiento de la presente invención abarca la preparación de complejos de organoaluminio-organomagnesio solubles, de fórmula



en la que RM es un compuesto de organozinc u organoboro y m

y n son números tales que la relación m/n es de 0,1 a 20 aproximadamente y mayor, con preferencia de 0,25 a 10 aproximadamente.

5 La reacción inicial del magnesio metálico se puede efectuar a temperaturas entre 20 y 200°C, preferiblemente entre 60 y 100°C. La etapa de solubilización procede bien a temperatura ambiente y se completa normalmente en un espacio de 2-3 horas. Sin embargo, y para facilitar la solubilización, puede calentarse la mezcla de reactantes durante la  
10 etapa de solubilización. El límite superior de temperatura para esta etapa depende del compuesto solubilizante particular usado. Así, si se emplea di-sec-butylzinc, el límite superior estará justo por debajo de la temperatura de descomposición del di-sec-butylzinc.

15 Para llevar a cabo las reacciones de la presente invención, es esencial la ausencia de oxígeno. Por lo tanto, las etapas manipulativas del proceso se efectúan normalmente bajo una presión atmosférica de un gas inerte, tal como nitrógeno o argón. La presión bajo la cual se lleva a cabo  
20 la presente invención no es crítica pudiéndose emplear presiones elevadas de varias atmósferas. Se ha encontrado deseable agitar vigorosamente la mezcla de reactantes tanto durante la reacción inicial del magnesio con el haluro como en la adición ulterior del compuesto de organozinc u organoboro. La mezcla  
25 reactante obtenida después de la adición del compuesto de organozinc u organoboro se filtra normalmente y el sólido se lava con varias porciones del disolvente hidrocarbonado usado. La solución de lavado resultante se puede añadir entonces al filtrado.

30 Para los expertos en la técnica será evidente

que los complejos de la presente invención son una mezcla de complejos que tienen distintos valores de  $m$  y  $n$  y que el valor  $m/n$ , tal y como aquí se emplea, es un valor medio para estos números. No es necesario, ni incluso deseable, aislar los complejos individuales, sin embargo, ya que las mezclas tra-  
5 bajan casi tan bien como los complejos individuales. En adición, queda establecido que ocurre un cierto grado de transferencia de grupo alquilo entre los átomos de zinc o boro y magnesio del complejo. De este modo, las fórmulas dadas para los complejos de la presente invención son más bien empíricas que  
10 exactas.

Los complejos de la presente invención están caracterizados por una elevada relación  $Mg/M$ . En adición, están caracterizados por su ausencia de contaminación indeseable debida a los haluros. Por otra parte, y puesto que el método de formación de los complejos de la presente invención,  
15 no requiere el empleo de un catalizador de éter, el producto final está completamente libre de éter.

Aquellos compuestos de la presente invención que tienen relaciones  $Mg/M$  suficientemente altas ( $m/n$  de 4 ó más) pueden ser útiles en situaciones en donde se deseen reactivos de diorganomagnesio, es decir los complejos se pueden emplear para estimular al reactivo organomagnesio "puro" en cuanto a reactividad, puesto que los mismos contienen 80 mo-  
20 les % o más de  $R'_2Mg$ . A este respecto, los complejos de la presente invención tienen la ventaja sustancial de que son altamente solubles en disolventes hidrocarbonados, mientras que los reactivos de diorganomagnesio puros son, en general, insolubles. Puesto que estos complejos están completamente libres  
25 de contaminación tipo éter, se pueden emplear como catalizado-  
30

res de tipo Ziegler sin envenenamiento del catalizador que puede resultar de dicha contaminación de éter. Los compuestos de organomagnesio son unos catalizadores eficaces para la polimerización de etileno o propileno, en presencia de tetracloruro de titanio, y para la polimerización de 1,3-butadieno o 2-metil-1,3-butadieno en presencia de tetrayoduro de titanio.

La presente invención se ilustrará adicionalmente por los siguientes ejemplos:

EJEMPLO 1

En un matríz de tres cuellos, de 300 ml, equipado con agitador magnético, condensador de reflujo y embudo de adición, se añaden 5,84 g (0,24 átomos-gramo) de polvo de magnesio, 1,7 g de cloruro de n-butilo y unos cuantos cristales de yodo. Toda la instalación fue inundada previamente, mientras estaba caliente, con nitrógeno seco, y todas las reacciones y operaciones fueron efectuadas bajo un manto de nitrógeno. La mezcla se calienta a unos 70°C y se inicia la reacción. A continuación se cargan 80 ml de benceno a la mezcla de reacción y en el embudo de adición se coloca una solución consistente en 16,8 g de cloruro de n-butilo en 26,6 g de benceno. La mezcla se calienta a reflujo y se añade la solución BuCl-benceno en un periodo de 1,5 horas. Durante este periodo, la mezcla de reacción asume una consistencia tipo lodo. La mezcla se refluye durante media hora aproximadamente una vez completada la adición de la solución de cloruro de n-butilo. Se añade a la mezcla un peso de 3,1 g (0,025 moles) de dietilzinc. Después de 3 horas de agitación a 82-84°C, la mezcla se filtra y los sólidos se lavan con varias porciones de benceno, tras lo cual se añaden al filtrado. El análisis del filtrado (204,4 g) demuestra que contiene 0,96 % de Mg (o una solución al 5,5 % de n-Bu<sub>2</sub>Mg) y 0,62 % (o una solución al 1,2 % de

Et<sub>2</sub>Zn) y nada de cloruro. La relación Mg/Zn del complejo es de 4,19 y la cantidad de di-n-butilmagnesio solubilizado es del 81 %.

#### EJEMPLO 2

5 Se utilizan el mismo aparato y procedimiento del ejemplo 1, excepto que los reactantes consisten en 27,8 g (0,20 moles) de bromuro de n-butilo y 2,6 g (0,21 moles) de dietilzinc. El análisis del líquido sobrenadante de la reacción muestra una relación Mg/Zn de 4,70 estimándose en un 75 %  
10 la cantidad de di-n-butilmagnesio solubilizado como complejo.

#### EJEMPLO 3

Se emplean el mismo aparato y procedimiento que anteriormente excepto que como reactante se usan 18,2 g (0,20 moles) de cloruro de n-butilo y 2,7 g (0,028 moles) de trietilboro. La cantidad de di-n-butilmagnesio solubilizado es del 65 % de la teoría.  
15

#### EJEMPLO 4

En un matríz de cuatro cuellos, de 3 litros, equipado con agitador magnético, condensador de reflujo y embudo de adición, se añaden 20,2 g (0,83 átomos-gramo) de polvo de magnesio y 5,7 g de cloruro de n-butilo. La mezcla se calienta a unos 70°C y se inicia la reacción. A continuación, se cargan en la mezcla de reacción 900 ml de hexano y en el embudo de adición se colocan 58,7 g de cloruro de n-butilo. La mezcla se calienta a reflujo y se añade el cloruro de butilo en un periodo de 1 hora. Durante este periodo, la mezcla de reacción asume una consistencia de tipo lodo. La mezcla se refluye unas 2 horas después de completarse la adición del cloruro de n-butilo. La mezcla de reacción se enfría añadiendo 809 ml de hexano, tras lo cual se añade a la mezcla un peso de 5,6 g  
20  
25  
30

(0,045 moles) de dietilzinc. Después de 2 horas de agitación a 66-69°C, se filtra la mezcla. El filtrado se concentra por destilación de aproximadamente la mitad del hexano bajo presión reducida. El análisis del filtrado (655 g) demuestra que contiene 1,04 % de Mg (o una solución al 5,9 % de n-Bu<sub>2</sub>Mg) y 0,38% de Zn (o una solución al 0,72 % de Et<sub>2</sub>Zn). La relación Mg/Zn del complejo es de 7,23 y la cantidad de di-n-butilmagnesio solubilizado es del 80 %.

#### EJEMPLO 5

A un matríz de cuatro cuellos, de 5 litros, equipado con agitador magnético, condensador de reflujo y embudo de adición, se añaden 55 g (2,26 átomos-gramo) de magnesio en polvo, 9 g de cloruro de n-butilo y unos cuantos cristales de yodo. La mezcla se calienta a unos 50°C y se inicia la reacción. A continuación se cargan en la mezcla de reacción 2.600 ml de hexano y se coloca en el embudo de adición 173,9 g de cloruro de n-butilo. La mezcla se calienta a reflujo y se añade el cloruro de butilo en un periodo de 1,5 horas. La mezcla se refluxe durante media hora aproximadamente después de completarse la adición del cloruro de n-butilo. Se añade a la mezcla un peso de 14,8 g (0,120 moles) de dietilzinc. Después de 2 horas de agitación a 50-70°C, se filtra la mezcla. El análisis del filtrado (1.452,6 g) demuestra que contiene 1,12% de magnesio (o una solución al 6,4 % de n-Bu<sub>2</sub>Mg) y 0,40 % de zinc (o una solución al 0,76 % de Et<sub>2</sub>Zn). La relación Mg/Zn del complejo es de 7,40 y la cantidad de di-n-butilmagnesio solubilizado es del 67 %.

#### EJEMPLO 6

A un matríz de cuatro cuellos, de 3 litros, equipado con agitador magnético, condensador de reflujo y em-

budo de adición, se añaden 21,6 g (0,89 átomos-gramo) de magnesio en polvo y 5,3 g de cloruro de n-butilo. La mezcla se calienta a unos 70°C y se inicia la reacción. A continuación se cargan a la mezcla de reacción 1.250 ml de hexano y en el embudo de adición se colocan 59,9 g de cloruro de n-butilo. La mezcla se calienta a reflujo y se añade el cloruro de butilo en un periodo de 40 minutos. La mezcla se refluje durante 2 horas y media aproximadamente después de completarse la adición del cloruro de n-butilo. La mezcla de reacción se enfría añadiendo 155 ml de hexano, tras lo cual se añade a la mezcla un peso de 4,7 g (0,048 moles) de trietilboro. Después de 1 hora y media de agitación a 66-69°C, se filtra la mezcla. El filtrado se concentra por destilación de aproximadamente la mitad del hexano bajo presión reducida. El análisis del filtrado (619,8 g) demuestra que contiene 1 % de magnesio (o una solución al 5,7 % de n-Bu<sub>2</sub>Mg). La relación Mg/B del complejo se estima en 6,6 y la cantidad de di-n-butilmagnesio solubilizado se estima en un 72 %.

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

#### REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para preparar complejos de organomagnesio solubles en hidrocarburos, de fórmula:



en la que RM es un organozinc u organoboro, R' se elige entre alquilo primario y arilo y m y n son números tales que la relación m/n es igual o superior a 1; caracterizado porque com-

prende las etapas de:

5 a) hacer reaccionar magnesio en polvo con un haluro orgánico de fórmula R'X en la que R' se define como anteriormente y X es un halógeno elegido entre cloro y bromo, a una temperatura del orden de 30 a 200°C aproximadamente, estando presente dicho magnesio en una cantidad de 1 a 2 moles aproximadamente por mol de haluro orgánico; y

10 b) añadir a la mezcla de reacción de la etapa a), un compuesto de organozinc u organoboro en una cantidad tal que la relación molar de dicho compuesto de organozinc u organoboro a magnesio sea inferior a 1:1.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la etapa a) se efectúa en presencia de un disolvente hidrocarbonado.

15 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la etapa b) se efectúa a una temperatura del orden de 60 a 100°C aproximadamente.

20 4.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el disolvente hidrocarbonado se elige entre isopentano, ciclohexano, n-hexano, metilciclohexano, n-heptano y benceno.

25 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho haluro orgánico se elige entre cloruro de metilo, cloruro de etilo, cloruro de n-propilo, cloruro de n-butilo y cloruro de n-amilo.

6.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque R se elige entre grupos alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>.

30 7.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la etapa b) se efectúa en presencia de un disolvente hidrocarbonado.

8.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho compuesto de organozinc es un compuesto de dialquilzinc o un compuesto de haluro de alquilzinc.

5 9.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho compuesto de organoboro es un trialquilboro o un compuesto de haluro de alquilboro, o mezclas de los mismos.

10 10.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el compuesto de organozinc u organoboro se genera in situ cargando una sal de zinc o boro.

11.- Procedimiento para preparar complejos de organomagnesio solubles en hidrocarburos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

15 Esta Memoria consta de 17 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

23 ABR. 1976

TEXAS ALKYLIS, INC.

GOMEZ ACEBO Y MUÑOZ  
Dr. Firmado: L. Goto Fernández

