



226 884

226 884

MEMORIA DESCRIPTIVA

DEL 1<sup>a</sup>

CERTIFICADO DE ADICIÓN

que por veinte años, para España y sus Posesiones, se solicita a favor de la Firma RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT, de nacionalidad alemana, residente en OBERHAUSEN-HOLTEN (ALEMANIA), por: "MEJORAS INTRODUCIDAS EN LA PATENTE PRINCIPAL Nº 223.024 POR PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACIÓN DE PRODUCTOS DE CLORIFICACIÓN DE POLIETILENO"

-----000000000-----

Se ha encontrado que la clorificación de polietileno que -  
habia sido fabricado por polimerización de etileno con combinacio-  
nes metalorgánicas, que contenian excitadores para la polimerización  
a presiones de 100 atmósferas aproximadamente y temperaturas por -  
debajo de 100° aproximadamente y siendo prácticamente insoluble en  
disolventes, es tambien posible por la reacción de cloruro gaseosos  
sobre el polietileno sólido, en lo máximo posible finamente distri-  
buido a temperaturas que no superan esencialmente 100°, cuando se -  
aplica para la clorificación polietileno con pesos moleculares entre  
25.000 y 100.000 aproximadamente.

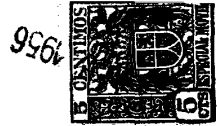
Tales polietilenos, prácticamente insolubles en disolventes,



- se pueden fabricar por ejemplo por polimerización de etileno con - excitadores para la polimerización que contienen combinaciones preferentemente metalòrganicas. Como tales excitadores para la polimerización pueden servir por ejemplo mezclas de combinaciones de tetracloruro titànico y alquil aluminico, cloruro dietil aluminico, trietil aluminico o monocloruro diesobutil aluminico. En lugar de tetracloruro titànico pueden aplicarse tambien otras sales metàlicas, por ejemplo acetonaño, acetyl circonico o acetonaño acetyl tòrico. La polimerización se realiza mediante estos excitadores para la polimerización a presiones relativamente bajas que no sobrepasan por lo general 100 atmòsferas, y a temperaturas desde 20°, hasta aproximadamente 100°. El peso molecular de los polietilenos así fabricados puede ser variado en límites relativamente amplios, a saber aproximadamente desde 25.000 hasta más de 100.000, según las combinaciones de excitadores para la polimerización que se emplean. Eligiendo adecuadamente las condiciones de reacción se obtienen polimeros blancos de grano fino, cuyo tamaño de partículas es prácticamente por debajo de 0,25 m/m., la mayor parte por debajo de 0,08 m/m.-
- 15.-
- 20.-
- 25.-
- 30.- Los polietilenos fabricados de este modo resultan, contrario a los polietilenos con pesos moleculares aproximadamente del mismo grado de tamaño que se encuentran en el comercio, como prácticamente insoluble en disolventes orgánicos. La clorificación de polietileno que estaban hasta ahora en el comercio se realizaba prácticamente en solución, efectuándose una disolución en tetracloruro de carbono antes de la clorificación. Este procedimiento de clorificación no es realizable con los polietilenos en el sentido de la invención.
- 35.-

Ejemplo:

- 40.- En un tubo de vidrio de 45 m/m. de diámetro y 60 cm. de altura, de dobles paredes por la cuál fluía agua de 85°, siendo cerrado abajo por una frita de vidrio, se entraba 50 gramos de polietileno con un peso molecular de 45.000 y un tamaño del grano por debajo de 0,25 m/m. aproximadamente. El polietileno resultaba de la polimerización de polietileno a presión normal y a una temperatura de 60 - 80°



- 45.- utilizándose un catalizador que consistía en tetracloruro titánico y monocloruro dietil aluminico, en presencia de hidrocarburo saturado de un valor en C de  $C_7 - C_{10}$ . liberado de combinaciones que contienen oxígeno, del cuál fuè separado dicho catalizador, después de finalizarse la polimerización, por filtración y seguida tratamiento en vapor de agua. El tubo fuè expuesto a los rayos de lámpara incandescente de 600 watos. Por la frita de vidrio fueron introducidos por abajo cada hora 80 litros de cloruro, que habia sido calentado antes a  $90^{\circ}$ , formándose con esto un lecho de fluencia de la masa de polietileno. Después de un tiempo de reacción de 4 horas proximadamente fuè interrumpido el tratamiento en cloruro. El producto de reacción sólido fuè liberado de gases abservidos a  $80^{\circ}$  por evacuación, obteniéndose un producto blanco en polvo con un contenido de cloruro de 48% en peso.
- 50.-
- 55.-

#### REIVINDICACIONES

---

- 60.- Se reivindica como de la propia y nueva invención la propiedad y explotación exclusivas de:
- 1<sup>a</sup>.- Mejoras introducidas en la patente principal Nr. 223.024 por: Procedimiento para la fabricación de productos de clorificación de polietileno, caracterizado porque se aplica como producto base polietileno con pesos moleculares entre 25.000 y 100.000 que es fabricado por polimerización de etileno con excitadores para la polimerización que contienen preferentemente combinaciones metalorgánicas a presiones por debajo de 100 atmósferas aproximadamente, siendo practicamente insoluble en disolventes, realizándose la clorificación por reacción del cloruro gaseoso sobre el polietileno sólido en lo más posible finamente distribuido a temperaturas que no sobrepasan esencialmente  $100^{\circ}$ .
- 65.-
- 70.-
- 2<sup>a</sup>.- MEJORAS INTRODUCIDAS EN LA PATENTE PRINCIPAL NR. 223.024 POR: PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACIÓN DE PRODUCTOS DE CLORIFICACIÓN

996



226884

DE POLIETILENO.

75.-

Consta la presente memoria descriptiva de cuatro hojas numeradas y mecanografiadas, por una sola cara.

Madrid, 23 FEB. 1956

Registro de la Torre

P.R.