

228028



228028

P A T E N T E   D E   I N V E N C I O N

a favor:

FARBWERKE HOECHST AG. vormals Meister Lucius & Brüning, de nacionalidad alemana, domiciliada en Frankfurt (M) - Hoechst, República Federal Alemana, por:

"PROCEDIMIENTO PARA LA DEPURACION DE POLIOLEFINAS"

-----  
Memoria Descriptiva

Constituye el objeto de la Patente 227.752 (Fw 1457 F 17 306 IVb/39c) un procedimiento para la depuración de olefinas obtenidas a baja presión, y preferiblemente de polietileno, que ha sido preparado según el procedimiento descrito en la Patente belga 533.362, a la que corresponden las solicitudes de Patentes alemanas Z 3799, Z 3862 y Z 3882 IVc/39c, en la Patente belga 534.792, a la que corresponde la solicitud de patente alemana Z 3941 IVc/39c, en la Patente belga 534.888, a la que corresponde la solicitud de patente alemana Z 3942 IVc/39c, y en las solicitudes de patentes estadounidenses 469059 del 15.11.1954, 482.412 de 17.1.1955 y 482.413 del 17.1.1955, que corresponden a los privilegios mencionados anteriormente, siendo el procedimiento de depuración caracterizado por el hecho de que la suspensión del pro



15 ducto de polimerización o el polímero separado del medio disper-  
sante son tratados con soluciones acuosas o alcohólicas de subs-  
tancias orgánicas o inorgánicas de reacción alcalina.

20 Ahora bien, se ha comprobado que pueden depurarse los produc-  
tos de polimerización del procedimiento descrito en la Patente  
belga 533.362, a la que corresponden las solicitudes de patentes  
alemanas Z 3799, Z 3862 y Z 3882 IVc/39c, en la Patente belga  
534.792, a la que corresponde la solicitud de Patente alemana Z  
3941 IVc/39c, en la Patente belga 534.888, a la que corresponde  
la solicitud de patente alemana Z 3942 IVc/39c, y en las solici-  
tudes de Patentes estadounidenses 469.059 del 15.11.1954, 482.412  
25 del 17.1.1955 y 482.413 del 17.1.1955, que corresponden a los an-  
teriores privilegios, y especialmente polietileno, realizando una  
hidrólisis alcalina de las impurezas presentes en los productos  
de polimerización o en las suspensiones de producto de polimeriza-  
ción, con empleo de una destilación por vapor de agua.

30 Con las medidas según la invención es posible evitar por com-  
pleto las corrosiones en los aparatos al preparar y seguir elabo-  
rando los productos de polimerización. Además, gracias a ellas,  
es posible recuperar prácticamente por completo los medios disper-  
santes, como hexano, heptano, octano, ciclohexano, toluol, hidro-  
carburos alifáticos de la zona de ebullición de 100 - 250º, como  
35 los que se obtienen en la destilación de petróleo, volviendo a  
emplearlos sin ulterior tratamiento después de separar el agua  
y su ulterior secado.

40 En comparación con el procedimiento indicado en la Patente  
F 17 306 IVb/39c - remoción con álcali acuoso diluido a tempera-  
turas moderadas - se obtienen otras inesperadas ventajas gracias  
a que el molesto olor, que se presenta con facilidad en la elabo-  
ración en la prensa de inyectar, queda suprimido dentro de am-



45

plios límites, y de que se consigue una nueva mejora de la falta de color y de la claridad.

Esto no era sin más de prever dadas las experiencias hechas en la depuración ácida. En efecto, si se tratan los productos a elevada temperatura en la depuración ácida, se presenta con facilidad coloración.

50

Para la ejecución del procedimiento según la invención, no se somete convenientemente la entera suspensión de polimerización a la destilación por vapor de agua, sino que se separa la cantidad principal del medio dispersante, por ejemplo un 30 - 90%, por filtración o centrifugación y se destruye previamente la mayor parte del catalizador mediante remoción con álcali acuoso diluido a temperatura ambiente o a temperaturas elevadas de hasta unos 80 - 100° C.

55

60

El producto de polimerización así separado es suspendido en agua (proporción entre el producto de polimerización y el agua = 1:10 hasta 1:1) y se hace pasar por la suspensión vapor hasta que ya no pasa medio dispersante. Al propio tiempo, se añade tanto álcali, preferiblemente hidróxido sódico, que a pesar de la hidrólisis progresiva el valor pH no baja a menos de 7. Debería evitarse un exceso de álcali (pH superior a 9), ya que de otro modo en la destilación por vapor de agua se produciría una intensa espumación. Para mezclar mejor, se remueve la suspensión y se añade una pequeña cantidad de un emulgador, como por ejemplo sulfonatos alquílicos, pudiendo el grupo alquilo contener 6 - 20 átomos de carbono, u otros emulgadores similares conocidos.

65

70

Después de la destilación, se separa el producto de polimerización, se depura, mediante lavado con agua, de sales, álcali y medio humedecedor, y se seca.

El medio dispersante, arrastrado hacia arriba, es condensado y separado con el vapor. Una vez seco, puede volver a ser em-



75 pleado para la polimerización. Las pérdidas de medio dispersante pueden con facilidad ser reducidas, de este modo, a menos del 1%. Es evidente que también es posible ejecutar sin más el procedimiento descrito de manera continúa en adecuados aparatos.

#### Ejemplo 1

100 g de un polietileno polimerizado por el procedimiento de baja presión en una fracción de petróleo (medio dispersante) que hierve entre 200° y 230°, que después de tratarse la mezcla de polimerización con álcali diluido ha sido sometido a centrifugación y que contiene un 62% de producto seco, un 27% de medio dispersante y un 11% de agua, son insuflados con vapor de agua, removiéndose bien, en un balón de 2 litros que contiene 300 cmc de agua y 1 cmc de una solución al 2% de un aciltaurinato sódico. El pH es mantenido entre 7 y 9 mediante la adición en gotas de una solución de NaOH al 1%. En total se consumen 25 cmc de ella. Para la destilación de los 27 g de medio dispersante se necesitan en unos 50 minutos 300 g de vapor.

Después de la destilación por vapor se filtra a la trompa el producto de polimerización, se mezcla tres veces con 300 ml de agua cada vez y se seca. El medio dispersante es separado del producto acuoso de condensación, secado con KOH y puede volverse a emplear.

#### Ejemplo 2

100 kg de un polietileno obtenido de la misma manera que en el Ejemplo 1, que contiene un 65% de producto seco, un 22% de medio dispersante y un 13% de agua, son insuflados con vapor de agua, removiéndose, con 500 litros de agua y 0,15 litros de un fenol alquílico polioxietilado. Todo el contenido de medio dispersante es arrastrado hacia arriba en unas 2 horas con aproximadamente 200 kg de vapor. Para el regular el pH sobre 7 - 8 se consu



105. me aproximadamente 1 litro de una solución de NaOH al 10%.

La ulterior preparación se verifica como en el Ejemplo 1.

### REIVINDICACIONES

110 1).- Procedimiento para la depuración de poliolefinas caracterizado por el hecho de realizarse una hidrólisis alcalina de las impurezas presentes en los productos de polimerización o en las suspensiones de dichos productos, con empleo de una destilación por vapor de agua.

115 2).- Procedimiento según la reivindicación 1), caracterizado por el hecho de que la destilación por vapor de agua de la suspensión acuosa de polímero es realizada en presencia de sustancias orgánicas o inorgánicas de reacción alcalina.

120 3).- Procedimiento según las reivindicaciones 1) y 2), caracterizado por el hecho de que la destilación por vapor de agua de la suspensión alcalina acuosa del producto de polimerización es realizada con ayuda de medios humedecedores o emulgadores en sí conocidos.

125 4).- Procedimiento según las reivindicaciones 1) a 3), caracterizado por el hecho de realizarse de manera continua la destilación por vapor de agua.

5).- PROCEDIMIENTO PARA LA DEPURACION DE POLIOLEFINAS.

Madrid, a 20 de julio de 1956.