

AÑO 1958

Expediente núm.



245545

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INTRODUCCION

245545

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una PATENTE DE INTRODUCCION por diez años, en España

a favor de

CHEMISCHE WERKE HULS AKTIENGESELLSCHAFT, de nacionalidad
alemana domiciliado en MARL (Kreis Recklinghausen) Alemania
calle de núm.

por:

PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE POLIOLEFINAS DE BAJA
PRESIÓN " .-

Nº 10654

Agente Sr. Don Jaime Isern Miralles.



PATENTE
DE
INTRODUCCION

245545

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE POLIOLEFINAS DE BAJA PRESION", a favor de la firma alemana CHEMISCHE WERKE HULS AKTIENGESELLSCHAFT, domiciliada en MARL (Kreis Recklinghausen) Alemania.

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de poliolefinas de baja presión.

5. Las poliolefinas llamadas "de baja presión", que se obtienen polimerizando olefinas, en particular etileno, con presiones y temperaturas relativamente bajas, en presencia de catalizadores de polimerización formados a base de combinaciones de los grupos secundarios IV a VI del Sistema Periódico, incluidos el torio y el uranio, con aluminio metálico, hidruro de aluminio o combinaciones orgánicas del aluminio, del magnesio, del zinc o de los metales alcalinos o bien con metales alcalinos, dan lugar a dificultades durante la elaboración y
10. la aplicación, a causa de que presentan impurezas con regularidad, constituidas por combinaciones de los metales contenidos en los catalizadores, de las cuales hay que liberarlas previamente.
15. Para purificar las poliolefinas de baja presión se ha

245545

25 NOV



- propuesto el tratarlas con alcoholes lo mas anhidros posible. Este procedimiento, sin embargo, es de larga duracion y exige cantidades considerables de dichos alcoholes. Se ha intentado tambien eliminar las impurezas tratando las poliolefinas de baja presion con soluciones alcoholicas o acuosas de acidos.
5. En calidad de acidos se han empleado hasta ahora sobre todo acidos minerales fuertes, los cuales sin embargo son retenidos por adsorcion por las poliolefinas de baja presion, hasta tal punto que no les puede eliminar del todo ni siquiera con prolongados lavados con agua, de manera que la poliolefina de baja presion purificada con ayuda de acidos ataca por corrosion, y en ocasiones llega a hacer inservibles, las maquinas elaboradoras, los moldes y las herramientas, durante las operaciones siguientes que se efectuan con ella. Si en lugar de los acidos se emplean soluciones acuosas de una combinacion organica formadora de complejos acidos, pueden ciertamente evitarse en amplia escala los inconvenientes ultimamente citados, pero hay que realizar, igual que antes, operaciones de purificacion largas y engorrosas.
- 10.
- 15.
20. Se ha descubierto que pueden prepararse mas ventajosamente poliolefinas de baja presion si la suspension de poliolefina de baja presion en estado bruto en un diluyente apropiado que se presenta durante la polimerizacion, es tratada con un oxido de alquileno en forma gaseosa y a continuacion se la prepara de la manera conocida. En calidad de oxido de alquileno gaseoso se emplea de preferencia oxido de etileno u oxido de propileno. Estos compuestos se hacen pasar en forma de gas a traves de la suspension de poliolefina bruta de baja presion en un diluyente que se obtiene por ello en la polimerizacion. La cantidad necesaria de oxido de alquileno gaseoso depende en particular
- 25.
- 30.

245545^{25 NOV}



de la clase y cantidad del catalizador de polimerización que se emplee. En general se cuenta de 1,1 a 1,5 moles por cada equivalente existente en el catalizador de agrupaciones reaccionables con óxido de etileno.

5. En calidad de diluentes para la polimerización se escogen por ejemplo, hidrocarburos alifáticos o hidroaromáticos de C_4 - C_{12} , etc. La preparación de la suspensión de poliolefina de baja presión tratada previamente con óxidos de alquilenogaseosos puede efectuarse de la manera conocida, por ejemplo tratándola
10. con alcoholes lo mas anhidros posible, con soluciones alcohólicas o acuosas de ácidos, con soluciones acuosas de combinaciones orgánicas formadoras de complejos ácidos, o también con combinaciones orgánicas oxigenadas en estado líquido que tengan todas las valencias del oxígeno enlazadas a átomos de carbono.
15. A continuación se eliminan estas adiciones con las impurezas, o sea las combinaciones formadas a base de los aditivos y el catalizador, mediante lavados con agua repetidos en forma conveniente, en caso dado a temperatura elevada. Después de secar se obtiene sin dificultad una poliolefina de baja presión
20. con un contenido extremadamente bajo de cenizas, inferior a 0,005%. El tratamiento consecutivo de la suspensión de poliolefinas brutas de baja presión tratada previamente con óxidos de alquilenogaseosos requiere de esta manera menos gasto, y en particular menos materias auxiliares y menos dispendio de tiempo que lo que era necesario hasta ahora para la preparación y
25. el lavado en la forma conocida.

Ejemplo.- En la suspensión de una poliolefina bruta de baja presión en una mezola de hidrocarburo alifático con una zona de ebullición de 0 a 160 grados, que se ha obtenido polimerizando a baja presión etileno en presencia de triisobutilo de

30.

245545

25 NOV



- aluminio y tetracloruro titánico y que contiene por 1000 partes en peso de la suspensión 200 partes en peso de polietileno, así como 3,5 partes en peso de tetracloruro titánico y 5 partes en peso de triisobutilo de aluminio, o bien los productos de su reacción mutua, se introduce a temperatura de 40 grados durante 60 minutos una corriente lenta de óxido de etileno, hasta que la mezcla, que al principio era de un pardo rojizo, se haya decolorado. Para ello se necesitan unas 9 partes en peso de óxido de etileno. Luego se separa el polietileno de baja presión y se le lava con 600 partes en peso de acetona, al mismo tiempo que se impide la llegada de aire y de humedad por medio de una atmósfera protectora compuesta de nitrógeno. Por último se expulsa la acetona por medio de agua y a continuación se seca. Se obtienen unas 200 partes en peso de un polietileno blanco como la nieve, que presenta un contenido de cenizas inferior a 0,005%.
- 5.
- 10.
- 15.

N O T A

Hecha la descripción del presente invento, lo que declara como no practicado ni puesto en ejecución en España, comprende las reivindicaciones siguientes:

- 20.
- 1.- Procedimiento para la preparación de poliolefinas de baja presión, caracterizado por el hecho de tratar previamente con un óxido de alquileo gaseoso la suspensión de poliolefina bruta de baja presión en un diluyente apropiado que se produce en la polimerización, y por elaborarla a continuación en forma conocida.
- 25.
- 2.- Procedimiento para la preparación de poliolefinas de



245545

baja presión.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de cinco hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara.

Madrid, a 25 de Noviembre de 1958.

CHEMISCHE WERKE HULS AKTIENGESELLSCHAFT.

p. a.

JAIMÉ ISERN MIRALLES
P. R.