

AÑO 1958

Expediente núm.



245730

# REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INTRODUCCIÓN.

245730

## MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una PATENTE DE INTRODUCCIÓN por diez años, en España

a favor de la firma

CHEMISCHE WERKE HÜLS AKTIENGESELLSCHAFT, de nacionalidad

alemana domiciliado en MARL ( Kreis Recklinghausen) Ale

calle de ..... núm. ....

por:

PROCEDIMIENTO PARA LA ELABORACIÓN DE POLIOLEFINAS DE BAJA PRESIÓN "

Nº 10656

Agente Sr. Don Jaime Isern Miralles.





245730

- dos en los catalizadores, de las cuales hay que exonerarlas previamente. Para purificar las poliolefinas de baja presión se ha propuesto el tratarlas con alcoholes lo mas anhidros posible. Este procedimiento, sin embargo, resulta de larga duración y exige cantidades importantes de dichos alcoholes.
5. Se ha intentado también eliminar las impurezas tratando las poliolefinas de baja presión con soluciones alcohólicas o acuosas de ácidos. En calidad de ácidos se han empleado hasta ahora sobre todo ácidos minerales fuertes, los cuales son retenidos por adsorción por las poliolefinas de baja presión
10. hasta el punto de que ya no se les puede eliminar del todo aun con lavados prolongados de agua, de manera que la poliolefina de baja presión purificada con ayuda de ácidos ataca corrosivamente, y llega a inutilizar en ocasiones, las máquinas elaboradoras, los moldes y el instrumental durante el curso de las operaciones siguientes que se efectúan con ella. Si en lugar de ácidos se emplean soluciones acuosas de una combinación orgánica formadora de complejos ácidos, se evita ciertamente en gran escala los antes citados inconvenientes pero, igual
15. que antes, hay que efectuar operaciones de purificación prolongadas y enojosas.
- 20.

Se ha descubierto que es posible elaborar mas ventajosamente las poliolefinas de baja presión si se trata con alcoholes polivalentes la suspensión de poliolefina bruta de baja

25. presión en un diluyente que se produce en la polimerización y se lavan luego con agua los productos de descomposición de los catalizadores.

En calidad de alcoholes polivalentes se prestan especialmente los dioles, como el etilenglicol, el butandiol, el dietilenglicol, el etilhexandiol y el hidroxibutilciclohexanol.

30.



245730

- También se pueden emplear alcoholes de mayor grado de Valencia, como la glicerina, la critrita, la arabita, la dulcita, etc. Los alcoholes polivalentes se emplean en cantidad de 1,5 a 3 veces la cantidad de catalizador. Después de agregar los
5. alcoholes polivalentes se mezcla a fondo y se deja pasar cierto tiempo, por ejemplo de 10 a 45 minutos, de preferencia, con agitación constante para que la mezcla actúe. Esto hace que el catalizador se descomponga en productos que pueden eliminarse sin dificultad por medio de agua. A continuación puede eliminarse
10. primeramente el diluyente de la suspensión, descompuesta por la adición de alcoholes polivalentes, de poliolefina bruta de baja presión, a fin de tratar después con agua la poliolefina bruta de baja presión que queda. Sin embargo, en general, se procede a lavar con agua repetidas veces la suspensión
15. descompuesta, y por último se separa la poliolefina purificada.

Se obtienen resultados especialmente buenos si al agua del primer lavado se agregan también pequeñas cantidades de un formador de complejos. Entre los formadores de complejos cabe contar, por ejemplo, el ácido oxálico, el ácido láctico, el ácido glicólico, el ácido tartárico y el ácido cítrico, que se agregan en cantidades de 5 a 50 g. por litro de agua.

20.

Descomponiendo el catalizador por medio de alcoholes polivalentes puede obtenerse sin dificultades, después de eliminar el diluyente, una poliolefina de baja presión con un contenido de cenizas de 0.01%, aproximadamente, la cual permite que se la convierta en productos impecables. Si al agua del primer lavado se agregan además pequeñas cantidades de un formador de complejos, se obtiene con facilidad un contenido de cenizas de la poliolefina de baja presión igual a 0.005% y aun menos. Esto

25.

30.



245730

constituye un grado de pureza que hasta ahora no se hubiera considerado posible con tan poco gasto de substancias químicas y tan poco trabajo.

- Ejemplo 1º.- Se polimerizan 5000 partes en peso de etileno, en presencia de 80 partes en peso de monocloruro de dietilaluminio y 70 partes en peso de tetracloruro titánico, a una temperatura de 50 grados y una presión de 10 atmósferas. Terminada la polimerización se añaden a la suspensión de polietileno bruto de baja presión en butano que se ha originado, 300 partes en peso de etilenglicol y se deja que actúe la mezcla durante 30 minutos, con agitación. Luego se lava cuatro veces con agua removiendo con la suspensión 5000 partes en peso cada vez de agua durante 20 minutos y separándolas al cabo de 10 minutos de sedimentación. El agua del último lavado no se separa. A continuación se elimina el butano evaporándolo de la suspensión lavada y se aspira el polietileno de baja presión purificado. Se obtiene un polietileno de peso molecular 90000, con un contenido de cenizas de 0.01% que se puede trabajar irreprochablemente.
- Ejemplo 2º.- A la suspensión de polietileno bruto de baja presión en butano obtenida polimerizando etileno según las indicaciones del Ejemplo 1º, se añaden 300 partes en peso de dietilenglicol. Se deja actuar la mezcla durante 30 minutos con agitación y luego se lava cuatro veces con 5000 partes en peso de agua cada vez, como se ha expuesto en el Ejemplo 1º. El agua del último lavado no se separa. A continuación se evapora el butano y se aspira el polietileno purificado. Se obtiene un polietileno de baja presión con un peso molecular de 90000 y un contenido de cenizas inferior al 0.02%.
- Ejemplo 3º.- Se polimerizan 500 partes en peso de etileno



245730

- en 1200 partes en peso de hexano, en presencia de 4 partes en peso de monocloruro de dietilaluminio y 5,25 partes en peso de cloruro titánico, a una temperatura de 40 grados y una presión de 1,5 atmósferas, aproximadamente. La suspensión de polietileno bruto de baja presión en hexano que se obtiene es tratada con 25 partes en peso de 1,3-butanodiol y agitada durante 30 minutos. A continuación se añade una solución de 10 partes en peso de ácido oxálico en 500 partes en peso de agua. Luego se agita durante 20 minutos y se deja por último sedimentar durante 10 minutos. Después de separar la fase acuosa se lava todavía tres veces mas de la misma manera con 500 partes en peso de agua cada vez. Acto seguido se aspira el polietileno purificado. Se obtiene un polietileno de baja presión con un peso molecular de 70000 y un contenido de cenizas inferior al 0,01%, que se puede elaborar impecablemente.
- 5.
- 10.
- 15.

N O T A

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

- 1.- Procedimiento para la elaboración de poliolefinas de baja presión, caracterizado por el hecho de tratar con alcoholes polivalentes la suspensión de poliolefina bruta de baja presión en un diluyente que se produce durante la polimerización y por lavar luego con agua para arrastrar los productos de la descomposición de los catalizadores.
- 20.
- 2.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de agregar además al agua del primer lavado
- 25.

245730

2 DIC



pequeñas cantidades de un formador de complejos.

3.- Procedimiento para la elaboración de poliolefinas de baja presión.

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

Madrid, a 2 de Diciembre de 1958.

CHEMISCHE WERKE HULS AKTIENGESELLSCHAFT.

p. a.

JOSÉ ISERN NIVALLES

R. P.