



P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N 251901

por "PROCEDIMIENTO PARA LA ELABORACIÓN FINAL DE DISPERSIONES DE POLIOLEFINAS DE BAJA PRESIÓN", 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 elaboración final de dispersiones de poliolefinas de baja presión.

Es conocido que para la elaboración final de dispersiones de poliolefinas de baja presión en hidrocarburos inertes que, como catalizadores, contienen productos reaccionales a base compuestos orgánicos de aluminio y de titanio, el catalizador es transformado, por transposición con reducidas cantidades de un alcohol, en compuestos hidrosolubles, y que se extraen estos de la dispersión mediante agua.

Se ha encontrado que se puede efectuar ventajosamente la elaboración final de las dispersiones de poliolefinas de baja presión que contienen catalizadores en hidrocarburos inertes, transponiendo el catalizador con cantidades reducidas de una amida orgánica ácida, efectuando la extracción

251901



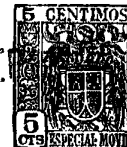
del producto reaccional de la dispersión de poliolefinas de modo en sí conocido con agua, y aislando los compuestos de aluminio que se han formado por hidrólisis mediante lejía de sosa diluida.

5. Amidas de ácido apropiadas son formamidas alquiladas, pero particularmente mono- y dimetilformamida, que son transpuestas con el catalizador en cantidades de 0,1 a 5% referidas al peso de la dispersión de poliolefina, a temperaturas de 0 a 50°. Es importante adicionar estos compuestos en forma anhidra, puesto que existiendo trazas de humedad, por muy reducidas que sean, ya transforman el catalizador que contiene titanio, bajo hidrólisis, parcialmente en hidratos de óxido de titanio que ya no pueden ser aislados con agua o con lejías alcalinas. Una vez transformado el catalizador, puede ser fácilmente separado mediante lavado con agua.
- 10.
- 15.

Una forma de realización particular del procedimiento consiste en que primero se elimina solo la porción del compuesto de catalizador que, después de la adición de la amida de ácido, ya se disuelve en el hidrocarburo presente como dispersante. La poliolefina es segregada del dispersante mediante filtración. Entonces éste puede ser liberado de modo en sí conocido, por tratamiento con agua y solución alcalina acuosa, de los restos de catalizador, y ser regenerado. La porción remanente en la torta de filtración del compuesto de titanio es entonces eliminada mediante lavado con agua. Con este lavado con agua es conveniente adicionar sustancias de actividad superficial con la finalidad de facilitar el contacto del medio reaccional con el agua de lavado. El lavado con agua tiene lugar en el orden de tempe-

- 20.
- 25.
- 30.

251901 4 SE



- raturas entre 0 y 30°, de preferencia entre 10 y 25°. Dado que el compuesto de titanio trivalente, disuelto en agua, pasa paulatinamente, por hidrólisis y oxidación, a ser un compuesto de titanio tetravalente, ha de efectuarse el tratamiento de las poliolefinas con agua en lo posible sin interrupción prolongada. Después del lavado con agua sigue un lavado alcalino con lejía de sosa diluida, mediante el cual son aislados como aluminato los compuestos de aluminio hidrolizados en el lavado con agua.
- 5.
10. EJEMPLO.- Para la elaboración final se utiliza una dispersión de poliolefinas que se prepara por incorporación de 1000 partes en peso, aproximadamente, de etileno y 6000 partes en peso, aproximadamente, de isopropilciclohexano en presencia de unas 10 partes en peso de tetracloruro de titanio
15. y 7 partes en peso de cloruro de dietilaluminio en el orden de temperaturas de unos 60° y a una presión de 4 atmósferas absolutas, aproximadamente.
- A 700 partes en peso de esta dispersión se le adicionan 8 partes en peso de dimetilformamida con un contenido en agua de 2 mg. por litro, aproximadamente. Después de dicha
20. adición y buena dispersión de la cantidad de dimetilformamida en la dispersión de poliolefinas desaparece inmediatamente el matiz parduzco de la dispersión de poliolefinas. Se forman centros que presentan intensa coloración verde que
25. caracterizan la presencia del compuesto de titanio inactivo. Con una buena agitación se logra una dispersión homogénea del compuesto de titanio complejo en el disolvente; es separado el disolvente mediante centrifugado y la fase sólida de poliolefina es lavada repetidas veces con 10 partes en peso de agua que contiene, aproximadamente, un 0.1% de un
- 30.



251901

alcohol graso etoxilado de actividad superficial. Al efecto, pasa en disolución el titanio bajo formación de compuestos de un azul pronunciado. A continuación es aislado el aluminio con, aproximadamente, 10 partes en peso de lejía de sosa al 5% y el polietileno es liberado de álcali por lavado con agua. Se obtiene un polietileno con un bien reducido contenido de cenizas de un 0.02%. Similares resultados se obtienen en la elaboración final de dispersiones de polipropileno y de polibutileno.



N O T A

10. Hecha la descripción del presente invento se hace constar, que esta solicitud se acoge a los beneficios de prioridad de la solicitud de patente alemana Nº C 18887 IVb/39c, depositada el 28 de Abril de 1959, y que se declaran como nuevas y de propia invención las reivindicaciones siguientes:

15. 1.- Procedimiento para la elaboración final de dispersiones de poliolefinas de baja presión, que contienen catalizadores, en hidrocarburos inertes, caracterizado porque se transpone el catalizador con reducidas cantidades de una amida de ácido orgánica, porque se extrae el producto reaccional de la dispersión de poliolefinas, de modo en sí conocido, con agua, y porque se aíslan los compuestos de aluminio formados por hidrolisis mediante lejía de sosa diluida.

20. 2.- Procedimiento para la elaboración final de dispersiones de poliolefinas de baja presión.

25. Según se describe y reivindica en la presente memoria



251901

14 SE

que consta de cinco hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara.

Madrid, a 4 de Septiembre de 1959

CHEMISCHE WERKE HULS Aktiengesellschaft.

p. a.

[Handwritten signature]