



195

C E R T I F I C A D O

D E

A D I C I O N

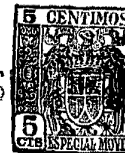
252150

por "MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE PRINCIPAL Nº 251.901", 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 mejoras introducidas en el objeto de la Patente Principal Nº 251.901 por "Procedimiento para la elaboración final de dispersiones de poliolefinas de baja presión.

5. En la citada Patente Principal se trató de la elaboración ulterior de dichas dispersiones de poliolefinas de baja presión que contienen catalizadores, en hidrocarburos inertes, según cuyo procedimiento se transpone el catalizador obtenible a base de compuestos orgánicos de aluminio y titanio con reducidas cantidades de una amida de ácido orgánica, se extrae el
10. producto reaccional, de modo en sí conocido, con agua de la dispersión de poliolefinas y se aísla mediante lejía de sosa diluida los compuestos de aluminio formados por hidrólisis.  
Se ha encontrado que resulta posible igualmente transformar
15. el catalizador que consiste en los productos reaccionales



de compuestos orgánicos de aluminio y titanio, mediante transposición con cetonas en compuestos hidrosolubles que no hidrolizan, y extraer a continuación éstos, de modo en sí conocido, mediante agua de la dispersión de poliolefinas; los compuestos de aluminio formados por hidrolisis, después del lavado con agua son aislados con lejía de sosa diluida de la dispersión.

5.

Cetonas apropiadas son, acetona, metiletilcetona, heptano-2, y otras que son transpuestas con el catalizador en cantidades de 0.1 a 5%, referidas al peso de la dispersión de poliolefinas.

10.

Las cetonas son transpuestas con el catalizador en cantidades de 0.1 a 5%, aproximadamente, referidas al peso de la dispersión de poliolefinas, a temperaturas de 0 a 50°. Es importante adicionar las cetonas en forma anhidra puesto que reducidas trazas de humedad ya bastan para transformar los componentes de catalizador que contienen titanio, bajo hidrolisis, parcialmente en hidratos de óxido de titanio que entonces ya no pueden ser aislados mediante agua o lejías alcalinas. Una vez transformado el catalizador puede ser fácilmente separado por lavado con agua. Una realización particular del procedimiento

15.

consiste en separar primero solamente la porción de compuesto de catalizador que se disuelve después de la adición de las cetonas ya en el hidrocarburo existente en el dispersante. La poliolefina es separada del dispersante mediante filtración. Esta

20.

puede ser entonces liberada de modo conocido por tratamiento con agua y solución alcalina acuosa de los restos de catalizador y ser regenerada. La porción del compuesto de titanio que ha quedado remanente en la torta de filtración es entonces eliminada mediante un lavado con agua. Con este lavado con agua es conveniente adicionar materias que presentan actividad super-

25.

30.

252150



- ficial, para facilitar el contacto del medio reaccional con el agua de lavado. El lavado con agua tiene lugar en el orden de temperaturas entre 0 y 30<sup>o</sup>, de preferencia entre 10 y 25<sup>o</sup>, Dado que el compuesto trivalente de titanio disuelto en agua pasa paulatinamente mediante hidrolisis y oxidación, a un compuesto tetravalente de titanio insoluble, ha de efectuarse el tratamiento de las poliolefinas con agua, lo mas posible sin interrupción prolongada. Después del lavado con agua sigue un lavado alcalino con lejía de sosa diluida, mediante el cual son eliminados, como aluminato, los compuestos de aluminio hidrolizados durante el anterior lavado con agua.
5. EJEMPLO.- Para la elaboración ulterior se utiliza una dispersión de poliolefinas que se prepara mediante introducción de unas 1000 partes en peso de etileno en 6000 partes en peso de isopropilciclohexano en presencia de, aproximadamente, 10 partes en peso de tetracloruro de titanio y 7 partes en peso de cloruro de dietilo de aluminio en el orden de temperaturas de 60<sup>o</sup>C, aproximadamente y una presión, asimismo aproximada, de 4 atmósferas absolutas.
10. 800 partes en peso de esta dispersión se mezclan bien con 7.9 partes en peso de acetona con un contenido en agua de unos 10 mg. de agua por litro. La dispersión parda se decolora y la solución sobresaliente se tinte poco a poco de verde. La poliolefina es filtrada por aspiración, lavada con 20 partes en peso de agua que contiene un 1% de materia de actividad superficial, lavada con 20 partes en peso de lejía de sosa al 5% para eliminar el componente de aluminio y liberada de álcali por lavado con agua. Se obtendrá así una poliolefina con un contenido en ceniza de 0.018%.
15. Similares resultados se conseguirán en la elaboración
- 20.
- 25.
- 30.

252150



ulterior de dispersiones de polipropileno y de polibutileno.

↓  
N O T A

5. Hecha la descripción del presente invento se hace constatar, que esta solicitud se acoge a los beneficios de prioridad de la solicitud de patente alemana Nº C 18 888 IVb/39c, depositada el 28 de Abril de 1959, y que se declaran como nuevas y de propia invención las reivindicaciones siguientes:
- 1.- Mejoras introducidas en el objeto de la Patente Principal Nº 251.901, por "Procedimiento para la elaboración final de dispersiones de poliolefinas de baja presión", que contienen catalizadores, en hidrocarburos inertes, según se reivindicó en la citada Patente Principal, caracterizadas porque se transpone el catalizador con reducidas cantidades de una cetona, porque se extrae el producto reaccional, de modo en sí conocido, con agua de la dispersión de poliolefinas, y porque
10. se eliminan eventualmente los compuestos de aluminio, formados por hidrólisis, con lejía de sosa diluida.
- 15.

2.- Mejoras introducidas en el objeto de la Patente Principal Nº 251.901 por "Procedimiento para la elaboración final de dispersiones de poliolefinas de baja presión".

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

Madrid, a 19 de Septiembre de 1959.

CHEMISCHE WERKE HULS Aktiengesellschaft.

p. a.

JAIKE IBERN MALLER