



266455

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

por "UN METODO PARA PURIFICAR POLIMEROS OLEFINICOS", a favor de la firma italiana MONTECATINI SOCIETA GENERALE PER L'INDUSTRIA MINERARIA E CHIMICA, domiciliada en Largo Guido Donegani 1-2, MILAN (Italia).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un método para purificar polímeros obtenidos por polimerización estereoespecífica de olefinas, y en particular propileno.

5. Los procedimientos para polimerizar alfa-olefinas con catalizadores constituidos por un compuesto organometálico, por lo menos, de un metal del grupo I, II o III del Sistema Periódico de Mendeleiev y por un haluro cristalino sólido de un metal de transición del grupo IV, V o VI del Sistema Periódico, en presencia
10. o ausencia de activadores tales como la piridina, las



266455

- fosfinas, las arsinas, las bismutinas y/o los éteres, son ya conocidos. Tales procedimientos comprenden en esencia la introducción, en el reactor de polimerización, del monómero, de un disolvente que disuelva la olefina y actúe como medio de suspensión para el polímero formado,
5. y de un sistema catalítico que comprende de preferencia un alquilaluminio y tricloruro de titanio. La polimerización se lleva a cabo durante un tiempo determinado (10 a 100 horas), a temperatura de 30 a 90°C y bajo presión de
10. 1 a 15 atmósferas. Sabido es que para purificar el polímero las lechadas obtenidas al final de la polimerización se someten a varios tratamientos. Tales tratamientos consisten en tratar la lechada con alcoholes, ácidos orgánicos o minerales o álcalis. Como "agentes de clarificación" para las lechadas se han propuesto también substancias dotadas de la capacidad de formar complejos.
15. Ahora hemos descubierto, de manera sorprendente, que pueden utilizarse para agentes de clarificación compuestos de dioxolona, tales como la 1,3-dioxolona-(2) o la 4-metil-dioxolona-(2).
20. Este invento proporciona un método para purificar polímeros obtenidos por polimerización de olefinas, en particular propileno, en presencia de catalizadores estereoespecíficos, el cual comprende tratar la lechada de polimerización con un compuesto de dioxolona. Este compuesto puede añadirse a la lechada al final de la
25. polimerización, ya sea solo, ya sea disuelto (o dispersado) en disolventes inertes. De preferencia se emplean disolventes hidrocarburos inertes, tales como el n-heptano.
30. Después de la clarificación de la lechada de polimerización

3-

266455



con el compuesto de dioxolona, el polímero se somete de preferencia (para separar tanto el disolvente hidrocarburo como el agente de clarificación) a tratamiento con agua o vapor, que disuelven o eliminan, por arrastre mecánico, el compuesto de dioxolona.

5.

Los polímeros purificados conforme a este invento tienen un contenido de cenizas muy bajo (inferior al 0,1%) y son, por lo tanto, sumamente aptos para la producción de fibras y películas, que, como se sabe, pueden obtenerse de los polímeros muy puros.

10.

La cantidad del compuesto de dioxolona añadida a la lechada de polimerización según el invento que aquí se expone, puede variar dentro de amplios límites. De preferencia se añaden cantidades de 10% a 1000% con relación al peso total de catalizador activo.

15.

Los ejemplos que siguen tienen por objeto ilustrar este invento.

E J E M P L O 1.

En una autoclave de acero inoxidable, de 200 litros de capacidad, se introducen 80 litros de n-heptano, 175 g de $Al(C_2H_5)_3$ en una solución heptánica al 10%, y 121 g de $TiCl_3$.

20.

Se calienta la mezcla a $75^\circ C$, se inicia luego la alimentación de propileno y se continúa esta alimentación hasta que se han absorvido 125 litros de monómero líquido. La polimerización prosigue durante 12 horas a $75^\circ C$. El monómero no polimerizado se separa y recupera.

25.

La lechada de polimerización se coloca en un reactor esmaltado de 400 litros y se trata con 1 kg de 1,3-dioxolona-(2) en 25 litros de n-heptano.

30.

266455



Se agita la lechada a 90°C durante 3 horas y se la centrifuga para eliminar el disolvente. La torta así obtenida se trata luego con vapor. El polímero, después de centrifugación y secado, tiene un contenido de cenizas de 0,06%.

5.

E J E M P L O 2.

La lechada de polimerización obtenida en la forma descrita en el ejemplo 1, se transfiere a un reactor esmaltado de 400 litros y en él se la trata con 2 kg de 1,3-dioxolona-(2) en 25 litros de n-heptano.

10.

Se mantiene la lechada en agitación a 90°C durante 3 horas y luego se la centrifuga para eliminar el disolvente; la torta así obtenida se trata con vapor. El polímero, después de centrifugación y secado, tiene un contenido de cenizas de 0,041%.

15.

E J E M P L O 3.

La lechada de polimerización obtenida conforme al procedimiento descrito en el ejemplo 1, se transfiere a un reactor esmaltado de 400 litros y en él se la pone en contacto con 1 kg de 4-metil-dioxolona-2 en 24 litros de n-heptano.

20.

Se mantiene la lechada en agitación a 90°C durante 3 horas y luego se la centrifuga para separar el disolvente. La torta así obtenida se trata con vapor.

25.

El polímero, después de centrifugación y secado, posee un contenido de cenizas de 0,055%.



266455

NOTA

Declaran nu
Descrito el invento se evas y de propia
invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de
la patente italiana Nº 6412/60 del 11 de abril de 1.960.

5. 1. Un método para purificar polímeros olefinicos, obtenidos por polimerización de olefinas en presencia de catalizadores estereoespecíficos, el cual comprende el tratar la lechada de polimerización con un compuesto de dioxolona.
10. 2. Un método en conformidad con lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el compuesto es 1,3-dioxolona-(2).
3. Un método en conformidad con lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el compuesto es 4-metil-dioxolona-(2).
15. 4. Un método en conformidad con lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el compuesto de dioxolona se disuelve o dispersa en un disolvente inerte.
20. 5. Un método en conformidad con lo definido en las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por el hecho de que la cantidad empleada de dioxolona es del 10% al 1000% del peso total de los catalizadores.
25. 6. Un método en conformidad con lo definido en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por el hecho de que, después del tratamiento con dioxolona se somete el polímero a tratamiento con agua o vapor.

266455



7. Un método en conformidad con lo definido en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por el hecho de que la olefina es propileno.

8. Un método para purificar polímeros olefinicos.

5. Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de seis páginas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 10 de abril de 1.961.

MONTECATINI SOCIETA GENERALE PER L'INDUSTRIA
MINERARIA E CHIMICA.

10.

p. a.

JAIME ISERN MIRALLES

P.P.



R/pp.
tr:sb.