

Caso C.1777

## PATENTE DE INVENCION

por 20 años

por "Un procedimiento para el pretratamiento de un catalizador que comprende una dispersión de sodio metálico en un compuesto de potasio anhidro" - - - - -

a favor de: THE BRITISH PETROLEUM COMPANY LIMITED, de nacionalidad británica, domiciliada en: Britannic House, Finsbury Circus, LONDON E.C.2 (Gran Bretaña).

- - - - -

## MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere al pretratamiento de los catalizadores de polimerización y al empleo de los catalizadores pretratados. En particular la invención se refiere al pretratamiento de catalizadores para dimerización y codimerización de alfa-olefinas inferiores y a la dimerización y codimerización de tales alfa olefinas empleando tales catalizadores pretratados.

En una de las patentes de la solicitante se expone un catalizador conveniente para emplear en la polimerización de hidrocarburos olefínicos comprendiendo un metal alcalino elemental que tiene un número atómico menor que 19 dispersado en un compuesto de potasio anhidro. Un ejemplo particular es un catali-

lizador que comprende sodio elemental dispersado en carbonato de potasio anhidro. La aplicación de tal catalizador a la dimerización de propileno a un producto hexeno predominando en 4-metilpenteno-1 se describe.

5           Se ha comprobado ahora que si tal catalizador era sometido a un pretratamiento con hidrógeno antes de su empleo, la duración de su actividad se prolongaba de modo significativo, y el tiempo empleado para activar totalmente el sistema catalizador y obtener el máximo de producto es considerablemente  
10 reducido.

La presente invención suministra un procedimiento para el pretratamiento de un catalizador que comprende una dispersión de sodio metálico en un compuesto de potasio anhidro, que comprende el sometimiento del catalizador, antes de su empleo, a  
15 un tratamiento con hidrógeno.

El catalizador es convenientemente tratado con hidrógeno a presiones de los 281,2 kilogramos por centímetro cuadrado, y a una temperatura del orden de 500-3500 centígrados, de preferencia 1500-2500 centígrados, durante cerca 30 horas.

20           El catalizador pretratado según la invención puede ser preparado por dispersión del sodio en el compuesto de potasio en un número de modos que incluyen la deposición a vapor del metal, deposición en una solución en amoníaco líquido con subsecuente evaporación del amoníaco, deposición del metal de un compuesto descomponible por el calor tal como hidruro sódico o de  
25 preferencia agitando el metal fundido con el compuesto de potasio a temperaturas que excedan el punto de fusión del sodio por ejemplo 1500-4000 centígrados, de preferencia 2000-3500 centígrados, siendo el compuesto de potasio elegido de manera

que no se funda, aglomere o descomponga a la temperatura de la deposición.

De preferencia el compuesto de potasio es una sal inorgánica por ejemplo un silicato, sulfato o haluro; con mayor preferencia el compuesto de potasio es el carbonato potásico.

El catalizador preferido es aquél que comprende 1-20 en peso de sodio metálico dispersado en un compuesto de sodio anhidro en bolas o gránulos, por ejemplo sodio metálico dispersado en bolas de  $\frac{1}{8}$  de pulgada del compuesto de potasio.

Los catalizadores pretratados según la presente invención son muy convenientes para la dimerización del propileno a fracciones de hexeno predominando en 4-metilpenteno-1; para la dimerización del isobuteno a trimetilpentenos útiles, por ejemplo 2,4,4-trimetilpenteno-1 y -2; para la coreación de butenos con etileno para suministrar hexenos útiles, por ejemplo 3-metilpenteno-1 y para la coreación del propileno y etileno para suministrar pentenos útiles, por ejemplo penteno-1.

De acuerdo con otro aspecto de la presente invención ésta suministra un procedimiento para la dimerización o codimerización de alfa-olefinas inferiores, que comprende el contacto de las alfa olefinas alimentadas con un catalizador que comprende sodio metálico dispersado en un compuesto de potasio anhidro, cuyo catalizador ha sido pretratado con hidrógeno.

Las temperaturas convenientes para efectuar la dimerización o codimerización de las alfa olefinas según la invención son del orden de 0-200° centígrados.

La dimerización del propileno es de preferencia efectuada a una temperatura del orden de 100<sup>o</sup>-200<sup>o</sup> centígrados mientras que la codimerización del etileno y butenos es de preferencia efectuada a una temperatura del orden de 60<sup>o</sup>-85<sup>o</sup> centígrados, pudiéndose emplear presiones de 281,2 kilogramos por centímetro cuadrado.

La dimerización del propileno es de preferencia efectuada a una presión del orden de 98,4-119,5 kilogramos por centímetro cuadrado y la codimerización del etileno con un buteno es de preferencia efectuada a una presión del orden de 7-84,3 kilogramos por centímetro cuadrado.

La reacción puede efectuarse en forma discontinua o de manera continua. En el último caso el porcentaje de alimento conveniente está en el orden de 0,5-10 volúmen por volúmen por hora.

El procedimiento puede ser efectuado tanto en presencia como en ausencia de un disolvente líquido normal, por ejemplo un hidrocarburo parafínico tal como n-heptano.

La invención será con más claridad comprendida con referencia a los ejemplos siguientes.

#### EJEMPLO 1

Un 4,3 por cien en peso de dispersión de sodio en carbonato potásico anhidro fué tratado con hidrógeno a 105,4 kilogramos por centímetro cuadrado de presión durante 20 horas a 150<sup>o</sup> centígrados. El propileno fué pasado a través del catalizador tratado a 160<sup>o</sup> centígrados y a 105,4 kilogramos por centímetro cuadrado de presión empleando un líquido lanzado a una velocidad de 1.

(a) La vida media del catalizador (de 73-36,5 por cien en peso de propileno convertido a polímero) fué de 50 días.

(b) El tiempo empleado para lograr el máximo de producto fué 2 días.

5 Después de 200 horas de marcha el análisis del hexeno producido fué el siguiente:

T A B L A 1  
Análisis del hexeno

Componente	
4MP1	84.8
4MP2 (g)	2.1
4MP2 (l)	6.6
2MP1	0.1
Hexeno-1	4.0
Hexeno-3 (g + l)	trazos
Hexeno-2 (l)	0.9
(g)	0.6
2MP2	0.2
Otros	0.7

EJEMPLO 2

Un catalizador idéntico no tratado fué reaccionado con propileno bajo idénticas condiciones de reacción:

(a) la vida media del catalizador (de 73-36,5 por cien en peso de propileno convertido a polímero) fué 32 días.

(b) El tiempo empleado para lograr el máximo de producto fué 6 días.

10

EJEMPLO 3

Un 2,2 por cien en peso de dispersión de sodio en carbonato potásico anhidro en pelletiles fué tratado con hidrógeno a presión atmosférica y 1500 centígrados durante

4 horas.

Se pasó propileno a través del catalizador tratado a 112,4 kilogramos por centímetro cuadrado de presión y 152° centígrados empleando un líquido lanzado a una velocidad de 1.

5 El análisis del hexeno del producto resultante se da en la siguiente Tabla 2.

EJEMPLO 4

10 El procedimiento descrito en el Ejemplo 3 fue repetido con la excepción que el catalizador no fue pretratado con hidrógeno.

El análisis del hexeno del producto resultante se da en la siguiente tabla 2.

T A B L A 2

Hexeno	Ejemplo 3	Ejemplo 4
4MP1	83.8	81.1
4MP2 (g + b)	7.5	10.0
Hexenos lineales	8.1	8.7
Otros	0.2	0.2

15 El incremento de estabilidad del catalizador tratado con hidrógeno descrito con referencia al Ejemplo 3 resulta de un 12 por cien en aumento de la productividad absoluta del catalizador, expresada como g de hexenos por g de catalizador, en cuanto comparado con el catalizador descrito con referencia al Ejemplo 4 durante un periodo de 1500 horas de reacción.

20 Se comprende que los Ejemplos 2 y 4 se aportan con el

propósito de comparación solamente y que los procedimientos descritos en los Ejemplos 3 y 4 no son procedimientos de acuerdo con la presente invención.

NOTA

5 Por la patente de invención a que se refiere la presente memoria descriptiva se REIVINDICA la propiedad y la explotación exclusiva de:

10 1.- Un procedimiento para el pretratamiento de un catalizador que comprende una dispersión de sodio metálico en un compuesto de potasio anhidro, caracterizado por el hecho de que consiste en someter el catalizador antes de su empleo a tratamiento con hidrógeno.

15 2.- Un procedimiento, tal como el especificado en 1, caracterizado por el hecho de que el catalizador es tratado con hidrógeno a una presión de 281,2 kilogramos por centímetro cuadrado.

3.- Un procedimiento, tal como el especificado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que el catalizador es tratado con hidrógeno a una temperatura del orden de 50<sup>o</sup>-350<sup>o</sup> centígrados.

20 4.- Un procedimiento, tal como el especificado en 3, caracterizado por el hecho de que el catalizador es tratado con hidrógeno a una temperatura del orden de 150<sup>o</sup>-250<sup>o</sup> centígrados.

25 5.- Un procedimiento, tal como el especificado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que el catalizador pretratado se aplica a la dimerización o coóimerización de alfa-olefinas inferiores provocando el contacto con el mismo de la olefina, u olefinas, alimentadas.

6.- Un procedimiento, tal como el especificado en 5, caracterizado por el hecho de que la dimerización o codimerización se realiza a una temperatura del orden de 0a-200a centígrados.

5 7.- Un procedimiento, tal como el especificado en 6, caracterizado por el hecho de que la dimerización de propileno se realiza a una temperatura del orden de 100a-200a centígrados.

10 8.- Un procedimiento, tal como el especificado en 7, caracterizado por el hecho de que la codimerización de etileno y un buteno se realiza a una temperatura del orden de 60a-85a centígrados.

15 9.- Un procedimiento, tal como el especificado en las reivindicaciones 5 o 6, caracterizado por el hecho de que la dimerización o codimerización se realiza a una presión sobre 281,2 kilogramos por centímetro cuadrado.

10.- Un procedimiento, tal como el especificado en 9, caracterizado por el hecho de que la dimerización de propileno se realiza a una presión del orden de 98,4-119,5 kilogramos por centímetro cuadrado.

20. 11.- Un procedimiento, tal como el especificado en 9, caracterizado por el hecho de que la codimerización de etileno y un buteno se realiza a una presión del orden de 7-84,3 kilogramos por centímetro cuadrado.

12.- "Un procedimiento para el pretratamiento de un catalizador que comprende una dispersión de sodio metálico en un compuesto de potasio anhidro".

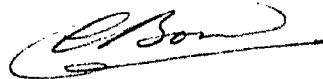
Consta.

Consta la presente memoria descriptiva de nueve hojas  
foliadas, escritas por una sola cara.

Barcelona, 30 de Marzo de 1966.

E. LAVIN REYNALDO

P. P.

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'E. Lavin', with a long horizontal flourish extending to the right.