



PATENTE DE INVENCION

SECCION TECNICA  
CLASIFICACION L.P.C.  
CLAS. Bol  
SUBCLAS. J

Le A 12 773-Sp.

388243

# Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento de obtención de catalizadores para la polimerización con abertura de anillo de ciclopentenos.

*Solicitante:* FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en: Leverkusen - Bayerwerk, República Federal Alemana.

=====

Los ciclopentenos se pueden polimerizar con ayuda de catalizadores mixtos organometálicos obtenidos a partir de compuestos de alquil aluminio y sales de tungsteno. Bajo una abertura de anillo se forman hidrocarburos insaturados de alto peso molecular cuyos dobles enlaces se presen-

5.



- tan principalmente en configuración trans. Un procedimiento para la obtención de tales trans-polipentenameros, mediante polimerización en masa de ciclopentenos, se ha descrito en la patente británica 1.010.860. Para este procedimiento se necesitan, sin embargo, grandes cantidades de catalizador, resultando además difícil el control de la temperatura, especialmente cuando la polimerización no se interrumpe después de una baja conversión. Los largos tiempos de reacción y los rendimientos desfavorables representan unas desventajas innegables. La patente británica 1.062.367 tiene por objeto un procedimiento para la obtención de trans-polipentenameros en el que se emplean catalizadores obtenidos por reacción de sales de tungsteno con compuestos de oxígeno que tienen enlaces -O-O ó -O-H y compuestos orgánicos de aluminio. Las cantidades de catalizador necesarias son también muy elevadas; los rendimientos, que son de 30 - 50 %, son demasiado bajos para que ofrezcan cierto interés industrial.

- Los catalizadores para este procedimiento se obtienen mediante una reacción heterogénea entre las sales de tungsteno y un compuesto de alquil aluminio, en caso dado bajo adición de un tercer componente, y esta reacción no es reproducible. Los catalizadores complejos de metales pesados solamente se pueden obtener en solución en forma reproducible y solo con tales catalizadores se puede controlar el proceso de polimerización.

- Para obtener tales catalizadores, en hidrocarburos como disolventes, se necesita sin embargo mucho disolvente, ya que las sales de tungsteno son de difícil solubilidad en hidrocarburos. Además, en la etapa misma de polimerización



rización se necesita mucho disolvente que a continuación se ha de recuperar. El disolvente de hidrocarburo recuperado se ha de purificar muy cuidadosamente antes de que pueda emplearse de nuevo, ya que en caso contrario las olefinas forman con las sales de tungsteno, por reacciones de Friedel-Grafts, unos compuestos de tungsteno totalmente insolubles.

5.

El objeto de la invención son catalizadores, fácilmente solubles en hidrocarburos é hidrocarburos halogenados, para la polimerización, con abertura de anillo, de ciclopenteno, que consisten en:

10.

- a) un producto de reacción de un haluro de tungsteno ó de tántalo con un acetal y
- b) un compuesto orgánico de aluminio, siendo la relación molar tungsteno: aluminio de 1:0,3 a 1:1 y la relación molar tántalo: aluminio de 1:1 a 1:10.

15.

Otro objeto de la invención es un procedimiento para la polimerización con abertura de anillo de ciclopenteno, en solución en un disolvente orgánico, en presencia de un catalizador, compuesto de:

20.

- a) un producto de reacción de un haluro de tungsteno ó de tántalo con un acetal, y
- b) un compuesto orgánico de aluminio, siendo la relación molar tungsteno: aluminio de 1:0,3 a 1:10 y la relación molar tántalo: aluminio de 1:1 a 1:10.

25.

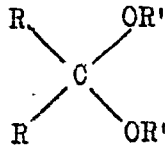
Obtención de los catalizadores:

Como haluros de tungsteno o bien de tántalo se pueden emplear preferentemente los fluoruros, cloruros y bromuros y los oxihaluros, tales como  $WCl_6$ ,  $WOCl_4$ ,  $WCl_4$ ,  $WBr_5$ ,  $WBr_6$ ,  $TaCl_5$ ,  $TaBr_5$ .

30.



Acetales adecuados son especialmente los compuestos de fórmula:



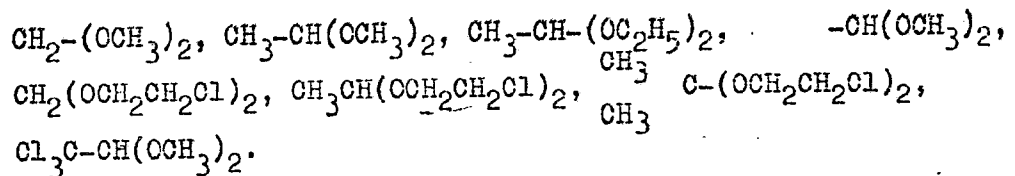
I

5.

en la que R significa hidrógeno, un resto alquilo, iso-alquilo, arilo ó aralquilo, en caso dado halogenados, y R' significa un resto alquilo, iso-alquilo, arilo ó aralquilo que en caso dado está sustituido por halógeno. Se dá preferencia a los restos (iso)alquilo con 1 - 6 átomos de carbono y a los restos arilo con hasta 12 átomos de carbono.

10.

Acetales especialmente adecuados son, por ejemplo:



15.

Para la obtención de los catalizadores se pueden hacer reaccionar primeramente los haluros de tungsteno ó de tántalo con los acetales, en solución en hidrocarburos alifáticos, cicloalifáticos o aromáticos ó hidrocarburos halogenados. Ejemplos de disolventes adecuados son: pentano, hexano, isooctano, benceno, tolueno, xileno, ciclohexano, clorobenceno, cloroformo, tetraclorocarbono, tetracloroetano y tricloroetileno.

20.

Convenientemente se selecciona el mismo disolvente que el utilizado para la ulterior polimerización.

25.

La temperatura de reacción para la reacción de los compuestos de haluro de tungsteno ó de tántalo con los acetales, puede encontrarse entre 0 y 100°C. Preferentemente, se trabaja a temperaturas entre 15 y 60°C.

30.

La relación molar entre el haluro de tungsteno ó



de tántalo y el acetal puede encontrarse entre 1:0,6 y 1:x, siendo x el número de átomos de halógeno. Los resultados más favorables se logran generalmente con 0,75 - 2 moles de acetal por mol de haluro metálico.

5. Para la reacción de los haluros de tungsteno ó bien de tántalo con los acetales, se puede partir de soluciones insaturadas ó saturadas (en caso dado con sedimento) de los haluros de metal en uno de los disolventes mencionados y agregar el acetal lentamente bajo mezclado. La reacción se desarrolla en forma ligeramente exotérmica de manera que para mantener una determinada temperatura de reacción, bajo ciertas circunstancias, se ha de enfriar ó regular en forma correspondiente la adición de los acetales. En el transcurso de la reacción se disuelven lentamente los sedimentos, en caso dado existentes, de haluros de metal. Por lo general se forman soluciones intensamente coloreadas de rojo hasta marrón; la intensidad de color se vuelve algo más reducida con cantidades de acetal mayores. También se puede preparar para la reacción una solución de acetal y agregar el haluro de tungsteno ó tántalo.
- 10.
- 15.
- 20.

Los tiempos de reacción dependen principalmente de la concentración y de la temperatura de reacción y también de la granulometría de los haluros de metal presentes como sedimentos; se encuentran en la mayoría de los casos entre 15 y 120 minutos.

25. Por ejemplo, a 30°C unos tiempos de reacción de 30 a 60 minutos, son suficientes.

30. Los productos de reacción de haluros de tungsteno, ó bien de tántalo, y acetales, tienen muy buena solubilidad en los disolventes empleados, al contrario que los haluros



empleados, de manera que se pueden preparar fácilmente soluciones con altas concentraciones de tungsteno ó bien de tántalo. En comparación con los haluros originales, se obtienen catalizadores considerablemente más activos para la polimerización de ciclopentenos, de manera que las necesidades de catalizador son más reducidas y sin embargo se logran mayores rendimientos. Igualmente, la combinación haluro de tungsteno/peróxido ó bien alcohol según la patente británica 1.062.367 no alcanza la actividad de los catalizadores de la presente invención.

Los acetales empleados según la presente invención aumentan también la actividad del catalizador cuando se emplean como catalizadores para los catalizadores de haluro de tungsteno ó bien de tántalo, pero aquí no se alcanza en mucho la eficacia de los catalizadores de los productos de reacción según la presente invención.

Como segundo componente del catalizador se emplean compuestos orgánicos de aluminio, por ejemplo, trialquilaluminios, haluros de alquilaluminio, hidruros de alquilaluminio ó compuestos de alquilaluminio con grupos alcoxi ó bien amino, siendo preferentes los restos alquilo, alcoxi y alquilamino secundarios con 1 - 6 átomos de carbono, tales como  $Al(C_2H_5)_3$ ,  $Al(C_4H_9)_3$ ;  $Al(C_4H_9)_2H$ ,  $Al(C_6H_{13})_3$ ,  $Al(C_2H_5)_2Cl$ ,  $Al(C_4H_9)_2Cl$ ,  $Al(C_2H_5)Cl_2$ ,  $Al(C_4H_9)Cl_2$ ,  $Al(C_2H_5)_2N(CH_3)_2$ ,  $Al(C_2H_5)_{1,5}Cl_{1,5}$ .

También se pueden emplear mezclas de tales compuestos, así como alquilos metálicos con actividad comparable, tales como alquilos de estaño, hidruros de alquilestafio ó alquilos de cinc. La cantidad del compuesto orgánico de aluminio se selecciona de manera que la relación molar



W: Al sea de 1:0,3 a 1:10 y la relación molar Ta: Al sea de 1:1 a 1:10.

5. La obtención propiamente dicho del catalizador se efectúa por combinación del producto de reacción del acetal y haluro metálico, a temperaturas entre -20 y +60°C, preferentemente -10 y +20°C. Por lo general, se prepara una solución del producto de reacción y el componente orgánico de aluminio (en caso dado como solución en uno de los disolventes ya mencionados), se agrega preferentemente bajo exclusión de aire y de humedad. También se puede invertir la secuencia. El catalizador se puede emplear entonces inmediatamente.

Polimerización:

15. Para la polimerización se emplean por lo general soluciones al 5 - 50 %, preferentemente al 10 - 30 % del ciclopenteno en uno de los disolventes ya mencionados. Para los catalizadores de tungsteno son especialmente favorables los disolventes de hidrocarburo y para los catalizadores de tántalo los hidrocarburos halogenados. Como ya se ha mencionado se pueden producir los catalizadores en la solución del mismo monómero ó adicionarse terminados a esta solución. La cantidad de catalizador corresponde aquí a 0,1 - 4, preferentemente 0,4 - 2mmoles de tungsteno ó bien de tántalo por 100 g de ciclopenteno.

25. Además de ciclopenteno, se pueden polimerizar con abertura de anillo otras cicloolefinas, tales como, por ejemplo, cicloocteno. Con ayuda de los catalizadores de la presente invención se logra además copolimerizar las ciclomonoolefinas con di- ó bien poliolefinas monocíclicas ó bien policíclicas.
- 30.

388243.6



- Las temperaturas de polimerización pueden ajustarse entre  $-20^{\circ}$  y  $+50^{\circ}\text{C}$ , siendo entonces los tiempos de polimerización de 10 minutos a 4 horas. El peso molecular del trans-polipentenamero obtenido según la presente invención
5. se puede influenciar entre ciertos límites mediante la selección de las concentraciones de tungsteno ó bien de tántalo, por la relación molar aluminio/tungsteno (tántalo), por la clase del componente de aluminio y por la cantidad de acetal; además, por la presencia de  $\alpha$ -olefinas y dienos.
10. Después de alcanzarse el rendimiento deseado se puede interrumpir la polimerización mediante adición de alcoholes, ácidos carboxílicos y/o aminas. Se pueden agregar estabilizadores y agentes protectores del envejecimiento, por ejemplo, uno de los productos usuales, tales como, por ejemplo,
15. fenil- $\beta$ -naftilamina, 2,6-di.terc.butil-4-metilfenol, 2,2'-dihidróxi-3,3'-di-terc.butil-5,5'-dimetil-difenilmetano, en cantidades de un 0,2 a 3 %. Asimismo es posible adicionar aglutinantes, resinas y aceites en este lugar. Los polímeros se pueden aislar de sus disolventes mediante precipitación con alcoholes ó, industrialmente preferente, mediante
20. expulsión del disolvente con vapor de agua. Los grupos de polímero obtenidos se pueden secar entonces en un armario secador, en caso dado en vacío, en un tornillo sin-fín ó en un secador de cinta. El trans-polipentámero obtenido es un
25. polímero parecido al caucho. Se puede reticular con los agentes de vulcanización usuales y elaborar a productos de caucho usuales.

Los productos de reacción fácilmente solubles, empleados según la presente invención, de haluros de tungsteno ó bien de tántalo y acetales, se pueden dosificar en forma

30.



- fiable y exacta, de manera que la composición del catalizador se puede reproducir con facilidad. Son estables al almacenamiento, es decir, la eficacia de los catalizadores obtenidos de sus soluciones no varían durante un largo almacenamiento de las soluciones. Se cumplen así condiciones previas esenciales para la aplicación industrial de los catalizadores de tungsteno y tántalo para la polimerización de ciclopentenos. Los trans-polipentenámeros obtenidos con los catalizadores de la presente invención tienen, además de buenas propiedades de vulcanización, también un excelente comportamiento en la elaboración.
- 5.
- 10.

Ejemplo 1

a) Reacción de  $WCl_6$  con  $CH_2(OCH_2CH_2Cl)_2$  en proporción molar 1:0,75.

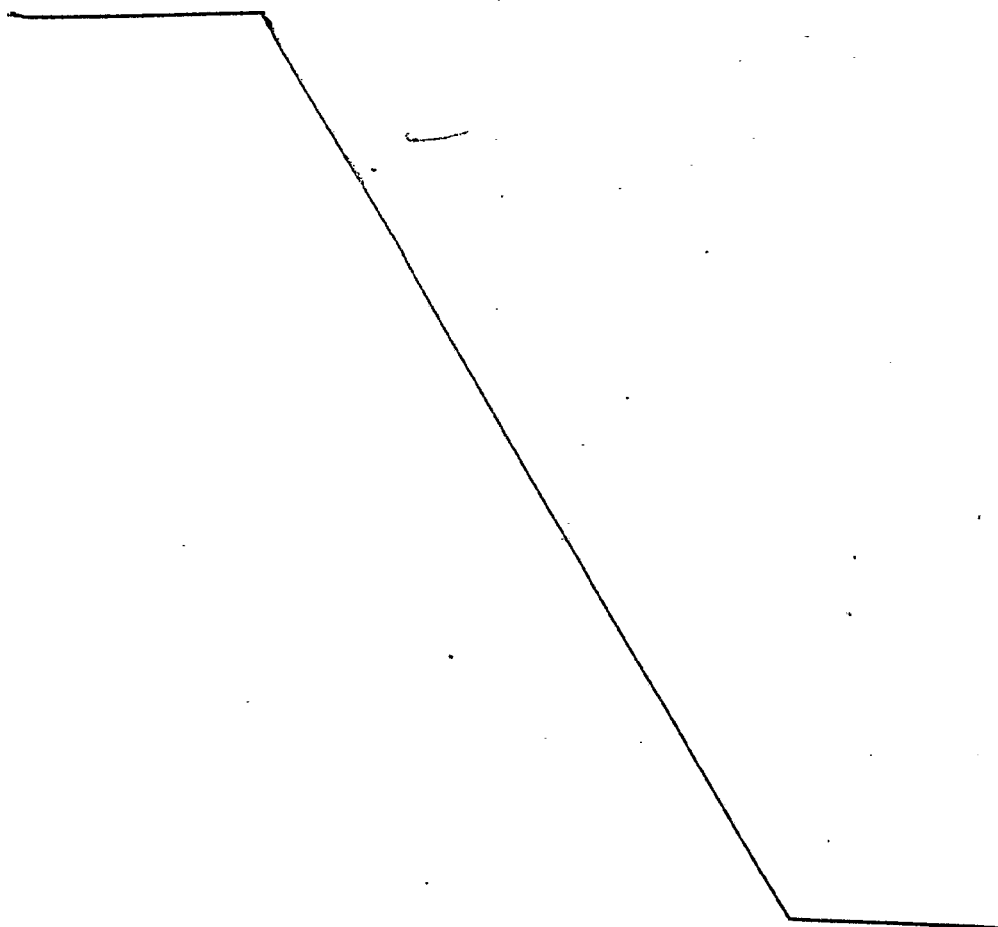
- 15.
- 5 partes de  $WCl_6$  se disolvieron en 140 partes de tolueno a temperatura ambiente. A la solución azul intenso se agregaron a 25°C 1,63 partes de  $CH_2(OCH_2CH_2Cl)_2$ , disueltos en 10 partes de tolueno. La solución se calentó en unos 4°C, el color cambió de azul a marrón oscuro, se agitó aún durante una hora a 25°C.
- 20.

b) Ensayos de polimerización de ciclopenteno.

- 25.
- Bajo exclusión de humedad, en una atmósfera de nitrógeno, se prepararon en recipientes de agitación soluciones de monómeros de 1000 partes de tolueno y 200 partes de ciclopenteno de manera que el contenido en agua quedase por debajo de 10 ppm. A 10°C se le dosificaron a las soluciones de monómero los componentes de tungsteno en forma de la solución preparada según a). Se enfriaron entonces las soluciones a -5°C y bajo agitación se agregó el componente de alquil aluminio. Las polimerizaciones se inician inmediata-
- 30.



mente, las temperaturas de polimerización se mantuvieron entre  $-5^{\circ}$  y  $0^{\circ}\text{C}$ . Después de 3 horas se interrumpieron las polimerizaciones mediante adición de un 0,5 % de 2,2'-di-hidroxi-3,3'-di-terc.-butil-5,5'-dimetil-difenilmetano y un 1,5 % de etanolamina (referido a los monómeros) disueltos en cada caso en 30 partes de etanol y 60 partes de benceno. Los polímeros se precipitaron con etanol y a  $50^{\circ}\text{C}$  se secaron en vacío. La composición de los catalizadores, los rendimientos y las propiedades del polímero se indican en la tabla 1.



3882A3

200640 6 ABR. 1971



T A B L A 1

Catalizador (NiCl<sub>2</sub> + OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Cl)<sub>2</sub> : 0,75 λ

Ensayo	Milimoles de tungsteno por 100 g de monómero	Aluminio alquílico	Proporción molar Al/W	Rendimiento	$\bar{M}_n$	Mooney ML 4, 100°C	Deformación/Elasticidad Deformación	Contenido trans-
a)	0,45	Al(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub>	2,5	65	-	-	1075/6	-
b)	0,5	Al(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> Cl	2,5	81	2,06	70	1000/32	91,8
c)	0,4	Al(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> Cl	2,5	81	2,87	142	1950/34	91,2
d)	0,45	Al(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>1,5</sub> Cl <sub>1,5</sub>	2,0	77	-	126	1300/20	91,0
e)	0,45	Al(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>1,5</sub> Cl <sub>1,5</sub>	2,5	82	2,00	68	400/13	91,1

a) Como regulador del peso molecular se le adiciona el monómero 200 ppm de buten-1.

388243

## T A B L A 1

Catalizador ( $WCl_6$  +  $OCH_2OCH_2CH_2Cl$ )

Ensayo	Milimoles de tungsteno por 100 g de monómero	Aluminio alquílico	Proporción molar Al/W	Rendimiento
a)	0,45	$Al(C_2H_5)_3$	2,5	65
b)	0,5	$Al(C_2H_5)_2Cl$	2,5	81
c)	0,4	$Al(C_2H_5)_2Cl$	2,5	81
d)	0,45	$Al(C_2H_5)_{1,5}Cl_{1,5}$	2,0	77
e)	0,45	$Al(C_2H_5)_{1,5}Cl_{1,5}$	2,5	82

a) Como regulador del peso molecular se le adiciona al monómero

588245 - 6 ABR. 1971



$(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Cl}_2)_{221} : 0,75$

Rendimiento	$[\eta]$	Mooney ML 4' 100°C	Defo/ Elasticidad Defo	Contenido trans-
65	-	-	1075/6	-
81	2,06	70	1000/32	91,8
81	2,87	142	1950/34	91,2
77	-	126	1300/20	91,0
82	2,00	68	400/13	91,1

1 monómero 200 ppm de buten-1.



Ejemplo 2

a) Reacción de  $WCl_6$  con  $CH_2(OCH_2CH_2Cl)_2$  en proporción molar 1:1

5. Bajo las condiciones del ejemplo 1) se reaccionaron 5 partes de  $WCl_6$  con 2,2 partes de  $CH_2(OCH_2CH_2Cl)_2$  a  $25^\circ C$ , observándose el mismo aumento de la temperatura. La solución marrón intenso se siguió agitando durante una hora a  $30^\circ C$ .

b) Polimerización de ciclopenteno

10. La polimerización se realizó en igual forma como en el ejemplo 1 b).

15. Por 100 g de ciclopenteno se emplearon 0,45 mmoles de tungsteno en forma de la solución del ejemplo 2 a) y a  $0^\circ C$  se adicionó a la solución de monómero. A  $-5^\circ C$  se agregó como componente de aluminio  $Al(C_2H_5)_2Cl$  como solución toluénica al 10 %, ascendiendo la relación molar Al/W a 2,5:1.

El rendimiento después de 3 horas ascendió a un 81%.

Viscosidad Mooney ML4'  $100^\circ C = 82$

Defo/elasticidad Defo 1100/31

20. IR-trans-contenido 91,5 %

Ejemplo 3

25. En igual forma como en el ejemplo 2 b) se polimerizó ciclopenteno con la solución de tungsteno del ejemplo 2 a). Por 100 g de ciclopenteno se emplearon 0,45 milimoles de tungsteno. A  $-5^\circ C$  se empleó como componente de aluminio  $Al(C_2H_5)_{1,5} Cl_{1,5}$  (sesquicloruro de etil aluminio) como solución toluénica al 10 % de manera que la proporción molar W/Al ascendió a 1:2,0. El rendimiento alcanzó después de 3 horas un 81 %. El polímero poseía, después de la elaboración como en el ejemplo 1 a), las siguientes propiedades:

30.

Viscosidad Mooney ML 4' 100°C = 101

Defo/elasticidad defo 700/15

IR: enlaces trans 91,9 %



Ejemplo 4

5. a) Reacción de WCl<sub>6</sub> con CH<sub>2</sub>(OCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>

5 partes de WCl<sub>6</sub> se disolvieron en 110 partes de tolueno a 30°C y se mezcló con 0,96 partes de CH<sub>2</sub>(OCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> (bajo agitación, nitrógeno y exclusión de humedad). La temperatura de la solución ascendió a 32°C, el color varió de azul oscuro a marrón intenso.

La solución se agitó durante 1 hora a 30°C.

b) Polimerización de ciclopenteno

Bajo las mismas condiciones del ejemplo 1 b) se polimerizaron 200 g de ciclopenteno. La cantidad de tungsteno en forma del producto de reacción con CH<sub>2</sub>(OCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> por 100 g de ciclopenteno ascendió a 0,45 milimoles. El ciclopenteno contenía un 0,075 % de buten-1.

Como componente de aluminio se empleó Al(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>Cl, de manera que la proporción molar Al/W fué de 2:1. Después de una duración de la polimerización de 3 horas ascendió el rendimiento de polímero a un 65 %.

Viscosidad Mooney ML 4' 100°C = 85

Defo/elasticidad defo 550/13

IR: enlaces trans: 91,7 %

25. En un ensayo comparativo se empleó en lugar del producto de reacción de WCl<sub>6</sub> y CH<sub>2</sub>(OCH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, WCl<sub>6</sub> en forma de una solución toluénica al 4 %. El rendimiento en polímero ascendió solamente a un 23 %, viscosidad límite ( $\eta$ ) = 5,1, IR-Contenido-trans 89,8 %.

388243



Ejemplo 5

a) Reacción de  $WCl_6$  con  $CH_3CH(OC_2H_5)_2$

5. 5 partes de  $WCl_6$  se disuelven en 130 partes de tolueno y a  $25^\circ C$ . se mezcla con 2,24 partes de  $CH_3CH(OC_2H_5)_2$  (bajo agitación, atmósfera de nitrógeno y exclusión de humedad). La reacción se desarrolló ligeramente exotérmica (aumento de la temperatura  $3^\circ C$ ) variándose el color de la solución hacia marrón oscuro. La solución se agitó durante 1 hora a  $30^\circ C$ .

10. b) Polimerización de ciclopenteno

La polimerización, empleando la solución de tungsteno obtenida según el ejemplo 5 a), se efectuó como en el ejemplo 1 b). Por 100 g de ciclopenteno se emplearon 0,45 milimoles de tungsteno. Como componente de aluminio se empleó  $Al(C_2H_5)_{1,5}Cl_{1,5}$  (sesquicloruro de etil aluminio) ascendiendo la proporción molar Al/W a 3:1.

Rendimiento en polímero después de  $2\frac{1}{2}$  horas: 70 %

Defoplasticidad/Defoelasticidad 1950/10

IR: contenido en enlaces trans dobles 90,7 %

20. Ejemplo 6

a) Reacción de  $WCl_6$  con  $Cl_3CCH(OCH_3)_2$

25. 5 partes de  $WCl_6$  se disolvieron en 130 partes de tolueno y se mezcló con 3,65 partes del cloralacetal  $Cl_3CCH(OCH_3)_2$  trabajándose bajo agitación y bajo nitrógeno así como exclusión de humedad. La temperatura subió de 26 a  $28^\circ C$ . Se siguió agitando aún durante 2 horas a  $25^\circ C$ . Se formó una solución marrón intenso.

b) Polimerización de ciclopenteno

30. Se mantuvieron las condiciones del ejemplo 1 b). Por 100 g de ciclopenteno se emplearon 0,45 milimoles

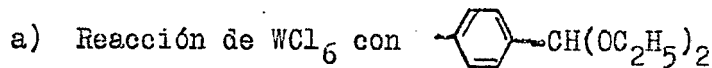


de tungsteno en forma de la solución del producto de reacción con  $Cl_3C-CH(OCH_3)_2$ . Los ensayos de polimerización dieron los resultados siguientes:

5. Componente de aluminio	Proporción molar Al/W	Conversión 3 horas %	Defo/elas ticidad defo	IR: contenido -trans.
$Al(C_2H_5)_2Cl$	2,5 : 1	65	4850/39	90,8
$Al(C_2H_5)_{1,5}Cl_{1,5}$	2,5 : 1	67	4350/39	91,5

10.

Ejemplo 7



15.

5,1 partes de  $WCl_6$  se disolvieron en 140 partes de tolueno y a 20°C se mezcló con 3,5 partes de benzaldehído-diethylacetil (agitación, nitrógeno, exclusión de humedad) subiendo la temperatura en 3°C. La solución marrón intenso se agitó durante 1 hora a 25°C.

20.

b) Polimerización de ciclopenteno

Como en el ejemplo 1 b) se polimerizó ciclopenteno empleando el producto de reacción del ejemplo 7 a). La cantidad de tungsteno ascendió a 0,5 milimoles/100 g de ciclopenteno.  $Al(C_2H_5)_{1,5}Cl_{1,5}$  se empleó en proporción molar Al/W de 3:1.

25.

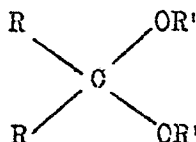
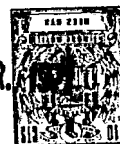
Rendimiento en polímero después de 2 horas 54 %  
Defo/elasticidad defo 2500/20  
IR: contenido en dobles enlaces trans 88,8 %



N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto
5. no alteren su principio fundamental; también se hace constar que el invento se refiere a una solicitud de patente presentada en Alemania con fecha 14 de febrero de 1970, nº P 20 06 776.9, acogándose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor,
10. siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: Procedimiento de obtención de catalizadores para la polimerización con abertura de anillo de ciclopentenos; caracterizándose por lo siguiente:
- 15.
- 1.- Procedimiento de obtención de catalizadores para la polimerización con abertura de anillo de ciclopentenos, caracterizado porque a) un haluro de tungsteno ó tántalo se hace reaccionar con 0,75 a 1,5 moles de un acetal por
20. mol de haluro metálico, en caso dado en un disolvente, a temperaturas entre 0 y 100°C, y b) el producto de reacción obtenido, ó su solución, se hace reaccionar con un compuesto orgánico de aluminio, en caso dado asimismo en solución, a
25. temperaturas entre -20°C y +60°C, siendo la proporción molar W : Al de 1:0,3 a 1:10 y la proporción molar Ta: Al de 1:1 a 1:10.
- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque a) un hexacloruro de tungsteno ó pentacloruro de tántalo, se hace reaccionar con un acetal de fórmula:

*[Handwritten signature]*



5. en la que R significa hidrógeno, un resto alquilo, isoalquilo, arilo ó alcarilo, en caso dado halogenado, y R' significa un resto alquilo, isocalquilo, arilo ó alcarilo, que en caso dado está sustituido por halógeno, en una proporción molar entre el haluro y el acetal de 1:0,6 a 1 : x, siendo el número de átomos de halógeno en el haluro,
10. y b) el producto resultante se hace reaccionar con un trialquilaluminio ó dicloruro de alquilaluminio.

15. 3.- Procedimiento de obtención de catalizadores para la polimerización con abertura de anillo de ciclopentenos; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de diecisiete hojas escritas a máquina por una sola cara.

- 6 ABR. 1971

Madrid,

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

A. GOMEZ ACEBO Y MODER  
 n.º. Firmado: F. Hernández Ruiz

*ref.*