

443245

PATENTE DE INVENCION



443245

Inv. Cl. B.01J, C.08F

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE UN COMPONENTE
CATALITICO PARA LA POLIMERIZACION DE ALFA-
OLEFINAS.

Solicitante: TOHO TITANIUM CO., LTD., entidad japonesa, resi-
dente en 3 Aoi-cho, Akasaka, Minato-ku, Tokyo,
Japón.

La presente invención se relaciona en
general con un procedimiento para preparar un catalizador
y, más particularmente, para preparar un componente espe-
cífico de un catalizador empleado para la polimerización
de α -olefinas en alto rendimiento.

Ya es conocido en la técnica que se pueden emplear componentes catalíticos formados por pulverización de tricloruro de titanio puro para la polimerización de alfa-olefinas que tienen al menos 3 átomos de carbono, por ejemplo propileno. Estos componentes se pueden obtener reduciendo tetracloruro de titanio con hidrógeno o titanio metálico; pulverizando un cloruro sólido que tiene una composición que corresponde sustancialmente a Ti_3AlCl_{12} , que se obtiene por reducción de tetracloruro de titanio con aluminio metálico; o pulverizando una mezcla de tricloruro de titanio puro o el cloruro sólido que tiene la composición correspondiente, sustancialmente, a Ti_3AlCl_{12} con un éter orgánico y/u otros componentes conocidos tal como un compuesto donador de electrones.

En la preparación de un polímero de alfa-olefina, por ejemplo polipropileno, cuando se mejora el rendimiento de la forma cristalina del polímero elevado, existe también una mejora concomitante del rendimiento del producto final global y en la calidad del producto final. Convencionalmente, en la polimerización de alfa-olefinas, el rendimiento del polímero cristalino se ve influenciado más grandemente por los cambios en las propiedades del componente catalítico que por los cambios correspondientemente significativos de las condiciones de polimerización o del método de polimerización. Sin embargo, el rendimiento es influenciado, en cierto grado, por la elección del método o condiciones de polimerización. Por consiguiente, la mejora de las propiedades del componente catalítico constituye un problema significativo no solo para los fabricantes de catalizadores sino también para los fabricantes de polipropileno.

En la solicitud de patente japonesa No. 063486/71, se propone un procedimiento para la preparación de un componente catalítico adecuado para polimerizar alfa-olefinas, que incluye las etapas de formar el producto de reacción de tetracloruro de titanio y un éter orgánico, añadir dicho producto a tricloruro de titanio o una composición que comprende tricloruro de titanio y un haluro metálico y efectuar entonces un tratamiento de pulverización. Si bien esta técnica mejora realmente las propiedades del producto final de reacción, no es todavía del todo satisfactorio. En consecuencia, sería más deseable disponer de un nuevo catalizador que mejorara adicionalmente la calidad del producto.

Por consiguiente, constituye un objeto de esta invención proporcionar un componente de un catalizador utilizado para la polimerización de una alfa-olefina que permite la producción de polímeros cristalinos en altos rendimientos.

Este y otros objetos de la invención se consiguen proporcionando un procedimiento para la polimerización de alfa-olefinas que utiliza un catalizador a base de un componente catalítico formado por las etapas de añadir (a) oxígeno y el producto de reacción de tetracloruro de titanio y un éter orgánico a (b) tricloruro de titanio o una composición que comprende tricloruro de titanio y un haluro metálico (denominada de aquí en adelante como composición de tricloruro de titanio) y someter este componente a un tratamiento de molienda. Cuando este producto se utiliza como catalizador, la proporción de polímero cristalino formado al polímero total producido se mejora sorprendentemente con respecto a la obtenida en los métodos anteriores que utilizan componentes catalíticos convencionales.

Composiciones adecuadas de tricloruro de titanio según la presente invención, incluyen aquellos compuestos obtenidos reduciendo un haluro de titanio de la máxima valencia, según los métodos convencionales. Agentes reductores apropiados incluyen hidrógeno, titanio metálico, aluminio metálico, hidruros metálicos tal como hidruro sódico, hidruro de magnesio o hidruro de silicio (silanos), y compuestos organometálicos, tales como compuestos orgánicos de aluminio incluyendo trietil-aluminio y haluros de dialquil-aluminio. El producto de reacción que tiene la composición correspondiente prácticamente a $Ti_3 Al Cl_{12}$, que se prepara por reacción de unos 3 moles de tetracloruro de titanio con 1 mol aproximadamente de aluminio metálico, se prefiere en especial para utilizarse como composición de tricloruro de titanio.

Eteres orgánicos adecuados para utilizarse en ésta invención, incluyen los éteres orgánicos que tienen al menos un grupo éter en la molécula. Dichos éteres orgánicos incluyen éteres dialquílicos inferiores tales como éter dietílico, éter n-propílico, éter isobutílico, éter metilbutílico y similares; éteres obtenidos a partir de alquilenglicol o sus polímeros tales como etilenglicolmonoetiléter, dietilenglicoldimetiléter, trietilenglicol y similares; dioxanos tales como 1,4-dioxano, 2-metil-1,3-dioxano y similares; alquilariléteres tales como anisol, para-propenilanol y similares; y dialiléteres tales como difeniléter y similares. Se presentan diferencias cuantitativas en el producto final variando el tipo de éter utilizado. El efecto más satisfactorio se obtiene cuando se utilizan los éteres dialquílicos inferiores, los alquilaliléteres o los éteres orgánicos obtenidos a partir de alquilenglicol o un polímero del mismo.

El producto de reacción de tetracloruro de titanio y el éter orgánico, según la presente invención, se obtienen por reacción de tetracloruro de titanio y éter orgánico a temperaturas del orden de aquellas a las cuales el éter se encuentra en estado líquido hasta el punto de ebullición del éter. Es preferible que el tetracloruro de titanio se utilice en esta invención suficientemente puro. Asimismo, en esta invención se prefiere utilizar gas oxígeno de alta pureza.

La adición de oxígeno y del producto de reacción pueden ocurrir en cualquier momento antes, después o durante el tratamiento de molienda de la composición de tricloruro de titanio, en tanto en cuanto la composición de tricloruro de titanio, oxígeno y producto de reacción reaccionen suficientemente y se mezclen uniformemente.

Pulverizadores adecuados para utilizarse en el tratamiento de molienda según la invención, incluyen los ya convencionales que han sido utilizados anteriormente para la fina pulverización de polvos, tales como molinos de bolas, molinos vibratorios, molinos aerodinámicos, pulverizadores tipo torre, molinos de anillos, pulverizadores de impacto y similares. El tiempo requerido para el tratamiento de molienda se puede determinar por las técnicas convencionales ya conocidas para los expertos en la técnica. El periodo dependerá del tipo de pulverizador empleado en el tratamiento de molienda del medio a pulverizar. El tratamiento de molienda se efectúa preferiblemente en una atmósfera de gas inerte, a una temperatura de -20 a $+80^{\circ}\text{C}$, preferiblemente 0 a 60°C . Naturalmente, la atmósfera de gas inerte no es necesaria cuando la molienda se efectúa durante la adición del oxígeno.

no.

La concentración molar de oxígeno deberá ser de 0,1 a 5 moles %, basado en el número de moles de tricloruro de titanio. Cuando la cantidad de oxígeno exceda de 5 moles %, la actividad catalítica se disminuye drásticamente y se reduce el rendimiento en polímero cristalino. Cuando la cantidad de oxígeno es inferior a 0,1 moles %, la adición de oxígeno no tiene ningún efecto sustancial.

La cantidad de producto de reacción con respecto a la cantidad de composición de tricloruro de titanio, deberá ser de 0,1 a 30 % en peso, de preferencia de 1 a 15 % en peso. En el producto de reacción, el tetracloruro de titanio deberá estar presente en una cantidad superior al 0 % e inferior al 100% en peso, con preferencia entre 1 y 70 % en peso, con respecto a la cantidad de éter orgánico.

El componente catalítico de titanio según esta invención constituye un catalizador, junto con un compuesto orgánico de aluminio, conocido como un componente del catalizador de tipo Ziegler. También se puede utilizar con el compuesto de aluminio, con otros componentes catalíticos conocidos tal como un compuesto donador de electrones. En cualquiera de las formas resulta muy eficaz para la polimerización de alfa-olefinas.

Una vez descrita en términos generales la invención, se puede obtener una conclusión más completa haciendo referencia a ciertos ejemplos específicos, que se incluyen con fines ilustrativos solamente y no intentan limitar el alcance de la misma., a menos que se especifique lo contrario.

EJEMPLO 1

En un molino vibratorio, con una capacidad inter-

na de un litro, se cargan 200 g de una composición de tricloruro de titanio que tiene una fórmula sustancialmente igual a $Ti_3 Al Cl_{12}$. El molino tiene una atmósfera del gas argon y contiene un volumen aparente de 0,8 litros de bolas de acero de 12 mm de diámetro. La composición de tricloruro de titanio se moltura a 35°C durante 30 horas en la atmósfera de argón. A continuación se introduce un producto de reacción formado entre 10 g de éter dietílico y 2 g de tetracloruro de titanio, molturándose adicionalmente a 35°C durante 5 horas. Se carga entonces en el molino 1 mol % de gas oxígeno, basado en el número de moles de tricloruro de titanio, y se moltura adicionalmente a 35°C durante 5 horas. Se obtiene un componente catalítico.

Se llena un autoclave de acero inoxidable, de 1,5 litros, con argon y se carga con 0,5 g del componente catalítico resultante, 0,75 g de monocloruro de dietilaluminio y 500 ml de n-heptano. El autoclave se calienta a 70°C, se alimentan 200 ml de hidrógeno y se introduce propileno en el autoclave. El propileno se polimeriza a una presión parcial de propileno de 6,03 kg/cm² relativos a 70°C durante 2 horas.

Una vez detenida la polimerización por adición de butanol al autoclave, el contenido de éste último se sacude suficientemente para descomponer el catalizador y se filtra. A continuación, los reactantes sólidos se lavan con una mezcla de isopropanol y metanol y se seca in vacuo para producir un polímero sólido. La cantidad de polímero resultante se designa como (B).

Entonces, el polímero sólido resultante se extrae con heptano hirviendo durante 6 horas para producir

un polímero insoluble en heptano. La cantidad de polímero insoluble en heptano se designa como (C).

La cantidad de polímero que permanece en el disolvente se designa como (A). De éste modo, el rendimiento en polímero isotáctico (D) se puede calcular por la fórmula:

5

$$D = C/(A+B) \times 100$$

La actividad de polimerización (E) del catalizador se puede calcular por la fórmula:

$$E = A+B / \text{cantidad de catalizador}$$

10

El rendimiento en polímero atáctico se puede calcular por la fórmula:

$$100-D$$

Los resultados se muestran en la tabla 1.

EJEMPLO 2

15

Se repite el experimento del ejemplo 1, excepto que, antes de la iniciación del tratamiento de molienda de la composición de tricloruro de titanio, se añade un mol % de oxígeno, basado en el número de moles de tricloruro de titanio. A continuación, se efectúa durante 35 horas el tratamiento de molienda. Se añade un producto de reacción derivado de 8 g de éter dietílico y 2 g de tetracloruro de titanio y se efectúa el tratamiento de molienda durante

20

5 horas, para obtener un componente catalítico. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 1.

EJEMPLO 3

25

Se repite el experimento del ejemplo 1, excepto que antes del tratamiento de molienda de la composición de tricloruro de titanio (que tiene una composición correspondien

te sustancialmente a Ti_3AlCl_{12}), se añade un producto de reacción derivado de 18 g de éter dietílico y 3 g de tetracloruro de titanio.

5 El tratamiento de molienda se efectúa durante 10 horas, se añade 1 mol % de oxígeno, basado en el número de moles de tricloruro de titanio, y entonces el tratamiento de molienda se efectúa adicionalmente durante 30 horas, para obtener un componente catalítico. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 1.

10 EJEMPLO 4

Se repite el experimento del ejemplo 1, excepto que antes del tratamiento de molienda de la composición de tricloruro de titanio (que tiene una composición que corresponde sustancialmente a Ti_3AlCl_{12}), se añade 1 mol % de oxígeno basado en el número de moles de tricloruro de titanio. 15 El tratamiento de molienda se efectúa durante 20 horas. Se añade un producto de reacción derivado de 16 g de éter dietílico y 4 g de tetracloruro de titanio y el tratamiento de molienda se efectúa durante 20 horas para obtener un componente catalítico. Los resultados obtenidos se muestran en 20 la tabla 1.

EJEMPLO 5

Se repite el experimento del ejemplo 1, excepto que antes del tratamiento de molienda de la composición de tricloruro de titanio (que tiene una composición correspondiente sustancialmente a Ti_3AlCl_{12}), se añade un producto de reacción derivado de 6 g de éter dietílico y 3 g de tetraclo- 25 ruro de titanio y 1 mol % de oxígeno basado en el número de moles de tricloruro de titanio. El tratamiento de molienda se efectua durante 40 horas, para obtener un componente catalí- 30

tico. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 1.

EJEMPLO 6

Se repite el experimento del ejemplo 1, excepto que antes del tratamiento de molienda de la composición de tricloruro de titanio (que tiene una composición que corresponde sustancialmente a Ti_3AlCl_{12}), se añade 1 mol % de oxígeno basado en el número de moles de tricloruro de titanio. El tratamiento de molienda se efectúa durante 20 horas. Se añade un producto de reacción derivado de 12 g de dietilglicolmetiléter y 2 g de tetracloruro de titanio y el tratamiento de molienda se efectúa durante 20 horas para obtener un componente catalítico. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 1.

EJEMPLO 7

Se repite el experimento del ejemplo 1, excepto que antes del tratamiento de molienda de la composición de tricloruro de titanio (que tiene una composición correspondiente sustancialmente a Ti_3AlCl_{12}), se añade un producto de reacción derivado de 10 g de anisol y 2 g de tetracloruro de titanio.

El tratamiento de molienda se efectúa durante 35 horas. Se añade 1 mol % de oxígeno, basado en el número de moles de tricloruro de titanio, y entonces el tratamiento de molienda se efectúa adicionalmente durante 5 horas, para obtener un componente catalítico. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 1.

EJEMPLO 8

Se repite el experimento del ejemplo 1, excepto que se añade 0,15 % de oxígeno basado en el número de moles de tricloruro de titanio.

EJEMPLO 9

Se repite el experimento del ejemplo 1, excepto que se añade 5 moles % de oxígeno basado en el número de moles de tricloruro de titanio. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 1.

5

EJEMPLO 10

Se repite el experimento del ejemplo 1, excepto que la composición de tricloruro de titanio (que tiene una composición que corresponde sustancialmente a $Ti_{3,5}AlCl_{13,5}$) se somete a un tratamiento de molienda durante 10 horas. A continuación, se añade un producto de reacción formado entre 16 g de éter dietílico y 2 g de tetracloruro de titanio y se molutura adicionalmente durante 25 horas. Se añade luego 1 mol % de oxígeno, basado en el número de moles de tricloruro de titanio, y se molutura adicionalmente durante 5 horas. Se obtiene un componente catalítico. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 1.

10

15

EJEMPLO 11

Se repite el experimento del ejemplo 1, excepto que antes del tratamiento de molienda de la composición de tricloruro de titanio (que tiene una composición que corresponde sustancialmente a $Ti_{2,5}AlCl_{10,5}$), se añade 1 mol % de oxígeno basado en el número de moles de tricloruro de titanio. El tratamiento de molienda se efectua durante 30 horas. Se añade un producto de reacción derivado de 18 g de éter dietílico y 2 g de tetracloruro de titanio y el tratamiento de molienda se efectua durante 10 horas para obtener un componente catalítico. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 1.

20

25

EJEMPLO COMPARATIVO 1

5 Se repite el experimento del ejemplo 1, excepto que la composición de tricloruro de titanio (que tiene una composición que corresponde sustancialmente a Ti_3AlCl_{12}) se somete a un tratamiento de molienda durante 35 horas. A continuación, se añaden 5 g de éter dietílico solo en lugar de oxígeno y producto de reacción de éter dietílico y tetracloruro de titanio y se moltura adicionalmente durante 5 horas. Se obtiene un componente catalítico. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 2.

EJEMPLO COMPARATIVO 2

15 Se repite el experimento del ejemplo 1, excepto que antes del tratamiento de molienda de la composición de tricloruro de titanio (que tiene una composición correspondiente sustancialmente a Ti_3AlCl_{12}), se añaden 20 g de éter dietílico.

El tratamiento de molienda se efectúa entonces durante 40 horas, para obtener un componente catalítico. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 2.

EJEMPLO COMPARATIVO 3

20 Se repite el experimento del ejemplo 1, excepto que la composición de tricloruro de titanio (que tiene una composición que corresponde sustancialmente a Ti_3AlCl_{12}) se somete a un tratamiento de molienda durante 20 horas. A continuación, se añaden 8 g de éter dietílico y 2 g de tetracloruro de titanio, individualmente pero simultáneamente, en lugar de oxígeno y producto de reacción de éter dietílico-tetracloruro de titanio. Se moltura durante 20 horas, para obtener un componente catalítico. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 2.

EJEMPLO COMPARATIVO 4

Se repite el experimento del ejemplo comparativo 3, excepto que la composición de tricloruro de titanio (que tiene una composición que corresponde sustancialmente a Ti_3AlCl_{12}) se somete a un tratamiento de molienda durante 30 horas. A continuación, se añaden 16 g de éter dietílico y 4 g de tetracloruro de titanio individual pero simultáneamente, y se moltura durante 10 horas, para obtener un componente catalítico. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 2.

EJEMPLO COMPARATIVO 5

Se repite el experimento del ejemplo 1, excepto que la composición de tricloruro de titanio (que tiene una composición que corresponde sustancialmente a Ti_3AlCl_{12}) se somete a un tratamiento de molienda durante 35 horas. Se añade 1 mol % de oxígeno solo, basado en el número de moles de tricloruro de titanio, en lugar de oxígeno y producto de reacción de éter dietílico-tetracloruro de titanio y se moltura durante 5 horas. Se obtiene un componente catalítico. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 2.

EJEMPLO COMPARATIVO 6

Se repite el experimento del ejemplo 1, excepto que la composición de tricloruro de titanio (que tiene una composición que corresponde sustancialmente a Ti_3AlCl_{12}) se somete a un tratamiento de molienda durante 35 horas. A continuación, se añade un producto de reacción formado entre 10 g de éter dietílico y 2,1 g de tetracloruro de titanio en lugar de oxígeno y producto de reacción de éter dietílico-tetracloruro de titanio y se moltura durante 5 horas. Se obtiene un componente catalítico. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 2,

EJEMPLO COMPARATIVO 7

Se repite el experimento del ejemplo comparativo 6, excepto que antes del tratamiento de molienda de la composición de tricloruro de titanio (que tiene una composición correspondiente sustancialmente a Ti_3AlCl_{12}), se añade un producto de reacción derivado de 10 g de éter dietílico y 2,1 g de tetracloruro de titanio.

El tratamiento de molienda se efectúa durante 40 horas, para obtener un componente catalítico. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 2.

EJEMPLO COMPARATIVO 8

Se repite el experimento del ejemplo comparativo 1, excepto que se añaden 0,05 moles % de gas oxígeno basado en el número de moles de tricloruro de titanio. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 2.

EJEMPLO COMPARATIVO 9

Se repite el experimento del ejemplo comparativo 1, excepto que se añaden 6 moles % de gas oxígeno basado en el número de moles de tricloruro de titanio. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 2.

A partir de los resultados mostrados en las tablas 1 y 2, puede verse fácilmente que cuando la polimerización se efectúa usando un catalizador que comprende un componente catalítico preparado según el procedimiento de la invención, el rendimiento en polímero cristalino se mejora significativamente con respecto al rendimiento en polímero cristalino obtenido cuando la polimerización se efectúa usando un catalizador que comprende un componente catalítico preparado según un método fuera del alcance de esta invención.

TABLA 1

Resultados experimentales:

	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ejemplo 6	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9	Ejemplo 10	Ejemplo 11
Cantidad (A) g de polímero que permanece en el disolvente de polimerización	2,1	2,3	2,3	2,4	2,6	2,5	2,6	2,5	2,3	2,4	2,5
Cantidad (B) g de polímero sólido	211,2	206,8	207,5	200,4	203,3	201,8	204,2	209,5	195,0	201,9	201,8
Cantidad (C) g de polímero insoluble en heptano hirviendo	209,5	204,9	205,4	198,3	200,8	200,1	201,8	207,1	202,0	199,8	199,4
Rendimiento (D) % en polímero isotáctico,	98,2	98,0	97,9	97,8	97,5	97,9	97,6	97,7	97,4	97,8	97,6
$\left(\frac{C}{A + B} \right) \times 100$											
Actividad de polimerización (E) del catalizador,	426,6	418,2	419,6	405,6	411,8	408,6	413,6	424,0	394,6	410,4	408,6
$\left(\frac{A + B}{\text{cantidad de catalizador}} \right)$											
Rendimiento % en polímero atáctico (100 - D)	1,8	2,0	2,1	2,2	2,5	2,1	2,4	2,3	2,6	2,2	2,4

TABLA 1

Resultados experimentales

	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ejempl 6
Cantidad (A) g de polí- mero que permanece en el disolvente de poli- merización	2,1	2,3	2,3	2,4	2,6	2,5
Cantidad (B) g de polímero sólido	211,2	206,8	207,5	200,4	203,3	201,8
Cantidad (C) g de polímero insoluble en heptano hirviendo	209,5	204,9	205,4	198,3	200,8	200,1
Rendimiento (D) % en polímero iso- táctico, $\left(\frac{C}{A + B} \right) \times 100$	98,2	98,0	97,9	97,8	97,5	97,9
Actividad de poli- merización (E) del catalizador, $\left(\frac{A + B}{\text{cantidad de cata-lizador}} \right)$	426,6	418,2	419,6	405,6	411,8	408,6
Rendimiento % en polímero atáctico (100 - D)	1,8	2,0	2,1	2,2	2,5	2,1

plio	Ejemplo 6	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9	Ejemplo 10	Ejemplo 11
	2,5	2,6	2,5	2,3	2,4	2,5
	201,8	204,2	209,5	195,0	201,9	201,8
	200,1	201,8	207,1	202,0	199,8	199,4
	97,9	97,6	97,7	97,4	97,8	97,6
	408,6	413,6	424,0	394,6	410,4	408,6
	2,1	2,4	2,3	2,6	2,2	2,4

TABLA 2

Resultados experimentales

	Ejemplo Comparativo 1	Ejemplo Comparativo 2	Ejemplo Comparativo 3	Ejemplo Comparativo 4	Ejemplo Comparativo 5	Ejemplo Comparativo 6	Ejemplo Comparativo 7	Ejemplo Comparativo 8	Ejemplo Comparativo 8
Cantidad (A) g de polímero que permanece en el disolvente	5,5	5,7	4,0	3,6	7,6	2,9	3,2	3,5	6,0
Cantidad (B) de polímero sólido	198,8	197,9	197,2	198,9	191,7	200,9	198,7	200,0	124,8
Cantidad (C) g de polímero insoluble en heptano hirviendo	193,3	193,0	192,3	194,0	185,7	197,3	195,2	197,0	120,6
Rendimiento (D) % en polímero isotáctico, $(\frac{C}{A+B}) \times 100$	94,6	94,8	95,6	95,8	93,2	96,8	96,7	96,8	92,2
Actividad de polimerización (E) del catalizador $(\frac{A+B}{\text{cantidad de catalizador}})$	408,6	407,2	402,4	405,0	398,6	407,6	403,8	407,0	261,6
Rendimiento % en polímero atáctico, (100 - D)	5,4	5,2	4,4	4,2	6,8	3,2	3,3	3,2	7,8

TABLA 2

Resultados experimentales

	Ejemplo Comparativo 1	Ejemplo Comparativo 2	Ejemplo Comparativo 3	Ejer Comp
Cantidad (A) g de polímero que permanece en el disolvente	5,5	5,7	4,0	3
Cantidad (B) de polímero sólido	198,8	197,9	197,2	198
Cantidad (C) g de polímero insoluble en heptano hirviendo	193,3	193,0	192,3	194
Rendimiento (D) % en polímero isotáctico, $(\frac{C}{A + B}) \times 100$	94,6	94,8	95,6	95
Actividad de polimerización (E) del catalizador $(\frac{A + B}{\text{cantidad de catalizador}})$	408,6	407,2	402,4	405
Rendimiento % en polímero atáctico, (100 - D)	5,4	5,2	4,4	4

vo	Ejemplo Comparativo 4	Ejemplo Comparativo 5	Ejemplo Comparativo 6	Ejemplo Comparativo 7	Ejemplo Comparativo 8	Ejemplo Comparativo 8
	3,6	7,6	2,9	3,2	3,5	6,0
	198,9	191,7	200,9	198,7	200,0	124,8
	194,0	185,7	197,3	195,2	197,0	120,6
	95,8	93,2	96,8	96,7	96,8	92,2
	405,0	398,6	407,6	403,8	407,0	261,6
	4,2	6,8	3,2	3,3	3,2	7,8

N O T A

5 Descrita suficientemente la naturaleza del inven-
to, así como la manera de realizarse en la práctica, debe
hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas
son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no
alteren su principio fundamental. También se hace constar que
el invento corresponde a una solicitud de patente presentada
en Japón con el nº 140793/49 de 6 de diciembre de 1.974; aco-
giéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Con-
10 venios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la
esencia del referido invento por lo que se solicita Patente
de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO DE
OBTENCION DE UN COMPONENTE CATALITICO PARA LA POLIMERIZACION
DE ALFA-OLEFINAS; caracterizándose por lo siguiente:

15 1.- Procedimiento de obtención de un componente
catalítico para la polimerización de alfa-olefinas, caracteri-
zado porque comprende añadir (A) oxígeno y el producto de reac-
ción de tetracloruro de titanio y un éter orgánico a (B) tri-
cloruro de titanio o a una composición de tricloruro de tita-
nio y un haluro metálico; y molturar la mezcla.
20

 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-
racterizado porque la composición de tricloruro de titanio
y haluro metálico es un cloruro sólido que tiene una fórmula
sustancialmente igual a Ti_3AlCl_{12} .

25 3.- Procedimiento según la reivindicación 1,
caracterizado porque el éter orgánico es un éter dialquílico
inferior.

 4.- Procedimiento según la reivindicación 1,
caracterizado porque el éter orgánico es un éter alquilalíli-
30 co.

5.- Procedimiento segun la reivindicación 1, caracterizado porque el éter orgánico es un dioxano.

5 6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el éter orgánico se deriva de un alquilenglicol o un polímero del mismo.

10 7.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la cantidad añadida de oxígeno es de 0,1 moles % a 5 moles %, basado en el número de moles de tricloruro de titanio o en el número de moles de tricloruro de titanio contenido dentro de la composición de tricloruro de titanio y haluro metálico.

15 8.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la adición y molienda de oxígeno y producto de reacción de tricloruro de titanio y éter orgánico, se efectuan individualmente.

9.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la molienda se efectua a una temperatura de -20 a 80°C.

20 10.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la molienda se efectua en una atmósfera de gas inerte, a menos que la molienda se efectue durante la adición de oxígeno.

25 11.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en el producto de reacción, la cantidad de tetracloruro de titanio es superior a 0 % e inferior a 100 % en peso, con respecto a la cantidad de éter orgánico.

30 12.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la cantidad de producto de reacción entre tetracloruro de titanio y éter orgánico, con respecto a la

cantidad de tricloruro de titanio o de composición de tricloruro de titanio y haluro metálico, es de 0,1 a 30 % en peso.

5 13.- Procedimiento de obtención de un componente catalítico para la polimerización de alfa-olefinas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 19 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, - 5 DIC. 1975

TOHO TITANIUM CO., LTD.

J. GOMEZ ACEDO Y MUÑET

En p. Firmador L. Gascón Fernández

