

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA  
Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

|       |                                       |       |
|-------|---------------------------------------|-------|
| 19 ES | 11 NUMERO<br>473.237                  | 10 A1 |
|       | 12 FECHA DE PRESENTACION<br>11-9-1978 |       |

5 FEB. 1979

**PATENTE DE INVENCION**

|                       |           |         |
|-----------------------|-----------|---------|
| 40 PRIORIDADES:       | 42 FECHA  | 43 PAIS |
| 41 NUMERO<br>77/27700 | 12-9-1977 | Francia |

|                        |  |                                      |
|------------------------|--|--------------------------------------|
| 47 FECHA DE PUBLICIDAD | 48 CLASIFICACION INTERNACIONAL<br>C08F | 49 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA |
|------------------------|--|--------------------------------------|

|  |
|--|
| 44 TITULO DE LA INVENCION  |
| "PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE POLIOLEFINAS, FABRICADAS A BAJA PRESION, DE LA MEZCLA REACCIONANTE PROCEDENTE DE LA POLIMERIZACION" |

|                        |
|------------------------|
| 71 SOLICITANTE (S)     |
| SOLVAY & CIE (S.77/26) |

|  |
|--|
| DOMICILIO DEL SOLICITANTE                          |
| 33, rue du Prince Albert, B-1050 Bruselas, Bélgica |

|                                 |
|---------------------------------|
| 72 INVENTOR (ES)                |
| Hervé Cuypers y Paul Baekelmans |

|                 |
|-----------------|
| 73 TITULAR (ES) |
|                 |

|   |
|---|
| 74 REPRESENTANTE                            |
| DON ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ (P.-69.760) |

jga

1 La presente invención se refiere a un procedimien-  
to para separar poliolefinas, fabricadas por polimerización  
a baja presión con intervención de catalizadores tales como  
aquellos que comprenden un compuesto de metal de transición  
y un activador organometálico, a partir de la mezcla de  
5 reacción procedente de la polimerización.

Es sabido que las alfa-olefinas se pueden polime-  
rizar, por ejemplo, en presencia de catalizadores a base de  
compuestos de metales de transición y de compuestos organo-  
metálicos, conocidos por el experto en la técnica con el  
10 nombre de catalizadores Ziegler.

Se dispone ahora de catalizadores de tal género,  
llamados superactivos, cuya actividad catalítica es sufi-  
cientemente elevada para que se pueda eliminar la opera-  
ción, antes indispensable, consistente en depurar los polí-  
15 meros obtenidos de residuos catalíticos que contienen, a  
raíz de la fabricación de poliolefinas a baja presión ta-  
les como polietileno de alta densidad y polipropileno iso-  
táctico.

Sin embargo, cuando se emplean estos catalizado-  
20 res superactivos sigue siendo deseable desactivar los cata-  
lizadores que quedan en presencia del monómero que no ha  
reaccionado, tras la etapa de polimerización propiamente  
dicha. En efecto, si no se realiza esta desactivación, se  
produce una post-polimerización en las instalaciones situa-  
25 das aguas abajo del recinto de polimerización.

Como este tipo de polimerización se efectúa gene-  
ralmente a una presión superior a la presión atmosférica,  
y la mezcla de reacción que procede de la polimerización  
se somete luego, con la mayor frecuencia, a una disminu-  
30

1 -ción de presión para facilitar la recuperación del monóme-  
ro que no ha reaccionado, la post-polimerización en el cur-  
so de esta disminución de presión es una fuente de serios  
inconvenientes.

5 En efecto, las condiciones fisicoquímicas reinan-  
tes en el curso de esta disminución de presión son diferen-  
tes de las reinantes en el recinto de polimerización. En  
particular, la temperatura, presión y concentración de los  
constituyentes del medio son diferentes: esto implica la  
10 formación de polímeros que no tienen, en absoluto, las mis-  
mas características que el polímero fabricado, y se obser-  
van desde entonces heterogeneidades de composición, de pro-  
piedades y de aspecto de la superficie de este último.

15 El problema es particularmente crítico en el ca-  
so, muy frecuente, de procedimientos de polimerización que  
hagan intervenir a un agente de regulación del peso molecu-  
lar medio del polímero (siendo el hidrógeno el más frecuen-  
temente utilizado para este fin) y un catalizador sensible  
a la acción de este agente de regulación.

20 En efecto, en esas condiciones, por ser la pre-  
sión de la zona de disminución de presión inferior a la  
del recinto de polimerización, la proporción entre las con-  
centraciones de hidrógeno y del monómero residual es más  
pequeña en esta zona que en el recinto de polimerización.  
Si no se impide la post-polimerización en la zona de dis-  
25 minución de presión, se forman allí polímeros de peso mole-  
cular mucho más elevado que el peso molecular medio del po-  
límero fabricado.

30 La presencia de estos polímeros de muy alto peso  
molecular hace al polímero inadecuado para la fabricación

1 de productos tales como películas o fibras.

5 Con el fin de evitar los inconvenientes antes mencionados, ya se ha propuesto el impedir la post-polimerización en las instalaciones situadas aguas abajo del recinto de polimerización, por adición de inhibidores de polimerización a la mezcla de reacción procedente de la polimerización, y que contiene el catalizador y el monómero que no ha reaccionado.

10 Así es como se ha propuesto ya la adición de agua como agente de desactivación líquido a esta mezcla, en particular en la zona de disminución de la presión antes mencionada. Esta técnica, sin embargo, no es satisfactoria cuando el medio orgánico contiene un diluyente hidrocarbónico líquido. En efecto, se forman en esas condiciones una fase orgánica y una fase acuosa diferenciadas, lo que hace

15 difícil la recuperación correcta del polímero por los medios físicos tradicionales de separación, tales como centrifugación. Además, cuando los catalizadores utilizados comprenden haluros de metales de transición, esta adición de agua provoca su hidrólisis con liberación de haluros

20 ácidos corrosivos. Se ha intentado neutralizar estos haluros ácidos utilizando como agente de desactivación no agua, sino una solución acuosa de un compuesto alcalino, lo más frecuentemente sosa; sin embargo, cuando el catalizador utilizado comprende un compuesto organometálico de un metal anfótero (lo más a menudo un compuesto de organoaluminio)

25 la presencia del compuesto alcalino hace subir el pH del medio, e implica la precipitación de hidróxido de metal anfótero (aluminio), teniendo como consecuencia la formación de incrustaciones en las instalaciones y la presen-

30

1 cia de una fase sólida, conjuntamente con las fases orgánica y acuosa antes mencionadas, lo que complica aún más la recuperación del polímero.

5 Se podría intentar evitar la presencia de dos fases líquidas diferenciadas, no pasando del valor de solubilidad del agua en el diluyente hidrocarbonado, o haciendo uso de vapor de agua. En esas condiciones, sin embargo, no se consigue evitar una corrosión importante, que se manifiesta sobre todo en las instalaciones de recuperación del diluyente hidrocarbonado y del monómero residual.

10 Otros agentes de desactivación líquidos, tradicionalmente utilizados para la depuración de poliolefinas en cuanto a residuos catalíticos, tales como los alcoholes, dicetonas, óxidos de alcoholeno, etc, no pueden convenir, tampoco, cuando la actividad del catalizador utilizado es tal que permite evitar justamente esta depuración. En efecto, la necesidad de recuperar estos agentes reduce a la nada la economía conseguida gracias al empleo de este tipo de catalizador.

20 Por último, se ha intentado evitar los inconvenientes unidos a la utilización de agentes de desactivación líquidos, sustituyéndolos por agentes gaseosos. Sin embargo, con los agentes de desactivación gaseosos conocidos no se ha registrado ningún resultado verdaderamente satisfactorio.

25 Así, la introducción de oxígeno en la mezcla de reacción procedente de la polimerización presenta riesgos, respecto a mezclas explosivas o inflamables que esta última puede crear con el monómero residual o con el diluyente hidrocarbonado líquido. El amoníaco confiere una coloración

30

1 ción indeseable al polímero final. El hemióxido de nitróge  
no se debe utilizar en cantidades muy importantes para im-  
pedir eficazmente la post-polimerización. Por último, el  
dióxido de carbono se debe emplear, igualmente, en canti-  
5 dades muy importantes para detener eficazmente la polime-  
rización. Además, su temperatura de solidificación, rela-  
tivamente elevada bajo presión, implica dificultades tec-  
nológicas tales como taponamientos en el curso de la recu-  
peración del monómero que no ha reaccionado, en particular  
10 cuando esta última se practica por destilación bajo pre-  
sión.

La solicitante ha hallado ahora un procedimiento  
que no presenta ya los inconvenientes mencionados antes, y  
no implica ningún otro.

15 La presente invención se refiere, por tanto, a  
un procedimiento para separar poliolefinas de la mezcla de  
reacción procedente de la polimerización, según el cual se  
añade monóxido de carbono a la mezcla de reacción.

20 El procedimiento según la invención es aplicable  
a cualquier olefina polimerizada a baja presión, con inter-  
vención de un catalizador susceptible de ser envenenado  
por el monóxido de carbono. Este catalizador puede ser,  
por ejemplo, un compuesto de cromo tal como óxido de cro-  
mo hexavalente, depositado sobre un soporte tal como alúmi-  
25 na. El procedimiento según la invención es particularmente  
conveniente, sin embargo, para separar las poliolefinas  
fabricadas con intervención de catalizadores que compren-  
den un compuesto de metal de transición y un compuesto or-  
ganometálico, y más particularmente un compuesto halogena-  
30 do de metal de transición y un compuesto de organoaluminio.

1 - Se han registrado resultados muy buenos en el caso de catalizadores que comprenden compuestos clorados de titanio.

Las poliolefinas que se pueden separar según la invención se obtienen, en general, a partir de alfa-olefinas cuya molécula contiene de 2 a 18, y de preferencia de 2 a 6, átomos de carbono, tales como etileno, propileno, n-buteno-1, n-penteno-1, los metilbutenos-1, n-hexeno-1 y los 3- y 4-metilpentenos-1. El procedimiento según la invención es particularmente interesante en el caso de las poliolefinas cristalinas, tales como el polietileno de alta densidad y los polímeros isotácticos de propileno, butano-1 y 4-metilpenteno-1. Estas poliolefinas pueden ser tanto homopolímeros como copolímeros obtenidos por copolimerización de las olefinas antes mencionadas entre ellas, así como con diolefinas que comprenden de 4 a 18 átomos de carbono. De preferencia, las diolefinas utilizadas en los copolímeros son diolefinas alifáticas no conjugadas tales como hexadieno-1,4, diolefinas monocíclicas no conjugadas tales como 4-vinilciclohexeno, diolefinas alicíclicas que tienen un puente endocíclico, tales como dicitlopentadieno, metilen- y etilen-norborneno, y diolefinas alifáticas conjugadas tales como butadieno o isopreno.

Las poliolefinas a las que se aplica la invención se pueden fabricar según cualquier procedimiento conocido: por polimerización en solución o en suspensión en un diluyente hidrocarbonado inerte, o en masa en uno o varios de los monómeros mantenidos en estado líquido, o también por polimerización en fase gaseosa.

30 Cuando la polimerización se efectúa en fase gaseosa se utilizan ventajosamente reactores en los que la

1 masa de reacción está fluidizada por una corriente gaseosa  
de monómero. Cuando la polimerización se efectúa en suspen-  
sión en los monómeros líquidos, o en el seno de un dilu-  
yente líquido hidrocarbonado inerte, se prefiere trabajar  
5 en un reactor que está constituido por uno o varios recin-  
tos cerrados, provistos de medios de agitación y de dispo-  
sitivos para la evacuación de las calorías. Los reactores  
pueden ser del tipo tubular o de cuba. También se puede  
tratar de reactores tubulares en ciclo cerrado, en los que  
10 la circulación del medio líquido está asegurada por una  
bomba axial. En el caso de varios recintos cerrados, es-  
tos últimos se pueden disponer en paralelo o conectar en  
serie. Estos recintos están provistos de conductos para  
introducción de los constituyentes del medio de polimeri-  
zación, y para toma del efluente. La polimerización se pue-  
15 de efectuar de manera continua o discontinua. Cuando se  
hace uso de un diluyente líquido hidrocarbonado inerte,  
este último se elige generalmente entre los hidrocarburos  
alifáticos o cicloalifáticos tales como butano, pentano,  
hexano, heptano, ciclohexano, metilciclohexano o sus mez-  
20 clas. Igualmente, el diluyente puede ser ventajosamente el  
propio monómero a polimerizar, mantenido en estado líqui-  
do, por ejemplo propileno líquido. La temperatura y la pre-  
sión de polimerización se eligen en función del o de los  
monómeros a polimerizar, y del tipo de polimerización ele-  
25 gido. Se eligen igualmente entre 20 y 200°C y entre la  
presión atmosférica y 50 atmósferas, respectivamente. En  
el caso particular de la polimerización de propileno en  
suspensión en un diluyente hidrocarbonado inerte, se eli-  
30 gen de preferencia, respectivamente, entre 50 y 80°C y en

1   tre 10 y 40 atmósferas, siendo la presión, por supuesto,  
función de la temperatura utilizada. Por último, la poli-  
merización se puede efectuar en presencia de otros aditi-  
vos, tales como agentes de regulación del peso molecular,  
como el hidrógeno, por ejemplo.

5           Según la invención, el monóxido de carbono se aña-  
de a la mezcla de reacción procedente de la polimerización.  
Esta mezcla contiene la poliolefina, el monómero que no ha  
reaccionado, y el catalizador utilizado para la polimeriza-  
ción. Puede contener igualmente diluyente líquido hidrocar-  
10   bonado inerte, así como agente de regulación del peso mole-  
cular.

15           El estado físico de esta mezcla en el momento de  
la adición de monóxido de carbono depende del tipo de poli-  
merización y de los tratamientos que se hagan experimentar  
a esta mezcla tras la polimerización. Lo más a menudo com-  
prende una fase sólida, constituida generalmente por las  
partículas de poliolefina que contiene el catalizador, y  
una fase líquida y/o gaseosa que comprende los otros cons-  
tituyentes, y sobre todo el monómero que no ha reaccionado,  
20   una cierta cantidad de la cual, sin embargo, puede estar  
absorbida por (o adsorbida sobre) las partículas de polio-  
lefinas. Las partículas se pueden hallar en suspensión en  
la fase líquida y/o gaseosa, o estar simplemente en contac-  
25   to con ella, sin estar dispersadas en ella.

30           En ciertos casos particulares, la fase sólida  
puede tener formas distintas de la partícula. Este es el  
caso, por ejemplo, cuando una solución de poliolefina se  
somete a una disminución brusca de presión bajo ciertas  
condiciones de temperatura, presión y concentración, de

1 manera que se solidifique la poliolefina en forma de fibrillas. La invención es igualmente aplicable, mutatis mutandis, a estos casos particulares.

5 La adición del monóxido de carbono a la mezcla de reacción se puede hacer en cualquier momento entre la polimerización y el fin de la separación de las partículas de poliolefinas de los otros constituyentes de la mezcla de reacción, es decir, el momento en que la poliolefina de la fase sólida ya no está en absoluto en contacto con el monómero presente en la fase líquida y/o gaseosa. Cuando la  
10 mezcla de reacción se somete a una disminución de presión, el monóxido de carbono se añade de preferencia al disminuir la presión. Esta disminución de presión se puede efectuar en una sola etapa o en varias etapas a presiones intermedias decrecientes. Se le puede añadir un suplemento de diluyente hidrocarbonado líquido inerte, vapor de agua para  
15 arrastre del monómero residual, o aditivos usuales de los polímeros, tales como estabilizadores, lubricantes, agentes de refuerzo y materias de carga.

20 Según la invención, el monóxido de carbono se puede utilizar sustancialmente puro, o mezclado con otros cuerpos tales como un soporte sólido, sobre el que se adsorbe o en el que se absorbe el monóxido de carbono, o un gas, de preferencia inerte, con el que se mezcla, o un líquido en el que se disuelve. Eventualmente, se le puede mezclar  
25 con otro veneno conocido del catalizador. Para facilitar la dosificación y el control de la cantidad de monóxido de carbono a introducir, se prefiere mezclarlo con un gas inerte tal como nitrógeno, estando entonces la mezcla en estado gaseoso bajo las condiciones en que se añade. Las pro-  
30

1 porciones respectivas de gas inerte y monóxido de carbono  
son cualquiera. Por razones de seguridad, se puede prepara-  
rar, por ejemplo, una mezcla que contiene aproximadamente  
de 5 a 20% en volumen de monóxido de carbono en el gas iner-  
te.

5 La cantidad de monóxido de carbono que hay que  
añadir a la mezcla de reacción depende, evidentemente, de  
su poder para envenenar el catalizador utilizado; esta can-  
tidad puede ser determinada fácilmente por el experto en la  
técnica, habida cuenta del hecho de que es deseable detener  
10 completamente la polimerización en el lapso de tiempo más  
corto posible. La introducción de una cantidad superior de  
la que es necesaria para detener completamente la polimeri-  
zación no presenta inconvenientes, sin embargo. En efecto,  
una ventaja muy importante de la invención procede de que  
15 incluso la adición de una cantidad fuerte de monóxido de  
carbono no confiere ninguna coloración indeseable al polí-  
mero, y no complica en nada la separación ulterior de este  
agente del monómero que no ha reaccionado.

20 En el caso particular preferido de las poliolefi-  
nas fabricadas con intervención de catalizadores que com-  
prenden un compuesto clorado de titanio, para detener com-  
pletamente la polimerización es suficiente con añadir, por  
mol de compuesto de titanio, una cantidad de aproximadamen-  
te 0,1 moles de monóxido de carbono. Con catalizadores su-  
25 peractivos a base de tricloruros de titanio, tales como los  
descritos en la patente belga 780.758, presentada el --  
16.3.1972 a nombre de la solicitante, esta cantidad corres-  
ponde aproximadamente a una concentración de 2 volúmenes  
30 por millón, en relación al monómero.

1 La fase sólida que comprende la poliolefina se  
puede separar de la fase líquida mediante cualquier técnica  
conveniente para esta operación, y por ejemplo por file  
tración, centrifugación o decantación. El propio polímero  
puede experimentar tratamientos usuales, entre otros para  
5 separarlo del diluyente hidrocarbonado líquido inerte even-  
tualmente aún presente, y para secarlo, estabilizarlo y  
granularlo. En cuanto al monómero, se puede recuperar y pu-  
rificar igualmente de manera conocida, por ejemplo por des-  
tilación a presión. En este caso, la utilización de monóxido  
10 de carbono como agente de desactivación resulta particu-  
larmente ventajosa, respecto a la facilidad con que se le  
puede separar del medio. Además, respecto a las muy peque-  
ñas cantidades de este agente que son necesarias para ase-  
gurar la interrupción completa de la polimerización, no hay  
15 que temer ningún problema de toxicidad o de perjuicio para  
el ambiente.

Como se ha mencionado antes, el procedimiento se-  
gún la invención permite evitar de manera simple y elegan-  
te la post-polimerización de las alfa-olefinas en las ins-  
talaciones situadas aguas abajo del recinto de polimeriza-  
ción, y los importantes inconvenientes que implica esta  
20 post-polimerización.

Las poliolefinas sometidas al procedimiento según  
la invención son convenientes para todas las aplicaciones  
25 habituales de estos productos, y sobre todo las más seve-  
ras en lo que se refiere a su homogeneidad, como la fabri-  
cación de películas y fibras.

La invención se ilustra por el ejemplo siguien-  
te.

30

1 Ejemplo

Se polimeriza de manera continua, en un reactor completamente lleno de líquido, provisto de dispositivos de agitación y enfriamiento, propileno disuelto en hexano técnico, a una temperatura de 70°C y bajo una presión de 40 kg/cm<sup>2</sup>, en presencia de un sistema catalítico que comprende partículas de un tricloruro de titanio superactivo cuya preparación está descrita en el ejemplo 1 de la patente belga 780.758, presentada el 16.3.1972 a nombre de la solicitante, y un alcoholaluminio clorado, e hidrógeno como agente modificador del peso molecular. La polimerización se conduce de manera que se retira del reactor, por hora, una mezcla de reacción que comprende 5000 l de hexano en los que están suspendidos 1000 kg de polipropileno esencialmente isotáctico. La productividad del sistema catalítico utilizado es tal que el polipropileno contiene aproximadamente 35 mg de titanio por kg. Este contenido corresponde aproximadamente a 0,73 átomos-gramo de titanio introducidos por hora en el reactor. Por otra parte, la concentración de hidrógeno en el medio de polimerización se regula de manera que se obtiene un polipropileno cuyo índice de fluidez, representativo del peso molecular medio y medido según la norma ASTM D1238 bajo una carga de 2,16 kg a 230°C, es de aproximadamente 10 dg/10 min. Se obtiene así un polipropileno particularmente apto para la transformación a película, por utilización en los métodos clásicos de extrusión.

La mezcla de reacción que sale del reactor de polimerización se somete a disminución de presión en una cuba a presión de 5,5 kg/cm<sup>2</sup> abs. En la cuba de disminu-

1 ción de presión se introducen 50 l normales por hora de  
una mezcla de nitrógeno y monóxido de carbono, que contie  
ne 10% en volumen de este último. Esta cantidad es netamen  
te superior a la cantidad necesaria para desactivar el ca-  
talizador. En efecto, habida cuenta del contenido de cata-  
5 lizador en el medio orgánico, y de la eficacia del monóxi-  
do de carbono, se comprueba que bajo las condiciones antes  
mencionadas 16 l normales por hora de dicha mezcla (o sea  
1,6 l normales de CO/hora) son suficientes para detener  
completamente la polimerización.

10 La suspensión que sale de la cuba de disminución  
de presión se trata luego de manera usual, para recoger el  
polímero fabricado. Este polímero, estabilizado y gramula-  
do de manera conocida, se ha utilizado por extrusión para  
fabricar una película de 200 micras de espesor. Un examen  
15 de una muestra de esta película muestra que responde en  
gran medida a las especificaciones más exigentes defini-  
das para este tipo de artículo.

A título de comparación, se repite la fabrica-  
ción del polipropileno antes identificado, con la única  
20 excepción de que no se introduce mezcla de nitrógeno y  
monóxido de carbono en la cuba de disminución de presión.

El polímero recogido se estabiliza, gramula y  
transforma en película como se ha indicado antes.

25 El examen de una muestra de idénticas dimensio-  
nes a la muestra antes descrita revela la presencia de  
aproximadamente 1000 heterogeneidades, lo que, evidente-  
mente, hace a la película de polipropileno de la que pro-  
cede esta muestra totalmente inaceptable para las aplica-  
30 ciones normales de este tipo de artículo.

1

REIVINDICACIONES

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

1ª.- Procedimiento para la separación de poliolfinas, fabricadas a baja presión, de la mezcla reaccionante procedente de la polimerización, caracterizado porque se añade monóxido de carbono a la mezcla de reacción.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se realiza la polimerización con intervención de un catalizador que comprende un compuesto de metal de transición y un compuesto organometálico.

3ª.- Procedimiento según la reivindicación 2ª, caracterizado porque se realiza la polimerización en presencia de un catalizador que comprende un compuesto halogenado de metal de transición y un compuesto de organoaluminio.

4ª.- Procedimiento según la reivindicación 3ª, caracterizado porque se realiza la polimerización en presencia de un catalizador que comprende un compuesto clorado de titanio.

5ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 4ª, caracterizado porque se realiza la polimerización en presencia de un agente de regulación del peso molecular.

6ª.- Procedimiento según la reivindicación 5ª, caracterizado porque el agente de regulación del peso mo-

1 molecular es hidrógeno.

7ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 6ª, caracterizado porque se utiliza el monóxido de carbono en mezcla con un gas inerte.

5 8ª.- Procedimiento según la reivindicación 7ª, caracterizado porque se emplea nitrógeno como gas inerte.

9ª.- Procedimiento según la reivindicación 4ª, caracterizado porque se utilizan aproximadamente 0,1 moles de monóxido de carbono por mol de compuesto clorado de titanio.

10 10ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 9ª, caracterizado porque se añade el monóxido de carbono antes de que la poliolefina ya no esté en absoluto en contacto con el monómero que no ha reaccionado.

15 11ª.- "PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE POLIOLEFINAS, FABRICADAS A BAJA PRESION DE LA MEZCLA REACCIONANTE PROCEDENTE DE LA POLIMERIZACION".

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

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

Madrid, 20. SET. 1978

P.A.

25

Alberto de Elizaburu  
Por Poderes

30  
CR. 16098

*Ry*