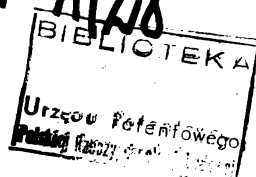


Opublikowano dnia 28 października 1961 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 45141

Kl. 39 ^{64, 1/28} 25/01

Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej*)

Blachownia Śląska, Polska

Sposób otrzymywania stabilnych katalizatorów do bezciśnieniowej polimeryzacji olefin

Patent trwa od dnia 6 lipca 1959 r.

Znany jest sposób bezciśnieniowej polimeryzacji olefin w obecności katalizatorów sporządzanych przez zmieszanie związków metaloorganicznych z chlorkami metali grup IV—VI układu okresowego. Wzajemny stosunek obu składników katalizatorów tego typu, decyduje o ciężarze drobinowym i wydajności uzyskiwanych poliolefin. Jednakże na skutek dużej wrażliwości na wilgoć, tlen i inne zanieczyszczenia, stosowane związki metaloorganiczne ulegają częściowemu rozkładowi w czasie sporządzania, przechowywania i przetłaczania katalizatorów, co powoduje zmiany w założonym stosunku obu komponentów i w efekcie nie pozwala na uzyskanie pełnej powtarzalności wyników w zakresie wydajności i ciężarów drobinowych otrzymywanych poliolefin.

Dalszą trudność stanowi przechowywanie i operowanie omawianymi katalizatorami w związku z ich samozapalnością, wybuchowością w zetknięciu z wodą oraz silnie parzącym działaniem.

Sposób według wynalazku pozwala na uzyskanie stabilnych katalizatorów metaloorganicznych nie wrażliwych na tlen i wilgoć oraz zachowujących stały, niezmienny stosunek obu składników, pozwalający na uzyskanie pełnej powtarzalności wyników, przy równoczesnym zachowaniu pełnej ich aktywności w warunkach polimeryzacji.

Sposób według wynalazku polega na sporządzaniu stałych roztworów katalizatora, utworzonego przez reakcję związku metaloorganicznego z chlorkami metali grup IV—VI, w stałym węglowodorze o temperaturze topnienia powyżej 50°C, takim jak np. makroparafina, wosk polietylenowy, parafina twarda itp. W tym celu, do stopionego węglowodoru wprowadza się podczas mieszania oba składniki, które w tych

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są mgr Janusz Bereś, doc. mgr inż. Józef Oblój, mgr inż. Maria Szczurek i Janina Karkoszka.

warunkach rozpuszczają się w środowisku reakcji i reagując z sobą, tworzą właściwy katalizator do polimeryzacji olefin. Uzyskany produkt wlewa się następnie w atmosferze azotu do odpowiednich form, najlepiej w postaci walca lub bloku i pozostawia do zastygnięcia. W celu dalszego podniesienia stabilności, może on być jeszcze dodatkowo pokryty cienką warstwą stałego węglowodoru.

Proces polimeryzacji w obecności katalizatora otrzymanego sposobem według wynalazku prowadzi się w normalnie stosowanych warunkach, to jest w temperaturze około 60°C, przy użyciu węglowodorowego rozpuszczalnika. Po zakończeniu polimeryzacji produkt odsącza na gorąco w temperaturze 60–80°C i przemywa według ogólnie przyjętych metod. Wydzielony z oziębnego przesącza stały węglowódor zwraca się do sporządzania katalizatora.

Przykład. Do 40 g makroparafiny z syntezy Fischera-Tropscha o temperaturze topnienia 90°C, stopionej w kolbie szklanej, dodano w atmosferze azotu 10 ml dwuetylochloroglinu, 4 ml czterochlorku tytanu i mieszając ogrzewa w 100°C przez 30 minut. Produkt przelano do form, otrzymując po zastygnięciu około 50 g katalizatora w postaci łasek o średnicy 10 mm.

5 g otrzymanego katalizatora, przechowywanego w atmosferze azotu, rozpuszczono w temperaturze 70°C w 300 ml benzyny ekstrakcyjnej, a następnie mieszając doprowadzano etylen. Polimeryzację prowadzono przez 2 godziny w temperaturze 70°C, uzyskując po przesączeniu na gorąco i przemyciu metanolem, 15 g polietylenu o lepkości zredukowanej 6,81.

W przypadku pozostawienia mieszaniny reagentów przez 3 dni w atmosferze wilgotnego powietrza, uzyskano 15 g polietylenu o lepkości zredukowanej 6,87.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania stabilnych katalizatorów do bezciśnieniowej polimeryzacji olefin, znamienny tym, że reakcję między związkiem metaloorganicznym a chlorkiem metalu grupy IV–VI układu okresowego pierwiastków prowadzi się w środowisku stałego węglowodoru o temperaturze topnienia powyżej 50°C w stanie stopionym, a uzyskany produkt zestala się następnie w odpowiednich formach w atmosferze azotu.

Instytut Ciężkiej Syntezy
Organicznej

