(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 307 563**

(51) Int. Cl.:
C08F 4/654 (2006.01)
C08F 10/00 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Número de solicitud europea: **01270558 .8**
(96) Fecha de presentación : **10.12.2001**
(97) Número de publicación de la solicitud: **1353962**
(97) Fecha de publicación de la solicitud: **22.10.2003**

(54) Título: **Procedimiento continuo para la preparación de componentes catalíticos sólidos para la polimerización de α-olefinas.**

(30) Prioridad: **15.12.2000 EP 00204541**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.12.2008

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.12.2008

(73) Titular/es: **Basell Poliolefine Italia S.R.L.**
Via Pergolesi 25
20124 Milano, IT

(72) Inventor/es: **Covezzi, Massimo;**
Fait, Anna y
Di Benedetto, Almerinda

(74) Agente: **Isern Jara, Jorge**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

Venta de fascículos: Oficina Española de Patentes y Marcas. Pº de la Castellana, 75 – 28071 Madrid

DESCRIPCIÓN

Procedimiento continuo para la preparación de componentes catalíticos sólidos para la polimerización de α-olefinas.

El presente invento se refiere a un procedimiento para la preparación de un componente sólido de un catalizador de alto rendimiento para la polimerización de α-olefinas.

Catalizadores heterogéneos de alto rendimiento para la polimerización de olefinas puede obtenerse, por ejemplo, poniendo en contacto:

- un componente catalítico sólido obtenido poniendo en

  contacto un compuesto de titanio que comprende por lo menos un enlace titanio-halógeno con un soporte sólido que comprende un haluro de magnesio o un compuesto apto para reaccionar con el compuesto de titanio antes citado para dar un haluro de magnesio;

- un compuesto organometálico de aluminio; y opcionalmente

- un compuesto donador de electrones (donador externo).

La reacción antes citada puede llevarse a cabo en presencia de otro compuesto donador de electrones (donador interno). Esto es necesario cuando se produce un catalizador para la polimerización estereoespecífica de propileno o α-olefinas superiores.

Se obtienen componentes catalíticos sólidos útiles haciendo reaccionar $TiCl_4$ con un soporte constituido por un compuesto de magnesio que puede ser un dihaluro de magnesio, tal como $MgCl_2$, o un alcoholato o haloalcoholatos de magnesio, tal como cloruro de etoximagnesio o dietoximagnesio. Se prefiere particularmente soportes constituidos por aductos de $MgCl_2$ con alcoholes alifáticos, tal como etanol, en forma de partículas esféricas.

Se conoce que la preparación de estos componentes catalíticos sólidos se lleva a cabo en un reactor de partidas. El uso de un reactor de partidas proporciona problemas debido a la formación de sub-productos que se derivan de la reacción del compuesto de titanio con el compuesto de magnesio y con el compuesto donador de electrones, de estar presente. Este hecho limita la concentración de sólidos (con respecto al compuesto de titanio líquido) que puede utilizarse en la etapa de contacto y requiere muchas etapas de lavado del componente obtenido. Por consiguiente, la preparación de componentes catalíticos sólidos en reactor de partidas requiere prolongados tiempos de residencia, grandes volúmenes de reactor y grandes cantidades de compuesto de titanio líquido, elevado así los costos de producción. Además la presencia de concentraciones sensibles de dichos sub-productos afecta la actividad catalítica y su estereoespecificidad, cuando se polimeriza propileno o α-olefinas superiores.

Con el objeto de simplificar la preparación de estos componentes catalíticos la patente italiana nº 1.188.169 sugiere filtrar un líquido que comprende un compuesto de titanio halogenado a través de un soporte sólido constituido por un haluro de magnesio en forma activa. Sin embargo, debido a que la filtración consiste del flujo de gravedad de un líquido a través de espacios porosos e intersticios de partículas sólidas, la composición del líquido filtrante varía mientras fluye a través del sólido y la concentración del sistema distando de ser uniforme. Además el proceso de filtración descrito en esta patente italiana no permite obtener un catalizador dotado de actividad satisfactoria.

Se ha encontrado ahora que llevando a cabo la preparación del componente catalítico anterior en una forma continua y seleccionando apropiadamente las condiciones operativas en la etapa de titanación, disminuyen los inconvenientes debido a la presencia de sub-productos y aumenta la productividad del propio proceso. Además los catalizadores finales están dotados de altas prestaciones respecto a actividad y estereoespecificidad.

Por consiguiente constituye un objeto del presente invento un procedimiento para la preparación de un componente catalítico sólido para la polimerización de olefinas, comprendiendo dicho procedimiento las etapas de:

- alimentar continuamente un líquido conteniendo un

  compuesto de titanio que tiene por lo menos un enlace titanio-halógeno en un recipiente que contiene una suspensión de un sólido que comprende un haluro de magnesio, y

- descargar continuamente líquido del recipiente,

en donde la suspensión se mantiene bajo agitación adecuada de modo que se obtenga sustancial uniformidad de concentración a través del recipiente.

En el procedimiento del presente invento la concentración del sólido se mantiene dentro de la gama entre 80 y 300 g/l, de preferencia entre 100 y 250 g/l, y el producto entre el tiempo de residencia medio del líquido en el recipiente y la concentración del sólido se mantiene inferior a 10.000 min·g/l, de preferencia inferior a 5.000 min·g/l.

Con el fin de mantener dicho producto a un valor inferior a 10.000 min*g/l, el tiempo de residencia medio del líquido en el recipiente es de preferencia inferior a 60 min, mas preferentemente inferior a 50 min, y puede ser ventajoso mantenerse aún por debajo de 30 minutos.

Puede obtenerse una uniformidad sustancial de concentración del sólido a través del recipiente utilizando un dispositivo de agitación efectivo, como, por ejemplo, un agitador mecánico.

En oposición a la mezcla limitada del líquido que fluye bajo la acción de la gravedad en un modo de flujo en corriente continua en la filtración, la técnica adoptada en el procedimiento del presente invento hace posible obtener una mezcla íntima del contenido del reactor. La uniformidad de concentración resultante, y también de la temperatura, a través del reactor confirma la mejor efectividad y eficacia del procedimiento. El presente reactor proporciona el patrón de mezcla ideal descrito por G.F. Froment y K.B. Bishoffr en el capítulo 10 de "Chemical Reactor Analysis and Design" John Whiley & Sons (1979).

La retirada continua de líquido del recipiente es necesario separar el líquido de los sólidos en la suspensión. Esto puede obtenerse por medio de técnicas de separación apropiadas, particularmente mediante filtración o centrifugación. Elementos de separación apropiados son filtros y se disponen generalmente en el interior del recipiente pero pueden tenerse disponerse fuera del recipiente. Alternativamente puede utilizarse una centrífuga o un hidrociclón.

Puede adicionarse un compuesto donador de electrones (donador interno) al soporte antes o durante el contacto con el compuesto de titanio. Puede adicionarse también junto con el líquido que contiene el compuesto de titanio.

Un compuesto de titanio preferido es $TiCl_4$.

El sólido que comprende el haluro de magnesio puede suspenderse ventajosamente en un líquido que puede ser un compuesto de titanio, un compuesto orgánico o una mezcla respectiva.

Alternativamente puede introducirse un compuesto de magnesio apto para dar un haluro de magnesio sólido mediante reacción con dicho compuesto de titanio en el recipiente y reaccionar con dicho compuesto de titanio.

Compuestos de magnesio preferidos son haluros de magnesio, tal como $MgCl_2$, o compuestos aptos para dar $MgCl_2$ mediante reacción con el compuesto de titanio. Compuestos de magnesio particularmente preferidos son aductos de magnesio con un alcohol alifático, de preferencia etanol. Se prefiere que el haluro de magnesio esté en forma activa y que el compuesto de magnesio sea apto para dar un haluro de magnesio en su forma activa cuando reacciona con el compuesto de Ti. Como es bien conocido en el campo de catalizadores Ziegler-Natta, "cloruro de magnesio en forma activa" significa cloruro de magnesio caracterizado por espectro de rayos X en donde la línea de difracción mas intensa que aparece en el espectro del haluro no activo disminuye en intensidad y se sustituye por un haluro cuya intensidad máxima se desplaza hacia ángulos inferiores respecto a los de la línea mas intensa. Compuestos de magnesio particularmente preferidos son aductos esferiformes $MgCl_2$/etanol con diámetro medio en la gama de entre 0,1 y 150 μm, mas preferentemente entre 1 y 100 μm.

Compuestos donadores de electrones apropiados para la preparación del componente catalítico sólido puede seleccionarse entre éteres, ésteres, cetonas, amidas, aminas terciarias. Una clase preferida de donadores es la de los ésteres mono- o di-alquílicos de ácidos carboxílicos aromáticos, tal como diisobutilftalato o etilbenzoato.

Se prefiere que la alimentación de líquido al recipiente durante el tratamiento de contacto contenga, por lo menos desde cierto tiempo en adelante, una sustancia orgánica líquida que tenga constante dieléctrica a 20ºC igual o superior a 2 tal como las descritas en EP-106.141. Sustancias orgánicas líquidas preferidas son hidrocarburos aromáticos o halohidrocarburos aromáticos. El empleo de halohidrocarburos aromáticos, tal como hidrocarburos aromáticos clorados, puede conducir a actividades superiores. En el caso de hidrocarburos no halogenados se prefiere particularmente tolueno y etilbenceno. Una composición apropiada para la alimentación de fase líquida al recipiente en una mezcla equimolecular del compuesto de titanio y de un hidrocarburo aromático.

La temperatura de contacto inicial del líquido que comprende un compuesto de titanio con el soporte sólido está generalmente en la gama de entre 0 y 50ºC. Esta temperatura se eleva gradualmente hasta el valor para mantenerse en la gama de 40ºC a 200ºC, de preferencia entre 80ºC y 135ºC.

La alimentación del compuesto donador de electrones se lleva a cabo, de preferencia cuando la temperatura del recipiente oscila entre 0ºC y 80ºC, mas preferentemente entre 20ºC y 60ºC.

Como ejemplo, se ofrece a continuación un esquema típico para la preparación de un componente catalítico para la polimerización estereoespecífica de propileno de conformidad con el procedimiento del invento.

- se carga un recipiente con $TiCl_4$ a una temperatura de 0ºC;
- luego se carga el soporte sólido ($MgCl_2$*nEtOH, en donde n es de 0,1 a 6;
- luego se eleva gradualmente la temperatura hasta 40ºC;

- a continuación se alimenta el donador de electrones (por ejemplo diisobutilftalato);

- a continuación se alimenta de modo continuo $TiCl_4$ y se extrae de forma continua la fase líquida para mantener la concentración de sólidos a 200 g/l, siendo el tiempo de residencia medio del líquido 15 minutos, mientras que la temperatura se eleva gradualmente hasta 120ºC;

- cuando se alcanza la temperatura de 120ºC, alimentándose de modo continuo la composición del líquido se cambia a una mezcla de un hidrocarburo aromático líquido y $TiCl_4$ en partes iguales en volumen, siendo el tiempo de residencia medio del líquido 15 minutos y manteniéndose constante durante 1 hora la concentración de sólidos y la temperatura;

- después de este tiempo se interrumpe la alimentación de líquido y se separa la fase de líquido;

- por último se lava el sólido con tolueno a 100ºC y luego 5 veces con hexano a 60ºC.

Una forma de proceder alternativa es cargar el recipiente con $TiCl_4$ a 10ºC, luego introducir el soporte sólido y el donador de electrones, mantenerlo durante 1 hora a 10ºC y luego se inicia la alimentación continua del $TiCl_4$ y se conduce el proceso como antes.

De conformidad con una modalidad preferida el procedimiento puede llevarse a cabo como sigue:

- se carga un recipiente con un disolvente orgánico (por ejemplo heptano o tolueno) a 10ºC;

- luego se carga el soporte sólido ($MgCl_2$*nEtOH, en donde n es de 0,1 a 6;

- a continuación se alimenta de modo continuo $TiCl_4$ y se extrae de forma continua la fase líquida para mantener la concentración de sólidos entre 100 y 200 g/l, siendo el tiempo de residencia medio del líquido inferior a 50 minutos, mientras que la temperatura se mantiene a 10ºC;

- a continuación se introduce el donador de electrones en alrededor de 10-30 minutos;

- después de 1 hora se eleva la temperatura hasta alrededor de 110ºC y se mantiene durante otra hora, mientras prosigue la alimentación de $TiCl_4$;

- después de dicho tiempo se interrumpe la alimentación de líquido y se separa la fase líquida;

- por último se lava el sólido con tolueno a 100ºC y luego 5 veces con hexano a 60ºC.

Se ha encontrado que catalizadores obtenidos con el último procedimiento son generalmente aptos para dar polímeros dotados con mayor porosidad.

Los componentes catalíticos producidos con el procedimiento del presente invento se utilizan generalmente después de ponerse en contacto con un compuesto de aluminio tal como un trialquil aluminio o un hidruro de alquil aluminio. Un compuesto comunmente utilizado es trietil-aluminio. Particularmente cuando se producen polímeros estereoespecíficos se pone en contacto un donador de electrones (donador externo) con el componente catalítico sólido antes de la polimerización. El compuesto donador externo puede ser igual o diferente del donador interno. Compuestos preferidos son compuestos de sílice conteniendo por lo menos un enlace Si-OR (siendo R un radical hidrocarebónico). Los catalizadores obtenibles de los componentes catalíticos sólidos preparados con el procedimiento del presente invento son particularmente apropiados para homo- o co-polimerizar α-olefinas de la fórmula CH_2-CHR, en donde R es hidrógeno o un radical de alquilo, cicloalquilo, arilo, arilalquilo o alquilarilo con 1 a 12 átomos de carbono. Un campo preferido de aplicación es la producción de (co)polímeros de propileno estereo-específicos.

Los ejemplos que siguen ampliarán la ilustración del presente invento sin limitar su alcance.

Caracterizaciones

Indice isotáctico: insolubilidad en xileno a 25ºC.

Densidad de masa: DIN-53794

Porosidad: determinada sumergiendo una cantidad conocida de la muestra en una cantidad conocida de mercurio en el interior de un dilatómetro y luego aumentando gradualmente la presión de mercurio hidraúlicamente. La presión de introducción del mercurio en los poros es función del diámetro del poro. Las mediciones se efectuaron utilizando un "Porosímetro serie 2000" de Carlo Erba. La porosidad, distribución del poro y área superficial se calcularon a partir de los datos de disminución del volumen de mercurio y de los valores de la presión aplicada.

Preparación del soporte sólido

Se preparó un soporte sólido constituido por un aducto de $MgCl_2$*2.1C_2H_5OH siguiendo el procedimiento descrito en el ejemplo 1 de EP A 728 769, de página 12, línea 55 a página 13 línea 13.

Preparación del componente catalítico sólido

Ejemplo 1

Se cargaron 1000 ml de $TiCl_4$ en un reactor de vidrio d 1,7 l con camisa, provisto de un agitador mecánico y filtro.

La temperatura interna se llevó hasta 0ºC haciendo recircular un líquido refrigerante en la camisa del reactor. Luego se cargaron 200 g de soporte sólido en el reactor mantenido bajo flujo de nitrógeno. Se suspendió el sólido operando el agitador a una velocidad adecuada para obtener una suspensión homogénea y para minimizar la resistencia a la transferencia de material y calor. La temperatura interna se llevó luego a 40ºC en 80 minutos, a un ratio constante de cambio de temperatura. Durante esta operación se generó HCl que se separó mediante flujo de nitrógeno.

Cuando la temperatura se alcanzó se alimentaron al reactor 40 g de diisobutilftalato (DIBP) con una bomba dosificadora, en 12 minutos, mientras se mantenía el reactor bajo agitación. Después de terminar la introducción de diisobutilftalato se alimentó $TiCl_4$ a un ratio de 4 l/h y se extrajo continuamente el líquido del reactor para mantener constante el volumen inicial de la suspensión. Se precalentó la corriente que entra en el reactor para mejorar el control de la temperatura interna. Se filtró el líquido extraído para retener el sólido en el reactor. Desde el inicio de la alimentación de $TiCl_4$ se aumentó la temperatura a un ratio de 1,5ºC/min. Cuando se alcanzó la temperatura de 115ºC se cambió la composición de la corriente que entra en el reactor alimentando luego 4 l/h de una mezcla 1:1 en volumen de $TiCl_4$ y tolueno durante 1 horas, mientras se mantenía la temperatura a 115ºC. Luego se interrumpió la agitación y se dejó sedimentar el sólido. Se separó el líquido mediante sifonación y se sometió el sólido a seis lavados de partidas, la primera de las cuales se llevó a cabo en tolueno (1 l) a 90ºC durante 5 minutos bajo agitación y las cinco siguientes en hexano (1 l) a 60ºC, cada una durante 5 minutos bajo agitación.

El catalizador se descargó como suspensión en hexano y se secó bajo vacío a 40ºC durante 90 minutos.

La composición del producto obtenido se ofrece en la Tabla 1.

Ejemplo 2

El ejemplo se llevó a cabo de igual modo que el ejemplo 1, a excepción de que se alimentó 1 l/h En lugar de 4 l/h de $TiCl_4$.

Ejemplo 3

El ejemplo se llevó a cabo de igual modo que en el ejemplo 1, a excepción de que, durante la alimentación de una corriente de $TiCl_4$ al reactor la temperatura se elevó hasta 120ºC al mismo ratio de aumento de temperatura y, luego, una mezcla molar 1:1 de $TiCl_4$ y etilbenceno se alimenta a un ratio de flujo de 4 1/h durante 40 minutos, mientras se mantenía la temperatura a 120ºC (en lugar de la mezcla de $TiCl_4$/tolueno).

Los lavados se llevaron a cabo como en el ejemplo 1 a excepción de que el primero de los seis lavados se llevó a cabo con etilbenceno en lugar de tolueno.

La composición del producto obtenido se ofrece en la Tabla 1.

Ejemplo 4

El ejemplo se llevó a cabo de igual modo que en el ejemplo 1 a excepción de que se cargaron 100 g de soporte sólido en lugar de 200, 12 g de DIBP en lugar de 40, durante la alimentación del vapor de $TiCl_4$ al reactor, la temperatura se elevó hasta 120ºC al mismo ratio de aumento de temperatura y se mantuvo a 120ºC durante 1 horas y se alimentó 1,5 l/h en lugar de 4 de $TiCl_4$.

Se omitió el primero de los seis lavados del ejemplo 1.

La composición del producto obtenido se ofrece en la Tabla 1.

Ejemplo 5

Las operaciones se llevaron a cabo como en el ejemplo 1, a excepción de que, después de adicionar el diisobutilftalato y antes de alimentar la corriente de $TiCl_4$ la temperatura se incrementó a un ratio de 1,5ºC/minuto hasta alcanzar la temperatura de 110ºC. Durante la alimentación de la corriente de $TiCl_4$ la temperatura se elevó adicionalmente hasta 120ºC al mismo ratio de aumento.

Cuando se alcanzó la temperatura de 120ºC se cambió la composición de la corriente que entra en el reactor, alimentando luego 4 l/h de una mezcla 1:1 en volumen de $TiCl_4$ y tolueno durante 1 hora, mientras se mantenía la temperatura constante. Las etapas de lavado se llevaron a cabo luego como en el ejemplo 1.

La composición del producto obtenido se ofrece en la Tabla 1.

Ejemplo 6

Se cargaron 1600 ml de tolueno en un reactor de vidrio de 2,0 l con camisa, provisto con agitador mecánico y un filtro. La temperatura interna se llevó hasta 10ºC, haciendo recircular un líquido refrigerante en la camisa del reactor. Luego se cargó en el reactor, mantenido bajo flujo de nitrógeno, 165 g de soporte sólido. Se suspendió el sólido operando el agitador a una velocidad adecuada para obtener una suspensión homogénea y para minimizar la resistencia a la transferencia de material y calor.

Se alimentó luego $TiCl_4$ por medio de una bomba dosificadora a un ratio de 2 l/h y se extrajo del reactor el líquido de forma continua para mantener constante el volumen inicial de la suspensión. La corriente que entra en el reactor se pre-calentó para mejorar el control de la temperatura interna. Después de 1 hora a 10ºC se introdujeron 20 g de diisobutilftalato mediante otra bomba dosificadora a 107ºC en 180 minutos a un ratio de aumento constante. El líquido extraído se filtró para retener el sólido en el reactor. La temperatura se mantuvo a 107ºC durante 20 minutos mas.

Luego se interrumpió la agitación se dejó sedimentar el sólido. Se separó el líquido mediante sifonación y se sometió el sólido a ocho lavados de partidas, las primeras tres se llevaron a cabo en tolueno (1,5 l) a 90ºC, cada una durante 5 minutos bajo agitación y las siguientes cinco en hexano (1,5 l) a 60ºC durante 5 minutos cada una bajo agitación.

Se descargó el catalizador como suspensión en hexano y se secó bajo vacío a 40ºC durante 90 minutos.

La composición del producto obtenido se proporciona en la Tabla 1.

Ejemplo 7

Se cargaron 1600 ml de heptano en un reactor de vidrio de 2000 ml con camisa, provisto con agitador mecánico, y un filtró.

La temperatura interna se llevó hasta 10ºC, haciendo recircular un líquido refrigerante en la camisa del reactor. Luego se cargaron 160 g de soporte sólido en el reactor mantenido bajo flujo de nitrógeno. Se suspendió el sólido operando el agitador a una velocidad adecuada para obtener una suspensión homogénea y minimizar la resistencia a la transferencia de material y calor.

Se alimentó luego $TiCl_4$ por medio de una bomba dosificadora a un ratio de 2 l/h y se extrajo continuamente el líquido del reactor para mantener constante el volumen inicial de la suspensión. La corriente que entra en el reactor se pre-calentó para mejorar el control de la temperatura interna. Después de 1 hora a 10ºC se introdujeron 20 g de diisobutilftalato mediante otra bomba dosificadora en 28 minutos. Después de otra hora a una temperatura constante de 10ºC se elevó la temperatura hasta 115ºC en 140 minutos a un ratio de aumento constante. Se filtró el líquido retirado para retener el sólido en el reactor. La temperatura se mantuvo a 107ºC durante otros 50 minutos.

Luego se interrumpió la agitación se dejó sedimentar el sólido. Se separó el líquido mediante sifonación y se sometió el sólido a ocho lavados de partidas, las primeras tres se llevaron a cabo en tolueno (1,5 l) a 90ºC, cada una durante 5 minutos bajo agitación y las siguientes cinco en hexano (1,5 l) a 60ºC durante 5 minutos cada una bajo agitación.

Se descargó el catalizador como suspensión en hexano y se secó bajo vacío a 40ºC durante 90 minutos.

La composición del producto obtenido se proporciona en la Tabla 1.

Polimerizaciones con los componentes catalíticos de los ejemplos 1-7

Se llevaron a cabo siete pruebas de polimerización con cada uno de los componentes catalíticos sólidos preparados en los ejemplos 1-7 de conformidad con el procedimiento siguiente.

En una autoclave de acero de 4 litros equipada con agitador mecánico y con camisa para control de la temperatura, se introdujo a 30ºC, bajo atmósfera de propileno, 20 ml de hexano anhidro, 0,76 g de $Al(C_2H_5)_3$, 0,335 mmol (0,063 g) de ciclohexil-metil-dimetoxiisilano (como donador externo) y el componente catalítico sólido, siendo la relación molar Al/donador 20. Luego se introdujeron 1200 g de propileno líquido, 1000 Nml de hidrógeno, se elevó la temperatura hasta 780ºC y se mantuvo a dicho valor durante 2 horas.

Luego se interrumpió la polimerización mediante despresurización y rápido enfriamiento del reactor.

El polímero obtenido se recogió, secó en un horno durante 3 horas y pesó para calcular el rendimiento.

Los datos relativos a los productos obtenidos con cada uno de los componentes catalíticos se dan en la Tabla 2.

TABLA 1

Ej.	Conc. de soporte (g/l $TiCl_4$)	Tiempo de residencia medio del líquido de alimentación (min)	Mg/DIBP (mol/mol)	Comp. de catalizador				
				Mg	Tl	Cl	DIBP	EtOH
1	200	15	7,15	16,8	3,26	59,8	17,0	0,10
2	200	60	7,15	15.51	3,50	57,3	7,15	1,3
3	200	15	7,15	16,8	3,6	60,9	9,4	0,50
4	100	40	12	15,5	3,3	56,1	14,3	0,53
5	200	15	7,15	17,5	4,5	63,3	7,1	0,85
6	100	48	7,15	16,1	3,25	69,1	11,8	1,87
7	100	48	7,15	17,4	3,7	63,4	12,9	1,4

TABLA 2

Catalizador (Ejemplo)	Rendimiento (Kg/g)	Indice isotáctico	Densidad de Masa (g/ml)	Porosidad (V/V %)
1	60	98,4	0,446	
2	37	97,3	0.421	
3	58	97.3	0,395	
4	52	98,1	0,47	
5	47	96,7	0,397	
6	53	96,5	0,356	28,6
7	41	95,5	0,38	11,3

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la preparación de un componente catalítico sólido para la polimerización de olefinas, cuyo procedimiento comprende las etapas de:

- alimentar de forma continua un líquido que contiene un compuesto de titanio que tiene por lo menos un enlace de titanio-halógeno en un recipiente conteniendo una suspensión de un soporte sólido que comprende un haluro de magnesio, y

- descargar de modo continuo líquido del recipiente,

en donde la suspensión se mantiene bajo agitación adecuada de modo que se obtenga sustancial uniformidad de concentración a través del recipiente.

2. El procedimiento, de conformidad con la reivindicación 1, en donde la concentración del sólido se mantiene dentro de la gama de entre 80 y 300 g/l, de preferencia entre 100 y 250 g/l, y el producto entre el tiempo de residencia medio del líquido en el recipiente y la concentración del sólido se mantiene inferior a 10.000 min·g/l, de preferencia inferior a 5.000 min·g/l.

3. El procedimiento, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el tiempo de residencia medio del líquido en el recipiente es inferior a 60 min.

4. El procedimiento, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el sólido que comprende un haluro de magnesio se suspende en un líquido elegido entre un compuesto de titanio, un compuesto orgánico o una mezcla de estos.

5. El procedimiento, de conformidad con la reivindicación 1, en donde dicha suspensión de un sólido que comprende un dihaluro de magnesio se obtiene haciendo reaccionar en dicho recipiente un compuesto de magnesio con dicho compuesto de titanio.

6. El procedimiento, de conformidad con la reivindicación 1, en donde el compuesto de titanio es tetracloruro de titanio.

7. El procedimiento, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el soporte sólido comprende un aducto de dicloruro de magnesio/etanol.

8. El procedimiento, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el líquido que se alimenta de modo continuo al recipiente comprende una sustancia orgánica líquida que tiene constante dieléctrica a 20ºC igual o superior a 2.

9. El procedimiento, de conformidad con la reivindicación 8, en donde la sustancia orgánica es tolueno o etilbenceno.

10. El procedimiento, de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde se adiciona un compuesto donador de electrones al soporte sólido antes o durante la puesta en contacto con el compuesto de titanio.