



NORGE

[NO]

**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

[B] (11) UTLEGNINGSSKRIFT Nr. 141015

(51) Int. Cl.² C 08 F 10/14, C 08 F 4/64

(21) Patentsøknad nr. 740867

(22) Inngitt 12.03.74

(23) Løpedag 12.03.74

(41) Ålment tilgjengelig fra 13.09.74

(44) Søknaden utlagt, utlegningsskrift utgitt 17.09.79

(30) Prioritet begjært 12.03.73, Italia, nr. 21456 A/73

(54) Oppfinnelsens benevnelse Fremgangsmåte for fremstilling av flytende polymerer med høy viskositet ved polymerisering av n- α -olefiner.

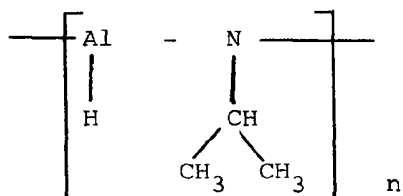
(71)(73) Søker/Patenthaver SNAM PROGETTI S.P.A.,
Corso Venezia 16,
I-Milano,
Italia.

(72) Oppfinner PIERLEONE GIROTTI,
RENATO TESEI,
TELEMACO FLORIS,
alle: San Donato Milanese,
Italia.

(74) Fullmektig Siv.ing. Audun Kristensen,
J.K. Thorsens Patentbureau, Oslo.

(56) Anførte publikasjoner USA (US) patent nr. 3467639 (260-88.2)

Den foreliggende oppfinnelse angår en fremgangsmåte for fremstilling av flytende polymerer med høy viskositet på mellom 250 og 15000 cSt ved 99°C ved polymerisering enten av blandinger av n- α -olefiner fra C₈ opp til C₁₀ som skriver seg fra voks-cracking eller av et enkelt C₈, C₉ eller C₁₀ n- α -olefin med den generelle formel R-CH=CH₂, hvori R inneholder fra 6 til 8 karbonatomer, og det særegne ved fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen er at det ved polymeriseringen anvendes et katalytisk system som utgjøres av TiCl₄ og et polyiminoalan med formelen

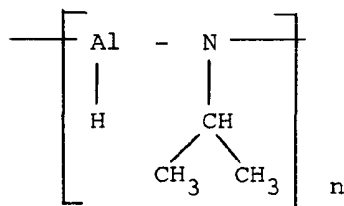


hvori n er et helt tall på høyst 50, foretrukket mellom 4 og 25, og at katalysatorsystemet dannes, enten in situ, foretrukket uten et løsningsmiddel i løpet av et tidsrom på fra 5 til 60 minutter, eller forhånd-dannes i et oppløsningsmiddel, ved en temperatur mellom 0 og 150°C, idet polymeriseringen gjennomføres i en inert atmosfære eller i det minste delvis erstattet med en hydrogenatmosfære med et manometrisk hydrogentrykk på opptil 1 kg/cm², idet vektforholdet mellom α -olefiner og TiCl₄ er fra 50 til 200 og molforholdet mellom polyiminoalan og TiCl₄ er mellom 1,3 og 5, idet polymeriseringen gjennomføres i løpet av 1 til 6 timer, foretrukket i løpet av omtrent 3 timer, og avbrytes ved tilsetning av metylalkohol og HCl, og vaskes med vann, og produktet destilleres til slutt ved en temperatur opp til 175°C og det produkt

som koker høyere enn 175°C separeres som det ønskede produkt.

Fremgangsmåter for polymerisasjon av α -olefiner for fremstilling av syntetiske smøremidler er kjente, og disse metoder anvender et katalytisk system bestående av en forbindelse av et overgangsmetall fra gruppene IV - VIII i det periodiske system og en aluminiumforbindelse, som er en lineær polyimin-polymer (polyiminoalan eller PIA) under et hydrogentrykk fra 2 til 100 kg/cm^2 , eller i nærvær av alkylaluminiumklorider som regulerende midler for molekulvekten.

Polyiminoaluminiumforbindelser av denne type har formelen



hvor n er et helt tall ikke høyere enn 50, fortrinnsvis mellom 4 og 25.

Det er nå funnet at det ved bruk av det samme katalytiske system, nemlig TiCl_4/PIA , men ved å anvende en inert atmosfære eller i det minste en delvis hydrogenatmosfære opp til et manometrisk hydrogentrykk lik 1 kg/cm^2 , kan polymerisasjonsreaksjonen foregå normalt under oppnåelse av høyt utbytte av polymerer, som har en vesentlig høyere molekulvekt og er mer viskøse og har en meget lavere prosentandel av dimerer enn tilsvarende polymerer fremstilt ved andre metoder.

Ved den foreliggende fremgangsmåte er det mulig å anvende enten en inert atmosfære (f.eks. nitrogen) for oppnåelse av polymerer med meget høy viskositet, eller anvendelse av en delvis hydrogenatmosfære under et hydrogentrykk på opp til 1 kg/cm^2 , for oppnåelse av høyt utbytte av polymerer med viskositet som kan nå meget høye verdier.

Vektforholdet mellom α -olefiner og TiCl_4 , og likeledes molforholdet polyiminoalan/titantetraklorid, vanligvis angitt som molforholdet H/Ti, er innbyrdes avhengige og varierer hovedsakelig som en funksjon av tilførte n- α -olefiner og av de forskjellige forurensninger.

Vektforholdet olefiner/ TiCl_4 ligger mellom 50:1 og 2000:1. Jo høyere dette forhold er desto renere er de tilførte α -olefiner. Generelt ved å øke vektforholdet olefiner/ TiCl_4 , nemlig ved å senke mengden av titantetrahalogenider, øker også molforholdet H/Ti, hvilket forhold ligger mellom 1,3 og 5. Tendensen til å øke et slikt forhold er mindre når det anvendes tilførselsstrømmer med høy renhet. Det vil si at når det anvendes tilførselsstrømmer som f.eks. 1-decen som er mer konsentrert på n- α -olefiner i forhold til blandinger av α -olefiner som kommer fra parafinvokscracking, kan det benyttes mindre mengder både av TiCl_4 og av polyiminoalan.

Hvis det som tilførselsstrøm anvendes et α -olefin med høy renhet, som f.eks. 1-decen, har de polymerer som oppnås vanligvis en meget høyere viskositet enn de polymerer som oppnås fra blandinger av α -olefiner oppnådd fra parafinvoks-cracking. Ved samme tilførselsstrøm kan viskositeten justeres ved å variere reduksjonstemperaturen for TiCl_4 ved hjelp av polyiminoalan, dvs. den temperatur hvor det katalytiske kompleks dannes. Hvis denne temperatur er høy, f.eks. mellom 60 og 150°C og fortrinnsvis mellom 80 og 120°C oppnås en meget høyere viskositet i polymerene enn for polymerer oppnådd når denne temperatur er lav, f.eks. fra 0 til 25°C.

Etter at dannelsen av det katalytiske kompleks er fullført finner polymerisasjonen sted og denne gjennomføres, for en bestemt tid, ved en temperatur fortrinnsvis mellom 80 og 120°C. Hvis polymerisasjonen foregår ved en lav temperatur, f.eks. ved 25°C, blir utbyttet og også viskositeten av den oppnådde polymer vesentlig lavere.

141015

4

Tilsetningen av polyiminoalan til TiCl_4 , dvs. reduksjonsreaksjonen av TiCl_4 , med samtidig dannelse av det katalytiske kompleks, kan ifølge den foreliggende fremgangsmåte også utføres meget langsomt, dvs. dråpevis, f.eks. over et tidsrom av 1 time.

Under slike betingelser oppnås polymerer med meget høy viskositet.

Dannelsen av det katalytiske kompleks utføres fortrinnsvis i selve olefinene, dvs. "in situ" uten noen fortynning med løsningsmiddel.

På den annen side, hvis olefinene fortynnes med et løsningsmiddel eller hvis det katalytiske kompleks er "dannet på forhånd" i løsningsmidlet, blir utbyttet av oppnådd polymer lavere og gir dessuten polymerer med lavere viskositet.

De hydrokarboner som kan benyttes som løsningsmidler er: n-heptan, cykloheksan, benzen, klorbenzen og/eller homologe forbindelser eller blandinger derav.

Polymerisasjonstiden varierer fra 1 til 6 timer, og det anvendes fortrinnsvis en tid på 3 timer.

Utbyttene av omsatt produkt, dvs. med utelukkelse av ikke-reagert monomer, varierer vanligvis fra 68 til 78 vektprosent, hvis det som tilførsel av olefiner anvendes en blanding fra parafinvoks-cracking med en renhet av n- α -olefiner = 80 %. De nevnte utbytter stiger opp til 94 vektprosent hvis tilførselsstrømmen består av et renere produkt, f.eks. n- α -olefiner, som f.eks. 1-decen.

Viskositeten ved 99°C (210°F) av de oppnådde polymerer varierer mellom 250 cSt og 15000 cSt. Molekylvekten (osmometrisk metode) ligger mellom 1000 og 3000.

Ved utførelse av fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen må reaksjonskaret renses godt, tørkes og spyles med tørr gass, f.eks. nitrogen eller hydrogen.

α -olefinene i tilførselsstrømmen må underkastes en luftfjerning og dehydratisering og deretter renses, f.eks. ved hjelp av en behandling med den samme katalysator i brukt tilstand, eller med vannfri TiCl_4 eller ved filtrering gjennom silisiumoksyd og/eller molekylsikter.

Sammensetningen og egenskapene til de α -olefiner som benyttes som tilførselsstrøm ved den foreliggende fremgangsmåte angis i tabellene I og II.

TABELL I

Tilførsel: blanding av kommersielle α -olefiner ($\text{C}_8 - \text{C}_{10}$) fra parafinvoks-cracking.

	<u>Vektprosent</u>
Olefiner iso- C_8	0,82
n- α -olefiner C_8	14,42
olefiner iso- C_9	5,21
n-olefin C_9	37,81
olefiner iso- C_{10}	9,95
n- α -olefiner C_{10}	28,18
olefiner iso- C_{11}	<u>3,61</u>
	100,00
 Totalt n- α -olefiner	 80,41 %
Spesifikk egenvekt for blandingen ved 20°C	0,741
Brytningsindeks, n_D^{20}	1,4217
bromtall, g/100g	125

TABELL II

Tilførsel: 1-decen

	<u>Vektprosent</u>
Olefiner iso- C_{10}	1,44
n- α -olefiner C_{10}	95,19
olefiner iso- C_{11}	<u>3,37</u>
	100,00

141015

6

Spesifikk egenvekt ved 20°C	0,741
Brytningsindeks, n_D^{20}	1,4232
Bromtall, g/100 g	114

Tilsvarende som α -olefinene og eventuelle løsningsmidler må alle komponenter i det katalytiske system holdes i en atmosfære av tørr nitrogen.

Nedenfor følger en del eksempler som beskriver oppfinnelsen ytterligere.

Eksempler 1, 2 og 3

I en reaktor med volum 2 liter og forsynt med en rører og med en kappe for sirkulasjon av en temperaturregulerende væske, omhyggelig tørket, tømt for luft og spylt med tørr hydrogengass, innføres 1 liter (741 g) α -olefiner fra parafinvoks-cracking med fra 8 til 10 karbonatomer, som er renset med $TiCl_4$. Deretter innføres 9,3 ml 2,1 mol løsning i heksan av $TiCl_4$, hvorved vektforholdet mellom olefiner og $TiCl_4$ blir 200:1.

Deretter, etter temperaturregulering av olefinene og $TiCl_4$ til en temperatur på 80°C under samtidig omrøring over et tidsrom av omtrent 5 minutter innføres en molar løsning av poly- (N-iso-propyliminoalan) i heksan, i slike mengder at det oppnås et molforhold H/Ti på 2,5 i eksempel 1, 2,75 i eksempel 2 og 3,0 i eksempel 3. (som tilsvarende henholdsvis 48,8 ml, 53,7 ml og 58,6 ml av en 1,0 molar løsning av PIA, poly-imino-alan). Deretter innstilles autoklaven på et H_2 -trykk 0,15 kg/cm², målt med manometer, og temperaturen holdes på 80°C under hele polymerisasjonen, som varer i 3 timer.

Polymeriseringen bringes til opphør ved først å tilsette metylalkohol, deretter konsentrert HCl og tilslutt vann. Den nederste vandige fase tappes ut og mer metylalkohol tilsettes, hvorefter omrøring foretas og den vandige fase tømmes ut. Denne operasjon gjentas inntil den vandige fase er nøytral.

Polymerisasjonsproduktet avdestilleres deretter ved en topp-temperatur på 175°C , og derved oppnås det omdannede produkt som har et kokepunkt høyere enn 175°C og som er produktet oppnådd ifølge oppfinnelsen.

I eksempel 1 oppnås et utbytte på 72 vektprosent polymer med en viskositet ved 99°C på 1030 cSt. I eksempel 2 oppnås et utbytte på 78 vektprosent og en viskositet ved 99°C på 1160 cSt. I eksempel 3 oppnås et utbytte på 75 vektprosent og en viskositet ved 99°C på 1450 cSt. Molekylvekten, bestemt ved osmometrisk metode, av polymeren fra eksempel 2, med viskositet på 1160 cSt ved 99°C , var 1350.

Eksempler 4 og 5

Disse eksempler utføres under samme betingelser som eksempel 2 (olefiner/ TiCl_4 -forhold = 200:1, molforholdet H/Ti = 2,75, dannelsesstemperatur for det katalytiske kompleks og for polymerisasjonen = 80°C , tid = 3 timer) med den eneste forskjell at hydrogentrykket, målt med manometer, var 1 kg/cm^2 i eksempel 4 og 2 kg/cm^2 i eksempel 5.

Etter at polymerisasjonsproduktene er behandlet på samme måte som i foregående eksempler, oppnås et utbytte av polymeren i eksempel 4 på 75 vektprosent med en viskositet = 1090 cSt ved 99°C , mens det i eksempel 5 oppnås et utbytte av polymer = 73 vektprosent med en viskositet = 250 cSt ved 99°C .

Disse resultater viste at viskositeten av polymeren forble høy ved anvendelse av et hydrogentrykk opp til 1 kg/cm^2 , mens viskositeten avtok vesentlig ved anvendelse av et hydrogentrykk på 2 kg/cm^2 .

Eksempel 6

Dette eksempel utføres med samme betingelser som i eksempel 2 (forholdet: olefiner/ TiCl_4 = 200:1, molforholdet HTi = 2,75, dannelsesstemperatur for det katalytiske kompleks og temperaturen for polymerisasjonen var 80°C , polymerisasjonstid: 3 timer)

med den variasjon at hydrogenet var erstattet med en inert gass og polymerisasjonen ble utført under et nitrogentrykk lik $0,15 \text{ kg/cm}^2$.

Polymerutbyttet var 56 vektprosent med en viskositet = 2050 cSt ved 99°C .

Ved å sammenligne disse resultater med dem som oppnås i eksempel 2 kan det fastsettes at når hydrogen erstattes med nitrogen oppnås lavere utbytte, mens viskositeten øker.

Eksempler 7 og 8

Disse eksempler utføres med samme betingelser som i eksempel 2 (forholdet: olefiner/ TiCl_4 = 200:1 og molforholdet: H/Ti = 2,75, hydrogentrykk = $0,15 \text{ kg/cm}^2$) med den forskjell at reduksjonstemperaturen for TiCl_4 med hensyn til polyiminoalan med relativ dannelse av det katalytiske kompleks var 0°C i eksempel 7 og 25°C i eksempel 8.

I begge tilfeller fikk temperaturen gradvis stige opp til 80°C og polymerisasjonen ble utført over 3 timer.

I eksempel 7 oppnås et utbytte av polymer = 70 % med en viskositet = 305 cSt ved 99°C og i eksempel 8 oppnås et utbytte av polymer = 73 % med en viskositet = 660 cSt ved 99°C .

Disse resultater viste at når reaksjonen av TiCl_4 -reduksjon ble utført ved lav temperatur, så hadde de oppnådde polymerer en meget lavere viskositet og utbytter litt mindre enn i tilfellet hvor reduksjonen foregikk ved 80°C .

Eksempel 9

Dette eksempel utføres med samme betingelser som i eksempel 2 (vektforhold: olefiner/ TiCl_4 = 200:1, molforhold: H/Ti = 2,75, reduksjonstemperatur for TiCl_4 = 80°C , hydrogentrykk = $0,15 \text{ kg/cm}^2$, polymerisasjonstid = 3 timer) med den unntagelse at temperaturen for polymerisasjonen var 120°C .

Polymerutbyttet var 79 % med viskositet = 1100 cSt ved 99°C.

Således er det mulig å fastsette at temperaturen for polymerisasjonen også kan være 120°C.

Eksempel 10

Dette eksempel utføres på samme måte som i eksempel 8 (vektforholdet: olefiner/TiCl₄ = 200:1, molforholdet: H/Ti = 2,75, reduksjonstemperatur for TiCl₄ = 25°C, hydrogentrykk = 0,15 kg/cm², tid = 3 timer) med den variasjon at polymerisasjonstemperaturen var 25°C.

Utbyttet av polymer var 23°C med viskositet = 790 cSt ved 99°C.

Av dette er det mulig å fastsette at reduksjonstemperaturen for TiCl₄ = 25°C og polymerisasjonstemperatur = 25°C gir utbytter og viskositeter som er vesentlig lavere enn tidligere oppnådd.

Eksempler 11, 12 og 13

Disse eksempler utføres på samme måte som i eksempel 2 (vektforholdet: olefiner/TiCl₄ = 200:1, reduksjonstemperatur for TiCl₄ og polymerisasjonstemperatur = 80°C, hydrogentrykk = 0,15 kg/cm²). Molforholdene: H/Ti og volum av den 1,0 molare løsning av PIA var som følger:

	Molforhold <u>H/Ti</u>	1,0 molar PIA-løsning <u>(ml)</u>
Eksempel 11	2,5	48,8
Eksempel 12	3,0	58,6
Eksempel 13	3,5	68,3

Variasjonen i forhold til tidligere eksempler besto i at tilsetningen av løsningen av polyiminoalan i 1 liter olefiner som inneholder 9,3 ml av den 1,0 molarer løsning av TiCl₄, ble utført i løpet av 1 time.

I eksempel 11 oppnås et utbytte av polymer = 64 % med viskositet lik 5330 cSt ved 99°C. I eksempel 12 oppnås et utbytte = 70 vektprosent med en viskositet = 8950 cSt ved 99°C. I eksempel 13 oppnås et utbytte = 68 vektprosent ved en viskositet = 14900 cSt ved 99°C.

Fra disse resultater er det mulig å fastslå at den langsomme tilsetning av polyiminoalan i vesentlig grad øket viskositeten av polymeren og dessuten at viskositeten øket vesentlig med økende forhold H/Ti.

Eksempler 14 og 15

Disse eksempler utføres med samme betingelser som i eksempel 2 (vektforhold: olefiner/TiCl₄ = 200:1, molforholdet: H/Ti = 2,75) med den forskjell at det katalytiske kompleks i eksempel 14 dannes "in situ" ved 80°C i 1 liter olefiner fortynnet med 500 ml n-heptan, mens i eksempel 15 var det katalytiske kompleks dannet på forhånd ved 80°C i 500 ml n-heptan, hvorefter 1 liter olefiner tilsettes gradvis. I begge tilfeller utføres polymerisasjonen ved 80°C, ved et hydrogentrykk = 0,15 kg/cm² og ved en polymerisasjonstid = 3 timer.

I eksempel 14 oppnås et utbytte av polymer = 65 vektprosent med en viskositet = 990 cSt ved 99°C. I eksempel 15 oppnås et utbytte av polymer = 52 vektprosent med viskositet = 750 cSt ved 99°C.

Fra disse resultater kan det fastslås at i nærvær av et løsningsmiddel oppnås lavere utbytter og viskositeter enn det som oppnås hvis det katalytiske kompleks er dannet på forhånd før tilsetningen av olefinene.

Eksempler 16 og 17

Disse eksempler utføres på samme måte som i de foregående ved å starte med 1 liter α -olefiner med fra 8 til 10 karbonatomer oppnådd fra parafinvoks-cracking, men ved å benytte følgende forhold:

Eksempel	Vektforhold: Olefiner/TiCl ₄	2,1 molar løsning av TiCl ₄ (ml)	Molforhold H/Ti	1,0 molar PIA løsning (ml)
16	50	37,2	1,9	143,4
17	350	5,3	4,0	44,6

På samme måte som i eksemplene 1, 2 og 3 dannes katalysatoren "in situ", idet dannelsesstemperaturen for det katalytiske kompleks og polymerisasjonen var 80°C, hydrogentrykket = 0,15 kg/cm² og polymerisasjonstiden = 3 timer.

I eksempel 16 oppnås et utbytte av polymer = 76 % med en viskositet = 1410 cSt ved 99°C. I eksempel 17 oppnås et polymerutbytte = 68 % med en viskositet = 2460 cSt ved 99°C. Disse resultater viser i sammenligning med resultatene fra eksemplene 1, 2 og 3 at med lave forhold av olefiner/TiCl₄ så kan det anvendes lavere molforhold H/Ti, mens det for høyere molforhold av olefiner/TiCl₄ må anvendes høyere molforhold av H/Ti.

I dette siste tilfelle oppnås en polymer med høy viskositet, men med lavere utbytte.

Eksempler 18, 19, 20 og 21

Disse eksempler utføres ved anvendelse av en tilførsel = 1 liter 1-decen (741 g) med en renhet av n-α-decen = 95 %. Forholdene mellom to komponenter i katalysatoren var som følger:

Eksempel	Vektforhold olefiner/TiCl ₄	2,1 molar løsning av TiCl ₄ (ml)	Molforhold H/Ti	1,0 molar PIA løsning (ml)
18	200	9,3	1,5	29,3
19	500	3,7	2,1	16,4
20	1000	1,9	3,5	17,3
21	2000	0,9	4,5	8,8

På samme måte som i eksempel 8 utføres dannelsen av det katalytiske kompleks "in situ" ved 25°C, hvorefter temperaturen økes

141015

12

til å holdes ved 80°C i 3 timer. Hydrogentrykket var $0,15 \text{ kg/cm}^2$.

De oppnådde resultater var følgende:

	Utbytte (vektprosent)	Viskositet cSt ved 99°C (210°F)
Eksempel 18	94	4550
Eksempel 19	94	3150
Eksempel 20	78	1200
Eksempel 21	32	970

Ved å sammenligne resultatene oppnådd i eksemplene 18, 19 og 20 med resultatene fra eksempel 8 kan det fastslås at det ved anvendelse av en tilførselsstrøm med høy renhet av α -olefiner var mulig å anvende meget lavere mengder av katalysator, hovedsakelig av polyiminoalan, og samtidig oppnå utbytter og viskositeter som er mye høyere.

Eksempler 22 og 23

Disse eksempler utføres ved bruk av en tilførsel på 1 liter 1-decen (741 g) med renhet med hensyn til n- α -olefiner = 95 %. De anvendte forhold var følgende:

Eksempel	Vektforhold olefiner/ TiCl_4	2,1 molar løsning av TiCl_4 (ml)	Molforhold H/Ti	1,0 molar PIA løsning (ml)
22	100	9,3	1,3	25,4
23	500	3,7	1,8	14,0

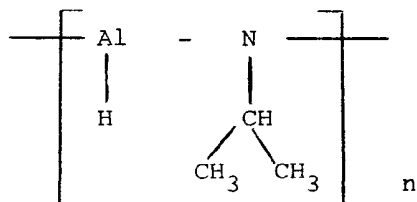
Dannelsen av det katalytiske kompleks utføres "in situ" ved 80°C og polymerisasjonstemperaturen var også 80°C , tiden 3 timer og hydrogentrykket = $0,15 \text{ kg/cm}^2$.

I eksempel 22 oppnås et utbytte = 93 % av en polymer med viskositet = 12240 cSt ved 99°C . I eksempel 23 oppnås en polymer med utbytte = 92 % og med en viskositet = 7540 cSt ved 99°C .

Disse resultater sammenlignet med resultatene fra eksemplene 18 og 19 viste at en dannelselse av det katalytiske kompleks ved høyere temperatur (80°C i stedet for 25°C) gjorde det mulig å anvende lavere mengder av PIA og samtidig oppnå høyt utbytte av polymer med meget høy viskositet.

PATENTKRAV

1. Fremgangsmåte for fremstilling av flytende polymerer med høy viskositet, på mellom 250 og 15000 cSt ved 99°C , ved polymerisering enten av blandinger av n- α -olefiner fra C_8 opp til C_{10} som skriver seg fra voks-cracking eller av et enkelt C_8 , C_9 eller C_{10} n- α -olefin med den generelle formel $\text{R}-\text{CH}=\text{CH}_2$, hvori R inneholder fra 6 til 8 karbonatomer, k a r a k t e r i s e r t v e d at det ved polymeriseringen anvendes et katalytisk system som utgjøres av TiCl_4 og et polyiminoalan med formelen



hvori n er et helt tall på høyst 50, foretrukket mellom 4 og 25, og at katalysatorsystemet dannes enten in situ, foretrukket uten et løsningsmiddel i løpet av et tidsrom på fra 5 til 60 minutter, eller forhånd-dannes i et oppløsningsmiddel, ved en temperatur på mellom 0 og 150°C , idet polymeriseringen gjennomføres i en inert atmosfære eller i det minste delvis erstattet med en hydrogenatmosfære med et manometrisk hydrogentrykk på opptil 1 kg/cm^2 , idet vektforholdet mellom α -olefiner og TiCl_4 er fra 50 til 200 og molforholdet mellom polyiminoalan og TiCl_4 er mellom 1,3 og 5, idet polymeriseringen gjennomføres i løpet av 1 til 6 timer, foretrukket i løpet av omtrent 3 timer, og avbrytes ved tilsetning av metylalkohol og HCl , og vaskes med vann, og produktet destilleres til slutt ved en temperatur opptil 175°C og det produkt som koker høyere enn 175°C separeres som det ønskede produkt.

141015

14

2. Fremgangsmåte som angitt i krav 1,
k a r a k t e r i s e r t v e d at polymerisasjonstempera-
turen holdes mellom 25 og 150°C, foretrukket i området 80 til
120°C.