



CONFEDERAZIONE SVIZZERA

UFFICIO FEDERALE DELLA PROPRIETÀ INTELLETTUALE

 (51) Int. Cl.²: C 08 F
C 08 F

 10/00
4/52


(12) FASCICOLO DEL BREVETTO A5

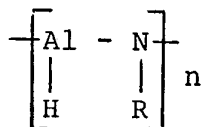
615 687

(21) Numero della domanda: 3384/74	(73) Titolare/Titolari: SNAMPROGETTI S.P.A., Milano (IT)
(22) Data di deposito: 11.03.1974	
(30) Priorità: 12.03.1973 IT 21456/73	(72) Inventore/Inventori: Pierleone Girotti, San Donato Milanese (IT) Renato Tesei, San Donato Milanese (IT) Telemaco Floris, San Donato Milanese (IT)
(24) Brevetto rilasciato il: 15.02.1980	
(45) Fascicolo del brevetto pubblicato il: 15.02.1980	(74) Mandatario: Dr. A.R. Egli & Co., Patentanwälte, Zürich

(54) Procedimento per la preparazione di polimeri liquidi ad elevata viscosità.

(57) Per la preparazione catalitica di polimeri liquidi ad elevata viscosità si usa un sistema catalitico speciale.

Detto sistema catalitico è formato da un catalizzatore comprendente un composto di un metallo di transizione dal IV allo VIII gruppo del sistema periodico. In più il sistema comprende un composto di alluminio, che è un polimero lineare poliimminico. Detto polimero, è il poliimminoalano di formula



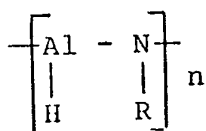
dove n è un numero intero non superiore a 50, preferibilmente compreso fra 4 e 25 ed R è un radicale idrocarburico.

I polimeri liquidi ad alta viscosità sono ottenuti mediante polimerizzazione in atmosfera inerte o almeno parzialmente sostituita con idrogeno. La polimerizzazione procede con alte rese di polimeri a peso molecolare molto alto.

RIVENDICAZIONI

1. Procedimento per la preparazione catalitica di polimeri liquidi ad elevata viscosità, tra 250 cSt e 15 000 cSt a 100°C, mediante polimerizzazione sia di miscele di n-alfa-olefine provenienti dal «wax-cracking» sia di singole n-alfa-olefine, aventi formula generale $R-CH=CH_2$, dove R è un radicale alchilico contenente da 2 a 16 atomi di carbonio, caratterizzato dal fatto che

- il sistema catalitico usato per effettuare la polimerizzazione è formato da un catalizzatore comprendente un composto di un metallo di transizione dal IV all'VIII gruppo del sistema periodico ed un composto di alluminio, che è un polimero lineare poliimmínico, il poliimmínicoalano, di formula



dove n è un numero intero non superiore a 50 ed R è un radicale idrocarburico e

- la polimerizzazione di dette olefine, viene effettuata mediante il sopradetto sistema catalitico.

2. Procedimento come da rivendicazione 1, caratterizzato dal fatto che la polimerizzazione avviene in atmosfera inerte o almeno parzialmente sostituita con idrogeno fino ad una pressione manometrica di idrogeno di 1 kg/cm².

3. Procedimento come dalle rivendicazioni 1 e 2, in cui il rapporto in peso alfa-olefine/composto del metallo di transizione varia da 50 a 2000.

4. Procedimento come dalle rivendicazioni 1, 2 e 3, caratterizzato dal fatto che il rapporto molare tra il poliimmínicoalano ed il composto del metallo di transizione è compreso tra 1,3 e 5.

5. Procedimento come dalle rivendicazioni 1 a 4, caratterizzato dal fatto che il composto del metallo di transizione è scelto tra $TiCl_4$, $TiCl_3$, VCl_4 , $VOCl_3$.

6. Procedimento come dalle rivendicazioni 1 a 5, caratterizzato dal fatto che la temperatura di formazione del complesso catalitico è compresa tra 0°C e 150°C.

7. Procedimento come dalle rivendicazioni 1 a 6, in cui la temperatura di polimerizzazione è compresa tra 25° e 150°C e preferibilmente tra 80° e 120°C.

8. Procedimento come dalle rivendicazioni 1 a 7, caratterizzato dal fatto che il complesso catalitico viene formato «in situ», preferibilmente senza alcuna diluizione con un solvente.

9. Procedimento come dalle rivendicazioni 1 a 8, in cui l'aggiunta del poliimmínicoalano nelle olefine contenenti il composto del metallo di transizione è effettuata in un intervallo di tempo da 5 minuti fino a 60 minuti.

10. Procedimento come dalle rivendicazioni 1 a 9, in cui il complesso catalitico viene «preformato» in un solvente.

11. Procedimento come dalle rivendicazioni 1 a 10, in cui i solventi usati sono n-eptano, cicloesano, benzolo, clorobenzolo e/o loro omologhi o loro miscele.

12. Procedimento come dalle rivendicazioni 1 a 11, caratterizzato dal fatto di essere effettuato in un intervallo di tempo che può variare da 1 ora a 6 ore, preferibilmente essendo impiegato un tempo di 3 ore.

13. Polimeri liquidi ad alta viscosità, ottenuti con il procedimento secondo la rivendicazione 1.

tissima, a partire da miscele di alfa-olefine lineari ottenute dal «wax-cracking» e da singole alfa-olefine lineari aventi formula generale $R-CH=CH_2$, dove R è un radicale alchilico contenente da 2 a 16 atomi di carbonio.

- 5 Sono noti procedimenti di polimerizzazione delle alfa-olefine per la produzione di lubrificanti sintetici che utilizzano un sistema catalitico comprendente un composto di un metallo di transizione dal IV all'VIII gruppo del sistema periodico ed un composto di alluminio che è un polimero lineare poliimmínico (poliimmínicoalano o PIA) sotto una pressione di idrogeno, da 2 a 100 kg/cm², o in presenza di cloruri di alluminio alchili come regolatori del peso molecolare.

Il composto di alluminio poliimmínico ha la formula:



- 20 dove n è un numero intero non superiore a 50, preferibilmente compreso tra 4 e 25, ed R è un radicale alchilico, arilico o cicloalchilico.

Ora si è trovato che, usando lo stesso sistema catalitico $TiCl_4$ /PIA, ma operando in atmosfera inerte o almeno parzialmente sostituita con idrogeno e comunque fino ad una pressione manometrica di idrogeno di 1 kg/cm², la reazione di polimerizzazione può procedere normalmente ottenendo alte rese di polimeri a peso molecolare notevolmente più alto, molto più viscosi e con una percentuale di dimero molto minore.

Il procedimento secondo l'invenzione è specificato nella rivendicazione 1.

Nel procedimento della presente invenzione si può operare sia in atmosfera inerte (per esempio azoto) ottenendo polimeri con viscosità molto elevate, oppure in atmosfera almeno parzialmente sostituita con idrogeno o anche sotto una pressione di H_2 che va fino ad 1 kg/cm², ottenendo alte rese di polimero la cui viscosità, in determinate condizioni, può raggiungere valori elevatissimi.

Il rapporto in peso alfa-olefine/composto del metallo di transizione, generalmente $TiCl_4$ o anche $TiCl_3$, VCl_4 , $VOCl_3$, e così pure il rapporto molare poliimmínicoalano/composto del metallo di transizione, generalmente indicato come rapporto molare H/Ti, sono interdipendenti e variano soprattutto in funzione del contenuto di n-alfa-olefine della carica e delle relative impurezze.

Il rapporto in peso olefine/ $TiCl_4$ può essere compreso tra 50 : 1 e 2000 : 1. Questo rapporto è tanto più alto quanto più le alfa-olefine di carica sono pure. In generale, aumentando il rapporto in peso olefine/ $TiCl_4$, cioè diminuendo la quantità del composto del metallo di transizione, aumenta anche il rapporto molare H/Ti, il cui intervallo può essere compreso tra 1,3 e 5. La tendenza all'aumento di tale rapporto è molto meno marcata quando si opera con cariche di elevata purezza. Ciò significa che quando si adoperano cariche, come l'1-decene, più concentrate in n-alfa-olefine rispetto alle miscele di alfa-olefine provenienti dal «wax-cracking», si possono impiegare quantità molto minori sia di $TiCl_4$ che di poliimmínicoalano.

Se si usa come carica un'alfa-olefina di alta purezza, come per esempio l'1-decene, i polimeri che si ottengono presentano in generale viscosità molto più alte di quelle dei polimeri ottenuti da miscele di alfa-olefine da «wax-cracking». A parità di carica inoltre la viscosità può essere regolata variando la temperatura di riduzione del $TiCl_4$ da parte del poliimmínicoalano, cioè la temperatura alla quale si forma il complesso catalitico: se tale temperatura è alta, per esempio

La presente invenzione si riferisce ad un procedimento per la preparazione di polimeri liquidi con viscosità eleva-

tra 60 e 150°C e preferibilmente tra 80 e 120°C, la viscosità dei polimeri risulta molto superiore a quella dei polimeri ottenuti quando detta temperatura è inferiore, per esempio 0°C o 25°C.

Dopo aver formato il complesso catalitico, ha luogo la polimerizzazione che viene effettuata, per un tempo stabilito, ad una temperatura preferibilmente compresa tra 80° e 120°C. Se la polimerizzazione avviene a bassa temperatura, per esempio 25°C, le rese e così pure la viscosità del polimero sono notevolmente inferiori.

L'aggiunta del poliimminoalano nel $TiCl_4$, cioè la reazione di riduzione del $TiCl_4$, con la contemporanea formazione del complesso catalitico, secondo il processo dell'invenzione, può essere effettuata anche molto lentamente, a goccia a goccia, per esempio in un tempo di un'ora. In queste condizioni si ottengono polimeri con viscosità elevatissime.

La formazione del complesso catalitico viene effettuata preferibilmente nelle stesse olefine, cioè «in situ», senza alcuna diluizione con solvente.

Se invece le olefine vengono diluite con un solvente oppure se il complesso catalitico è «preformato» in solvente, si ottengono rese di polimero inferiori ed anche le viscosità dei polimeri risultano inferiori.

Gli idrocarburi che possono essere usati come solventi sono: n-eptano, cicloesano, benzolo, clorobenzolo e/o loro miscelati o loro miscele.

La durata della polimerizzazione può variare da 2 a 6 ore, preferibilmente essendo impiegato un tempo di 3 ore.

Le rese in prodotto convertito, cioè privato del monomero non reagito, variano generalmente dal 68 al 78% in peso se si usa come carica un taglio di olefine da «wax-cracking» con una purezza in n-alfa-olefine dell'80%. Salgono invece fino al 94% in peso se la carica è costituita da un prodotto più puro in n-alfa-olefine, come per esempio l'1-decene.

Le viscosità a $\sim 100^\circ C$ dei polimeri variano tra 250 cSt e 15 000 cSt. I pesi molecolari (metodo osmotico) sono compresi tra 1 000 e 3 000.

Usando il sistema catalitico della presente invenzione, i recipienti di reazione debbono essere ben puliti, essiccati e flussati con un gas secco, per esempio azoto o idrogeno.

Le alfa-olefine di carica debbono essere sottoposte a deaerazione e disidratazione e poi purificate, per esempio con un trattamento con lo stesso catalizzatore esausto, oppure con $TiCl_4$ anidro, o per percolazione su silice e/o setacci molecolari.

La composizione e le caratteristiche delle alfa-olefine usate come carica nella presente invenzione sono riportate nelle tabelle I e II.

TABELLA I

Carica: miscela di alfa-olefine commerciali $C_8 + C_{10}$
da «wax cracking»

	% peso
5	
Olefine iso- C_8	0,82
n-alfa-olefine C_8	14,42
10	
olefine iso- C_9	5,21
n-alfa-olefine C_9	37,81
olefine iso- C_{10}	9,95
15	
n-alfa-olefine C_{10}	28,18
olefine iso- C_{11}	3,61
	100,00
20	
Totale n-alfa-olefine	80,41%
Peso specifico della miscela, 20°C	0,741
Indice di rifrazione, n_D^{20}	1,4217
25	
Numero di bromo, g/100 g	125

TABELLA II

Carica: 1-decene

	% peso
30	
Olefine iso- C_{10}	1,44
n-alfa-olefine C_{10}	95,19
olefine iso- C_{11}	3,37
35	
	100,00
40	
Peso specifico, 20°C	0,741
Indice di rifrazione, n_D^{20}	1,4232
45	
Numero di bromo, g/100 g	114

Analogamente alle alfa-olefine ed agli eventuali solventi, tutti i componenti del sistema catalitico vanno mantenuti in atmosfera di azoto secco.

A scopo illustrativo, ma non limitativo, della presente invenzione, qui di seguito vengono riportati esempi di polimerizzazioni secondo l'invenzione stessa.

Esempi 1, 2, 3

In un reattore avente la capacità di 2 litri, munito di agitatore e di camicia per la circolazione di liquido termostata-
tante, accuratamente essiccato, deaerato e flussato con idro-
geno secco, si introdusse 1 litro (g 741) di alfa-olefine da
«wax-cracking» nell'intervallo da C_8 a C_{10} , purificate con
60 $TiCl_4$, e quindi 9,3 cc di soluzione 2,1 molare in esano di
 $TiCl_4$, essendo così il rapporto in peso olefine/ $TiCl_4$ di
200 : 1. Successivamente, dopo aver termostato le olefine
ed il $TiCl_4$ alla temperatura di 80°C, si introdusse nel reat-
tore, sotto agitazione, in un tempo di circa 5 minuti, una so-
65 luzione 1,0 molare di poli-(N-isopropilimminoalano) in esano,
in quantità tali da avere rapporti molarli H/Ti di 2,5 nel-
l'esempio 1, di 2,75 nell'esempio 2 e di 3,0 nell'esempio 3 (ri-

spettivamente cc 48,8, cc 53,7 e cc 58,6 della soluzione 1,0 molare di PIA). Si esercitava quindi nell'autoclave una pressione di H_2 di 0,15 kg/cm² al manometro e si manteneva la temperatura a 80°C per tutta la durata della polimerizzazione che era di 3 ore.

Il catalizzatore era poi spento aggiungendo alcool metilico, poi HCl concentrato ed infine acqua. Si scaricava la fase acquosa sottostante e si aggiungeva altro alcool metilico ed acqua, si agitava, si scaricava la fase acquosa, ripetendo l'operazione fino a che la fase acquosa diveniva neutra.

Il prodotto della polimerizzazione era poi distillato fino alla temperatura di testa di 175°C, ottenendo il prodotto convertito con punto di ebollizione superiore a 175°C che costituiva il polimero dell'invenzione.

Nell'esempio 1 si è avuta una resa in polimero del 72 % peso con una viscosità a 210°F di 1030 cSt, nell'esempio 2 una resa del 78 % peso ed una viscosità a ~100°C di 1160 cSt, nell'esempio 3 una resa del 75 % peso ed una viscosità a ~100°C di 1450 cSt. Il peso molecolare, metodo osmometrico, del polimero dell'esempio 2, avente la viscosità di 1160 cSt a ~100°C, era di 1350.

Esempi 4 e 5

Sono stati eseguiti nelle stesse condizioni dell'esempio 2 (rapporto peso olefine/TiCl₄ di 200 : 1, rapporto molare H/Ti di 2,75, temperature di formazione del complesso catalitico e di polimerizzazione 80°C, durata 3 ore) con l'unica differenza che la pressione di H_2 al manometro era di 1 kg/cm² nell'esempio 4, e di 2 kg/cm² nell'esempio 5.

Dopo aver trattato i prodotti della polimerizzazione come negli esempi precedenti, si ottenne nell'esempio 4 una resa in polimero del 75 % in peso con una viscosità di 1090 cSt a ~100°C mentre nell'esempio 5 si ottenne una resa in polimero del 73 % in peso con una viscosità di 250 cSt a ~100°C.

Questi risultati dimostrano che la viscosità del polimero rimane elevata operando fino alla pressione di H_2 di 1 kg/cm², mentre diminuisce notevolmente quando si impiega una pressione di H_2 di 2 kg/cm².

Esempio 6

E' stato eseguito nelle stesse condizioni dell'esempio 2 (rapporto peso olefine/TiCl₄ di 200 : 1, rapporto molare H/Ti di 2,75, temperature di formazione del complesso catalitico e di polimerizzazione 80°C, durata 3 ore) con la variante che l'idrogeno è stato sostituito con un gas inerte e precisamente si è operato sotto una pressione di azoto, al manometro, di 0,15 kg/cm².

La resa in polimero è risultata del 56 % in peso con una viscosità di 2050 cSt a ~100°C.

Confrontando questi risultati con quelli dell'esempio 2 si può dedurre che quando l'idrogeno viene sostituito con l'azoto si ottengono rese inferiori di polimero, mentre la viscosità risulta più elevata.

Esempi 7 e 8

Sono stati eseguiti nelle stesse condizioni dell'esempio 2 (rapporto peso olefine/TiCl₄ di 200 : 1 e rapporto molare H/Ti di 2,75, pressione di H_2 al manometro di 0,15 kg/cm²) con la differenza che la temperatura di riduzione del TiCl₄ da parte del polimminoalano, con relativa formazione del complesso catalitico, era 0°C nell'esempio 7 e 25°C nell'esempio 8.

Successivamente, in ambedue i casi, la temperatura veniva fatta salire a 80°C e la polimerizzazione era effettuata a questa temperatura per la durata di 3 ore.

Nell'esempio 7 si ottenne una resa in polimero del 70 % con una viscosità di 305 cSt a 100°C, nell'esempio 8 una resa in polimero del 73 % con una viscosità di 660 cSt a ~100°C.

Questi risultati dimostrano che quando la reazione di riduzione del TiCl₄ viene effettuata a bassa temperatura si ottengono polimeri con viscosità molto inferiore e con rese leggermente più basse che nel caso in cui la riduzione avvenga a 80°C.

Esempio 9

E' stato effettuato nelle stesse condizioni dell'esempio 2 (rapporto in peso olefine/TiCl₄ di 200 : 1, rapporto molare H/Ti di 2,75, temperatura di riduzione del TiCl₄ 80°C; pressione di idrogeno al manometro di 0,15 kg/cm², durata 3 ore) con la variante che la temperatura di polimerizzazione era 120°C.

La resa in polimero era del 79 % con una viscosità del polimero di 1100 cSt a ~100°C.

Da ciò si può dedurre che la temperatura di polimerizzazione può essere anche di 120°C.

Esempio 10

E' stato eseguito come l'esempio 8 (rapporto in peso olefine/TiCl₄ di 200 : 1, rapporto molare H/Ti di 2,75, temperatura di riduzione del TiCl₄ 25°C, pressione di idrogeno al manometro di 0,15 kg/cm², durata 3 ore) con la variante che la temperatura di polimerizzazione era 25°C.

La resa in polimero era del 23 % con una viscosità del polimero di 790 cSt a ~100°C.

Da ciò si può dedurre che, con temperature di riduzione del TiCl₄ di 25°C e di polimerizzazione di 25°C, le rese e così pure le viscosità del polimero sono notevolmente inferiori.

Esempi 11, 12 e 13

Sono stati eseguiti, come l'esempio 2, a rapporto peso olefine/TiCl₄ di 200 : 1, alla temperatura di riduzione del TiCl₄ e di polimerizzazione di 80°C, pressione di H_2 0,15 kg/cm². I rapporti molari H/Ti ed i volumi di soluzione 1,0 molare di PIA erano i seguenti:

	Rapporto molare H/Ti	cc di soluzione 1,0 molare di PIA
Esempio 11	2,5	48,8
Esempio 12	3,0	58,6
Esempio 13	3,5	68,3

La variante, rispetto agli esempi precedenti, era costituita dal fatto che l'aggiunta della soluzione di polimminoalano nel litro di olefine contenente 9,3 cc di soluzione 2,1 molare di TiCl₄ avveniva nel tempo di 1 ora.

Nell'esempio 11 si ottenne una resa in polimero del 64 % peso con una viscosità di 5330 cSt a ~100°C. Nell'esempio 12 una resa del 70 % peso con una viscosità di 8950 cSt a 210°F. Nell'esempio 13 una resa del 68 % peso con una viscosità di 14 900 cSt a 210°F.

Da tali risultati si può dedurre che l'aggiunta lenta del polimminoalano aumenta moltissimo la viscosità dei polimeri ed inoltre la viscosità aumenta notevolmente con l'aumento del rapporto molare H/Ti.

Esempi 14 e 15

Sono stati eseguiti nelle stesse condizioni dell'esempio 2 (rapporto in peso olefine/TiCl₄ di 200 : 1, rapporto molare

H/Ti di 2,75) con la differenza che il complesso catalitico nell'esempio 14 era formato «in situ» a 80°C in 1 litro di olefine diluite con 500 cc di n-eptano, mentre nell'esempio 15 era «preformato», a 80°C, in 500 cc di n-eptano e poi si aggiungeva 1 litro di olefine. In ambedue i casi la polimerizzazione era effettuata a 80°C, la pressione di H₂ al manometro era 0,15 kg/cm² e la durata 3 ore.

Nell'esempio 14 si è ottenuta una resa di polimero del 65 % peso con una viscosità di 990 cSt a ~100°C. Nell'esempio 15 si è ottenuta una resa di polimero del 52 % peso con una viscosità di 750 cSt a ~100°C.

Da tali risultati si può dedurre che, in presenza di solvente, le rese e le viscosità risultano inferiori e ciò soprattutto se il complesso catalitico viene «preformato» prima della aggiunta delle olefine.

Esempi 16 e 17

Sono stati eseguiti come i precedenti a partire da 1 litro di alfa-olefine C₈ - C₁₀ da «wax-cracking», ma operando con i seguenti rapporti:

Es.	Rapporto peso olefine/TiCl ₄	cc di soluz. 2,1 molare di TiCl ₄	Rapporto molare H/Ti	cc di soluz. 1,0 molare di PIA
16	50	37,2	1,9	148,4
17	350	5,3	4,0	44,6

Come negli esempi 1, 2 e 3 il catalizzatore era formato in «situ», la temperatura di formazione del complesso catalitico e di polimerizzazione era 80°C, la pressione di idrogeno al manometro era 0,15 kg/cm², la durata 3 ore.

Nell'esempio 16 si è ottenuta una resa di polimero del 76 % con una viscosità di 1410 cSt a ~100°C.

Nell'esempio 17 la resa in polimero era del 68 %, con una viscosità di 2460 cSt a ~100°C.

Tali risultati, in confronto con quelli degli esempi 1, 2 e 3 dimostrano che a bassi rapporti in peso olefine/TiCl₄ si possono impiegare rapporti molarari H/Ti inferiori, mentre ad alti rapporti in peso olefine/TiCl₄ il rapporto molare H/Ti deve essere più alto. In quest'ultimo caso si ottiene un polimero con viscosità più elevata ma con rese inferiori.

Esempi 18, 19, 20 e 21

Sono stati eseguiti usando come carica 1 litro di 1-decene (741 g) avente una purezza in n-alfa-decene del 95 %. I rapporti tra i due componenti del catalizzatore erano i seguenti:

Es.	Rapporto peso olefine/TiCl ₄	cc di soluz. 2,1 molare di TiCl ₄	Rapporto molare H/Ti	cc di soluz. 1,0 molare di PIA
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

Come nell'esempio 8, la formazione del complesso catalitico era effettuata «in situ» a 25°C, dopo di che la temperatura veniva aumentata e mantenuta a 80°C per una durata di 3 ore; la pressione di idrogeno al manometro era 0,15 kg/cm².

I risultati ottenuti sono i seguenti:

	Rese in polimero % peso	Viscosità del polimero cSt ~100°C
Esempio 18	94	4550
Esempio 19	94	3150
Esempio 20	78	1200
Esempio 21	32	970

Confrontando i risultati degli esempi 18, 19 e 20 con quelli dell'esempio 8 si deduce che, usando una carica molto più pura in alfa-olefine, si possono impiegare quantità molto inferiori di catalizzatore, specie di polimminoalano, ottenendo rese e viscosità molto più elevate.

Esempi 22 e 23

Sono stati eseguiti usando come carica 1 litro di 1-decene (741 g) avente una purezza in n-alfa-olefine del 95 %. I rapporti impiegati erano i seguenti:

Es.	Rapporto peso olefine/TiCl ₄	cc di soluz. 2,1 molare di TiCl ₄	Rapporto molare H/Ti	cc di soluz. 1,0 molare di PIA
22	200	9,3	1,3	25,4
23	500	3,7	1,8	14,0

La formazione del complesso catalitico era effettuata «in situ» a 80°C e la temperatura di polimerizzazione era anche essa di 80°C, la durata 3 ore, la pressione di idrogeno al manometro 0,15 kg/cm².

Nell'esempio 22 si ottenne una resa del 93 % di polimero con una viscosità a 210°F di 12 240 cSt, nell'esempio 23 una resa di polimero del 92 % con una viscosità a ~100°C di 7 540 cSt.

Questi risultati, confrontati con quelli degli esempi 18 e 19, dimostrano che, formando il complesso catalitico a temperatura più alta (80° contro 25°C), si possono usare quantità inferiori di PIA, ottenendo alte rese di polimero con viscosità elevatissime.